

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

JANAÍNA ROSA DE LIMA

**O EFEITO DA TEMPERATURA NO ALÍVIO DE TENSÃO E NA
MICROESTRUTURA DE UM AÇO TWIP ALTO MANGANÊS**

ITAJUBÁ

2018

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

JANAÍNA ROSA DE LIMA

**O EFEITO DA TEMPERATURA NO ALÍVIO DE TENSÃO E NA
MICROESTRUTURA DE UM AÇO TWIP ALTO MANGANÊS.**

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

Orientadora: Reny Angela Renzetti

Coorientador: Ernesto Soares de Freitas Neto

ITAJUBÁ

2018

DEDICATÓRIA

Deus, meu porto seguro, à minha família, especialmente a meu marido Agnaldo e minha mãe, Gersina, por terem sido meus principais incentivadores e companheiros nesta caminhada.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por ter sido minha força para superar todas as dificuldades e pular os obstáculos que foram surgindo nessa caminhada.

À Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI por proporcionar a realização da pesquisa e por proporcionar conhecimento.

Ao meu pai, Geraldo, que infelizmente não conseguiu ver os resultados positivos dessa caminhada, mas o tempo em que esteve presente, foi meu maior incentivador.

À minha mãe, Gersina, por ter me incentivado a continuar nas horas de desânimo.

Ao meu marido, Agnaldo, por ter acompanhado desde o começo e por ter me apoiado e me incentivado a continuar e por acreditar no meu trabalho.

Aos meus irmãos pela compreensão e paciência em todas as vezes que não pude estar presente.

À professora Reny Angela Renzetti, por ter compartilhado seu conhecimento nas orientações, pela paciência e dedicação durante o trabalho.

Ao professor Guilherme Oliveira Siqueira por sua fundamental participação nas análises dos resultados de raios X, contribuindo com seu conhecimento e dedicação.

Ao professor Ernesto Soares de Freitas Neto, pela coorientação e contribuição nas análises dos resultados.

Ao professor Fábio Nakagomi pela participação nos ensaios de raios X no LNLS.

Ao professor Dagoberto Brandão Santos (UFMG) pela gentileza de fornecer as amostras do material analisado.

À Aline, aluna doutoranda do professor Dagoberto pela ajuda nos dados de EBSD.

À minha amiga e colega de estudos, Vanda, pelo auxílio e companheirismo durante o trabalho.

Aos meus colegas de estudo Jordânio e Thais, pelas realizações dos ensaios de microscopia.

Ao técnico de laboratório Jasson, pela realização das usinagens e cortes nas amostras.

Ao LNLS, por assentir a realização dos ensaios de raios X, projeto nº 0699 (2016).

À APERAN, pela realização dos ensaios de textura e EBSD.

Ao mestre Esteveesson Ferreira Miquelet (UFMG), pela colaboração na realização da laminação do material na UFMG.

À CAPES, CNPq e FAPEMIG pelo apoio financeiro.

Agradeço a todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização desse trabalho.

EPÍGRAFE

“O homem sábio é aquele que conhece os limites da própria ignorância” (Sócrates).

RESUMO

Os aços TWIP (do inglês *Twinning Induced Plasticity*) são materiais que têm atraído a atenção da indústria automobilística devido à boa combinação entre resistência mecânica e ductilidade. No presente trabalho buscou-se analisar a evolução da microestrutura, e a densidade de discordâncias após a deformação e o recozimento de um aço TWIP Fe-24Mn-3Al-1Ni-2Si-0,06C (% massa). Ainda buscou-se analisar a evolução da textura após elevada deformação e recozimento. O material em estudo foi laminado a frio em diferentes graus de redução da espessura, 30, 50 e 80% e em seguida as amostras laminadas foram recozidas em temperaturas entre 300 e 1100°C por 15 minutos. A evolução da microestrutura durante a deformação e recozimento foi analisada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). A determinação da textura do aço foi realizada nas amostras com 80% de deformação nas temperaturas de 700, 800 e 1000°C por meio de difração de raios X e mostrou a presença das fibras γ e α na estrutura. A deformação plástica aumenta a dureza do aço TWIP, pois, os contornos de maclas, assim como os contornos de grãos, impedem a movimentação de discordâncias que vão se empilhando e causando o encruamento do material. O tratamento térmico reduz o encruamento através da redução dessas discordâncias, diminuindo a tensão causada pela deformação. Dessa forma, buscou-se fazer uma análise quantitativa da densidade de discordâncias durante a deformação bem como durante o recozimento. A técnica utilizada para tal processo foi a difração de raios X luz síncrotron, realizada no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS). Para essa análise foram utilizadas as amostras com 50 e 80% de redução da espessura tratadas a 600, 700, 800 e 900°C e aquelas com 30% de redução tratadas a 600 e 900°C. Para todas as condições de laminação foram analisadas também as amostras apenas deformadas. Os cálculos foram realizados por meio do refinamento Rietveld utilizando o *software* MAUD. Os resultados mostraram que a densidade de discordâncias aumentou com o aumento da deformação e diminuiu com o recozimento, mostrando uma boa concordância com os dados obtidos nos ensaios e dureza.

Palavras chave: TWIP, EDE, Maclas, Textura, Densidade de Discordâncias.

ABSTRACT

TWIP steels, abbreviation of Twinning Induced Plasticity, have been attractive for the automobile industry due to their noticeable tensile strength and ductility conjunction. In this work, a microstructure analysis evolution and dislocation density after deformation and annealing of Fe-24Mn-3Al-1Ni-2Si-0,06C TWIP steel sample were pursued. Furthermore, a texture progress after severe deformation and annealing was studied. The material in analysis was cold rolled until different thickness reduction, 30, 50 and 80% then samples were annealed at temperatures from 300 to 1100°C for 15 minutes. Microstructure progress throughout deformation and annealing was analyzed under the Scanning Electron Microscopy (SEM). Texture definition was only performed on samples 80% deformed at 700, 800 and 1000°C through X-ray diffraction which results showed presence of γ and α fibers on the structure. Plastic deformation increases TWIP steel hardness because twin boundaries, as well as grain boundaries, prevent dislocation movement while these accumulate and pile up causing material hardening. Heat treatment decreases hardening because it wipes out most of dislocations, reducing stress caused by deformation. Thus, a quantitative analysis of dislocation density was performed. The method applied was X-ray diffraction synchrotron light performed at the National Laboratory of Synchrotron Light, in Portuguese, *Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS)*. This technique was performed on samples which thickness was decreased 50 and 80% and heat treated at 600, 700, 800 e 900°C and also on samples with 30% of thickness reduction and heat treated at 600 and 900°C. All rolling conditions were analyzed on samples which were only deformed. Calculations were performed using Rietveld refinement through MAUD software. Results obtained exhibit that dislocation density increased as deformation increased and decreased on annealed samples, establishing coherence with the data extracted from tests and hardness measurements.

Keywords: TWIP, DDE, twins, texture, dislocation density.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1- Utilização dos aços avançados na carroceria dos automóveis.....	15
Figura 2- Dado de alongamento em função do limite de resistência a tração para as gerações dos aços AHSS.....	16
Figura 3 - Curvas tensão-deformação para ligas com diferentes teores de Mn e C.	19
Figura 4- Discordância dissociada em uma estrutura CFC	21
Figura 5- Representação das parciais de Shockley	22
Figura 6 - Discordância parcial de Frank	22
Figura 7- Modelo esquemático de uma falha de empilhamento.....	24
Figura 8- Modelo esquemático de uma falha de macla no metal CFC	26
Figura 9 - Representação esquemática da formação de maclas	27
Figura 10 - Resultado do ensaio de dilatométrica para a amostra com 30% de redução da espessura. ..	41
Figura 11 - Resultado do ensaio de dilatométrica para a amostra com 50% de redução da espessura. ..	42
Figura 12- Resultado do ensaio de dilatométrica para a amostra com 80% de redução da espessura.	
Figura 13 - Valores de dureza Vickers para as amostras com 30, 50 e 80% de redução da espessura e recozidas.....	44
Figura 14 - Micrografia da amostra com 30% de redução da espessura.....	46
Figura 15- Micrografia da amostra laminada com 50% de redução da espessura.	47
Figura 16- Micrografia da amostra laminada com 80% de redução da espessura..	47
Figura 17- Evolução da microestrutura durante a deformação a frio proposta para um aço TWIP.	48
Figura 18- EDS na partícula observada na amostra com 30% de redução da espessura.....	50
Figura 19 - Micrografia das amostras com 30% de redução da espessura e recozidas em: a) 700°C e b) 900°C..	51
Figura 20- Micrografia das amostras recozidas com 50% de redução e recozidas em: a) 700°C e b) 900°C.	52
Figura 21- Micrografia das amostras recozidas com 80% de redução e recozidas em: a) 700°C e b) 900°C.	53
Figura 22- Evolução da textura durante o recozimento, seções de ODF $\varphi_2 = 0$, $\varphi_2 = 45^\circ$ $\varphi_2 = 65^\circ$, para as amostras: (a) laminada e recozida em (b) 700°C, (c) 800°C e (d) 1000°C.....	56
Figura 23- Evolução da fração das principais componentes presentes no material analisado.	57
Figura 24 - Mapa de orientação (OIM) para a amostra com 80% de redução da espessura apenas laminada.	60
Figura 25- Mapa de orientação (OIM) para a amostra com 80% de redução da espessura tratada a 700°C	61
Figura 26- Distribuição dos ângulos dos contornos para a amostra com 80% de redução da espessura tratada a 700°C.....	62

Figura 27- Fração de CSL para amostra com 80% de redução da espessura tratada a 700°C.	63
Figura 28- Seções de ODF ϕ^2 de 0, 45 e 60° para a amostra com 80% de redução da espessura e tratada em 700°C.....	64
Figura 29- Difractogramas das amostras laminadas com 30, 50 e 80% de redução da espessura.	65
Figura 30- Difractogramas da amostra com 80% de redução da espessura apenas laminada e tratada termicamente em 900°C.	65
Figura 31- Resultados obtidos pelo método de Williamson-Hall modificado para a amostra com 30% de redução da espessura apenas laminada.....	68
Figura 32- Resultados obtidos pelo método de Williamson-Hall modificado para a amostra com 80% de redução da espessura apenas laminada.....	69
Figura 33- Refinamento Rietveld usando MAUD para a amostra com 80% de redução da espessura e tratada termicamente em 900°C.	70
Figura 34- Variação do tamanho do cristalito com o aumento da deformação.....	71
Figura 35- Evolução da microdeformação para as amostras deformadas a 30, 50 e 80% de redução da espessura.	71
Figura 36- Evolução da o tamanho do cristalito durante o tratamento térmico para a amostra com 30% de redução da espessura	73
Figura 37- Evolução da microdeformação durante o tratamento térmico para a amostra com 30% de redução da espessura.	73
Figura 38- Evolução do tamanho do cristalito durante o tratamento térmico para a amostra com 50% de redução da espessura.	74
Figura 39- Evolução da microdeformação durante o tratamento térmico para a amostra com 50% de redução da espessura.	74
Figura 40- Evolução do tamanho do cristalito durante o tratamento térmico para a amostra com 80% de redução da espessura.	75
Figura 41- Evolução da microdeformação durante o tratamento térmico para a amostra com 80% de redução da espessura.	75
Figura 42- Evolução da microdeformação média durante o tratamento térmico para as amostras com 30, 50 e 80% de redução da espessura..	76
Figura 43- Evolução da densidade de discordâncias durante a deformação plástica.	78
Figura 44-Evolução da densidade de discordância durante o tratamento térmico.	79

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Influência de alguns defeitos cristalinos nas características dos picos de difração de raios X	35
Tabela 2 - Composição química do aço TWIP (% peso)	37

LISTA DE ABREVIACOES

AHSS: *Advanced High Strength steel*

CFC: Cbica de face centrada

CP: Complex phase

CSL: *Coincident site lattices*

DP: *Dual phase*

EBSD: *electron backscatter diffraction*

EDE: Energia de defeito de empilhamento

EDS: espectroscopia de disperso de energia

FWHM: *Full weight at Half Maximum*

MEV: Microscpio eletrnico de varredura

LNLS: Laboratrio Nacional Luz Sncroton

MAUD: *Materials Analysis Using Diffraction*

MET: Microscpio eletrnico de transmisso

MS: *Martensitic steel*

ODF: *orientation distribution function*

TRIP: *Transformation induced plasticity*

TWIP: *Twining induced plasticity*

WHM: Williamson-Hall modificado

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	12
2. OBJETIVOS.....	13
2.1. Objetivo geral	13
2.2. Objetivos específicos	13
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
3.1. Aços Avançados.....	14
3.2. Aços TWIP	17
3.3. Mecanismos de deformação nos aços TWIP.....	20
3.3.1. <i>Deformação por movimentação de discordâncias</i>	20
3.3.2. <i>Deformação por maclação</i>	25
3.4. Recuperação, recristalização e crescimento de grãos.....	30
3.5. Textura.....	33
3.6. Densidade de discordâncias por difração de raios X.....	34
4. MATERIAL E MÉTODOS	37
4.1. Material.....	37
4.2. Processamento termomecânico	37
4.3. Dilatometria	37
4.4. Recozimento das amostras	38
4.5. Preparação metalográfica.....	38
4.6. Medidas de dureza Vickers	38
4.7. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	38
4.8. Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)	39
4.9. Medidas de textura.....	39
4.10. Difração de raios X.....	39
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	41
5.1. Dilatometria	41
5.2. Ensaio de dureza Vickers	43
5.3. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	46
5.4. Textura.....	54
5.5. EBSD	59
5.6. Difração de raios X.....	64
6. CONCLUSÃO.....	81
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	83
REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....	84

1. INTRODUÇÃO

Os aços avançados de alta resistência (AHSS, do inglês *Advanced High Strength Steel*) têm se tornado o foco das pesquisas para atender às necessidades das indústrias automobilísticas. Essas indústrias buscam materiais de elevada estampabilidade para a fabricação de formas complexas e ao mesmo tempo procuram materiais leves que possibilitem a redução do peso dos automóveis sem comprometer a segurança. Assim, os aços TWIP (do inglês *Twining induced plasticity*), do grupo dos AHSS, são materiais promissores para atender a esses requisitos devido à sua boa resistência mecânica conciliada à boa ductilidade. Os aços TWIP possuem alto teor de manganês em sua composição, em torno de 25%p., apresentam estrutura cristalina CFC (cúbica de face centrada) e uma única fase, a austenita, mesmo após elevada deformação e recozimento. Esses materiais possuem baixa EDE (Energia de defeito de empilhamento) e apresentam largas falhas de empilhamento que geram condições favoráveis à maclação mecânica. As maclas mecânicas são responsáveis pelas características dessas ligas, pois, os contornos de maclas, juntamente com os contornos de grãos, atuam como barreiras ao deslizamento das discordâncias que são barradas e causam o encruamento do material, elevando a resistência mecânica, porém reduzindo a ductilidade. Dessa forma, se faz necessário o recozimento, para reduzir a tensão gerada pelo acúmulo de discordâncias durante a deformação.

A densidade de discordâncias no metal exerce um papel essencial na resistência mecânica. Por isso, a determinação desta se torna primordial ao estudar o aço TWIP. Para realizar uma estimativa quantitativa da densidade de discordâncias existem diversas técnicas, dentre as mais utilizadas estão a Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET), o ensaio de dureza e difração de raios X. No entanto, a literatura não apresenta muitos trabalhos que mostram uma análise quantitativa a respeito da densidade de discordâncias no aço TWIP após a laminação e o recozimento. Dessa forma, o presente estudo tem como objetivo realizar uma abordagem quantitativa a este respeito, utilizando difração de raios X de alta intensidade. A evolução da microestrutura e da textura durante a deformação e recozimento também foram avaliadas. A laminação gerou uma textura de deformação no material. O recozimento posterior gerou as maclas de recozimento que contribuíram para a formação de uma textura mais aleatória.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

A presente pesquisa teve como objetivo analisar as mudanças na microestrutura e analisar quantitativamente a densidade de discordâncias durante a deformação e o tratamento térmico em um aço TWIP de alto teor de manganês.

2.2. Objetivos específicos

- Caracterizou-se a microestrutura após deformação e recristalização através da microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Analisaram-se as mudanças na textura após elevada deformação (80%) e recozimentos através de difração de raios X.
- Realizaram-se medidas quantitativas de densidade de discordâncias através de medidas de difração de raios X.

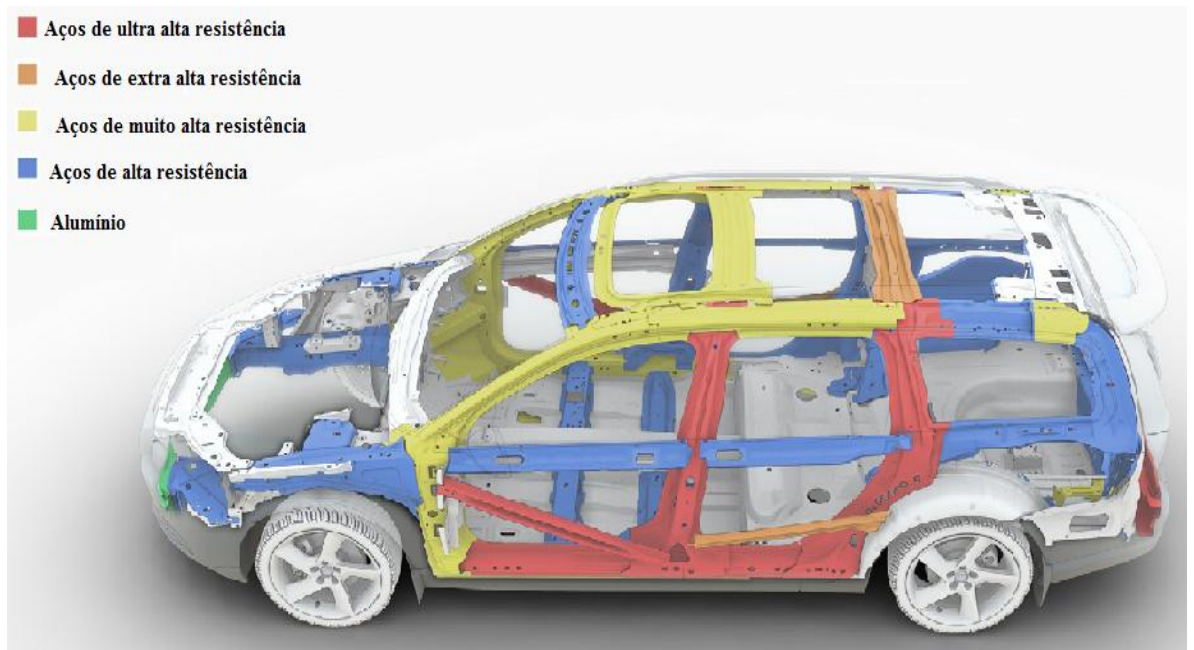
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Aços Avançados

As indústrias automobilísticas vêm buscando novos materiais que atendam às suas necessidades em um mercado cada vez mais exigente. Para isso, estudos (DAFÉ et al., 2016; RANA, et al. 2014; SUN et al., 2016; TANG et al., 2015) são realizados para o desenvolvimento de aços que possuem maior resistência mecânica combinada com boa ductilidade. Estes aços possibilitam a produção de automóveis mais leves, reduzindo assim o consumo de combustível e minimizando a emissão de gases que ocasionam o efeito estufa; além de conferir maior segurança aos passageiros devido à boa resistência ao impacto (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006). De acordo com Xiadong e colaboradores (1966), dentre as várias maneiras de reduzir a emissão de gases e o consumo de combustíveis, a redução do peso do veículo é a mais eficaz, pois a redução de 10% do peso acarretará na diminuição de 3 a 7% do consumo de combustível. Com base nessas necessidades, são desenvolvidos novos materiais que possam atender a essas exigências e que ainda tenham propriedades mecânicas desejáveis (BOUAZIZ et al., 2013; LESCH et al., 2017; RANA et al., 2014). Rana e colaboradores (2014) relatam que para satisfazer esses requisitos o foco das pesquisas está centrado em produzir aços de elevada estampabilidade. Porém, esta abordagem baseia-se na diminuição da espessura de um material, com a restrição de manter a resistência mecânica a um nível admissível. Neste contexto, os autores relatam que é possível diminuir o peso de um automóvel por meio da concepção de aços de menor densidade, já que assim seria possível manter a resistência mecânica necessária nas peças dos veículos.

Os novos materiais metálicos que estão sendo pesquisados para atender aos requisitos da indústria são os AHSS que possuem considerável resistência ao impacto e alto grau de recuperação elástica. A vantagem essencial dos AHSS é o fato de serem mecanicamente mais resistentes e manterem um nível de ductilidade aceitável; desta forma, absorvem mais energia durante o impacto, garantindo mais segurança e permitindo diminuir o peso da carroceria dos automóveis (LAMIKIZ et al., 2005; LESCH et al., 2017; XIADONG et al., 1966;). A Figura 1 mostra a utilização dessa classe de material na carroceria dos automóveis.

Figura 1- Utilização dos aços avançados na carroceria dos automóveis



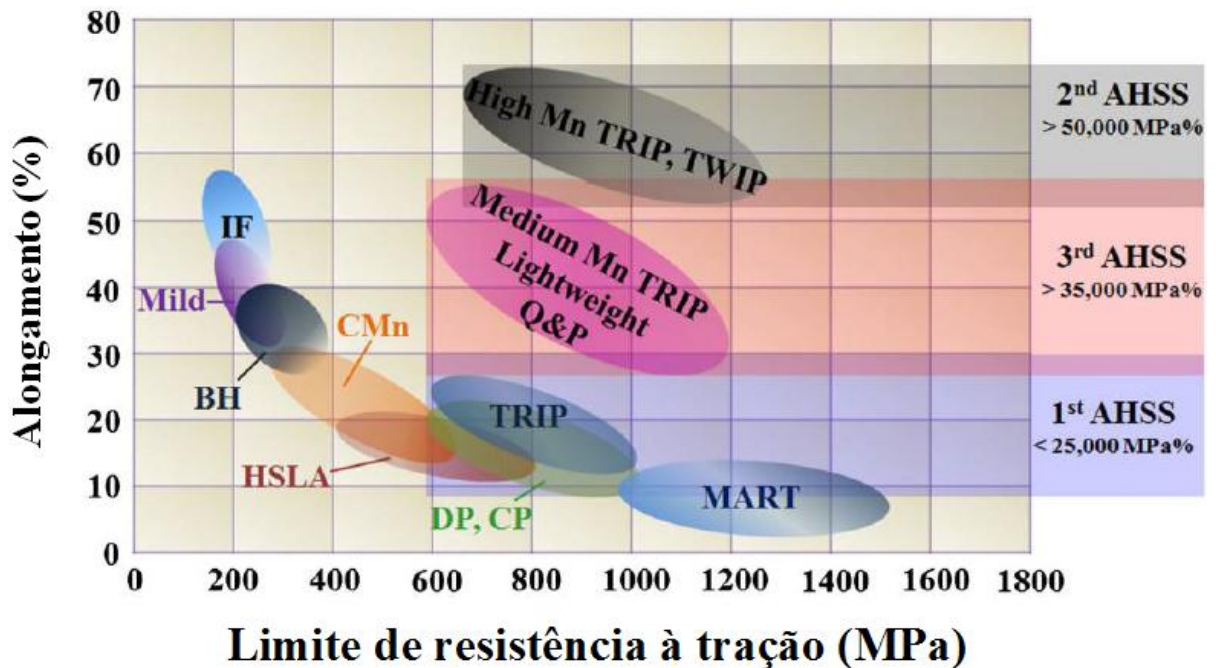
Fonte: ASGHARI et al. (2013).

Como pode ser visto na figura, os AHSS's, representados pela cor azul, compõem boa parte da estrutura do automóvel, devido à sua boa resistência mecânica.

Estes aços ainda possuem uma característica importante, que é a alta capacidade de endurecimento. Sua microestrutura pode ser multifásica, podendo incluir ferrita, martensita e austenita em porções suficientes para conferir ao material propriedades únicas (KELLER et al., 2017; TAMARELLI, 2011).

Comumente, os aços AHSS são categorizados em três gerações. Na primeira geração estão incluídos os aços DP (*dual phase*), CP (*complex phase*), os aços TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) de baixo teor de manganês e os aços MS (*Martensitic Steel*). Na segunda geração estão os aços TWIP do inglês *Twinning Induced Plasticity*, e TRIP, ambos com alto teor de manganês. A terceira geração inclui os aços TRIP com médio teor de manganês (BOUAZIZ et al., 2013; LEE; HAN, 2015;). A Figura 1 mostra os dados de alongamento total em função do limite de resistência à tração para as três gerações dos aços avançados de elevada resistência.

Figura 2- Dado de alongamento em função do limite de resistência a tração para as gerações dos aços AHSS.



Fonte: LEE; HAN (2015), adaptado.

Com base nesses dados, pode ser observado que os aços de primeira geração possuem elevada resistência, mas a ductilidade é relativamente baixa, o que limita sua aplicação em peças de automóveis com formas complexas. Os aços da segunda geração possuem resistência mecânica elevada, e alta ductilidade. Porém, o principal fator que restringe a sua utilização é o alto custo de produção, devido à alta concentração de elementos de liga e o custo de soldagem. A terceira geração de aços é caracterizada por um equilíbrio entre as propriedades mecânicas e os custos de produção (LEE ; HAN, 2015).

Dentre os aços avançados de segunda e terceira geração, destacam-se os aços TRIP e TWIP, que apresentam diferenças na composição química, principalmente com relação à concentração de manganês. O teor de manganês determina o efeito do aço, definindo assim, algumas propriedades e diferenciando os aços TRIP dos aços TWIP. Ligas com teor de manganês em torno de 25%p., normalmente, possuem efeito TWIP, ou maclação induzida por deformação, e os aços com teor mais baixo, em torno de 15%p., apresentam efeito TRIP, enquanto um aço com teor em torno de 20%p. apresenta os dois efeitos (BOUAZIZ et al., 2013; RADWAŃSKI et al., 2015). Os aços TRIP apresentam um aumento da plasticidade induzida pela transformação da austenita em martensita, proporcionando elevada resistência à tração e bom alongamento até a fratura. Essa transformação proporciona uma elevada taxa de

endurecimento do aço, permitindo que este suporte altos níveis de deformação. A estabilidade da austenita gerencia a transformação de fase. Em ligas com austenita menos estável, a transformação exige menor tensão que em ligas com a austenita mais estável. Essa estabilidade pode ser controlada através do teor dos elementos de liga. Em peças automotivas feitas de aço TRIP com a fase austenita estabilizada, esta fase permanece estável, até que ocorra um alto impacto, e ela se transforma em martensita, dessa forma, esses aços são utilizados em componentes que precisam de alta resistência ao impacto. Assim as propriedades mecânicas desejadas nesses aços são obtidas através da proporção apropriada de cada fase, da composição química e da morfologia (RADWAŃSKI et al., 2015; TAMARELLI, 2011; WROZYNA et al., 2016).

Um dos materiais que vem sendo estudado com o intuito em atender às necessidades da indústria é o aço TWIP, que tem como característica principal a formação de maclas induzidas por deformação. Estes aços são da família dos AHSS, os quais possuem uma boa combinação de resistência mecânica e ductilidade, sendo promissores em atender aos requisitos da indústria automobilística (BOUAZIZ et al., 2011; SILVA; MEI, 2006, TANG et al., 2015). Além da indústria automobilística, outros setores têm interesse na utilização desses aços devido às suas características peculiares, como por exemplo, a indústria aeronáutica e aeroespacial, pois, além de resistência mecânica e ductilidade, estes materiais possuem boa soldabilidade, tenacidade considerável e resistência à fadiga (SILVA; MEI, 2006).

Os aços TWIP possuem maior teor de manganês em sua liga e apresentam um aumento da plasticidade induzida por meio da formação de maclas (*twins* do inglês), o que confere a eles propriedades diferentes daquelas encontradas nos aços TRIP. Estudos recentes mostram que o efeito TWIP é mais benéfico para melhorar a ductilidade do material, enquanto o TRIP é mais desejável para aumentar a resistência mecânica. O aço TWIP é mais utilizado para fabricação de componentes de formas mais complexas, devido à sua elevada ductilidade (COOMAN et al., 2018; LI et al., 2011b; WROZYNA et al., 2016).

3.2. Aços TWIP

O aço TWIP foi descoberto por Robert Hadfield, juntamente com seu colega de trabalho Howe, em 1888. Em 1928, Hall e Krivobok delinearão a microestrutura do aço TWIP, demonstrando que uma microestrutura totalmente austenítica foi adquirida apenas após um tratamento térmico a uma temperatura superior a 500°C, seguido por um resfriamento rápido. Em 1935, Chevenard supôs que havia a formação de uma fase mais dura durante a

deformação deste material. Em 1936 Tofaute e Linden demonstraram que o teor de carbono e manganês é importante para estabilizar a austenita. Uma fase hexagonal foi descoberta por Schmidt em ligas de Fe-Mn com teores de manganês entre 12 e 29%p. Na década de 1950 pesquisadores observaram um encruamento no aço TWIP e a ausência de martensita, confirmando esta hipótese por meio da difração de raios X. A presença de defeitos planares foi observada por meio de microscopia ótica, sugerindo a ocorrência de maclas, fato que foi confirmado alguns anos mais tarde por microscopia eletrônica de transmissão. Assim, um aço TWIP é caracterizado pela plasticidade induzida por maclas, e por apresentar uma microestrutura completamente austenítica à temperatura ambiente (BOUAZIZ et al., 2011).

O aço TWIP faz parte da segunda geração dos aços avançados. O elevado teor de manganês é fator responsável pela estabilidade da austenita à temperatura ambiente, o que concede ao material elevada ductilidade aliada à alta resistência (COOMAN et al., 2018; GRÄSSEL, 1997; TAMARELLI, 2011). Para garantir elevada resistência e alongamento uniforme associado à plasticidade induzida por maclação, além do manganês, se faz necessária à adição de outros elementos de liga. Tais elementos podem ser o silício, o carbono e o alumínio, podendo ter os seguintes teores: 15 a 30%p. de Mn; até 3%p. de Si; até 3%p. de Al e de 0,02 a 0,6%p. de C (FROMMEYER, 2003). As propriedades mecânicas desejadas nesses aços podem ser obtidas pela combinação da composição química do material e da temperatura de deformação (RANA et al., 2014; WEIDNER et al., 2013).

O manganês é o principal elemento de liga no aço TWIP e a sua função é estabilizar a fase austenita, e assim, em temperatura ambiente, o aço apresenta uma microestrutura monofásica. Outras funções primordiais do Mn são controlar a EDE (energia de defeito de empilhamento) e restringir a transformação martensítica, favorecendo o mecanismo de maclação, melhorando a ductilidade (LI et al., 2011a). Um alto teor de manganês, além de consolidar a austenita à temperatura ambiente, influencia na resistência à tração e restringe o ferromagnetismo (BAIK et al., 2001; COOMAN et al., 2018; SANTOS et al., 2011).

Para alcançar um endurecimento desejável no aço, o carbono é um elemento essencial e ele também estabiliza a austenita, inibindo a transformação martensítica e aumenta o parâmetro de rede. A dureza e a resistência à tração de um aço se elevam de acordo com o aumento do teor de carbono, até 0,85%p. Porém, a ductilidade e a soldabilidade reduzem proporcionalmente ao aumentar o teor desse elemento (CHEN, 2013; COOMAN et al., 2018).

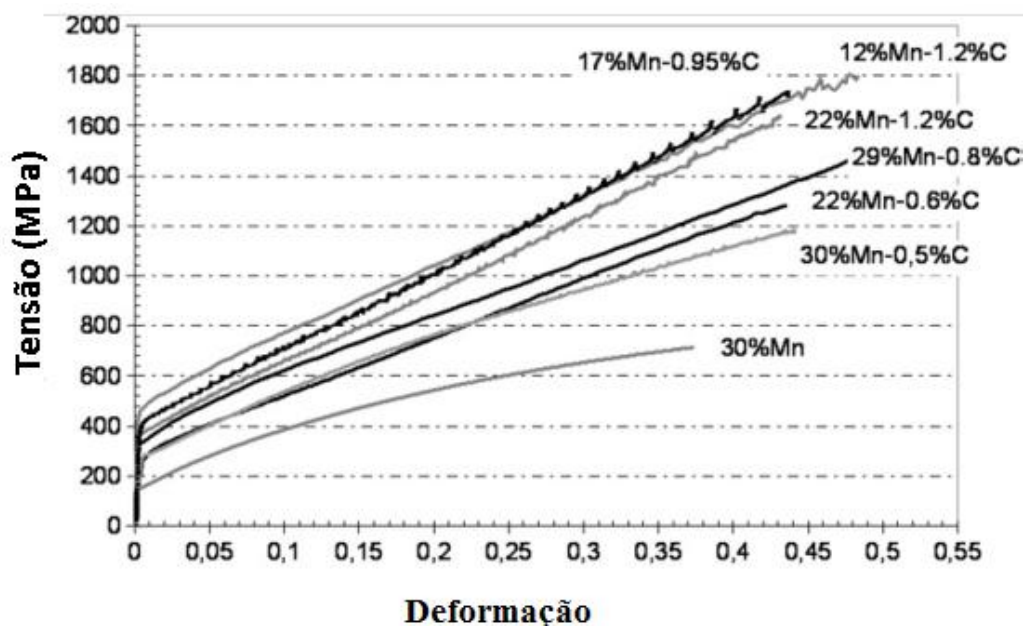
Com relação ao alumínio, este também pode restringir a transformação de fase, permitindo assim a deformação por maclação e, conseqüentemente, aumentar a plasticidade e a resistência do aço TWIP, além de reduzir a densidade (BHADESHIA; HONEYCOMBE,

2006; GRÄSSEL et al., 2000). Porém, grandes concentrações de alumínio podem dificultar os processos de fundição e soldagem, mas é possível reduzir a quantidade de alumínio, ajustando os teores de manganês e carbono, sem comprometer as propriedades mecânicas (COOMAN et al., 2018; RANA et al., 2014; SUH et al., 2013).

O silício pode ajudar no efeito de endurecimento do aço e de reduzir a EDE, o que favorece a transformação da austenita para martensita e aumenta a resistência do aço. Assim como o alumínio, também auxilia na redução da densidade do aço (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006; VERCAMMEN, 2004). O silício também pode modificar a solubilidade do C na austenita, restringindo o efeito desse elemento nas propriedades mecânicas do aço (CHEN, 2013). Além disso, altos teores de silício e carbono nos aços podem dificultar a soldagem (BAIK et al.; 2001; COOMAN et al., 2018).

A Figura 3 mostra o comportamento, em temperatura ambiente, da curva tensão e deformação para ligas com diferentes teores de manganês e carbono.

Figura 3 - Curvas tensão-deformação para ligas com diferentes teores de Mn e C.



Fonte: BOUAZIZ et al. (2011), adaptado.

Como pode ser observado na Figura 3, o comportamento mecânico do aço com 30% em peso de Mn é diferente das outras ligas. Tal comportamento pode ser explicado pelo fato de que não há uma formação significativa de maclação mecânica nessa liga durante a deformação a frio e essa liga ainda apresenta células de discordâncias bem desenvolvidas.

Tais fatores podem ocorrer devido à ausência de carbono na liga, o que demonstra que o carbono é um elemento essencial no desencadeamento da maclação mecânica. Nas outras ligas, o comportamento da curva mostra extensa maclação mecânica (BOUAZIZ et al., 2011).

A maclação mecânica atua aumentando a resistência mecânica dos aços TWIP e tal comportamento pode ser afetado por tratamento térmico. Estudos demonstram que, com o aumento da temperatura de tratamento térmico, o limite de elasticidade e a resistência à tração aparentemente diminuem, enquanto o alongamento total e plasticidade são melhorados. A taxa de resfriamento no aço após um tratamento térmico é de extrema importância para garantir a estabilidade da austenita (SANTOS et al., 2011; MI et al., 2009; COOMAN et al., 2018). Os defeitos cristalinos e o tamanho de grão também afetam a estabilidade desta fase. As características mecânicas desse aço estão amplamente relacionadas com as maclas e os defeitos na rede cristalina, como as discordâncias e as falhas de empilhamento (ALLAIN et al. 2004; COOMAN et al., 2018).

3.3. Mecanismos de deformação nos aços TWIP

Os aços TWIP são caracterizados pela baixa EDE que ativa a maclação mecânica durante a deformação a frio melhorando a resistência mecânica desses materiais (YANUSHKEVICH et al., 2016).

A deformação plástica em um material pode ocorrer de quatro maneiras diferentes: deslizamento de planos causado por movimentação de discordâncias, maclação mecânica, difusão e transformações de fases acompanhadas de grande variação de volume (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006). No aço TWIP, os mecanismos frequentes são o deslizamento das discordâncias e a maclação (CHOI et al., 2017).

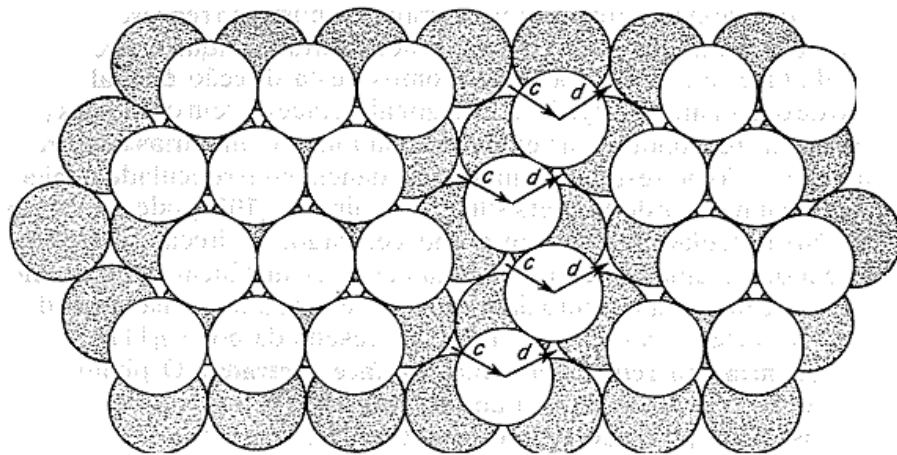
3.3.1. Deformação por movimentação de discordâncias

Deformação plástica é a passagem do estado não deslizado para o deslizado e essa transição não se dá simultaneamente em todo o material (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006; SUN et al., 2016). A deformação plástica normalmente acontece nos metais pelo deslizamento de blocos do cristal uns sobre os outros (DIETER, 1981; SUN et al., 2016). O escorregamento acontece segundo planos e direções cristalográficas preferenciais, sendo os planos aqueles de maior densidade atômica e mais espaçados entre si e as direções aquelas mais compactas dentro desses planos. No caso de uma liga CFC, os planos preferenciais são

os da família $\{111\}$ e as direções são as da família $\langle 110 \rangle$ (CHOI et al., 2017; HULL; BACON, 2011).

A força de cisalhamento no início da plasticidade do metal é muito pequena ao comparar-se à sua resistência teórica. Dessa forma, é possível concluir que o mecanismo responsável pelo escorregamento não é o simples deslizamento de planos uns sobre os outros. A explicação para isso é que os materiais reais possuem defeitos em sua rede cristalina que tendem a acumular-se nos planos de deslizamento (HULL; BACON, 2011; SUN et al., 2016). O defeito responsável pelo deslizamento, fenômeno pelo qual se deformam a maioria dos metais sob baixas temperaturas é a discordância (HULL; BACON, 2011; SHIMOKAWA; KITADA, 2014). As discordâncias são muito frequentes nos metais e são importantes para entender o comportamento mecânico dos sólidos cristalinos (HULL; BACON, 2011). Uma discordância na estrutura CFC pode dividir-se em duas discordâncias parciais, como representadas na Figura 4.

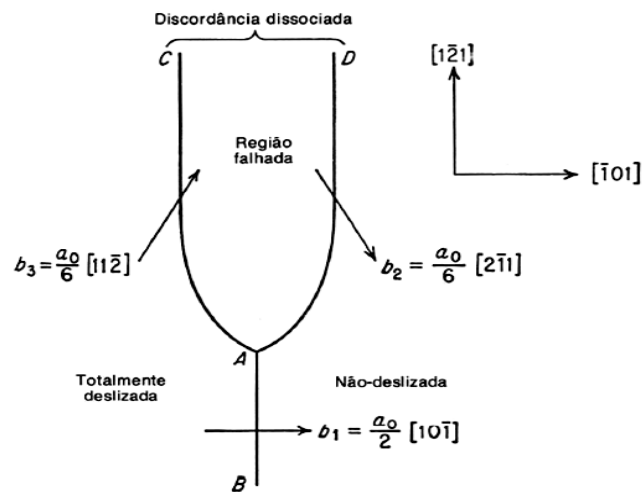
Figura 4- Discordância dissociada em uma estrutura CFC



Fonte: REED HILL (1982).

Conforme a Figura 4, o arranjo dos átomos em zigue-zague, no centro da ilustração, mostra uma discordância dissociada, ao qual esta fileira tem uma discordância incompleta à direita e à esquerda, as letras c e d mostram as sequências de empilhamento (REED HILL, 1982). Essa dissociação de discordâncias foi suposta por Heideneich e Shockley, por isso este arranjo é conhecido como parciais de Shockley, como mostra a Figura 5.

Figura 5- Representação das parciais de Shockley

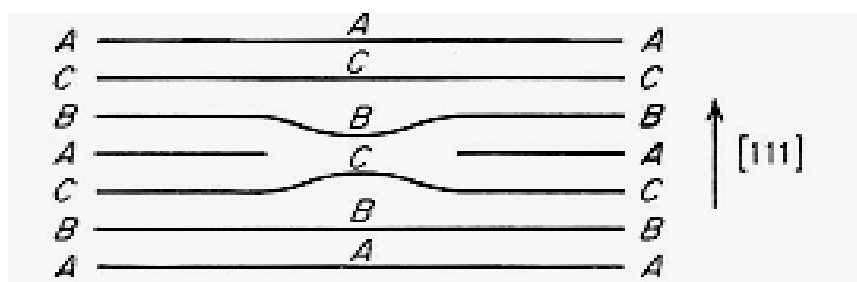


Fonte: DIETER (1981).

As parciais representadas na Figura 5 são discordâncias imperfeitas que não produzem translações completas na rede. Conforme a figura, uma discordância perfeita é representada por AB, com o vetor de Burgers b_1 . Essa se dissocia em duas parciais AD e AC, com vetores de Burgers b_2 e b_3 , respectivamente. A dissociação das discordâncias pode ocorrer independentemente se ela for aresta, espiral ou mista (HULL; BACON, 2011).

Nos metais de estrutura CFC, ainda foi verificado por Frank que há a possibilidade de existir outro tipo de discordância parcial, Figura 6. A ilustração mostra um arranjo de planos (111) visto de lado, percebe-se que está faltando uma parte no centro do plano A, mostrando que neste ponto se formou uma discordância do tipo aresta, chamada de discordância parcial de Frank (HULL ; BACON, 2011; DIETER, 1981.). A discordância parcial de Frank é a linha limite de uma falha formada pela remoção ou inserção de uma camada de átomos. Essa parcial não pode mover-se por deslizamento, apenas por difusão de átomos ou lacunas, por isso é também chamada de discordância bloqueada.

Figura 6 - Discordância parcial de Frank



Fonte: HULL; BACON (2011).

Esse tipo de discordância se torna um obstáculo para a movimentação das demais discordâncias, contribuindo para o encruamento do material (DIETER, 1981; HULL; BACON, 2011).

Durante a deformação, as discordâncias se movimentam através do metal e para produzir uma deformação plástica significativa são necessárias muitos desses defeitos. Então, macroscopicamente, a deformação plástica é a soma de todas as pequenas deformações, causadas pela passagem de um elevado número de discordâncias (HULL; BACON, 2011). Se não houver obstáculos durante a movimentação, uma discordância pode se deslocar facilmente sob a ação de uma pequena força aplicada (HULL; BACON, 2011; SHIMOKAWA; KITADA, 2014).

Uma discordância aresta se movimenta pelo cristal sob a ação de uma tensão cisalhante; quando esta atinge a superfície livre, é então formado um degrau, ou uma banda de deslizamento. Esse tipo de discordância desliza perpendicularmente ao seu comprimento, mas ela também pode se movimentar pelo processo de escalagem. Uma discordância em espiral não possui planos preferenciais, e por isso ela tem menos restrição ao movimento do que a discordância aresta; porém, ela não é capaz de realizar escalagem (DIETER, 1981; HULL; BACON, 2017; REED HILL, 1982).

Os cristais deformados possuem inúmeras discordâncias que podem interceptar aquelas que cruzam o seu plano de deslizamento em vários ângulos. A interseção de discordâncias aresta forma degraus que podem escorregar de forma livre, pois estão nos planos de deslizamento das discordâncias originais (DIETER, 1981; REED HILL, 1982). A diferença entre uma discordância aresta comum e uma com degrau é que a primeira desliza ao longo de um único plano, enquanto a segunda o faz por escalonamento. Assim, a presença de degraus não afeta o movimento das discordâncias arestas puras. No entanto, os degraus formados em uma discordância espiral devem realizar um movimento tal como a escalagem. Como a escalagem de discordâncias é dependente da temperatura, o movimento de uma discordância espiral com degraus é termicamente ativado. Nas temperaturas em que a escalagem não ocorre, o movimento das discordâncias espirais será travado pelos degraus, por isso, as discordâncias espirais com degrau têm seu movimento mais lento que as do tipo aresta (DIETER, 1981; REED HILL, 1982; VERCAMMEN et al., 2004).

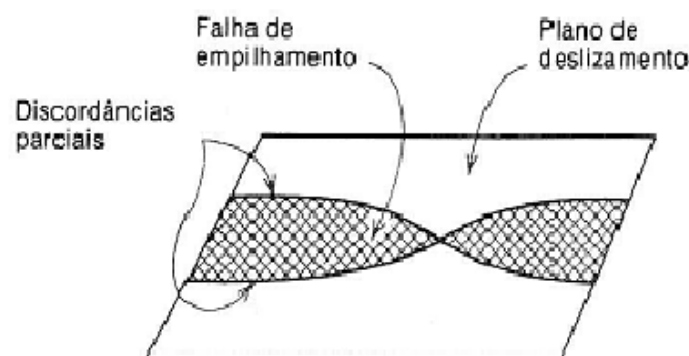
As discordâncias estão inteiramente ligadas com outro tipo de defeito, a falha de empilhamento. Pois segundo Nava e Castillo (2017), as falhas de empilhamento se formam pela dissociação das discordâncias em parciais de Shockley. Quando uma discordância se dissocia em parciais de Shockley, a energia necessária para a deformação diminui e existe

uma força de repulsão que causa a separação dessas parciais, fazendo com que outros planos fiquem em zigue-zague. Dessa forma, os átomos que formam essas discordâncias possuem uma sequência de empilhamento diferente dos demais, estas descontinuidades são chamadas de falhas de empilhamento (DIETER, 1981; REED HILL, 1982). Se uma falha de empilhamento finaliza dentro do cristal, seus contornos darão origem às parciais do tipo de Shockley (o vetor de Burgers situa-se no plano da falha) ou do tipo de Frank (vetor perpendicular à falha). Em um material CFC podem ocorrer dois tipos de falha de empilhamento: intrínseca e extrínseca, sendo ambas produzidas pelo escorregamento das parciais de Shockley (COOMAN et al., 2018; DIETER, 1981; HULL; BACON, 2011; REED HILL, 1982).

Nas discordâncias parciais, Figura 7, existe uma força de repulsão que tende a separá-las, devido ao fato de que os átomos ocupam uma posição diferente daquela que deveriam ocupar caso o reticulado fosse perfeito. Tal efeito é equilibrado pela tensão superficial da falha de empilhamento que tende a juntá-las, essa tensão é chamada de energia de falha de empilhamento, ou energia de defeito de empilhamento (EDE) (DIETER, 1981; REED HILL, 1982).

A EDE determina o tamanho de uma discordância propagada, pois quanto maior é a distância entre as discordâncias parciais, menor é a energia que tende a juntar os átomos e maior é a energia superficial total (MARTIN et al., 2016). Quanto menor é a EDE, menor é a mobilidade das discordâncias. Isso ocorre porque as parciais de Shockley estão mais afastadas entre si, dificultando o escorregamento. Assim, as discordâncias percorrem distâncias maiores e a sua distribuição no cristal é mais homogênea (COOMAN et al., 2018; DIETER, 1982 ; PADILHA; SICILIANO JÚNIOR, 2005; REED HILL, 1981).

Figura 7- Modelo esquemático de uma falha de empilhamento



Fonte: DIETER (1981); REED HILL (1982).

Nos metais de alta EDE, as parciais estão mais próximas e a energia repulsiva tende a ser maior. Neste caso, as discordâncias percorrerão distâncias menores, facilitando o escorregamento. Um metal de alta EDE, ao ser deformado, apresenta menor densidade de discordâncias do que um metal de baixa EDE, pois no primeiro há maior possibilidade de rearranjo e aniquilação de discordâncias (COOMAN et al., 2018; DIETER, 1982 ; PADILHA; SICILIANO JÚNIOR, 2005; REED HILL, 1981).

Os metais CFC possuem elevada simetria e 12 sistemas de escorregamento possíveis, por isso, existem diversas alternativas para ocorrer o deslizamento nesses materiais. Porém, em alguns casos, esse deslizamento se torna restrito, fazendo com que os átomos busquem uma alternativa para se movimentar quando sofrem tensão de deformação (CHOWDHURY et al., 2017). Esse segundo mecanismo de deformação, chamado maclação, será discutido no item 3.3.2. O aprimoramento da resistência à tração e ductilidade é atribuído à ativação de mecanismos de deformação adicionais.

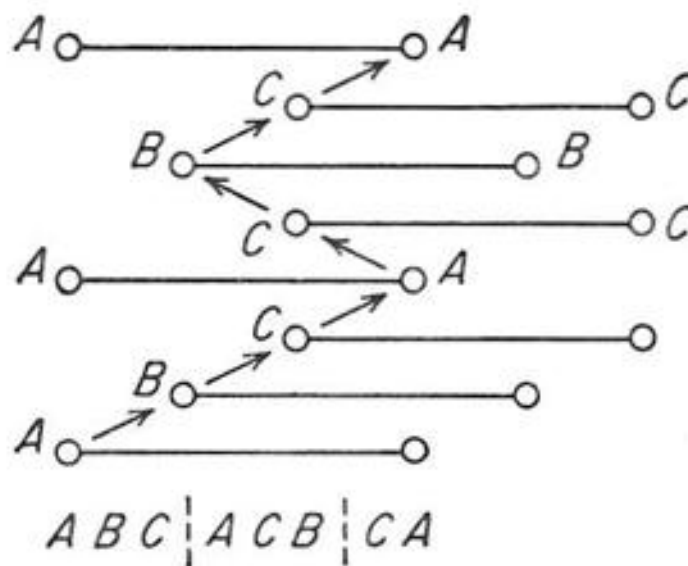
3.3.2. Deformação por maclação

Há situações em que a deformação plástica por movimentação de discordâncias se torna difícil, como em metais que possuem poucos sistemas de escorregamento ou durante deformação em alta velocidade ou em baixa temperatura. O deslizamento também pode se tornar difícil quando o mesmo é bloqueado por interseções de discordâncias, contornos de grãos e subgrãos ou maclas mecânicas já presentes no metal. Nestes casos, há uma maneira alternativa de deformação, chamada maclação mecânica (CHOI et al., 2017; CHOWDHURY et al., 2017). A maclação ocorre essencialmente em metais que foram deformados por deslizamento, pois a deformação plástica faz com que os grãos acomodem tensões, ativando o sistema de maclação. A boa relação entre resistência e ductilidade dos aços TWIP se devem à ativação desse mecanismo de deformação (HULL; BACON, 2011; LU et al., 2011; VERCAMMEN 2004). A maclação mecânica é dependente do tamanho do grão, pois quando esses são menores pode ocorrer a restrição desse mecanismo (COOMAN et al., 2018). Assim como o deslizamento, a maclação acontece como resultado de tensões aplicadas ao material (CHOI et al., 2011). Tal mecanismo ocorre quando uma região do cristal é reorientada de forma simétrica em relação ao restante da rede cristalina, sendo então a região maclada uma imagem especular da matriz, ao qual o plano de maclação é o plano de simetria que as separa (DIETER, 1981; HULL; BACON, 2011; PADILHA; SICILIANO JÚNIOR, 2005; REED

HILL, 1982). A Figura 8 apresenta o modelo esquemático de uma falha de empilhamento em um material CFC.

Em um metal CFC, como mostra a Figura 8, a sequência de empilhamento $ABC\ ACB\ CA$ é chamada de falha de empilhamento extrínseca, ou ainda, falha de macla, ao qual, como observado, as três camadas ACB formam a macla, onde observa-se que essa camada está em posição oposta à primeira camada. Desta forma, nesses aços, as falhas de empilhamento extrínsecas podem ser consideradas como maclas submicroscópicas, de tamanhos atômicos (DIETER, 1981). Essas falhas de empilhamento nos metais CFC são muito favoráveis energeticamente, por isso, esses materiais quando deformados apresentam poucas possibilidades de formar maclas mecânicas de tamanhos maiores (ALLAIN et al. 2004; DIETER, 1981; ZHOU et al., 2016). Estudos realizados por Choudhury e colaboradores (2017) mostraram que, nos aços TWIP, a fração de maclas de escala nanométrica é significativa, principalmente nos primeiros estágios da deformação.

Figura 8- Modelo esquemático de uma falha de macla no metal CFC

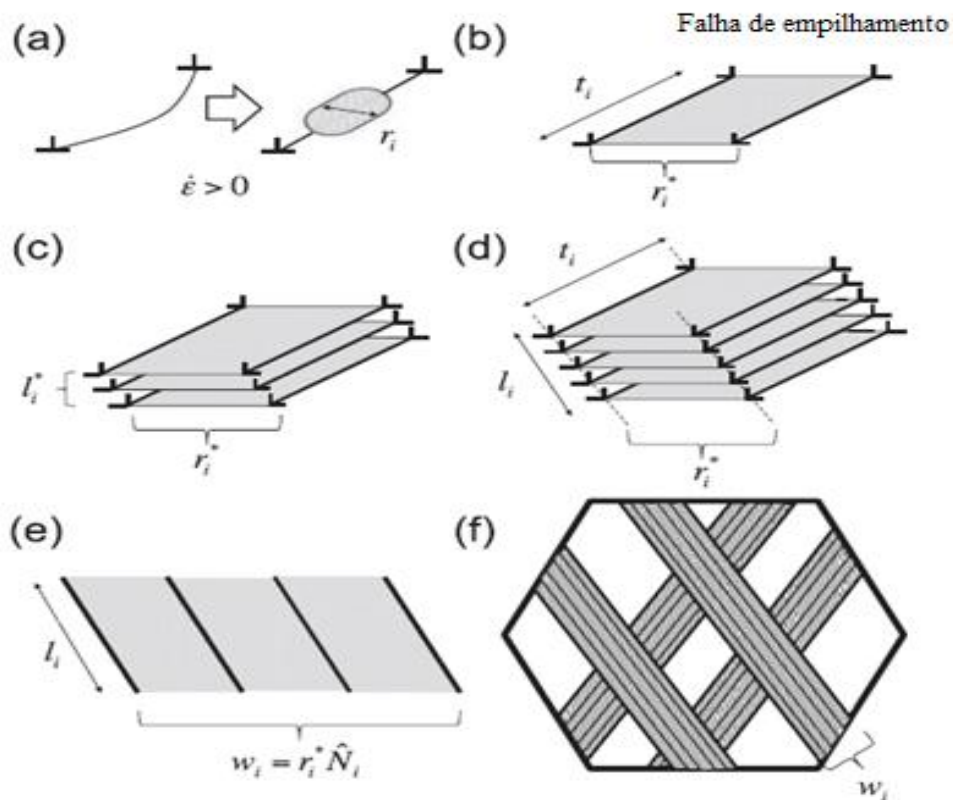


Fonte: Dieter (1981)

Wei e colaboradores (2014) e Tang e colaboradores (2015) observaram nos metais CFC estruturas ordenadas de nanomaclas sobrepostas, com largura e contornos bem definidos. Eles também relataram que não só a densidade de maclas aumenta com a tensão, mas também sua largura média, que aumenta com a sobreposição de nanomaclas adicionais. Esses resultados mostram que as estruturas das micromaclas consistem em sequências periódicas dispostas ordenadamente de estruturas em escala nano (embriões) e que as bandas crescem por sobreposição desses embriões adicionais (NAVA; CASTILLO, 2017). Tang e colaboradores (2015) observaram ainda que o aumento da taxa de deformação faz com que vários sistemas de maclas sejam nucleados com orientações diferentes, dividindo e refinando os grãos mais grosseiros.

A Figura 9 mostra o mecanismo de formação de maclas.

Figura 9 - Representação esquemática da formação de maclas



Fonte: NAVA; CASTILLO (2017), adaptado.

De acordo com a Figura 9 (1971, *apud* NAVA; CASTILLO, 2017), quando se aplica uma tensão em um material, uma discordância perfeita se dissocia e forma uma falha de empilhamento de largura r_i , Figura 9a. À medida que a tensão aumenta, o tamanho da falha cresce até atingir uma largura crítica r_i^* , Figura 9b. Neste estágio, a espessura da falha de empilhamento t_i é de aproximadamente 100 nm. Então, várias falhas de empilhamentos n_i são justapostas em planos adjacentes e formam um embrião, com largura crítica r_i^* , e comprimento l_i^* . Este processo ajuda na redução do excesso de concentração de tensão e discordâncias acumuladas. A Figura 9c mostra essa disposição para o caso de maclas. A Figura 9d mostra que a extensão do embrião l_i aumenta e se propaga pelos interiores dos grãos pela sobreposição de falhas de empilhamento em planos adjacentes.

Quando a estrutura se forma completamente, sua largura w_i aumenta juntamente com o desenvolvimento de embriões adjacentes de largura r_i^* constante, Figura 9e. Isso significa que $w_i = r_i^* \hat{N}_i$ onde \hat{N}_i é o número de embriões em uma banda. O aumento da fração de maclas aumenta quando se formam sobreposições de novos embriões, formando assim microbandas, Figura 9f. A largura crítica para formar um embrião depende da EDE e pode ser estimada quando um valor crítico para a energia de formação é alcançado.

A EDE é de grande importância no processo de maclação, pois sua magnitude controla a predisposição do deslizamento cruzado, logo, diferentes mecanismos de deformação podem ser ativados em diferentes estágios. A maclação mecânica ocorre se a EDE estiver entre 15 e 30 mJm^{-2} (MARTIN et al., 2016; NAVA; CASTILLO, 2017). À medida que a EDE é reduzida, a maclação mecânica é ativada, pois, as falhas de empilhamento se tornam mais espaçadas, dificultando o deslizamento cruzado (VERCAMMEN et al., 2004). Experimentos relatados por Boauziz e colaboradores (2011) mostraram que a EDE baixa é uma condição essencial, mas não suficiente para a maclação. Pois, eles observaram que um metal Fe-30Mn de baixa EDE se deforma apenas por movimentação de discordância, enquanto outros metais com 22%Mn, 17%Mn, e 12%Mn se deformam por ambos os mecanismos, apesar dos aços apresentarem valores semelhantes para a EDE. Porém, um fato importante observado em seus experimentos é que a liga com 30%p. de Mn não continha carbono, destacando a influência dos elementos de liga na maclação mecânica.

Nezhadfar e colaboradores (2015) e Boauziz e colaboradores (2011) observaram que mudanças na composição da liga ativam diferentes mecanismos de deformação e que o teor de carbono pode ser um parâmetro importante na ocorrência da maclação. Assim como em outros mecanismos de escorregamento, pois ele atua como obstáculo para o movimento das discordâncias. Vercammen e colaboradores (2004) relataram em suas pesquisas que a

maclação mecânica ocorre em aços CFC quando o teor de manganês é em torno de 25% em peso, o teor de silício é entre 2 e 3% p., o teor de alumínio em torno de 3%p. e baixo teor de carbono.

Até 1957 acreditava-se que em metais CFC não ocorressem maclas mecânicas, a partir das observações de maclas no cobre deformado feitas por de Blewitt, Coltman e Redman, passou-se a estudar a maclação nestes materiais e pôde ser observado em várias ligas CFC (VERCAMMEN et al., 2004). Thang e colaboradores (2005, *apud* Zhou, 2016) observaram maclas de deformação em um aço Fe-0,07C-23Mn-3,1Si-2,8Al de estrutura CFC. Os autores observaram que após o material ter sido deformado sob altas taxas, houve um elevado número de maclas mecânicas, sugerindo assim que as maclas foram nucleadas em diferentes orientações com o aumento da taxa de deformação. Zhou e colaboradores (2016) também observaram maclas mecânicas em um metal CFC. Eles relatam em seus trabalhos que sob certa taxa de deformação, as maclas apresentam uma única orientação. Mas à medida que a taxa vai aumentando, as maclas vão se cruzando dentro dos grãos austeníticos, concluindo assim que a taxa de deformação tem forte influencia no processo de maclação. Allain e colaboradores (2004) confirmam este fato ao dizerem que com o aumento da tensão, a fração volumétrica das maclas aumenta, enquanto a distância média entre elas é diminuída, reduzindo assim o caminho médio de movimentação das discordâncias. Em metais que possuem muitos sistemas possíveis de deslizamento, a maclação não é um mecanismo de deformação dominante, e nestes casos, ela só acontece quando esses sistemas são bloqueados, ou quando a tensão de cisalhamento é elevada (CHOI et al., 2017; DIETER, 1981).

Além das maclas mecânicas os metais de estrutura CFC podem apresentar maclas de recozimento e a presença destas indica que o material foi deformado anteriormente, pois elas crescem a partir de embriões introduzidos pela deformação. As maclas de recozimento ocorrem com mais frequência em metais de baixa e média EDE, como os metais CFC, por exemplo, e são raras nos metais CCC e de alta EDE (VERCAMMEN et al., 2004).

A deformação plástica é um método utilizado para aumentar a resistência mecânica dos aços TWIP, e durante esse processo, ocorre o encruamento do material, mas também ocorre a redução de sua ductilidade. Para reverter essa perda da ductilidade, é necessário que seja realizado o recozimento, que através dos mecanismos de recuperação e recristalização será possível obter a conciliação entre a resistência mecânica e ductilidade (YANUSHKEVICH et al., 2016). A maclação, juntamente com as discordâncias, é um mecanismo importante para a recristalização, pois os contornos de maclas bloqueiam a movimentação das discordâncias causando o encruamento do material, que é a força motriz

para a recristalização. Além disso, as interseções das maclas são locais preferenciais para a nucleação de novos grãos durante o recozimento (CHOI et al., 2011).

3.4. Recuperação, recristalização e crescimento de grãos.

Durante a deformação a frio, parte da energia gerada é eliminada na forma de calor e outra parte é armazenada no material sob a forma de discordâncias. A fração de energia retida aumenta com o grau de deformação, aumentando assim a densidade de discordâncias e causando o encruamento no material (HULL; BACON, 2011). Neste contexto, a tensão necessária para produzir a movimentação das discordâncias aumenta à medida que a deformação é elevada e esse aumento da tensão necessária para iniciar o escorregamento é chamado de encruamento. Este é causado por barreiras que dificultam a movimentação de discordâncias, tais como partículas de precipitados, átomos de soluto, maclas mecânicas, ou até mesmo as próprias discordâncias. Um metal encruado sofre mudanças nas suas propriedades mecânicas e físicas, como aumento das resistências mecânica e elétrica e redução da ductilidade. Tais modificações podem ser revertidas por meio de tratamento térmico (HUMPREYS; HATHERLY, 2004). Durante o tratamento térmico podem ocorrer alterações na microestrutura do metal deformado de forma a reduzir a energia armazenada durante a deformação. Os processos que ocorrem podem ser divididos basicamente em recuperação, recristalização e crescimento de grãos (PADILHA; SICILIANO JÚNIOR, 2005).

A recuperação envolve a reorganização das discordâncias em arranjos menos energéticos e na aniquilação de discordâncias de sinais opostos (HULL; BACON, 2011; HUMPREYS; HATHERLY, 2004; REED HILL, 1982; SALEH et al., 2013; ZAMANI et al., 2017). A recuperação restaura principalmente as propriedades físicas, pois a estrutura das discordâncias não é completamente removida (HUMPREYS; HATHERLY, 2004; YANUSHKEVICH et al., 2016). A proporção de recuperação depende dos elementos de liga, da EDE e da taxa e temperatura de deformação. Materiais altamente deformados a frio possuem maior quantidade de energia armazenada, resultando em um maior potencial para a recuperação (POLIAK; JONAS, 2003). Em metais de alta EDE, a recuperação ocorre facilmente, uma vez que as discordâncias têm alta mobilidade e se rearranjam e aniquilam com facilidade. Em materiais de baixa EDE, ocorre pouca recuperação e neste caso, dependendo da temperatura, antes do fim da recuperação e formação de subgrãos pode

ocorrer a recristalização (HUMPREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JÚNIOR, 2005).

Quando um metal altamente deformado a frio é tratado termicamente, começam a se formar, na estrutura recuperada, novos grãos com baixa densidade de discordâncias, esse processo é denominado recristalização (HULL; BACON, 2011; HUMPREYS; HATHERLY, 2004). A recristalização ocorre por nucleação e crescimento dos núcleos. A nucleação é o estágio inicial da recristalização e ocorre quando há um embrião pré-existente e a partir deste ocorre a formação e a migração de contornos de alto ângulo (NEZHADFAR et al., 2015; PADILHA; SICILIANO JÚNIOR, 2005; REED HILL, 1982). Os novos grãos gerados pela recristalização são nucleados em regiões de alta energia como interseções de maclas, de linhas de escorregamento e próximo aos contornos de grão (NEZHADFAR et al., 2015; YANUSHKEVICH et al., 2016;). A nucleação pode ocorrer por migração de contornos de grão induzida por deformação, por migração de contornos de baixo ângulo e por coalescimento de subgrãos (PADILHA; SICILIANO JÚNIOR, 2005; REED HILL, 1982). O crescimento das regiões livres de deformação elimina os defeitos através da migração de contornos de alto ângulo, reduzindo a dureza ou a resistência mecânica do material e elevando a ductilidade (LIU et al., 2010; SALEH et al., 2013). A velocidade com que a recristalização ocorre é dependente da velocidade com que são formados os núcleos e a agilidade com que eles crescem. Esses dois parâmetros definem o tamanho final do grão recristalizado. Se os núcleos rapidamente são formados, mas cresce lentamente, o grão recristalizado será menor; porém, se a nucleação for mais lenta do que a velocidade de crescimento, o grão será maior (PADILHA; SICILIANO JÚNIOR, 2005; REED HILL, 1982). É importante salientar que a recuperação pode perdurar durante o estágio da recristalização naquelas regiões que ainda não tenham sido recristalizadas (HUMPREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JÚNIOR, 2005; REED HILL, 1982). Durante a recristalização, a força motriz para a migração de contornos vai reduzindo e os mecanismos de recuperação e recristalização entram em competição. Alguns fatores podem influenciar essa competição, como o grau e a temperatura de deformação, a temperatura de recozimento, a tensão aplicada, a velocidade de aquecimento e a EDE (HUMPREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JÚNIOR, 2005). Além da recuperação que pode reduzir o potencial termodinâmico para a ocorrência da recristalização, outros fatores são importantes para a recristalização como a taxa de deformação, a composição do material, o tamanho do grão inicial, a temperatura e o tempo de recozimento e a EDE (PADILHA; SICILIANO JÚNIOR, 2005). O número de núcleos formados para a recristalização pode aumentar com o aumento da quantidade de deformação.

Assim, quanto maior o grau de deformação mais rápido é o processo de recristalização, e menor é o tamanho do grão recristalizado (YANUSHKEVICH, et al. 2106).

A recristalização ocorrerá mais rapidamente em metais mais puros. Isto mostra que a temperatura de recristalização depende da presença de soluto no material, onde pequenas quantidades de soluto em uma liga podem aumentar a temperatura de recristalização. Liu e colaboradores (2010) observaram que a composição do material tem um papel importante na recristalização dos aços TWIP. Eles compararam o processo de recristalização de uma liga contendo 24% p. de Mn com outra contendo 22%p., assim eles observaram que apesar da liga com 22%p. de Mn ter sido deformada a uma taxa inferior, a recristalização ocorreu de forma mais rápida do que na liga contendo 24%p. Mn. Isso se deve, segundo os autores, aos diferentes valores de EDE obtidos para essas ligas.

Os metais de baixa EDE, durante a deformação plástica, formam um arranjo mais homogêneo de discordâncias, restringindo o desenvolvimento de células de deformação e reduzindo a diferença de orientação dos grãos. Sendo assim, o início da recristalização se torna mais restrito, pois depende das diferenças de orientação e das heterogeneidades de deformação. Porém, o crescimento das regiões recristalizadas é favorecido em metais de baixa EDE por possuírem maior densidade de discordâncias (PADILHA; SICILIANO JÚNIOR, 2005; REED HILL, 1982). A maior parte dos aços austeníticos, como os aços TWIP, possuem baixa EDE e tal característica contribui para a formação de maclas durante o recozimento. A formação das maclas de recozimento nos grãos recristalizados desses metais é comum, e essas maclas geram uma orientação diferente daquela antes da recristalização (DAFÉ et al., 2016; HUMPREYS; HATHERLY, 2004; SALEH et al., 2013).

Apesar de a recristalização remover parte das discordâncias do material, esse ainda contém muitos contornos de grão que não contribuem para o estado de equilíbrio. Dessa forma, o recozimento posterior pode resultar em crescimento de grãos, onde aqueles menores são eliminados pelos grãos maiores que crescem consumindo-os. Tal processo ocorre para reduzir a quantidade de contornos de grão e, conseqüentemente, reduzir a energia armazenada no metal. Em algumas circunstâncias, o crescimento de grãos começa a ocorrer seletivamente em alguns grãos maiores, processo esse denominado crescimento anormal de grãos ou recristalização secundária (HULL; BACON, 2011; HUMPREYS; HATHERLY, 2004; NEZHADFAR et al., 2015). A recristalização secundária ocorre quando o crescimento normal de grãos é limitado por dispersão de partículas, por limitações devido à espessura da amostra, por heterogeneidades de tamanho de grão ou ainda pela presença de uma orientação preferencial, ou textura (PADILHA; SICILIANO JÚNIOR, 2005; REED HILL, 1982).

3.5. Textura

Todo cristal é anisotrópico em alguma propriedade, como por exemplo, a estampabilidade de materiais CFC. As propriedades irão depender de fatores como o tamanho, a forma, e a orientação dos grãos. Neste último caso, irá depender se os grãos estão orientados de forma aleatória ou se seguem uma orientação preferencial, ou textura. Deste modo, a textura pode ser definida como a soma das orientações preferenciais em um material (GURRUCHAGA et al., 2010; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

A textura pode se desenvolver durante as operações de processamento, como por exemplo, deformação e recozimento. A textura de deformação se desenvolve durante a deformação plástica e depende principalmente da orientação inicial dos grãos antes do processamento e da temperatura na qual o material foi deformado. Quando o material deformado passa pelo processo de recozimento, surge então uma nova orientação dos grãos, chamada de textura de recristalização. Em temperaturas mais altas, onde há o crescimento exagerado de grãos, pode ocorrer ainda uma nova textura, diferente da textura de deformação e recristalização (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Na textura, a maior parte dos grãos está orientada com um plano (hkl) aproximadamente paralelo à superfície da chapa e com uma direção [uvw] aproximadamente paralela à direção de processamento. Algumas orientações possuem nomenclaturas específicas, como por exemplo, textura tipo Goss {001} <100>, tipo latão {011} <211>, cobre {112} <111>, etc. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005). O tipo de orientação a ser desenvolvido em um material está relacionado com a EDE, por exemplo, orientações tipo cobre se desenvolvem em materiais de alta EDE, enquanto a orientação tipo latão se desenvolve mais facilmente em metais de baixa EDE (DAFÉ et al., 2016; SALEH, et al., 2011).

Além da EDE, existem ainda outros fatores que influenciam no desenvolvimento da textura durante a deformação ou recozimento, como a composição da liga, o grau de redução durante laminação, a temperatura de recozimento, o crescimento do grão, os defeitos na rede cristalina e as maclas mecânicas e de recozimento (DAFÉ et al., 2016; SALEH, et al., 2011).

Saleh e colaboradores (2011) relataram em seus estudos que a transição da textura em aços TWIP pode estar relacionada com as maclas mecânicas. Vercammen e colaboradores (2004) observaram o desenvolvimento de textura Latão em um aço TWIP com 30%p. Mn

como consequência da maclação mecânica, reduzindo a formação da textura tipo cobre. Isso ocorreu por causa da maclação mecânica durante a laminação a frio. Xiu-Hui e colaboradores (2011) observaram que a maclação mecânica pode causar o enfraquecimento da anisotropia causada pela textura de deformação, assim como a modificação da textura de recristalização.

Três tipos de textura de recristalização se desenvolvem mais frequentemente nos metais CFC de baixa EDE, a textura cubo $\{100\} \langle 001 \rangle$, a textura proveniente da deformação e a textura ao acaso, ou seja, a ausência de textura. O desenvolvimento da textura tipo cubo está relacionado com a ocorrência de nucleação em bandas de deformação ou de transição. A textura proveniente da deformação se dá pelo mecanismo de migração de contornos induzida por deformação e o material sem textura após a recristalização pode ser resultado da nucleação da recristalização em torno de partículas de precipitado (SALEH, et al., 2011, PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005). Saleh e colaboradores (2011) observaram que em metais de baixa EDE as maclas de recozimento podem levar a novas orientações diferentes daquelas da deformação. Bracke e colaboradores (2012) observaram que as maclas de recozimento levaram a uma aleatoriedade da textura de recristalização em um aço TWIP.

A textura pode ser analisada diretamente por meio de difração de raios X, nêutrons ou elétrons. Dentre as três técnicas, a difração de raios X é a mais utilizada, pois permite a análise de uma grande quantidade de grãos em amostras com dimensões razoáveis, além de ser uma técnica rápida e barata. As representações mais comuns da textura cristalográfica são figura de pólo, figura de pólo inversa e função de distribuição de orientações (ODF, do inglês *orientation distribution function*) (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

Analisar e conhecer a textura do material é indispensável, pois algumas texturas são desejáveis ou não. Nos aços baixo carbono, como os aços TWIP, a alta estampabilidade está relacionada a uma quantidade considerável de planos $\{111\}$ paralelos à superfície da chapa. O desenvolvimento de textura favorável que concede ao aço elevada estampabilidade depende de diversos fatores como o processo de fabricação (laminação, recozimento, etc) e a composição da liga. A textura de recristalização é dependente do grau de redução a frio antes do recozimento (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005).

3.6. Densidade de discordâncias por difração de raios X

A difração de raios X de cristais metálicos foi descoberta por Von Loue, em 1912, e tem sido uma técnica para se estudar os metais. Para a realização das pesquisas têm sido

utilizadas fontes convencionais de raios X, bem como fontes de alta intensidade, como fontes de raios X síncrotron. Este último fornece resultados mais precisos do que fontes convencionais e permite determinar algumas características importantes como tamanho do cristalito, domínio de difração coerente, microdeformação dentro dos cristalitos, probabilidade de falha de empilhamento, probabilidade de maclas, textura cristalográfica, densidade de discordâncias, dentre outras (AGUILAR et al., 2013; DIETER, 1981; HUMPRHEYS; HATHERLY, 2004). O alargamento dos picos de difração é devido a alguns fatores como redução do tamanho do cristalito, discordâncias, maclas, falhas de empilhamento e microdeformação; e a alteração na intensidade dos picos pode ser devido à presença de orientação preferencial (AGUILAR et al., 2013; DIETER, 1981; HUMPRHEYS; HATHERLY, 2004). A Tabela 1 mostra algumas causas do deslocamento, alargamento, assimetria e mudança de forma dos perfis de difração. Como as distorções na rede causadas pelas discordâncias podem ser detectadas como um alargamento dos picos de difração de raios X, as informações obtidas através da análise destes podem ser usadas para o cálculo de densidade de discordâncias.

Tabela 1 - Influência de alguns defeitos cristalinos nas características dos picos de difração de raios X

Fontes de deformação	Deslocamento	Alargamento	Assimetria	Alargamento anisotrópico	Forma
Discordâncias		x	x	x	x
Falhas de empilhamento	x	x	x	x	x
Maclas	x	x	x	x	x
Microdeformação			x		
Contornos de grão	x	x			
Subcontornos	x	x			
Vacâncias					x
Precipitados e inclusões			x		x
Cristalito pequeno		x		x	x

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

Para realizar o cálculo de densidade de discordâncias, alguns modelos matemáticos foram propostos, dentre os mais utilizados estão os propostos por Williamson e Hall, e Warren e Averbach, que consistem na separação e contribuição do tamanho médio do cristalito e microdeformação aos perfis de difração. Porém, quando há a deformação anisotrópica no material, foi proposto por Ungár e Borbély a forma modificada de ambos, conhecidos como Williamson-Hall modificado e Warren-Averbach modificado (AGUILAR et al., 2013).

Para eliminar os efeitos de textura e anisotropia nos picos de difração, se faz necessário a realização do refinamento Rietveld. O método Rietveld é uma técnica utilizada para modelar uma grande parte do padrão experimental de difração de raios X com a função analítica para interpretar os perfis, dos quais as intensidades estão diretamente associadas à estrutura de cada fase presente no material (ANAND et al., 2018; DINI et al., 2010a).

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. Material

Para a realização deste estudo foi utilizada uma amostra de aço TWIP, no formato de uma barra com espessura de aproximadamente 1mm, gentilmente cedido pelo professor da UFMG Dr. Dagoberto Brandão Santos. A composição química do material trabalhado está listada na Tabela 2.

Tabela 2 - Composição química do aço TWIP (% peso)

Elemento	Fe	Mn	Al	Si	C	Ni
Composição	69,94	24,00	3,00	2,00	0,06	1,00

4.2. Processamento termomecânico

O aço foi inicialmente tratado termicamente em 1100°C por um período de 2 horas, com o objetivo de homogeneizar sua microestrutura, em seguida foi resfriado ao ar. O procedimento foi realizado em um forno tipo mufla, marca FDG – Equipamentos. Posteriormente, a barra de aço foi dividida em três barras menores com dimensões de 53 x 15 x 11 mm³, utilizando uma cortadeira de baixa velocidade e disco diamantado, Isomet, marca Buehler.

As amostras então foram laminadas a frio em múltiplos passes obtendo chapas com 30, 50 e 80% de redução da espessura. Dessa forma, as chapas passaram a ter espessura de aproximadamente 7,7 mm, 5,5 mm e 2,2 mm, respectivamente. O processo de laminação foi realizado no laboratório de Conformação Mecânica do departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais na UFMG. O equipamento utilizado foi um laminador de dois cilindros de 200 mm de diâmetro, marca FROLLING.

4.3. Dilatometria

Após a laminação, foi realizado o ensaio de dilatometria nas amostras apenas deformadas. Para este processo, as amostras foram cortadas nas dimensões de 24 x 2 x 1 mm³.

O equipamento utilizado para este ensaio foi um dilatômetro modelo Dil 402 C, marca NETZSCH. A taxa de aquecimento utilizada foi de 10 °C/min. A temperatura de patamar máxima foi de 1200°C. O resfriamento não foi realizado em taxa controlada.

4.4. Recozimento das amostras

Após a laminação, foram cortadas 10 amostras de cada grau de redução da espessura, em dimensões de 5 x 5 mm² e para cada condição de laminação foi mantida sua espessura. As amostras então foram recozidas, uma de cada condição de laminação, em 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000 e 1100°C por 15 minutos. Todas as amostras foram resfriadas ao ar.

4.5. Preparação metalográfica

A preparação metalográfica, de forma convencional, iniciou-se com o embutimento a quente, utilizando resina fenólica (Baquelite), em uma embutidora da PANAMBRA PASPRESS 30. Em seguida, as amostras foram lixadas com lixas d'água com auxílio de uma lixadeira de disco rotativo, semiautomática, marca Fortel PLF. As lixas utilizadas foram de granulometria 80, 220, 400, 600, 1200 e 2500#, respectivamente. O polimento foi realizado com alumina de 0,5 µm e sílica coloidal. Foram utilizados panos de polimento compatível com a granulometria dos abrasivos. Após o polimento, foi realizado o ataque químico com uma solução de HNO₃ e álcool etílico (Nital) a 3%.

4.6. Medidas de dureza Vickers

Ensaio de dureza Vickers foram realizados em cada amostra, laminadas e tratadas termicamente. O equipamento utilizado foi um microdurômetro, da marca Wilson Instruments, modelo 402MVD. Em cada amostra foram realizadas 10 medidas e calculada a média. A carga utilizada foi de 0,3 kgf/10.

4.7. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para a caracterização microestrutural das amostras com 30, 50 e 80% de redução da espessura, apenas laminadas e recozidas a 700 e 900°C. Foi realizada ainda uma EDS

(espectroscopia de dispersão de energia). O equipamento utilizado foi um microscópio eletrônico de varredura com filamento de tungstênio, marca Tescan e modelo Vega 3. As imagens foram geradas com uma tensão de 20 kV, no modo de elétrons secundários

4.8. Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

Os mapas de orientações, bem como os dados de contornos de grãos e microtextura da amostra com 80% de deformação e tratada a 700°C foram obtidos por um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (MEV-FEG) da marca FEI, modelo Quanta FEG 250, equipado com um sistema de elétrons retroespalhados (EBSD- *electron backscatter diffraction*) da marca EDAX, modelo TEAM, com uma câmera Hikari, em amostras polidas e sem ataque químico. As medições foram realizadas na direção paralela à direção de laminação (DL), com passe de 50 nm, a área total da varredura foi de 822, 05 μm^2 . O mapeamento de EBSD foi realizado pela APERAN South America, localizada em Timóteo- MG.

4.9. Medidas de textura

Para a análise de textura das amostras com 80% de redução da espessura apenas laminada e tratadas a 700, 800 e 1000°C, foram coletadas as figuras de polo 110, 200 e 222 até 80°. O equipamento utilizado foi um difratômetro de raios X, série DY, n° 1798, modelo X'pert Pro, da marca Philips, com tubo de cobre. As seções de ODF's bem como as frações de cada componente de textura foram calculadas através do *software* MTH do Professor Van Houttee. Estes processos foram realizados na APERAN South America, localizada em Timóteo - MG.

4.10. Difração de raios X

Para o cálculo de densidade de discordâncias foram utilizadas as amostras com 30% de redução da espessura, apenas laminadas e tratadas a 600 e 900°C; e as com 50 e 80% de redução da espessura apenas laminadas e tratadas a 600, 700, 800 e 900°C. Para tal análise utilizou-se a técnica de difração de raios X de alta resolução luz síncroton.

As amostras foram cortadas em dimensões de 5 x 5 mm² e então foram preparadas metalograficamente. O ensaio de difração de raios X foi realizado no Laboratório Nacional de Luz Síncroton, 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 0,1239841913 nm (energia de 10 keV), no limite superior de energia da linha para obtenção de maior número de picos de difração dentro do limite da faixa angular. A geometria da medida foi Bragg-Bretano de movimento simétrico. Utilizou-se o detector pontual de alta resolução Cyberstar X1000, com monocromador de grafite e fenda no monocromador de 2 mm. A varredura foi realizada nas faixas de 33° a 42°, 56° a 60°, 67° a 71°, 93° a 103° e 111° a 117°, em passo de 0,02° 2theta, com tempo de aquisição variável, mas fixando a contagem de radiação no detector em 4×10^6 . O tempo médio de duração para cada amostra foi de aproximadamente 7,5 horas. Utilizou-se fenda do feixe primário de 3 mm (antes da amostra). Fez se também a medida do padrão de Si NIRST nas mesmas condições de coleta de dados das amostras para poder extrair o alargamento instrumental do experimento de difração para os cálculos de microestrutura.

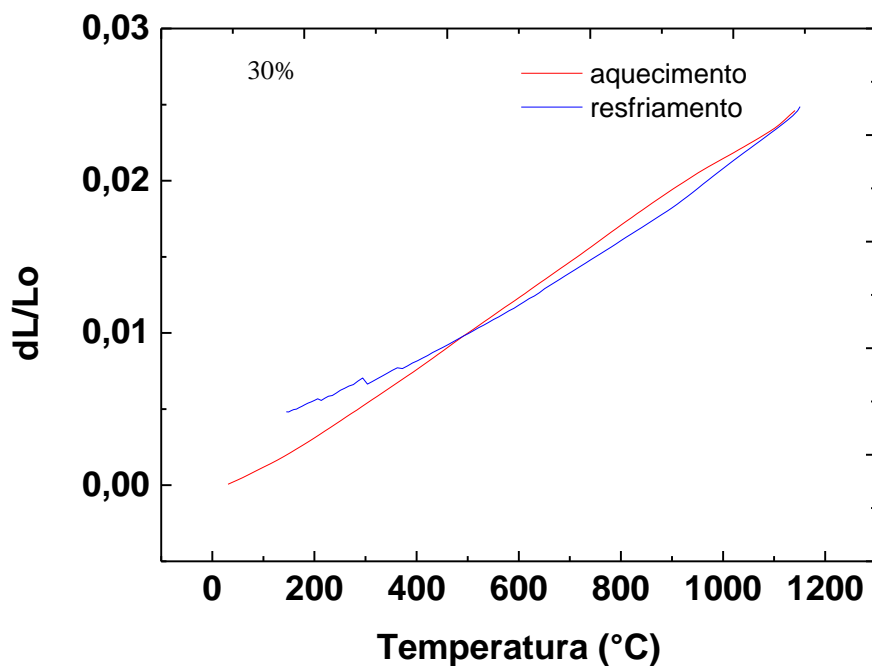
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Dilatometria

Para verificar possíveis transformações de fase em certas temperaturas no aço, foi realizado um ensaio de dilatometria nas amostras laminadas, sem tratamento térmico, com 30, 50 e 80% de redução da espessura, Figuras 10, 11 e 12, respectivamente. O ensaio de dilatometria permite avaliar a variação no comprimento que o material sofre sob certas temperaturas, sendo possível analisar algumas características do mesmo, como por exemplo, a transformação de fase, que pode levar a uma expansão ou a uma contração da amostra causando descontinuidades no valor do coeficiente de dilatação (GAO et al., 2015; JAMES et al., 2001).

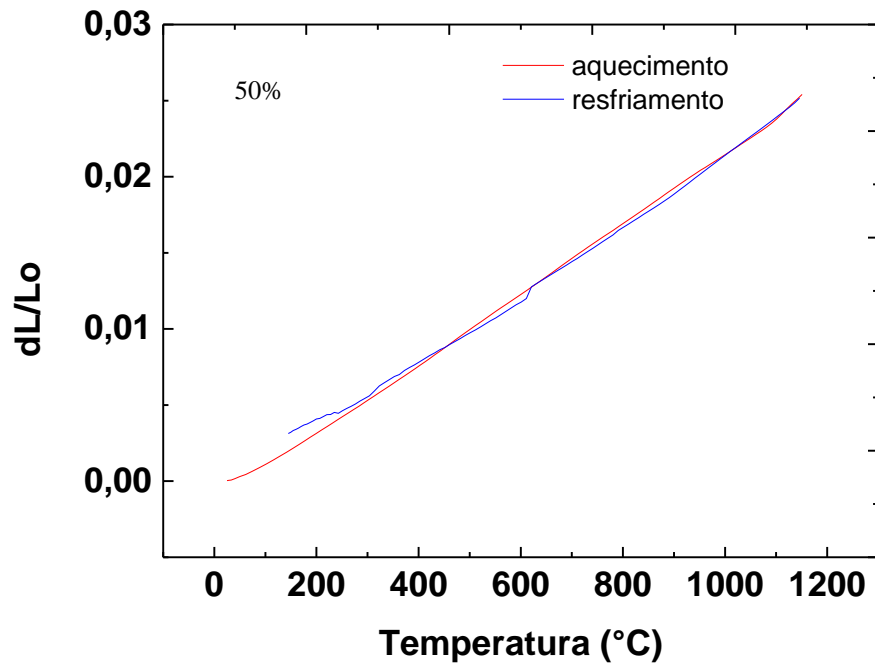
Conforme as Figuras 10, 11 e 12 não houve descontinuidade, durante o aquecimento, na dilatação de nenhuma das amostras. Tal fato concorda com as literaturas de Santos e colaboradores (2011), Baik e colaboradores (2001) e Cooman e colaboradores (2017) que afirmam que o aço TWIP apresenta uma única fase, a austenita, mesmo após o recozimento.

Figura 10 - Resultado do ensaio de dilatometria para a amostra com 30% de redução da espessura.



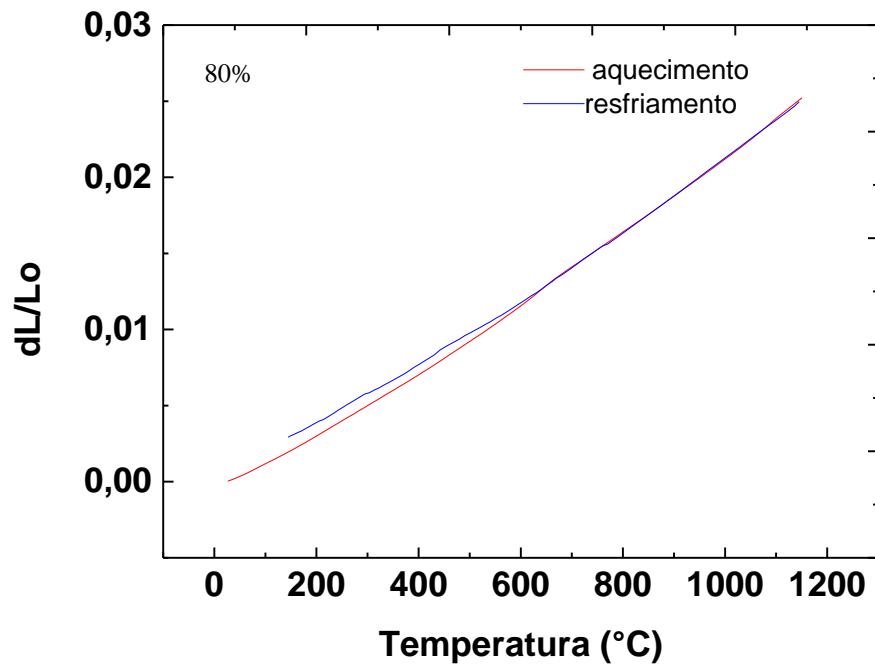
Fonte: Própria

Figura 11 - Resultado do ensaio de dilatométrica para a amostra com 50% de redução da espessura.



Fonte: Própria

Figura 12- Resultado do ensaio de dilatométrica para a amostra com 80% de redução da espessura.



Fonte: Própria

Durante o resfriamento observa-se uma desconformidade na curva, principalmente nas amostras com 30 e 50% de redução da espessura. Este fator pode estar relacionado com a presença de precipitados no material como foi observado por Kang e colaboradores (2010) e por Schinhammer e colaboradores (2012).

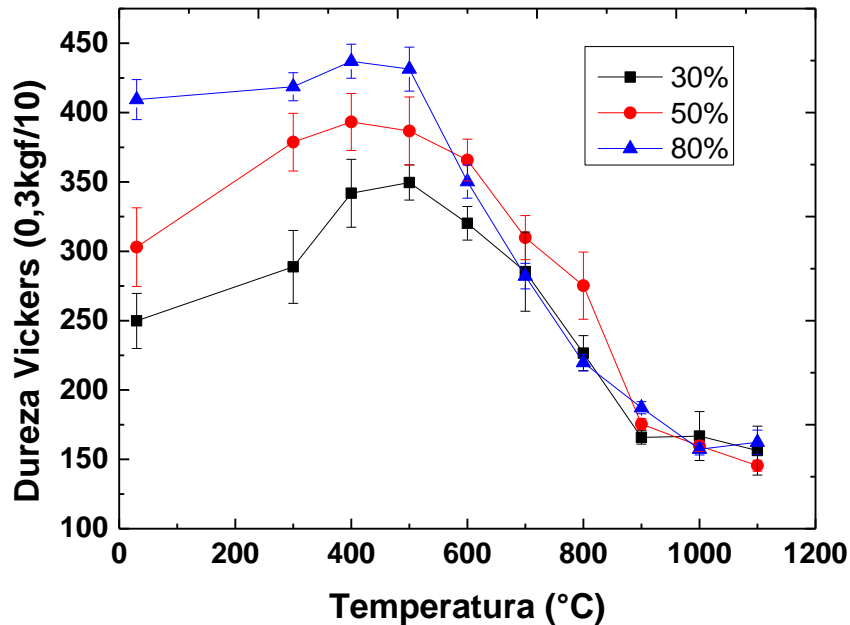
A presença dos precipitados para o presente trabalho foi observada durante os testes de dureza, como será discutido no Item 5.2, bem como foi confirmada nas micrografias obtidas por meio do MEV, como será discutido no Item 5.3.

5.2. Ensaio de dureza Vickers

Após a laminação e os tratamentos térmicos, foram realizadas medidas de dureza Vickers em todas as amostras para avaliar os processos de recuperação, recristalização e crescimento de grãos. A Figura 13 mostra as durezas das amostras laminadas e recozidas. É notável, para a temperatura ambiente, o aumento dos valores de dureza nas amostras apenas deformadas com o aumento da deformação. Isto acontece, pois, a deformação plástica aumenta a resistência mecânica do material por meio do encruamento (DIETER, 1981; HULL; BACON, 2011). Nos aços TWIP, o encruamento é, principalmente, causado pela formação de maclas mecânicas que reduzem o caminho médio do deslizamento das discordâncias e contribuem para o aumento da densidade dessas. O encruamento por maclação mecânica acontece uma vez que, devido à baixa EDE, as parciais de Shockley estão mais afastadas, dificultando o escorregamento (DIETER, 1981; REE HILL, 1982).

Como foi mostrado no Item 1.5, por meio da Figura 9, as falhas de empilhamento extrínsecas se sobrepõem durante a laminação, em seguida, maclas de deformação são nucleadas e crescem, reduzindo o caminho médio de escorregamento das discordâncias. Os contornos de maclas atuam como barreiras para as discordâncias que vão se empilhando, levando ao encruamento do material (DAZHAO et al., 2014; NAVA; CASTILLO, 2017; SANTOS et al., 2010; TEWARY et al., 2015; WANG et al., 2016).

Figura 13 - Valores de dureza Vickers para as amostras com 30, 50 e 80% de redução da espessura e recozidas.



Fonte: Própria

Com relação às amostras deformadas e tratadas termicamente, conforme a Figura 13 observa-se que a recuperação ocorre, predominantemente, entre 300 e 500°C para todas as amostras. O processo de recuperação é observado devido à ligeira queda nos valores de dureza, se mantendo quase constantes durante os tratamentos térmicos até certa temperatura, a partir da qual ocorre uma queda mais brusca. No processo de recuperação, o material restaura principalmente suas características físicas de antes da deformação, pois ocorre um rearranjo e aniquilação parcial das discordâncias geradas na laminação (HUMPREYS; HATHERLY, 2004; REED HILL, 1982).

Durante a recuperação, em todas as amostras, observa-se um pequeno aumento da dureza entre a temperatura de laminação e o tratamento térmico em 400°C. Esse fato é mais acentuado para a amostra com 30% de redução da espessura e menos evidente na amostra com 80%. Esse aumento na dureza durante o tratamento térmico em todas as amostras pode estar relacionado com a formação de precipitados finos, que causam um endurecimento como foi mostrado por Kang e colaboradores (2010). Esses precipitados contribuem para retardar os processos de recuperação e recristalização (BAE et al., 2017; CHAN et al., 1984; KANG et al. 2010; HANSEN; BAY, 1980). Os precipitados, de forma geral, podem se formar durante a solidificação e/ou deformação do material, ou durante o tratamento térmico. Para os

precipitados formados durante a solidificação ou deformação, a influência na recuperação e recristalização depende do tamanho das partículas. Se as partículas são finas, ou seja, menores que 1 μm , elas podem retardar a recuperação, pois restringem o movimento de contornos de alto e baixo ângulo, e conseqüentemente, retardam a recristalização. As partículas finas podem ainda desacelerar o crescimento de grãos. Se as partículas forem grosseiras, ou seja, maiores que 1 μm , elas podem atuar como locais preferenciais de nucleação da recristalização, pois acumulam discordâncias ao seu redor. Os precipitados formados durante o recozimento podem causar endurecimento no material (CHAN et al., 1984; HANSEN; BAY, 1980; KANG et al., 2010; SCHINHAMMER et al., 2012; YU-NAN et al., 2016).

A recristalização se inicia a partir 500°C para a amostra mais deformada e entre 500 e 600°C para as demais amostras. A recristalização pode ser observada através de uma queda acentuada nos valores da dureza, pois novos grãos com baixa densidade de discordâncias começam a se formar. A amostra com maior grau de redução da espessura inicia o processo de recristalização primeiro que as demais, devido à maior energia armazenada pela laminação. O alto grau de deformação, em um aço TWIP, acarreta elevada densidade de maclas mecânicas que atuam como barreiras para as discordâncias, que vão se empilhando, formando locais preferenciais para a nucleação da recristalização.

Como foi discutido, possivelmente houve precipitação de partículas finas nessa amostra, mas, provavelmente este fato não afetou, de forma significativa, a recristalização. Schinhammer e colaboradores (2012) afirmam que a influência da deformação na cinética de recristalização é mais acentuada do que a influência da precipitação, assim, as partículas que podem ter se formado nesta amostra não interferiram significativamente no atraso da recristalização devido ao alto grau de deformação. Os autores supracitados afirmam ainda que a precipitação nos grãos recristalizados é mais lenta do que nos deformados. Para as amostras com menor grau de deformação, há tempo suficiente para ocorrer a precipitação de partículas finas antes da recristalização, que é retardada devido a presença dessas. Assim, essas amostras iniciaram o processo de recristalização mais lentamente, devido à presença dos precipitados e a menor quantidade de energia armazenada durante a deformação.

A presença de precipitados ainda pode estar relacionada com a descontinuidade na queda da dureza na temperatura de 800°C para a amostra com 50% de redução da espessura. Essa descontinuidade na queda da dureza pode ter sido causada pela precipitação de partículas na temperatura de 800°C, como também foi observado por Kang e colaboradores (2010). Os autores relataram que entre 700 e 800°C os valores da resistência mecânica em seu material

apresentam uma descontinuidade. Eles então atribuem isso à precipitação de carbonetos entre 700 e 750°C.

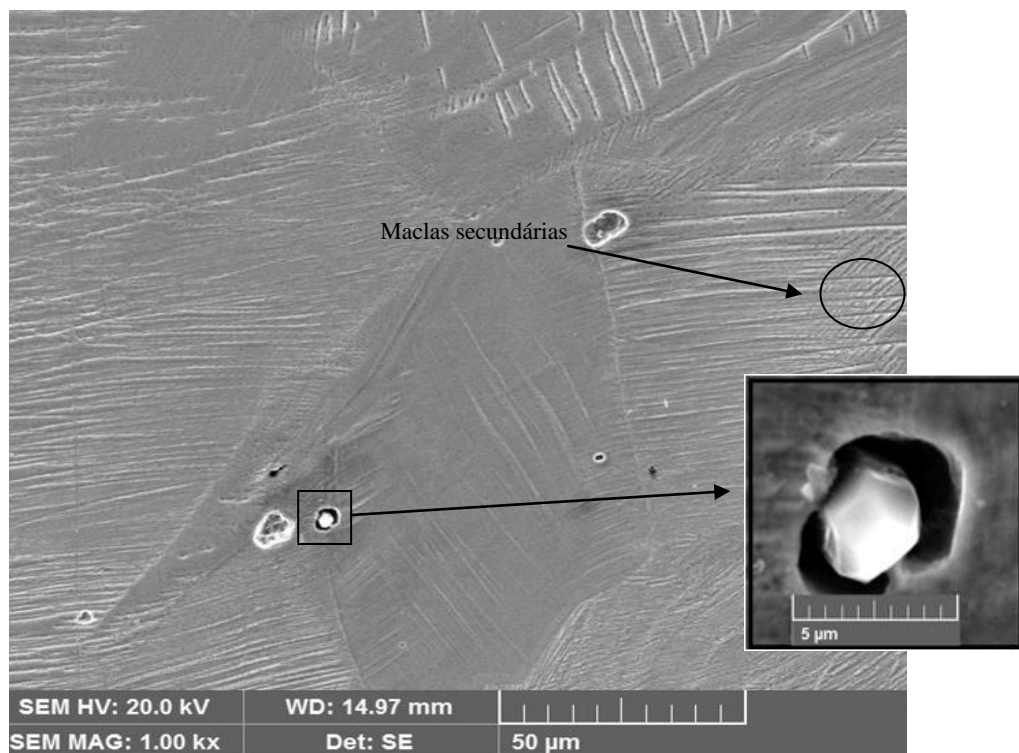
Após a recristalização, inicia-se o processo de crescimento de grãos a partir de 1000°C para todas as amostras. O crescimento de grãos pode ser notado devido à estabilização dos valores de dureza Vickers.

A evolução da microestrutura durante a deformação e tratamento térmico será abordada no Item 5.3.

5.3. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

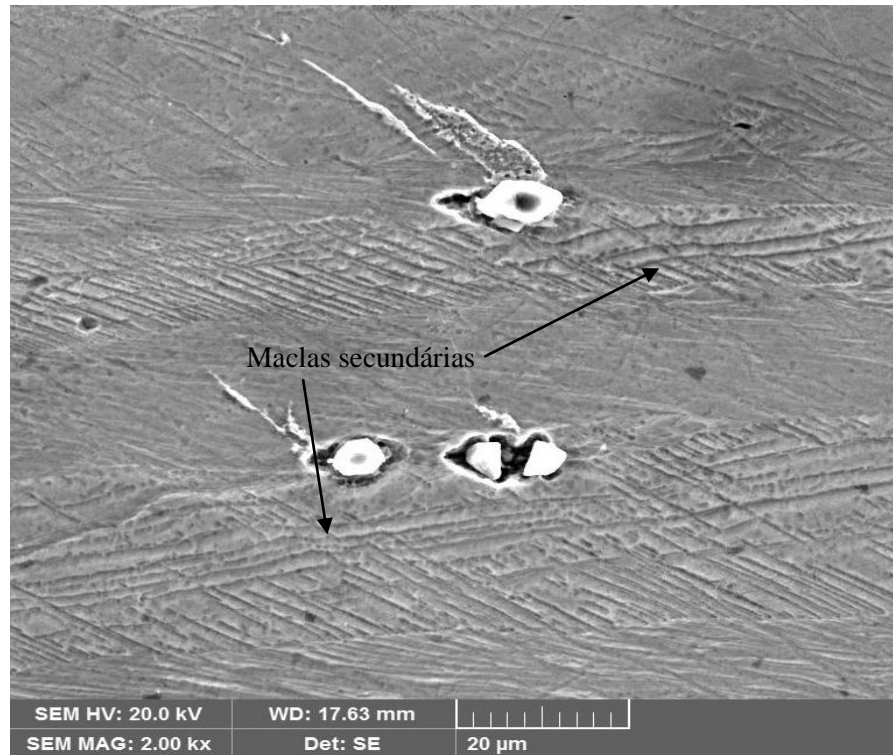
O efeito da deformação e do tratamento térmico na microestrutura do aço TWIP foi analisado e relatado neste tópico. A microestrutura do material laminado com 30, 50 e 80% de redução da espessura está mostrada nas Figuras 14, 15 e 16, respectivamente. A ampliação na Figura 14 mostra uma partícula de precipitado, que foi citado nos Itens 5.1 e 5.2 .

Figura 14 - Micrografia da amostra com 30% de redução da espessura. A ampliação mostra o precipitado nesta amostra. A direção de laminação é paralela à barra de escala.



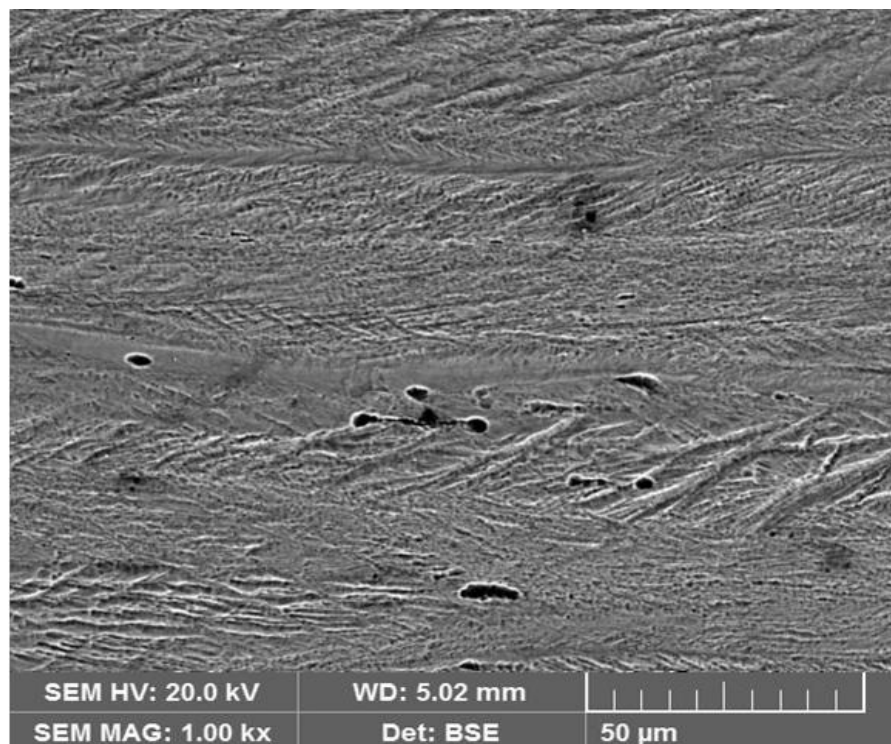
Fonte: Própria

Figura 15- Micrografia da amostra laminada com 50% de redução da espessura. A direção de laminação é paralela à barra de escala



Fonte: Própria

Figura 16- Micrografia da amostra laminada com 80% de redução da espessura. A direção de laminação é paralela à barra de escala.

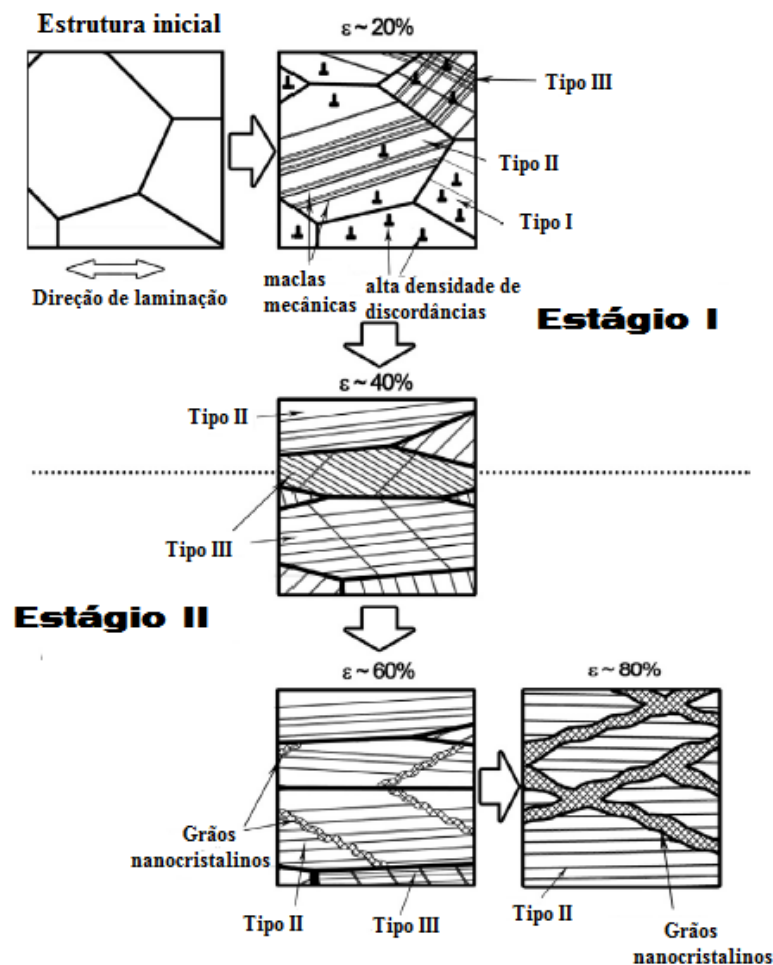


Fonte: Própria

Observa-se que as amostras apresentam formatos distintos de grãos devido aos diferentes graus de deformação. Os grãos da amostra com 30% de redução da espessura são mais equiaxiais que os grãos das demais. A amostra com 80% de redução apresenta os grãos alongados e paralelos à direção de laminação, enquanto que a amostra com 50% de redução exhibe uma variação intermediária entre as duas. Outro aspecto observado é a presença de maclas de deformação em todas as amostras.

Segundo Kusakin e colaboradores (2014), os grãos deformados podem ser classificados, em relação às maclas de deformação, em três tipos. Os grãos do tipo I apresentam alta densidade de discordâncias e menor densidade de maclas de deformação. O tipo II possui intensa quantidade de maclas primárias de deformação e, o tipo III, apresenta alta densidade de maclas primárias sendo cortadas por maclas secundárias. Os grãos dos tipos I, II e III, de acordo com o grau de deformação, são mostrados na Figura 17.

Figura 17- Evolução da microestrutura durante a deformação a frio proposta para um aço TWIP.



Fonte: Kusakin et al., 2014, adaptado.

Observando a micrografia da amostra com 30% de redução da espessura, Figura 14 e comparando-a com a Figura 17, percebe-se a presença de grãos do tipo II e do tipo III. Alguns grãos possuem uma quantidade menor de maclas de deformação. Este fato mostra que, nestes grãos, o mecanismo de deformação predominante ainda é o deslizamento. A maior parte dos grãos possui uma intensa quantidade de maclas de deformação, grãos do tipo II, que se iniciam no contorno cruzando-o totalmente. Porém, estas ficam limitadas dentro do grão austenítico subdividindo-os e refinando a matriz. O material exhibe ainda o início de grãos tipo III, onde se observa a presença de maclas secundárias que surgem devido ao esforço mecânico e cruzam as maclas primárias. Algumas maclas secundárias estão identificadas na Figura 14.

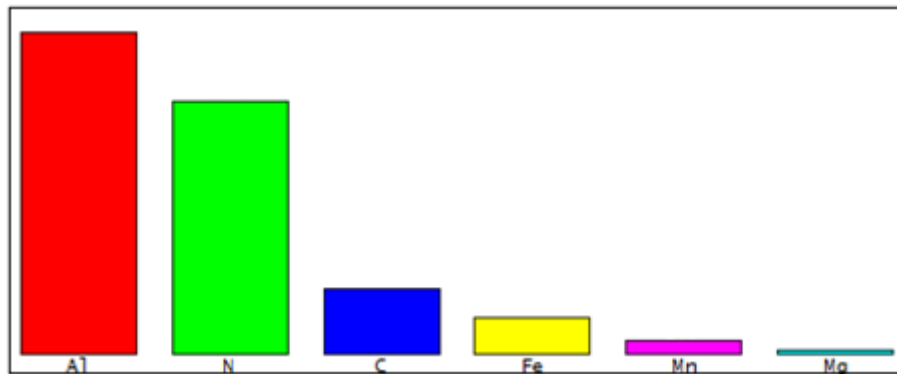
A amostra com 50% de redução da espessura, Figura 15, não exhibe mais grãos do tipo I, o que mostra que a tensão de deformação nesta chegou a um nível em que a quantidade de maclas mecânicas aumentou, elevando o encruamento no material. Para a ocorrência de maclas secundárias são necessárias tensões ainda maiores, levando a um encruamento mais elevado (SANTOS et al., 2012). Observa-se ainda nesta amostra que a quantidade de maclas secundárias, identificadas na Figura 15, é maior que na amostra com menor redução devido ao maior grau de deformação.

Na amostra com 80% de redução da espessura, Figura 16, se torna mais restrita a observação das maclas devido ao elevado grau de deformação. De acordo com as observações de Kusakin e colaboradores (2014), sob alta tensão, o material não exhibe mais grãos do tipo III e apresenta maior densidade de discordâncias, as quais são barradas pelos contornos de grãos e de maclas.

Observa-se por meio das micrografias a presença de precipitados grosseiros, como evidencia a ampliação na Figura 14. Segundo Park e colaboradores (2012), as partículas formadas nos aços TWIP podem ser classificadas em sete tipos, que variam de acordo com a composição química do material. Porém, os autores e também outros pesquisadores (WANG et al., 2016; LIU et al., 2016) deram atenção principal às inclusões de AlN (nitreto de alumínio), MnS (sulfeto de manganês) e MnO (óxido de manganês), por ocorrerem com mais frequência nestes aços, dependendo da composição química.

As partículas de coloração mais clara e de formato hexagonal, Figura 14, podem ser de AlN (WANG et al., 2016). Esse tipo de partícula foi observado em todas as amostras e foi realizada EDS (espectroscopia de dispersão de energia), como mostra a Figura 18. Devido à maior amplitude das barras de Al e N, é mais provável que a partícula seja uma inclusão de AlN. Park e colaboradores (2012) atribuem a precipitação de AlN à alta concentração de alumínio na liga (3%p.).

Figura 18- EDS na partícula observada na amostra com 30% de redução da espessura.

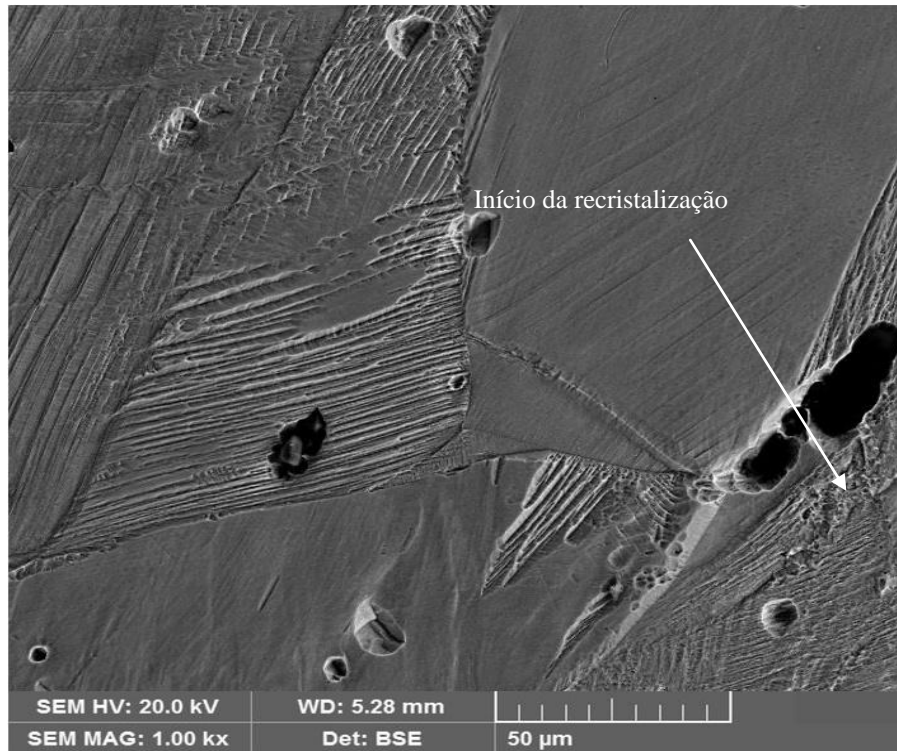


Fonte: Própria

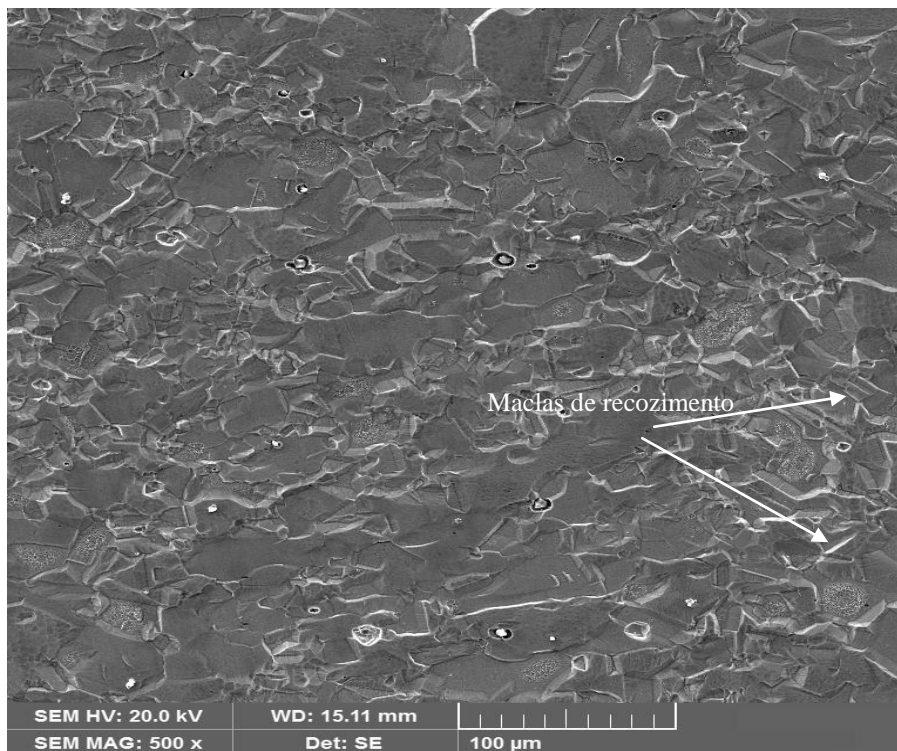
Para analisar o efeito do tratamento térmico após a laminação, foram escolhidas as micrografias das amostras recozidas em 700 e 900°C para todos os graus de redução da espessura. Foram escolhidas estas temperaturas devido ao início da recristalização em 700°C e a quase totalidade de grãos recristalizados a 900°C. As Figuras 19, 20 e 21 mostram as micrografias das amostras com 30, 50 e 80% de redução da espessura e tratadas termicamente em 700 e 900°C, respectivamente.

Observa-se que, nas amostras com 30 e 50% de redução da espessura e tratadas em 700°C, Figuras 19a e 20a, a recristalização está no início. Os grãos recristalizados estão associados aos contornos de grãos e de maclas, devido à maior concentração de energia nessas regiões. Os novos grãos recristalizados crescem consumindo os grãos austeníticos deformados, como também foi mostrado por Kang e colaboradores (2010) e Dazhao e colaboradores (2014). Para a temperatura de 900°C, a recristalização não está completa para ambas as amostras, pois ainda há a presença de grãos com estrutura deformada; como mostra a Figura 13, sob esta temperatura os valores de dureza continuam caindo. Esse fato também pode estar relacionado com a precipitação de partículas finas, que não puderam ser observadas por meio do MEV. Conforme demonstrado por Hansen e Bay (1980), partículas finas se precipitam no interior dos grãos, retardando o processo de recuperação e inibindo a recristalização.

Figura 19 - Micrografia das amostras com 30% de redução da espessura e recozidas em: a) 700°C e b) 900°C. A direção de laminação é paralela à barra de escala.



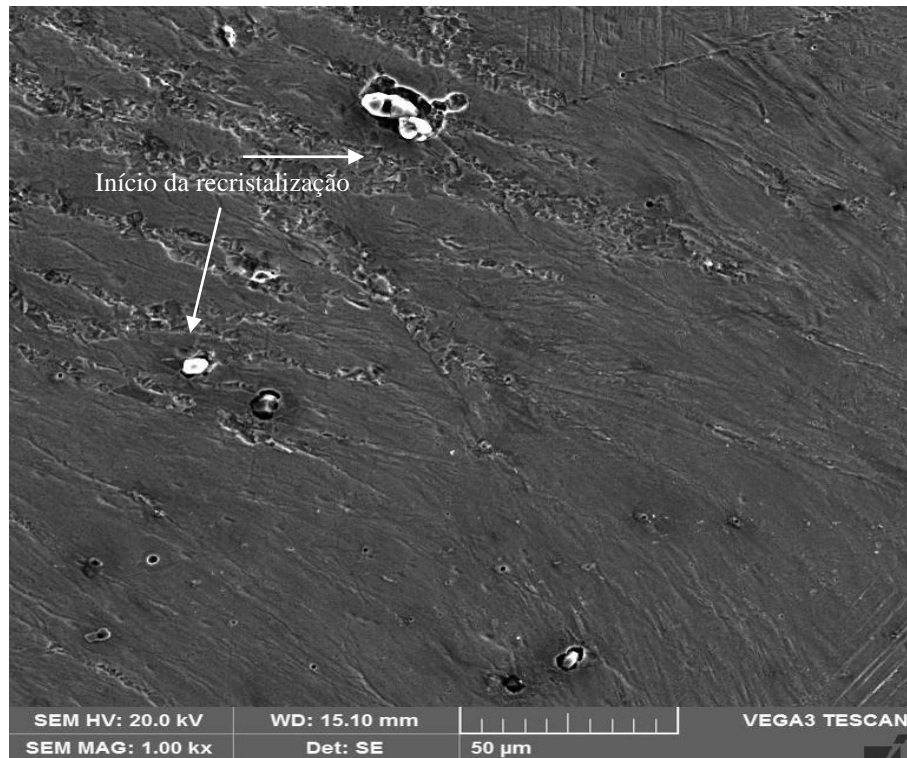
(a)



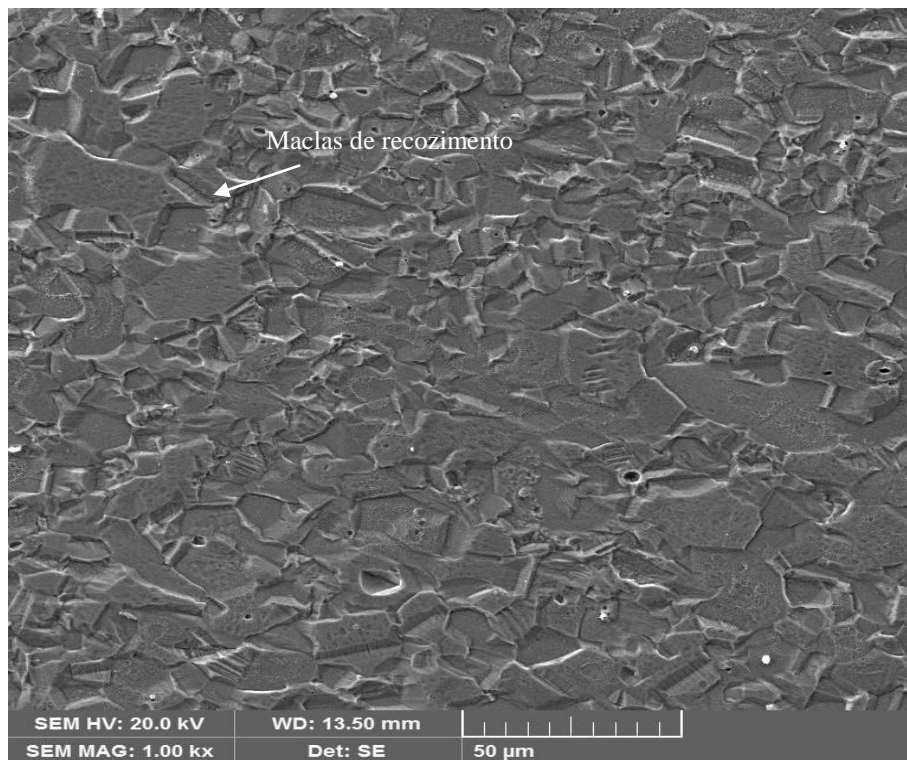
(b)

Fonte: Própria

Figura 20- Micrografia das amostras recozidas com 50% de redução e recozidas em: a) 700°C e b) 900°C. A direção de laminação é paralela à barra de escala.



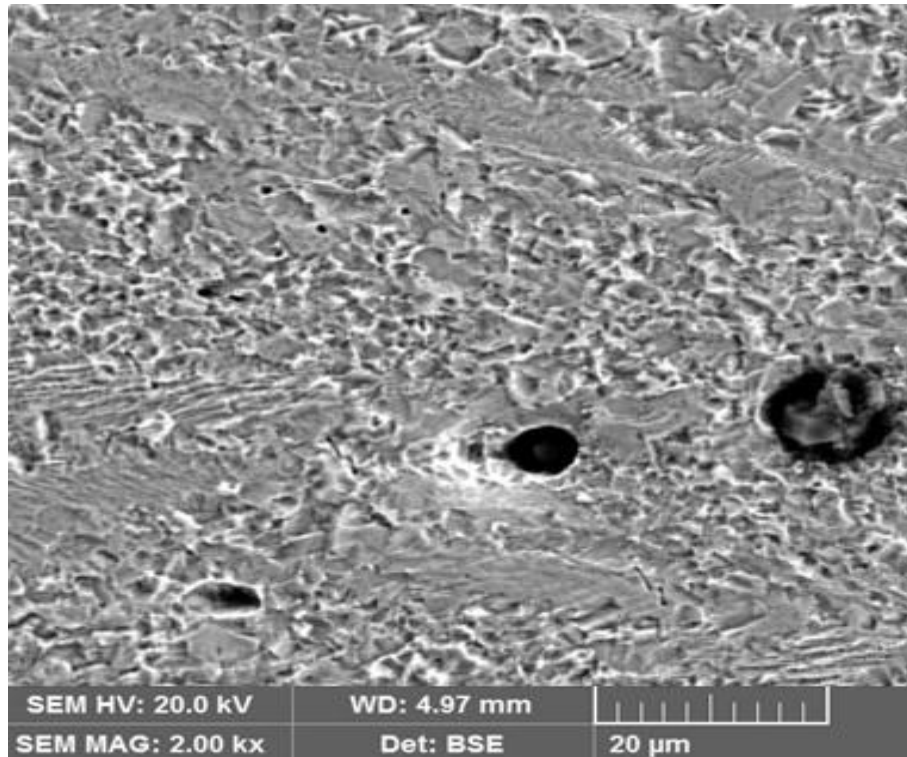
(a)



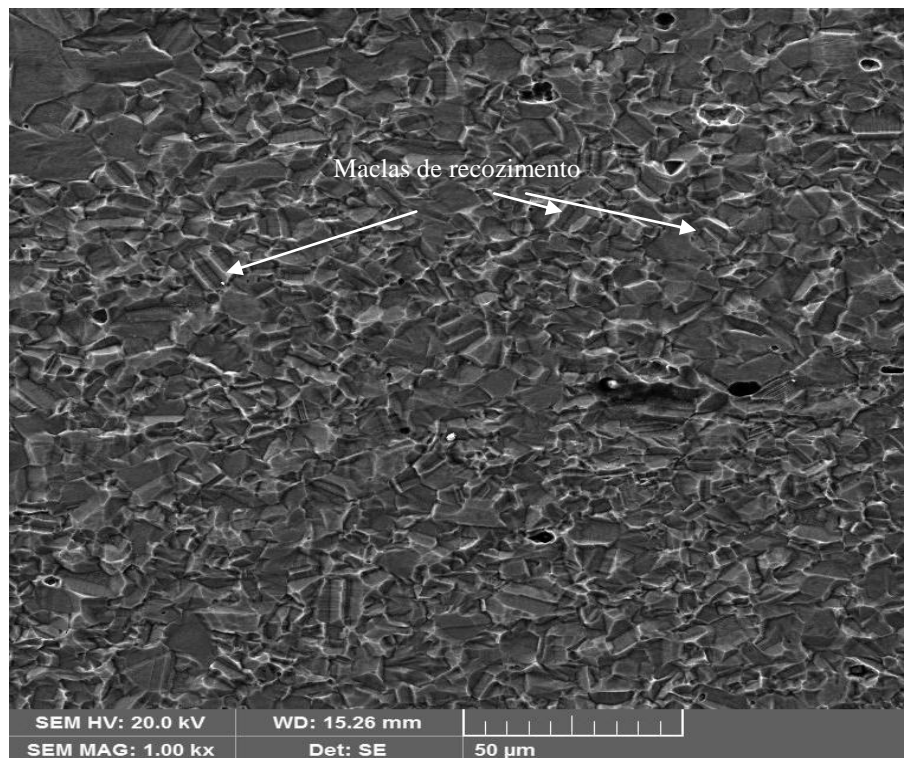
(b)

Fonte: Própria

Figura 21- Micrografia das amostras recozidas com 80% de redução e recozidas em: a) 700°C e b) 900°C. A direção de laminação é paralela à barra de escala.



(a)



(b)

Fonte: Própria

Uma característica importante observada foi que alguns grãos recristalizados, para todas as amostras, estão próximos de partículas de tamanho significativo. Essas partículas são denominadas PSN (do inglês *particle stimulated nucleus*), ou seja, partículas que estimulam a nucleação da recristalização (DAALAND; NES, 1995). Essas partículas grandes (maior que 1 μm) e indeformáveis contribuem para a formação de um campo de deformação em torno delas, formado pelo acúmulo de discordâncias, durante a laminação do material. Por isso, favorecem a nucleação da recristalização, devido à alta concentração de energia em sua vizinhança (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA E SICILIANO JÚNIOR, 2005). Esses núcleos ao redor de partículas grandes também foram observados por Hansen e Bay (1980) e Daaland e Nes (1995). A Figura 19a mostra grãos recristalizados próximos a uma cavidade vazia. Esta cavidade pode ter sido o local onde se alojava uma partícula que pode ter sido retirada do material durante algum processo, como o lixamento ou polimento das amostras.

Na amostra com maior grau de redução, Figuras 21a e 22b, observa-se que para a temperatura de 700°C há uma maior parcela de grãos recristalizados que as demais amostras e a recristalização está totalmente completa a partir de 900°C. Para essa amostra também é possível observar a presença de PSN que tem o efeito de acelerar a recristalização.

Após a recristalização total, não se observa mais a presença de maclas mecânicas, mas é observada a presença de maclas de recozimento, como evidenciado pelas setas nas Figuras 19b, 20b e 21b. Wang e colaboradores (2016) e Bracke e colaboradores (2012) observaram que o número de maclas de recozimento aumenta à medida que os grãos vão se recristalizando, mas diminuem à medida que o grão recristalizado cresce, embora eles afirmem que não existe na literatura um conjunto de dados suficiente para explicar as diferenças de densidades de maclas com o tamanho de grão. Meyers e Murr (1977) mostraram que a formação de maclas de recozimento pode estar relacionada com o grau de deformação. Eles mostraram que, quanto maior o grau de deformação, maior é a probabilidade de formação de maclas de recozimento. As maclas de recozimento são maiores que as maclas mecânicas e são importantes no desenvolvimento da textura de recristalização, como será discutido no Item 5.4.

5.4. Textura

O efeito do recozimento na evolução da textura de um aço TWIP foi estudado e relatado neste tópico. Para o estudo da textura foram escolhidas as amostras com maior grau

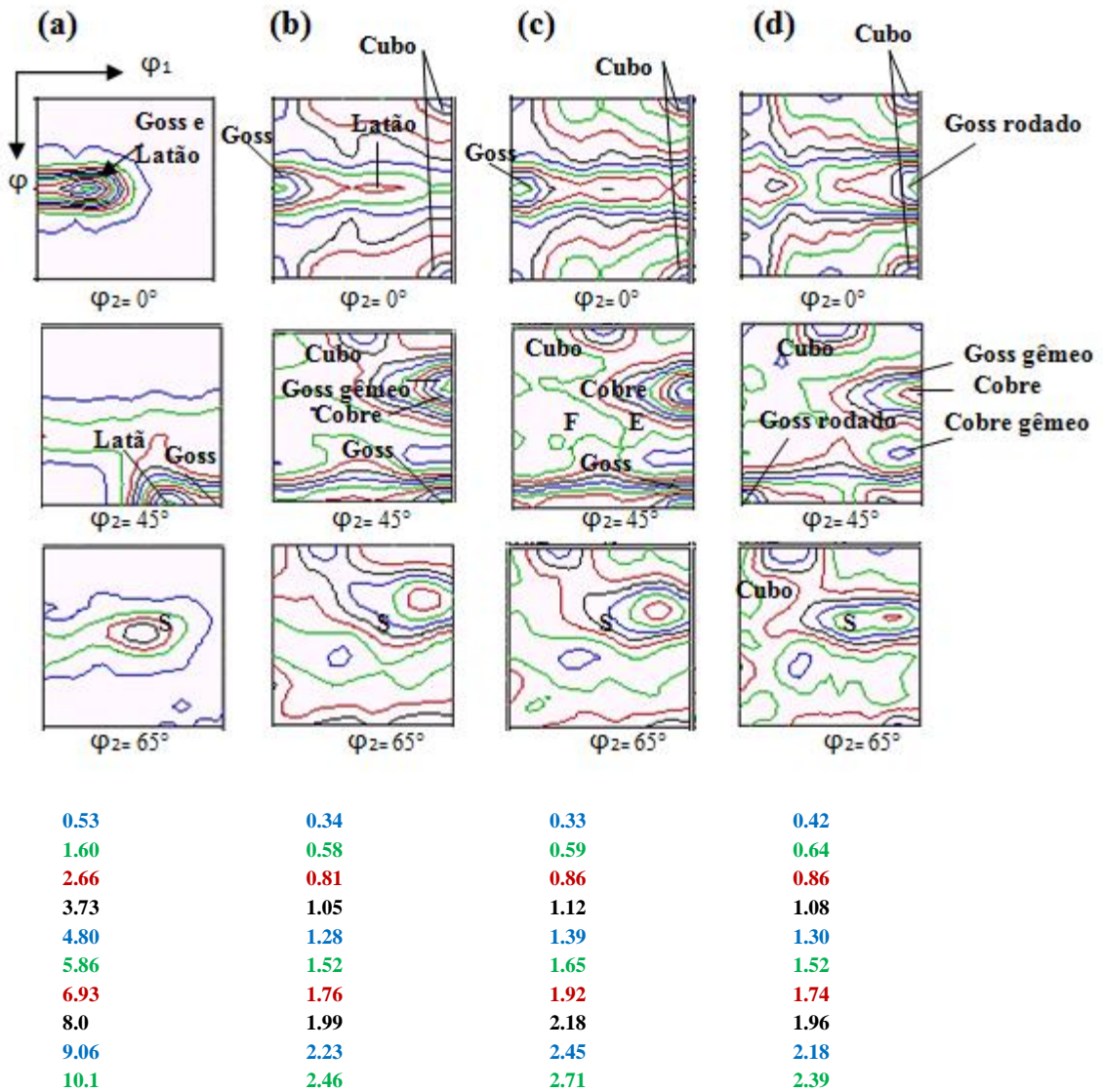
de redução da espessura, 80%. As amostras foram analisadas em quatro condições, uma apenas laminada e as demais laminadas e tratadas em 700, 800 e 1000°C. Essas foram escolhidas com base nos processos de recristalização e crescimento de grão, conforme discutido no Item 5.3. Não foram escolhidas amostras recozidas em temperaturas mais baixas pois, a recuperação causa pequena ou nenhuma modificação na textura de deformação. O objetivo foi observar a evolução da textura durante o recozimento, bem como a influência das maclas mecânicas e de recozimento. Os dados para a obtenção das texturas foram obtidos por difração de raios X.

A evolução da textura durante o recozimento é mostrada na forma de ODF's (do inglês *orientation distribution function*) para as amostras laminadas e tratadas em 700, 800 e 1000°C, Figuras 22a a 22d, respectivamente. Para melhor análise das texturas foram escolhidas as seções $\varphi_2 = 0^\circ, 45^\circ$ e 65° . A Figura 23 mostra a intensidade das principais componentes de textura e será utilizada juntamente com a Figura 22 para o detalhamento da evolução da mesma.

Nas ODF's, Figuras 22a a 22b, estão identificadas as principais componentes de textura reportadas para o aço TWIP. A intensidade máxima obtida para uma componente de textura foi para a amostra laminada, sendo sua intensidade dez vezes superior a de um material aleatório. A intensidade das componentes diminuíram com o tratamento térmico. Dessa forma, observa-se que o material não possui uma forte orientação cristalográfica, fato também observado por Saleh e colaboradores (2016).

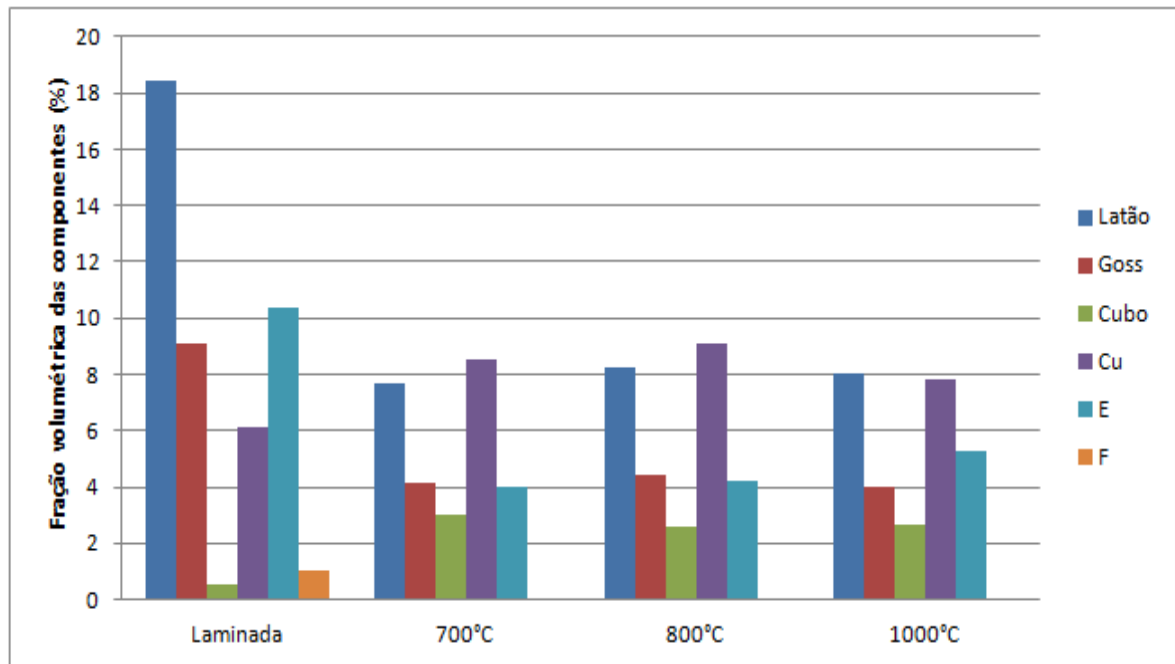
De acordo com as Figuras 22 e 23, observa-se, em todas as amostras, a presença de dois principais tipos de fibras comuns nos aços TWIP: fibra γ e fibra α . Sendo a fibra γ compostas pelas componentes E $\{111\}\langle 110\rangle$ e F $\{111\}\langle 112\rangle$ e a fibra α formada pelas componentes Latão $\{011\}\langle 211\rangle$, Goss $\{011\}\langle 100\rangle$ e Goss rodado $\{011\}\langle 011\rangle$. Em todas as amostras, percebe se que a intensidade das componentes da fibra α é mais altas, Figura 22, porém a amostra laminada não apresenta todos os componentes associados a esta fibra. As componentes das fibras ficam menos intensas após o tratamento térmico em 700°C, e permanecem aproximadamente constantes para as temperaturas superiores.

Figura 22- Evolução da textura durante o recozimento, seções de ODF $\varphi_2 = 0^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$, $\varphi_2 = 65^\circ$, para as amostras: (a) laminada e recozida em (b) 700°C, (c) 800°C e (d) 1000°C. Abaixo estão as intensidades para cada amostra, a) laminada e recozida em b) 700°C, c) 800°C e d) 1000°C.



Fonte: Própria

Figura 23- Evolução da fração das principais componentes presentes no material analisado.



Fonte: Própria

De acordo com a literatura, a fibra α é formada nos primeiros estágios de deformação e a partir de 70% de deformação ocorre a formação de uma fibra γ fraca. A formação da fibra α intensa, bem como a formação de uma fibra γ fraca sob altos graus de deformação está relacionada com a baixa EDE do material. Materiais com baixa EDE estão propensos a formar maclas de deformação que podem levar ao enfraquecimento da fibra γ e, conseqüentemente, ao enfraquecimento da anisotropia ocasionada pela textura de deformação (KALSAR et al., 2017; SALEH et al., 2011; XIU-HUI et al., 2010; YANUSHKEVICH et al., 2016). A fibra γ , para materiais CFC, é caracterizada por grãos que armazenaram muita energia durante a deformação e, por isso, recristalizam primeiro. Por outro lado, a fibra α se caracteriza por grãos com menor energia armazenada e por isso são consumidos durante a recristalização (PARK; SZPUNAR, 2003). A retenção da fibra α durante a recristalização do aço TWIP, como observado na Figura 22, pode ser devido aos núcleos que crescem dentro dos grãos deformados com orientações próximas às da matriz, seguida de maclas de recozimento o que leva a variante de componentes com orientações próximas (SALEH et al.; 2016). A presença das fibras foi confirmadas por meio do refinamento Rietveld e será discutido no Item 5.5

Com relação à textura da amostra apenas laminada, Figuras 21a e 23, nota-se a presença mais intensa das componentes E $\{111\}\langle 110 \rangle$, pertencente à fibra γ , Goss

{011}<100> e Latão {011}<211>, pertencentes à fibra α , sendo a última mais intensa que as demais.

Esse fato comumente ocorre em aços TWIP para altos graus de deformação, onde a componente Latão {011}<211> se intensifica e ultrapassa a componente Goss {011}<100>, como observado por Saleh e colaboradores (2016) e Vercammen e colaboradores (2004). A alta intensidade da textura tipo Latão {011}<211> na amostra laminada pode estar relacionada com as maclas de deformação que inibem a formação da Cobre {112}<111>, nos primeiros estágios da deformação. A formação das maclas de deformação retarda o deslizamento das discordâncias, causando uma rotação na rede e favorecendo a formação da componente Latão {011}<211> (GUO et al., 2017; SHEN et al., 2013; VERCAMMEN et al., 2014). As componentes Cubo {001}<100> e Cobre {112}<111>, nesta amostra, possuem intensidade muito baixa, de forma que é mais difícil a observação dessas nas ODF's.

Durante a recristalização e crescimento de grãos, amostras tratadas em 700, 800 e 1000°C, as principais componentes de textura de deformação foram mantidas, mas com intensidade menor, como mostram as Figuras 22 e 23. Observa-se que as componentes mais intensas como Latão {011}<211>, Goss {011}<100> e E {111}<110> a intensidade reduz a partir de 700°C. Para essa temperatura, a componente tipo Cobre {112}<111> apresenta um aumento em sua intensidade. Esta é característica em materiais CFC recristalizados como relatam Saleh e colaboradores (2011). O aumento da intensidade dessa componente pode ser devido à formação de componentes semelhantes, como Cobre gêmeo {552}<115>. Além disso, pode ter sido causada pela geminação da componente Goss {011}<100>, gerando Goss gêmeo {113}<332>, uma vez que essas estão bem próximas, como mostram as ODF's. O surgimento dessas componentes que exibem uma relação gêmea com as componentes de deformação indica que os primeiros núcleos de recristalização formados possuem orientações próximas a da matriz deformada, como foi mostrado por Saleh e colaboradores (2011). Bracke e colaboradores (2009) afirmam que as componentes Cobre gêmeo {552}<115> e Goss gêmeo {113}<332> não são resultados de mecanismos de deformação e sim da geminação da textura tipo Cobre {112}<111> e Goss {011}<100>, respectivamente.

Na recristalização, observa-se ainda o aparecimento das componentes Cobre gêmeo {552}<115>, Goss gêmeo {113}<332> e Goss rodado {011}<011>, bem como a predominância da componente Cubo {001}<100>. A intensidade dessa componente, assim como as demais, permanece praticamente constante para as amostras tratadas termicamente. Para as amostras tratadas observa-se ainda o esgotamento da componente F {111}<112> após a recristalização, enfraquecendo a fibra γ .

A causa da retenção das componentes com intensidades bem próximas a partir de 800°C pode estar relacionado com o crescimento de grãos, conforme observado por Saleh e colaboradores (2016). Como foi visto no Item 5.3, a partir de 800°C inicia-se o crescimento de grãos para esta amostra e, como relatado por Padilha e Siciliano Júnior (2005), durante o crescimento normal de grãos não acontecem mudanças significativas na textura. Este fato pode ser observado em todas as componentes, cuja intensidade não é significativamente modificada para as temperaturas de 800 e 1000°C, como pode ser observado nas Figuras 22c e 22d e comparado com a Figura 23.

O crescimento de grãos também pode ter influenciado na retenção da componente Latão B $\{011\}\langle 211\rangle$, conforme mencionado por Saleh e colaboradores (2011). Adicionalmente, os autores afirmam que a retenção dessa componente também pode ser explicada pelo fato que, essa orientação pode levar a variantes de textura cristalograficamente idênticas após a recristalização.

Outra componente, pouco intensa, observada para todas as amostras foi a S $\{123\}\langle 634\rangle$, a qual é característica para aços TWIP, como relatam Guo e colaboradores (2017). A recristalização contribuiu para reduzir ainda mais a intensidade dessa componente.

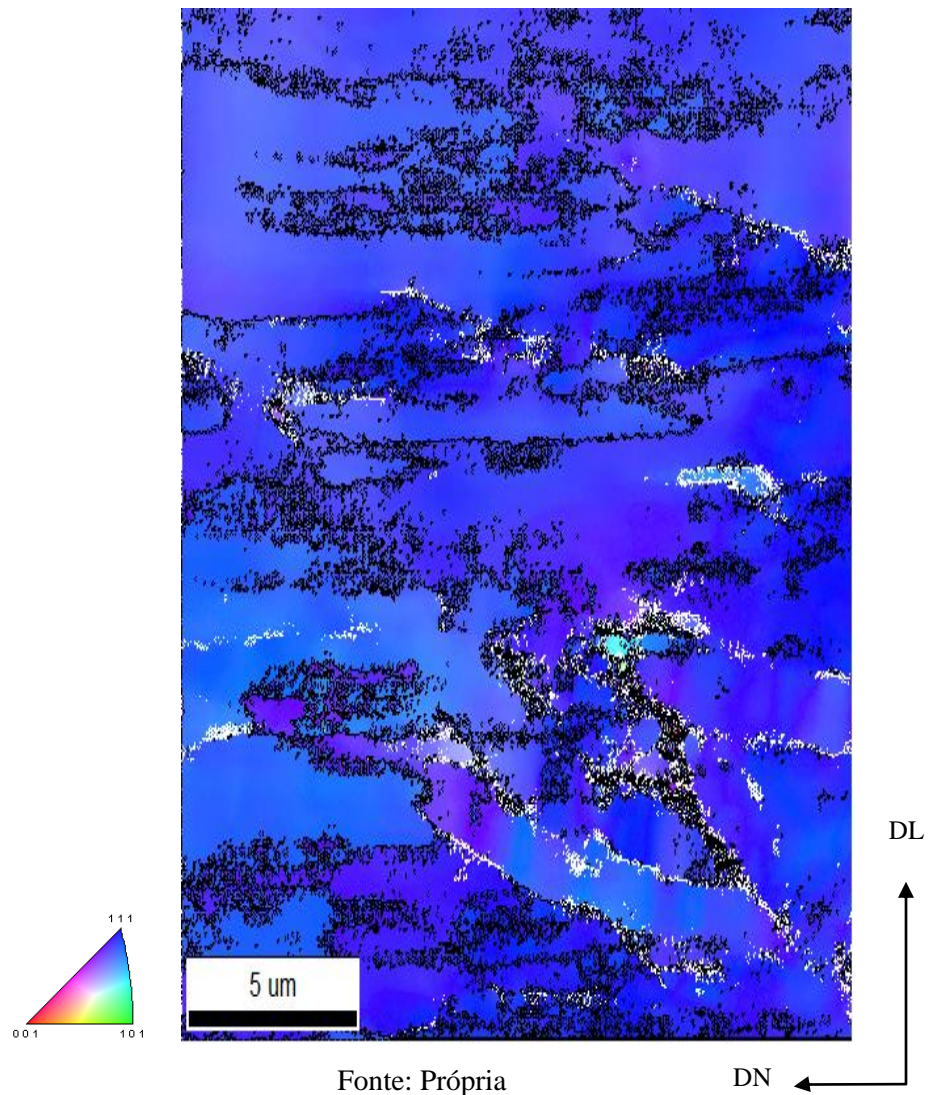
A estampagem dos aços TWIP, está relacionada à textura, conforme analisaram Bracke e colaboradores (2012). Os autores relatam que uma textura ideal para o aço TWIP que garante uma boa capacidade de estampagem, seria uma textura mais próxima da aleatória, ou seja, uma textura mais fraca ou a ausência de uma orientação preferencial forte; uma vez que assim, a anisotropia do material seria reduzida. Dessa forma, torna-se evidente o papel das maclas de recozimento nesses aços, uma vez que elas favorecem a aleatorização da textura, segundo os autores citados, tendo um papel importante na principal característica desse aço, que é a sua boa formabilidade. Além disso, seus contornos especiais podem trazer outras propriedades desejadas ao material. O Item 5.5 tem como objetivo realizar a análise da mesotextura, contornos de maclas, e ainda fazer um comparativo entre a macrotextura e microtextura em algumas amostras.

5.5. EBSD

A avaliação da microtextura, mesotextura e contornos de grãos foi realizada e abordada neste tópico. A análise foi realizada por meio da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

Para realizar análises via EBSD, foram escolhidas as amostras com 80% de redução da espessura nos estados deformada e tratada a 700°C. Como foi visto no Item 5.4, após 700°C não houve mudanças significativas na textura do material, dessa forma, não foram realizadas análises nas demais amostras. As Figuras 24 e 25 mostram o mapa de orientações (OIM) para as amostras com 80% de redução da espessura apenas laminada e tratada a 700°C, respectivamente. Nessas figuras os contornos de alto ângulo (diferença de orientação maior que 15°) estão marcados em preto e os de baixo ângulo (diferença de orientação menor que 15°) em branco.

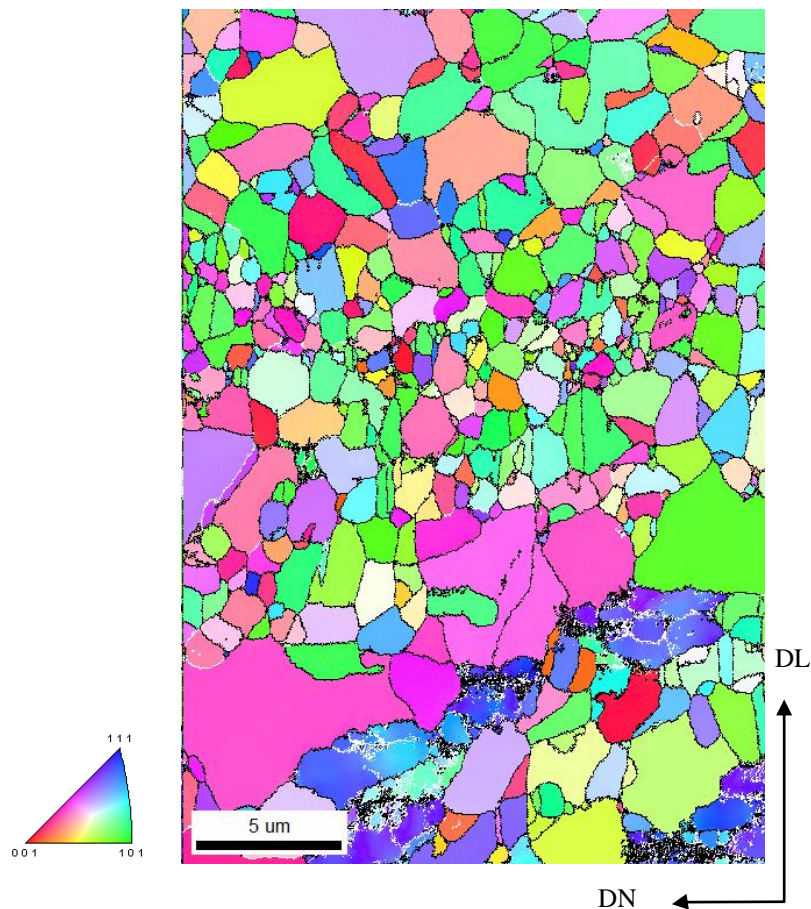
Figura 24 - Mapa de orientação (OIM) para a amostra com 80% de redução da espessura apenas laminada.



A Figura 24 mostra a OIM da amostra deformada, porém a varredura foi realizada em uma área pouco representativa dessa amostra, mostrando que a região mapeada apresenta a mesma orientação (coloração) com contornos de alto ângulo internamente e poucos contornos de baixo ângulo. A presença dos contornos de alto ângulo pode estar associada à presença de maclas de deformação, que para altas deformações formam regiões com grãos nanométricos, como foi mostrado na Figura 17.

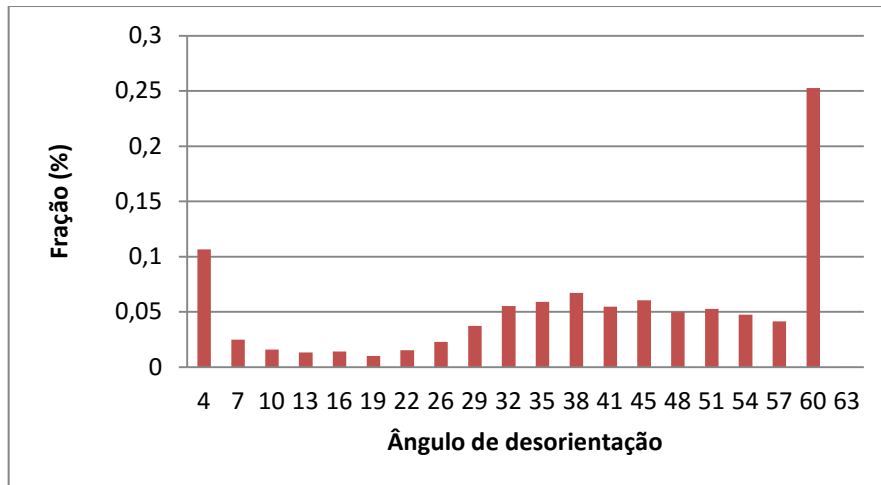
A Figura 25 mostra a OIM da amostra tratada a 700°C, onde são observados grãos recristalizados e poucos grãos no estado deformado, como foi mostrado no Item 5.3. Os grãos estão distribuídos de forma homogênea em relação às orientações. Nesta amostra, não se observa alta concentração de grãos orientados preferencialmente em um plano, confirmando o que foi observado no Item 5.4. Para analisar a mesotextura para a amostra tratada a 700°C, a Figura 26 mostra a distribuição de diferença de orientação entre os contornos de grãos.

Figura 25- Mapa de orientação (OIM) para a amostra com 80% de redução da espessura tratada a 700°C



Fonte: Própria

Figura 26- Distribuição dos ângulos dos contornos para a amostra com 80% de redução da espessura tratada a 700°C.

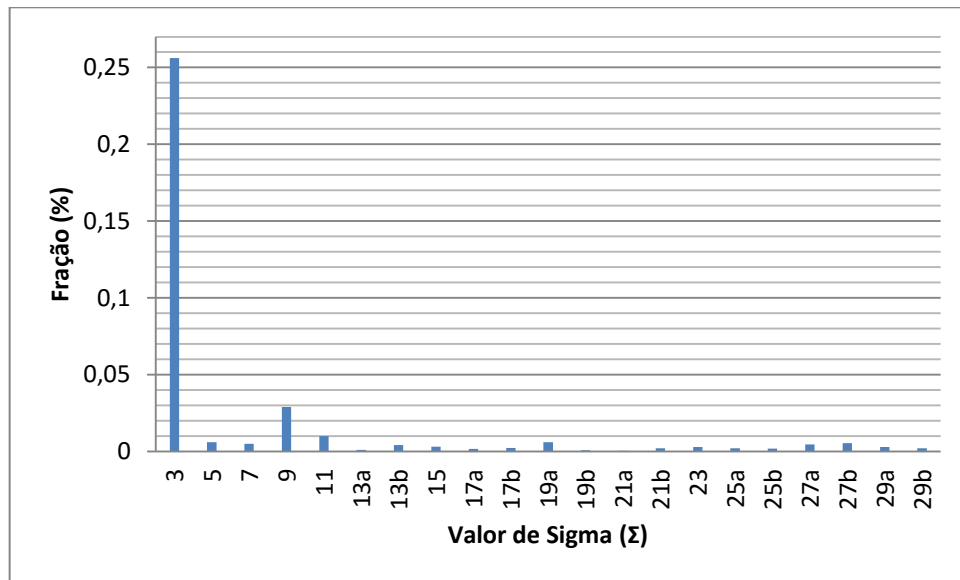


Fonte: Própria

Em materiais CFC, as maclas se formam preferencialmente próximo aos contornos com diferença de orientação maior que 60° (GUO et al., 2017; SATHIARAJI; BHATTACHARJEE, 2015). Analisando a Figura 26, observa-se que a fração de ângulos com diferença de orientação em torno de 60° é de 25,2%. Os demais contornos estão mais homoganeamente distribuídos. Essa distribuição mais homogênea se deve ao fato que, nesta amostra, ainda há grãos em processo de recuperação, que caracteristicamente possuem maior proporção de contornos de baixo ângulo e menor diferença de orientação interna que grãos deformados (GAZDER et al., 2011).

Além dos contornos de alto e baixo ângulo, a técnica de EBSD torna possível a caracterização de contornos especiais. A Figura 27 mostra as frações de contornos de CSL (do inglês *coincident site lattices*), ou locais coincidentes no reticulado para a amostra tratada a 700°C. Os contornos de alto ângulo com um valor entre $\Sigma 1$ e $\Sigma 29$ são considerados contornos de grãos especiais e os demais são denominados contornos de grãos de alto ângulo aleatórios. O valor de Σ representa a fração de coincidências, por exemplo, $\Sigma 3$ representa uma coincidência de 1/3 dos locais do reticulado, $\Sigma 9$ representa 1/9 e assim por diante. Os contornos representados por $\Sigma 3$, $\Sigma 9$ e $\Sigma 27$ são contornos especiais que representam os contornos de maclas (CHEN et al., 2017, CHEN; JIANG, 2014).

Figura 27- Fração de CSL para amostra com 80% de redução da espessura tratada a 700°C.



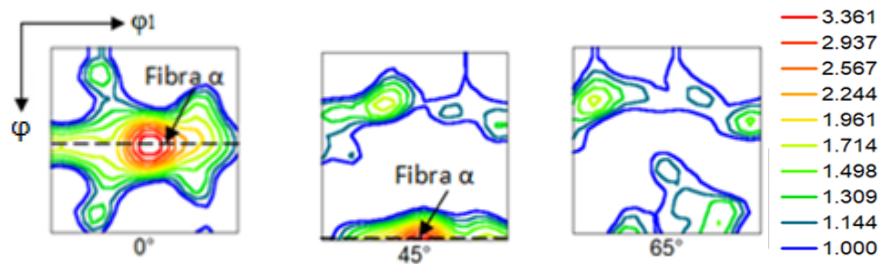
Fonte: Própria

Trabalhos recentes (BAGHERPOUR et al., 2016; CHEN et al., 2017; MORAWIEC, 2011; UEJI et al., 2013) têm dado mais atenção no estudo de contornos especiais $\Sigma 3$ coerentes, devido a sua maior concentração nos aços CFC. A Figura 27 mostra que a maior fração de contornos especiais é de $\Sigma 3$, 25,6%, que representam os contornos de maclas. Observa-se ainda uma pequena parcela de contornos $\Sigma 9$, que, de acordo com Bagherpour e colaboradores (2016), esses contornos, além do $\Sigma 27$, são gerados pela elevada fração de $\Sigma 3$ durante o recozimento.

Após realizar uma análise sobre os contornos de grão, foi feita uma análise sobre a microtextura na amostra tratada a 700°C. Assim, a Figura 28 mostra as seções de ODF para a amostra tratada a 700°C.

A Figura 28 mostra a presença da fibra α . Assim, como na análise de macrotextura, é possível observar as principais componentes características dos aços TWIP, Goss $\{110\} \langle 001 \rangle$, Latão $\{110\} \langle 112 \rangle$, E $\{111\} \langle 110 \rangle$, F $\{111\} \langle 112 \rangle$, S $\{123\} \langle 634 \rangle$ e Cu $\{112\} \langle 111 \rangle$, mostrando boa coerência com os dados de macrotextura obtidos por difração de raios X.

Figura 28- Seções de ODF φ_2 de 0, 45 e 60° para a amostra com 80% de redução da espessura e tratada em 700°C.



Fonte: Própria

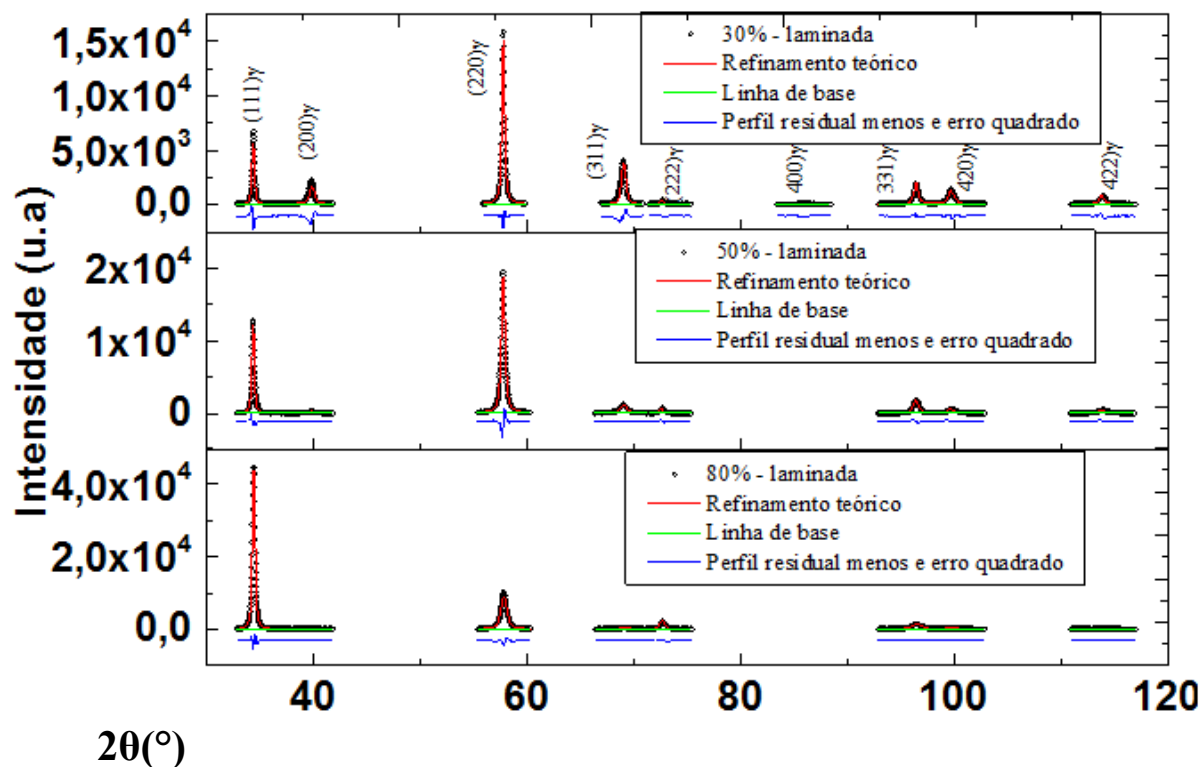
5.6. Difração de raios X

Uma análise quantitativa da densidade de discordâncias para o material em estudo é relatada neste tópico, bem como a análise de possíveis mudanças de fase e anisotropia por meio da difração de raios X luz síncrotron.

A difração de raios X, além de outras técnicas, pode ser utilizada para analisar possíveis mudanças de fase no material. A Figura 29 mostra uma comparação entre os picos de difração para as amostras com 30, 50 e 80% de redução da espessura e a Figura 30 mostra uma comparação entre a amostra mais deformada, 80%, em seu estado apenas laminado e totalmente recristalizada, a 900°C.

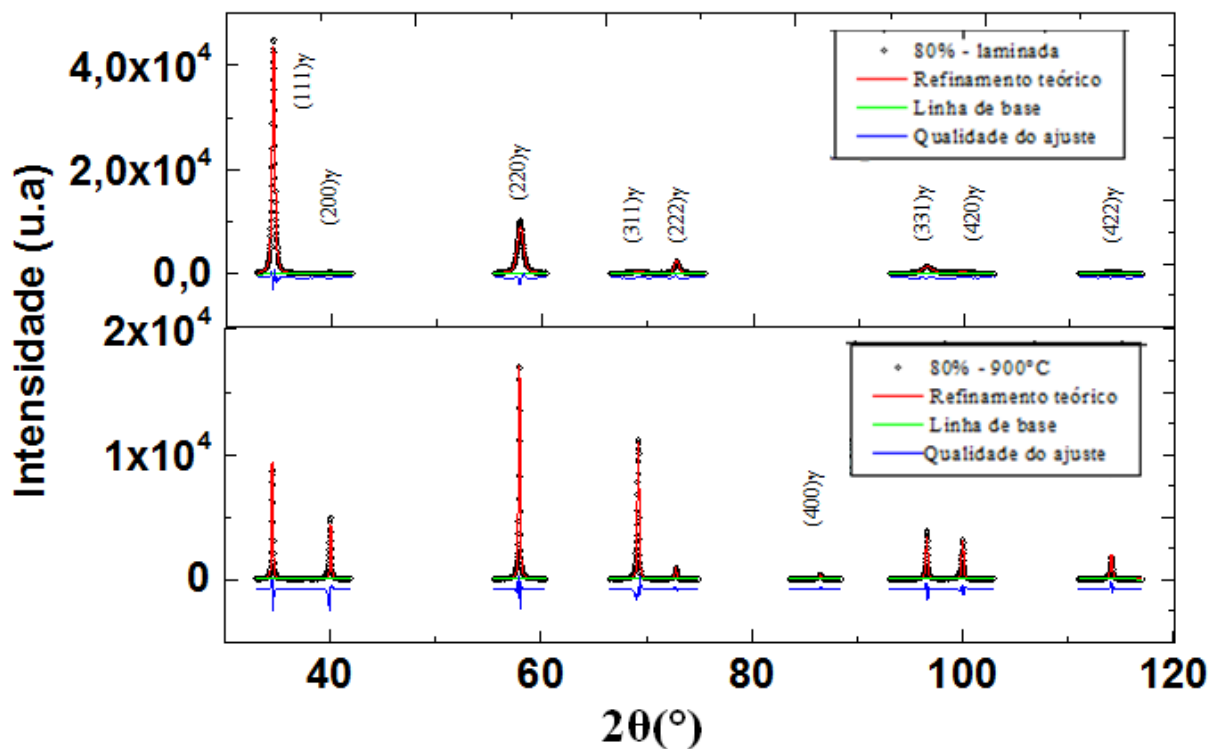
Como pode ser observado na Figura 29, o material exibe apenas os picos de difração característicos da austenita e mesmo após elevada redução da espessura, 80%, não há o surgimento de nova fase no material. O mesmo pode ser observado na Figura 30, quando se compara a amostra apenas deformada com a amostra totalmente recristalizada. Esse fato mostra que o material apresenta apenas a austenita, após elevada deformação e mesmo após o tratamento térmico, em acordo com os resultados obtidos de dilatométrica (Item 5.1) e difração de elétrons retroespalhados (EBSD) (Item 5.5). De acordo com a literatura (ANAND et al., 2018; DINI et al., 2010b), aços que apresentam apenas a fase austenita possuem EDE entre 18 e 35 mJ/m². Abaixo dessa faixa haverá a transformação martensítica e acima desse intervalo não haverá a ocorrência de maclação mecânica.

Figura 29- Difratomogramas das amostras laminadas com 30, 50 e 80% de redução da espessura.



Fonte: Própria

Figura 30- Difratomogramas da amostra com 80% de redução da espessura apenas laminada e tratada termicamente em 900°C.



Fonte: Própria

Com relação aos diferentes graus de redução da espessura, a laminação do material pode alterar a intensidade dos picos de difração, conforme elencam Anand e colaboradores (2018). Foi possível perceber, por meio da Figura 29, que o pico (111) está mais intenso na amostra com maior grau de redução da espessura, mostrando assim a influência da fibra γ . Outro fator importante observado é a variação nas intensidades do pico (220), que mostra a influência da fibra α para as amostras.

A Figura 30 mostra que o tratamento térmico também interferiu na intensidade de todos os picos, principalmente (111), (200) e (311) que evoluíram com a recristalização. A evolução nas intensidades dos picos confirma a presença das fibras γ e α , após a recristalização e ainda mostra que após esse processo pode haver novas componentes de textura, como Cubo e Goss gêmeo. A textura cristalográfica do material deformado e tratado termicamente foi discutida no Item 5.4.

Após identificar a fase presente no material e indexar os picos de difração, realizou-se a análise da densidade de discordâncias. Para realizar uma análise quantitativa da densidade de discordâncias existem diversas técnicas, dentre as mais utilizadas estão a Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET), o ensaio de dureza e a difração de raios X. A Microscopia Eletrônica de Transmissão se torna restrita devido às dificuldades de preparação das amostras e ainda, as informações obtidas são relativas a uma área muito pequena. O teste de dureza é um método limitado para materiais muito deformados, pois a estrutura das células de discordâncias é muito complexa para esta técnica, visto que esta realiza uma contagem de discordâncias individuais. Já a difração de raios X apresenta uma média de dados em uma área maior, e apesar de não gerar valores muito precisos, devido à influência de falhas de empilhamento, maclas, textura e parâmetros instrumentais, essa técnica tem sido amplamente utilizada. Além disso, o uso de fontes de raios X síncrotron de elevada intensidade proporciona resultados mais precisos que métodos convencionais (DINI et al., 2010b; HUMPRHEYS; HATHERLY, 2004; VASILEV, 2012).

Segundo Aguilar e colaboradores (2013), Úngar e colaboradores (1999) e Seth e colaboradores (2015), além da configuração do instrumento, alguns fatores como o efeito da redução do tamanho do cristalito, a presença de defeitos como discordâncias, falhas de empilhamento e microdeformação e ainda a presença de maclas podem causar um alargamento nos picos de difração. Dessa forma, foi proposto por Williamson e por Hall um método quantitativo que se baseia na análise da largura a meia altura dos picos, FWHM (do inglês *full width at Half Maximum*), conhecido como método Williamson-Hall. Este modelo fornece dados como, por exemplo, o tamanho do cristalito, o qual é usado para o cálculo de

densidade de discordâncias, porém, não gera um resultado adequado quando há a presença de deformações de natureza intrinsecamente anisotrópica no material, como por exemplo as discordâncias que ocorrem em planos cristalográficos específicos.

Assim, foi proposto por Ungár e Borbély o método conhecido como Williamson-Hall modificado (WHM), que é dado pela equação:

$$\Delta K \cong \frac{0,9}{D} + \left(\frac{\pi M^2 b^2}{2} \right) \rho^{1/2} (K^2 \bar{C}) + O(K^4 \bar{C}^2) \quad (1)$$

onde $K = 2 \sin\theta/\lambda$ e $\Delta K = 2 \cos\theta \Delta\theta/\lambda$; em que θ e $\Delta\theta$ são o ângulo de difração e a largura integral do pico, respectivamente, e λ é o comprimento de onda. D é o tamanho médio do cristalito, b é o vetor de Burgers, dado como $a\sqrt{2}$ para estrutura CFC, sendo a o parâmetro de rede e ρ é a densidade de discordâncias. M é uma constante que depende do raio de corte efetivo de discordância, cujo valor está entre 1 e 2 para materiais deformados e C é o fator de contraste médio para diferentes vetores de difração e é definido como:

$$\bar{C} = Ch_{00} + \left[1 - q \left(\frac{h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2}{h^2 + k^2 + l^2} \right) \right] \quad (2)$$

na Equação 2, Ch_{00} é o fator de contraste médio correspondente a reflexão h_{00} , considerando a presença de discordâncias aresta e hélice no material. O valor de Ch_{00} utilizado foi 0,258, seguindo a literatura de Úngar e colaboradores (1999). O parâmetro q foi determinado de forma experimental, utilizando os valores entre 0,5 e 2,9, ao qual se escolheu aquele que mais se ajustou. Dessa forma, com os valores de ΔK versus $KC^{1/2}$ para cada reflexão, obtém-se um gráfico de função parabólica. A interseção com o eixo das ordenadas gera o valor do tamanho do cristalito (AGUILAR et al., 2013; SETH et al., 2015; ÚNGAR et al., 1999). A presença de maclas mecânicas e de recozimento podem interferir no deslocamento, alargamento e na assimetria dos picos. Dessa forma, Úngar e colaboradores (1999) utilizaram uma forma proposta por Warren (1959, *apud* Úngar et al., 1999), ao qual são introduzidos fatores de correção β' e $W(g)$ na Equação 1. Esses fatores estão relacionados com a densidade de falhas de empilhamento e de maclas, respectivamente, conforme pode ser observado nas referências (ÚNGAR et al., 1999; AGUILAR et al., 2011), resultando na Equação 3:

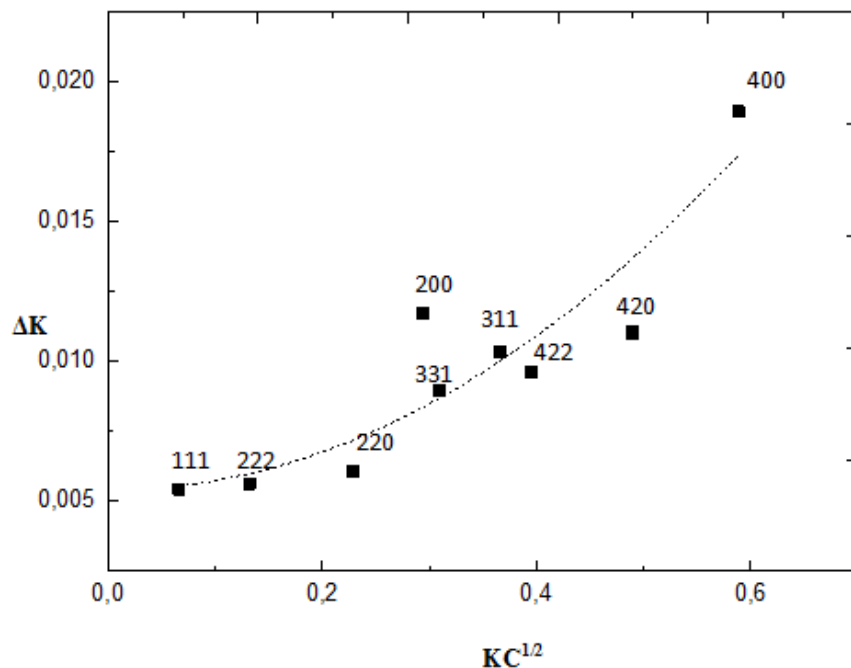
$$\Delta K - \beta' W(g) \cong \frac{0,9}{D} + \left(\frac{\pi M^2 b^2}{2} \right) \rho^{1/2} (K^2 \bar{C}) + O(K^4 \bar{C}^2) \quad (3)$$

onde os valores de $W(g)$ utilizados foram determinados por Warren (1959). β' foi determinado por tentativa e erro, sendo que foi utilizado o valor que melhor possibilitou ajuste quadrático da primeira parte da Equação 3. As Figuras 31 e 32 mostram os resultados obtidos pelo método Williamson-Hall modificado para as amostras com 30 e 80% de redução da espessura.

Assim como para a Equação 1, a dispersão dos pontos obtidos com a correção para as falhas de empilhamento e as maclas mostram que não há uma tendência bem comportada, como mostram as Figuras 31 e 32.

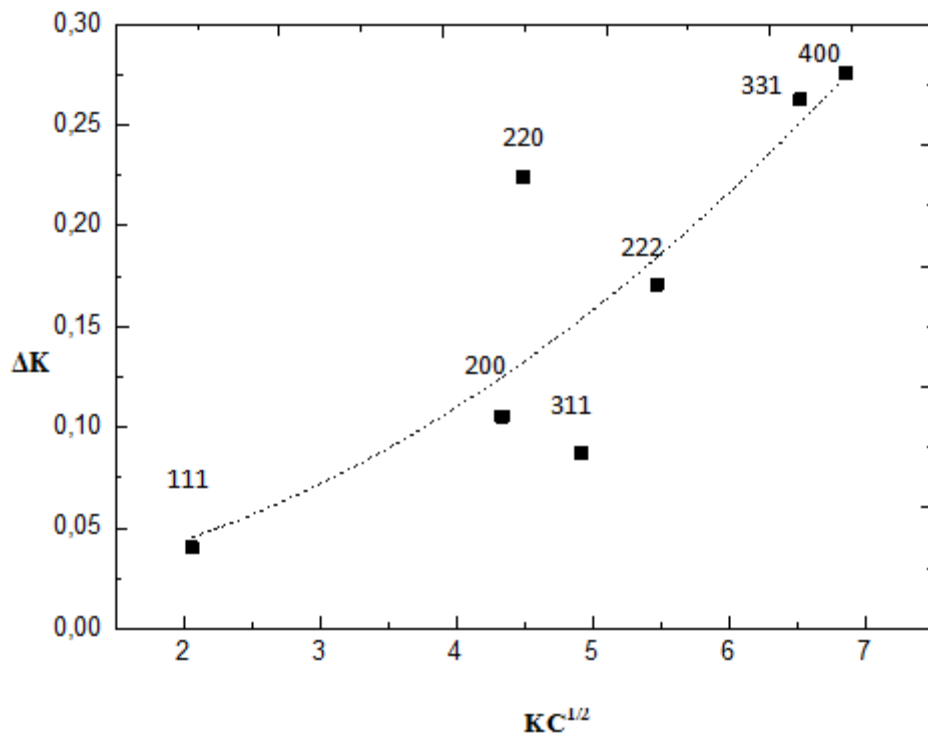
Existe uma dispersão dos pontos, principalmente para a amostra mais deformada, Figuras 32. Estes dados mostram que para o aço TWIP torna-se difícil realizar os cálculos de densidade através desse método. Um dos fatores que pode estar influenciando nessa dispersão é a elevada anisotropia das dimensões dos cristais do material, como também foi observado por Seth e colaboradores (2015) e Anand e colaboradores (2018). Os pontos que não se encontram ajustados na curva mostram elevada anisotropia ao longo da sua direção, como também observaram Banerjee e colaboradores (2018). Esse resultado confirma que o método de Williamson-Hall não foi adequado para o cálculo da densidade de discordância para as amostras investigadas.

Figura 31- Resultados obtidos pelo método de Williamson-Hall modificado para a amostra com 30% de redução da espessura apenas laminada



Fonte: Própria

Figura 32- - Resultados obtidos pelo método de Williamson-Hall modificado para a amostra com 80% de redução da espessura apenas laminada.

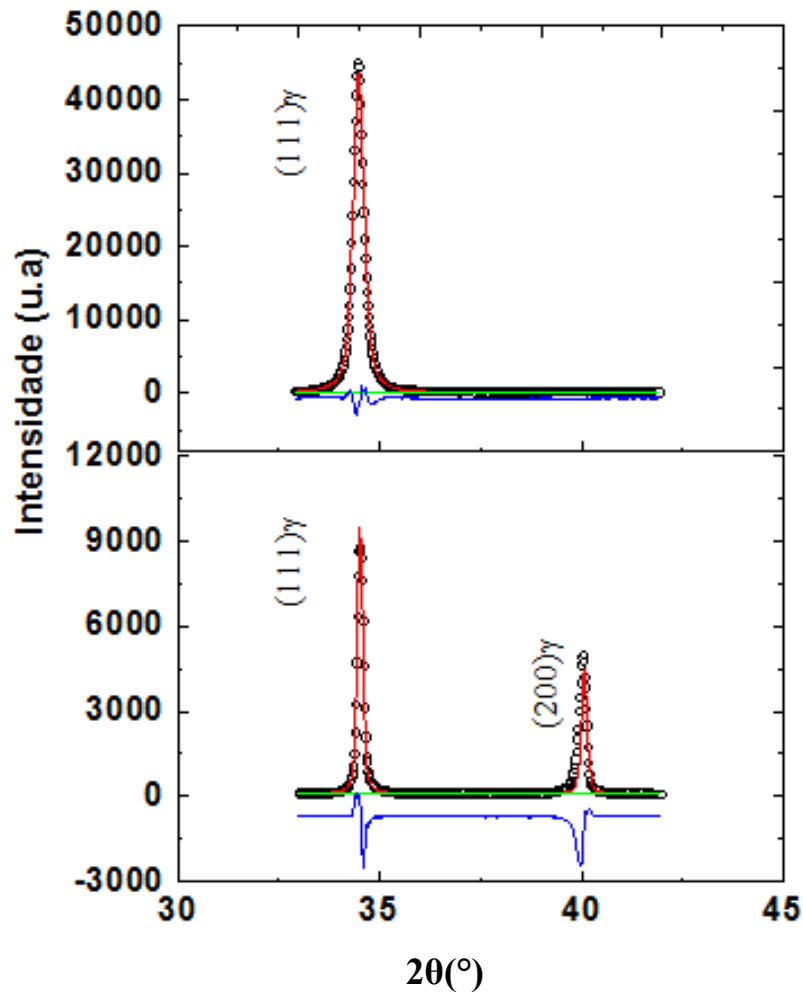


Fonte: Própria

Dessa forma, buscou-se realizar o refinamento Rietveld usando o software MAUD (do inglês, *Materials Analysis Using Diffraction*) (DINI et al, 2010a). Este software tem sido utilizado por alguns pesquisadores (ANAND et al., 2018; DINI et al, 2010a) para estudos em aços TWIP, pois realiza um refinamento levando em consideração a influência das falhas de empilhamento e maclas, usando o modelo proposto por Warren (1959). Além disso, outras correções podem ser realizadas, como a da textura, através do modelo *Mach Dolase*, onde é possível fazer o ajuste para cada orientação cristalográfica. A anisotropia do tamanho de cristalito e da microdeformação é modelada pelo modelo de Popa (1998). Para facilitar a visualização e exemplificar os ajustes realizados nos difratogramas, apresenta-se na Figura 33 uma ampliação da região que contém os picos (111) e (200) para a amostra maior grau de redução, 80%, e tratada termicamente em 900°C.

Os pontos pretos na figura são os dados experimentais, enquanto a linha vermelha é o modelo teórico advindo do refinamento de Rietveld, a linha em azul abaixo dos picos é a diferença entre os dados experimentais e teóricos e podem auxiliar na avaliação da qualidade do ajuste.

Figura 33- Refinamento Rietveld usando MAUD para a amostra com 80% de redução da espessura e tratada termicamente em 900°C.

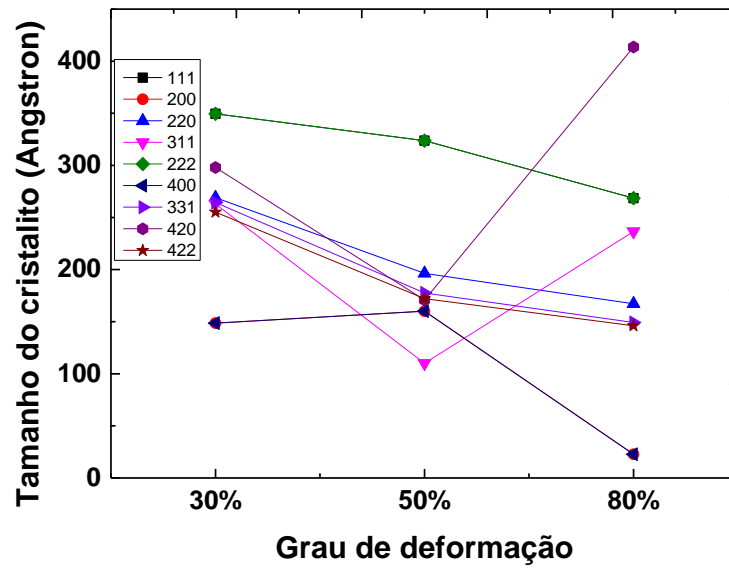


Fonte: própria

Além da textura cristalográfica, o outro fator que influenciou de forma mais significativa no refinamento foi à anisotropia do tamanho de grão. Para fazer uma análise desse parâmetro, utilizou-se a ferramenta *Popa rules* do *software*, que segue o modelo de Popa (1998), como foi mostrado por Anand e colaboradores (2018). Assim, obtêm-se dados de tamanho do cristalito e a microdeformação para cada pico do difratograma, ou seja, em direções cristalográficas diferentes, possibilitando a análise da anisotropia do material.

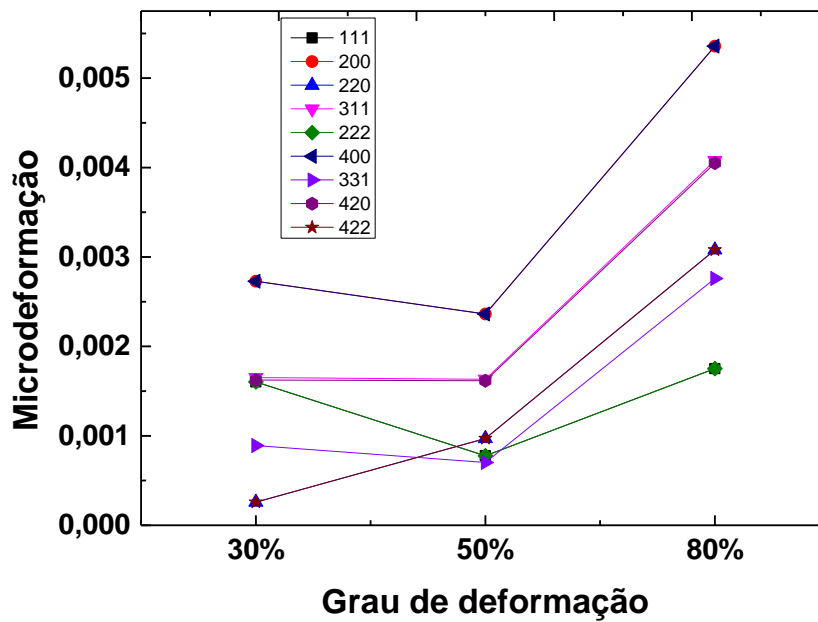
A Figura 34 mostra a variação no tamanho do cristalito dependente do hkl durante a deformação e a Figura 35 mostra a evolução da microdeformação.

Figura 34- Variação do tamanho do cristalito com o aumento da deformação.



Fonte: Própria

Figura 35- Evolução da microdeformação para as amostras deformadas a 30, 50 e 80% de redução da espessura.



Fonte: Própria

O tamanho do cristalito é o tamanho médio do domínio coerente que reflete na difração, ele representa uma porção do cristal com a mesma orientação cristalográfica (AMERI et al., 2017; ANAND et al., 2018). Ou seja, o tamanho do cristalito pode estar associado com as células de discordâncias e subgrãos dentro do grão. Banerjee e colaboradores (2018) relatam que os defeitos induzidos pela deformação formam emaranhados de discordâncias, ou células que são detectadas pela difração de raios X, levando a uma média de tamanho de cristalito menor. Assim, observa-se que, em média o tamanho do cristalito diminui com o grau de deformação, o que pode estar relacionado com a presença das maclas de deformação, como elencam Dini e colaboradores (2010b).

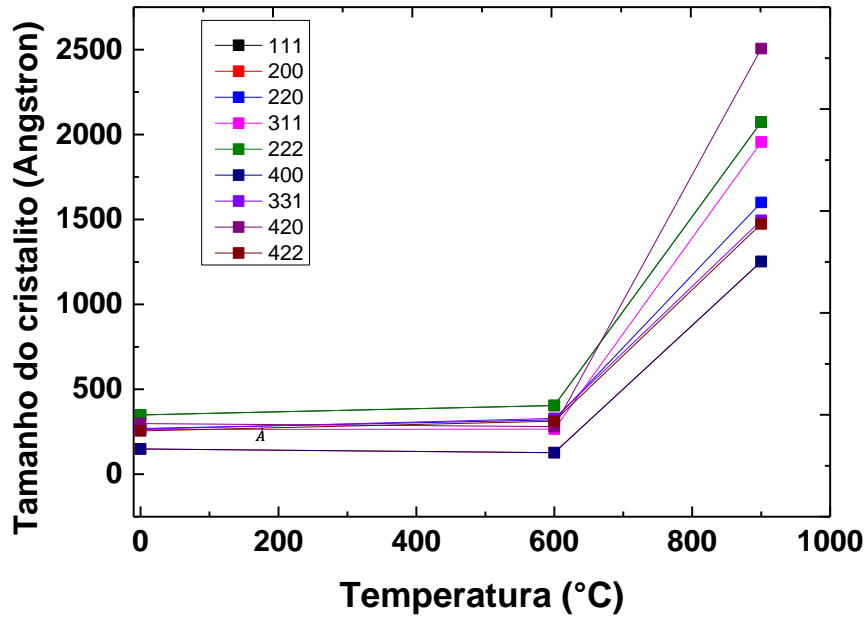
Com relação à Figura 35, a microdeformação ao contrário do tamanho do cristalito, aumenta com o grau de deformação. A formação de discordâncias, juntamente com defeitos como falha de empilhamento e maclas causam um campo de tensão interno, ou microdeformação, conforme relatam Banerjee e colaboradores (2018).

Por meio das Figuras 34 e 35 pode-se observar também o aumento da anisotropia do material com o aumento do grau de deformação. Anisotropia é uma característica na qual as propriedades são dependentes das direções. A deformação gera grãos mais alongados e orientações preferenciais, e assim, a anisotropia é aumentada (REED HILL, 1982). Nas Figuras 34 e 35, a anisotropia pode ser observada pelo distanciamento entre os pontos referentes aos hkl's para cada grau de deformação.

Para verificar a evolução da anisotropia durante o recozimento, as Figuras 36 a 41 mostram a evolução do tamanho do cristalito e microdeformação durante o tratamento térmico para as amostras com 30, 50 e 80% de redução da espessura. Devido ao tempo elevado para realização dos ensaios em cada amostra, não foi possível realizar o mesmo em todas as temperaturas para a condição de 30% de redução da espessura.

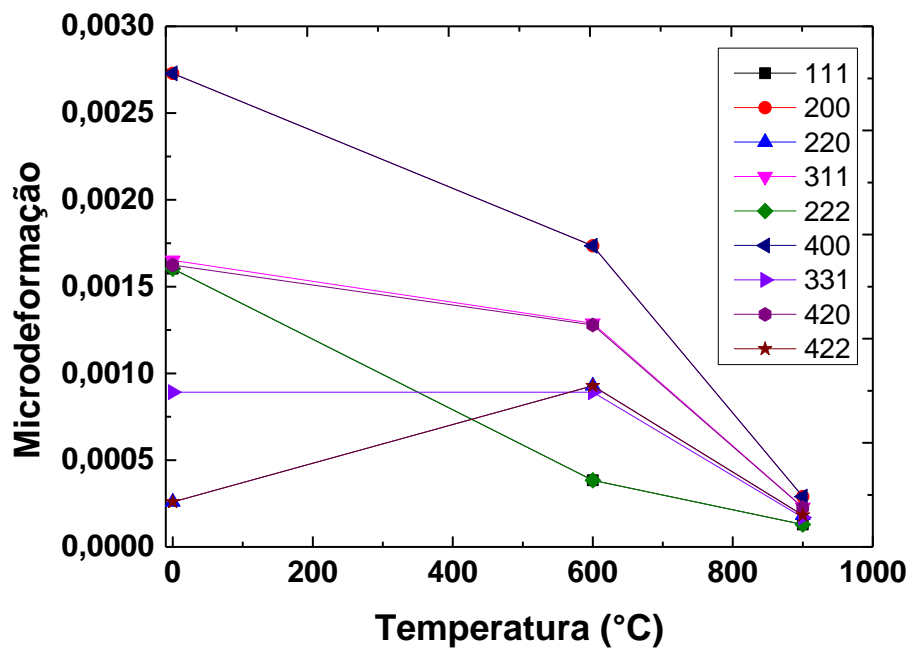
Como pode ser observado nas Figuras 36 a 41, de forma geral, a microdeformação diminui para todas as amostras com o aumento da temperatura, enquanto o tamanho do cristalito aumenta. Percebe-se ainda que a anisotropia é reduzida com o aumento da temperatura para todas as amostras, fato que está relacionado com a recristalização, pois, esse processo, em acordo com o que foi discutido para os resultados de textura, Item 5.4 e Microscopia eletrônica de varredura (MEV) no Item 5.3, reduziu a intensidade das orientações preferenciais e gerou grãos mais isotrópicos.

Figura 36- Evolução do tamanho do cristalito durante o tratamento térmico para a amostra com 30% de redução da espessura



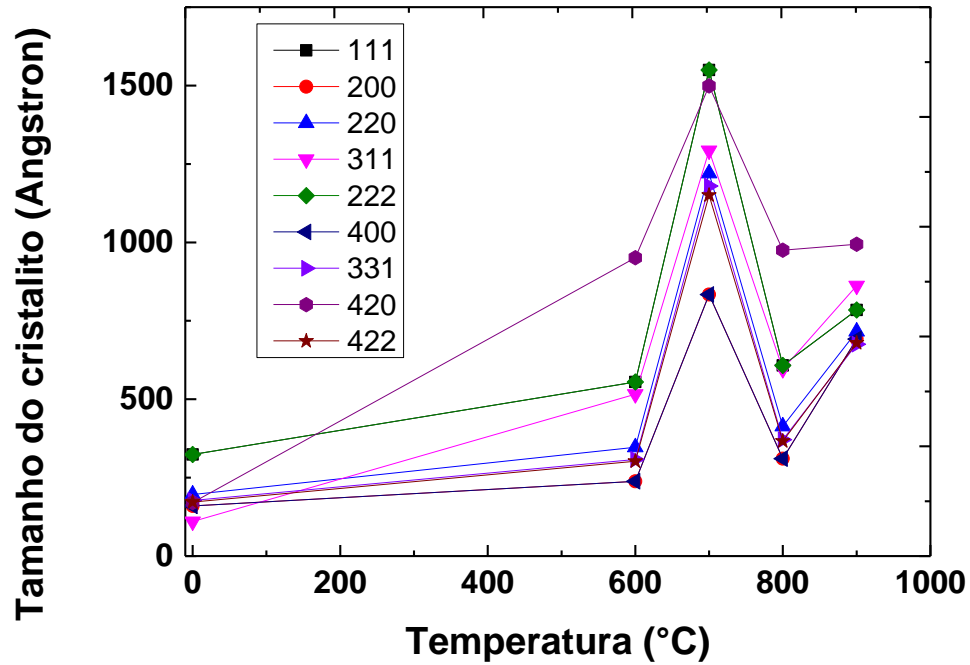
Fonte: Própria

Figura 37- Evolução da microdeformação durante o tratamento térmico para a amostra com 30% de redução da espessura.



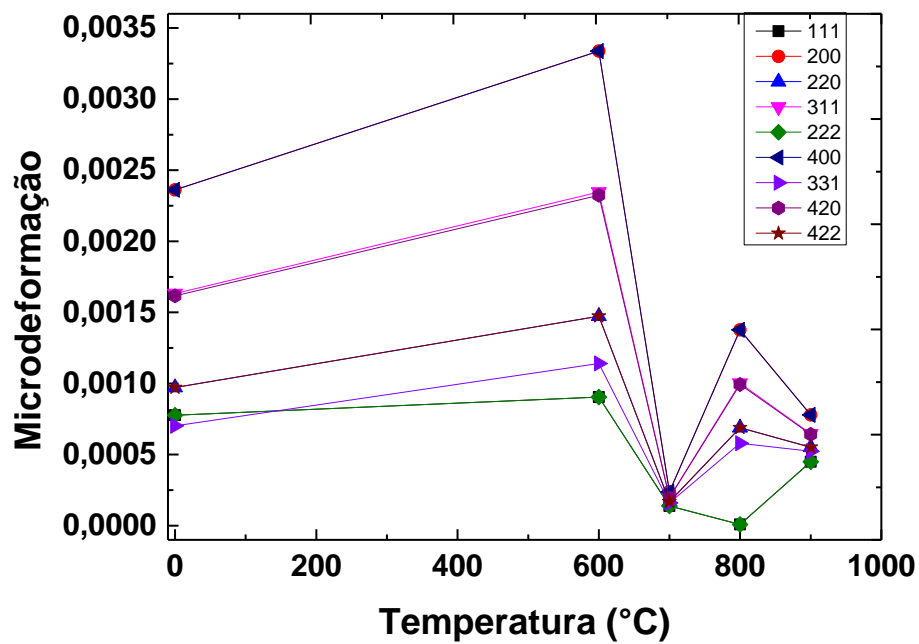
Fonte: Própria

Figura 38- Evolução do tamanho do cristalito durante o tratamento térmico para a amostra com 50% de redução da espessura.



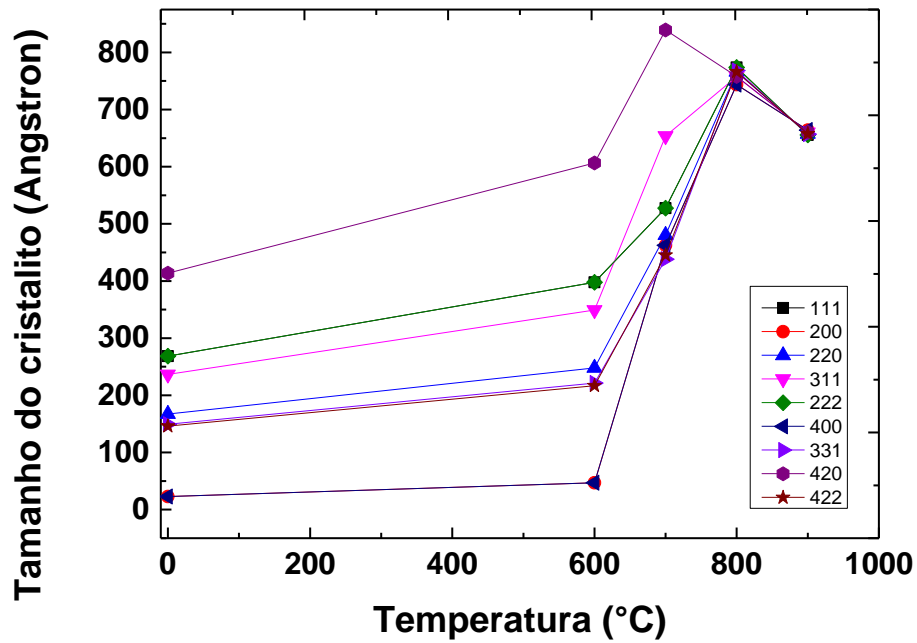
Fonte: Própria

Figura 39- Evolução da microdeformação durante o tratamento térmico para a amostra com 50% de redução da espessura.



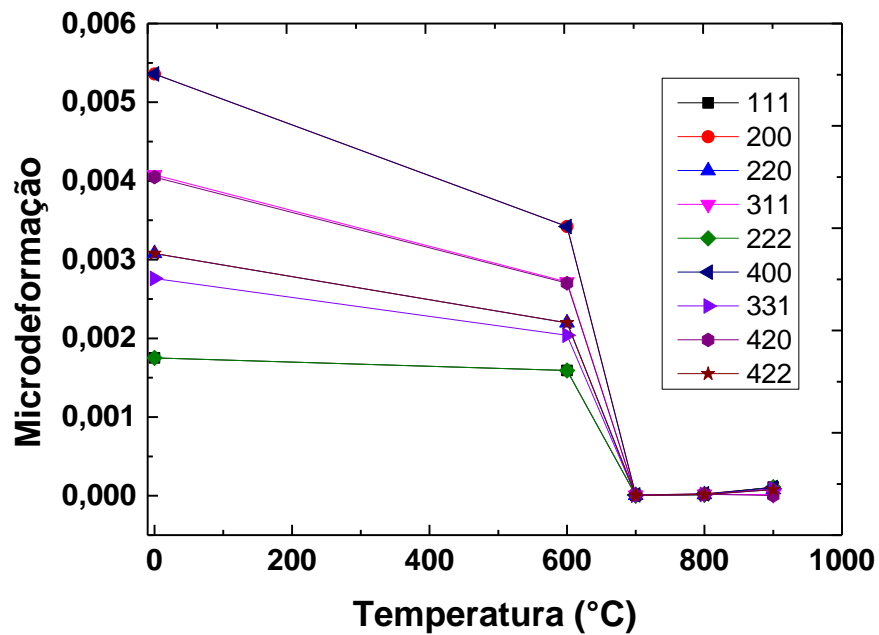
Fonte: Própria

Figura 40- Evolução do tamanho do cristalito durante o tratamento térmico para a amostra com 80% de redução da espessura.



Fonte: Própria

Figura 41- Evolução da microdeformação durante o tratamento térmico para a amostra com 80% de redução da espessura.



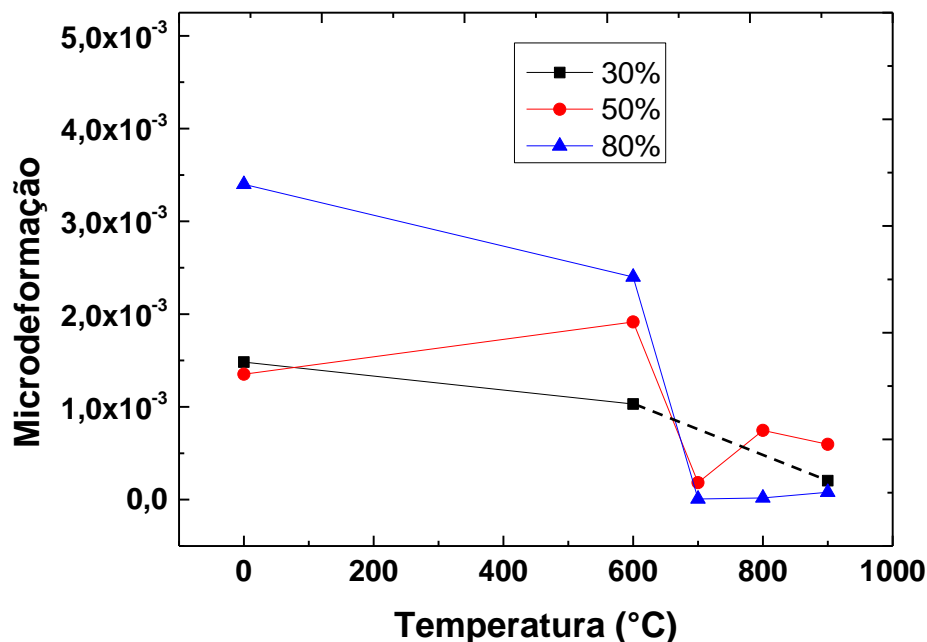
Fonte: Própria

Para a amostra com 30% de redução da espessura a anisotropia aumenta a partir de 900°C, em relação ao tamanho do cristalito, mas como não foi possível realizar o ensaio de difração raios X nesta amostra para as demais temperaturas devido ao tempo decorrido no LNLS, se torna restrita a avaliação dessa tendência.

A amostra com 80% de redução da espessura, em relação à microdeformação, não mostra um distanciamento entre os pontos a partir de 800°C, pois a partir dessa temperatura a recristalização está completa, o que reduz a anisotropia do material deformado, como elencam Anand e colaboradores (2018).

A Figura 42 mostra a evolução da microdeformação média para cada amostra, durante o tratamento térmico. Analisando Figura 42, observa-se uma queda da microdeformação média com o aumento da temperatura para todas as amostras, a linha tracejada na figura para a amostra com 30% de redução da espessura é usada apenas para ligar os pontos entre as temperaturas de 600 e 900°C, uma vez que não foram realizados ensaios entre essas temperaturas para esta amostra.

Figura 42- Evolução da microdeformação média durante o tratamento térmico para as amostras com 30, 50 e 80% de redução da espessura. A linha tracejada apenas liga os pontos entre as temperaturas 600 e 900°C.



Fonte: Própria

A microdeformação é um parâmetro que mede deformação plástica a nível microscópico, inferiores a 0,1%, e nessa microrregião se movimentaram um número significativo de discordâncias. A redução da microdeformação implica na redução da tensão que é gerada devido ao acúmulo de discordâncias (DIETER, 1981). A redução da microdeformação está relacionada com a aniquilação de discordâncias durante o tratamento térmico, que reduz a densidade desses defeitos, como será discutido a seguir.

Como a anisotropia do material juntamente com a influência da textura nos picos de difração tornou inviável a análise pelo método Williamson-Hall modificado para o cálculo da densidade de discordâncias, utilizou-se o método a partir da microdeformação, como utilizado por outros pesquisadores, tais como Dini e colaboradores (2010b), Anand e colaboradores (2018) e Kusakin e colaboradores (2014). Através dos dados obtidos pelo refinamento Rietveld usando o MAUD, a densidade de discordâncias pode ser calculada pela equação 4:

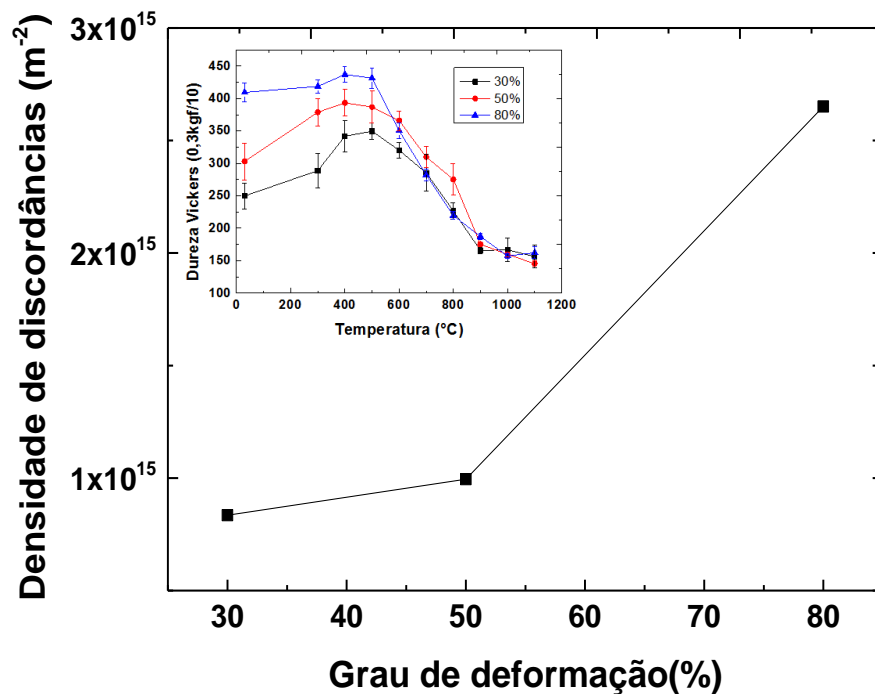
$$\rho = \frac{3\sqrt{2\pi}(\varepsilon^2)^{1/2}}{Db} \quad (4)$$

onde $(\varepsilon^2)^{1/2}$ é a microdeformação. Os dados de tamanho do cristalito e microdeformação foram obtidos por meio da média desses parâmetros em diferentes *hkl*'s. Os valores dos parâmetros de rede foram obtidos pelo refinamento de Rietveld. As Figuras 43 e 44 mostram a evolução dos valores de densidade de discordâncias durante a deformação e recozimento, respectivamente.

De acordo com Vasilev (2012), a densidade de discordâncias é uma medida de quantos desses defeitos estão presentes em uma parcela do material. Então, como a discordância é um defeito linear, a densidade é estabelecida como o comprimento total de discordância por unidade de volume (m/m^3 ou m^{-2}), sendo então estabelecida como a quantidade de linhas de discordâncias que interceptam uma unidade de área. Observando a Figura 43, nota-se um pequeno aumento da densidade de discordâncias com o aumento da deformação até 50%, um maior aumento até 80%. O aumento da densidade de discordâncias se deve à restrição do movimento das discordâncias móveis recém criadas durante a deformação por aquelas já existentes no material. Durante a deformação, a forma dos grãos é modificada, aumentando assim a área de contornos de grãos, que também atuam como barreiras ao deslizamento de discordâncias. Assim, essas vão se empilhando, gerando tensão, que é diretamente proporcional à densidade desses defeitos (ANAND et al., 2018; KUSAKIN et al., 2014).

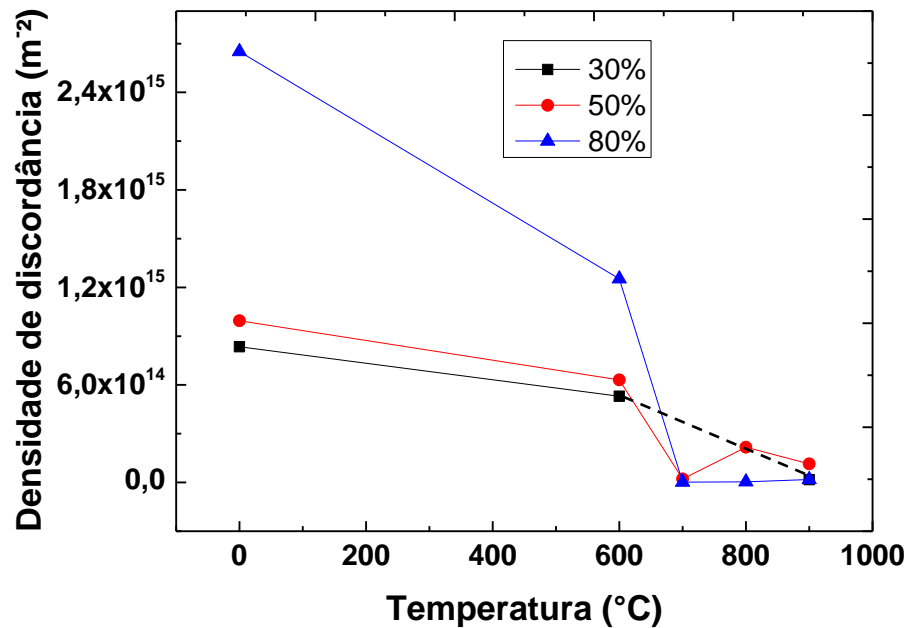
O maior grau de deformação faz com que haja maior quantidade de maclas mecânicas. Para o início da maclação é necessária uma densidade crítica de discordâncias e, dessa forma, os contornos de maclas, assim como os contornos de grãos, funcionam como barreiras para a movimentação dessas, aumentando o encruamento (ANAND et al., 2018; DINI et al., 2010b; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Os autores afirmam que o comportamento de endurecimento dos aços TWIP se deve principalmente devido a essa interação entre maclas e discordâncias.

Figura 43- Evolução da densidade de discordâncias durante a deformação plástica.



Fonte: Própria

Figura 44-Evolução da densidade de discordância durante o tratamento térmico. A linha tracejada apenas liga os pontos entre 600 e 900°C.



Fonte: Própria

Observando a Figura 44, nota-se que a densidade de discordâncias cai com o aumento da temperatura, essa queda é mais lenta até 600°C para todas as amostras, mas, como não foi realizado o ensaio sob temperaturas mais baixas, se torna mais restrita a análise dessa queda até essa temperatura. Porém, ao comparar esses dados com os dados de dureza, Item 5.2, conforme mostra a Figura 43, pode-se relacionar a queda mais suave até 600°C ao processo de recuperação, que elimina uma menor quantidade de discordâncias. A partir de 600°C há uma queda mais acentuada, principalmente na amostra com 80% de redução da espessura, em que a densidade de discordância cai de $2,656 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ para $1,784 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$. Esse processo está relacionado com a recristalização, que gera novos grãos com menor densidade de discordâncias. O processo de queda mais brusca para a amostra com 80% de redução da espessura é devido à maior concentração de energia durante a laminação, por isso essa amostra passa pelo processo de recristalização mais rápido que as demais, reduzindo assim a quantidade desses defeitos mais rapidamente. Na amostra com 30% de redução da espessura, a linha tracejada é usada apenas para ligar os pontos entre as temperaturas de 600 e 900°C. Os valores calculados para densidade de discordâncias estão em conformidade com a literatura de Dini e colaboradores (2010b), Anand e colaboradores (2018) e Kusakin e colaboradores (2014).

A principal característica do aço TWIP é a combinação de resistência mecânica com a ductilidade, essa combinação está relacionada com o armazenamento de discordâncias na rede cristalina, e assim, a maclação mecânica possui um papel importante nesse processo, pois atua como barreira para a mobilidade das discordâncias. A densidade de discordâncias desempenha um papel importante em alguns fenômenos metalúrgicos como deformação, endurecimento por tensão, fadiga, recristalização, entre outros, e isso pode influenciar nas propriedades finais do material, mostrando assim a importância de realizar uma avaliação quantitativa desse parâmetro para este material (AMERI et al., 2017; GUTIERREZ-URRUTIA; RAABE, 2013; SETH et al., 2015; VASILEV, 2012)

6. CONCLUSÃO

Analisou-se o aço TWIP alto manganês, 24%p., laminado com 30, 50 e 80% de redução da espessura e tratado termicamente. A microestrutura foi caracterizada por meio de microscopia eletrônica de varredura e a textura e a densidade de discordâncias foram analisadas por difração de raios X. Os principais resultados foram obtidos:

- A recuperação ocorreu de forma mais lenta nas amostras com 30 e 50% de redução da espessura devido à menor quantidade de energia armazenada, e, possivelmente houve precipitação de partículas finas que contribuíram para o retardamento da recuperação e consequentemente no atraso da recristalização para estas amostras. A amostra com maior grau de redução, 80%, iniciou a recristalização em temperatura mais baixa que as demais, devido a seu maior grau de encruamento.
- O material mostrou a presença de precipitados finos, principalmente nas amostras com 30 e 50% de deformação, que retardou a recristalização. Ainda observou-se a presença de PSN's em todas as amostras, que favoreceram a recristalização.
- Quanto à textura, em relação a amostra com 80% de deformação tratada a 700, 800 e 1000°C, observou-se a presença das fibras γ , composta pelas componentes E $\{111\}\langle 110\rangle$ e F $\{111\}\langle 112\rangle$, e da fibra α , composta pelas componentes Latão $\{011\}\langle 211\rangle$, Goss $\{011\}\langle 100\rangle$ e Goss rodado $\{011\}\langle 011\rangle$. A componente Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$ e S $\{123\}\langle 634\rangle$ também foram observadas. Com a recristalização, as componentes foram mantidas, porém, enfraquecidas. Novas componentes, como Cobre gêmeo $\{552\}\langle 115\rangle$, Goss gêmeo $\{113\}\langle 332\rangle$ e Cubo $\{001\}\langle 100\rangle$ surgiram com o recozimento.
- A análise de difração de raios X mostrou que o material mantém uma única fase, a austenita, mesmo após elevada deformação e recozimento.
- A anisotropia aumentou com o grau de redução da espessura, mas diminuiu com o recozimento.
- Os cálculos de densidade de discordâncias mostraram que a deformação aumenta esse parâmetro, enquanto o recozimento causa um alívio na tensão gerada pela deformação, reduzindo a densidade de discordâncias. Os principais valores encontrados foram $8,35046 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$; $9,94929 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ e $2,65076 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ para as amostras com 30, 50 e 80% de redução da espessura respectivamente. Após os tratamentos térmicos, os valores encontrados foram $1,7139 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$; $1,14694 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ e $1,78407 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ para as amostras com 30, 50, e 80% de redução da espessura, respectivamente, tratadas a 900°C.

Assim, os resultados mostraram que a deformação contribui para o aumento da dureza do material, pois as discordâncias são barradas pelos contornos de grãos e de maclas mecânicas geradas nesse processo. A deformação gera ainda componentes de textura no material.

O recozimento posterior gera um alívio na tensão causada pela deformação, pois ocorre a aniquilação de discordâncias que foram barradas pelos contornos de grãos e maclas. O recozimento ainda gera novas componentes de textura e reduz a intensidade daquelas geradas pela deformação gerando assim uma textura mais aleatória.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Analisar a influência dos precipitados na recristalização do material, bem como na textura e propriedades mecânicas.
- Verificar os possíveis tipos de precipitados no material.
- Analisar o efeito da textura nas propriedades mecânicas do material

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

- ANAND, K. K.; MAHATO, B; HAASE, C.; KUMAR, A.; GHOSH S. C.: Correlation of defect density with texture evolution during cold rolling of a Twinning-Induced Plasticity (TWIP) steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 711, p. 69-77, 2018.
- AGUILAR, C; GUZMAN, D.; IGLESIAS, D.: Analisis de perfiles de difracción de rayos X dos materiales metálicos. **LatinAm. Metal**, v.33, p.15-32, 2013.
- ALLAIN S.; CHATEAU J.P.; DAHMOUN D.; BOUAZIZ O.: Modeling of mechanical twinning in a high manganese content austenitic steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 387-389, p. 272-276, 2004.
- AMERI, A.A.H.; ELEWA, N.N.; ASHRAF, M.; ESCOBEDO-DIAZ, J.P.: General methodology to estimate the dislocation density from microhardness measurement. **Materials Characterization**, v. 131, p. 324-330, 2017.
- BAE, C.; KIM, R.; LEE, U.-H.; KIM, Y.: Precipitation Effect on Mechanical Properties and Phase Stability of High Manganese Steel. **Metallurgical And Materials Transactions**, v. 48, p.4072, 2017.
- BAGHERPOUR, E.; QODS,F.; EBRAHIMI, R.; MIYAMOTO, H.: Microstructure evolution of pure copper during a single pass of simple shear extrusion (SSE): role of shear reversal. **Materials Science and Engineering A**, v.666, p. 324-338, 2016.
- BAIK, S. C.; KIM, S.; JIN, S. Y.; KWON, O: Effects of Alloying Elements on Mechanical Properties and Phase Transformation of Cold Rolled TRIP Steel Sheets. **ISIJ International**, v.41, p. 290-297, 2001.
- BANERJEE, R.H.; SENGUPTA, P.; CHATTERJEE, A.; MISHRA, S.C.; BHUKTA, A.; SATYAM, P.V.; SAMAJDAR, I.; DEY, G.K.: Understanding self ion damage in FCC Ni-Cr-Fe based alloy using X-ray diffraction techniques. **Journal of Nuclear Materials**, v.501, p. 82-93, 2018.
- BHADESHIA, H. K. D. H; HONEYCOMBE, R. W. K.; **Steels–Microstructure and Properties**. Elsevier, 3 ed, Burlington: 2006
- BOUAZIZ, O.; ZUROB, H ; HUANG, M.: Driving force and logic of development of advanced high strength steels for automotive applications. **Steel research**, v.84, p.10, 2013.
- BOUAZIZ, O.; ALLAIN, S.; SCOTT, C.P.; CUGY, P.; BARBIER, D.: High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, v.15, p. 141-168, 2011.
- BRACKE, L.; VERBEKEN, K.; KESTENS, L: Texture generation and implications in TWIP steels. **Scripta Materialia**, v. 66, p. 1007-1011, 2012.

BRACKE, L.; VERBEKEN, K.; KESTENS, L.; PENNING, J.: Microstructure And Texture Evolution During Cold Rolling And Annealing Of A High Mn TWIP Steel. **Acta Materialia**, v. 57, p. 1512- 1524, 2009.

CHAN, H.M.; HUMPHREYS, F.J.: The Recrystallisation of Aluminium-Silicon Alloys Containing a Bimodal Particle Distribution. **Acta Metallurgica**, v. 32, p. 235-243, 1984.

CHEN, L.; ZHAO, Y.; QIN, X.: Some Aspects of High Manganese Twinning-Induced Plasticity (TWIP) Steel. **Acta Mterialia**. v. 26, n.1, p. 1-15, 2013.

CHEN, S.; RANA, R.; HALDAR, A.; RAY, R.K.: Current state of Fe-Mn-Al-C low density steels. **Progress in Materials Science**, v. 89, p. 345-391, 2017.

CHEN, S.; JIANG, X.: Texture evolution and deformation mechanism in friction stir welding of 2219Al. **Materials Science and Engineering A**, v.612, p. 267-277, 2014.

CHIANG, J.; LAWRENCE, B.; BOYD, J. D.; PILKEY, A.K. Efecte of Microstructure on Retained Austenite Stability and Work Hardening of TRIP Steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, p. 4516–4521, 2011.

CHOI, W.S.; SANDLOBES, S.; MALYAR, N.V.; KIRCHLERCHNER, C.; KERZEL, S. K.; DEHN, G.; COOMAN, B. C.; RAABE, D.: Dislocation interaction and twinning induced plasticity in face centered cubic Fe-Mn-C micro-pillars. **Acta Materialia**, v.132, p. 162-173, 2017.

CHOWDHURY, P.; CANADINIC, D.; SEHITOGLU, H.: On deformation behavior of Fe-Mn based structural alloys. **Materials Science and Engineering R**, v.122, p. 1-28, 2017.

COOMAN, B. C.; ESTRIN, Y.; KIM, S. K.: Twinning-induced plasticity (TWIP) steels. **Acta Materialia**, v. 142, p. 283-362, 2018.

DAFÉ, S. S. F.; FERREIRA, A.C.; AGUIAR, I.V.; SANTOS, D.B.S.; ESCOBAR, D.M.P.: Evolução microestrutural , textura e comportamento mecânico do aço TRIP/TWIP 17Mn-0,06C após laminação a quente, a frio e recozimento. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, v. 13, p. 224-233, 2016.

DAZHAO, L.; YINGHUI, W.; JINLU, S.; LIFENG, H.: Effect of the Heat-treatment Temperature on the Mechanical Properties and Microstructural Evolution of Cold-rolled Twinning-induced Plasticity Steel. **Journal of Wuhan University of Technology-Mater**, v.30, 2014.

DIETER, G.E. **Metalurgia Mecânica**. Guanabara Dois SA, 1981. Rio de Janeiro, 1981

DINI G. NAJAFIZADEH A.; MONIR-VAGHEFI S.M.; UEJI R.: Grain Size Effect on the Martensite Formation in a High-Manganese TWIP Steel by the Rietveld Method. **Materials Science and technology**, 2010. v 26. P 181-186, 2010.

DINI G. NAJAFIZADEH A.; MONIR-VAGHEFI S.M.: Flow stress analysis of TWIP steel via the XRD measurement of dislocation density. **Materials Science and Engineering A**, v.527, p. 2759-2763, 2010.

DUARTE, D. M.; RIBEIRO, E. A. S.; DUTRA, L.F.; GONZALES, B. M.; SANTOS, D.B. Características do encruamento do aço TWIP alto Mn e baixo C laminado a frio e recozido. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, v.6, n. 4, p. 225-229. 2010

DUMAY A.; CHATEAU J. P.; ALLAIN S.; MIGOT S.; BOUAZIZ O.: Influence of addition elements on the stacking-fault energy and mechanical properties of an austenitic Fe–Mn–C steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 483–484, p. 184–187, 2008.

FROMMEYER G., BRÜX U.; NEUMANN P.; Supra-Ductile and High-Strength Manganese-TRIP/TWIP Steels for High Energy Absorption Purposes, **ISIJ International**, v. 43, p. 438-446, 2003.

FUJITA, H., UEDA, S.: Stacking faults and F.C.C (γ) /H.C.P. (ϵ) transformation in 18/8-type stainless steel. **Acta Metall.**v. 20, p. 759-767, 1972.

GAZDER, A.A.; SALEH, A.A.; PERELOMA, E.V.: Microtexture analysis of cold-rolled and annealed twinning-induced plasticity steel. **Scripta Materialia**, v.65, p. 560-563, 2011.

GAO, G.; ZHANG, H.; GUI, X.; TAN, Z.; BAI, B.: Tempering Behavior of Ductile 1700 MPa Mn-Si-Cr-C Steel Treated by Quenching and Partitioning Process Incorporating Bainite Formation. **Materials Science and Technology**, v. 31, p.199-204, 2015.

GRÄSSEL, O.; FROMMEYER, G.; DERDER, C.; HOFMANN, H. : Phase Transformation and Mechanical Properties of Fe-Mn-Si-Al TRIP-Steels. **Journal of Physique IV**, v. 7, p. 383-388, 1997.

GRÄSSEL, O.; KRUGER, L.; FROMMEYER, G.; MEYER, L. W. – High Strength Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP Steels Development - Properties - Application. **International Journal of Plasticity**, p. 1391-1409, 2000.

GUO, N.; SUN, C.; FU, M.; HAN, M.: Misorientation Dependent Twinning Induced Hardening and Texture Evolution of TWIP Steel Sheet in Plastic Deformation Process. **Metals**, v. 7, p. 348, 2017.

GUTIERREZ-URRUTIA, I.; RAABE, D.: Influence of Al content and precipitation state on the mechanical behavior of austenitic high-Mn low-density steels. **Scripta Materialia**, v. 68, p. 343-347, 2013.

HAN, S.; SEONG, H.; AHN, Y.; GARCIA, C.I.; DEARDO, A.J.; KIM, I. Effect of Alloying Elements and Coiling Temperature on the Recrystallization Behavior and Bainitic Transformation in TRIP Steels. **Metals and Materials International**, v.15, p.521-529, 2009.

HANSEN, N.; BAY, B.: Initial Stages of Recrystallization In Aluminium Containing Both Large and Small Particles. **Acta Metallurgica**, v. 29, p. 65-77, 1980.

HULL, D.; BACON, D.J.: **Introduction to dislocations**. Elsevier Ltda, 5 ed, 2011.

HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M.: **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. Elsevier, 2 ed, Kidlington, 2004.

IM, Y.-D.; LEE, Y.-K.; SONG, K.H.: Effect of Grain Misorientation Angle on Twinning Propagation in Ti-15Mo Alloy. **Metals and Materials International**, v.24, p. 913–917, 2018.

JAMES, J.D.; SPITTLE, J.A.; BROWN, S.G.R.; EVANS, R.W.: A review of measurement techniques for the thermal expansion coefficient of metals and alloys at elevated temperatures. **Measurement Science and Technology**, v.12, 2001.

KALSAR, R.; SUWAS, S.: Deformation mechanisms during large strain deformation of high Mn TWIP steel. **Materials Science and Engineering**, v. 700, p. 209–219, 2017.

KANG, S.; JUNG, Y.-S.; JUN, J.H.; LEE, Y.-K.: Effects of recrystallization annealing temperature on carbide precipitation, microstructure, and mechanical properties in Fe–18Mn–0.6C–1.5Al TWIP steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, p. 745-751, 2010.

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

KIM, S.; LEE, Y.; Effect of Retained Austenite Phase on Springback of Cold-Rolled TRIP steel sheets. **Materials Science and Engineering A**, v. 530, p. 218-224, 2011.

KNIJF, D. D.; PETROV, R.; FÖJER, C.; KESTENS, L.A.I.; Effect of Fresh Martensite on the Stability of Retained Austenite in Quenching and Partitioning Steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 615, p. 107-115, 2014.

KUSAKIN, P.; BELYAKOV, A.; HAASE, C.; KAIBYSHEV, R.; MOLODOV, D.A.: Microstructure evolution and strengthening mechanisms of Fe–23Mn–0.3C–1.5Al TWIP steel during cold rolling. **Materials Science and Engineering A**, v. 617, p. 52-60, 2014.

LAMIKIZ A.; LACALLE, L.N.L.; SANCHEZ, J.A.; DEL POZO, D.; ETAYO, J.M.; LOPEZ, J.M.; CO₂ Laser Cutting of Advanced High Strength Steels AHSS. **Applied Surface Science**, v. 242, p. 362-368, 2005.

LESCH, C.; KWIATON, N.; KLOSE, F. B.: Advanced High Strength Steels (AHSS) for Automotive Applications Tailored Properties by Smart Microstructural Adjustments. **Steel Research**, v.88, p.10, 2017.

LEE, Y.K.; HAN, J.: Current opinion in medium manganese steel. **Materials Science and Technology**, v. 31, p.843, 2015.

LI, D.; FENGA Y.; YIN Z.; SHANGGUANB F.; WANGC K.; LIUB Q.; HUA F. : Prediction of hot deformation behaviour of Fe–25Mn–3Si–3Al TWIP steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, p. 8084- 8089, 2011.

LI, D. Z.; WEI, Y. H.; XU, B. S.; HOU, L. F.; HAN, P. D. – Development in Fundamental Research on TWIP Steel Used in Automobile Industry. **Ironmaking and Steelmaking**, v. 38, p. 540-545, 2011.

LIU, J.B.; LIU, X.H.; LIU, W.; AENG, Y.W.; SHU, K.Y. Microstructure and hardness evolution during isothermal process at 700°C for Fe-24Mn-0,7Si-1.0Al TWIP steel. **Materials characterization**, v.61, p. 1356-1358. 2010.

- LU Y.; MOLODOV D.A.; GOTTSTEIN G.: Recrystallization kinetics and microstructure evolution during annealing of a cold-rolled Fe-Mn-C alloy. **Acta Materialia**, v.59, p. 3229-3243, 2011.
- MARTIN, S.; WOLFF, S.; MARTIN, U.; KRUGER, L.; RAFAJA, D.: Deformation in Austenitic TRIP/TWIP Steel as a Function of Temperature. **Metallurgical and Materials Transactions**, v. 47A, p.49, 2016.
- MI, ZHEN-LI; DI, T.; J., H.T., DAI, Y.; LI, S: Effects of annealing temperature on the microstructure and properties of the 25Mn-3Si-3Al TWIP steel. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, v.16, p. 154, 2009.
- MORAWIEC, A. Low-R twist and tilt grain boundaries in cubic materials. **J. Appl. Cryst.** 44, p. 1152–1156, 2011.
- NAVA, G.; CASTILLO, E.I.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.
- NEZHADFAR, P.D.; REZAEIN, A.; PAPKIADEH, M.S.: Softening Behavior of a Cold Rolled High-Mn Twinning-Induced Plasticity Steel. **ASM International**, v. 24, p. 3820-3825, 2015.
- PARK, J.T.; SZPUNAR, J.A.: Evolution of recrystallization texture in nonoriented electrical steels. **Acta Materialia**, v. 51, p. 3037-3051, 2003.
- PADILHA A.F.; SICILIANO JR A.F: **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. 2005. ABM, 3ed. São Paulo, 2005.
- POLIAK, E. I.; JONAS, J.J.: Initiation of dynamic recrystallization in Constant strain rate hot deformation. **ISIJ International**, v.43, n5, p. 684-691.
- RADWAŃSKI K., WROŻYNA A.; KUZIAK, R.. Role of the advanced microstructures characterization in modeling of mechanical properties of AHSS steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 639, p. 567-574, 2015.
- RANA, R.; LIU C.; RAY, R.K.; Evolution of Microstructure and Mechanical Properties During Thermomechanical Processing of a Low Density Multiphase Steel for automotive Application. **Acta Materialia**, v.75, p. 227-245, 2014.
- REED-HILL, R.E. **Princípios de Metalurgia Física**. 1982. Guanabara Dois SA. 2ed. Rio de Janeiro, 1982.
- SALEH, A.A.; PERELOMA, E.V.; GAZDER: Texture evolution of cold rolled and annealing Fe-24Mn-3Al-2Si-1Ni-0,06C TWIP steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, p. 4537-4549, 2011.
- SALEH, A.A.; GAZDER, A.A.; PERELOMA, E. V. EBSD Observations of Recrystallisation and Tensile Deformation in Twinning Induced Plasticity Steel. **Metallurgy Materials Engineering**. v.66, p. 621-629, 2013.

- SALEH, A.A.; VU, V.Q.; G.A.A.: Correcting intensity loss errors in the absence of texture-free reference samples during pole figure measurement. **Materials Characterization**, v.118, p.425-430, 2016.
- SANTOS, D.B; SALEH A. A.; GADZDER, A. A.; CARMAN A.; DUARTE D. M.; RIBEIRO E. A. S.; GONZALEZ B. M.; PERELOMA E. V. Effect of Annealing on the Microstructure and Mechanical Properties of Cold Rolled Fe-24Mn-3Al-2Si-1Ni-0,06C TWIP steel. 2011. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, p. 3545–3555, 2011.
- SATHIARAJ, G.D.; BHATTACHARJEE, P.P.: Analysis of microstructure and microtexture during grain growth in low stacking fault energy equiatomic CoCrFeMnNi high entropy and Ni-60 wt.%Co alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 637, p. 267–276, 2015.
- SETH, P. P.; DAS, A.; BAR, H.N.; SIVAPRASAD, S.; BASU, A.; DUTTA, K.: Evolution of Dislocation Density During Tensile Deformation of BH220 Steel at Different Pre-strain Conditions. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 24, p. 2779, 2015.
- SCHINHAMMER, M.; PACNICK, C.M.; RECBERGER, F.; HÄNZLI, C.; LÖFFLER, J.F.L.; UGGOWITZER, P.J.: Recrystallization behavior, microstructure evolution and mechanical properties of biodegradable Fe–Mn–C(–Pd) TWIP alloys. **Acta Materialia**, v.60, p. 2746-2756, 2012.
- SHEN, Y.F.; QIU, C.H.; WANG, L.; SUN, X.; ZHAO, X.M.; ZUO, L.: Effects of cold rolling on microstructure and mechanical properties of Fe–30Mn–3Si–4Al–0.093C TWIP steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 561, p. 329-337, 2013.
- SHIMOKAWA, T. KITADA, S.: Dislocation Multiplication from the Frank-Read Source in Atomic Models. **Materials transactions**, v. 55, p. 58-63, 2014.
- SILVA, A.L.V.C.; MEI, P.R. **Aços e Ligas Especiais: Classificação e seleção de aços** - 2 ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2006. 646p.
- SILLER, M.; LANG, D.; SCHATTE, J.; KNABL, W.; CLEMENS, H.; MAIER-KIENER, V.: Interaction of Precipitation, Recovery and Recrystallization in The Mo-Hf-C Alloy MHC Studied By Multipass Compression Tests. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 73, p. 199-203.
- SPINDOLA, M.O.; DAFÉ, S. S. F.; CARMO, D.J.; SANTOS, D.B.: Microstructural Characterization and Mechanical Behavior of a Low-Carbon 17%Mn Steel. **Materials Research**. p.694-699, 2014.
- SUH D. W.; RYU J.H.; JOO M. S.; YANG, LEE K. Y.; BHADESHIA. Medium-Alloy Manganese-Rich Transformation- Induced Plasticity Steels. 2013. **Metallurgical and Materials Transactions**, v.46, p 286-293, 2013.
- SUN, C.Y.; GUO, N.; FU, M.W.; WANG, S.W.: Modeling of slip, twinning and transformation induced plastic deformation for TWIP steel based on crystal plasticity. **International Journal of Plasticity**. v.76, p. 186-212, 2016.

TANG, Z.Y.; MISRA, R.D.K.; MA, M.; ZAN,N.; WU,Z.Q.; DING, H.: Deformation twinning and martensitic transformation and dynamic mechanical properties in Fe-0.07C-23Mn-3.1Si-2,8Al TRIP/TWIP steel. **Materials Science and Engineering A** , v.624, p. 186-192, 2015.

TAMARELLI, C. L. The Evolving Use of Advanced High Strength Steels for Automotive Applications. **Steel Market Development Institute**, 2011.

TEWARY, N.K.; GHOSH, S.K.; CHATTERJEE, S.: Effect of Annealing on Microstructure and Mechanical Behaviour of Cold Rolled Low C, High Mn TWIP Steel. **International Journal of Metallurgical Engineering**, v. 4, p. 12-23, 2015.

UEJI, R.; TAKAGI, Y., TSUCHIDA,N., SHINAGAWA, K., TANAKA, Y., MIZUGUCHI, T.: Crystallographic orientation dependence of ϵ martensite transformation during tensile deformation of polycrystalline 30% Mn austenitic steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 576, p. 14-29, 2013.

UNGÁR, T.; DRAGOMIR, I.; RÉVÉSZ, Á, BORBÉLY, A.: The Contrast factor of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice. **J. Appl. Cryst**, v.32, p. 992-1002, 1999.

VASILEV, D.: Alternative Approaches to Measure a Dislocation Density. **Physical Metallurgy**, 2012.

VERCAMMEN, S.; BLANPAIN, B.; COOMAN, B.C.; WOLLANTS, P. – Cold Rolling Behavior of an Austenitic Fe-30Mn-3Al-3Si TWIP Steel: The Importance of Deformation Twinning. **Acta Materialia**, v. 52, p. 2005-2012, 2004.

WANG, Y.-N.; YANG, J.; XIN, X.-L.; WANG, R.-Z.; XU, L.-Y.: The Effect of Cooling Conditions on the Evolution of Non-metallic Inclusions in High Manganese TWIP Steels. **Metallurgical And Materials Transactions**, v.47, p. 1378, 2016.

WANG, Y.-N.; YANG, J.; WANG, R.-Z.; XIN, X.-L.; XU, L.Y.: Effects of Non- metallic Inclusions on Hot Ductility of High Manganese TWIP Steels Containing Different Aluminum Contents. **Metallurgical and Materials Transactions**. v. 47, p. 1697, 2016.

WEI,Y.; LI, Y.; ZHU, L.; LIU, Y.; LEI, X.; WANG, G.; WU, Y.; MI, Z.; LIU, J.; WANG, H.; GAO, H.: Evading the strength–ductility trade-off dilemma in steel through gradient hierarchical nanotwins. **Nature Communications**, p. 3580, 2014.

WEIDNER A.; MÜLLER A.; WEISS, A.; BIERMANN H. Ultrafine Grained High-Alloyed Austenitic TRIP steel. 2013. **Materials Science and Engineering**, v. 571, p. 68-76, 2013.

WEI, Y.; LI, Y.; ZHU,, Y.; LIU, Y.; LEI, X.; WANG, G.; WU, Y.; MI, Z.; MI, Z.; LIU, J.; WANG, H.; GAO, H.: Evading the strength-ductility trade-off dilemma in steel through gradient hierarchical nanotwins. **Nature Communications**, v. 5, p.3580 -3580, 2014.

WROZYNA, A.; PERNACH, M.; KUZIAK, R.; PIETRYZYK, M.: Transformations occurring during continuous annealing of DP steel strips. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v.25, p. 1481, 2016.

XIADONG, Z.; ZHAOHUI, M; LI, W. Current Status of Advanced High Strength Steel for Auto-making and its Development in Baosteel. **Baosteel research institute**, 1966.

XIU-HUI, F.; PING Y.; FA-YUN, L; LI, M: Dependence of Deformation Twinning On Grain Orientation And Texture Evolution Of High Manganese TWIP Steels At Different Deformation Temperatures. **Journal of Iron and Steel Research**, v. 18, p. 46-52. 2011.

YANUSHKEVICH, Z.; BELYAKOV, A.; KAIBYSHEV, R.; HAASE, C.; MOLODOV, D.A.: Effect of cold rolling on recrystallization and tensile behavior of a high-Mn steel. **Materials Characterization**, v.112, p. 180-187, 2016.

ZHANG, R.; CAO, W.Q.; PENG Z.J.; SHI, J.; DONG, H.; HUANG, C. X.; Intercritical Rolling Induced Ultrafine Microstructure and Excellent Mechanical Properties of the Medium-Mn Steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 583, p 84-88, 2013.

ZHOU, P.; LIANG, Z.Y.; LIU, R.D.; HUANG, M.X.: Evolution and twins in a strong and ductile nanotwinned steel. **Acta Materialia**. v.111, p. 96-107, 2016.