UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

CRISTIANE FÁTIMA GUIMARÃES SILVEIRA MOTA

**Avaliação da estabilidade microestrutural e sua relação com as propriedades
magnéticas de um aço inoxidável dúplex UNS S32304**

Lorena-SP

2018

CRISTIANE FÁTIMA GUIMARÃES SILVEIRA MOTA

**Avaliação da estabilidade microestrutural e sua relação com as propriedades
magnéticas de um aço inoxidável dúplex UNS S32304**

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências do Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais na área de materiais convencionais e avançados.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Maria José Ramos Sandim

Versão Corrigida

Lorena - SP

2018

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado
da Escola de Engenharia de Lorena,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Mota, Cristiane Fátima Guimarães Silveira

Avaliação da estabilidade microestrutural e sua relação com as propriedades magnéticas de um aço inoxidável duplex UNS S32304 / Cristiane Fátima Guimarães Silveira Mota; orientadora Maria José Ramos Sandim - Versão Corrigida. - Lorena, 2018. 74 p.

Dissertação (Mestrado em Ciências - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais na Área de Materiais Convencionais e Avançados) - Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. 2018

1. Aço inoxidável duplex. 2. Uns s32304. 3. Martensita induzida por deformação. 4. Magnetização. 5. Recristalização. I. Título. II. Sandim, Maria José Ramos, orient.

*Aos meus filhos Arthur e Érico, para que
nunca desistam de seus sonhos.*

AGRADECIMENTOS

À Aperam (Timoteo – MG) por disponibilizar o material para esse estudo.

A minha orientadora Professora Maria José Ramos Sandim (EEL-USP) pela dedicação, atenção e disponibilidade em todos os momentos do trabalho.

A Isnaldi Rodrigues de Souza Filho (EEL-USP), pelo auxílio nas atividades experimentais e por valiosas discussões.

Ao Professor Hugo Ricardo Zschommler Sandim (EEL-USP) por valiosas discussões.

A Christian Gauss (EEL-USP), pelo auxílio no uso do forno a arco.

Ao Professor Luiz Nagamine (IF-USP), Sérgio Romero (IF-USP) e Renato Cohen (IF-USP), pela colaboração com relação às medidas de magnetização.

Ao Professor Dierk Raabe (Max Planck Institut für Eisenforschung-MPIE), Dusseldorf, Alemanha, pelo uso das facilidades experimentais do MPIE para os mapeamentos de EBSD e obtenção de imagens via ECCI.

Ao meu marido Darwin e meus filhos Arthur e Érico pelo apoio e compreensão nos momentos de ausência.

“Feliz é aquele que transfere o
que sabe e aprende o que ensina”

Cora Coralina

RESUMO

MOTA, C. F. G. S. **Avaliação da estabilidade microestrutural e sua relação com as propriedades magnéticas de um aço inoxidável dúplex UNS S32304**. 2018. 74 p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2018.

Os aços inoxidáveis dúplex possuem uma estrutura bifásica (ferrita e austenita) geralmente em frações aproximadamente iguais. Devido aos altos teores de Cr e Ni, esses aços apresentam alta resistência à corrosão e, por isso, são usados principalmente nas indústrias química, petroquímica e nuclear. Dependendo da sua composição química, os aços dúplex podem sofrer transformação martensítica induzida por deformação, com a transformação de austenita (γ) em martensita (α'). Essa transformação pode ser revertida mediante tratamento térmico. A austenita é paramagnética, enquanto que a ferrita e a martensita são ambas ferromagnéticas. O objetivo desse trabalho foi estudar a relação entre a estabilidade microestrutural e as propriedades magnéticas de um aço dúplex UNS S32304, o qual apresenta transformação martensítica induzida por deformação. Amostras desse aço com redução em espessura de 80% foram recozidas isotermicamente em várias temperaturas até 800°C por 1 h e resfriadas em água. A partir de laços de histerese obtidos em temperatura ambiente foram obtidos os valores de magnetização de saturação (M_s) e campo coercivo (H_c) para essas amostras. Além das medidas magnéticas essas amostras foram caracterizadas via difração de raios X, testes de dureza, microscopias óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV). Em relação ao MEV foram utilizadas as técnicas de EBSD (do inglês “*electron backscatter diffraction*”) e ECCI (do inglês “*electron channeling contrast imaging*”). Medidas de magnetização (*in situ*) em função da temperatura (até 1000°C) também foram obtidas para o material deformado, a partir das quais foi determinada a temperatura de Curie (T_c) do mesmo. Uma simulação das fases presentes no material em função da temperatura foi obtida utilizando-se o *software* Thermo-Calc®. Para as amostras recozidas isotermicamente, a inspeção metalográfica mostrou que para 600-700°C o material apresenta um aspecto fragmentado na microestrutura. Esse aspecto fragmentado é uma evidência da reversão da martensita em austenita. Para a amostra recozida em 700°C precipitados foram encontrados principalmente na austenita, a qual parece estar recristalizada. Indícios de recristalização da ferrita também foram observados para essa amostra. De acordo com o Thermo-Calc® os precipitados observados são provavelmente do tipo $M_{23}C_6$ ($M = Fe, Cr$) e Cr_2N . A dureza do material apresenta uma queda evidente a partir de 500°C, relacionada aos fenômenos de recristalização do material e reversão da martensita. Tal como a dureza, M_s e H_c também decaem a partir de $\sim 500^\circ C$. A reversão da martensita em austenita e a decomposição da ferrita (α) contribuem para a diminuição de M_s . As medidas magnéticas *in situ* também forneceram evidências da transformação $\alpha \rightarrow \gamma$ + precipitados a partir do comportamento de T_c . Apesar do aspecto fragmentado da microestrutura e da precipitação, não foi observado um comportamento de “pico” em H_c em consequência da reversão da martensita em austenita. Isso indica que, no presente estudo, o fator que mais influenciou H_c foi a maior mobilidade das paredes de domínios magnéticos na fase ferrítica, em consequência dos efeitos de recuperação e recristalização.

Palavras-chave: Aço inoxidável dúplex. UNS S32304. Martensita induzida por deformação. Magnetização. Recristalização.

ABSTRACT

MOTA, C. F. G. S. **Evaluation of microstructural stability and its relationship with magnetic properties of UNS S32304 duplex stainless steel.** 2018. 74 p. Dissertation (Master of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2018.

Duplex stainless steels have a two-phase structure (ferrite and austenite) in approximately equal fractions. Due to their high Cr and Ni contents, these steels present a high corrosion resistance and, in consequence, they are mainly used in chemical, petrochemical and nuclear industries. Depending on their chemical composition, duplex steels may undergo strain induced martensite, with the austenite (γ) transformation in martensite (α'). This transformation can be reversed by annealing. The austenite is paramagnetic, whereas ferrite and martensite are both ferromagnetic. The goal of this work was to study the relationship between microstructural stability and magnetic properties of a UNS S32304 duplex steel, which presents strain induced martensite. Samples of this steel with 80% thickness reduction were isothermally annealed at several temperatures up to 800°C for 1 h and water-cooled. From hysteresis loops taken at room temperature, both saturation magnetization (M_s) and coercive field (H_c) were obtained for these samples. In addition to magnetic measurements these samples were characterized using X-ray diffraction, hardness testing, optical (OM) and scanning electron (SEM) microscopies. Regarding SEM were used both EBSD (electron backscatter diffraction) and ECCI (electron channeling contrast imaging) techniques. In situ magnetization measurements in function of temperature (up to 1000°C) were also performed for the deformed material, from which was determined its Curie temperature (T_c). A simulation of the phases present in the material as a function of temperature was performed using the Thermo-Calc© *software*. For the isothermally annealed samples, metallographic analysis showed that for 600-700°C the material presents a fragmented microstructure. Such fragmentation is an evidence of the martensite-to-austenite reversion. For the sample annealed at 700°C precipitates were found mainly in the austenitic phase, which appears to be recrystallized. Evidences of recrystallization were also found for the ferritic phase in the same sample. According to Thermo-Calc© the observed precipitates are probably $M_{23}C_6$ ($M = Fe, Cr$) and Cr_2N . Material's hardness present an evident drop for temperatures higher than 500°C, due to both recrystallization and martensite-to-austenite reversion phenomena. Like hardness, both M_s and H_c also drop in temperatures higher than 500°C. The martensite-to-austenite reversion and the ferrite decomposition contribute to M_s decreasing. From the T_c behavior, the in situ magnetic measurements also provided evidences of the transformation $\alpha \rightarrow \gamma + \text{precipitates}$. In spite of microstructure fragmentation and precipitation, it was not observed a “pick” effect in H_c behavior as a consequence of the martensite-to-austenite reversion. This indicates that, in the present study, the factor that most influenced H_c was the higher mobility of magnetic domain walls in the ferritic phase, due to both recovery and recrystallization effects.

Keywords: Duplex stainless steel. UNS S32304. Strain induced martensite. Magnetization. Recrystallization.