

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS PARA
ENGENHARIA

VANDA DA PIEDADE SANTOS

**QUANTIFICAÇÃO DAS FASES PRESENTES NO AÇO TRIP 8Mn TRATADO
TERMICAMENTE POR MEIO DE MEDIDAS MAGNÉTICAS E DIFRAÇÃO DE
RAIOS X**

ITAJUBÁ

2018

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS PARA
ENGENHARIA

VANDA DA PIEDADE SANTOS

**QUANTIFICAÇÃO DAS FASES PRESENTES NO AÇO TRIP 8Mn TRATADO
TERMICAMENTE POR MEIO DE MEDIDAS MAGNÉTICAS E DIFRAÇÃO DE
RAIOS X**

Dissertação submetida ao Programa de Pós Graduação em Materiais para Engenharia como parte dos requisitos para obtenção de Título de Mestre em Ciências em Materiais para Engenharia.

Orientadora: Reny Angela Renzetti

Coorientador: Guilherme O. Siqueira

ITAJUBÁ

2018

DEDICATÓRIA

À minha família, em especial à minha mãe Efigenia meu exemplo de vida e ao meu marido
Noé Dias pela paciência e companheirismo.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pela coragem e força que me foi concedida nos momentos difíceis e por me permitir mais esta conquista.

À Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI pela oportunidade de realização deste trabalho.

À minha mãe Efigenia, pelo amor e incentivo nos estudos.

A todos meus irmãos pela paciência e apoio incondicional. Ao meu marido Noé pelo amor verdadeiro, companheirismo e compreensão nos momentos de ausência.

À professora Reny Angela Renzetti, pela orientação, paciência e ensinamentos passados, minha eterna gratidão.

Ao professor Guilherme Oliveira Siqueira pela coorientação, colaboração e ensinamentos nas análises de resultados de difração de raios X.

Ao professor Ernesto Soares de Freitas Neto, pela disponibilidade e ajuda nas análises de dados das medidas de magnetização.

Ao professor Fábio Nakagomi pela disponibilidade e ensinamentos passados.

Ao professor Dagoberto Brandão Santos (UFMG) por disponibilizar o material investigado neste trabalho. E a sua aluna doutoranda Aline Magalhães pelas trocas de informações e pela disponibilização do Thermo Calc TM utilizado neste estudo.

Ao professor Marcio Assolin Corrêa e seu aluno Ms. Acácio Silveira de Melo (UFRN) pela realização das medidas magnéticas.

Ao LNLS, pelo aceite do projeto n° 0699 (2016) para utilização da linha XPD.

Ao mestre Esteveson Ferreira Miquelet (UFMG), pela ajuda e disponibilidade do laboratório na UFMG.

À minha amiga Janaína pelo companheirismo e parceria em cada etapa deste trabalho.

Ao meu amigo e técnico de laboratório Jordânio, pelas orientações e pelas imagens de microscopia eletrônica de varredura.

Ao técnico de laboratório Jasson, pela ajuda e apoio em diversos momentos durante a realização desse trabalho.

À CAPES, CNPq e FAPEMIG pelo apoio financeiro.

Enfim a todos que de alguma forma contribuíram para o êxito deste trabalho.

EPÍGRAFE

“Alguns homens veem as coisas como são, e dizem ‘Por quê?’ Eu sonho com as coisas que nunca foram e digo ‘Por que não?’”
(George Bernard Shaw).

RESUMO

A necessidade em diminuir o peso dos automóveis visando uma melhor economia de combustível e, conseqüentemente, reduzir as emissões de gases poluentes levou as indústrias a desenvolverem novas gerações de aços avançados de alta resistência (AHSS, do inglês *Advanced High Strength Steel*). O aço TRIP de médio manganês pertence à terceira geração destes AHSS e possui concentração de Mn que varia de 3% a 10% em peso. O presente trabalho consistiu em caracterizar a microestrutura e quantificar as fases apresentadas no aço TRIP de 3ª geração com teor de manganês de 8%p. após tratamentos térmicos. Estes tratamentos são responsáveis por causar modificações microestruturais importantes no material conferindo características significativas à sua aplicação. O aço foi dividido em três partes que foram austenitizadas em 1100°C por 1 h. Após austenitização, cada parte sofreu um resfriamento diferente, sendo: na água, no ar e no forno. Utilizou-se amostra de cada tipo de resfriamento para a análise da condição inicial. Outras amostras de cada condição de resfriamento foram recozidas em temperaturas de 600, 650, 700, 800, 950 e 1050°C, durante 15 min, estas temperaturas foram definidas por meio de ensaio de dilatométrica. Em amostras selecionadas foram realizadas o ensaio de difração de raios X e medidas magnéticas após o ensaio de dureza Vickers. As medidas de difração de raios X foram realizadas no Laboratório Nacional de Luz Sincrotron, LNLS. Com relação às medidas magnéticas, estas foram feitas na Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), utilizando um magnetômetro de amostra vibrante (VSM – *vibrating sample magnetometer*). A caracterização da microestrutura foi realizada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) após ataque químico. Os resultados mostraram a presença da fase martensita α' , martensita ϵ , ferrita e austenita na microestrutura do aço. Uma maior fração volumétrica de austenita retida foi observada em temperaturas próximas ou igual a 700°C e decresceu em temperaturas superiores a 800°C. Verificou-se que as taxas de resfriamento afetaram a microestrutura final do aço, uma vez que uma maior fração de austenita retida foi encontrada na amostra resfriada ao ar, o que foi comprovado tanto pela medida magnética como nos resultados de difração de raios X.

Palavras chave: TRIP, Austenita Retida, Temperatura de recozimento, Difração de raios X, Magnetização de saturação

ABSTRACT

Reducing automobiles weight aiming fuel economy e consequently reducing pollutant gas emissions led the industries to develop new generations of the called Advanced High Strength Steels (AHSS, from English *Advanced High Strength Steel*). The medium manganese TRIP steel belongs to the 3rd AHSS generation and are defined as steels which Mn concentration ranges from 3 to 10% wt. This work is aimed to quantify 3rd generation of TRIP's phases containing 8% wt. after heat treatments. These treatments are responsible for causing important microstructural modifications in the material giving significant characteristics to its application. The steel sample was sectioned into three pieces which were austenitized at 1100°C for 1 hour. After austenitization, every piece undergone to different cooling media: under water, ambient air, and in the furnace. A single piece from each condition was used to initial condition analysis. The remaining ones were annealed at 600, 650, 700, 800, 950 e 1050°C for 15 minutes. Annealing temperatures were determined after dilatometry analysis performed on each piece. In selected samples for X Ray Diffraction (XDR) and magnetic measurements were performed after Vickers hardness measurements. XRD analysis was performed at "Laboratório Nacional de Luz Sincrotron", LNLS. - Magnetic saturation measurements were performed at the Federal University of Rio Grande do Norte (UFRN) using a vibrating sample magnetometer (VSM - *vibrating sample magnetometer*). Microstructure characterization was performed through images from an Optical Microscope and a Scanning Electronic Microscope (SEM) after chemical etching. Results showed martensite α' , martensite ϵ and austenite in the microstructure. A higher retained austenite value was observed at temperatures close to or equal to 700 ° C and decreased at temperatures above 800 ° C. It was proved that cooling rates affect steel's final microstructure once the greater retained austenite volumetric fraction was contained in the steel sample air cooled, which was proved by both the magnetic measurement and the results presented by the diffraction of X Ray.

Key-words: TRIP, Retained Austenite, Annealing Temperature, X Ray Diffraction, Magnetic Saturation

LISTA DE ILUSTRAÇÃO

Figura 1- Relação entre alongamento e limite de escoamento dos aços AHSS 1 ^o , 2 ^o e 3 ^o geração.	15
Figura 2- Representação dos microconstituintes que podem ser observados nos aços TRIP. A fase ferrita é indicada por α , a martensita por α' e a austenita por γ	16
Figura 3- Transformação da austenita retida em martensita durante a deformação plástica de um aço TRIP.	19
Figura 4 Curva tensão-deformação, obtida por ensaio de tração, do aço TRIP de baixa liga (TRIP) e de um aço bifásico (No TRIP).	20
Figura 5- Resultado comparativo da fração volumétrica da austenita medida e calculada em função da temperatura de recozimento intercrítico.	21
Figura 6- Representação da evolução da microestrutura em função da temperatura de recozimento intercrítico.	23
Figura 7- Estruturas falhadas. (a) Empilhamento CFC; (b) falha de deformação em CFC; (c) falha de macla em CFC; (d) empilhamento HC.	26
Figura 8- Transformação martensítica dentro do grão de austenita (a) Grão de austenita antes de sofrer transformação (b) início da transformação martensítica (c) Placas martensítica com aspecto diminuído.	28
Figura 9- Distorção de Bain para um reticulado cúbico de face centrada que se transforma em cúbico de corpo centrado. A célula tetragonal de corpo centrado é mostrada na estrutura cúbica de face centrada em (a) e sozinha em (b). A distorção de Bain converte (b) em (c). ...	28
Figura 10- Tensão-assistida e deformação-induzida na transformação martensítica produzida por tensões externa.	30
Figura 11 - Mecanismo proposto para a formação da martensita ϵ e das maclas.	32
Figura 12- Modelo baseado em falhas de empilhamento para a nucleação da martensita ϵ	32
Figura 13 - Refinamento ideal.	35
Figura 14- Ciclo de histerese.	36
Figura 15- Dilatação em função da temperatura para a amostra resfriada em água com taxa de aquecimento de 10 °C/min.	41
Figura 16- Dilatação em função da temperatura para a amostra resfriada ao ar com taxa de aquecimento de 10 °C/min.	42
Figura 17- Dilatação em função da temperatura para a amostra resfriada no forno com taxa de aquecimento de 10 °C/min.	42

Figura 18- Simulação obtida por meio do <i>software</i> Thermo-Calc TM , para o aço 8% em peso de Mn até a temperatura de 1000°C.....	45
Figura 19- Fração das fases obtidas em função da temperatura obtida por meio do Thermo Calc TM para um aço TRIP 11% em peso Mn.....	45
Figura 20 Comparação da dureza Vickers das amostras resfriadas na água, ar e forno, no estado inicial e no estado recozido entre 600°C e 1050°C.....	47
Figura 21- Micrografia obtida por MEV da amostra resfriada em água (a) condição inicial (b) recozidas em 700°C.	49
Figura 22- Micrografia obtida por MEV da amostra resfriada no ar (a) condição inicial (b) recozidas em 700°C.	50
Figura 23- Micrografia obtida por MEV da amostra resfriada no forno (a) condição inicial (b) recozidas em 700°C.	51
Figura 24- Curvas de M x B obtidas para as amostras no estado inicial água e recozida em temperaturas de 650°C, 700° e 800°C.	52
Figura 25- Curvas de M X B obtidas para as amostras no estado inicial ar e recozida em temperaturas de 650°C, 700° e 800°C.	53
Figura 26- Curvas de M X B obtidas para as amostras no estado inicial forno e recozida em temperaturas de 650°C, 700° e 800°C.	53
Figura 27- Curva de magnetização (M) em função do inverso do campo aplicado (1/B) para a amostra resfriada na água (condição inicial).	56
Figura 28- Variação da fração volumétrica das fases paramagnéticas em função da temperatura de recozimento, (a) amostras resfriadas em água, ar e forno, e (b) amostras recozidas a 700°C na condição de resfriamento água, ar e forno.....	58
Figura 29- Ampliação de umas das curvas M X B para campos baixos (-100 G < B < 100 G).	60
Figura 30- Valores de B _C e HV em função da temperatura de recozimento.	60
Figura 31: Valores da Magnetização de remanência, M _R em função da temperatura de recozimento para as amostras no estado inicial e recozida.	61
Figura 32- Valores de B _C , M _R , M _S e área do ciclo de histerese em função da temperatura de recozimento para as amostras resfriadas em (a) água, (b) ar e (c) forno.	63
Figura 33- Variação da permeabilidade magnética diferencial (μ_{dif}) em função do campo magnético aplicado para as diferentes condições de resfriamento.	65

Figura 34- Largura a meia altura (FWHM - <i>Full Width at Half Maximum</i>) dos picos da permeabilidade magnética diferencial em função das temperaturas de recozimento para as diferentes condições de resfriamento.....	66
Figura 35- Difratoograma obtido por difração de raios X das amostras resfriadas na água e recozidas em diferentes temperaturas.	69
Figura 36- Difratoograma obtido por difração de raios X das amostras resfriadas no ar e recozidas em diferentes temperaturas.	70
Figura 37- Difratoograma obtido por difração de raios X das amostras resfriadas no forno e recozidas em diferentes temperaturas.	71
Figura 38- Variação da fração volumétrica de austenita retida com a temperatura de recozimento, nas amostras resfriadas em água, ar e forno, segundo o método de Rietveld. ...	73
Figura 39- Variação da microdeformação com a temperatura de recozimento, nas amostras resfriadas na água, ar e forno, utilizando o método de refinamento Rietveld.	74
Figura 40 - Valores de parâmetro de rede em função da temperatura de recozimento nas diferentes condições de resfriamento (a) água (b) ar (c) forno.....	76
Figura 41- Valores de parâmetro de rede, dureza Vickers, microdeformação e Martensita α em função da temperatura para as amostras resfriadas na (a) água (b) ar (c) forno.....	78
Figura 42- Fração volumétrica das fases paramagnéticas obtidas por meio de DRX e medidas magnéticas em função da temperatura de recozimento, nas amostras resfriadas em água.	79
Figura 43- Fração volumétrica das fases paramagnéticas obtidas por meio de DRX e medidas magnéticas em função da temperatura de recozimento, nas amostras resfriadas no ar	79
Figura 44- Fração volumétrica das fases paramagnéticas obtidas por meio de DRX e medidas magnéticas em função da temperatura de recozimento, nas amostras resfriadas no forno	80
Figura 45- Comportamento da permeabilidade diferencial máxima (μdif máxima) e da fração das fases paramagnéticas em função da temperatura de recozimento.....	81

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Composição química nominal do aço utilizado neste trabalho (% massa).....	38
Tabela 2- Temperaturas de transformação de fase A_{c1} , A_{c3} e M_i para os aços resfriados nas condições água, ar e forno, obtidas por dilatométrica com taxa de aquecimento de 10 °C/min.	43
Tabela 3- Fator de decréscimo dos elementos de liga utilizado para o cálculo do percentual de fases paramagnéticas.....	55
Tabela 4 - Magnetização de saturação (M_s) e porcentagem volumétrica das fases paramagnéticas (f) das amostras resfriadas em água, ar e forno em função da temperatura de recozimento.	57
Tabela 5- Fração volumétrica das fases encontradas nas amostras resfriadas em água, ar e forno respectivamente, na condição inicial e recozidas.	72

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	13
2. OBJETIVOS	14
2.1. Objetivo geral	14
2.2. Objetivos específicos	14
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	15
3.1. Aços Avançados	15
3.2. Aços TRIP.....	18
3.2.1. <i>Tratamentos térmicos em aços TRIP</i>	20
3.2.2. <i>Efeito dos elementos de liga nos Aços TRIP</i>	24
3.3. Discordâncias e energia de defeito de emplihamento (EDE).....	25
3.4. Transformação martensítica	27
3.5. Métodos para Quantificação das fases	33
3.5.1. <i>Difração de raios X</i>	33
3.5.2. <i>Medida Magnética</i>	35
4. MATERIAL E MÉTODOS	38
4.1. Material	38
4.2. Processamento termomecânico	38
4.3. Dilatometria.....	38
4.4. Recozimento das amostras	39
4.5. Preparação metalográfica	39
4.6. Medidas de dureza Vickers	39
4.7. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	39
4.8. Ensaio de Magnetização	40
4.9. Difração de raios X.....	40
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	41
5.1. Curvas dilatométricas.....	41
5.2. Ensaio de dureza	46
5.3. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	48
5.4. Ensaio de Magnetização	52
5.5. Difração de raios X.....	67
6. CONCLUSÃO	82

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	84
REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA	85
ANEXO A – Difratograma após refinamento pelo método de Rietveld, das amostras resfriadas na água, ar e forno, respectivamente.....	91
ANEXO B - Parâmetros de rede das amostras resfriadas na água, ar e forno, respectivamente, em função das diferentes temperaturas de recozimento.....	103

1. INTRODUÇÃO

O setor automobilístico requer aços de boa resistência mecânica e dureza, além de uma boa ductilidade. Um dos aços que tem atraído uma notável atenção desse setor é o aço com plasticidade induzida por transformação (TRIP) de médio manganês pertencente à terceira geração dos aços avançados de alta resistência (AHSS). Uma fração considerável de austenita retida na microestrutura do aço é necessária para que o efeito TRIP ocorra. Nos aços TRIP a austenita retida é uma fase metaestável que se transforma em martensita sob tensão localizada, causando modificações microestruturais importantes no material e conferindo-lhe características significativas à sua aplicação. Assim, torna-se interessante buscar meios que garantam uma fração ideal de austenita retida em temperatura ambiente. Para este fim, fatores como, adição de elementos de ligas e tratamento térmico com condições controladas de temperatura, tempo e velocidade de resfriamento devem ser criteriosamente estudados. Uma análise da taxa de resfriamento empregada torna-se necessária, a fim de se prever os efeitos que trará ao material, como tentativa de obter uma melhor resistência mecânica e ductilidade. Nos aços TRIP, o recozimento intercrítico é um dos tratamentos térmicos mais utilizados. Durante este tratamento, ocorre um particionamento do manganês entre a ferrita e a austenita, a austenita solubiliza o manganês e este a estabiliza.

É importante analisar e compreender a evolução da microestrutura de um aço TRIP após diferentes taxas de resfriamento, seguida de recozimento intercrítico, o que auxiliará na definição de métodos de processamento que irão contribuir para o aumento da fração e da estabilidade da austenita retida. É necessária também uma quantificação das fases existentes no aço, para a avaliação e definição da aplicabilidade deste.

Há diferentes métodos que possibilitam quantificar as fases presentes em um aço, dentre esses destacam-se a difração de raios X e as medidas magnéticas. O presente trabalho consistiu em quantificar as fases apresentadas no aço TRIP de terceira geração, com teor de manganês de 8%p. após tratamentos térmicos, por meio de difração de raios X e medidas magnéticas, assim como analisar as microestruturas utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV).

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

O presente estudo teve como objetivo analisar a microestrutura e quantificar as fases presentes em um aço TRIP de terceira geração com teor de manganês de 8% p, após tratamentos térmicos.

2.2. Objetivos específicos

- Austenitizar com resfriamentos em diferentes velocidades seguidas de tratamentos térmicos intercríticos;
- Caracterizar a microestrutura por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Quantificar as fases por meio de medidas de difração de raios X e medidas magnéticas.

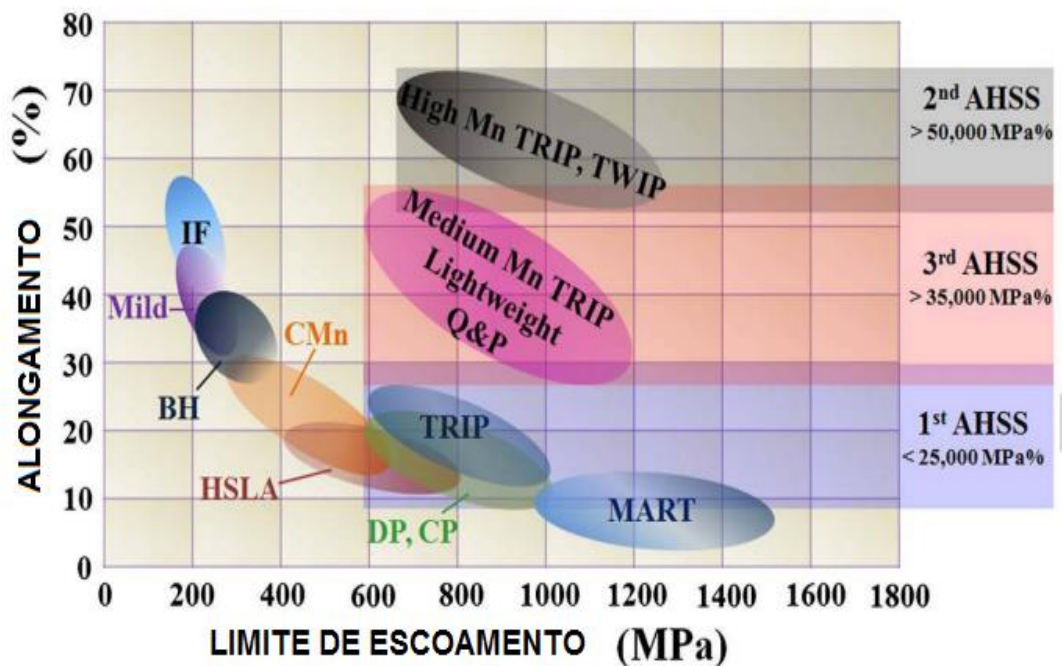
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Aços Avançados

Nos últimos anos verificou-se a necessidade em diminuir o peso dos automóveis visando uma melhor economia de combustível e conseqüentemente reduzir as emissões de gases poluentes. Tal necessidade levou as indústrias a desenvolverem novas gerações de aços avançados de alta resistência (AHSS, do inglês *Advanced High Strength Steel*). Os aços AHSS são divididos em aços de primeira (1º-G AHSS), segunda (2º-G AHSS) e terceira geração (3º-G AHSS). Nesse contexto, a relação entre ductilidade e resistência, em termos de alongamento e limite de escoamento dos AHSS, é mostrada na Figura 1, juntamente também estão descritos os aços que compõem cada geração (LEE; HAN, 2014).

A primeira geração dos AHSS engloba os aços bifásicos (DP, do inglês *dual phase*), de plasticidade induzida por deformação (TRIP), de fases complexas (CP, do inglês *complex phase*) e os martensíticos (MART). Estes aços possuem alta resistência mecânica, com valores de limite de escoamento superiores a 600 MPa, porém com uma ductilidade relativamente baixa, abaixo de 20% de alongamento (LEE; HAN, 2014).

Figura 1- Relação entre alongamento e limite de escoamento dos aços AHSS 1º, 2º e 3º geração.

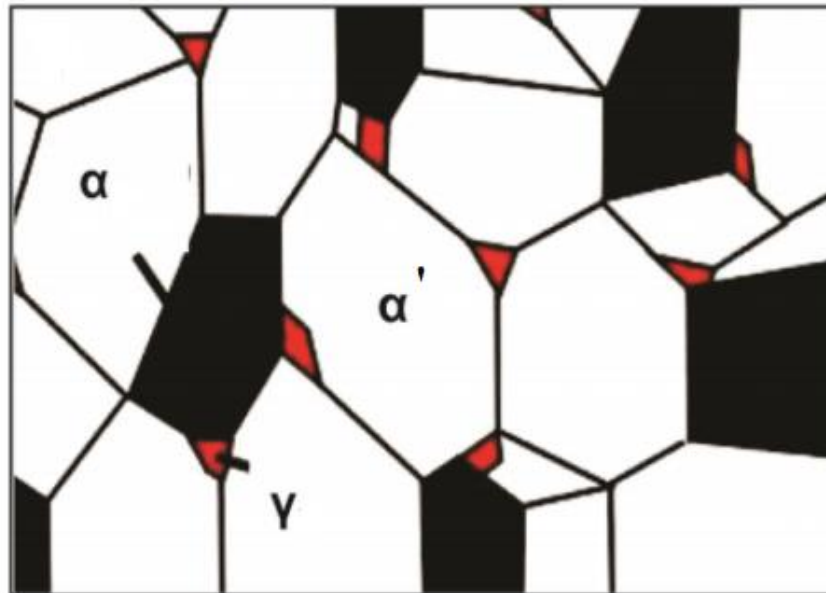


Fonte: LEE; HAN (2014) adaptado.

O aço bifásico tem sido tema de vários estudos, por ser um atrativo ao setor automotivo, uma vez que tais indústrias procuram reduzir o consumo de energia através da redução do peso dos materiais utilizados no designer dos veículos automotivos. A microestrutura do aço DP consiste em ilhas de martensita dispersas na matriz ferrítica. A fração volumétrica da martensita e o tamanho de grão da ferrita são os fatores mais importantes que afetam as propriedades mecânica desses aços (ETESAMI et al., 2016).

Os aços TRIP são materiais que contém uma fração volumétrica de austenita retida na matriz. Mei e Silva (2010) reportam que a austenita retida encontra-se metaestável na temperatura ambiente após o término do tratamento térmico. Além da austenita retida, a matriz do aço TRIP também pode ser composta por ferrita e martensita, conforme mostrado na Figura 2. A austenita retida melhora a ductilidade através da transformação em martensita¹, o que caracteriza o efeito TRIP. Este efeito possibilita que este aço de maior resistência possa ser utilizado como componentes estruturais para automóveis. Os aços TRIP têm se destacado, devido a sua aplicação em estampagem severa, possibilitada pela sua excelente propriedade de conformabilidade e alongamento (BADESHIA et al., 2006).

Figura 2- Representação dos microconstituintes que podem ser observados nos aços TRIP. A fase ferrita é indicada por α , a martensita por α' e a austenita por γ .



Fonte: BLECK; GUO; MA (2017) adaptado.

¹ No trabalho o termo martensita refere-se à martensita α' e não inclui a martensita ϵ .

Os aços do tipo CP possuem uma microestrutura complexa composta por uma matriz contendo ferrita, bainita e martensita distribuídas homogeneamente. O endurecimento por precipitação que ocorre nesses aços propicia uma boa resistência ao desgaste. Nos aços com esta estrutura, a relação entre o limite de escoamento e o limite de resistência à tração é significativamente mais alta do que nos aços bifásicos. Dessa forma, os aços CP são os mais indicados para aplicações que demandam alta resistência mecânica e boa conformabilidade como por exemplo na fabricação de peças de chassis, reforços estruturais na carroceria e barras de proteção lateral (JEONG, 1998).

Os aços martensíticos, como se depreende de seu nome, possuem microestrutura predominantemente constituída de martensita, uma vez que a austenita presente durante o recozimento é transformada quase inteiramente em martensita durante o resfriamento. A grande presença de martensita nesses aços aumenta a resistência mecânica, podendo o limite de escoamento chegar a valores superiores a 1700 MPa. Ainda que se trate de um aço, que apresenta baixa ductilidade, os aços martensíticos possuem uma conformabilidade por dobramento considerável (SPINDLER et al., 2004).

Os aços de primeira geração dos AHSS citados, apresentam uma baixa ductilidade o que restringe uma maior aplicação na indústria automobilística. No entanto, a segunda geração dos AHSS, que inclui aços TRIP de alto manganês e aços TWIP (aços com plasticidade induzida por maclação), mostra uma notável combinação de alta resistência mecânica com valores superiores a 700 MPa e uma ductilidade que excede a 50%. Porém, a produção em massa da segunda geração mostra-se difícil, devido ao custo dos materiais e à soldagem. Estas dificuldades são, principalmente, causadas pela presença de uma grande quantidade de elementos de liga, maior do que cerca de 17% em peso (LEE; HAN, 2014).

Um aço TWIP é caracterizado pela plasticidade induzida por maclação e por ser um aço que apresenta uma microestrutura monofásica a temperatura ambiente, ou seja, uma microestrutura totalmente austenítica. Este aço caracteriza-se pelo alto teor de manganês, que pode variar de 15% a 30% em peso, o que garante a estabilidade da austenita (BOUAZIZ; GUELTON, 2001).

Os custos mais elevados das ligas e a menor produtividade associada ao aço TWIP de alto manganês, são os principais fatores responsáveis pelo desenvolvimento do aço com médio teor de manganês. Uma vez que os aços com médio teor podem alcançar um notável equilíbrio de resistência mecânica e ductilidade (COOMAN, 2004). Portanto, atualmente a 3^o-G AHSS, que inclui aço de baixo peso, tornou-se atraente e os aços desta categoria

apresentam um bom equilíbrio entre o custo de materiais e propriedades mecânicas (LEE; HAN, 2014).

Os aços TRIP de médio Mn podem ser definidos como aços com concentração de Mn que varia de 3% a 10% em peso. A terceira geração dos AHSS tem atraído notável atenção, uma vez que deverá superar a ductilidade da primeira geração a um custo menor do que a segunda geração.

3.2. Aços TRIP

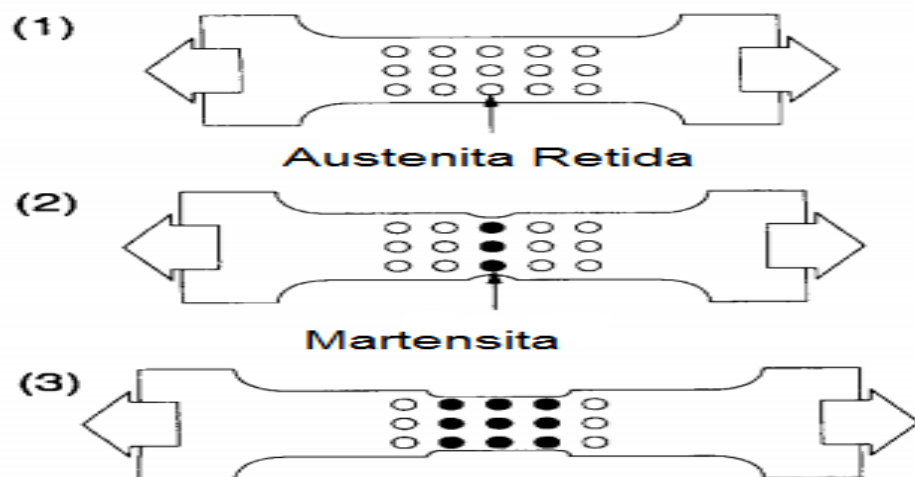
O termo TRIP (do inglês *transformation induced plasticity*) foi criado por Zackay e colaboradores (1967), em um trabalho com aços austeníticos de alta liga. Posteriormente, Matsumura e colaboradores (1987) estudaram os aços TRIP mais detalhadamente e observaram que quando a transformação de austenita para martensita for induzida por uma deformação aplicada no material ela fornece ao aço uma combinação de boa conformabilidade e alta resistência.

Por várias décadas, os aços TRIP têm atraído expressiva atenção dos estudiosos na ciência dos materiais. Os aços TRIP caracterizam um grupo de aços processados termomecanicamente, que apresentam uma densidade de discordâncias elevada, austenita retida e carbonetos. As transformações de fase nestes aços são concebidas logo nos primeiros estágios de deformação, sendo possível perceber a austenita retida transformando-se em martensita (BLECK, 2002; LEE; HAN, 2014; PERELOMA; TIMOKHINA; HODGSON, 1999; Xu et al., 2012; YOKOI et al., 1995). A fração volumétrica de austenita retida nos aços TRIP deve ser superior a 5%, fração esta que permitirá que o efeito TRIP ocorra. Em relação à temperatura, a austenita retida pode ser considerada estável, uma vez que a temperatura de transformação martensítica desta fase é muito baixa e inferior a temperatura ambiente. Entretanto, a austenita retida é instável em relação à deformação plástica, o que faz com que ela se transforme em martensita quando submetida a uma deformação plástica significativa. (KEELER et al., 2017). Tal transformação resulta em resistência mecânica mais elevada e, simultaneamente, maior ductilidade, devido ao aumento do coeficiente de encruamento (n). O aumento do coeficiente de encruamento resulta em uma maior deformação plástica uniforme, ou seja, o material é capaz de se deformar em maior grau antes da estricção (empescoçamento) deformando mais antes de fraturar. Esta transformação melhora a ductilidade, o que possibilita que esta espécie de aço de maior resistência mecânica possa ser utilizada como componentes estruturais para automóveis (FIGUEIREDO et al., 2015). A

Figura 3 mostra a transformação da austenita retida durante o processo de estrição. Quando a tensão é aplicada em (1), a austenita retida se transforma em martensita, na região de concentração de tensão, região (2), e a transformação da martensita ocorre nas áreas da vizinhança, distribuindo a tensão (3). Portanto o aço TRIP é um material que evolui durante a conformação. Esse efeito também confere a esses aços uma alta capacidade de absorção de energia em caso de impacto. Em função do aparecimento da martensita durante o processo de deformação, o material endurece de maneira considerável (YOKOI et al., 1995).

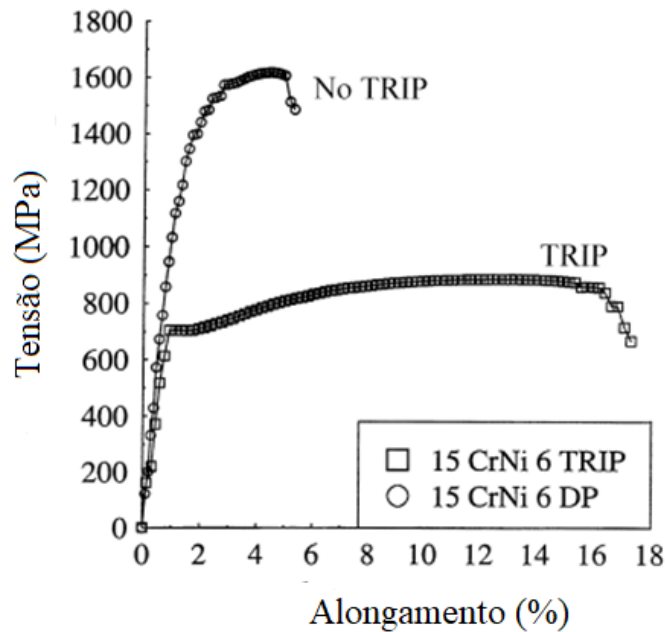
Xu e colaboradores (2012) verificaram que o alongamento total de um aço é proporcional ao produto do volume da austenita e sua concentração de carbono. A Figura 4 mostra as curvas de tensão e deformação para uma liga onde não acontece o efeito TRIP (No TRIP) e outra com efeito TRIP. Tal figura evidencia o aumento significativo observado no alongamento proporcionado pelo efeito TRIP. A extensão do efeito TRIP depende de fatores como a estabilidade, a quantidade e a morfologia da austenita, taxa de deformação, temperatura de deformação, estado de tensão, dentre outros (FISHER; REISNER, 1998; RANA et al., 2015).

Figura 3- Transformação da austenita retida em martensita durante a deformação plástica de um aço TRIP.



Fonte: YOKOI et al., (1995) adaptado.

Figura 4- Curva tensão-deformação, obtida por ensaio de tração, do aço TRIP de baixa liga (TRIP) e de um aço bifásico (No TRIP).



Fonte: FISHER; REISNER (2002) adaptado.

3.2.1. Tratamentos térmicos em aços TRIP

As propriedades físicas e mecânicas dos aços TRIP podem ser alteradas por meio de tratamento térmico com condições controladas de temperatura, atmosfera, tempo e velocidade de resfriamento. Tal processo é aplicado quando se deseja ajustar as propriedades do material a uma etapa do processo de fabricação ou à condição de produto final. A estrutura dos aços pode ser modificada em maior ou menor escala pelos tratamentos térmicos, resultando na alteração mais ou menos evidenciada de suas propriedades (CAI et al., 2014; MEI; SILVA, 2010; RANA et al., 2015). Dessa forma, é relevante explorar e entender a evolução da microestrutura de um aço TRIP durante o recozimento intercrítico, objetivando definir parâmetros de processamento que contribuam para o aumento da fração e da estabilidade da austenite retida (SUN et al., 2016).

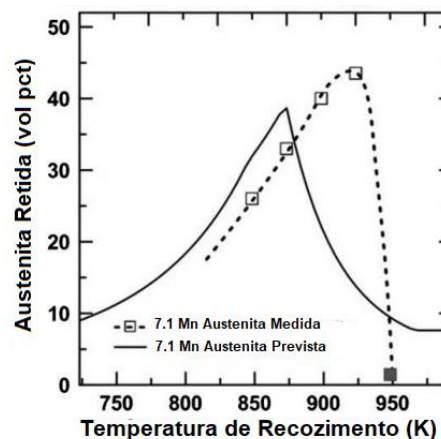
Nos aços TRIP, um dos tratamentos térmicos mais aplicado é o recozimento intercrítico. Tal processo consiste em aquecer o aço entre as temperaturas A_{c1} e A_{c3} , sendo que a temperatura A_{c1} representa o início do intervalo de transformação da ferrita em austenita e a temperatura A_{c3} representa o limite superior de um intervalo crítico, ou a temperatura mínima de austenitização.

A exposição da amostra durante um longo período entre estas temperaturas provoca um particionamento significativo do manganês entre a ferrita e a austenita e tal fator melhora a estabilidade da austenita nos aços TRIP. No entanto, o tempo de recozimento intercrítico não somente influencia o Mn contido na austenita, mas também afeta consideravelmente as características microestrutural do material, como o tamanho de grão (LEE; HAN, 2014).

Zhao e colaboradores (2014), em um de seus trabalhos comprovaram que a quantidade e a estabilidade da austenita retida estão associadas com a temperatura de recozimento intercrítico. Eles constataram que, a estabilidade da austenita é controlada pelo enriquecimento de carbono resultante das condições de tratamento térmico e de outros parâmetros. A alta fração volumétrica de austenita formada durante o recozimento está associada com a estabilidade da mesma, resultante principalmente do teor médio de carbono nela contido. Durante o recozimento intercrítico, a ferrita se transforma inversamente em austenita, que pode se converter em martensita na fase subsequente.

Lee e Han (2014) em seus estudos constataram que as frações volumétricas calculada e medida de austenita retida γ_R , em um aço TRIP de médio manganês, tornam-se maiores com o aumento da temperatura de recozimento, atingindo um valor máximo e diminuindo novamente, Figura 5. Este fenômeno está intimamente relacionado com a transformação reversa de martensita para austenita, a partição de elementos de liga e o crescimento de grãos que ocorre durante o recozimento intercrítico. A concentração de Mn na austenita retida diminui com o aumento da temperatura de recozimento, indicando que a estabilidade química da austenita é reduzida.

Figura 5- Resultado comparativo da fração volumétrica da austenita medida e calculada em função da temperatura de recozimento intercrítico.



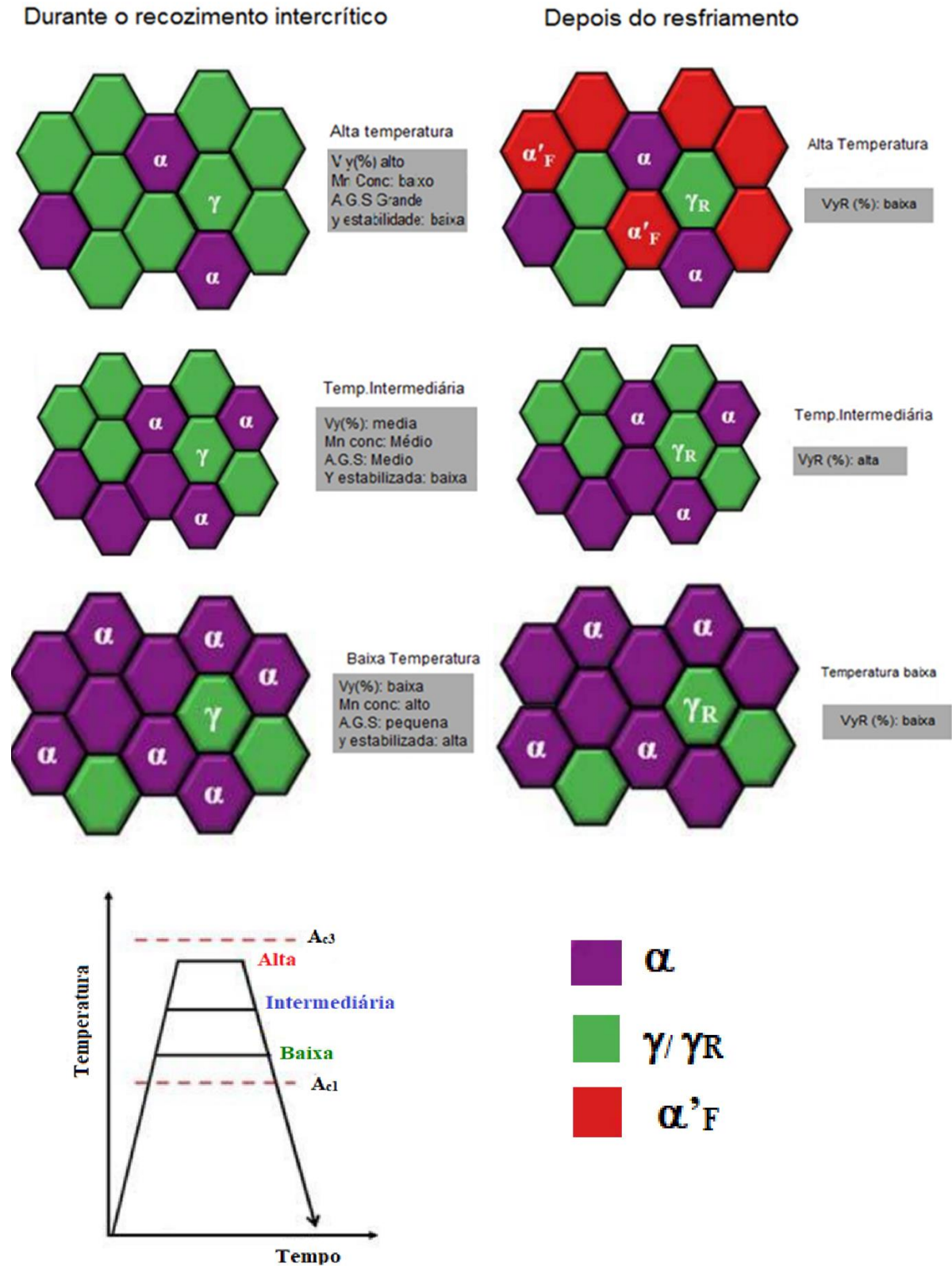
Fonte: LEE; HAN (2014) adaptado.

A Figura 6 mostra o efeito da temperatura de recozimento intercrítico na quantidade de austenita retida em aços de médio manganês. Nesta figura, γ_R é a austenita retida e α'_F é a martensita, V_γ é a fração volumétrica de austenita e V_{γ_R} é a fração volumétrica de austenita retida. O aumento na temperatura de recozimento intercrítico, leva a um aumento na fração de austenita. Dessa forma, a fração dos elementos que estão solubilizados na austenita, diminui o que leva a uma menor estabilidade da mesma durante o resfriamento. A baixa concentração de manganês solubilizado na austenita resulta na diminuição da fração volumétrica da γ_R depois do recozimento intercrítico. Entretanto, quando a temperatura de recozimento é baixa, a estabilidade da austenita é suficientemente elevada, em contrapartida a fração volumétrica é demasiadamente pequena, resultando numa pequena fração de γ_R após o resfriamento. Em uma temperatura de recozimento intermediária, obtém-se um bom equilíbrio entre a fração de volume e a estabilidade da austenita o que resulta em uma fração volumétrica máxima de γ_R .

Sun e colaboradores (2016) estudaram a influência da temperatura de recozimento na microestrutura de um aço com 0,22%p C, 1,5%p Si, 3,11%p Al e 7,15%p Mn. Eles constataram que a temperatura de recozimento intercrítico teve uma influência considerável na morfologia, na composição da austenita (principalmente na quantidade de C e Mn), na temperatura de início da martensita (M_i) e na fração de austenita retida.

O tamanho médio de grão da austenita retida também se torna maior com o aumento da temperatura de recozimento, indicando que a sua estabilidade mecânica também diminui. O refinamento do grão além de melhorar a estabilidade mecânica da austenita também diminui a temperatura M_i (LEE; HAN, 2014).

Figura 6- Representação da evolução da microestrutura em função da temperatura de recozimento intercrítico.



Fonte: LEE; HAN (2014) adaptado.

3.2.2. *Efeito dos elementos de liga nos Aços TRIP*

Além das condições do recozimento intercrítico, tais como temperatura, tempo, taxa de aquecimento e taxa de resfriamento, os elementos de liga também influenciam significativamente na microestrutura e, particularmente, na fração volumétrica de austenita retida. Estudos anteriores concentraram-se principalmente em formas de alcançar uma microestrutura ótima com uma grande fração de austenita retida, controlando as condições de recozimento e o tipo e concentração dos elementos de liga (CAI et al., 2014; GIRAULT et al., 2001; LEE ; HAN, 2014; RANA et al., 2015).

Elementos de ligas têm uma influência importante no controle da cinética das transformações de fase e particularmente na estabilidade da austenita nos aços em geral. O elemento de liga utilizado, assim como o seu teor, pode provocar uma variação na capacidade de formação da martensita induzida por deformação uma vez que alguns elementos possuem uma maior eficiência na estabilização da austenita o que pode inibir a transformação. O aço também pode ter sua resistência mecânica aumentada por meio de endurecimento por solução sólida com a adição de carbono, manganês e silício, assim como outros elementos de liga (SAKUMA et al., 1991).

O carbono é um elemento de liga que afeta todas as transformações, as propriedades mecânicas e a microestrutura final de um aço (SAKUMA et al., 1991). Ao ajustar o teor de carbono é possível controlar o nível de deformação em que a austenita retida começa a se transformar em martensita. Em ligas contendo baixos teores de carbono, a austenita retida começa a se transformar quase que instantaneamente após a deformação, o que aumenta a taxa de endurecimento e formabilidade do aço. Em ligas com maior teor de carbono, a austenita retida é mais estável e começa a se transformar apenas em níveis maiores de deformação. Para maiores teores de carbono, a austenita retida permanece na microestrutura final (SAKUMA et al., 1991).

O manganês tem um papel importante no controle da cinética das transformações de fases e em particular na estabilidade da austenita, o que justifica adições elevadas desse elemento na fabricação de vários aços TRIP. O manganês aumenta a solubilidade do carbono na austenita, o que possibilita um enriquecimento adicional e um aumento das faixas de resfriamento. O manganês é um elemento estabilizador da austenita e durante o resfriamento o mesmo diminui a temperatura de início de transformação de fase da austenita para ferrita (BLECK, 2002). Vários trabalhos foram realizados para verificar o quanto a variação do teor

de manganês pode afetar na quantidade final de austenita retida (CAI et al., 2014; MILLER, 1972). Eles demonstraram que a fração de austenita retida aumentou com o aumento do teor de manganês. CAI e colaboradores (2014) apontam que o carbono (C) e o manganês (Mn) contido na austenita variam com a temperatura.

3.3. Discordâncias e energia de defeito de empilhamento (EDE)

Discordâncias são defeitos de linha do reticulado que tendem a acumular-se nos planos de escorregamentos em um cristal que sofreu deformação. A discordância é responsável pelo fenômeno de deslizamento, e pode ser considerada como uma região de distorção que está localizada na rede separando regiões deformadas de não deformadas (DIETER, 1984; REED HILL; ABBASCHIAN, 1994). No momento que a discordância se movimenta, ocorre o deslizamento sobre a área na qual o movimento da discordância acontece. A discordância se movimenta facilmente em decorrência de uma pequena força aplicada, quando não existem obstáculos que impeçam este movimento. As discordâncias estão também fortemente ligadas com a maior parte dos outros fenômenos mecânicos tais como escoamento descontínuo, encruamento, fluência, fadiga e fratura frágil (DIETER, 1984).

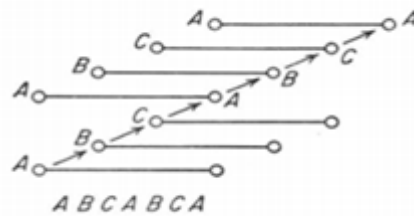
A movimentação das discordâncias pode estar relacionada com a presença de falhas de empilhamento na estrutura cristalina. As Falhas de empilhamento podem ser geradas devido à deformação plástica. A Figura 7 (a) mostra o empilhamento dos planos em um metal de estrutura CFC (cúbica de fase centrada) sem a presença de falhas. A Figura 7 (b) apresenta o processo que produz uma falha de empilhamento devido ao deslizamento no plano {111} de uma rede CFC. Nota-se que, a sequência de empilhamento foi transformada em ABC A CAB. A Figura 7(c) mostra outra maneira segundo a qual poderia ocorrer uma falha de empilhamento num metal CFC, que é através da sequência de empilhamento ABC ACB CA, denominada falha de empilhamento extrínseca ou de macla, na qual as três camadas ACB constituem a macla. A Figura 7 (d) mostra o empilhamento de uma estrutura HC (hexagonal compacta). (DIETER, 1984).

A dimensão da falha de empilhamento pode influenciar no resultado da deformação plástica do metal. O estado encruado é causado pela interação das discordâncias uma com as outras durante a deformação plástica. A distribuição de discordâncias em um metal encruado é fortemente dependente da energia de defeito de empilhamento (EDE). Quanto menor for a separação entre as discordâncias parciais e menor for a falha de empilhamento maior será a EDE. Quanto mais alta a EDE, maior será a mobilidade das discordâncias, como

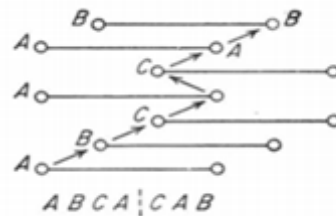
consequência as discordâncias se aniquilam mais e o material encrua menos. Em contrapartida quando a EDE é baixa, a mobilidade das discordâncias será menor e conseqüentemente o material encruará mais. Quando a EDE é alta a organização das discordâncias é mais heterogeneas e em caso de EDE baixa a organização das discordâncias é mais homogênea (PADILHA; SICILIANO, 2005).

Além do deslizamento por movimentação de discordâncias existe outro mecanismo através no qual o metal se deforma, denominado de deformação por maclação. Em uma deformação por maclação, as orientações cristalográficas de uma região do metal assumem a orientação cristalográfica de forma definida e simétrica da matriz cristalina. Tais orientações são simetria espelho da estrutura cristalina e são separadas por um plano denominado plano de maclação. Esta deformação ocorre após uma tensão cisalhante ser aplicada. Existe maclação mecânica e por recozimento. Sendo que a maclação mecânica ocorre mais em estrutura HC e CCC. Já a maclação de recozimento, possui formato lenticulado e é mais comum acontecer em estruturas CFC. Outros mecanismos de deformação plástica incluem processos difusionais e de transformação de fase (REED HILL; ABBASCHIAN, 1994).

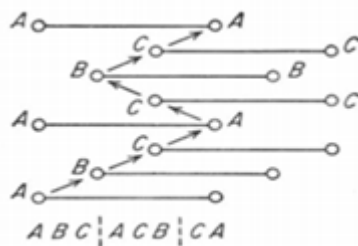
Figura 7- Estruturas falhadas. (a) Empilhamento CFC; (b) falha de deformação em CFC; (c) falha de macla em CFC; (d) empilhamento HC.



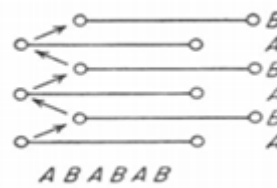
(a)



(b)



(c)



(d)

Fonte: DIETER (1984)

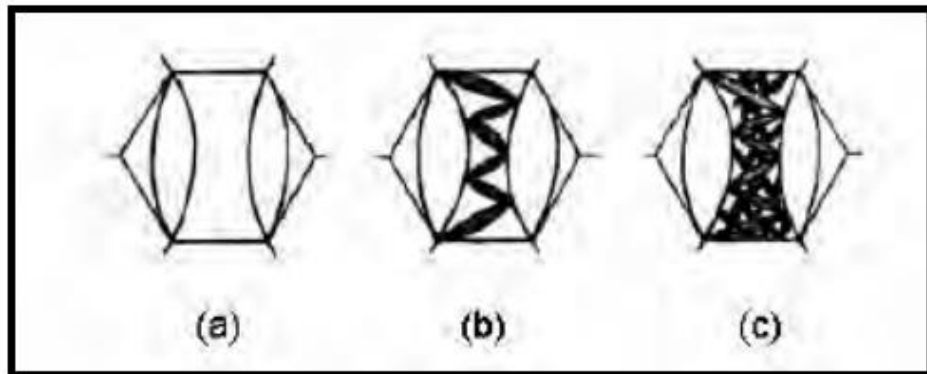
3.4. Transformação martensítica

Em metais dúcteis, a transformação martensítica pode ocorrer devido à aplicação de tensão assim como por mudanças bruscas na temperatura. As reações martensíticas são transformações de fase que ocorrem sem difusão, neste fenômeno os átomos se movem por um mecanismo de cisalhamento. Neste processo ocorre a movimentação da interface que separa a fase matriz da fase produto, onde os átomos da fase matriz se arrumam no reticulado da fase martensítica (REED HILL; ABBASCHIAN, 1994).

A transformação martensítica ocorre espontaneamente em locais de nucleação pré-existentes durante o resfriamento, abaixo da temperatura de início da transformação martensítica (M_i) até a temperatura final de transformação da martensita (M_f). A M_f é aquela na qual 95% da austenita é transformada em martensita. A Figura 8 mostra uma representação esquemática das placas de martensita que nucleiam e crescem rapidamente na matriz austenítica. Como evidenciado na figura, a transformação da austenita em martensita evolui no intervalo de (a) até (c). Observa-se que o tamanho das placas da martensita formadas diminui à medida que a transformação acontece (PERLADE; BOUAZIZ; FURNÉMONT, 2003).

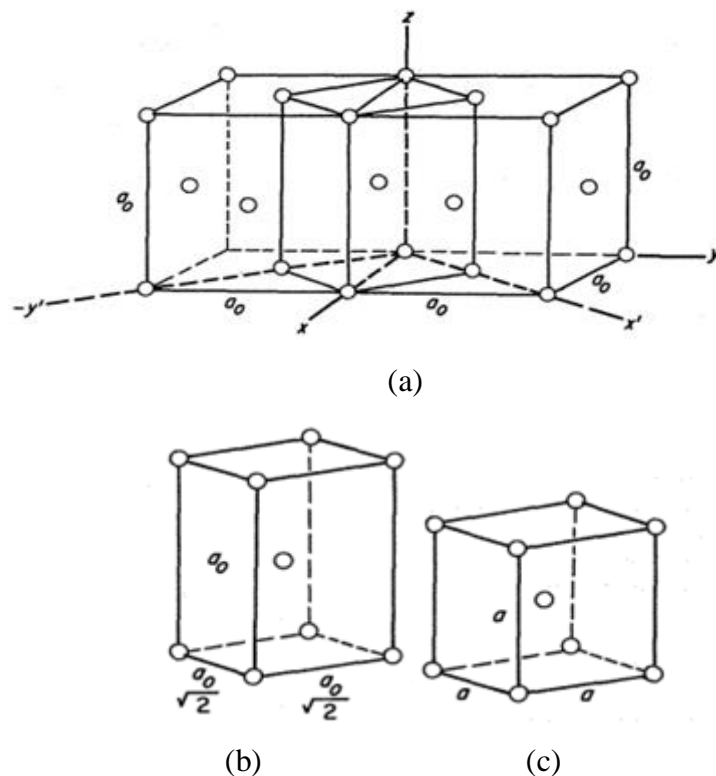
Em 1924, Bain concluiu que uma compressão paralela ao eixo c, e uma expansão nos dois eixos a de uma estrutura cúbica de face centrada poderia originar uma célula cúbica de corpo centrado (CCC). Assim, qualquer distorção pura, simples e homogênea que ocorra, transformando uma célula unitária em outra por meio de uma contração ou expansão nos eixos cristalográficos é denominada distorção de Bain. A Figura 9 (a) ilustra uma estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) no interior da rede cúbica de face centrada. Observa-se separadamente, o reticulado TCC em (b), apresentando duas arestas medindo metade da diagonal da base da estrutura CFC. Em (c) vê-se o reticulado CCC. A distorção de Bain converte (b) em (c) (BAIN, 1924; NISHIYAMA, 1978; REED HILL; ABBASCHIAN, 1994).

Figura 8- Transformação martensítica dentro do grão de austenita (a) Grão de austenita antes de sofrer transformação (b) início da transformação martensítica (c) Placas martensítica com aspecto diminuído.



Fonte: PERLADE; BOUAZIZ; FURNÉMONT (2003)

Figura 9- Distorção de Bain para um reticulado cúbico de face centrada que se transforma em cúbico de corpo centrado. A célula tetragonal de corpo centrado é mostrada na estrutura cúbica de face centrada em (a) e sozinha em (b). A distorção de Bain converte (b) em (c).



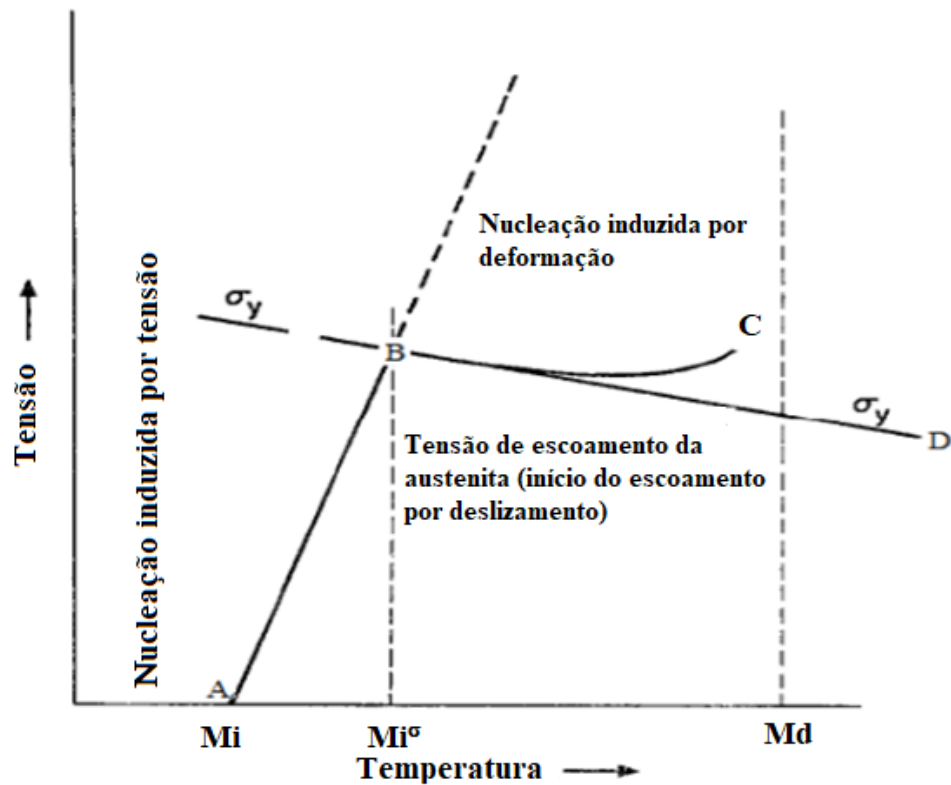
Fonte: REED HILL; ABBASCHIAN (1994)

A transformação da austenita para martensita pode acontecer também através da aplicação de tensão. Fatores como: o nível de deformação, a temperatura de trabalho e a natureza da sollicitação mecânica, poderão influenciar na capacidade de transformação do aço TRIP. O que poderá afetar as propriedades mecânicas do material (MÉSZÁROS; PROHÁSZHA, 2005; POST et al., 2008). O maior interesse na fase martensítica para os aços TRIP deve-se as propriedades mecânicas, resultantes da transformação, apropriadas para uso na engenharia automotiva. (CHERKAOUI, et al., 2000). Devido à martensita ser mais resistente do que a austenita, ela favorece um mecanismo de reforço complementar a estrutura resultante do processo de transformação (ZACKAY, et al., 1974).

A transformação de fase austenita em martensita metaestável acontece entre M_i e M_d . Sendo M_d a temperatura acima da qual não ocorre a formação de martensita induzida por deformação plástica. O processo de nucleação por deformação plástica acontece na temperatura acima de M_i^σ . **A Erro! Fonte de referência não encontrada.** ilustra detalhadamente o processo de nucleação da martensítica induzida por deformação quando submetida à tensão. Observa-se na figura as temperaturas M_i , M_i^σ e M_d envolvidas no efeito TRIP (OLSON; COHEN; 1972). Ressalta-se que a transformação assistida por tensão é a transformação de fase que ocorre abaixo da tensão de escoamento da austenita e a deformação plástica acontece na tensão de escoamento.

A partir da análise da Figura 10, é possível verificar que, o processo de nucleação da martensita induzida por deformação ocorre quando o material é exposto a uma tensão mínima entre as temperaturas M_i e M_i^σ . Núcleos de martensita inicialmente formados crescem concomitantemente com os novos núcleos que surgem à medida que a tensão aplicada vai sendo aumentada. Quando a tensão de escoamento da austenita em uma dada temperatura (M_i^σ) é atingida, este processo é interrompido. O processo de nucleação da martensita induzida por deformação plástica, intervalo BC, ocorre entre as temperaturas M_i^σ e M_d , momento no qual ocorre o deslizamento das discordâncias e atinge-se a tensão de escoamento da austenita (σ_y) na temperatura M_i^σ . Núcleos de martensita irão crescendo à medida que a deformação plástica vai acontecendo, esta transformação martensítica acontecerá até regiões próximas de M_d . Em temperaturas acima de M_d a austenita se estabiliza e a transformação de fase induzida por deformação plástica deixa de acontecer.

Figura 10- Tensão-assistida e deformação-induzida na transformação martensítica produzida por tensões externa.



Fonte: OLSON; COHEN (1972)

As fases resultantes da transformação induzida por deformação são a martensita α' , estrutura CCC e a martensita ε , estrutura HC. As fases martensita α' e ε são metaestáveis. Para a formação da martensita α' é necessário que ocorra a deformação, no entanto a martensita ε pode ser formada na ausência da deformação plástica, porém em baixas temperaturas (SEDRIKS, 1996; SHEWMON, 1969).

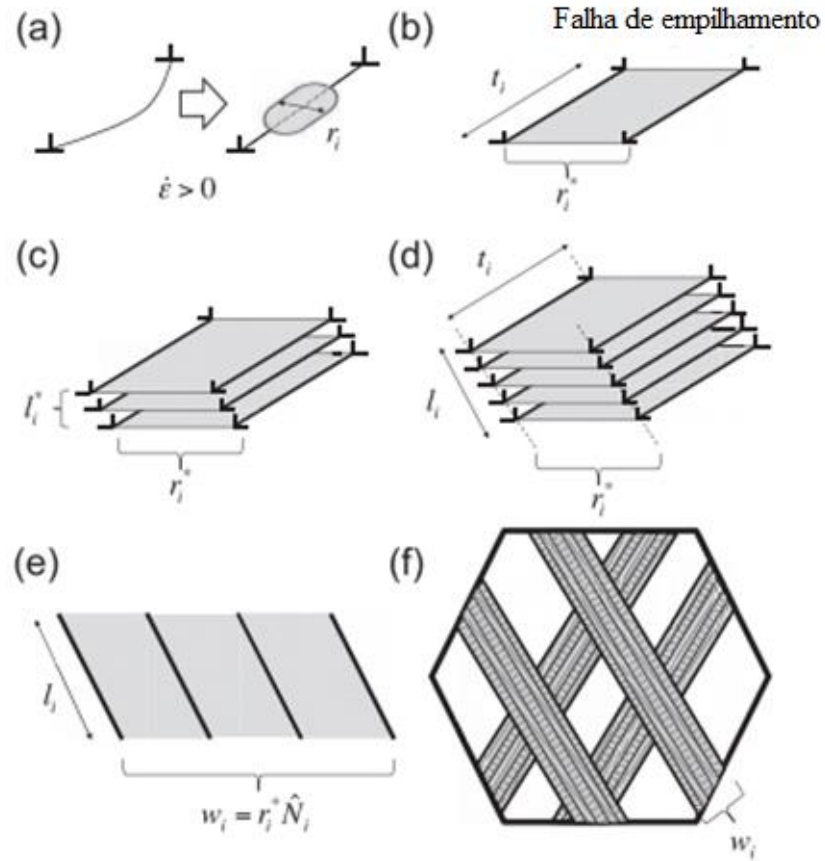
A martensita ε nos aços TRIP, atua como fase intermediária à transformação da austenita em martensita ($\gamma \rightarrow \alpha'$). A formação da martensita ε também está associada com a formação de maclas induzidas por deformação nos aços TWIP. A ocorrência destes fenômenos depende da EDE, da microestrutura inicial e das condições de deformação. A transformação $\gamma \rightarrow \varepsilon$ ocorre em EDE próximas a 20 mJm^{-2} e a presença de maclas é promovida em EDE entre 15 e 30 mJm^{-2} . O mecanismo de formação da martensita ε e formação de maclas são semelhantes. A martensita é formada pela disposição intrínseca de falha de empilhamento em cada plano (111) enquanto as maclas são formadas sobrepondo-se

três falhas de empilhamentos ou sucessivos planos. Uma EDE isolada de largura r_i é formada nos planos (111) a partir da dissociação da discordância sob uma tensão aplicada e taxa de deformação positiva (BRACKE, et al., 2006; GALINDO et al., 2017). As falhas de empilhamento, a taxa de resfriamento, a temperatura e o tamanho de grão da austenita são fatores que influenciam na transformação de fase $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ (MARSHALL, 1984).

A Figura 11 é um mecanismo proposto por Galindo e colaboradores (2017) para a formação da martensita ε e das maclas de deformação. A Figura 11 (a) mostra o tamanho da falha de empilhamento que aumenta com a tensão aplicada até atingir uma largura crítica. Em (b) a espessura, t_i , de uma falha de empilhamento é tipicamente de 100 nm. Uma série de falhas n_i ($n_\varepsilon = 1$) se sobrepõem em planos adjacentes, para formar um núcleo com largura crítica r_i^* e comprimento l_i^* . Este processo ajuda a reduzir a concentração de tensão por movimentação de discordâncias. Esta disposição é mostrada esquematicamente na Figura 11 (b) para o caso de um núcleo de martensita ε e em (c) para macla. Em (d) o comprimento do núcleo de l_i aumenta e se propaga através dos interiores de grãos pela subsequente sobreposição de falhas de empilhamento em planos adjacentes. Uma vez que a estrutura se formou completamente, a sua largura aumenta, formando núcleos adjacentes de largura constante r_i^* , Figura 11 (e), resultando em $W_i = r_i^* N_i$, onde N_i corresponde ao número de núcleos na banda. O aumento da fração volumétrica da martensita ε e das maclas aumentam pela formação e sobreposição de novos núcleos em vários locais de um grão. Analisando (f) nota-se que a largura crítica r_i^* e taxa de nucleação são necessários para descrever a evolução da microestrutura (GALINDO et al., 2017).

Outro modelo baseado em falhas de empilhamento exemplifica a formação da martensita ε induzida por deformação, Figura 12. A sequência $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ representa a transformação martensítica induzida por deformação a frio, assim pode-se inferir que a martensita ε é formada durante a deformação a partir da austenita, e é a martensita ε que se transforma em martensita α' . Verifica-se que a sequência de empilhamento ABCABCABC de planos fechados é de uma estrutura CFC e a sequência ABABAB representa uma estrutura em metais HC. No momento que uma discordância parcial de Shockley passa na 1ª parcial em meio a um plano B e um plano C, o material deslizado é deslocado de forma que na 2ª parcial, o plano A ocupa o lugar do plano C. Os planos B e C ocupam a posição dos planos originais A e B, respectivamente. Assim é possível observar que uma pequena área com empilhamento HC é formada dentro do material CFC, que é uma falha inerente do empilhamento, gerando uma placa fina de martensita paramagnética ε (BRACKE et al.; 2006).

Figura 11 - Mecanismo proposto para a formação da martensita ϵ e das maclas.



Fonte: GALINDO et al., (2017) adaptado.

Figura 12- Modelo baseado em falhas de empilhamento para a nucleação da martensita ϵ .

1 ^a parcial	2 ^a parcial	3 ^a parcial	
A	A	A	A
B \perp	B	B	B
C \rightarrow	A	A	A
A \rightarrow	B \perp	B	B
B \rightarrow	C \rightarrow	A	A
C \rightarrow	A \rightarrow	B \perp	B
A \rightarrow	B \rightarrow	C \rightarrow	A
B \rightarrow	C \rightarrow	A \rightarrow	B
C \rightarrow	A \rightarrow	B \rightarrow	C

} HCP

Fonte: BRACKE et al., (2006)

3.5. Métodos para Quantificação das fases

A formação de cada fase depende de fatores como: taxa de resfriamento, microestrutura da austenita produzida durante o processamento termomecânico e da composição de cada aço. Uma determinação quantitativa das fases existentes em um aço, principalmente a austenita retida, é essencial para a avaliação das propriedades do aço TRIP. Há diferentes métodos que permitem quantificar as fases presentes em um aço. Dentre esses métodos destacam-se a metalografia quantitativa, a dilatométrica, a análise térmica diferencial, a difração de raios X e medidas magnéticas. Neste trabalho foi abordada a quantificação por difração de raios X e medidas magnéticas.

3.5.1. Difração de raios X

A difração de raios X (DRX) é um procedimento muito usual, utilizado para quantificar a fração volumétrica da austenita retida (SICUPIRA et al.; 2016). Uma das mais importantes fontes de raios X é o síncrotron, que consiste em grandes máquinas circulares, onde elétrons acelerados a velocidades muito altas são desviados por ímãs, o que emite radiação eletromagnética. A radiação sincrotrona quando comparada com uma fonte convencional tem um aumento considerável na intensidade, o que implica em uma resolução de difração extremamente alta (LANGFORD; LOUER, 1996).

A análise e quantificação das fases podem ser realizadas pelo método de refinamento Rietveld, que consiste em ajustar os dados de um difratograma a um padrão difratométrico, possibilitando a extração das informações da estrutura cristalina e informações analíticas dos materiais. O modelo estrutural introduzido por Rietveld (1967, 1969), envolve o refinamento de um difratograma experimental a partir do ajuste do padrão difratométrico teórico, registrado na forma digitalizada, de uma amostra experimental simples ou com várias fases. O método pode utilizar um ajuste empírico a partir da forma do pico ou um ajuste a partir de parâmetros fundamentais que são características experimentais. O método de Rietveld caracteriza-se pelo refinamento de vários tipos de parâmetros, entre os quais: perfil das reflexões, estrutura cristalina, intensidade e parâmetros globais. (YOUNG, 1995).

O método de Rietveld considera que os dados experimentais são as intensidades obtidas num processo de varredura passo a passo com ângulo de 2θ e tempo constante. À medida que os n parâmetros são refinados a função de minimização de resíduo (S_y), é minimizada. A cada término do ciclo de mínimo quadrado o processo se repete até que a

melhor concordância do padrão de difração teórico com o experimental seja atingida (YOUNG, 1995). A função S_y é dada pela Equação 1.

$$S_Y = \sum_{i=1}^n w_i (y_i - y_{ci})^2 \quad (1)$$

onde i é o i -ésimo passo, y_i é a intensidade observada e y_{ci} é a intensidade calculada no difratograma, ambas no i -ésimo passo e w_i é o peso de cada intensidade dado por $w_i = 1 / y_i$. A intensidade calculada assumirá um valor incorreto, caso o pico não tenha uma forma bem definida, ou não tiver um modelo estrutural adequado.

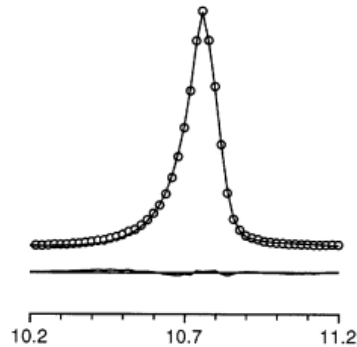
A intensidade calculada y_{ci} , resulta do modelo estrutural $|F_K|^2$ somado a outras contribuições na vizinhança da posição da reflexão calculada pela lei de Bragg, mais o background, como evidenciado na Equação 2, (RIETVELD, 1967).

$$y_{ci} = s \sum_K^A L_K |F_K|^2 \theta (2\theta_i - 2\theta_K) P_K A + Y_{bi} \quad (2)$$

onde, s é o fator de escala global, K caracteriza os índices de Miller (hkl) para a reflexão de Bragg, L_K representa os fatores de Lorentz, polarização e multiplicidade, θ é a função perfil de reflexão, P_K é a função orientação preferencial, A equivale ao fator absorção, $|F_K|^2$ corresponde ao fator estrutura para a k -ésima reflexão de Bragg e y_{bi} é a intensidade do background na i -ésima interação.

São vários os parâmetros que podem ser calculados e refinados, durante o processo de método Rietveld, dentre estes os parâmetros de rede, fatores estruturais (posição e ocupação dos átomos), fator escala, orientação preferencial, perfil de pico, deslocamento da amostra, acerto da linha de base (*background*). Em geral, os parâmetros refinados relacionam-se a características da amostra, fatores instrumentais, efeitos ópticos de difração (GOBBO, 2009). Um refinamento ideal consiste na sobreposição da linha que representa o pico calculado na linha do pico observado, uma reta abaixo destes picos no difratograma equivale à diferença de ajuste entre o pico observado e o calculado, Figura 13. Na figura os círculos representam o difratograma observado e a linha representa o calculado. (MCCUSKER, L.B., et al., 1999; GOBBO, L.A., 2009).

Figura 13 - Refinamento ideal



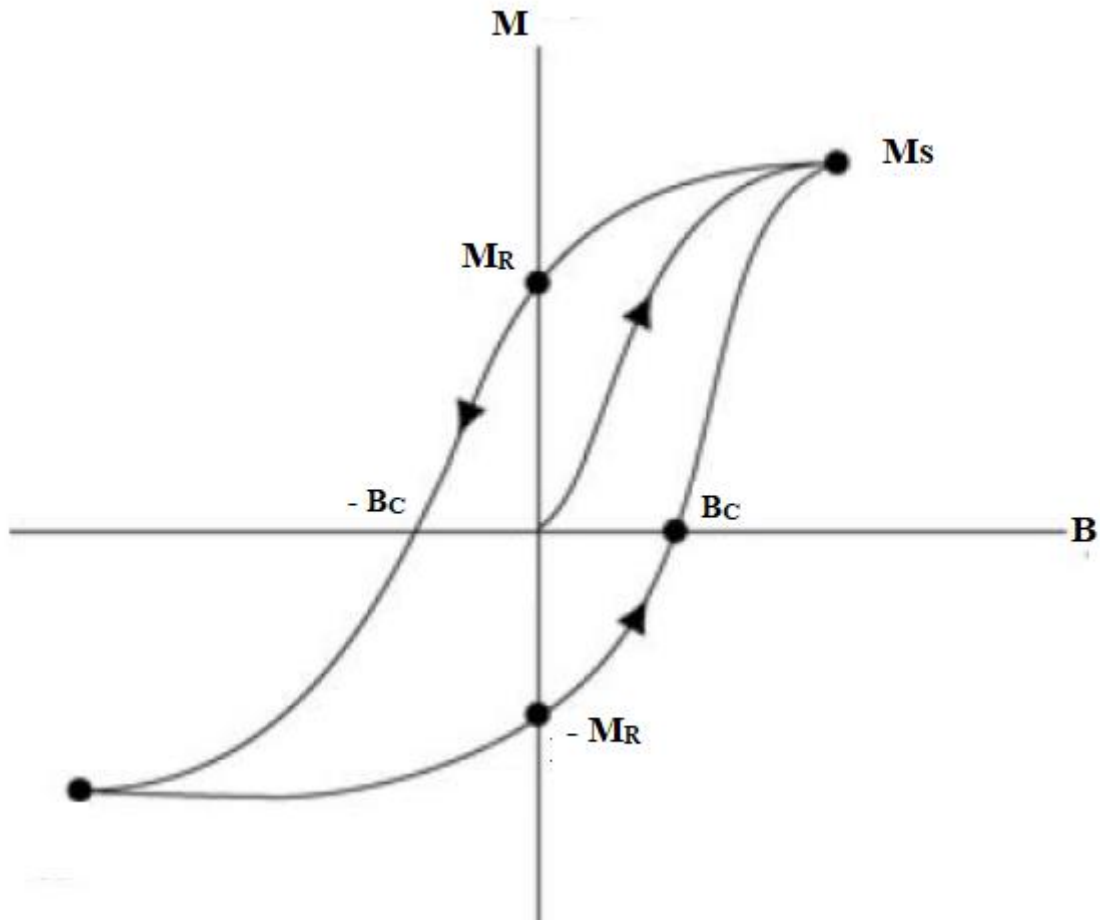
Fonte: MCCUSKER, L.B et al., (1999).

Destaca-se como uma aplicação importante do método de Rietveld, o estudo de materiais submetidos às transições de fase e que normalmente se desintegram quando sofrem tratamento térmico ou produzem cristais multi-domínio não adequados para estudos de um único cristal. O método também é uma ferramenta muito utilizada para investigar as transformações de fase em sólidos em função da temperatura (LANGFORD; LOUER, 1996).

3.5.2. Medida Magnética

Com relação à medida magnética, esta é uma técnica de medição mais precisa que os demais métodos onde pode-se obter a fração das fases. O ciclo de histerese Figura 14, mostra o comportamento de um material quando este é submetido a um campo magnético externo. As propriedades magnéticas de um material são normalmente caracterizadas por este ciclo. Do qual pode ser obtido o valor da magnetização de saturação (ZHAO et al., 2001). Ao se aplicar um campo magnético em um material, os domínios magnéticos tendem a se alinhar na direção deste campo. O campo magnético externo aplicado aumenta até um valor máximo, B_{max} , e a magnetização também aumenta, atingindo um valor máximo de saturação, M_s . Neste instante, todos os domínios magnéticos estarão alinhados. Diminuindo o campo magnético que se encontra em B_{max} até zero, a magnetização pode não se anular, a esta magnetização da-se o nome de remanência M_R . Para desmagnetizar um material é necessário aplicar um campo coercitivo, B_C , no sentido oposto ao inicial (GUIMARÃES, 1998; LACHEISSERIE; GIGNOUX; SCHILENKER, 2005).

Figura 14- Ciclo de histerese



Fonte: LACHEISSERIE; GIGNOUX; SCHILENKER (2005) adaptado.

A microestrutura dos aços afeta a magnetização do material e as curvas de magnetização são influenciadas pela mesma. Em particular, a densidade de discordâncias (ρ) e tamanho médio do grão (d) afetam a movimentação das paredes de domínio. Os contornos dos grãos apresentam um obstáculo ao movimento da parede de domínio, assim quando o tamanho de grão diminui o aprisionamento das paredes aumenta. Com relação à densidade de discordâncias, quando ela aumenta, fortes centros de aprisionamento de domínio são formados impedindo a movimentação dos mesmos (DUPRÉ et al., 2002; ZHANG et al., 2005).

Autores reportam que o campo coercivo B_C é diretamente proporcional à raiz quadrada da densidade de discordância (Equação 3) e inversamente proporcional ao tamanho médio de grãos (Equação 4). Nas equações K_1 e K_2 são constantes (DUPRÉ et al., 2002; SABLİK et al., 2010; SABLİK; YONAMINE, 2004; ZHANG et al., 2005).

$$\mathbf{B}_c \approx \mathbf{K}_1 \rho^{1/2} \quad (3)$$

$$\mathbf{B}_c \approx \frac{\mathbf{K}_2}{d} \quad (4)$$

Outro fator que afetará o campo coercivo B_c é a quantidade de interfaces presentes na microestrutura da amostra. Um aumento na fração volumétrica de austenita retida, implicará em coercitividades mais altas, devido a uma maior presença de contornos entre fases, que servirá de obstáculos a movimentação das paredes dos domínios magnéticos, dificultando a desmagnetização das amostras (KAHROBAEE; KASHEFI, 2015; TAVARES et al., 2002).

Os contornos entre as fases estão diretamente relacionados com a fração volumétrica da austenita a qual resulta em uma diferença na magnetização de saturação. Uma vez que esta é paramagnética e em contra partida a ferrita, a martensita e a cementita são ferromagnética. A aproximação da saturação é usualmente descrita pela Equação 5, onde B é o campo aplicado, M a magnetização e M_s a magnetização de saturação. Os parâmetros a (em Am^{-1}) e b (em $\text{A}^2 \text{m}^{-2}$) são constantes positivas (JILES, 2003; MERGIA; BOUKUS, 2008).

$$\mathbf{M} = \mathbf{M}_s \left(\mathbf{1} - \frac{a}{B} - \frac{b}{B^2} \right) \quad (5)$$

A fração de fases paramagnéticas pode ser determinada pelo valor da magnetização de saturação de acordo com a Equação 6. Onde, M_s^a é a magnetização de saturação de uma amostra 100% martensítica (SICUPIRA et al., 2016).

$$f = \left(\frac{M_s^a - M_s}{M_s^a} \right) \times 100 \quad (6)$$

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. Material

O material investigado neste estudo é um aço TRIP com 8% em peso de Mn. O aço foi gentilmente cedido pelo Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos, da UFMG, e recebido na condição de fundido. A análise química da composição do material foi realizada pelo Laboratório de Ensaio e Análises de Materiais (LAMAT) e encontra-se na Tabela 1.

Tabela 1- Composição química nominal do aço utilizado neste trabalho (% massa).

Elemento	Fe	Mn	Al	Si	C	P	S	V
Composição	91,5338	8,1010	0,0265	0,1243	0,0679	0,0291	0,0123	0,0281

Fonte: Relatório –CETEF - LAMAT- C.C 13120/3492

4.2. Processamento termomecânico

O material na condição fundido foi inicialmente homogeneizado em um forno tipo mufla de marca FDG – Equipamentos em uma temperatura de 1100°C por 2 h sendo em seguida forjado em uma prensa. Posteriormente, três amostras foram cortadas com formato retangular com a medida de 40 x 20 x 5 mm³, utilizando uma cortadeira de baixa velocidade e disco diamantado, Isomet de marca Buehler. Tais amostras foram aquecidas no forno a uma temperatura de 1100° C durante 1 hora com o resfriamento diferente para cada uma, sendo: uma resfriada em água, a outra ao ar e outra no forno.

4.3. Dilatometria

Após as diferentes condições de resfriamento, foram realizadas medidas de dilatometria a fim de se determinar a temperatura de transformação de fase no aço TRIP 8 Mn. Foram retiradas amostras no formato retangular com a medida de 24 x 2 x 1 mm³. As medidas foram realizadas em um dilatômetro da marca NETZSCH, modelo Dil 402 C, instalado na Unifei/Itabira. A taxa de aquecimento utilizada foi de 10 °C/min. A temperatura de patamar máxima foi de 1150°C. O resfriamento não foi realizado em taxa controlada.

4.4. Recozimento das amostras

Após os diferentes resfriamentos, sete amostras de cada uma das condições foram cortadas nas dimensões de 5 x 5 x 1 mm³. Uma amostra de cada resfriamento foi utilizada para análise da condição inicial, as demais amostras foram recozidas em temperaturas de 600, 650, 700, 800, 950 e 1050°C, durante 15 min. As amostras foram resfriadas ao ar.

4.5. Preparação metalográfica

As amostras na condição inicial e as recozidas foram preparadas por meio de metalografia convencional. As amostras foram embutidos a quente com resina fenólica (Baquelite), na embutidora PANAMBRA PASPRESS 30, e posteriormente foram lixadas e polidas mecanicamente. Foram utilizadas lixas com granulometrias de 80#, 220#, 400#, 600#, 1200# e 2500#, respectivamente. Todo o processo de lixamento foi realizado com água.

Os abrasivos utilizados para o polimento foram pasta de diamante de 3 µm, 1 µm, 0,25 µm e sílica coloidal, respectivamente. Foram utilizados panos de polimento compatíveis com a granulometria dos abrasivos. Utilizou-se álcool etílico (C₂H₆O) para a lubrificação/refrigeração durante o polimento. O lixamento e o polimento foram realizados em um equipamento semi automático da marca Fortel PLF.

Após o processo de polimento, amostras foram submetidas a um ataque químico com a solução nital 3% v(álcool etílico e ácido nítrico). Todos os procedimentos de preparo metalográfico foram realizados no laboratório de metalografia da Unifei/Itabira.

4.6. Medidas de dureza Vickers

Após a preparação metalográfica, foram feitas medidas de dureza Vickers nas amostras na condição inicial e nas recozidas. Utilizou-se o equipamento microdurômetro da marca Wilson Instruments, modelo 402MVD. Foram realizadas 10 medidas de dureza, de forma aleatória ao longo do comprimento da amostra. A carga utilizada foi de 0,3 kgf.

4.7. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para a caracterização microestrutural das amostras utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura com filamento de tungstênio, de marca Tescan e modelo Vega 3. As

imagens foram geradas com uma tensão de 20 a 30 kV, no modo de elétrons secundários. As micrografias foram obtidas para todas as amostras do estado inicial e para as amostras recozidas a 700°C.

4.8. Ensaios de Magnetização

Amostras dos aços no estado inicial e recozidas em diversas temperaturas foram cortadas em dimensões de aproximadamente 5 x 3 x 2 mm³. As medidas foram realizadas utilizando um magnetômetro de amostra vibrante (VSM – *vibrating sample magnetometer*) instalado na Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN). O VSM é um equipamento de fabricação própria da universidade. A medida foi realizada partindo-se das amostras saturadas em um campo aplicado de 15 kG. Em seguida, o campo foi reduzido até zero e seu sentido invertido para a obtenção do laço de histerese. A taxa de variação do campo aplicado foi de 0,4 kG/min para os campos entre 0 e 0,5 kG, de 1,8 kG/min para os campos entre 0,5 e 5kG e 10 kG/min para os campos acima de 5 kG.

4.9. Difração de raios X

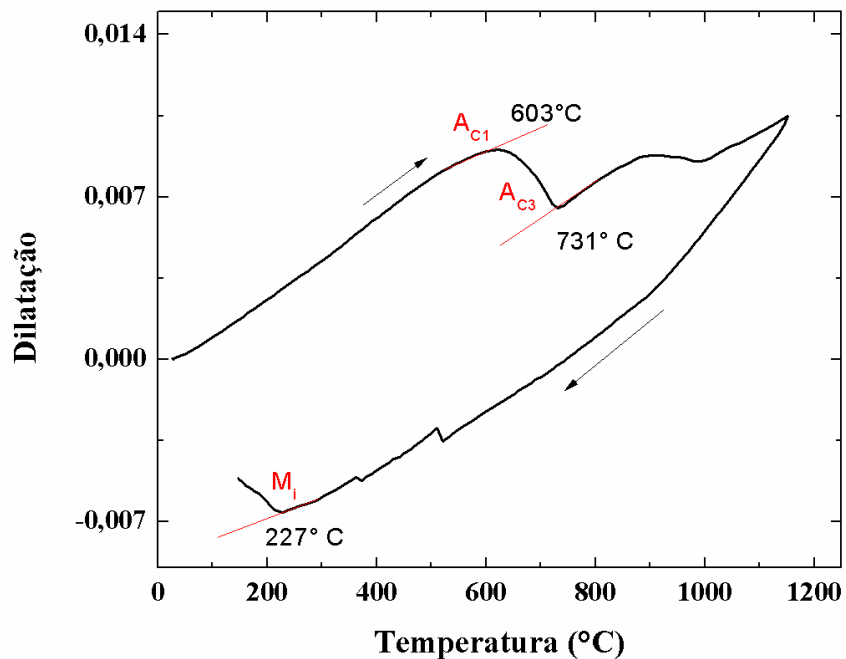
Para quantificação das fases das amostras utilizou-se a técnica de difração de raios X. Para tanto as amostras no estado inicial e recozidas, foram seccionadas nas dimensões 5 x 5 x 1 mm³, e posteriormente lixadas e polidas. As medidas de difração de raios X foram realizadas, no Laboratório Nacional de Luz Sincroton, LNLS, (Projeto n° 0699/2016) na linha XPD. Utilizou-se um feixe de luz monocromático do feixe primário com comprimento de onda, λ , igual a 0,177182 nm (energia de 7 keV), a baixo da borda de absorção do Fe para evitar efeitos de fluorescência. A geometria da medida foi Bragg-Bretano de movimento simétrico. Utilizou-se o detector linear Mythen 1k fabricante Dectris, sem monocromador antes do detector. Varredura na faixa de 40° a 120°, com tempo variável de medição fixando a contagem de radiação no detector em 4E+6. Utilizou-se fenda do feixe primário de 2 mm (antes da amostra). O tempo médio de duração de cada medida foi de, aproximadamente, 1 h.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Curvas dilatométricas

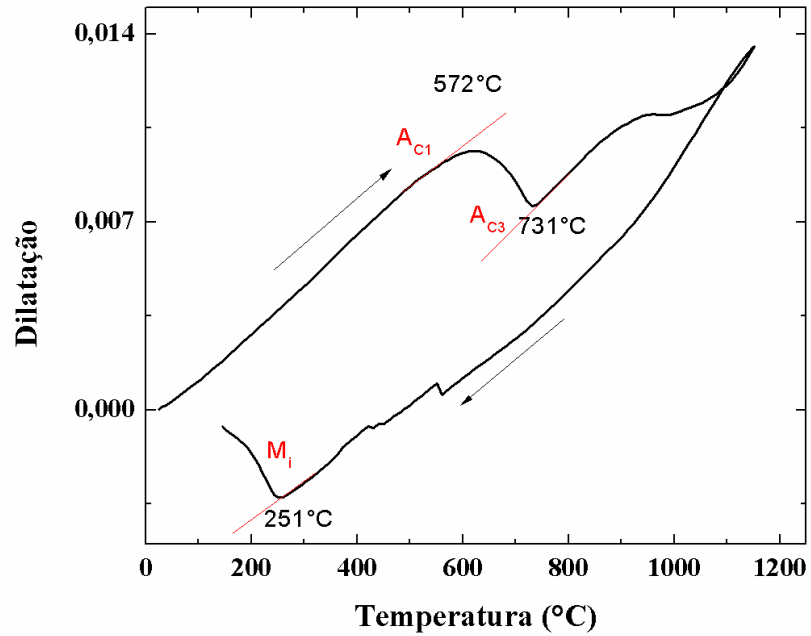
As curvas resultantes do ensaio de dilatometria são mostradas nas Figuras 15, 16 e 17, para as amostras resfriadas em água, ar e forno, respectivamente. As setas nas figuras indicam o aquecimento e o resfriamento da amostra no ensaio. As temperaturas de transformação de fase A_{c1} , A_{c3} e M_i , para as amostras resfriadas em água, ar e forno, obtidas por dilatometria encontram-se na Tabela 2. As temperaturas A_{c1} e A_{c3} , temperaturas de início e fim do campo de transformação da ferrita em austenita, foram utilizadas para definir as temperaturas do recozimento intercrítico.

Figura 15- Dilatação em função da temperatura para a amostra resfriada em água com taxa de aquecimento de 10 °C/min.



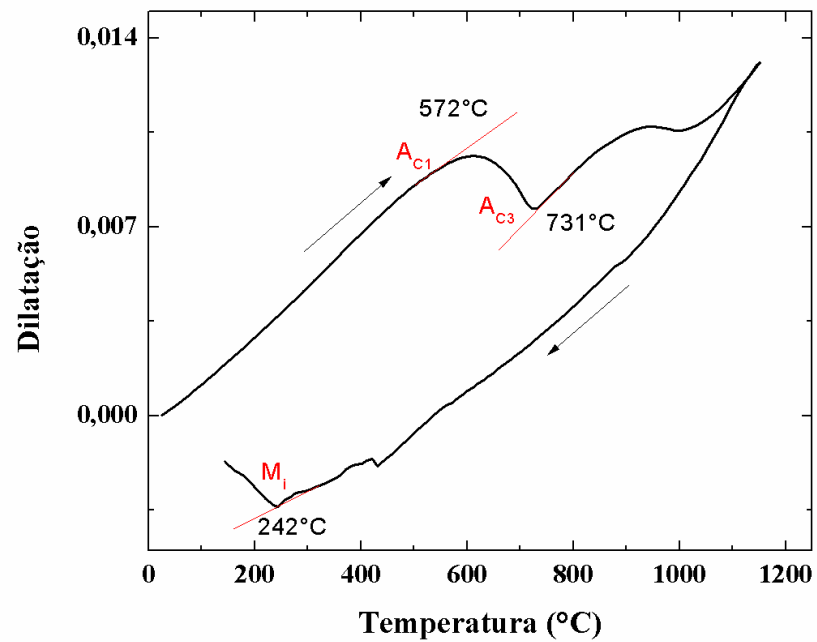
Fonte: Própria

Figura 16- Dilatação em função da temperatura para a amostra resfriada ao ar com taxa de aquecimento de 10 °C/min.



Fonte: Própria

Figura 17- Dilatação em função da temperatura para a amostra resfriada no forno com taxa de aquecimento de 10 °C/min.



Fonte: Própria

Tabela 2- Temperaturas de transformação de fase A_{c1} , A_{c3} e M_i para os aços resfriados nas condições água, ar e forno, obtidas por dilatométrica com taxa de aquecimento de 10 °C/min.

Condição	A_{c1} (°C)	A_{c3} (°C)	M_i (°C)
Água	603	731	227
Ar	572	731	251
Forno	572	731	242

Fonte: Própria

Os resultados mostram que A_{c1} assumiu valores de 603, 572 e 572°C para as amostras resfriadas em água, ar e forno, respectivamente. Para a amostra resfriada em água, a temperatura máxima de estabilidade da ferrita acontece em temperaturas mais altas, em comparação com as amostras resfriadas ao ar e no forno. Observa-se que para as três condições de resfriamento, a temperatura de transição da ferrita para a austenita (A_{c3}) assumiu valores semelhantes ao trabalho de Li e colaboradores (2015), que avaliaram a temperatura intercrítica de um aço TRIP com 6% em peso de Mn por meio de curvas dilatométricas. O valor encontrado por eles foi 620°C para A_{c1} , 760 °C para A_{c3} , e 250°C para M_i . Neste presente estudo observa-se que na amostra resfriada na água a temperatura M_i é de 227°C, na resfriada ao ar 251°C e no forno 242°C. As temperaturas de início de transformação martensítica obtidas experimentalmente para as amostras também foram comparadas com o valor obtido por meio da Equação 7 (LEE; D'COOMAN, 2011). Observa-se que os valores obtidos experimentalmente para as amostras resfriadas na água, no ar e no forno são próximos aos obtidos pela equação. As variações podem ser decorrentes dos elementos de liga presentes no aço que não foram considerados na equação.

$$M_i (\text{°C}) = 545 - 421 \text{ pct } C - 30,4 \text{ pct } Mn \quad (7)$$

$$M_i \cong 270 \text{ °C}$$

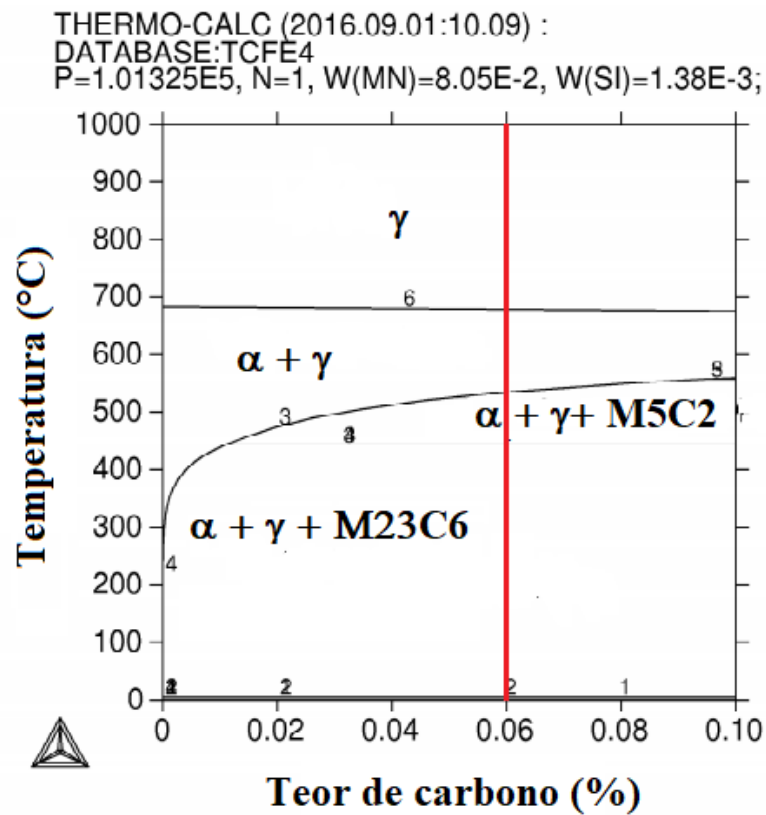
Nas amostras resfriadas na água e no ar uma discreta mudança no comportamento da curva dilatométrica durante o resfriamento foi observada em temperaturas a partir de 600°C até a M_i . Para a amostra resfriada no forno, Figura 15, este comportamento acontece a partir de 500°C. Supõe-se que estes picos são referentes à transformação da fase austenita em ferrita e carbonetos. Comportamento similar ao apresentado neste estudo é reportado na literatura (CAI et al., 2013), após ensaio de dilatométrica em um aço com 11% em peso de Mn. Observa-

se no trabalho um pico na curva dilatométrica, durante o resfriamento, e os autores relacionam este pico à transformação isotérmica bainítica. É importante ressaltar que no estudo de Cai e colaboradores (2013) a amostra foi submetida a uma faixa de temperatura de 20 a 1200°C, seguida de resfriamento brusco a uma taxa de 100°C/s, que é uma taxa de resfriamento bem maior do que a utilizada no presente estudo.

Em todos os ensaios de dilatométrica observou-se um segundo pico acima de A_{c3} , o que indicaria a possibilidade da formação de uma segunda fase partindo da austenita. Porém, em nenhuma teoria encontrou-se uma explicação relacionada a esta observação. Para tanto, realizou-se uma análise do diagrama de equilíbrio, Figura 18, obtido por meio do *software* Thermo-Calc™ para o aço em estudo. Uma linha indicando o teor de carbono que corresponde a 0,06% em peso, foi traçada e analisou-se o efeito do resfriamento. Nota-se que no intervalo de 700°C a 1000°C é possível encontrar somente a fase austenita, tal resultado indica que a formação do segundo pico não está relacionada com a formação de outra fase. Posteriormente, à medida que a temperatura decresce até aproximadamente 400°C, passam a coexistir as fases ferrita α e austenita. Abaixo de 300°C formam-se as fases ferrita, austenita retida e carbonetos $M_{23}C_6$.

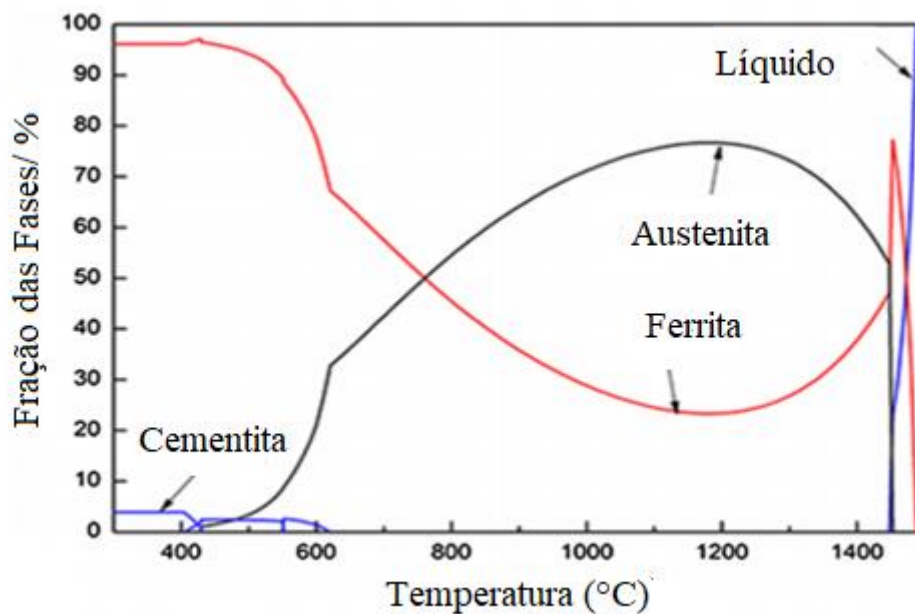
O resultado encontrado neste estudo por meio do Thermo-Calc™, aproxima-se dos resultados encontrados nos estudos realizados por Cai e colaboradores (2013) para um aço com 11% em peso de Mn. Os autores também analisaram o comportamento da transformação da ferrita em austenita utilizando o Thermo-Calc™, e verificaram que acima da temperatura de 600°C coexistem apenas as fases austenita e ferrita conforme apresentado na Figura 19.

Figura 18- Simulação obtida por meio do *software* Thermo-Calc TM, para o aço 8% em peso de Mn até a temperatura de 1000°C.



Fonte: Aline Magalhães, UFMG, adaptado.

Figura 19- Fração das fases obtidas em função da temperatura obtida por meio do Thermo Calc TM para um aço TRIP 11% em peso Mn.



Fonte: CAI et al., (2013) adaptado.

5.2. Ensaio de dureza

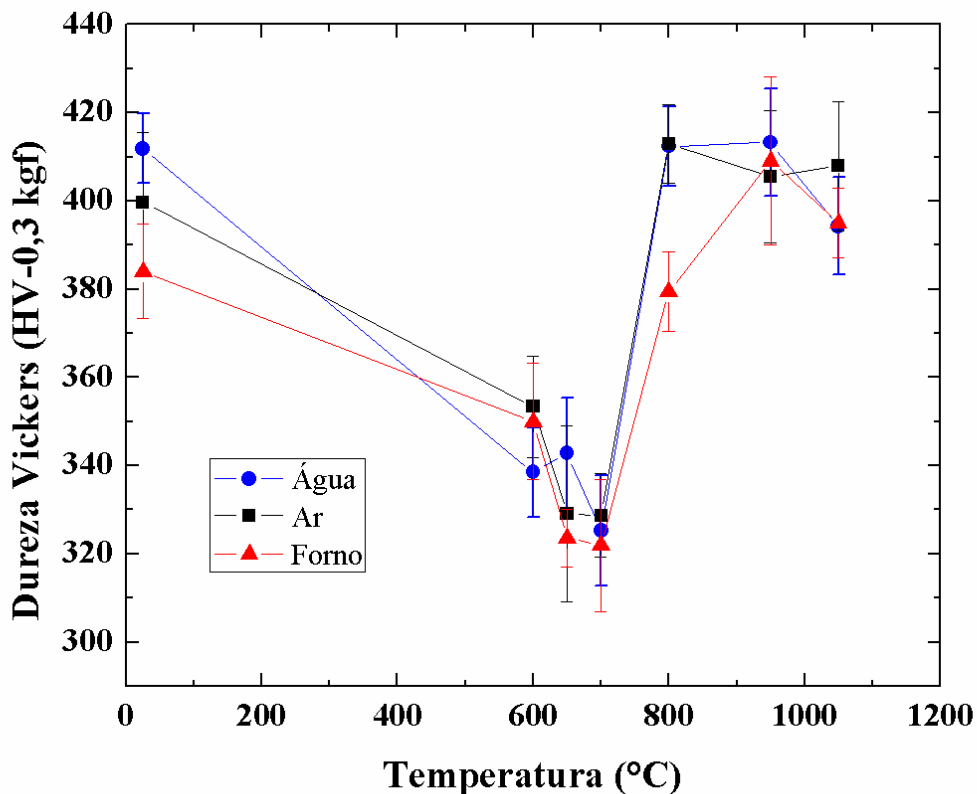
As temperaturas A_{c1} e A_{c3} , obtidas por meio de dilatométrica, foram utilizadas para definir as temperaturas do recozimento intercrítico. Assim, as amostras resfriadas nas diferentes condições foram recozidas em temperaturas entre 600 e 1050°C, e após cada recozimento, foram realizadas medidas de dureza Vickers. Medidas de dureza também foram realizadas nas amostras no estado como resfriadas. A Figura 20 mostra os resultados de dureza apresentados pelas amostras resfriadas em água, ar e forno e tratadas termicamente. Os valores de dureza para as amostras resfriadas na água, no ar e no forno (condição inicial) são, respectivamente, 412, 400 e 384 HV. De acordo com os resultados do ensaio de dureza Vickers, a amostra resfriada em água na condição inicial apresentou uma dureza maior quando comparada com as amostras resfriadas ao ar e no forno. Esta diferença de dureza na amostra resfriada em água é o resultado de um resfriamento brusco que causou maior tensão térmica. Lee e Su (1999) observaram que durante o resfriamento de um aço as fases e microconstituintes, bem como as suas quantidades e morfologias geradas a partir da austenita, dependem, essencialmente, da velocidade de resfriamento. Altas taxas de resfriamento podem causar distorções na rede e até graves fissuras. Estes defeitos são resultantes de tensões internas que se desenvolvem devido às tensões térmicas decorrentes das diferentes taxas de resfriamento as quais o aço é submetido. Além disso, ocorrem tensões de transformação devido à variação volumétrica que ocorre no processo de transformação da austenita em outras fases (BHADESHIA, 2006).

Ainda com relação aos resultados, observou-se entre as amostras na condição inicial da água e recozidas um amolecimento até a temperatura de 700°C. Nestas condições, a dureza sofre uma queda de 412 HV para 325 HV para a amostra na condição inicial e tratada a 700°C, respectivamente. O que implica em um amolecimento de 21%. A 800°C é observada uma elevação na dureza da amostra, atingindo novamente um valor de dureza de 412 HV. Este aumento da dureza em 800°C deve-se ao fato de que em temperaturas de recozimento mais altas a concentração de Mn solubilizado na austenita é reduzida, o que implica em uma redução na estabilidade da mesma. Como consequência, há uma maior fração volumétrica de martensita na estrutura final, conforme pode ser observado na Figura 6 discutida previamente. Observa-se que acima de 800°C os valores de dureza pouco se alteram. Na amostra resfriada ao ar a dureza mínima observada também aconteceu a 700°C com valor de 329 HV, resultando em um amolecimento próximo a 17%. Tal resultado comprova o aumento na fração de austenita retida em temperaturas em torno de 700°C. Um aumento na dureza em

relação à amostra na condição inicial e recozida em temperaturas superiores a 800°C também foi observado. Para as amostras resfriadas no forno e recozidas, o comportamento permaneceu similar às aquelas resfriadas na água e ar, quando submetida a um tratamento a 700°C. Tal temperatura evidenciou uma dureza de 322 HV o que corresponde a uma queda de 16% com relação à amostra na condição inicial.

Os resultados mostraram que a retenção máxima de austenita à temperatura ambiente aconteceu para a amostra submetida a um recozimento intercrítico em 700°C, o que é compatível com alguns estudos em aço TRIP de médio manganês nos quais percebe-se um pico pronunciado à aproximadamente 710°C, resultando na fração máxima de austenita retida à temperatura ambiente (CAI et al., 2013; CAI et al., 2014; Li et al., 2015). Como reportado no Item 3, Revisão da Literatura, observa-se na Figuras 5 e 6 que, com o aumento da temperatura de recozimento as frações volumétricas de austenita retida também aumentam, atingindo um pico máximo e voltando a decrescer (LEE ; HAN 2015).

Figura 20- Comparação da dureza Vickers das amostras resfriadas na água, ar e forno, no estado inicial e no estado recozido entre 600°C e 1050°C.



Fonte: Própria

5.3. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Neste estudo, uma atenção maior foi dada a austenita, sendo que a presença desta fase na temperatura ambiente irá garantir condição ideal para que o efeito TRIP ocorra (DAFÉ et al., 2013). Optou-se por fazer as micrografias nas amostras na condição inicial, de todas as taxas de resfriamento, e das amostras recozidas em 700°C. Uma vez que, os resultados de dureza Vickers mostraram uma menor dureza nesta temperatura, o que indicaria uma maior quantidade de austenita retida.

As micrografias do aço TRIP obtidas por MEV, Figuras 21, 22 e 23, revelaram a microestrutura das amostras com vários tons de cinza. A microestrutura das amostras encontrada neste trabalho está próxima à apresentada por Anazawa (2007) em um aço multifásico. O autor afirma que a tonalidade cinza escuro é a ferrita e bainita. A martensita é identificada pela tonalidade cinza claro e a coloração branca caracteriza a austenita. Nas figuras, a ferrita é identificada como α , a martensita como α' e a austenita como γ . Observa-se que as regiões martensíticas estão circundadas por austenita. Vale salientar que o ataque químico realizado nas amostras foi o mesmo utilizado por Anazawa (2007).

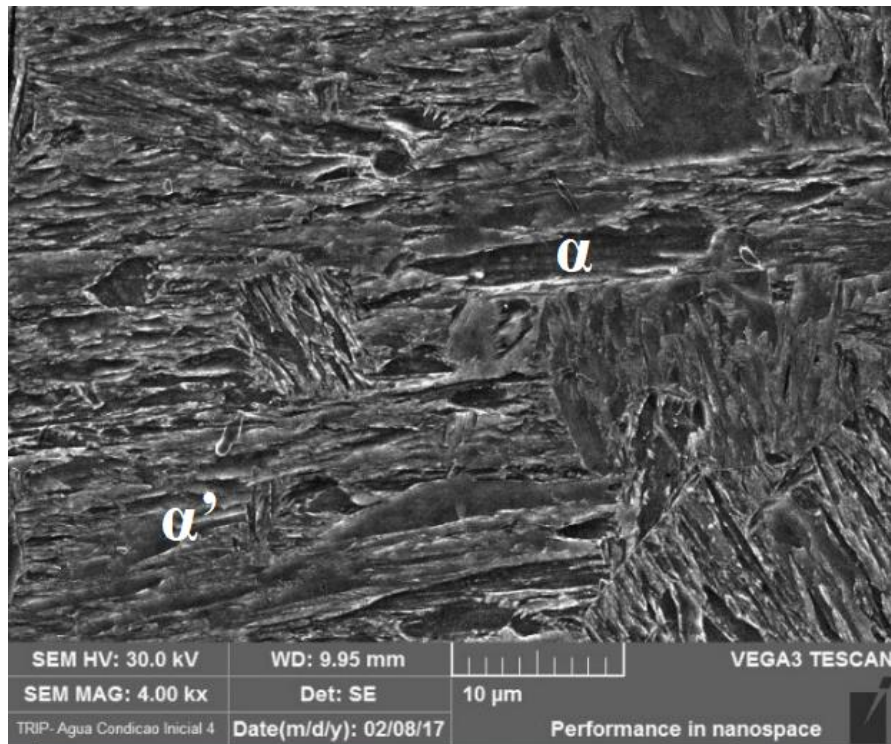
A Figura 21 mostra as micrografias das amostras: (a) resfriada na água e (b) resfriada na água e recozida a 700°C. Na amostra na condição inicial é possível perceber uma microestrutura quase que puramente martensítica e ferrítica. Em (b) é possível observar regiões com a presença de austenita.

A Figura 22 (a) e (b) mostra as micrografias das amostras resfriadas ao ar e recozidas a 700°C, respectivamente. Nota-se que a microestrutura destas amostras está próxima àquelas resfriadas na água.

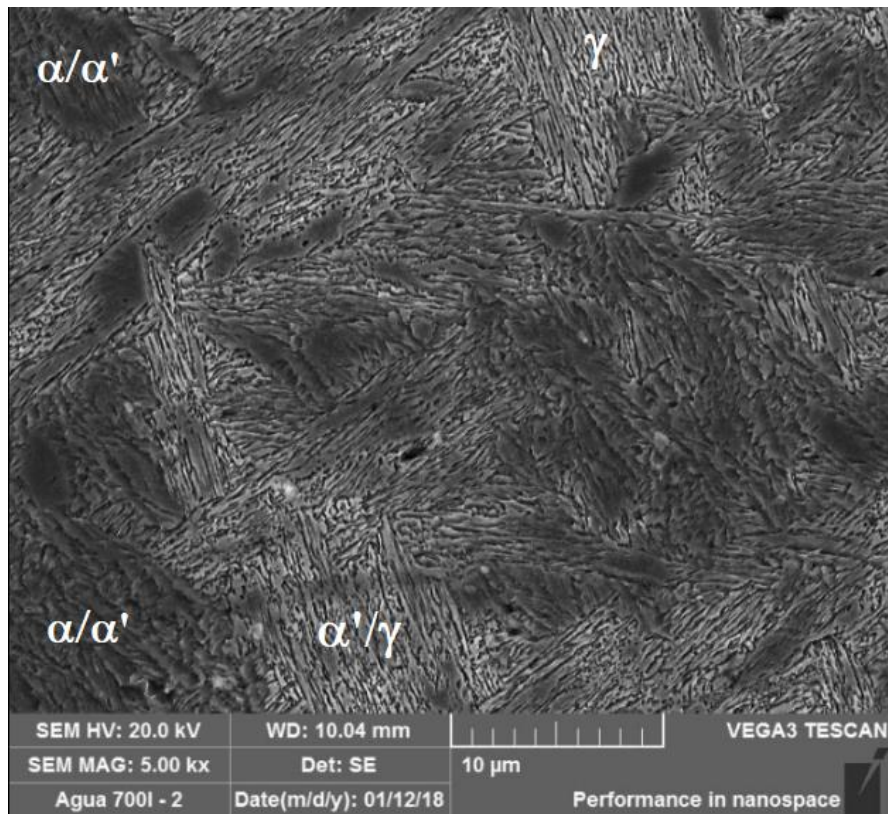
A microestrutura da amostra resfriada no forno (condição inicial) é composta por ferrita, martensita, Figura 23 (a). É possível observar a presença de carbonetos no interior da região ferrítica indicados pelas setas vermelhas na figura. A Figura 23 (b) evidencia uma fração significativa de austenita retida.

A análise de resultados evidenciou que as amostras recozidas em 700°C de todas as condições de resfriamento, apresentaram uma quantidade significativa de austenita retida. No entanto observa-se que a amostra resfriada no ar é a amostra que apresenta a presença de mais regiões claras, que está relacionada à presença de austenita.

Figura 21- Micrografia obtida por MEV da amostra resfriada em água (a) condição inicial (b) recozidas em 700°C.



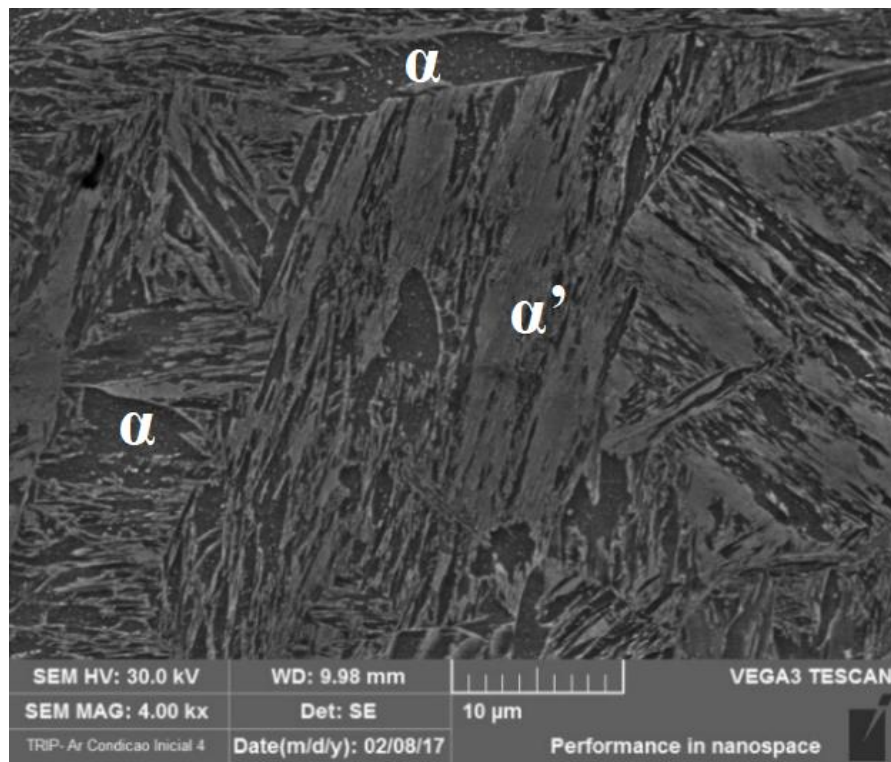
(a)



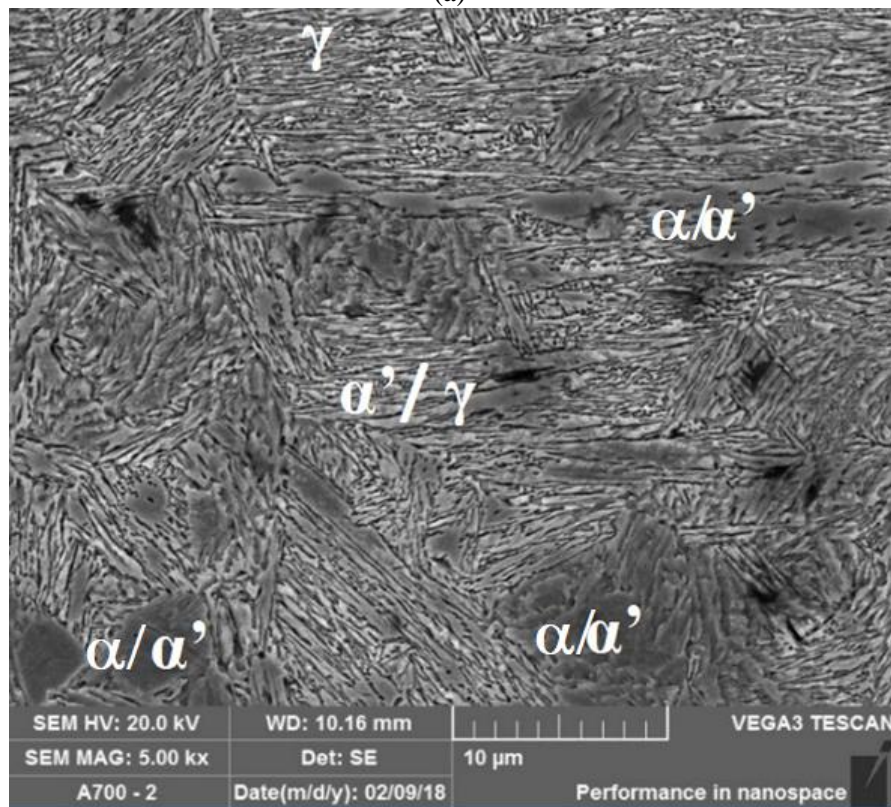
(b)

Fonte: Própria

Figura 22- Micrografia obtida por MEV da amostra resfriada no ar (a) condição inicial (b) recozidas em 700°C.



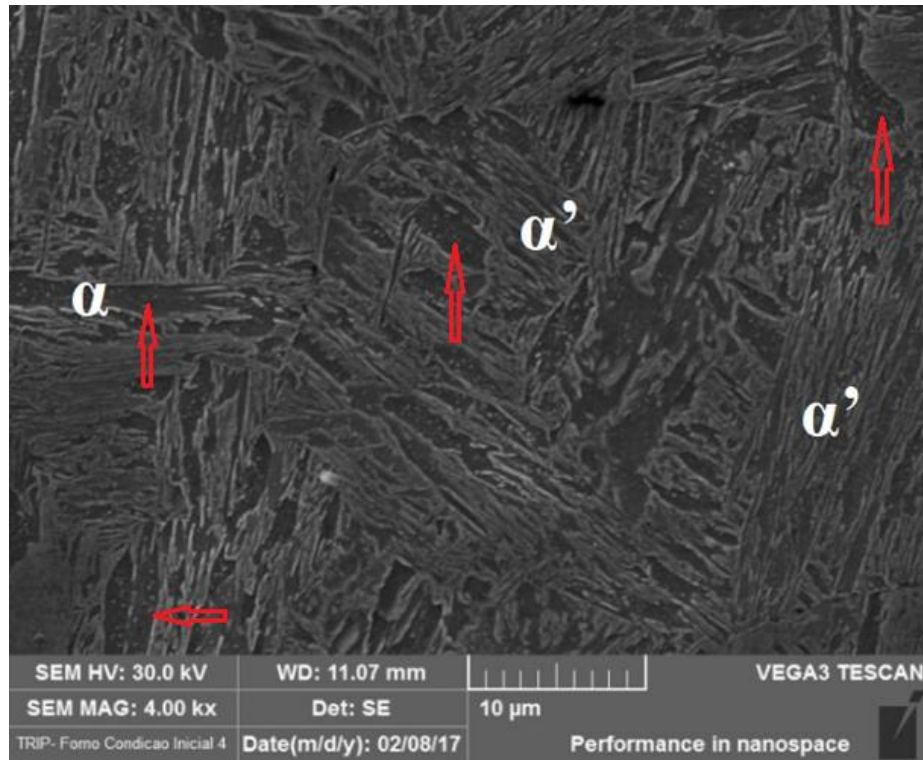
(a)



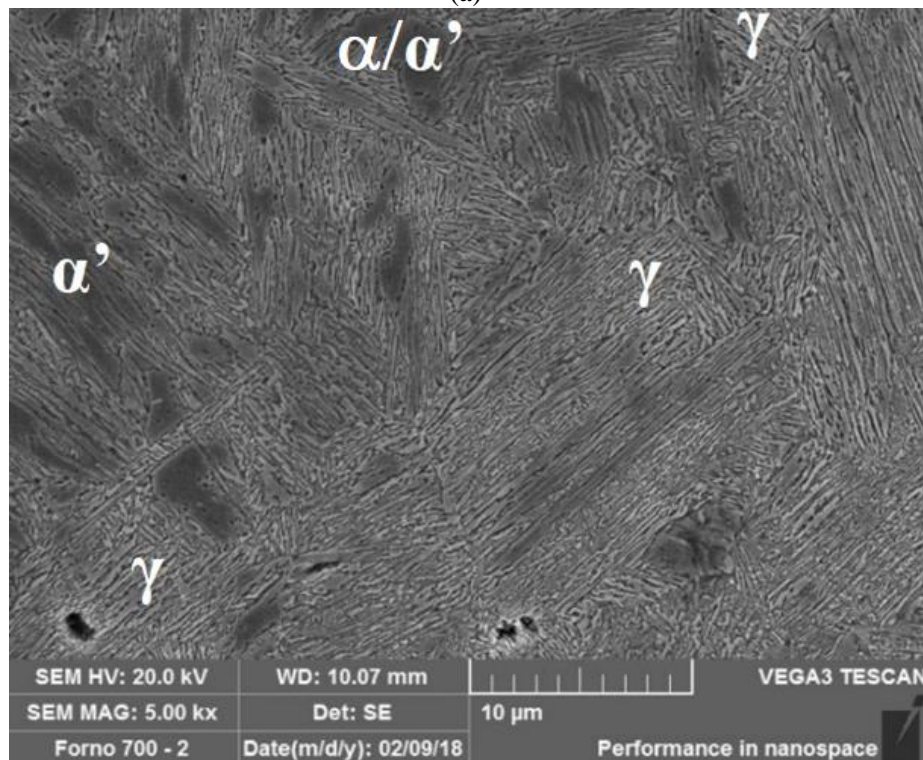
(b)

Fonte: Própria

Figura 23- Micrografia obtida por MEV da amostra resfriada no forno (a) condição inicial (b) recozidas em 700°C.



(a)



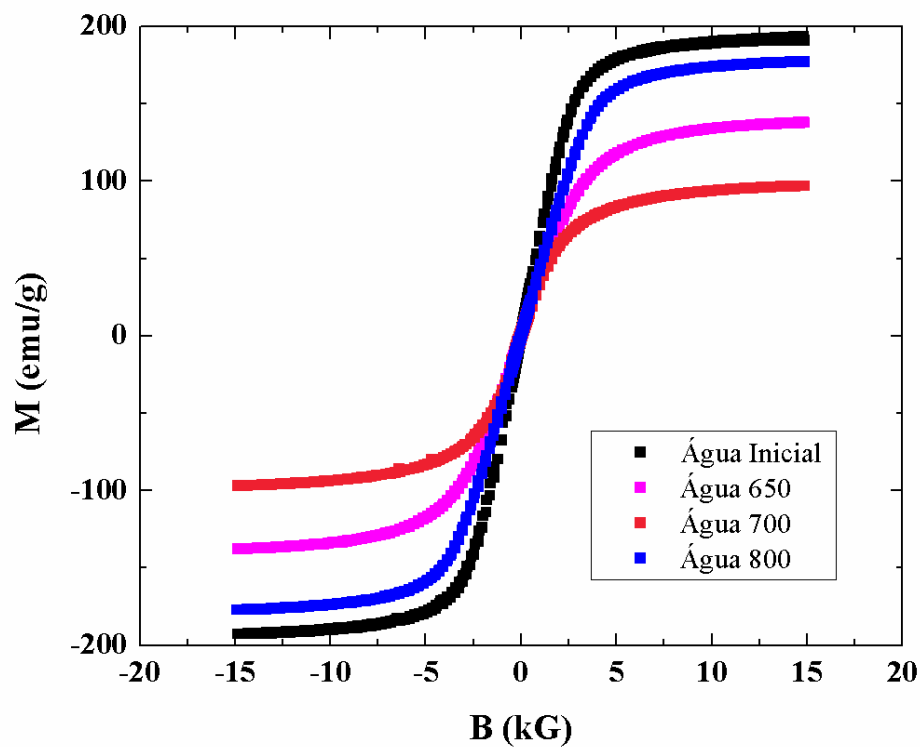
(b)

Fonte: Própria

5.4. Ensaaios de Magnetização

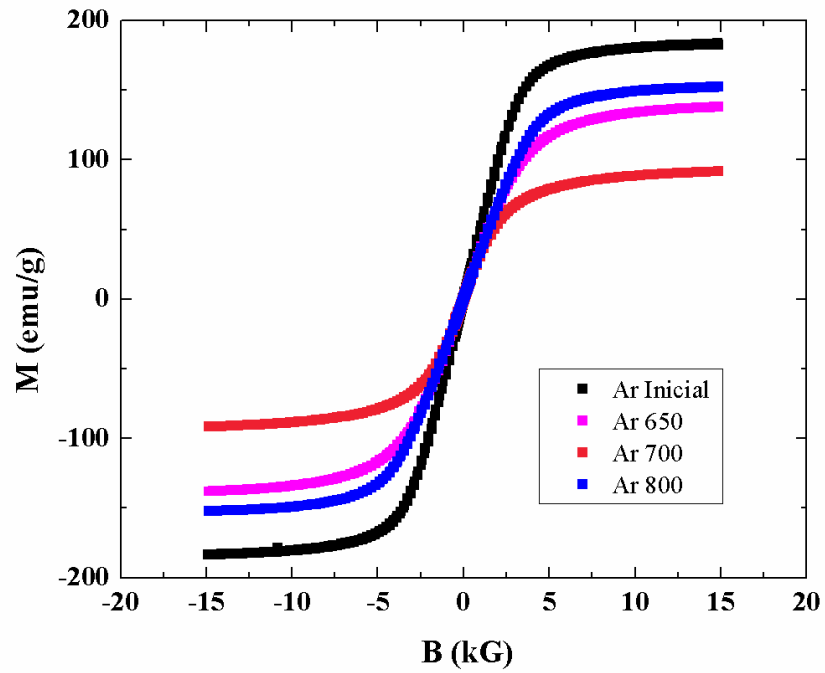
Curvas de magnetização foram obtidas em função do campo aplicado ($M \times B$) para as amostras no estado inicial e recozidas, Figuras 24, 25 e 26. Nessas curvas, a magnetização é apresentada na unidade emu/g, pois está normalizada pela densidade (ρ) da amostra. O campo máximo aplicado foi de 15 kG e os valores de magnetização de saturação para cada amostra foram extraídos das curvas.

Figura 24- Curvas de $M \times B$ obtidas para as amostras no estado inicial água e recozida em temperaturas de 650°C, 700° e 800°C.



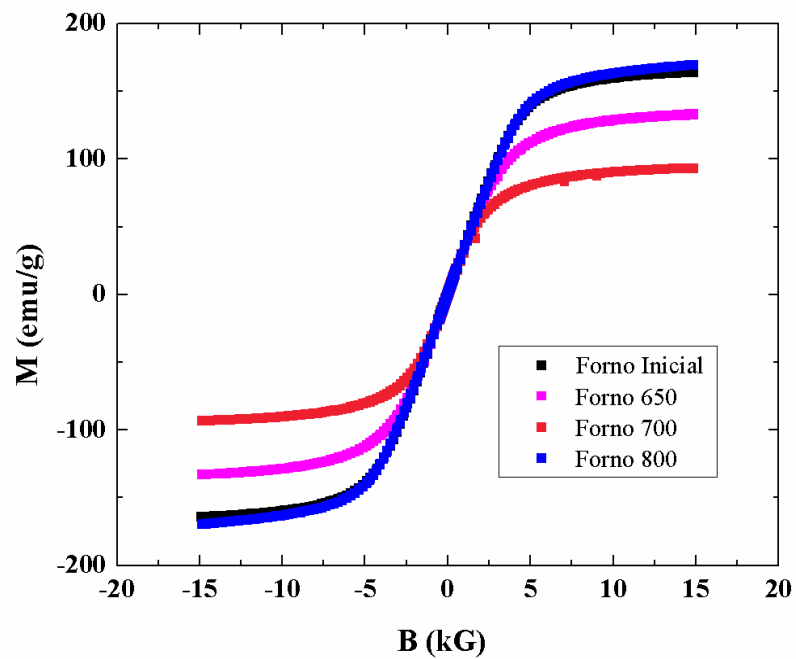
Fonte: Própria

Figura 25- Curvas de $M \times B$ obtidas para as amostras no estado inicial ar e recozida em temperaturas de 650°C, 700° e 800°C.



Fonte: Própria

Figura 26- Curvas de $M \times B$ obtidas para as amostras no estado inicial forno e recozida em temperaturas de 650°C, 700° e 800°C.



Fonte: Própria

O valor da magnetização de saturação é proporcional à fração da fase ferromagnética (MUNTAZ, 2004). A diferença de magnetização de saturação das amostras está diretamente relacionada com a fração volumétrica das fases paramagnéticas e ferromagnéticas (BRACKE et al., 2006; ZHAO et al., 2000). As fases paramagnéticas são atribuídas à formação de austenita e martensita ϵ , enquanto que as fases ferromagnéticas são atribuídas à formação de ferrita, martensita α' e cementita. Porém, com o ensaio de magnetização não é possível quantificar separadamente o percentual de cada fase, seja ela paramagnética ou ferromagnética. Com relação às fases paramagnéticas, valores significativos de martensita ϵ foram quantificados pelo método de Rietveld, os quais serão discutidos no Item 5.5. Assim, no presente estudo, a fração f das fases paramagnéticas obtidas para cada amostra pela Equação 6 é dependente dos valores de magnetização de saturação e refere-se ao somatório das fases paramagnéticas austenita e martensita ϵ .

Para o cálculo das fases paramagnéticas é necessário medir a magnetização de saturação de uma amostra totalmente ferromagnética, com a mesma composição do material em estudo. Caso não exista esta amostra de referência, recorre-se a uma equação semi-empírica para o cálculo do campo de saturação da amostra descontando os elementos de liga, B_{sat}^{liga} , Equação 8. Esta equação foi proposta por Wirthl, Angerer e Hayzenberger (2000) e estima o decréscimo do campo de saturação, δ , em função do percentual do elemento de liga no material. A influência dos elementos de liga deve ser considerada, uma vez que a magnetização de saturação pode ser diminuída devido à adição dos mesmos (GUIMARÃES, 2000).

$$B_{sat}^{liga} = B_{sat}^{Fe} - \sum_n \delta_n A_n \quad (8)$$

onde B_{sat}^{Fe} corresponde ao valor do campo de saturação da ferrita pura, δ_n refere-se ao fator de decréscimo do elemento e A_n é a quantidade do n -ésimo elemento de liga na amostra (em % peso). O valor da magnetização máximo da ferrita pura (normalizado pela densidade) é de 219,02 emu/g (BOZORTH, 1951). Ao multiplicar este valor pela densidade da ferrita ($\rho = 7,88 \text{ g/cm}^3$) obtém-se a magnetização $M = 1725,87 \text{ emu/cm}^3$, ou ainda $M = 17258,7 \text{ A/cm}$. O campo magnético, em Tesla, devido a esta magnetização é calculado pela Equação 9,

$$B = \mu_0 M \quad (9)$$

onde $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \frac{Tm}{A} = 4\pi \cdot 10^{-5} \frac{Tcm}{A}$. Com estas transformações, a Equação 9 pode ser reescrita para obter o campo magnético B em Tesla pela Equação 10,

$$B (T) = (4\pi \cdot 10^{-4}) \left[\left(\frac{M}{\rho} \right) \left(\frac{emu}{g} \right) \cdot \rho \cdot \left(\frac{g}{cm^3} \right) \right] \quad (10)$$

onde M/ρ é a magnetização normalizada pela densidade na unidade $[emu/g]$, ρ é a densidade na unidade $[g/cm^3]$ e $4\pi \cdot 10^{-4}$ aparece como um fator de transformação. Assim, foi calculado por esta expressão o valor de campo magnético da ferrita pura $B = 2,16T$.

A Tabela 3 mostra o fator de decréscimo dos elementos de liga mais representativos utilizados neste estudo para o cálculo de B_{sat}^{liga} , Equação 8, o valor encontrado foi de 1,95 T o que corresponde a uma magnetização de 197 emu/g.

Tabela 3- Fator de decréscimo dos elementos de liga utilizado para o cálculo do percentual de fases paramagnéticas

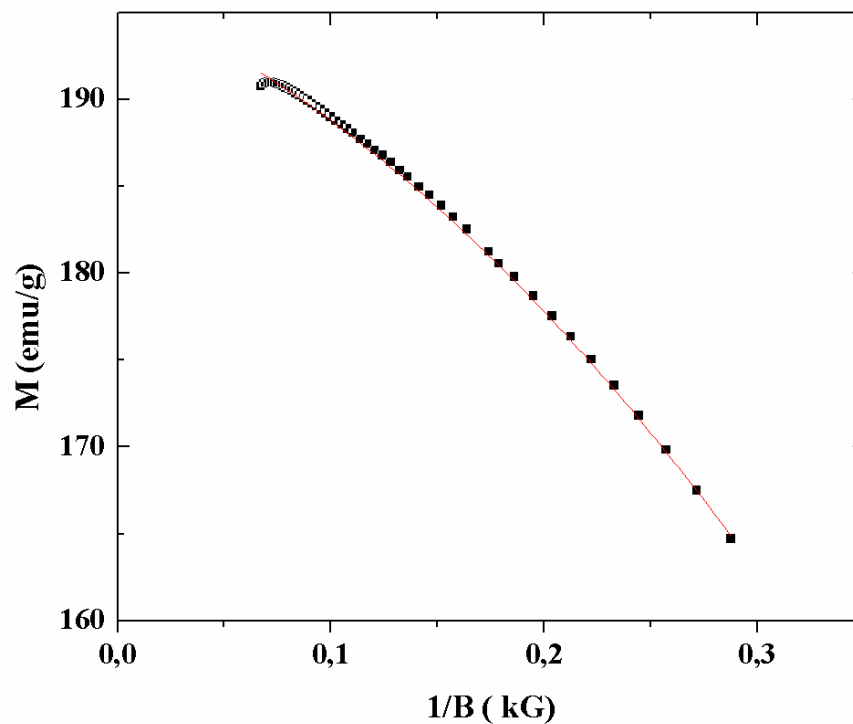
Elemento químico	Composição (% massa)	Fator de decréscimo δ (T/%)
C	0,0679	0,150
Si	0,1243	0,048
Mn	8,1010	0,024
Al	0,0265	0,050

Fonte: (WIRTHL; ANGERER; HAYZENBERGER, 2000). Adaptado

Para o cálculo da magnetização de saturação das demais amostras, obteve-se curvas de magnetização em função do inverso do campo aplicado. Os ajustes, polinomial de grau 2, foram realizados no campo entre 4,5 e 15 kG de acordo com a Equação 5 (JILES, 2003; MERGIA; BOUKUS, 2007). A Figura 27 mostra o ajuste para a curva $M \times 1/B$ da amostra resfriada em água e não recozida. Após a obtenção dos valores da magnetização de saturação, utilizou-se a Equação 6 para o cálculo do percentual das fases paramagnéticas. Os valores calculados são mostrados na Tabela 4 e na Figura 28. De acordo com a tabela e a figura, é possível observar que para as amostras recozidas em 650°C foram obtidos valores entre 25 e 30%v. de fases paramagnéticas.

Em todas as condições de resfriamentos, Figura 28 (a), observou-se uma queda na quantidade das fases paramagnéticas em 800°C. Tal comportamento, como já citado, é justificado pela baixa concentração de manganês solubilizado na austenita, o que implica na diminuição da estabilidade da mesma durante o resfriamento (LEE; HAN, 2015). Os resultados apresentados nos ensaios de magnetização mostraram que as amostras recozidas em 700°C, de todas as condições de resfriamento, foram as que apresentaram uma maior fração de fases paramagnéticas. No entanto, verifica-se que nesta temperatura, uma maior fração destas fases foi obtida na amostra resfriada ao ar, Figura 28 (b).

Figura 27- Curva de magnetização (M) em função do inverso do campo aplicado (1/B) para a amostra resfriada na água (condição inicial).



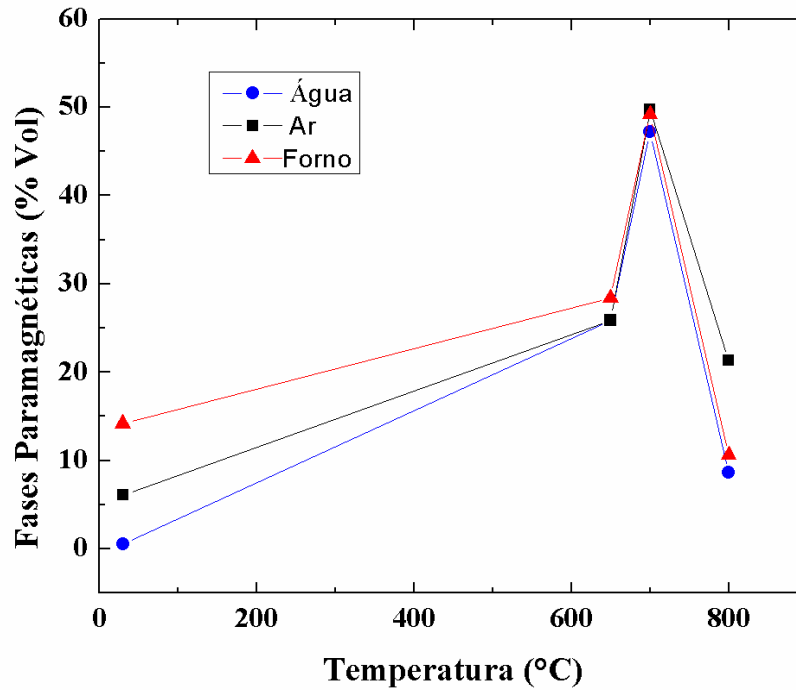
Fonte: Própria

Tabela 4 - Magnetização de saturação (M_s) e porcentagem volumétrica das fases paramagnéticas (f) das amostras resfriadas em água, ar e forno em função da temperatura de recozimento.

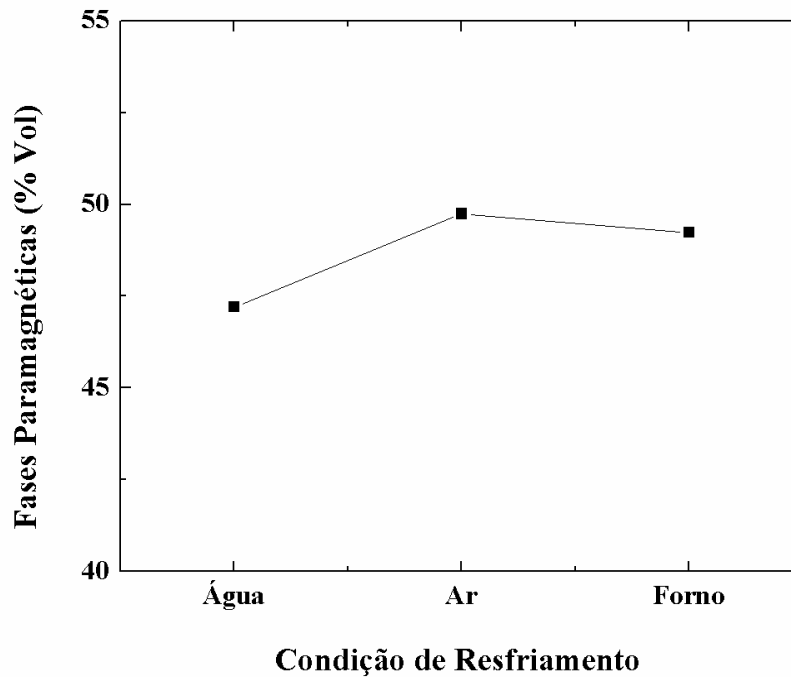
Resfriamento	Amostra	M_s (emu/g)	(f) %
Água	30°C	196	0,51
	650°C	146	25,88
	700°C	104	47,20
	800°C	180	8,62
Ar	30°C	185	6,09
	650°C	146	25,88
	700°C	99	49,74
	800°C	155	21,31
Forno	30°C	169	14,21
	650°C	141	28,42
	700°C	100	49,23
	800°C	176	10,65

Fonte: Própria

Figura 28- Variação da fração volumétrica das fases paramagnéticas em função da temperatura de recozimento, (a) amostras resfriadas em água, ar e forno, e (b) amostras recozidas a 700°C na condição de resfriamento água, ar e forno.



(a)



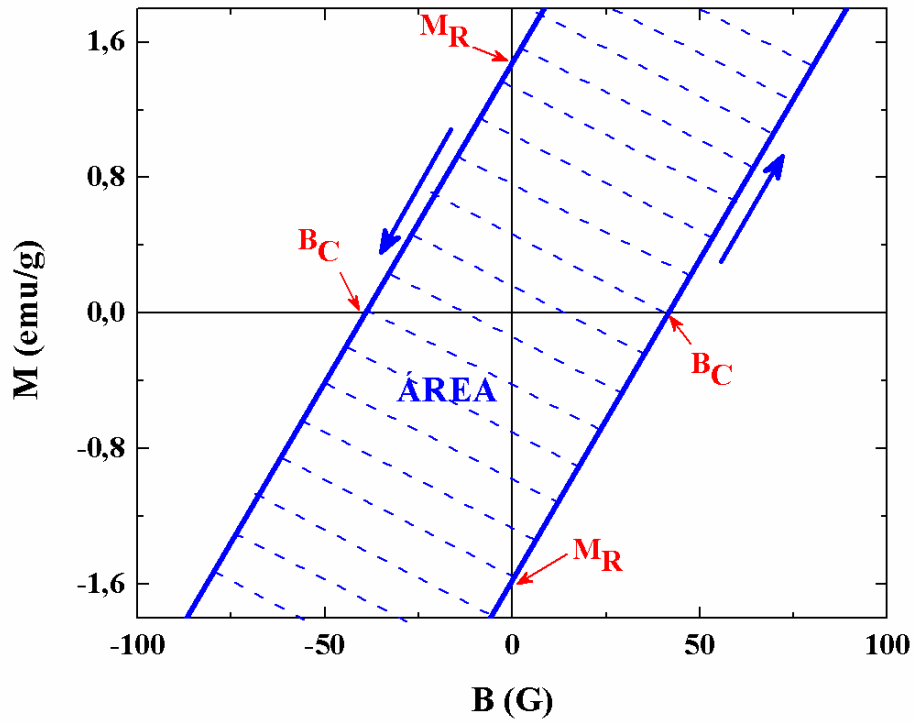
(b)

Fonte: Própria

Além dos dados da magnetização de saturação, as curvas de $M \times B$ foram utilizadas para a determinação do campo coercivo B_C . Os valores do campo coercivo em Gauss foram obtidos a partir do laço de histerese, e referem-se ao campo aplicado quando a magnetização é zero. Um exemplo de obtenção do campo coercivo encontra-se na Figura 29. Nesta figura também são mostrados valores de M_R e parte da área do ciclo de histerese. Neste estudo, os valores do campo coercivo e magnetização de remanência foram determinados através da média aritmética dos valores de B_C e M_R , respectivamente. Os valores de campo coercivos obtidos em função da temperatura de recozimento para todas as amostras abordadas foram comparados com os valores de dureza Vickers (HV), Figura 30. Observou-se que o comportamento apresentado pelo campo coercivo é o inverso da dureza. Muntaz e colaboradores (2004) também observaram uma tendência oposta entre B_C e HV. No estudo dos autores, observa-se que o B_C decresce a medida que HV aumenta, comportamento similar ao que ocorre no presente estudo.

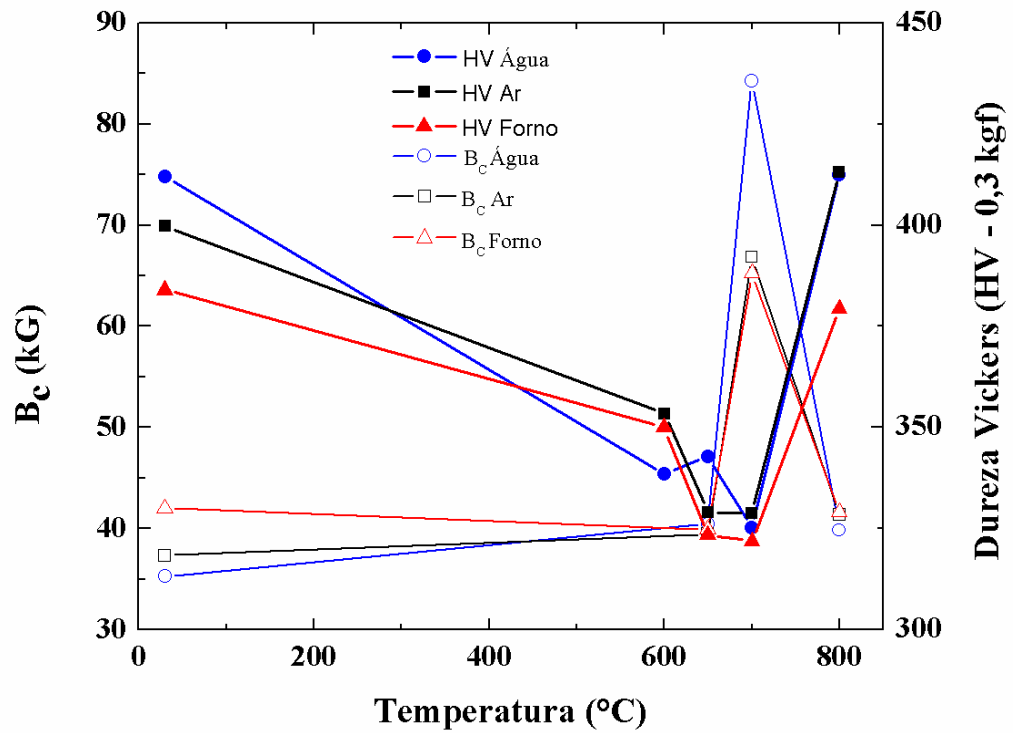
Algumas literaturas (DUPRÉ et al., 2002; SABLİK et al., 2010; SABLİK; YONAMINE, 2004 ; ZHANG et al., 2005) reportam que o B_C é diretamente proporcional à raiz quadrada da densidade de discordâncias. Assim, a densidade de discordância é um fator comum entre B_C e HV, o que implica que ambos deveriam assumir a mesma tendência. É importante salientar que, além da densidade de discordâncias, outras características da microestrutura podem influenciar os valores de B_C . Analisando a Figura 30 verifica-se um aumento do campo coercitivo em 650 e 700°C em todas as condições de resfriamento, observa-se então, que as temperaturas que possuem uma maior fração volumétrica de austenita foram as que apresentaram maiores valores de B_C . Assim, neste estudo o aumento do campo coercitivo pode estar associado ao aumento de interfaces das fases paramagnéticas com as fases ferromagnéticas. Uma vez que o aumento das fases paramagnéticas, resulta em um aumento na área dos contornos de fases presentes na microestrutura, dificultando a desmagnetização das amostras e conseqüentemente aumentando o B_C (KAHROBAEE; KASHEFI, 2015). Os contornos entre as fases funcionam como barreiras à movimentação das paredes dos domínios magnéticos.

Figura 29- Ampliação de umas das curvas M X B para campos baixos ($-100 \text{ G} < B < 100 \text{ G}$).



Fonte: Própria

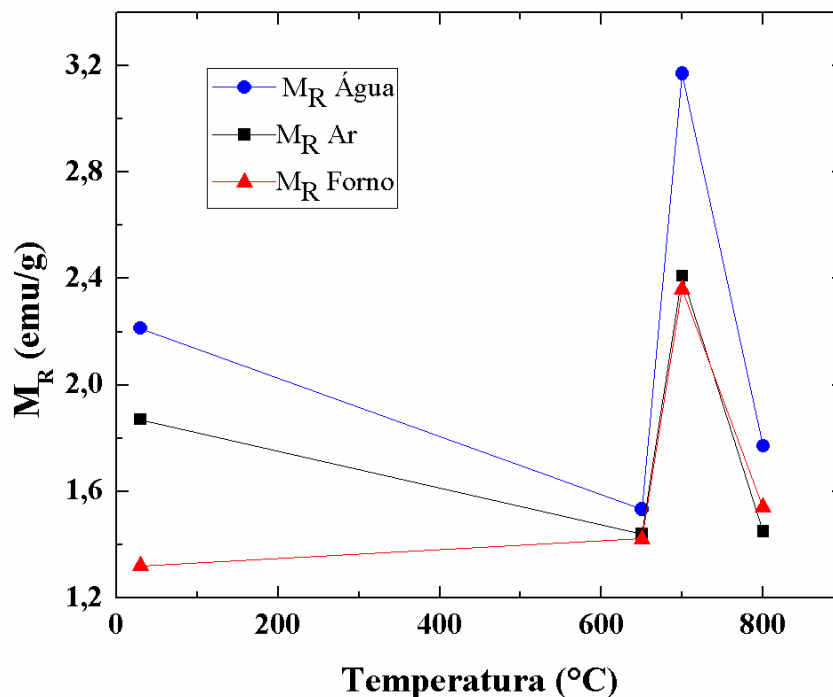
Figura 30- Valores de B_C e HV em função da temperatura de recozimento.



Fonte: Própria

Além do cálculo do campo coercivo, calculou-se também a magnetização de remanência, M_R , das amostras. Os valores de M_R foram comparados qualitativamente, uma vez que estes valores são afetados pelo fator de desmagnetização. Mergia e Boukos (2007) afirmam que o fator de desmagnetização é influenciado pela forma da amostra e tem um importante efeito no valor de M_R . Vale ressaltar que todas as amostras para o ensaio de magnetização foram cortadas em dimensões muito próximas para diminuir o efeito da forma das mesmas. Verifica-se que para todas as condições de resfriamento M_R teve comportamento semelhante ao de B_C , observa-se que o maior valor de M_R aconteceu na temperatura de 700°C para a amostra resfriada na água, Figura 31. O que também se justifica pelo aumento das áreas de contornos na microestrutura, devido a uma maior fração de fases paramagnéticas, que provocam o aprisionamento dos domínios magnéticos dificultando sua movimentação.

Figura 31: Valores da Magnetização de remanência, M_R em função da temperatura de recozimento para as amostras no estado inicial e recozida.

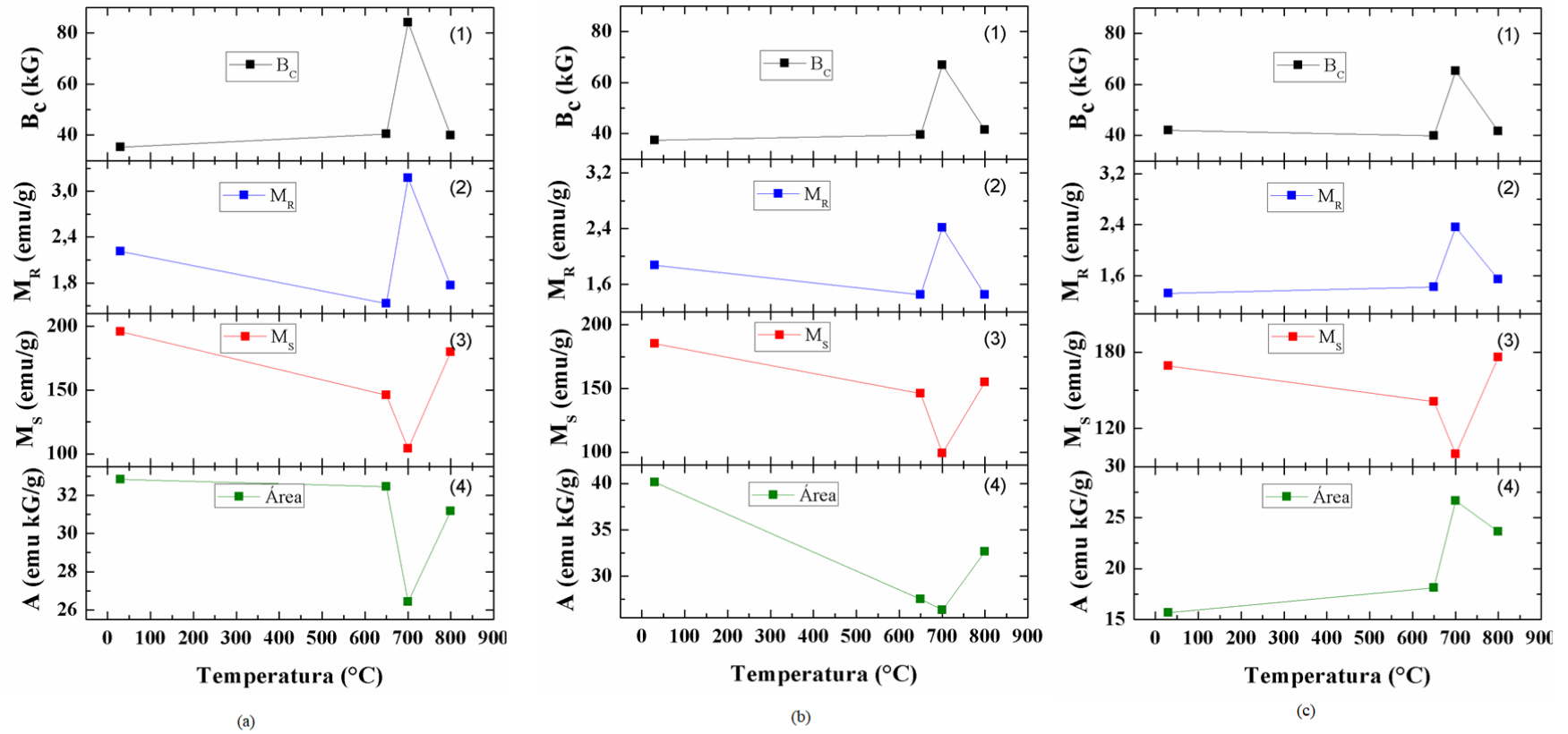


Fonte: Própria

Os valores de B_C , M_S , M_R e a área do ciclo de histerese foram analisados e correlacionados, Figura 32, para as amostras resfriadas em (a) água, (b) ar e (c) forno, em função da temperatura de recozimento. Comparando o comportamento do campo coercivo, (painel 1) magnetização de remanência (painel 2) e magnetização de saturação (painel 3), observa-se uma tendência similar das curvas de B_C e M_R para todas as condições de resfriamentos analisadas, o que está coerente com a literatura (MERGIA; BOUKOS, 2007; MUNTAZ et al., 2004). Observa-se que a magnetização de remanência e o campo coercivo aumentam até temperaturas próximas a 700°C voltando a decrescer em temperaturas de recozimento superiores. Este comportamento pode estar relacionado com o aumento do percentual das fases paramagnéticas que funcionam como barreiras para a movimentação das paredes de domínio, conforme discutido anteriormente. Correlacionando o campo coercivo com a magnetização de saturação das amostras verifica-se que ambos tendem a assumir valores opostos.

Realizou-se também neste estudo o cálculo da área do laço de histerese (com o auxílio do *software* Origin™) (painel 4) Figura 32, e constatou-se que para a condição de resfriamento no forno, a curva obtida assumiu um comportamento oposto as demais condições de resfriamento. Para a condição de resfriamento água e ar verifica-se uma tendência semelhante entre a magnetização de saturação M_S e o cálculo da área do ciclo de histerese. Para este resultado da área do ciclo de histerese não foi encontrada até o momento na literatura uma relação com a microestrutura.

Figura 32- Valores de B_c , M_R , M_S e área do ciclo de histerese em função da temperatura de recozimento para as amostras resfriadas em (a) água, (b) ar e (c) forno.



Fonte: Própria

Outro parâmetro que pode ser obtido com base nos dados de magnetização é a permeabilidade magnética diferencial (μ_{dif}), que é calculada pela Equação 11 (KAHROBAEE; KASHEFI, 2015).

$$\mu_{dif} = \frac{1}{\mu_0} \frac{dB}{dH} \quad (11)$$

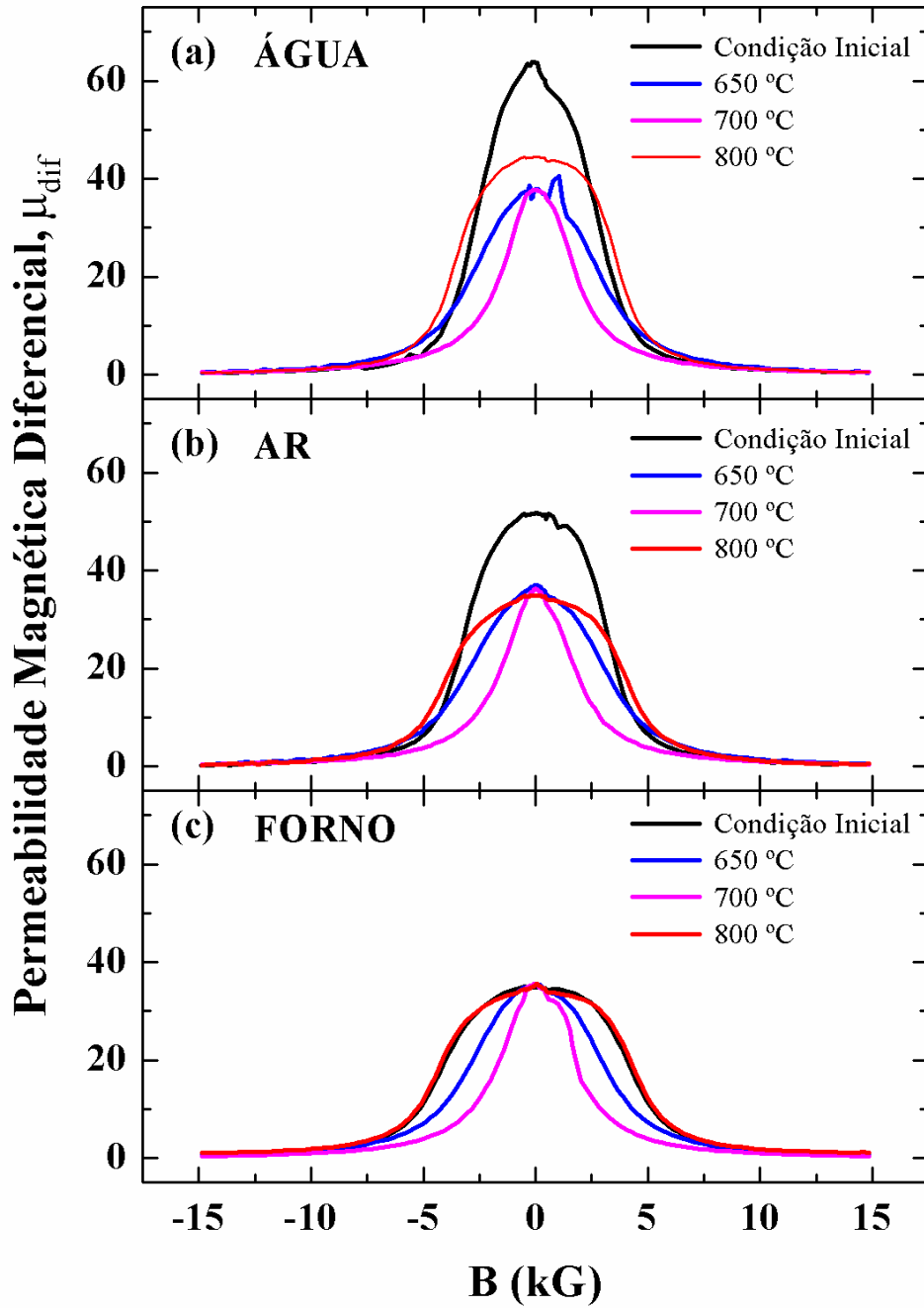
onde $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ (Henry/m) é a permeabilidade magnética do vácuo, B é o campo magnético e H é o campo magnético auxiliar. A partir da Equação 11, e utilizando as relações $B = \mu_0 M$ e $H = B/\mu_0$ chega-se a Equação 12, utilizada neste estudo:

$$\mu_{dif} = \mu_0 \frac{dM}{dB} \quad (12)$$

A Figura 33 mostra a variação da permeabilidade magnética diferencial (μ_{dif}) em função do campo magnético aplicado para as diferentes condições de resfriamento. Em todos os painéis desta figura verifica-se um comportamento similar na forma de pico, onde a permeabilidade magnética diferencial atinge um valor máximo (μ_{dif} máxima) em campos magnéticos ligeiramente maiores a 0 kG. Entretanto, observa-se que o valor de μ_{dif} máxima tem variações significativas apenas para as amostras submetidas às maiores taxas de resfriamento (água e ar). Análises adicionais sobre estes resultados são apresentados no Item 5.5.

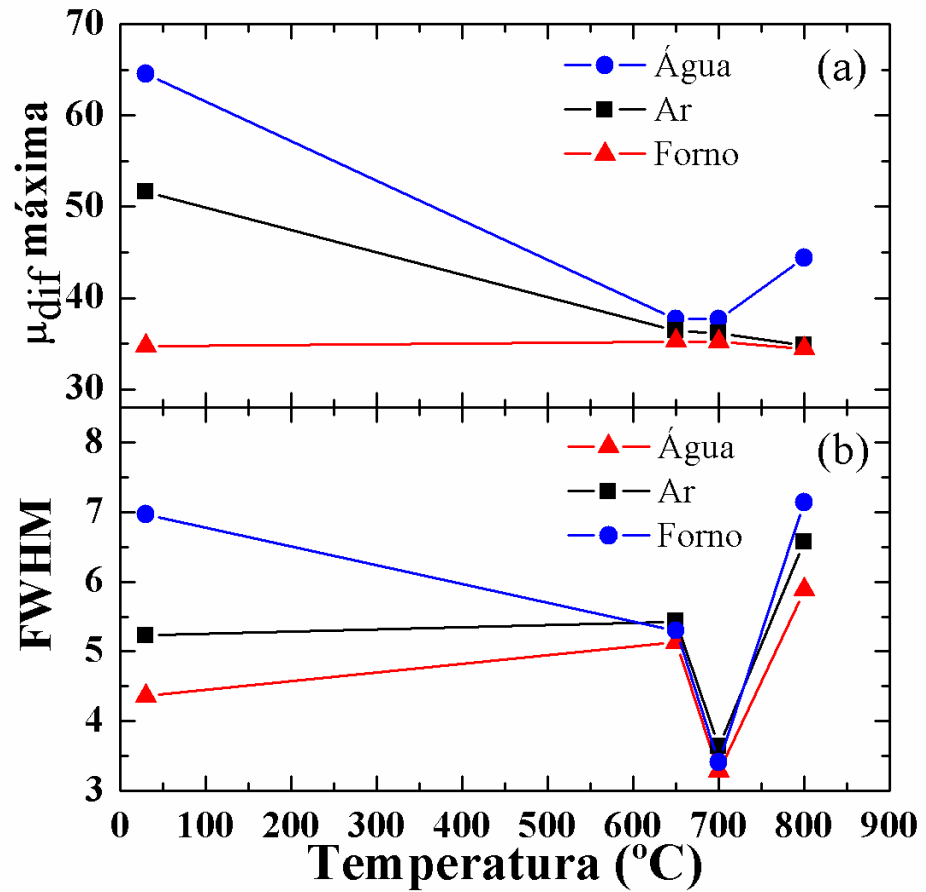
Observa-se ainda na Figura 33 que a largura a meia altura (FWHM - *Full Width at Half Maximum*) dos picos da permeabilidade magnética diferencial apresenta variações entre as diferentes temperaturas e condições de resfriamento. A Figura 34 mostra uma comparação entre a μ_{dif} máxima e a FWHM em função da temperatura. O menor valor da FWHM é para a temperatura de 700°C, na qual há maior percentual de fases paramagnéticas, e esse valor ocorre em todas as taxas de resfriamento. Este resultado confirma que a FWHM é mais eficiente em determinar em qual temperatura de recozimento ocorrerá maior fração de austenita do que pela análise do valor máximo da permeabilidade magnética diferencial μ_{dif} .

Figura 33- Variação da permeabilidade magnética diferencial (μ_{dif}) em função do campo magnético aplicado para as diferentes condições de resfriamento.



Fonte: Própria

Figura 34- Largura a meia altura (FWHM - *Full Width at Half Maximum*) dos picos da permeabilidade magnética diferencial em função das temperaturas de recozimento para as diferentes condições de resfriamento



Fonte: Própria

5.5. Difração de raios X

A técnica de difração de raios X de alta resolução (luz Síncrotron) foi utilizada, para a quantificação das fases em amostras do estado inicial e recozidas. Os difratogramas experimental das amostras são mostrados nas Figuras 35, 36 e 37, para as condições água, ar e forno, respectivamente. As fases ferrita/martensita² (α), austenita (γ) e martensita épsilon (ϵ) estão identificadas nas figuras. Nos difratogramas observa-se que os picos predominantes e de maior intensidade é o da fase α (110) para todas as condições de resfriamento. Nota-se também um pico pronunciado da fase austenita (111) nas amostras recozidas a 700°C.

Utilizou-se o método de Rietveld para o refinamento da estrutura cristalina, a fim de se definir a fração volumétrica das fases presentes nas amostras das três condições de resfriamento, Tabela 5. Os difratogramas após o refinamento são mostrados no ANEXO A. Analisando e comparando as três condições iniciais de resfriamento, é possível observar, que na amostra resfriada em água, não foi identificada a presença de austenita e a maior fração desta fase foi encontrada na amostra resfriada no forno, atingindo valores próximos a 7% v.

Com relação às temperaturas de recozimento, verifica-se que a maior porcentagem de austenita retida foi encontrada nas amostras resfriada no ar e na água e recozidas em 650°C, 32% e 22% v., respectivamente. Nesta mesma temperatura de recozimento encontrou-se uma fração de 15,4% v., para a amostra resfriada no forno. A fração volumétrica da austenita retida observada na Tabela 5 encontra-se na Figura 38, onde é possível perceber a variação da austenita com a temperatura de recozimento. O aumento da austenita é observado até a temperatura de 650°C para as amostras resfriadas na água e no ar e 700°C para a amostra resfriada no forno. Para temperaturas superiores às citadas, o teor de austenita diminui para todas as condições de resfriamento. Os resultados são semelhantes aos obtidos nos trabalhos de Rana e colaboradores (2015) e Zhao e colaboradores (2014). Rana e colaboradores (2015) ao analisarem um aço TRIP com 7,1% em peso de Mn encontraram 40 % de austenita retida em 625°C, Zhao e colaboradores (2014) também estudaram um aço TRIP com 7,9% em peso de Mn e obtiveram um valor máximo de 39% v de austenita retida após recozimento intercrítico em 600°C.

Ao se comparar a fração de austenita retida encontrada nas amostras recozidas a 650 e 700°C, para todas as condições de resfriamento, verifica-se que a condição de resfriamento

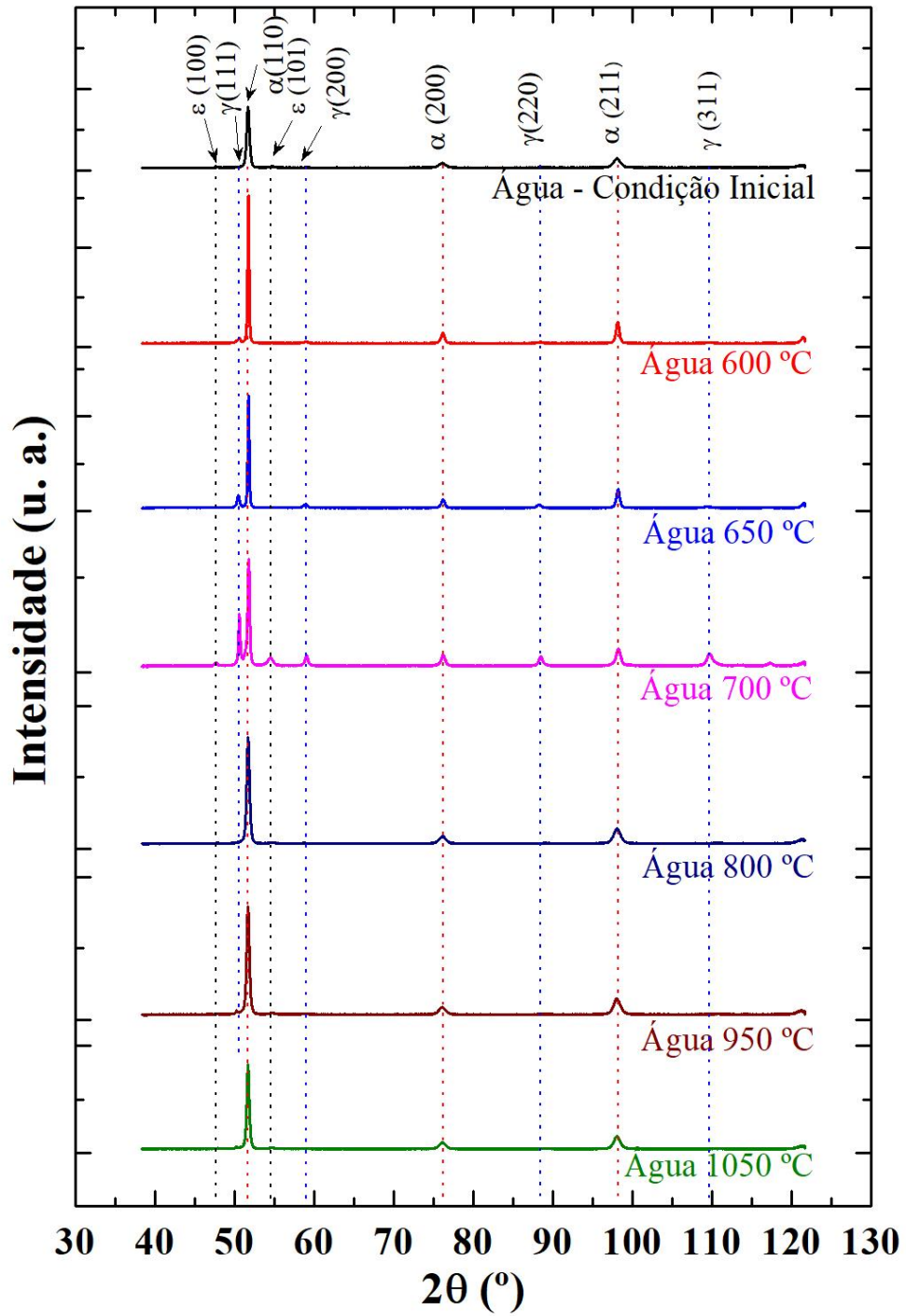
² Na difração de raios X não é possível quantificar separadamente as fases ferrita e martensita, sendo que ambas aparecem no aço. Dessa forma, optou-se por referenciar as duas fases apenas como α .

lento (forno), foi a que menos favoreceu na estabilidade desta fase. Observa-se uma maior quantidade de ferrita com carbonetos presentes na microestrutura da amostra na condição inicial, Figura 23 (a). A presença destes carbonetos na amostra resfriada no forno pode ter diminuído o teor de carbono em difusão na austenita durante o recozimento intercrítico, diminuindo sua estabilidade. Observa-se um maior percentual da fase austenita para as amostras resfriadas na água e no ar e recozidas a 650°C, com um valor mais significativo na amostra resfriada ao ar.

Em temperaturas acima de 800°C não foram identificados valores representativos de austenita retida para nenhuma condição de resfriamento, sendo 7% v o maior valor encontrado a alta temperatura, na amostra resfriada em água e recozidas a 950 °C.

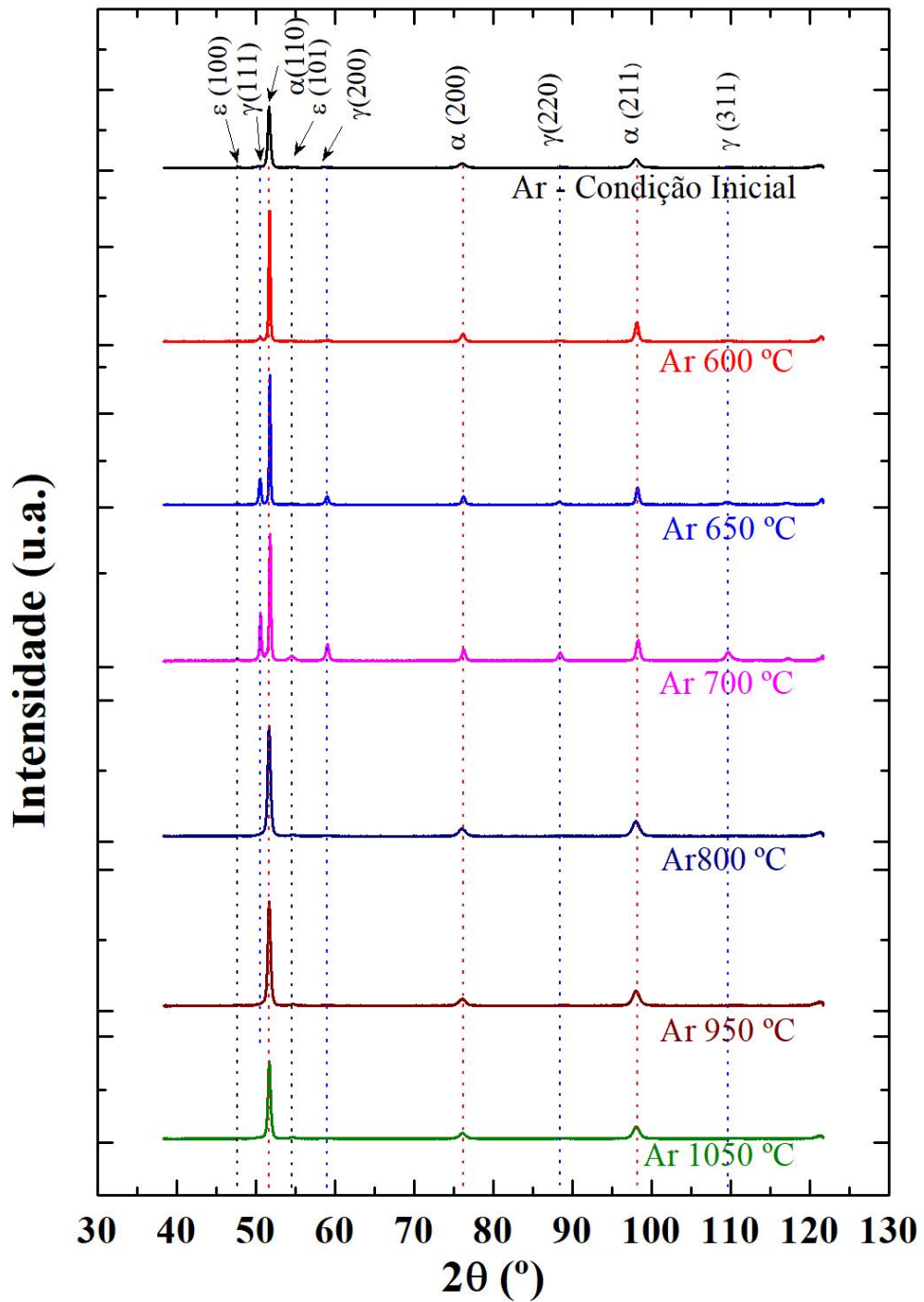
A martensita ϵ foi observada em todas as amostras iniciais. Encontrou-se um maior percentual desta fase na temperatura de recozimento de 700°C, para todas as condições de resfriamento. No entanto, a amostra resfriada no forno foi a que apresentou uma fração mais significativa de martensita ϵ , 19% v, Tabela 5. A literatura reporta que a presença da martensita ϵ é comum em ligas que contêm uma larga concentração de manganês e em aços que apresentam o efeito TRIP. A transformação da fase austenita para a martensita ϵ quando esta é submetida a uma tensão, pode favorecer o efeito da memória de forma nos aços. (VERBEKEN; CAENEGEM ; RAABE, 2009; YANG et al., 2012).

Figura 35- Difratoograma obtido por difração de raios X das amostras resfriadas na água e recozidas em diferentes temperaturas.



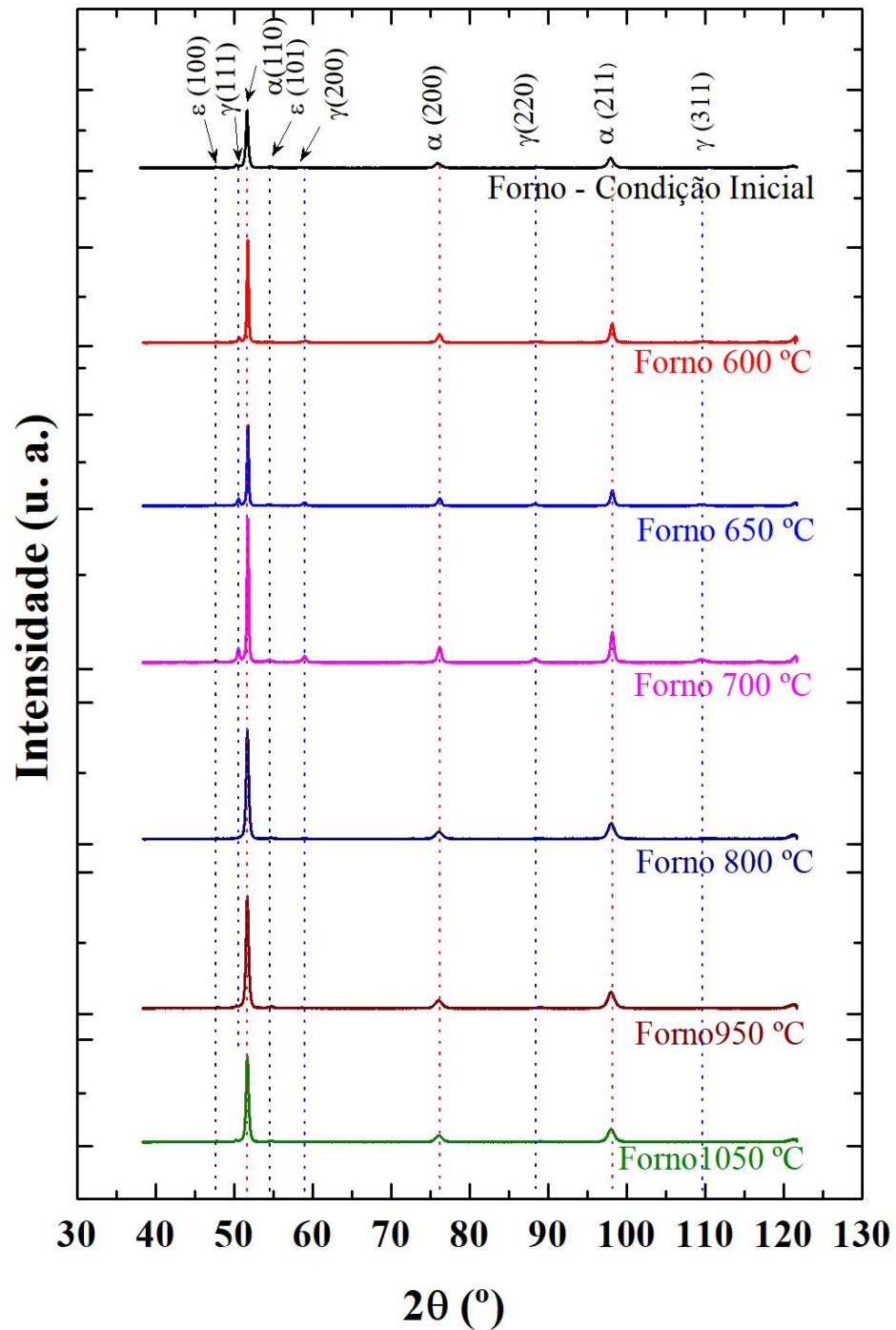
Fonte: Própria

Figura 36- Difratoograma obtido por difração de raios X das amostras resfriadas no ar e recozidas em diferentes temperaturas.



Fonte: Própria

Figura 37- Difratoograma obtido por difração de raios X das amostras resfriadas no forno e recozidas em diferentes temperaturas.



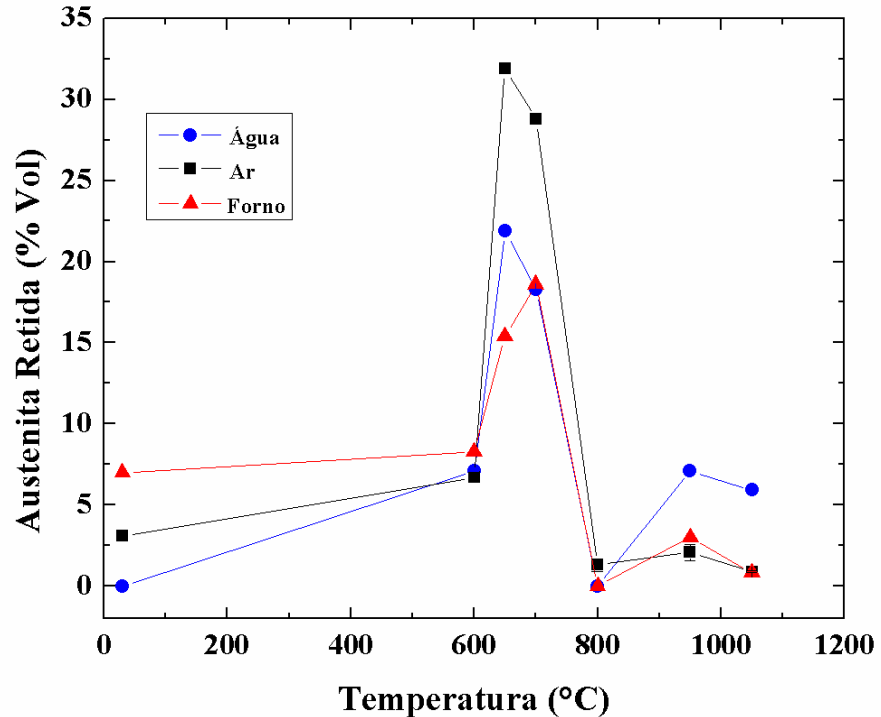
Fonte: Própria

Tabela 5- Fração volumétrica das fases encontradas nas amostras resfriadas em água, ar e forno respectivamente, na condição inicial e recozidas.

Amostra	Fase	Fração Volumétrica (%) Água	Fração Volumétrica (%) Ar	Fração Volumétrica (%) Forno
Inicial	α	97,1 (1)	94,1 (3)	88,6 (4)
	γ	-	3,1 (2)	7 (2)
	ϵ	2,9 (1)	2,8 (2)	4,4 (2)
600 °C	α	92,9 (2)	93,3 (2)	91,7 (3)
	γ	7,1(2)	6,7 (2)	8,3 (2)
	ϵ	-	-	-
650 °C	α	78,13 (6)	68,1 (1)	80,54 (6)
	γ	21,87 (2)	31,9 (2)	15,4 (2)
	ϵ	-	-	4,065 (2)
700 °C	α	67,6 (2)	61,72(7)	64,10 (6)
	γ	18,3 (2)	28,79 (9)	18,60(7)
	ϵ	14,10 (2)	9,49 (1)	17,3 (2)
800 °C	α	100	97, 16 (1)	98 (2)
	γ	-	1,30 (4)	-
	ϵ	-	1,54 (9)	2 (2)
950 °C	α	90 (3)	94,8 (3)	93 (2)
	γ	7,1 (2)	2,1 (5)	3 (1)
	ϵ	2,9 (1)	3,1 (2)	4 (1)
1050 °C	α	91,5 (5)	96,5 (6)	96 (1)
	γ	5,91(5)	0,90 (4)	0,84 (4)
	ϵ	2,59 (1)	2,60 (6)	3,26 (1)

Fonte: Própria

Figura 38- Variação da fração volumétrica de austenita retida com a temperatura de recozimento, nas amostras resfriadas em água, ar e forno, segundo o método de Rietveld.



Fonte: Própria

Cálculos de microdeformação (ϵ) foram realizados após o refinamento Rietveld para a fase α , uma vez que esta foi a que apresentou picos de maior intensidade. O método utilizado para o cálculo da microdeformação foi realizado como descrito na literatura (SIQUEIRA et al., 2013). Neste método, o perfil instrumental foi calculado usando um padrão externo, no caso, o silício. Para refinar o pico do perfil em todos os dados obtidos, usou-se uma função de assimetria de divergência axial, Equação 13 e 14. Que é uma função linear de uma Lorentziana (L) e Gaussiana (G). A função largura a meia altura é definida como:

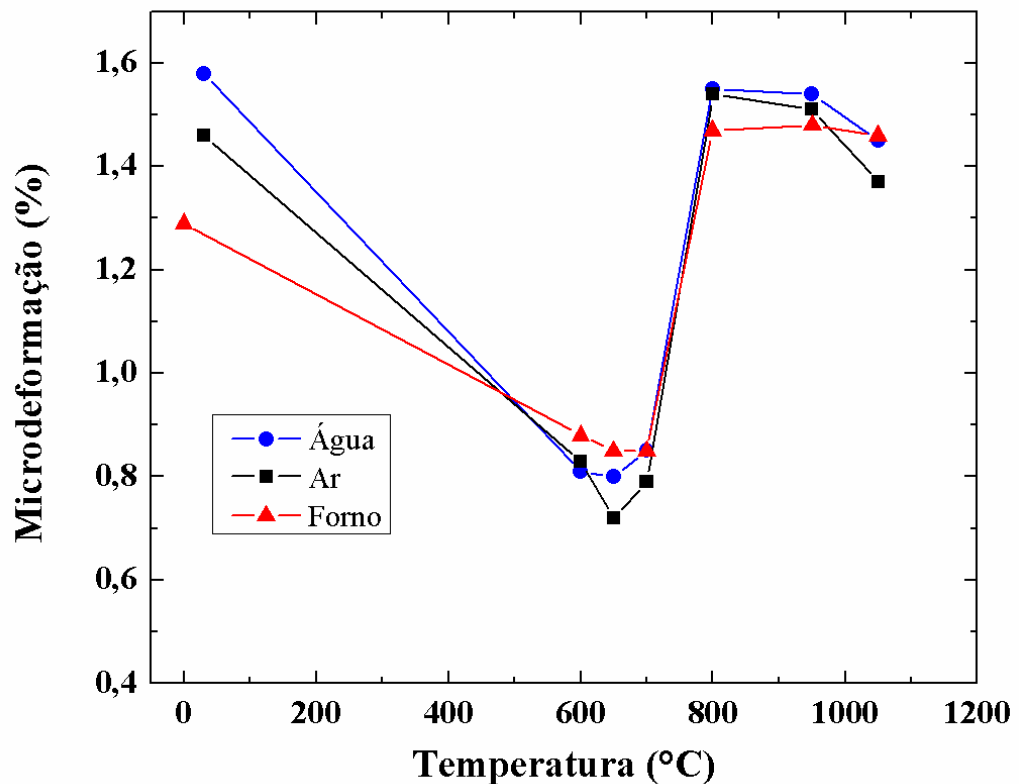
$$H_G^2 = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W \quad (13)$$

$$H_L = X \tan \theta + \frac{y}{\cos \theta} \quad (14)$$

onde U, V, W, X e Y são variáveis de ajuste e θ é o ângulo de difração. O efeito do alargamento do pico causado pelo tamanho do cristalito depende do $\cos(\theta)$ e a microdeformação está relacionada a $\tan(\theta)$.

Os resultados da microdeformação são mostrados na Figura 39 e os valores para as amostras resfriadas na água, ar e forno na condição inicial foram de 1,58%, 1,46% e 1,29%, respectivamente. Em temperaturas de recozimento entre 600 e 700°C, temperaturas nas quais a fração volumétrica de austenita retida aumenta, verifica-se uma queda na microdeformação. Acima de 800°C o volume de austenita decresce e um aumento da microdeformação foi observado. Logo, nota-se uma relação direta entre a microdeformação e o aumento da fração de martensita, para todas as condições de resfriamento, com e sem recozimento. Alguns autores (BHADESHIA, et al., 2001; COHEN, et al., 1979; MARSHALL, 1984) ressaltam que o início da transformação martensítica resulta em uma certa quantidade de tensão, visto que uma grande quantidade de discordâncias é introduzida no material durante a transformação.

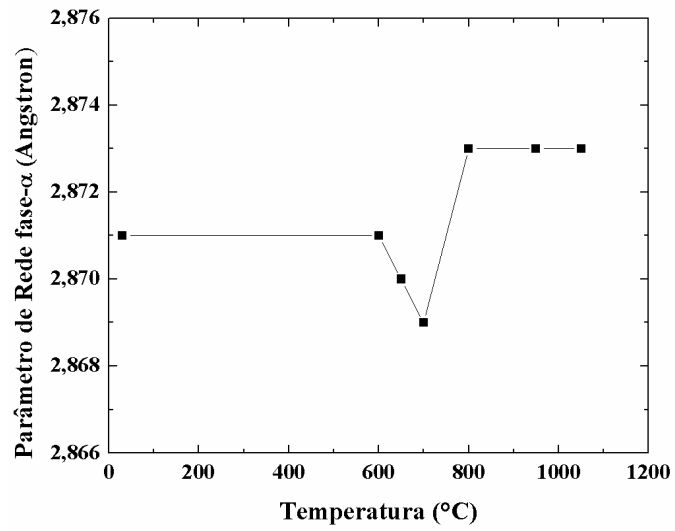
Figura 39- Variação da microdeformação com a temperatura de recozimento, nas amostras resfriadas na água, ar e forno, utilizando o método de refinamento Rietveld.



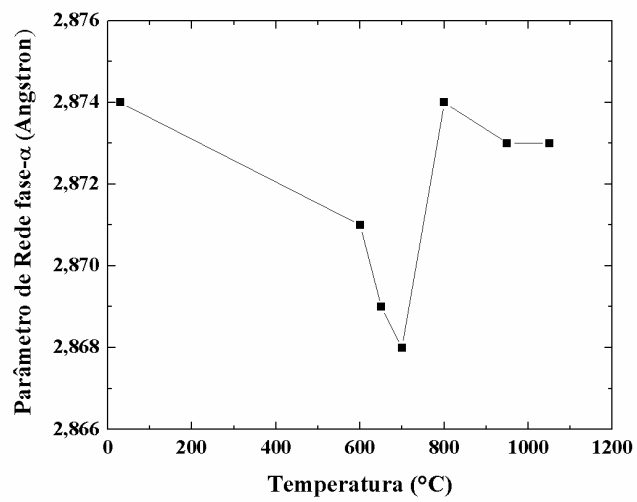
Fonte: Própria

Por meio dos resultados de difração de raios X, foram obtidos os parâmetros de rede para as fases presentes nas amostras. Os valores de parâmetro de rede são mostrados no ANEXO B, para as amostras resfriadas em água, ar e forno. O parâmetro de rede das fases apresentadas nos corpos de prova analisados foram próximos de $2,870 \text{ \AA}$ para a ferrita/martensita e aproximadamente $3,590 \text{ \AA}$ para a austenita. Já para a martensita ϵ os parâmetros de rede foram próximos de $2,530 \text{ \AA}$ para a e b e $4,111 \text{ \AA}$ para o parâmetro de rede c, estes valores estão coerentes com a literatura (MUNTAZ, 2004). A Figura 40 mostra os parâmetros de rede da fase α , em função da temperatura de recozimento, sendo (a) amostras resfriadas na água, (b) amostras resfriadas ao ar e (c) amostras resfriadas no forno. Observa-se que para todas as condições de resfriamento o parâmetro de rede é maior para temperaturas em que a fração da martensita é maior. Assim, o comportamento do parâmetro de rede observado neste estudo pode ser proveniente da distorção na rede cristalina (BHADESHIA, et al., 2001; COHEN, et al., 1979).

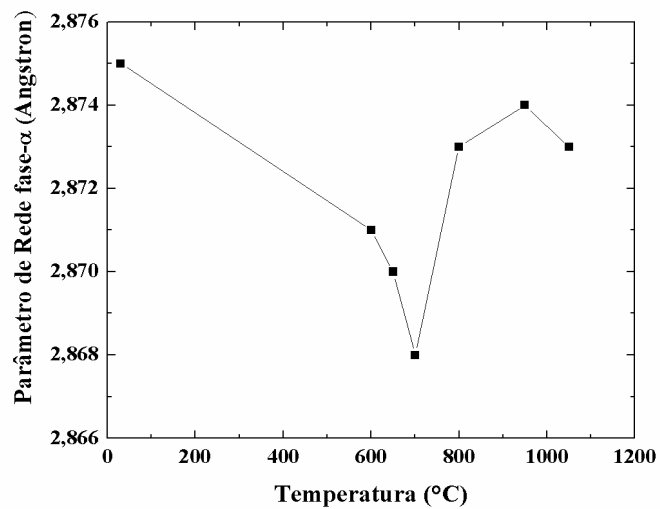
Figura 40 - Valores de parâmetro de rede em função da temperatura de recozimento nas diferentes condições de resfriamento (a) água (b) ar (c) forno.



(a)



(b)



(c)

Fonte: Própria

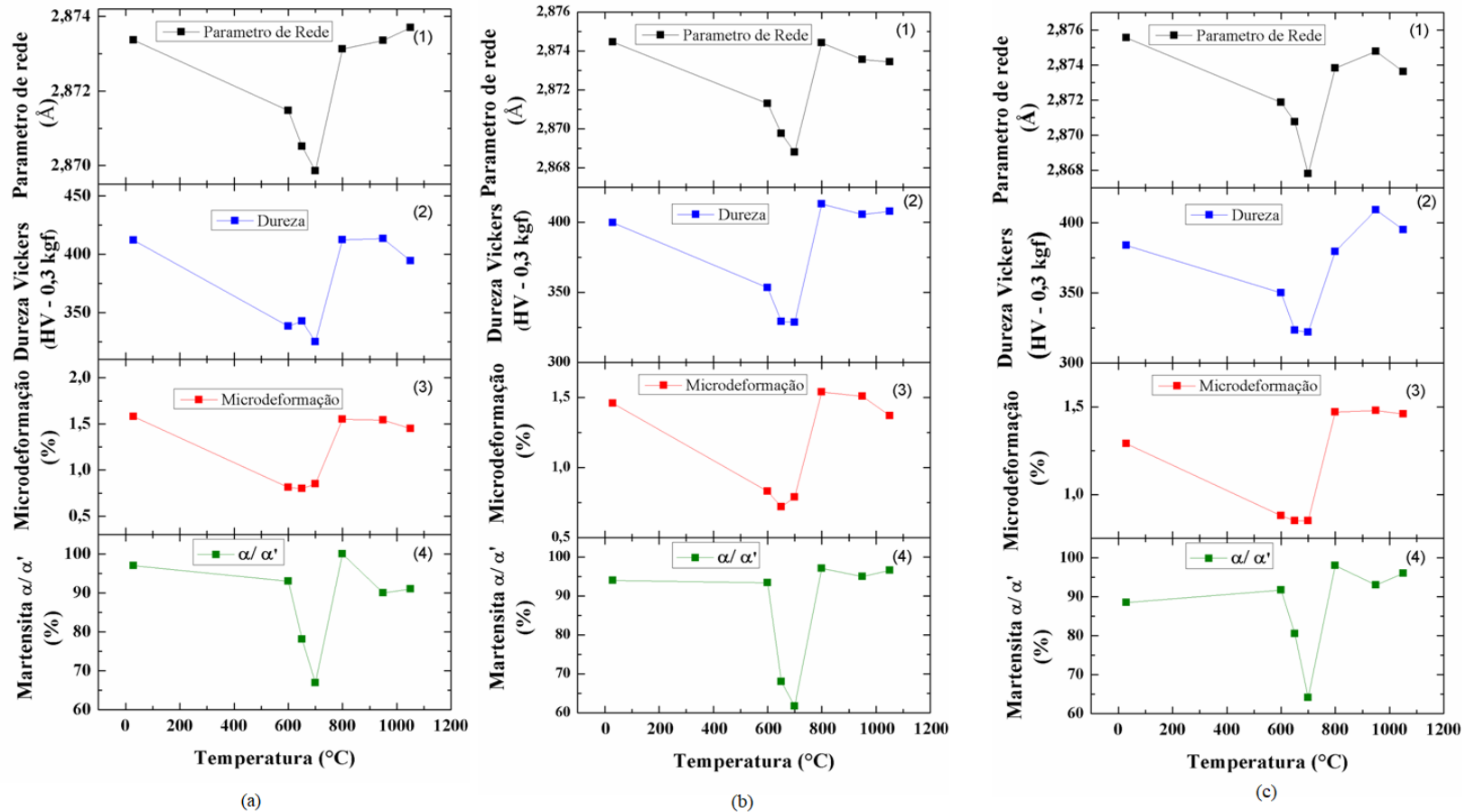
A Figura 41 mostra os valores de parâmetro de rede (painel 1), dureza Vickers (painel 2), microdeformação (painel 3) e percentual de martensita (painel 4) em função da temperatura de recozimento, para todas as condições de resfriamento. Verifica-se uma tendência similar para todos estes parâmetros em todas as taxas de resfriamento. Observa-se que em temperaturas onde se tem um menor percentual de martensita, fatores como parâmetro de rede, dureza Vickers, e microdeformação também diminuem.

Os resultados da fração de austenita retida obtidos por meio de difração de raios X foram somados ao percentual de martensita ϵ , a fim de se comparar com os resultados obtidos por medidas magnéticas. Os valores encontrados podem ser verificados nas Figuras 42, 43 e 44, para amostras resfriadas em água, ar e forno, respectivamente. De acordo com as figuras, verifica-se que os valores da fração de fases paramagnéticas são maiores que àqueles obtidos por DRX, embora as curvas assumam o mesmo comportamento nos dois métodos. Zhao e colaboradores (2000) afirmam que o método magnético oferece vantagens em relação aos outros métodos de quantificação de fase. A medida magnética é realizada em todo o volume da amostra ao contrário do DRX que analisa apenas a região próxima à superfície, podendo atingir uma profundidade máxima de alguns micrometros.

Verifica-se que para ambos os métodos de medição a fração de fases paramagnética aumenta para as temperaturas de 650 e 700°C, voltando a diminuir em temperaturas igual ou superiores a 800°C. Como discutido anteriormente, estes resultados estão coerentes com os reportados na literatura (CAI et al., 2013; CAI et al., 2014; Li, et al., 2015) e com os dados de dureza. Uma vez que conforme já analisado, a dureza decresce com o aumento da temperatura de recozimento até 700°C, voltando a aumentar em temperaturas igual ou superiores a 800°C. Esse comportamento está relacionado com a quantidade de martensita.

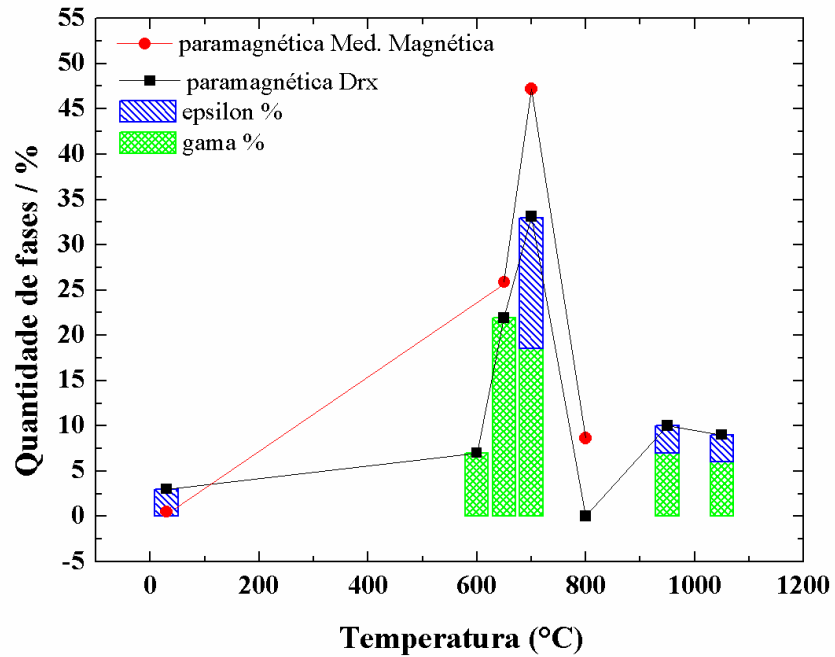
Observa-se que a taxa de resfriamento ao ar, favoreceu a estabilidade das fases paramagnéticas, uma vez que conforme resultados apresentados um maior percentual de fases paramagnéticas foi encontrado nas amostras resfriadas ao ar e recozidas em temperaturas próxima ou igual a 700°C, tanto para a medida magnética quanto para o método de difração de raios X.

Figura 41- Valores de parâmetro de rede, dureza Vickers, microdeformação e Martensita α em função da temperatura para as amostras resfriadas na (a) água (b) ar (c) forno.



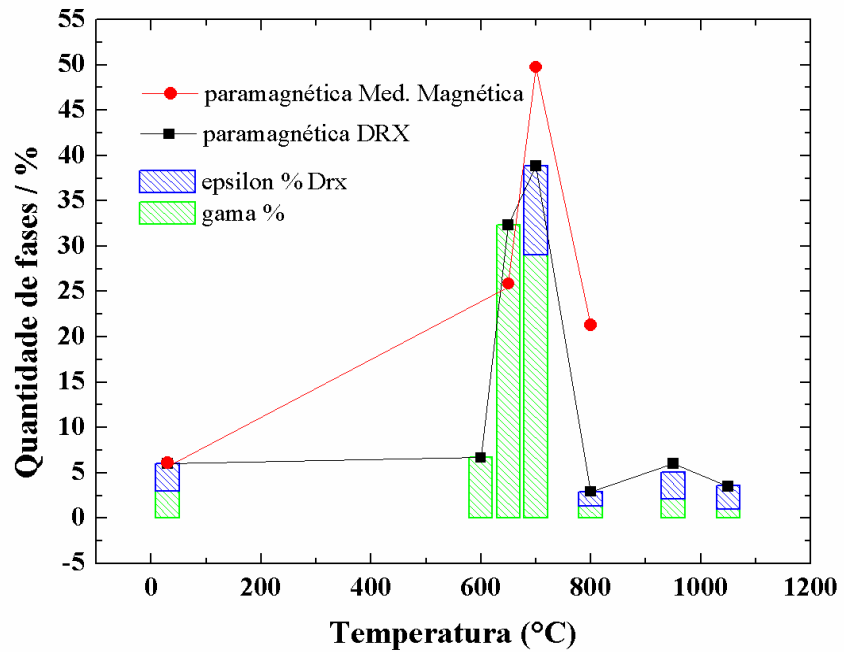
Fonte: Própria

Figura 42- Fração volumétrica das fases paramagnéticas obtidas por meio de DRX e medidas magnéticas em função da temperatura de recozimento, nas amostras resfriadas em água.



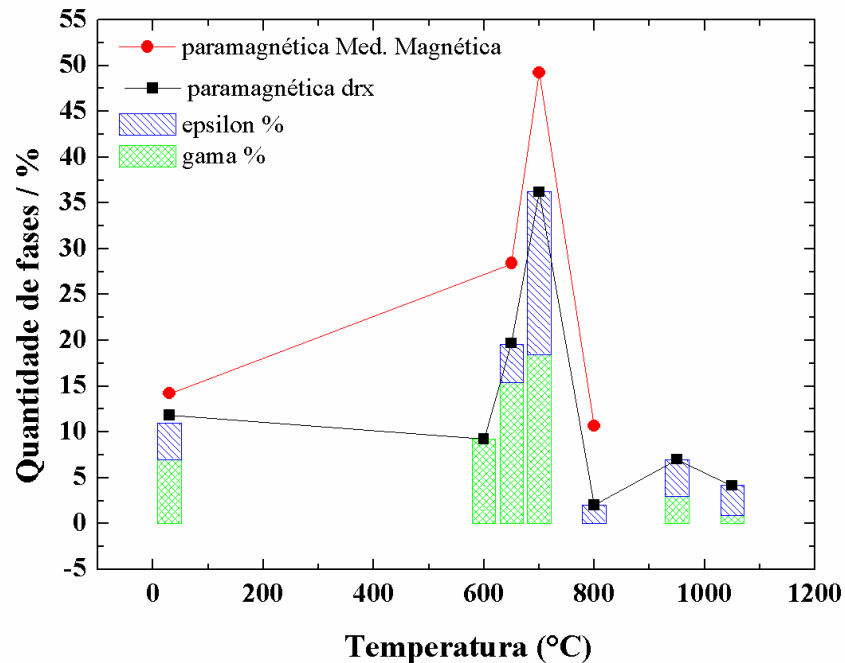
Fonte: Própria

Figura 43- Fração volumétrica das fases paramagnéticas obtidas por meio de DRX e medidas magnéticas em função da temperatura de recozimento, nas amostras resfriadas no ar .



Fonte: Própria

Figura 44- Fração volumétrica das fases paramagnéticas obtidas por meio de DRX e medidas magnéticas em função da temperatura de recozimento, nas amostras resfriadas no forno



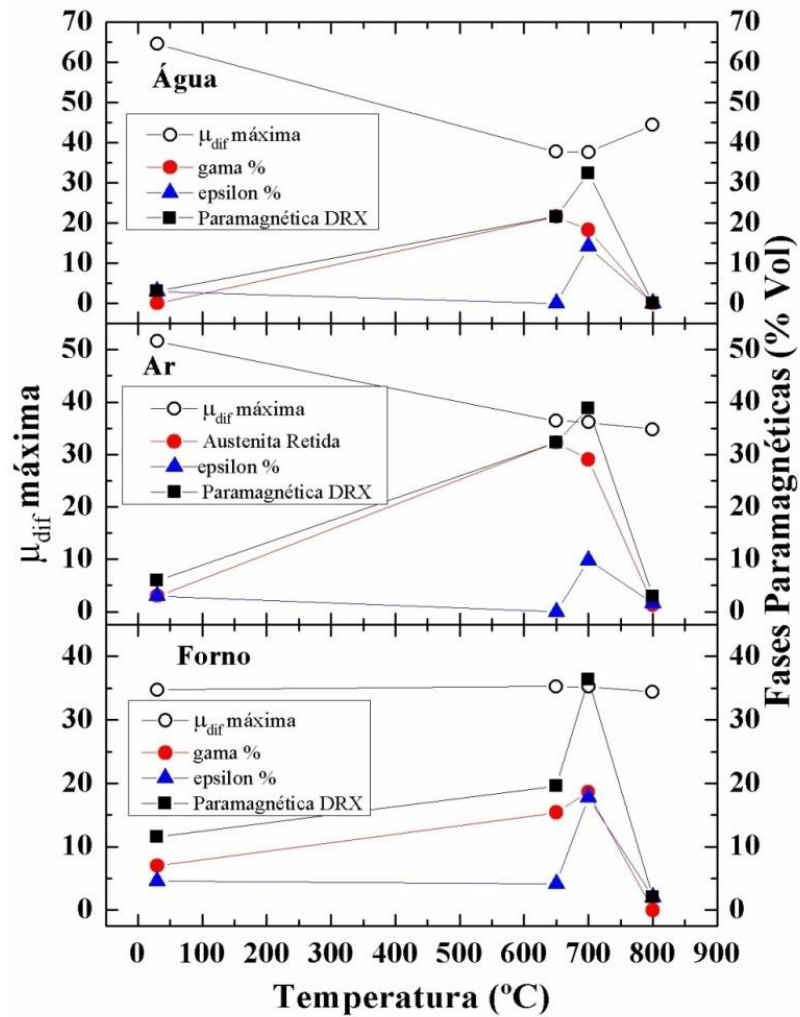
Fonte: Própria

Os resultados da fração de fases paramagnéticas obtidos por difração de raios X também foram comparados com os resultados da permeabilidade diferencial máxima. A Figura 45 mostra uma comparação entre o comportamento da permeabilidade diferencial máxima (μ_{dif} máxima) e da fração das fases paramagnéticas em função da temperatura de recozimento. Para as condições de maior taxa de resfriamento (água e ar), observa-se que quanto menor o valor máximo de μ_{dif} maior será o percentual das fases paramagnéticas, incluindo a austenita e a martenista ϵ . Este menor valor de μ_{dif} máxima é observado em amostras que foram recozidas a 700°C, na mesma temperatura em que há uma maior fração de fases paramagnéticas. Por outro lado, para a condição com menor taxa de resfriamento (forno) o valor de μ_{dif} máxima não apresentou variações significativas, indicando sua ineficiência em prever a melhor temperatura que favorece a maior fração de fases paramagnéticas.

Em comparação as condições de maior taxa de resfriamento (água e ar), observações semelhantes foram reportadas por Kahroba e Kashefi (2015) no estudo de um aço AISI D2, quando resfriado rapidamente em óleo. Portanto, os resultados apresentados na Figura 45, confirmam que a análise do valor máximo da permeabilidade magnética diferencial μ_{dif} é

adequada para escolha da melhor temperatura que favoreça um maior percentual de fases paramagnéticas apenas em condições de alta taxa de resfriamento.

Figura 45- Comportamento da permeabilidade diferencial máxima (μ_{dif} máxima) e da fração das fases paramagnéticas em função da temperatura de recozimento.



Fonte: Própria

6. CONCLUSÃO

O aço TRIP de terceira geração, com teor de manganês de 8%p, foi austenitizado a 1100°C e submetido a diferentes condições de resfriamento, água, ar e forno, seguido de recozimento intercrítico em diferentes temperaturas. O aço foi caracterizado por microscopia eletrônica de varredura, medidas magnéticas e difração de raios X e os resultados mais relevantes foram os seguintes:

- A taxa de resfriamento não afetou significativamente a temperatura de início de transformação martensítica obtida no ensaio de dilatométrica, uma vez que a temperatura M_i foi de 227, 251 e 242°C, para as amostras resfriada na água, no ar e no forno, respectivamente.
- A amostra resfriada em água na condição inicial apresentou uma dureza maior quando comparada com as amostras resfriadas ao ar e no forno. Esta diferença de dureza é resultado de um resfriamento brusco que causou maior tensão térmica no aço, durante a formação da martensita. Com relação às amostras recozidas, uma menor dureza foi apresentada nas amostras tratadas a 700°C para todas as condições de resfriamento, devido a menor presença de martensita α' .
- Os resultados apresentados por medidas magnéticas e difração de raios X evidenciaram uma maior fração de fases paramagnéticas (austenita e martensita ϵ) em amostras submetidas ao recozimento intercrítico em temperaturas de 650 e 700°C. Observou-se que a 800°C estas fases voltaram a assumir valores menores, devido à baixa concentração de manganês solubilizado na austenita em altas temperaturas o que diminui a estabilidade da mesma. Embora as curvas obtidas por medidas magnéticas e difração de raios X tenham assumido o mesmo comportamento, os valores da fração das fases paramagnéticas quantificadas pela primeira foram maiores que àqueles obtidos por DRX. Vale ressaltar que as fases austenita e martensita ϵ obtidas pelo método de Rietveld, foram somadas para comparação dos resultados.
- Baseado nos resultados obtidos pelo método de difração de raios X verificou-se uma maior fração de austenita retida nas amostras recozidas a 650°C para o resfriamento na água e no ar, para a amostra resfriada no forno a melhor temperatura de recozimento foi a 700°C.
- Comparando a μ_{dif} máxima e a FWHM, para determinar a temperatura de maior percentual de fases paramagnéticas, verificou-se uma melhor eficiência utilizando o cálculo da FWHM.

Assim, baseado nos resultados apresentados, conclui-se que o resfriamento ao ar, foi o mais significativo para a obtenção de uma maior fração de austenita retida em temperatura ambiente. Além disso, a amostra resfriada ao ar e recozida a 650°C apresentou um percentual significativo de austenita (32%v) em comparação com as demais taxas de resfriamento e temperaturas de tratamento intercrítico.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudar a correlação entre a FWHM e a temperatura de recozimento para a obtenção da fase austenita.
- Efetuar medidas de Mössbauer em amostras mais representativas observadas neste estudo.
- Realizar EBSD em todas as amostras mais significativas verificadas no presente trabalho.
- Analisar a microestrutura das amostras recozidas a 650 e 700°C, após estas serem submetidas a ensaios de tração.
- Analisar a microestrutura e quantificar as fases presentes do aço abordado neste estudo após laminação a quente.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

- ANAZAWA, R.M. **Caracterização mecânica e microestrutural de um aço 300m com microestrutura multifásica.** 2007. 193 f. Tese (Doutor em Mecânica) - Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá.
- BADESHIA, H. K.D.H.; HONEYCOMBE, R.W.K. **STEELS: Microstructure and properties.** 3. ed.Elsevier, 2006.
- BAIN, E. C. Mechanisms of Diffusional Phase Transformations in Metals and Alloys. **Trans. AIME**, v. 70, p. 25, 1924.
- BRACKE, L.; MERTENS, G.; PENNING, J.; DE COOMAN, B.C.; LIEBEHERR, M.; AKDUT, N.; Influence of phase transformations on the mechanical properties of high-strength austenitic Fe-Mn-Cr steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 37A, p. 307-317, 2006.
- BLECK, W. Using the trip effect – the dawn of a promising group of cold formable steels. **In: Aços: Perspectivas para os próximos 10 anos, 2002.** Rio de Janeiro, Rede aços, nov. 2002.
- BLECK, W; GUO, X.; MA Y. The TRIP Effect and Its Application in Cold Formable Sheet Steels. **Steel Research International.** v. 88 , p. 10, 2017.
- BOUAZIZ, O.; GUELTON, N. Modeling of TWIP effect on work-hardening. **Materials Science and Engineering**, v. 319-21, p. 246-249, 2001.
- BOZORTH, R. M. **Ferromagnetism.** D. van Nostrand Company Inc., New York, p. 367, 1951.
- CAI, Z.H.; DING, H.; XUE, X.; XIN, Q.B. Microstructural evolution and mechanical properties of hot-rolled 11% manganese TRIP steel. **Materials Science e Engineering A**, v. 560, p. 388–395, 2013.
- CAI, Z.; DING, H.; YING, Z.; MISRA, R.D.K. Microstructural Evolution and Deformation Behavior of a Hot-Rolled and Heat Treated Fe-8Mn-4Al-0.2C Steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 23, p. 1131, 2014.
- CHERKAOUI, M.; BERVEILLER, M.; SABAR, H. Couplings between plasticity and martensitic phase transformation: overall behavior of polycrystalline TRIP steels. **International Journal of Plasticity.** v. 16, p. 1215-1241, 2000.
- COHEN, M.; OLSON, G.B.; CLAPP, P.C. On the Classification of Displacive Transformations Martensite, Procedure of International Conference on Martensitic Transformations, **ICOMAT Massachusetts**, 1979.
- COOMAN, B.C.D.E.; Current opinion in solid. **State and Material Science**, v.8, p. 285, 2004.
- DAFÉ, S. S. F.; SICUPIRA, F. L.; MATOS, F. C. S.; CRUZ, N.S. MOREIRA, D. R. DAGOBERTO, B. S. Effect of cooling rate on (ϵ , α') martensite formation in

twinning/transformation-induced plasticity fe-17mn-0.06c steel. **Materials Research**. v. 16 p. 1229-1236, 2013.

DIETER, G.E. **Metalurgia Mecânica**. ed., Workability Testing Techniques, ASM, 1984.

DUPRE, L.; SABLİK, M. J.; VAN KEER. MELKEBEEK, J. Modelling of microstructural effects on magnetic hysteresis properties. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 35, p. 2086-2090, 2002.

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

FIGUEIREDO, R.B.; SICUPIRA, F.L.; MALHEIROS, L.R.C.; KAWASAKI, M.; SANTOS, D.S.; LANGDON, T.G. Formation of epsilon martensite by high-pressure torsion in a TRIP steel. **Materials Science and Engineering**. v.625. p.114–118, 2015.

FISCHER, F.D.; REISNER, G. A criterion for the martensitic transformation of a microregion in an elastic - plastic material. **Acta Metallurgica**, v. 46, p. 2095 - 2102, 1998.

GALINDO, N. E.I.; P.E.J.; CASTILLO, R.D.D. Understanding martensite and twin formation in austenitic steels: A model describing TRIP and TWIP effects. **Acta Materialia**, v. 128, p. 120- 134, 2017.

GIRAULT, E.; MENTENS, A.; JACQUES. P.; HOUBAERT , Y.; VERLIDEN, B.; van HUMBEECK,J. Comparison of the effects of silicon and aluminium on the tensile behavior of multiphase TRIP-assisted steels. **Scripta Materialia**, v. 44, p. 885- 892, 2001.

GOBBO, L.A.; MOTTA, J.F.M.; TANNO, L.C. **Cement Industry in Brazil: Geological and Economical Aspects**. XXXII International Congress of Geology. Rio de Janeiro, Rj. 2009.

GUIMARÃES, A. P. **Magnetism and magnetic resonance in solids**. [S.l.]: John Wiley & Sons, Inc, 1998.

JEONG, W. C. Effect of Prestrain on Aging and Bake Hardening of Cold-Rolled, Continuously Annealed Steel Sheets. **Metallurgical and materials transactions A**, v. 29 A, p. 463- 467, 1998.

JILES, D.C. Recent advances and future directions in magnetic materials. **Acta Materialia**, v. 51, p. 5907-5037, 2003.

KAHROBAEE, S.; KASHEFI. M. Assessment of retained austenite in aisi d2 tool steel using magnetic hysteresis and barkhausen noise parameters. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 24, p. 1192–1198, 2015.

KEELER, S.; KIMCHI, M.; MOONEY. P.J.; **Advanced High Strength Steels Application Guidelines Version 6.0**. World Auto Steel. 2017.

- LACHEISSERIE, É Du T.; GIGNOUX, D.; SCHILENKER, M. **Magnetism fundamentals**. New York: Springer Science and Business Media 2005.
- LANGFORD, J.I.; LOUER, D. **Powder diffraction**. Rep. Prog. Phys. v. 59, p.131–234, 1996.
- LEE, S.W.; D' COOMAN, B. C. . On the Selection of the Optimal Intercritical Annealing Temperature for Medium Mn TRIP Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v. 44, p. 5018–5024, 2011.
- LEE, S.W.; D' COOMAN, B. C. Influence of Carbide Precipitation and Dissolution on the Microstructure of Ultra-Fine-Grained Intercritically Annealed Medium Manganese Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v. 47, p.3263, 2016.
- LEE, W.S.; SU, T.T. Mechanical properties and microstructural features of AISI 4340 high-strength alloy steel under quenched and tempered conditions. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 87, p. 198–206, 1999.
- LEE, Y.K.; HAN. J. Current opinion in medium manganese steel. **Materials Science and Technology**, v. 31, p. 843, 2014.
- LI, Z.C.; DING, H.; CAI, Z.H. Mechanical properties and austenite stability in hot-rolled 0.2C– 1.6/3.2Al– 6Mn– Fe TRIP steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 639, p. 559 – 566, 2015.
- MATSUMURA, O.; SAKUMA, Y.; TAKECHI, H. Enhancement of elongation by retained austenite in intercritical annealed 0,4C-1,5Si-0,8Mn steels. **Transactions ISIJ**, v. 27, n. 7, p. 570 – 579, 1987.
- MARSHALL, P. **Austenitic Stainless Steels - microstructure and properties**. Elsevier applied Science publishers, p. 23-29, 1984.
- MCCUSKER, L.B.; DREELE, R.B.V; COX, D.E.; LOUER, D.; SCARD, P.; **Rietveld refinement guidelines**, Journal of Applied Crystallography v. 32, p.36-50, 1999.
- MEI, P.R.; SILVA, A.L.C. **Aços e Ligas Especiais**. 3. ed. revista e ampliada. São Paulo: Blücher, 2010.
- MERGIA, A. K.; BOUKOS, N. Structural, thermal, electrical and magnetic properties of Eurofer 97 steel. **Journal of Nuclear Materials**, v. 373, p. 1– 8, 2008.
- MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZKA, J.; Magnetic investigation of the effect of – martensite on the properties of austenitic stainless steel, **Journal of Materials Processing Technology**. v. 16, p.162-168, 2005.
- MILLER, R . L .; Ultrafine-Grained Microstructures and Mechanical Properties of Alloy Steels. **Metallurgical Transactions**, v. 3, p- 905, 1972.
- MUMTAZ, K.; TAKAHASHI, S; ECHIGOYA, J. ; KAMADA, L. Y.;. ZHANG, F.; KIKUCHI, H. K. ; ARA, M. SATO. Magnetic measurements of martensitic transformation in

austenitic stainless steel after room temperature rolling. **Journal of Materials Science**, v. 39, p. 85 – 97, 2004.

NISHIYAMA, Z. **Martensitic Transformation**. New York: Academic Press, cap. 1 e 2, p. 1-25, 1978.

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

PADILHA, A F.; SILICIANO Jr., F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de grão e textura**. 3. ed. São Paulo, p. 232, 2005.

PERELOMA, E.V.; TIMOKHINA, I.B.; HODGSON, P.D. Transformation behavior in the thermomechanically processed C-MN-Si TRIP steels with and without Nb. **Materials Science and Engineering A**, v. 273 – 275, p. 448 - 452, 1999.

PERLADE, A.; BOUAZIZ, O.; FURNEMONT, Q. A physically based model for TRIP-aided carbon steel behaviour. **Materials Science and Engineering A**, v. 356, p. 145-152, 2003.

POST, J.; DATTA, K.; BEYERC, J.; A macroscopic constitutive model for a metastable austenitic stainless steel. **Materials Science and Engineering A** . v. 485, p. 290-298, 2008.

RANA, R.; GIBBS, P.J.; MOOR DE, E.; SPEER, J. G.; MATLOCK, D.K. A Composite Modeling Analysis of the Deformation Behavior of Medium Manganese Steels. **Steel Research int**, v. 86, p. 10, 2015.

RAHIMI, R.; ULLRICH, C.; KLEMM, K.; RAFAJA, D.; BRUNO C. De Cooman DE, B.C.; BIERMANN, H.; MOLA, J. Influence of Al on the temperature dependence of strain hardening behavior and glide planarity in Fe– Cr– Ni– Mn– C austenitic stainless steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 649, p.301 –312, 2016.

REED-HILL, R.E.; ABBASCHIAN, R. **Physical Metallurgy Principles**, 3 ed. Boston, PWS Publishing Company, Boston, p. 926, 1994.

RIETVELD, H.M. Line profile of neutron powder diffraction peaks for structures refinement. **Acta Crystallographica**, v.22, p. 65- 71, 1967.

SABLIK, M.J. Modeling the effect of grain size and dislocation density on hysteretic magnetic properties in steels. **Journal of Applied Physics**, v. 89, p. 5610-5613, 2010.

SABLIK, M.J.; YONAMINE,T.; LANDGRAF, F.G. Modeling plastic deformations effects in steel on hysteresis loops with the same maximum flux density. **IEEE transactios on Magnetics** , v. 40, p. 3219 – 3226, 2004.

SAKUMA, Y.; MATSUMURA, O.; TAKECHI, H. Mechanical Properties and Retained Austenite in Intercritically Heat-Treated Bainite-Transformed Steel and Their Variation with Si and Mn Additions. **Metallurgical Transactions A**. v. 22, p. 489- 498, 1991.

SEDRIKS, A.J. **Corrosion of Stainless Steels**, 2ed. Wiley-Interscience, New York, 1996.

SHEWMON P. **Transformations in Metals**, 1969.

SIQUEIRA, G. O.; MATENCIO, T.; SILVA, H. V. ; SOUZA, Y. G. ARDISSON, J. D.; B LIMA, G. M. A.; PORTO, A.O.P. Temperature and time dependence on ZnS microstructure and phases obtained through hydrothermal decomposition of diethyldithiocarbamate complexes. **Phys . Chem . Chem . Phys.** v. 15, p. 6796—6803, 2013.

SICUPIRA, F. L.; SANDIM, M.J.R.; SANDIM H.R.Z.; SANTOS, D. B. S.; RENZETTI, R. A. Quantification of retained austenite by X-ray diffraction and saturation magnetization in a supermartensitic stainless steel. **Materials Characterization**, v.115, p. 90 – 96. 2016.

SPINDLER, H.; KLEIN, M.; RAUCH, R.; PICHLER, A. & STIASZNY, P. In: High Strength and Ultra High Strength Hot Rolled Steel Grades – **Products for Advanced Applications**. First International Conference on Super-High Strength Steels. Proceedings. Associazione Italiana di Metallurgia/Centro Sviluppo Materiali, Rome, p. 19, 2004.

SUN. B.; AYDIN, H. Y.; FAZELI F.; S.YUE. Microstructure evolution of a medium manganese steel during thermomechanical processing. **Metallurgical and Materials Transactions**, v. 47, p. 1.782-1791, 2016.

TAVARES, S.S.M.; FRUCHART D.; MIRAGLIA , S. LABORIE, D. Magnetic properties of an AISI 420 martensitic stainless steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 312, p. 307–314, 2000.

TAVARES S.S.M.; SILVA, M.R.; NETO, J.M.; MIRAGLIA, S.; FRUCHART, D. Ferromagnetic properties of cold rolled AISI 304 L steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 242–245, p. 1391 – 1394, 2002.

VERBEKEN, K; VAN CAENEGEM, N; RAABE B, D. Identification of e martensite in a Fe-based shape memory alloy by means of EBSD. **Science Direct**, v. 40, p.151–156, 2009.

XU, H. F.; ZHAO, J.; CAO,W.Q.; SHI, J.; WANG, C.J.; LI, J. DONG,H. Tempering Effects on the Stability of Retained Austenite and Mechanical Properties in a Medium Manganese Steel. **ISIJ International**, v. 52, p. 868–873, 2012.

WIRTHL, E.; ANGERER, R.; HAUZENBERGER, K. Determination of the volume amount of retained in small specimens by magnetic measurements. **AISE**, Pittsburgh, PA, 2000.

YANG, H.S; JANG, J. H; BHADESHIA, H. K. D. H; SUH, D.W. Critical Assessment: Martensite–Start Temperature for the $\gamma \rightarrow \varepsilon$ Transformation. **Calphad**, v. 36 p. 16-22, 2012.

YOKOI, T.; KAWASAKI, k.; TAKAHASHI. M.; KOYAMA, K.;MIZUI, M. Fatigue properties of high strength steels containing retained austenite. **Society of Automotive Engineers of Japan**, v. 95, p. 389 – 4304, 1995.

YOUNG, R.A. Introduction to the Rietveld method. The Rietveld Method. **International Union of Crystallography**, v.5, p.1-38, 1995.

ZACKAY, V.F.; PARKER, E.R.; MORRIS, J.W.; THOMAS, G.; The Application of Materials Science to the Design of Engineering Alloys, *Materials Science and Engineering*, v. 16, p.201 -221, 1974.

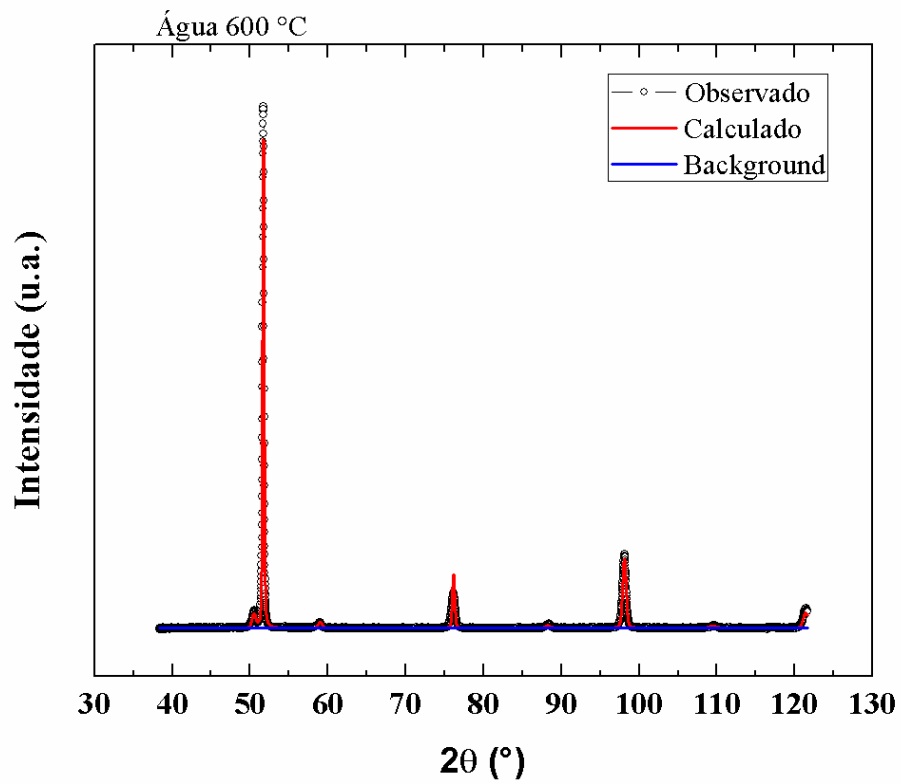
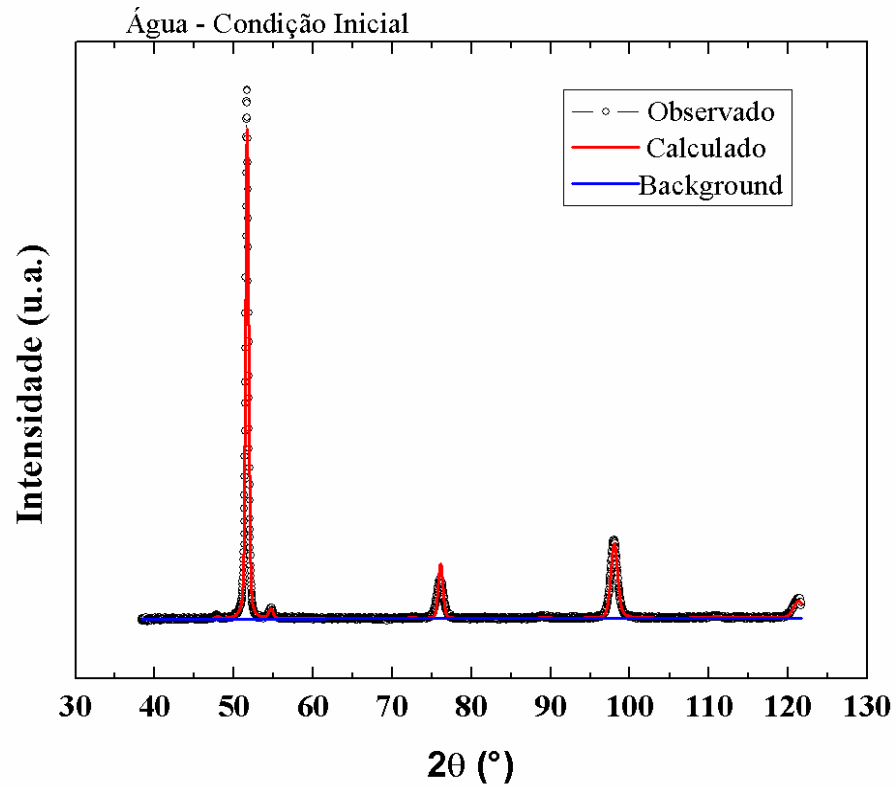
ZHANG, L.; TAKAHASHI, S.; KAMADA, Y.; I KIKUCHI, H.; ARA, K.; SATO, M.; TTSUKADA, T. Magnetic properties of SUS 304 austenitic stainless steel after tensile deformation at elevated temperatures. **Journal of Materials Science**. v. 40, p. 2709 – 2711, 2005.

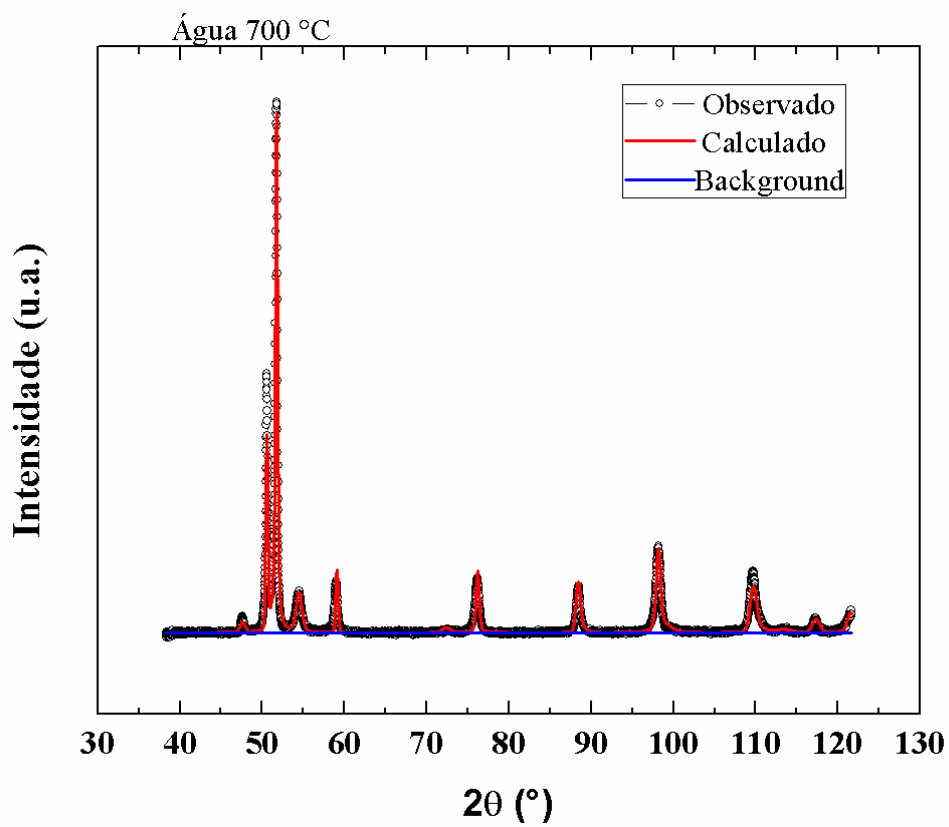
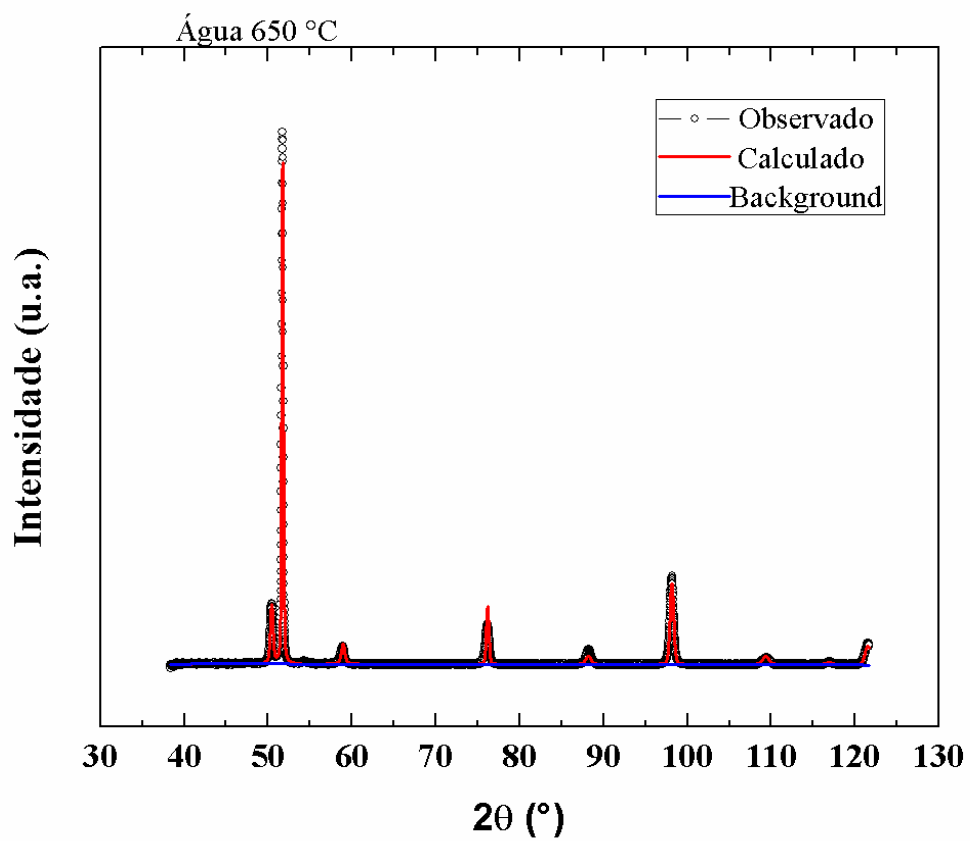
ZHANG, S.; FINDLEY, K.O.; Quantitative assessment of the effects of microstructure on the stability of retained austenite in TRIP steels. **Acta Materialia**, v. 61, p. 1895–1903, 2013.

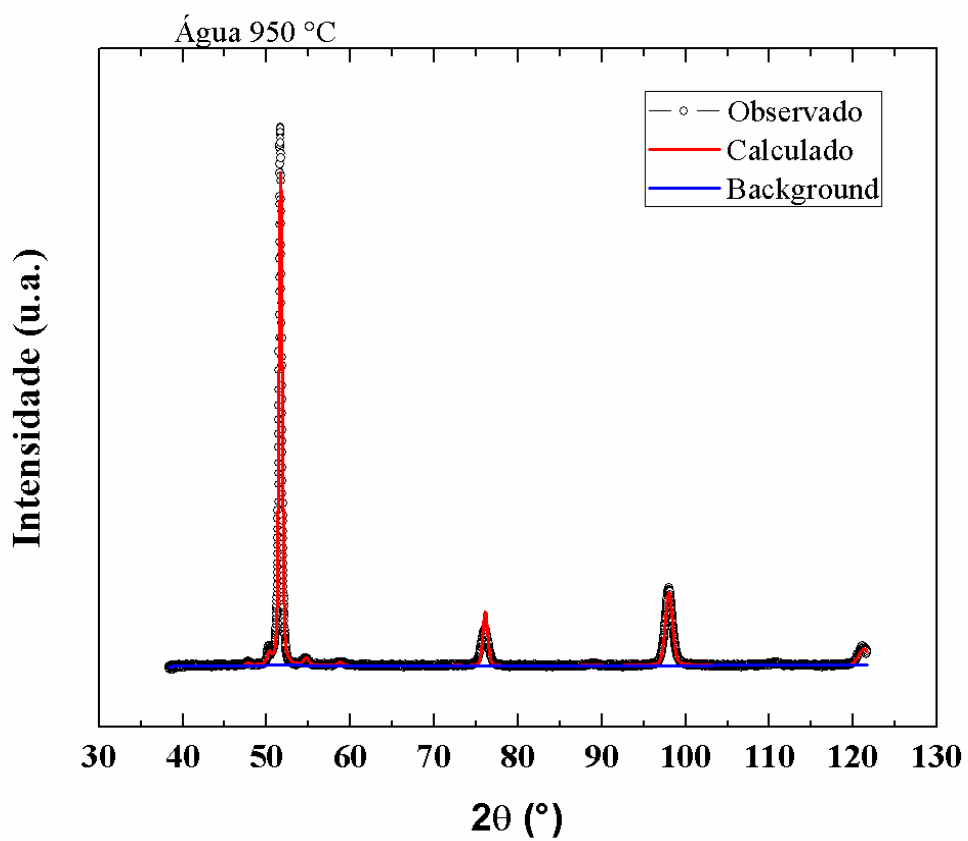
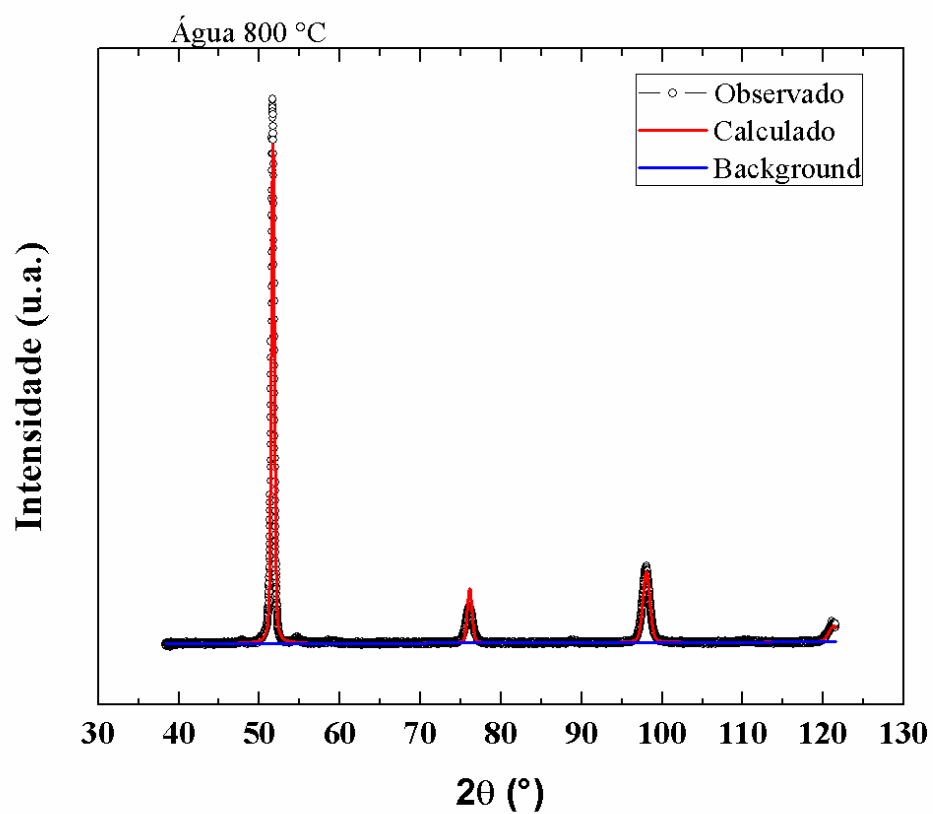
ZHAO, L.; VAN DIJK, N.H. ; BRUCK, E.; SIETSMA, J.; VAN DER ZWAA, S. Magnetic and X-ray diffraction measurements for the determination of retained austenite in TRIP steels. **Materials Science and Engineering**, v. 313, p.145–152, 2001.

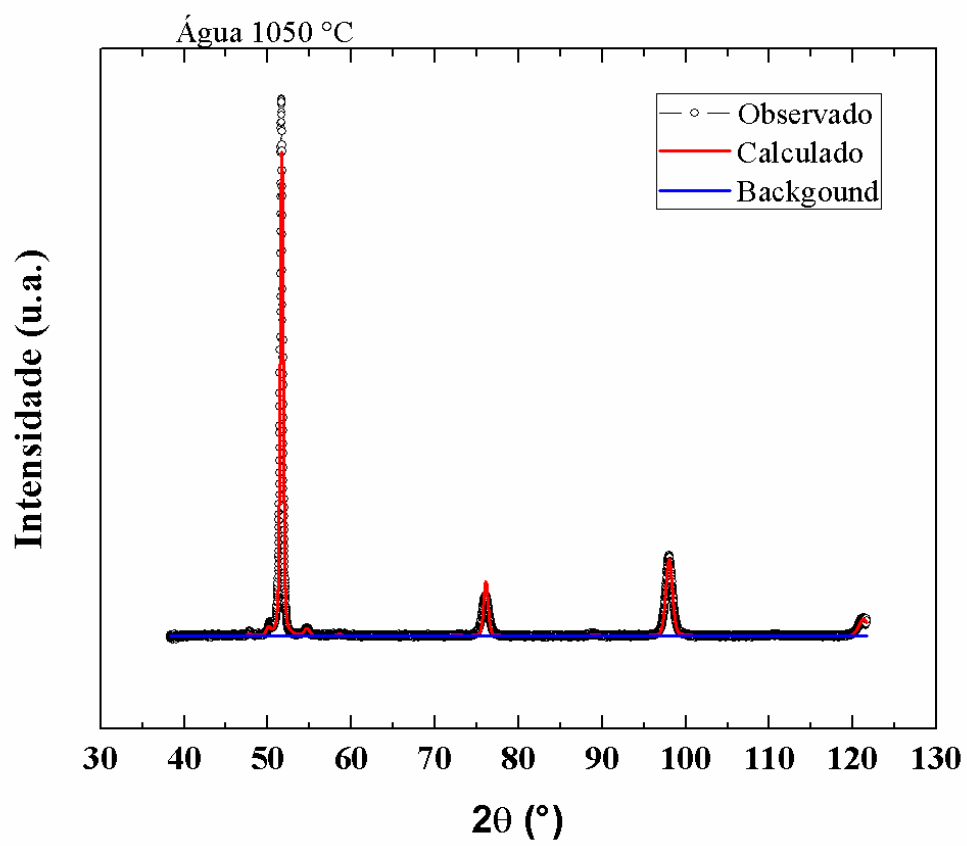
ZHAO, X.; SHEN, Y.; QIU, L.; LIU, Y.; SUN, X.; ZUO, L.; Effects of Intercritical Annealing Temperature on Mechanical Properties of Fe-7.9Mn-0.14Si-0.05Al-0.07C Steel. **Materials Science and Engineering**, v. 7, 7891-7906, 2014.

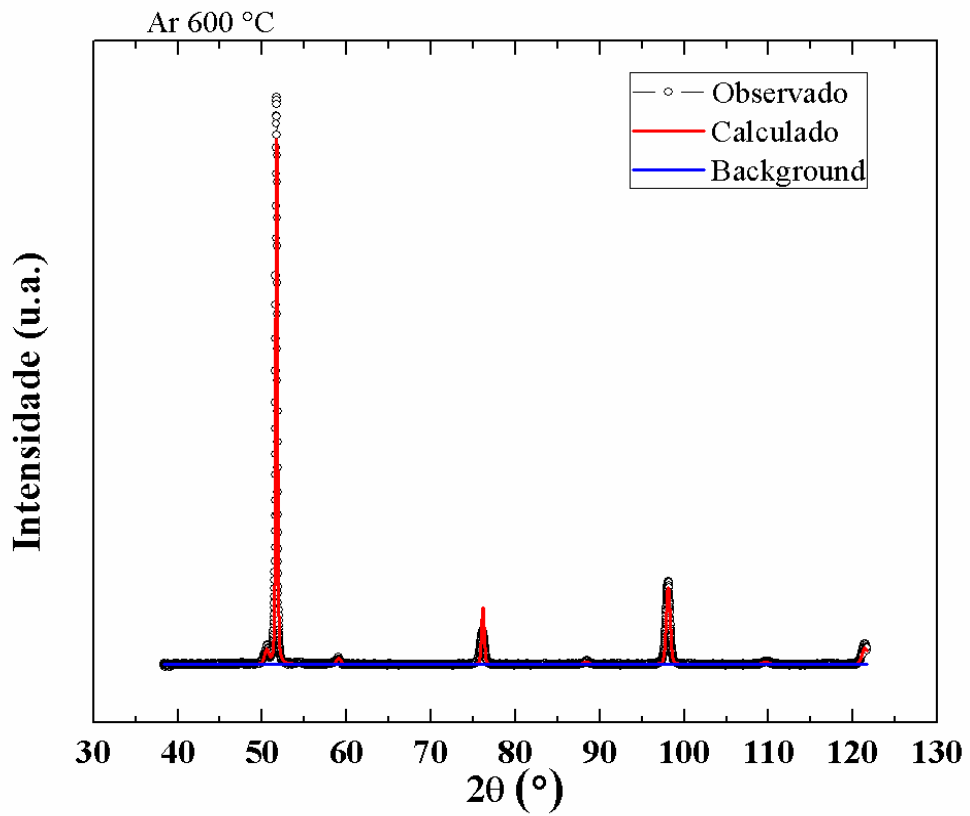
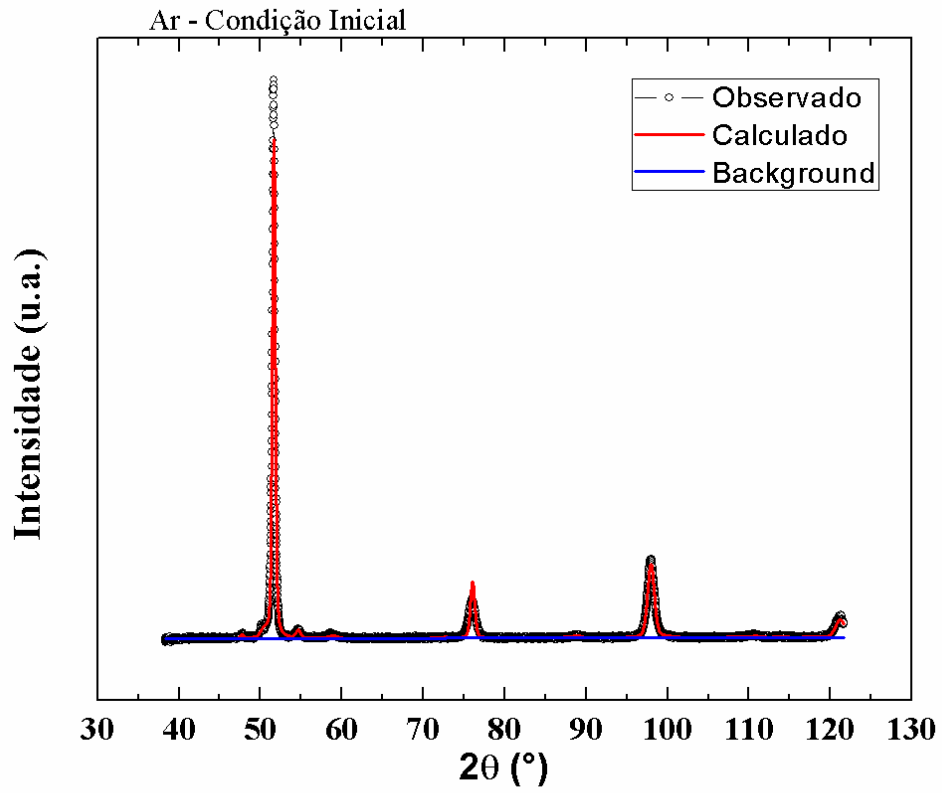
ANEXO A – Difratoograma após refinamento pelo método de Rietveld, das amostras resfriadas na água, ar e forno, respectivamente.

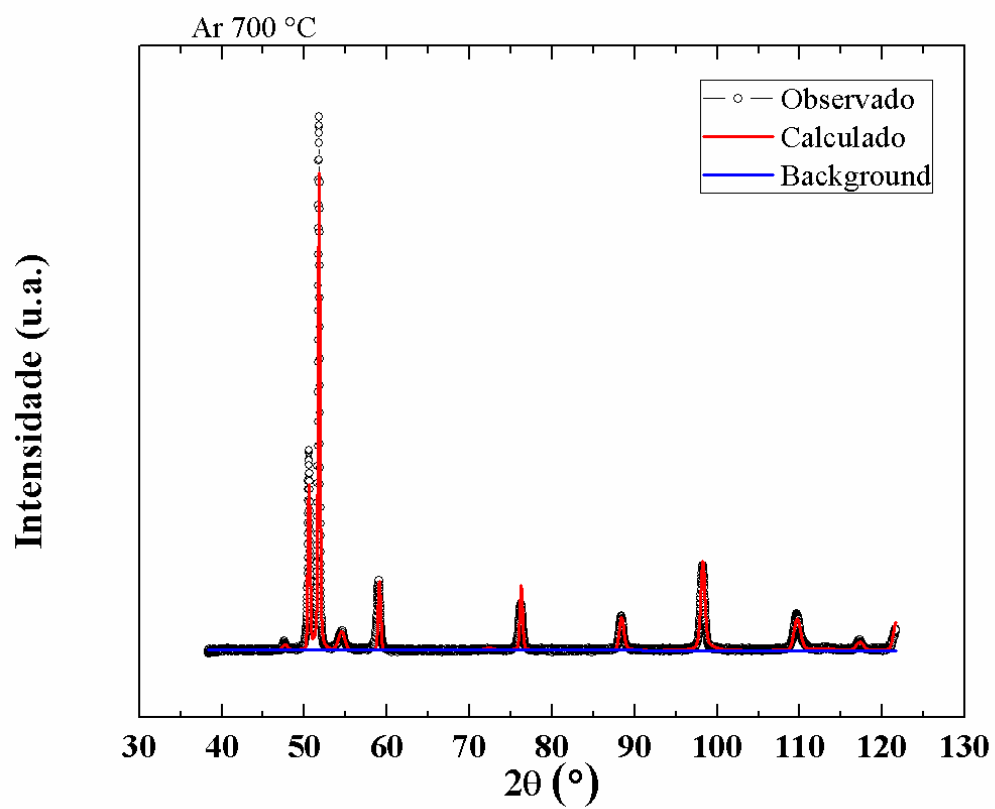
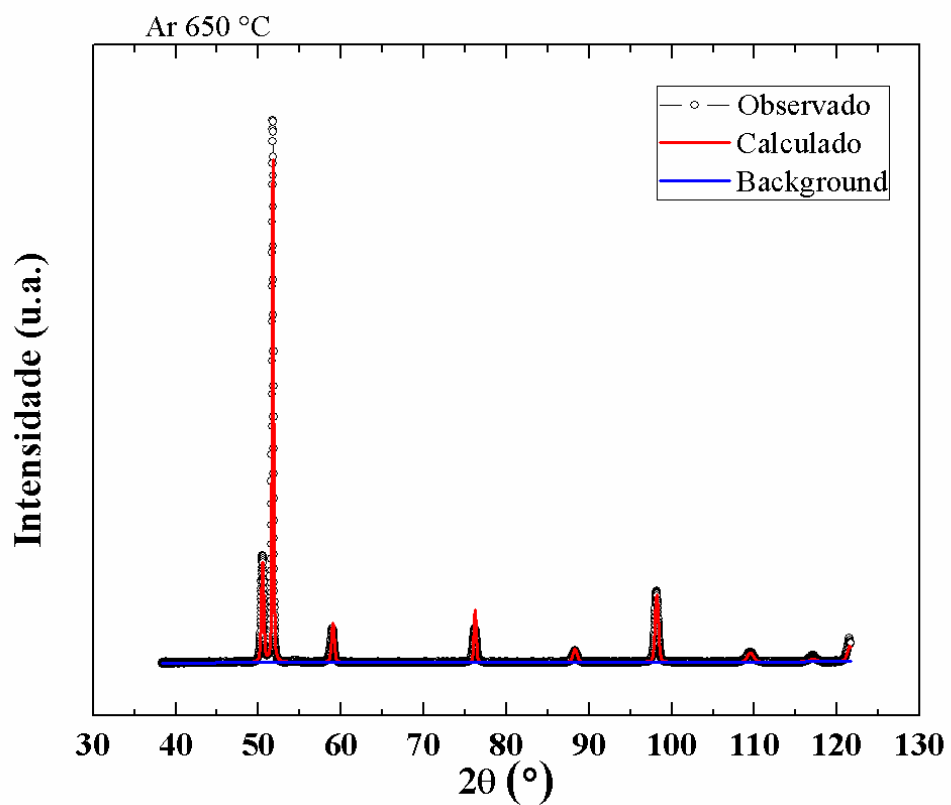


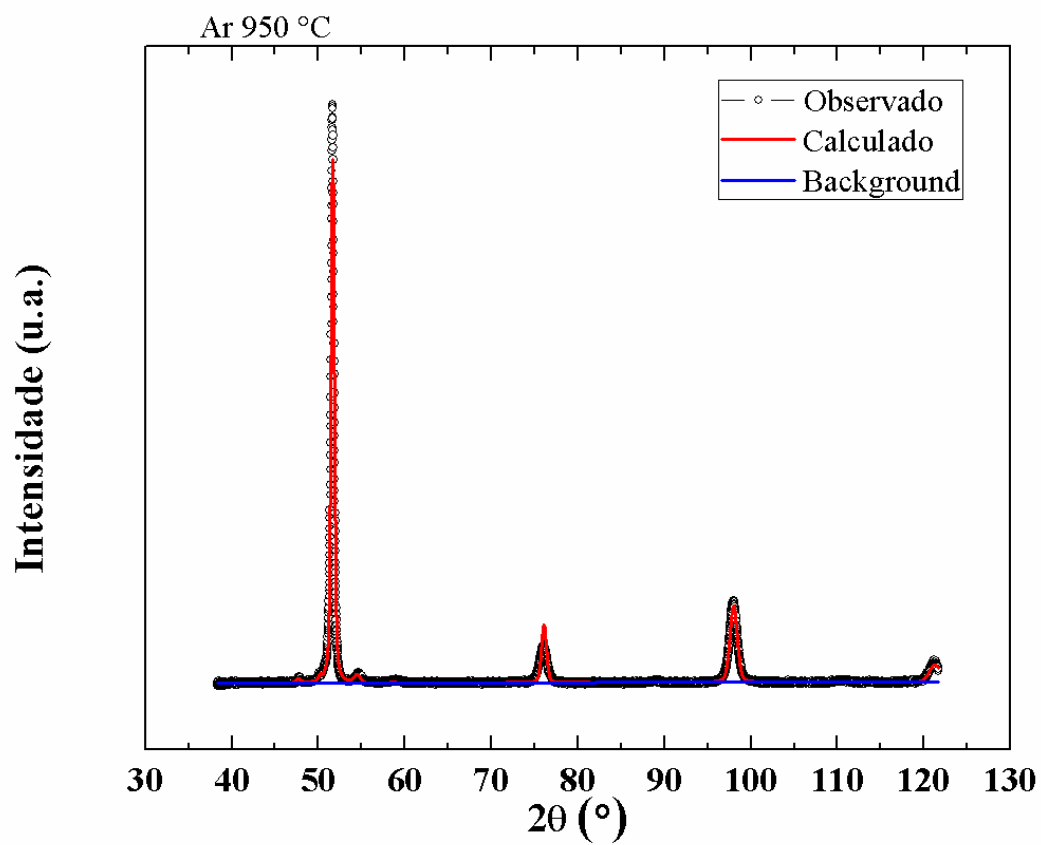
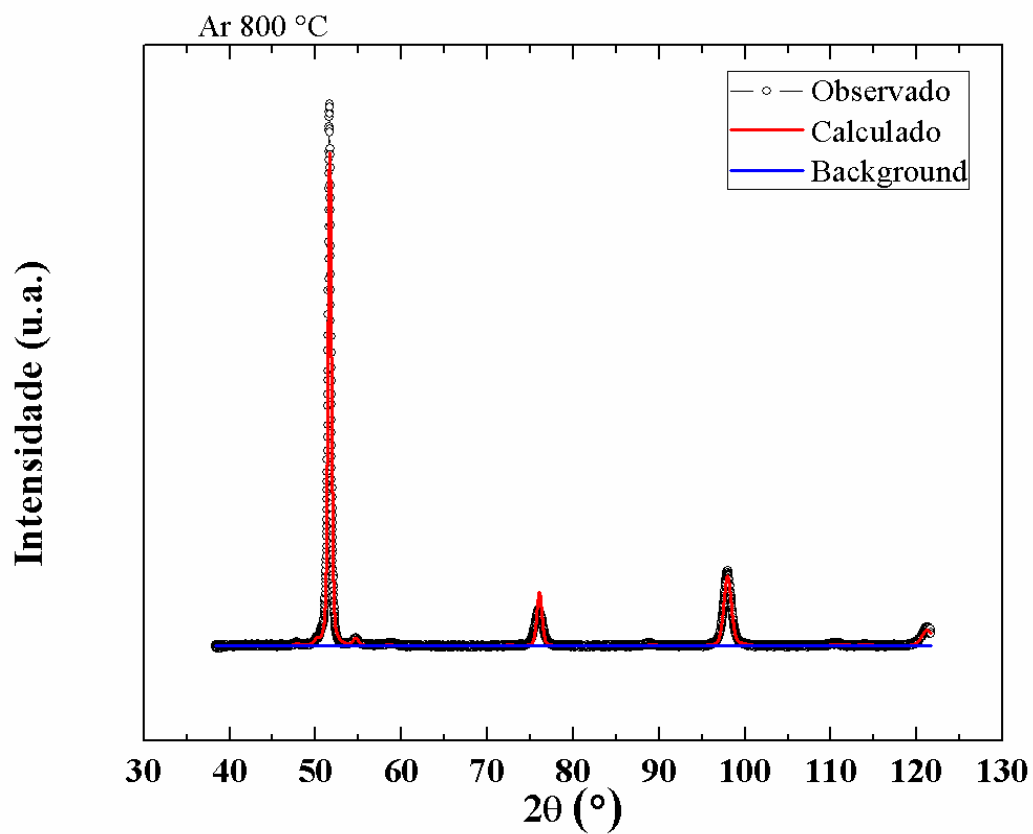


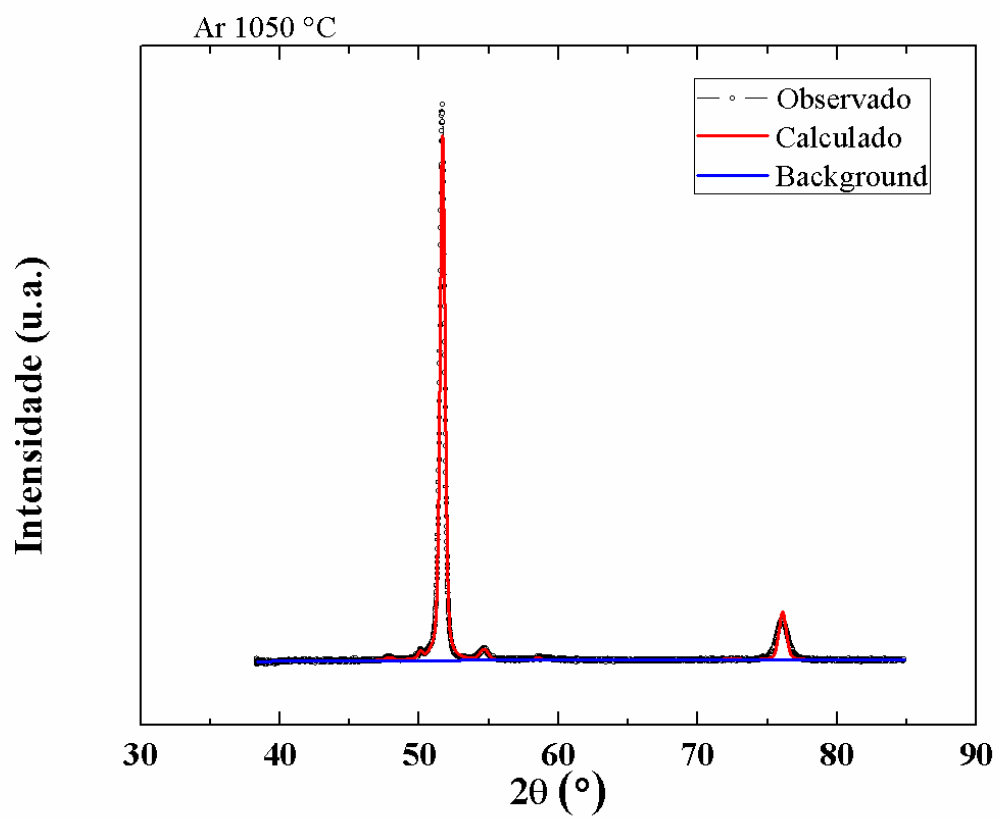


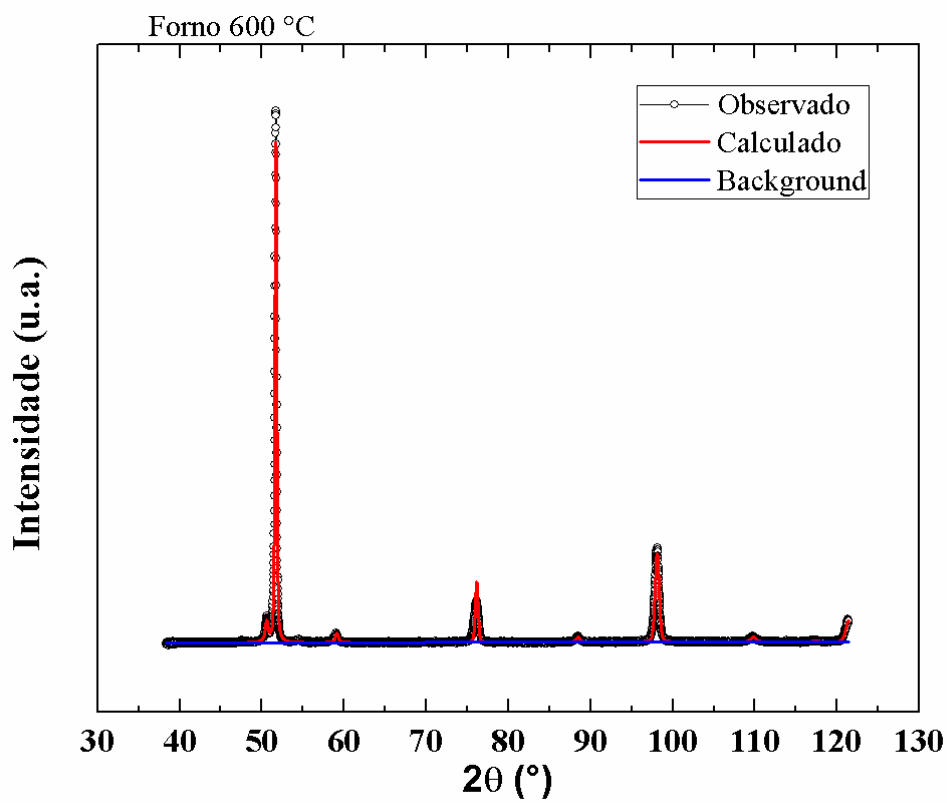
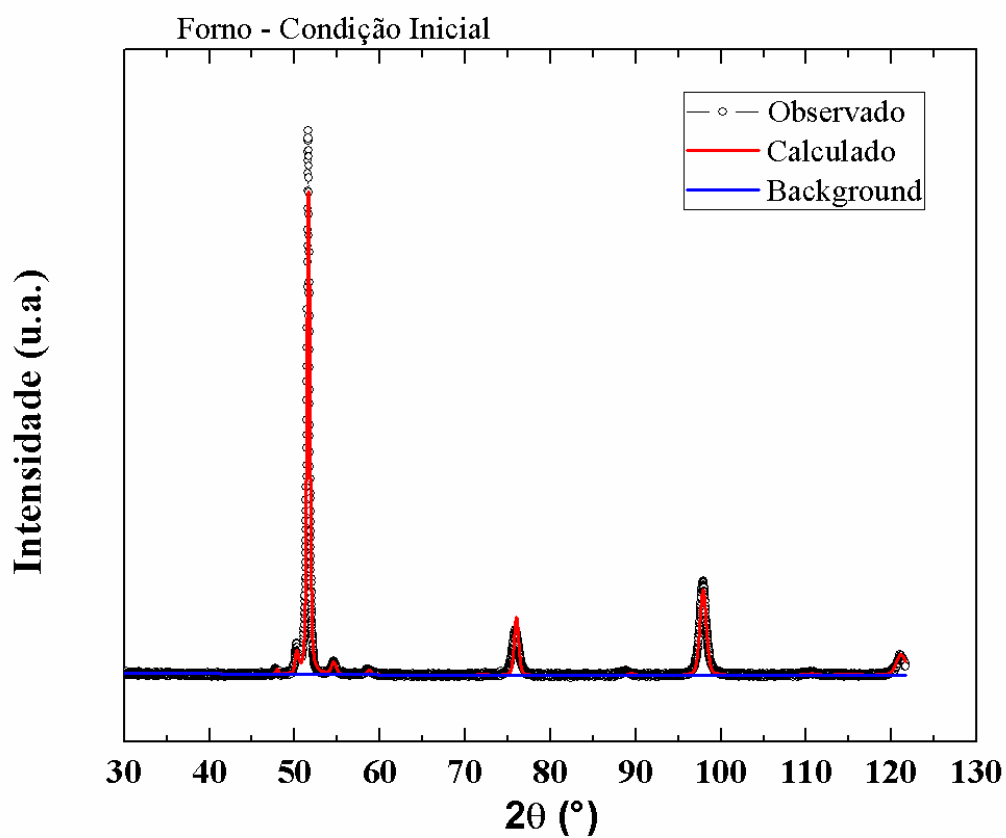


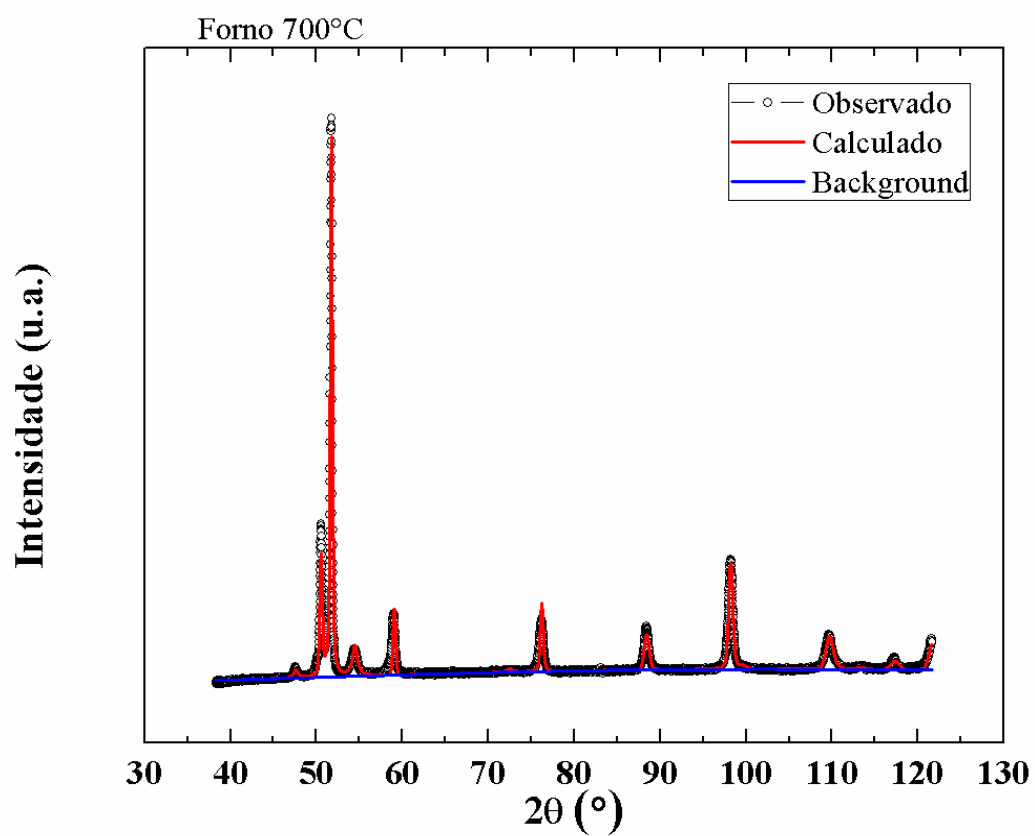
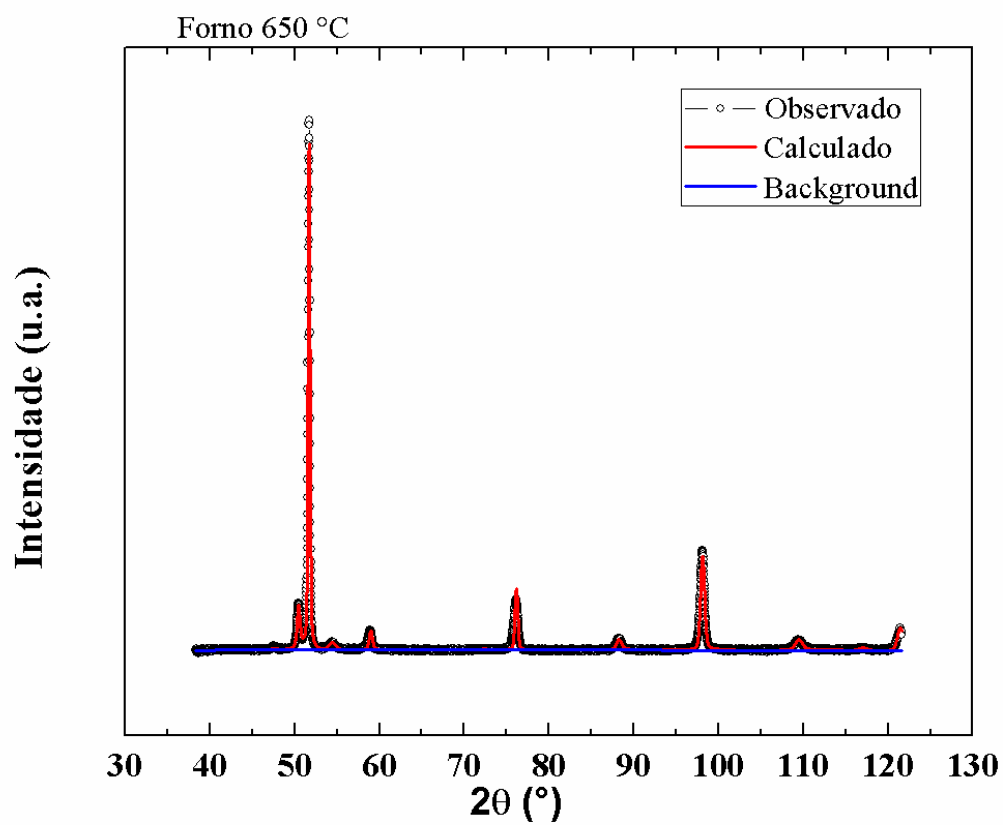


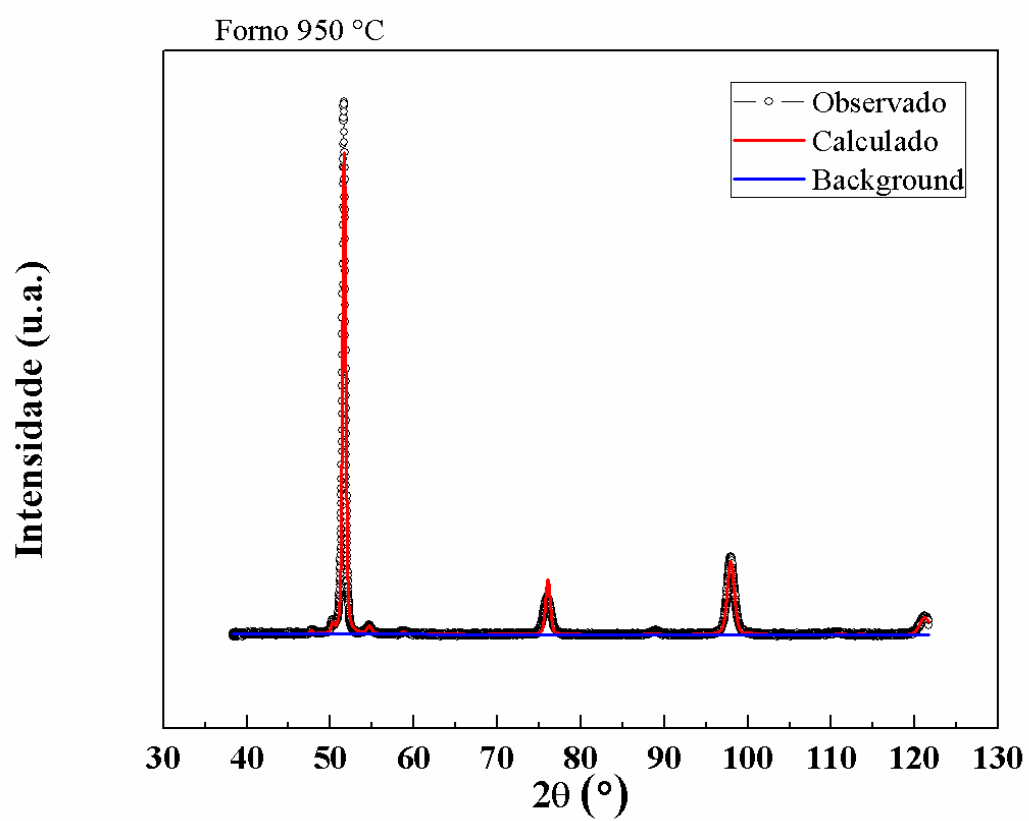
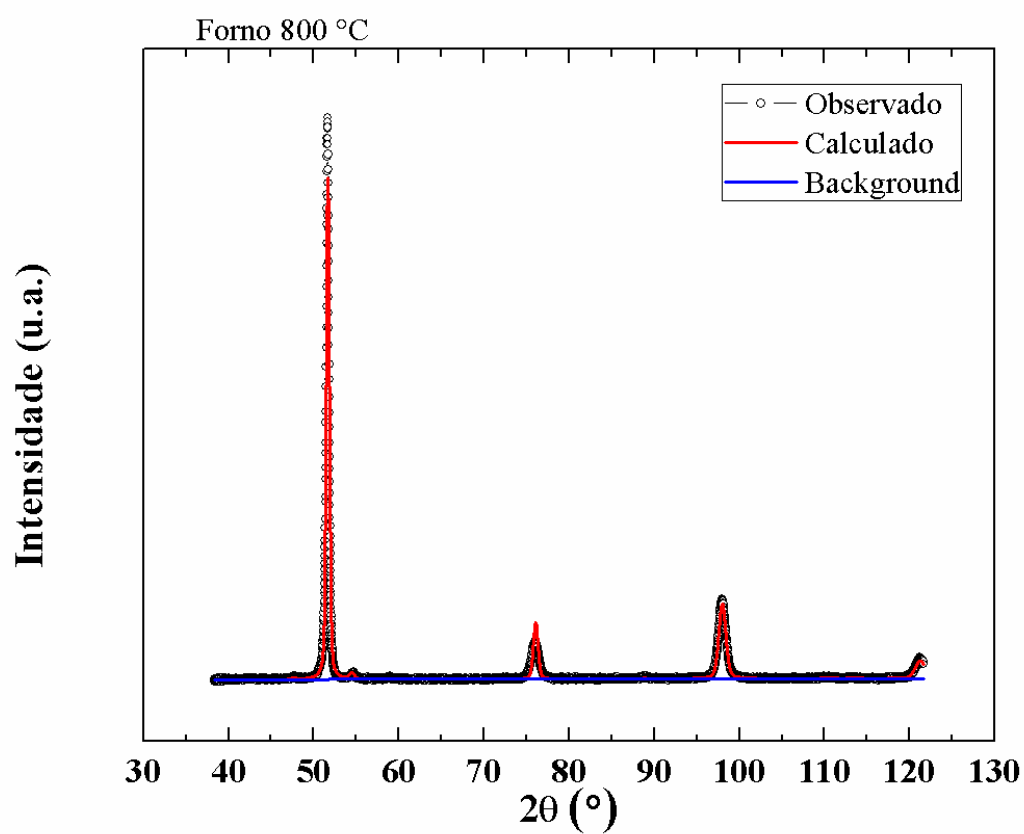


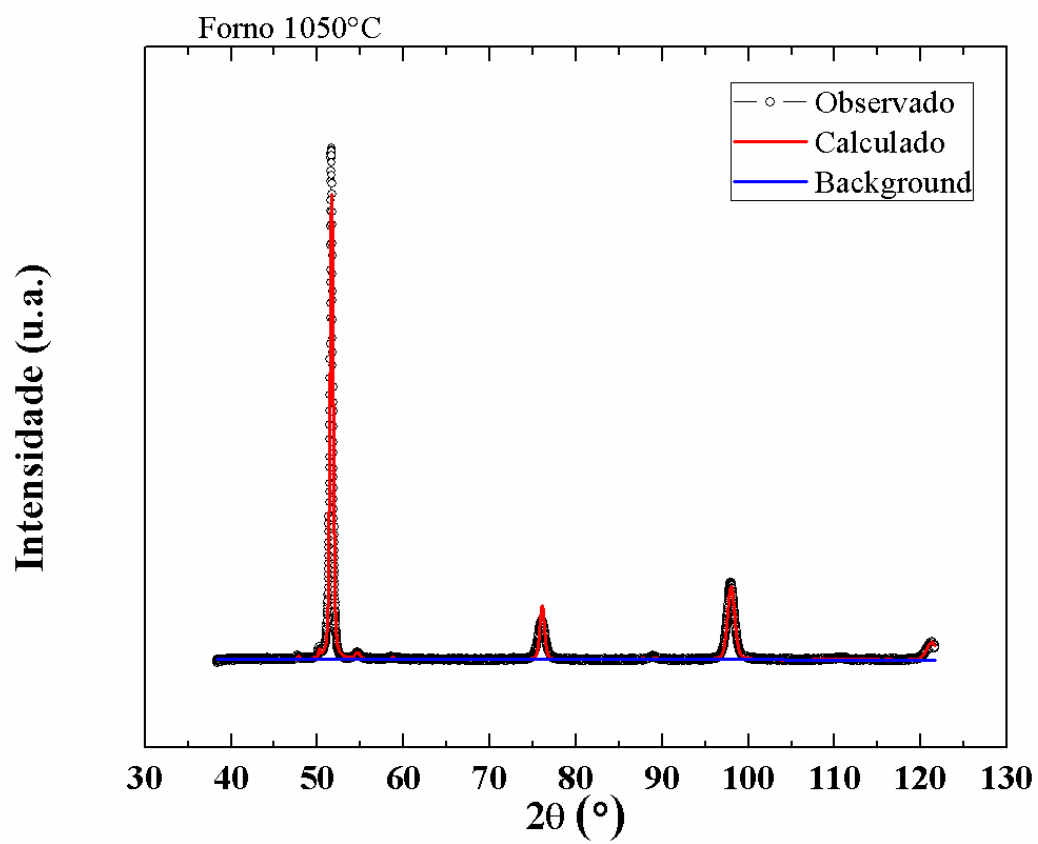












ANEXO B - Parâmetros de rede das amostras resfriadas na água, ar e forno, respectivamente, em função das diferentes temperaturas de recozimento.

Temperatura de Recozimento	Parâmetro de rede fase α (Å)	Parâmetro de rede fase γ (Å)	Parâmetro de rede fase ε (Å)
30	2,87337 (6)	-	a = 2,52006 (4)
			b = 2,52006 (4)
			c = 4,118 (2)
600	2,87148 (1)	3,59597 (7)	-
			-
			-
650	2,87051 (1)	3,59955(5)	-
			-
			-
700	2,86986 (3)	3,59106 (5)	a = 2,5307 (4)
			b = 2,5307 (4)
			c = 4,116 (2)
800	2,87313 (2)	-	-
			-
			-
950	2,87336 (2)	3,6075(5)	a = 2,520 (1)
			b = 2,520(1)
			c = 4 ,0949 (2)
1050	2,87336 (1)	3,61317 (7)	a = 2,5148 (8)
			b = 2,5148 (8)
			c = 4,15 (4)

Fonte: Própria

Temperatura de Recozimento	Parâmetro de rede fase α (Å)	Parâmetro de rede fase γ (Å)	Parâmetro de rede fase ε (Å)
30	2,87447 (1)	3,6 (1)	a = 2,525 (2)
			b = 2,525 (2)
			c = 4,087 (1)
600	2,8713 (3)	3,59287 (2)	-
			-
			-
650	2,86977 (3)	3,59558 (6)	-
			-
			-
700	2,86888 (2)	3,59268 (4)	a = 2,53 (2)
			b = 2,53 (2)
			c = 4,1164 (4)
800	2,87442 (1)	3,62 (1)	a = 2,521 (2)
			b = 2,521 (2)
			c = 4,108 (3)
950	2,87356 (7)	3,61709 (1)	a = 2,530 (1)
			b = 2,530 (1)
			c = 4,117 (2)
1050	2,87343 (1)	3,62226 (2)	a = 2,5202 (6)
			b = 2,5202 (6)
			c = 4,119 (3)

Fonte: Própria

Temperatura de Recozimento	Parâmetro de rede fase α (Å)	Parâmetro de rede fase γ (Å)	Parâmetro de rede fase ε (Å)
30	2,87556 (5)	3,613 (4)	a = 2,5245 (6)
			b = 2,5245 (6)
			c = 4,0950 (4)
600	2,87188 (1)	3,5894 (1)	-
			-
			-
650	2,87075 (4)	3,5961 (1)	a = 2,530 (2)
			b = 2,530 (2)
			c = 4,117 (3)
700	2,86878 (1)	3,59268 (4)	a = 2,5315 (3)
			b = 2,5315 (3)
			c = 4,097 (1)
800	2,87382 (2)	3,59076 (5)	a = 2,530 (1)
			b = 2,530 (1)
			c = 4,117 (2)
950	2,87477 (2)	3,61021 (1)	a = 2,531 (2)
			b = 2,531 (2)
			c = 4,058 (4)
1050	2,87362 (6)	3,61244 (4)	a = 2,520 (6)
			b = 2,520 (6)
			c = 4,134 (4)

Fonte: Própria