

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

MÔNICA ALINE MAGALHÃES GURGEL

**COMPORTAMENTO MECÂNICO A QUENTE DE UM AÇO DO SISTEMA
Fe-Mn-Al-C COM ADIÇÃO DE NÍÓBIO**

**Rio de Janeiro
2021**

MÔNICA ALINE MAGALHÃES GURGEL

COMPORTAMENTO MECÂNICO A QUENTE DE UM AÇO DO SISTEMA
Fe-Mn-Al-C COM ADIÇÃO DE NIÓBIO

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutora em Ciência dos Materiais.

Orientadora: Prof.^a Andersan dos Santos Paula, D.Sc.
Coorientadores: Prof. Luiz Paulo M. Brandão, D.Sc;
Prof. Luciano Pessanha Moreira, D.Sc.

Rio de Janeiro
2021

©2021

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmар ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

Gurgel, Mônica Aline Magalhães

Comportamento mecânico a quente de um aço do sistema Fe-Mn-Al-C com adição de nióbio.

Mônica Aline Magalhães Gurgel. Rio de Janeiro, 2021.

250 f.:

Orientadores: Andersan dos Santos Paula, Luiz Paulo Mendonça Brandão, Luciano Pessanha Moreira.

Tese (Doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência dos Materiais, 2021.

1. Aço de baixa densidade. 2. Comportamento mecânico a quente. 3. Transformação de fase. 4. Microestrutura. I. Paula, Andersan dos Santos, orient. II. Luiz Paulo Mendonça Brandão, orient. III. Luciano Pessanha Moreira, oriente. IV. Título.

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

MÔNICA ALINE MAGALHÃES GURGEL

**COMPORTAMENTO MECÂNICO A QUENTE DE UM AÇO DO SISTEMA
Fe-Mn-Al-C COM ADIÇÃO DE NIÓBIO**

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutora em Ciência dos Materiais.

Orientadora: Prof^ª. Andersan dos Santos Paula - D.Sc. do IME.

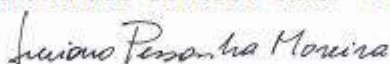
Coorientadores: Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão - D.Sc. do IME.

Prof. Luciano Pessanha Moreira - D.Sc. da UFF.

Aprovada em 16 de julho de 2021 pela seguinte Banca Examinadora:



(Presidente) Prof^ª. Andersan dos Santos Paula – D.Sc. do IME (Orientadora)



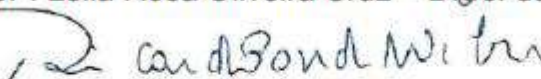
Prof. Luciano Pessanha Moreira – D.Sc. da UFF (Coorientador)



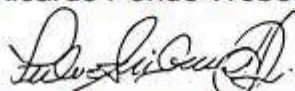
Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão – D.Sc. do IME (Coorientador)



Prof^ª. Leila Rosa Oliveira Cruz – D.Sc. do IME



Prof. Ricardo Pondé Weber – D.Sc. do IME



Fulvio Siciliano Junior – PhD. do IFMA/BR e Dynamic Systems Inc./EUA



Prof. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu – D.Sc. da UFC

Rio de Janeiro
2021

À toda minha família, a minha gratidão
e respeito, por serem especiais.
Muito obrigada por tudo!

AGRADECIMENTOS

A Deus, por ter escondido os mistérios no mundo, possibilitando ao ser humano uma fantástica jornada em busca do conhecimento, por me guiar, me fortalecer nos momentos desafiadores e mostrar o caminho nas horas incertas.

Aos meus pais, pela dedicação e esforços destinados a mim. Obrigada por tudo!

Aos meus irmãos por todo apoio, incentivo e paciência, sem vocês nada seria possível. Obrigada por tudo!

Em especial, a minha orientadora Professora Andersan dos Santos Paula, pela brilhante orientação e dedicação a qual conduz sua profissão, renunciando inúmeras vezes dos seus momentos de descanso para isso. Foram muitos anos, desde o primeiro projeto na UFF até o doutorado, agora tomaremos rumos diferentes, mas saiba que faz parte da minha história. Como costume brincar minha “mãe” acadêmica, serei eternamente grata pelos conselhos, aprendizados, apoio, oportunidades que me permitiu ao longo dessa jornada tanto para meu crescimento profissional quanto pessoal. Muito obrigada por ser companheira em momentos bons e ruins durante essa convivência.

Ao Professor Luiz Paulo Brandão pela orientação e contribuições dadas durante esse trabalho.

Ao Professor Luciano Pessanha pela paciência, apoio, orientação, dedicação e suporte na realização de todos os ensaios na Gleeble.

Ao grande professor Cel Júlio Cesar Soares de Oliveira, *in memoriam*, que dispensou seu tempo para me ajudar em tudo que fosse de seu alcance, por todos os conselhos, conversas e momentos compartilhados.

Ao Eustáquio Baêta pela doação das amostras, por todas as conversas, conselhos, ajudas e auxílios nas análises realizadas para este trabalho.

À *Villares Metals* pela fundição, forjamento e laminação prévia da liga em estudo.

À Indústria de Material Bélico do Brasil (IMBEL)/Fábrica de Material de Comunicação e Eletrônica (FMCE) pelos cortes realizados nas chapas em estudo.

À EEIMVR-UFF por disponibilizar a utilização do simulador termomecânico Gleeble.

Ao doutorando Duílio Norberto Ferronato Leite, por toda dedicação destinada para realização das análises de dilatométrica e compressão plana.

Ao Patrick Boni, por toda paciência e dedicação na confecção dos corpos de prova para os ensaios de dilatométrica.

Ao Rárisson, pela dedicação na elaboração de todos os desenhos para a usinagem dos corpos de prova da compressão plana.

Ao Gilmar, da Erodrath, por todo suporte na realização das usinagens de precisão dos corpos de prova da compressão plana.

Ao Jeferson da Silva Gomes, da Gerdau pelo auxílio e dicas quanto as análises na Gleeble.

Ao Marcos Silva, da Bruker, por ser tão solícito, além de toda paciência e tempo dispensado com as diversas dúvidas e curiosidades quanto as análises de EBSD.

Ao Paulo Falci, por toda paciência e conhecimento compartilhado quanto as operações no microscópio eletrônico de varredura.

Ao Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME, ao Professor Marcelo Prado, ao Flávio Tommasini por toda paciência, conhecimento compartilhado e colaboração na utilização do MEV.

Ao Laboratório de Metalografia do IME.

Ao laboratório de Ensaios Mecânicos e Criogenia do IME, ao técnico Leonardo, que possibilitou os ensaios microdureza Vickers.

Às amigas do Laboratório de DRX, que disponibilizaram seu tempo realizando todos os ensaios de DRX da presente tese: Talita, Julianna e Thaíssa.

Aos docentes da pós-graduação do IME, além dos professores externos André Pinto (*in memoriam*) (CBPF-RJ) e Roberto Avillez (PUC-RJ) por todo conhecimento compartilhado e contribuição inestimável em minha formação.

Ao Fulvio Siciliano por ser tão solícito e por ter aceitado a participação na banca.

Aos membros dessa banca, os professores: Leila, Ricardo, Hamilton e Fulvio que contribuíram diretamente para o desenvolvimento e melhorias da presente tese.

Aos laços de amizade ao longo do doutorado, por todos os momentos compartilhados. Aos amigos que eu venha esquecer de citar nominalmente, peço perdão. Aos amigos: Anderson, Andrey, Ângelo, Arquimedes, Arthur, Bruna, Camila Lopes, Emília, Eustáquio, Flávio, Foluke, Gabriel, Géssica, Hiron, Isabella, Isaque, Juciane, Juliana Diniz, Julianna, karolyne, Laís, Larissa, Leandra, Marina, Matheus,

Náhrima, Naiara, Nathalia, Raphael Aragonês, Raphael, Rebeca, Renato, Ricardo, Rogério, Saulo, Suzana, Suzane, Talita, Tatiane, Thaíssa, Thiago Amaral, Thiago Ferrão, Wesley, Yuri...Muito obrigada por tudo!

Aos amigos da vida, além da acadêmica: Amanda, Max, Ana Cláudia, *The Fours*, Tatiane por sempre me apoiarem e servirem de bons ouvintes nos momentos alegres e tristes.

Aos meus amigos(as) Rodolfo, Suzane, Gabriel, Emília por toda amizade e pelo tempo disponibilizado para a leitura e críticas do presente texto.

Ao Gabriel "Zoonofre" por todas as conversas, sugestões e contribuições durante as análises e discussões para essa Tese.

Em especial ao Rodolfo Teixeira pela amizade e companheirismo durante toda essa jornada, saiba que tudo foi de extrema importância para que eu não desistisse. Obrigada pelas horas dedicadas em me ajudar, pela paciência com minhas reclamações, por sempre fortalecer nessa caminhada e por toda ajuda em cada detalhe dessa Tese.

Ao professor Ladário por toda atenção e preocupação de sempre.

À Dona Norma que participou de diversos momentos, por todos os ensinamentos, conselhos, conversas, pela moradia e convívio durante o doutorado.

Aos professores e funcionários do IME, que participaram de forma direta ou indireta, muito obrigada!

Ao Projeto FAPERJ Processo E-26/010.001920/2015 pelos recursos financeiros para usinagem de precisão dos corpos de prova da compressão plana.

Ao Finep pelo apoio financeiro para aquisição do Simulador termomecânico Gleeble 3500 (MCT/Finep/CT-INFRA-PROINFRA-02/2010, contrato:01.12.0228.03).

Ao Proex/CAPES pelos recursos financeiros para participação em congressos.

À CAPES, pelo fomento da pesquisa no país e pela bolsa de estudo durante este trabalho.

Gratidão!

*“**Resiliência** é muito mais que superação.
É não desistir e nem desanimar
quando todas as circunstâncias levem a isso.
Sem capacidade de resiliência na vida profissional,
não há vitória.”*

Nelson Willians

RESUMO

Reduzir a emissão de poluentes em conjunto com melhorias nos padrões de segurança é um alvo primordial em conceitos modernos de mobilidade. Para atender essa necessidade cada vez maior, o desenvolvimento de aços de baixa densidade, contendo Al, é uma nova fronteira de pesquisa no campo de aplicações automotivas. Essas ligas de baixa densidade do sistema Fe-Mn-Al-C são promissoras, porém apesar de parecer um conceito simples, as questões metalúrgicas subjacentes não são triviais. De tal modo, que existe a necessidade de explorar a metalurgia física e os tratamentos termomecânicos, buscando entender as transformações de fases, com intuito de desenvolver condições otimizadas de processamentos e propriedades mecânicas, para essas ligas de acordo com as aplicações almejadas. Nesta perspectiva, esta tese buscou, a partir de uma composição química, pertencente a esse sistema de ligas Fe-Mn-Al-C, com alto teor de alumínio e adição de nióbio, o entendimento das possíveis transformações de fases e o comportamento mecânico a quente. Foram realizados ensaios de dilatométrica com distintas taxas de resfriamento (1, 3, 5, 10, 15, 20, 30 e 50 °C/s) com intuito de compreender as transformações de fases. O comportamento mecânico a quente da liga em estudo foi investigado com base em uma série de experimentos de compressão plana isotérmicos, com passe único de deformação, nas temperaturas de 850, 950, 1050 e 1150 °C e taxas de deformação de 0,01, 1 e 10 s⁻¹. Ambas as análises foram realizadas em um simulador termomecânico Gleeble 3500. A composição química escolhida permitiu uma redução de 10% na densidade em relação aos aços estruturais típicos. As condições aplicadas no ensaio de dilatométrica permitiram a presença de ferrita δ e ferrita α pró-eutetóide em todas as taxas avaliadas, em conjunto com austenita retida e NbC. Nas menores taxas de resfriamento tem-se a presença de colônias lamelares do microconstituente eutetóide composto por ferrita α e carboneto k. Nas maiores taxas de resfriamento, a composição química juntamente com os ciclos térmicos aplicados permitiram a formação de martensita. O diagrama de transformações em resfriamento contínuo evidencia a complexidade das transformações de fases nesse sistema de ligas. No comportamento mecânico a quente da liga observou-se curvas de escoamento características, com a presença de ponto de escoamento e múltiplos picos. Essas curvas mostraram que as temperaturas mais altas e as menores taxas de deformação levaram à valores menores de tensão de pico, o que significa que os mecanismos de amolecimento ocorreram mais facilmente nessas condições. Com base na função do seno hiperbólico e no ajuste linear, a energia de ativação térmica calculada para o aço experimental foi de 297 kJ/mol. Os resultados mostraram que a microestrutura é sensível a temperatura e a taxa de deformação afetando fração volumétrica e morfologia de cada fase. Durante a compressão a quente nas condições avaliadas a fase ferrítica exibiu uma tendência a recuperação dinâmica, enquanto a fase austenítica tem maior predominância da recristalização dinâmica.

Palavras-chave: Aços de baixa densidade; Aços Fe-Mn-Al-C; Transformações de fase; Deformação a quente.

ABSTRACT

Reducing the emission of pollutants together with improvements in safety standards is a prime target in modern mobility concepts. To meet this growing need, the development of low-density steel containing Al is a new frontier of research in automotive applications. These low-density alloys from the Fe-Mn-Al-C system is promising, but despite appearing to be a simple concept, the questions metallurgical issues are not trivial. Thus, there is a need to explore the physical metallurgy and thermomechanical treatments, seeking to understand phase transformations, in order to develop optimized conditions for processing and mechanical properties for these alloys according to the desired applications. In this perspective, this thesis sought, from a chemical composition, belonging to this Fe-Mn-Al-C alloy system, with high aluminum content and niobium addition, to understand the possible phase transformations and the hot mechanical behavior. Dilatometry tests were carried out with different cooling rates (1, 3, 5, 10, 15, 20, 30, and 50 °C/s) to understand phase transformations. The hot mechanical behavior of the alloy under study was investigated based on a series in single-pass compression experiments at the temperature from 850, 950, 1050, and 1150 °C and strain rates of 0.01, 1, and 10 s⁻¹, respectively. Both were carried out in a Gleeble 3500 thermomechanical simulator. The chosen chemical composition allowed a 10% reduction in density compared to typical structural steels. As for the phase transformations, the conditions applied in the dilatometry test allowed the presence of δ -ferrite and α -ferrite pro eutectoid at all evaluated rates, with retained austenite and niobium carbide. At the lowest cooling rates, lamellar colonies of the eutectoid microconstituent are composed of α -ferrite and k-carbide. At the highest cooling rates, the chemical composition and the thermal cycles applied favored the formation of martensite. The continuous cooling transformations diagram highlights the complexity of phase transformations in this alloy system. In the hot mechanical behavior of the alloy, characteristic flow strain curves were observed, with the presence of a yield-point-elongation-like and multiple peaks. These curves showed that higher temperatures and lower strain rates led to lower peak stress values which means that softening mechanisms occurred more quickly under these conditions. Based on the hyperbolic sine function and the linear fit, the calculated thermal activation energy for deformation the experimental steel was 297 kJ/mol. The results showed that the microstructure is sensitive to temperature and strain rate, affecting the volume fraction and morphology of each phase. During hot compression under the conditions evaluated, the ferritic phase exhibited a tendency to dynamic recovery, while the austenitic phase has a more significant predominance of dynamic recrystallization.

Keywords: Low density steels; Fe-Mn-Al-C steels; Phase transformations; Hot deformation.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1.1 - Comparação do alongamento total *versus* resistência a tração para distintas classes de aços.....28
- Figura 1.2 - Diagrama de alongamento total *versus* resistência mecânica e indicações na redução da densidade de alguns aços de baixa densidade.....29
- Figura 1.3 - Resultados de um estudo via simulação computacional para substituir os aços ARBL por um aço duplex à base de ferrita: (a) espessura com aços ARBL e (b) espessura com aço de baixa densidade.31
- Figura 2.1 - Efeitos da adição de Al na formação dos campos de fases do sistema Fe-C. (a) Fe-C; (b) Fe-7Al-C. A linha tracejada no diagrama b indica a temperatura de transição A2 para B2 (fase α) causada pela adição de Al.....42
- Figura 2.2 - Progressão dos valores medidos da distância interplanar da: (a) austenita (111) e (b) ferrita (110) em função da temperatura.46
- Figura 2.3 - Redução da densidade em sistemas de Fe-Al e Fe-Mn-Al-C em função do teor de Al.....47
- Figura 2.4 - Micrografias de MEV das chapas laminadas a quente (a) A: Fe-0,4C-1,1Mn-2,8Al; (b) B: Fe-0,4C-1,6Mn-3,3Al; (c) C: Fe-0,4C-1,5Mn-5,2 Al e (d) D: Fe-0,4C-2,5Mn-5,2Al.48
- Figura 2.5 - Mapas de fase EBSD na condição laminada a frio das ligas (a) A: Fe-0,4C-1,1Mn-2,8Al, (b) B: Fe-0,4C-1,6Mn-3,3Al, (c) C: Fe-0,4C -1,5Mn-5,2Al, e (d) D: Fe-0,4C-2,5Mn-5,2Al.....49
- Figura 2.6 - Micrografias e diagramas de fração de fase calculados via *Thermo-Calc* para aços Fe-0,3C-3Mn-(4,5,6) Al, respectivamente.....50
- Figura 2.7 - Classificação dos aços de baixa densidade de acordo com a microestrutura em alta temperatura em função da composição química.52
- Figura 2.8 - Micrografias via MEV das amostras de aços laminados a quente com diferentes, (a) M3; (b) M6; (c) M9; (d) M12. Ataque com Nital 2%.55
- Figura 2.9 - Micrografias via MO e MEV da precipitação descontínua em ligas revenidas a 600 °C, (a) e (b) 9Al-10Mn-0,4C; (c) e (d) 9Al-10Mn-1C.....57
- Figura 2.10 - Micrografias via MO e MEV de ligas revenidas a 800°C onde ocorreu transformação celular em (a) 9Al-10Mn-1C; (b) 12Al-10Mn-1C; (c) 12Al-20Mn-1C; e decomposição espinal em (d) 12Al-30Mn-1C.....59

Figura 2.11 - Microestruturas de um aço Fe-13.5Mn-6.3Al-0.78C após tratamento a 1000 °C seguido de envelhecimento a 600 °C por 100 h, (a) imagem do microscópio óptico mostrando grandes colônias ao longo dos contornos de grão da austenita; (b) e (c) imagens de MET revelando a presença de carbonetos k e C que indica o precipitado $M_{23}C_6$	60
Figura 2.12 - Representação esquemática da transformação de fase envolvidas na formação do carboneto k, a partir da ferrita em ligas de baixa densidade do sistema Fe-Mn-Al-C no resfriamento contínuo	62
Figura 2.13 - As possíveis células unitárias do carboneto k: (a) originalmente descoberta ($L1_2$); (b) com a estequiometria ideal ($L'1_2$) e (c,d,e) a observação experimental de transições da estrutura que variou a estequiometria e a presença ou não de vacâncias de carbono. As células unitárias foram construídas a partir do software VESTA.	64
Figura 2.14 - A célula unitária da estrutura desordenada γ (a), ordenada γ ($L1_2$) (b) e carboneto k (c) em ligas CFC, o carboneto k ilustrado aqui é com estequiometria ideal: Al ocupa cada canto, Fe e Mn estão localizados nos centros das faces do cubo e o átomo C é colocado no centro da célula unitária, que também é um sítio octaédrico feito por Fe e Mn.	65
Figura 2.15 - (a) Imagem MEV do carboneto κ em austenita, (b) imagem de campo brilhante via MET do carboneto κ fino em austenita e (c) padrão de difração da área γ/κ selecionada (MET).....	66
Figura 2.16 - (a) Micrografia MET correspondente de [011] como eixo de zona da região constituída de α e k para análise o aço isotermicamente recozido a 600 ° C e (b) imagem de campo claro corrigida por Cs (S) e os mapas elementares EDS correspondentes. D = discordância; M = franjas de moiré	67
Figura 2.17 - Visão geral da precipitação e deformação do carboneto κ em aços Fe-Mn-Al-C.....	70
Figura 2.18 - Mecanismos recuperação e recristalização na deformação a quente. (a) durante a laminação (baixas deformações) para metais de alta EDE. (b) durante a laminação para metais de baixa EDE esquemática dos processos associados a deformação a quente.	78
Figura 2.19 - Representação esquemática da curva tensão versus deformação de um material que se recupera dinamicamente.	80
Figura 2.20 Mecanismos de restauração (recuperação e recristalização) possíveis durante a deformação a quente; (a) durante a extrusão (altas deformações) para metais de alta EDE. (b) durante a extrusão para metais de baixa EDE.....	81

Figura 2.21 - (a) Recristalização dinâmica durante a deformação a quente (esquemático), (b) Comportamento de um aço durante a deformação a quente destacando pontos característicos da curva.	85
Figura 2.22 - Evolução da recristalização metadinâmica durante a laminação a quente	87
Figura 2.23 - Micrografias (MO) das amostras obtidas após a laminação a quente de um aço Fe-3 a 4Mn-5,5 a 6,5Al-0,3 a 0,5C, (a) Micrografia de baixo aumento destacando a estrutura bandeada; (b) Micrografia das bandas de segunda fase evidenciando a presença da ferrita formada a partir da austenita.....	91
Figura 2.24 - Micrografias (MEV) do aço Fe-3 a 4Mn-5,5 a 6,5Al-0,3 a 0,5C após teste de compressão em alta temperatura em (a) 1200 °C e (b) 900 °C; (c) desenho esquemático que apresenta o comportamento inicial da transformação austenita – ferrita em placas de aços de baixa densidade.	92
Figura 2.25 - Liga 2Mn-8Al-0.2C (%p.): a) Micrografia óptica após resfriamento de 1400 °C a 10 °C/s e têmpera a partir de 870 °C; (b) Micrografia via MEV destacando o carboneto k formado ao longo dos contornos de grãos da ferrita e da austenita...	93
Figura 2.26 - Micrografias de um aço Fe–9Mn–6Al–0,15C(%p.): (a) MO e (b) MEV na condição de laminado a quente; (c) MO e (d) MEV após recozimento a 820 °C por 10 min (δ =ferrita δ ; α =ferrita α ; γ =austenita; α' =martensita).....	94
Figura 2.27 - Micrografias de um aço Fe-11Mn-10Al-0,9C(%p.): (a) MO e (b) MEV da amostra laminada a quente, (c) MO e (d) Difrátograma da amostra após encharque a 1250 °C por 240 s (A: austenita, F: ferrita).....	96
Figura 2.28 - Curvas de escoamento obtidas para as taxas de deformação de (a) 0,001s ⁻¹ e (b) 10 s ⁻¹	97
Figura 2.29 - Micrografias (MO) correspondentes as amostras deformadas com taxa de 0,001 s ⁻¹ : (a) 800 °C e (b) 1050 °C; e taxa de 10 s ⁻¹ : (c) 800 °C e (d) 1050 °C..	98
Figura 2.30 - Curvas de escoamento do aço deformado em várias temperaturas e taxas de deformação de: (a) 0,01 s ⁻¹ , (b) 0,1 s ⁻¹ , (c) 1 s ⁻¹ , (d) 10 s ⁻¹ (asterisco referente ao fenômeno do ponto de escoamento	99
Figura 2.31 - Curvas de escoamento sob diferentes condições de deformação a quente de um aço Fe-8Mn-6Al-0,2C (a) 0,01s ⁻¹ ; (b) 0,1s ⁻¹ ; (c) 1s ⁻¹ ; (d) 10s ⁻¹	100
Figura 2.32 - (a) Fração de fase em equilíbrio do aço duplex de baixa densidade com adição de Ni, calculada pelo software <i>Thermo-Calc</i> ; (b) mapa de fase obtido via EBSD/MEV; (c) Micrografia MEV e (d) Difrátograma (γ -austenita, δ -ferrita δ e k-carbonetos k).....	101

Figura 2.33 - Curvas de escoamento do aço duplex de baixa densidade contendo Ni a uma taxa de deformação de (a) 0,001 s ⁻¹ ; (b) 0,01 s ⁻¹ ; (c) 0,1 s ⁻¹ ; (d) 1 s ⁻¹ e (e) 10 s ⁻¹ dentro da faixa de temperatura de 1223–1423 K; (f) Micrografia para destacar as partículas intermetálicas B2 dentro da matriz ferrítica.	103
Figura 2.34 - Mapa de fase sobreposto pelos contornos de grãos das amostras obtidas via ensaio de compressão: (a)1050 °C na taxa de 0,001 s ⁻¹ ; (b)1050 °C na taxa de 0,1s ⁻¹ (Contorno de alto ângulo= linha preta; contorno de baixo ângulo= linha amarela; contorno de macla Σ3=linha vermelha).....	104
Figura 2.35 - Curvas de escoamento do aço austenítico, referente a uma liga Fe-Mn-Al-C, deformado em várias temperaturas nas taxas de deformação: (a) 0,01 s ⁻¹ ; (b) 0,1 s ⁻¹ ; (c) 1 s ⁻¹ ; (d) 10 s ⁻¹	105
Figura 2.36 - Curvas de escoamento do aço duplex (ferrita δ e austenita), referente a uma liga Fe-Mn-Al, deformado em várias temperaturas e taxas de deformação de: (a) 0,01 s ⁻¹ ; (b) 0,1 s ⁻¹ ; (c) 1 s ⁻¹ ; (d) 10 s ⁻¹	106
Figura 2.37 - Dependência das frações das fases na temperatura de deformação do (a) aço austenítico e (b) do aço duplex (γ: austenita; δ: ferrita δ).	107
Figura 2.38 - Análise EBSD/MEV da microestrutura do aço duplex deformado na taxa de 0,01 s ⁻¹ :(a)850 °C;(b) 950 °C;(c) 1050 °C e na taxa de 10 s ⁻¹ :(d)850 °C;(e) 950 °C, (f) 1050 °C (Austenita em azul; ferrita δ em vermelho; contornos de alto ângulo em preto; contornos de macla em amarelo; DR-direção radial e DA-direção axial dos cilindros comprimidos).....	108
Figura 2.39 - Análise de EBSD/MEV dos resultados de um aço de baixa densidade a base de ferrita Fe-0,07C-11,15Mn-5,6Al-0,12Si-0,04Ti analisado após processamento termomecânico: (a,d) mapa de imagem de orientação com figura de polo inversa de referência para a estrutura CCC e CFC em destaque em (d), (b,e) mapas de fase e (c,f) mapas de desorientação de kernel na temperatura de deformação de 800 °C com taxa de deformação 0,001/s (a, b, c) e 0,1/s (d, e, f).....	111
Figura 2.40 - Micrografias (MO), (a) X98MnAlSiNbTi24-11; (b) X105MnAlSi24-11.	112
Figura 2.41 - Micrografias via MO, (a,b,c) X98MnAlSiNbTi24-11; (d,e,f) X105MnAlSi24-11 variando o resfriamento: 1 (a,d); 2 (b,e); 3 (c,f).	113
Figura 2.42 - Micrografias (SE/MEV) das amostras do aço Fe-7Al-0,35C com (a) 0,2, (b) 0,4, (c) 0,7 e (d) 1,0%p.de Nb.....	114
Figura 2.43 - Micrografias SE/MEV da amostra laminada a quente, evidencia a distribuição dos precipitados brancos (rico em Nb) com (a) 0,2, (b) 0,4, (c) 0,7 e (d) 1,0%p. de Nb.....	114

Figura 2.44 - Difratogramas usando radiação Cu- k_{α} indicando picos de Fe-Al e Fe ₃ AlC _{0,5} em aço laminado a quente Fe-7Al-0,35C com (a) 0,2, (b) 0,4, (c) 0,7 e (d) 1,0%p. de Nb.....	115
Figura 2.45 - Micrografias (MO) do aço laminado a quente Fe-7Al-0,35C com (a) 0,2, (b) 0,4, (c) 0,7 e (d) 1,0% p.de Nb.....	116
Figura 3.1 - Fração molar das possíveis fases presentes na liga em estudo obtida via simulação no <i>Thermo-Calc</i>	119
Figura 3.2 - Procedimentos experimentais realizados no presente estudo.	120
Figura 3.3 - Simulador Termomecânico - Gleeble 3500 (EEIMVR/UFF).	122
Figura 3.4 - Desenho do corpo de prova empregado nos ensaios de dilatométrica (dimensões em mm).....	123
Figura 3.5 - Dilatômetro modelo 39018	124
Figura 3.6 - (a) Método da tangente; (b) Método da derivada; (c) Termopar soldado no corpo de prova; (d) Amostra posicionada na câmara da Gleeble 3500 para o ensaio de dilatométrica.....	125
Figura 3.7 - Ciclo térmico aplicado no ensaio de dilatométrica do presente estudo..	126
Figura 3.8 - (a) Aspecto do Corpo de prova preparado para análise de compressão plana;(b) Corpo de prova posicionado na Gleeble 3500.	129
Figura 3.9 - (a) Representação esquemática da disposição do corpo de prova durante o ensaio de compressão plana, destacando detalhe da bigorna/garra; (b) forma do corpo de prova antes de aplicar a carga; (c) aplicação da carga; (d) corpo de prova após finalizado o ensaio.	130
Figura 3.10 - Ciclo termomecânico aplicado durante o ensaio de compressão plana do presente estudo.....	131
Figura 3.11 - (a) Macrografia do corpo de prova (b) Região onde foi realizada as análises MEV (BSE/EBSD) e DRX das amostras obtidas via compressão plana. ...	138
Figura 3.12 - (a) Difratômetro de raios X modelo X'Pert PRO MRD da PANalytical; (b) Amostra obtida do ensaio de compressão plana preparada para análise de difração de raios X.	140
Figura 4.1 - Difratograma da amostra na condição de como recebida (▲ NbC (111), (200); ■ k (111), (200), (220) e (311); ◆ CCC (110), (200) e (211)), (radiação: Co- k_{α}).	143

Figura 4.2 - Micrografias MEV/SE da amostra como recebida na seção do corte ao longo da espessura, na direção de laminação (DL), (a) 100x; (b) 2000x; (c) 8000x; (d) 15000x. Ataque: Nital (δ = Ferrita δ ; α = Ferrita α ; K = Carboneto K e NbC = carboneto de nióbio).....	145
Figura 4.3 - Micrografias MEV(SE/BSE) da amostra como recebida, (a)SE; (b) BSE; 2500x. Ataque: Nital (δ = Ferrita δ ; α = Ferrita α ; K = Carboneto K; NbC = carboneto de nióbio).....	150
Figura 4.4 - Análise de EBSD/MEV em campo selecionado da microestrutura da amostra como recebida: (a) Micrografia (b) Mapa de qualidade; (c) Mapa de imagem de orientação cristalográfica (MIO) da ferrita e (d) figura de polo inversa de referência de cores.....	153
Figura 4.5 - (a) Perfil da curva dilatométrica durante o aquecimento da liga em estudo; (b) Perfil dilatométrico no aquecimento de aços clássicos que apresentam campo monofásico em alta temperatura; (c) Diagrama das variações das frações molares, no equilíbrio, da liga em estudo via simulação no <i>Thermo-Calc</i> e (d) Diagrama de fase para uma liga Fe-7Al-C.	156
Figura 4.6 - Micrografias (MO) das amostras obtidas nas distintas taxas de resfriamento aplicadas no ensaio de dilatométrica via Gleeble. Ataque: Nital, (aumento de 100x), (δ = matriz ferrítica, SF = segunda fase).	159
Figura 4.7 - Difrátogramas das amostras obtidas após ensaio de Dilatometria: (a) 1°C/s; (b) 3 °C/s (■ k (111), (200), (220); ● CFC (111), (200), (220); ◆CCC (110), (200), (211)),(radiação: Co- k_{α}).	161
Figura 4.8 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas via dilatométrica com taxa de 1 C/s: (a) 500x; (b) 3000x; (c) 8000x e taxa de 3 °C/s:(d) 500x; (e) 3000x; (f) 8000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α = Ferrita α ; k = Carboneto k)..	163
Figura 4.9 – Difrátogramas das amostras obtidas após ensaio de Dilatometria: (a) 5°C/s; (b) 10 °C/s; (c) 15 °C/s (● CFC (111), (200), (220); ◆CCC (110), (200), (211)), (radiação: Co- k_{α}).	166
Figura 4.10 – Difrátogramas das amostras obtidas após ensaio de Dilatometria: (a) 20°C/s; (b) 30 °C/s;(c) 50 °C/s (● CFC (111), (200), (220); ◆CCC (110), (200), (211)) (radiação: Co- k_{α}).	167
Figura 4.11 - Análise de EBSD/MEV da amostra obtida após dilatométrica com taxa de resfriamento de 50 °C/s: (a) mapa de qualidade; (b) mapa de fase; (c) mapa de orientação cristalográfica (MIO); Figura de polo inversa de referência de cores: (d) para a fase TCC (azul no mapa de fase); (e) para a fase CCC (amarela no mapa de fase).	170

Figura 4.12 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas via dilatométrica com taxa de 5 °C/s: (a) 500x; (b) 2500x; (c) 5000x e taxa de 10 °C/s:(d) 500x; (e) 2000x; (f) 8000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α' = Martensita CCC; NbC = Carboneto de nióbio).....	174
Figura 4.13 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas via dilatométrica com taxa de 15 °C/s: (a) 500x; (b) 1000x; (c) 5000x e taxa de 20 °C/s:(d) 500x; (e) 1000x; (f) 5000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α' = Martensita CCC; NbC = Carboneto de nióbio).....	175
Figura 4.14 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas via dilatométrica com taxa de 30 °C/s: (a) 500x; (b) 2000x; (c) 4000x e taxa de 50°C/s:(d) 500x; (e) 2000x; (f) 8000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α' = Martensita CCC; NbC = Carboneto de nióbio).....	176
Figura 4.15 - Perfil das curvas de resfriamento obtidas via dilatométrica para as taxas de resfriamento selecionadas abaixo de 850 °C: (a) 1 °C/s; (b) 5 °C/s e (c) 50 °C/s, em todos os casos da temperatura de 1250 °C até 850 °C a taxa de resfriamento foi de 1°C/s; (d) Fração molar das possíveis fases presentes na liga em estudo obtida molares das possíveis fases da liga em estudo via simulação no <i>Thermo-Calc</i>	179
Figura 4.16 - Diagrama de Transformação por resfriamento contínuo (TRC) obtido após análises do perfil de resfriamento da temperatura de 1250 °C até 850 °C com taxa de 1 °C/s e abaixo de 850 °C com distintas taxas de resfriamento com destaque para as fases presentes em cada região e medidas de dureza Vickers para cada taxa avaliada.	182
Figura 4.17 - Curvas de escoamento obtidas após ensaio de compressão plana. .	188
Figura 4.18 - Relação entre a temperatura e a taxa de deformação com: (a,b) Tensão de pico; (c,d) Deformação de Pico.	193
Figura 4.19 - As relações lineares de (a) $\ln(\epsilon)$ vs $\ln(\sigma)$ (equação 4.1); (b) $\ln \epsilon$ vs σ (equação 4.2) da liga avaliada no presente estudo.	195
Figura 4.20 As relações lineares entre $\ln(\epsilon)$ e $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ da liga avaliada no presente estudo.....	196
Figura 4.21 As relações lineares de $1.000/T$ e $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ da liga avaliada no presente estudo.	196
Figura 4.22 - As relações lineares entre $\ln(Z)$ e $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ da liga avaliada no presente estudo.....	199
Figura 4.23 - Correlação entre os valores experimentais e calculados para a tensão de pico da liga avaliada no presente estudo.	202

Figura 4.24 - Difratogramas das amostras obtidas após ensaio de compressão plana na taxa de deformação de $0,01s^{-1}$: (a) 850 °C; (b) 950 °C; (c) 1050 °C; (d) 1150 °C, (● CFC (111), (200), (220); ◆CCC (110), (200), (211); ▲ NbC (111), (200)), (radiação: Co- k_{α}).204

Figura 4.25 - Difratogramas das amostras obtidas após ensaio de compressão plana na taxa de deformação de $1s^{-1}$: (a) 850 °C; (b) 950 °C; (c) 1050 °C; (d) 1150 °C, (● CFC (111), (200), (220); ◆CCC (110), (200), (211); ▲ NbC (111), (200)), (radiação: Co- k_{α}).205

Figura 4.26 - Difratogramas das amostras obtidas após ensaio de compressão plana na taxa de deformação de $10s^{-1}$: (a) 850 °C; (b) 950 °C; (c) 1050 °C; (d) 1150 °C, (● CFC (111), (200), (220); ◆CCC (110), (200), (211); ▲ NbC (111), (200)), (radiação: Co- k_{α}).206

Figura 4.27 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas após ensaio de compressão plana com taxa de deformação de $0,01 s^{-1}$ a 850 °C: (a) 500x; (b) 3000x; (c) 5000x e 950°C:(d) 500x; (e) 3000x; (f) 10000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α'' = Martensita TCC).....209

Figura 4.28 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas após ensaio de compressão plana com taxa de deformação de $0,01 s^{-1}$ a 1050 °C: (a) 500x; (b) 3000x; (c) 12000x e 1150°C:(d) 500x; (e) 5000x; (f) 12000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CC; α'' = Martensita TCC)...210

Figura 4.29 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas após ensaio de compressão plana com taxa de deformação de $1 s^{-1}$ a 850 °C: (a) 500x; (b) 3000x; (c) 3000x e 950°C:(d) 500x; (e) 3000x; (f) 10000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α'' = Martensita TCC; NbC = Carboneto de nióbio).211

Figura 4.30 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas após ensaio de compressão plana com taxa de deformação de $1 s^{-1}$ a 1050 °C: (a) 500x; (b) 3000x; (c) 12000x e 1150°C:(d) 500x; (e) 5000x; (f) 12000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α'' = Martensita TCC; NbC = Carboneto de nióbio).212

Figura 4.31 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas após ensaio de compressão plana com taxa de deformação de $10s^{-1}$ a 850 °C: (a) 500x; (b) 3000x; (c) 15000x e 950 °C:(d) 500x; (e) 3000x; (f) 15000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α'' = Martensita TCC).....213

Figura 4.32 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas após ensaio de compressão plana com taxa de deformação de $10 s^{-1}$ a 1050 °C: (a) 500x; (b) 3000x; (c) 12000x e 1150°C:(d) 500x; (e) 3000x; (f) 8000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita

δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α'' = Martensita TCC; NbC = Carboneto de nióbio).....214

Figura 4.33 - Mapa de fase sobreposto ao mapa de qualidade referente a cada fase observada na liga em estudo: (a) CCC; (b) TCC e (c) CFC.216

Figura 4.34 - Mapeamento via EBSD/MEV das amostras obtidas após o ensaio de compressão plana na temperatura de 850 °C nas taxas de 0,01, 1 e 10 s⁻¹: (a,d,g) = Mapa de qualidade; (b,e,h) = Mapa de fases; (c,f,i) = Mapa de orientação cristalográfica (OIM) da ferrita e figura de polo inversa de referência de cores para a fase CCC.....220

Figura 4.35 - Mapeamento via EBSD/MEV das amostras obtidas após o ensaio de compressão plana na temperatura de 1150 °C nas taxas de 0,01, 1 e 10 s⁻¹: (a,d,g) = Mapa de qualidade; (b,e,h) = Mapa de fases; (c,f,i) = Mapa de orientação cristalográfica (OIM) da ferrita e figura de polo inversa de referência de cores para a fase CCC.....221

Figura 4.36 - Mapas de grão sobreposto aos mapas de qualidade para análises com distintas orientações dos grãos na temperatura de deformação de 850 °C: (a,d,g) $\theta > 1^\circ$; (b,e,h) $\theta > 5^\circ$ e (c,f,i) $\theta > 15^\circ$224

Figura 4.37 - Mapas de grão sobreposto aos mapas de qualidade para análises com distintas orientações dos grãos na temperatura de deformação de 1150 °C: (a,d,g) $\theta > 1^\circ$; (b,e,h) $\theta > 5^\circ$ e (c,f,i) $\theta > 15^\circ$225

Figura 4.38 - Micrografias MEV/SE com baixo aumento de todas as amostras obtidas de realizadas após ensaio de compressão plana.....228

Figura A.1 Perfil de aquecimento das curvas referentes a todas as amostras analisadas no ensaio de dilatométrica.248

Figura B.1 Perfil de resfriamento das curvas referentes a todas as amostras analisadas no ensaio de dilatométrica.249

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Composições químicas utilizadas por cada autor.	40
Tabela 2.2 - Resumo dos efeitos dos principais elementos de liga adicionados ao sistema Fe-Mn-Al-C	45
Tabela 2.3 - Parâmetros de rede do carboneto k com base no compilado da pesquisa de CHEN; LI; YI, (2020).	65
Tabela 3.1 - Composição química da liga em estudo (% em peso)	117
Tabela 3.2 - Representação do corte, embutimento e seção de observação das amostras obtidas nos ensaios via simulador termomecânico.....	135
Tabela 4.1 - Valores das tensões e deformações de pico obtidos a partir das curvas de escoamento da liga em estudo.....	194
Tabela 4.2 - Valores da energia de ativação para a deformação a quente de alguns aços encontrados na literatura em comparação com o aço em estudo.	198
Tabela 4.3 - Valores da tensão de pico obtidos nos ensaios experimentais e calculados a partir da equação constitutiva obtida para a liga em estudos.....	200
Tabela 4.4 - Erro relativo percentual determinado entre os valores experimentais e calculados para as tensões de pico nas diferentes condições de ensaios.....	201

LISTA DE SIGLAS

AARE	<i>Average Absolute Relative Error</i> (erro relativo absoluto percentual médio)
BSE	<i>Backscatter Electron</i> (Elétrons Retroespalhados)
CAE	<i>Computer Aided Engineering</i>
CALPHAD	<i>CALculation of PHAse Diagrams</i>
CCC	Cúbica de corpo centrada
CFC	Cúbica de face centrada
CP	<i>Complex-Phase</i>
CP	Corpo de prova
DIFT	<i>Deformation induced ferrite transformation</i> (Transformação de ferrita induzida por deformação)
DP	<i>Dual-Phase</i>
EBSD	<i>Electron Backscatter Diffraction</i> (Difração de Elétrons Retroespalhados)
EDE	Energia de defeito de empilhamento
EDS	<i>X-Ray Energy Dispersive Spectroscopy</i> (Espectrômetro de Raios X por Dispersão de Energia)
EEIMVR	Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda
SE	<i>Secondary Electrons</i> (Elétrons secundários)
HSLA	<i>High Strength Low Alloy</i> (ARBL- Alta Resistencia Baixa Liga)
ICEx	Instituto de Ciências Exatas
IF	<i>Interstitial free</i> (Livre de Intersticiais)
IME	Instituto Militar de Engenharia
LMCT	Laboratório Multiusuário de Conformação Termomecânicos
LVDT	Transformador Linear de Tensão Diferencial Variável

MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscopia óptica
MDRX	<i>Metadynamic Recrystallization</i> (Recristalização Metadinâmica)
SLC	<i>Super Ligth Car</i>
sp	Spin polarizado
TRC	Transformação por resfriamento contínuo
TRIP	<i>Transformation Induced Plasticity</i> (Plasticidade induzida por transformação)
TTT	Tempo-temperatura-transformação
TWIP	<i>Twinning induced plasticity</i> (Plasticidade induzida por maclagem)
UFF	Universidade Federal Fluminense
VAR	<i>Vacuum Arc Remelting</i> (Refusão a Arco Elétrico)
WC	Carboneto de tungstênio

LISTA DE SÍMBOLOS

Å	Ångström
%	Porcentagem
%at.	Percentual atômico
%p.	Percentual em peso
α_p	Ferrita pró-eutetóide de estrutura CCC
δ	Ferrita formada em alta temperatura de estrutura CCC
γ	Fase austenita de estrutura CFC
ε	Deformação
α'	Fase martensítica de estrutura CCC
α''	Fase martensítica de estrutura TCC
ρ_a	Densidade aparente
ε_c	Deformação crítica
σ_c	Tensão crítica
ε_p	Deformação de pico
γ_r	Austenita retida
σ_{ss}	Tensão estacionária
$\dot{\varepsilon}$	Taxa de deformação
$^{\circ}\text{C}$	Grau Celsius
μm	Micrômetro
A_{c1}	Temperatura de início da decomposição eutetóide
A_{c3}	Temperatura de final da decomposição eutetóide
$d\varepsilon/dt$	Taxa de deformação
g	Grama
g/cm^3	Grama por centímetro cúbico
gf	Grama-força
GPa	Gigapascal
h	Hora
HV	Dureza Vickers
K	Kelvin

kN	Quilonewton
kV	Quilovolt
m_e	Massa específica
m_i	Massa imersa
min	Minuto
mm	Milímetro
MPa	Megapascal
m_s	Massa seca
m_u	Massa úmida
NbC	Carboneto de nióbio
nm	Nanômetro
Q	Energia de ativação térmica para deformação (J/mol)
R	Constante universal dos gases (8,3145 J/kmol)
R^2	Coeficiente de correlação
rpm	Rotação por minuto
s	Segundo
senh	Seno hiperbólico
T	Temperatura (°C)
T_d	Temperatura de deformação
T_f	Temperatura de fusão
Z	Parâmetro de Zener-Hollomon

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	27
1.1	POSICIONAMENTO DO ESTUDO.....	33
1.2	OBJETIVO GERAL.....	34
1.3	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	34
2	REVISÃO DA LITERATURA.....	36
2.1	AÇOS DE BAIXA DENSIDADE – SISTEMA Fe-Mn-Al-C.....	36
2.1.1	TERMODINÂMICA.....	40
2.1.2	ELEMENTOS DE LIGA E CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS.....	44
2.2	COMPORTAMENTO MECÂNICO A QUENTE DOS MATERIAIS METÁLICOS.....	71
2.2.1	FENÔMENOS METALÚRGICOS ASSOCIADOS À DEFORMAÇÃO A QUENTE.....	73
2.2.1.1	ENCRUAMENTO.....	75
2.2.1.2	RECUPERAÇÃO.....	77
2.2.1.2.1	RECUPERAÇÃO ESTÁTICA.....	78
2.2.1.2.2	RECUPERAÇÃO DINÂMICA.....	79
2.2.1.3	RECRISTALIZAÇÃO.....	80
2.2.1.3.1	RECRISTALIZAÇÃO ESTÁTICA.....	81
2.2.1.3.2	RECRISTALIZAÇÃO DINÂMICA.....	83
2.2.1.3.3	RECRISTALIZAÇÃO METADINÂMICA.....	86
2.2.1.4	PRECIPITAÇÃO.....	87
2.2.2	COMPORTAMENTO E PROCESSAMENTO DAS LIGAS DO SISTEMA Fe-Mn-Al-C.....	88
3	MATERIAL E MÉTODOS.....	117
3.1	MATERIAL.....	117
3.2	MÉTODOS.....	119
3.2.1	ANÁLISE DE DENSIDADE.....	120
3.2.2	ENSAIOS TERMOMECÂNICOS.....	121
3.2.2.1	DILATOMETRIA.....	122
3.2.2.2	COMPRESSÃO PLANA.....	127
3.2.3	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	134
3.2.3.1	PREPARAÇÃO METALOGRAFICA.....	134

3.2.3.2 ANÁLISES MICROESTRUTURAIS VIA MICROSCOPIA ÓPTICA E ELETRÔNICA DE VARREDURA	136
3.2.3.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	138
3.2.4 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA VIA MICRODUREZA.....	140
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	141
4.1 CARACTERIZAÇÕES NA CONDIÇÃO COMO RECEBIDA	141
4.2 ANÁLISES DO ENSAIO DE DILATOMETRIA	154
4.2.1 PERFIL DE AQUECIMENTO.....	155
4.2.2 ANÁLISE MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS OBTIDAS EM DISTINTAS TAXAS DE RESFRIAMENTO	158
4.2.2.1 TAXAS DE RESFRIAMENTO DE 1 E 3 °C/S.....	160
4.2.2.2 TAXAS DE RESFRIAMENTO DE 5 A 50 °C/S.....	165
4.2.2.3 PERFIL DA CURVA DE RESFRIAMENTO OBTIDA VIA DILATOMETRIA E DIAGRAMA DE RESFRIAMENTO CONTÍNUO	178
4.3 ANÁLISES DO ENSAIO DE COMPRESSÃO PLANA A QUENTE	185
4.3.1 CURVAS DE ESCOAMENTO.....	186
4.3.2 EQUAÇÕES CONSTITUTIVAS	193
4.3.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL APÓS ENSAIO DE COMPRESSÃO PLANA	202
4.3.3.1 ANÁLISES DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X	202
4.3.3.2 ANÁLISES VIA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	206
4.4 CONSIDERAÇÕES FINAIS	231
5 CONCLUSÕES.....	233
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	235
REFÊRENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	236
APÊNDICES	248
APÊNDICE A – CURVAS DO PERFIL DE AQUECIMENTO OBTIDAS VIA ENSAIO DE DILATOMETRIA.....	248
APÊNDICE B – CURVAS DO PERFIL DE RESFRIAMENTO OBTIDAS VIA ENSAIO DE DILATOMETRIA.....	249

1 INTRODUÇÃO

A evolução nas diversas classes de materiais é constante, inclusive nos aços e demais ligas ferrosas, mesmo sendo utilizados em inúmeras aplicações, por apresentarem propriedades atraentes e custos de produção relativamente baixos, sempre surgem desafios que necessitam ser avaliados. Um setor que gera desafios para o desenvolvimento dos aços é a indústria automotiva, pois precisa satisfazer as exigências na diminuição das emissões de poluentes, a partir do aumento na eficiência do consumo de combustível, que pode ser obtido com a redução do peso dos veículos. Deste modo, uma avaliação minuciosa das classes de aços com grande potencial para a indústria automobilística é uma das formas que auxiliam o desenvolvimento desses materiais, visando satisfazer essas exigências, além de manter as propriedades mecânicas e, sobretudo, a segurança do habitáculo. Entretanto, esse potencial é limitado pela complexidade de unir ductilidade e resistência. Uma redução na densidade dos aços, a partir da adição de elementos de liga com baixa densidade, como o Al, é uma abordagem nova que poderá permitir uma redução direta de peso e, por conseguinte, atender as exigências do setor automobilístico (BAUSCH *et al.*, 2013; CHEN *et al.*, 2017; JIANG; XIE, 2019; RANA; LAHAYE; RAY, 2014; ZAMBRANO, 2018).

O sistema Fe-Mn-Al-C é uma classe promissora de aços de baixa densidade que oferece uma combinação de excelentes propriedades, tais como: alta resistência e tenacidade (à temperatura ambiente e baixas temperaturas); elevada resistência à fadiga e oxidação (em elevadas temperaturas), resistência ao desgaste, além da possibilidade em aplicações criogênicas. Características como a suscetibilidade ao envelhecimento e a elevada capacidade de absorção de energia durante impactos reforça o potencial para aplicação na indústria automotiva, além da redução na densidade (CHEN *et al.*, 2017; MAPELLI *et al.*, 2020; ZAMBRANO, 2018; ZHANG *et al.*, 2016).

A possibilidade de adotar ligas desse sistema para fins estruturais na indústria automotiva atraiu considerável atenção, visto que, esse tipo de aço pode ser potencialmente usado para estruturas de carrocerias, por ser leve e ao mesmo tempo resistente em colisões. Um comparativo para várias classes de aços é apresentado na Figura 1.1, em um diagrama alongamento total *versus* resistência à tração. Tal

diagrama revela que os aços de baixa densidade são capazes de cobrir uma ampla gama de propriedades mecânicas que são obtidas pelo ajuste da composição química e das fases presentes (RAABE *et al.*, 2015).

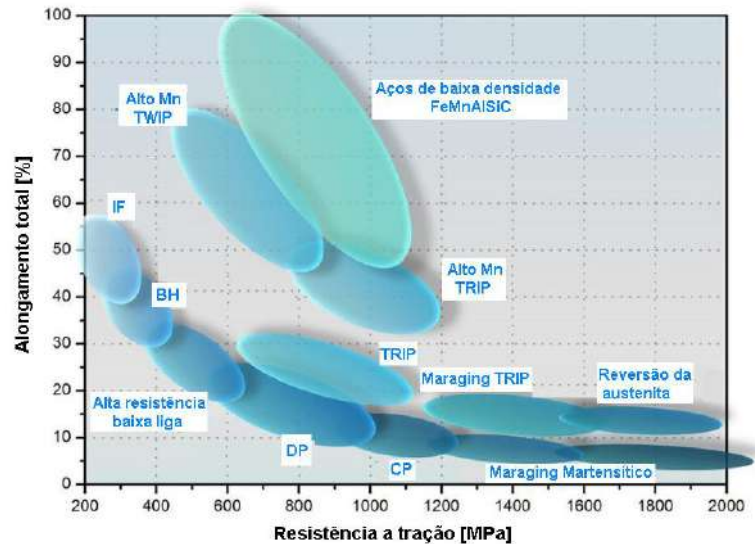


Figura 1.1 - Comparação do alongamento total *versus* resistência a tração para distintas classes de aços (Adaptado de RAABE *et al.*, 2015).

RANA, LIU e RAY (2013) com base em diversos trabalhos da literatura, para ligas formadas a partir de solução sólida com Fe, Mn, Al e C, construíram o diagrama comparativo do alongamento total *versus* resistência à tração, apresentado na Figura 1.2. Como pode ser observado, os aços contendo austenita (Duplex e Triplex) apresentam valores de resistência e ductilidade superiores, bem como menor densidade, quando comparados aos aços ferríticos. Portanto, essas ligas são promissoras para aplicações em carrocerias de automóveis, nas quais os requisitos de resistência são moderados, porém, devem apresentar uma boa conformabilidade, propriedade essa de extrema importância para o setor de estampagem de chapas. Estes autores também observaram a redução da densidade de acordo com a composição química, conforme destacado no canto superior esquerdo da Figura 1.2.

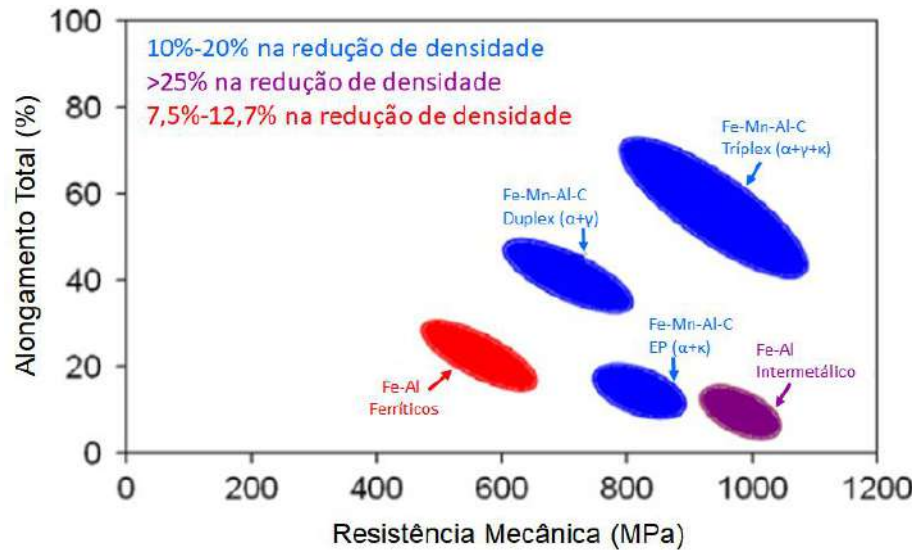


Figura 1.2 - Diagrama de alongamento total *versus* resistência mecânica e indicações na redução da densidade de alguns aços de baixa densidade (Adaptado de RANA; LAHAYE; RAY, 2014; RANA; LIU; RAY, 2013).

O sistema das ligas Fe-Mn-Al-C possui características que os distingue de outras ligas à base de ferro como, por exemplo, a presença na microestrutura de uma fase denominada carboneto k , além de uma metalurgia física interessante e ímpar. A austenita desempenha um papel importante nesses aços devido às suas possíveis decomposições. Cada microestrutura proveniente da transformação da austenita possui propriedades e/ou desvantagens específicas, que precisam ser dominadas para desenvolver produtos de valor e interesse comercial. Essa diversidade das fases presentes na microestrutura, que consiste na combinação de ferrita (α e δ), austenita e carboneto k , torna possível a versatilidade das aplicações dos aços desse sistema (MAPELLI *et al.*, 2020).

O potencial desse sistema de ligas para aplicações automotivas foi avaliado no trabalho conduzido por ZUAZO *et al.* (2014), no qual a complexidade das adições de alumínio foi destacada do ponto de vista termodinâmico, desde o desenvolvimento da microestrutura até as propriedades físicas e mecânicas. A evolução da microestrutura é complexa, o que necessita de mais entendimento, a fim de promover melhorias e assim aprimorar as propriedades mecânicas. A combinação das propriedades mecânicas com a redução da densidade dessas ligas permite confirmar seu potencial para aplicações automotivas, nas quais os níveis de resistência e ductilidade necessários variam de acordo com o tipo de componente estrutural. Tudo isso permite

prosseguir com uma avaliação mais detalhada, no que se refere às transformações de fase e ao processamento em escala industrial.

Conforme mencionado, os aços de baixa densidade podem proporcionar um grande benefício ao setor automotivo. Como exemplo, tem-se um estudo de engenharia auxiliado por computador (*Computer-Aided Engineering-CAE*) considerando a rigidez de um aço de baixa densidade em relação aos aços de alta resistência e baixa liga (ARBL; *HSLA - High Strength Low Alloy*). A simulação computacional CAE envolve o modelo do carro Golf V, considerado no projeto do consórcio *SuperLIGHT-Car* (SLC) da Comissão Européia entre 2005-2009. Nesse estudo, todas as chapas de aços de alta resistência e baixa liga (ARBL), usadas na estrutura do carro, foram substituídas em simulação computacional por um aço duplex à base de ferrita de baixa densidade contendo 6,57Al-3,3Mn (%p.). O aço de baixa densidade selecionado possui densidade de 7,27 g/cm³ e módulo de Young de 181 GPa. O módulo de Young e a densidade dos aços ARBL, que são basicamente aços à base de ferrita, foram considerados como 210 GPa e 7,85 g/cm³, respectivamente, pelos autores desse estudo. As espessuras das diferentes peças estruturais feitas de ARBL e aços de baixa densidade, proporcionaram os mesmos valores de rigidez para toda a estrutura, conforme pode ser visto na Figura 1.3. Para alcançar esse mesmo nível de rigidez, a espessura das chapas do aço de baixa densidade necessita de algumas alterações que permitam um incremento no módulo de Young, o qual, por sua vez, é mais baixo que do ARBL. Porém, mesmo com o incremento da espessura previa-se uma redução 14,5% do peso da estrutura para a substituição de todas as chapas ARBL, pelas consideradas chapas de baixa densidade. No entanto, embora outras considerações de projeto, além da rigidez, possam influenciar na espessura das peças e, conseqüentemente no peso final da estrutura veicular, esta análise fornece indicativos sobre o potencial da redução do peso com a utilização de aços de baixa densidade sem comprometer o desempenho (RANA; LAHAYE; RAY, 2014; RANA; LIU; RAY, 2013).

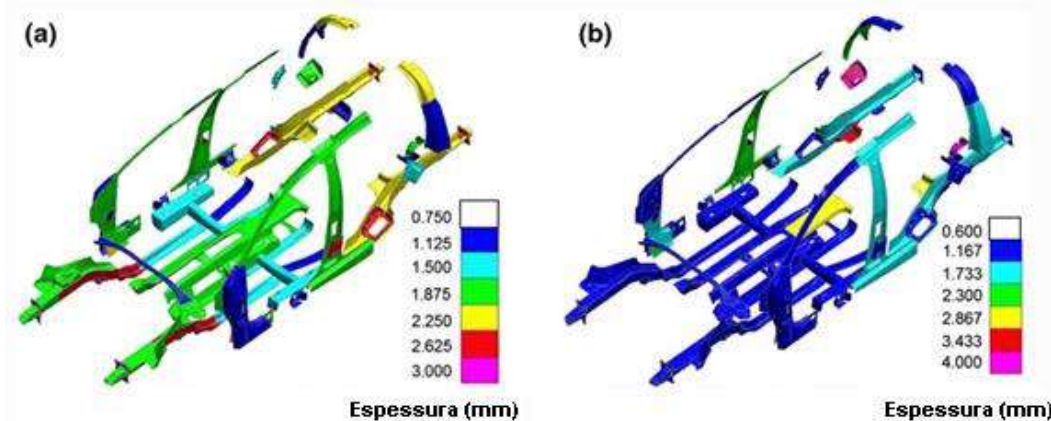


Figura 1.3 - Resultados de um estudo via simulação computacional para substituir os aços ARBL por um aço duplex à base de ferrita: (a) espessura com aços ARBL e (b) espessura com aço de baixa densidade (Adaptado de RANA; LAHAYE; RAY, 2014; RANA; LIU; RAY, 2013).

Na literatura disponível ainda há uma enorme lacuna que precisa ser explorada para a compreensão e o controle do processamento dos aços do sistema Fe-Mn-Al-C. Do ponto de vista da pesquisa, vê-se a necessidade em explorar mais a metalurgia física, os tratamentos termomecânicos, além dos efeitos das microestruturas na conformabilidade e soldabilidade desses aços. Já em relação à frente tecnológica, deve-se buscar desenvolver novas técnicas de processamento e fabricação visando a produção em escala industrial desses aços (CHEN *et al.*, 2017; KIM; SUH; KIM, 2013; MAPELLI *et al.*, 2020; RANA; LAHAYE; RAY, 2014; SOHN *et al.*, 2014a; ZAMBRANO, 2018).

Nesse contexto, essa Tese de Doutorado se justifica, tanto do ponto de vista industrial, por se tratar de uma nova composição química que necessita de um entendimento do que ocorre durante sua produção, quanto acadêmico, pois destaca aspectos não explorados de trabalhos que utilizaram ligas com composições químicas semelhantes ao aço em estudo, principalmente com foco nos fenômenos metalúrgicos do comportamento mecânico a quente. Visto que, as características microestruturais obtidas durante o processamento são responsáveis pelas propriedades mecânicas, o que torna essencial esse entendimento.

As pesquisas sobre esses aços no Instituto Militar de Engenharia (IME) foram iniciadas a partir de um aço denominado δ -TRIP, com elevado teor de Al. BAËTA JÚNIOR (2016) e NUNES (2019) realizaram algumas caracterizações que contribuíram para a produção de novas composições químicas com base nesse aço.

Em 2018, BOTELHO fundiu 4 composições de aços com variações nas quantidades de Al e C e com diferentes adições de Nb. Foram realizadas caracterizações dessas ligas objetivando verificar a influência de diferentes rotas de tratamentos térmicos na microestrutura, textura cristalográfica e seu comportamento mecânico sob condições de tração uniaxial. Esses tratamentos térmicos foram realizados após a rota específica de processamento termomecânico via laminação a quente e a frio. A escolha das composições químicas visou estabilizar a ferrita δ e a austenita retida na microestrutura com base nos estudos conduzidos com auxílio do *Thermo-Calc*. Verifica-se que estas composições apresentaram estabilidade da ferrita δ , segundo BOTELHO (2018). As ligas com adições de nióbio resultaram em maior formação de martensita e bainita, promovendo um aumento na ductilidade, enquanto as ligas com maiores teores de carbono apresentaram incremento no limite de resistência mecânica, em função dos tratamentos térmicos adotados. As características interessantes dessas ligas com alto teor de Al, juntamente com os resultados dos trabalhos citados acima mostraram que estes materiais são extremamente promissores.

BAÊTA JÚNIOR (2020), a partir dos trabalhos anteriores e com base em estudos termodinâmicos estabeleceu 4 composições químicas promissoras, variando os teores de Al e C, além da adição de Nb, fundidas em escala piloto, dentre elas a estudada na presente Tese de Doutorado. Através dos cálculos termodinâmicos e análises de difração de raios X, o autor buscou diferenciar a ferrita α da ferrita δ , verificando a influência da variação de Al e Nb sobre a formação das fases e conseqüentemente da microestrutura. O autor concluiu que existe diferença entre os parâmetros das ferritas α e δ , sendo que a ferrita δ possui maior parâmetro de rede e menor densidade. A quantidade de Al alterou a fração de ferrita δ , além de contribuir na variação da fração e morfologia das fases provenientes da decomposição da austenita no resfriamento.

O presente estudo foi desenvolvido com a premissa de observar as modificações microestruturais que se fazem presentes e o comportamento mecânico a quente, a partir de ensaios em um simulador termomecânico Gleeble 3500, para um aço do sistema Fe-Mn-Al-C com alto teor de Al, baixo Mn e adição de Nb, este último superior ao teor presente em aços microligados. Com essas análises, pretende-se reunir

informações para um maior entendimento dos processos de restauração da estrutura deformada a quente, a fim de otimizar posteriormente o seu tratamento termomecânico para obtenção de chapas, destacando seu ineditismo. Além disso, pretende-se verificar as fases e possíveis transformações de fases, na liga em estudo, nas distintas condições avaliadas, visando realçar as propriedades finais adequadas às futuras aplicações.

1.1 POSICIONAMENTO DO ESTUDO

Apesar dos estudos da metalurgia física dos aços serem desenvolvidos há mais de um século, estes ainda não permitiram compreender, completamente, os mecanismos que controlam as relações entre as transformações de fases, microestruturas e as propriedades mecânicas de novas ligas metálicas que vem sendo propostas, a citar o aço objeto do presente estudo. As diferentes formas alotrópicas do Fe, juntamente com artifícios composicionais, fundamentados pela termodinâmica e cinética, para ajustes dos seus campos de estabilidade e dos múltiplos mecanismos de transformações de fases, conferem aos aços uma enorme versatilidade, o que permite uma variedade muito rica de microconstituintes e uma ampla gama de propriedades. Assim, estudos em aços necessitam ser explorados no âmbito da pesquisa, em escala laboratorial, e quando promissor, posteriormente, levado a escala piloto, e logo em seguida para escala industrial, permitindo obter os melhores resultados oferecidos pelo material investigado, objetivando uma determinada aplicação.

Portanto, essa Tese de Doutorado possui como principal objetivo estudar e compreender os fenômenos de restauração da microestrutura que podem ocorrer durante a deformação mecânica a quente, de um aço em uma nova composição química com alto teor de alumínio e adição de nióbio, como também, verificar as fases e suas possíveis transformações para a composição elaborada em condições avaliadas.

Este trabalho será de fundamental importância para a siderurgia, pois busca contribuir no entendimento de uma nova liga com possibilidade de aplicação na indústria automotiva, podendo colaborar positivamente na realização de trabalhos

futuros, principalmente no que diz respeito ao entendimento da evolução microestrutural e do comportamento mecânico a quente.

1.2 OBJETIVO GERAL

Avaliar uma liga do sistema Fe-Mn-Al-C de baixa densidade com adição de nióbio, quanto às possíveis transformações de fases em distintas condições de resfriamento e ao comportamento mecânico a quente em função dos fenômenos de restauração que possam ocorrer nas condições avaliadas.

1.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Após selecionar uma composição química de acordo com as características apresentadas pela simulação via *Thermo-Calc*, além de definir os campos de temperaturas de estudo que foram utilizados, os objetivos específicos desta pesquisa foram:

- Avaliar o resfriamento contínuo a partir de ensaios de dilatométrica, utilizando o simulador termomecânico Gleeble 3500, com a finalidade de observar as fases presentes e transformações de fases, durante o aquecimento, e nas distintas taxas de resfriamento, a partir de uma dada temperatura, e assim obter a curva de transformação por resfriamento contínuo (TRC) para a liga em estudo;
- Avaliar o comportamento mecânico a quente via ensaio de compressão plana, no simulador termomecânico Gleeble 3500, com passe único de deformação em distintas temperaturas e taxas de deformação. A partir desse ensaio, observar quais fenômenos de restauração se fazem presentes, em função das curvas de escoamento (tensão-deformação) e da microestrutura obtida através do resfriamento acelerado, aplicado com o intuito de reter evidências dos contornos de grãos da austenita em alta temperatura. Com auxílio das curvas de escoamento, buscar parâmetros para o cálculo da energia de ativação para

deformação, do parâmetro de Zener-Hollomon, e com isso obter a equação constitutiva;

- Caracterizar a microestrutura das amostras obtidas nos ensaios citados anteriormente via microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), fazendo uso dos detectores de elétrons secundários (SE), elétrons retroespalhados (BSE), e difração de elétrons retroespalhados (EBSD), e difração de raios X. Essas análises visaram avaliar/compreender as transformações de fases (identificar os microconstituintes formados e a morfologia) e os fenômenos de restauração presentes durante as condições de deformações avaliadas.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 AÇOS DE BAIXA DENSIDADE – SISTEMA Fe-Mn-Al-C

O desenvolvimento dos aços de baixa densidade do sistema Fe-Mn-Al-C, historicamente, teve sua origem a partir dos trabalhos de ROBERT HADFIELD em 1882 quando publicou sobre alta tenacidade e resistência ao desgaste de um aço Fe-13Mn-1,2C. A partir desse estudo ele patenteou alguns dos primeiros aços do sistema Fe-Mn-Al-C. Porém, ao longo de 1950 a 1970, com o surgimento do efeito de plasticidade induzida por transformação, efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) apresentado por ZACKAY a partir dos seus estudos em aços inoxidáveis Fe-Cr-Ni, as pesquisas se voltaram para o entendimento desse efeito TRIP, tirando o foco do sistema Fe-Mn-Al-C (ZAMBRANO, 2018).

A partir da década de 80, ocorreu um incremento nos estudos do sistema Fe-Mn-Al-C, visando entender e desenvolver esses aços, gerando uma quantidade de publicações significativa, pois acreditavam ser possíveis substitutos dos aços inox convencionais. O Prof. Dr. FROMMEYER, ex-chefe do Departamento de Tecnologia de Materiais do Instituto Max Planck de Pesquisa (Düsseldorf, Alemanha), foi o pioneiro nos estudos sobre os mecanismos de deformação e suas relações com as propriedades mecânicas, fornecendo uma base teórica para futuros estudos (BRÜX; FROMMEYER; JIMENEZ, 2002; FROMMEYER; DREWES; ENGL, 2000). Os trabalhos de FROMMEYER colaboraram para evidenciar a potencialidade desse sistema de ligas para aplicações na estrutura da carroceria dos automóveis. A principal razão por trás do sucesso desse sistema está relacionada ao fato de se alcançar deformações plásticas que expressam valores de ductilidade superiores aos usuais, isso sem qualquer tratamento especial ou elemento de liga caro, permitindo obtenção de geometrias mais complexas. Com isso, foi possível gerar um grau de deformação plástica elevado durante o processamento, até então desconhecido (ZAMBRANO, 2018).

Esses aços apresentam menores valores de densidade quando comparados aos aços que apresentam efeito TRIP e TWIP (Aços de plasticidade induzida por maclação mecânica - *Twinning Induced Plasticity*), alta resistência a corrosão, além de exibirem

uma interessante combinação das propriedades mecânicas, como um limite de escoamento de 0,4 a 1,0 GPa, uma resistência à tração de 0,6 a 2,0 GPa e excelente ductilidade (FROMMEYER; BRÜX, 2006; GUTIERREZ-URRUTIA; RAABE, 2014; KIM; SUH; KIM, 2013; RAABE *et al.*, 2014; ZAMBRANO, 2018).

Portanto, os aços de baixa densidade Fe-Mn-Al-C por apresentarem excelentes propriedades mecânicas, baixa densidade e resistência à corrosão, contribuindo para a redução do consumo de combustíveis e a emissão de poluentes tornaram-se atraentes para produção de peças estruturais na indústria automotiva (FROMMEYER; BRÜX, 2006; KIMURA *et al.*, 2004; WOO; KIM, 2013; ZUAZO *et al.*, 2014).

Com relação às fases presentes na matriz à temperatura ambiente pode-se ter austenita, ferrita ou ambas, essa microestrutura final depende dos elementos de liga adicionados (CHEN *et al.*, 2017; GUTIERREZ-URRUTIA; RAABE, 2014; SOZAŃSKA-JĘDRASIK *et al.*, 2020). Os elementos Mn e C atuam como estabilizadores da austenita, enquanto o Al é estabilizador da ferrita. Além disso, uma redução de massa específica pode ser alcançada nestes aços por meio da adição de Al, visto que este possui baixa massa atômica e causa uma expansão da rede (BAUSCH *et al.*, 2013; FROMMEYER; DREWES; ENGL, 2000). Segundo FROMMEYER e BRUX (2006) haverá uma redução de densidade de 1,3% por adição de 1% em peso de Al (CHEN; LI; YI, 2020; FROMMEYER; BRÜX, 2006; RAABE *et al.*, 2014).

Como os aços desse sistema apresentam uma variedade microestrutural e de propriedades, o seu desenvolvimento visa aplicações em várias áreas como: a automotiva, a militar e a química (BARTLETT; VAN AKEN, 2014; HAN *et al.*, 2017; HOWELL, 2009; PENG *et al.*, 2017a; YOO; PARK, 2008). Ademais, podem ser adequados para atuarem em ambientes oxidantes de alta temperatura (PENG *et al.*, 2017b, 2017a; WANG; CHANG, 2002) e aplicações criogênicas (BAUSCH *et al.*, 2013; KAPUTKINA *et al.*, 2017).

As pesquisas existentes forneceram inúmeras contribuições para esse sistema de ligas, como: o conhecimento de transformações microestruturais, o papel do carboneto k no comportamento de endurecimento por deformação, o efeito do teor de Al nas propriedades mecânicas, os estudos dos processamentos para essas ligas, a presença do efeito TRIP nesse material, entre outros.

No entanto, o entendimento do ponto de vista da metalurgia física é obscuro, pois envolve transformações em diferentes níveis, tais como: transformações da austenita,

reações de ordem e desordem da ferrita, formação de carboneto k e decomposição espinodal que são possíveis nesse sistema de ligas. A evolução microestrutural é tão sensível aos parâmetros do processamento e à composição química, que uma parte significativa dos avanços já obtidos ainda necessitam ser certificada por investigações adicionais (MAPELLI *et al.*, 2020).

O processamento em geral, as evoluções microestruturais e os mecanismos de deformação desses aços, devido ao alto teor de determinados elementos de liga, são característicos e diferem em alguns pontos dos aços convencionais. Nesses aços austenita e ferrita δ podem coexistir em alta temperatura o que torna a deformação a quente mais complexa. Assim, do ponto de vista tecnológico, o processamento desses aços em larga escala continua sendo um grande desafio (BAUSCH *et al.*, 2013; CHEN *et al.*, 2017; HOWELL, 2009; ZAMBRANO, 2018).

As pesquisas nesse sistema de ligas no IME iniciaram-se com uma liga denominada δ -TRIP, com elevado teor de Al (BAÊTA JÚNIOR, 2016; BAÊTA JÚNIOR *et al.*, 2018; BOTELHO, 2018; NUNES, 2019). O aço δ -TRIP é um conceito recente com o objetivo de combinar boa resistência mecânica e ductilidade, caracteriza-se por apresentar ferrita α e δ entre outras fases. Sua microestrutura final é constituída de múltiplas fases onde a austenita retida pode exibir efeito TRIP (CHATTERJEE, 2006; SHIRI *et al.*, 2016; YI; CHEN; BHADESHIA, 2014).

BAÊTA JÚNIOR (2016) realizou a caracterização das ligas δ -TRIP que possuíam composições variando entre 0,3 e 0,4 de C e 3,5 e 5,5 de Al (%p.), com a finalidade de obter informações para a fusão de novas ligas. Foram avaliadas relações entre composição química, microestrutura, propriedades mecânicas e textura cristalográfica. O autor observou que o aço avaliado possuía as características básicas para um aço com efeito TRIP assistido, porém deve-se estudar formas de caracterizar com maior precisão as fases presentes e correlacionar com as propriedades mecânicas das composições avaliadas.

NUNES (2019) buscou correlacionar à influência de tratamentos térmicos e processamentos mecânicos em amostras extraídas do aço δ -TRIP inicialmente avaliado por BAÊTA JÚNIOR (2016). As temperaturas utilizadas para o recozimento promoveram a presença de perlita degenerada, enquanto outras amostras exibiram uma microestrutura composta por grandes frações de austenita em blocos. Os

tratamentos térmicos e processamentos mecânicos foram eficientes para elevar o alongamento uniforme das ligas, quando comparado ao material de partida, além de manter elevado os limites de resistência. Essas ligas apresentaram excelentes valores de alongamento uniforme (aproximadamente 35%) combinado com elevada resistência mecânica (aproximadamente 900 MPa) no ensaio de tração uniaxial. Entretanto, observou-se que a textura cristalográfica não foi influenciada pelos tratamentos térmicos e processamentos mecânicos aplicados.

BOTELHO (2018) produziu quatro ligas com variações nas composições do Al, C, com e sem adição de Nb (0,2 a 0,4C; 0,3 a 0,4Mn; 0 a 0,6Nb; 4,5 a 5 Al (%p.)), através de um forno de refusão a vácuo (VAR). Essas amostras foram forjadas por martelamento, laminadas a quente e a frio e tratadas termicamente. As ligas com Nb permitiram maior formação de martensita e bainita, promovendo aumento na ductilidade, enquanto maiores teores de C resultaram no aumento do limite de resistência mecânica. O autor observou que a adição de Al resultou em ligas com baixa densidade e a presença de ferrita δ . As amostras com Nb foram ainda mais suscetíveis aos tratamentos térmicos, já que as transformações da austenita são facilitadas pela retenção de C devido à formação de carbonetos. A têmpera foi mais efetiva nas ligas com menos C livre, promovendo incremento nos limites de resistência mecânica e de escoamento. Já a ductilidade foi acentuada nas chapas com transformação bainítica.

BAËTA JÚNIOR *et al.* (2018), buscaram composições químicas que resultariam em proporções adequadas entre as fases, otimizando as microestruturas por meio de métodos computacionais. Essas microestruturas foram projetadas para conter de 10 a 50% de austenita, 10 a 70% de ferrita α e 20 a 80% de ferrita δ na temperatura eutetóide. Os autores apresentaram gráficos que descrevem as áreas de interesse dos microconstituintes em função das variações dos elementos de liga através do *Thermo-Calc* (TCFE6). Foi observado que a adição de Al aumenta a faixa de coexistência simultânea das fases ferrita α , ferrita δ e austenita. Porém, adições concomitantes de Nb e Al nesses aços requerem maiores teores de C para formar a austenita, o que também promove à formação de precipitados dependendo do C disponível. O Nb causa a precipitação do carboneto de nióbio (NbC) e, como consequência, o equilíbrio do C livre entre o NbC e a austenita, favorece a

estabilização da ferrita.

A partir dos estudos apresentados por BAÊTA JÚNIOR (2016), BOTELHO (2018), NUNES (2019) e avaliações termodinâmicos, BAÊTA JÚNIOR (2020) definiu 4 novas composições químicas, conforme descrição apresentada na Tabela 2.1, para serem fundidas e processadas. O autor buscou, através de cálculos termodinâmicos e análises de difração de raios X, diferenciar a ferrita δ da ferrita α , assim como verificar a influência da variação de Al e Nb sobre a formação das fases e microestruturas, além dos efeitos da laminação a quente na microestrutura dessas novas ligas. Foi possível determinar através da difração de alta resolução com luz síncrotron diferenças entre os parâmetros de rede das ferritas δ e α , com δ possuindo maior parâmetro de rede e menor densidade. O teor de Al alterou a proporção de ferrita δ , a fração e morfologia das fases oriundas da austenita.

Tabela 2.1 - Composições químicas utilizadas por cada autor.

	C	Mn	Al	Si	Nb
(SHIRI <i>et al.</i> , 2016) (%massa)	0,43	1,33	3,91	0,86	0
	0,43	1,35	3,87	0,86	0,03
	0,44	1,31	3,97	0,87	0,07
(BOTELHO, 2018) (%peso)	0,18	0,31	5,04	0,28	0
	0,18	0,43	4,54	0,28	0,55
	0,41	0,43	5,03	0,32	0
	0,40	0,36	4,85	0,36	0,63
(BAÊTA JÚNIOR, 2020) (%peso)	0,44	0,75	5,08	0,51	0,12
	0,45	0,73	6,75	0,52	0,11
	0,45	0,78	5,12	0,51	0,30
	0,45	0,77	7,10	0,52	0,30

Posto isto, nos próximos tópicos são discutidos pontos importantes para melhor compreensão do tema, a saber, termodinâmica, efeitos dos elementos de liga, microestrutura e processamentos que são importantes para o entendimento das análises que foram realizadas na presente tese de doutorado.

2.1.1 TERMODINÂMICA

Nos aços do sistema Fe-Mn-Al-C as questões metalúrgicas subjacentes são distintas dos aços convencionais, assim para melhor compreensão das possíveis

microestruturas e propriedades mecânicas é necessário entendê-lo termodinamicamente. Como a liga avaliada na presente Tese possui alto teor de Al, fez-se uma comparação de um diagrama Fe-C com um diagrama Fe-7Al-C (Figura 2.1).

No sistema de liga Fe-C, Figura 2.1(a), as fases sólidas básicas são ferrita (α, δ), austenita (γ) e cementita (M_3C). Já quando ocorre a adição de 7%p. de Al ao sistema Fe-C, tem-se um grande efeito nos campos de fase e seus constituintes, como apresentado na Figura 2.1(b). As faixas de composição e temperatura para a transformação peritética ($L+S_1 \rightarrow S_2$) em alta temperatura são ampliadas, o que indica que um nível mais alto de segregação elementar (micro e macro) pode ocorrer durante o processo de solidificação. A área ($\delta+\gamma$) é ampliada e o campo monofásico de γ é deslocado para a direita à medida que as temperaturas e as concentrações de C do ponto S e do ponto E aumentam. A área ($\gamma+M_3C$) no sistema Fe-C é substituída pelas áreas ($\gamma+k$) e ($\gamma+k+M_3C$). Duas linhas importantes precisam ser mencionadas: uma é a temperatura de *Solvus* da formação do carboneto k (linha SE na Figura 2.1b) e a outra é a temperatura de transição da ferrita desordenada para a ordenada (linha tracejada na Figura 2.1b ($\alpha \rightarrow B2$)). A temperatura do limite de solubilidade do carboneto k na fase γ incrementa à medida que os teores de C e/ou Al são elevados. A fase α (A2 desordenada) se transforma na fase B2 ordenada a uma temperatura abaixo de 500 °C e, à medida que o teor de C, aumenta essa temperatura de transição diminui. Essa temperatura de transição ainda não foi experimentalmente confirmada e necessita de um maior entendimento (CHEN *et al.*, 2017).

Uma particularidade da adição de altos níveis de Al é a substituição da cementita (Fe_3C) pelo carboneto k. O carboneto k tem uma influência significativa nas propriedades mecânicas, assim, é essencial entender e prever o equilíbrio entre o carboneto k e as outras fases presentes na microestrutura dos aços de baixa densidade (ZHENG *et al.*, 2017). O carboneto k está presente em uma ampla faixa de temperatura e composição, pode ser encontrado nos diagramas ternários de Fe-Al-C, Al-C-Mn e no quaternário Fe-Mn-Al-C. A precipitação desse carboneto nesses aços pode ocorrer tanto na austenita quanto na ferrita, dependendo do teor de elementos de liga (CHEN *et al.*, 2017; ZAMBRANO, 2018; ZHENG *et al.*, 2017; ZUAZO *et al.*, 2014).

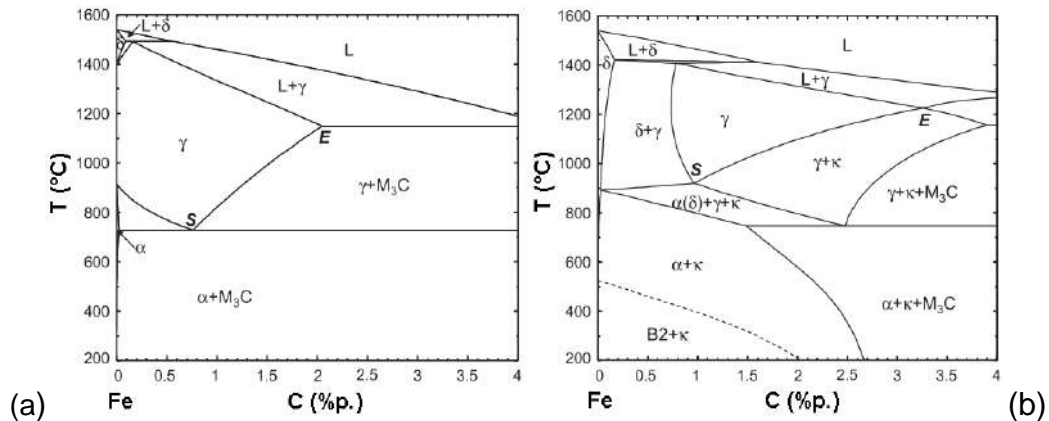


Figura 2.1 - Efeitos da adição de Al na formação dos campos de fases do sistema Fe-C. (a) Fe-C; (b) Fe-7Al-C. A linha tracejada no diagrama b indica a temperatura de transição A2 para B2 (fase α) causada pela adição de Al (CHEN *et al.*, 2017).

Deste modo, algumas informações importantes observadas nos diagramas de fase apresentados na Figura 2.1, estão resumidas a seguir:

- A adição de Al aumenta o campo de fase da ferrita e suprime a região monofásica austenítica. Nos aços Fe-Al-C, o carboneto κ é formado quando o teor de Al é superior a 2%, enquanto nos aços Fe-Mn-Al-C, esse teor precisa ser superior a 5%, quando mais de 2% de Mn é adicionado. Isso indica que o Mn restringe a formação do carboneto κ e o Al restringe a formação de outros carbonetos, como M_3C e $M_{23}C_6$.
- A temperatura de formação do carboneto κ , indicando sua estabilidade, incrementa à medida que os teores de C e Al aumentam.
- As previsões nos diagramas mostram que a transição ordem-desordem de ferrita A2 para B2 ocorre quando o teor de Al é maior que 2%. A temperatura de transição ordem-desordem aumenta à medida que o teor de Al e Mn aumenta, mas diminui quando o teor de C é incrementado. Isso indica que o aumento do teor de Al e Mn promove a formação de fases ordenadas dentro da ferrita, enquanto o aumento do teor de C restringe a formação de fases ordenadas.

Do ponto de vista microestrutural, os critérios do projeto da liga devem basear-se na ausência de carbonetos κ em temperaturas de trabalho a quente, na prevenção da precipitação de carbonetos κ grosseiros, além de evitar a formação de outros carbonetos, como $M_{23}C_6$ e M_7C_3 a temperaturas mais baixas (CHEN *et al.*, 2017).

Para entender o efeito dos elementos de liga na evolução microestrutural, devido às múltiplas combinações possíveis, são utilizados cálculos termodinâmicos para auxiliar esse entendimento. No entanto, existem limitações nesses modelos que impossibilitam prever como ocorre a evolução microestrutural em processos reais de produção dos aços, onde as relações de fase de equilíbrio geralmente não são estabelecidas. Para o uso mais prático de cálculos termodinâmicos é necessário examinar as informações fornecidas, juntamente com as análises da evolução microestrutural nesses aços, em uma ampla faixa de composições. Os bancos de dados termodinâmicos disponíveis ainda não permitem boas definições sobre os efeitos do Al, com isso novos bancos de dados estão sendo desenvolvidos, a fim de suprir e melhorar os resultados obtidos. Entretanto, o conjunto de parâmetros termodinâmicos permite relacionar acordos aceitáveis entre os cálculos e os resultados experimentais para o sistema Fe-Mn-Al-C. Pelos trabalhos disponíveis na literatura, os bancos de dados existentes são satisfatórios, entretanto, necessita-se de mais pesquisas para consolidá-los para esse sistema (CHEN *et al.*, 2017; LEE *et al.*, 2013; ZAMBRANO, 2018; ZHENG *et al.*, 2017; ZUAZO *et al.*, 2014).

CHIN *et al.* (2010) construíram uma descrição termodinâmica do tipo CALPHAD para o sistema quaternário Fe-Mn-Al-C, combinando uma descrição ternária de Mn-Al-C avaliada e um banco de dados Fe-Al-C existente para aços parcialmente modificados. A descrição termodinâmica proposta permite uma previsão do equilíbrio de fases e estabilidade do carboneto k na liga com uma precisão aceitável e pode ser usada para a interpretação da evolução microestrutural, durante os processos industriais, para aços com elevado teor de Al e Mn.

Como descrito na subseção 2.1.1, a metalurgia física dos aços do sistema Fe-Mn-Al-C difere dos aços convencionais, como exemplo, por apresentar o carboneto k. Assim, a literatura estabelece o entendimento deste sistema de ligas através de experimentos e de cálculos teóricos fundamentados na termodinâmica. Esses resultados indicam que os bancos de dados e softwares disponíveis atualmente podem fornecer informações razoáveis sobre as fases no sistema Fe-Mn-Al-C, mas não podem fornecer/realizar previsões precisas sobre os limites das fases e as faixas de temperaturas, especialmente quando os teores de Al e Mn se tornam mais elevados, embora os cálculos das diferentes abordagens sejam semelhantes.

2.1.2 ELEMENTOS DE LIGA E CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS

A redução da densidade é a principal força motriz para o desenvolvimento de aços do sistema Fe-Mn-Al-C, principalmente quando o foco são as aplicações automotivas. Com este intuito, alguns elementos de ligas são frequentemente adicionados, tais como o Al ($2,7 \text{ g/cm}^3$), Si ($2,3 \text{ g/cm}^3$) e Mn ($7,21 \text{ g/cm}^3$), pois possuem densidades menores que a do Fe ($7,85 \text{ g/cm}^3$). Um dos grandes desafios em relação a esse sistema de ligas é a ampla faixa de composição química possível, existem trabalhos na literatura variando os teores de 0 a 35%p. de Mn, de 0 a 12%p. de Al, e até 2%p de C (CHEN *et al.*, 2017; ZAMBRANO, 2018). A presença desses elementos permite controlar as possíveis transformações de fases, além de promover alterações no parâmetro de rede, ao mesmo tempo que reduzem a densidade, em virtude de possuírem massas atômicas menores. O aumento no teor de Al na fração de ferrita, diminuirá a densidade, devido ao menor peso atômico do Al em comparação ao Fe, bem como a diferença na densidade (BAUSCH *et al.*, 2013; CHEN *et al.*, 2017; FROMMEYER; DREWES; ENGL, 2000).

Os principais elementos de liga adicionados nos aços de baixa densidade são: carbono (C), manganês (Mn), alumínio (Al) e silício (Si), e seus principais efeitos são descritos na Tabela 2.2, que consiste em uma compilação de diversos trabalhos realizados por ZAMBRANO (2018).

As adições desses elementos não promovem apenas a redução de densidade, mas questões metalúrgicas subjacentes mais complexas, como a formação do carboneto ϵ , pois influencia a estabilidade termodinâmica dos alótropos do Fe. Portanto, o entendimento da influência dos elementos de liga é fundamental, pois a partir desse conhecimento é possível determinar fases que podem estar presentes na liga e que interferem diretamente na produção, no processamento e na utilização desses aços (CHEN; LI; YI, 2020; CHEN *et al.*, 2017; ZAMBRANO, 2018).

Tabela 2.2 - Resumo dos efeitos dos principais elementos de liga adicionados ao sistema Fe-Mn-Al-C (ZAMBRANO, 2018)

Elementos	Principais efeitos
Mn	Estabiliza a austenita; pode promover a fase β -Mn (que é frágil, porém aparece apenas em aços com alto teor de Mn); a transformação $\gamma \rightarrow$ martensita $\varepsilon \rightarrow$ martensita α' é favorecida pelo teor de Mn que pode variar entre 5 a 12%p. e $\gamma \rightarrow$ martensita ε é favorecida pelo teor de Mn entre 15 a 30%p.; melhora a resistência à oxidação através da formação de carepa (Fe,Mn)O; aumenta a solubilidade do C na austenita e retarda a precipitação dos carbonetos k; aumenta o parâmetro de rede da estrutura CFC.
C	Estabiliza a austenita; forma carbonetos; diminui a resistência à fadiga de baixo e extremamente baixo ciclo; aumenta o parâmetro de rede da estrutura CFC.
Al	Estabilizador da ferrita (o Al expande tanto a região de ferrita α quanto da ferrita δ , e restringe a região de austenita no diagrama de fases); promove uma camada protetora de alumina (Al_2O_3); reduz a difusividade do carbono; reduz drasticamente a densidade do aço; inibe a formação de austenita; em grandes quantidades no sistema Fe-Mn-Al-C forma carbonetos e intermetálicos junto com o Fe; pode promover o incremento da temperatura de início da formação de martensita; aumenta o parâmetro de rede da estrutura CFC.
Si	Melhora a formação de uma camada de alumina (Al_2O_3); favorece a precipitação de compostos como (Fe, Mn) ₅ (Si, Al) C em aços à base de ferrita que reduzem a ductilidade; aumentam a fluidez e diminuem o ponto de fusão em 30 °C/%p. de Si; favorece a resistência à oxidação formando uma película passiva protetora de SiO_2 , diminui o parâmetro da rede da estrutura CFC.
Alto C e Alto Al	Estabiliza o carboneto k.

Como o material em estudo da presente Tese possui elevado teor de Al dar-se-á um maior enfoque nesse elemento. O Al embora seja um forte estabilizador de ferrita, dependendo da quantidade adicionada, também tem a capacidade de se dissolver na austenita. Assim, com a presença do Al e a difusão do C no interior da austenita que é rápida, ocorre a nucleação do carboneto k, levando a uma decomposição acelerada da austenita. A formação desse carboneto é controlada pela segregação de C nessa fase. A nucleação desse carboneto, que também pode ocorrer na ferrita, segue o mesmo princípio e depende da difusão de C e particionamento de Al (KIM; SUH; KIM, 2013; SEOL *et al.*, 2013; SHIN *et al.*, 2010).

Esse particionamento elementar nas transformações pode ser detectado pelo monitoramento das alterações nas medidas dos valores de distância interplanar (TERASAKI; KOMIZO, 2011; ZHANG; TERASAKI; KOMIZO, 2012).

LU, ZHANG e QIN (2015) observaram a progressão dos valores medidos da distância interplanar da austenita (111) (Figura 2.2(a)) e ferrita (110) (Figura 2.2(b)), em função da temperatura. Nos estágios iniciais, os valores da distância interplanar da austenita e da ferrita exibem uma diminuição constante, o que corresponde à contração da rede, devido à precipitação do carboneto k. Nessa precipitação ocorre a eliminação de átomos de Al, que por possuir diâmetro atômico maior que o do Fe, promove essa redução na rede. Porém, os valores de distância interplanar da austenita e da ferrita exibem um aumento acentuado com o incremento da temperatura, indicando que os carbonetos k começaram a se dissolver na matriz (por exemplo, esferoidização e/ou dissolução). Nesse caso, ocorre a absorção dos átomos de Al que promove uma expansão na rede. A dissolução desses carbonetos fornecer elementos de liga (por exemplo, C e Mn) para a solução sólida, promovendo a nucleação da austenita ao aquecer continuamente esse aço.

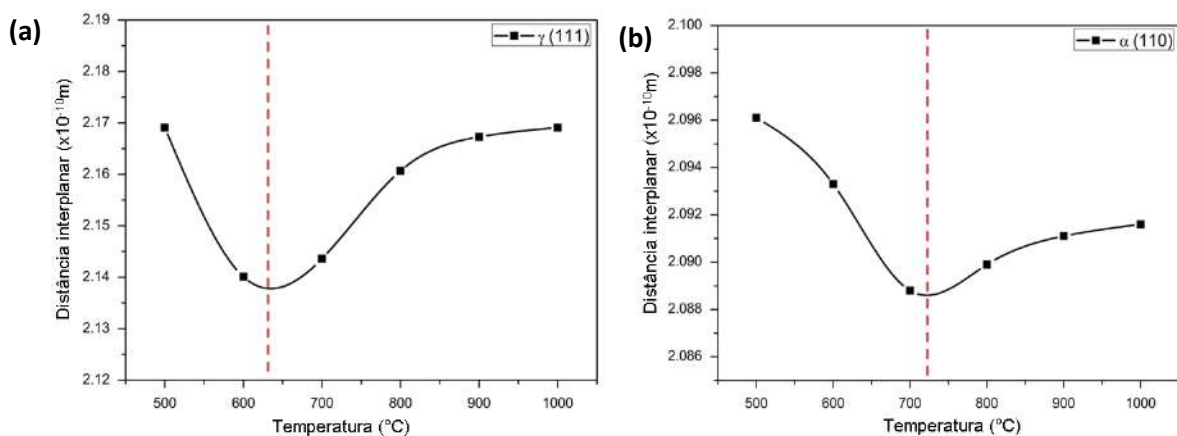


Figura 2.2 - Progressão dos valores medidos da distância interplanar da: (a) austenita (111) e (b) ferrita (110) em função da temperatura (Adaptado de LU; ZHANG; QIN, 2015).

A eficácia do Al na redução da densidade desses aços pode ser observada na Figura 2.3, onde reduções da densidade de ligas Fe-Al e Fe-Mn-Al-C são apresentadas em função do teor de Al. Cerca de 8% em peso de Al causa redução de 10% na densidade. A adição do Mn também contribui ligeiramente para a redução da densidade, visto que a linha vermelha das ligas com adição de Mn é um pouco abaixo

da linha azul, das ligas apenas com adição de Al (FROMMEYER; BRÜX, 2006; FROMMEYER; DREWES; ENGL, 2000; LU; ZHANG; QIN, 2015).

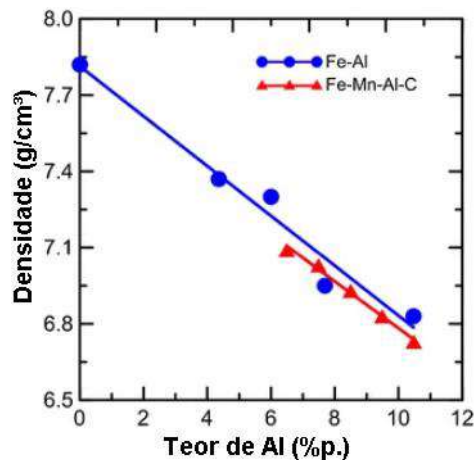


Figura 2.3 - Redução da densidade em sistemas de Fe-Al e Fe-Mn-Al-C em função do teor de Al (Adaptado de RANA; LAHAYE; RAY, 2014).

O Al também contribui para tornar as ligas binárias de Fe-Al basicamente ferríticas, por ser um forte estabilizador da ferrita. Entretanto, a adição simultânea de C e Mn leva à presença e estabilização da austenita até baixas temperaturas. A adição de Al promove, além das transformações ordem-desordem, outro fenômeno metalúrgico para esses aços: a decomposição espinodal. Essa decomposição ocorre pelo surgimento de pequenas regiões com diferentes composições que não possuem uma interface bem definida. Essas regiões possuem dimensões nanométricas e só podem ser observadas através de técnicas de análise estrutural com alta resolução (ZUAZO *et al.*, 2014).

Outra consequência do Al em teores elevados é a supressão da formação de cementita, promovendo a precipitação do carboneto k (SEOL, 2018). As concentrações de C e a estabilidade do carboneto k são garantidas em alto teor de C e alto teor de Al. A cementita é estabilizada/favorecida em alto C e baixos níveis de Al, já a ferrita é estável em alto Al e baixo C (KIM; SUH; KIM, 2013).

KAAR *et al.* (2018) avaliaram diferentes conceitos em aços de baixa densidade, com composições químicas na faixa de 0,4%p. de C, 0,25%p. de Si, 1,1 - 2,5%p. Mn e 2,8 - 5,5%p. Al. Em relação à microestrutura observaram uma influência significativa da composição química, especialmente quanto ao teor de Al, como pode ser observado na condição laminada a quente, apresentada na Figura 2.4. Para os aços com baixo teor de Al, a microestrutura consistiu em ferrita e cementita, enquanto para

aqueles com alto teor de Al, os carbonetos k substituíam a cementita. Já o Mn contribuiu para diminuir a fração de carboneto k, promovendo a formação de martensita em conjunto com a austenita retida. A composição química desses aços (A,B,C,D - conforme descrito na legenda da Figura 2.4) permitiu obter uma redução na densidade de 4,2%, 4,8%, 7,4% e 7,5%, com o incremento do teor de Al, respectivamente (KAAR *et al.*, 2018).

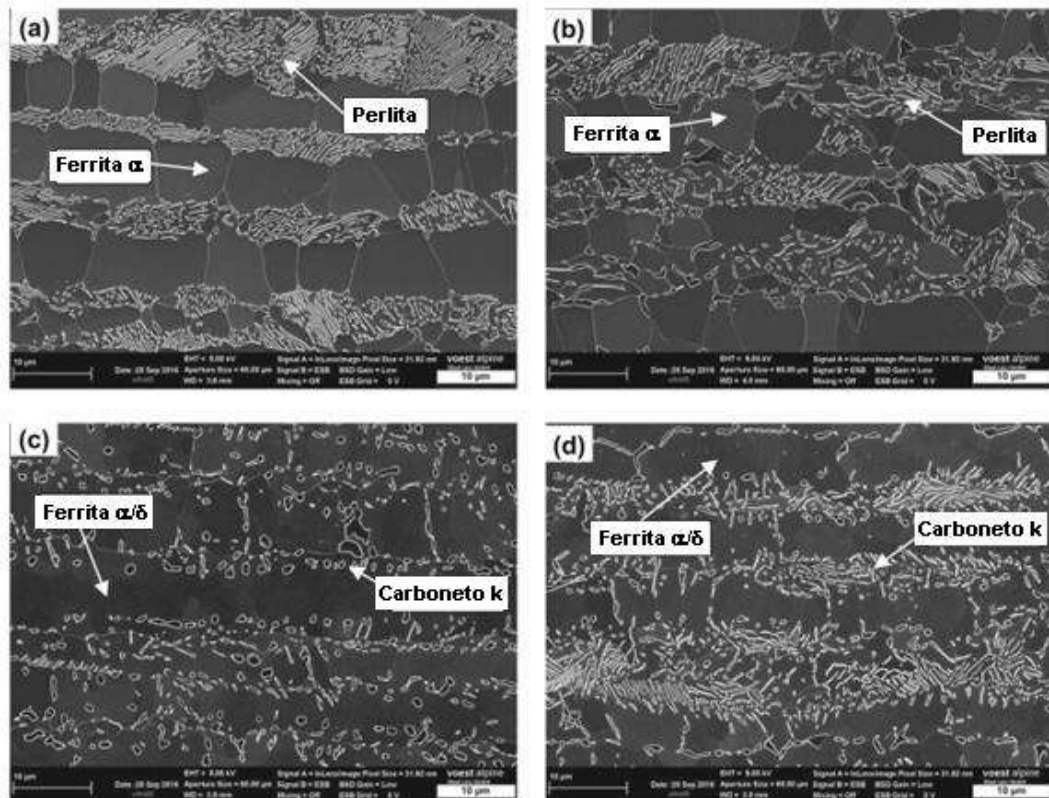


Figura 2.4 - Micrografias de MEV das chapas laminadas a quente (a) A: Fe-0,4C-1,1Mn-2,8Al; (b) B: Fe-0,4C-1,6Mn-3,3Al; (c) C: Fe-0,4C-1,5Mn-5,2Al e (d) D: Fe-0,4C-2,5Mn-5,2Al (Adaptado de KAAR *et al.*, 2018).

KAAR *et al.* (2018), também realizaram análises de EBSD das amostras estudadas na condição laminada a frio, conforme apresenta a Figura 2.5. Os mapas de fases obtidos possibilitaram a distinção da matriz ferrítica (azul), das ilhas de austenita retida (vermelha) e da martensita (verde), adjacentes à austenita retida. Para os aços contendo os menores teores de Al (aços A e B - Figura 2.5(a,b), a microestrutura consistiu em ferrita e austenita retida, enquanto para os aços C e D (Figura 2.5(a,b), com o maior teor de Al, além de ferrita e austenita retida tem-se a presença de martensita na microestrutura.

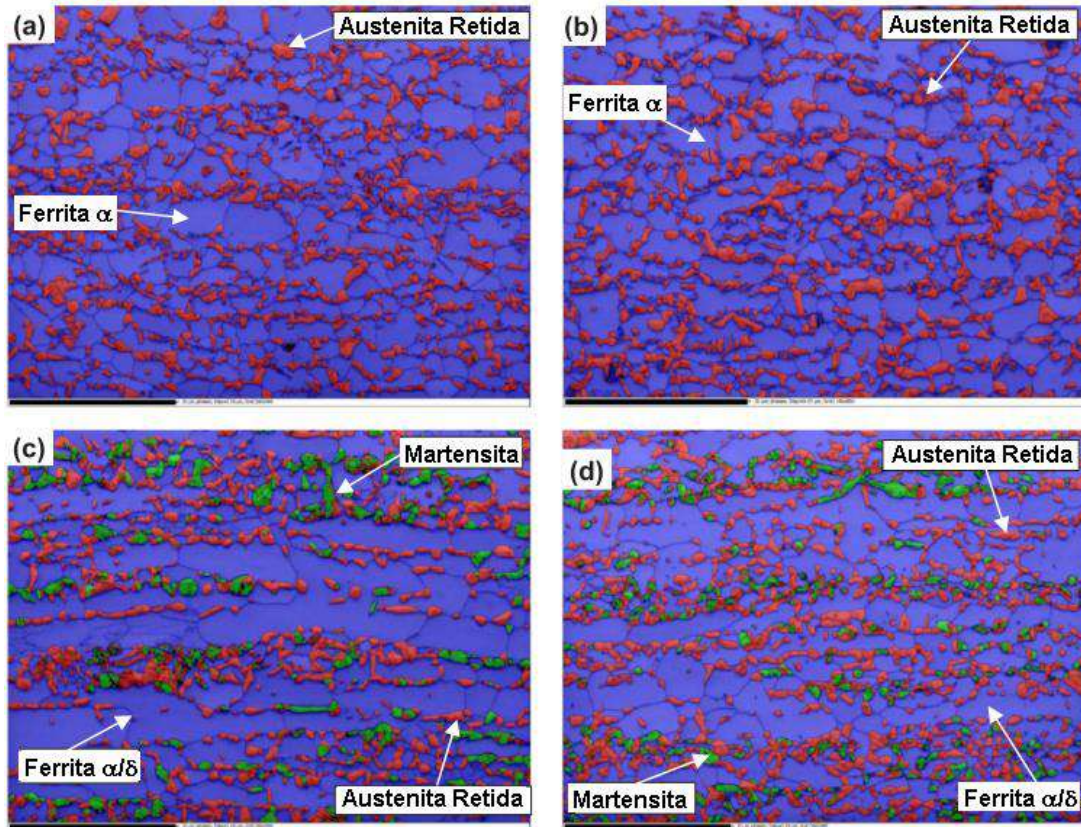


Figura 2.5 - Mapas de fase EBSD na condição laminada a frio das ligas (a) A: Fe-0,4C-1,1Mn-2,8Al, (b) B: Fe-0,4C-1,6Mn-3,3Al, (c) C: Fe-0,4C-1,5Mn-5,2Al, e (d) D: Fe-0,4C-2,5Mn-5,2Al (Adaptado de KAAR *et al.*, 2018).

LEE *et al.* (2013), observaram que os teores de Al variando de 4 a 6%p. promovem um aumento da fração relativa de ferrita em comparação com o carboneto k, conforme já era esperado pelos cálculos termodinâmicos (Figura 2.6). O efeito do teor de Al na estabilidade do carboneto k é maior do que os outros elementos de liga e o incremento no teor de Al permite a formação de uma estrutura lamelar mais grosseira, como apresentado nas micrografias da Figura 2.6.

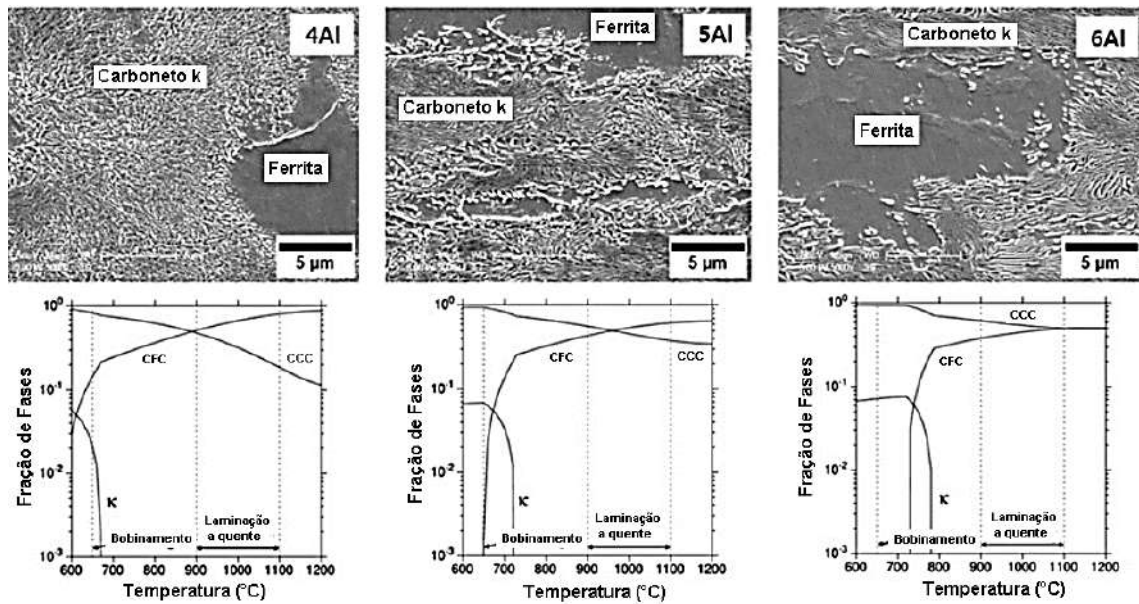


Figura 2.6 - Micrografias e diagramas de fração de fase calculados via *Thermo-Calc* para aços Fe-0,3C-3Mn-(4,5,6) Al, respectivamente (Adaptado de LEE *et al.*, 2013).

O controle do tamanho dos grãos, através da adição de elementos de liga, pode ser usado para melhorar as propriedades dos aços Fe-Al (CHEN *et al.*, 2017). A adição de uma pequena quantidade de elementos de liga (<0,1% p.), como Ti, Nb, V ou B, em função das condições de processamento termomecânico ou térmico adotadas, promovem o refinamento dos grãos (BRÜX; FROMMEYER; JIMENEZ, 2002). O Nb que foi adicionado ao material em estudo na presente Tese, é conhecido por segregar fortemente nos contornos dos grãos formando carboneto de nióbio (NbC). O consumo de C para formar esse carboneto promove um controle na formação de austenita, além de colaborar como um elemento ferritizante. A interação do Nb com os contornos dos grãos resulta em uma redução importante da mobilidade desses contornos e conseqüentemente um retardo da recristalização e do crescimento dos grãos.

ZARGARAN *et al.* (2014) avaliaram os efeitos das adições de 0,1%p. de Nb e 0,1%p. de C em um aço Fe-8Al-5Mn. A microestrutura da liga Fe-8Al-5Mn-0,1Nb-0,1C consistiu em partículas de carboneto k dentro da matriz ferrítica e ao longo dos contornos dos grãos. Essa microestrutura apresentou-se muito mais alongada na direção de laminação que a da liga Fe-8Al-5Mn, devido ao efeito das partículas do carboneto k e do NbC na inibição da recristalização da ferrita durante a laminação a quente. A liga Fe-8Al-5Mn-0,1Nb-0,1C tem um tamanho de grão mais refinado que a liga Fe-8Al-5Mn após o recozimento final.

KUCEROVA e BYSTRIANSKY (2017), investigaram o efeito da substituição parcial do Si por Al em aços com adição de Nb (C-Mn-Si-Nb e C-Mn-Si-Al-Nb). Essas ligas foram submetidas a tratamento térmico que consistiu em variar a temperatura de encharque (850 °C ou 900 °C) e taxas de resfriamento de 14 °C/s para 30 °C/s. O aço C-Mn-Si-Nb possuía uma fração volumétrica significativamente maior de ferrita e uma quantidade ligeiramente menor de austenita retida do que o aço com substituição parcial de Si por Al (C-Mn-Si-Al-Nb) após os tratamentos com os mesmos parâmetros de processamento. Esse fato estava de acordo com os diagramas TTT (Tempo-Temperatura-Transformação) calculados pelos autores, onde a adição de Al resultou em uma mudança da área de transformação da ferrita para tempos de transformação mais longos. Para todos os métodos de processamento, a substituição parcial do Si pelo Al resultou no refinamento de todas as fases da microestrutura final. A combinação da adição de Al e Nb promoveu um maior refino do grão em todas as condições processadas.

BALIGIDAD (2004) avaliou o efeito do C e Nb na microestrutura e nas propriedades mecânicas de uma liga de Fe-10,5Al (%p.), variando os teores de C em 0,7 e 0,9 (%p.) e os teores de Nb de 0, 0,5, 0,8 e 2 (%p.). Nos lingotes refundidos por eletroescória e laminados a quente, a combinação desses elementos promoveu a formação de precipitados de NbC na matriz de Fe-Al, além de uma grande fração de carbonetos k. A adição de 0,5 e 0,8Nb (%p.) resultou na precipitação de uma fração muito pequena de precipitados de NbC na matriz de Fe-Al, além de uma grande fração de precipitados de carboneto k. O aumento do teor de Nb de 0,8 para 2%p. resultou na formação de precipitados de NbC com morfologia cuboidal grosseiro, além de uma fração de NbC refinada, juntamente com uma grande fração de precipitados de carboneto k. Os autores descrevem que esse alto teor de Nb promoveu baixa ductilidade, devido à formação de precipitados grosseiros.

Diferentes configurações microestruturais são obtidas através da variação da composição química e dos parâmetros de processamento. Uma ampla gama de constituintes e mecanismos podem estar envolvidos durante o processamento desse sistema quaternário (BAUSCH *et al.*, 2013; CHEN *et al.*, 2017; HOWELL, 2009; MAPELLI *et al.*, 2020; RAABE *et al.*, 2015). Como uma descrição completa dessas fases ainda é desafiadora, no texto que vem a seguir é apresentada uma descrição

geral das transformações de fase e quais fases podem estar presentes nesse sistema (ZAMBRANO, 2018).

Os aços de baixa densidade podem apresentar uma matriz constituída de ferrita, austenita ou uma mistura dessas fases dependendo dos elementos de liga e processamentos aplicados. De acordo com diversos trabalhos da literatura, dependendo das fases presentes na matriz em alta temperatura, onde se assume que as condições de equilíbrio são aproximadas, as ligas do sistema Fe-Mn-Al-C podem ser classificadas nas seguintes categorias: ferrítica, ferrítica-austenítica (ligas com topologia Duplex à base de ferrita), austenítica-ferrítica (ligas com topologia Duplex à base de austenita), austeníticas ou austenítica-ferrítica com carbonetos k (Figura 2.7) (BAUSCH *et al.*, 2013; CHEN *et al.*, 2017; FROMMEYER; BRÜX, 2006; GUTIERREZ-URRUTIA; RAABE, 2014; HERRMANN; INDEN; SAUTHOFF, 2003; KIM; SUH; KIM, 2013; SOHN *et al.*, 2013; SOZAŃSKA-JĘDRASIK *et al.*, 2020).

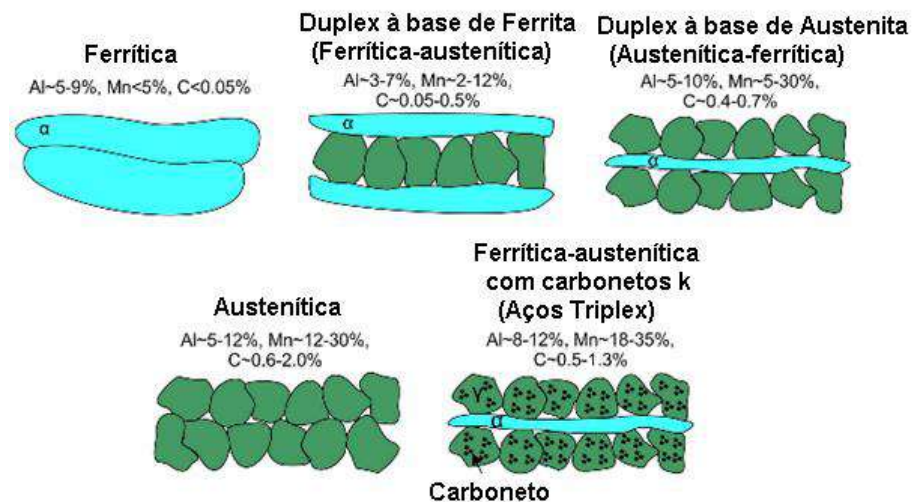


Figura 2.7 - Classificação dos aços de baixa densidade de acordo com a microestrutura em alta temperatura em função da composição química (Adaptado de SOZAŃSKA-JĘDRASIK *et al.*, 2020).

As ligas ferríticas podem conter até 12%p. de Mn, com uma quantidade significativa de Al, que por ser um estabilizador de ferrita, reduz o campo austenítico significativamente ao expandir o campo da fase ferrítica (RANA; LAHAYE; RAY, 2014). Esse tipo de liga à base de ferrita tem uma microestrutura de γ + ferrita δ na temperatura de trabalho a quente. Alguns trabalhos relatam que o teor de C desses aços deve ser minimizado (não apresentando valores estimados) para evitar a possível formação de carbonetos ordenados, $Fe_{4-y}Al_yC_x$ ($0,8 \leq y \leq 1,2$; $0 \leq x \leq 1$), que são

prejudiciais à conformabilidade (FROMMEYER; BRÜX, 2006; RANA; LAHAYE; RAY, 2014).

Essas ligas ferríticas podem ser constituídas pelas fases A2 desordenada (Fe,Al)- α , B2 ordenada (FeAl) ou DO₃ ordenado (Fe₃Al) como fase dominante (KIM; SUH; KIM, 2013). Por possuírem um teor médio de Mn, o carboneto k é basicamente livre de Mn, esse carboneto é um potente fortalecedor da ferrita. A ferrita em ligas Fe-Al-C também pode ser fortalecida significativamente pela presença de uma pequena quantidade de precipitado ordenado Fe₃Al, aumentando o teor de Al. No entanto, estas fases que contribuem para o endurecimento por precipitação têm um impacto negativo sobre a ductilidade do material (BALIGIDAD; PRASAD, 2007).

Os aços austeníticos de baixa densidade possui um maior teor de Mn, tipicamente entre 12 e 35%p., com Al até 12%p. e C entre 0,6 e 2,0%p. Esse tipo de liga pode ter uma microestrutura totalmente austenítica na temperatura de trabalho a quente, além da possibilidade da presença de austenita retida a temperatura ambiente após um resfriamento rápido. Os aços de baixa densidade duplex à base de austenita apresenta ferrita δ e austenita na temperatura de trabalho a quente, com a fase austenítica originando a matriz contínua (CHEN *et al.*, 2017; FROMMEYER; DREWES; ENGL, 2000; RANA; LIU; RAY, 2013; SOZAŃSKA-JĘDRASIK *et al.*, 2018). A estabilidade da austenita tem grande influência do teor dos elementos adicionados a liga. A austenita pode se estabilizar à temperatura ambiente, juntamente com a precipitação do carboneto k formado dentro dos grãos de austenita. Assim, quando a microestrutura final apresenta pequenas quantidades de ferrita δ , carboneto k e austenita, tem-se os aços Triplex desse sistema de ligas (CHEN *et al.*, 2017; FROMMEYER; BRÜX, 2006; PARK *et al.*, 2013; SUH *et al.*, 2010).

As transformações de fase dos aços do sistema quaternário Fe-Mn-Al-C vem sendo investigadas por décadas. À medida que os teores de Mn e C dos aços aumentam, a fração de volume da austenita também aumenta. Em contraste, maiores concentrações de Al causam maiores frações da fase ferrítica. Esse sistema, à temperatura ambiente, é caracterizado pela possibilidade da presença de 5 principais fases: ferrita δ/α , austenita, carboneto k, carbonetos do tipo H_xC_y e β -manganês (quando houver alto teor de Mn). Além dessas fases, outras podem ser formadas,

como martensita α'/ϵ , bainita e carboneto k de ordem de curto alcance (CHEN *et al.*, 2017; MAPELLI *et al.*, 2020; WANG; CHANG, 2002; ZAMBRANO, 2018).

Portanto, existem ligas constituídas por: ferrita+austenita; ferrita+carboneto k e austenita+carboneto k e até mesmo com campo trifásico de ferrita+austenita+carboneto k. A coexistência de múltiplas fases pode assumir a forma de colônias lamelares, por exemplo, lamelas de ferrita + carboneto k aparecem com frequência nesses aços. No entanto, as transformações de fases envolvidas na formação dessas colônias lamelares ainda não foram bem definidas.

A ferrita δ se forma através da transformação do estado líquido em sólido e pode ser parcialmente consumida através da reação peritética ($L+\delta\rightarrow\gamma$) durante a solidificação. Uma vez formada a ferrita δ apresenta uma mudança insignificante na fração de volume durante o processo subsequente de laminação a quente. Segundo CHOI; SUH e BHADESHIA (2012), a retenção do excesso de ferrita δ em microestruturas pode ser atribuída à dificuldade de nucleação dos grãos de austenita, consumindo menos ferrita δ durante a reação peritética. Eles avaliaram que à medida que a temperatura de bobinamento aumenta ao final do processamento a quente, os grãos de ferrita δ são subdivididos em uma extensão maior por meio da recuperação e recristalização, resultando em grãos mais finos, geralmente com carbonetos.

Deve-se notar que a ferrita produzida a partir da fase líquida durante o processo de fundição é denominada como ferrita δ , enquanto a ferrita proveniente da austenita é denominada como ferrita α . A ferrita δ cresce a partir da fase líquida e está presente na microestrutura até a temperatura ambiente, não sendo eliminada em tratamentos térmicos, pois apresenta alta estabilidade termodinâmica que prevê sua coexistência com austenita, que se forma com composição distinta a partir de parte da ferrita δ . A ferrita δ possui diferentes composições elementares/particionamentos e gradientes químicos intrínsecos da ferrita α , embora possua a mesma estrutura cristalina (CCC) (KRIZAN; STEINER; STAHL, 2018).

A compreensão do comportamento da decomposição da austenita nesses aços é fundamental, pois o carboneto k está sempre envolvido na decomposição da austenita, aumentando a complexidade e a variedade de microestruturas. Os produtos de transformação da austenita, após um resfriamento lento, mudam de acordo com o teor dos elementos de liga. Um bom controle dos parâmetros de processamento e a

escolha da composição química facilitará o entendimento das possíveis transformações e permitirá maior domínio da microestrutura final.

SOHN *et al.* (2014b) observaram o efeito na microestrutura de variações no teor de Mn em aços laminados a quente. Na liga Fe-3Mn-5Al-0,3C (M3), a austenita se transforma completamente em estruturas lamelares de ferrita α e carboneto k ($\alpha+k$) e alguns carbonetos k são formados ao longo dos contornos de grãos da matriz ferrítica e/ou na interface δ/γ , conforme indicado na Figura 2.8(a). Em uma liga Fe-6Mn-5Al-0,3C (M6), a austenita se transforma parcialmente em estruturas lamelares ($\alpha+k$) e se estabiliza parcialmente. Porém, em uma temperatura mais baixa essa austenita se transforma em martensita (Figura 2.8(b)). Nos aços com teores de Mn de 9 e 12(%p.) (M9 e M12, respectivamente) apresentam uma matriz ferrítica sem a formação de carboneto k, mas com a presença de austenita retida. As estruturas lamelares ($\alpha+k$) são formadas ao longo dos contornos dos grãos da austenita ou nos contornos da ferrita δ e austenita.

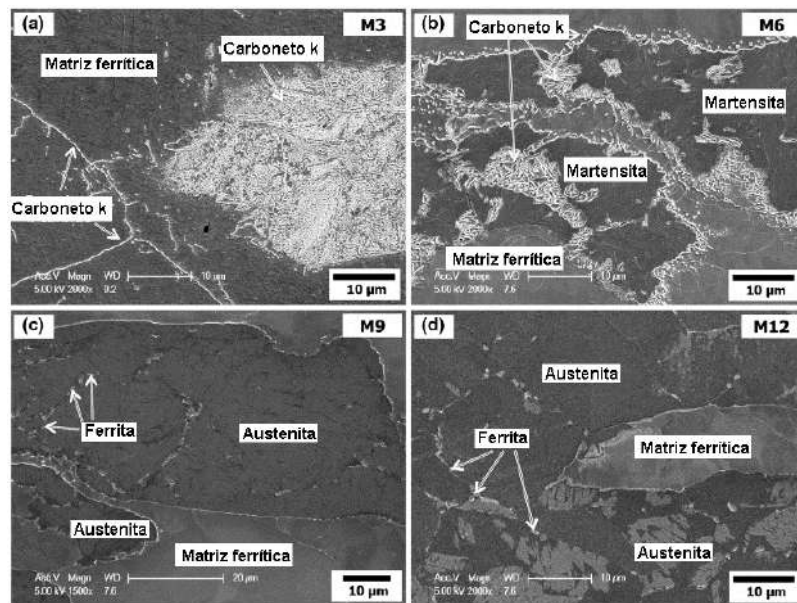


Figura 2.8 - Micrografias via MEV das amostras de aços laminados a quente com diferentes, (a) M3; (b) M6; (c) M9; (d) M12. Ataque com Nital 2% (Adaptado de SOHN *et al.*, 2014b).

Cada configuração derivada da fase austenítica possui propriedades específicas, podendo apresentar vantagens ou desvantagens que precisam ser compreendidas para desenvolver produtos com maior valor agregado. MAPELLI *et al.* (2020) caracterizaram várias morfologias microestruturais em função de diferentes decomposições da austenita, que pode ocorrer nesse sistema de liga:

- Precipitação descontínua;
- Transformação celular;
- Decomposição espinodal.

A precipitação descontínua, que ocorre em sistemas metálicos é uma transformação de fase no estado sólido, controlada por difusão via contorno de grão. A fase γ_0 , se difere da fase mãe (γ) devido uma alteração de composição química, que pode ser promovida pela precipitação, devido ao limite de solubilidade dos elementos presentes na determinada fase, porém γ e γ_0 possuem a mesma estrutura. O contorno de grão atua como uma frente de reação, avançando sobre a matriz supersaturada do grão adjacente resultando em uma estrutura lamelar. As lamelas crescem de forma cooperativa, decorrente do particionamento dos átomos de soluto. A migração do contorno de grão delimita duas regiões distintas: a matriz não transformada à sua frente e uma estrutura lamelar (AARONSON; PANDE, 1998).

MAPELLI *et al.* (2020) apresentaram a precipitação descontínua que ocorreu em ligas revenidas a 600 °C por 30 min. A austenita evoluiu por precipitação descontínua para estruturas lamelares de $\gamma+k$. Na liga 9Al-10Mn-0,4C, os grãos de austenita foram sujeitos a apenas precipitação descontínua parcial (Figura 2.9(a,b)), enquanto em 9Al-10Mn-1C quase todo o volume de austenita foi transformado na estrutura lamelar de $\gamma+k$, onde pode ser possível que alguma fase α também esteja presente (Figura 2.9c,d). Na análise de MEV com aumentos maiores observa-se que em 9Al-10Mn-0,4C precipitação descontínua começa nos contornos dos grãos (Figura 2.9(b)).

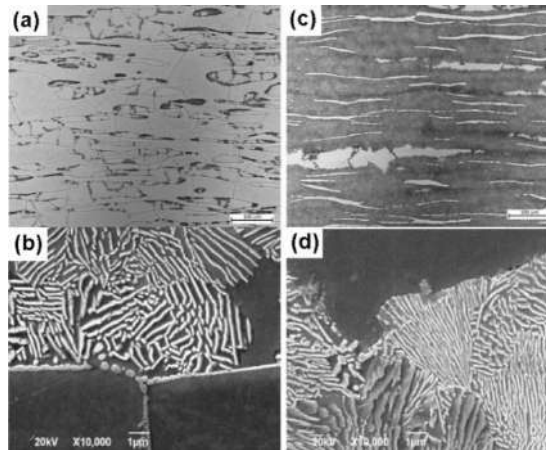


Figura 2.9 - Micrografias via MO e MEV da precipitação descontínua em ligas revenidas a 600 °C, (a) e (b) 9Al-10Mn-0,4C; (c) e (d) 9Al-10Mn-1C (MAPELLI *et al.*, 2020).

A transformação celular, que é uma transformação de precipitação especial, é uma forma de reação descontínua, envolvendo a migração de contornos de grãos, onde os precipitados nos contornos crescem como lamelas. A mistura lamelar da fase de matriz recém-formada e as fases do precipitado crescem simultaneamente na matriz. Essa transformação é como uma reação eutetóide, pois envolve a substituição de uma fase de alta temperatura por uma mistura de novas fases de baixa temperatura, sendo uma delas referente a transição alotrópica do Fe de CFC para CCC. Dessa forma, as transformações celulares promovem vários tipos de lamelas: lamelas de (ferrita+carboneto k), lamelas de (austenita+ferrita+carboneto k) e lamelas de (austenita+ferrita+carboneto k+M₂₃C₆) (CHENG, 2014).

As fases do produto de precipitação descontínua e de transformação celular são estruturas lamelares que geralmente começam a se desenvolver a partir dos contornos dos grãos. Nesse sistema de ligas, essas transformações podem gerar carbonetos k intergranulares que podem se formar como partículas discretas ou contínuas / finas ou grossas (BAUSCH *et al.*, 2013; CHENG, 2014). Quando essas ligas são submetidas a tratamentos térmicos de envelhecimento por tempo prolongado, os carbonetos k se formam primeiro nos contornos dos grãos γ/γ e depois crescem em direção aos grãos de γ adjacentes (CHENG *et al.*, 2015). Devido à sua morfologia e distribuição ao longo das interfaces, esses carbonetos k intergranulares induzem uma fragilidade nessas ligas. Além disso, eles afetam a estabilidade estrutural do material, resistência e a ductilidade, tanto durante o trabalho a quente, quanto a frio e sob condições de carregamento à temperatura ambiente (CHENG *et*

al., 2014; HOWELL, 2009; KIMURA *et al.*, 2004; LU; ZHANG; QIN, 2015; SHIN *et al.*, 2010; SOHN *et al.*, 2013). As reações de precipitação estão associadas ao aparecimento de segunda fase a partir de regiões supersaturadas de alta temperatura.

A ocorrência da decomposição espinodal nos aços Fe-Mn-Al-C resulta na decomposição da austenita CFC de alta temperatura, em austenita de baixa temperatura e na fase L₁₂. Esta transformação começa quando as adições de Al e C são realizadas, formando a fase austenítica rica em C e a fase austenítica pobre em C. Então, a região enriquecida em C evolui para uma estrutura L₁₂ ordenada de curto alcance, em que esta apresenta na sua estrutura átomos de Al nos vértices do cubo, Fe e/ou Mn nas faces. Depois disso, L₁₂ passa por outras ordenações dos átomos de C, que se depositam no sítio octaédrico da rede cúbica, resultando na formação de estrutura E₂₁ e L'₁₂. A estrutura cristalina da fase L₁₂ pode ser considerada cúbica simples, que não é a mesma apresentada pela austenita (CFC) (MAPELLI *et al.*, 2020). Como um dos requisitos da decomposição espinodal é que a fase mãe e produto tenham a mesma estrutura cristalina, a fase L₁₂ não é o produto direto da decomposição espinodal, mas provavelmente de uma transformação da fase austenítica de baixa temperatura enriquecida com elementos de liga. Os estudos de decomposição espinodal nos aços Fe-Mn-Al-C não apontaram que a reação de decomposição e ordenação espinodal ocorra sequencialmente para produzir as microestruturas características resultantes, consistindo em uma fase desordenada de austenita e uma fase ordenada de L₁₂ (CHEN *et al.*, 2017; CHENG, 2014; MAPELLI *et al.*, 2020; ZAMBRANO, 2018). Deste modo, a decomposição espinodal está envolvida na transição de uma fase. Ela ocorre uniformemente em todo o material que produz uma estrutura modulada e é caracterizada no diagrama de fases com uma lacuna de miscibilidade. A separação de fases ocorre espontaneamente quando o material é resfriado na região instável da lacuna de miscibilidade, o chamado regime espinodal, que não possui barreira energética química à reação. Um processo comum que desencadeia a decomposição espinodal da austenita é o envelhecimento (CHENG *et al.*, 2015). Diversos estudos mostram que ligas com diferentes composições e parâmetros de envelhecimento não se comportam da mesma maneira, devido à possibilidade dessa decomposição (CHEN *et al.*, 2017).

MAPELLI *et al.* (2020) verificaram em ligas Fe-9 a 12Al-10 a 30Mn-1C (%p.) que foram revenidas a 800 °C a ocorrência de transformação celular e/ou decomposição

espinodal. Esta microestrutura foi caracterizada por estruturas lamelares de $k+\alpha+\gamma$ derivadas da transformação celular da γ , grãos bandeados de ferrita δ e regiões dispersas obtidas da decomposição espinodal da γ . (Figura 2.10(a)). Incrementando o teor de Al a microestrutura apresenta grãos bandeados de ferrita δ dispersos em matriz lamelar de $k+\alpha$ derivados da transformação celular completa da austenita (Figura 2.10(b)). O aumento da concentração de Mn para níveis médios a alto leva a fases semelhantes, mas apresentam uma transformação menos desenvolvida se comparados aos anteriores. Na Figura 2.10(c), alguns grãos de austenita desenvolveram decomposição espinodal em vez de transformação celular, entretanto, ainda ocorre a predominância da transformação celular. Ao incrementar o teor de Mn para 30%p. ocorreu decomposição espinodal em todos os grãos de austenita (Figura 2.10(d)).

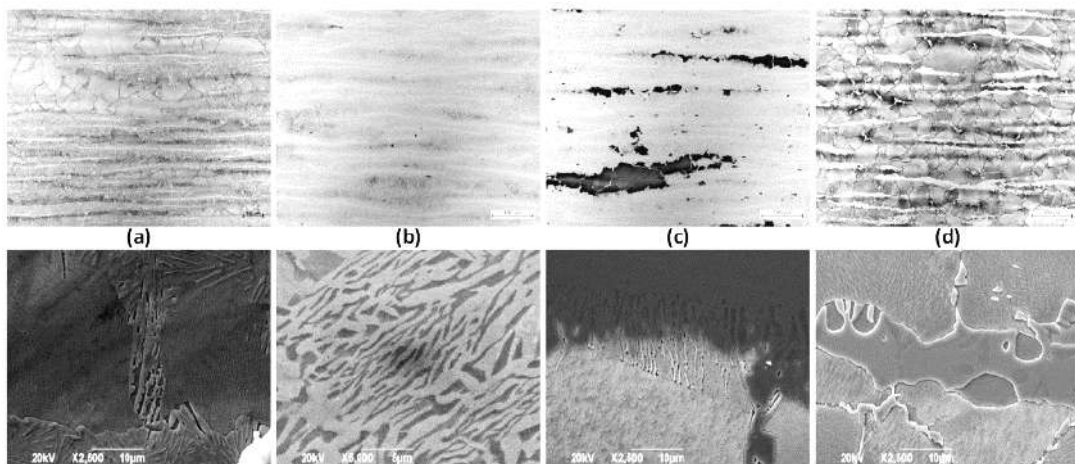


Figura 2.10 - Micrografias via MO e MEV de ligas revenidas a 800°C onde ocorreu transformação celular em (a) 9Al-10Mn-1C; (b) 12Al-10Mn-1C; (c) 12Al-20Mn-1C; e decomposição espinodal em (d) 12Al-30Mn-1C (MAPELLI *et al.*, 2020).

Alguns pesquisadores propuseram que uma reação espinodal causa modulação de Al e C na austenita. O potencial químico localizado na modulação pode aumentar a formação de um precipitado L_{12} metaestável que então se transforma em carboneto k E_{21} por ordenação do C. (HAN; YOON; CHOO, 1986; KIM; SUH; KIM, 2013).

RANA *et al.* (2014) descreveram os aços multifásicos Triplex Fe-Mn-Al-C como uma estrutura composta por três fases: austenita, ferrita e carbonetos k ($(Fe,Mn)_3AlC$). Os autores descobriram que os carbonetos k são formados a partir de áreas enriquecidas em carbono através da decomposição espinodal e são grandes

responsáveis pelas propriedades desses aços (CHOO; KIM; YOON, 1997; GUTIERREZ-URRUTIA; RAABE, 2014; RANA; LAHAYE; RAY, 2014).

CHENG *et al.* (2014) avaliaram a reação eutetóide que envolve a substituição de uma fase de alta temperatura por uma mistura de novas fases de baixa temperatura. Na Figura 2.11 são apresentadas micrografias de um aço com lamelas de (α +k+carboneto ($M_{23}C_6$) - esse carboneto foi denominado de C na Figura 2.11), formadas por uma reação eutetóide, em uma liga Fe-13,5Mn-6,3Al-0,78C, após tratamento a 1000 °C e envelhecimento isotérmico a temperaturas abaixo de 600 °C. Essas fases lamelares são resultantes da decomposição da austenita durante a reação eutetóide da liga quaternária, isto é, $\gamma \rightarrow (\alpha + k + \text{carboneto } (M_{23}C_6))$. Como a concentração de Al no aço é maior que a da composição eutetóide, ferrita pró-eutetóide e carboneto k aparecem na austenita antes da reação eutetóide a fim de reduzir o teor de Al da austenita retida. A austenita se decompõe em ferrita, carboneto k e carboneto $M_{23}C_6$ durante essa reação eutetóide. Os autores descrevem que a diferença entre o carboneto k e o $M_{23}C_6$ é que um tem alto teor de Al e o outro alto Mn e baixo Al, respectivamente. O baixo teor de Al no carboneto $M_{23}C_6$ também foi verificado por FROMMEYER *et al.* (2011). Trabalhos como de CHOO; KIM; YOON (1997) e WANG *et al.* (2007) relatam que a existência de múltiplas fases colabora para a formação dessas colônias lamelares de ferrita e carboneto k (CHENG *et al.*, 2014).

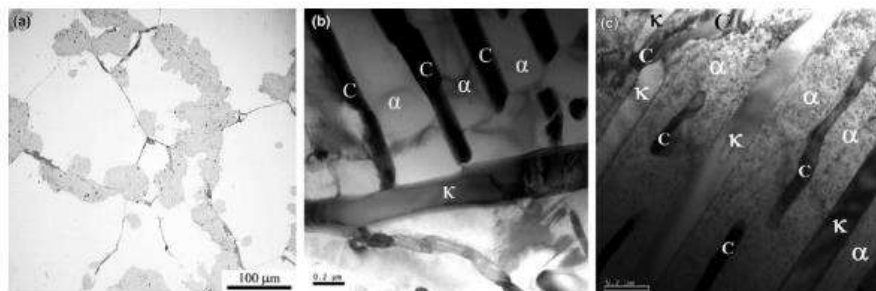


Figura 2.11 - Microestruturas de um aço Fe-13.5Mn-6.3Al-0.78C após tratamento a 1000 °C seguido de envelhecimento a 600 °C por 100 h, (a) imagem do microscópio óptico mostrando grandes colônias ao longo dos contornos de grão da austenita; (b) e (c) imagens de MET revelando a presença de carbonetos k e C que indica o precipitado $M_{23}C_6$ (CHENG *et al.*, 2014).

No mesmo trabalho, também deixaram evidente que a ferrita lamelar e o carboneto k são nucleados no contorno de grão e crescem lado a lado, de forma cooperativa, avançando em direção a matriz de austenita formando colônias (Figura 2.11(a)). O crescimento da ferrita consome os átomos de Al e expelle o excesso de solutos de Mn e C da austenita. Assim, as áreas adjacentes aos grãos de ferrita são

adequadas para o crescimento de grãos de carboneto k com alta concentração de Mn e C. Durante o crescimento do carboneto k, os átomos de Al, Mn e C são esgotados das regiões adjacentes, enquanto as áreas com baixo teor de solutos de Mn e C serão locais favorecidos para o crescimento da ferrita. No entanto, tanto a ferrita quanto o carboneto k exibem elevados teores de Al quando comparados à austenita. Dessa forma, os átomos de Al migram da distante matriz austenítica para a borda de crescimento da ferrita lamelar e do carboneto k, proporcionando baixo teor de Al na austenita residual, cuja composição é próxima à eutetóide. Após o crescimento dessa colônia pró-eutetóide, a composição da austenita residual aproxima-se da composição eutetóide, enquanto a austenita retida se decompõe em ferrita, carboneto k, e carboneto $M_{23}C_6$. Durante a manutenção isotérmica em temperaturas abaixo da temperatura eutetóide, lamelas de ferrita e carboneto k, ou seja, as fases pró-eutetóides, desenvolvem-se nos contornos de grãos antes da reação eutetóide, e o carboneto $M_{23}C_6$ aparece na matriz de ferrita como grãos lamelares finos irregulares ou pequenos grãos isolados nas lamelas, após as colônias desse pró-eutetóide crescer acima de certa fração volumétrica. Portanto, o carboneto $M_{23}C_6$, o carboneto k e a ferrita são fases de produto da reação eutetóide (CHENG *et al.*, 2014).

Na Figura 2.12 é apresentado um esquema para o resfriamento contínuo deste tipo de aço com baixo teor de Mn. Durante o resfriamento contínuo, inicialmente a austenita é formada a partir da ferrita e, em seguida, os carbonetos k se formam na interface da austenita/ferrita. Apesar de RANA; LAHAYE; RAY, (2014) indicarem a fase de mais alta temperatura como α sabe-se que em alta temperatura trata-se da ferrita δ . Com o decréscimo da temperatura, a austenita se decompõe em ferrita α e carboneto k através de uma reação eutetóide. A decomposição da austenita em ferrita α e carboneto k pode ser total ou parcial (deixando vestígios de austenita retida na estrutura), como também quando essa transformação estiver parcialmente completa, os carbonetos k podem precipitar na austenita originando uma estrutura modular. Essa estrutura resultante da austenita e do carboneto k é considerada modular, pois são formadas com base em estruturas cristalinas semelhantes. Possivelmente, ocorre uma precipitação do carboneto k na austenita devido ao limite de solubilidade ($\gamma = \gamma_0 + \text{carboneto k}$).

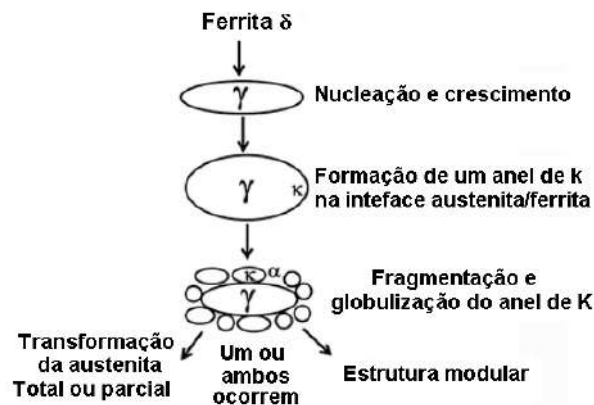


Figura 2.12 - Representação esquemática da transformação de fase envolvidas na formação do carboneto k, a partir da ferrita em ligas de baixa densidade do sistema Fe-Mn-Al-C no resfriamento contínuo (Adaptado de RANA; LAHAYE; RAY, 2014).

As quantidades de Al e C influenciam a força motriz química e a energia de deformação coerente entre os carbonetos k e a austenita, podendo ou não promover a precipitação do carboneto mesmo durante o resfriamento rápido, que são essenciais para a decomposição da austenita. TSAY *et al.* (2011) indica que a supersaturação de C na austenita tenha um papel crucial no desencadeamento da formação dos carbonetos k intragranulares durante o resfriamento rápido.

KIMURA *et al.* (2004) observaram, em ligas bifásicas (γ +carboneto k), que o carboneto k precipita preferencialmente nos contornos de grãos da γ e, subsequentemente, o carboneto k, de forma fina, precipita homoganeamente na matriz de γ . Na liga trifásica $\gamma/k/\alpha$, os carbonetos k/ α são formados nos contornos dos grãos de γ . No entanto, é importante destacar que a incompatibilidade da rede γ/k depende fortemente da composição da liga. Os autores descrevem que o tamanho do parâmetro de rede do carboneto k tem uma tendência de aumentar com a concentração de Al como um todo. No entanto, a concentração de Fe diminui, enquanto as de C e Mn aumentam com o teor de Al, o que promove uma pequena contração no parâmetro de rede do carboneto k (KIMURA *et al.*, 2004).

Pela literatura, dois tipos de precipitações do carboneto k são observados na microestrutura, de acordo com a composição e o tratamento térmico aplicado, que apresentam características distintas: carbonetos k intragranular em escala nanométrica, coerentes com a matriz de austenita, e carbonetos k intergranular. A alta partição de Al na austenita e a rápida difusão de carbono aceleram a decomposição da austenita através da reação eutetóide ($\gamma \rightarrow \alpha + k$), levando a formação desses

carbonetos nos contornos de grão, denominados carbonetos k intergranular. Esses carbonetos k podem facilmente levar a fragilização por causa de sua localização e tamanho grosseiro. Além disso, os dois tipos de carbonetos k podem melhorar o limite de escoamento, impedindo a movimentação das discordâncias (BAUSCH *et al.*, 2013; CHEN *et al.*, 2017; FROMMEYER; BRÜX, 2006; HOWELL, 2009; LIU *et al.*, 2019b; RANA, 2014; WOO; KIM, 2013). Outras experiências revelaram a existência de finos carbonetos k, dispersos homogêaneamente em grãos de austenita. Acredita-se que eles tenham se formado durante um resfriamento acelerado, promovendo uma precipitação adicional nos limites γ/γ durante o tratamento de envelhecimento subsequente (CHENG *et al.*, 2015; MAPELLI *et al.*, 2020; WANG *et al.*, 2007).

A precipitação dos carbonetos k nos aços do Fe-Mn-Al-C pode ocorrer tanto na austenita quanto na ferrita, dependendo do teor dos elementos de liga e dos processamentos aplicados.

Como o carboneto k é uma fase distinta das fases presentes em aços convencionais, e de extrema importância nos aços de baixa densidade do sistema Fe-Mn-Al-C, ele é mais detalhado nos próximos parágrafos.

O carboneto k em aços de alto Al é formado por decomposição espinodal ou decomposição eutetóide de γ . A decomposição espinodal em aços de alto Mn com alto teor de Al leva à reação $\gamma \rightarrow \gamma + L_{12}$, onde a fase L_{12} se forma a partir de uma reação da fase γ de baixa temperatura enriquecida com soluto e, subsequentemente, transforma-se em carboneto k (CHENG *et al.*, 2015). A decomposição eutetóide da austenita em aço com baixo Mn (normalmente um teor de até 10%p. de Mn) e alto teor de Al leva a transformação da $\gamma \rightarrow \alpha + k$, mas pode conter uma fração de γ . Além, do carboneto k formado pela decomposição espinodal e/ou eutetóide, precipitados de carboneto k, podem se formar no grão da austenita após longos períodos de recozimento (SEOL *et al.*, 2013).

Apesar dos diversos trabalhos desenvolvidos sobre o carboneto k, ainda existem pontos que necessitam de um melhor entendimento. Alguns estudos encontrados na literatura sugerem que esse carboneto possa ter uma estrutura de ordem L_{12} (Figura 2.13(a)) com uma fórmula estequiométrica de Fe_3Al . Outros trabalhos indicam que possui uma estrutura cristalina ordenada $L'_{12} (Fe, Mn)_3AlC$ que é semelhante à óxidos de perovskita (como $BaTiO_3$), como apresentado na Figura 2.13(b). Essas conclusões

são baseadas em resultados obtidos via MET e cálculos do fator de estrutura. No entanto, a observação experimental da estrutura do carboneto k $(\text{Fe,Mn})_3\text{AlC}$ permitiu elucidar que ele é instável, de acordo com o teor de Al e C, permitindo ter uma estrutura CFC com átomos de Al ocupando os vértices, átomos de Fe e Mn no centro das faces e o átomo de C no interstício octaédrico, como a apresentada na Figura 2.13(c,d). Outros trabalhos determinaram que os carbonetos k divergem da composição estequiométrica, pois apresentam vacâncias nos sítios octaédricos que deveriam conter átomos de C em estruturas de carbonetos avaliadas (Figura 2.13(e)) (CHEN *et al.*, 2017; ZAMBRANO, 2018).

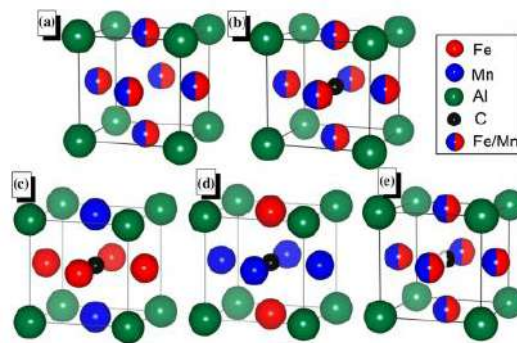


Figura 2.13 - As possíveis células unitárias do carboneto k: (a) originalmente descoberta ($L1_2$); (b) com a estequiometria ideal ($L'1_2$) e (c,d,e) a observação experimental de transições da estrutura que variou a estequiometria e a presença ou não de vacâncias de carbono. As células unitárias foram construídas a partir do software VESTA (MOMMA; IZUMI, 2008; ZAMBRANO, 2018).

Na Figura 2.14, é apresentada uma comparação da estrutura cristalina do carboneto k com as possíveis estruturas da fase austenítica que esse material pode apresentar. Na austenita, os átomos de Fe/Mn e Al estão localizados aleatoriamente em posições cúbicas ou centralizadas na face em uma rede CFC, como apresenta a Figura 2.14(a). Quando os átomos de Al estão localizados nas posições dos vértices do cubo e os átomos de Fe e Mn nas posições de face, tem-se a formação de uma austenita ordenada, também chamada de estrutura $L1_2$ e muitas vezes denominada como ordem de curto alcance, conforme apresentado na Figura 2.14(b). Uma ordenação adicional com C para a posição intersticial octaédrica ($\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}$) produz o carboneto k, como visto na Figura 2.14(c). Na prática, tem-se uma fase metaestável $(\text{Fe,Mn})_3\text{AlC}_x$ ($x < 1$) com a mesma estrutura cristalina do carboneto k, mas com uma ocupação incompleta dos átomos de C gerada, possivelmente, por uma decomposição espinodal (CHEN *et al.*, 2017; KIMURA *et al.*, 2004; SATO; TAGAWA; INOUE, 1988).

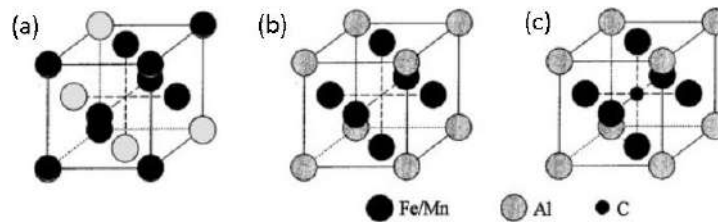


Figura 2.14 - A célula unitária da estrutura desordenada γ (a), ordenada γ ($L1_2$) (b) e carboneto k (c) em ligas CFC, o carboneto k ilustrado aqui é com estequiometria ideal: Al ocupa cada canto, Fe e Mn estão localizados nos centros das faces do cubo e o átomo C é colocado no centro da célula unitária, que também é um sítio octaédrico feito por Fe e Mn (CHEN *et al.*, 2017; KIMURA *et al.*, 2004).

Alguns trabalhos propõem que a estequiometria do carboneto k seria como $Fe_{4-y}Al_yC_x$ com $0,8 < y < 1,2$ e $0 < x < 1$. Outros estudos indicam que a estequiometria do carboneto k é provavelmente próxima de $Fe_3AlC_{x=0,5}$ e que a fórmula é descrita como sendo Fe_3AlC_x , onde x varia de 0,5 a 1 (CHOO; HAN, 1985; YANG *et al.*, 2004). Outro ponto importante que vem sendo avaliado é o parâmetro de rede desse carboneto k que muda de acordo com a composição química da liga. O valor desse parâmetro foi calculado e medido em distintas pesquisas conforme apresentado na Tabela 2.3, em uma síntese de diversos trabalhos realizada por CHEN, LI e YI, (2020). Não existe um consenso na literatura quanto um valor fixo para o parâmetro de rede do carboneto k, pois devido ao teor dos elementos de liga presentes (C e Al) tem-se variação desse parâmetro. Entretanto apesar de não se ter um valor fixo, os valores encontrados nas distintas pesquisa, como descreve a Tabela 2.3, diferem na segunda casa decimal em uma medida em *Angström*, ou seja, existe uma coerência nos valores encontrados.

Tabela 2.3 - Parâmetros de rede do carboneto k com base no compilado da pesquisa de CHEN; LI; YI, (2020).

Carboneto k	a_0 (Å)
Fe ₃ AlC	3,75 (sp) ⁽¹⁾
	3,73 (np) ⁽¹⁾
	3,72 – 3,78 ⁽²⁾
	3,78 – 3,79 ⁽³⁾
	3,76 ⁽⁴⁾
Fe ₂ MnAlC	3,78 ⁽⁴⁾
FeMn ₂ AlC	3,80 ⁽⁴⁾
Mn ₃ AlC	3,81 ⁽⁴⁾
	3,875 ⁽⁵⁾

sp - spin polarizado, e np - sem efeitos de rotação

⁽¹⁾ (CONNÉTABLE; MAUGIS, 2008); ⁽²⁾ (CHOO; HAN, 1985; HUETTER; STADELMAIER, 1958); ⁽³⁾ (JIMÉNEZ; FROMMEYER, 2011); ⁽⁴⁾ (NOH; KIM, 2013); ⁽⁵⁾ (DIERKES *et al.*, 2016) APUD (CHEN; LI; YI, 2020)).

Tem sido relatado, que a dependência dos parâmetros de rede com a concentração de C pode ser descrita da seguinte forma: $a_{\text{carboneto } k} = 3,7605 + 0,0295a\% \text{ C}$, onde a é porcentagem em peso de Al (JIMÉNEZ; FROMMEYER, 2011). A introdução do átomo de Mn no sistema Fe-Mn-Al-C, permite com que ele ocupe a mesma posição que o ferro na rede do carboneto k , e tenha um espectro contínuo ao variar o teor de Mn de Fe_3AlC a Mn_3AlC , que é expresso como $(\text{Fe,Mn})_3\text{AlC}$. O parâmetro de rede a_0 aumenta à medida que o teor de Mn aumenta, pois esse elemento possui um raio atômico maior do que o Fe, 132 e 127 pm, respectivamente (CHEN; LI; YI, 2020).

A observação do carboneto k na austenita (Figura 2.15) indica uma microestrutura típica obtida por decomposição espinodal, que é principalmente determinada pela flutuação da composição de Al e C, e não há estágio de nucleação. As relações de orientação entre a matriz austenítica e o carboneto k são $(011)_k // (001)_\gamma$ e $[001]_k // [001]_\gamma$ (Figura 2.15(c)), e a rede desajustada ao longo de $[001]_k // [001]_\gamma$ foi calculado como sendo 2,70%. O pequeno desajuste na rede é decorrente de uma baixa energia de deformação elástica, o que induz a decomposição espinodal em baixo sub-resfriamento e também é capaz de produzir excelentes propriedades mecânicas (CHEN; LI; YI, 2020).

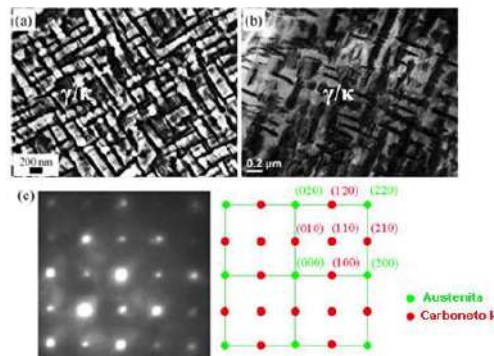


Figura 2.15 - (a) Imagem MEV do carboneto k em austenita, (b) imagem de campo brilhante via MET do carboneto k fino em austenita e (c) padrão de difração da área γ/k selecionada (MET) (Adaptado de CHEN; LI; YI, 2020).

SEOL *et al.* (2013) examinaram a estrutura e a composição química do carboneto k gerado a partir de uma transformação isotérmica da liga Fe-3,0Mn-5,5Al-0,3C por meio de análises via microscopia eletrônica de transmissão e tomografia por sonda atômica (Figura 2.16). Ambos os métodos revelaram a evolução da morfologia das partículas k , bem como a partição do soluto na escala atômica. Com o aumento da

temperatura de retenção isotérmica tem-se as seguintes variações: (i) aumento da cinética de decomposição da austenita; (ii) aumento da largura da lamela do carboneto k; (iii) diminuição do teor de Mn no carboneto k; e (iv) diminuição dos fatores de enriquecimento para os solutos. Os autores também propuseram que o carboneto k é formado por uma reação eutetóide. A nucleação do carboneto k, semelhante à uma morfologia de agulha, é controlada, significativamente, pelo particionamento do Al na austenita e pela difusão de C a temperaturas elevadas.

As relações de orientação entre o carboneto k e a ferrita são $(111)_k // (110)_\alpha$ e $[011]_k // [001]_\alpha$ (Figura 2.16(a)), que correspondem a conhecida relação de orientação de Nishiyama-Wasserman (N-W). A interface entre o carboneto k e a ferrita é semi-coerente e verificada por discordâncias, resultando em uma morfologia do tipo haste alongada do carboneto k. Além disso, o C e Al promovem e estabilizam a precipitação desse carboneto. A baixa solubilidade do C na ferrita também facilita a estabilização do carboneto k. A nucleação/crescimento do carboneto k é determinada pela difusão de C e Al (Figura 2.16) (CHEN; LI; YI, 2020; SEOL *et al.*, 2013).

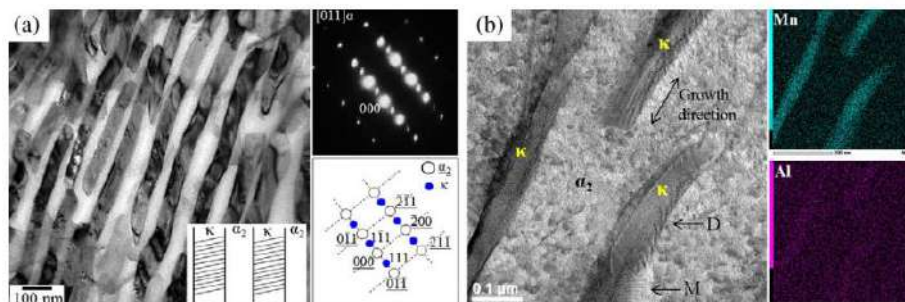


Figura 2.16 - (a) Micrografia MET correspondente de $[011]$ como eixo de zona da região constituída de α e k para análise o aço isotermicamente recozido a 600°C e (b) imagem de campo claro corrigida por Cs (S) e os mapas elementares EDS correspondentes. D = discordância; M = franjas de moiré (CHEN; LI; YI, 2020; SEOL *et al.*, 2013).

SEOL (2018) em outro trabalho fez uma breve revisão avaliando o carboneto k, onde ele compara a diferença desse carboneto em duas ligas, uma de Fe-25Mn-16Al-5,2C e outra de Fe-3Mn-10Al-1,2C (%at.). O autor observou que as variações composicionais na vizinhança dos carbonetos são significativamente controladas pela fase de confinamento, seja austenita ou ferrita. De uma forma geral, a ordenação cooperativa do C e Al é um fator importante que contribuirá na formação do carboneto nos aços austeníticos de alto Mn e alto Al, enquanto o C e o Mn para os aços ferríticos com baixo Mn e alto Al. Tanto a estabilidade da fase γ em temperaturas elevadas quanto às abordagens de processamento térmico, desempenham um papel

substancial na morfologia e na composição química das partículas de carboneto k. Nos aços austeníticos as partículas de carboneto k têm uma morfologia mista de forma cuboidal e lenticular. Os resultados da tomografia por sonda atômica revelaram a composição química das nanopartículas correspondentes, permitindo compreender a partição cooperativa de solutos na vizinhança do carboneto k. O envelhecimento dos aços austeníticos de baixa densidade leva ao particionamento cooperativo dos átomos de C e Al em partículas ordenadas de carboneto k, contribuindo principalmente para a formação desse carboneto na matriz austenítica. Como resultado, a microestrutura totalmente austenítica consiste em zonas livres de precipitado e regiões precipitadas, incluindo lamelas empobrecidas de C entre as partículas (SEOL, 2018).

Usualmente a presença do carboneto k é relatada em aços Fe-Mn-Al-C com alto teor de Al (entre 6 e 11%p.) e C (entre 0,2 e 1,8%p.). Observa-se maior coerência nas partículas das ligas austeníticas do que nas ferríticas (GUTIERREZ-URRUTIA; RAABE, 2014; SEOL, 2018; SEOL *et al.*, 2013).

Assim, diferentes evoluções morfológicas foram relatadas. Por exemplo, para um aço de baixa densidade ferrítico Fe-3,0Mn-6,0Al-0,3C (%p.), após a transformação isotérmica, o incremento na temperatura de recozimento de 500 °C a 600 °C permite que a espessura aumente, obtendo larguras médias das partículas k a 500 e 600 °C de 17 ± 7 nm e 45 ± 10 nm, respectivamente. Assim, a largura do espaçamento entre as partículas incrementa na maior temperatura devido a um processo de nucleação-crescimento, o que leva a diminuição na razão de aspecto do carboneto k. A morfologia do carboneto k muda do tipo haste extremamente alongada para tipo cilíndrica, de acordo com o aumento da temperatura de recozimento. Essa variação pode ser resultado do alto desajuste da rede entre os grãos de ferrita e carbonetos k (SEOL *et al.*, 2013).

Diversos trabalhos relatam que a adição de Al promove a precipitação do carboneto k, que influencia nas propriedades mecânicas. Quando esse carboneto k se encontra em escala nano pode contribuir no aumento dessas propriedades, porém quando presente em região intergranular, geralmente é indesejável, pois ele age como formador ou facilitador na propagação de trincas (KIM *et al.*, 2013; LIU *et al.*, 2018).

SHIN *et al.* (2010) indicou que o carboneto k intergranular pode ser suprimido das seguintes formas: aumento da temperatura de laminação de acabamento durante a laminação a quente (acima de 900 °C), redução da segregação central durante o

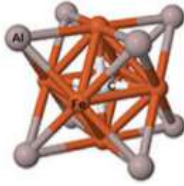
processo de fabricação da placa ou reduzir a variação do material durante a laminação a quente

Depois dessas observações, quanto ao carboneto k pode-se concluir que são precipitados críticos em aços do sistema Fe-Mn-Al-C, pois eles têm uma influência significativa sobre as propriedades mecânicas das ligas em que estão presentes.

CHEN, LI e YI (2020) fizeram um compilado das principais características do carboneto k, apresentado na Figura 2.17. O carboneto k possui uma estrutura do tipo perovskita, que tem uma fórmula descrita como $(\text{Fe,Mn})_3\text{AlC}$, enquanto os parâmetros de rede variam com o teor de C e Mn. Esse carboneto é precipitado na matriz austenítica em uma decomposição espinodal típica, que é principalmente determinada por flutuações na composição de Al e C, e não há estágio de nucleação. Enquanto na matriz ferrítica, esse carboneto é formado por uma reação eutetóide típica associada à nucleação e crescimento. Uma interface coerente é obtida entre o carboneto k e a austenita com um baixo desajuste de rede, enquanto a interface carboneto k/ferrita é semicoerente com um maior desajuste de rede. Os mecanismos de deformação relacionados ao carboneto em aços Fe-Mn-Al-C foram descritos também por esses autores. Eles observaram que o mecanismo de deformação dominante nas partículas de carboneto k em aços Fe-Mn-Al-C à base de austenita, muda de cisalhamento, em partículas de grande porte, para desvio de Orwan nas partículas menores. O nano-carboneto k, uniformemente distribuído na austenita, é benéfico para o aumento simultâneo da resistência e da ductilidade. Um tratamento térmico de esferoidização pode melhorar significativamente a ductilidade dos aços à base de ferrita, reduzindo a concentração de tensão nos carbonetos. Os carbonetos k nos contornos dos grãos são desfavoráveis, sendo necessário um controle adequado da morfologia, tamanho e distribuição do carboneto k, a fim de obter as propriedades mecânicas desejadas.

O efeito dos carbonetos k na plasticidade e nos mecanismos de fratura ainda é um assunto importante e precisa ser melhor investigado. Outras propriedades, como fadiga, conformabilidade, soldabilidade e capacidade de revestimento dos aços Fe-Mn-Al-C também são importantes para sua futura industrialização. No entanto, as informações disponíveis sobre essas propriedades ainda são bastante limitadas, e um grande esforço experimental precisa ser realizado a esse respeito para esclarecer o impacto, provavelmente, positivo dos carbonetos k sobre essas propriedades (CHEN; LI; YI, 2020).

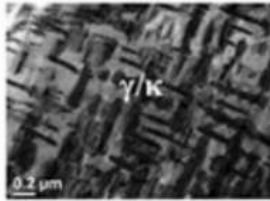
Estrutura



Sistema Fe-Mn-Al: um carboneto ternário com estrutura E2₁ ou conhecido como estrutura Perovskita

Sistema Fe-Al-Mn-C: o átomo de Mn ocupa a mesma posição que os átomos de ferro, expresso como (Fe, Mn)₃AlC

Austenita



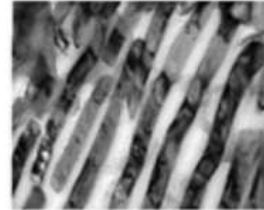
Decomposição espinodal

Relação de orientação:
(011)_k//(001)_γ
[001]_k//[001]_γ

Desajuste de rede: 2,7%

Precipitação

Ferrita

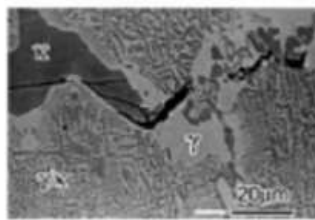


Reação Eutetóide

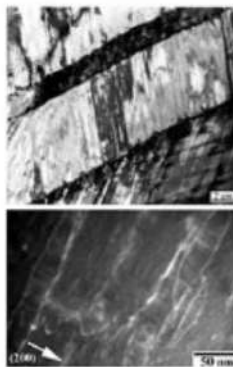
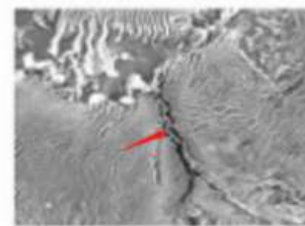
Relação de orientação:
(111)_k//(110)_α
[011]_k//[001]_α

Desajuste de rede: 6,67%

Mecanismos de deformação



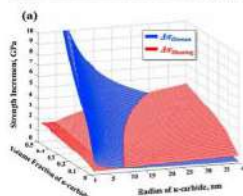
O carboneto k em ligas à base de austenita e à base de ferrita é indesejável



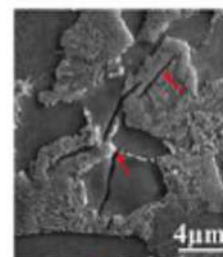
Cisalhamento

Mecanismo e Orwan

Relação entre o mecanismo de deformação, fração volumétrica e raio médio do carboneto k.



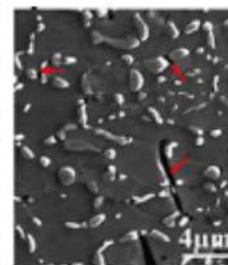
Precipitação de nano carboneto k é favorável



Estrutura Lamelar

Colônias de carboneto k lamelares promovem fragilidade na liga

Esferoideização



Estrutura esferoidizada e/ou barras curtas

Melhoria da ductilidade

Figura 2.17 - Visão geral da precipitação e deformação do carboneto κ em aços Fe-Mn-Al-C (Adaptado de CHEN; LI; YI, 2020).

Embora diferentes mecanismos de precipitação tenham sido encontrados em matrizes de austenita e ferrita, esclarecimentos adicionais sobre os mecanismos de

precipitação do carboneto k ainda são necessários para se obter um ajuste mais eficaz das microestruturas.

Nos aços de baixa densidade do sistema Fe-Mn-Al-C, os constituintes microestruturais são os mais diversos e a evolução microestrutural é bem mais complexa que a dos aços convencionais. Isso se deve a alguns fatores, como: a coexistência da ferrita δ e da austenita, a diferença no comportamento de recristalização entre as fases δ e γ , a transformação parcialmente reversa de γ em α e o particionamento de elementos de liga entre a austenita e ferrita durante o processamento, resultando em distintas microestruturas. Além do carboneto k ter diferentes cinéticas de precipitação em austenita e ferrita, é necessário projetar e entender o processo termomecânico para obter uma microestrutura adequada e com isso as propriedades mecânicas desejadas (LU *et al.*, 2016).

Portanto, a microestrutura final pode compreender uma combinação de diversas fases como ferrita δ e α , austenita, carboneto k, martensita e bainita ou algumas delas. A constituição das fases, o tamanho, a fração volumétrica e a distribuição das mesmas podem ser controladas ajustando os parâmetros durante todo o processamento, desde a laminação a quente até o recozimento. Um aspecto importante é controlar a estabilidade mecânica da austenita, otimizando a composição e o processamento do aço (CHEN *et al.*, 2017; ZAMBRANO, 2018).

2.2 COMPORTAMENTO MECÂNICO A QUENTE DOS MATERIAIS METÁLICOS

A laminação a quente é um processo de conformação plástica clássico de diversos materiais metálicos em alta temperatura, porém o desenvolvimento de novos aços promove um estudo constante dessa etapa de processamento. Os parâmetros bem definidos nessa etapa possibilitam obter materiais com as melhores características, além de promover uma redução no custo de produção. A importância das variáveis operacionais torna-se ainda mais significativa, em função da multiplicidade de mecanismos de endurecimento envolvidos (solução sólida, precipitação, refino de grãos e encruamento), além da complexidade dos fenômenos metalúrgicos que ocorrem nessa etapa, devido às distintas composições químicas. O trabalho a quente

é um processo termomecânico que envolve características do fluxo difusional e movimento de discordâncias (CHOE, 2016).

Em geral, dois processos simultâneos são responsáveis pela formação da subestrutura durante a deformação. O primeiro envolve a criação e a aglomeração de discordâncias, que podem ser importantes em termos de energia acumulada e o segundo inclui os vários processos de realocação envolvidos no movimento, rearranjo e aniquilação de defeitos na rede. Esses dois processos são complementares, porque um aumento na taxa de aniquilação resulta em uma diminuição na quantidade de energia armazenada e vice e versa. Uma diferença suficiente de energia armazenada é observada entre o núcleo e o entorno, essa diferença aumenta com o aumento da tensão e menor recuperação. Além disso, esse requisito em função da energia é muito maior para o crescimento sob condições dinâmicas do que sob condições estáticas. A uma temperatura constante, a tensão necessária para atingir essa diferença crítica aumenta com o incremento da taxa de deformação na faixa de trabalho a quente (GROSMAN, 1997; SVYETLICHNYY, 2005).

Esse processamento de laminação a quente é definido pela aplicação de deformações plásticas (ε) ao material, sob condições controladas de temperatura (T) e taxas de deformação ($\frac{d\varepsilon}{dt}$). A deformação gera um aumento na densidade de discordância e no encruamento dos grãos, porém esse processamento permite a ocorrência dos mecanismos de restauração simultaneamente ou logo após a deformação. Conseqüentemente, tem-se a eliminação do encruamento pela formação de novos grãos resultantes da recristalização, quando é energeticamente possível a ocorrência desta, ou então ocorre o rearranjo dos defeitos gerados pelo encruamento com a formação de subgrãos resultante da recuperação (DIETER, 1988). O trabalho a quente origina produtos com propriedades mecânicas específicas através do controle das variáveis do processo, uma vez que a composição química já foi definida previamente, resultando em menores custos de produção (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Uma estratégia bem definida não só contribui com o aumento da resistência mecânica, mas também possibilita redução significativa dos elementos de liga utilizados (Nb, V e Ti), pois com o controle desse processo pode-se maximizar os

efeitos desses elementos no tamanho de grão, na formação de precipitados e nas transformações de fases dos aços microligados.

Portanto, as estruturas dos materiais evoluem com a deformação através de mecanismos de endurecimento (encruamento em conjunto ou não com a precipitação induzida) e de amolecimento (recuperação dinâmica e a recristalização dinâmica), logo a evolução da tensão com a deformação depende da competição entre esses mecanismos. O progresso da tensão com a deformação é representado por curvas de escoamento plástico (tensão-deformação) e pode ser descrita por meio de equações evolutivas, cujos parâmetros representam os efeitos dos mecanismos que atuam durante a deformação a quente.

A próxima seção apresenta uma síntese dos fenômenos metalúrgicos que ocorrem durante a deformação a quente nos materiais metálicos em geral e em ligas do sistema Fe-Mn-Al-C.

2.2.1 FENÔMENOS METALÚRGICOS ASSOCIADOS À DEFORMAÇÃO A QUENTE

Este é um tema abordado em diversos trabalhos, pois embora haja evolução nas pesquisas, novos materiais podem apresentar comportamentos característicos que necessitam serem compreendidos, tanto mecanicamente quanto microestruturalmente. As condições impostas como a quantidade de deformação aplicada, a taxa de deformação, a temperatura de deformação e o intervalo de tempo entre passes são extremamente importantes na conformação mecânica a quente, uma vez que afetam a microestrutura obtida que influencia diretamente nas propriedades mecânicas finais (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Durante cada passe de laminação a tensão é transmitida ao material que causa um aumento da densidade de discordâncias e, conseqüentemente, um endurecimento por deformação (encruamento). Com o aumento da energia interna, mecanismos de amolecimento, dinâmicos e estáticos, começam a operar. A recuperação é marcada por uma quantidade limitada de amolecimento, quando comparada com a recristalização que envolve a nucleação de novos grãos livres de deformação. Após a recristalização pode ocorrer o crescimento dos grãos, devido às altas temperaturas

aplicadas (SAMARASEKERA, 2001).

Os processos de recuperação e de recristalização podem ser classificados como dinâmicos, quando ocorrem concomitantemente a deformação do material, ou estáticos, quando ocorrem imediatamente após a deformação. Ambos os processos são controlados tanto pelas condições de deformação impostas (tempo entre passe, quantidade, taxa e temperatura de deformação) quanto pelas características próprias do material (como a composição química, que define a EDE da fase matriz a se deformar e a possibilidade da ocorrência de determinada segunda fase precipitada na matriz, principalmente em materiais com microadições de Nb, V e Ti, no que diz respeito aos aços) (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

A microestrutura final do aço é fortemente dependente das alterações microestruturais que ocorrem de maneira simultânea durante o processo de deformação a quente (encruamento, recuperação e recristalização), bem como das interações entre elas. Quando se conforma um material com determinada fase ou combinação de fases na matriz metálica, do ponto de vista termodinâmico, a energia livre de Gibbs interna aumenta e passa para um estado de não-equilíbrio. Para retornar ao estado de equilíbrio ocorre uma diminuição da densidade de defeitos na microestrutura através dos fenômenos metalúrgicos a quente. A redução progressiva da temperatura ao longo do processo de deformação a quente, a citar como exemplo a laminação a quente, e a aceleração das cadeiras de deformação resulta em um intervalo curto entre passes, o que em geral, não favorece a completa recristalização estática, após a deformação plástica. Em consequência disso, pode-se ter o acúmulo de deformações entre os passes e o refinamento dos grãos. Esse refinamento do grão pode ocorrer devido à recristalização dinâmica ou metadinâmica em umas das etapas de deformação a quente subsequentes (PANIGRAHI, 2001; SAMARASEKERA, 2001).

São abordados nos próximos tópicos os fenômenos metalúrgicos associados à deformação a quente nos aços.

2.2.1.1 ENCRUAMENTO

O encruamento consiste no seu endurecimento por deformação plástica, onde ocorre um incremento significativo do valor da tensão em função do aumento da quantidade de deformação aplicada ao material. O aumento da tensão acontece porque os metais se deformam plasticamente, principalmente, por um mecanismo que envolve o movimento de discordâncias e estas interagem entre si ou com outras imperfeições (defeitos pontuais) se multiplicando, o que promove uma redução de mobilidade das mesmas. Então, para promover a deformação plástica é necessário um aumento na tensão, para permitir a continuidade da movimentação dessas discordâncias (DIETER, 1988).

Portanto, a temperatura (T_d), quantidade e a taxa de deformação, assim como a maneira pela qual o metal é deformado afetam o encruamento. Um metal que é deformado plasticamente a frio ($T_d < 20\%$ da temperatura de fusão absoluta (T_f) da liga), apresentará uma multiplicação do número de discordâncias e uma probabilidade maior dessas discordâncias encontrarem obstáculos a sua movimentação, tornando o material mais resistente à deformação plástica. Já quando a deformação é feita em temperatura suficientemente alta ($T_d < 50$ ou 60% da T_f da liga), a estrutura do material pode vir a ser alterada através da produção de novos grãos, no estado sólido, livres de defeitos através dos processos de amolecimento. Desta maneira, os efeitos do encruamento serão parcialmente ou completamente revertidos reduzindo a tensão necessária para movimentação das discordâncias. Por outro lado, um aumento na taxa de deformação terá a mesma influência no encruamento que uma diminuição na temperatura, ou seja, o material fica normalmente mais resistente e menos dúctil quando incrementa a taxa de deformação ou diminui a temperatura de deformação. Essa sensibilidade em relação à variação da taxa de deformação é influenciada também pela temperatura. Nas taxas de deformação elevadas têm-se menores tempos disponíveis para a ação dos mecanismos de amolecimento, como a recuperação e recristalização dinâmica, e esse fato é mais significativo em menores temperaturas de deformação.

Portanto, quando se aplica deformação em um determinado material metálico, a princípio tem-se uma maior mobilidade das discordâncias, porém com o incremento

dessa deformação formam-se barreiras de *Lomer-Cottrell*, onde são ancorados e empilhados grupos de discordâncias em anel gerados por fontes de *Frank-Read*. Essa quantidade de discordâncias empilhadas cresce, ocasionando o aumento da taxa de encruamento. A energia necessária para ativar o mecanismo de deslizamento cruzado é menor que a necessária para ultrapassar as barreiras de *Lomer-Cottrell*. Assim, terá início o deslizamento cruzado, ativado térmica e mecanicamente, onde um grande número de discordâncias em espiral são aniquiladas, bem como um grau maior de deformação é alcançado, promovendo uma redução na taxa de encruamento (DIETER, 1988). O mecanismo de deslizamento cruzado, responsável pela recuperação dinâmica, é ativado nos metais ou fases CFC, pela combinação de discordâncias parciais. A energia necessária para essa ativação é inversamente proporcional à EDE do material. Assim, materiais com baixa EDE apresentam a uma mesma temperatura, taxas de recuperação menores que a de um material com alta EDE. Para metais com alta EDE, que apresentam taxas consideráveis de recuperação dinâmica, os mecanismos de ativação devem ser outros diferentes daqueles relacionados com a interação e movimento das discordâncias empilhadas em barreiras, visto que tal estrutura foi somente observada em materiais com baixa EDE. No caso de metais policristalinos com alta EDE, observa-se que durante a recuperação dinâmica forma-se uma estrutura celular, compostas por discordâncias em hélice que se movimentam por deslizamento cruzado e discordâncias em aresta que se movimentam por escalagem. Essa configuração é a de menor energia livre, com alívio dos campos de tensões. As células ou subgrãos apresentam-se como regiões cristalinamente perfeitas, com pequenos desvios de orientação e praticamente isentas de discordâncias. Logo, fatores como a redução da temperatura, o aumento da taxa de deformação, a presença de impurezas ou elementos de liga que interagem com as discordâncias e diminuem a EDE, além de defeitos de ponto, influenciam diretamente a taxa de encruamento, pois dificultam a ativação dos mecanismos de amolecimento (ABBASCHIAN; ABBASCHIAN; REED-HILL, 2009; DIETER, 1988).

2.2.1.2 RECUPERAÇÃO

É um mecanismo de amolecimento que reduz a energia livre do sistema através da aniquilação ou rearranjo das discordâncias e outros defeitos pontuais. Ademais, ocorre em elevadas temperaturas e não produz mudança considerável na microestrutura. A recuperação não promove movimento dos contornos de alto ângulo e sim um rearranjo das discordâncias pela formação/migração de contornos de baixo ângulo (subgrãos). A extensão da recuperação geralmente é muito difícil de ser medida diretamente, devido às pequenas mudanças microestruturais que ocorrem, mas desempenha um papel importante na cinética geral dos fenômenos metalúrgicos a quente (DOHERTY *et al.*, 1997; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Processos termicamente ativados, como deslizamento cruzado e escalagem, também favorecem a formação de subgrãos. Esse fenômeno de recuperação elimina as discordâncias de forma coletiva com a nucleação de subgrãos, onde o material restaura até certas proporções, sendo que a sua restauração total só ocorre através da recristalização (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005; SELLARS, 1990).

A recuperação estática é conduzida pela energia armazenada no processo de deformação a quente, enquanto a recuperação dinâmica é conduzida pela ativação térmica gerada durante o processo de deformação (GARCIA, 2017; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; MCQUEEN; JONAS, 1985).

Na Figura 2.18, tem-se uma representação esquemática do mecanismo de recuperação que ocorre durante a deformação a quente. Em baixos graus de deformação ocorre apenas recuperação dinâmica na zona de deformação, o que não promove mudanças significativas na forma dos grãos. Após a recuperação dinâmica, os metais com baixa EDE, podem apresentar recristalização estática (que forma grãos equiaxiais) (Figura 2.18(b)). Já os materiais com alta EDE apresentarão somente recuperação estática, pois suas discordâncias estão mais próximas, possuem maior mobilidade e com isso a taxa de recuperação é alta, nesta sequência associada a pequenos graus de deformação (Figura 2.18(a)). Nesta última condição, caso seja submetido a sequências contínuas de reduções, as deformações entre os passes serão acumuladas, possibilitando a ocorrência de recristalização dinâmica, seguida

de estática ou metadinâmica, em etapas posteriores do processo de deformação a quente (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

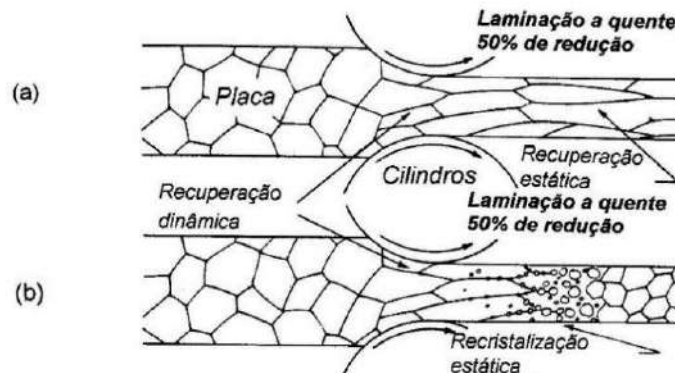


Figura 2.18 - Mecanismos recuperação e recristalização na deformação a quente. (a) durante a laminação (baixas deformações) para metais de alta EDE. (b) durante a laminação para metais de baixa EDE esquemática dos processos associados a deformação a quente (Adaptado de PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

A recuperação não ocorre apenas durante a deformação a quente, pois existe um processo semelhante que ocorre durante o recozimento aplicado após um processo de deformação a frio (HUANG; LOGÉ, 2016).

2.2.1.2.1 RECUPERAÇÃO ESTÁTICA

A recuperação estática inicia-se imediatamente após cessar a deformação. Durante esse fenômeno ocorre a aniquilação mútua de discordâncias de sinais opostos e alinhamento das discordâncias de mesmo sinal, causando a poligonização, que dá origem aos subgrãos. A poligonização promovida pela recuperação estática é influenciada pela EDE, devido esta ser responsável pela formação de contornos de baixo ângulo, e quando a EDE for elevada tem-se uma maior facilidade na movimentação das discordâncias.

Quando a análise é realizada em relação às fases, no caso da ferrita, que possui alta EDE, pode-se observar intensa recuperação. Já a austenita, que possui baixa EDE, apresenta uma recuperação bem limitada, o que favorece a ocorrência do processo de recristalização subsequente. Sendo assim, esse processo depende de características do material como a quantidade de elementos de liga e parâmetros de processamento (quantidade, temperatura e a taxa de deformação impostas). Temperaturas menores e taxas de deformação maiores podem conduzir a uma maior energia de deformação armazenada e, conseqüentemente, maior será a força motriz

para que ocorra a recuperação (HONEYCOMBE, 1984; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

2.2.1.2.2 RECUPERAÇÃO DINÂMICA

Nesta etapa ocorre um equilíbrio entre as taxas de geração e de aniquilação de discordâncias, e se caracteriza por manter um patamar constante para a tensão na curva de escoamento. Isso promove uma não variação do tamanho médio dos subgrãos com a deformação, sendo esse tamanho agora dependente da temperatura e da taxa de deformação. Deve-se observar que não ocorre migração de contornos de alto ângulo, os grãos alongam-se devido à deformação aplicada.

Quanto menor a velocidade de deformação, maior a temperatura, menor a tensão do patamar constante, menor a densidade total de discordâncias e maiores os subgrãos. Este comportamento é típico de metais com alta EDE e com estrutura CFC, logo deve-se observar que a adição de elementos de liga que entram em solução sólida e diminuem a EDE dificultam esse tipo de recuperação. Em materiais com baixa ou moderada EDE essa recuperação progride mais lentamente, pois a densidade de discordância atinge um valor suficientemente alto para que a recristalização dinâmica seja iniciada, permitindo com que a curva tenha outro perfil característico.

Na Figura 2.19 é apresentado uma curva típica de tensão e deformação de um material que se recupera dinamicamente, onde a tensão aumenta progressivamente até um estágio estacionário, determinado pelo balanço entre o encruamento e os efeitos de restauração. No início da curva tem-se o estado pré-deformado onde tem a presença de discordâncias dispersas no interior dos grãos. Com o incremento da deformação e o conseqüente aumento na tensão devido ao encruamento, as discordâncias geradas neste momento, iniciam um processo de interação entre si resultando em uma subestrutura celular com subgrãos caracterizados por contornos de baixo ângulo (DOBRZAŃSKI; BOREK, 2011; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

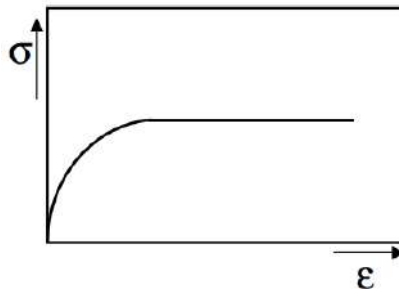


Figura 2.19 - Representação esquemática da curva tensão versus deformação de um material que se recupera dinamicamente (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

As estruturas ferríticas geralmente tendem a amolecer por recuperação dinâmica, que pode ser seguida por recristalização dinâmica contínua com o incremento da tensão imposta. A ocorrência de recuperação dinâmica viabiliza a condensação de discordâncias em contornos de baixo ângulo e a absorção de discordâncias nos contornos pré-existentes, possibilitando que os contornos de baixo ângulo se transformem em contornos de alto ângulo. Essa interpretação é completamente aceitável quando as deformações aplicadas são limitadas a valores mais baixos. No entanto, ao impor maiores tensões, a recuperação dinâmica sozinha não é capaz de justificar o surgimento de uma microestrutura refinada. É geralmente aceito que os subgrãos possam girar devido aos processos de difusão dos contornos até o ponto em que os subgrãos adjacentes atingiriam uma orientação semelhante, isso removeria os contornos de baixo ângulo pré-existentes (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

2.2.1.3 RECRISTALIZAÇÃO

A recristalização é um processo nos metais onde o material forma um novo conjunto de grãos isentos de deformação. No caso de deformações a quente, com reduções consideravelmente altas em cada passe (Figura 2.20), haverá a ocorrência do processo de recristalização dinâmica (materiais com baixa EDE) e em ambos, após cessada a deformação, dar-se-á início ao processo de recristalização estática. No entanto, se não houver tempo necessário para a recristalização estática iniciar ou ter sido concluída, e for procedido um novo passe de redução, ocorrerá um acúmulo de deformações entre os passes, precedido ou não dos processos de restauração citados anteriormente (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

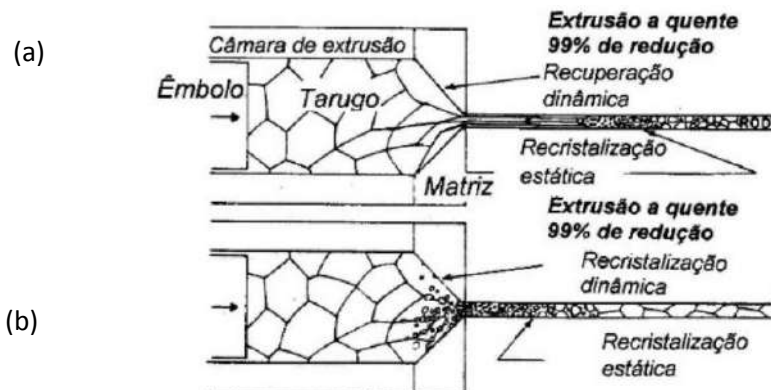


Figura 2.20 - Mecanismos de restauração (recuperação e recristalização) possíveis durante a deformação a quente; (a) durante a extrusão (altas deformações) para metais de alta EDE. (b) durante a extrusão para metais de baixa EDE (Adaptado de PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Uma característica comum das recristalizações estática e dinâmica é o movimento de contornos de alto ângulo. Como o mecanismo para essas recristalizações é o mesmo; a diferença está nas características de sua implementação, seja após a deformação ser concluída (estática) ou durante a deformação (dinâmica), sob condições de crescimento contínuo do grau de deformação.

Elementos de liga, como é o caso do Nb, podem retardar a recristalização da austenita de duas maneiras: *i*) uma é quando o efeito de arraste de soluto, provocado pelo acúmulo de átomos em solução sólida, gera uma ancoragem dos contornos de grão, e outra *ii*) está relacionada à presença de partículas na forma de precipitados do tipo Nb(CN) durante o tempo de preparação para a recristalização.

2.2.1.3.1 RECRISTALIZAÇÃO ESTÁTICA

A recristalização estática é um processo de formação e crescimento de novos grãos isentos de deformação, separados por contornos de alto ângulo, em conjunto com a eliminação de discordâncias, após a deformação mecânica. Este processo pode ocorrer mediante uma sucessão de migrações de contornos de alto ângulo e liberação da energia armazenada durante a deformação. Os subgrãos crescem ao redor dos contornos pré-existentes, como aqueles de interface com inclusões e partículas de segunda fase, até que se desenvolva um contorno de alto ângulo que possa ser considerado um núcleo de grão recristalizado (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Em altas temperaturas é necessária uma menor quantidade de deformação para que a recristalização estática ocorra, ou seja, é necessária uma quantidade de energia mínima armazenada (maior que um valor crítico, que é característico de cada material), para ocorrer a recristalização estática. Além disso, o tamanho de grão final está intimamente relacionado à quantidade de deformação, à temperatura de processamento e o tamanho de grão original. A cinética da recristalização estática é uma relação da taxa de nucleação e da taxa de crescimento, que pode ser descrita em função do tempo necessário para atingir certo nível de recristalização (HONEYCOMBE, 1984).

Sendo assim, durante a recristalização estática tem-se a nucleação que ocorre preferencialmente nos contornos de alto e baixo ângulo, bandas de deformação e inclusões. O processo é termicamente ativado e exige um tempo de estabilização antes que os núcleos venham a ser detectados. Essa nucleação pode ser explicada por três mecanismos distintos (HONEYCOMBE, 1984; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005):

- a) Crescimento de subgrãos: ocorre em uma área de grande deformação, na qual as discordâncias se rearranjam por poligonização em estruturas celulares. Assim, com o crescimento das células, mais discordâncias são acumuladas nas paredes e, eventualmente, são formados contornos de alto ângulo.
- b) Coalescimento de subgrãos: ocorre quando um núcleo é formado pela rotação de um subgrão, porém apenas quando a acomodação com os grãos vizinhos é capaz de diminuir ou aniquilar os contornos comuns entre eles.
- c) Migração dos contornos de grãos induzida por deformação: uma região livre de deformação é criada a partir da movimentação de contornos de grãos.

Os parâmetros de processamento (temperatura, quantidade e taxa de deformação) e tamanho inicial do grão da austenita têm um efeito significativo no tamanho do grão após a recristalização estática, que aumenta com o incremento da temperatura em relação ao tamanho inicial do grão da austenita e diminui com o aumento da deformação e da tensão (ZHOU; MA, 2017).

2.2.1.3.2 RECRISTALIZAÇÃO DINÂMICA

Quando em um material metálico a escalagem e o deslizamento cruzado não operam mais de maneira efetiva, devido à baixa mobilidade de discordâncias, surge simultaneamente com a deformação a quente outro processo de restauração, denominado recristalização dinâmica.

Essa recristalização inicia-se pelo encurvamento dos contornos de grãos, pelo coalescimento de subgrãos ou pela nucleação em células com alta desorientação dentro dos grãos. A recristalização pode ser entendida como um processo de restauração que envolve a eliminação coletiva de discordâncias pela migração de contornos de alto ângulo gerando grãos livres de deformação, diminuindo a tensão necessária para deformação e permitindo que o material continue a ser deformado sem fraturar, o que influencia também no tamanho de grão final e na textura resultante no material. O principal potencial termodinâmico para a recristalização dinâmica é a energia armazenada durante a deformação (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Essa migração de contornos de alto ângulo eliminam os defeitos cristalinos e é um processo irreversível devido à redução da energia livre entre os dois lados de um contorno em migração. Promovendo assim uma região livre de defeitos circundada por um contorno de alto ângulo, esse núcleo prossegue seu crescimento sobre a matriz encruada resultando em um processo de nucleação e crescimento de novos grãos recristalizados. Muitos fatores importantes podem ter um efeito significativo no início e propagação da recristalização, estes incluem a EDE, as condições de processamento termomecânico (modo e condições de deformação), o tamanho do grão inicial, composição química do material em termos de soluto e partículas de segunda fase (BERNARD *et al.*, 2011; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; SAKAI *et al.*, 2014; SAKAI; JONAS, 1984).

Os grãos de austenita isentos de partículas de segunda fase, quando exposto às altas temperaturas envolvidas na laminação a quente, resulta em um crescimento acentuado dos seus grãos, que limita o refinamento dos grãos durante os processos subsequentes. O controle do tamanho dos grãos em altas temperaturas de austenitização requer a presença de um determinado precipitado de contorno de grão, tão fino quanto possível, ou um que não se dissolva completamente na austenita, mesmo em altas temperaturas (1200-1300 °C). Esses precipitados podem alterar a

faixa de temperatura da recristalização, e com isso promover um refino no tamanho de grão. Elementos que promovem o refinamento dos grãos são os formadores de carbonetos e carbonitretos estáveis a alta temperatura como Nb, Ti, V. Além do elemento adicionado que irá combinar com o C e/ou N é importante que o percentual presente seja suficiente para permitir que ocorra uma precipitação durante a laminação controlada. Portanto, a fina dispersão de carbonetos e carbonitretos que precipitam progressivamente durante a laminação controlada, à medida que a temperatura decresce, tem como principal efeito o controle do tamanho dos grãos, mas esses precipitados também podem promover algum endurecimento no material. Entretanto não é tão efetivo no endurecimento, visto que precipitados eficazes nesse aumento de resistência geralmente precipitam em temperaturas bem mais baixas que os precipitados que controla o tamanho de grão (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2017).

Existe uma deformação mínima para o início da recristalização dinâmica definida por meio de uma deformação crítica (ϵ_c), associada a uma tensão crítica (σ_c), cujo valor é menor que a deformação de pico (ϵ_p) (Figura 2.21). Esta diferença pode ser associada ao fato de que os primeiros núcleos restauram o material apenas localmente, enquanto o material como um todo continua a encruar. Para deformações menores que a crítica, a recuperação dinâmica é o único mecanismo de restauração (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; MCQUEEN; JONAS, 1985; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Tanto a temperatura como a taxa de deformação interferem nas curvas de escoamento plástico, pois aumentando a taxa de deformação, tem-se um incremento na deformação de pico. Quanto maior a quantidade de deformação antes do pico de tensão maior será a energia armazenada, que resulta em grãos menores recristalizados dinamicamente. Para altas taxas de deformação a curva de escoamento apresenta um pico de tensão correspondente a uma deformação de pico, seguido de uma estabilização da tensão à medida que o material deforma. Para baixas taxas de deformação a restauração se processa em ciclos, apresentando diversos picos periódicos em função da deformação e recristalização dinâmica, como apresentado na Figura 2.21(a) (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

A tensão e a deformação críticas podem ser determinadas analiticamente

interpretando as curvas de escoamento obtidas a partir de ensaios de deformação a quente por meio de modelos matemáticos (POLIAK; JONAS, 1996; ZAMBRANO *et al.*, 2017; ZENER; HOLLOWOMON, 1944). Um esquema da curva de escoamento para altas temperaturas é apresentado na Figura 2.21(b). Para um aço com alta EDE, a tensão cresce progressivamente até uma tensão estacionária (σ_{ss}). O estado estacionário é caracterizado por um tamanho de subgrão que depende da taxa de deformação e da temperatura, permanecendo constante durante a deformação (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005; MCQUEEN; JONAS, 1985). Em aços com baixa EDE e para deformações maiores que a crítica, a densidade de discordâncias atinge um valor elevado o suficiente para o início da recristalização dinâmica. Esse ponto de mudança de mecanismo de restauração é definido como a deformação e a tensão críticas (σ_c e ϵ_c). Nesse caso, a curva exibe um ponto de máximo, que corresponde à deformação e à tensão de pico (σ_p e ϵ_p). Esse pico é seguido por um decréscimo na tensão, que é devido à resistência reduzida dos novos grãos formados até o início de um regime de estado estacionário (σ_{ss}) (Figura 2.21(b))(MCQUEEN; JONAS, 1985).

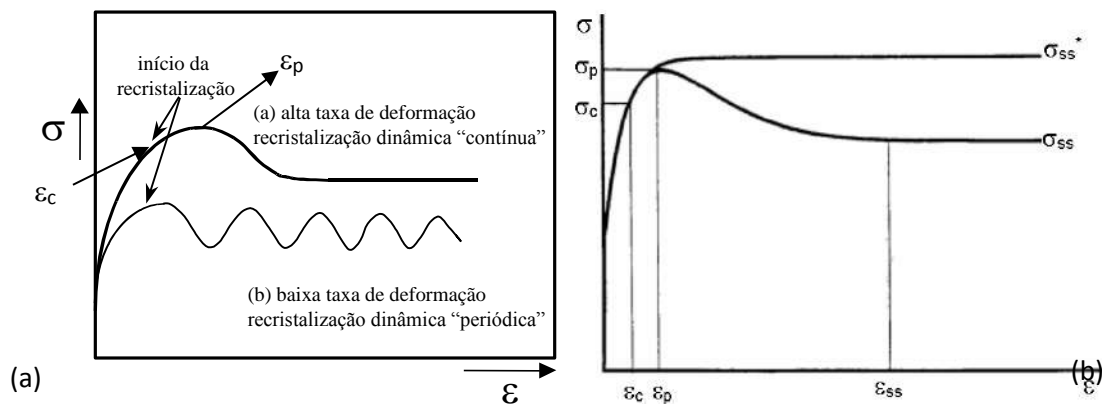


Figura 2.21 - (a) Recristalização dinâmica durante a deformação a quente (esquemático), (b) Comportamento de um aço durante a deformação a quente destacando pontos característicos da curva.

A recristalização dinâmica é uma abordagem eficaz para o refinamento dos grãos em processamentos termomecânicos de materiais metálicos. Esse mecanismo de recristalização é controlado pela EDE, mas espera-se que também seja influenciado pela partição de deformação nos contornos, a heterogeneidade de deformação e subsequente interações entre fases constituintes e precipitados em ligas duplex em alta temperatura (HUANG; LOGÉ, 2016; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; MCQUEEN, 2004; MOZUMDER *et al.*, 2020).

2.2.1.3.3 RECRISTALIZAÇÃO METADINÂMICA

A recristalização metadinâmica (*metadynamic recrystallization* - MDRX) é uma recristalização bem importante nos processos industriais de conformação a quente, onde os núcleos aparecem simultaneamente ao processo de deformação, mas o crescimento dos grãos irá ocorrer após a deformação. Apresenta uma cinética muito rápida que difere dos outros mecanismos de recristalização por não apresentar período de incubação.

A cinética dessa recristalização depende basicamente da taxa de deformação e é pouco influenciada pelos elementos de liga e pela temperatura. De forma que quanto maior a taxa de deformação, maior a quantidade de núcleos gerados, que conseqüentemente formarão um tamanho de grão refinado, e mais rapidamente a recristalização metadinâmica se completa. Altas taxas de deformação produzem um aumento na densidade das discordâncias e, conseqüentemente, aumenta a força motriz quando comparada as produzidas em baixas taxas (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Nessa recristalização a deformação crítica (ϵ_c) é atingida e os núcleos formados dinamicamente crescem livres da deformação aplicada. Quando os tempos de interpasse são curtos (geralmente entre 10 e 0,5 s) evita-se que o material amoleça completamente, acumulando deformação para o seguinte passe, e conseqüentemente, a deformação crítica pode ser facilmente ultrapassada. Na Figura 2.22, é apresentado um esquema dessa recristalização durante a laminação a quente (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

De um modo geral, é realizada uma sequência de passes durante o processo de conformação mecânica a quente com a finalidade de se ter um amolecimento após a deformação no intervalo entre os passes, permitindo assim características microestruturais e dimensões finais desejadas. Esse amolecimento entre passes depende do material, da temperatura e das condições e estágio em que a deformação foi interrompida.

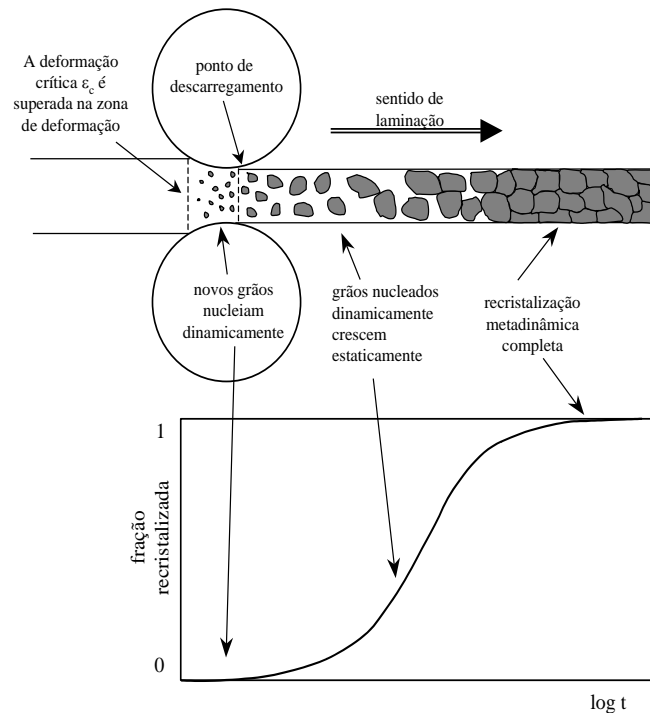


Figura 2.22 - Evolução da recristalização metadinâmica durante a laminação a quente (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

2.2.1.4 PRECIPITAÇÃO

Os principais elementos microligantes usados em aços são o Nb, Ti, V e B que são adicionados em baixas concentrações (0,001-0,1%). Esses elementos têm grande afinidade com C, N e S formando carbonetos, carbonitretos e nitretos. Uma vez precipitados na matriz austenítica durante a laminação a quente eles interferem na microestrutura e conseqüentemente nas propriedades mecânicas dos aços (HONEYCOMBE, 1980; MEYERS; CHAWLA, 1982).

Todas as influências dos precipitados se devem ao fato do mesmo promover o ancoramento dos contornos de grãos e de subgrãos, e também das subestruturas de discordâncias, ou seja, uma fina dispersão de precipitados retarda a recristalização por bloquear os contornos de subgrãos e discordâncias, além de restringir o crescimento de grãos (WEISS; JONAS, 1979). Para que os contornos de grãos sejam ancorados, a distribuição dos precipitados deve satisfazer dois critérios:

- O tamanho de partícula e espaçamento entre elas devem ser menores que os valores críticos apropriados;

- Uma fração volumétrica mínima de precipitados é necessária para manter o espaçamento abaixo do valor crítico.

Os precipitados formados podem exibir uma grande variedade de tamanho e morfologia, dependendo da composição química do aço, da natureza dos precipitados e da temperatura de precipitação (MEYER, 1987).

Portanto, deve-se observar, de acordo com a composição química, como ocorrerá a precipitação durante o processamento mecânico a quente, pois os precipitados influenciam os fenômenos metalúrgicos que ocorrem nessa etapa. Com o decréscimo da temperatura durante o resfriamento, a precipitação dos carbonetos e carbonitretos é favorecida pela redução da solubilidade dos elementos de liga presentes. É importante observar que a dissolução e a precipitação além de terem forte influência com o teor dos elementos de liga, é também influenciada pelos parâmetros utilizados durante o processo de laminação (grau de deformação, taxa de deformação e velocidade de resfriamento). Assim, os elementos adicionados podem prevenir ou retardar o processo de recristalização da austenita, seja pelo efeito da precipitação ou por estar em solução sólida (LEBON; DESAINT-MARTIN, 1977; KANG *et al.*, 2011; MEYERS; CHAWLA, 1982).

VERVYNCKT, THIBAU, VERBKEN (2012) descrevem que dependendo dos parâmetros de processamento da laminação a quente, quantidade, taxa e temperatura de deformação e o tempo entre passes, a precipitação do NbC, não é completa e não atinge equilíbrio termodinâmico. Como resultado o Nb fica parcialmente em solução sólida após o final e pode também causar o aumento da resistência mediante endurecimento por precipitação em decorrência da formação desses carbonetos, a partir do excesso deste elemento combinado com o C.

2.2.2 COMPORTAMENTO E PROCESSAMENTO DAS LIGAS DO SISTEMA Fe-Mn-Al-C

Devido os aços de baixa densidade do sistema de Fe-Mn-Al-C possuírem uma termodinâmica bem complexa, diversos trabalhos relatam a utilização apenas de pequenos lingotes ($\leq 50\text{kg}$), usando a rota padrão de fusão e lingotamento em escala

laboratorial (KANG *et al.*, 2011; LIU *et al.*, 2019b; POURFAROKH *et al.*, 2020; SHIN *et al.*, 2020; SOZAŃSKA-JĘDRASIK; MAZURKIEWICZ; BOREK, 2018).

Geralmente, as etapas de processamento típicas relatadas na literatura para a produção de aços de baixa densidade Fe-Al e Fe-Mn-Al-C, descrevem que os lingotes são homogeneizados a uma temperatura na faixa de 1100 a 1250 °C por 1 a 3 h e depois laminados a quente para obter chapas com 2 a 5 mm de espessura, com uma temperatura de acabamento entre 850 e 1000 °C. Após a laminação a quente, as chapas são resfriadas até uma temperatura entre 500 e 650 °C e mantidas por 1 a 5 h para simular o procedimento de bobinamento dos aços convencionais (ARBL), ou diretamente resfriados em água ou resfriados ao ar até a temperatura ambiente (CHEN *et al.*, 2017; RANA; LAHAYE; RAY, 2014).

RANA, LAHAYE e RAY (2014) também sugerem que para um aço duplex de alta liga que o resfriamento com alta taxa até a temperatura ambiente, semelhante a uma têmpera em água, é benéfico para melhorar a conformabilidade do material na condição final laminada a frio e recozida. Isso ocorre devido à alta taxa de resfriamento suprimir a precipitação dos carbonetos κ frágeis durante o bobinamento. A seleção da temperatura de bobinamento também depende do tipo de liga que está sendo processada. As temperaturas de bobinamento mais baixas foram usadas possivelmente para facilitar o processamento posterior (laminação a frio) e melhorar a conformabilidade na condição final do processamento, minimizando a precipitação de carboneto. Ao controlar as variáveis de processo (taxa de resfriamento e temperatura de bobinamento), uma quantidade elevada de deformação na laminação a frio pode ser aplicada às ligas multifásicas Fe-Mn-Al-C.

Nesses aços ferríticos de baixa densidade e aços com topologia duplex baseada em ferrita, não é prático obter produtos laminados a quente, pois o tamanho de grão da ferrita δ é muito grande e os grãos são altamente alongados após a laminação a quente. Assim, os aços ferríticos Fe-Al são geralmente laminados a frio e aquecidos a uma temperatura na faixa de 700 a 1000 °C para o recozimento, a fim de controlar o tamanho e a textura dos grãos da ferrita δ e da austenita, ajustando a estabilidade e a morfologia da fase austenítica. Portanto, processos como laminação a frio e recozimento são etapas necessárias para alterar a estrutura, o tamanho e a textura dos grãos em aços ferríticos de baixa densidade. Os autores indicam que uma

microestrutura totalmente recristalizada, em um aço Fe-7%p. de Al, pode ser obtida após o recozimento final na faixa de temperatura de 700 a 950 °C, após uma redução de 50% na laminação a frio (CHEN *et al.*, 2017; RANA; LIU; RAY, 2013).

Nos aços de baixa liga e baixo teor de C, a laminação a quente geralmente é realizada em uma região monofásica austenítica. Entretanto, as ligas desse sistema Fe-Mn-Al-C podem apresentar topologia duplex nas temperaturas de reaquecimento, onde coexistem a ferrita δ e a austenita. Durante a laminação a quente, os grãos alongados da ferrita δ se formam paralelamente à direção de laminação, enquanto os grãos de austenita γ são refinados por recristalização. Como resultado tem-se uma microestrutura em faixas paralelas à direção da laminação, consistindo em uma mistura de ferrita δ e austenita γ . Para um determinado teor de Al, a fração volumétrica de austenita e a espessura das bandas austeníticas possuem um aumento diretamente proporcional ao teor de Mn e C (CHEN *et al.*, 2017).

Durante a conformação a quente desse sistema, a partição dos elementos C, Mn e Al ocorre entre as fases δ e γ acompanhadas por alguma quantidade de transformação de fase $\gamma \rightarrow \alpha$. A fase α pode formar-se ao longo dos contornos de grãos entre a ferrita δ e austenita ou dentro dos grãos da austenita, como apresentado na Figura 2.23 para um aço Fe-3 a 4Mn-5,5 a 6,5 Al-0,3 a 0,5 C(%p.), onde a ferrita aparece em meio as regiões escuras das bandas da segunda fase. Devido ao particionamento de elementos entre as duas fases (ferrita e austenita), a estabilidade e os produtos de transformação da austenita na microestrutura duplex dependem da composição da liga e dos parâmetros de processamento (CHEN *et al.*, 2017; SHIN *et al.*, 2010).

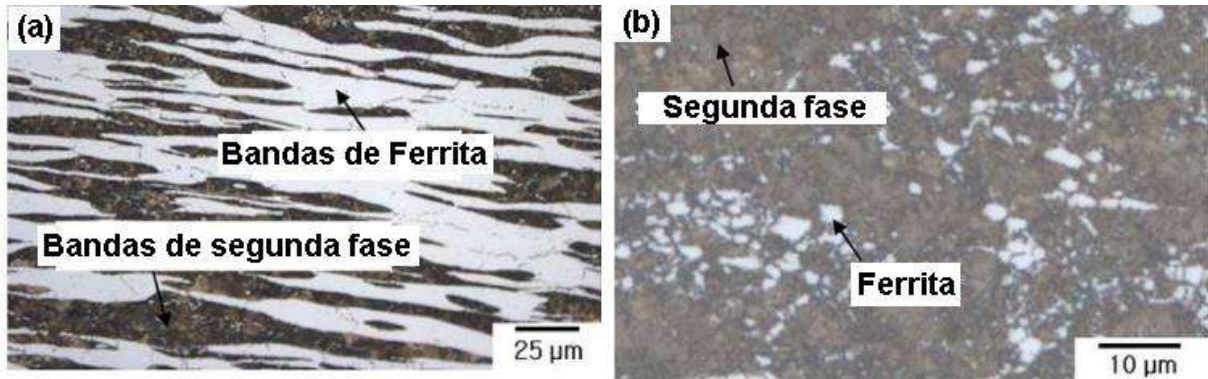


Figura 2.23 - Micrografias (MO) das amostras obtidas após a laminação a quente de um aço Fe-3 a 4Mn-5,5 a 6,5Al-0,3 a 0,5C, (a) Micrografia de baixo aumento destacando a estrutura bandeada; (b) Micrografia das bandas de segunda fase evidenciando a presença da ferrita formada a partir da austenita (Adaptado de SHIN *et al.*, 2010).

SHIN *et al.* (2010) também observaram a microestrutura após a compressão a 1200 e 900 °C (Figura 2.24(a,b)), além de apresentar um esquema do comportamento inicial da transformação da austenita nos aços de baixa densidade (Figura 2.24(c)). Quando comprimida a 1200 °C, a microestrutura consiste em austenita e ferrita, e o tamanho de grão é relativamente grande. Isso ocorre porque a banda contendo grãos de ferrita e carbonetos k se transforma em austenita grosseira (Figura 2.24(a)). Esta austenita se transforma em martensita durante o resfriamento rápido, mas seu tamanho de grão ainda é grosseiro. Quando comprimidos em temperaturas entre 1000 e 1100 °C, mais grãos de ferrita são nucleados nos grãos de austenita ou contornos de austenita/ferrita do que no caso da compressão a 1200 °C. Esses grãos de ferrita são mais refinados do que os grãos de ferrita existentes, e os existentes tornam-se mais refinados de acordo com a quantidade de deformação. Quando deformados a 900 °C, os carbonetos k começam a se formar nos contornos de grão da austenita/ferrita, junto com grãos de ferrita refinados. Esses carbonetos k são extremamente finos e formam uma zona complexa que compreende grãos de ferrita refinados ou existem continuamente ao longo dos contornos dos grãos da ferrita (Figura 2.24(b,c)). Portanto, a microestrutura dos aços de baixa densidade avaliados em alta temperatura continha austenita e ferrita. O processamento na laminação a quente promoveu o alongamento desses grãos na direção de laminação resultando em bandas de ferrita e bandas de uma segunda fase contendo carboneto k e ferrita de granulometria mais fina.

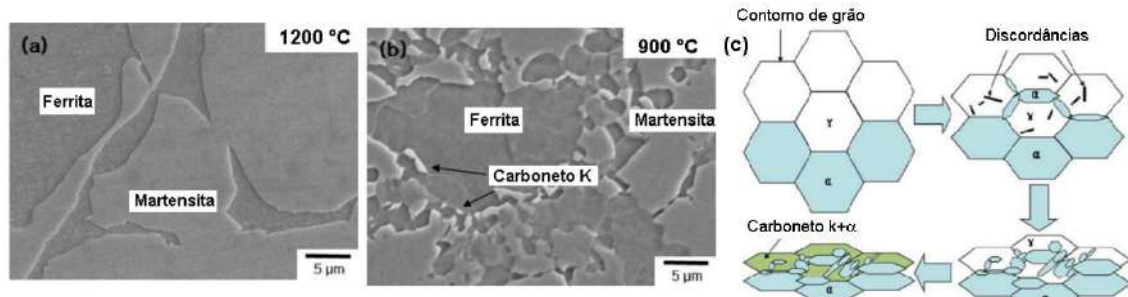


Figura 2.24 - Micrografias (MEV) do aço Fe-3 a 4Mn-5,5 a 6,5Al-0,3 a 0,5C após teste de compressão em alta temperatura em (a) 1200 °C e (b) 900 °C; (c) desenho esquemático que apresenta o comportamento inicial da transformação austenita – ferrita em placas de aços de baixa densidade (Adaptado de SHIN *et al.*, 2010).

Quando os teores de C, e especialmente Mn, são relativamente baixos, por exemplo, em composições na faixa de 6 a 8%p. de Al, 2 a 6%p. de Mn, 0,1 a 0,3%p. de C, a temperatura de decomposição da austenita em ferrita α e carboneto k é bastante alta. Os carbonetos k podem ser formados, na interface entre austenita e ferrita δ mesmo em temperaturas de trabalho a quente. Ao resfriar a baixas temperaturas o carboneto k precipita na interface entre a ferrita e a austenita formando uma estrutura de concha ao redor da austenita. Na Figura 2.25(a) é apresentado um exemplo da microestrutura, resultante de uma reação eutetóide, onde é possível observar o carboneto k e a ferrita α de uma forma não lamelar. Nota-se a complexidade da morfologia na Figura 2.25(b), onde utilizaram um reagente não descrito no artigo para revelar a microestrutura com um efeito de profundidade. Esse reagente promoveu uma dissolução mais significativa da fase matriz e assim foi possível destacar os microconstituintes da segunda fase (k e γ). Nesse caso, o carboneto k cresce ao longo do contorno de grão da austenita. Com o aumento da quantidade de Mn, evita-se a formação dos carbonetos k grosseiros em aços duplex de baixa densidade a temperatura de trabalho a quente (ZUAZO *et al.*, 2014). Essa mesma configuração de microestrutura do carboneto k e da austenita também foi apresentada por RAHA, LAHAYE e RAY (2014), já citado nesse trabalho (Figura 2.12).

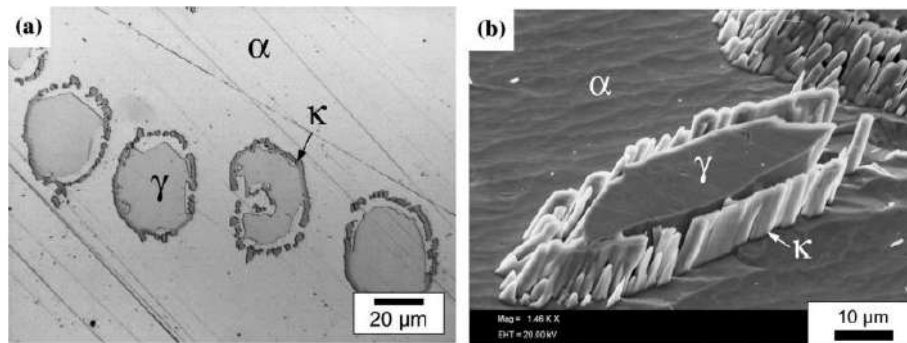


Figura 2.25 - Liga 2Mn-8Al-0.2C (%p.): a) Micrografia óptica após resfriamento de 1400 °C a 10 °C/s e têmpera a partir de 870 °C; (b) Micrografia via MEV destacando o carboneto k formado ao longo dos contornos de grãos da ferrita e da austenita (ZUAZO *et al.*, 2014).

Quando o teor de Mn e C é baixo, como nos aços Fe-(3-6%p.)Mn-(5-7%p.)Al-(0,1-0,5%p.)C, a estabilidade da austenita é baixa e, se a taxa de resfriamento for alta, a decomposição da austenita é suprimida, transformando-se completamente em martensita (CHEN *et al.*, 2017).

No processamento desses aços em alta temperatura, o Al não apenas amplia o campo da ferrita, mas também aumenta a temperatura de recristalização da mesma. O tamanho de grão da ferrita δ não pode ser suficientemente refinado por recristalização dinâmica durante a laminação a quente ou recristalização estática entre os passes de deformação. Portanto, a ferrita δ é alongada na direção de laminação e forma estruturas bandeadas, embora possa haver algum grau de recristalização dentro das faixas de ferrita δ . No processo de resfriamento subsequente, os precipitados grosseiros de carboneto k podem ser formados ao longo dos contornos dos grãos da ferrita δ se a taxa de resfriamento for lenta. Os carbonetos k na matriz ferrítica é semicoerente e apresentam morfologia na forma de haste espessa e alongada (CHEN *et al.*, 2017). Trabalhos como os de BAUSCH *et al.*, (2013), FROMMEYER, BRÜX, (2006), CHEN *et al.* (2017) descreveram estruturas de um aço Fe-Mn-Al-C após laminação a quente e observaram a formação das bandas de ferrita δ . O alto teor de Al promove a formação dessas bandas paralelas à superfície da chapa na direção de laminação, juntamente com a austenita.

JEONG *et al.* (2013) avaliaram a microestrutura de um aço de baixa densidade Fe-9,3Mn-5,6Al-0,16C (%p.) na condição laminada a quente, como apresenta a Figura 2.26(a) via microscopia óptica e na Figura 2.26(b) via MEV. Os autores observaram que a microestrutura era composta parcialmente de ferrita δ , austenita retida, uma fase semelhante a ripa e pequenas regiões de baixo relevo dentro da fase

em ripas. Para identificar as fases da região cinza da imagem de MEV, o valor da dureza e composição química de cada fase foi avaliado na temperatura ambiente usando microdureza Vickers e EDS/MEV. Eles concluíram que a fase em ripas pela morfologia, alta dureza e composição química se tratava da martensita (α'), que é resultante da austenita (γ) menos estável durante o resfriamento após a laminação a quente. Nas pequenas regiões de baixo relevo não foi possível medir a dureza, porém a composição química era quase idêntica a ferrita δ . Conseqüentemente, o pequeno tamanho e a composição dessa região de baixo relevo indicam que as partículas são ferrita α , que se formou a partir da fase austenítica antes da transformação para martensita durante o resfriamento após a laminação a quente (Figura 2.26(a,b)). Não foi observado a presença do carboneto k, talvez consequência da sua lenta cinética de formação não ter sido favorecida pelo resfriamento aplicado nessa condição. Esses autores também fizeram um recozimento das amostras tiradas após a laminação a quente a 820 °C por 10 min usando um forno tubular e resfriando ao ar até a temperatura ambiente e observaram as mesmas fases conforme destacado na Figura 2.26(c,d).

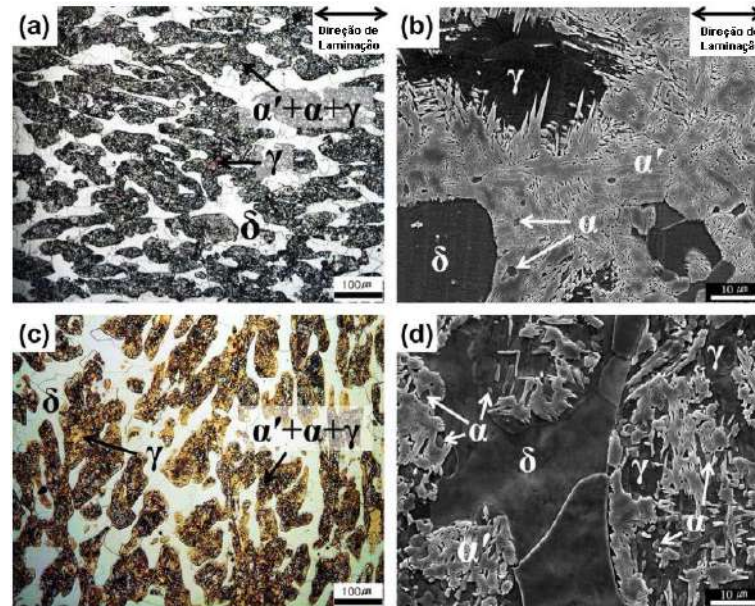


Figura 2.26 - Micrografias de um aço Fe-9Mn-6Al-0,15C(%p.): (a) MO e (b) MEV na condição de laminado a quente; (c) MO e (d) MEV após recozimento a 820 °C por 10 min (δ =ferrita δ ; α =ferrita α ; γ =austenita; α' =martensita)
(Adaptado de JEONG *et al.*, 2013).

Durante a deformação a quente, a recristalização dinâmica é o fenômeno que tem maior influência no controle das características microestruturais e propriedades

mecânicas resultantes na liga. Além disso, o movimento das discordâncias é governado pelo valor da energia de defeito de empilhamento (EDE). Como a fase ferrítica geralmente exibe uma alta EDE e alta difusividade, a movimentação de discordâncias por escalagem e o deslizamento cruzado são predominantes, favorecendo a ocorrência de recuperação dinâmica. Em relação a fase austenítica, que geralmente apresenta baixa EDE, o movimento das discordâncias é limitado e a distribuição da densidade de discordância não é homogênea, o que permite a presença de locais favoráveis a nucleação de novos grãos, promovendo a ocorrência da recristalização dinâmica (HAMADA; KARJALAINEN; SOMANI, 2007; RENAULT *et al.*, 2020; ZAMBRANO *et al.*, 2017). Os fenômenos a quente dessas ligas são influenciados, tanto pelas condições e parâmetros do processamento, quanto por características do material, como a composição química.

CASTAN *et al.* (2013) estudaram o efeito da deformação, taxa de deformação e temperatura com os mecanismos de recristalização em um aço Fe-8%p. de Al usando testes de torção a quente. Os testes realizados na faixa de temperatura de 900-1100 °C, com uma taxa de deformação de 0,1-10 s⁻¹, indica que dois tipos de recristalização dinâmica podem operar durante a deformação a quente: a altas taxas de deformação (ex: 1100 °C/ 5 s⁻¹) ocorre recristalização dinâmica descontínua; enquanto a baixas taxas de deformação (ex: 1000 °C/0,1 s⁻¹), tem-se um domínio da recristalização dinâmica contínua. No caso da recristalização dinâmica contínua, os grãos originais são alongados na direção do cisalhamento, dando origem a subgrãos que se formam dentro dos grãos, preferencialmente próximos aos contornos. Os autores discutiram a influência do comportamento da recristalização, descontínua ou contínua, na microestrutura durante a laminação a quente e acreditam que a distribuição não homogênea da orientação conduza a formação de defeitos na superfície durante esse processo. O comportamento da recristalização também é importante em relação ao controle da microestrutura, como o refinamento do tamanho do grão. Isso ocorre porque a fase ferrítica é estável em todas as temperaturas dentro desta faixa de composição e, portanto, não é possível utilizar a decomposição da austenita como uma ferramenta para o controle da microestrutura, pois a ferrita sempre estará presente (CASTAN; MONTHEILLET; PERLADE, 2013).

LIU *et al.* (2019a) investigaram o comportamento da deformação a quente de um aço de baixa densidade duplex Fe-11Mn-10Al-0,9C (%p.), na condição laminada a

quente, a partir de ensaios de compressão isotérmica a temperaturas de 800-1100 °C e taxas de deformação de 0,001 e 10 s⁻¹. Na microestrutura do aço laminado a quente (Figura 2.27(a)) verificou-se bandas de ferrita (branca) e austenita (marrom) paralela à direção de laminação, em conjunto com alguma ferrita refinada no interior dos grão de austenita. Além disso, algumas partículas de carboneto k foram observadas na interface da austenita e ferrita, bem como nos contornos de grãos da austenita (Figura 2.27(b)). Antes dos testes de compressão plana, todas as amostras foram aquecidas a uma taxa de 30 °C/s para a temperatura de encharque de 1250 °C por 240 s antes de ser resfriada com taxa de 20 °C/s até a temperatura de deformação. Após o encharque a 1250 °C por 240 s, a micrografia via microscopia óptica demonstra a ferrita semelhante a uma ilha isolada em meio a uma matriz de austenita (Figura 2.27(c)). Na Figura 2.27(d) é apresentado o difratograma que confirma a presença de picos das fases austenita (γ) e ferrita (α).

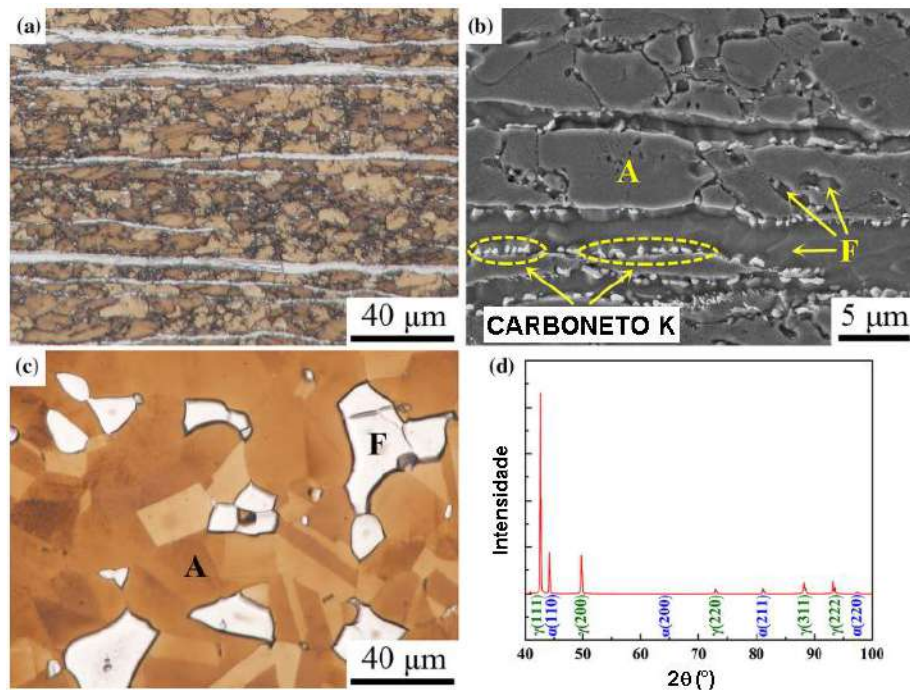


Figura 2.27 - Micrografias de um aço Fe-11Mn-10Al-0,9C(%p.): (a) MO e (b) MEV da amostra laminada a quente, (c) MO e (d) Difratograma da amostra após encharque a 1250 °C por 240 s (A: austenita, F: ferrita) (Adaptado de LIU *et al.*, 2019a).

Na Figura 2.28, são apresentadas as curvas tensão-deformação obtidas no ensaio de compressão plana a quente em taxas de deformação de 0,001-10 s⁻¹ sob várias temperaturas de deformação no estudo realizado por LIU *et al.* (2019a). A tensão de escoamento é sensível à temperatura de deformação e à taxa de deformação.

Observa-se na Figura 2.28 que a tensão de pico incrementa com o aumento da taxa de deformação ou com a diminuição da temperatura de deformação. O comportamento das curvas (Figura 2.28) pode ser classificado em duas categorias:

- Em temperaturas mais baixas de deformação (≤ 900 °C), a tensão de escoamento aumenta acentuadamente durante o estágio inicial de endurecimento por deformação até atingir os pontos de pico e depois diminui rapidamente com o aumento da tensão, sugerindo a ocorrência de processos dinâmicos de amolecimento (recuperação dinâmica ou recristalização dinâmica). As curvas apresentam um extenso amolecimento sem qualquer estado estacionário, o que também pode estar associado à transformação dinâmica induzida por deformação da austenita para ferrita e carboneto k (LIU *et al.*, 2019a);
- Em temperaturas de deformação mais altas (> 950 °C), a tensão de escoamento diminui gradualmente com a deformação após o pico de tensão, atingindo um estado estacionário final, indicando uma recuperação dinâmica típica da austenita durante a deformação (LIU *et al.*, 2019a).

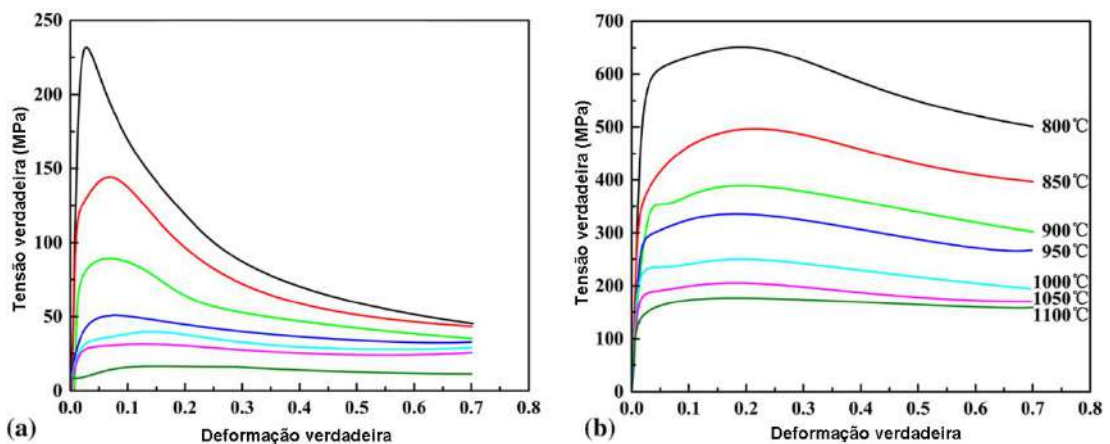


Figura 2.28 - Curvas de escoamento obtidas para as taxas de deformação de (a) $0,001 \text{ s}^{-1}$ e (b) 10 s^{-1} (Adaptado de LIU *et al.*, 2019a).

Os dois comportamentos distintos das curvas foram explicados com base na caracterização microestrutural (Figura 2.29) obtida, onde: em temperaturas mais baixas de deformação, um amolecimento significativo foi atribuído principalmente a recristalização dinâmica contínua da ferrita fragmentada, juntamente com a decomposição da austenita em ferrita e carbonetos k intergranulares (Figura 2.29(a,b)). Em altas temperaturas de deformação, a recristalização dinâmica da

austenita é o mecanismo dominante de restauração (Figura 2.29(c,d)) (LIU *et al.*, 2019(a)).

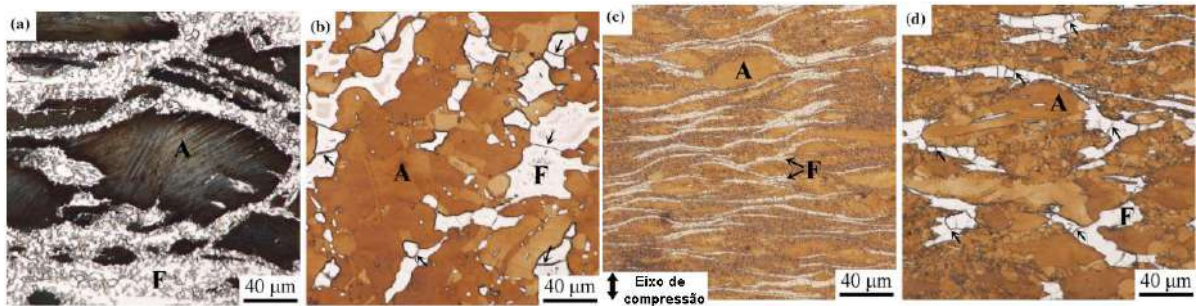


Figura 2.29 - Micrografias (MO) correspondentes as amostras deformadas com taxa de $0,001 \text{ s}^{-1}$: (a) 800 °C e (b) 1050 °C ; e taxa de 10 s^{-1} : (c) 800 °C e (d) 1050 °C (Adaptado de LIU *et al.*, 2019a).

LI *et al.*, (2016b) avaliaram o comportamento de deformação a quente e recristalização dinâmica de um aço 27Mn-11,5Al-0,95C com densidade de $6,55 \text{ g/cm}^3$, a partir de ensaios de compressão na faixa de temperatura de 900 a 1150 °C e taxa de deformação de $0,01$, $0,1$, 1 e 10 s^{-1} . Nas curvas da Figura 2.30, foram observadas características de recristalização dinâmica em distintas taxas e temperaturas de deformação, sob condição isotérmica de compressão. A tensão de pico do aço sob compressão aumentou significativamente nas temperaturas mais baixas e taxas de deformação mais altas. Os pontos de escoamento superiores e inferiores pronunciados foram observados. Esse fenômeno do ponto de escoamento, onde ocorre ancoramento das discordâncias, pode ser explicado pela deformação não homogênea entre as fases austenita e ferrita δ , marcado pelo asterisco na Figura 2.30. Com base na função seno hiperbólico e no ajuste linear, a energia de ativação térmica de deformação a quente calculada para o aço experimental foi de $294,204 \text{ kJ/mol}$. A recristalização dinâmica do aço experimental apresentou sensibilidade à temperatura e a taxa de deformação. O aumento da temperatura de deformação ou diminuição da taxa de deformação, permite uma maior tendência a recuperação dinâmica (LI *et al.*, 2016b).

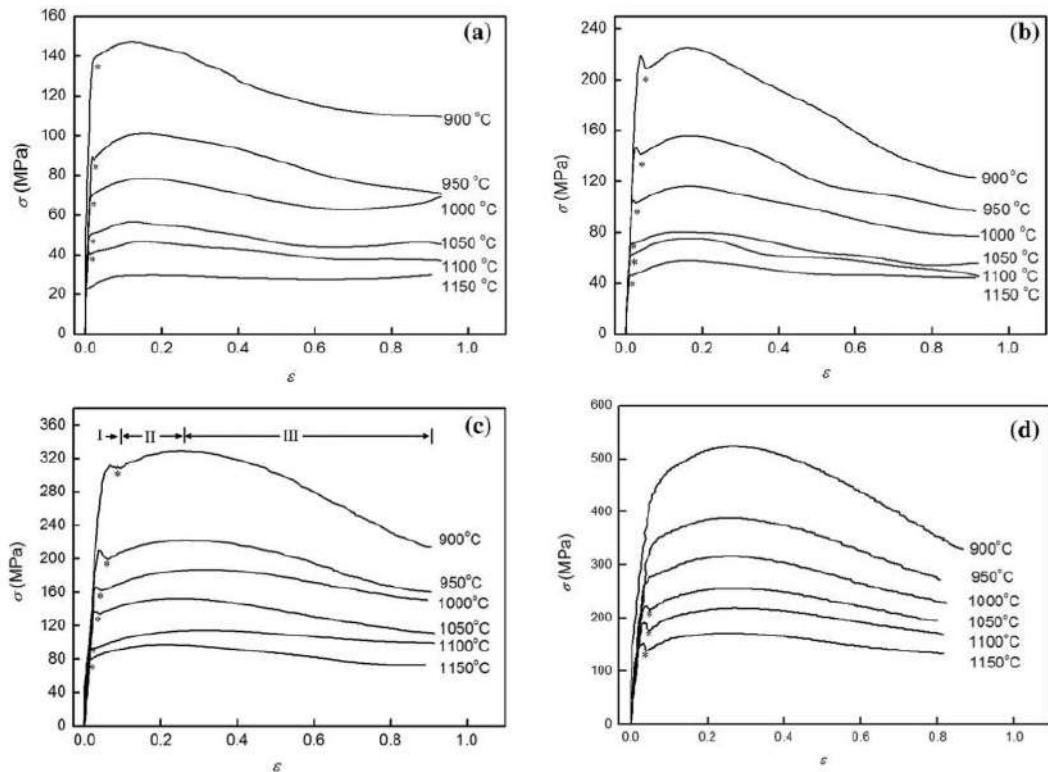


Figura 2.30 - Curvas de escoamento do aço deformado em várias temperaturas e taxas de deformação de: (a) $0,01 \text{ s}^{-1}$, (b) $0,1 \text{ s}^{-1}$, (c) 1 s^{-1} , (d) 10 s^{-1} (asterisco referente ao fenômeno do ponto de escoamento) (LI *et al.*, 2016b).

LI *et al.*, (2017) investigaram o comportamento de deformação a quente de um aço Fe-8Mn-6Al-0,2C. Os ensaios foram realizados por meio de compressão, com um único passe, em uma faixa de temperatura de 850 a 1150 °C e distintas taxas de deformação de 0,01 a 10 s^{-1} . As curvas de escoamento obtidas são apresentadas na Figura 2.31. Essas curvas podem ser divididas em três seções, incluindo estágio de endurecimento, estágio de amolecimento (recristalização dinâmica) e estágio de compressão a quente constante. A maior temperatura e a menor taxa de deformação levam a uma tensão de pico menor, o que significa uma maior tendência para ocorrer os mecanismos de amolecimento nessas condições. A recristalização dinâmica foi promovida com o aumento da temperatura e diminuição da taxa de deformação. Os autores também observaram o fenômeno denominado ponto de escoamento (marcado por * na Figura 2.31.) que é atribuído à deformação não homogênea entre as estruturas duplex ($\delta+\gamma$) dentro do material no estágio de início de deformação. A partir dos dados obtidos através das curvas, com base na função seno hiperbólica e no ajuste linear, a energia de ativação térmica de deformação calculada para o aço experimental foi de 335,024 kJ/mol.

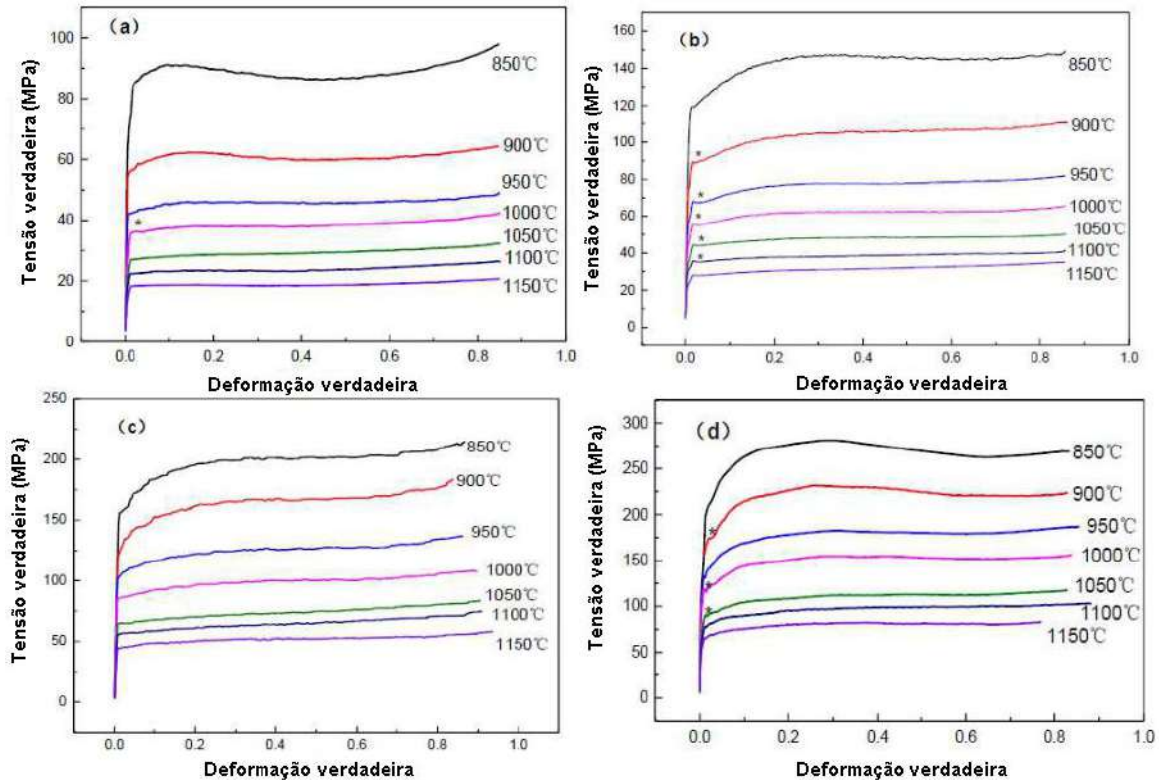


Figura 2.31 - Curvas de escoamento sob diferentes condições de deformação a quente de um aço Fe-8Mn-6Al-0,2C (a) 0,01s⁻¹; (b) 0,1s⁻¹; (c) 1s⁻¹; (d) 10s⁻¹ (Adaptado de LI *et al.*, 2017).

MOZUMDER *et al.* (2018) avaliaram o comportamento da deformação a quente de um aço Fe-9Al-10Mn-4Ni-0,7C investigados na faixa de temperatura de 950 a 1150 °C (1227 e 1423 K), e taxas de deformação de 0,001-10 s⁻¹. Antes de realizarem os ensaios de compressão plana conduziram uma caracterização da amostra na condição forjada que é apresentada Figura 2.32. Na Figura 2.32(a) está representado o diagrama de fase no equilíbrio do aço obtido via simulação pelo software *Thermo-Calc* com banco de dados TCFE7. Neste diagrama, observa-se que a liga deve exibir uma microestrutura duplex consistindo em austenita (CFC) e ferrita δ (CCC) na temperatura de forjamento de 1100 °C (1373 K - marcada pela linha pontilhada na Figura 2.32(a)).

O mapa de fase obtido da amostra na condição forjada a quente via EBSD/MEV (Figura 2.32(b)), confirma a presença das duas fases (ferrita δ (branco) e austenita (verde)) (MOZUMDER *et al.*, 2018).

O tamanho de grão na condição inicial forjada é de aproximadamente 11 μm . Na Figura 2.32(c) observa-se uma pequena fração (<2% conforme indicado pelos

autores) de carbonetos κ formada ao longo dos contornos dos grãos nos limites das fases. Essas fases são posteriormente confirmadas pela análise de difração de raios X (Figura 2.32(d)), que revela picos distintos de austenita, ferrita e carboneto κ . Os picos de carboneto κ (marcados pelas setas vermelhas na Figura 2.32(d)) estão muito próximos aos picos da austenita porque o carboneto κ é basicamente uma estrutura CFC, como indicado pela literatura (Figura 2.13). A partir da análise do difratograma usando o método de comparação direta, os autores indicam que a fração volumétrica da austenita e da ferrita são quantificados em aproximadamente 55% e 45%, respectivamente. Quando os autores avaliam essa fração via EBSD/MEV observaram quantidades semelhantes, aproximadamente 52% e 48% de austenita e ferrita, respectivamente (MOZUMDER *et al.*, 2018).

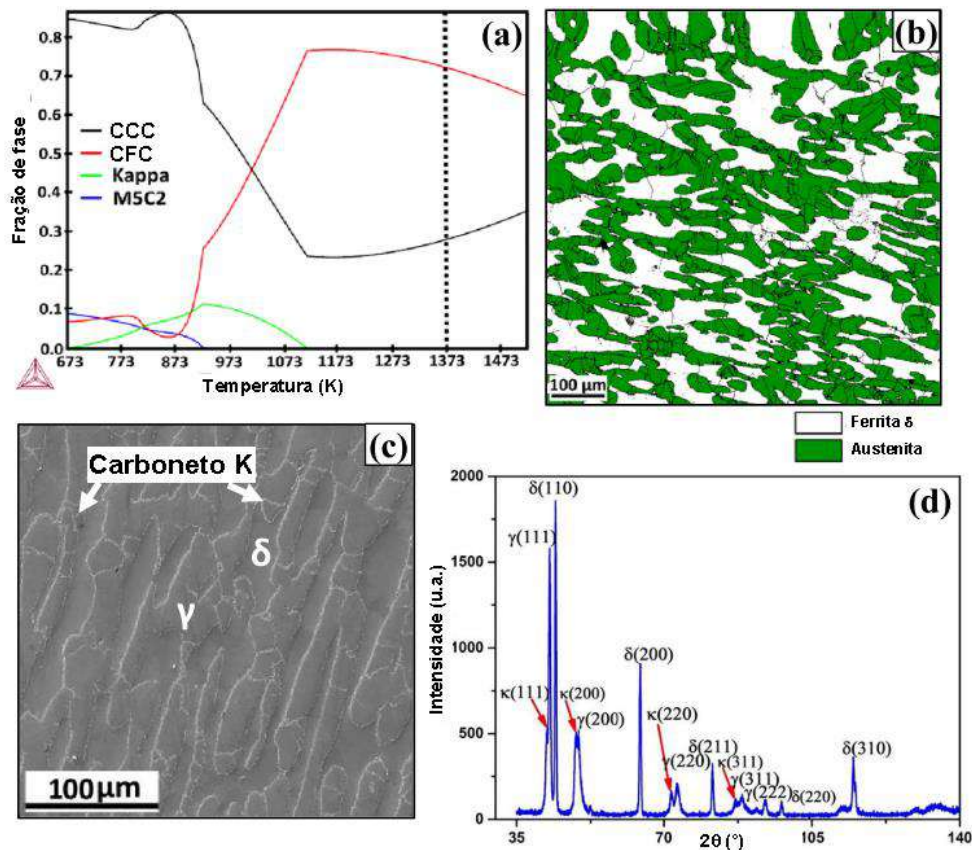


Figura 2.32 - (a) Fração de fase em equilíbrio do aço duplex de baixa densidade com adição de Ni, calculada pelo software *Thermo-Calc*; (b) mapa de fase obtido via EBSD/MEV; (c) Micrografia MEV e (d) Difratograma (γ -austenita, δ -ferrita δ e κ -carbonetos κ) (Adaptado de MOZUMDER *et al.*, 2018).

As curvas de escoamento obtidas a partir das análises de compressão uniaxial em um simulador termomecânico Gleeble 3800, pelo estudo de MOZUMDER *et al.* (2018), são apresentadas na Figura 2.33. Essas curvas normalmente exibem um pico amplo seguido por uma queda perceptível na tensão de

escoamento com o aumento da deformação plástica. O aumento da tensão de escoamento é resultado do endurecimento iniciado pela geração e multiplicação das discordâncias durante a deformação. Após o pico de tensão, o declínio perceptível na tensão de escoamento é devido aos fenômenos de amolecimento. Porém, essa queda não é evidente em algumas condições de deformação (como na temperatura de 1050 °C (1323 K) e taxa de deformação de 1 s⁻¹) onde a curva atinge um estado estacionário (Figura 2.33(d)). Este estado estacionário pode estar relacionado com a concorrência entre o amolecimento dinâmico e o endurecimento por deformação. Nas curvas da Figura 2.33 os autores indicaram que a tensão de escoamento para algumas curvas (marcadas pelas setas pretas) primeiro aumenta e, posteriormente diminui, marcando o início da deformação plástica. Tal observação assemelha-se ao fenômeno do ponto de escoamento apresentados em aços inoxidáveis duplex (MA *et al.*, 2015) e também observado por LI *et al.*, (2016b), Figura 2.30, e LI *et al.*, (2017), Figura 2.31. No entanto, ao contrário do aço inoxidável duplex (que apresenta o fenômeno do ponto de escoamento principalmente em taxas de deformação mais baixas, como 0,01 s⁻¹ e 0,1 s⁻¹ (MA *et al.*, 2015)), este comportamento típico no aço estudado ocorre aleatoriamente em taxas de deformação mais altas ($\geq 0,1$ s⁻¹). Além disso, em alguns casos, em altas taxas de deformação, as curvas exibem múltiplos picos em baixa deformação abaixo de 0,3 (apontado pelas setas vermelhas na Figura 2.33(d,e)). Foi observado pelos autores que a fase ferrítica nessas condições foi mais difícil de deformar que a austenita devido à presença de partículas intermetálicas de B₂, conforme apresentado na Figura 2.33(f). Inicialmente, a austenita macia deforma e acolhe mais deformações plásticas enquanto a ferrita mais dura permanece elástica o que pode ter promovido esses múltiplos picos.

Portanto, MOZUMDER *et al.* (2018) concluíram que as curvas de escoamento do aço duplex estudado exibiram um comportamento não convencional, apresentando ponto de escoamento e múltiplas características de pico no início da deformação plástica que ocorre nas maiores taxas de deformação. A influência sinérgica do endurecimento por tensão posterior e partição de deformação não homogênea entre a ferrita e a austenita resultou nesses comportamentos.

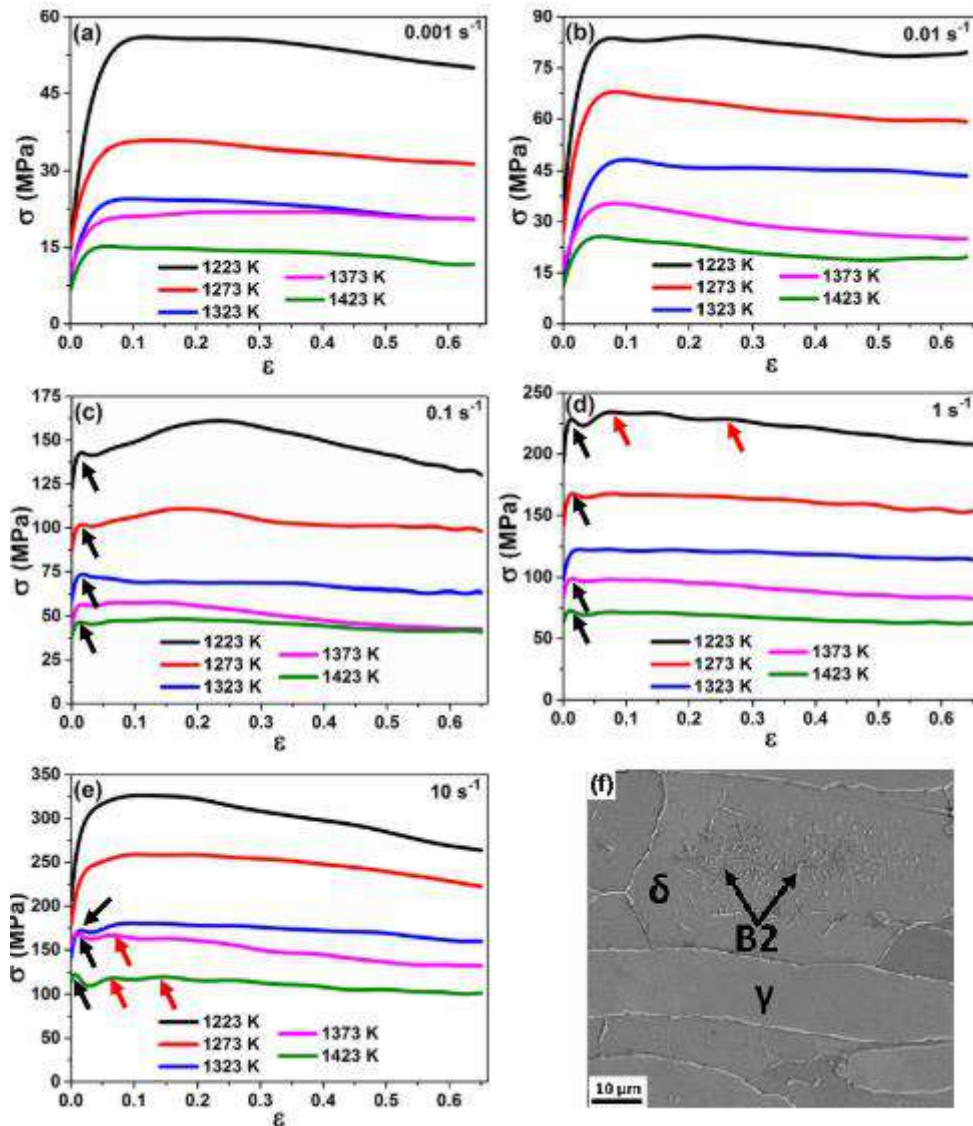


Figura 2.33 - Curvas de escoamento do aço duplex de baixa densidade contendo Ni a uma taxa de deformação de (a) $0,001 \text{ s}^{-1}$; (b) $0,01 \text{ s}^{-1}$; (c) $0,1 \text{ s}^{-1}$; (d) 1 s^{-1} e (e) 10 s^{-1} dentro da faixa de temperatura de 1223-1423 K; (f) Micrografia para destacar as partículas intermetálicas B2 dentro da matriz ferrítica (MOZUMDER *et al.*, 2018).

MOZUMDER *et al.* 2018 também fizeram uma avaliação do mapa de fase sobreposto com os contornos dos grãos conforme apresentado na Figura 2.34. Na taxa de $0,001 \text{ s}^{-1}$ (Figura 2.34(a)) na temperatura de 1050 °C pode-se perceber que grãos de austenita recristalizada, juntamente com contornos de macla, são distribuídos dentro dos grãos de austenita ainda deformados, o que indica uma recristalização dinâmica parcial na austenita. Em contraste com isso, a ferrita é limitada parcialmente por contornos de baixo ângulo e remanescente por contornos de alto ângulo (marcados pelas setas pretas na Figura 2.34(a)). Essa conversão típica

de baixo em alto ângulo em taxas de deformação mais baixa sugere a ocorrência do mecanismo de recristalização dinâmica.

Na Figura 2.34 é apresentado o mapa de fase para a mesma temperatura (1050 °C) porém com taxa de 0,1 s⁻¹. Nessa condição MOZUMDER *et al.* (2018) observaram poucos grãos recristalizados com contornos de alto ângulo, entretanto puderam encontrar contornos de alto ângulo na ferrita indicado pelas setas pretas na Figura 2.34(b). Esses grãos são possivelmente evoluídos a partir dos subgrãos desorientados que estão localizados predominantemente ao longo da interface ferrita e austenita. Quando compara as duas condições, vê-se que o número de contornos de baixo ângulo aumenta substancialmente com o incremento da taxa de 0,001 para 0,1 s⁻¹, indicando uma menor evidencia da recristalização dinâmica com o aumento da taxa de deformação.

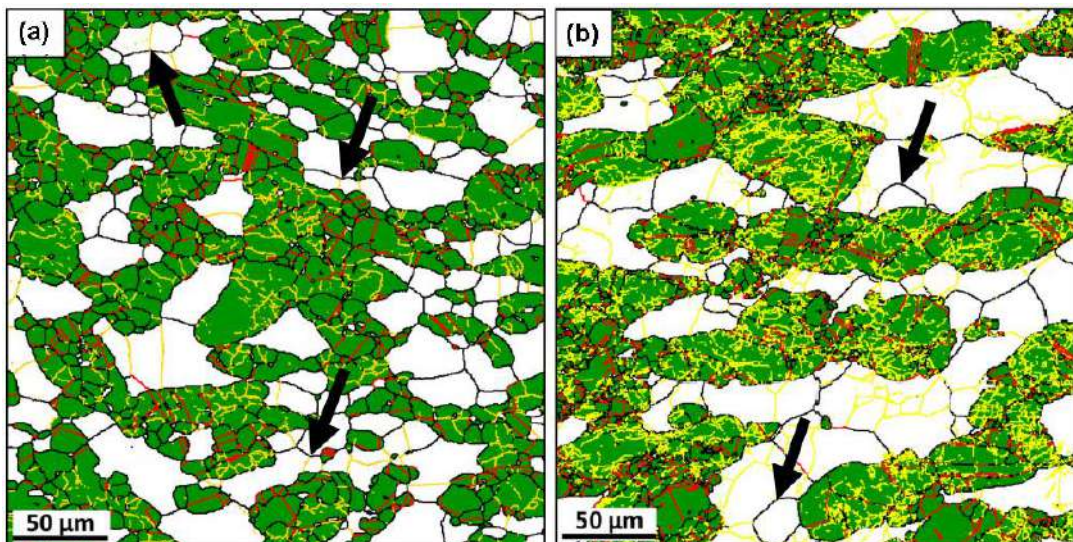


Figura 2.34 - Mapa de fase sobreposto pelos contornos de grãos das amostras obtidas via ensaio de compressão: (a)1050 °C na taxa de 0,001 s⁻¹; (b)1050 °C na taxa de 0,1 s⁻¹ (Contorno de alto ângulo= linha preta; contorno de baixo ângulo= linha amarela; contorno de macla $\Sigma 3$ =linha vermelha) (branco: ferrita δ e verde: austenita) (MOZUMDER *et al.*, 2018).

XU; WU; CHEN (2018) avaliaram o comportamento da deformação a quente de um aço austenítico (Fe-4Al-24Mn-0,05C(%p.)) e outro duplex ($\delta+\gamma$) (Fe-6Al-26Mn-0,05C(%p.)) de baixa densidade do sistema Fe-Mn-Al, por meio de ensaios de compressão a quente em um simulador termomecânico Gleeble 3500, investigados na faixa de temperatura de 800 a 1050 °C e taxas de deformação de 0,01-10 s⁻¹. As curvas de escoamento do aço austenítico são apresentadas na Figura 2.35. A tensão de escoamento diminui com o aumento da temperatura e diminuição da taxa de deformação. Quando a taxa de deformação é 0,01 s⁻¹ e a temperatura de

deformação é maior de 950 °C, as curvas exibem comportamento de recristalização dinâmica típico, apresentando pico de tensão, seguido por uma queda gradual em direção a uma tensão constante, que foi causado por um intenso efeito do amolecimento dinâmico durante a deformação. Com a diminuição da temperatura e o aumento na taxa de deformação, o amolecimento dinâmico foi inibido, devido à baixa energia cinética média dos átomos e curta duração de deformação e, conseqüentemente, as energias de armazenamento durante a deformação aumentaram e mais defeitos como discordâncias foram acumulados.

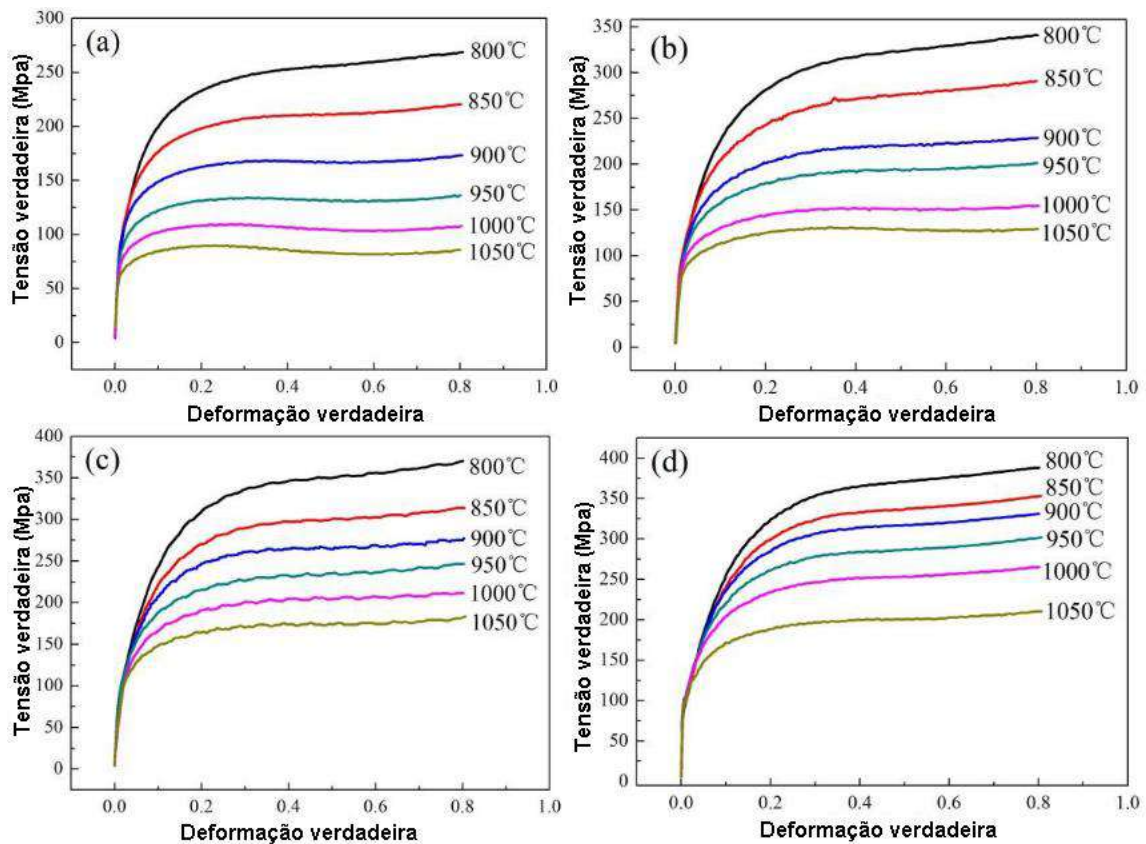


Figura 2.35 - Curvas de escoamento do aço austenítico, referente a uma liga Fe-Mn-Al-C, deformado em várias temperaturas nas taxas de deformação: (a) 0,01 s⁻¹; (b) 0,1 s⁻¹; (c) 1 s⁻¹; (d) 10 s⁻¹ (Adaptado de XU; WU; CHEN, 2018).

Na Figura 2.36, tem-se as curvas de escoamento do aço duplex, avaliado por XU; WU; CHEN, (2018), onde nota-se várias características distintas em comparação com o aço austenítico (Figura 2.35). Primeiramente, o nível de tensão no aço duplex é obviamente menor do que no aço austenítico, sob condições de deformação uniforme. Em segundo, a uma temperatura inferior a 900 °C, as curvas apresentam endurecimento por deformação inicial, seguido por um único pico de tensão amplo e um ligeiro declínio antes do estágio estável, indicando a ocorrência de recristalização

dinâmica. Com aumento da temperatura, o endurecimento por deformação inicial torna-se imperceptível e as curvas de escoamento exibem um longo estágio estável, após atingir um valor de pico, evidenciando características de recuperação dinâmica. Além disso, em alta temperatura e alta taxa de deformação, verifica-se um indicativo da presença de ponto de escoamento, devido à picos pronunciados na área ampliada da Figura 2.36(d). Além disso, as curvas de escoamento do aço duplex exibem um serrilhado mais visível em comparação com o aço austenítico (Figura 2.35) em todas as condições de deformação.

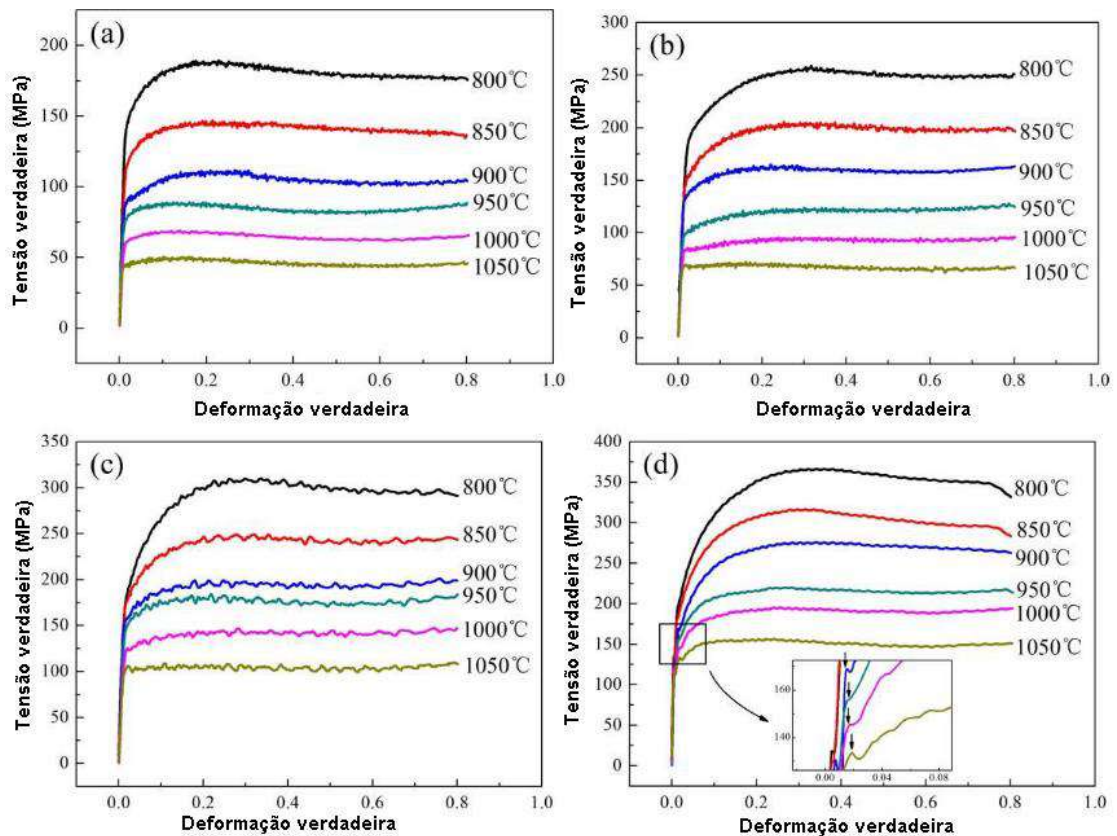
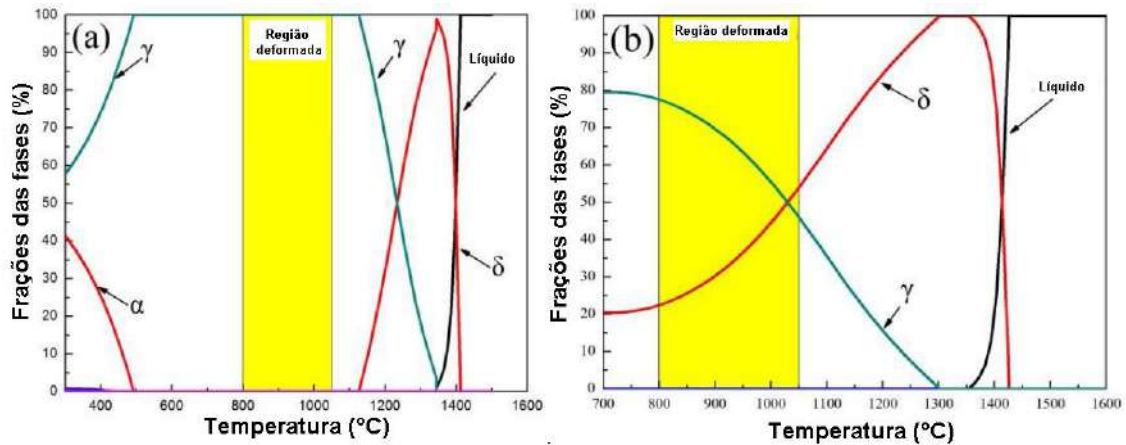


Figura 2.36 - Curvas de escoamento do aço duplex (ferrita δ e austenita), referente a uma liga Fe-Mn-Al, deformado em várias temperaturas e taxas de deformação de: (a) $0,01 \text{ s}^{-1}$; (b) $0,1 \text{ s}^{-1}$; (c) 1 s^{-1} ; (d) 10 s^{-1} (Adaptado de XU; WU; CHEN, 2018).

XU; WU; CHEN, (2018) também avaliaram a dependência das frações volumétricas das fases com a temperatura de deformação dos aços em estudo, calculada pelo software *Thermo-Calc* (Figura 2.37). A análise revela que os processos de compressão a quente do aço austenítico foram realizados em uma única fase, a austenita. Esse fato ocorre dentro de toda a faixa de temperatura, enquanto o aço duplex é comprimido em uma matriz bifásica, com uma composição de fase variável. Conforme a temperatura de deformação aumenta de $800 \text{ }^\circ\text{C}$ para $1050 \text{ }^\circ\text{C}$, a fração

volumétrica da austenita diminui de 77,3% para 45,6%, e a da ferrita δ aumenta de 22,7% para 54,4%. Conseqüentemente, o comportamento distinto do escoamento em alta temperatura, do aço duplex em comparação com o aço austenítico, seja resultado do grande impacto da presença da ferrita δ em alta temperatura.



Os autores também realizaram análises de EBSD/MEV no aço duplex deformado em distintas condições, conforme apresentado na Figura 2.38. A uma taxa de deformação de $0,01 \text{ s}^{-1}$ e temperatura de $850 \text{ }^\circ\text{C}$, os contornos de alto ângulo dentro dos grãos de ferrita δ (Figura 2.38(a)) são uma indicação de recristalização dinâmica contínua, que evoluiu a partir dos contornos de baixo ângulo formados durante a recuperação dinâmica. Os pequenos grãos de austenita associados aos contornos de alto ângulo e distribuídos nos limites da austenita indicam um mecanismo de amolecimento por recristalização dinâmica discreta, resultante da migração do contorno induzido pela tensão. Quando a temperatura aumenta para $950 \text{ }^\circ\text{C}$, o número de grãos recristalizados dinamicamente na austenita diminui (Figura 2.38(b)), exibindo uma resposta microestrutural diferente em relação ao aço austenítico. Enquanto isso, a ferrita δ é distribuída discretamente na matriz de austenita, o que implica que o processo de recristalização dinâmica foi suprimido na austenita e promovido na ferrita δ . Conforme a temperatura aumenta ainda para $1050 \text{ }^\circ\text{C}$, os contornos de macla (marcados como linhas amarelas na Figura 2.38(c)) revelam que a recristalização dinâmica discreta da austenita ocorreu principalmente através da formação de várias cadeias de maclas. À medida que a taxa de deformação aumentou de $0,01$ para 10 s^{-1} , a partição de deformação desigual entre ferrita e austenita foi ainda mais

significativa, de modo que tanto o comportamento do ponto de escoamento quanto a diferença entre o comportamento da tensão de escoamento em altas e baixas temperaturas se tornaram mais evidente (Figura 2.38(d,e)). Quando a temperatura aumenta para 1050 °C tem-se energia de distorção suficiente para estimular a ocorrência de um grande número de contornos de macla nos grãos da austenita (Figura 2.38(f)), o que indica uma recristalização dinâmica discreta (XU; WU; CHEN, 2018).

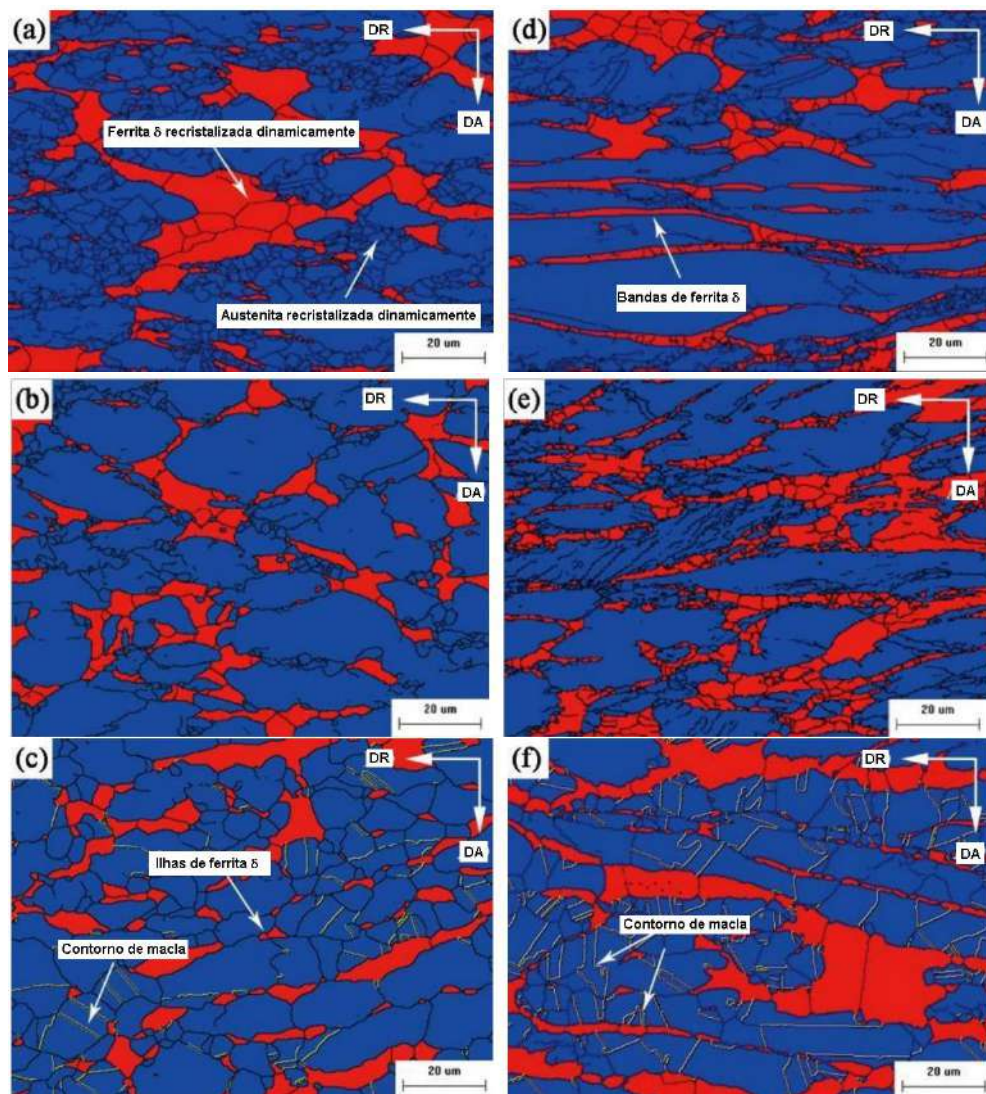


Figura 2.38 - Análise EBSD/MEV da microestrutura do aço duplex deformado na taxa de $0,01 \text{ s}^{-1}$:(a)850 °C;(b) 950 °C;(c) 1050 °C e na taxa de 10 s^{-1} :(d)850 °C;(e) 950 °C, (f) 1050 °C (Austenita em azul; ferrita δ em vermelho; contornos de alto ângulo em preto; contornos de macla em amarelo; DR-direção radial e DA-direção axial dos cilindros comprimidos) (Adaptado de XU; WU; CHEN, 2018).

XU; WU; CHEN, (2018) observaram que no aço duplex, devido à elevada EDE e a maior taxa de difusão dos elementos na ferrita δ , a deformação foi intensamente

distribuída na ferrita δ no estágio inicial de deformação, e o comportamento de amolecimento dinâmico, durante a deformação a quente, ocorreu primeiro na ferrita δ ao invés de ser em conjunto com os grãos de austenita. Como consequência, a recuperação dinâmica anterior na ferrita δ causou um comportamento similar ao ponto de escoamento, enquanto a distribuição da deformação entre a ferrita δ e a austenita resultou em um serrilhado visível nas curvas de escoamento (Figura 2.36).

Devido aos efeitos combinados de endurecimento por trabalho mecânico, recuperação e recristalização dinâmica, a maioria das curvas de escoamento podem ser classificadas em três tipos: endurecimento por deformação, evidencia uma tensão crescente com o aumento da deformação; recuperação dinâmica, exibindo uma tensão de saturação dentro de toda a faixa de deformação; recristalização dinâmica, caracterizada pela presença de um pico de tensão seguido por uma tensão decrescente antes da tensão constante (XIE *et al.*, 2016).

KALANTARI *et al.*, (2019) avaliaram as fases presentes via EBSD/MEV de amostras deformadas a 800 °C sob taxa de deformação de 0,001 s⁻¹ (Figura 2.39(a,b,c)) e 0,1s⁻¹ (Figura 2.39(d,e,f)) de um aço de baixa densidade com matriz ferrítica Fe-0,07C-11,15Mn-5,6Al-0,12Si-0,04Ti. Pelo mapa de orientação observa-se na região indicada pelo círculo tracejado preto na Figura 2.39(a) a presença da ferrita ultrafina em meio aos grãos de austenita, confirmada pelo mapa de fase (Figura 2.39(b)). Na região destacada pelo retângulo preto tracejado tem-se a presença da fase ferrítica com contornos de baixo ângulo e subgrãos bem definidos. Visto que, ocorre uma variação da tonalidade o que indica uma pequena alteração da orientação e um possível novo grão ou subgrão de acordo com o ângulo do contorno do grão. O desenvolvimento de subestruturas de deformação homogênea é acompanhado pela curvatura gradual da estrutura cristalina de grãos individuais em contornos de alto ângulo. Os valores baixos de desorientação de kernel (cor azul na Figura 2.39(c)) apontam para a baixa densidade de discordâncias dentro da matriz ferrítica refinada. Isso pode indicar a ocorrência de recristalização dinâmica durante a deformação nessa temperatura (800 °C). O valor médio de desorientação de kernel da ferrita concorda com a ideia de que a evolução microestrutural da ferrita foi acompanhada por recristalização dinâmica. O (i) desenvolvimento intensificado da subestrutura, (ii) a presença de contornos de grãos incompletos, indicados por setas

pretas na Figura 2.39(b), e (iii) a microtextura aleatória dos grãos de ferrita recristalizada Figura 2.39(a) são considerados como uma característica distintiva de recristalização dinâmica contínua, onde a desorientação dos contornos de baixo ângulo é incrementada durante a deformação como resultado da absorção de discordâncias nos contornos preexistentes. Vale ressaltar que as interfaces austenita/ferrita também podem aumentar a energia armazenada local e incrementar a capacidade de recristalização contínua na ferrita. Nas regiões destacadas por retângulos tracejados A e B na Figura 2.39(d), observaram que os grãos de austenita retidos foram texturizados, apesar dos grãos de ferrita induzida por deformação possuírem uma textura relativamente aleatória. Essa transformação da ferrita induzida por deformação (*Deformation induced ferrite transformation – DIFT*) descrita por KALANTARI *et al.* (2019) vem sendo citada na literatura e pode ser aplicada como método eficaz para produzir grãos de ferrita finos ou ultrafinos. Pela termodinâmica, uma característica que se destaca desse processo e diferencia da transformação estática sem deformação é uma adição de energia de deformação armazenada na força motriz da transformação, que altera as temperaturas críticas. Do ponto de vista da cinética, é um processo dominante de nucleação, ao contrário, da transformação de resfriamento contínuo ou transformação isotérmica sem deformação que é um processo dominante de crescimento de grãos. Segundo a literatura é mais provável que esses grãos de ferrita induzida por deformação estejam localizados nas áreas altamente distorcidas da microestrutura e regiões de cisalhamento. Entretanto esse mecanismo de transformação de ferrita induzida ainda necessita de mais estudo para melhor entendimento (DONG; SUN, 2005; KALANTARI *et al.*, 2019; MOHAMADIZADEH *et al.*, 2016; YADA; LI; YAMAGATA, 2000).

Portanto, um refinamento do grão de ferrita foi alcançado por meio do processamento termomecânico devido à recristalização dinâmica contínua. A ocorrência de refinamento de grão dentro da austenita também foi observada, o que aumentou a estabilidade da austenita contra a transformação martensítica espontânea induzida termicamente durante a têmpera. A transformação induzida por deformação da austenita em ferrita também foi caracterizada como um dos mecanismos de refinamento envolvidos, que foi intensificada sob as taxas de deformação mais elevadas (KALANTARI *et al.*, 2019).

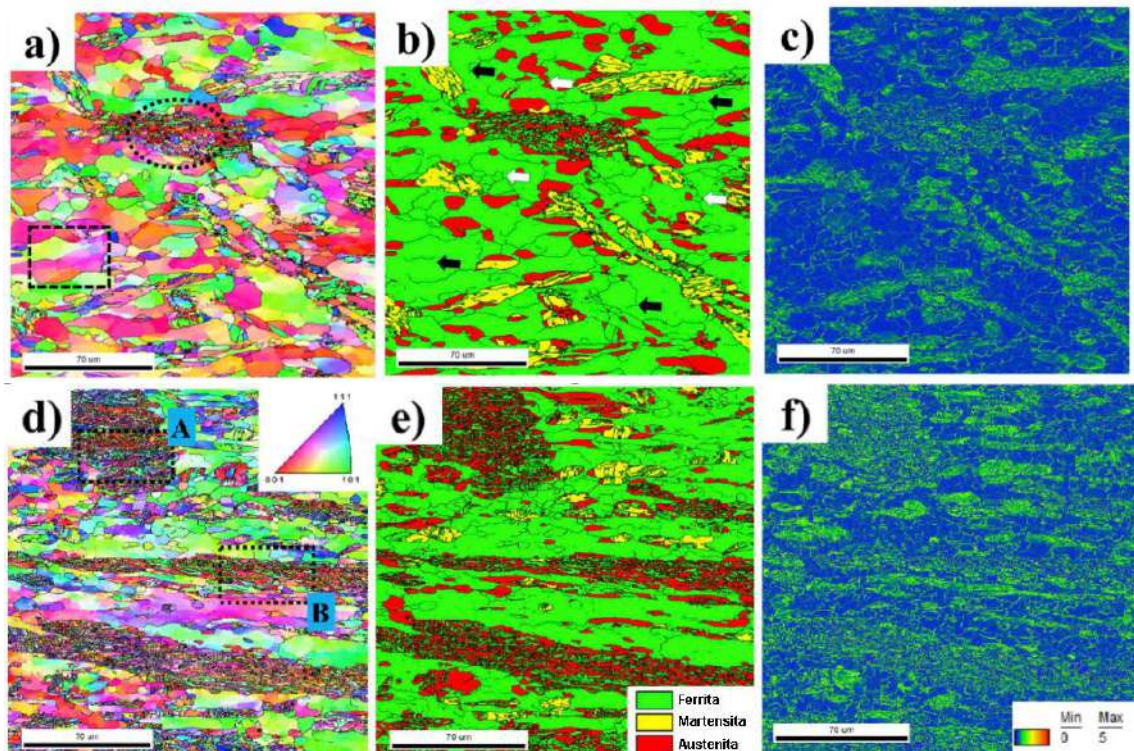


Figura 2.39 - Análise de EBSD/MEV dos resultados de um aço de baixa densidade a base de ferrita Fe-0,07C-11,15Mn-5,6Al-0,12Si-0,04Ti analisado após processamento termomecânico: (a,d) mapa de imagem de orientação com figura de polo inversa de referência para a estrutura CCC e CFC em destaque em (d), (b,e) mapas de fase e (c,f) mapas de desorientação de kernel na temperatura de deformação de 800 °C com taxa de deformação 0,001/s (a, b, c) e 0,1/s (d, e, f) (Adaptado de KALANTARI *et al.*, 2019)

Nos aços Fe-Al, com microestrutura composta por ferrita δ , pode ocorrer endurecimento por solução sólida devido ao teor de Al. Dessa forma, à medida que o teor de Al aumenta, a resistência aumenta e a densidade diminui. Como o tamanho do grão da ferrita δ não pode ser efetivamente controlado durante a laminação a quente, processamentos de laminação a frio e recozimento tornam-se necessários para modificar a estrutura, o tamanho e a textura dos grãos.

O controle do tamanho dos grãos também pode ser obtido através da adição de pequenas quantidades dos elementos microligantes como Ti, Nb ou V, que colaboram também para um aumento na resistência. Como o material em estudo apresenta adições de Nb, no texto que segue é dada maior ênfase neste elemento.

SOZAŃSKA-JĘDRASIK *et al.*, (2018) avaliaram duas composições experimentais distintas, uma com adição de Nb e Ti (X98: Fe-0,9C-24Mn-11Al-0,05Nb-0,02Ti (%p.)) e outra sem (X105: Fe-1,05C-24Mn-11Al(%p.)). Na condição forjada, constataram que os grãos de ferrita examinados nos aços são alongados e distribuídos uniformemente ao longo dos contornos dos grãos da austenita. Como, por exemplo, o aço

X105MnAlSi24-11 (24-11 se refere ao teor de Mn e Al, respectivamente), cujas regiões ferríticas, junto aos contornos de grãos da austenita são maiores que os apresentados pelo aço X98MnAlSiNbTi24-11. Esse fato se deve às frações de Nb e Ti presentes na composição química deste último aço mencionado. Pequenas regiões ferríticas dentro dos grãos de austenita também foram observadas em ambos os aços. As análises realizadas através de microscopia eletrônica de transmissão (MET) do aço X98MnAlSiNbTi24-11 revelaram que os carbonetos compostos em Nb e Ti existiam na ferrita e na austenita. O carboneto k foi observado precipitado e disperso no interior dos grãos de austenita com uma rede cristalina regular CFC, e o carboneto M_7C_3 disperso no interior de grãos de ferrita com uma rede cristalina ortorrômbica. Pode-se destacar que a adição de Nb e Ti influenciaram no refinamento dos grãos, como pode ser observado na Figura 2.40(a) ao comparar com Figura 2.40(b) sem adição destes elementos.

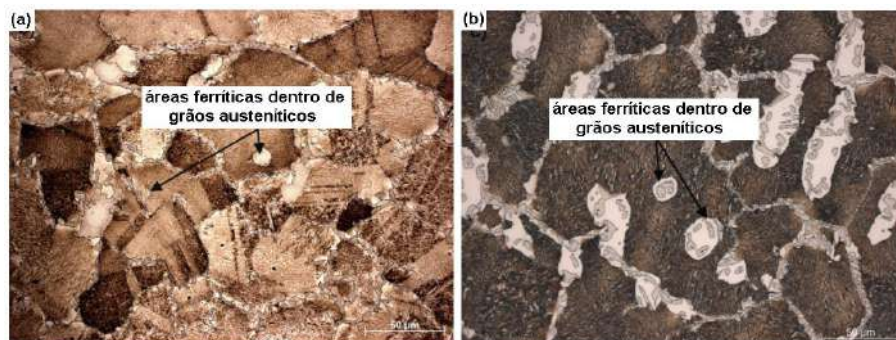


Figura 2.40 - Micrografias (MO), (a) X98MnAlSiNbTi24-11; (b) X105MnAlSi24-11 (Adaptado de SOZAŃSKA-JĘDRASIK *et al.*, 2018).

SOZAŃSKA-JĘDRASIK *et al.*, (2019) submeteram os aços citados no trabalho anterior (X98MnAlSiNbTi24-11 e X105MnAlSi24-11) a um tratamento termomecânico por laminação a quente em uma linha de processamento semi industrial, com o objetivo de analisar alterações na microestrutura levando em consideração a influência da microadição de Nb e Ti. O material em estudo foi aquecido até 1150 °C, seguido de 4 passes de redução com taxa de deformação de 10 s^{-1} nas temperaturas de 850, 950, 1050 e 1100 °C variando a forma de resfriamento ao final do último passe (1: resfriamento a água; 2: resfriamento ao ar; 3: após a deformação aguardou 30 s antes de resfriar a água) (Figura 2.41). A microestrutura do aço X98MnAlSiNbTi24-11 após a laminação a quente é caracterizada pelo maior refinamento dos grãos em comparação com o aço X105MnAlSi24-11, esse refino nos grãos tem relação com a

microadição de Nb e Ti, conforme pode ser observado na Figura 2.41. Esses elementos criam uma partícula de dispersão de nitretos, carbonitretos e carbonetos com uma rede regular durante a deformação plástica a quente, limitando o crescimento dos grãos da austenita recristalizada. Além disso, o teor de Al nos aços investigados afeta a formação de bandas de ferrita paralelas à direção de laminação. No aço X98MnAlSiNbTi24-11, os grãos de ferrita são 20% menores do que no aço X105MnAlSi24-11. No aço X98MnAlSiNbTi24-11, a fração volumétrica da ferrita é de 3%, enquanto no X105MnAlSi24-11 é de 10%.

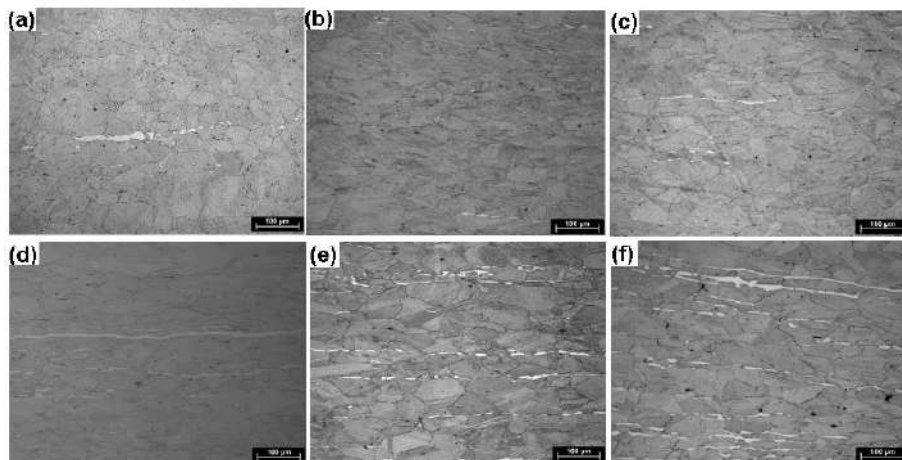


Figura 2.41 - Micrografias via MO, (a,b,c) X98MnAlSiNbTi24-11; (d,e,f) X105MnAlSi24-11 variando o resfriamento: 1 (a,d); 2 (b,e); 3 (c,f) (SOZAŃSKA-JĘDRASIK *et al.*, 2019).

KHAPLE *et al.*, (2020) observaram o efeito da adição de Nb (0,2, 0,4, 0,7 e 1%p.) em aços de baixa densidade (Fe-0,35C-7Al % p.), na condição de laminação a quente, onde analisaram por elétrons retroespalhados, a presença de dois tipos de precipitados, um cinza e outro branco. Essa região branca é rica em Nb e C, ou seja, trata-se de carboneto de nióbio (indicada por seta vermelha na Figura 2.42). A fase cinza é identificada como carboneto k ($AlFe_3C_{0,5}$)(indicada por seta amarela na Figura 2.42). Em ligas contendo até 0,7% em peso de Nb, as micrografias de elétrons retroespalhados (SE/MEV), revelam precipitados observados na tonalidade branca com morfologia globular. Na liga com 1%p. de Nb, foram observados precipitados na tonalidade branca e finos, em forma de agulhas, conforme apresentado na Figura 2.42(d). Os autores avaliaram que não havia presença de Nb nos carbonetos k, pois à medida que o teor de Nb aumenta, mais carbono é consumido na formação de NbC e, em sequência, a fração volumétrica do carboneto k diminuiu.

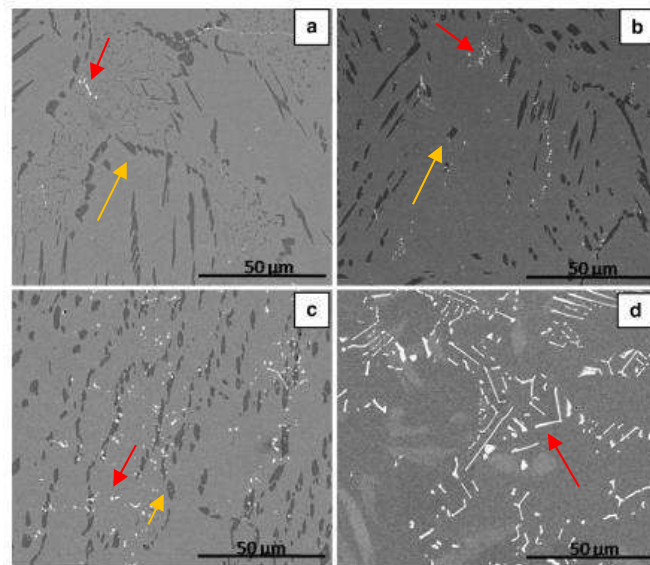


Figura 2.42 - Micrografias (SE/MEV) das amostras do aço Fe-7Al-0,35C com (a) 0,2, (b) 0,4, (c) 0,7 e (d) 1,0%p.de Nb (KHAPLE *et al.*, 2020).

KHAPLE *et al.*, (2020) também constataram à medida que o teor de Nb aumenta, a fração do precipitado branco também incrementa, como pode ser observado na Figura 2.43. Eles concluíram que ocorreu uma crescente formação de NbC como predito através das análises em *Thermo-Calc* e que mesmo após a laminação à 1100 °C os precipitados de NbC ainda foram encontrados na microestrutura.

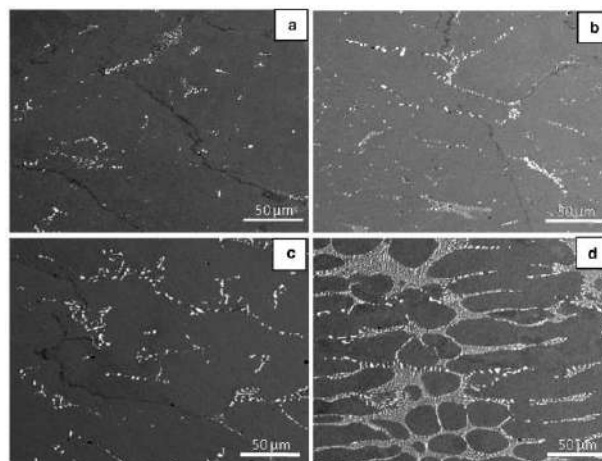


Figura 2.43 - Micrografias SE/MEV da amostra laminada a quente, evidencia a distribuição dos precipitados brancos (rico em Nb) com (a) 0,2, (b) 0,4, (c) 0,7 e (d) 1,0%p. de Nb (KHAPLE *et al.*, 2020).

A análise por difração de raios X revelou a presença de $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0,5}$ (carboneto k) e ferrita (α) em todas as amostras. Em função do teor de Al presente nessa ferrita da liga em estudo, a mesma foi denominada de Fe-Al, como observa-se no difratograma da Figura 2.44 (KHAPLE *et al.*, 2020). Outros trabalhos na literatura também

observaram picos de carboneto k, ferrita e austenita (FROMMEYER; BRÜX, 2006; KAAR *et al.*, 2018; KHAPLE *et al.*, 2020; LEE *et al.*, 2013; LIU *et al.*, 2019c; LU; QIN, 2016; SATYA PRASAD; KHAPLE; BALIGIDAD, 2014; ZHOU *et al.*, 2019).

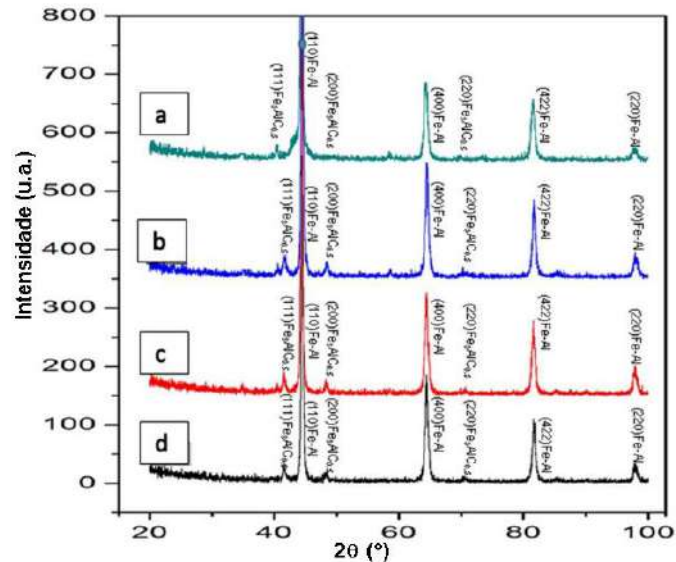


Figura 2.44 - Difratoformas usando radiação Cu- k_{α} indicando picos de Fe-Al e $Fe_3AlC_{0,5}$ em aço laminado a quente Fe-7Al-0,35C com (a) 0,2, (b) 0,4, (c) 0,7 e (d) 1,0%p. de Nb (Adaptado de KHAPLE *et al.*, 2020).

KHAPLE *et al.*, (2020) verificaram também que a microestrutura é significativamente refinada no trabalho mecânico a quente (Figura 2.45). À medida que o teor de Nb aumenta, o tamanho dos grãos da ferrita nos aços laminados a quente diminui significativamente, onde o tamanho médio dos grãos reduziu na seguinte ordem de $320 \pm 15,6$, $280 \pm 7,6$, $140 \pm 7,6$ e $80 \pm 4,4$ μm para os teores de 0,2, 0,4, 0,7, e 1 %p. de Nb, respectivamente. Isso ocorre devido à formação de finos NbC nos limites da ferrita que restringi o crescimento dos grãos promovendo uma redução significativa no seu tamanho. A temperatura de laminação de 1100 °C permitiu a dissolução dos carbonetos k e parte do NbC. Entretanto, a manutenção do NbC é apoiada pela estabilidade relatada desse precipitado acima de 1200 °C. ZARGARAN *et al.* (2014) também observou que a microestrutura em uma liga Fe-8Al-5Mn-0.1Nb-0.1C (%p.) é mais alongada na direção de laminação, além de um tamanho de grão mais refinado após o recozimento final que em uma liga Fe-8Al-5Mn(%p.). Devido ao efeito das partículas de carboneto k e NbC durante a laminação a quente.

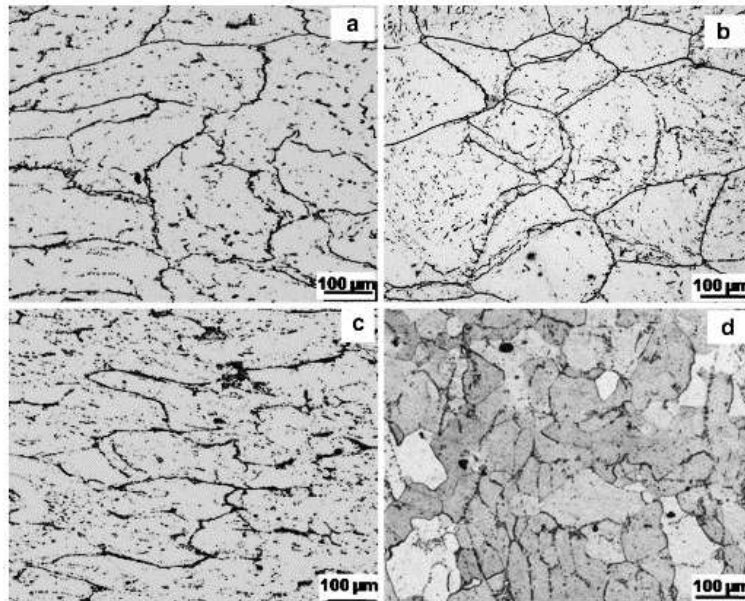


Figura 2.45 - Micrografias (MO) do aço laminado a quente Fe-7Al-0,35C com (a) 0,2, (b) 0,4, (c) 0,7 e (d) 1,0% p.de Nb (KHAPLE *et al.*, 2020).

Em aços convencionais, a recristalização dinâmica da austenita é retardada pela adição de elementos como Nb (DEARDO, 2003). Assim, pode-se esperar que a adição de Nb também retarde a recristalização dinâmica no aço em estudo e em outros aços de baixa densidade durante a laminação a quente, porém esse fato necessita de uma melhor avaliação, visto que a precipitação de NbC pode ocorrer bem acima da temperatura de laminação a quente (KHAPLE *et al.*, 2020).

Sendo assim, o processamento termomecânico a quente é uma etapa importante na conformação do metal, onde ocorre uma combinação de endurecimento por deformação, recuperação dinâmica e recristalização dinâmica. A ocorrência da recristalização dinâmica, que pode refinar os grãos e reduzir a resistência à deformação, afeta significativamente a formação da microestrutura e propriedades mecânicas dos materiais, em função de uma maior homogeneização microestrutural e composicional. A tensão de escoamento pode refletir nas mudanças microestruturais do material e pode ser utilizada para prever o comportamento da deformação nos materiais metálicos em distintas temperaturas e taxas de deformação. Logo como os aços do sistema Fe-Mn-Al-C são materiais promissores que ainda necessitam de entendimento, um processamento a quente bem projetado contribuirá para resultados interessantes nas propriedades finais, além da redução de custos no processamento industrial.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

O material em estudo pertence ao sistema Fe-Mn-Al-C, sendo uma nova composição química, com alto teor de Al e adição de Nb elaborada por BAÊTA JÚNIOR (2020). Na Tabela 3.1 está descrita a composição química fornecida pela *Villares Metals* – Sumaré / SP. Esta liga foi fundida, deformada a quente via forjamento e submetida a laminação prévia a quente até a espessura de 30 mm, em escala laboratorial, com a colaboração da empresa *Villares Metals* – Sumaré / SP.

Tabela 3.1 - Composição química da liga em estudo (% em peso)

C	Mn	Al	Si	Nb
0,45	0,77	7,10	0,52	0,31

Essa nova composição química foi fundamentada em trabalhos da literatura e pesquisas desenvolvidas na linha de pesquisa em materiais metálicos com foco em aços de baixa densidade do Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais do IME, a partir de um aço denominado δ -TRIP com elevado teor de Al. Conforme resumido no final da seção 2.1, vide composições químicas apresentadas na Tabela 2.1, foram realizadas simulações termodinâmicas com auxílio do *software Thermo-Calc*, com o banco de dados das ligas de Fe-TCFE8 Versão 8 por BAÊTA JÚNIOR (2020). Essas simulações possibilitaram a escolha de 4 composições químicas promissoras que foram fundidas e estudadas por esse autor com variação no teor de Nb e Al (Fe-0,4C-0,7Mn-5 a 7Al-0,1 a 0,3Nb %p., vide Tabela 2.1). O *Thermo-Calc* permite a obtenção de uma descrição consistente do equilíbrio de fases e propriedades termodinâmicas, de modo a prever o conjunto de fases estáveis e suas propriedades termodinâmicas em regiões sem informações experimentais e para estados metaestáveis durante simulações de transformações de fases.

Nesta tese, foi escolhida apenas a composição descrita na Tabela 3.1 dentre as apresentadas na Tabela 2.1, devido às características que foram observadas na comparação das simulações obtidas por BAÊTA JÚNIOR (2020). A composição com

maior teor de Nb elevou a temperatura de precipitação do NbC para próxima da temperatura final de solidificação e a formação desse carboneto, por consumir C pode promover um incremento na quantidade de ferrita δ , o que colabora para uma redução na formação da austenita e dos carbonetos formados por Fe, Al e C. A maior quantidade de Al promoveu um incremento da quantidade de ferrita δ e alterações nos intermetálicos e carbonetos formados. Outro ponto observado foi a presença de um misto de fases (austenita e ferrita δ) na faixa de trabalho mecânico a quente. Assim, o conjunto dessas características, juntamente com os objetivos propostos por essa tese levaram a escolha dessa composição química.

Na Figura 3.1 são apresentadas as previsões termodinâmicas da fração molar das possíveis fases presentes no equilíbrio da liga em estudo, em função da temperatura (BAÊTA JÚNIOR, 2020). Primeiro, a fase líquida começa a se solidificar como ferrita δ (CCC) a aproximadamente 1475 °C. Antes da solidificação completa, ocorre o início da formação da austenita (CFC) a aproximadamente 1420 °C pela reação peritética ($L+\delta\rightarrow\gamma$), além da formação do NbC que se inicia a uma temperatura bem próxima à linha *liquidus*. A fração de austenita apresenta um valor máximo, em aproximadamente 1200 °C, coexistindo com a ferrita δ e o NbC, e então diminui gradualmente com o decréscimo da temperatura. Entre o ponto máximo da fração de austenita até uma temperatura aproximada de 840 °C ocorre um incremento na fração de ferrita, além da formação do NbC. Porém essa ferrita formada trata-se da ferrita α pró-eutetóide (α_p) que se faz presente juntamente com a ferrita δ estável na liga e é proveniente da austenita. A partir de 840 °C devido ao particionamento do C e Al inicia-se a formação do constituinte lamelar proveniente da reação eutetóide ($\gamma\rightarrow\sigma+k$), permitindo um incremento significativo da ferrita e geração do carboneto k ($AlFe_3C$). Com isso a fração de ferrita abaixo dessa temperatura compreende a ferrita δ , a ferrita α pró-eutetóide (α_p) e a ferrita α resultante da reação eutetóide. Por volta de 800 °C, o diagrama em equilíbrio apresenta a formação de uma fase $AlFe_3$, porém aparenta ser um composto que surge em uma faixa estreita de temperatura e logo é consumido, possivelmente devido à combinação com o C, resultando no incremento da fração de carboneto k ($AlFe_3C$). A aproximadamente 800 °C toda a austenita é consumida. Com a continuidade do resfriamento, próximo à temperatura ambiente há a formação de uma fase $AlFe$. Pode-se observar pelo diagrama que a liga avaliada apresenta um

campo bifásico, com a presença de ferrita δ e austenita, que compreende o intervalo de temperatura de, aproximadamente, 1040 a 1350 °C.

O diagrama encontrado por BAÊTA JÚNIOR (2020) para a liga em estudo é semelhante aos observados na literatura, que apesar de estar sendo desenvolvidos bancos de dados focados nesse sistema de liga, os utilizados trazem resultados satisfatórios (CHEN *et al.*, 2017; CHIN *et al.*, 2010; ZAMBRANO, 2018; ZHENG *et al.*, 2017; ZUAZO *et al.*, 2014; RAWAT; PRAKASH; PRASAD, 2021).

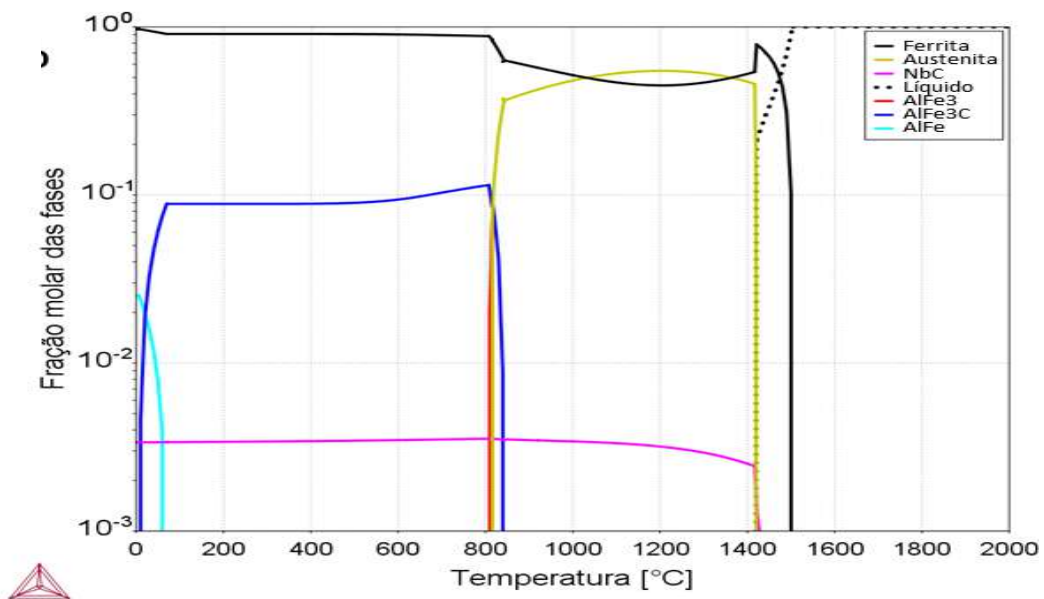


Figura 3.1 - Fração molar das possíveis fases presentes na liga em estudo obtida via simulação no *Thermo-Calc* (BAÊTA JÚNIOR, 2020).

Em resumo, as características descritas pela composição química escolhida para a liga em estudo podem propiciar resultados interessantes e auxiliar futuros processamentos desse material.

3.2 MÉTODOS

Os processamentos e as caracterizações experimentais realizados na liga de baixa densidade (Fe-7Al-0,77Mn-0,45C-0,3Nb), avaliada nesta Tese de Doutorado, são sintetizados em um diagrama esquemático na Figura 3.2 e descritos a seguir.

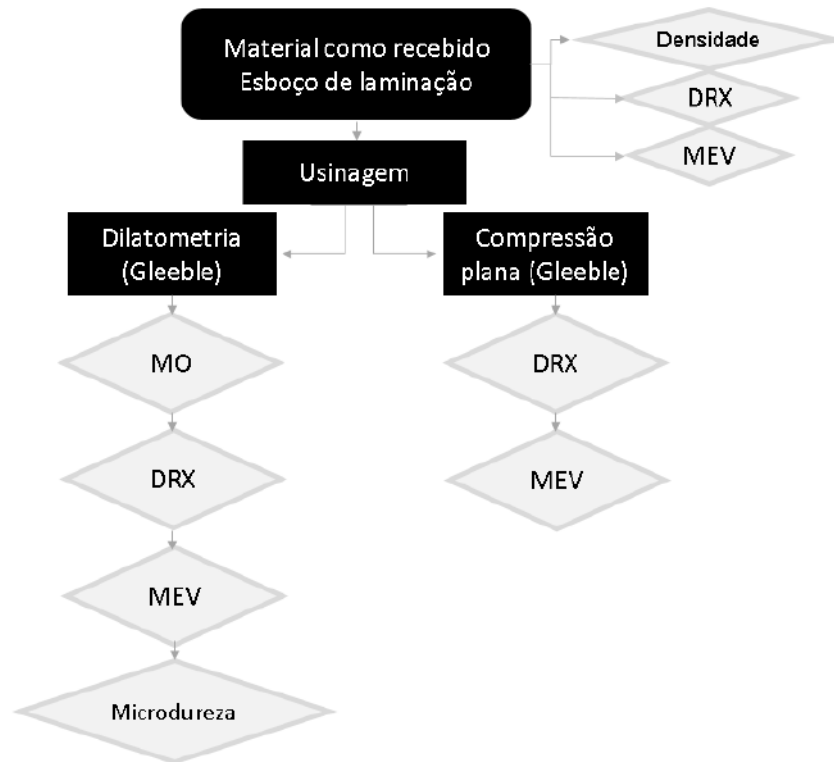


Figura 3.2 - Procedimentos experimentais realizados no presente estudo.

3.2.1 ANÁLISE DE DENSIDADE

Por se tratar de uma liga pertencente ao grupo dos aços de baixa densidade foi feita a avaliação da densidade pelo princípio de Arquimedes. Esse ensaio foi realizado com base na norma ABNT NBR16661:2017, sem a utilização do sistema de vácuo. Foram realizadas dez leituras da amostra, uma chapa retangular (10 x 15 mm) com aproximadamente 3 mm de espessura, em cada condição (seca, imersa e úmida). A amostra seca (m_s) foi pesada utilizando uma balança digital da marca METTLER, modelo AE200 com precisão de quatro casas decimais. A amostra imersa (m_i) foi avaliada em um bécher com água destilada, cuja massa específica (m_e) elegida foi de 1 g/cm^3 (de acordo com a norma). A amostra foi removida do bécher com auxílio de uma pinça e envolvidas em um pano úmido para remover o excesso de água e em seguida eram transferidas para balança, e assim realizar a leitura da amostra úmida (m_u). De posse dos valores de todas as massas, calculou-se o volume aparente (V_a), correspondente ao volume do material sólido mais o volume dos poros abertos e

fechados; e a densidade aparente (ρ_a), constituída pelo quociente da massa da amostra seca pelo volume aparente.

Os cálculos de V_a e ρ_a são dados pela Equação 3.1 e Equação 3.2 respectivamente:

$$V_a[cm^3] = \frac{m_u - m_i}{m_e} \quad \text{Equação 3.1}$$

$$\rho_a[g/cm^3] = \frac{m_s}{V_a} \quad \text{Equação 3.2}$$

Sendo assim, substituindo a Equação 3.1 na Equação 3.2, obtém-se a densidade aparente (ρ_a) da liga em função das massas:

$$\rho_a[g/cm^3] = \frac{m_s m_e}{m_u - m_i} \quad \text{Equação 3.3}$$

3.2.2 ENSAIOS TERMOMECAÑICOS

Um equipamento de simulação termomecânica utilizado em diversas pesquisas é o simulador Gleeble (Figura 3.3), que tem a capacidade de realizar diversos experimentos. Após o processamento das informações, estas podem ser avaliadas e aplicadas para a otimização de processos em escala industrial. Esse simulador possui um sistema capaz de executar ensaios com ciclos térmicos e mecânicos, com controle digital completamente integrado a uma interface de interação com o usuário. Permite também realizar análises dilatométricas, com ou sem componente mecânica, para levantamento de dados e obtenção de curvas de tempo-temperatura-transformação (TTT) para uma determinada liga metálica em estudo. Outros módulos e acessórios também possibilitam simular condições de processos termomecânicos como, por exemplo, a laminação a quente, a zona termomecânica afetada associada a processos de soldagem no estado sólido, entre outros. Cada uma dessas etapas devem ser ajustadas e otimizadas para obter o máximo de benefício em relação à redução de adições de elementos de ligas, melhoria geral na qualidade e no rendimento do material avaliado (KUMAR *et al.*, 2011).

O simulador termomecânico utilizado nesse trabalho, Gleeble 3500, encontra-se instalado no Laboratório Multiusuário de Conformação e Tratamentos Termomecânicos (LMCT2), localizado no campus da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda – EEIMVR, da Universidade Federal Fluminense – UFF. Nesse equipamento foram realizados ensaios nos módulos *General Purpose* (dilatometria) e *Hydrawedge II* (compressão plana a quente), que são detalhados nos tópicos seguintes.



Figura 3.3 Simulador Termomecânico - Gleeble 3500 (EEIMVR/UFF).

3.2.2.1 DILATOMETRIA

A dilatometria é uma técnica utilizada para o estudo das transformações de fases em aços. Nesse ensaio, é possível registrar curvas com evidências de eventos não lineares de contração e dilatação ao longo do aquecimento e resfriamento, como também ao longo do tempo em temperaturas fixas. Deste modo, torna-se possível obter as temperaturas de transformações de fases sob condições específicas e estabelecer os diagramas de transformação de fases para determinada composição química, tanto sob condições isotérmicas (Curvas TTT – Tempo-Temperatura-Transformação) quanto por meio de resfriamento contínuo (Curvas TRC – Transformação por Resfriamento Contínuo), sendo este último mais relevante para as aplicações industriais de metalurgia relacionadas as transformações de fases. A partir dessa análise é possível obter as temperaturas e taxas críticas de início e fim das transformações do material em estudo. Por meio de técnicas metalográficas, pode-se confirmar os produtos das transformações, geralmente indicados nestas curvas. As

curvas obtidas nos ensaios dilatométricos, a partir da cinética das transformações de fases, oferecem uma importante base de informação para objetivar uma determinada microestrutura e, conseqüentemente, colabora para obtenção das propriedades mecânicas almejadas.

Para esse ensaio foram retiradas amostras do material como recebido, na condição de esboço da laminação a quente, que foram usinadas conforme o modelo do corpo de prova padronizado para essa análise na Gleeble 3500, apresentado na Figura 3.4 (DYNAMIC SYSTEMS INC, 2014). Os corpos de prova foram retirados com comprimento alinhado a direção de laminação do esboço. Foram realizados 9 ensaios, sendo 1 para cada condição de resfriamento. A quantidade de ensaios escolhida foi em função da reprodutibilidade da condição do aquecimento, o que permitiu considerar 1 ensaio por cada taxa de resfriamento como sendo suficiente.

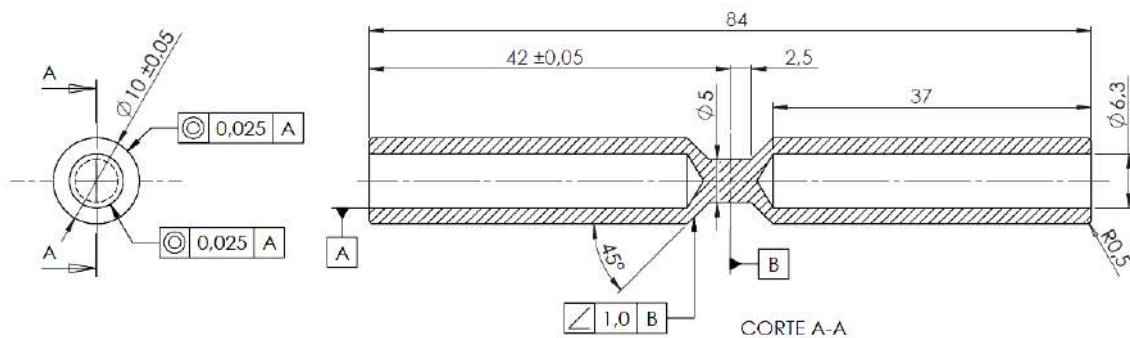


Figura 3.4 - Desenho do corpo de prova empregado nos ensaios de dilatometria (dimensões em mm).

Durante o ensaio, a amostra cilíndrica é aquecida por efeito Joule, pela passagem de corrente elétrica através do corpo de prova, montado em garras de cobre refrigeradas e ligadas a uma fonte de alta potência. As variações de dimensão no diâmetro da amostra durante o aquecimento ou no resfriamento foram medidas pelo transdutor modelo 39018 (39018 CCT *Dilatometer User's Manual*, Dynamic Systems Inc., 2014). Este transdutor eletromecânico tipo LVDT (Transformador Linear de Tensão Diferencial Variável), apresentado na Figura 3.5, é constituído por dois braços de contato feitos com barras redondas de quartzo. Assim, este transdutor relaciona as medidas de expansão/contração e temperatura em função do tempo para um dado ciclo térmico. A configuração padrão deste sensor é para diâmetros de 5 a 12 mm com uma gama linear de 2,50 mm e resolução de $\pm 0,40 \mu\text{m}$.

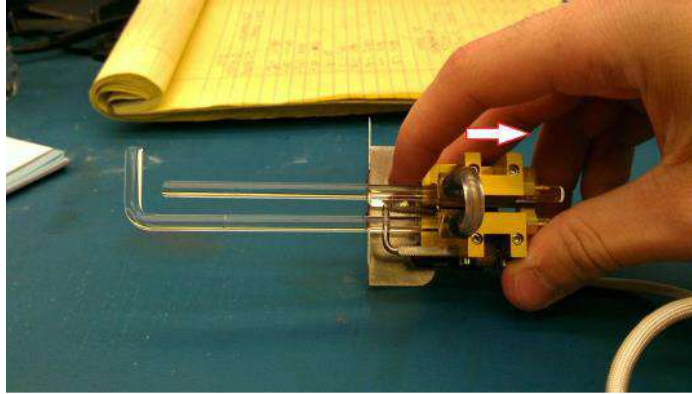


Figura 3.5 - Dilatômetro modelo 39018 (39018 CCT *Dilatometer User's Manual*, Dynamic Systems Inc., 2014).

Para inferir as variações da expansão/contração do volume a partir das curvas de aquecimento e resfriamento foi utilizado tanto o método das tangentes, quanto o método da derivada. No método das tangentes, traça-se uma reta tangente a curva obtida no ensaio próximo a região onde supõe-se que esteja ocorrendo o início/fim da transformação de fase. A transformação estará iniciando ou terminando quando a reta tangente coincidir com os valores da curva de dilatométrica em função da temperatura, conforme apresentado na Figura 3.6(a). No método da derivada calcula-se a segunda derivada da curva de dilatométrica e os pontos onde ocorre a inflexão na curva da derivada são os pontos onde acontece as mudanças de fases, como apresentado na Figura 3.6(b). Na Figura 3.6(c) é apresentada a região do corpo de prova onde é soldado o termopar do tipo K para controle da temperatura, nessa mesma região faz-se todo monitoramento do ensaio de dilatométrica pela medida da variação do diâmetro em função da temperatura. Dessa forma, a dilatação e a temperatura são relacionadas em função do tempo para uma grande variedade de perfis térmicos durante o ensaio. Na Figura 3.6(d), é apresentado o corpo de prova de dilatométrica montado na câmara da Gleeble 3500. Todos os ensaios foram realizados sob uma atmosfera de vácuo de cerca de 5×10^{-6} Torr.

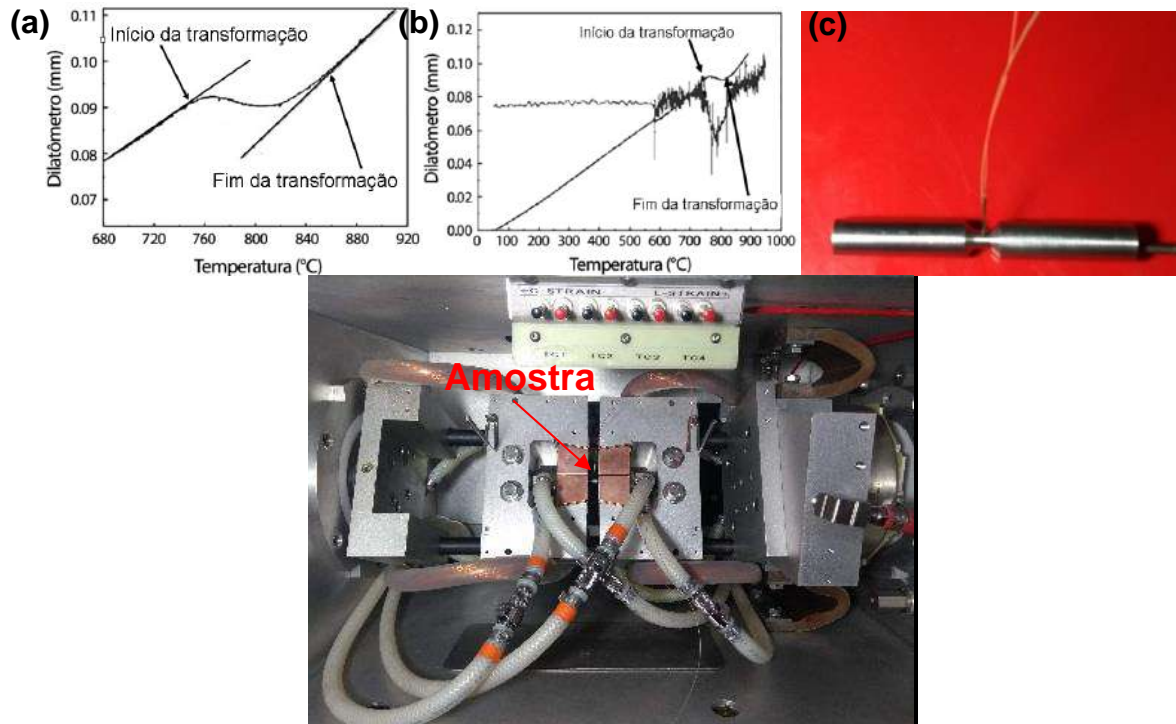


Figura 3.6 - (a) Método da tangente; (b) Método da derivada; (c) Termopar soldado no corpo de prova; (d) Amostra posicionada na câmara da Gleeble 3500 para o ensaio de dilatométrica.

O ciclo aplicado no ensaio de dilatométrica é apresentado na Figura 3.7. Os corpos de prova foram aquecidos com taxa de 1 °C/s até a temperatura de encharque de 1250 °C por 300 s. Depois, realizou-se um resfriamento com taxa de 1 °C/s até a temperatura de 850 °C , seguido de um resfriamento controlado juntamente com a aquisição de dados de dilatométrica, nas taxas de 1, 3, 5, 10, 15, 20, 30 e 50 °C/s , para posterior identificação das temperaturas de transformações no aquecimento e no resfriamento. As escolhas dessas taxas de resfriamento, além de observar as possíveis transformações de fase da liga, teve o intuito de verificar a partir de qual taxa ocorreria evidências das transformações adifusionais, que permite observar características da austenita em alta temperatura, para aplicar após os ensaios de compressão plana.

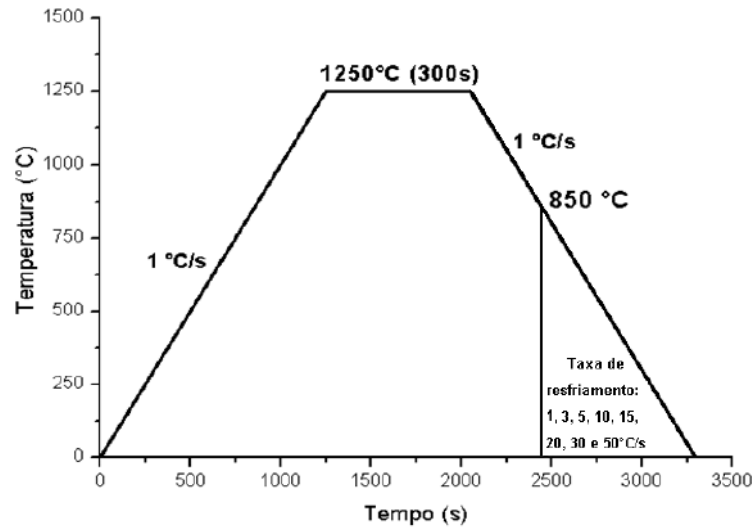


Figura 3.7 - Ciclo térmico aplicado no ensaio de dilatométrico do presente estudo

No aquecimento, o objetivo foi verificar a temperatura de início da decomposição eutetóide (Ac_1) e constatar se a liga apresenta ou não a total transformação da ferrita α em austenita até a temperatura de 1250 °C, pelo fato de apresentar-se, no equilíbrio, campo bifásico associado a austenita e ferrita δ , conforme as previsões obtidas pela simulação via *Thermo-Calc* (Figura 3.1). Por outro lado, o objetivo da identificação das temperaturas de transformações de fases no resfriamento em função da taxa de resfriamento, foi reunir dados suficientes para traçar uma curva de Transformação por Resfriamento Contínuo (TRC) para o material, em função do perfil de ciclo térmico aplicado e auxiliar no estabelecimento de parâmetros térmicos nos experimentos de compressão plana.

Por se tratar de uma nova liga, essas temperaturas foram definidas de acordo com as temperaturas usuais aplicadas em linha de produção industrial para a laminação a quente de chapas. A temperatura de 1250 °C refere-se a temperatura utilizada para o reaquecimento das placas e 850 °C é a temperatura de saída da etapa do laminador de acabamento na laminação a quente, essa também foi a menor temperatura definida para a aplicação de distintas taxas de deformação no ensaio de compressão plana (RANA; LAHAYE; RAY, 2014). Essa temperatura de 1250 °C, segundo a análise realizada por BAÊTA JÚNIOR (2020) via *Thermo-Calc* (Figura 3.1) compreende uma região de campo bifásico, entre ferrita δ e austenita. A temperatura de 850 °C, pela simulação, está antes do início da decomposição eutetóide da austenita no microconstituente lamelar ferrita α e carboneto k, apesar que já possa ter uma pequena

fração de ferrita α pró-eutetóide formada, visto que nessa temperatura tem-se uma redução da fração de austenita e um incremento da fração de ferrita.

Nas transformações de fases no estado sólido, a nucleação de partículas/grãos de nova fase, envolve o movimento de átomos por difusão no interior da região que será transformada e o seu arranjo, de acordo com a estrutura cristalina da fase que será formada. Esse processo de difusão é diretamente proporcional a temperatura e ao tempo. Portanto, a nucleação e o crescimento ocorrem de forma lenta no estado sólido. Além de uma eventual variação de volume durante a transformação promovendo tensões internas, que aumentam a energia local, exigindo raios críticos maiores para queda dessa energia e retardando a nucleação. Com bases nesse mecanismo, adotou-se em toda as análises um aquecimento com taxa de 1 °C/s até 1250 °C, com manutenção por 300 s na temperatura máxima, para manter um padrão da influência do tempo, temperatura e taxa de aquecimento em todas as amostras.

3.2.2.2 COMPRESSÃO PLANA

O simulador termomecânico Gleeble 3500 disponibiliza uma tecnologia no modo de compressão plana, por meio da unidade móvel de conversão denominada *Hydrawedge II*. Este módulo permite simular um ou múltiplos passes de deformação a quente, por meio de compressão sob condições de estado plano de deformação, além de controlar a deformação e a taxa de deformação impostas ao corpo de prova ensaiado em uma temperatura específica (DYNAMIC SYSTEMS INC, 2014).

A compressão por deformação plana é um ensaio que possui uma vantagem importante: o estado das deformações é semelhante ao que ocorre nos processos de laminação de produtos planos, nos quais as dimensões do corpo de prova e das garras de contato do equipamento com o corpo de prova impedem a deformação do material na direção da largura. A influência das chamadas extremidades rígidas é outro fator que restringe a propagação de material e envolve o estado de deformação plana. Essas extremidades são as partes da amostra que estão além da área sob as garras e não são compactadas, logo, não têm tendência a se espalhar. Além disso, quando as amostras são aquecidas por efeito Joule, essa extremidade está em

temperatura mais baixa do que a área sob as garras e sua resistência mecânica à deformação é maior. Esse tipo de ensaio é bastante empregado em simulações físicas, por permitir alcançar valores de deformação maiores que nos testes de compressão uniaxial de cilindros (AKSENOV *et al.*, 2015). Devido às características descritas, esse ensaio é frequentemente usado como simulação física do processo de laminação de produtos planos. Quando o ensaio de compressão plana é comparado ao ensaio de torção, existe uma outra vantagem relacionada a menor dimensão do corpo de prova, razão pela qual foi realizado esse ensaio na presente Tese, devido à quantidade disponível de material no estado como recebido.

Por meio dos ensaios de compressão plana realizados neste trabalho buscou-se entender o comportamento mecânico a quente, avaliando as fases presentes em alta temperatura e os fenômenos metalúrgicos de restauração da microestrutura deformada que se fazem presentes nas condições e ciclos estudados.

Para esse ensaio, utilizou-se corpos de prova retangulares com dimensões de 20 mm x 15 mm x 10 mm, equivalentes à DT x DL x DN, que foram obtidos a partir do processo de usinagem de alta precisão, pois exigem perfeito paralelismo com uma tolerância de 0,025 mm, na lateral que ficará em contato com as bigornas/garras simulando a área de contato do cilindro com a chapa na linha de laminação. Esses corpos de prova foram retirados da condição de esboço da laminação a quente.

Na Figura 3.8(a), é apresentado o corpo de prova preparado para análise de compressão plana. Na Figura 3.8(b), tem-se o corpo de prova posicionado para iniciar a análise entre as bigornas/garras e com os termopares já soldados, na câmara do simulador Gleeble 3500. Essas bigornas/garras, destacadas na Figura 3.8(b), são de carboneto de tungstênio (WC) e para evitar a aderência no corpo de prova utilizou-se folhas de tântalo na região de aplicação da carga, juntamente com uma pasta de níquel, para reduzir o atrito. As folhas de tântalo com espessura de 0,1 mm são fixadas ao corpo de prova com auxílio da pasta de níquel que é um lubrificante de alta temperatura, nas extremidades da amostra conforme apresentado na Figura 3.8(a). Essa preparação garante a deformação homogênea e reduz o atrito, além de evitar que a superfície de contato da amostra com a bigorna/garra seja “soldada” a mesma em altas temperaturas (DYNAMIC SYSTEMS INC, 2014).

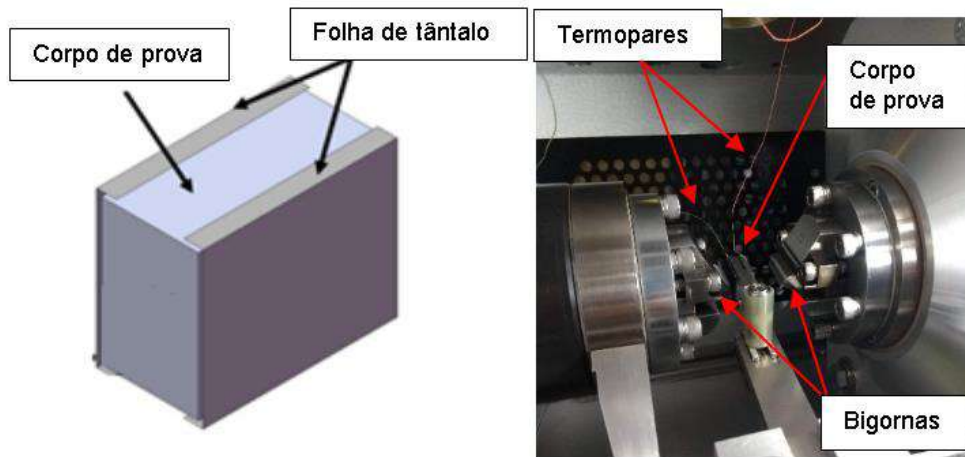


Figura 3.8 - (a) Aspecto do Corpo de prova preparado para análise de compressão plana;(b) Corpo de prova posicionado na Gleeble 3500.

O corpo de prova preparado é inserido no equipamento e fixado entre as bigornas/garras de aplicação da carga na área específica que resulta na deformação em função da resistência mecânica do material, como apresentado na Figura 3.9. Enquanto a deformação é aplicada, células de carga e sensores registram os valores da carga e do deslocamento e o *software* faz os cálculos da tensão e da deformação impostas aos corpos de prova, de acordo com a frequência de aquisição de dados estabelecida na programação do ensaio. O termopar soldado na superfície da amostra (como destacado na Figura 3.9(b)) registra a temperatura instantânea, resultante do aquecimento, mediante a passagem de corrente elétrica, através das bigornas/garras. Na Figura 3.9 (b,c,d), é apresentado um esquema ilustrativo do comportamento da amostra durante o ensaio.

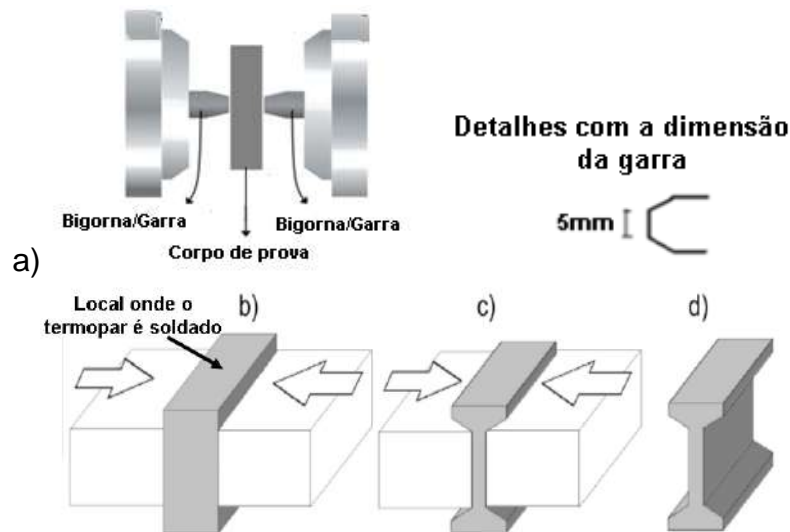


Figura 3.9 - (a) Representação esquemática da disposição do corpo de prova durante o ensaio de compressão plana, destacando detalhe da bigorna/garra; (b) forma do corpo de prova antes de aplicar a carga; (c) aplicação da carga; (d) corpo de prova após finalizado o ensaio.

Na Figura 3.10 tem-se representado o ciclo termomecânico aplicado nos ensaios de compressão plana a quente na Gleeble 3500 para a liga em estudo. Os corpos de prova foram aquecidos até 1250 °C com taxa de 1 °C/s com tempo de encharque de 300 s, idêntico ao ciclo aplicado nos ensaios de dilatométrica. Posteriormente, estes foram resfriados até a temperatura selecionada para impor a deformação com taxa de 1 °C/s. Realizou-se passe único de deformação nas temperaturas de 850, 950, 1050 e 1150 °C com taxas de deformação de 0,01, 1 e 10 s⁻¹ em todas as temperaturas, respectivamente. Quanto ao controle do resfriamento das amostras após a deformação nos ensaios de compressão plana, não foi possível obter-se uma alta taxa de resfriamento (têmpera) utilizando-se somente recursos de programação. Foi realizado apenas um ensaio de compressão com o sistema de resfriamento rápido por água (*quenching*). Contudo, a umidade residual que se encontrava, seja na câmara de ensaios ou na entrada do sistema de vácuo, acabou por contaminar o óleo da bomba mecânica de vácuo causando problemas em todo o sistema de vácuo. Após troca de óleo desta bomba, o sistema voltou a operar em condições ideais (10⁻³ Torr), seja em baixo vácuo ou em alto vácuo (10⁻⁶ Torr). Para evitar maiores prejuízos e/ou atrasos nos ensaios programados, adotou-se para todos os ensaios, uma atmosfera de alto vácuo utilizando o sistema de resfriamento rápido (*quenching*), porém, somente com ar-comprimado como refrigerante.

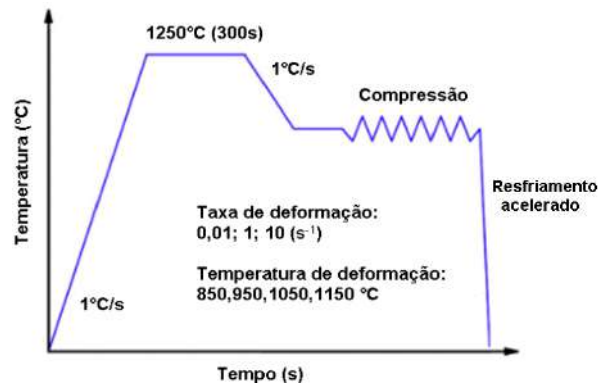


Figura 3.10 – Ciclo termomecânico aplicado durante o ensaio de compressão plana do presente estudo.

Com esses ensaios isotérmicos de deformação a quente com único passe, obtêm-se curvas de escoamento para assim avaliar dados do comportamento mecânico a quente do material. Esses dados permitem determinar valores da tensão de pico (σ_p), da deformação crítica para o início dos fenômenos metalúrgicos de restauração da estrutura deformada a quente. Além disso, permite obter características do perfil das curvas de escoamento que possibilita inferir fenômenos como a recristalização dinâmica ou recuperação dinâmica, em função do resfriamento ter-se iniciado imediatamente após a interrupção da deformação nas temperaturas e taxas de deformação avaliadas.

As curvas de escoamento (tensão-deformação) obtidas durante o ensaio de compressão plana, juntamente com as microestruturas resultantes, fornecem meios para definir a natureza dos fenômenos metalúrgicos a quente e constituem uma excelente ferramenta para a otimização de processamentos industriais de larga escala, pois permite definir equações empíricas que descrevem o comportamento dos metais sob distintas condições de conformação a quente. A equação constitutiva obtida a partir das curvas de escoamento refere-se à relação funcional entre a tensão de escoamento e os parâmetros de trabalho a quente, a saber: deformação, temperatura de deformação e taxa de deformação. Deste modo, a equação constitutiva relaciona o comportamento termomecânico do material analisado e os principais parâmetros de processamento. Os principais fatores que afetam a tensão são a composição química do material, os parâmetros de processamento e a evolução da microestrutura, entre outros (KANG *et al.*, 2014; XU; WU; XIE, 2018).

As equações constitutivas que relacionam a tensão com as taxas de deformação e temperaturas são empregadas rotineiramente para estimar as cargas de

conformação a quente. De todas as equações propostas na literatura, provavelmente a mais empregada é a função do seno hiperbólico que relaciona o parâmetro de Zener-Hollomon (Z) à tensão. Esse parâmetro correlaciona a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) pela temperatura de deformação, usado para prever a resistência à deformação em altas temperaturas (LI; CAI; MISRA, 2017; SAKAI; JONAS, 1984). A função seno hiperbólico provou dar a maior aproximação em três tipos conhecidos de funções utilizando tensões com cálculo de regressão (SELLARS; MCTEGART, 1966; ZENER; HOLLOWOMON, 1944). Portanto, foi utilizado neste trabalho a equação constitutiva em função do seno hiperbólico e do parâmetro de Zener-Hollomon para investigar os efeitos da temperatura de deformação e da taxa de deformação na tensão de escoamento.

Essa equação constitutiva da tensão de pico aplicada na liga em estudo tem base na equação de Arrhenius, Equação 3.4, que é comumente usada para correlacionar tensão, taxa de deformação e temperatura de deformação.

$$\dot{\epsilon} = f(\sigma) \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{Equação 3.4}$$

De acordo com os diferentes níveis de tensão, a equação de Arrhenius pode ser expressa nas seguintes formas:

- a) Em baixos níveis de tensão ($\alpha\sigma < 0,8$), a Equação 3.4 pode ser simplificada para:

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^m \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{Equação 3.5}$$

- b) Em elevados níveis de tensão ($\alpha\sigma > 1,2$), a Equação 3.4 pode ser simplificada para:

$$\dot{\epsilon} = B \exp(\beta\sigma) \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{Equação 3.6}$$

- c) No domínio completo das tensões, a Equação 3.4 pode ser simplificada para a forma de seno hiperbólico:

$$\dot{\epsilon} = C [\sinh(\alpha\sigma_p)]^n \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{Equação 3.7}$$

Sendo que os parâmetros α , β e m satisfazem a relação:

$$\alpha = \frac{\beta}{m} \quad \text{Equação 3.8}$$

Nas equações acima: Q é a energia de ativação térmica para a deformação a quente (J/mol); $\dot{\varepsilon}$ é a taxa de deformação (s^{-1}); R é a constante universal dos gases (8,3145 J/K mol); T é a temperatura ($^{\circ}C$); A , B e C (s^{-1}) e α (MPa^{-1}) são constantes do material; n é uma constante intimamente relacionada à taxa de deformação; σ_p é a tensão de pico (MPa); m e n expoentes de tensão; α e β parâmetros de nível de tensão. Em princípio, a temperatura da amostra poderá aumentar devido ao aquecimento adiabático durante a deformação, sobretudo especialmente em taxas de deformação mais altas ($\geq 1 s^{-1}$). Porém, no presente trabalho, o efeito do aquecimento adiabático na tensão de escoamento não foi considerado.

Para a determinação das constantes e da energia de ativação para a deformação, foi utilizado o parâmetro de Zener-Hollomon conforme a Equação 3.9 (ZENER; HOLLomon, 1944):

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad \text{Equação 3.9}$$

A partir da linearização, em ambos os lados da equação e ajustes de regressão linear em diferentes temperaturas e/ou taxas de deformação, obtêm-se parâmetros que possibilitam descrever uma equação constitutiva (Equação 3.7) em função da taxa de deformação, tensão de pico e temperatura permitindo extrapolar os resultados para outras condições distintas das realizadas experimentalmente.

A precisão da equação constitutiva calculada foi verificada por meio da comparação dos dados experimentais com os valores que foram calculados, a partir da equação obtida para o material em estudo. Essa precisão foi verificada através da aderência e do erro de previsão desses parâmetros, conforme trabalhos encontrados na literatura (HE *et al.*, 2017; LI *et al.*, 2016a, 2018; XIE *et al.*, 2016; XU; WU; XIE, 2018; ZHANG *et al.*, 2013).

Para avaliar a precisão da equação constitutiva o erro relativo absoluto percentual médio (*Average Absolute Relative Error - AARE*) e o coeficiente de correlação (R^2) foram calculados a partir da Equação 3.10 e Equação 3.11, respectivamente.

$$AARE (\%) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{E_i - P_i}{E_i} \right| \times 100\% \quad \text{Equação 3.10}$$

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^n ((E_i - \bar{E})(P_i - \bar{P}))}{N \sqrt{\sum_{i=1}^n (E_i - \bar{E})^2 (P_i - \bar{P})^2}} \quad \text{Equação 3.11}$$

Na Equação 3.11, E é o valor experimental da tensão de pico; P o valor calculado da tensão de pico, enquanto \bar{E} e \bar{P} são os valores médios da tensão de pico experimental e a calculada, respectivamente.

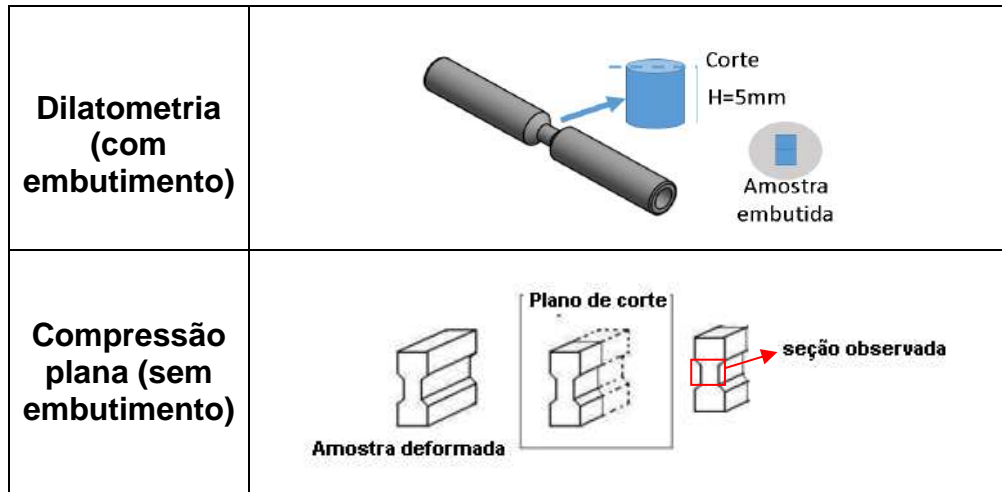
3.2.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

3.2.3.1 PREPARAÇÃO METALOGRAFICA

As amostras em estudo foram preparadas, metalograficamente, de forma semelhante para as análises via microscopia óptica (MO), eletrônica de varredura (MEV), microdureza e difração de raios X.

Os cortes para extração das amostras, a partir dos corpos de prova submetidos aos ensaios de dilatométrica e compressão plana, foram realizados em uma máquina de precisão Minitom da Struers com disco diamantado, carga de 200 gf, e velocidade entre 100 e 150 rpm e uso de solução aquosa como líquido refrigerante/lubrificante para este fim. Na Tabela 3.2 são destacados os croquis dos corpos de prova com indicação das posições e como foram realizados os cortes. Somente as amostras extraídas dos corpos de prova de dilatométrica foram embutidas, o embutimento foi conduzido com uso de uma resina acrílica de cura a frio.

Tabela 3.2 - Representação do corte, embutimento e seção de observação das amostras obtidas nos ensaios via simulador termomecânico.



Posteriormente, as amostras passaram pelos processos convencionais de preparação metalográfica, via rota mecânica, da superfície a ser analisada. Essa preparação consistiu no processo de lixamento na sequência de 400, 600, 1200, 1500, 2000 e 2500 *mesh*, com polimento em pasta de diamante de 3 e 1 μm , seguido de outro polimento com Alumina de 1, 0,3 e 0,05 μm . Para revelar a microestrutura utilizou-se a solução de contraste de Nital 3% (3% em volume de ácido nítrico em álcool etílico). Nas amostras que foram realizadas análises de difração de elétrons retroespalhados (*Electron Backscatter Diffraction* - EBSD), devido à exigência dessa técnica, foi realizado um polimento mecânico complementar com uma solução a base de sílica coloidal com as seguintes proporções: 400 mL de água destilada, 80 mL de sílica coloidal (0,04 μm), 205 mL de peróxido de hidrogênio (30% de concentração, PA), 3 gotas de ácido nítrico/100 mL de solução e 1 gota de ácido fluorídrico/100 mL de solução. Não foi utilizado nenhuma solução de contraste para revelar a microestrutura, pois o polimento com esta solução de sílica coloidal tem ação dupla de polimento mecânico e químico que resulta no contraste da microestrutura em relevo pelo desbaste/ataque seletivo das fases.

3.2.3.2 ANÁLISES MICROESTRUTURAIS VIA MICROSCOPIA ÓPTICA E ELETRÔNICA DE VARREDURA

A avaliação da microestrutura, via microscopia óptica (MO), teve por objetivo avaliar a distribuição das fases em baixo aumento (100x). Essa análise foi conduzida com o auxílio de um microscópio óptico modelo BX53M do fabricante *Olympus*, com sistema de aquisição de imagens através de câmera digital modelo LC20, também *Olympus*, acoplada ao microscópio, instalado no Laboratório de Metalografia do IME.

As quantificações de fase, realizadas tanto na amostra como recebida como nas amostras obtidas após ensaio de dilatométrica nas taxas de resfriamento de 1 e 3 °C/s, foram realizadas em micrografias obtidas via microscopia óptica com aumento de 100x, com imagens de 10 regiões distintas da amostra. Essa análise foi realizada com intuito de observar a variação da fração de fase entre a matriz (clara e com baixo relevo) e a segunda fase (escura e com alto relevo) a partir do *software Image J*.

Para visualização dos detalhes microestruturais e morfologia das fases presentes a fim de identificá-las, utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura com canhão de emissão de campo (MEV-FEG), modelo QUANTA 250 FEG da marca FEI. As análises de EBSD/MEV foram realizadas com auxílio de um detector EBSD *e-flash HR* do fabricante *Bruker*, controlado pelo *software ESPRIT 1.9 - Quantax CrystAlign*, acoplado ao MEV-FEG instalado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME.

Todas as caracterizações microestruturais foram realizadas na seção de corte ao longo da espessura do esboço, na direção de laminação (DL), para as amostras da compressão plana. No que diz respeito a amostra obtida após o ensaio de dilatométrica não há como garantir a seção específica do corte em relação a espessura na direção de laminação, pois a mesma foi extraída da porção central do corpo de prova com seção transversal circular (Figura 3.4).

As micrografias obtidas com os detectores SE e BSE foram adquiridas com os seguintes parâmetros: tensão de 10 ou 20kV, distância de trabalho (WD) de aproximadamente 10 mm, *spot size* de 4,5 e 5, e abertura 5.

As análises de EBSD/MEV foram conduzidas com os seguintes parâmetros:

- Tensão de aceleração: 25 kV;
- *Spot size*: 5,5;

- Distância de trabalho (WD): 20 mm;
- Abertura: 6;
- Inclinação da amostra: 70°;
- Distância do detector a amostra: 16 mm;
- Inclinação do detector: 10,5°;
- Resolução do detector: 160 x 120
- Contraste da câmera: 0,1;
- Ganho da câmera: 96;
- Número de frames: 1;
- Tempo de exposição da câmera: 7 a 20 ms;
- *Step size*: 91nm (como recebida), 0,26 μm (amostra obtida do ensaio de dilatométrica), 0,20 μm (amostras obtidas após compressão plana).

Nas análises foram utilizadas para indexação das fases fichas cristalográficas do banco de dados do *software ESPRIT* com as seguintes características para cada estrutura cristalina:

- CCC (grupo espacial: Pm3m; parâmetro de rede: $a_0=b_0=c_0= 2,88 \text{ \AA}$);
- CFC (grupo espacial: Fm3m; parâmetro de rede: $a_0=b_0=c_0= 3,657 \text{ \AA}$);
- TCC (grupo espacial: I4/mmm; parâmetro de rede $a_0=b_0= 2,846 \text{ \AA}$ e $c_0= 3,053 \text{ \AA}$).

Como os fenômenos de recuperação e recristalização podem ser indicados pela presença, em sua maioria, de contornos de baixo ou alto ângulo foram realizados tratamentos nos dados, diretamente no *software ESPRIT*, com ângulo de orientação crítico entre os grãos que permitisse diferenciar os possíveis grãos com os distintos contornos de baixo e alto ângulo. Após algumas análises, com o intuito de verificar a evolução em relação a orientação dos grãos foram definidos ângulos de orientação aplicados como dados de entrada no *software ESPRIT*. Assim, foi definido que o software considerasse grãos as regiões que tivesse acima de 1°, 5° e 15° de desorientação entre si. Com isso seria possível comparar as análises e verificar as regiões com prováveis contornos de baixo ângulo ($1 < \theta < 15$) e contornos de alto ângulo ($\theta > 15^\circ$). Essa forma de avaliação foi escolhida devido à dificuldade em tratar os dados do material estudado, pois a microestrutura encontrada e as distintas morfologias das fases após o ensaio de compressão, não permitiram destacar apenas os contornos

de baixo e alto ângulo, como se observa na literatura (KALANTARI *et al.*, 2019; MOZUMDER *et al.*, 2020; XU *et al.*, 2017; ZHANG *et al.*, 2020a).

Nas amostras obtidas após o ensaio de compressão plana se observa linhas de deformação características do ensaio. Todas as amostras tiveram o comportamento semelhante ao apresentado na Figura 3.11. Através da macrografia apresentada na Figura 3.11(a) não se observa características de deformações nas pontas do corpo de prova e nas regiões subsuperficiais que estavam em contato com a bigorna/garra da Gleeble. Isso deve-se ao fato de existir atrito entre ambos (corpo de prova e bigorna). Esse escoamento lateral, perpendicular ao percurso da bigorna, acarreta tensões de atrito cisalhantes nas superfícies de contato da matriz. A presença desse atrito causa um desequilíbrio de forças no material, na direção longitudinal (direção do comprimento do corpo de prova), que deve ser acomodada pela mudança de pressão lateral (σ_x) de um lado do elemento para o outro (DIETER, 1988). Devido à essas observações, teve-se o cuidado de que todas as análises fossem realizadas bem ao centro da região deformada, conforme destacado na Figura 3.11(b), evitando as linhas de fluxo características do ensaio.

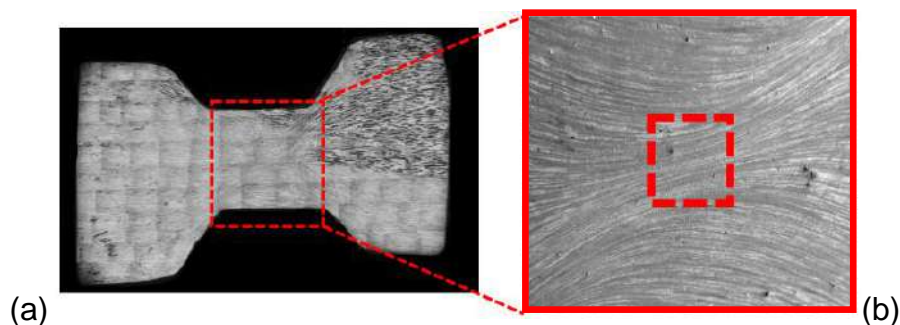


Figura 3.11 - (a) Macrografia do corpo de prova (b) Região onde foi realizada as análises MEV (BSE/EBSD) e DRX das amostras obtidas via compressão plana.

3.2.3.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Para verificar as fases presentes nas amostras que foram submetidas aos ensaios de dilatométrica e compressão plana, realizou-se ensaios de difração de raios X no Laboratório de Difração de Raios X do IME, em um difratômetro de Raios X, modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical (Figura 3.12(a)), com o *software* Data Colector – *Absolute Scan*. Para obtenção dos difratogramas de raios X foi utilizada a configuração foco-linha, tensão e corrente do equipamento de 40 kV e 40 mA,

respectivamente, além do filtro de ferro, tubo de cobalto ($\text{Co-K}\alpha$, radiação com $\lambda = 1,78901 \text{ \AA}$). Os parâmetros de medida para cada amostra foram na faixa angular de 40 a 110°, tamanho do passo de 0,02°, tempo por passo de 600 s.

As fichas cristalográficas utilizadas como referência para identificar os ângulos de difração (2θ) e assim os planos associados as estruturas cristalinas para cada fase foram:

- CCC ((110), (200) e (211) – ficha PDF: 01-085-1410);
- CFC ((111), (200) e (220) – ficha PDF: 00-052-0513);
- TCC ((110), (211) e (200) – ficha PDF: 00-044-1289);
- Carboneto k (AlFe_3C - (111), (200), (220) e (311) – ficha PDF: 03-065-0543) e
- Carboneto de Nióbio (NbC -(111), (200) e (220) – ficha PDF: 03-065-8784).

Nas amostras obtidas após o ensaio de compressão plana tomou-se o devido cuidado para que na análise de difração de raios X a varredura ocorresse somente na região central, onde aconteceu a deformação (destacada na Figura 3.11(a)). Para isso as extremidades das amostras foram cobertas com o auxílio de uma fita adesiva do tipo isolante, utilizada em instalações elétricas, em função dos melhores resultados em comparação a outros tipos de fitas adesivas, conforme Figura 3.12(b). Realizou-se testes sobre a fita isolante observando que a mesma não apresentou nenhum pico de difração ou característica, que fosse mascarar os resultados dos difratogramas relacionados a microestrutura do material em estudo. Essa análise das amostras provenientes da compressão plana foi conduzida apenas com enfoque qualitativo, em função de limitações como: pequena área irradiada pelo feixe de raios X (Figura 3.12(b)), características microestruturais do material de partida como recebido (grãos grosseiros) e a distribuição das fases ter influência das linhas de fluxo (Figura 3.11).

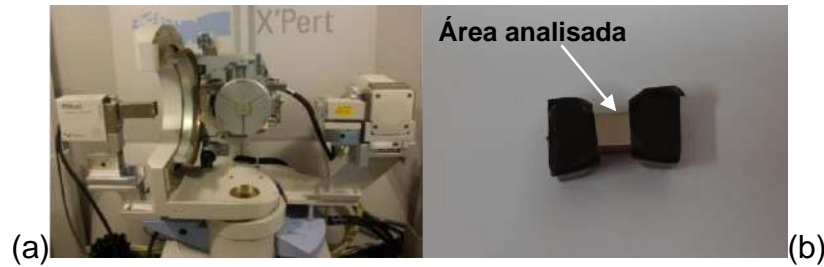


Figura 3.12 - (a) Difratorômetro de raios X modelo X'Pert PRO MRD da PANalytical; (b) Amostra obtida do ensaio de compressão plana preparada para análise de difração de raios X.

3.2.4 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA VIA MICRODUREZA

A fim de verificar o comportamento da propriedade mecânica de dureza após cada taxa de resfriamento aplicada ao ensaio de dilatometria, realizaram-se ensaios de microdureza Vickers nas amostras. Esses ensaios foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do IME, com o intuito de obter informações quanto as possíveis mudanças nessa propriedade mecânica, em função da microestrutura resultante, das taxas de resfriamento adotadas no ciclo térmico avaliado. Para esse ensaio a temperatura ambiente, utilizou-se um microdurômetro SHIMADZU, modelo HMV-G, de carga máxima de 500 gf, penetrador de diamante de base quadrada e tempo de permanência na carga máxima de 15 segundos. Foram coletadas 10 medidas de forma aleatória, respeitando a exigência de distanciamento das endentações, devido à superfície de análise ter dimensões de 5 mm x 5 mm, de modo a estimar valores médios das durezas Vickers e seus respectivos desvio-padrão, pela equação abaixo:

$$HV = \frac{1,8544 * F_{M\acute{a}x}}{L^2} \quad \text{Equação 3.12}$$

Onde:

$F_{m\acute{a}x}$ = Carga máxima (kgf);

L = Média das diagonais da impressão (mm);

HV = Dureza Vickers (HV, em N/mm² ou Kgf/mm²).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÕES NA CONDIÇÃO COMO RECEBIDA

Para dar início ao estudo dessa nova liga, pertencente a classe dos aços de baixa densidade, realizou-se a avaliação da densidade média onde obteve um valor de $7,06 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$, 10% a menos que a densidade dos aços estruturais típicos ($7,86 \text{ g/cm}^3$). O teor de 7%p. de Al adicionado a liga em estudo é possivelmente o responsável por essa redução no valor da densidade, visto que o Al apresenta menor peso atômico que o Fe (27u. e 56u., respectivamente), além da diferença na densidade (Al = $2,7 \text{ g/cm}^3$ e Fe = $7,87 \text{ g/cm}^3$) (BAUSCH *et al.*, 2013; CHEN *et al.*, 2017; FROMMEYER; DREWES; ENGL, 2000). RANA, LIU, RAY (2013) descreveram que em ligas com baixo teor de Mn e alto Al (solução sólida Fe-Al) podem ocorrer reduções de densidade de até 12,7% (vide Figura 1.2). Portanto, o valor obtido na presente Tese está coerente com os valores encontrados na literatura e permite indicar um potencial para aplicação dessa liga na indústria automotiva. Outros trabalhos encontrados na literatura também confirmam reduções na densidade, entretanto, com composições químicas distintas da liga em estudo. Sabe-se que em ligas que possuem, além da adição do Al, um teor significativo de Mn, tem-se uma contribuição desse elemento também para a redução da densidade (Figura 2.3). Contudo, a liga em estudo por ter baixo teor de Mn (0,77%p.) a redução da densidade tem maior influência do teor de Al (JIANG; XIE, 2019; KAAR *et al.*, 2018; LI *et al.*, 2016b; RANA; LIU; RAY, 2014; SOHN *et al.*, 2013; SOZAŃSKA-JĘDRASIK *et al.*, 2018, 2020).

Como a composição química em estudo é distinta das encontradas na literatura, primeiramente foi realizada uma análise de difração de raios X, para auxiliar a identificação das fases presentes. No difratograma apresentado na Figura 4.1 observa-se a presença de picos de difração referentes aos planos de uma estrutura CCC: (110), (200), (211) nos ângulos de difração de aproximadamente $51,9^\circ$, $76,6^\circ$ e $98,7^\circ$, respectivamente. Os picos indexados com essa estrutura CCC compreendem

a ferrita δ e α que são fases possíveis na liga em estudo, conforme indicado pela análise de *Thermo-Calc* (Figura 3.1 - seção 3.1). Entretanto, como a técnica de difração de raios X baseia-se na presença de uma rede cristalina ou na periodicidade do arranjo atômico não é possível diferenciá-las observando apenas os picos difratados, visto que essas fases possuem mesma estrutura cristalina com uma pequena diferença no parâmetro de rede (a) e por consequência seus picos difratam na mesma faixa angular à temperatura ambiente. Como a diferença entre essas ferritas está relacionada ao particionamento de elementos de liga e gradientes químicos, utilizando-se somente a técnica de difração de raios X, na configuração disponibilizada, não é possível fazer essa distinção (CHEN *et al.*, 2017; KRIZAN; STEINER; STAHL, 2018). Para diferenciar essas duas ferritas (α e δ), é necessário a aplicação da técnica de difração de raios X usando luz síncrotron com configurações particulares. BAÊTA JÚNIOR (2020) descreve que foi possível verificar através da difração de alta resolução com luz síncrotron, que existem diferenças entre os parâmetros de rede das ferritas α e δ , sendo que a ferrita δ apresenta maior parâmetro de rede.

O difratograma apresenta picos de difração referentes aos planos do carboneto k: (111), (200), (220), (311), respectivamente, nos ângulos de difração de aproximadamente 48,2°, 56,3°, 83,7° e 103°, que é uma fase presente nesse sistema da liga em estudo, conforme descrito na revisão bibliográfica. Diversos trabalhos desse sistema de liga identificaram picos de difração da fase CCC e do carboneto k, como apresentado na Figura 2.44, o difratograma obtido no trabalho de KHAPLE *et al.* (2020). Porém, estes trabalhos não descrevem quais fichas cristalográficas foram utilizadas (HAN *et al.*, 2011; KAAR *et al.*, 2018; LIU *et al.*, 2019b; MAPELLI *et al.*, 2020; SINHA *et al.*, 2020).

Também se observa nesse difratograma picos de baixa intensidade referentes aos planos do carboneto de nióbio: (111) e (200) nos ângulos de difração de aproximadamente 40,7° e 47,4°, respectivamente. Esses picos se fazem presentes devido à adição de Nb (0,3%p.), que juntamente com o carbono (0,45%p.) permitiu a formação de uma quantidade significativa de NbC, resultando na identificação de picos referentes a essa fase pela análise de difração de raios X. Esta identificação está coerente, visto que pela análise do *Thermo-Calc* esse carboneto se faz presente

desde a temperatura próximo a linha *liquidus* e atinge a fração máxima no resfriamento, sob condições de equilíbrio sem ação mecânica, a aproximadamente 780 °C.

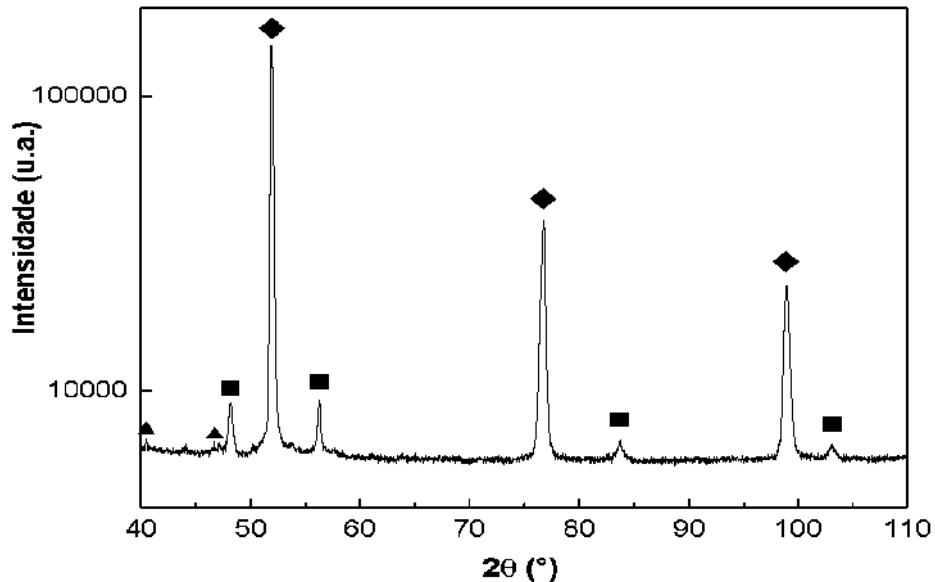


Figura 4.1 - Difratograma da amostra na condição de como recebida (▲ NbC (111), (200); ■ k (111), (200), (220) e (311); ◆ CCC (110), (200) e (211)), (radiação: Co- k_{α}).

Na Figura 4.2 são apresentadas as micrografias obtidas via MEV/SE para a condição como recebida. O material em estudo exibiu uma tendência à formação de bandas alinhadas no sentido da laminação prévia, evidenciada na micrografia em menor aumento (Figura 4.2(a)). A justificativa para tal morfologia está associada a evolução estrutural na solidificação da liga, acompanhada pelas transformações de fases no estado sólido, que se deram nos processos de forjamento a quente e posterior laminação prévia a quente de desbaste em escala semi-industrial. Ou seja, a solidificação inicia-se a partir da nucleação e crescimento da ferrita δ na forma de dendritas no líquido. Em seguida, a austenita é formada no líquido entre as células dendríticas por enriquecimento de C. Finalmente, tem-se um início da homogeneização composicional/microestrutural e o alongamento da estrutura fundida, pela primeira etapa de processamento termomecânico a quente. No caso presente, forjamento a quente seguido da laminação prévia a quente promovendo a estrutura em bandas, nas quais faixas de uma segunda fase (alto relevo) encontram-se alinhadas com a direção de laminação do esboço e estão distribuídas na matriz (baixo relevo). Essa microestrutura bandeada também foi observada por SHIN *et al.* (2010) em um aço Fe-3 a 4Mn-5,5 a 6,5Al-0,3 a 0,5C (Figura 2.23) e por

LIU *et al.* (2019) em um aço de baixa densidade duplex Fe-11Mn-10Al-0,9 (Figura 2.27), ambos após serem processados via laminação a quente. Outros trabalhos como os de BAUSCH *et al.*, (2013), FROMMEYER, BRÜX, (2006), CHEN *et al.* (2017) também descreveram estruturas de um aço Fe-Mn-Al-C após laminação a quente e observaram a formação das bandas de ferrita δ conforme a liga em estudo.

Na Figura 4.2(b,c,d) tem-se um maior detalhamento da microestrutura, onde infere-se, pela morfologia e características observadas de acordo com a literatura, que a liga em estudo é constituída possivelmente de uma matriz ferrítica (baixo relevo), e uma segunda fase (alto relevo) que corresponde a ferrita α , carbonetos k na forma lamelar e na forma globular, como pode ser observado nas Figura 4.2(c,d). Esse carboneto k também se faz presente nos contornos dos grãos, indicados por setas vermelhas na Figura 4.2(b), além da presença de NbC. Os precipitados de NbC possuem a mesma morfologia dos observados no trabalho de BAÊTA JÚNIOR (2020). E a formação desses precipitados também está de acordo com a simulação via *Thermo-Calc* que apresenta essa fase em toda faixa de temperatura avaliada. Portanto, as fases observadas na condição como recebida corroboram com as estruturas e fases encontradas na análise de difração de raios X (Figura 4.1), na qual a estrutura CCC corresponde as possíveis fases ferríticas (α e δ) e o carboneto k é observado na estrutura lamelar, conforme indicado na Figura 4.2.

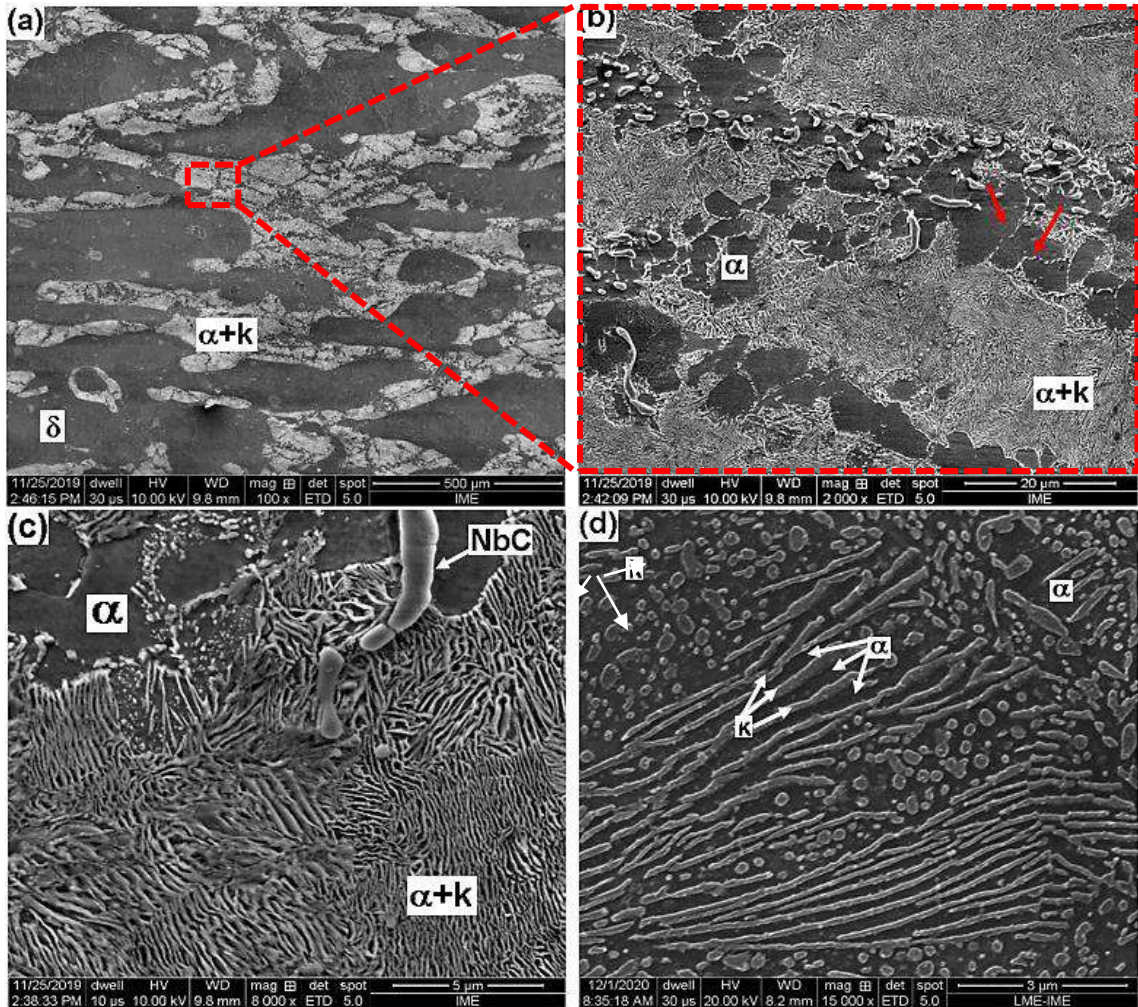


Figura 4.2 - Micrografias MEV/SE da amostra como recebida na seção do corte ao longo da espessura, na direção de laminação (DL), (a) 100x; (b) 2000x; (c) 8000x; (d) 15000x. Ataque: Nital (δ = Ferrita δ ; α = Ferrita α ; K = Carboneto K e NbC = carboneto de nióbio).

Como observado nas micrografias acima, tem-se, um indicativo pela morfologia resultante, que a composição química escolhida permitiu a estabilidade da ferrita δ (grandes regiões em baixo relevo, identificada como δ na Figura 4.2). Ao confrontar com os trabalhos na literatura, alguns pontos podem justificar essa suposição. Sabe-se que ferrita δ é formada em alta temperatura e estará presente até a temperatura ambiente, e a sua estabilidade tem forte relação com a composição química. Logo, a adição de Al na liga em estudo é provavelmente o principal responsável para a formação dessa extensa matriz ferrítica, visto que esse elemento estabiliza a ferrita e restringe o campo austenítico, conforme pode ser observado no diagrama dos efeitos do Al no sistema Fe-C (Figura 2.1(b) - Fe-7Al-C) (CHEN *et al.*, 2017; ZAMBRANO, 2018).

CHOI *et al.* (2012) sugerem que a presença dessa grande fração de ferrita δ , além da dependência da composição química da liga, pode ser atribuída à dificuldade de nucleação dos grãos de austenita, devido à estabilidade dessa fase, consumindo menos ferrita δ durante a reação peritética ($\delta+L\rightarrow\gamma$), permitindo assim a presença dessa fase até a temperatura ambiente em uma fração significativa.

Um ponto importante a se destacar para a presente Tese é a diferenciação entre as ferritas (δ e α), nestes aços que, em geral, é realizada por meio do acompanhamento da evolução dos grãos na microestrutura, desde a solidificação até a temperatura ambiente. Na microestrutura proveniente do material laminado a quente, a ferrita δ é caracterizada por grãos grandes e alongados. A ferrita α , por sua vez, se nucleia a partir da austenita nos contornos dos grãos ou participando de algum microconstituente. Essa distinção, pela morfologia, entre a ferrita δ e α foi utilizada ao longo de toda a seção 4 de resultados e discussão do presente estudo. A ferrita δ possui diferenças somente no particionamento dos elementos presentes na liga e gradientes químicos quando comparada com a ferrita α , pois possuem a mesma estrutura cristalina (CCC), conforme já discutido na análise de difração de raios X (CHEN *et al.*, 2017; KRIZAN; STEINER; STAHL, 2018). No caso da distribuição de Al nas fases (ferrita δ e α), JIANG, XIE (2019) observaram em uma liga Fe-0,4C-1,5Mn-4Al (%p.) pertencente aos aços de baixa densidade, que tanto a ferrita δ quanto a ferrita α apresentaram concentração de Al, porém essa concentração era maior na estrutura bandada correspondente a ferrita δ .

Quando se avalia a segunda fase (alto relevo) pela morfologia e características, supõe-se a formação da ferrita α em conjunto com o carboneto k com morfologia lamelar e globular (Figura 4.2). Essas fases são provenientes da decomposição eutetóide da austenita. MAPELLI *et al.* (2020) indicam que para desencadear a decomposição da austenita são necessárias uma força motriz e uma velocidade de reação suficientes para permitir a difusão. Isso pode ser garantido por uma combinação específica de composição química, entrada de energia térmica e estabilidade termodinâmica da fase em questão. O teor de Al e C na austenita tem um papel crucial no desencadeamento da formação do carboneto k intragranulares, principalmente durante o resfriamento rápido.

Como já discutido ao longo desse trabalho (seção 2.1), existem distintas transformações de fases que podem ocorrer no sistema Fe-Mn-Al-C. Assim, buscou-se na literatura justificativas para a obtenção dessas fases na liga em estudo. Ao correlacionar os resultados obtidos e a composição química da liga em estudo com trabalhos da literatura inferiu-se que a formação do carboneto k, em um aço com alto teor de Al, pode ocorrer através da decomposição eutetóide, decomposição espinodal, precipitação descontínua e mecanismo de transformação celular. Entretanto, somente com as análises realizadas não foi possível definir quais das transformações ocorreram ou foram mais significativas nessa condição.

A formação do carboneto k pode ocorrer por decomposição eutetóide, na qual a $\gamma \rightarrow \alpha + k$, geralmente ocorre em aços com baixo teor de Mn, ($Mn < 10\%p.$), como é o caso da liga em estudo ($Mn = 0,77\%p.$). O carboneto k tem maior tendência a ser formado quando o teor de Al se torna significativo, ou seja, sua formação depende da composição e das condições de processamento, podendo ser formado no interior e no contorno do grão. Segundo Palm e Inden (1995) a quantidade de Al que pode ser adicionada ao aço é limitada a 12%p. Em maiores adições de Al, há formação de fases intermetálicas frágeis, (Fe_3Al e $FeAl$), levando a uma perda de ductilidade. Portanto, o alto teor de Al adicionado à liga promoveu, através do particionamento, uma concentração suficiente desse elemento na austenita, que juntamente com a difusão do carbono possibilitou que a decomposição da austenita resultasse no carboneto k e ferrita α . Alguns autores indicam que devido à difusão do C no interior da austenita ser rápida, possivelmente a nucleação do carboneto k é controlada pela segregação deste elemento, permitindo o empobrecimento de regiões adjacentes para a formação da ferrita α associada a reação eutetóide (CHENG *et al.*, 2015; KIM; SUH; KIM, 2013; LU *et al.*, 2016; LU; ZHANG; QIN, 2015; MAPELLI *et al.*, 2020; SEOL *et al.*, 2013; SHIN *et al.*, 2010).

A forma globular do carboneto k, que aparenta ser vestígios em relação a quantidade significativa de carboneto k na forma de lamelas, se faz presente em regiões onde observam-se mudanças na direção do alinhamento das lamelas. Essa morfologia apresenta em aglomerados no interior e próximo à interface dos grãos, além de ser observada nos contornos de grãos da matriz ferrítica da liga em estudo (Figura 4.2(b,c,d)). Entretanto, segundo a literatura, o carboneto k com esta

morfologia, quando presente/distribuído ao longo do contorno dos grãos deve ser evitado, pois induz uma fragilidade podendo afetar a estabilidade estrutural do material, resistência e ductilidade, durante o trabalho a quente e a frio nessas ligas (CHENG *et al.*, 2014; HOWELL, 2009; KIMURA *et al.*, 2004; LU; ZHANG; QIN, 2015; SHIN *et al.*, 2010; SOHN *et al.*, 2013). MAPELLI *et al.* (2020) observaram que a decomposição espinodal, possivelmente, seja a responsável pela formação do carboneto k com morfologia globular. Outros trabalhos relatam que os carbonetos k são formados a partir de áreas enriquecidas em C, provavelmente via decomposição espinodal, mas não descrevem qual a morfologia obtida a partir dessa transformação (CHENG *et al.*, 2015; CHOO; KIM; YOON, 1997; RANA; LAHAYE; RAY, 2014; TSAY *et al.*, 2011; WANG *et al.*, 2007).

Quanto aos carbonetos k com morfologia lamelar, autores como BAUSCH *et al.* (2013), CHENG (2014) e MAPELLI *et al.* (2020) sugerem que são produtos de precipitação descontínua, onde as lamelas crescem de forma cooperativa decorrente do particionamento dos átomos de soluto (Figura 2.9) (AARONSON; PANDE, 1998) e/ou através de mecanismos de transformação celular. Essa transformação celular ocorre como uma reação eutetóide, pois envolvem a substituição de uma fase de alta temperatura por uma mistura de novas fases de baixa temperatura (Figura 2.10). Essa estrutura lamelar, geralmente, começa a se desenvolver a partir do contorno de grão e avançam no sentido da matriz austenítica gerando colônias (Figura 2.9 e Figura 2.11). O mesmo comportamento de formação a partir do contorno dos grãos também foi observado na liga em estudo (Figura 4.2).

Além do carboneto k (alto relevo), tem-se a ferrita α que está nas regiões de baixo relevo entre as lamelas (Figura 4.2). Os trabalhos de SEOL *et al.* (2013) e CHENG (2014) confirmam, através de MET, que essa região corresponde a ferrita α . SEOL *et al.* (2013) a partir de análises via MET, em campo claro, de uma liga Fe-3,0Mn-5,5Al-0,3C na condição de recozida a 600°C, observa que as lamelas correspondem a ferrita α (coloração clara) e carboneto k (coloração escura) (Figura 2.16). Os autores também indicam que o particionamento dos átomos de Al na austenita juntamente com a difusão do C são fatores significativos para a nucleação do carboneto k semelhante a agulha. CHENG (2014), também a partir de análises via MET, confirma que em uma liga Fe-13,5Mn-6,3Al-0,78C, apresenta na estrutura

lamelar ferrita α (campo claro), carboneto k (destacado como k), além do carboneto $M_{23}C_6$ (destacado como C) (Figura 2.11) .

Devido à adição de Nb na liga em estudo verificou-se a presença de precipitados alinhados que possivelmente sejam carbonetos de nióbio (NbC). Em algumas regiões, esses carbonetos se apresentam de forma grosseira, conforme destacado na Figura 4.2(c). Devido à concentração desse elemento estar acima dos valores considerados para uma microadição (0,001-0,1%), além da formação dos precipitados em frações e dimensões significativamente superior, esse elemento sempre estará presente em solução sólida. Assim, o Nb, em solução sólida, pode ter contribuído para a formação da matriz ferrítica, visto que também é considerado um elemento alfacênico (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2017). A concentração de 0,3%p. de Nb, deve ser cuidadosamente avaliada, devido à geração de precipitados grosseiros, com base na sequência de processamento que envolvem a solubilização no aquecimento e precipitação no resfriamento, verificando o que essa concentração favoreceu nas propriedades mecânicas e no tamanho dos grãos da liga em estudo.

Na Figura 4.3 são apresentadas micrografias obtidas através da análise no MEV (SE/BSE). A partir, da micrografia de BSE (Figura 4.3(b)) observa-se o contraste em função do número atômico, o ponto brilhante provavelmente seja o NbC, pois a alta concentração de Nb, elemento de maior número atômico adicionado a liga em estudo, promove esse contraste. Já na matriz e na região lamelar não se observa diferença de contraste. BAËTA JÚNIOR (2020) confirmou via análise de EDS/MEV, para amostras com a mesma composição da liga em estudo, que os precipitados com essas características morfológicas possuíam um alto teor de Nb, ou seja, são prováveis NbC. A presença dessa fase também é confirmada pela análise de difração de raios X (Figura 4.1), além de ser observada no diagrama em equilíbrio da liga em estudo (Figura 3.1).

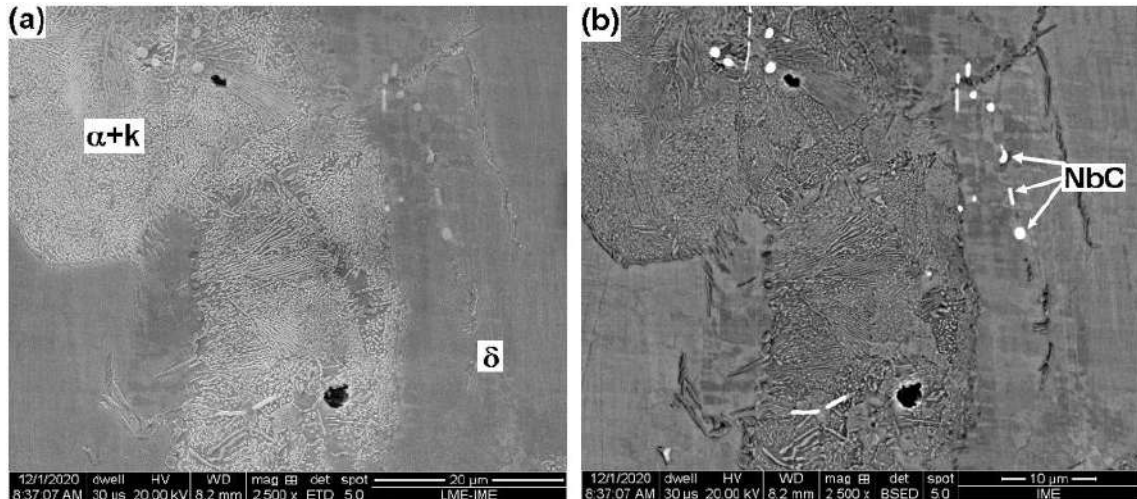


Figura 4.3 - Micrografias MEV(SE/BSE) da amostra como recebida, (a)SE; (b) BSE; 2500x. Ataque: Nital (δ = Ferrita δ ; α = Ferrita α ; K = Carboneto K; NbC = carboneto de nióbio).

Outros trabalhos desse sistema de ligas Fe-Mn-Al-C com adição de Nb também descreveram a presença do carboneto de nióbio, como de BALIGIDAD (2004), KWON (2018), ZARGARAN (2014) e SOZAŃSKA-JĘDRASIK (2020). No trabalho de KHAPLE *et al.* (2020) ao avaliarem uma liga Fe-0,35C-7Al (%p.) com distintas adições de Nb (0,2; 0,4; 0,7 e 1 (%p.)), observaram que o incremento do teor de Nb promoveu um aumento na fração de NbC (Figura 2.42). Além disso, os autores ressaltaram que não havia presença de Nb em conjunto com o carboneto k. À medida que o teor de Nb aumenta, ocorre mais consumo de carbono para a formação do NbC, e isso pode promover um empobrecimento de carbono dissolvido. Como a precipitação do carboneto k requer C e Al dissolvido na austenita, esse empobrecimento de C, pode prejudicar a formação dos carbonetos com Fe e Al (HECHT; WEBLER; PICARD, 2018; KHAPLE *et al.*, 2020; KWON *et al.*, 2018; RAY, 2017; SPEER *et al.*, 2016).

BALIGIDAD (2004), em seu trabalho com ligas na condição laminada a quente (Fe-10,5Al-0,7C e Fe-10,5Al-0,9C) também observou a presença de NbC. A adição de 0,5 e 0,8% de Nb às ligas, resultaram na precipitação de uma fração de volume muito pequena de precipitados desse carboneto na matriz de Fe-Al. O aumento no teor de Nb de 0,8 para 2% resultou na formação de precipitados de carboneto de nióbio na forma cuboidal, além de uma pequena fração de NbC refinada. Em todas as condições o autor observou a presença de carboneto k e mesmo com alta adição de Nb esse elemento não estava presente na estrutura do carboneto K.

De acordo com as análises de difração de raios X e microscopia, a composição química escolhida, com alto teor de Al e adição de Nb, promoveu uma microestrutura composta de ferrita δ e α , carboneto k e NbC. Esses resultados corroboram com os encontrados na literatura de aços de baixa densidade do sistema Fe-Mn-Al-C com composições semelhantes (CHEN; LI; YI, 2020a; CHENG, 2014; KAAR *et al.*, 2018; KHAPLE *et al.*, 2020; LEE *et al.*, 2013; RANA; LAHAYE; RAY, 2014; SEOL, 2018).

Um ponto importante para se destacar nesse sistema de liga é quanto à definição do carboneto k. Na literatura ainda não se tem uma definição concreta de fórmula química e estrutura cristalina que esse carboneto pode se apresentar, devido às variações que puderam ser avaliadas de acordo com a composição química e processamento (Figura 2.13), como foi descrito na seção 2.1.2. Com apenas as análises realizadas nesse trabalho não é possível descrever de forma precisa as características quanto a estrutura cristalina e posições dos átomos de cada elemento presente no carboneto k da liga em estudo. As hipóteses em relação ao carboneto k são fundamentadas em comparações morfológicas dos resultados apresentados (micrografias e difratogramas) com trabalhos encontrados na literatura, que utilizam outras técnicas, como MET, e maiores aprofundamento no entendimento dessa fase (CHEN; LI; YI, 2020; CHEN *et al.*, 2017; CHENG *et al.*, 2014; CONNÉTABLE; MAUGIS, 2008; KIMURA *et al.*, 2004; LU *et al.*, 2016; MOMMA; IZUMI, 2008; RANA; LAHAYE; RAY, 2014; SATO; TAGAWA; INOUE, 1988; SEOL *et al.*, 2013; SEOL, 2018; ZAMBRANO, 2018)

Na Figura 4.4, são apresentados os resultados obtidos da análise de MEV via detectores de difração de elétrons retroespalhados (*Electron backscatter diffraction – EBSD*). Com base nos resultados apresentados e discutidos na Figura 4.2, pode-se constatar que a região de baixo relevo da matriz (indicada como ferrita δ), juntamente com a região de baixo relevo das lamelas (indicada como ferrita α) da análise no MEV/SE foi identificada por uma única ficha cristalográfica, destacada em amarelo no mapa de fase da análise de EBSD/MEV, apresentado na Figura 4.4(b). A região em amarelo corresponde a ficha cristalográfica de uma estrutura cúbica, com átomos de Al no vértice e um átomo de Fe no centro da célula, particularmente um retículo CCC de Fe-Al, com parâmetro de rede (a_0) de aproximadamente 2,889 Å. Esse resultado corrobora com a questão de que a ferrita α e δ possuem as mesmas características,

não sendo possível diferenciá-las, conforme já foi descrito na análise de difração de raios X. Visto que, a análise de EBSD/MEV também indexa em função do parâmetro de rede do material em estudo.

Foi indexado também no mapa de fase dessa condição uma região com coloração azul, nos contornos dos grão, conforme destacado com um retângulo preto nas Figura 4.4(a,b,c) e em meio a região com estrutura lamelar. Essa fase foi indexada com uma ficha cristalográfica de uma estrutura CFC, com parâmetro de rede (a_0) de aproximadamente 3,66 Å. A princípio, poderia ser austenita retida pelas características da fase (estrutura e morfologia), entretanto não foram observados picos da fase (CFC) no difratograma (Figura 4.1). Supõe-se que a fração volumétrica dessa fase esteja abaixo do limite de detecção da técnica de difração de raios X, sendo somente observada via EBSD/MEV que possui uma maior precisão entre as técnicas adotadas no presente trabalho. Contudo, não se tem uma conclusão, apenas indicativos em relação a essa região com as técnicas utilizadas.

Nos resultados do mapa de imagem de orientação cristalográfica referente a fase ferrita (Figura 4.4(c)), verifica-se uma nuance de coloração associada a distintas orientações no interior de um mesmo grão associado, possivelmente, a ferrita δ (grãos maiores e alongados) o que pode destacar a presença de tensões residuais fruto de artefato de preparação do lixamento/polimento, em função da diferença significativa de dureza entre a ferrita livre e o microconstituente lamelar. Já na região com morfologia lamelar, destacada com um retângulo tracejado branco na Figura 4.4(a,c), nota-se uma distribuição aleatória nas orientações, possivelmente relacionado aos grãos de austenita que deram origem aos grãos de ferrita α eutetóide que se forma concomitante a precipitação do carboneto k em lamelas a partir da austenita.

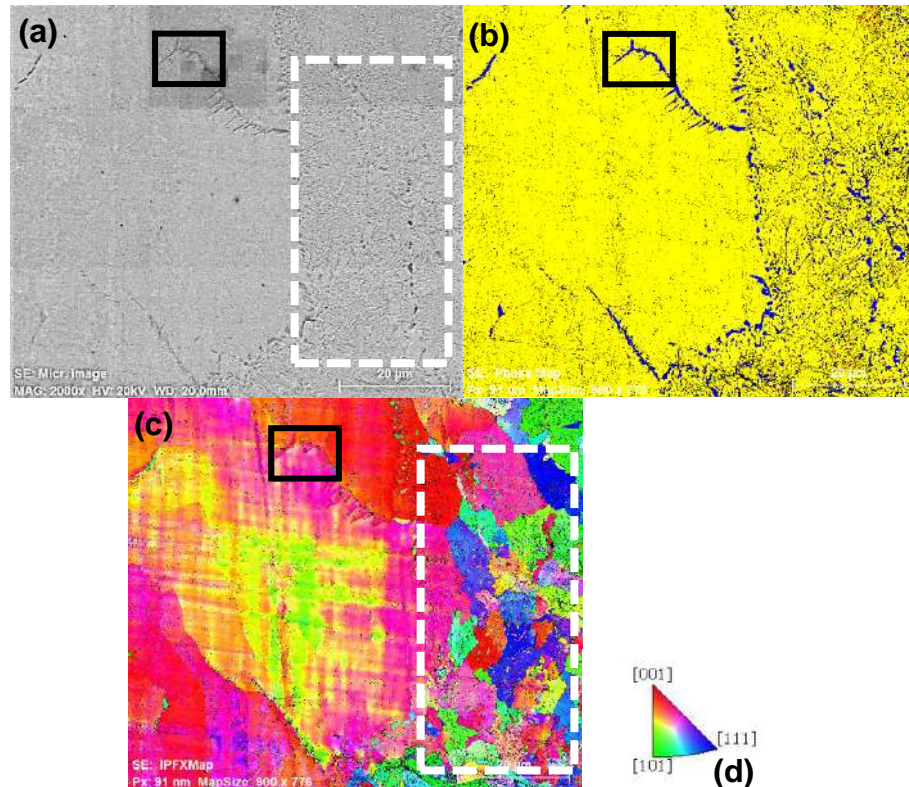


Figura 4.4 - Análise de EBSD/MEV em campo selecionado da microestrutura da amostra como recebida: (a) Micrografia (b) Mapa de qualidade; (c) Mapa de imagem de orientação cristalográfica (MIO) da ferrita e (d) figura de polo inversa de referência de cores.

Trabalhos como o de KAAR *et al.* (2018) (Figura 2.5) e KALANTARI *et al.* (2019) (Figura 2.39) que realizaram análises de EBSD/MEV em aços de baixa densidade em distintas condições de processamento também identificaram as fases ferrita δ e α , porém não descrevem nenhum parâmetro das fichas cristalográficas utilizadas.

Existem trabalhos na literatura deste sistema de ligas de baixa densidade que apresentam a formação de cementita, porém, esse composto não foi observado nas análises realizadas na amostra como recebida da presente tese. As ligas descritas na literatura que possibilitaram a formação da cementita apresentam alto teor de C e baixo teor de Al. Assim, a quantidade de Al pode ter grande influência em suprimir a formação da cementita, promovendo a precipitação do carboneto k e com isso a redução na atividade e difusividade de C na austenita (KAAR *et al.*, 2018; KIM; SUH; KIM, 2013; MOLA *et al.*, 2018; RANA; LIU; RAY, 2014; WANG *et al.*, 2016). KAAR *et al.* (2018) observaram em amostras na condição laminada a quente que a composição química, especialmente o teor de Al, tem influência significativa na evolução microestrutural. Nos aços avaliados, por esses autores, com maior teor de

Al (Fe-0,4C-1,5Mn-5,2Al e Fe-0,4C-2,5Mn-5,2Al) a fração do constituinte cementita foi menor que 0,3(%p.) e com maior fração de carboneto k 9,9(%p.) e 8,5(%p.), respectivamente, na matriz ferrítica. Já quando reduziu o teor de Al (Fe-0,4C-1,1Mn-2,8Al e Fe-0,4C-1,6Mn-3,3Al) a fração de cementita foi de 5,4(%p.) e 5,7(%p.), respectivamente, enquanto a fração e carboneto k foi menor que 0,1(%p) (Figura 2.4).

Portanto, a condição como recebida dessa nova composição, é constituída pela presença de grãos grosseiros de ferrita δ (matriz ferrítica) e uma segunda fase proveniente da decomposição da austenita que compreende ferrita α e carboneto k, além do carboneto de nióbio. Isto indica, pela classificação dos aços de baixa densidade de acordo com a microestrutura em alta temperatura e em função da composição química, que a liga em estudo pertence ao grupo dos aços ferríticos-austeníticos com topologia duplex de matriz majoritariamente ferrítica (Figura 2.7) do sistema Fe-Mn-Al-C. Para verificar esse indicativo, foi realizado a quantificação de fase onde obteve uma fração de ferrita igual a $66,5 \pm 1,9\%$, confirmando a fase ferrítica como maioria na liga em estudo. O teor de Al adicionado pode ser o grande responsável pela formação dessa matriz ferrítica caracterizando a liga nesse grupo, visto que o Al é um forte estabilizador dessa fase (BAUSCH *et al.*, 2013; CHEN *et al.*, 2017; CHOI; SUH; BHADSHIA, 2012; FROMMEYER; BRÜX, 2006; GUTIERREZ-URRUTIA; RAABE, 2014; HERRMANN; INDEN; SAUTHOFF, 2003; KIM; SUH; KIM, 2013; SOHN *et al.*, 2013; SOZAŃSKA-JĘDRASIK *et al.*, 2020; ZUAZO *et al.*, 2014).

4.2 ANÁLISES DO ENSAIO DE DILATOMETRIA

O ensaio de dilatometria permite, pela variação da dilatação do material, inferir as transformações que irão acontecer durante o aquecimento e resfriamento nas distintas taxas, conforme o ciclo térmico aplicado (Figura 3.7). Devido às distintas etapas avaliadas essa seção encontra-se subdividida em três partes. A primeira parte, destinada ao perfil de aquecimento, a segunda parte sobre as análises microestruturais das amostras obtidas a partir das distintas taxas de resfriamento. A terceira parte, que consagra as análises do perfil da curva de resfriamento e a curva

de resfriamento contínuo obtida para o material em estudo, em função das transformações de fases detectadas.

4.2.1 PERFIL DE AQUECIMENTO

Ao avaliar o perfil da curva de aquecimento da liga em estudo observa-se uma primeira inflexão na temperatura de aproximadamente 790 °C, indicada na Figura 4.5(a) como Ac_1 , que é a temperatura de reversão da transformação eutetóide. Essa reversão necessita de uma faixa de temperatura para ocorrer. Porém, não se observa com o progresso do aquecimento uma segunda inflexão que define a Ac_3 , está sendo a temperatura final da reversão da transformação eutetóide, a partir da qual o material se torna monofásico (γ) para um aço comum.

Ao confrontar esse resultado com a literatura observa-se que a liga em estudo apresentou um comportamento distinto dos aços clássicos. Na Figura 4.5(b) é apresentado o perfil característico da curva de aquecimento para aços clássicos, onde a temperatura Ac_1 corresponde ao início da decomposição da cementita (Fe_3C ou outro carboneto) e formação da austenita pelo enriquecimento de C na ferrita α , proveniente do microconstituente lamelar. Com o incremento da temperatura ocorre toda a decomposição dessa segunda fase (ferrita α + Fe_3C), resultando em um campo monofásico de austenita, acima da temperatura Ac_3 . Sendo assim, o perfil da curva de aquecimento (Figura 4.5(a)) por não conter a segunda inflexão, referente a temperatura Ac_3 (temperatura final da decomposição eutetóide), indica que a presente liga não possui um campo monofásico, ou seja, mesmo em temperatura elevadas (acima de 1200 °C) coexistirá duas fases ($\delta+\gamma$).

Esse resultado vai ao encontro do resultado obtido por BAÊTA JÚNIOR (2020) na simulação computacional via *Thermo-Calc* (Figura 4.5(c)). Nesta simulação, a composição química escolhida promove um campo bifásico, entre ferrita δ e austenita em altas temperaturas. Pelo diagrama de equilíbrio, na temperatura acima de aproximadamente 1040 °C até próximo a temperatura de 1350 °C, tem-se a coexistência dessas fases ($\delta+\gamma$), sendo que o máximo de austenita ocorre por volta de 1200 °C. O teor de Al, adicionado a liga em estudo, pode ser o principal responsável pelo deslocamento do campo monofásico da austenita para maiores teores de C. Do

mesmo modo, que este elemento colabora para a extensão do campo de estabilidade da ferrita δ até baixa temperatura. Esse campo pode ocorrer de forma monofásica (δ) para reduzidos teores de C, e forma bifásica ($\delta+\gamma$) para os teores intermediários. Esse fato pode ser elucidado no diagrama apresentado por CHEN *et al.* (2017) (Figura 2.1/Figura 4.5(d)), que descreve uma liga Fe-7Al-C (com o mesmo teor Al da liga em estudo). Ao correlacionar a porcentagem de carbono adicionada na presente liga (0,45C%p.) com esse diagrama, observa-se que o resfriamento não permite a passagem no campo monofásico da austenita, conforme destacado na linha tracejada da Figura 4.5(d) para uma liga Fe-Al-C (CHEN *et al.*, 2017; KRIZAN; STEINEDER; STAHL, 2018; RANA; LAHAYE; RAY, 2014).

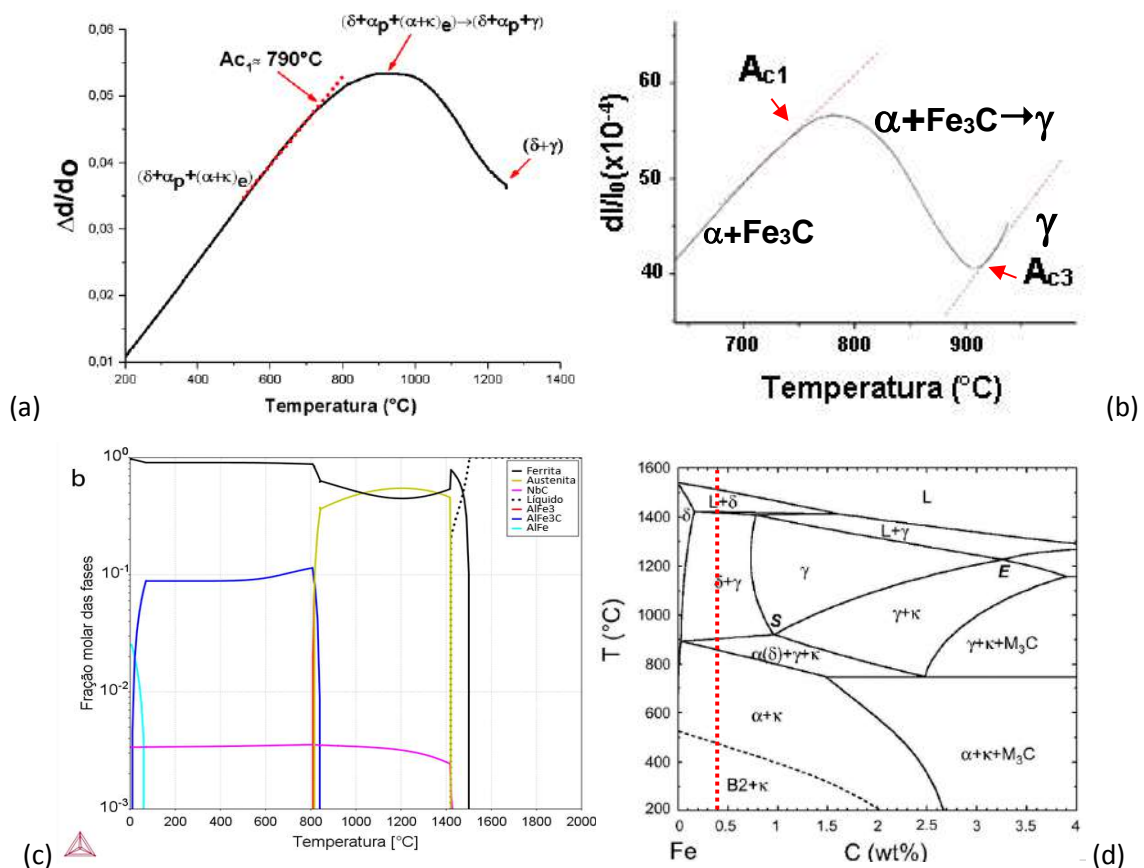


Figura 4.5 - (a) Perfil da curva dilatométrica durante o aquecimento da liga em estudo; (b) Perfil dilatométrico no aquecimento de aços clássicos que apresentam campo monofásico em alta temperatura; (c) Diagrama das variações das frações molares, no equilíbrio, da liga em estudo via simulação no *Thermo-Calc* (BAËTA JÚNIOR, 2020) e (d) Diagrama de fase para uma liga Fe-7Al-C (Adaptado de CHEN *et al.*, 2017).

Ao correlacionar a temperatura A_{c1} de 790°C obtida pela curva de aquecimento com a simulação realizada por BAËTA JÚNIOR (2020) (Figura 3.1) observa-se, pelas previsões, que na faixa de temperatura, próximo a 800°C , acontece a dissolução do

composto lamelar formado de carboneto k e ferrita α em austenita. Nesta faixa de temperatura tem-se também o início da transformação da ferrita α pró-eutetóide em austenita, o que promove um decréscimo na fração de ferrita e um incremento na fração de austenita. Portanto, ocorrem processos concomitantes que são possivelmente responsáveis pela presença de um patamar entre as temperaturas de, aproximadamente, 900 e 950 °C no perfil de aquecimento da liga em estudo (Figura 4.5(a)). Esse comportamento diferenciado em relação aos aços clássicos é complexo, pois envolve a contribuição de um misto de fases, conforme foi destacado na Figura 4.5(a). Além disso, não foram encontrados na literatura trabalhos que apresentassem essa mesma característica. Nessa região, provavelmente, ocorrem fenômenos concorrentes, que anulam a variação do diâmetro. Seguindo com o aquecimento, o fenômeno de expansão é inibido por uma contração significativa no diâmetro do corpo de prova. Para suportar esses indicativos, foram encontrados trabalhos na literatura que, com base na variação do volume da célula unitária, descrevem fenômenos de expansão e contração da rede cristalina durante aquecimento. Por exemplo, LU, ZHANG e QIN (2015), que a partir de análises da variação de distância interplanar da austenita e ferrita, observaram que durante o aquecimento contínuo, isto é, durante a dissolução dos carbonetos k , a absorção dos átomos de alumínio nessas fases promove uma expansão na rede cristalina. Isto ocorre, devido ao fato do Al possuir maior diâmetro atômico que o Fe (Figura 2.2). No trabalho de SOHN *et al.* (2013) que avaliou as temperaturas de transformações de fases durante aquecimento e resfriamento via dilatômetro Bähr 805A de um aço Fe-0,35C-3,5Mn-5,8Al. Os autores descrevem que a transformação da ferrita α , em função de se enriquecer com o C e Al da dissolução do carboneto k em austenita induz uma contração no volume da célula unitária, devido à transformação de uma estrutura CCC para a CFC que é mais compacta. SOHN *et al.* (2013) relataram que o ponto onde ocorreu o desvio de linearidade referente a temperatura de início da dissolução do carboneto k é de 760 °C, esses autores utilizaram uma taxa de aquecimento de 3 °C/s.

O apêndice A desta tese apresenta as curvas dilatométricas para todas as amostras que foram aquecidas até 1250 °C com taxa de aquecimento controlada (1 °C/s) para aplicação de distintas taxas de resfriamento após 300 s de permanência na temperatura máxima. O perfil da curva de aquecimento comportou-se de forma

semelhante ao apresentado na Figura 4.5(a). As pequenas variações observadas no perfil da curva podem estar relacionadas a fração volumétrica de cada fase, na região em que ocorreu a medida da variação do diâmetro durante o ensaio de dilatométrica para cada corpo de prova.

Portanto, infere-se que na liga em estudo durante o aquecimento contínuo e controlado via dilatométrica na Gleeble até 1250 °C, ocorre o início da decomposição do constituinte eutetóide ($\alpha+k$)_e, juntamente com a transformação da ferrita α pró-eutetóide (α_p) em detrimento a formação da austenita, a aproximadamente 790 °C. Em todo ciclo térmico a ferrita δ é estável confirmando que esse material não se transforma totalmente em austenita nos campos usuais de deformação a quente, coexistindo austenita e ferrita δ mesmo em alta temperatura. Esse campo bifásico contendo ferrita δ e austenita também foi observado nos trabalhos de SHIN *et al.* (2010), MOZUMBER *et al.* (2018) (Figura 2.32), XU, WU, CHEN (2018) e KHAPLE *et al.* (2020) que realizaram estudos em ligas com composições semelhantes e corrobora com os resultados do *Thermo-Calc* de (BAÊTA JÚNIOR, 2020) (Figura 3.1).

4.2.2 ANÁLISE MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS OBTIDAS EM DISTINTAS TAXAS DE RESFRIAMENTO

Na Figura 4.6 são apresentadas as microestruturas obtidas para todas as taxas de resfriamento avaliadas, via microscopia óptica com aumento de 100x. De forma geral, observa-se nas microestruturas resultantes das taxas aplicadas um aspecto bandeado das fases, em função da laminação prévia aplicada ao material, além de uma segunda fase distribuída de forma grosseira. Esse bandejamento é característico de material laminado a quente e tem uma maior dificuldade para ser eliminado em materiais com altos teores de elementos de liga e que possuem a presença de austenita e ferrita em alta temperatura. Pois a ferrita não se transforma limitando a austenita a continuar com aspecto bandeado. Essas características também foram observadas na condição de como recebida (Figura 4.2). Todas as amostras apresentaram uma matriz clara de baixo relevo (Figura 4.6), quando observadas em campo claro no microscópio óptico, sendo possivelmente a ferrita δ , conforme já

indicado pela morfologia na condição como recebida (Figura 4.2(a)). Nas taxas de 1 e 3 °C/s (Figura 4.6(a,b)), a segunda fase apresenta-se escura, em alto relevo e algumas regiões com um aspecto fragmentado, quando observadas em campo claro no microscópio óptico. Entretanto, com o incremento da taxa de resfriamento para as condições igual ou superior a 5 °C/s (Figura 4.6(c-i)), essa segunda fase (alto relevo) assume um aspecto mais claro com características lenticulares no interior dos grãos. Além disso, não apresentaram uma fragmentação significativa, conforme observado nas taxas de resfriamento menores (1 e 3 °C/s). Essa variação da segunda fase fica evidente no incremento da taxa de resfriamento de 3 °C/s para 5 °C/s (Figura 4.6(b,c)).

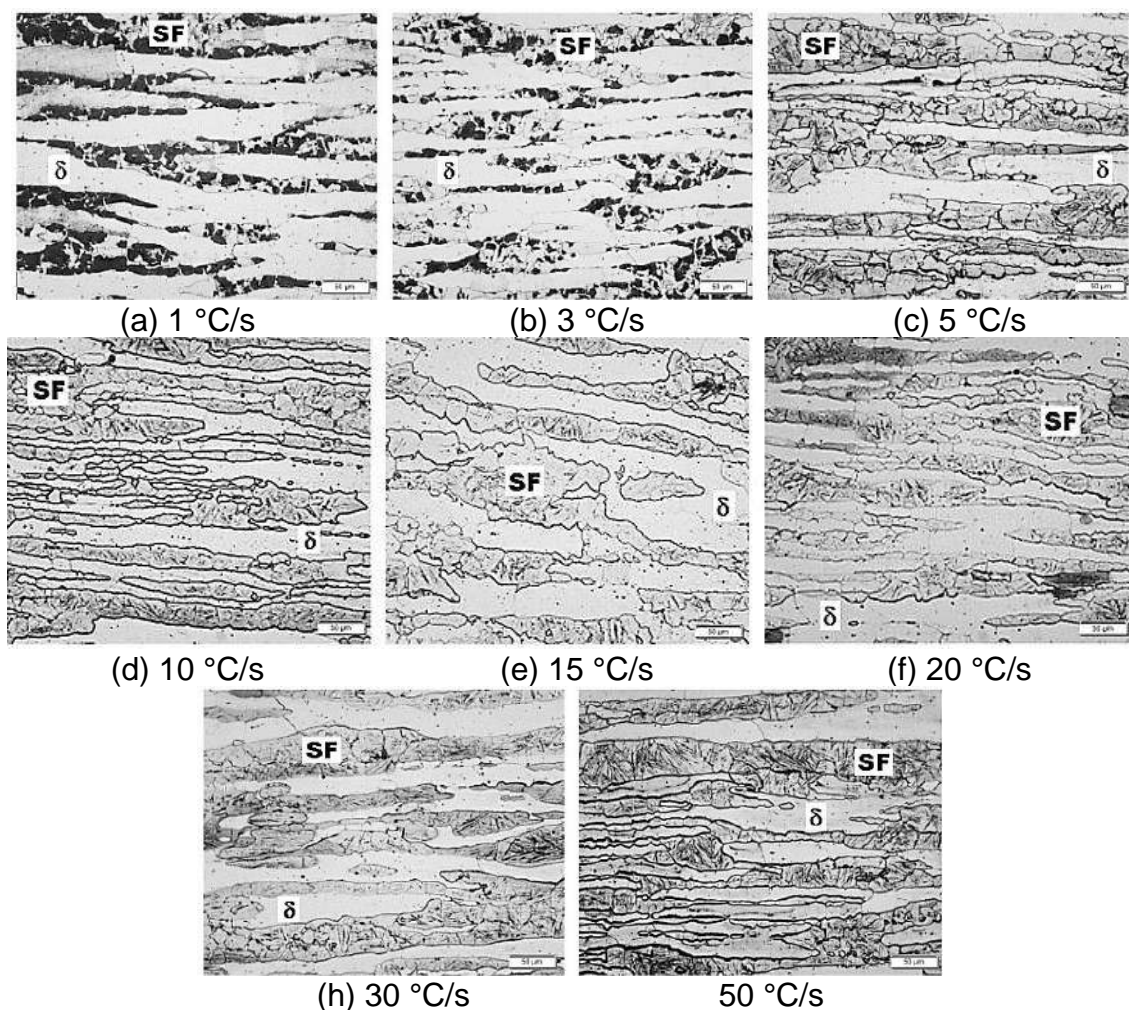


Figura 4.6 - Micrografias (MO) das amostras obtidas nas distintas taxas de resfriamento aplicadas no ensaio de dilatométrica via Gleeble. Ataque: Nital, (aumento de 100x), (δ = matriz ferrítica, SF = segunda fase).

A partir das análises de microscopia óptica fez-se a quantificação de fase nas duas primeiras taxas de resfriamento, 1 e 3 °C/s. Essa quantificação foi realizada nessas taxas pois era possível distinguir as fases com coloração escura e clara (alto

e baixo relevo, respectivamente), em função da sua coloração sólida e não em nuance de tons de cinza como se faz nas taxas de resfriamento superiores. Com os resultados obtidos, nota-se que essa pequena variação na taxa de resfriamento não promoveu mudança significativa na formação da segunda fase, para a qual foi verificada uma fração de $24,7\pm 7\%$ e $22,2\pm 6\%$, para as taxas de resfriamento de 1 e 3 °C/s, respectivamente. Os valores são semelhantes e quando se compara a dispersão desses valores para cada campo, pela variação da média e amplitude do desvio padrão, fica evidente que não ocorreu variação na fração volumétrica das fases. Não foi possível realizar análises de quantificação de fase com baixo erro significativo nas taxas acima de 5 °C/s devido à dificuldade de distinguir a coloração clara e escura, entre os distintos tons de cinza apresentados, pelo *software* de análises de imagens utilizado. Entretanto, é notório do ponto de vista qualitativo e comparativo visual que há uma tendência ao incremento da fase com morfologia lenticular com o aumento da taxa de resfriamento aplicada (Figura 4.6(c-i)).

De acordo com as características da morfologia observada nas distintas microestruturas, de maneira geral via microscopia óptica, tem-se um aspecto para as taxas de 1 e 3 °C/s e outro para as taxas igual e superior a 5 °C/s. Devido à essa similaridade dos aspectos de transição das fases essa subseção foi dividida em duas partes uma em função das taxas de 1 e 3 °C/s e outra para as taxas de 5, 10, 15, 20, 30 e 50 °C/s, nas quais são abordados aspectos sobre as possíveis fases presentes identificadas por análises de difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura (MEV/SE).

4.2.2.1 TAXAS DE RESFRIAMENTO DE 1 E 3 °C/s.

Na Figura 4.7 são apresentados os difratogramas das amostras que foram submetidas ao ciclo térmico no ensaio de dilatométrica com taxa de resfriamento de 1 e 3 °C/s. As duas taxas de resfriamento revelam nos seus difratogramas picos de difração referentes aos planos do carboneto k: (111), (200), (220), nos ângulos de difração de aproximadamente 48,2°, 56,3°, 83,7°, respectivamente. Também apresentam os picos de difração referentes aos planos da ferrita (CCC): (110), (200), (211) nos ângulos de difração de 51,9°, 76,6° e 98,7°, respectivamente. Os picos de

difração indicados como ferrita compreendem as distintas ferritas presentes nessa liga, conforme discutido e descrito na curva de aquecimento da liga em estudo e nos difratogramas da amostra na condição como recebida (Figura 4.1) (CHEN *et al.*, 2017; KRIZAN; STEINER; STAHL, 2018). Além disso, observa-se picos de difração referentes aos planos da austenita (CFC): (111), (200), (220), nos ângulos de difração de aproximadamente 50,1°, 58,5°, 87,4°, respectivamente (Figura 4.7), o que indica que essas taxas não permitiram total decomposição da austenita. Pela análise via *Thermo-Calc*, dessa composição química em equilíbrio, essa fase é totalmente consumida até a temperatura de aproximadamente 800 °C. Outros trabalhos encontrados na literatura observaram picos das mesmas fases (CFC, CCC e carboneto k) (FROMMEYER; BRÜX, 2006; KHAPLE *et al.*, 2020; LIU *et al.*, 2019c; SINHA *et al.*, 2020; ZHOU *et al.*, 2019).

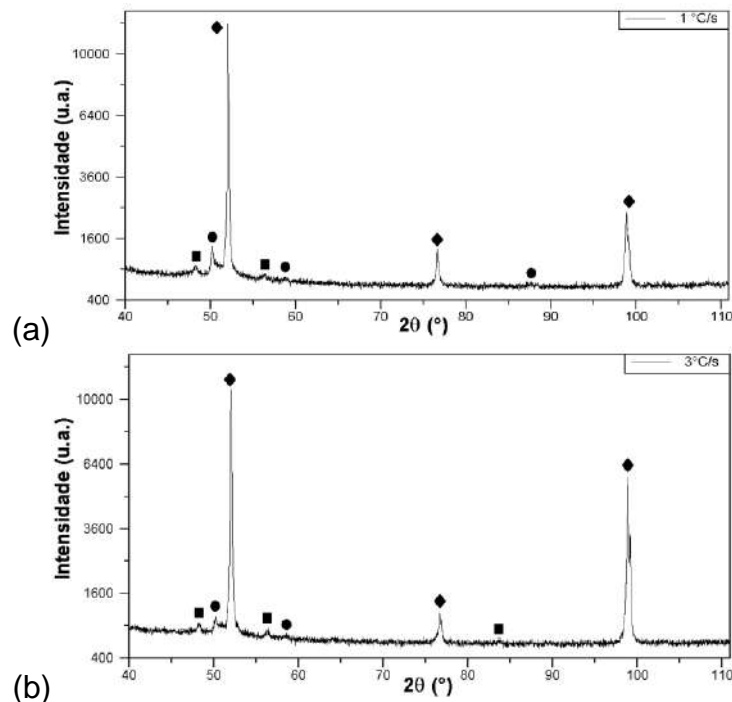


Figura 4.7 – Difratogramas das amostras obtidas após ensaio de Dilatometria: (a) 1 °C/s; (b) 3 °C/s (■ k (111), (200), (220); ● CFC (111), (200), (220); ◆ CCC (110), (200), (211)), (radiação: Co- k_{α}).

Com o intuito de conferir as hipóteses levantadas em função das análises de difração de raios X, foram realizadas análises com auxílio do MEV/SE para verificar a partir da morfologia e demais aspectos microestruturais as fases presentes nessas condições de resfriamento.

Na Figura 4.8 são apresentadas as micrografias via MEV/SE referentes a taxa de 1 °C/s (Figura 4.8(a,b,c)) e a taxa de 3 °C/s (Figura 4.8(e,f,d)). De maneira geral, as amostras, das taxas avaliadas, apresentam uma microestrutura composta por uma matriz em baixo relevo e uma segunda fase com regiões lamelares e regiões lisas em alto relevo. A matriz, a partir de observações na literatura e pela morfologia infere-se ser a ferrita δ formada em alta temperatura, conforme já discutido na seção 4.1. Isso também foi verificado nos trabalhos de KAAR *et al.* (2018) (Figura 2.4), LEE *et al.* (2013) (Figura 2.6) e KRIZAN, STEINEDER, STAHL (2018). A segunda fase é proveniente da decomposição da austenita, possivelmente, seja a ferrita α (baixo relevo) e o carboneto k (alto relevo) na morfologia do microconstituente lamelar. As áreas de baixo relevo retidas em meio as regiões lamelares também são ferrita α , conforme destacado na Figura 4.8(b,e), visto que essa região era parte de um grão de austenita em alta temperatura. Essa ferrita α livre, provavelmente é uma ferrita α pró-eutetóide, conforme o diagrama em equilíbrio, obtido via *Thermo-Calc*, indica que essa composição pode apresentar (Figura 3.1).

Observa-se também regiões em alto relevo (lisa) (Figura 4.8(b,e)) que possivelmente se trata de austenita retida, pela morfologia e estar localizada em regiões que aparentemente são parte de um contorno prévio do grão de austenita. Esse fato é um indicativo que as condições de resfriamento não permitiram a total decomposição da austenita. Isso talvez se deve a estabilidade da austenita ter influência dos elementos de liga presentes (CHEN *et al.*, 2017; FROMMEYER; DREWES; ENGL, 2000; RANA; LIU; RAY, 2013; SOZAŃSKA-JĘDRASIK *et al.*, 2018). Ao correlacionar esse fato com os resultados do *Thermo-Calc*, observa-se que na composição avaliada a austenita não se faz parcialmente estável coexistindo com outras fases a temperatura ambiente. O que indica que a taxa de resfriamento possa ter influência no fato das fases coexistir com a austenita não transformada. Ao confrontar com os resultados da condição como recebida, que apesar da presença de uma estrutura CFC na análise de EBSD/MEV (Figura 4.4), não se observou essa morfologia em alto relevo e lisa nas micrografias (Figura 4.2). Além, de não ser observados picos dessa fase nas análises de difração de raios X. O que pode suportar o indicativo de que as taxas aplicadas tenham relação com a presença dessa austenita retida.

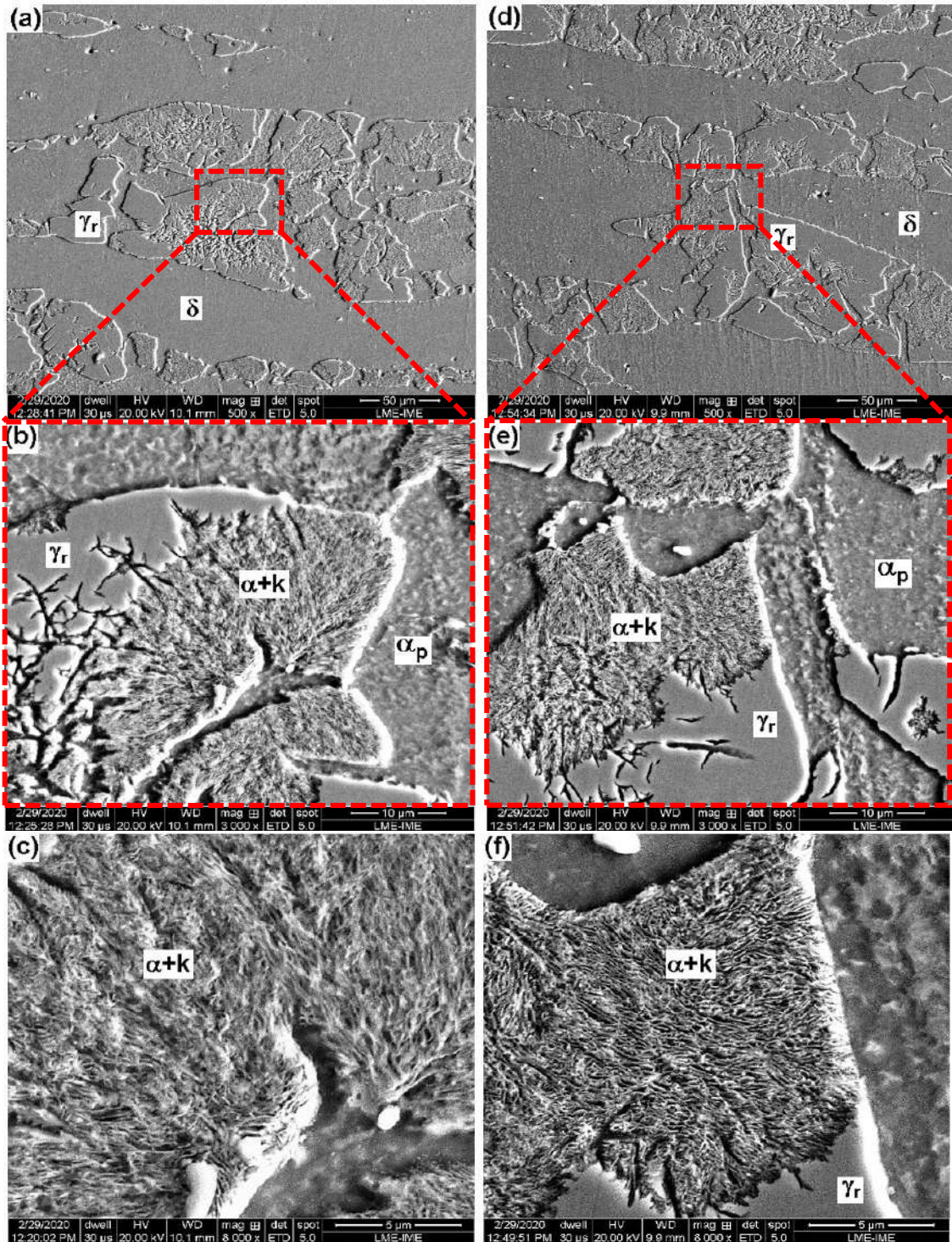


Figura 4.8 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas via dilatometria com taxa de 1 °C/s: (a) 500x; (b) 3000x; (c) 8000x e taxa de 3 °C/s: (d) 500x; (e) 3000x; (f) 8000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α = Ferrita α ; k = Carboneto k).

A decomposição da austenita no constituinte eutetóide lamelar composto por carboneto k e ferrita α provavelmente ocorreu com os mesmos processos de transformações de fases já discutidos na seção 4.1, para a amostra na condição como

recebida. Também observa-se em maiores ampliações (Figura 4.8(c,f)) que a precipitação do microconstituente lamelar ($\alpha+k$) inicia-se nos contornos dos grãos da austenita e tem seu crescimento direcionado para o interior destes grãos, como verificado na condição como recebida e no trabalho de CHENG *et al.* (2014) (Figura 2.11).

Ao comparar, de maneira geral, as taxas de 1 e 3 °C/s (Figura 4.8) com a condição como recebida (Figura 4.2) nota-se algumas diferenças. Nas amostras obtidas após dilatométrica não se observa o carboneto k na forma globular em nenhuma região, conforme observou-se na condição como recebida (Figura 4.2(b,d)). Outro ponto que pode ser observado, é que as lamelas do carboneto k, intercaladas pela ferrita α , nas amostras que foram obtidas após o ciclo da dilatométrica, são mais finas que as apresentadas na condição como recebida (Figura 4.1). Isto supostamente está relacionado com a capacidade de difusão dos átomos (Al e C), de acordo com as taxas de resfriamento, para cada condição. Quando se tem um microconstituente com morfologia lamelar, há um crescimento cooperativo, a partir do particionamento dos elementos de liga. Provavelmente essa variação da espessura das lamelas tenha relação com a taxa de resfriamento resultante no intervalo da transformação. Quanto menor for essa taxa maior é a distância que os átomos de C e Al podem se difundir, obtendo uma microestrutura com uma mistura de fases lamelar e grosseira, composta por ferrita α e carboneto k. Com a diminuição da temperatura, a taxa de difusão do C também diminui, e as lamelas se tornam progressivamente mais finas. Portanto, a taxa de resfriamento pode ser o principal responsável por promover essa variação de espessura das lamelas nas distintas condições comparadas (Figura 4.2 - como recebida e Figura 4.8 - dilatométrica nas taxas de 1 e 3 °C/s). As diferenças citadas entre essas análises indicam características de que a taxa de resfriamento na condição de como recebida foi mais lenta que a taxa de 1 e 3 °C/s aplicadas na dilatométrica. Esse indicativo, quanto a taxa de resfriamento, corrobora com o fato de não se ter observado, tanto nas micrografias quanto na difração de raios X, vestígios da austenita retida para a condição como recebida. Devido à taxa de resfriamento mais lenta permitir maior consumo da austenita, quando comparada a uma taxa de resfriamento mais acelerada.

O NbC nessas condições, provavelmente esteja em uma fração reduzida em função das taxas de resfriamento adotadas, o que corrobora com as análises de difração de raios X que não apresentaram picos referentes a esta fase, indicando que sua fração esteja abaixo do limite de detecção do equipamento.

Deste modo, a adoção das taxas aplicadas de 1 e 3 °C/s permitiram a formação de colônias lamelares, que infere ser o microconstituente composto por lamelas de carboneto k intercaladas pela ferrita α , juntamente com grãos de ferrita α pró-eutetóide livre. As características e propriedades resultantes de ter-se na microestrutura um microconstituente com morfologia lamelar tem forte influência da velocidade de resfriamento. Os resultados podem ser considerados positivos, entretanto, não foi encontrado na literatura trabalhos com condições semelhantes de ensaio e composição química que suportasse os comportamentos observados, porém as análises realizadas suportam as hipóteses descritas.

4.2.2.2 TAXAS DE RESFRIAMENTO DE 5 A 50 °C/s.

Nas Figura 4.9 e na Figura 4.10 são apresentados os difratogramas para as diferentes taxas de resfriamento adotadas nos ensaios de dilatométrica, de 5 a 50 °C/s. Observa-se que essas taxas realmente suprimiram a formação do carboneto k em função da inibição da decomposição eutetóide da austenita, pois nenhum dos difratogramas apresentam os picos referentes a esse carboneto. Os difratogramas apresentam picos de difração referentes aos planos da austenita (CFC): (111), (200), (220), nos ângulos de difração de aproximadamente 50,1°, 58,5°, 87,4°, respectivamente. Além, de ser possível identificar picos de difração referentes aos planos da estrutura CCC: (110), (200), (211) nos ângulos de difração de aproximadamente 51,9°, 76,6° e 98,7°. Como observado nas análises via microscopia óptica (Figura 4.6), essas taxas apresentam uma estrutura com morfologia lenticular nas regiões, que em taxas inferiores encontrava-se o microconstituente lamelar. Essa estrutura lenticular, devido às taxas de resfriamento aplicadas, provavelmente seja a martensita, formada a partir da fração de austenita existente em alta temperatura.

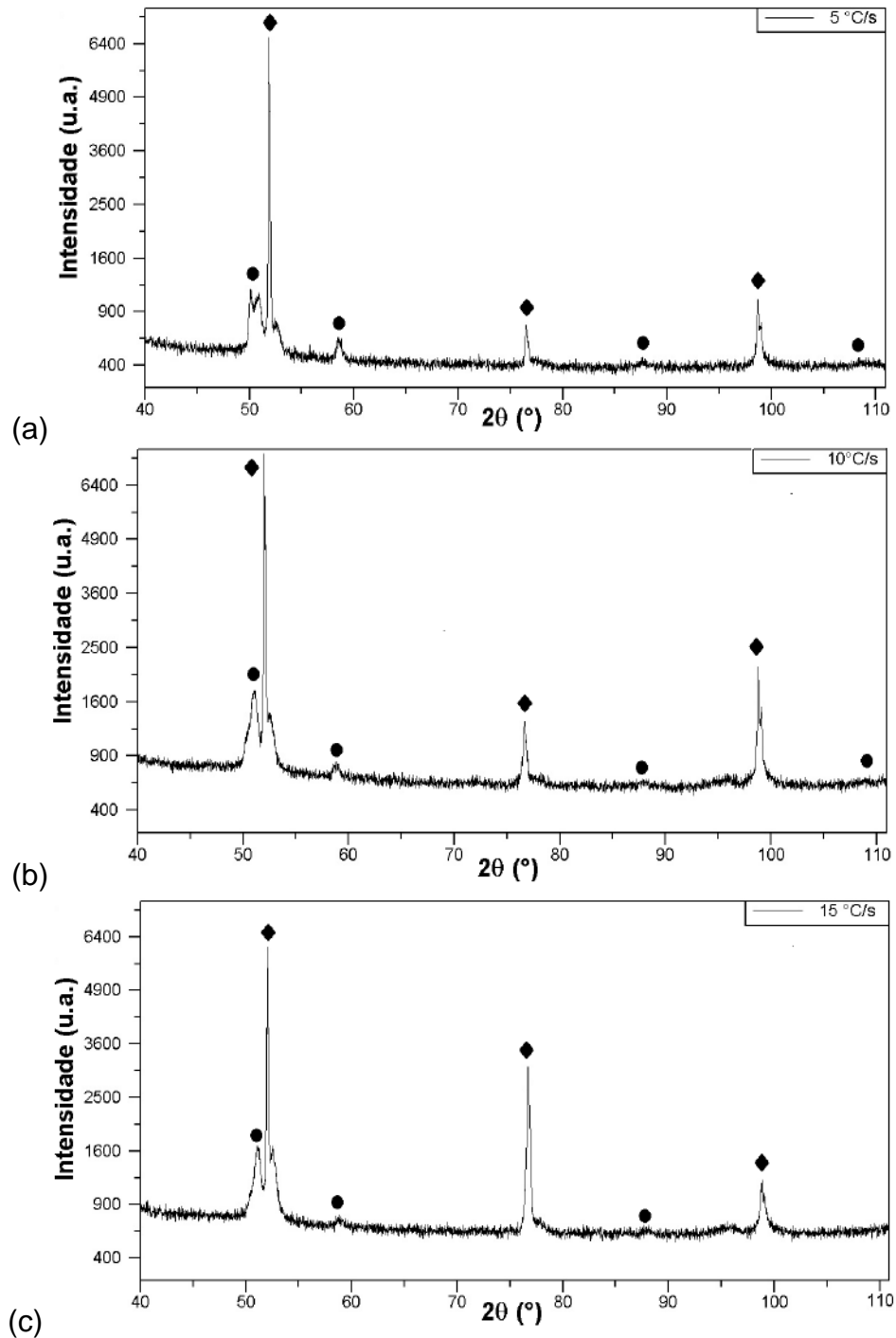


Figura 4.9 - Difratogramas das amostras obtidas após ensaio de Dilatometria: (a) 5 °C/s; (b) 10 °C/s; (c) 15 °C/s (● CFC (111), (200), (220); ◆ CCC (110), (200), (211)), (radiação: Co- k_{α}).

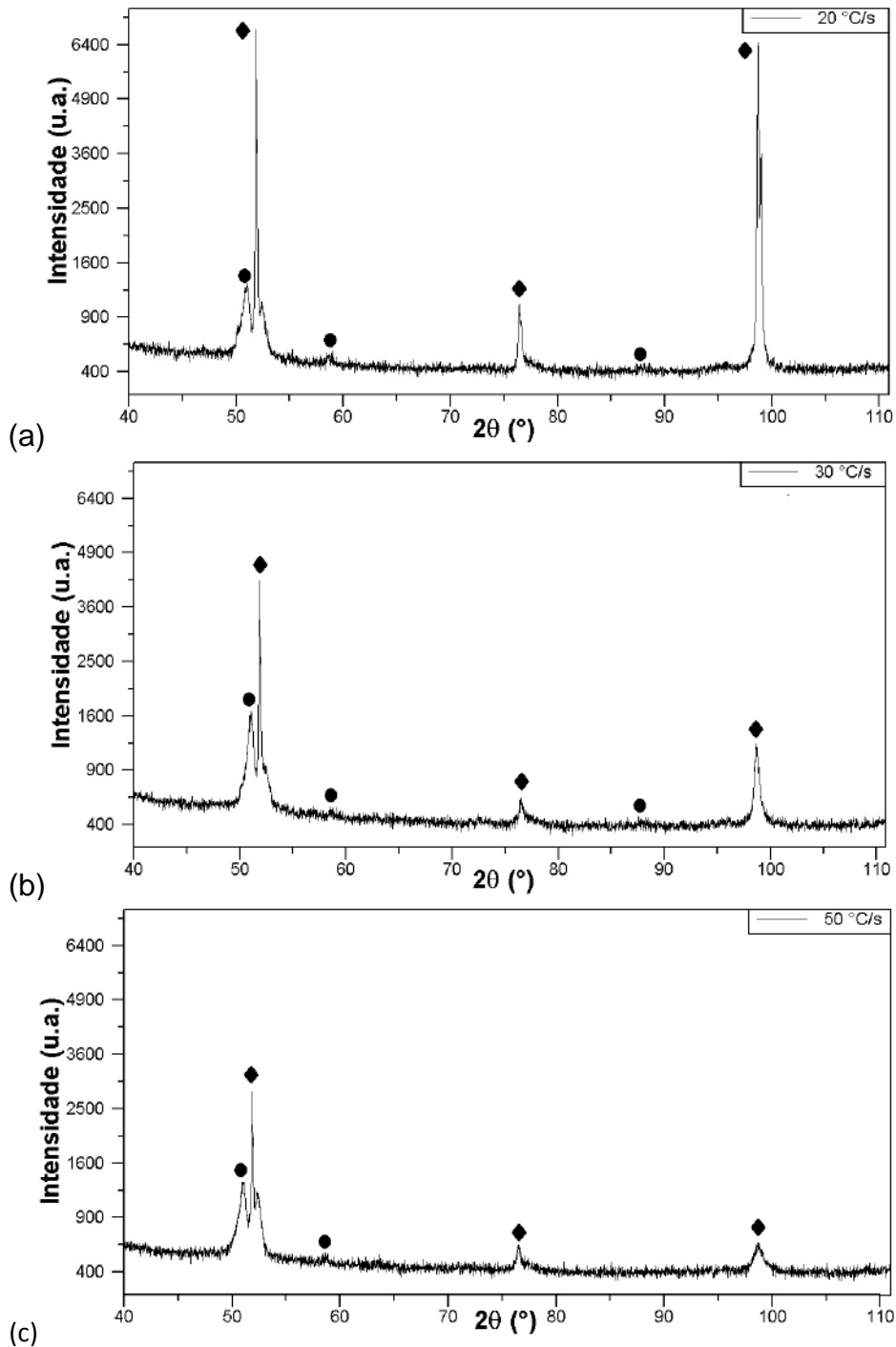


Figura 4.10 – Difratoogramas das amostras obtidas após ensaio de Dilatometria: (a) 20 °C/s; (b) 30 °C/s; (c) 50 °C/s (● CFC (111), (200), (220); ◆ CCC (110), (200), (211)) (radiação: Co- k_{α}).

Sabe-se que a martensita pode apresentar estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC) ou uma estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC), e que a faixa angular referente a estrutura CCC, compreende também os ângulos de difração de uma estrutura TCC. Devido aos ângulos de difração dessas estruturas se

diferenciarem em casas centesimais para radiação adotada e, em função do teor de carbono na sua solução sólida. Portanto, com apenas essa técnica não é possível definir qual a estrutura da martensita nessa liga, visto que pode ter ocorrido a sobreposição dos picos de difração dos planos cristalográficos dessas fases, utilizando-se a radiação $\text{Co-}k_{\alpha}$ produzida pelo tubo de cobalto. Sendo assim, os picos identificados pela estrutura CCC não correspondem apenas a ferrita δ e ferrita α pró-eutetóide presentes nessa liga, mas também aos picos da suposta martensita, independente da sua estrutura ser TCC ou CCC, devido à possível coincidência desses picos. Ao buscar na literatura trabalhos para suportar essas análises não foi encontrada nenhuma descrição sobre a martensita, com respeito, a qual dessas estruturas seria mais provável para o sistema da liga em estudo. Assim, os resultados quanto as estruturas identificadas nas análises obtidas via difração de raios X (Figura 4.9 e Figura 4.10) indicam que essas condições de resfriamento possibilitaram a presença de uma estrutura CFC que provavelmente seja austenita retida. Além desta, uma estrutura CCC que supostamente esteja relacionada a ferrita δ e α pró-eutetóide, juntamente com a martensita, que pode ter estrutura CCC ou TCC (devido à sobreposição dos picos destas fases).

Com intuito de averiguar a natureza das estruturas das fases presentes e disposições destas nas microestruturas obtidas, nas condições de resfriamento avaliadas, realizou-se análise de EBSD/MEV da amostra com taxa de resfriamento de $50\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, conforme apresentado na Figura 4.11. A escolha da amostra dessa única taxa, para análise de EBSD/MEV, foi devido ao fato de que nessa condição exista a probabilidade de uma maior fração da martensita, em detrimento a ferrita α pró-eutetóide e qualquer resquícios de microconstituente eutetóide, o que contribuiria para o entendimento quanto a estrutura dessas fases.

No mapa de qualidade (Figura 4.11(a)), resultante da análise no EBSD/MEV, observa-se a morfologia lenticular nas regiões de grãos de austenita em alta temperatura, em meio as lamelas da ferrita δ .

Ao analisar o mapa de fase, apresentado na Figura 4.11(b), tem-se a indexação de uma fase CCC na cor amarela, com parâmetro de rede de aproximadamente $2,889\text{ \AA}$. Entretanto, a ficha cristalográfica da estrutura CCC não indexou somente a região da ferrita δ e α pró-eutetóide. Essa ficha cristalográfica também indexou áreas

significativas da região de aspecto lenticular, que seria uma fase resultante da decomposição da austenita. Isso leva a indicar que a martensita formada tenha uma estrutura CCC, suportando a discussão de que os picos referentes a essa estrutura nos difratogramas (Figura 4.9 e Figura 4.10) são uma contribuição das fases ferríticas (α pró-eutetóide e δ) e dessa martensita (CCC) presentes na liga em estudo.

Porém, a análise de EBSD/MEV também indexou de forma significativa, nessa região com morfologia lenticular, uma fase tetragonal de corpo centrado (TCC) com parâmetros de rede de aproximadamente a e $b = 2,846 \text{ \AA}$ e $c = 3,053 \text{ \AA}$, identificada em azul claro na Figura 4.11(b). Sabe-se que em aços convencionais, a formação da martensita tem grande influência tanto da taxa de resfriamento quanto do teor de C. As transformações martensíticas ocorrem sem difusão, processo no qual o teor de C fica aprisionado em vazios octaédricos da estrutura, o que pode promover uma deformação na estrutura CCC (que pode ficar alongada no eixo c e contraída na base do cubo) resultando em uma estrutura TCC. A quantidade de C afeta a microestrutura da martensita que se distingue pela morfologia (ripas, placas e agulhas), cristalografia, estrutura interna e sua cinética de transformação. Dependendo da taxa de resfriamento, a maioria dos átomos de C em solução na estrutura cúbica de face centrada do ferro (γ) permanece em solução em uma estrutura cristalina semelhante à fase cúbica de corpo centrado do ferro (α). No entanto, em função do teor de C na fase mãe e fase produto, os eixos da estrutura CCC podem ser deformados resultando numa estrutura TCC, que se origina de um processo não difusional (PORTER; EASTERLING, 1992).

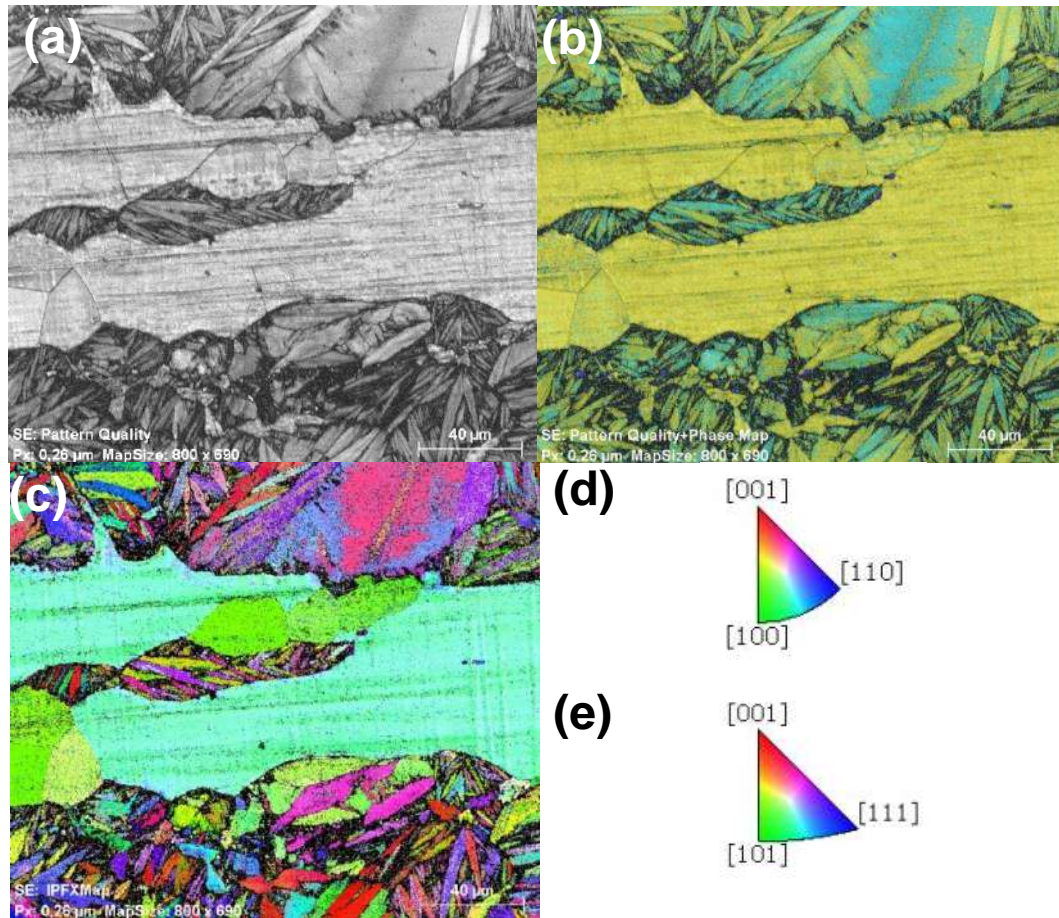


Figura 4.11 - Análise de EBSD/MEV da amostra obtida após dilatometria com taxa de resfriamento de 50 °C/s: (a) mapa de qualidade; (b) mapa de fase; (c) mapa de orientação cristalográfica (MIO); Figura de polo inversa de referência de cores: (d) para a fase TCC (azul no mapa de fase); (e) para a fase CCC (amarela no mapa de fase).

Nas ligas metálicas cujo elemento Fe está em maior concentração, geralmente a transformação martensítica é obtida por uma deformação homogênea da estrutura original da austenita, em uma martensita com estrutura cúbico de corpo centrado, válido para as ligas com teor de C abaixo do limite de solubilidade para a estrutura CCC. Já a martensita com estrutura TCC é formada quando a liga apresenta maiores concentrações de C, ou seja, quando o teor deste elemento se coloca acima do limite de solubilidade na estrutura CCC. Quanto maior for esse teor de C maior será a distorção tetragonal observada. Trabalhos da literatura destacam que a cinética geral da transformação martensítica tem influência da composição química da austenita, e sua homogeneidade no interior do grão austenítico, principalmente em relação ao teor de C, e a ação de outros elementos de liga na difusividade deste elemento na austenita, além da taxa de resfriamento aplicada e do tamanho do grão austenítico que pode afetar a temperatura inicial de formação da martensita (DA SILVA DE

SOUZA; MOREIRA; DE FARIA, 2020; GAO *et al.*, 2014; JIMENEZ-MELERO *et al.*, 2007; VAN BOHEMEN; SIETSMA, 2014).

Portanto, ao confrontar as observações citadas acima com a liga em estudo pode-se indicar que a formação dessas distintas estruturas para a martensita (CCC e TCC), verificada através da análise de EBSD/MEV (Figura 4.11(b)) são provenientes de uma heterogeneidade composicional no volume do grão da austenita. O tempo de 300 s deixado na temperatura de encharque (1250 °C), no ciclo térmico avaliado, provavelmente não foi suficiente para a completa homogeneização composicional no volume do grão em cada fase ($\gamma+\delta$), visto que a liga apresenta alto teor de Al e Nb e teor médio de C. Outro fenômeno que pode ter colaborado para essa heterogeneidade da composição no volume dos grãos de austenita, durante o aquecimento e temperatura de encharque (1250 °C) do ciclo térmico aplicado, é a decomposição do NbC, pré-existente da condição como recebida (Figura 4.3). Essa decomposição libera o C e o Nb para a solução sólida do interior do grão da austenita, deixando a região próxima à interface dos precipitados parcialmente consumidos enriquecida desses elementos (Nb e C), resultando em uma variação de composição local, que favorece a formação da martensita TCC. Visto que a precipitação de NbC, pelo diagrama de equilíbrio (Figura 3.1), tem seu início próximo a temperatura *liquidus*, e ocorre em toda a faixa de temperatura avaliada e sua dissolução dá-se de forma inversa a partir do aquecimento da liga na concepção do equilíbrio (DA SILVA DE SOUZA; MOREIRA; DE FARIA, 2020; GAO *et al.*, 2014; VAN BOHEMEN; SIETSMA, 2014).

Sendo assim, os fatores resultantes da composição química da liga e condições aplicadas no ciclo térmico, possivelmente, promoveram essa heterogeneidade no volume dos grãos de austenita resultando na formação da martensita com duas estruturas cristalinas distintas, CCC e TCC. VAN BOHEMEN (2014) e DA SILVA DE SOUZA; MOREIRA e DE FARIA (2020) descrevem que a temperatura e o tempo aplicados no encharque não afeta diretamente a cinética de transformação da martensita. Porém, as alterações produzidas neste encharque, seja na composição química da austenita (precipitação/dissolução de fases) ou na granulometria da austenita, influenciam a formação da martensita e devem ser considerados.

Essa análise corrobora com o fato de que nos resultados de difração de raios X os picos referentes a estrutura CCC também possuem a contribuição da difração da estrutura TCC, pois os picos de difração dessas estruturas se sobrepõem na condição de análise utilizada. Essas fases difratam em faixa angular bem próximas e com isso não permitiu a distinção pela análise de difração de raios X. Porém, como a técnica de EBSD/MEV é pontual e precisa foi possível verificar a localização das regiões com essa distinção de estrutura cristalina em meio a morfologia lenticular (Figura 4.11(b)).

Nos resultados do mapa de orientação cristalográfica (Figura 4.11(c)) associado à figura inversa de polo de referência de cores (Figura 4.11(d,e)) para a região com característica lenticular do mapa de qualidade (Figura 4.11(a)), nota-se uma distribuição aleatória quanto à orientação. Esse fato pode ser indício de múltiplos grãos de austenita prévia nas duas regiões em destaque com aglomerados de grãos lenticulares de martensita TCC e CCC (Figura 4.11(c)). Na fase CCC, região da ferrita δ , tem-se uma orientação preferencial acentuada na direção [101], de acordo com a coloração mais intensa no tom de verde e verde azulado da Figura 4.11(c) conforme indicado pela Figura 4.11(e), destacando e confirmando que a ferrita δ é basicamente constituída de grãos alongados formados na solidificação e alinhados no processamento termomecânico a que o material foi submetido.

Da Figura 4.12 a Figura 4.14 tem-se as micrografias obtidas via MEV/SE das amostras submetidas ao ciclo térmico de dilatométrica, nas taxas de resfriamento igual e superiores a 5 °C/s, a partir de 850 °C. É evidente, pela morfologia, que não se observa a decomposição eutetóide da austenita no microconstituente lamelar composto de ferrita α e carboneto k, e sim, em uma estrutura lenticular que também foi observada na análise conduzida via microscopia óptica (Figura 4.6). O que corrobora com as análises de difração de raios X que não apresentaram picos referentes ao carboneto k (Figura 4.9).

Ao observar as micrografias referente as taxas de resfriamento de 5, 10, 15, 20, 30 e 50 °C/s a partir de 850 °C (Figuras 4.12 a 4.14) infere-se uma microestrutura bandeada, resultante da laminação prévia a quente, associada a uma matriz de ferrita δ (baixo relevo), juntamente com uma combinação de fases vinculada a segunda fase em alto relevo. Essa região de segunda fase quando observada em maiores aumentos apresenta características que elucidam a ocorrência de fragmentação dos grãos de

uma mesma fase e de fases distintas, resultando em um misto de regiões de baixo relevo em conjunto com regiões de alto relevo, uma parte lisa e outra com morfologia lenticular. Essa morfologia lenticular é proveniente de uma transformação adifusional resultando em uma fase denominada martensita. Entretanto, conforme foi confirmado pela análise de EBSD/MEV (Figura 4.11) a martensita presente nessa liga pode apresentar estrutura CCC, que será descrita como α' e a martensita TCC que será descrita neste trabalho como α'' . A parte lisa provavelmente trata-se de austenita retida (γ_r). O aumento da taxa de resfriamento suprime as transformações difusionais e favorece a formação da martensita.

Pelo aspecto morfológico a austenita prévia tratava-se unicamente de grandes blocos subdivididos em grão grosseiros (alto relevo) formados entre as bandas de ferrita δ (baixo relevo). Na austenita prévia ocorre uma fragmentação que permite a formação de uma área em baixo relevo, que pode ser atribuída a ferrita α pró-eutetóide (α_p) que pode estar presente nessa liga, conforme já foi observado pelo diagrama de equilíbrio (Figura 3.1). A formação destas áreas de baixo relevo em meio ao provável grão de austenita prévia também foi observado por JEONG *et al.* (2013) em amostras de uma liga 9Mn-6Al-0,15C na condição de laminada a quente. Os autores descrevem que as regiões de baixo relevo em meio a martensita e austenita retida são de ferrita α pró-eutetóide, formadas antes do início da transformação martensítica, conforme destacado na Figura 2.26.

Segundo MAPELLI *et al.* (2020) e TSAY *et al.* (2011) a decomposição da austenita necessita de uma força motriz e velocidade de reação, que são garantidas por uma combinação da composição química, da entrada de energia térmica e da estabilidade termodinâmica (tamanho, morfologia e orientação do grão prévio da fase em questão). Fatores como grãos grosseiros de austenita prévia, C e Al (alfagênico) em solução sólida que influenciam na estabilidade e temperabilidade desta fase, juntamente com as condições aplicadas no ensaio de dilatométrica podem ter contribuído para a formação dessa ferrita α pró-eutetóide. Aparentemente, apenas com observação visual, o aumento da taxa de resfriamento resulta em uma menor fração dessa ferrita α livre.

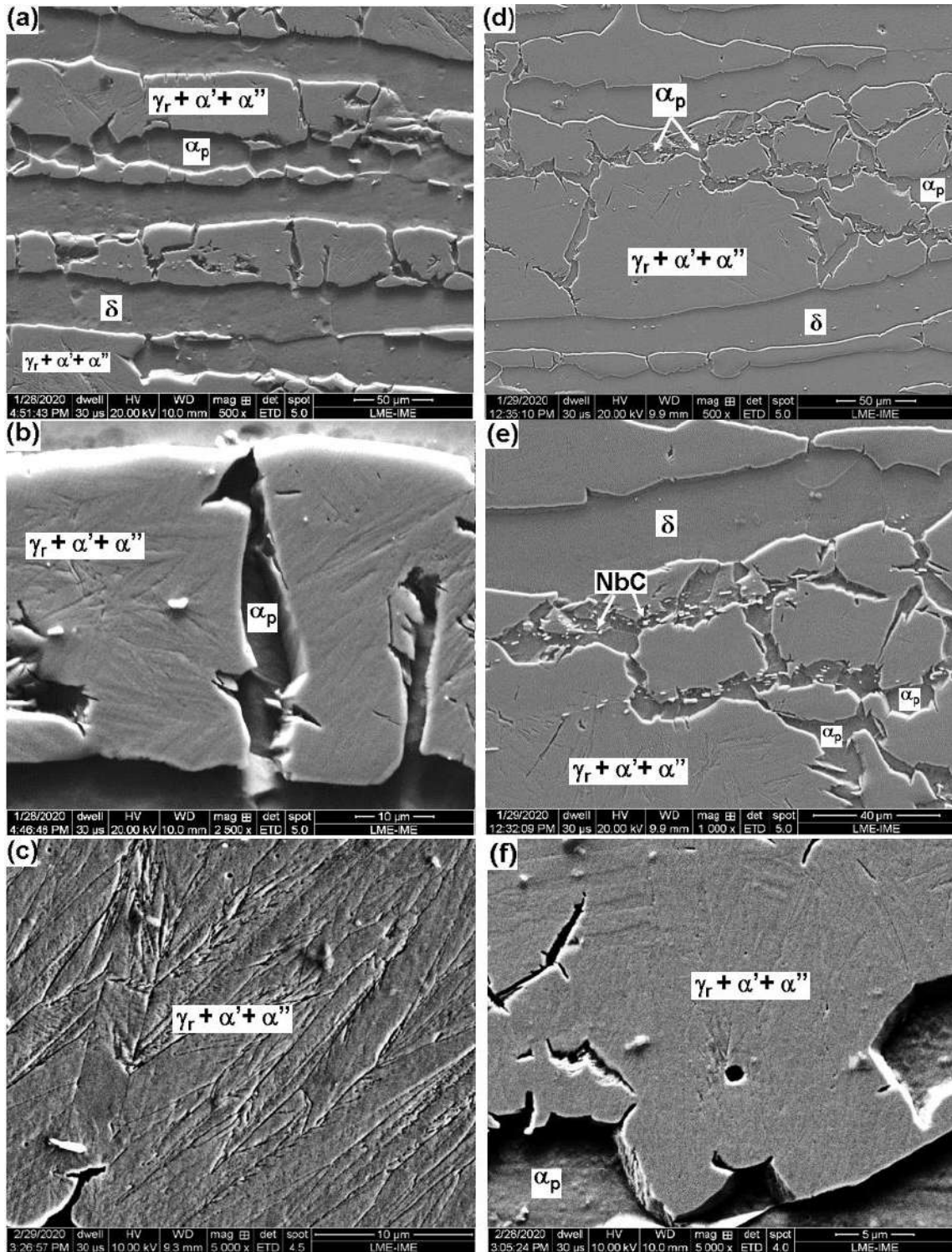


Figura 4.12 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas via dilatometria com taxa de 5 °C/s: (a) 500x; (b) 2500x; (c) 5000x e taxa de 10 °C/s:(d) 500x; (e) 2000x; (f) 8000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α'' = Martensita CCC; NbC = Carboneto de nióbio).

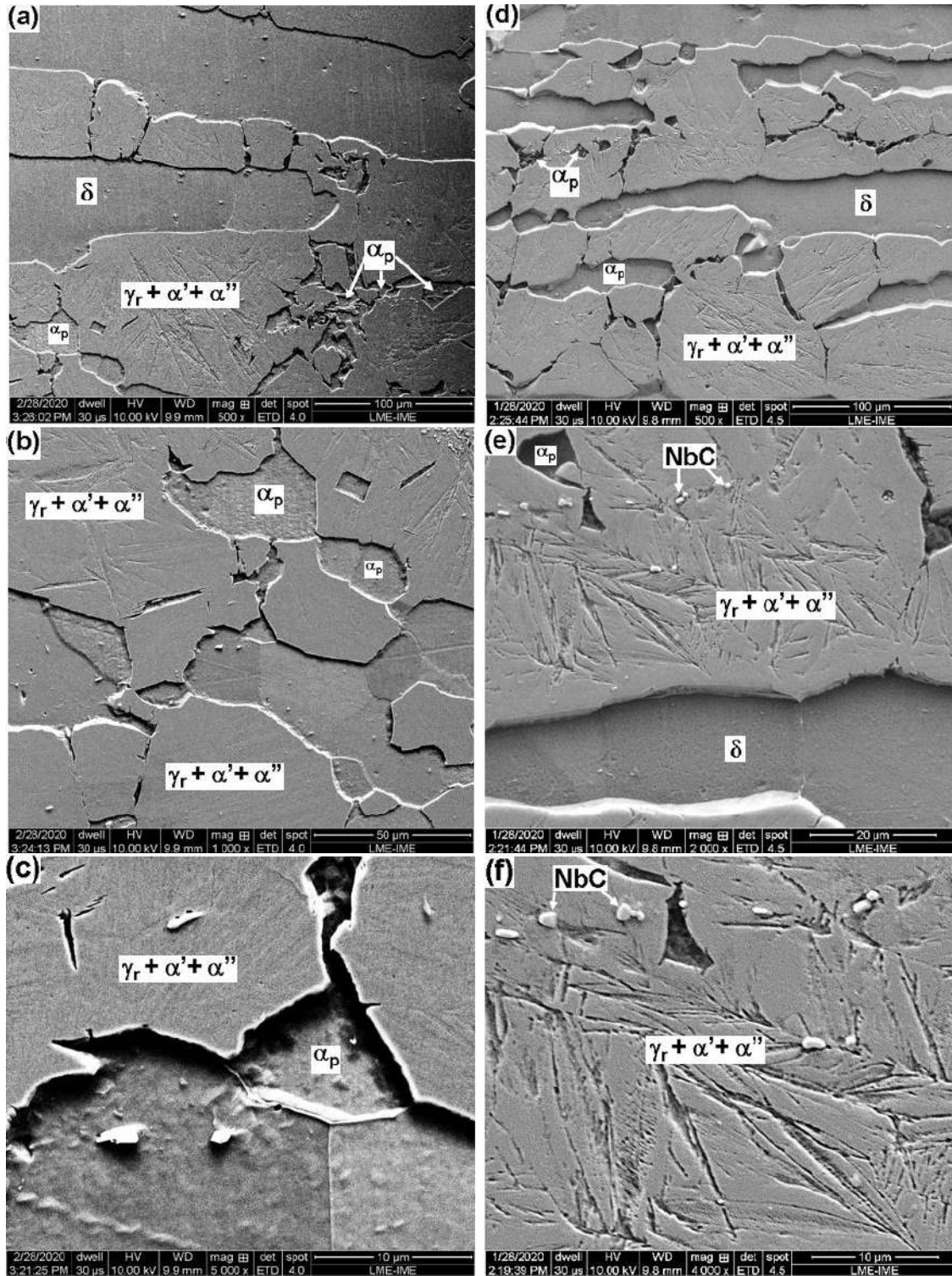


Figura 4.13 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas via dilatometria com taxa de 15 °C/s: (a) 500x; (b) 1000x; (c) 5000x e taxa de 20 °C/s: (d) 500x; (e) 1000x; (f) 5000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α'' = Martensita CCC; NbC = Carboneto de níbio).

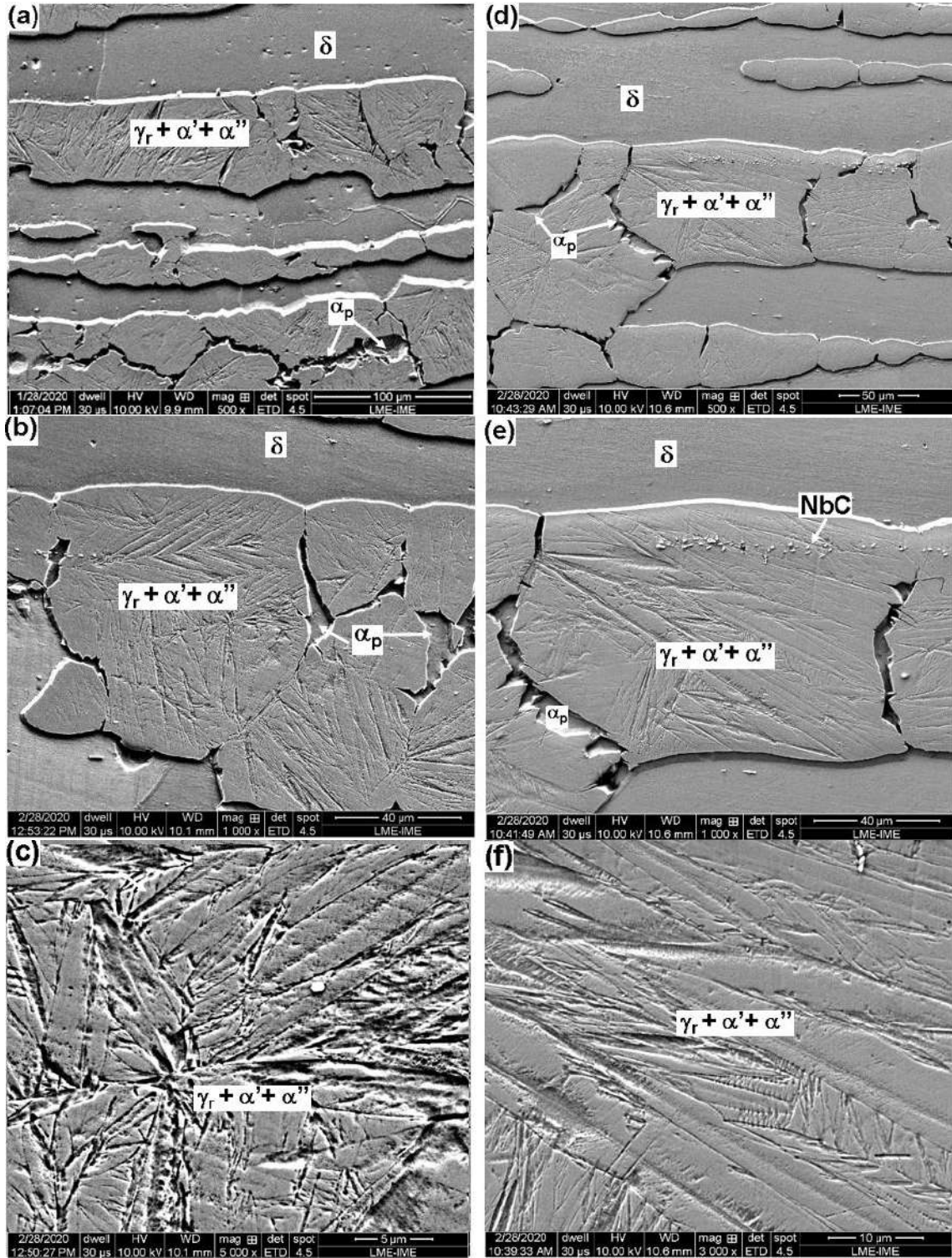


Figura 4.14 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas via dilatometria com taxa de 30 °C/s: (a) 500x; (b) 2000x; (c) 4000x e taxa de 50 °C/s: (d) 500x; (e) 2000x; (f) 8000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α'' = Martensita CCC; NbC = Carboneto de nióbio).

A austenita prévia, além de formar a ferrita α pró-eutetóide livre, transformou-se em martensita em meio as regiões de austenita retida em todas as taxas de resfriamento avaliadas nessa seção (5 a 50 °C/s). O aumento da taxa de resfriamento suprime as transformações difusionais e possivelmente promove a formação de uma maior fração de martensita. A formação da martensita pode ter sido influenciada pelo teor de C e Al na austenita e as condições de cada taxa de resfriamento avaliada (KIM; SUH; KIM, 2013). Esse comportamento também foi observado no trabalho de SOHN *et al.* (2014), no qual amostras de um aço 0,3C-3,5Mn-6Al, após a laminação a quente, submetidas ao resfriamento rápido, promoveram a transformação da austenita em martensita. A presença dessa fase confirma que os picos referentes a estrutura CCC na difração de raios X tem a contribuição da difração dessa fase. A análise de EBSD/MEV evidencia que essa fase pode apresentar duas estruturas cristalinas, CCC (α') e TCC (α''), porém não é possível distinguir com as micrografias essas duas estruturas com isso a região lenticular foi indicada com a presença de $\alpha'+\alpha''$ (Figura 4.12 a Figura 4.14).

Também existe evidência, nas taxas avaliadas, da presença de austenita retida (γ_r) nas regiões próxima a interface dos grãos de austenita prévia com a ferrita δ , regiões lisas em alto relevo. A razão da existência da austenita retida pode ser atribuída a estabilidade dessa fase, devido à influência dos elementos de liga dissolvido na mesma, além de alguma contribuição do efeito do tamanho de grão na temperatura final de transformação martensítica para as duas estruturas formadas (CCC e TCC). JIMENEZ-MELERO *et al.* (2007) monitoraram a transformação martensítica em aços multifásicos de baixa liga, a partir de análises de difração de raios X in situ, em um acelerador sincrotron, e observaram evidências de que a estabilidade dos grãos de austenita é controlada, não apenas pela concentração de C local, mas também pelo tamanho do grão. A austenita retida (γ_r) observada nas micrografias suportam as análises de difração de raios X que apresentam picos de difração referentes a uma estrutura CFC, que provavelmente seja resultante desta fase. Portanto, como na liga em estudo, observou-se grãos grosseiros de austenita prévia, é provável que essa morfologia tenha contribuído para a estabilidade da austenita, além do teor de C e Al que está dissolvido nessa fase. Nas taxas menores de 1 e 3 °C/s também foi observado a presença dessa austenita retida conforme

discutido na seção 4.2.2.1 (CHEN *et al.*, 2017; FROMMEYER; DREWES; ENGL, 2000; RANA; LIU; RAY, 2013; SOZAŃSKA-JĘDRASIK *et al.*, 2018).

Em todas as amostras avaliadas, observou-se o NbC, resultante da quantidade de Nb adicionada, combinada com o carbono presente na liga, e está destacado da Figura 4.12 a Figura 4.14.

Devido à presença de ferrita e austenita neste material, em alta temperatura, as transformações de fases que ocorrem durante o aquecimento e resfriamento dessa liga são complexas e dependem de uma série de variáveis, como particionamento dos elementos de liga, tempo e temperatura de encharque, entre outros. Portanto, infere-se que as taxas aplicadas de 5 a 50 °C/s permitiram que a microestrutura resultante apresentasse austenita retida, martensita (α' e α''), além da ferrita α pró-eutetóide, ferrita δ e NbC (Figuras de 4.12 a 4.14).

4.2.2.3 PERFIL DA CURVA DE RESFRIAMENTO OBTIDA VIA DILATOMETRIA E DIAGRAMA DE RESFRIAMENTO CONTÍNUO

A partir da correlação das observações dos diagramas em equilíbrio (Figura 2.1 e Figura 3.1), dos dados da revisão bibliográfica (seção 2) e dos resultados das análises microestruturais obtidas via difração de raios X (Figura 4.7, Figura 4.9 e Figura 4.10) e microscopia (Figura 4.6, Figura 4.8, Figura 4.11, Figura 4.13 Figura 4.14), realizou-se uma minuciosa análise do perfil das curvas de resfriamento das amostras obtidas via ensaio de dilatometria na Gleeble. Essa análise teve por finalidade estabelecer a relação entre os pontos de inflexões (devido à diferença no volume da estrutura tem-se um desvio da linearidade) gerados pela variação do diâmetro do corpo de prova (expansão/contração) com as possíveis transformações de fase da liga em estudo.

Na Figura 4.15(a,b,c) tem-se o perfil da curva de resfriamento obtida a partir da temperatura de encharque (1250 °C) até a temperatura de 850 °C com taxa de resfriamento de 1 °C/s. Abaixo da temperatura de 850 °C ocorre a variação da taxa de resfriamento para 1 °C/s (Figura 4.15(a)), 5 °C/s (Figura 4.15(b)) e 50 °C/s (Figura 4.15(c)), em função da seleção das taxas exploradas no presente estudo. Essas curvas foram confrontadas com os resultados obtidos via simulação no *Thermo-Calc* (Figura 4.15(d)).

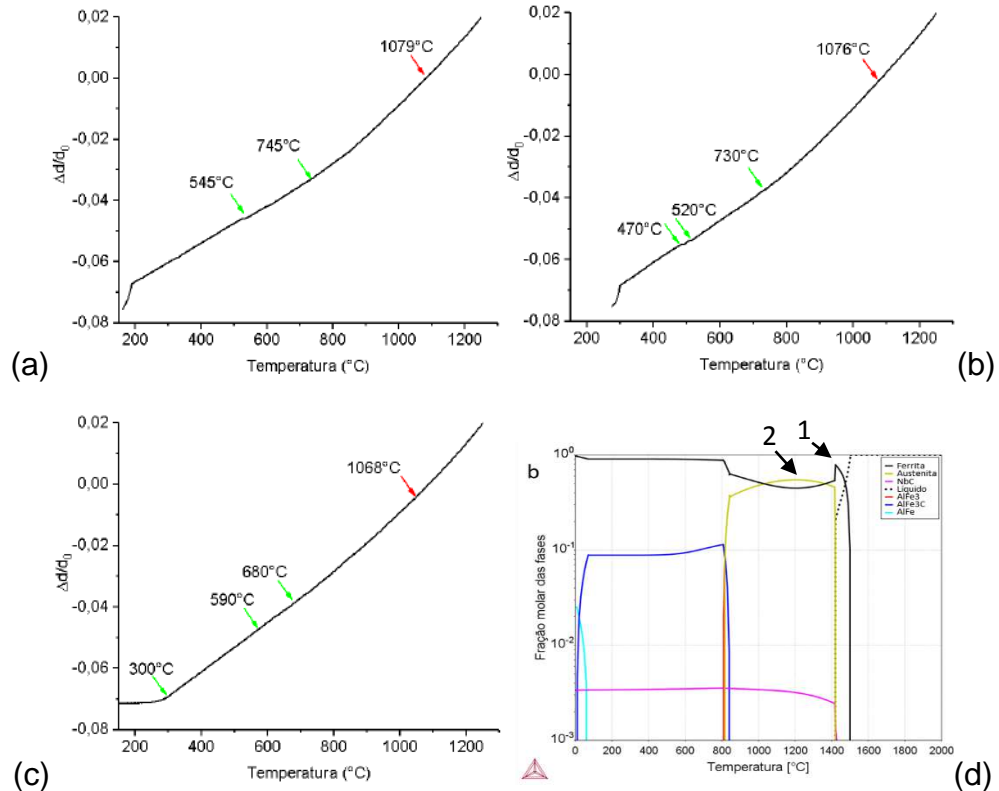


Figura 4.15 - Perfil das curvas de resfriamento obtidas via dilatométrica para as taxas de resfriamento selecionadas abaixo de 850 °C: (a) 1 °C/s; (b) 5 °C/s e (c) 50 °C/s, em todos os casos da temperatura de 1250 °C até 850 °C a taxa de resfriamento foi de 1 °C/s; (d) Fração molar das possíveis fases presentes na liga em estudo obtida molares das possíveis fases da liga em estudo via simulação no *Thermo-Calc* (BAËTA JÚNIOR, 2020)

Observando o diagrama, no equilíbrio, a aproximadamente 1420 °C tem-se uma diminuição significativa da fração de ferrita δ em detrimento a formação da austenita (Ponto 1-Figura 4.15(d)). Além do indicativo de que a austenita começa a rejeitar C e Nb da sua solução sólida, visto que também se inicia a formação do NbC. Com a continuidade do decréscimo da temperatura, a aproximadamente 1200 °C, tem-se a máxima fração de austenita possível para a liga em estudo (Ponto 2 - Figura 4.15(d)). Seguindo o resfriamento, tem-se um decréscimo da fração de austenita concomitante com um aumento da fração de ferrita, além da formação do NbC. Entretanto, essa ferrita formada trata-se da ferrita α pró-eutetóide (α_p) que é proveniente da austenita e se faz presente juntamente com a ferrita δ estável na liga em estudo. Essa transformação parcial da austenita em ferrita α_p justifica a inflexão destacada na Figura 4.15(a,b,c) com uma seta vermelha, além de corroborar com a microestrutura que indica presença de ferrita α_p livre retida em meio aos grãos de austenita (destacado nas Figura 4.12 a Figura 4.14). No perfil de resfriamento essa

transformação ocorre por volta da temperatura média de 1080 °C, abaixo do valor encontrado no diagrama em equilíbrio (1200 °C) o que já era esperado, devido ao perfil de resfriamento ser obtido fora do equilíbrio termodinâmico.

Avaliando a continuidade do resfriamento, pelo diagrama em equilíbrio, por volta de 800 °C toda a fração de austenita deveria ser consumida. Essa austenita particiona o C e Al para iniciar a formação do constituinte lamelar, a partir da reação eutetóide ($\gamma \rightarrow \alpha + k$), que compreende a ferrita α e o carboneto k em aproximadamente 830 °C. Logo, nessa temperatura deixa de formar a ferrita α_p e forma a ferrita α juntamente com o carboneto k, do composto eutetóide. O C e o Nb rejeitados pela austenita também continuam permitindo a formação do NbC.

Ao confrontar essas observações com as análises do perfil da curva de resfriamento podemos verificar inflexões destacadas por setas verdes em temperaturas inferiores a 850 °C na Figura 4.15(a,b,c). Essa região apresenta oscilações o que dificultou uma análise precisa das temperaturas, esse fato pode ser indicativo da competição entre as possíveis transformações de fases, ou seja, está ocorrendo a formação de um misto de fases nessa faixa de temperatura.

Na decomposição da austenita no microconstituente lamelar tem-se a competição entre a formação de ferrita α e carboneto k, para o perfil de resfriamento com taxa de 1 °C/s (Figura 4.15(a)). KIMURA *et al.* (2004) descrevem que o tamanho do parâmetro de rede do carboneto k tem uma tendência a incrementar com o aumento do teor de Al como um todo. No entanto, a concentração de Fe diminui, enquanto a de C aumenta com o teor de Al, o que promove uma pequena contração no parâmetro de rede do carboneto k (CHEN; LI; YI, 2020). A ferrita α e o carboneto k provavelmente são formados pelo processo de difusão controlada e tem influência de outros tipos de transformações já descritos ao longo da revisão, como precipitação contínua e transformação celular (AARONSON; PANDE, 1998; CHEN *et al.*, 2017; CHENG, 2014; MAPELLI *et al.*, 2020; ZAMBRANO, 2018).

Quando avalia a decomposição da austenita em martensita para o perfil de resfriamento com as taxas de 5 e 50 °C/s (Figura 4.15(b,c)), essas oscilações podem estar relacionadas com a formação das distintas estruturas para a martensita (CCC - α' e TCC - α''), conforme foi observado e discutido na análise de EBSD/MEV (Figura 4.11), e acredita-se que essa formação de martensita CCC e TCC também

ocorra nas taxas intermediárias de 10, 15, 20 e 30 °C/s, mesmo não sendo realizadas análises de EBSD/MEV para todas estas taxas de resfriamento. O apêndice B apresenta o perfil das curvas de resfriamento para todas as taxas aplicadas nesse estudo, que apresentam comportamento semelhantes aos destacados na Figura 4.15(a,b,c).

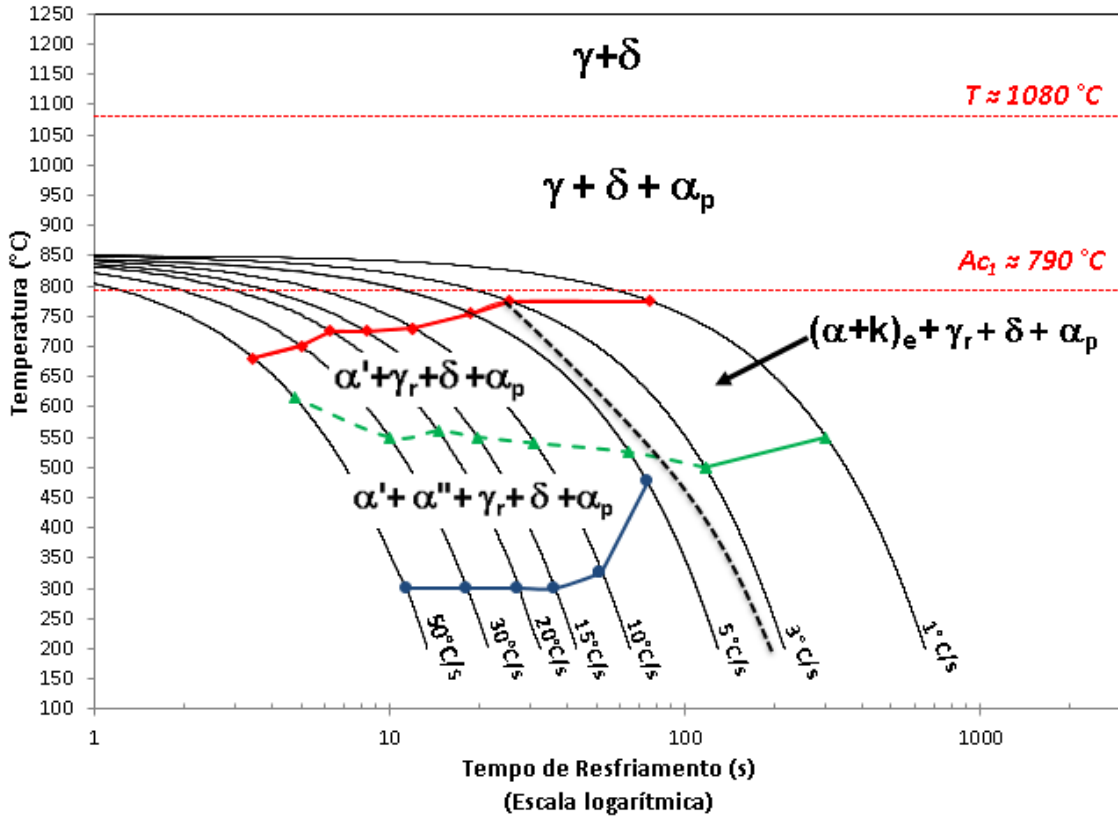
A precipitação de NbC ocorre ao longo de toda essa faixa de temperatura avaliada no resfriamento, porém para que seja observada a partir de análises térmica é necessário que ocorra de forma significativa capaz de gerar dilatação volumétrica, que não foi o caso da liga em estudo.

De posse dessas informações e após uma delicada análise do perfil de resfriamento obtido pelo ensaio de dilatométrica, elaborou-se o diagrama de transformação por resfriamento contínuo apresentado na Figura 4.16. Essa temperatura para início do resfriamento controlado (850 °C) em distintas taxas, foi definida por ser considerada a menor temperatura de acabamento adotada em linhas de laminação a quente para produção de chapas de aços. Com isso esses resultados podem auxiliar estudos futuros para inferir uma microestrutura que possibilitará as propriedades mecânicas almejadas, em função dos produtos a ser produzidos a partir dessa liga.

Destacou-se a temperatura Ac_1 na Figura 4.16, de aproximadamente 790 °C, a qual foi obtida a partir da média dos valores de variação da inclinação da curva do perfil de aquecimento, como discutido na seção 4.2.1.

Ao avaliar o resfriamento da temperatura de encharque 1250 °C até 850 °C, em todas as análises, com taxa de 1 °C/s conclui-se que: (i) a liga em estudo apresenta em alta temperatura um campo bifásico ($\delta + \alpha$), ou seja, a ferrita δ estará presente ao longo de todo resfriamento até a temperatura ambiente; (ii) o perfil de resfriamento, como discutido no início dessa seção, indica que ocorre a formação de uma ferrita α pró-eutetóide (α_p), por volta de 1080 °C. Ou seja, antes de ocorrer a variação das taxas de resfriamento a partir da temperatura de 850 °C, já coexistiam a ferrita δ , ferrita α pró-eutetóide (α_p) e austenita na microestrutura da liga em estudo. Essa ferrita α pró-eutetóide foi formada durante o resfriamento com taxa de 1 °C/s, entre a temperatura de 1250 °C e 850 °C em todas as condições avaliadas. Como a variação da taxa de resfriamento só foi aplicada abaixo de 850 °C, essa ferrita α pró-eutetóide já estava

presente, o que explica a presença dessa fase mesmo em altas taxas de resfriamento (taxa de 1 e 3 °C/s (Figura 4.8); taxas de 5 a 50 °C/s (Figura 4.12 a Figura 4.14). Essa ferrita α livre também foi observada em meio a regiões de austenita no trabalho de JEONG *et al.* (2013) (Figura 2.26).



Dureza (HV)							
50°C/s	30°C/s	20°C/s	15°C/s	10°C/s	5°C/s	3°C/s	1°C/s
316±126	358±137	364±56	347±145	356±110	300±70	221±33	237±31

Figura 4.16 - Diagrama de Transformação por resfriamento contínuo (TRC) obtido após análises do perfil de resfriamento da temperatura de 1250 °C até 850 °C com taxa de 1 °C/s e abaixo de 850 °C com distintas taxas de resfriamento com destaque para as fases presentes em cada região e medidas de dureza Vickers para cada taxa avaliada.

Quando se avalia o resfriamento da temperatura de 850 °C, nas taxas de resfriamento mais lentas (1 e 3 °C/s) a austenita se decompõe no microconstituente lamelar eutetóide de carboneto k e ferrita α ($(\alpha+k)_e$), conforme destacado na Figura 4.16. Esse constituinte é proveniente da decomposição da austenita, a partir de um crescimento cooperativo gerando lamelas do carboneto k juntamente com a ferrita α . A presença desse microconstituente suporta o que foi observado nas microestruturas obtidas via MEV/SE (Figura 4.8), nos difratogramas (Figura 4.7) e em outros trabalhos

da literatura (BAUSCH *et al.*, 2013; CHEN *et al.*, 2017; CHENG *et al.*, 2014; FROMMEYER; BRÜX, 2006; KIM; SUH; KIM, 2013; RANA, 2014; ZAMBRANO, 2018).

Devido à distinção das fases obtidas entre a taxa de 3 e 5 °C/s foi feita uma linha preta tracejada na Figura 4.16. Nessa região será necessário um estudo mais aprofundado em taxas intermediárias para melhor identificar a interface entre essas transformações de fases. Em virtude de que nas taxas maiores (a esquerda da linha tracejada) só foi observada a formação de martensita ($\alpha'+\alpha''$) e nas taxas menores (a direita da linha tracejada) tem-se a formação do microconstituente eutetóide ($\alpha+k$)_e.

As taxas de resfriamento igual e superiores a 5 °C/s impediram qualquer processo difusional, favorecendo a formação da martensita, que foi observada nas análises microestruturais com morfologia lenticular (Figura 4.12 a Figura 4.14). Conforme já discutido na seção 4.2.2.2, as condições aplicadas no ciclo térmico de dilatométrica, juntamente com a heterogeneidade composicional ao longo dos grãos de austenita, resultante do encharque a 1250 °C por 300 s, promoveram a formação da martensita com estrutura cristalina CCC (α') e com estrutura cristalina TCC (α''). Primeiramente, ocorre a formação da martensita CCC (α') abaixo da linha vermelha, pelo fato de que um menor teor de C na austenita resulta em valores superiores de M_i . Entretanto, mesmo com a análise minuciosa das curvas de resfriamento não foi possível determinar com precisão, se a linha verde pontilhada da Figura 4.16 é o início de formação da martensita TCC (α''), mas pode-se inferir, pelo seu superior teor de carbono, que a temperatura M_i desta é inferior à da martensita CCC. A linha azul representa o final da transformação martensítica.

Como essa composição química permitiu transformações de fases complexas, serão necessárias avaliações utilizando outras técnicas, para melhor entendimento das transformações que ocorrem e como elas promovem essa variação captada pelo ensaio de dilatométrica. Essas variações podem estar relacionadas com os parâmetros de rede das fases formadas a partir do Fe e Al (GHOSH, 2008). Um fator que precisa ser avaliado e que pode ter influência nas temperaturas obtidas no diagrama de transformação por resfriamento contínuo, além da composição química, é o tamanho de grão, pois o material em estudo na condição como recebida, após laminação prévia a quente, apresentou uma granulometria bem grosseira, isso pode retardar o início das transformações de fases.

A elaboração do diagrama de resfriamento para essa composição química não foi trivial, além de não encontrar na literatura trabalhos para corroborar com as suposições descritas na Figura 4.16. O tratamento das curvas de resfriamento obtidas no ensaio de dilatométrica foram realizados tanto por análise pelo método das tangentes quanto pelo método da derivada (descrito na seção 3.2.2.1, Figura 3.6). As transições eram bem sutis, o que dificultava a determinação das temperaturas de forma precisa em que poderia estar ocorrendo algum fenômeno na liga em estudo. ZHANG *et al.* (2018), para ligas Fe-10Mn-xAl-yC ($x=3, 6, 9, 12\%$ p., e $y= 0,2; 0,4; 0,8$ e $1,2\%$ p.), descrevem que muitas dificuldades foram encontradas na interpretação do efeito de dilatação nas curvas de dilatométrica. A dilatação era muito pequena para apontar as temperaturas iniciais exatas para as ligas estudadas. Esses autores compararam dados de simulação com dados experimentais disponíveis para esse sistema de ligas e sugerem que mais informações são necessárias para melhorar a previsibilidade dos parâmetros disponíveis atualmente.

O material em estudo possui diversas variáveis que podem colaborar com os distintos comportamentos das transformações de fase, o que deixa claro que é de grande importância a compreensão dos parâmetros e fenômenos que regem estas transformações. Portanto, a elaboração desse diagrama de transformação por resfriamento contínuo é de extrema importância para a evolução dos estudos nesse sistema de ligas, pois permite colaborar com maior entendimento das possíveis transformações de fases presentes nessa liga. Esse diagrama pode auxiliar trabalhos futuros na otimização da composição química e no processamento para obtenção das melhores características do produto dessas ligas.

Nas análises de dureza Vickers realizadas, em todas as taxas de resfriamento, observa-se uma coerência nos valores da dureza encontrados com o incremento desta taxa (Figura 4.16). Entretanto, ao avaliar o desvio padrão observa-se uma discrepância significativas nesses valores. Isso pode estar relacionado a fatores como: (i) o tamanho da amostra analisada, pois não permitiu um número maior de medidas por amostra na análise de microdureza ou o uso de macrodurômetro para condução das medidas; (ii) a estrutura bandada e a microestrutura grosseira, pois como as análises foram feitas de maneira aleatória a indentação pode ser realizada sobre a matriz ferrítica (macia), entre a matriz e a segunda fase e sobre a segunda fase, o que pode variar de forma significativa os valores de dureza e resultar em altos

valores do desvio padrão. Esse último fator foi evidente durante as análises ao observar irregularidades no formato das endentações, em função da zona de deformação para uma única endentação envolver um misto de fases.

A maioria dos estudos sobre os aços ferríticos de baixa densidade usam o software *Thermo-Calc* para identificar temperaturas de transformação de fase em ligas do sistema Fe-Mn-Al-C, entretanto, não apresentam uma confirmação experimental (LIU *et al.*, 2019c; SEOL *et al.*, 2013; SOHN *et al.*, 2014b). Este presente trabalho investigou as temperaturas das transformações de fases e a microestrutura de uma liga com alto teor de Al e adição de Nb de forma experimental, as distintas taxas aplicadas na dilatométrica, de acordo com a variação dos elementos de liga presentes na austenita, reflete significativamente na decomposição da austenita. Chen *et al.* (2017) relatou que em uma liga Fe-6Mn-5Al-0,3C a austenita transforma-se parcialmente em ferrita e carboneto k, dependendo da taxa aplicada, o que possibilita a presença de austenita retida. Como também essa austenita pode transformar em martensita, devido às condições aplicadas.

As condições de resfriamento avaliadas entre 1 e 50 °C/s, juntamente com a combinação dos elementos de liga dessa nova composição química, permitiram que ocorresse a supressão da formação de cementita, pois essa fase não foi observada em nenhuma análise realizada nas amostras obtidas após os ensaios de dilatométrica, conforme já foi discutido na amostra como recebida (JIN; LEE, 2012; KAAR *et al.*, 2018; KIM; SUH; KIM, 2013; SEOL, 2018).

4.3 ANÁLISES DO ENSAIO DE COMPRESSÃO PLANA A QUENTE

Os principais desafios da produção e comercialização dos aços de baixa densidade surgem das dificuldades de processamento e questões econômicas (RANA; LAHAYE; RAY, 2014). Embora se verifique na literatura importantes estudos nessas ligas, o processamento em grande escala necessita de maior compreensão.

Os tratamentos termomecânicos podem ser avaliados para obter maior controle no processamento dessas ligas. Com o intuito de verificar como ocorre o comportamento mecânico a quente e agregar novas perspectivas a literatura, foram realizados ensaios de compressão plana a quente em distintas taxas de deformação

nominal (0,01, 1 e 10 s⁻¹) nas temperaturas de deformação de 850, 950, 1050 e 1150 °C. A partir desse ensaio obteve-se as curvas de escoamento e, em seguida, foram determinados os parâmetros para definição das equações constitutivas que podem descrever o comportamento termomecânico da liga em estudo. Do mesmo modo, avaliou-se a evolução da microestrutura de acordo com o incremento da taxa e temperatura de deformação, em função dos fenômenos de recuperação e recristalização, ambas dinâmicas, para restauração da estrutura deformada a quente, em função do resfriamento imediato das amostras, tão logo, foram cessadas a deformação aplicada no simulador termomecânico Gleeble.

4.3.1 CURVAS DE ESCOAMENTO

Na Figura 4.17 são apresentados os resultados dos ensaios de compressão plana realizados nas temperaturas de 850, 950, 1050 e 1150 °C e taxas de deformação nominal de 0,01, 1 e 10 s⁻¹. Esses resultados estão na forma de curvas de escoamento (tensão-deformação verdadeira) e foram obtidos em ensaios com passe único de deformação, conforme descritos na seção 3.2.2.2.

De forma geral, as curvas do aço em estudo (Figura 4.17) exibem um comportamento não convencional quando comparado a um aço austenítico em alta temperatura (Figura 2.35). Nas curvas obtidas sob a menor taxa de deformação (0,01 s⁻¹) nas temperaturas de 1150 e 1050 °C observa-se um pico notório no início da deformação plástica (Figura 4.17(a)). Já nas temperaturas de 850 e 950°C, obtidas sob a mesma taxa de deformação nominal verifica-se curvas com múltiplos picos, destacados por setas vermelhas na Figura 4.17(a). Além destes aspectos, curvas de escoamento sem a presença de um estado estacionário bem definido e com uma diminuição da tensão em função do incremento da deformação são observadas para a liga em estudo.

Em todas as condições aplicadas, primeiramente a tensão de escoamento (Figura 4.17) aumenta ao passo que há um incremento da deformação até alcançar um valor de pico. Em seguida, devido aos mecanismos de amolecimento, a tensão diminui de diferentes maneiras, de acordo com as condições de temperatura e taxa de deformação aplicadas. Esse incremento da tensão pode ser atribuído ao efeito dominante dos mecanismos de endurecimento, em detrimento aos mecanismos de

amolecimento. Quando os mecanismos de endurecimento predominam, a resistência mecânica do material se eleva, enquanto a ductilidade decresce. McQUEEN *et al.* (2004) sugerem que esse endurecimento promovido pelo soluto seja uma das possíveis razões do aumento da tensão de escoamento. Os solutos presentes na solução sólida podem diminuir a recuperação dinâmica, aumentando a densidade de discordâncias, por meio da ancoragem, fato que se deve ao efeito da atmosfera de *Cottrell* ou redução na EDE (DIETER, 1988). Segundo BHADSHIA e HONEYCOMBE (2017), os precipitados gerados durante a laminação (precipitação induzida por deformação), de forma bem refinada e dispersa tem grande efeito no controle do tamanho dos grãos, mas também podem promover certo grau de endurecimento ao material. Entretanto, quando os mecanismos de amolecimento predominam, a resistência decresce, enquanto ocorre um incremento na ductilidade (DIETER, 1988; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Quando comparadas as condições aplicadas ao ensaio de compressão plana, observa-se que o valor da tensão de pico diminui com o aumento da temperatura para a mesma taxa de deformação. Ao incrementar a temperatura de deformação ocorre uma maior mobilidade dos contornos dos grãos e discordâncias, o que facilita anular os efeitos do endurecimento por deformação, resultando em uma diminuição da tensão de escoamento (SOZAŃSKA-JĘDRASIK; MAZURKIEWICZ; BOREK, 2018).

Em temperatura constante, a tensão de pico aumenta com o incremento da taxa de deformação. Esse fato ocorre devido à redução da duração da deformação com o aumento da taxa, favorecendo os mecanismos de endurecimento, como acúmulo de discordâncias, enquanto os mecanismos de amolecimento são inibidos, por não terem tempo para ocorrer resultando nesse incremento da tensão (XU; WU; CHEN, 2018). Deste modo, essa tensão de escoamento é sensível à temperatura e a taxa de deformação. Esse comportamento também foi observado nos trabalhos de LIU *et al.* (2019) (Figura 2.28), LI *et al.* (2017) (Figura 2.31), LI *et al.* (2016) (Figura 2.30) e XU, WU, CHEN (2018) (Figura 2.36).

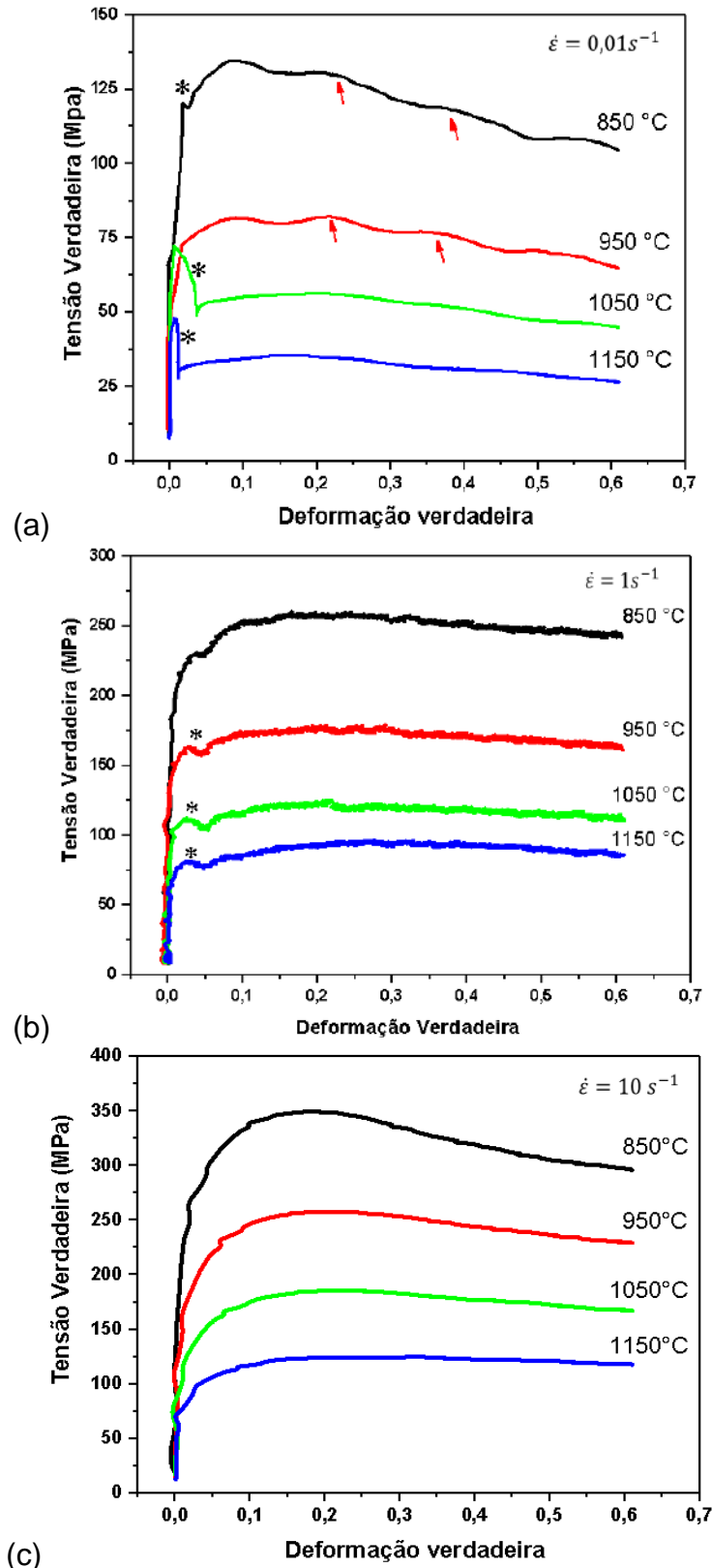


Figura 4.17 - Curvas de escoamento obtidas após ensaio de compressão plana.

Nas curvas de escoamento para as menores temperaturas (850 e 950 °C) aplicadas, após atingir a tensão de pico tem-se uma redução gradual da tensão,

resultante da atuação dos fenômenos de amolecimento, devido à possível eliminação de um grande número de discordâncias. Esse comportamento indica a ocorrência de recristalização dinâmica, que fica mais evidente nas curvas dessas temperaturas e na maior taxa de deformação nominal de 10 s^{-1} (Figura 4.17(c)). A cinética da recristalização dinâmica depende de diversos fatores externos e intrínsecos ao material, entre os quais estão a temperatura, taxa de deformação, tamanho do grão inicial e o percentual de elementos de liga. Esses fatores atuam de forma direta no nível de tensão alcançado na curva tensão-deformação crítica para a recristalização dinâmica (HAGHDADI *et al.*, 2017; XIE *et al.*, 2016; XU; WU; CHEN, 2018).

A redução dessa tensão de pico com o incremento da deformação foi menos acentuada até um estágio próximo ao equilíbrio, nas maiores temperaturas (1050 e 1150°C), o que pode indicar uma possível recuperação dinâmica (Figura 4.17). Em altas temperaturas, a deformação provoca o surgimento de uma alta densidade de discordâncias na estrutura celular, levando ao surgimento de subgrãos (contornos de baixo ângulo), que caracterizam a recuperação dinâmica. Conforme a deformação vai se desenvolvendo, a alta temperatura, há ocorrência de mecanismos de deslizamento cruzado e escalagem. Estes efeitos são normalmente observados em materiais com alta EDE, que auxiliam na constrição entre as discordâncias dissociadas e das consequentes mudanças nos planos de deslizamento, nos quais há uma progressão da deformação plástica com menor resistência, reduzindo os valores de tensão de pico (DOBRZAŃSKI; BOREK, 2011; LI *et al.*, 2017; LIU *et al.*, 2019c; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Um comportamento distinto observado, porém, sob forma aleatória, nas curvas de escoamento, foi um pico significativo no início da deformação plástica denominado aqui como ponto de escoamento, destacados com asteriscos na Figura 4.17. Os pontos de escoamento superior e inferior bem pronunciados podem ser observados na taxa de $0,01 \text{ s}^{-1}$ nas temperaturas de 1050 e 1150 °C (Figura 4.17(a)). Tal fenômeno primeiramente foi abordado em aços inoxidáveis duplex (MA *et al.*, 2015). Entretanto, outros trabalhos do mesmo sistema da liga em estudo apresentaram esse comportamento como LI (2016) (Figura 2.30), LI (2017) (Figura 2.31), MOZUMDER *et al.* (2018) (Figura 2.33) e XU,WU,CHEN (2018) (Figura 2.36). O ponto de escoamento pode ser explicado pela deformação não homogênea entre as fases

presentes em alta temperatura (ferrita δ e austenita). Os mecanismos de endurecimento e amolecimento atuam de forma distinta em cada fase. Quando deformada isoladamente a ferrita δ (CCC), é amaciada significativamente por meio de recuperação em baixas deformações, formando rapidamente uma estrutura de subgrãos. Já na austenita (CFC), a região de encruamento é mais extensa e promove um acúmulo de energia interna, conduzindo o material a uma recristalização dinâmica. Sabe-se que existem sistemas de deslizamentos pelos quais ocorrerá mais facilmente a movimentação das discordâncias por deslizamento cruzado e/ou escalagem. Apesar da estrutura CCC, em temperaturas mais baixas ao redor da temperatura ambiente para os aços, possuir um sistema de deslizamento formado por 12 combinações de direções e planos menos compactos que os da estrutura CFC. Quando em alta temperatura outros planos e direções, não tão compactos, se ativam resultando em 48 sistemas de deslizamentos, que se tornam operacionais na estrutura CCC permitindo maior movimentação das discordâncias, por deslizamento e escalagem, e, conseqüentemente, a tensão para iniciar a deformação vai ser menor. Enquanto a estrutura CFC, mesmo possuindo um sistema de deslizamento mais compacto, possui apenas 12 sistemas de deslizamento, em qualquer temperatura de estabilidade da estrutura que a deformação ocorra, necessitando de uma maior tensão para iniciar essa deformação. Então, em elevadas temperaturas, quando ocorre a deformação em materiais que coexistem fases CCC e CFC, em função da limitação dos sistemas de deslizamento nessas estruturas, a distribuição da deformação não é uniforme. Inicialmente, a deformação plástica se concentra na ferrita mais macia, ou seja, menos resistente a deformação plástica, acomodando a maior parte da deformação, enquanto a austenita mais dura, ou seja, mais resistente a deformação plástica, permanece elástica, promovendo um gradiente de deformação próximo aos contornos dos grãos. Esse gradiente acumulado, devido à formação de discordâncias, torna a ferrita δ tão dura quanto a austenita promovendo a transferência da carga para a austenita que ainda está se deformando elasticamente. O particionamento dessa deformação promove uma redução na tensão de escoamento, gerando, portanto, o ponto de escoamento (ABEDI *et al.*, 2017; HAGHDADI *et al.*, 2017; WU; ZHU, 2017; YANG *et al.*, 2016).

Nas curvas resultantes da aplicação de baixa taxa de deformação ($0,01 \text{ s}^{-1}$) e nas menores temperaturas (850 e 950 °C) foram observados múltiplos picos, destacados por setas vermelhas na Figura 4.17. Como a liga em estudo apresenta campo bifásico em alta temperatura ($\delta+\gamma$), é possível que as seguintes etapas possam ocorrer: ambos os grãos destas fases deformam elasticamente, a fase macia deforma plasticamente enquanto a mais dura deforma elasticamente e a etapa que ambas deformam plasticamente. A relação de deformação elasto-plástica, entre os grãos, pode ser a responsável pela formação desses múltiplos picos observados de forma aleatória (Figura 4.17(a)). Outro fato que pode ser responsável pela formação desses múltiplos picos é a ocorrência de um ciclo completo de deformação-recristalização dinâmica. A baixa taxa de deformação permite que a restauração se dê em ciclos completos, antes que o material seja encruado suficientemente para iniciar o próximo ciclo, gerando esses picos de tensão com uma certa periodicidade. Entretanto como a liga possui austenita e ferrita δ em alta temperatura é difícil definir qual fenômeno e fase foi a principal responsável por essa característica na liga em estudo (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005; SELLARS, 1990).

Desde modo, muitos fatores influenciam a natureza e a cinética dos fenômenos a quente, como a estrutura cristalina, composição química, EDE, tamanho inicial dos grãos, textura inicial e precipitados. Esse comportamento a quente fica mais difícil de ser avaliado quando se trata de materiais com campo bifásico em alta temperatura (XU *et al.*, 2019).

No material em estudo, ao avaliar o perfil das curvas de escoamento (Figura 4.17), observa-se um comportamento plástico não convencional e complexo apresentando ponto de escoamento e múltiplos picos. Esses comportamentos são resultantes do particionamento não homogêneo da deformação aplicada entre as fases presentes ($\delta+\gamma$) em função do comportamento elástico e plástico de cada fase. Além da possível influência da precipitação induzida por deformação. Nas menores temperaturas (850 e 950 °C), em todas as taxas de deformação avaliadas, o perfil das curvas de escoamento indicam a predominância do efeito da recristalização dinâmica. Já nas temperaturas de 1050 e 1150 °C tem-se uma maior tendência a predominância do fenômeno de recuperação dinâmica (LI *et al.*, 2017, 2016; LIU *et al.*, 2019c;

MOZUMDER *et al.*, 2018; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005; XU; WU; CHEN, 2018).

Na Figura 4.18, são apresentadas algumas relações entre a tensão e a deformação de pico juntamente com a temperatura e a taxa de deformação. Na Figura 4.18(a) observa-se que o valor da tensão de pico diminui com o incremento da temperatura e com o decréscimo da taxa de deformação. O incremento da temperatura permite maior quantidade de energia armazenada o que facilita a movimentação das discordâncias, favorecendo os efeitos de amolecimento que promovem a redução no valor da tensão de pico. Na Figura 4.18(b), observa-se que o incremento da taxa de deformação promove um aumento nos valores da tensão de pico. Esse fato pode estar relacionado com o tempo de duração da deformação aplicada. Nas maiores taxas de deformação, o tempo de atuação da deformação é curto, o que dificulta as modificações dos fenômenos de amolecimento resultando em altos valores da tensão de pico. Na Figura 4.18(c,d) tem-se a relação da deformação de pico em função da temperatura e da taxa de deformação. Os valores da deformação de pico variaram mais significativamente nas menores temperaturas (850 e 950 °C) e na taxa de deformação de $0,01 \text{ s}^{-1}$, enquanto segue uma tendência de incremento com o incremento da taxa e da temperatura de deformação. Entretanto, essa deformação de pico pode ser influenciada por diversos fatores como as condições da deformação, estados de tensões mais complexos (como é o caso de materiais bifásicos no processamento a quente), composição química, EDE, tamanho dos grãos iniciais, e existência/natureza precipitados, não sendo possível justificar qual desses fatores tiveram maior influência nessa variação (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

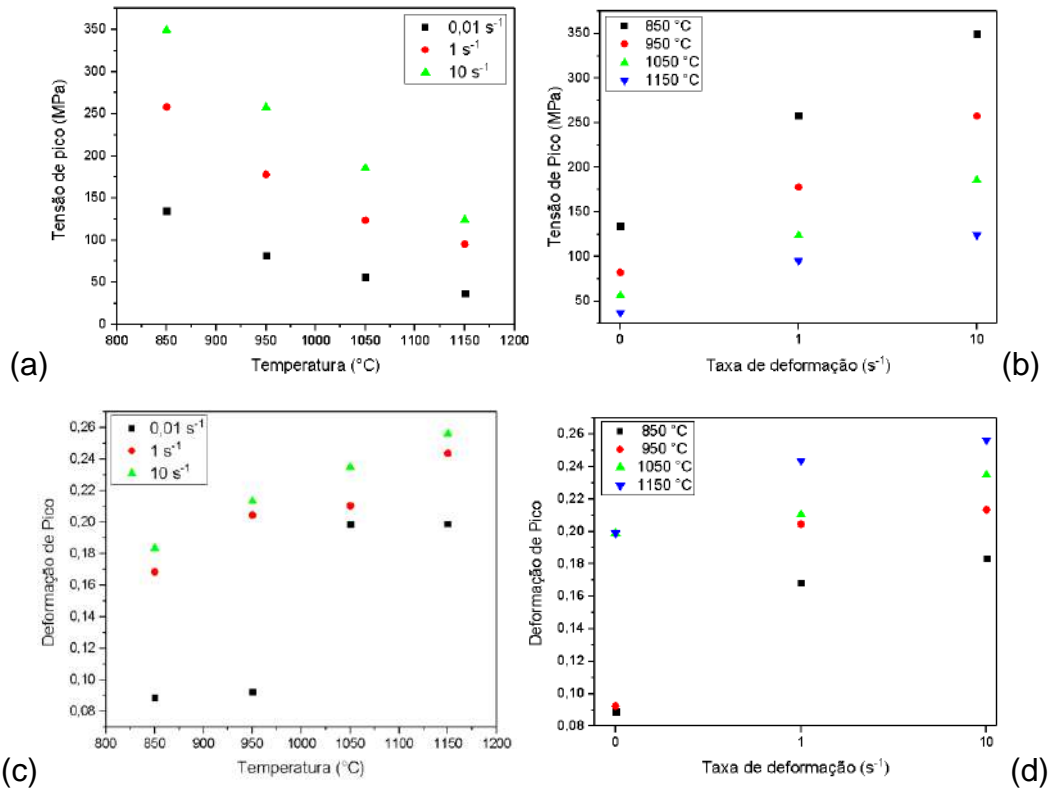


Figura 4.18 - Relação entre a temperatura e a taxa de deformação com: (a,b) Tensão de pico; (c,d) Deformação de Pico.

4.3.2 EQUAÇÕES CONSTITUTIVAS

As curvas de escoamento plástico da Figura 4.17 indica que o nível de tensão depende das condições de deformação. A partir dessas curvas gerou-se uma relação dos parâmetros de processamento utilizados com a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$), temperatura de deformação (T), tensão de pico (σ_p) e deformação de pico (ϵ_p), com o intuito de identificar a equação constitutiva do material em estudo. Estes parâmetros estão listados na Tabela 4.1. Pelos valores descritos na Tabela 4.1 pode-se observar que existe uma sensibilidade entre os valores de tensão de pico e temperatura de deformação em função das taxas de deformação avaliadas. Nas maiores taxas e menores temperaturas tem-se os maiores valores de tensão de pico. Quanto à determinação desses valores é importante salientar, que nas curvas que apresentaram ponto de escoamento, destacado com o asterisco na Figura 4.17, os valores da tensão de pico foram obtidos após esse pico significativo. Visto que nesse ponto de escoamento a deformação ainda era muito baixa. Nas curvas que não

apresentaram esse ponto de escoamento foi utilizado o maior valor da curva para a tensão de pico (POLIAK; JONAS, 1996; ZAMBRANO *et al.*, 2017; ZENER; HOLLLOMON, 1944).

Tabela 4.1 - Valores das tensões e deformações de pico obtidos a partir das curvas de escoamento da liga em estudo.

Taxa de deformação (s ⁻¹)	T (°C)	σ _p (MPa)	ε _p
0,01	850	134,61	0,088
	950	82,26	0,092
	1050	56,37	0,198
	1150	37,11	0,199
1	850	258,11	0,168
	950	177,80	0,204
	1050	123,79	0,210
	1150	95,36	0,243
10	850	349,70	0,184
	950	257,62	0,213
	1050	185,78	0,234
	1150	124,40	0,256

Usando os dados da tensão de pico da Tabela 4.1, as constantes materiais (A, B, C, *m* e *n*, α e β) foram calculadas a partir das equações 3.4 a 3.1 descritas na seção 3.2.2.2.

Aplicando-se logaritmos em ambos os lados das equações 3.5 ($\alpha\sigma < 0,8$) e 3.6 ($\alpha\sigma > 1,2$), tem-se as seguintes equações:

$$\ln \dot{\epsilon} = m \ln \sigma + \ln A - \frac{Q}{RT} \quad \text{Equação 4.1}$$

$$\ln \dot{\epsilon} = \beta \sigma + \ln B - \frac{Q}{RT} \quad \text{Equação 4.2}$$

Os valores da tensão de pico e a taxa de deformação apresentados na Tabela 4.1 em diferentes temperaturas, foram aplicados na Equação 4.1 e Equação 4.2, com auxílio do *Software Origin*, onde os dados foram ajustados por meio de regressões

lineares obtendo as relações de $\ln(\dot{\epsilon})-\ln(\sigma)$ (equação 4.1) e $\ln(\dot{\epsilon})-\sigma$ (equação 4.2), conforme apresentado na Figura 4.19.

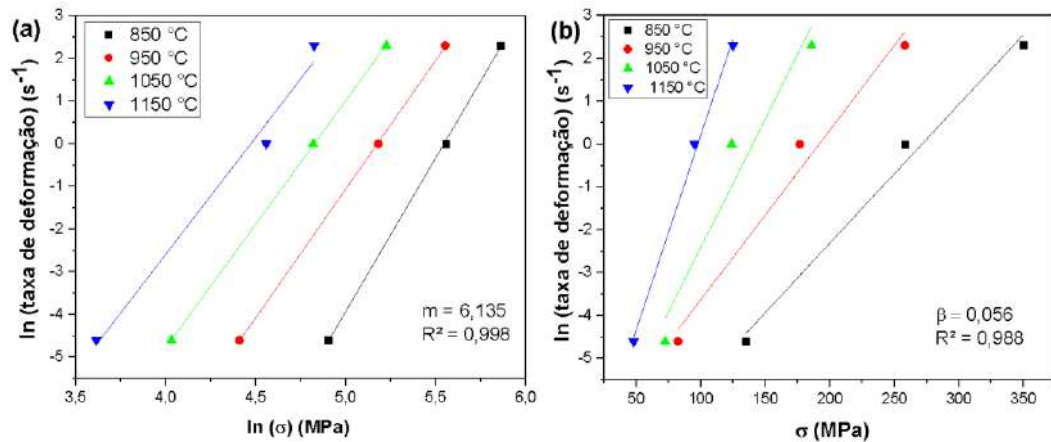


Figura 4.19 - As relações lineares de (a) $\ln(\dot{\epsilon})$ vs $\ln(\sigma)$ (equação 4.1); (b) $\ln \dot{\epsilon}$ vs σ (equação 4.2) da liga avaliada no presente estudo.

A partir do processo de regressão linear foi possível determinar os valores dos parâmetros m e β , os quais correspondem as inclinações das retas ajustadas $\ln \epsilon - \ln \sigma$ e $\ln \epsilon - \sigma$, respectivamente. Esses valores foram de $m = 6,135$, $\beta = 0,056$. Portanto, pela Equação 3.8 ($\alpha = \beta / m$), tem-se que $\alpha = 9,128 \times 10^{-3} \text{ MPa}^{-1}$.

Em seguida, o logaritmo foi aplicado em ambos os lados da Equação 3.7, obtendo:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln C + n \ln[\sinh(\alpha \sigma_p)] - \frac{Q}{RT} \quad \text{Equação 4.3}$$

Para uma temperatura de deformação constante, a Equação 4.3 pode ser ajustada para:

$$n = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha \sigma_p)]} \quad \text{Equação 4.4}$$

Por outro lado, quando a taxa de deformação for constante tem-se:

$$\frac{Q}{Rn} = \frac{\partial \ln[\sinh(\alpha \sigma_p)]}{\partial \left(\frac{1}{T}\right)} \quad \text{Equação 4.5}$$

Os dados obtidos foram submetidos ao ajuste de regressão linear em temperaturas constantes, obtendo-se a relação linear de $\ln(\dot{\epsilon}) - \ln[\sinh(\alpha \sigma)]$, conforme

apresentado na Figura 4.20. O expoente de tensão $n = 4,3628$ foi obtido através da inclinação da Equação 4.4.

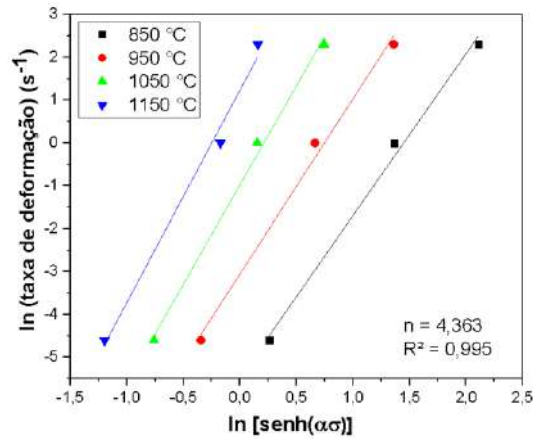


Figura 4.20 As relações lineares entre $\ln(\dot{\epsilon})$ e $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ da liga avaliada no presente estudo.

A partir da Equação 4.5, fez-se o ajuste dos dados para a regressão linear em taxas constantes, onde obteve a relação linear de $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - 1.000/T$, conforme apresentado na Figura 4.21. Combinando-se a Equação 4.3 e a Equação 4.5, determina-se a inclinação das retas que corresponde a $Q/(Rn)$.

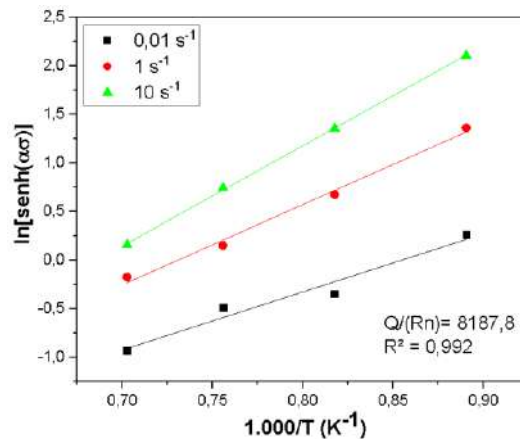


Figura 4.21 As relações lineares de $1.000/T$ e $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ da liga avaliada no presente estudo.

Com o valor da constante universal dos gases, $R = 8,3145 \text{ mol}^{-1}\text{K}^{-1}$ e o expoente de tensão $n = 4,363$ obtido pela relação linear apresentada na Figura 4.20, determinou-se a energia de ativação térmica para deformação a quente da liga em estudo que foi de $Q = 297 \text{ KJ/mol}$. A energia de ativação aparente dá uma indicação sobre a resposta da tensão de escoamento em relação ao trabalho mecânico a quente do material. O

teor de elementos de liga pode influenciar o valor dessa energia de ativação térmica para deformação. Na Tabela 4.2 é apresentado um compilado de valores da energia de ativação térmica para deformação a quente encontrados na literatura para ligas do sistema Fe-Mn-Al-C, com mesmo estado de deformação a partir de ensaios de compressão. Porém, estas ligas possuem composições distintas do material em estudo, algumas que apresentam somente γ e outras com $\gamma+\delta$ em alta temperatura. Sabe-se que o valor da energia de ativação para a deformação é um indicativo da resistência mecânica do material, pois sugere a energia necessária para a ativação dos mecanismos de amolecimento, que reduzirão sua resistência à deformação a quente.

Comparando o valor obtido na presente tese com os valores encontrados na literatura (Tabela 4.2) para a energia de ativação para deformação (Q), verifica-se que o mesmo é relativamente baixo, quando comparado aos outros valores, o que indica que a liga tem menor resistência em relação a deformação a quente, que as outras ligas listadas na Tabela 4.2. Além de apresentar uma certa proximidade quando comparado aos demais, em termos de ordem de grandeza, principalmente utilizando as mesmas condições de deformação, como o trabalho de LI *et al.* (2017). Quanto menor for o valor da energia de ativação para deformação, mais atuantes serão os mecanismos de amolecimento que, por consequência, acarretariam uma menor tensão de escoamento e isso refletiria em maior facilidade de realizar o processamento a quente.

KALANTARI *et al.* (2021) justificam que a ampla faixa de variação dos valores da energia de ativação para deformação está relacionada com os mecanismos de deformação/restauração dominantes em cada condição. Os autores descrevem a partir de mapas de processamento que podem ocorrer influência da faixa de temperatura e taxa de deformação em cada domínio avaliado, resultando em uma variação significativa no valor dessa energia de ativação para deformação a quente.

Tabela 4.2 - Valores da energia de ativação para a deformação a quente de alguns aços encontrados na literatura em comparação com o aço em estudo.

Material	Condição de deformação	Fase	Q (kJ/mol)	Referência
Fe-0,77Mn-7,10Al-0,45C-0,31Nb	850-1150 °C 0,01–10 s ⁻¹	γ+δ	297	Presente estudo
Fe-8Mn-6Al-0,2C	850-1150 °C 0,01–10 s ⁻¹	γ+δ	335	(LI <i>et al.</i> , 2017)
Fe-26MN-8Al-1C	850-1150 °C 0,001–10 s ⁻¹	γ	394	(WU <i>et al.</i> , 2019)
Fe-26MN-10Al-1C	850-1150 °C 0,001–10 s ⁻¹	γ+δ	443	(WU <i>et al.</i> , 2019)
Fe-27Mn11,5Al0,95C	900-1150 °C 0,01–10 s ⁻¹	γ+δ	294	(LI <i>et al.</i> , 2016b)
Fe-11Mn-10Al-0,9C	800-900 °C 0,001–10 s ⁻¹	γ+δ+k	601	(LIU <i>et al.</i> , 2019c)
Fe-11Mn-10Al-0,9C	950-1100 °C 0,001–10 s ⁻¹	γ+δ	356	(LIU <i>et al.</i> , 2019c)
Fe-25Mn-3Al-0,1C	900-1100 °C 0,005–5 s ⁻¹	γ	397	(HAMADA; KARJALAINEN; SOMANI, 2007)
Fe-11,15Mn-5,6Al-0,07C	800-1100 °C 0,001–0,1 s ⁻¹	γ+δ	405	(KALANTARI <i>et al.</i> , 2021)

A partir das curvas de escoamento pode-se avaliar diretamente a resistência do material. Todavia, a determinação da equação constitutiva do material é bastante útil na avaliação dos parâmetros a serem aplicados em processos industriais, além de auxiliar em cálculos que permitam inferir outras condições que podem ser aplicadas. Dessa forma, realizou-se a determinação da equação constitutiva a partir da equação de Arrhenius para todo o domínio de tensão que foi simplificada para a forma de seno hiperbólico descrito na Equação 3.7 baseada nos cálculos apresentados por alguns trabalhos da literatura como LI *et al.* (2016) e WU *et al.* (2019).

Os dados obtidos anteriormente e a função do seno hiperbólico, Equação 3.7, que relaciona o parâmetro de Zener-Hollomon (Z) com a tensão, foram utilizados para descrever a equação constitutiva para a liga em estudo. Após todos os cálculos, a expressão do parâmetro Zener-Hollomon (Z) da liga investigada em função da temperatura (T) e da taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) é:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{297008}{8,3145T}\right) \quad \text{Equação 4.6}$$

O valor de Z em diferentes temperaturas e taxas de deformação pode ser obtido a partir da Equação 4.6.

Aplicando-se o logaritmo em ambos os lados da Equação 3.7.

$$\ln Z = \ln C + n \ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] \quad \text{Equação 4.7}$$

A partir da Equação 4.7 foram obtidos $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ e $\ln(Z)$, e estes dados foram submetidos ao ajuste de regressão linear em diferentes temperaturas, conforme apresentado na Figura 4.22. Combinando-se com a Equação 4.7, obtém-se $\ln(C)$ que é a interseção da reta. Essa interseção foi determinada pelo ajuste $\ln(C) = 25,997$, e o valor de $C = 1,952 \times 10^{11}$.

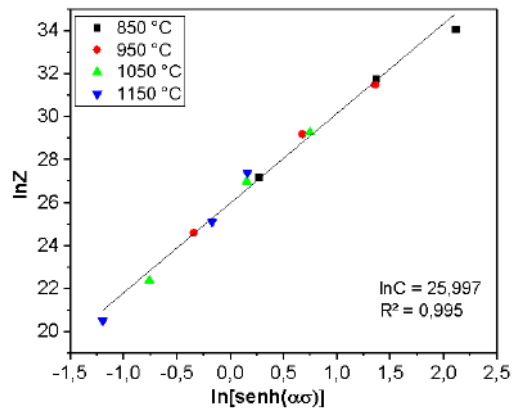


Figura 4.22 - As relações lineares entre $\ln(Z)$ e $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ da liga avaliada no presente estudo.

Com as propriedades da função do seno hiperbólico, a Equação 4.7 pode ser reescrita como:

$$\left(\frac{Z}{C}\right)^{\frac{1}{n}} = \sinh(\alpha\sigma_p) = \frac{1}{2}(e^{\alpha\sigma_p} - e^{-\alpha\sigma_p}) \quad \text{Equação 4.8}$$

A qual pode ser resolvida para a tensão de pico, ou seja:

$$\sigma_p = \frac{1}{\alpha} \ln \left\{ \left(\frac{Z}{C}\right)^{\frac{1}{n}} + \left[\left(\frac{Z}{C}\right)^{\frac{2}{n}} + 1 \right]^{\frac{1}{2}} \right\} \quad \text{Equação 4.9}$$

A partir dos valores de C , α , n e Q aplicados na Equação 4.9 e combinando-se à Equação 4.6, a equação constitutiva em função da tensão de pico e temperatura para a liga em estudo foi obtida:

$$\dot{\varepsilon} = 1,952 \times 10^{11} [\sinh(0,009\sigma_p)]^{4,363} \exp\left(\frac{-297008}{8,3145T}\right) \quad \text{Equação 4.10}$$

Com: $\dot{\varepsilon}$ = Taxa de deformação (s^{-1}); σ = Tensão de pico (MPa); T = Temperatura (K).

A precisão da equação constitutiva calculada (Equação 4.10) foi verificada por meio da comparação dos dados experimentais com os valores obtidos por esta equação. A partir da aplicação de cálculos, no sentido de avaliar a aderência e o erro de previsão desses parâmetros, conforme trabalhos encontrados na literatura (HE *et al.*, 2017; LI *et al.*, 2016a, 2018; XIE *et al.*, 2016; XU; WU; XIE, 2018; ZHANG *et al.*, 2013).

A partir da Equação 4.10 foram calculadas as tensões de pico respectivas para cada taxa de deformação e temperatura aplicada no ensaio experimental, como apresentado na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 - Valores da tensão de pico obtidos nos ensaios experimentais e calculados a partir da equação constitutiva obtida para a liga em estudos.

Taxa de deformação(s ⁻¹)	T (°C)	Tensão de pico (MPa)	
		Experimental	Calculada
0,01	850	134,61	121,09
	950	82,26	74,91
	1050	56,37	47,23
	1150	37,11	31,09
1	850	258,11	226,92
	950	177,80	164,68
	1050	123,79	116,99
	1150	95,36	82,68
10	850	349,70	284,34
	950	257,62	219,59
	1050	185,78	166,87
	1150	124,40	125,21

A tensão de pico calculada foi comparada com a tensão de pico obtida a partir da curva de escoamento após ensaio de compressão plana (Tabela 4.3) para encontrar o erro relativo percentual, apresentado na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 - Erro relativo percentual determinado entre os valores experimentais e calculados para as tensões de pico nas diferentes condições de ensaios.

	Temperatura (°C)			
	850	950	1050	1150
$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	Erro relativo percentual (%)			
0,01	10,04	8,94	16,21	16,22
1	12,08	7,38	5,49	13,30
10	18,69	14,76	10,18	0,65

A correlação entre a tensão de pico experimental e a tensão de pico calculada pela Equação 4.10 é apresentada na Figura 4.23. A partir dos dados dos erros relativos da Tabela 4.4 foram calculados os valores do erro relativo percentual médio (Equação 4.11) e o coeficiente de correlação (R^2), obtendo-se AARE = 11,16% e $R^2 = 0,9903$, respectivamente. O valor de R^2 indica uma boa correlação entre os dados previstos e experimentais. É amplamente admitido que o valor de R^2 seja utilizado para explicar a relevância do ajuste linear entre o experimental e os dados calculados. Já o valor AARE é calculado por meio de uma comparação termo a termo do erro relativo e é um parâmetro estatístico imparcial para medir a previsibilidade de um modelo.

O valor de AARE encontrado para a liga em estudo pode ser considerando elevado em relação aos valores observados na literatura (HE *et al.*, 2017; LI *et al.*, 2016a, 2018; XIE *et al.*, 2016; XU; WU; XIE, 2018; ZHANG *et al.*, 2013). Entretanto, essa variação nos valores pode ser atribuída a alguns fatores como, por exemplo, a composição química, a questão do material ser monofásico ou bifásico em alta temperatura e, sobretudo, da forma como foi obtido o valor da tensão de pico a partir das curvas de escoamento. O material em estudo apresentou um comportamento não convencional das curvas de escoamento, com a presença de ponto de escoamento, além de múltiplos picos. A forma adotada para definir a tensão de escoamento representativa, como a tensão de pico, indica a necessidade de uma melhor avaliação e talvez modificações, principalmente naquelas curvas que apresentaram ponto de escoamento, destacados com * na Figura 4.17. Estes fatores citados podem ter contribuído com erros cumulativos nas etapas de identificação dos parâmetros da equação constitutiva adotada para descrever o comportamento a quente da presente liga nas gamas de temperaturas (850 a 1150°C) e taxas nominais de deformação (10^{-2} a 10 s⁻¹). Deste modo, o valor obtido para AARE junto com a qualidade do ajuste R^2 da correlação linear entre as previsões e medidas

experimentais, Figura 4.23, indicam que os parâmetros identificados para a equação constitutiva na forma de seno hiperbólico, permitem uma primeira aproximação para descrever a relação entre a tensão de escoamento, taxa de deformação e temperatura de deformação da liga investigada neste trabalho.

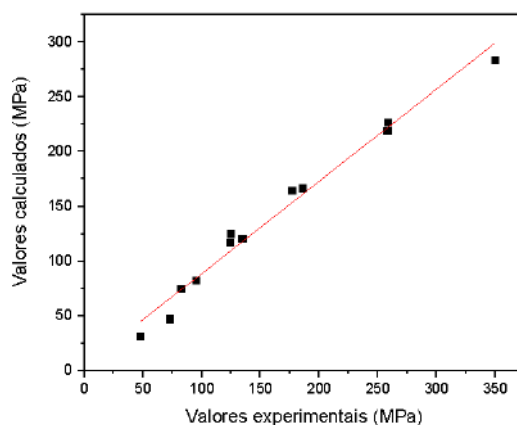


Figura 4.23 - Correlação entre os valores experimentais e calculados para a tensão de pico da liga avaliada no presente estudo.

4.3.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL APÓS ENSAIO DE COMPRESSÃO PLANA

Durante a deformação a quente de materiais bifásicos o comportamento mecânico depende das características plásticas de cada uma das fases, das proporções, distribuições e formas, além da natureza dos contornos que separam estas fases. Para melhor entender o que ocorreu durante a deformação a quente da liga em estudo, foram realizadas análises microestruturais a partir de análises de difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura (SE/EBSD). A região central das amostras foi escolhida como a área de observação da microestrutura, por representar o estado real de deformação no ensaio de compressão plana, conforme já foi descrito na seção 3.2.2.2.

4.3.3.1 ANÁLISES DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Da Figura 4.24 a Figura 4.26 são apresentados os difratogramas das amostras obtidas após os ensaios de compressão plana a quente. Em todos os difratogramas, observa-se a presença de picos de difração referentes aos planos de uma estrutura

CCC: (110), (200), (211) nos ângulos de difração de aproximadamente 51,9°, 76,6° e 98,7°, respectivamente. Os planos referentes a uma estrutura CFC: (111), (200), (220), nos ângulos de difração de aproximadamente 50,1°, 58,5° e 87,4°, respectivamente, também foram observados nos difratogramas obtidos. Não foi observado em nenhum difratograma a presença de picos de difração referentes ao carboneto k.

Os difratogramas (Figura 4.24 a Figura 4.26) apresentaram picos referentes aos planos (111) e (200) nos ângulos de difração de aproximadamente 40,7° e 47,4°, respectivamente, provavelmente seja do NbC. Apesar dos difratogramas apresentarem apenas 2 picos referentes aos ângulos de difração descritos acima, não existe nenhuma outra fase possível para o sistema que coincida com esses picos de difração, assim supõe serem realmente provenientes do NbC. Visto que a liga possui alto teor de Nb, além de evidências no diagrama de equilíbrio obtido via *Thermo-Calc* que esse carboneto forma em uma fração significativa e não é possível uma completa dissolução do NbC nas condições avaliadas (MANNAN; GILBERTO; ELENA, 2017). Sabe-se que essa precipitação, além da forte influência da composição química, também é influenciada pelos parâmetros dos processos aplicados durante a conformação mecânica a quente (grau de deformação, taxa de deformação e velocidade de resfriamento) (LEBON; DESAINT-MARTIN, 1977; KANG *et al.*, 2011; MEYERS; CHAWLA, 1982). Sabe-se que a adição de Nb atrasa a recristalização da austenita, devido à presença desse elemento em solução sólida ou na forma de precipitados, que impedem o movimento dos contornos de grãos e das discordâncias e, portanto, aumenta a temperatura de início da recristalização (ALANEME; OKOTETE, 2019; RAJINIKANTH *et al.*, 2019). Assim, a presença desses picos de difração referentes ao NbC, indica que a composição química e as condições aplicadas favoreceram a precipitação induzida por deformação desse carboneto durante os ensaios de compressão plana a quente. Essa precipitação de NbC pode ter influenciado a recristalização da austenita.

No entanto, como foi destacado na seção 3.2.3.3, a análise de difração de raios X para as amostras de compressão plana, foi conduzida com intuito, tão somente, qualitativo para identificação das fases presentes. Em função de limitações da área analisada como: linhas de fluxo provenientes da deformação nesse tipo de ensaio, o aspecto grosseiro da microestrutura e possibilidade de variação

microestrutural/composicional da placa do esboço que define a condição como recebida para permitir uma avaliação quantitativa (Figura 3.11). Desta forma, não se pode inferir quanto a fração de fases presentes, em cada condição submetida na compressão plana, as temperaturas e as taxas distintas de deformação, em função das intensidades relativas dos picos difratados das distintas fases presentes. Assim, pode-se apenas destacar que independente da temperatura de deformação e/ou taxa de deformação há indícios da ocorrência da precipitação induzida por deformação do NbC, possivelmente, nos grãos austeníticos, devido à deformação ocorrer em campo bifásico ($\delta + \gamma$). Além disto, parte do NbC origina-se daquele que já estava presente na condição como recebida (Figura 4.3), que possivelmente, se manteve presente ao final dos 300 s do tempo de encharque na temperatura de 1250 °C nos corpos de prova da compressão plana, como é suportado pelos dados termodinâmicos obtidos na simulação do *Thermo-Calc* realizada por BAËTA JÚNIOR (2020).

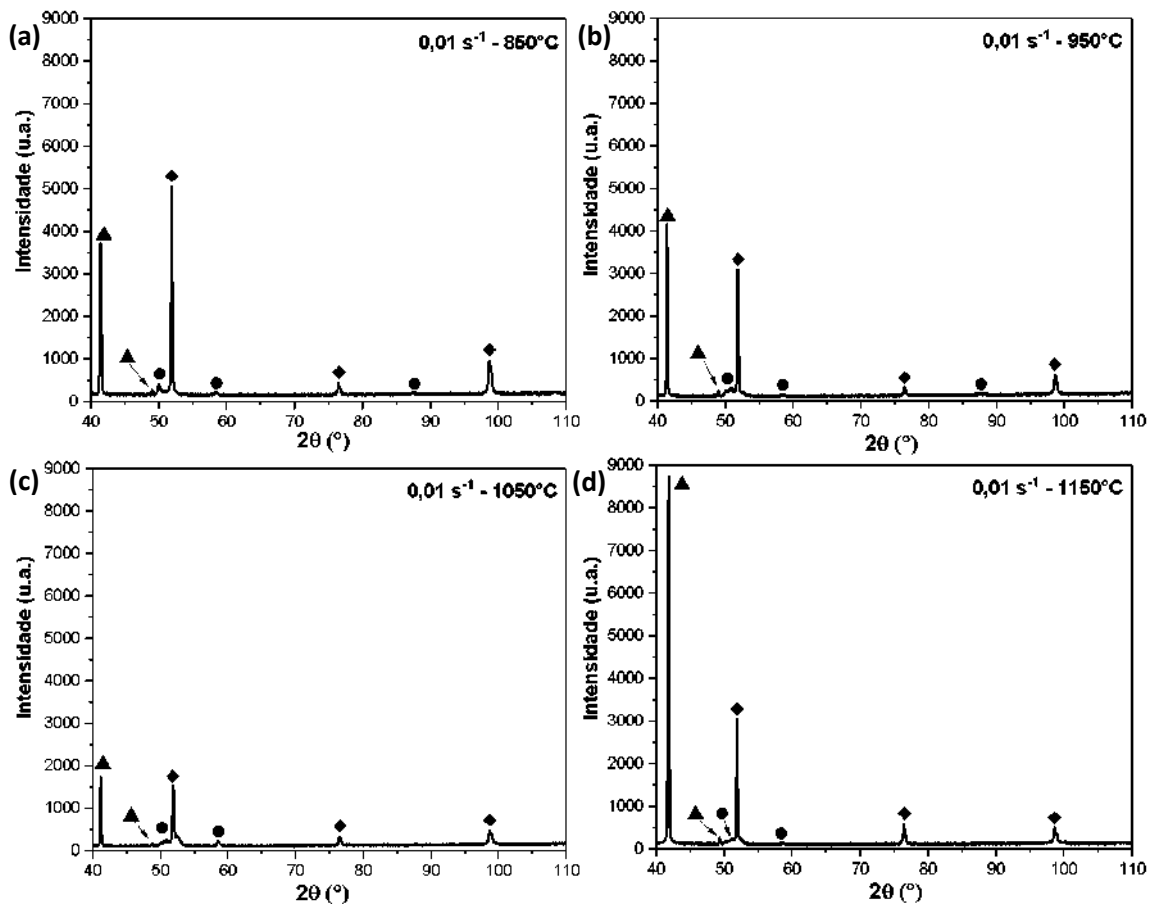


Figura 4.24 - Difratomogramas das amostras obtidas após ensaio de compressão plana na taxa de deformação de $0,01\text{s}^{-1}$: (a) 850 °C; (b) 950 °C; (c) 1050 °C; (d) 1150 °C, (●) FCC (111), (200), (220); (◆) CCC (110), (200), (211); (▲) NbC (111), (200)), (radiação: $\text{Co-K}\alpha$).

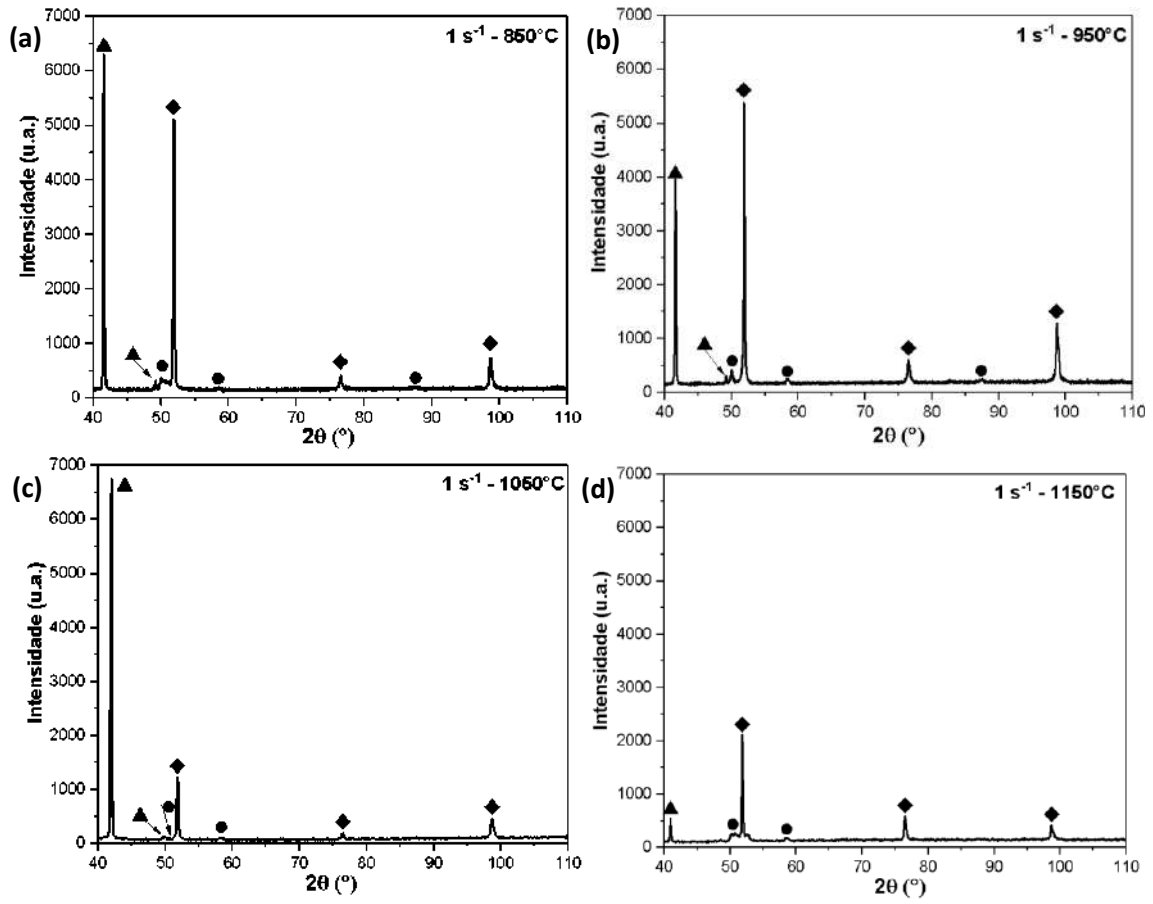


Figura 4.25 - Difratoogramas das amostras obtidas após ensaio de compressão plana na taxa de deformação de 1 s^{-1} : (a) 850°C ; (b) 950°C ; (c) 1050°C ; (d) 1150°C , (●) CFC (111), (200), (220); (◆) CCC (110), (200), (211); (▲) NbC (111), (200), (radiação: Co- k_α).

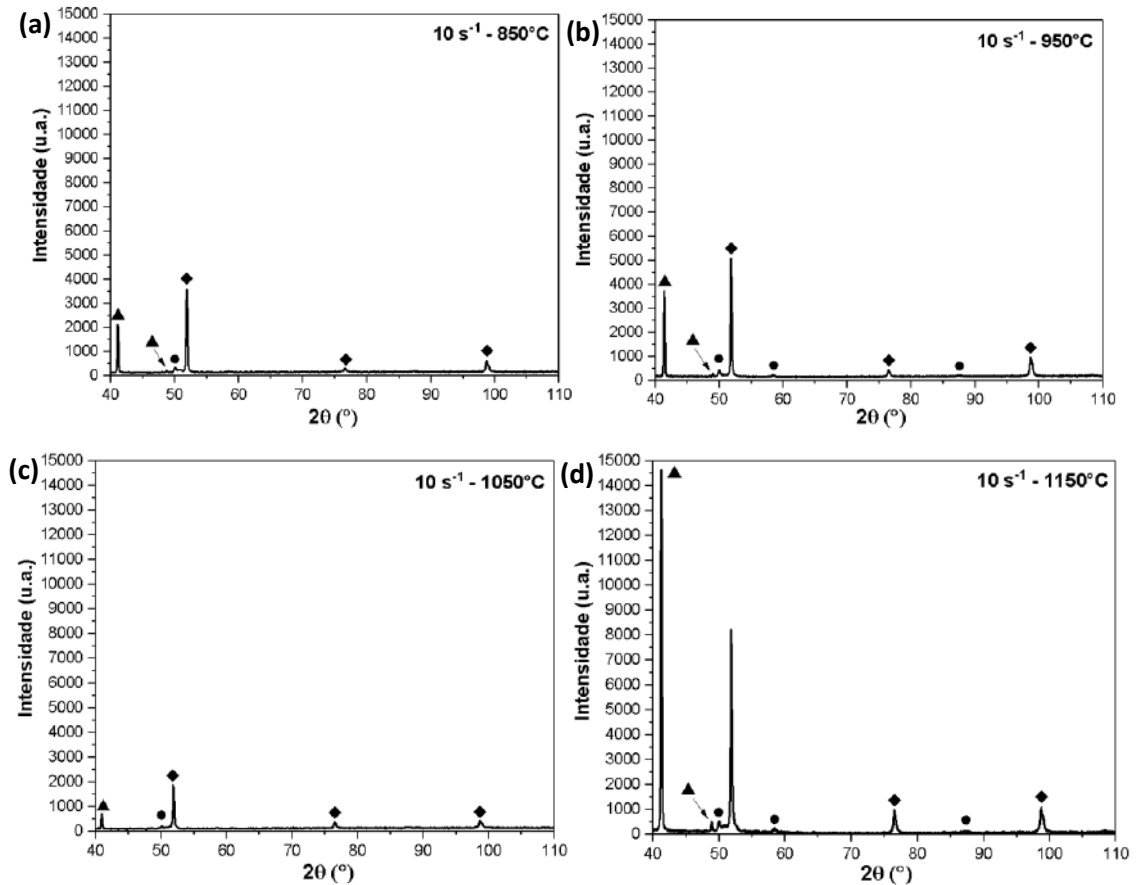


Figura 4.26 - Difratoogramas das amostras obtidas após ensaio de compressão plana na taxa de deformação de 10 s^{-1} : (a) 850°C ; (b) 950°C ; (c) 1050°C ; (d) 1150°C , (●) CFC (111), (200), (220); (◆) CCC (110), (200), (211); (▲) NbC (111), (200)), (radiação: $\text{Co-K}\alpha$).

4.3.3.2 ANÁLISES VIA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Da Figura 4.27 a Figura 4.32, tem-se as microestruturas obtidas após os ensaios de compressão plana, que estão divididas em grupos de acordo com a taxa de deformação ($0,01$, 1 , 10 s^{-1}) imposta nas temperaturas de deformação de 850 , 950 , 1050 e 1150°C .

Em geral, os materiais com a presença de ferrita δ e austenita nas temperaturas de reaquecimento ($\sim 1250^\circ\text{C}$), posterior a laminação a quente, apresentam grãos de ferrita δ deformados paralelamente a direção de laminação. Por outro lado, os grãos de austenita podem ser refinados por recristalização, dependendo das condições aplicadas. Esse comportamento foi observado na liga em estudo nas condições avaliadas.

Após o ensaio de compressão plana, observa-se uma microestrutura bandeada que compreende uma matriz ferrítica (δ) juntamente com uma segunda fase em alto relevo, através de análises via MEV/SE. Essa segunda fase está na região que compreende a fase austenítica em alta temperatura, devido ser possível inferir os contornos prévios da austenita, revelado pelo ataque com Nital 3%. Essa observação é feita em função da natureza da transformação martensítica, que se nucleiam no contorno do grão de austenita e cresce no interior deste mesmo grão. A presença de uma fase (CCC) (δ) restringe o crescimento da outra fase (γ). De certa forma, as estruturas CCC possibilitam uma maior mobilidade atômica, na faixa da temperatura de análise. Isso favorece o processo de difusão, resultando em grãos razoavelmente maiores da fase CCC quando comparados à fase CFC. Essas características também foram observadas nos trabalhos de BAUSCH *et al.*, (2013), FROMMEYER, BRÜX, (2006), CHEN *et al.* (2017) e SHIN *et al.*(2010) (Figura 2.23). Nestes, foram observadas a formação das bandas de ferrita δ em microestruturas de aços do sistema Fe-Mn-Al-C após laminação a quente. Esses autores também descreveram que o alto teor de Al, provavelmente, tenha influência na formação das faixas de ferrita δ paralelas à superfície da tira, na direção de laminação.

Do ponto de vista dos componentes microestruturais, durante o trabalho mecânico a quente ocorre a partição dos elementos de liga entre as fases presentes, seguida pela transformação da austenita. Os grãos em baixo relevo em meio as regiões de austenita prévia, possivelmente, seja ferrita α pró-eutetóide. Isto se explica em função da observação da microestrutura no MEV/SE após ataque com Nital 3% e ser uma fase proveniente da austenita, conforme destacado da Figura 4.27 a Figura 4.32. SHIN *et al.* (2010) também observaram essa ferrita α no interior da austenita, assim como, na interface da ferrita δ e austenita em amostras obtidas após ensaios de compressão em alta temperatura. Estes autores verificaram que nas menores temperaturas (1000 e 1100 °C), os grãos de ferrita são nucleados a partir dos grãos de austenita e na interface δ/γ . Já nas maiores temperaturas, os grãos de ferrita α podem ser nucleados em discordâncias dentro dos grãos de austenita, em função da formação de subgrãos no processo de encruamento em estrutura de alta EDE. Eles também descrevem que esses grãos de ferrita provenientes da austenita (ferrita α pró-eutetóide) são mais refinados do que os grãos de ferrita existentes (ferrita δ), e os

existentes tornam-se mais refinados de acordo com a quantidade de deformação. KALANTARI *et al.* (2021) descrevem, a partir de uma investigação detalhada dos mapas de fase obtidos via EBSD/MEV de um aço de baixa densidade (Fe-11,15Mn-5,6Al-0,07C(%p.)) que também possui a presença de ferrita proveniente da austenita. A transformação dinâmica de austenita em ferrita, ocorreu principalmente nas microestruturas que foram deformadas sob taxa de deformação de $0,1 \text{ s}^{-1}$, a qual resultou na formação de grãos refinados de ferrita dentro da austenita. Esse comportamento também foi observado na liga em estudo, porém, com uma redução na fração de ferrita α pró-eutetóide com o incremento da temperatura de deformação, para uma mesma taxa de deformação.

A austenita também se transformou em martensita induzida termicamente com morfologia lenticular (Figura 4.27 a Figura 4.32), devido ao resfriamento acelerado que foi aplicado, propositalmente, de modo a se ter um “congelamento” do aspecto microestrutural desenvolvido em alta temperatura. Esse resfriamento acelerado permite observar evidências da condição microestrutural desenvolvida logo após cessada a deformação. A martensita presente na microestrutura resultante da transformação da austenita, após o resfriamento acelerado, provavelmente também apresenta com estruturas cristalinas CCC (α') e TCC (α''), conforme já foi discutido na seção 4.2.2. A taxa de resfriamento aplicada após a deformação é maior de $5 \text{ }^\circ\text{C/s}$ e talvez seja próximo a $50 \text{ }^\circ\text{C/s}$, pois evidencia-se a formação da martensita, que pode ser CCC (α') e TCC (α'') (Figura 4.11), e a condição de encharque em ambos ensaios são as mesmas ($1250 \text{ }^\circ\text{C}$ por 300 s).

Conforme observado nos difratogramas tem-se a possibilidade de uma intensa precipitação induzida pela deformação de NbC, acredita-se que as regiões destacadas nas micrografias, conforme a Figura 4.28(c), Figura 4.29(c,f), seja possivelmente esses carbonetos formados de forma refinada em meio a austenita, visto que alto teor de Nb promoveria essa grande fração de NbC. Entretanto, não foi realizada análises químicas ou estruturais nestes constituintes com a morfologia refinada, destacada que confirme ser o NbC, mas esse fato corrobora tanto com as análises de difração de raios X quanto com as simulações via *Thermo-Calc*.

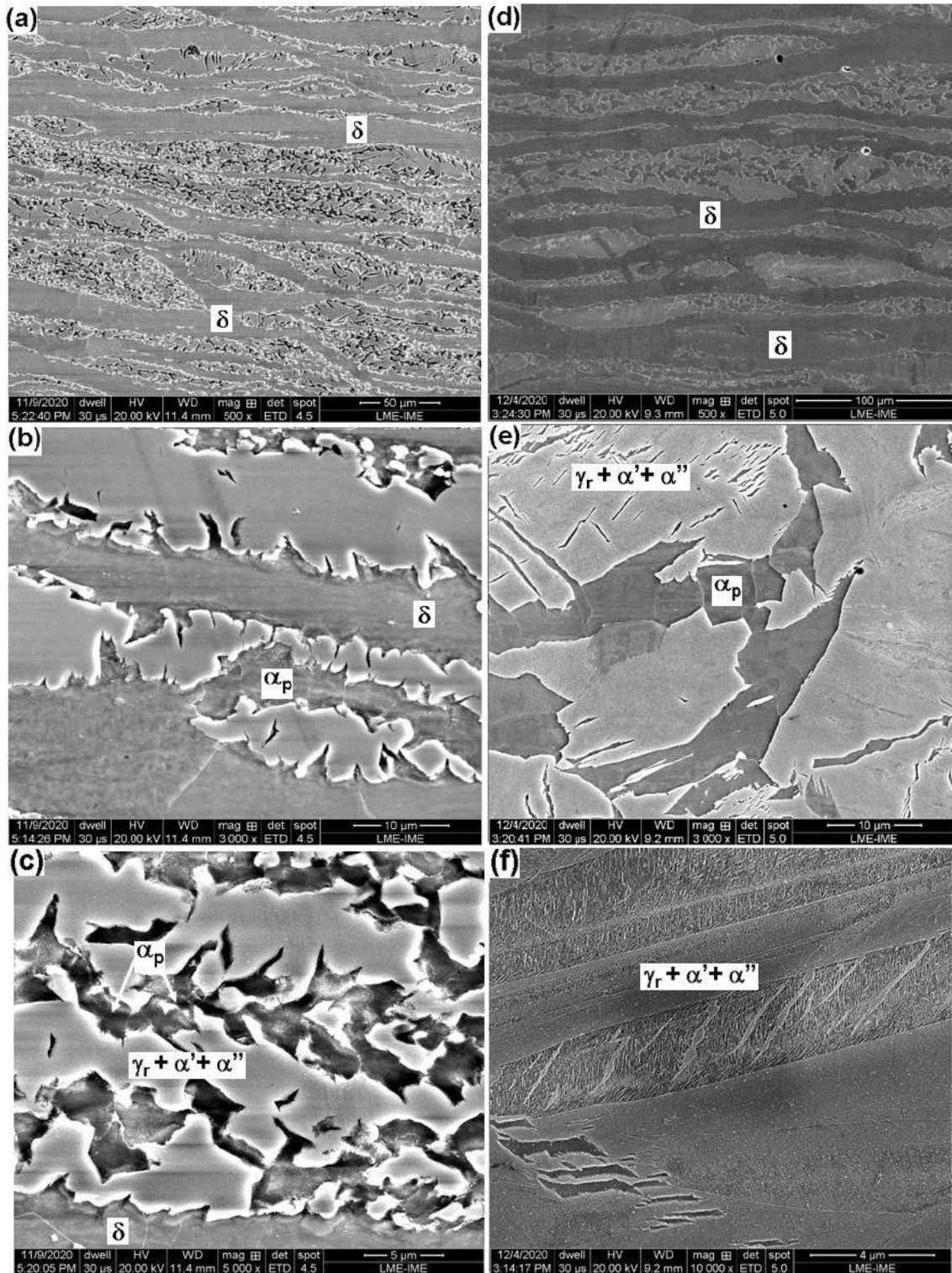


Figura 4.27 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas após ensaio de compressão plana com taxa de deformação de $0,01 \text{ s}^{-1}$ a $850 \text{ }^\circ\text{C}$: (a) 500x; (b) 3000x; (c) 5000x e $950 \text{ }^\circ\text{C}$: (d) 500x; (e) 3000x; (f) 10000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α'' = Martensita TCC).

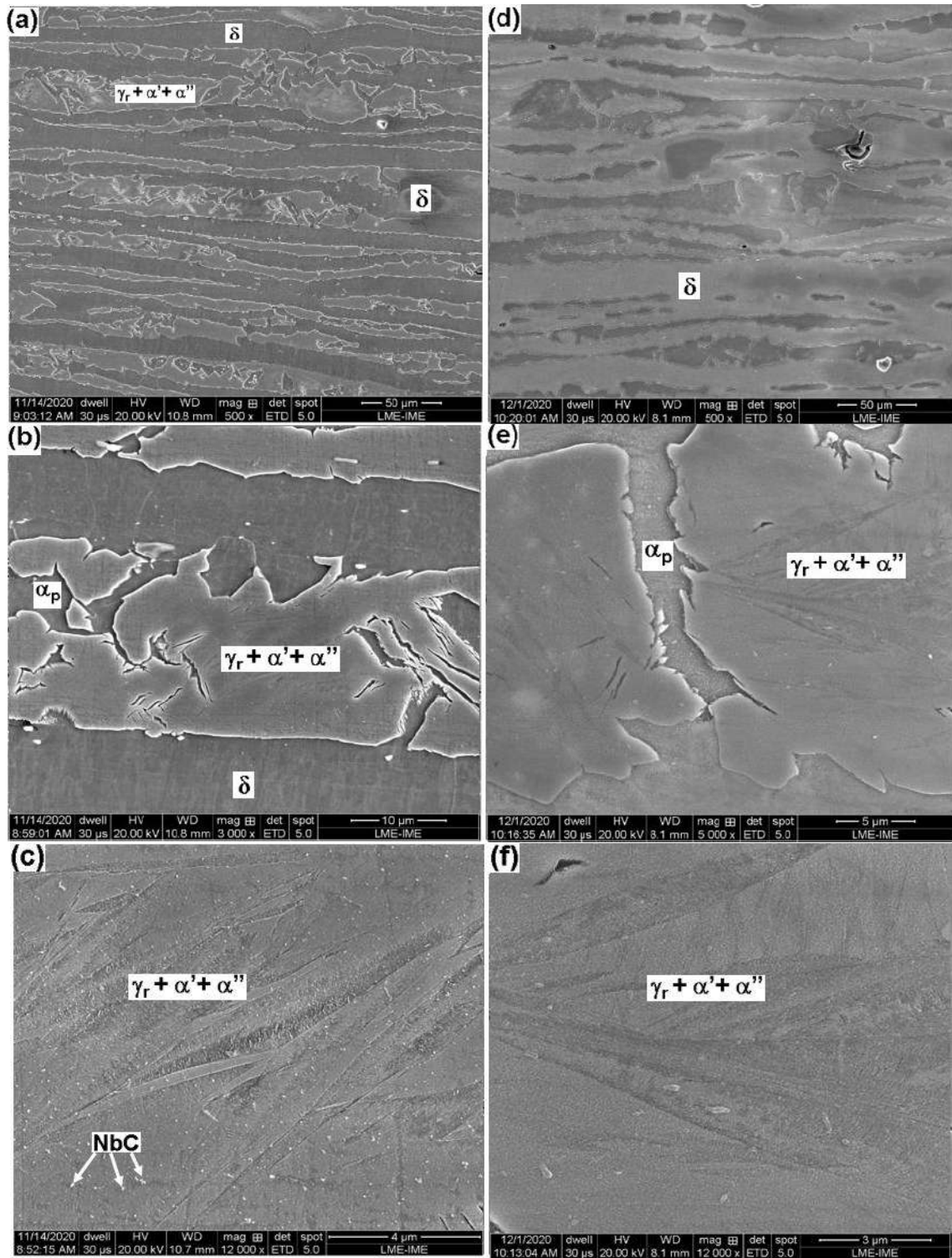


Figura 4.28 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas após ensaio de compressão plana com taxa de deformação de $0,01 \text{ s}^{-1}$ a $1050 \text{ }^\circ\text{C}$: (a) 500x; (b) 3000x; (c) 12000x e 1150°C :(d) 500x; (e) 5000x; (f) 12000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CC; α'' = Martensita TCC).

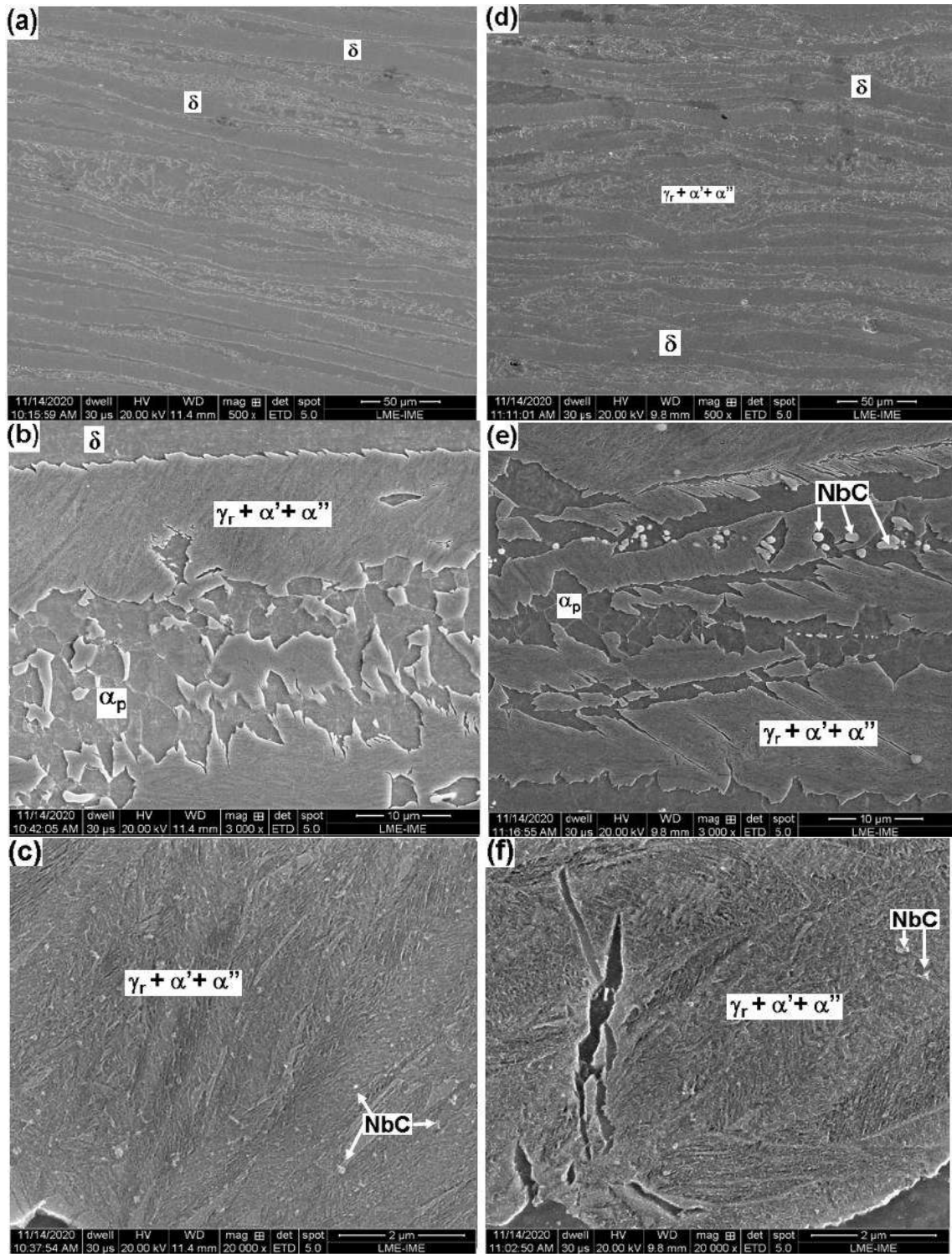


Figura 4.29 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas após ensaio de compressão plana com taxa de deformação de 1 s^{-1} a 850 °C : (a) 500x; (b) 3000x; (c) 3000x e 950 °C :(d) 500x; (e) 3000x; (f) 10000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α'' = Martensita TCC; NbC = Carboneto de níbio).

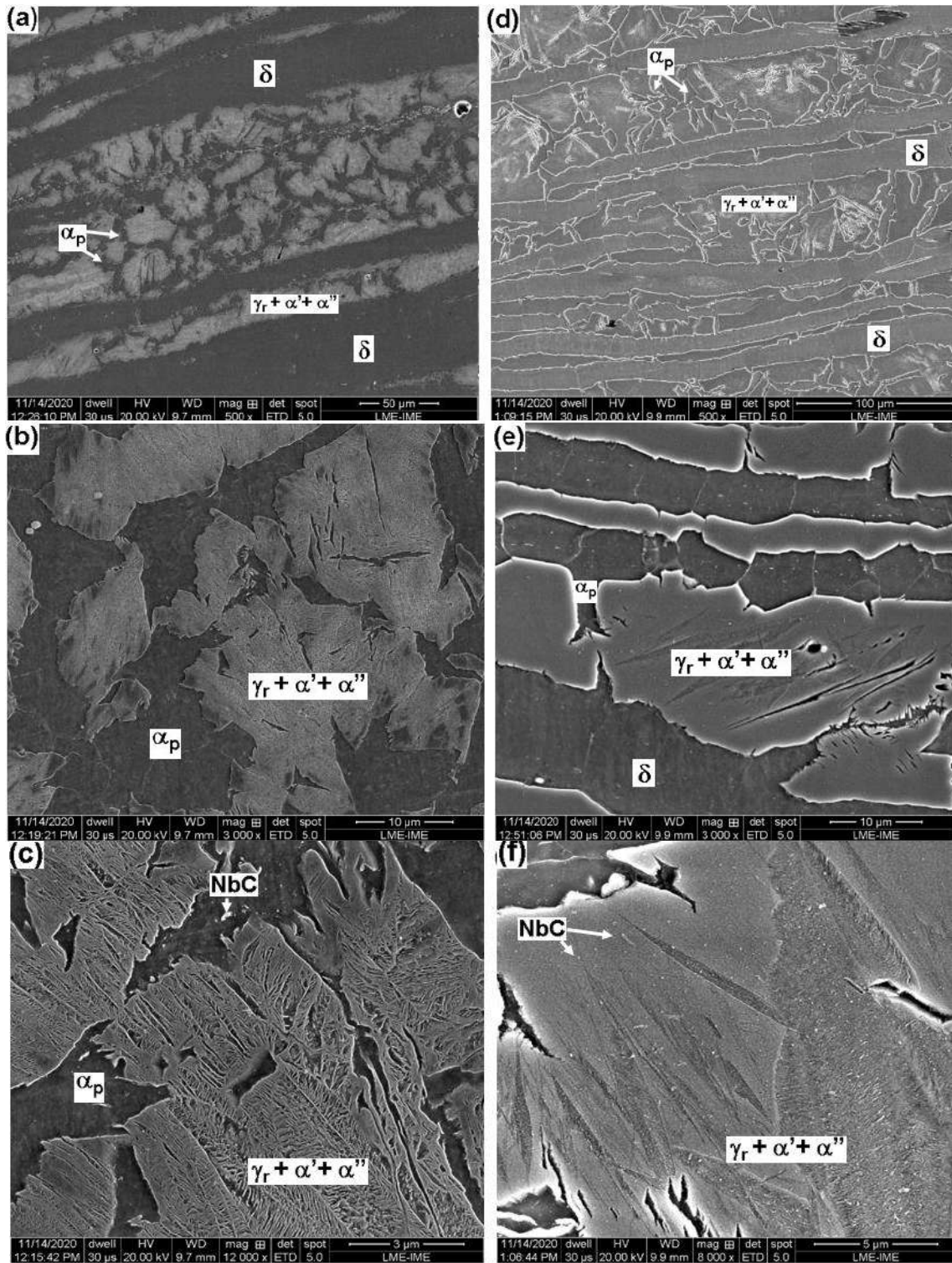


Figura 4.30 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas após ensaio de compressão plana com taxa de deformação de 1 s^{-1} a $1050 \text{ }^\circ\text{C}$: (a) 500x; (b) 3000x; (c) 12000x e $1150 \text{ }^\circ\text{C}$: (d) 500x; (e) 5000x; (f) 12000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α'' = Martensita TCC; NbC = Carboneto de níbio).

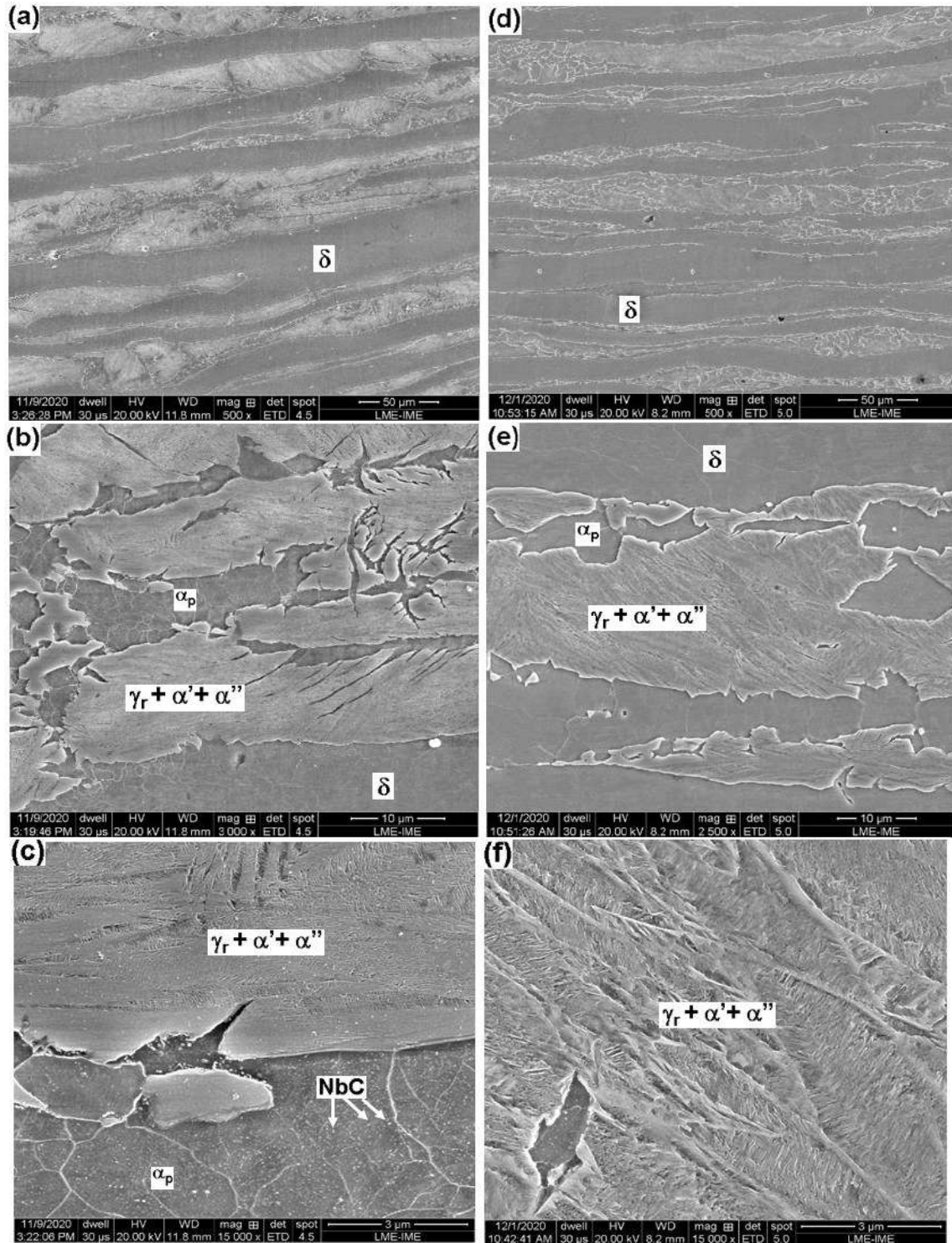


Figura 4.31 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas após ensaio de compressão plana com taxa de deformação de 10s^{-1} a 850 °C : (a) 500x; (b) 3000x; (c) 15000x e 950 °C : (d) 500x; (e) 3000x; (f) 15000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α'' = Martensita TCC).

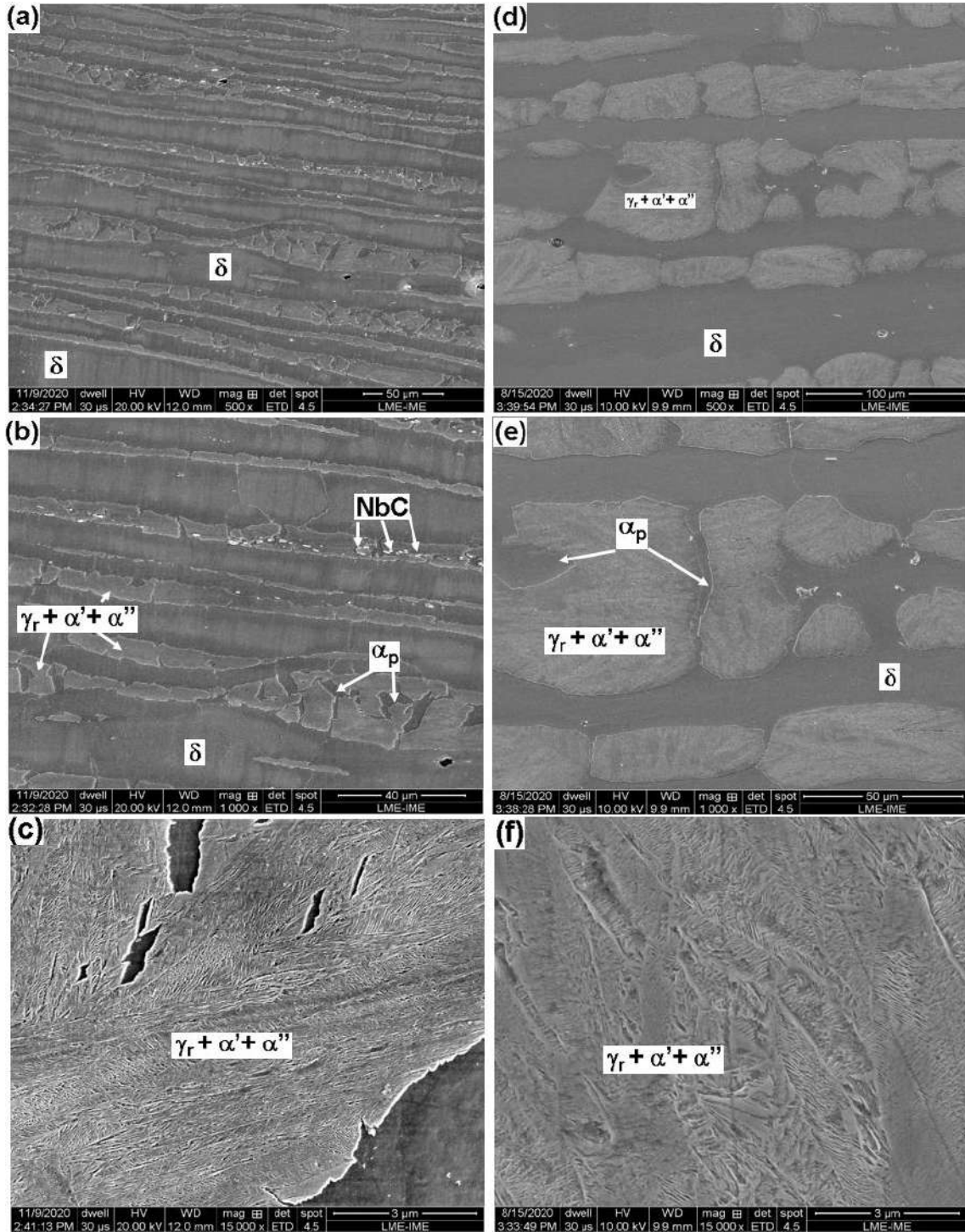


Figura 4.32 - Micrografias MEV/SE das amostras obtidas após ensaio de compressão plana com taxa de deformação de 10 s^{-1} a $1050 \text{ }^\circ\text{C}$: (a) 500x; (b) 3000x; (c) 12000x e $1150 \text{ }^\circ\text{C}$:(d) 500x; (e) 3000x; (f) 8000x. Ataque: Nital (γ_r = Austenita Retida; δ = Ferrita δ ; α_p = Ferrita α pró-eutetóide; α' = Martensita CCC; α'' = Martensita TCC; NbC = Carboneto de nióbio).

Outrossim, supõe-se a presença de austenita retida, a qual, em geral, encontra-se nas regiões de interface entre a austenita e a ferrita δ (alto relevo e lisa), destacadas nas Figura 4.27 a Figura 4.32. Isso pode ocorrer, possivelmente, pela deformação presente na microestrutura da austenita, em conjunto com a composição química, ter

contribuído para o decréscimo da temperatura final da transformação da martensita (M_f) e está ser inferior a temperatura ambiente. Na verdade, tanto a estabilidade quanto os produtos de transformação da austenita, em uma estrutura duplex são fortemente influenciados pela composição química e pelos parâmetros de processamento (CHEN *et al.*, 2017). Essa austenita retida também se fez presente nas amostras obtidas após os ensaios da dilatométrica, nas taxas de resfriamento superior a 5 °C/s (Figura 4.12 a Figura 4.14).

As fases encontradas nas micrografias corroboram com as análises de difração de raios X, na quais foram observados picos nos ângulos de difração referentes a essas fases indexadas nas Figura 4.24 a Figura 4.26.

As amostras nas condições após compressão plana em todas as taxas de deformação (0,01, 1 e 10 s⁻¹), na menor (850 °C) e na maior (1150 °C) temperatura de deformação, foram submetidas a análises via EBSD/MEV. Com isto foi possível verificar as fases, orientações e possíveis características, em função dos contornos de grãos que podem contribuir no entendimento dos mecanismos de restauração, que se fizeram presentes, nas fases estáveis na compressão plana da liga em estudo. Para essa análise utilizou-se as mesmas fichas cristalográficas da análise de EBSD/MEV da amostra resultante do ensaio de dilatométrica submetida a maior taxa de resfriamento (50 °C/s) a partir de 850 °C, já discutido na seção 4.2.2.2.

Na Figura 4.33, é apresentada a análise do mapa de fase sobre o mapa de qualidade. Nesta figura é identificado separadamente cada fase indexada pela análise de EBSD/MEV, da condição de ensaio com taxa de deformação de 0,01 e temperatura de 1150 °C. Essa condição foi escolhida de forma aleatória para facilitar o entendimento do leitor quanto a localização das fases e as fases presentes na liga em estudo.

A região em amarelo da Figura 4.33(a) representa a estrutura CCC que foi indexada sobre os grãos alongados, possivelmente, de ferrita δ e em meio a regiões com morfologia lenticular juntamente com os grãos de ferrita α pró-eutetóide. Na Figura 4.33(b), encontra-se evidenciada a indexação de uma estrutura TCC, coloração azul claro, sobre a região de aspecto lenticular. Sendo assim, coexiste na região com aspecto lenticular tanto uma fase com estrutura CCC, quanto uma fase com estrutura TCC. Conforme já foi discutido em relação a amostra resultante da dilatométrica na

taxa de resfriamento de (50 °C/s) (seção 4.2.2.2 - Figura 4.11), trata-se de martensita com distintas estruturas. Essa fase é produto da transformação de fases devido ao resfriamento acelerado da austenita CFC existente na temperatura de deformação e ainda remanescente a temperatura ambiente. Destacando que este resfriamento acelerado não foi conduzido para se observar os produtos de transformação da austenita, mas sim com o objetivo de inferir quanto aos aspectos da restauração presentes na austenita através das características cristalográficas da martensita formada. Na Figura 4.33(c) é apresentado a indexação de uma fase com estrutura CFC destacada na cor azul escuro, na qual as características morfológicas e estruturais, permitem inferir ser a austenita retida, que se apresenta de forma significativa na interface com a ferrita δ . Essa observação suporta a presença dos picos de difração relativos a essa estrutura CFC nos difratogramas (Figura 4.24 a Figura 4.26), como também confirma que as regiões em alto relevo e lisa nas análises de MEV/SE, identificada como γ_r da Figura 4.27 a Figura 4.32 são realmente austenita retida. Como também destacar que o resfriamento imposto garantiu que tão somente a austenita se transformasse em martensita, e que a ferrita δ se manteve, em termos de fração, forma e dimensão dos grãos.

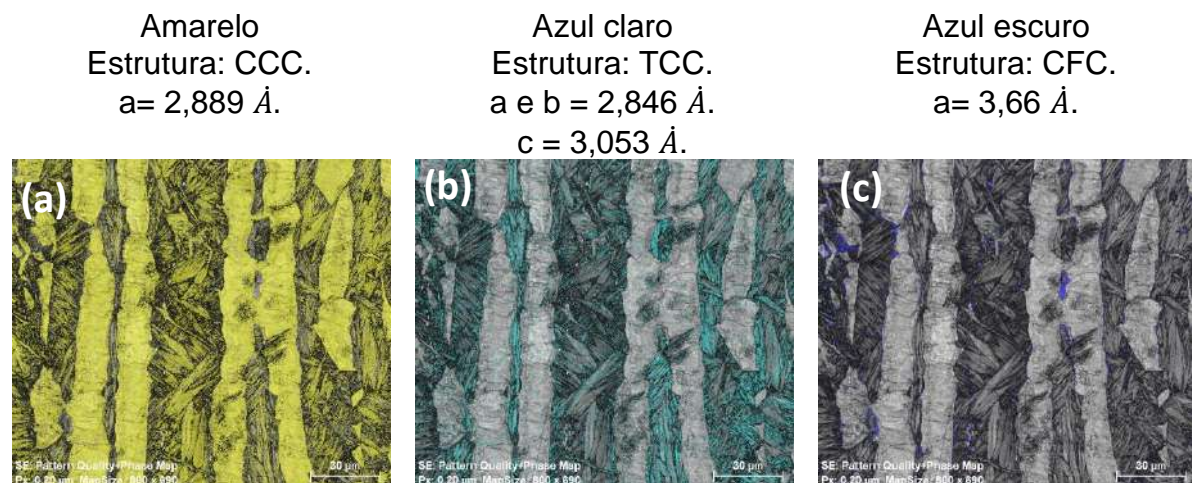


Figura 4.33 - Mapa de fase sobreposto ao mapa de qualidade referente a cada fase observada na liga em estudo: (a) CCC; (b) TCC e (c) CFC.

Essas fases também foram observadas no trabalho de KAAR *et al.* (2018), em amostras com as seguintes composições: A: Fe-0,4C-1,1Mn-2,8Al; B: Fe-0,4C-1,6Mn-3,3Al; C: Fe-0,4C -1,5Mn-5,2Al e D: Fe-0,4C-2,5Mn-5,2Al. Estes autores, por meio de análises de EBSD/MEV, verificaram a presença de uma matriz ferrítica (azul), ilhas de austenita retida (vermelha) e de martensita (verde) (Figura

2.5). São evidentes nos mapas de fases deste trabalho, as diferenças na microestrutura em função do teor de Al. Para os aços contendo os menores teores de Al (aços A e B - Figura 2.5(a,b)), a microestrutura consistia em ferrita e austenita retida, enquanto para os aços C e D (Figura 2.5 (c,d)), com o maior teor de Al, além de ferrita e austenita retida, também observa-se a martensita na microestrutura. A partir dessa observação do trabalho de KAAR *et al.* (2018) pode-se supor que o teor de Al adicionado a liga em estudo tenha contribuído também para a formação da martensita, e assim garantir o congelamento microestrutural para associar as características cristalográficas da martensita a austenita que lhe deu origem.

Na Figura 4.34 e Figura 4.35 são apresentadas as análises de EBSD/MEV para as amostras obtidas após compressão plana ensaiadas nas temperaturas de deformação de 850 °C (Figura 4.34) e 1150 °C (Figura 4.35) com as taxas de deformação de 0,01, 1 e 10 s⁻¹. Nestas figuras, são apresentados os mapas de qualidade, mapas de fases e mapas de orientação cristalográfica dos grãos analisados das fases com estrutura CCC. De modo geral, nas duas temperaturas avaliadas para todas as condições de deformações, nos mapas de fase (Figura 4.34(b,e,h) - Figura 4.35(b,e,h)), observam-se regiões com a presença das fases com estrutura CCC em amarelo referente a ferrita δ , ferrita α pró-eutetóide e martensita (α'), estrutura TCC em azul claro referente a martensita (α'') e estrutura CFC em azul escuro referente a austenita retida, conforme já discutido (Figura 4.33), em todas as condições de deformações avaliadas. Uma análise qualitativa permite indicar que com o incremento da taxa de deformação, na mesma temperatura de deformação, ocorre uma redução na fração da martensita TCC. Este fato pode estar relacionado com a heterogeneidade composicional ao longo do volume dos grãos de austenita na temperatura de deformação. A condição de deformação imposta permite um incremento mais significativo na homogeneização composicional da austenita deformada e da microestrutura como um todo, do que simplesmente a componente térmica de manutenção em elevada temperatura (DA SILVA DE SOUZA; MOREIRA; DE FARIA, 2020; GAO *et al.*, 2014; JIMENEZ-MELERO *et al.*, 2007; VAN BOHEMEN; SIETSMA, 2014). Isso suporta o que foi discutido na seção 4.2.2.2, que durante os ensaios de dilatométrica, o tempo de encharque (300 s) na temperatura de 1250 °C não foi suficiente para homogeneizar a distribuição de elementos de liga na solução

sólida no volume dos grãos de austenita. Entretanto, na compressão plana, a alta taxa de deformação permitiu provavelmente uma maior redistribuição do C e de outros elementos de liga no volume dos grãos da austenita, o que promove uma maior homogeneização da composição da austenita, quando comparada a austenita deformada nos ensaios em taxas de deformação média e baixa, resultando em uma aparente menor fração indexada de martensita TCC, conforme observa-se nas Figura 4.34 e Figura 4.35.

Os mapas de orientação cristalográfica são apresentados na Figura 4.34(c,f,i) para a temperatura de 850 °C e na Figura 4.35 (c,f,i) para a temperatura de 1150 °C em todas as taxas de deformação. A partir desses mapas, tem-se alguns indicativos de variações microestruturais dos grãos de austenita e ferrita δ durante o processo de compressão. Na menor temperatura de deformação (850 °C-Figura 4.34), nas regiões de austenita em alta temperatura, que devido ao resfriamento acelerado aplicado transformaram-se em martensita com morfologia lenticular, tem-se uma distribuição bem aleatória da orientação. Essa variação de orientação pode indicar condições prévias dos grãos da austenita, em função das bases cristalográficas da transformação martensítica. Em geral, as relações de orientação são expressas por planos e direções cristalinas da matriz e produto que mantêm uma relação de paralelismo entre si. As relações de orientação de Kurdjmov-Sachs(K-S), Nishiyama-Wassermann(N-W) e Bain são usadas para descrever a transformação entre a austenita (fase mãe) e a martensita (fase produto). Para qualquer relação de orientação específica, observa-se que existe um eixo [uvw] que é invariante com respeito à transformação, ou seja, é comum a ambas as fases. Neste caso, a transformação pode ser descrita como uma rotação de ângulo ω em torno deste eixo. De acordo com esta notação, a relação de Bain corresponde a uma rotação de 45° em torno do eixo $\langle 100 \rangle$ comum a ambas as fases, enquanto a relação de KS pode ser descrita como uma rotação de 90° em torno de um eixo $\langle 112 \rangle$ comum à matriz e ao produto (NISHIYAMA, 1978; WAYMAN & BADHESHIA, 1996). Ou seja, as orientações da martensita formada dentro de um mesmo grão estará associada a valores próximos entre si e com relação de orientação relacionados a orientação do grão da austenita que lhe deu origem. Segundo ABBASI *et al.* (2012) e ZHANG *et al.*(2020b) como as análises via EBSD/MEV estão cada vez mais

confiáveis, pode-se inferir a partir das relações de orientação entre a fase de alta temperatura e seus produtos comportamentos ocorridos durante a deformação a partir dessa técnica. Desta forma, apesar de não terem sido conduzidas análises EBSD/MEV no campo de estabilidade da austenita e das deformações aplicadas, acima de 850 °C, pode-se inferir que as lentes da martensita com alinhamentos próximos estão associados a um mesmo grão austenítico prévio.

Ao confrontar as observações da literatura com os resultados aqui obtidos, podem-se inferir que essa aleatoriedade na orientação da região que compreende um grão de austenita em alta temperatura, seja resultante da recristalização dinâmica nesta fase. As condições aplicadas nos ensaios permitiram a formação de novos grãos e com isso um refino na austenita que caracteriza esse fenômeno. Essa região resultante do refino da austenita, devido à recristalização dinâmica, está destacada na Figura 4.34(a,b) com retângulos brancos para as taxas de deformação 0,01 e 1 s⁻¹ na temperatura de 850 °C. Esses novos grãos de austenita refinados permitiram a formação de pequenos blocos de martensita com aspecto lenticular de alinhamento próximo entre si. Assim, tem-se uma grande quantidade de pequenos agrupamentos de martensita que se entrelaçam, provenientes dos grãos refinados da austenita e, portanto, resultando na aleatoriedade de orientações cristalográficas, como indicado pela variedade de coloração dessa região. Quando se avalia a maior temperatura (1150 °C - Figura 4.35) essa aleatoriedade de orientação não se apresenta de forma tão significativa, conforme destacado com retângulos tracejados em brancos. Este comportamento também foi observado na martensita resultante da taxa de deformação de 10 s⁻¹ na temperatura de 850 °C (Figura 4.34(c)). Nesta temperatura (1150 °C), observa-se uma martensita mais alinhada em blocos mais grosseiros, indicando que não ocorreu de forma considerável o refino dessa estrutura. Assim, as condições dos ensaios aplicados não favoreceram a recristalização dinâmica dessa região que compreende a austenita. Em altas temperaturas as discordâncias se movem com mais facilidade, ocorrendo com maior frequência a aniquilação e o rearranjo destas levando a uma menor densidade de discordâncias no material, o que acarreta um menor potencial termodinâmico para a recristalização dinâmica (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

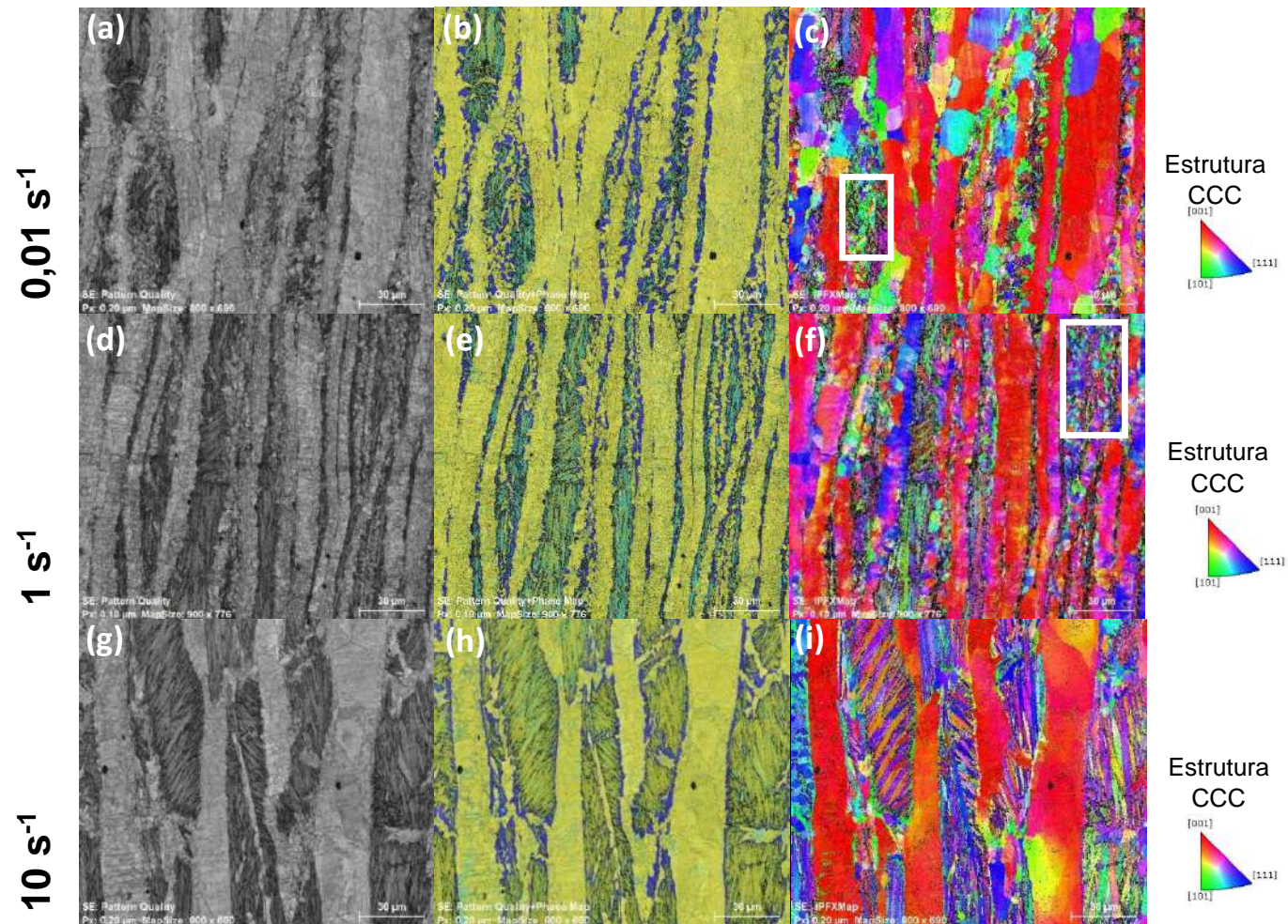


Figura 4.34 - Mapeamento via EBSD/MEV das amostras obtidas após o ensaio de compressão plana na temperatura de 850 °C nas taxas de 0,01, 1 e 10 s⁻¹: (a,d,g) = Mapa de qualidade; (b,e,h) = Mapa de fases; (c,f,i) = Mapa de orientação cristalográfica (OIM) da ferrita e figura de polo inversa de referência de cores para a fase FCC.

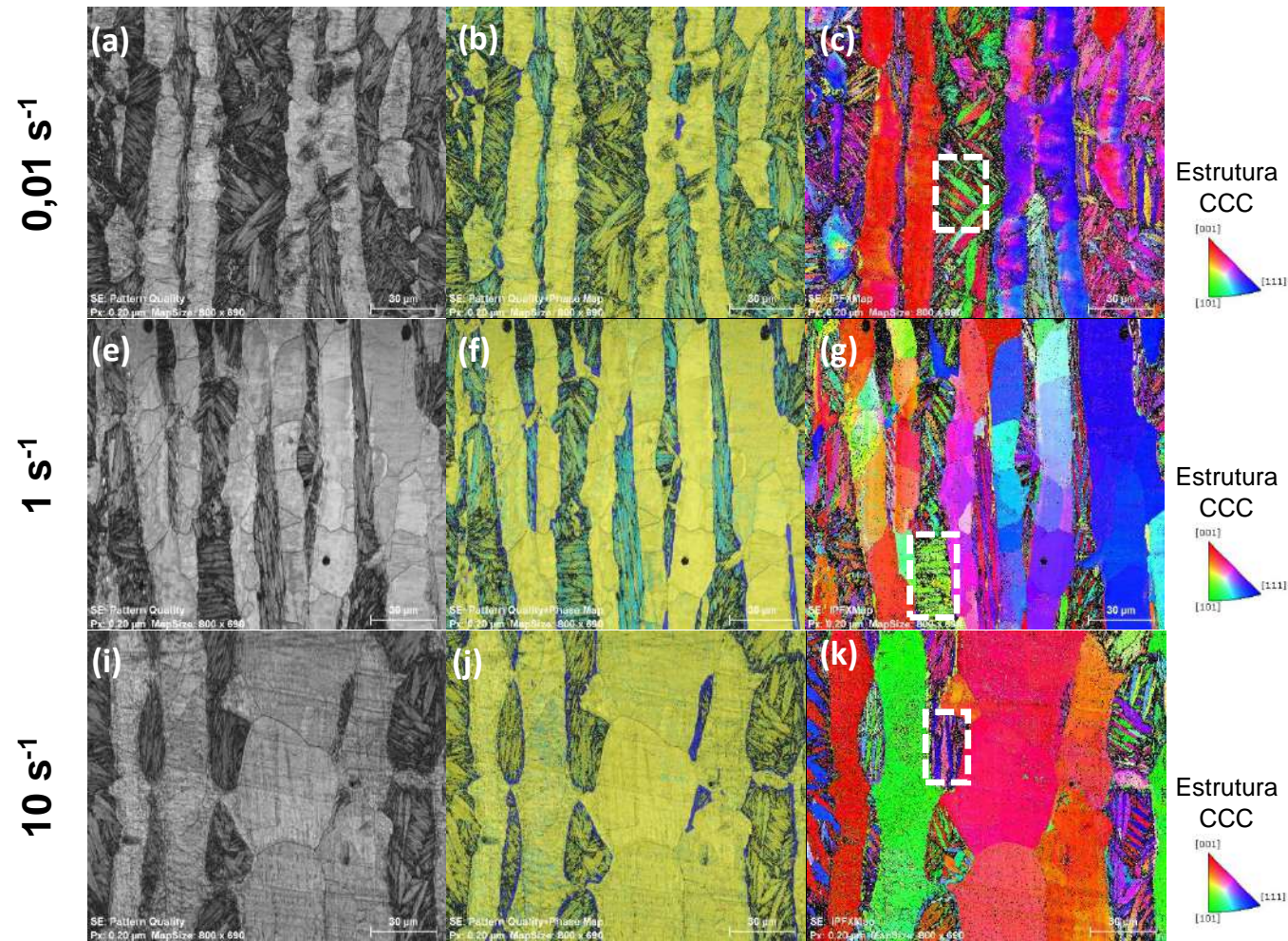


Figura 4.35 - Mapeamento via EBSD/MEV das amostras obtidas após o ensaio de compressão plana na temperatura de 1150 °C nas taxas de 0,01, 1 e 10 s⁻¹: (a,d,g) = Mapa de qualidade; (b,e,h) = Mapa de fases; (c,f,i) = Mapa de orientação cristalográfica (OIM) da ferrita e figura de polo inversa de referência de cores para a fase CCC.

Por outro lado, na ferrita δ , formada pelos grãos grosseiros e alongados, observa-se uma redução na variação das cores associadas a orientação desta fase (Figura 4.34 e Figura 4.35) com o incremento da taxa de deformação para as temperaturas de 850 e 1050 °C. Na temperatura de 850 °C (Figura 4.34(c,f,i)) com o aumento da taxa de deformação, verifica-se uma tendência para a orientação [001] na região analisada por apresentar a coloração vermelha de forma bem mais intensa. BOER; WIETING(1997), sugerem que as discordâncias em grãos com orientações próximas a $\{001\}$ //DN tem distribuição de orientações próximas na região analisada, enquanto os grãos com orientação próximos a $\{111\}$ //DN apresentam formação de células de discordâncias. Com a deformação na temperatura de 850 °C, a liga em estudo apresentou uma tendência a orientações próximas na região analisada, o que indica que pode ter ocorrido recuperação dinâmica. Devido ao fato de que esse fenômeno diminui a densidade de discordâncias, além da formação de subgrãos. Na maior temperatura de deformação analisada (1150 °C - Figura 4.35(c,f,i)) com o incremento da taxa de deformação também observa-se essa redução na variação das cores associadas as orientações dos grão de ferrita δ , porém, sem apresentar qualquer tendência a uma orientação preferencial. Assim, as condições aplicadas permitiram uma maior quantidade de energia armazenada que, por sua vez, pode ter favorecido a recuperação dinâmica nessa fase.

Com o intuito de obter mais informações quanto os fenômenos durante deformação a quente da ferrita δ , buscou-se fazer uma avaliação quanto aos contornos dos grãos dessa fase, após a deformação, em todas as taxas de deformação ($0,01$, 1 e 10 s^{-1}) e nas duas temperaturas avaliadas (850 e 1150 °C). É importante destacar que para a austenita, essa análise sobre os contornos dos grãos, não permite nenhuma suposição, visto que não é possível observar os contornos prévios da austenita, pois identifica os contornos da estrutura lenticular da martensita formada, devido ao resfriamento rápido.

Sabe-se que o conhecimento do ângulo de orientação entre os grãos pode auxiliar no entendimento do mecanismo atuante durante o processamento a quente. Assim foi realizado um tratamento dos dados diretamente no *software ESPRIT* com ângulos de orientação críticos entre grãos, que permitissem diferenciá-los de acordo com a variação na orientação cristalográfica.

Na Figura 4.36 e na Figura 4.37 são apresentadas os mapas de grãos para as análises de EBSD/MEV conduzidas nas amostras resultantes da compressão plana a 850 e 1050 °C com as distintas taxas de deformações (0,01; 1 e 10 s⁻¹) adotadas no presente estudo. Esses grãos destacados nos mapas são definidos de acordo com o ângulo de orientação que foi inserido para o tratamento dos dados, ou seja, ao inserir um ângulo de 5°, o *software ESPRIT* considera que variações acima desse ângulo é um grão. A cor não tem significado, apenas delimita essa região para diferenciar grãos vizinhos e é escolhida de forma aleatória pelo próprio *software*. Após algumas análises foram definidos como 1°, 5° e 15° os ângulos aplicados no tratamento de dados, que possibilitaram verificar de forma mais clara a evolução da variação desses contornos, identificando a presença de contornos de baixo ângulo ($1 < \theta < 15^\circ$) e contornos de alto ângulo ($\theta > 15^\circ$) na ferrita δ .

Nos grãos alongados (Figura 4.36 e Figura 4.37) que são referentes a ferrita δ , nas menores taxas (0,01 e 1 s⁻¹) em ambas as temperaturas avaliadas (850 e 1150 °C), identificam-se, na sua maioria, grãos com contornos de baixo ângulo, ($\theta < 15^\circ$). Estes indicam a presença de subgrãos evidenciando uma possível recuperação dinâmica (Figura 4.36(a) e Figura 4.37(a)). Esse comportamento corrobora com o que foi observado no mapa de orientação cristalográfica (Figura 4.34(c,f,i); Figura 4.35(c,f,i)). Como a ferrita δ apresenta alta EDE, tem-se um favorecimento para a recuperação e uma redução na quantidade de defeitos cristalinos e no potencial termodinâmico para a recristalização. Isto reduz a energia armazenada no material, dando origem a uma estrutura alongada paralelamente a direção de laminação com maior evidência de contornos de baixo ângulo. Quanto menor a taxa de deformação, aumentando-se a temperatura, menor a tensão no estágio de fixação do escoamento, menor a densidade total de discordâncias e maiores os subgrãos (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

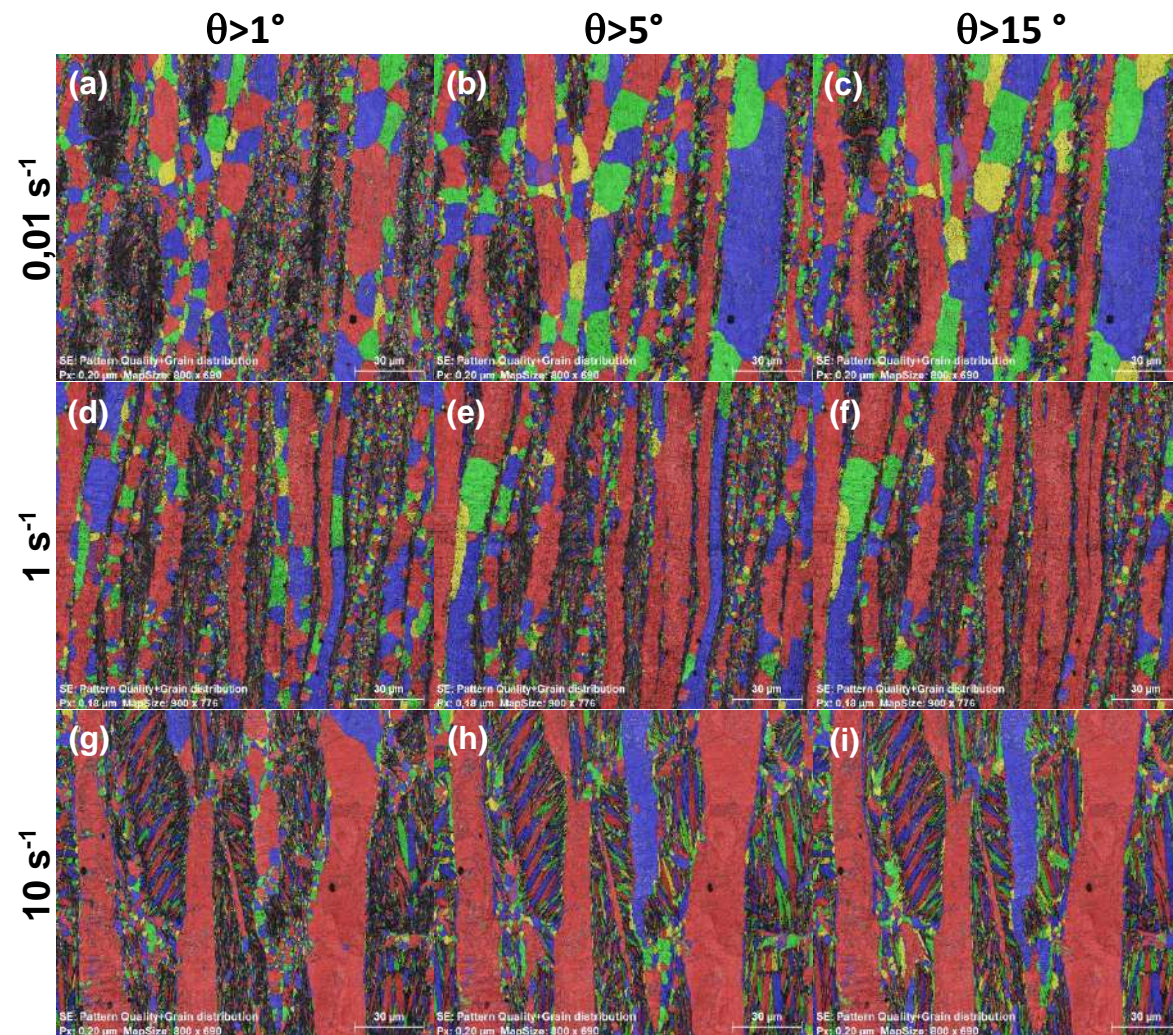


Figura 4.36 - Mapas de grão sobrepostos aos mapas de qualidade para análises com distintas orientações dos grãos na temperatura de deformação de 850 °C: (a,d,g) $\theta > 1^\circ$; (b,e,h) $\theta > 5^\circ$ e (c,f,i) $\theta > 15^\circ$.

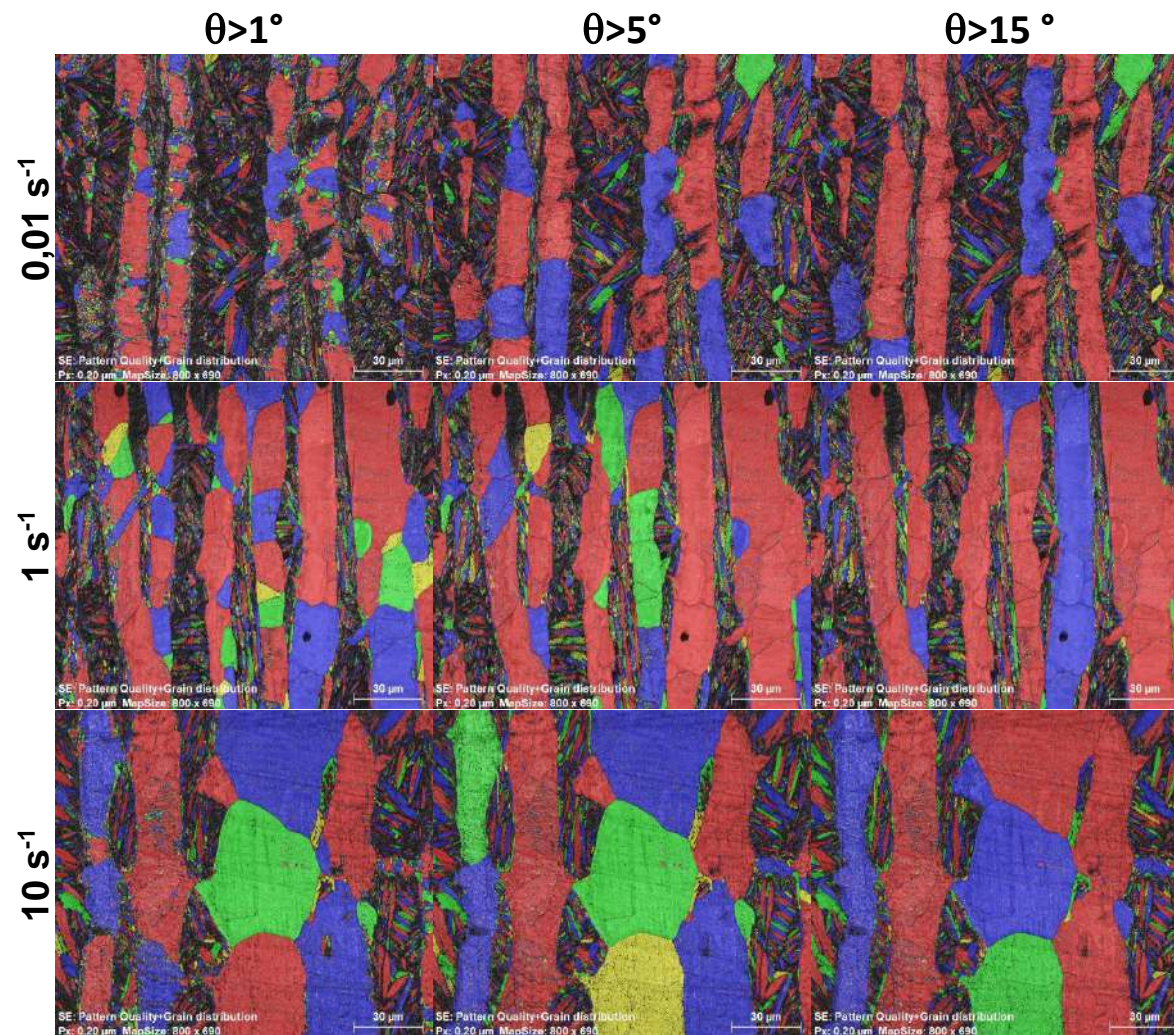


Figura 4.37 - Mapas de grão sobreposto aos mapas de qualidade para análises com distintas orientações dos grãos na temperatura de deformação de 1150 °C: (a,d,g) $\theta > 1^\circ$; (b,e,h) $\theta > 5^\circ$ e (c,f,i) $\theta > 15^\circ$.

Entretanto, na maior taxa de deformação aplicada (10 s^{-1}) são observados grãos grosseiros de ferrita δ , sem a evidência da presença de contornos de baixo ângulo nessa região, tanto na temperatura de $850 \text{ }^\circ\text{C}$ quanto em $1150 \text{ }^\circ\text{C}$. Este fato permite supor que o incremento da taxa de deformação não favoreceu a recuperação dinâmica.

Portanto, a partir de todas as análises realizadas nas amostras obtidas após o ensaio de compressão plana pode-se verificar que a coexistência da austenita e ferrita δ nas temperaturas de trabalho a quente resulta em um comportamento distinto não só das curvas de escoamento (Figura 4.17), mas também das possíveis transformações de fases, devido à diferença na resposta a deformação entre as distintas fases (Figura 4.27 a Figura 4.32) (LI *et al.*, 2016b; LIU *et al.*, 2019c; MOHAMADIZADEH *et al.*, 2015; XU; WU; CHEN, 2018). Os mecanismos de endurecimento e amolecimento atuam de forma distinta em cada fase (γ ou δ), pois dependem de fatores como as condições de deformação (taxa e temperatura de deformação), diferença de EDE e a difusividade das fases envolvidas (CASTAN; MONTHEILLET; PERLADE, 2013).

Ao observar a região de contorno prévio da austenita na mesma taxa de deformação, em função do incremento da temperatura de deformação, verifica-se que nas menores temperaturas tem-se uma maior fragmentação dessa região. Por outro lado, nas maiores temperaturas, tem-se uma fragmentação menos significativa, apresentando grãos grosseiros em alto relevo, conforme observado em todas as amostras na Figura 4.38. No interior desses grãos tem-se uma morfologia lenticular que infere-se ser martensita, e regiões de baixo relevo, entre os grãos fragmentados, nas quais supõe-se que sejam a ferrita α pró-eutetóide, como identificado da Figura 4.27 a Figura 4.32.

Essa fragmentação corrobora com o indicativo de que ocorreu recristalização dinâmica dessa fase durante o ensaio de compressão plana. A austenita geralmente apresenta baixa EDE e com isso a cinética de recuperação é lenta e a quantidade de defeitos é mantida alta, permitindo um maior potencial termodinâmico para a ocorrência da recristalização dinâmica. Quando a escalagem e o deslizamento cruzado não operam de maneira efetiva, devido à uma baixa mobilidade das discordâncias, iniciam-se processos de encurvamento do contorno de grão,

coalescimento de subgrãos e a nucleação de novas células com alta desorientação dentro do grão. Estes processos são resultantes dos fenômenos de recristalização (ALANEME; OKOTETE, 2019; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Essa recristalização pode ser influenciada pelos elementos de liga presentes em solução sólida ou combinados para formação de precipitados. Como esse tipo de processo envolve o movimento dos contornos de alto ângulo, os elementos de liga podem retardar esse fenômeno de duas maneiras, a saber, quando o acúmulo de átomos em solução sólida gera ancoramento do contorno de grão ou a presença de partículas na forma de precipitado durante o início do processo de recristalização (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Portanto, o Al e o Nb adicionados na liga em estudo podem ter influenciado o processo de recristalização, durante a deformação a quente (CHEN *et al.*, 2017; RAJINIKANTH *et al.*, 2019; WEISS; JONAS, 1979). Foi verificado, a partir das análises de difração de raios X e MEV/SE, que a composição química e as condições aplicadas na compressão plana a quente, possivelmente, promoveram a precipitação induzida por deformação do NbC, evidenciada pela presença de picos deste carboneto nos difratogramas e partículas finas, dispersas, presentes no interior dos grãos nas micrografias das amostras deformadas (Figura 4.24 e Figura 4.26).

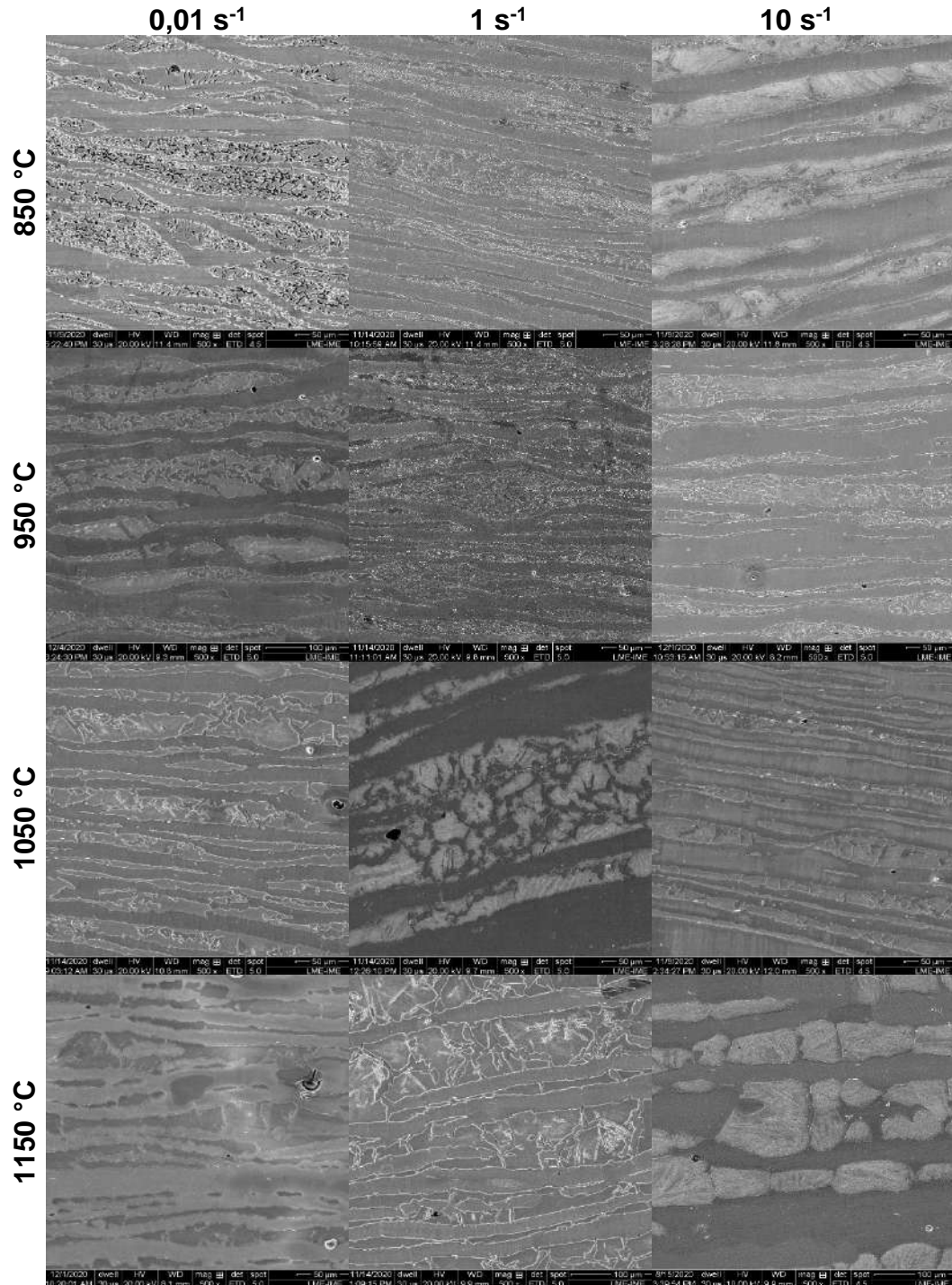


Figura 4.38 - Micrografias MEV/SE com baixo aumento de todas as amostras obtidas de realizadas após ensaio de compressão plana.

Essa inibição ou atraso da recristalização pode estar relacionada com os elementos de liga presentes, tempo da deformação e a energia armazenada na austenita para que ocorra a recristalização (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; MCQUEEN, 2004; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005). Segundo PANIGRAHI (2001), além do aumento da densidade de discordâncias na austenita durante o

processo de laminação a quente, outro fator que colabora com o aumento da resistência da austenita são os elementos de liga, pois impedem a movimentação das discordâncias. A diferença no tamanho dos átomos dos elementos de liga adicionados em relação aos átomos de Fe leva um aumento máximo na resistência a quente, pois isso causa uma distorção localizada na rede.

Deste modo, na liga em estudo, a austenita apresentou evidências de uma maior tendência à recristalização dinâmica nas menores temperaturas. Essas observações quanto ao comportamento da austenita durante a deformação, pode ser um indicativo de que esse processo foi mais significativo, permitindo que as curvas de escoamento (Figura 4.17) nas menores temperaturas apresentassem características da recristalização dinâmica. O que corrobora com a discussão apresentada na seção 4.3.1.

Quando são avaliadas as regiões da ferrita δ , foi observada uma quantidade significativa de contornos de baixo ângulo em meio a grãos alongados dessa fase, indicando evidências de recuperação dinâmica. Os estágios de recuperação não são processos microestruturais simples, mas uma série de micromecanismos que ocorrem concomitantemente, tais como: emaranhados de discordâncias, formação de estrutura celular, aniquilação de discordâncias dentro dessas células, formação e coalescimento de subgrãos (MCQUEEN; JONAS, 1985). Entretanto, o processo de recuperação não resulta em uma mudança significativa na microestrutura, pois não promove movimento dos contornos de alto ângulo e sim um rearranjo das discordâncias pela formação/migração de contornos de baixo ângulo (subgrãos), o que dificulta a observação da ocorrência desse fenômeno. Geralmente, a ferrita possui maior EDE o que facilita o fenômeno de recuperação. A adição de Al na liga em estudo, além de ser um elemento alfa-gênico, também pode aumentar a temperatura de recristalização da ferrita, dificultando a ocorrência desse fenômeno (CHEN *et al.*, 2017; DOBRZAŃSKI; BOREK, 2011; DOHERTY *et al.*, 1997; HAGHDADI *et al.*, 2017; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; KALANTARI *et al.*, 2021; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005; SELLARS, 1990).

O indicativo de que a ferrita δ tenha sofrido recuperação corrobora com as características das curvas de escoamento obtidas nas maiores temperaturas (Figura 4.17). Nestas condições, a predominância da recuperação permitiu que as curvas

apresentassem uma tendência ao equilíbrio entre a geração e aniquilação de discordâncias. Esse comportamento não promove uma variação no tamanho médio dos subgrãos com a deformação, sendo que esse tamanho irá depender da temperatura e da taxa de deformação. Assim, os grãos alongam-se devido à deformação, pois não ocorre a migração de contornos de alto ângulo e sim uma predominância dos contornos de baixo ângulo. De maneira geral, o incremento da taxa de deformação reduz o tempo de deformação e com isso diminui o armazenamento de energia interna, de modo que a recristalização dinâmica aparentemente foi suprimida, favorecendo a recuperação dinâmica (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Os resultados indicam que a microestrutura é sensível a temperatura e a taxa de deformação. De forma qualitativa, observa-se que com o incremento da taxa e da temperatura de deformação, a fração de austenita presente tem formato mais grosseiro ao final da deformação. Essas interações entre os processos de deformação e restauração são de grande importância no processamento termomecânico dos materiais. Portanto, infere-se que os parâmetros de deformação a quente afetam a fração volumétrica, morfologia de cada fase, bem como a recuperação e a recristalização dinâmica da ferrita δ e austenita (ALANEME; OKOTETE, 2019; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; LI *et al.*, 2016b; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005). O refino resultante da recristalização dinâmica na austenita também foi observado por XU, WU e CHEN (2018).

Deste modo, no comportamento de deformação plástica a quente do aço em estudo infere-se que a fase ferrítica contínua exibe uma tendência a recuperação dinâmica, enquanto a fase austenítica tem uma maior predominância da recristalização dinâmica (KALANTARI *et al.*, 2021; LI *et al.*, 2017, 2016b; LIU *et al.*, 2019c; MOZUMDER *et al.*, 2018; XU; WU; CHEN, 2018).

4.4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com base em todas as análises realizadas nessa presente Tese de Doutorado alguns pontos importantes foram observados:

- A composição química escolhida permitiu uma redução na densidade da liga de 10% em relação a densidade de aços estruturais típicos;
- Essa composição também tem forte influência na estabilidade da ferrita δ até a temperatura ambiente, permitindo que a liga apresente um campo bifásico em alta temperatura ($\delta+\gamma$);
- Outro ponto a se destacar é que não se observou em nenhuma análise vestígios da presença de cementita, este fato tem relação com o teor de Al presente na liga, que inibi a formação deste carboneto e favorece a formação do carboneto k;
- A microestrutura observada em alta temperatura ($\delta+\gamma$) permitiu inferir que a liga em estudo pertence ao grupo dos aços ferríticos-austeníticos com topologia duplex de matriz ferrítica do sistema de Fe-Mn-Al-C, de acordo com observações durante o processamento mecânico a quente;
- A adoção de taxas de resfriamento igual ou inferiores a 3 °C/s abaixo de 850 °C, no ciclo térmico aplicado no ensaio de dilatométrica, com taxa de aquecimento de 1 °C/s e encharque a 1250 °C por 300 s, permitiu o desenvolvimento de uma microestrutura a temperatura ambiente constituída de múltiplas fases (ferrita δ e α pró-eutetóide, microconstituente eutetóide lamelar ($\alpha +$ carboneto k), austenita retida e NbC).
- As taxas de resfriamento igual e superiores a 5 °C/s aplicadas abaixo de 850 °C nos ensaios de dilatométrica e o resfriamento aplicado para o “congelamento” da microestrutura em alta temperatura após a deformação no ensaio de compressão plana, permitiram a formação de martensita. Com auxílio de análises de EBSD/MEV, nessas condições, observou-se que a martensita formada apresenta estruturas cristalinas CCC e TCC.
- Com base nos aspectos microestruturais observados a temperatura ambiente após ensaios de dilatométrica e compressão plana, observou-se a possibilidade

de obtenção de microestruturas finais de constituição de múltiplas fases, que em função do aspecto microestrutural se enquadraria na classe dos aços “*Complex Phase*” dos aços avançados de alta resistência com conformabilidade apreciável pela fração significativa de ferrita δ e resistência mecânica controlada pela natureza, dimensão, distribuição e fração de segunda fase e precipitado NbC. No entanto, processamentos com parâmetros explorados e controlados, inicialmente em escala laboratorial, devem ser conduzidos a fim de se ter chapas laminadas a quente e/ou laminadas a frio e recozidas para observar as propriedades mecânicas a serem obtidas em função das distintas microestruturas desenvolvidas.

5 CONCLUSÕES

O estudo realizado em uma nova liga do sistema Fe-Mn-Al-C com composição química de Fe-7,1Al-0,7Mn-0,4C-0,3Nb sob o contexto das transformações de fases e comportamento mecânico a quente, permitiu concluir que:

- A transformação do microconstituente eutetóide ($\alpha+k$) em austenita, durante o aquecimento, inicia-se em aproximadamente 790 °C. A liga possui campo bifásico em alta temperatura formado por austenita e ferrita δ . Mesmo em alta temperatura não se tem a completa dissolução do carboneto de nióbio.
- Os ciclos térmicos aplicados para o resfriamento nos ensaios de dilatométrica permitiram a formação de uma microestrutura contendo ferrita α pró-eutetóide, em todas as taxas de resfriamento aplicadas, com a retenção da ferrita δ , do NbC e parte da austenita presentes ao final do encharque. As taxas de resfriamento de 1 e 3 °C/s permitiram que a decomposição eutetóide da austenita formasse colônias lamelares de um microconstituente eutetóide composto ferrita α e carboneto k. Já as taxas de resfriamento igual e superiores a 5 °C/s favoreceram a formação da martensita e suprimindo a formação dos microconstituintes eutetóide, carboneto k e ferrita α ;
- O diagrama de resfriamento contínuo construído para a liga em estudo confirma a complexidade das transformações de fases presentes nesse sistema de ligas Fe-Mn-Al-C;
- As curvas de escoamento obtidas pela compressão plana a quente possuem comportamentos não-convencionais com presença de ponto de escoamento e múltiplos picos. Esses comportamentos são resultantes do particionamento não-homogêneo da deformação entre as fases ($\delta+\gamma$) em razão do comportamento mecânico de cada fase;
- Com base na função do seno hiperbólico e no ajuste linear, a energia de ativação térmica para a deformação a quente obtida foi de 297 kJ/mol. Com bases nessa equação constitutiva na forma de seno hiperbólico, foram identificados os parâmetros que permitem descrever a relação entre a tensão

de pico, a temperatura de deformação e a taxa de deformação para a faixa de temperaturas de taxas de deformação avaliadas experimentalmente;

- Pelas curvas de escoamento o perfil característico da recristalização dinâmica foi promovido com a diminuição da temperatura e o aumento da taxa de deformação. Enquanto, o aumento da temperatura nas taxas avaliadas, evidencia tendências das características do perfil da curva de escoamento para a recuperação dinâmica;
- No campo de estabilidade da austenita em alta temperatura observa-se, para as menores temperaturas e maiores taxas de deformação, que ocorreu durante a deformação um refinamento dos grãos, o que indica características da recristalização dinâmica. Já na ferrita δ , para as maiores temperaturas em todas as taxas de deformação, tem-se evidências de contornos de baixo ângulo o que caracteriza que essa fase passou por processo de recuperação dinâmica. Sendo assim, nas condições adotadas para explorar o comportamento de deformação plástica a quente do aço em estudo, observou-se que a fase ferrítica exibiu recuperação dinâmica, enquanto a fase austenítica tem maior predominância da recristalização dinâmica.
- Os resultados analisados demonstraram que a microestrutura é sensível a temperatura e taxa de deformação, para a composição química e ciclos térmicos e termomecânicos estudados. Os parâmetros de deformação a quente afetam, mais significativamente que somente a temperatura isolada, a fração volumétrica e morfologia de cada fase, bem como na recuperação e recristalização dinâmica da ferrita δ e austenita e na ocorrência da precipitação induzida por deformação do NbC.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar análises para confirmação das temperaturas de transformação de fase encontradas pela dilatométrica, principalmente entre as taxas de resfriamento de 3 e 5 °C/s, se possível utilizando um dilatômetro de têmpera ao invés do simulador termomecânico Gleeble, em função do método de medida da dilatação;
- Conduzir um estudo utilizando microscopia eletrônica de transmissão dos carbonetos, precipitados e fases presentes nessa liga;
- Buscar obter a EDE das fases presentes em alta temperatura na matriz da liga em estudo para melhor compreender sua influência nos processos de amolecimento da ferrita δ e austenita;
- Avaliar a influência do percentual de adição de nióbio, decrescendo o teor deste, na formação dos carbonetos de nióbio, mantendo a microestrutura duplex ferrítica-austenítica em alta temperatura, e sua consequência nas propriedades mecânicas e refino da microestrutura;
- Avaliar o particionamento dos elementos de liga nas transformações de fases, através do monitoramento das alterações nos valores de distância interplanar e da análise de EBSD concomitante a análise de EDS;
- Conduzir um estudo mais detalhado em relação aos contornos de alto ângulo e baixo ângulo e assim confirmar os processos de recristalização e recuperação;
- Relacionar as modificações das componentes de textura observadas, na deformação a quente e produto de transformação no resfriamento, devido à deformação e a recristalização com as propriedades mecânicas e a anisotropia do aço estudado.
- Conduzir uma avaliação através de mapas de processamento a quente com intuito de indicar a melhor região para o trabalho a quente da liga em estudo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AARONSON, H. I.; PANDE, C. S. A synthesis of mechanisms for initiation of the cellular (or discontinuous precipitation) reaction. **Acta Materialia**, v. 47, n. 1, p. 175–181, 1998.
- ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN, L.; REED-HILL, R. E. **Physical Metallurgy Principles**. Cengage Learning; 4ª edição (2008)
- ABBASI, M. *et al.* An approach to prior austenite reconstruction. **Materials Characterization**, v. 66, p. 1–8, 2012.
- ABEDI, H. R. *et al.* Continuous dynamic recrystallization in low density steel. **Materials and Design**, v. 114, p. 55–64, 2017.
- AKSENOV, S. A. *et al.* Processing of plane strain compression test results for investigation of AISI-304 stainless steel constitutive behavior. **Journal of Chemical Technology and Metallurgy**, v. 50, n. 6, p. 644–650, 2015.
- ALANEME, K. K.; OKOTETE, E. A. Recrystallization mechanisms and microstructure development in emerging metallic materials: A review. **Journal of Science: Advanced Materials and Devices**, v. 4, n. 1, p. 19–33, 2019.
- BAÊTA JÚNIOR, E. DE S. **Caracterização de aço TRIP com alto teor de alumínio**. 2016. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2016.
- BAÊTA JÚNIOR, E. DE S. *et al.* Microstructure optimization in δ -trip steels with Al and Nb. **Materials Science Forum**, v. 930 MSF, p. 501–506, 2018.
- BAÊTA JÚNIOR, E. DE S. **Análise termodinâmica e cristalográfica aplicada na produção de aço leve ligado com Al e Nb contendo ferrita delta**. 2020. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2020.
- BALIGIDAD, R. G. Effect of niobium on microstructure and mechanical properties of high carbon Fe – 10 . 5 wt .% Al alloys. **Materials Science & Engineering A**, v. A368, p. 131–138, 2004.
- BALIGIDAD, R. G.; PRASAD, K. S. Effect of Al and C on structure and mechanical properties of Fe-Al-C alloys. **Materials Science and Technology**, v. 23, n. 1, p. 38–44, 2007.
- BARTLETT, L.; VAN AKEN, D. High Manganese and Aluminum Steels for the Military and Transportation Industry. **Jom**, v. 66, n. 9, p. 1770–1784, 2014.
- BAUSCH, M. *et al.* **Ultra high-strength and ductile FeMnAlC light-weight steels**. (MnAl- steels), in Grant Agreement RFSR-CT-2006-00027, E. publications, Editor. 2013.
- BERNARD, P. *et al.* A two-site mean field model of discontinuous dynamic recrystallization. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, n. 24, p. 7357–7367,

2011.

BHADESHIA, H.; HONEYCOMBE, R. **Steels: microstructure and Properties**. 4. ed. v. 48, Butterworth-heinemann Elsevier Ltd, 2017.

BOER, B. DE; WIETING, J. Formation of a near $\{001\} \langle 110 \rangle$ recrystallization texture in electrical steels. **Scripta Materialia**, v. 37, n. 6, p. 753–760, 1997.

BOTELHO, R. A. **Desenvolvimento de ligas de aço δ -TRIP com adições de alumínio e nióbio**. 2018. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2018.

BRÜX, U.; FROMMEYER, G.; JIMENEZ, J. Light-weight steels based on iron-aluminium - Influence of micro alloying elements (B, Ti, Nb) on microstructures, textures and mechanical properties. **Materials technology Steel Research**, v. 73, n. 12, p. 543–548, 2002.

CASTAN, C.; MONTHEILLET, F.; PERLADE, A. Dynamic recrystallization mechanisms of an Fe-8% Al low density steel under hot rolling conditions. **Scripta Materialia**, v. 68, n. 6, p. 360–364, 2013.

CHATTERJEE, S. **Transformations in TRIP-assisted steels: Microstructure and Properties**. Cambridge: Darwin College, University of Cambridge, 2006.

CHEN, P.; LI, X.; YI, H. The κ -Carbides in Low-Density Fe-Mn-Al-C Steels : A Review on Their Structure , Precipitation and Deformation Mechanism. **Metals**, v. 10, p.1-14, 2020.

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

CHENG, W. C. Phase Transformations of an Fe-0.85 C-17.9 Mn-7.1 Al Austenitic Steel After Quenching and Annealing. **Jom**, v. 66, n. 9, p. 1809–1820, 2014.

CHENG, W. C. *et al.* On the eutectoid reaction in a quaternary Fe-C-Mn-Al alloy: Austenite \rightarrow ferrite + kappa-carbide + M₂₃C₆ carbide. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 45, n. 3, p. 1199–1216, 2014.

CHENG, W. C. *et al.* Phase transformation of the L12 phase to kappa-carbide after spinodal decomposition and ordering in an Fe-C-Mn-Al austenitic steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 642, p. 128–135, 2015.

CHOE, J. I. Constitutive relations for determining the critical conditions for dynamic recrystallization behavior. **Physics of Metals and Metallography**, v. 117, n. 4, p. 364–370, 2016.

CHOI, Y.; SUH, D. W.; BHADESHIA, H. K. D. H. Retention of ω -ferrite in aluminium-alloyed TRIP-assisted steels. **Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences**, v. 468, n. 2146, p. 2904–2914, 2012.

CHOO, W. K.; KIM, J. H.; YOON, J. C. Microstructural change in austenitic Fe-30.0wt%Mn-7.8wt%Al-1.3wt%C initiated by spinodal decomposition and its influence on mechanical properties. **Acta Metallurgica**, v. 45, n. 12, p. 4877–4885, 1997.

CHOO, W. K.; HAN, K. H. Phase constitution and lattice parameter relationships in rapidly solidified $(\text{Fe}_{0.65}\text{Mn}_{0.35})_{0.83}\text{Al}_{0.17-x}\text{C}$ and $\text{Fe}_3\text{Al-xC}$ pseudo-binary alloys. **Metallurgical Transactions A**, v. 16, n. 1, p. 5–10, 1985.

CONNÉTABLE, D.; MAUGIS, P. First principle calculations of the κ - Fe_3AlC perovskite and iron e aluminium intermetallics. **Intermetallics**, v. 16, p. 345–352, 2008.

DA SILVA DE SOUZA, S.; MOREIRA, P. S.; DE FARIA, G. L. Austenitizing temperature and cooling rate effects on the martensitic transformation in a microalloyed-steel. **Materials Research**, v. 23, n. 1, p. 1–9, 2020.

DEARDO, A. J. Niobium in modern steels. **International Materials Reviews**, v.48, n. 6, p. 371-402, 2003.

DIERKES, H. *et al.* Synthesis, Crystal Structure, Magnetic Properties, and Stability of the Manganese-Rich “ Mn_3AlC ” κ Phase. **Inorganic Chemistry**, v. 56, n. 3, p. 1045-1048, 2016.

DIETER, G. E. **Mechanical Metallurgy**. McGraw - Hill, New York, 1988.

DOBZAŃSKI, L. A.; BOREK, W. Hot deformation and recrystallization of advanced high-manganese austenitic TWIP steels. **Manufacturing Engineering**, v. 46, n. 1, p. 71–78, 2011.

DOHERTY, R. D. *et al.* Current issues in recrystallization: A review. **Materials Science and Engineering A**, v. 238, n. 2, p. 219–274, 1997.

DONG, H.; SUN, X. Deformation induced ferrite transformation in low carbon steels. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, v. 9, p. 269–276, 2005.

DYNAMIC SYSTEMS INC, Gleeble Operations Manual. 2014.

FROMMEYER, G.; BRÜX, U. Microstructures and Mechanical Properties of High-Strength Fe-Mn-Al-C Light-Weight TRIPLEX Steels. **Steels for automotive application**, v. 77, n. 9-10, p. 627–633, 2006.

FROMMEYER, G.; DREWES, E. J.; ENGL, B. Physical and mechanical properties of iron-aluminium-(Mn, Si) lightweight steels. **Revue de Métallurgie**, v. 97, n. 10, p. 1245–1253, 2000.

GAO, Q. *et al.* Martensite transformation kinetics in 9Cr-1.7W-0.4Mo-Co ferritic steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 610, p. 322–330, 2014.

GARCIA, C. I. **High strength low alloyed (HSLA) steels**. Automotive Steels: Design, Metallurgy, Processing and Applications Elsevier Ltd., 2017.

GHOSH, G. **Aluminium – Carbon – Iron**. Springer, 2008.

GRAJCAR, A. Thermodynamic analysis of precipitation processes in Nb-Ti-microalloyed Si-Al TRIP steel. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 118, n. 2, p. 1011–1020, 2014.

GROSMAN, F. Application of a flow stress function in programmes for computer simulation of plastic working processes. **Journal of Materials Processing**

Technology, v. 64 p. 169–180, 1997.

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

HAGHDADI, N. *et al.* Strain rate dependence of ferrite dynamic restoration mechanism in a duplex low-density steel. **Materials and Design**, v. 132, p. 360–366, 2017.

HAMADA, A. S.; KARJALAINEN, L. P.; SOMANI, M. C. The influence of aluminum on hot deformation behavior and tensile properties of high-Mn TWIP steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 467, n. 1–2, p. 114–124, 2007.

HAN, K. H.; YOON, J. C.; CHOO, W. K. TEM EVIDENCE OF MODULATED STRUCTURE IN Fe-Mn-Al-C AUSTENITIC ALLOYS Kwan. **Scripta Metallurgica**, v. 20, n. c, p. 33–36, 1986.

HAN, S. Y. *et al.* Effects of annealing temperature on microstructure and tensile properties in ferritic lightweight steels. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 43, n. 3, p. 843–853, 2011.

HE, J. *et al.* Constitutive Equation and Hot Compression Deformation Behavior of Homogenized Al–7.5Zn–1.5Mg–0.2Cu–0.2Zr Alloy. **Materials**, v. 10, n. 1193, p. 1–12, 2017.

HECHT, M. D.; WEBLER, B. A.; PICARD, Y. N. Effects of Nb Modification and Cooling Rate on the Microstructure in an Ultrahigh Carbon Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 49, n. 6, p. 2161–2172, 2018.

HERRMANN, J.; INDEN, G.; SAUTHOFF, G. Deformation behaviour of iron-rich iron-aluminum alloys at low temperatures. **Acta Materialia**, v. 51, n. 10, p. 2847–2857, 2003.

HONEYCOMBE R. W. K. **The plastic deformation of metals**. London: Edward Arnold LTda., 1984.

HOWELL, R. A. Microstructural Influence on Dynamic Properties of Age Hardenable FeMnAl Alloys. **Materials Science and engineering**, n. April, p. 249, 2009.

HUANG, K.; LOGÉ, R. E. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. **Materials and Design**, v. 111, p. 548–574, 2016.

HUETTER, L. J.; STADELMAIER, H. H. Ternary carbides of transition metals with aluminum and magnesium. **Acta Metallurgica**, v. 6, n. 5, p. 367–370, 1958.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. Hot Deformation and Dynamic Restoration. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**, n. 1981, p. 415– V, 2004.

JEONG, J. *et al.* Isothermal precipitation behavior of γ -carbide in the Fe-9Mn-6Al-0.15C lightweight steel with a multiphase microstructure. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 574, p. 299–304, 2013.

JIANG, Y.; XIE, C. Research and Development of 780MPa grade low-density steels. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 493, n. 1, 2019.

JIMENEZ-MELERO, E. *et al.* Martensitic transformation of individual grains in low-alloyed TRIP steels. **Scripta Materialia**, v. 56, n. 5, p. 421–424, 2007.

JIMÉNEZ, J. A.; FROMMEYER, G. The ternary iron aluminum carbides. **Journal of Alloys and Compounds**. v. 509, p. 2729–2733, 2011.

JIN, J.; LEE, Y. Effects of Al on microstructure and tensile properties of C-bearing high Mn TWIP steel. **Acta Materialia**, v. 60, n. 4, p. 1680–1688, 2012.

KAAR, S. *et al.* Influence of the Al and Mn content on the structure-property relationship in density reduced TRIP-assisted sheet steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 735, n. August, p. 475–486, 2018.

KALANTARI, A.-R. *et al.* The high temperature deformation behavior of a Triplex (ferrite+ austenite+ martensite) low density steel. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 13, p. 1388–1401, 2021.

KALANTARI, A. R. *et al.* Microstructure evolution and room temperature mechanical properties of a thermomechanically processed ferrite-based low density steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 754, n. March, p. 57–67, 2019.

KANG, S. E. *et al.* The hot ductility of Nb/V containing high Al, TWIP steels. **Materials Science and Technology**, v. 27, n. 5, p. 909–915, 2011.

KANG, S. K. *et al.* Constitutive equations optimized for determining strengths of metallic alloys. **Mechanics of Materials**, v. 73, p. 51–57, 2014.

KAPUTKINA, L. M. *et al.* Strength of “Light” Ferritic and Austenitic Steels Based on the Fe – Mn – Al – C System. **Metal Science and Heat Treatment**, v. 58, n. 9–10, p. 515–519, 2017.

KHAPLE, S. *et al.* Effect of Niobium Addition on Microstructure and Mechanical Properties of Fe–7Al–0.35C Low-Density Steel. **Metallography, Microstructure, and Analysis**.v. 9,p. 127-139, 2020.

KIM, H.; SUH, D. W.; KIM, N. J. Fe-Al-Mn-C lightweight structural alloys: A review on the microstructures and mechanical properties. **Science and Technology of Advanced Materials**. v. 14, n. 1, 2013.

KIMURA, Y. *et al.* Microstructure control and ductility improvement of the two-phase γ -Fe/ κ -(Fe, Mn)₃AlC alloys in the Fe-Mn-Al-C quaternary system. **Intermetallics**, v. 12, n. 6, p. 607–617, 2004.

KRIZAN, D.; STEINER, K.; STAHL, V. Development of Third Generation Advanced High Strength Steels Development of Third Generation Advanced High Strength. **Conference paper**. n. December, 2018.

KUMAR, V. *et al.* Thermo-mechanical Simulation Studies for Hot Rolling of Steel – An Overview, **Conference paper**. **R & D Centre for Iron & Steel**, 2011.

KWON, M. H. *et al.* Solidification Microsegregation and Hot Ductility of Fe-Mn-C-Al-xNb TWIP Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 49, n. 11, p. 5509–5523, 2018.

LEE, H. J. *et al.* Thermodynamic analysis of the effect of C, Mn and Al on

microstructural evolution of lightweight steels. **Scripta Materialia**, v. 68, n. 6, p. 339–342, 2013.

LI, H. *et al.* Deformation characteristic and constitutive modeling of 2707 hyper duplex stainless steel under hot compression. **Metals**, v. 6, n. 9, p. 1–17, 2016a.

LI, X. *et al.* Hot deformation and dynamic recrystallization behavior of Fe-8Mn-6Al-0.2C steel. **Materials Science Forum**, v. 898 MSF, p. 797–802, 2017.

LI, Y. *et al.* Hot deformation characteristics-Constitutive equation and processing maps-of 21-4N Heat-resistant steel. **Materials**, v. 12, n. 1, p.1-17, 2018.

LI, Y. P. *et al.* Hot deformation and dynamic recrystallization behavior of austenite-based low-density Fe-Mn-Al-C steel. **Acta Metallurgica Sinica (English Letters)**, v. 29, n. 5, p. 441–449, 2016b.

LI, Z. C.; CAI, Z. H.; MISRA, R. D. K. The critical factors governing mechanical properties in hot-rolled Fe-0.2C-11Mn-(0-6)Al TRIP steels and fracture behavior. **Materials Science and Engineering A**, v. 683, p. 46–55, 2017.

LIU, C. *et al.* Hot Deformation Behavior of a New Nuclear Use Reduced Activation Ferritic/Martensitic Steel. **Acta Metallurgica Sinica (English Letters)**, v. 32, n. 7, p. 825–834, 2019a.

LIU, D. *et al.* Control of inter/intra-granular κ -carbides and its influence on overall mechanical properties of a Fe-11Mn-10Al-1.25C low density steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 715, n. December 2017, p. 25–32, 2018.

LIU, D. *et al.* Dynamic recrystallization and precipitation behaviors during hot deformation of a κ -carbide-bearing multiphase Fe–11Mn–10Al–0.9C lightweight steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 772, p. 138682, 2019b.

LIU, D. *et al.* Hot Deformation Behavior and Processing Map of a Fe-11Mn-10Al-0.9C Duplex Low-Density Steel Susceptible to κ -Carbides. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 28, n. 8, p. 5116–5126, 2019c.

LU, W. J. *et al.* Structure and properties of κ -carbides in duplex lightweight steels. **Ironmaking & Steelmaking: Processes, Products and Applications**, v. 42, n. 8, p.626-631. April, 2016.

LU, W. J.; QIN, R. S. Influence of κ -carbide interface structure on the formability of lightweight steels. **Materials and Design**, v. 104, p. 211–216, 2016.

LU, W. J.; ZHANG, X. F.; QIN, R. S. κ -carbide hardening in a low-density high-Al high-Mn multiphase steel. **Materials Letters**, v. 138, p. 96–99, 2015.

MA, X. *et al.* The effect of rare earth alloying on the hot workability of duplex stainless steel - A study using processing map. **Materials and Design**, v. 86, p. 848–854, 2015.

MANNAN, P.; GILBERTO, C.; ELENA, V. The effect of Nb solute and NbC precipitates on dynamic and metadynamic recrystallisation in Ni- 30Fe-Nb-C model alloys. **Materials Science & Engineering A: Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing**, v.700, p. 116-131, 2017.

MAPELLI, C. *et al.* γ Decomposition in Fe-Mn-Al-C lightweight steels. **Journal of**

Materials research and technology, v. 9, n. 3, p. 4604–4616, 2020.

MCQUEEN, H. J. Development of dynamic recrystallization theory. **Materials Science and Engineering A**, v. 387–389, n. 1- 2 SPEC. ISS., p. 203–208, 2004.

MCQUEEN, H. J.; JONAS, J. J. Role of the dynamic and static softening mechanisms in multistage hot working. **Journal of Applied Metalworking**, v. 3, n. 4, p. 410–420, 1985.

MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Princípios de Metalurgia Mecânica**. São Paulo : Edgard Blucher, 1982.

MOHAMADIZADEH, A. *et al.* Hot deformation characterization of duplex low-density steel through 3D processing map development. **Materials Characterization**, v. 107, p. 293–301, 2015.

MOHAMADIZADEH, A. *et al.* Ultra-fine grained structure formation through deformation-induced ferrite formation in duplex low-density steel. **Materials and Design**, v. 92, p. 322–329, 2016.

MOLA, J. *et al.* Cementite evolution in medium manganese twinning-induced plasticity steels. **Materialia**, v. 2, p. 138–147, 2018.

MOMMA, K.; IZUMI, F. VESTA : a three-dimensional visualization system for electronic and structural analysis. **Journal of Applied Crystallography**, v. 41, p. 653–658, 2008.

MOZUMDER, Y. H. *et al.* Flow characteristics and hot workability studies of a Ni-containing Fe-Mn-Al-C lightweight duplex steel. **Materials Characterization**, v. 146, n. September, p. 1–14, 2018.

MOZUMDER, Y. H. *et al.* Dynamic microstructural evolution and recrystallization mechanism during hot deformation of intermetallic-hardened duplex lightweight steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 788, p. 139613, 2020.

NOH, J.; KIM, H. Ab initio Calculations on the Effect of Mn Substitution in the k-carbide Fe₃AlC. **Journal of the Korean Physical Society**, v. 62, n. 3, p. 3–7, 2013.

NUNES, L. F. **Evolução microestrutural e comportamento mecânico de aços TRIP com alto teor de Alumínio**. 2019. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2019.

PADILHA, A. F.; SICILIANO JUNIOR, F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grãos e textura**. 3 ed. ABM - Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.

PANIGRAHI, B. K. Processing of low carbon steel plate and hot strip-an overview. **Bulletin of Materials Science**, v. 24, n. 4, p. 361–371, 2001.

PARK, S. J. *et al.* Microstructure and tensile behavior of duplex low-density steel containing 5 mass% aluminum. **Scripta Materialia**, v. 68, n. 6, p. 365–369, 2013.

PENG, W. *et al.* Internal oxidation behaviour of Fe-Mn-Al-C duplex light-weight steels with good combination of strength and ductility. **Corrosion Science**, v. 120, p. 148–157, 2017a.

PENG, W. *et al.* Insights into the role of grain refinement on high-temperature initial oxidation phase transformation and oxides evolution in high aluminium Fe-Mn-Al-C duplex lightweight steel. **Corrosion Science**, v. 126, p. 197–207, 2017b.

POLIAK, E. I.; JONAS, J. J. A one-parameter approach to determining the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization. **Acta Materialia**, v. 44, n. 1, p. 127–136, 1996.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. **Phase Transformation in Metals and Alloys**. 2 ed. London, UK:Chapman & Hall, 1992.

POURFAROKH, A. *et al.* Regulating tensile properties through bainitic transformation temperature in a hot-rolled δ -TRIP steel. **Materials Science and Technology**, v. 36, n. 2, p. 223–232, 2020.

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

RAABE, D. *et al.* From high-entropy alloys to high-entropy steels. **Steel Research International**, v. 86, n. 10, p. 1127–1138, 2015.

RAJINIKANTH, V. *et al.* Effect of Strain-Induced Precipitation on the Austenite Non-recrystallization (T_{nr}) Behavior of a High Niobium Microalloyed Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 50, n. 12, p. 5816–5838, 2019.

RANA, R. Low-Density Steels. **Jom**, v. 66, n. 9, p. 1730–1733, 2014.

RANA, R.; LAHAYE, C.; RAY, R. K. Overview of Lightweight Ferrous Materials: Strategies and Promises. **Jom**, v. 66, n. 9, p. 1734–1746, 2014.

RANA, R.; LIU, C.; RAY, R. K. Low-density low-carbon Fe-Al ferritic steels. **Scripta Materialia**, v. 68, n. 6, p. 354–359, 2013.

RANA, R.; LIU, C.; RAY, R. K. Evolution of microstructure and mechanical properties during thermomechanical processing of a low-density multiphase steel for automotive application. **Acta Materialia**, v. 75, p. 227–245, 2014.

RAWAT, P.; PRAKASH, U.; PRASAD, V. V. S. Phase Transformation and Hot Working Studies on High-Al Fe-Al-Mn-C Ferritic Low-Density Steels. **Journal of Materials Engineering and Performance**, n 30,p. 6297-6308, 2021.

RAY, A. Niobium microalloying in rail steels. **Materials Science and Technology**, v.33, n. 14, p. 1584–1600, 2017.

RENAULT, C. *et al.* Microstructure and hot deformation behavior of FeMnAlCMo steel. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, n. 3, p. 4440–4449, 2020.

SAKAI, T. *et al.* Progress in Materials Science Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot , cold and severe plastic deformation conditions. **Progress in Materials Science**, v. 60, p. 130–207, 2014.

SAKAI, T.; JONAS, J. J. Overview no. 35 Dynamic recrystallization: Mechanical and microstructural considerations. **Acta Metallurgica**, v. 32, n. 2, p. 189–209, 1984a.

SAKAI, T.; JONAS, J. J. Plastic Deformation : Role of Recovery and Recrystallization. **Encyclopedia of Materials: Science and Technology**, p. 7079–7084, 1984b.

SAMARASEKERA, I. V. Hot Rolling. **Encyclopedia of Materials: Science and Technology**, p. 3836–3843, 2001.

SATO, K.; TAGAWA, K.; INOUE, Y. Age hardening of an Fe-30Mn-9Al-0.9C alloy. **Scripta Metallurgica**, v. 22, n. 400, p. 899–902, 1988.

SATYA PRASAD, V. V.; KHAPLE, S.; BALIGIDAD, R. G. Melting, Processing, and Properties of Disordered Fe-Al and Fe-Al-C Based Alloys. **Jom**, v. 66, n. 9, p. 1785–1793, 2014.

SELLARS, C. M. Modelling microstructural development during hot rolling. **Materials Science and Technology**, v. 6, n. 11, p. 1072–1081, 1990.

SELLARS, C. M.; MCTEGART, W. J. On the mechanism of hot deformation. **Acta Metallurgica**, v. 14, n. 9, p. 1136–1138, 1966.

SEOL, J. B. *et al.* Direct evidence for the formation of ordered carbides in a ferrite-based low-density Fe-Mn-Al-C alloy studied by transmission electron microscopy and atom probe tomography. **Scripta Materialia**, v. 68, n. 6, p. 348–353, 2013.

SEOL, J. B. A Brief Review of κ -Carbide in Fe-Mn-Al-C Model Alloys. **Applied Microscopy**, v. 48, n. 4, p. 117–121, 2018.

SHIN, J. H. *et al.* Dynamic strain aging in Fe-Mn-Al-C lightweight steel. **Philosophical Magazine Letters**, v. 100, n. 7, p. 355–364, 2020.

SHIN, S. Y. *et al.* Correlation of microstructure and cracking phenomenon occurring during hot rolling of lightweight steel plates. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 41, n. 1, p. 138–148, 2010.

SHIRI, S. G. *et al.* Unexpected Effect of Nb Addition as a Microalloying Element on Mechanical Properties of δ -TRIP Steels. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 23, n. 9, p. 988–996, 2016.

SINHA, M. *et al.* Kinetic Constraints of δ -Ferrite to the Formation of Kappa (κ) Carbide in a Fe-4Mn-9Al-0.3C Wt Pct Low-Density Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 51, n. 2, p. 809–817, 2020.

SOHN, S. S. *et al.* Effect of annealing temperature on microstructural modification and tensile properties in 0.35 C-3.5 Mn-5.8 Al lightweight steel. **Acta Materialia**, v. 61, n. 13, p. 5050–5066, 2013.

SOHN, S. S. *et al.* Microstructural Developments and Tensile Properties of Lean Fe-Mn-Al-C Lightweight Steels. **Jom**, v. 66, n. 9, p. 1857–1867, 2014a.

SOHN, S. S. *et al.* Effect of Mn Addition on Microstructural Modification and Cracking Behavior of Ferritic Light-Weight Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 45, n. 12, p. 5469–5485, 2014b.

SOZAŃSKA-JĘDRASIK, L. *et al.* Carbides analysis of the high strength and low

density Fe-Mn-Al-Si steels. **Archives of Metallurgy and Materials**, v. 63, n. 1, p. 265–276, 2018.

SOZAŃSKA-JĘDRASIK, L. *et al.* Effect of Nb and Ti micro-additives and thermo-mechanical treatment of high-manganese steels with aluminium and silicon on their microstructure and mechanical properties. **Archives of Metallurgy and Materials**, v. 64, n. 1, p. 133–142, 2019.

SOZAŃSKA-JĘDRASIK, L. *et al.* Structure of Fe-Mn-Al-C Steels after Gleeble Simulations and Hot-Rolling. **Materials**, v. 13, n. 3, p. 739, 2020.

SOZAŃSKA-JĘDRASIK, L.; MAZURKIEWICZ, J.; BOREK, W. Influence of isothermal heating time on the disappearance of strain hardening in high-manganese triplex type steels. **Archives of Metallurgy and Materials**, v. 63, n. 4, p. 2023–2030, 2018.

SPEER, J. *et al.* Nb-Microalloying in Next-Generation Flat-Rolled Steels : An Overview. **Materials Science Forum**, v. 879, p. 1834–1840, 2016.

SUH, D. W. *et al.* Influence of Al on the microstructural evolution and mechanical behavior of low-carbon, manganese transformation-induced-plasticity steel. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 41, n. 2, p. 397–408, 2010.

SVYETLICHNYI, D. S. A coupled model of flow stress and microstructure evolution. **AIP Conference Proceedings**, v. 45, n. 8, p. 1187–1193, 2005.

TERASAKI, H.; KOMIZO, Y. I. Diffusional and displacive transformation behaviour in low carbon-low alloy steels studied by a hybrid in situ observation system. **Scripta Materialia**, v. 64, n. 1, p. 29–32, 2011.

TSAY, G. D. *et al.* Effect of carbon on spinodal decomposition in Fe-26Mn-20Al-C alloys. **Materials Transactions**, v. 52, n. 3, p. 521–525, 2011.

VAN BOHEMEN, S. M. C.; SIETSMA, J. Kinetics of martensite formation in plain carbon steels: Critical assessment of possible influence of austenite grain boundaries and autocatalysis. **Materials Science and Technology (United Kingdom)**, v. 30, n. 9, p. 1024–1033, 2014.

WANG, C. J.; CHANG, Y. C. TEM study of the internal oxidation of an Fe-Mn-Al-C alloy after hot corrosion. **Oxidation of Metals**, v. 57, n. 3–4, p. 363–378, 2002.

WANG, C. S. *et al.* Phase transitions in an Fe–9Al–30Mn–2.0C alloy. **Scripta Materialia**, v. 57, p. 809–812, 2007.

WANG, J. *et al.* Effect of Coiling Temperature on Microstructure and Tensile Behavior of a Hot-Rolled Ferritic Lightweight Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 47, n. 12, p. 5918–5931, 2016.

WEISS, I.; JONAS, J. J. Interaction between recrystallization and precipitation during the high temperature deformation of HSLA steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 10, n. 7, p. 831–840, 1979.

WOO, S. D.; KIM, N. J. Low-density steels. **Scripta Materialia**, v. 68, n. 6, p. 337–338, 2013.

WU, X.; ZHU, Y. Heterogeneous materials: a new class of materials with unprecedented mechanical properties. **Materials Research Letters**, v. 5, n. 8, p. 527–532, 2017.

WU, Z. *et al.* Exploring the influence of Al content on the hot deformation behavior of Fe-Mn-Al-C steels through 3D processing map. **Vacuum**, v. 159, n. August 2018, p. 447–455, 2019.

XIE, B. S. *et al.* A New Constitutive Model for the High-Temperature Flow Behavior of 95CrMo Steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 25, n. 12, p. 5127–5137, 2016.

XU, L.; WU, H.; CHEN, Y. Interpretation of the abnormal high-temperature flow behavior of Fe-Mn-Al duplex lightweight steel. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 418, n. 1, 2018.

XU, L.; WU, H.; XIE, B. An improved constitutive model for high-temperature flow behaviour of the Fe–Mn–Al duplex steel. **Materials Science and Technology**, v. 34, n. 2, p. 229–241, 2018.

XU, X. YU *et al.* Softening and recrystallization behavior of a new class of ferritic steel. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 26, n. 2, p. 154–161, 2019.

XU, Y. *et al.* Effect of two-step intercritical annealing on microstructure and mechanical properties of hot-rolled medium manganese TRIP steel containing δ -ferrite. **Materials Science & Engineering A**, v. 688, n. November 2016, p. 40–55, 2017.

YADA, H.; LI, C.; YAMAGATA, H. Dynamic $\gamma \rightarrow \alpha$ Transformation during Hot Deformation in Iron – Nickel – Carbon Alloys. **ISIJ International**, v. 40, n. 2, p. 200–206, 2000.

YANG, J. *et al.* Microstructure and properties of Fe₃Al-Fe₃AlC_{0.5} composites prepared by self-propagating high temperature synthesis casting. **Materials Science and Engineering A**, v. 382, n. 1–2, p. 8–14, 2004.

YANG, M. X. *et al.* Strain hardening in Fe-16Mn-10Al-0.86C-5Ni high specific strength steel. **Acta Materialia**, v. 109, p. 213–222, 2016.

YI, H. L.; CHEN, P.; BHADESHIA, H. K. D. H. Optimizing the morphology and stability of retained austenite in a δ -TRIP steel. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 45, n. 8, p. 3512–3518, 2014.

YOO, J. D.; PARK, K. T. Microband-induced plasticity in a high Mn-Al-C light steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 496, n. 1–2, p. 417–424, 2008.

ZAMBRANO, O. A. *et al.* Hot deformation of a Fe-Mn-Al-C steel susceptible of κ -carbide precipitation. **Materials Science and Engineering A**, v. 689, n. January, p. 269–285, 2017.

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

ZARGARAN, A. *et al.* Effects of Nb and C additions on the microstructure and tensile properties of lightweight ferritic Fe-8Al-5Mn alloy. **Scripta Materialia**, v. 89, p. 37–40,

2014.

ZENER, C.; HOLLOWAY, J. H. Effect of Strain Rate Upon Plastic Flow of Steel **Contributed Original Research**, v. 22, 1944.

ZHANG, B. *et al.* Structure-property relationship in novel low carbon hot-rolled TRIP steels via thermo-mechanical controlled processing and coiling. **Materials Science and Engineering A**, v. 771, p. 138643, n. September, 2020a.

ZHANG, H. K. *et al.* A critical assessment of experimental investigation of dynamic recrystallization of metallic materials. **Materials and Design**, v. 193, p. 108873, 2020b.

ZHANG, J. *et al.* Constitutive analysis of the hot deformation behavior of Fe-23Mn-2Al-0.2C twinning induced plasticity steel in consideration of strain. **Materials and Design**, v. 44, p. 354–364, 2013.

ZHANG, M. *et al.* Element partitioning effect on microstructure and mechanical property of the micro-laminated Fe-Mn-Al-C dual phase steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 654, p. 193–202, 2016.

ZHANG, X. F.; TERASAKI, H.; KOMIZO, Y. In situ investigation of structure and stability of niobium carbonitrides in an austenitic heat-resistant steel. **Scripta Materialia**, v. 67, n. 2, p. 201–204, 2012.

ZHENG, W. *et al.* Thermodynamic assessment of the Al-C-Fe system. **Calphad: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry**, v. 58, n. March, p. 34–49, 2017.

ZHOU, N. *et al.* Influence of Annealing Temperature on Microstructure and Three-Stage Strain Hardening Behavior in Cold-Rolled Fe-Mn-Al-C Steel. **Jom**, v. 71, n. 11, p. 4105–4113, 2019.

ZHOU, P.; MA, Q. XIAN. Static recrystallization behavior of 25CrMo4 mirror plate steel during two-pass hot deformation. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 24, n. 2, p. 222–228, 2017.

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

APÊNDICES

APÊNDICE A – CURVAS DO PERFIL DE AQUECIMENTO OBTIDAS VIA ENSAIO DE DILATOMETRIA

Na Figura A.1 são apresentadas as curvas do perfil de aquecimento, com taxa de aquecimento de 1 °C/s até a temperatura de 1250 °C, de todas as amostras avaliadas no ensaio de dilatometria via Gleeble 3500.

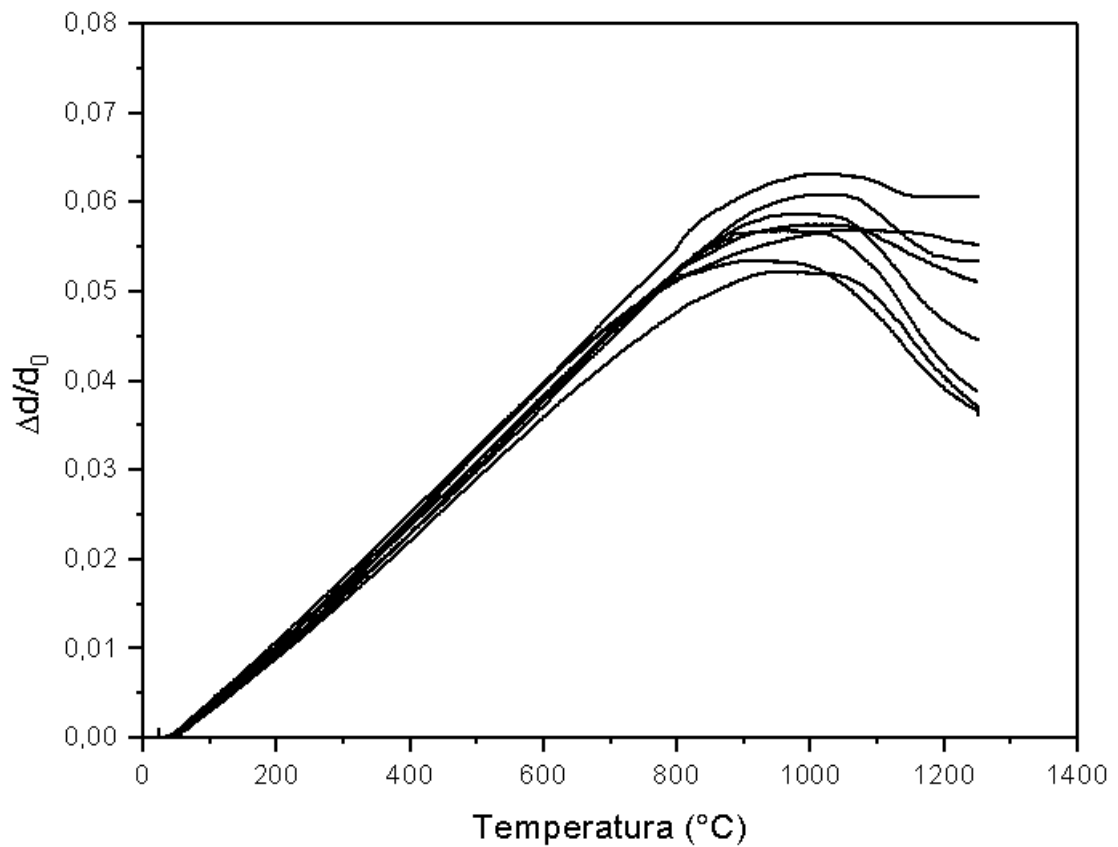


Figura A.1 Perfil de aquecimento das curvas referentes a todas as amostras analisadas no ensaio de dilatometria.

APÊNDICE B – CURVAS DO PERFIL DE RESFRIAMENTO OBTIDAS VIA ENSAIO DE DILATOMETRIA

Na Figura B. são apresentadas as curvas do perfil de resfriamento, de 1250 °C até 850 °C com taxa de resfriamento de 1 °C/s e a partir de 850 °C com distintas taxas de resfriamento (1, 3, 5, 10, 15, 20, 30 e 50 °C/s), de todas as amostras avaliadas no ensaio de dilatometria via Gleeble 3500.

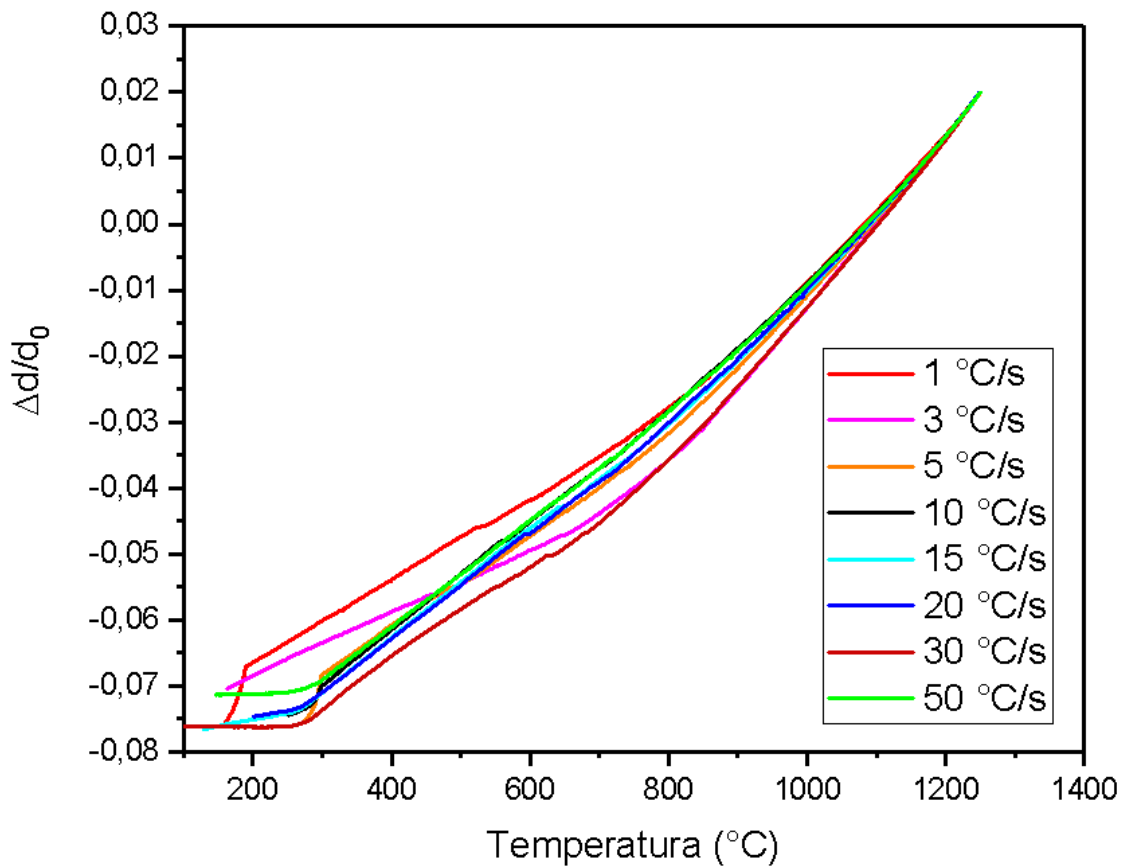


Figura B.1 - Perfil de resfriamento das curvas referentes a todas as amostras analisadas no ensaio de dilatometria.