

**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA**

VILMA MAURO

**Estudo da estabilidade microestrutural e das propriedades magnéticas do aço
inoxidável austenítico AISI 317L laminado a frio**

Lorena

2019

VILMA MAURO

**Estudo da estabilidade microestrutural e das propriedades magnéticas do aço
inoxidável austenítico AISI 317L laminado a frio**

**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

2019

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

Mauro, Vilma

Estudo da estabilidade microestrutural e das propriedades magnéticas do aço inoxidável austenítico AISI 317L laminado a frio / Vilma Mauro; orientadora Maria José Ramos Sandim - Versão Corrigida. - Lorena, 2019.
93 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.
2019

1. Aço inoxidável austenítico. 2. Aisi 317l. 3. Martensita induzida por deformação. 4. Magnetização. 5. Precipitação. I. Título. II. Sandim, Maria José Ramos, orient.

De modo especial, dedico este trabalho à minha família: meu precioso pai Delmo Mauro, minha espirituosa mãe Fátima Melo, meu único irmão Telmo Mauro e minha querida tia Flávia Mutran, pessoas especiais por quem tenho grande consideração, pelo companheirismo e confiança nesta caminhada. A Deus, por me dar saúde todos os dias e permitir que o trabalho fosse concluído.

AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela concessão da Bolsa de Mestrado.

À minha orientadora Dr^a. Maria José Ramos Sandim pela atenção e dedicação em guiar-me nesta tarefa.

À Aperam South America, Timóteo - MG, por disponibilizar o material para esse estudo.

Ao Dr. Luiz Nagamine (IF - USP) e Renato Cohen (IF - USP), pelo auxílio nas medidas de magnetização.

Ao Dr. Kahl Zilnyk (ITA), pelo auxílio nas medidas de dilatométrica.

Ao Prof. Dr. Dierk Raabe (Max Planck Institut für Eisenforschung - MPIE), Düsseldorf, Alemanha, por disponibilizar as facilidades experimentais do MPIE para a caracterização das amostras via ECCI e EBSD.

Aos meus colegas da pós-graduação e funcionários da EEL-USP por compartilharem comigo esta caminhada acadêmica, pelo auxílio nas atividades experimentais e por valiosas discussões. Em especial a Isnaldi Rodrigues de Souza Filho, Davison Ramos de Almeida Junior, Sérgio Luiz de Oliveira, Cristiane Fátima Guimarães Silveira Mota e Tamires Brekailo.

“Conhecimento não se semeia da noite para o dia;
cultiva-se.”.

RESUMO

MAURO, V. **Estudo da estabilidade microestrutural e das propriedades magnéticas do aço inoxidável austenítico AISI 317L laminado a frio**. 2019. 93 p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2019.

Os aços inoxidáveis austeníticos representam mais da metade da quantidade de aço inoxidável produzido em escala mundial. Alguns aços dessa categoria possuem um alto teor de molibdênio (de 3 a 4%p), o que aumenta a resistência à corrosão. Estes aços são utilizados para a confecção de tubos e acessórios nas refinarias de petróleo, dentre outras aplicações. Dependendo da sua composição, esses aços podem apresentar transformação martensítica induzida por deformação, a qual pode ser revertida mediante tratamento térmico. Existem dois tipos de martensita: ε (hc) e α' (ccc). A austenita (γ) e a martensita tipo ε são ambas paramagnéticas, enquanto que a martensita α' é ferromagnética. Em aços inoxidáveis austeníticos é muito comum a presença de ferrita delta (fase ferromagnética) como fase residual. Em consequência de recozimento a ferrita delta pode se decompor em outras fases tais como Laves, chi e sigma (paramagnéticas). Portanto, medidas magnéticas são bastante úteis para o monitoramento da transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$ (e sua reversão) e uma eventual decomposição de ferrita delta. Neste trabalho, o objetivo foi estudar a relação entre a estabilidade microestrutural e as propriedades magnéticas do aço inoxidável austenítico AISI 317L (3%p de molibdênio) e contendo 4% de ferrita delta. Na condição laminado a frio (87% de redução em espessura) esse material contém 2,3% de martensita α' . Amostras do material deformado foram submetidas a ciclos térmicos até as temperaturas máximas de 300, 400, 500, 600, 700 e 800°C, onde permaneceram \approx 30 min em cada temperatura alvo. Foram obtidas curvas de M x H dessas amostras antes e após os ciclos térmicos (em temperatura ambiente). Também foram obtidas curvas de M x T até 1000°C para o material nos estados como recebido e deformado. A partir dos laços de histerese foram obtidos os valores de magnetização de saturação (M_s) e campo coercivo (H_c). A partir das curvas de M x T foram obtidos os valores da temperatura de Curie (T_c) da ferrita delta e da martensita α' . A caracterização microestrutural das amostras foi feita por meio de testes de dureza, microscopias óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV), sendo esta última associada às técnicas ECCI (do inglês, *electron channeling contrast imaging*) e EBSD (do inglês, *electron backscatter diffraction*). Partindo-se do material deformado, foram realizados recozimentos isotérmicos até 800°C. Para essas amostras foram obtidos difratogramas de raios X. Medidas de dilatométrica também foram realizadas para o material deformado a fim de se obter as temperaturas de transformações de fases. Simulações termodinâmicas utilizando-se o software Thermo-Calc© foram realizadas para a previsão das fases presentes no material em função da temperatura. A partir dos experimentos realizados, concluiu-se que para recozimentos até 800°C, houve total reversão da martensita induzida por deformação, decomposição da ferrita delta em fases intermetálicas e formação de carbonetos.

Palavras-chave: Aço inoxidável austenítico. AISI 317L. Martensita induzida por deformação. Magnetização. Precipitação.

ABSTRACT

MAURO, V. Study of microstructural stability and magnetic properties of cold rolled AISI 317L austenitic stainless steel. 2019. 93 p. Dissertation (Master of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2019.

Austenitic stainless steels represent for more than half the amount of stainless steel produced worldwide. Some steels in this category have a high molybdenum content (from 3 to 4%wt.), which increases corrosion resistance. These steels are used for the manufacture of pipes and accessories in oil refineries, among other applications. Depending on their composition, these steels may undergo strain-induced martensitic transformation, which can be reversed by heat treatment. There are two types of martensite: ϵ (hc) and α' (bcc). Austenite (γ) and ϵ -martensite are both paramagnetic, while α' -martensite is ferromagnetic. In austenitic stainless steels the presence of delta ferrite (ferromagnetic phase) is very common as residual phase. As a result of annealing the delta ferrite can decompose in other phases such as Laves, chi and sigma (paramagnetic). Therefore, magnetic measurements are very useful for the evaluation of the transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ (and its reversion) and eventual decomposition of delta ferrite. In this work, the main goal was to study the relationship between the microstructural stability and the magnetic properties of austenitic stainless steel AISI 317L (3%wt. molybdenum) with 4% of delta ferrite. In the cold rolled condition (87% thickness reduction) this material contains 2,3% α' -martensite. Samples of the deformed material were stepwise annealed to the maximum temperatures of 300, 400, 500, 600, 700 and 800°C, where they remained \approx 30 min at each target temperature. M x H curves of these samples were obtained before and after the thermal cycles (at room temperature). Curves of M x T up to 1000°C were also obtained for the material in the as received and deformed conditions. From the hysteresis loops, the values of saturation magnetization (M_s) and coercive field (H_c) were obtained. From the M x T curves, the Curie (T_c) temperature values of delta ferrite and α' -martensite were obtained. The microstructural characterization of the samples was performed using hardness testing, optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM), this being associated with ECCI (electron channeling contrast imaging) and EBSD (electron backscatter diffraction) techniques. For the deformed material, isothermal annealings were performed up to 800°C. For these samples X-ray diffractograms were obtained. Dilatometry measurements were also performed for the deformed material in order to obtain the phase transformation temperatures. Thermodynamic simulations using the Thermo-Calc© software were performed to predict the phases present in the material as a function of temperature. From the experiments carried out, it was concluded that for annealing up to 800°C, there was total reversion of the strain-induced martensite, decomposition of the ferrite delta in intermetallic phases and formation of carbides.

Keywords: Austenitic stainless steel. AISI 317L. Strain-induced martensite. Magnetization. Precipitation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Caracterização microestrutural via microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável austenítico 317L depois do processo de soldagem e tratamento térmico. As fases indicadas pelos números são: (1) austenita, (2) ferrita delta, (3) e (4) chi, sigma ou Laves.....	25
Figura 2 – Representação esquemática da precipitação de fase sigma em tempos crescentes num aço inoxidável austenítico contendo ferrita delta.....	26
Figura 3 – Modificações de composição do aço inoxidável austenítico 304 em relação ao aço inoxidável austenítico 317L.....	29
Figura 4 – Representação esquemática dos domínios magnéticos em um espécime desmagnetizado. As setas representam momentos magnéticos permanentes.....	30
Figura 5 – Laço de histerese para um material ferromagnético.....	31
Figura 6 – Representação esquemática da formação da martensita no aço inoxidável austenítico 304 submetido a: (a) baixa, (b) média e (c) alta deformação plástica.....	33
Figura 7 – H_c e M_s em função da deformação verdadeira para o aço AISI 201.....	34
Figura 8 – Microestrutura do aço 317L na condição (a) como recebido e (b) após redução em espessura de 87%.....	36
Figura 9 - (a) M_s e (b) H_c em função da redução em espessura para o aço 317L, obtidos a partir de laços de histerese obtidos em temperatura ambiente.....	37
Figura 10 – Fluxograma contendo as etapas e atividades experimentais realizadas.....	38
Figura 11 – Redução de 87% de espessura da chapa através do processo de laminação...	39
Figura 12 – Dimensões das amostras utilizadas para medidas de magnetização e posterior caracterização microestrutural.....	40
Figura 13 – Dimensões da amostra para recozimentos isotérmicos e posterior caracterização via DRX.....	41
Figura 14 – Ciclos térmicos das amostras recozidas até 300, 400, 500, 600, 700 e 800°C no forno do VSM Lakeshore.....	42
Figura 15 – Ciclo térmico até 1000°C (aquecimento e posterior resfriamento) das amostras como recebida e deformada (87% de redução em espessura).....	44
Figura 16 – Representação da superfície preparada para inspeção metalográfica (face DL x DN).....	44
Figura 17 – Representação da superfície DL x DT preparada metalograficamente para a caracterização via DRX.....	45
Figura 18 – Diagrama de fases (fração volumétrica em função da temperatura) nas condições de equilíbrio para o aço 317L obtido via Thermo-Calc©.....	50
Figura 19 – Laços de histerese obtidos em temperatura ambiente antes e depois do ciclo térmico imposto nas amostras: (a) V300 – temperatura alvo: 300°C; (b) V400 –	

temperatura alvo: 400°C; (c) V500 – temperatura alvo: 500°C; (d) V600 – temperatura alvo: 600°C; (e) V700 – temperatura alvo: 700°C; e (f) V800 – temperatura alvo: 800°C.51

Figura 20 – (a) Laços de histerese das amostras V300, V400, V500, V600, V700 e V800 obtidos pós-ciclo térmico em temperatura ambiente. (b) Laços de histerese das amostras V700 e V800 obtidos pós-ciclo térmico em temperatura ambiente. 52

Figura 21 – Laços de histerese sem a contribuição paramagnética relativos às amostras V700 e V800 (obtidos pós-ciclo térmico em temperatura ambiente). 54

Figura 22 – Comportamento de M_s em função da temperatura de recozimento máxima (temperatura alvo). Os valores de M_s representados foram obtidos a partir dos laços de histerese das amostras V300, V400, V500, V600, V700 e V800 pós-ciclo térmico em temperatura ambiente. Para efeitos de comparação, o valor de M_s para o material deformado (87% de redução em espessura) também foi incluído. 55

Figura 23 - Ampliação da parte central do laço de histerese pré-ciclo térmico obtido em temperatura ambiente referente à amostra V300 para obtenção do valor de H_c correspondente ao material deformado (87% de redução em espessura). 56

Figura 24 – Comportamento de H_c em função da temperatura de recozimento máxima (temperatura alvo). Os valores de H_c representados foram obtidos a partir dos laços de histerese das amostras V300, V400, V500, V600, V700 e V800 pós-ciclo térmico em temperatura ambiente. Para efeitos de comparação, o valor de H_c para o material deformado (87% de redução em espessura) também foi incluído. 56

Figura 25 – Laços de histerese referentes à amostra V800 obtidos em altas temperaturas. Laços obtidos em: (a) 300, 400, 500, 600, 700 e 800°C; (b) 600, 700 e 800°C. 58

Figura 26 - Curvas de $M \times T$ para o aço AISI 317L (material como recebido) obtidas durante o aumento e descida da temperatura. 59

Figura 27 - Derivadas das curvas de $M \times T$ para o aço AISI 317L (material como recebido) obtidas durante o aumento e descida da temperatura. 59

Figura 28 - Laços de histerese obtidos em temperatura ambiente para o aço 317L (material como recebido) antes e depois do ciclo térmico (aquecimento até 1000°C, seguido de resfriamento até a temperatura ambiente). 60

Figura 29 - Curvas de $M \times T$ para o aço AISI 317L (com 87% de redução em espessura) obtidas durante o aumento e descida da temperatura. 61

Figura 30 - Derivadas das curvas de $M \times T$ para o aço AISI 317L (com 87% de redução em espessura) obtidas durante o aumento e descida da temperatura. 61

Figura 31 - Laços de histerese obtidos em temperatura ambiente para o aço 317L (87% de redução em espessura) antes e depois do ciclo térmico (aquecimento até 1000°C, seguido de resfriamento até a temperatura ambiente). 62

Figura 32 - Microestrutura do aço 317L laminado a frio (87% de redução em espessura) recozido em: (a) 400°C; (b) 600°C; e (c) 800°C. 63

Figura 33 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L laminado a frio (87% de redução em espessura) com aumentos de (a) 2 kX, (b) 10 kX, (c) 20 kX (via ECCI). ... 65

Figura 34 – Representação esquemática do efeito Hall-Petch Dinâmico. 67

Figura 35 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico Fe-17Mn-1.5Al-0.3C laminado a frio cuja deformação verdadeira corresponde a: (a) 0.91 e (b) 1.61. As setas brancas indicam as microbandas de cisalhamento.....	67
Figura 36 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 300°C (amostra V300) com aumentos de (a) 1 kX, (b) 5 kX e (c) 10 kX (via ECCI).....	69
Figura 37 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 400°C (amostra V400) com aumentos de (a) 1 kX, (b) 5 kX e (c) 10 kX (via ECCI).....	70
Figura 38 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 500°C (amostra V500) com aumentos de (a) 1 kX, (b) 5 kX e (c) 10 kX (via ECCI).....	71
Figura 39 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 600°C (amostra V600) com aumentos de (a) 1 kX, (b) 5 kX e (c) 10 kX (via ECCI).....	72
Figura 40 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 700°C (amostra V700) com aumentos de (a) 1 kX, (b) 5 kX e (c) 10 kX (via ECCI).....	73
Figura 41 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 800°C (amostra V800) com aumentos de (a) 1 kX, (b) 5 kX e (c) 10 kX (via ECCI).....	74
Figura 42 – Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 300°C: (a) <i>image quality</i> da região mapeada (b) correspondente mapeamento de fases.	75
Figura 43 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 800°C: (a) <i>image quality</i> da região mapeada (b) correspondente mapeamento de fases (c) <i>image quality</i> e mapeamento sobrepostos.....	76
Figura 44 - Difrátogramas do aço inoxidável austenítico 317L laminado a frio com redução de 87% em espessura e recozido isotermicamente nas temperaturas de 400, 500, 600, 700 e 800°C.	78
Figura 45 - Difrátogramas do aço inoxidável austenítico 317L laminado a frio com redução de 87% em espessura e recozido isotermicamente nas temperaturas de 400, 500, 600, 700 e 800°C.	79
Figura 46 – Curva de dureza do aço 317L laminado a frio com 87% de redução em espessura em função da temperatura de recozimento para as amostras V300, V400, V500, V600, V700 e V800.....	80
Figura 47 – Deformação específica ($\delta_t = \Delta L/L_o$) em função da temperatura para o aço 317L laminado a frio com 87% de redução em espessura.	82
Figura 48 – (a) Primeira derivada da curva de deformação específica em função da temperatura para o aço 317L laminado a 87% de redução de espessura. (b) A mesma curva mostrada em (a), porém em outra escala.	82

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química nominal do aço 317L (em %p).....	39
Tabela 2 - Ataques eletrolíticos e químicos realizados nas amostras descritas no item 3.6.1.....	46

LISTA DE SIGLAS

AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
H	Campo aplicado
H_c	Campo coercivo
ccc	Cúbico de corpo centrado
cfc	Cúbico de face centrado
DRX	Difração de raios X
DL	Direção de laminação
DN	Direção normal
DT	Direção transversal
EBS	<i>Electron backscatter diffraction</i>
ECCI	<i>Electron channeling contrast imaging</i>
EDE	Energia de defeito de empilhamento
hc	Hexagonal compacto
M	Magnetização
M_s	Magnetização de saturação
M_r	Magnetização remanente
VSM	Magnetômetro de amostra vibrante
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MO	Microscopia óptica
T	Temperatura
T_c	Temperatura de Curie
tcc	Tetragonal de corpo centrado
TRIP	<i>Transformation Induced Plasticity</i>
TWIP	<i>Twinning Induced Plasticity</i>

LISTA DE SÍMBOLOS

γ	Austenita
γ_s	Austenita secundária
χ	Chi
δ_t	Deformação específica térmica
ε	Deformação verdadeira
ρ	Densidade de discordâncias
δ	Espessura da parede de domínio
δ	Ferrita delta
α''	Ferrita pobre em Cr
α'	Ferrita rica em Cr
η	Laves
α'	Martensita ccc
ε	Martensita hc
R	Raio
σ	Sigma
d	Tamanho de grão (μm)

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVAS	17
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1 Aços inoxidáveis	19
2.2 Aços inoxidáveis austeníticos	19
2.2.1 Transformação martensítica.....	20
2.2.2 Precipitação de fases	23
2.2.3 Serviços e aplicações (AISI 317L).....	28
2.3 Propriedades magnéticas	29
2.3.1 Laço de histerese dos materiais ferromagnéticos.....	29
2.3.2 Relação entre as propriedades magnéticas e a microestrutura do material ...	32
2.4 Resultados prévios	35
2.4.1 Caracterização microestrutural via microscopia eletrônica de varredura (MEV)	35
2.4.2 Caracterização magnética do material recebido e deformado	36
3 MATERIAL E METODOLOGIA	38
3.1 Material e processo de laminação a frio	38
3.2 Simulação das fases presentes no material	39
3.3 Corte de amostras	40
3.3.1 Corte das amostras para medidas de magnetização.....	40
3.3.2 Corte de amostras para recozimentos isotérmicos e posterior caracterização via difração de raios X.....	40
3.4 Recozimentos isotérmicos.....	41
3.5 Medidas magnéticas.....	41
3.5.1 Medidas magnéticas <i>in situ</i> e <i>ex situ</i>	41
3.5.2 Curvas de M x T para a determinação da temperatura de Curie.....	43
3.6 Preparação metalográfica	44
3.6.1 Preparação metalográfica das amostras utilizadas para as medidas de magnetização	44

3.6.2	Preparação metalográfica das amostras que sofreram recozimento isotérmico	45
3.7	Microscopia óptica (MO)	46
3.8	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com a técnica ECCI.....	47
3.9	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com a técnica EBSD	48
3.10	Ensaio de microdureza Vickers	48
3.11	Difração de raios X	48
3.12	Ensaio de dilatométrica	48
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	50
4.1	Diagrama de fases na condição de equilíbrio	50
4.2	Propriedades magnéticas do aço AISI 317L	51
4.2.1	Laços de histerese obtidos em temperatura ambiente antes e depois do ciclo térmico para todas as amostras	51
4.2.2	Valores de H_c pós-ciclo térmico em temperatura ambiente para todas as amostras.....	55
4.2.3	Caracterização magnética <i>in situ</i> do aço AISI 317L até a temperatura alvo de 800°C.....	57
4.2.4	Caracterização magnética <i>in situ</i> do aço AISI 317L para determinação da temperatura de Curie	58
4.3	Caracterização microestrutural via MO	63
4.4	Imagens obtidas via ECCI	65
4.4.1	Aço inoxidável austenítico AISI 317L: estado deformado.....	65
4.4.2	Aço inoxidável austenítico AISI 317L: recozido	68
4.5	Mapeamentos de fases via EBSD	75
4.6	Medidas de difração de raios X	77
4.7	Propriedades mecânicas e termomecânicas do aço AISI 317L	80
4.7.1	Medidas de microdureza.....	80
4.7.2	Medidas de dilatométrica	81
5	CONCLUSÕES	85
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	88
	REFERÊNCIAS	89

1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVAS

Nos últimos anos a utilização do aço inoxidável austenítico AISI 317L nas indústrias químicas e petroquímicas tem aumentado devido à sua elevada resistência à corrosão. Essa propriedade advém principalmente do teor de molibdênio dessa classe de aços, a qual é no mínimo de 3% (em peso) (FARNEZE *et al.*, 2016; TAVARES *et al.*, 2017).

Como o aço AISI 317L é do tipo austenítico, ele é suscetível à formação de martensita induzida por deformação. Ou seja, ele sofre uma transformação da fase austenítica (cfc) para martensítica (ccc ou hc), dependendo do grau de deformação e temperatura (TAVARES *et al.*, 2017). Além disso, a martensita induzida por deformação pode ser revertida mediante tratamento térmico (TAVARES; FRUCHART; MIRAGLIA, 2000; PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003; SOUZA FILHO *et al.*, 2016). As fases austenita e martensita tipo ϵ são paramagnéticas, enquanto que a martensita tipo α' é ferromagnética. Em consequência disso, medidas magnéticas são muito úteis para a quantificação da martensita α' no material (MUMTAZ *et al.*, 2004; SOUZA FILHO *et al.*, 2016). Dentre os diversos parâmetros magnéticos, a magnetização de saturação (M_s) está diretamente relacionada ao teor de fase ferromagnética presente no material e o campo coercivo (H_c) reflete o aprisionamento das paredes de domínios (CHEN, 1986). Haja vista que a martensita α' é ferromagnética, seu teor presente no aço é refletido no valor de M_s . Já o valor de H_c para os aços inoxidáveis austeníticos depende da forma e distribuição da martensita (MUMTAZ *et al.*, 2004; SOUZA FILHO *et al.*, 2016).

Em um aço inoxidável austenítico é muito comum a presença de ferrita delta, uma fase residual aprisionada na solidificação. No caso do aço 317L, o alto teor de molibdênio o torna suscetível à precipitação de fases intermetálicas quando exposto às altas temperaturas, o que ocorre preferencialmente nas ilhas de ferrita delta (FARNEZE *et al.*, 2014, 2016; TAVARES *et al.*, 2017). A ferrita delta é ferromagnética e essas fases intermetálicas que se formam em razão da decomposição da ferrita são paramagnéticas. Em consequência, medidas magnéticas também podem ser muito úteis para o monitoramento de precipitação nesse aço.

O estudo da relação entre a microestrutura e as propriedades magnéticas do aço inoxidável austenítico AISI 317L laminado a frio foram parcialmente reportadas em um trabalho prévio, cujo foco recaiu principalmente no que se refere à corrosão (TAVARES *et al.*, 2017). No que se refere à relação entre microestrutura e propriedades magnéticas, o

presente trabalho é uma continuidade dessa investigação, partindo-se do material com o maior grau de deformação e, na sequência, recozido até temperaturas da ordem de 1000°C. Ou seja, neste trabalho, o foco recai sobre o estudo da reversão da martensita induzida por deformação e também sobre a decomposição da ferrita delta em fases paramagnéticas. Resultados preliminares com relação a esses tópicos foram obtidos em um trabalho prévio (FREITAS, 2016).

Uma busca na literatura mostra que a maioria dos trabalhos reportados relativos ao aço 317L diz respeito às suas propriedades de resistência à corrosão (PRABHU; ALWARSAMY, 2017; TAVARES *et al.*, 2017). O comportamento de M_s em função da deformação desse material foi reportado por Tavares e colaboradores (TAVARES *et al.*, 2017). Até o momento, além desse (TAVARES *et al.*, 2017), não existem outros trabalhos na literatura que reportem sobre a relação entre microestrutura e propriedades magnéticas do aço 317L. Partindo-se do material deformado e, posteriormente recozido em altas temperaturas (até 1000°C), a presente Dissertação visa contribuir para o melhor entendimento dessa questão, com enfoque nos parâmetros magnéticos M_s e H_c .

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aços inoxidáveis

Os aços inoxidáveis são utilizados nas mais variadas aplicações: desde as mais simples, como utensílios de cozinha, até as mais sofisticadas, como em veículos espaciais. Os aços inoxidáveis são assim classificados por possuírem pelo menos 11%p de cromo. Desta maneira, o material fica suscetível à formação de uma camada protetora de óxido de cromo em sua superfície, que lhe garante ausência de manchas, ferrugem e corrosão em ambientes nos quais aços comuns se tornariam vulneráveis (LO; SHEK; LAI, 2009). O grau de inoxidabilidade de um aço depende de sua camada passivadora. Ela possui espessura média de 0,02 μm e caracteriza-se por ser resistente e uniforme, possuir excelente aderência e plasticidade, baixa porosidade, volatilidade e solubilidade quase nulas (TELLES, 2003). A resistência à corrosão é controlada através da taxa de dissolução desta camada bem como através de sua impermeabilidade no meio corrosivo (COSTA E SILVA; MEI, 1988). Além do Cr, outros elementos são adicionados a fim de se garantir outras propriedades específicas ao material. Molibdênio, por exemplo, é adicionado para se elevar a resistência à corrosão por pites e níquel (até 22%p) para se estabilizar a estrutura austenítica (TELLES, 2003; LO; SHEK; LAI, 2009).

Por se diferenciarem por algumas propriedades, os aços inoxidáveis podem ser classificados como:

- Aços inoxidáveis martensíticos;
- Aços inoxidáveis ferríticos;
- Aços inoxidáveis austeníticos;
- Aços inoxidáveis dúplex;
- Aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação.

2.2 Aços inoxidáveis austeníticos

Os aços inoxidáveis austeníticos foram inventados em Essen, Alemanha, no início do século XX e, atualmente, representam mais da metade da quantidade de aço inoxidável produzido na escala mundial. Embora diversos elementos de liga sejam adicionados com um determinado objetivo, de modo geral, para essa categoria, deseja-se garantir melhores propriedades mecânicas, tais como resistência à fluência, ductilidade, soldabilidade, resistência à corrosão e à oxidação em altas temperaturas (PLAUT *et al.*, 2007). Os aços

inoxidáveis austeníticos estão entre os que apresentam melhores propriedades de resistência à temperatura elevada. Por apresentarem estrutura cfc, também são os mais indicados para serviços criogênicos devido aos excelentes valores de resistência ao impacto e por não sofrerem o fenômeno de transição dúctil-frágil, ou quando a garantia de tenacidade em qualquer situação é imprescindível (COSTA E SILVA; MEI, 1988).

Segundo o Instituto Americano do Ferro e do Aço ou AISI (do inglês, *American Iron and Steel Institute*), os aços inoxidáveis austeníticos podem ser classificados em dois grupos denominados “série 300” e “série 200”. Em relação à composição, o teor de cromo varia de 16 a 25%p e de níquel entre 7 a 22%p na série 300. Nos aços da série 200, o níquel pode ser parcialmente substituído por manganês, variando com teores de até 6% de níquel e até 15% de manganês (TELLES, 2003). Além disso, também pode haver a inserção de nitrogênio em sua composição a fim de que a produção dessa série seja facilitada e mais barata (CHARLES *et al.*, 2008). De maneira geral, após o ferro, os principais elementos são: cromo, responsável por melhorar a resistência à corrosão; e níquel, por estabilizar a austenita. Alguns aços podem conter molibdênio, variando de 2 a 4%p, e seu principal papel é aumentar a resistência à corrosão por pites (PLAUT *et al.*, 2007).

Os aços inoxidáveis austeníticos vão muito além da matriz austenítica. Diversas fases podem estar presentes na microestrutura (carbonetos, sulfetos, boretos, martensita induzida por deformação, ferrita delta...) alterando positiva ou negativamente as propriedades do material. Sua matriz é basicamente uma solução sólida, detentora de uma baixa energia de defeito de empilhamento (EDE) e uma elevada capacidade de encruamento (PADILHA; GUEDES, 2004). Na maioria dos aços desta categoria é possível encontrar ferrita δ em sua microestrutura logo após o processo de solidificação (PLAUT *et al.*, 2007).

Sobre sua estabilidade microestrutural, os aços inoxidáveis austeníticos podem ser classificados como estáveis (preservam a estrutura austenítica mesmo após deformação a frio) ou metaestáveis (transformam a estrutura para martensítica quando sujeitos à deformação a frio) (COSTA E SILVA; MEI, 1988).

2.2.1 Transformação martensítica

Sabe-se que uma parte da energia utilizada na deformação a frio é acumulada na forma de defeitos cristalinos no material tais como defeitos pontuais, lineares e planares. A forma como esses defeitos estão distribuídos no material está relacionado com as

características do próprio material (composição química, pureza, fases presentes) bem como as características envolvidas no processo de conformação (tipo de deformação, temperatura e velocidade). No sistema Fe-Cr-Ni, além dos defeitos cristalinos gerados, pode haver a transformação de fase austenítica para a martensítica. De modo contrário, mediante tratamento térmico de recozimento, pode haver a reversão dessa fase martensítica (PADILHA; GUEDES, 2004). Tanto a formação da martensita induzida por deformação bem como sua reversão serão brevemente discutidas a seguir:

a) Martensita induzida por deformação

Os aços inoxidáveis austeníticos se tornam suscetíveis à transformação martensítica mediante deformação plástica (TAVARES; FRUCHART; MIRAGLIA, 2000; MUMTAZ *et al.*, 2004). Para essa categoria de aço, a tendência para a formação de martensita induzida por deformação diminui com o aumento do níquel equivalente, da energia de defeito de empilhamento (EDE) e da temperatura de deformação. O inverso ocorre quando se aumenta o cromo equivalente, o grau e a velocidade da deformação (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003). Além dos fatores como deformação plástica, taxa de deformação e da EDE do material, a quantidade de martensita induzida por deformação depende do tamanho e orientação do grão (DRYZEK; SARNEK; WRÓBEL, 2014).

O interesse no estudo da martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis tem crescido, em virtude de inúmeros problemas que podem ser causados pela sua formação, como a propagação de trincas a frio após o processo de conformação, a título de exemplo (PAPULA *et al.*, 2015). Em contrapartida, em alguns aços dessa categoria, a taxa de encruamento do material bem como sua plasticidade podem ser melhoradas em consequência da transformação martensítica (fenômeno conhecido por plasticidade induzida por transformação, do inglês, *Transformation Induced Plasticity - TRIP*) (ANDRADE *et al.*, 2004; LO; SHEK; LAI, 2009).

Dois tipos distintos de martensita podem ser formados: a martensita tipo ε (hc, paramagnética e morfologia em forma de placas) e a martensita tipo α' (ccc, ferromagnética e em forma de ripas) (GUY; BUTLER; WEST, 1982). De acordo com muitos autores, reduzidos graus de deformação em aços inoxidáveis austeníticos possuindo baixo valor de EDE levam a formação de ε segundo a transformação $\gamma \rightarrow \varepsilon$ (TAVARES *et al.*, 2017). À medida que o grau de deformação é elevado, a quantidade de martensita α' cresce proporcionalmente enquanto a quantidade de ε atinge um máximo e depois decresce. Esse comportamento sugere a sequência de transformação: $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ (PADILHA;

PLAUT; RIOS, 2003). Alternativamente, outros autores sugerem que a transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$ pode ocorrer diretamente, sem que haja necessidade da fase intermediária ε (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003; SOUZA FILHO *et al.*, 2016; TAVARES *et al.*, 2017). Nesse contexto, Spencer e colaboradores reportaram que rotas de transformação dependem fortemente da temperatura de deformação, sendo que a fase ε pode ou não agir como precursora da fase α' (SPENCER *et al.*, 2009). Maréchal (2011) mostrou que a formação de ε ou α' é dependente do tamanho de grão: em grãos mais grossos ε age como intermediária de α' enquanto, em grãos finos, α' estaria preferencialmente ligada com eventos nos contornos de grãos austeníticos.

Em relação à microestrutura, foi observado por diversos autores que a martensita induzida por deformação nucleia nas intersecções de bandas de cisalhamento, maclas de deformação ou densos agrupamentos de falhas de empilhamento (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003; SOUZA FILHO *et al.*, 2016).

b) Reversão da martensita induzida por deformação

Aços que contenham martensita induzida por deformação, quando submetidos a tratamento térmico de recozimento, podem ter a fase martensítica revertida para a fase austenítica ($\alpha' \rightarrow \gamma$). Em geral, essa reversão ocorre abaixo da temperatura de recristalização e durante curtos períodos de tempo (PADILHA; RIOS, 2002). Para os aços inoxidáveis austeníticos, a reversão completa de α' pode alcançar temperaturas da ordem de 750°C (PADILHA; RIOS, 2002). Guy e colaboradores reportaram que as temperaturas de início e término da reversão poderiam ser afetadas pela composição (GUY; BUTLER; WEST, 1982). Em outro trabalho, Tavares e colaboradores constataram que as temperaturas de início e término da reversão aumentaram com a diminuição da deformação prévia num aço inoxidável austenítico (TAVARES; FRUCHART; MIRAGLIA, 2000). Ainda nesse contexto, é interessante ressaltar que a reversão da martensita pode ser investigada pelo uso da técnica de dilatométria. Graham e colaboradores (2018), por meio do ensaio de dilatométria, confirmaram a reversão da martensita induzida por deformação (no intervalo de 450-600°C) no aço inoxidável austenítico AISI 304 estirado a frio. No mesmo estudo, reportou-se que a quantidade de martensita transformada em austenita depende somente da temperatura máxima alcançada no ensaio e não pelo tempo de recozimento (GRAHAM *et al.*, 2018). Além disso, a fim de se investigar a temperatura de reversão, é comum se obter a derivada da curva dilatométrica. Quanto maior é a quantidade

de α' presente no material, mais evidente torna-se a transformação $\alpha' \rightarrow \gamma$ na derivada (ANDRADE *et al.*, 2004).

Durante o recozimento, a reversão da fase α' pode acontecer por dois mecanismos distintos que variam em função da deformação prévia e pela alta relação dos teores de Ni/Cr (LO; SHEK; LAI, 2009). Um deles é o mecanismo de cisalhamento atérmico que se sucede mediante movimento coordenado dos átomos (LO; SHEK; LAI, 2009; SOUZA FILHO *et al.*, 2016). Nesse caso, a austenita revertida preserva uma alta densidade de discordâncias proveniente da martensita α' . O outro mecanismo, denominado difusional isotérmico ou controlado, ocorre pelo rearranjo dos átomos na ordem de longo alcance (PADILHA; RIOS, 2002; SOUZA FILHO *et al.*, 2016). A fase austenítica nucleia aleatoriamente em forma de embriões nas interfaces $\alpha'-\gamma$ e/ou $\alpha'-\alpha'$ e, à medida que o tratamento térmico transcorre, esses núcleos crescem (GUY; BUTLER; WEST, 1982; LO; SHEK; LAI, 2009; DRYZEK; SARNEK; WRÓBEL, 2014).

2.2.2 Precipitação de fases

É sabido que a austenita, com sua baixa energia de defeito de empilhamento, favorece o aparecimento de maclas de recozimento. Já a ferrita δ , proveniente do processo de solidificação, possui morfologia alongada e paralela à direção de laminação e se decompõe quando submetida a altas temperaturas (PADILHA; GUEDES, 2004; VILLANUEVA *et al.*, 2006). É de grande importância saber que, ao longo do processo de solidificação e tratamento térmico do aço inoxidável austenítico, ou mesmo durante o serviço, pode haver a formação de carbonetos, fases residuais ou intermetálicas. O estudo sobre a formação dessas fases possui grande importância, já que algumas delas são indesejáveis. A precipitação de fases intermetálicas, por exemplo, pode interferir na resistência à corrosão assim como nas propriedades mecânicas do material (PADILHA; RIOS, 2002). Nessa temática, a formação de carbonetos, fases residuais e intermetálicas será discutida a seguir:

a) Carbonetos

Diferentes tipos de carbonetos podem ser formados nos aços inoxidáveis austeníticos: $M_{23}C_6$ (M = Cr, Fe, Mo; cfc), MC (M = Zr, Ti, Nb e V; cfc), M_6C (M = Fe, Mo, Nb, Cr, Si; cfc) e M_7C_3 (M = Cr, Fe; hc), sendo a ocorrência destes dois últimos menos frequentes nessa categoria de aço (PLAUT *et al.*, 2007). A precipitação do

carboneto $M_{23}C_6$ está relacionada com a diminuição da solubilidade do carbono na austenita em função do decréscimo da temperatura e do elevado teor de Ni (PADILHA; RIOS, 2002). Segundo Padilha e Guedes (2004), a precipitação do carboneto $M_{23}C_6$ ocorre antes da precipitação de fases intermetálicas como sigma (σ), chi (χ) e Laves (η). Tal fato está relacionado com a baixa solubilidade do C nestas fases. Somente quando a matriz está praticamente empobrecida de C, há a precipitação das fases sigma, chi e Laves (PADILHA; GUEDES, 2004). No entanto, a dissolução de $M_{23}C_6$ também pode ocorrer durante o recozimento se a precipitação dessas outras fases for significativa, já que o surgimento delas pode diminuir os teores de Cr e Mo na matriz e, por conseguinte, aumentar a solubilidade do carbono nelas, levando a uma dissolução parcial do carboneto (PADILHA; RIOS, 2002). A precipitação dos carbonetos ocorre em contornos de grão e de maclas e no interior dos grãos em discordâncias. Outra consideração importante é que a deformação a frio favorece a precipitação no interior dos grãos durante o recozimento (PADILHA; GUEDES, 2004).

b) Fases intermetálicas mais comuns

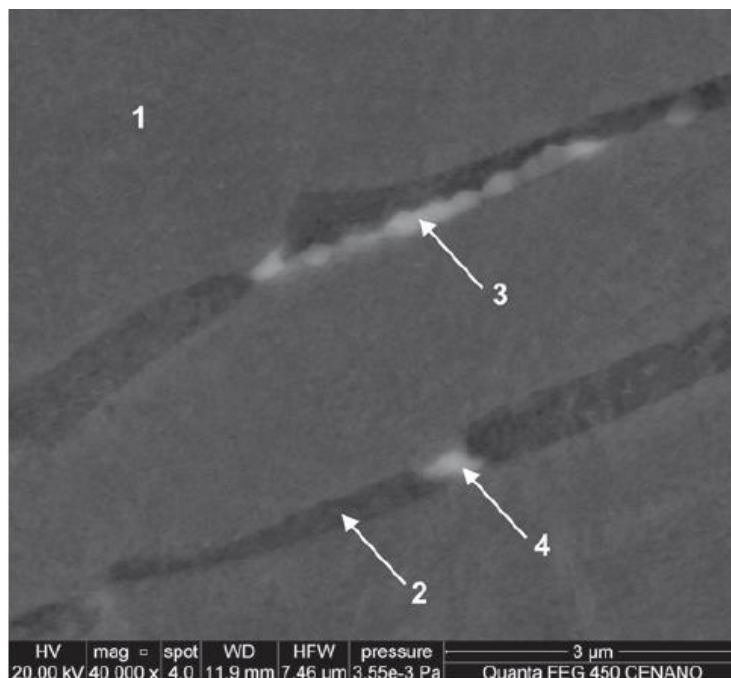
Como mencionado anteriormente, os aços inoxidáveis austeníticos são suscetíveis à precipitação das fases sigma (σ), Laves (η) e chi (χ). Farneze e colaboradores (2014) reportaram a presença das fases citadas no aço inoxidável austenítico AISI 317L após um processo de soldagem e subsequente tratamento térmico. A Figura 1 mostra a caracterização microestrutural do material investigado por esses autores via MEV (microscopia eletrônica de varredura). Na imagem mostrada, o número 1 representa a matriz austenítica, 2 indica as ilhas de ferrita delta e os números 3 e 4 são fases ricas em Mo, as quais podem corresponder às fases η , χ , σ ou a coexistência delas nas interfaces γ/δ e no interior de δ , respectivamente (FARNEZE *et al.*, 2014).

A precipitação de fases proveniente da fase austenítica normalmente ocasiona consequências indesejáveis, tais como: o empobrecimento de elementos de liga como Cr, Mo e Nb, perdas de ductilidade, tenacidade e resistência à corrosão (PADILHA; RIOS, 2002). Ao contrário da fase sigma, a precipitação das fases chi e Laves são favorecidas em aços com teores de carbono e molibdênio mais altos, devido a maior solubilidade desses elementos nessas fases (PADILHA; GUEDES, 2004).

As chamadas fases de Laves se precipitam nas formas de Fe_2Mo , Fe_2Ti , Fe_2Nb ou, ainda, como uma combinação delas, por exemplo, $Fe_2(Mo,Nb,Ti)$ (PADILHA; RIOS,

2002). Geralmente, essa fase é estável abaixo de 850°C, mas sua estabilidade depende fortemente dos teores de Mo, Nb e Ti (PADILHA; RIOS, 2002).

Figura 1 – Caracterização microestrutural via microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável austenítico 317L depois do processo de soldagem e tratamento térmico. As fases indicadas pelos números são: (1) austenita, (2) ferrita delta, (3) e (4) chi, sigma ou Laves.



Fonte: FARNEZE, 2016.

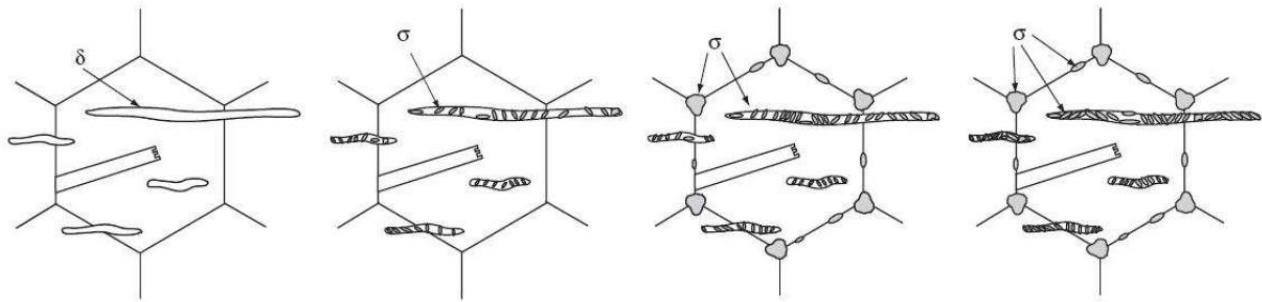
Já a fase sigma (paramagnética, tcc) causa propriedades indesejáveis nos aços inoxidáveis austeníticos tais como perdas de ductilidade e resistência à corrosão, e por isso é muito estudada (PADILHA; GUEDES, 2004; VILLANUEVA *et al.*, 2006; PLAUT *et al.*, 2007). A fase σ pode aparecer em virtude da decomposição da ferrita delta (reação eutetóide: $\text{Fe-}\delta \rightarrow \sigma + \gamma_s$) ou da austenita primária (mecanismo tradicional de nucleação: $\gamma \rightarrow \sigma$). Sua estequiometria nos aços inoxidáveis austeníticos é representada por $(\text{Fe,Ni})_3(\text{Cr,Mo})_2$, levando-se em consideração que a σ formada da reação eutetóide é rica principalmente em elementos como Cr, Mo e Si e pobre em outros como Fe, Ni e Mn. Alguns elementos (Cr, Mn, Mo, W, V, Si, Ti, Nb, e Ta) podem favorecer sua precipitação e outros (Ni, Co, Al, C, N) não.

Em comparação com γ , além da difusão ser mais rápida em δ , a ferrita δ também é mais rica em elementos que favorecem a precipitação de σ , tais como Cr, Mo e Si e por isso a precipitação de σ proveniente da ferrita δ é pelo menos 100 vezes mais rápida se

comparada com a precipitação diretamente da austenita (PADILHA; RIOS, 2002; VILLANUEVA *et al.*, 2006; PLAUT *et al.*, 2007).

Na Figura 2 é mostrada, de forma esquemática, a nucleação e o crescimento da fase sigma em um aço inoxidável austenítico, a uma dada temperatura, com o passar do tempo. A partir dela, observa-se que a precipitação de sigma ocorre principalmente ao longo das ilhas de ferrita delta. Também é possível observar que a precipitação de sigma a partir da austenita ocorre em locais de alta energia, tais como pontos triplos de grão, contornos de grãos e maclas. Nesse caso, a fase sigma possui morfologia equiaxial (PLAUT *et al.*, 2007).

Figura 2 – Representação esquemática da precipitação de fase sigma em tempos crescentes num aço inoxidável austenítico contendo ferrita delta.



Fonte: PLAUT *et al.*, 2007

Igualmente à fase sigma, os efeitos da fase chi (ccc, paramagnética) também são indesejáveis nas propriedades dos aços inoxidáveis austeníticos (PADILHA; GUEDES, 2004). Sua estequiometria é representada por $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$ ou $(\text{Fe},\text{Ni})_{36}\text{Cr}_{18}\text{Mo}_4$. Embora a composição da fase chi seja próxima de sigma, diferentemente desta, ela pode dissolver carbono. Essa fase costuma aparecer nos contornos de grão, contornos de macla e em discordâncias no interior da matriz. Além disso, devido a maior solubilidade do carbono nessa fase e também pela mais fácil nucleação, sua precipitação costuma preceder a da fase sigma (PADILHA; RIOS, 2002).

As fases sigma e chi precipitam na faixa de temperatura entre 500 e 900°C, aproximadamente, dependendo da composição do aço (PADILHA; RIOS, 2002). Ao longo do tratamento térmico, em decorrência de precipitação dessas fases, a matriz se torna empobrecida pelos elementos Mo e Cr e, conseqüentemente, podem causar a dissolução de carbonetos (PADILHA; RIOS, 2002).

c) Fases residuais

Os aços inoxidáveis austeníticos podem apresentar pequenas quantidades de fases residuais em virtude da baixa solubilidade dos elementos que as constituem na austenita. O nitrogênio, por exemplo, é adicionado nos aços inoxidáveis com o intuito de promover melhoria nas propriedades mecânicas, resistência à corrosão e porque é um forte estabilizador da γ (PADILHA; RIOS, 2002). A presença do nitrogênio em solução sólida na austenita pode atrasar a precipitação do carboneto $M_{23}C_6$ e fases intermetálicas (σ , χ e Laves) devido a sua baixa solubilidade nelas. Por outro lado, pode favorecer a precipitação de M_6C , já que este carboneto é capaz de absorver consideráveis teores de nitrogênio (PADILHA; GUEDES, 2004). A diminuição de nitrogênio na matriz, devido à precipitação de nitretos, pode fazer a austenita instável e tornar possível a formação das fases ferrita e sigma em temperaturas de envelhecimento (PADILHA; RIOS, 2002). Em relação aos nitretos formados, esses são classificados em primários MN ($M = Zr, Ti, Nb$ e V) e secundários M_2N ($M = Cr, Fe$), em ligas contendo teores de nitrogênio menores que 0,1%p e entre 0,1 e 0,9%p, respectivamente (PADILHA; RIOS, 2002). Outro elemento comum que pode formar fases residuais é o enxofre (S). Geralmente, o S é considerado como impureza nos aços inoxidáveis austeníticos e seu teor é menor que 0,03%p. Quando adicionado intencionalmente, a fim de melhorar a usinabilidade, seu teor pode variar entre 0,10 e 0,15%p. Esses sulfetos se formam durante a solidificação e são fragmentados e redistribuídos durante a conformação mecânica, aparecendo em grupos de partículas alinhadas, podendo variar de 2 a 5 μm de tamanho (PADILHA; RIOS, 2002). Já a adição de boro nos aços inoxidáveis austeníticos pode melhorar as propriedades mecânicas relacionadas à fluência nesses aços. A formação de boretos acontece durante o processo de solidificação e sua precipitação ocorre preferencialmente nos contornos de grãos e nas interfaces MC- γ (PADILHA; GUEDES, 2004).

d) Ferrita rica em cromo

É importante lembrar sobre a possibilidade de decomposição da ferrita delta pelo mecanismo conhecido como decomposição espinoidal ($Fe-\delta \rightarrow \alpha' + \alpha''$) (LIPPOLD; KOTECKI, 2005). Esse mecanismo sem nucleação resulta na decomposição homogênea de uma fase monofásica supersaturada ($Fe-\delta$) em outras duas fases ($\alpha' + \alpha''$) que possuem essencialmente a mesma estrutura cristalina (mas composição diferente) da fase primitiva (CAMPBELL, 2012). Nesse caso, a chamada ferrita- α' é rica em Cr e paramagnética, enquanto que a chamada ferrita- α'' é pobre em Cr (ou rica em Fe) e por isso é ferromagnética.

Esse fenômeno ocorre geralmente por volta de 475°C. Nos aços inoxidáveis, esse fenômeno recebe o nome de fragilização a 475°C, já que a precipitação dessa fase ferrítica rica em cromo pode levar a um endurecimento da ferrita e, portanto, à redução de tenacidade do material. Além disso, α'' pode acarretar a perda de resistência à corrosão devido ao ataque seletivo da ferrita pobre em cromo e, por conseguinte, haver a formação de pites (TAVARES *et al.*, 2001; LIPPOLD; KOTECKI, 2005). De modo geral, a taxa e o grau de fragilização variam em função do teor de cromo: quanto maior é o teor de cromo, em menores temperaturas e com maior rapidez se dá o processo. Deve-se considerar, ainda, que o trabalho a frio assim como a adição de elementos como Mo, Nb e Ti tendem a acelerar o início da fragilização (LIPPOLD; KOTECKI, 2005)

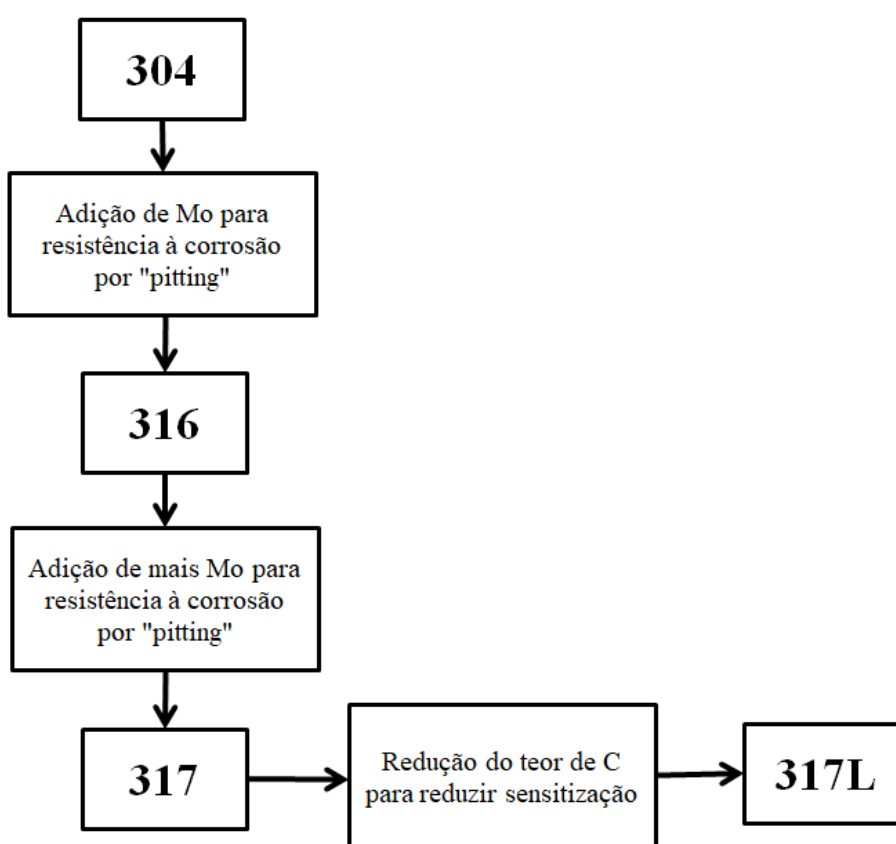
2.2.3 Serviços e aplicações (AISI 317L)

Os aços inoxidáveis são mais caros que os outros tipos de aços e são empregados somente quando não se é possível fazer a substituição por outros materiais mais baratos. Os aços inoxidáveis austeníticos podem ser utilizados na indústria aeroespacial, de siderurgia e metalurgia, química e petroquímica, cerâmica, eletrônica, automotiva, papel e celulose, nuclear e várias outras (PLAUT *et al.*, 2007). Nessa temática, o aço inoxidável austenítico AISI 317L se diferencia dos outros da sua categoria por apresentar um reduzido teor de carbono e um alto teor de molibdênio como representado na Figura 3. Por essa característica, tem sido escolhido para substituir os aços AISI 316L, 321 e 347 em aplicações que exigem elevada resistência à corrosão por pites como em tubos nas refinarias de petróleo, vasos de pressão, revestimentos, válvulas e acessórios (FARNEZE *et al.*, 2016). Deve-se, ainda, lembrar que o baixo teor de carbono torna o aço 317L mais resistente à corrosão intergranular (também conhecida como sensitização ou sensibilização). A sensitização é causada pelo empobrecimento do elemento Cr nas regiões próximas aos contornos de grão, em virtude da formação de carbonetos (GENTIL, 1996).

Usualmente, os aços contendo molibdênio possuem melhor resistência à fluência e também à corrosão (principalmente em meios ácidos) em relação a outros aços austeníticos, por isso são ainda mais caros. A adição de mais molibdênio nessa categoria de aços, além de resultar em uma melhor resistência à corrosão por pites, também resulta numa maior resistência à corrosão sob tensão. Esta última é extremamente perigosa uma vez que causa sensível redução das propriedades mecânicas do aço, podendo este fraturar sob a menor solicitação mecânica (GENTIL, 1996).

Farneze e colaboradores (2016) estudaram a evolução microestrutural do aço AISI 317L (soldado) durante envelhecimento com tempos superiores a 200 horas de exposição e os resultados mostraram que o emprego desse aço nesse caso não é recomendado em serviços que possam chegar a temperaturas da ordem de 550°C, devido à decomposição da ferrita em finas e dispersas fases intermetálicas, as quais causam diminuição de dureza e decréscimo da resistência à corrosão por pites (FARNEZE *et al.*, 2016).

Figura 3 – Modificações de composição do aço inoxidável austenítico 304 em relação ao aço inoxidável austenítico 317L.



Fonte: PADILHA; GUEDES, 2004.

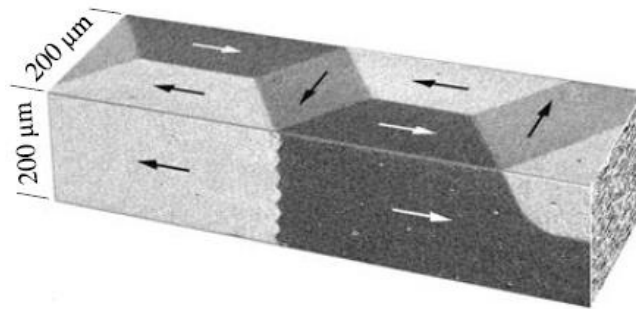
2.3 Propriedades magnéticas

2.3.1 Laço de histerese dos materiais ferromagnéticos

Os materiais ferromagnéticos são constituídos de domínios, os quais são regiões volumétricas microscópicas onde todos os momentos magnéticos estão alinhados em uma mesma direção. Em outras palavras, os domínios magnéticos apresentam uma

magnetização espontânea, a qual se dá ao longo de uma dada direção de fácil magnetização do cristal (ARZT, 1998). Por exemplo, considerando-se o ferro monocristalino, a magnetização ao longo do eixo $\langle 100 \rangle$ é a maior e alcança o valor máximo em baixos campos, sendo esta a direção de fácil magnetização para o ferro. Devido à multiplicidade dessas direções, na ausência de um campo magnético aplicado, a magnetização resultante no espécime é zero, como ilustrado na Figura 4.

Figura 4 – Representação esquemática dos domínios magnéticos em um espécime desmagnetizado. As setas representam momentos magnéticos permanentes.



Fonte: HUBERT; SCHÄFER, 1998

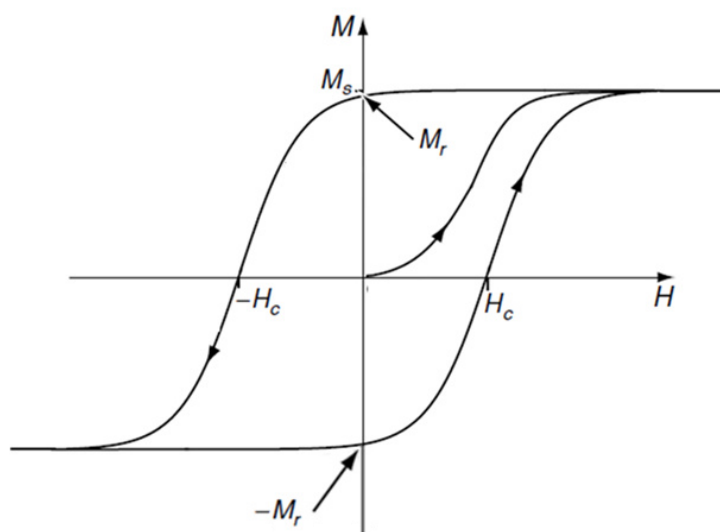
Os domínios têm dimensões microscópicas e mesmo dentro de um dado grão em um material policristalino podem existir vários domínios (CALLISTER; RETHWISCH, 2012).

A magnetização M é definida pela equação 1, onde μ representa momento magnético e V é o volume do material.

$$\vec{M} = \frac{\sum \vec{\mu}}{V} \quad (1)$$

A Figura 5 representa um laço de histerese obtido para um material ferromagnético (COEY, 2009).

Figura 5 – Laço de histerese para um material ferromagnético.



Fonte: COEY, 2009.

O material de partida está desmagnetizado e é submetido à aplicação de um campo magnético H . À medida que H aumenta, os domínios cuja magnetização espontânea está favoravelmente alinhada ao campo crescem, em detrimento dos demais, ou seja, existe uma movimentação das paredes de domínios. Isso ocorre até que o material como um todo fica constituído por um único domínio, com todos os momentos magnéticos do espécime alinhados em uma única direção. Finalmente, mediante uma rotação, a direção da magnetização espontânea desse único domínio fica perfeitamente alinhada com o campo externo e a magnetização de saturação (M_s) é atingida. A partir desse ponto, se o valor de campo aplicado é diminuído, a curva de $M \times H$ tem um comportamento irreversível. Mesmo para campo zero, ainda existirá uma magnetização remanente (M_r) no espécime. O estado de magnetização zero será novamente atingido se o campo for aumentado no sentido contrário e atingir a magnitude indicada por $-H_c$ na Figura 5. H_c é chamado de campo coercivo. Um maior aumento do campo levará à magnetização de saturação no sentido contrário ao anteriormente obtido. Se a partir desse ponto o valor em módulo do campo for diminuído, novamente, mesmo que o campo volte ao valor zero, existirá uma magnetização remanente, com o sinal contrário à anteriormente obtida.

O alinhamento paralelo dos momentos magnéticos pode ser destruído em virtude da amplitude da vibração atômica causada pelo aumento de temperatura, resultando numa redução no valor da magnetização de saturação. As ondas geradas por essas vibrações causam o desemparelhamento gradual dos momentos magnéticos se a temperatura é

elevada e podem tornar as direções dos momentos magnéticos aleatórias e independentes, estando o campo magnético externo presente ou não (HUBERT; SCHÄFER, 1998). A temperatura na qual a magnetização de saturação se torna nula é denominada temperatura de Curie e, acima desta temperatura, os materiais ferromagnéticos se tornam paramagnéticos.

2.3.2 Relação entre as propriedades magnéticas e a microestrutura do material

Diversas técnicas são utilizadas para se identificar mudanças microestruturais nos materiais. Nesse contexto, as medidas magnéticas são classificadas como um método não destrutivo, além de fornecer informações sobre o *bulk* do material. Por essas razões, medidas magnéticas têm sido bastante utilizadas para a detecção de mudanças microestruturais em materiais ferromagnéticos. (OYARZÁBAL *et al.*, 2007).

A magnetização de saturação (M_s) reflete o teor de fase ferromagnética no material. Como a martensita α' é ferromagnética, a magnetização de saturação (M_s) geralmente é utilizada para avaliar a fração volumétrica dessa fase em aços que apresentam transformação martensítica induzida por deformação (MITRA *et al.*, 2004)

O significado físico do campo coercivo ou coercibilidade (H_c) se relaciona com a intensidade de aprisionamento das paredes dos domínios magnéticos (OYARZÁBAL *et al.*, 2007).

Sobre a coercibilidade em aços ferríticos, Oyarzábal e colaboradores (2007) reportaram que diferentes características microestruturais, tais como contornos de grão, discordâncias ou precipitados, podem afetar a movimentação das paredes dos domínios magnéticos. De fato, considerações teóricas apoiadas por resultados experimentais em aços ferríticos mostram que:

$$H_c \propto \sqrt{\rho} \quad (2)$$

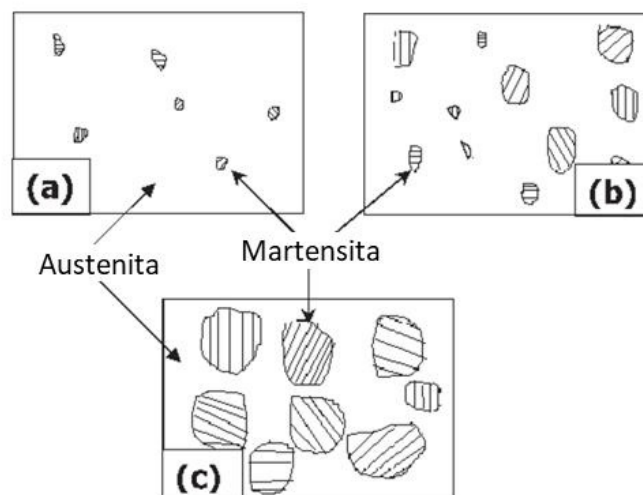
$$H_c \propto \frac{1}{d} \quad (3)$$

onde, ρ é a densidade de discordâncias e d é o tamanho de grão (OYARZÁBAL *et al.*, 2007). Adicionalmente, partículas de segunda fase também contribuem para o aprisionamento de paredes de domínios magnéticos. Essa influência depende da relação

entre o tamanho da partícula (raio R) e a espessura da parede de domínio (δ). Segundo Arzt (1998), se $R \ll \delta$, $H_c \propto R$ e se $R \gg \delta$, $H_c \propto \frac{1}{R}$. O máximo valor de H_c é esperado quando $R \cong \delta$.

Com relação aos aços inoxidáveis austeníticos, o comportamento de H_c reflete a forma e a distribuição da martensita (α'), ou seja, H_c é influenciado pela fração volumétrica de martensita no material (MITRA *et al.*, 2004; MUMTAZ *et al.*, 2004; SHYR; HUANG; WUR, 2016). Por exemplo, Mitra e colaboradores (2004) reportaram que o comportamento de H_c nos limites de baixa e alta deformação no aço inoxidável austenítico AISI 304 são diferentes. Para um baixo grau de deformação, pequenos aglomerados isolados da fase martensítica são formados no material, como representado de forma esquemática na Figura 6 (a). Nesse limite onde a fração volumétrica de martensita no material é baixa, o campo coercivo aumenta com a deformação. Com o aumento da deformação, as regiões martensíticas crescem no material (vide Figura 6 b). No limite de altas deformações, existe uma coalescência entre as regiões martensíticas, como mostrado na Figura 6 (c). Nesse limite, onde é alta a fração volumétrica de martensita, existe um maior grau de liberdade para a movimentação das paredes de domínios e o H_c diminui com a deformação.

Figura 6 – Representação esquemática da formação da martensita no aço inoxidável austenítico 304 submetido a: (a) baixa, (b) média e (c) alta deformação plástica.



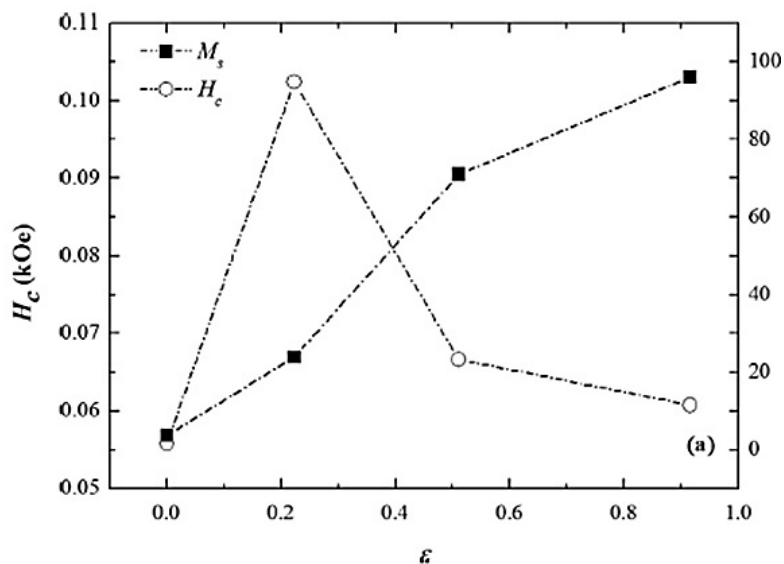
Fonte: MITRA *et al.*, 2004.

Souza Filho e colaboradores (2016) reportaram um comportamento similar para o aço inoxidável austenítico AISI 201, como mostrado na Figura 7. Nessa figura, primeiramente note o aumento de M_s em decorrência do aumento da fração volumétrica de

α' . Para pequenas deformações H_c cresce e, a partir de um determinado valor de deformação, sugere-se que há o coalescimento das regiões martensíticas com a consequente diminuição das interfaces entre as fases γ e α' . Nesse ponto, a movimentação das paredes de domínios magnéticos é facilitada e, por consequência, ocorre uma diminuição dos valores de H_c (SOUZA FILHO *et al.*, 2016).

A coalescência das regiões martensíticas também foi reportada em outros estudos com aços inoxidáveis austeníticos (TAVARES *et al.*, 2002; MUMTAZ *et al.*, 2004). Mumtaz e colaboradores (2004) inclusive fizeram observações relativas à morfologia da fase martensítica: em baixas deformações, formato de ripas estreitas e alongadas; já em altas deformações, formato de blocos irregulares. Deve-se frisar que, dependendo da composição do aço inoxidável austenítico, a fração volumétrica de martensita induzida por deformação é baixa, mesmo para um alto grau de deformação. Nesse caso, não existe coalescência entre as regiões martensíticas formadas no material e H_c aumenta em função da deformação aplicada (FREITAS, 2016). Ou seja, não é observado um efeito “pico” no comportamento de H_c como ilustrado na Figura 7.

Figura 7 – H_c e M_s em função da deformação verdadeira para o aço AISI 201.



Fonte: SOUZA FILHO *et al.*, 2016.

No que se refere à reversão da martensita induzida por deformação, medidas de H_c também podem ser utilizadas para se estudar a forma e a distribuição da martensita durante a transformação $\alpha' \rightarrow \gamma$, em consequência de recozimento (SOUZA FILHO *et al.*, 2016). Para uma alta fração volumétrica de martensita formada durante a deformação, um efeito

“pico” no comportamento de H_c também é observado durante a reversão de martensita para austenita. Souza Filho e colaboradores (2016) observaram um comportamento no qual H_c atinge um valor máximo e depois decresce durante o tratamento de recozimento isotérmico do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio. Essa variação de valores de H_c foi atribuída ao aumento do número de interfaces α' - γ durante a reversão $\alpha' \rightarrow \gamma$. Após atingir um valor máximo, H_c decresce em função do encolhimento da fase martensítica na microestrutura (SOUZA FILHO *et al.*, 2016). No caso de aços que apresentam uma baixa fração volumétrica de martensita induzida por deformação, o recozimento provoca a diminuição de H_c , o qual não apresenta efeito pico em função do tempo de recozimento a uma dada temperatura (FREITAS, 2016).

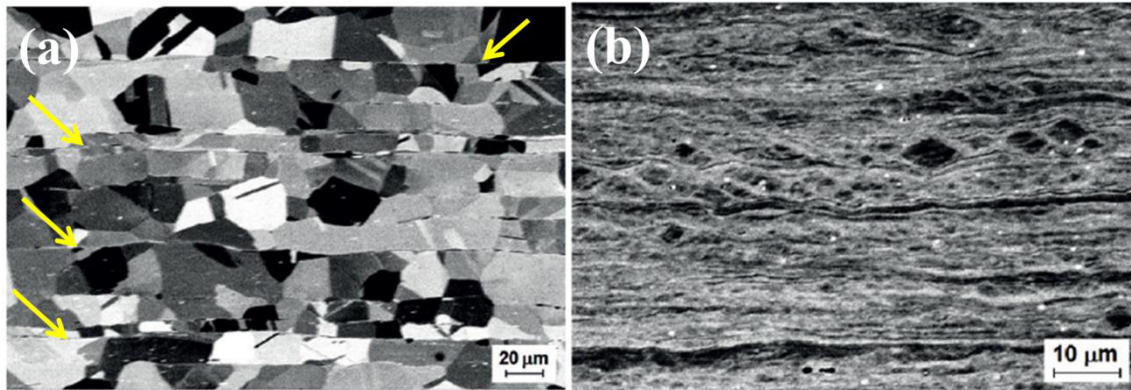
2.4 Resultados prévios

Resultados prévios relativos ao aço AISI 317L nas condições como recebido e deformado a frio até 87% de redução em espessura serão mostrados nesta seção.

2.4.1 Caracterização microestrutural via microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A Figura 8 mostra imagens do aço 317L como recebido (sem sofrer deformação plástica) e após laminação a frio até 87% de redução em espessura cuja deformação verdadeira corresponde a $\varepsilon = 2,04$. Essas imagens foram reportadas por Tavares e colaboradores (TAVARES *et al.*, 2017). O material como recebido (vide Figura 8 a) é proveniente de laminação a quente. Nessa condição, a microestrutura consiste em grãos austeníticos recristalizados e ilhas de ferrita delta alongadas, paralelas à direção de laminação (indicadas pelas setas amarelas na Figura 8a). O teor de ferrita delta no material é de $\approx 4\%$ (TAVARES *et al.*, 2017). A microestrutura do material após redução em espessura de 87% é mostrada na Figura 8 (b), a qual apresenta as características típicas de um material laminado a frio, com grãos austeníticos alongados na direção de laminação (TAVARES *et al.*, 2017).

Figura 8 – Microestrutura do aço 317L na condição (a) como recebido e (b) após redução em espessura de 87%.



Fonte: TAVARES *et al.*, 2017.

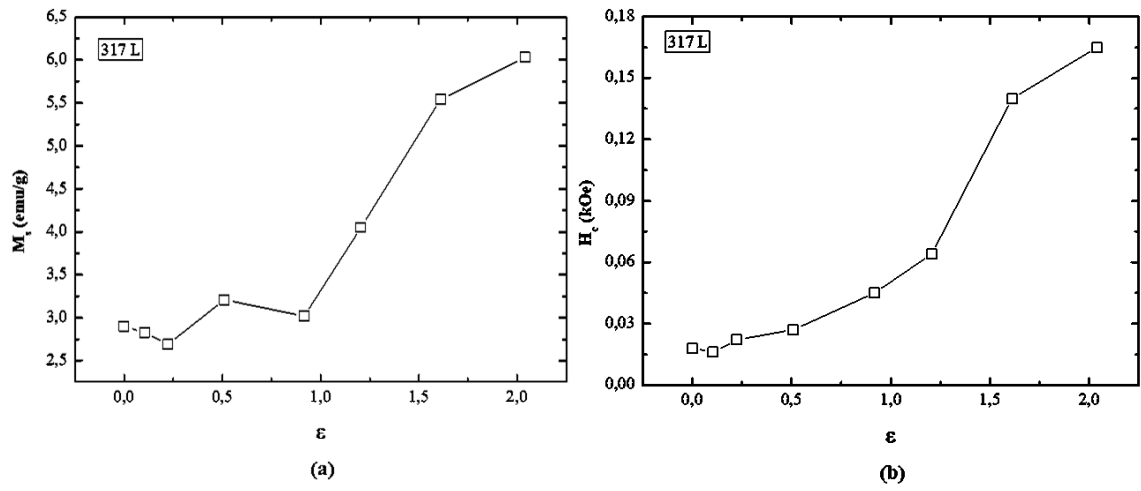
2.4.2 Caracterização magnética do material recebido e deformado

A Figura 9 mostra o comportamento da magnetização de saturação (TAVARES *et al.*, 2017) e do campo coercivo (SOUZA FILHO, 2015) para o aço 317L em função da deformação. Esses dados foram obtidos a partir de laços de histerese do material, medidos em temperatura ambiente. O protocolo de medidas desses laços está descrito na ref. (SOUZA FILHO, 2015).

Inicialmente, o material como recebido já possui um sinal ferromagnético proveniente da ferrita δ , mas à medida que o material é deformado, observa-se que o valor de M_s aumenta, como mostrado na Figura 9 (a). Segundo Tavares e colaboradores, constata-se que o valor de M_s pertencente à amostra sem deformação aumenta de 2,75 emu/g até 6,10 emu/g relativo à amostra com 87% de redução. Esta diferença de 3,35 (emu/g) entre as respectivas amostras pode ser atribuída à formação de martensita induzida por deformação α' . Para o aço 317L, assumindo-se como 146,8 emu/g o valor de M_s intrínseco para a martensita, a partir dos dados mostrados na Figura 9 (a), a fração volumétrica de martensita do aço investigado corresponde a 2,3% (TAVARES *et al.*, 2017).

A partir da Figura 9 (b), ainda que não monotônico, observa-se o aumento de H_c com a deformação. Esse comportamento de H_c indica que as regiões martensíticas estão afastadas, havendo uma pequena interação entre elas, o que reflete numa maior dificuldade na movimentação das paredes dos domínios magnéticos (SOUZA FILHO *et al.*, 2016). Esse comportamento de H_c reflete o fato de que existe uma baixa fração volumétrica de martensita induzida no material como mencionado acima.

Figura 9 - (a) M_s e (b) H_c em função da redução em espessura para o aço 317L, obtidos a partir de laços de histerese obtidos em temperatura ambiente.

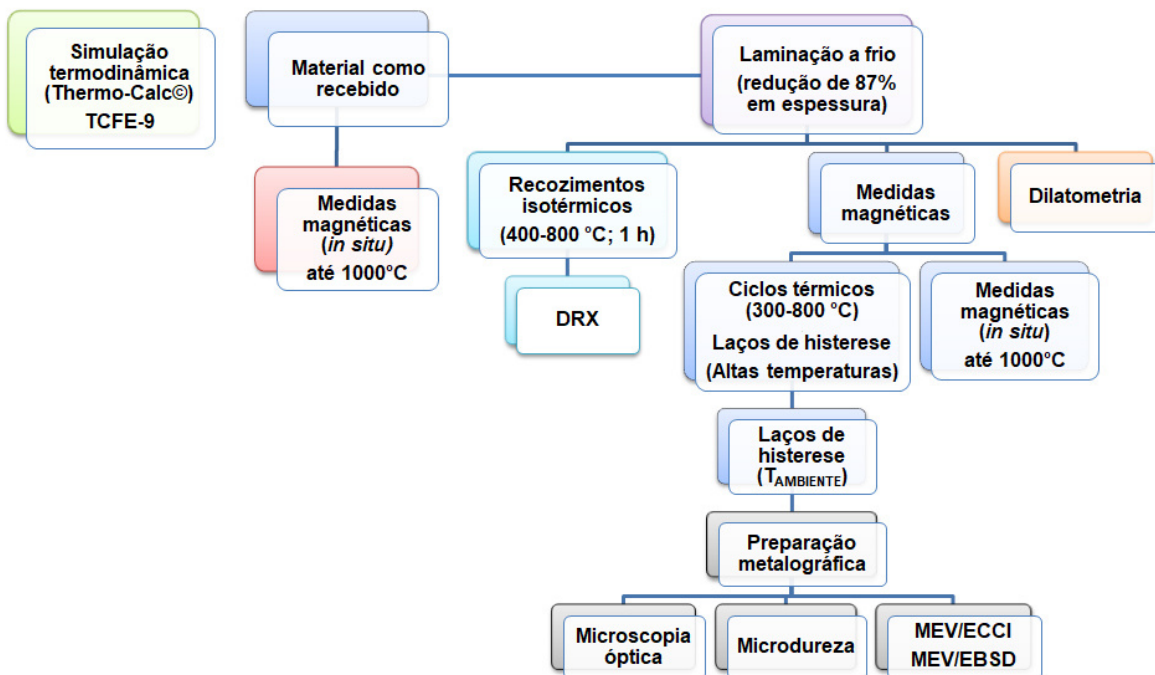


Fonte: TAVARES *et al.*, 2017; SOUZA FILHO, 2015.

3 MATERIAL E METODOLOGIA

A fim de se proporcionar uma melhor compreensão ao leitor sobre a parte experimental realizada neste trabalho, de forma sucinta, as etapas e atividades experimentais foram resumidas no fluxograma da Figura 10 e serão detalhadas nos próximos itens.

Figura 10 – Fluxograma contendo as etapas e atividades experimentais realizadas.



Fonte: Autoria própria.

3.1 Material e processo de laminação a frio

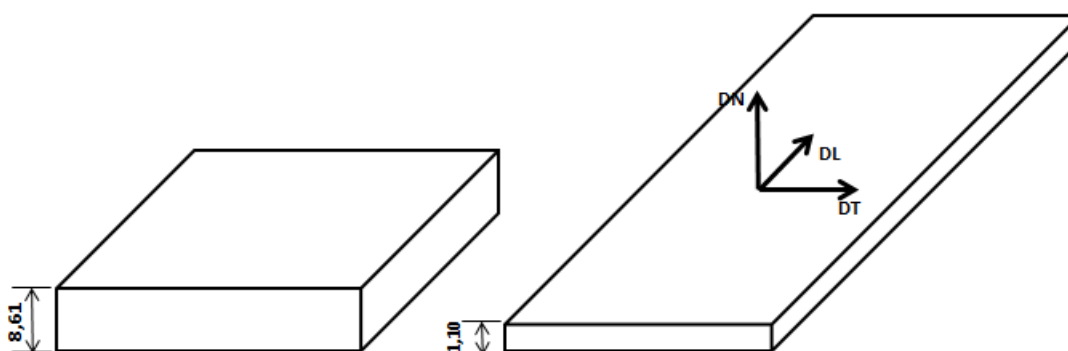
O material investigado neste trabalho é o aço inoxidável austenítico AISI 317L, gentilmente cedida pela Aperam South America, Timóteo - MG, cuja composição química está representada na Tabela 1.

Tabela 1 - Composição química nominal do aço 317L (em %p).

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr
% (p)	0,024	1,34	0,47	0,031	0,003	18,13
Elemento	Ni	Mo				
% (p)	11,41	3,02				

Fonte: Aperam South America.

A chapa do material cedida foi laminada a frio em múltiplos passes utilizando-se um laminador duo-reversível Fenn. Partindo-se de uma chapa com espessura inicial de 8,61 mm, o material foi laminado até atingir a espessura final de 1,1 mm, o que corresponde a uma redução em espessura de 87% (vide Figura 11). Na Figura 11, DL, DT e DN correspondem à direção de laminação, direção transversal e direção normal, respectivamente.

Figura 11 – Redução de 87% de espessura da chapa através do processo de laminação.

Fonte: Autoria própria.

3.2 Simulação das fases presentes no material

A previsão da formação das possíveis fases em função da temperatura para o aço inoxidável austenítico AISI 317L foi obtida a partir de uma simulação gerada pelo software Thermo-Calc© acoplado com a base de dados TCFE-9.

3.3 Corte de amostras

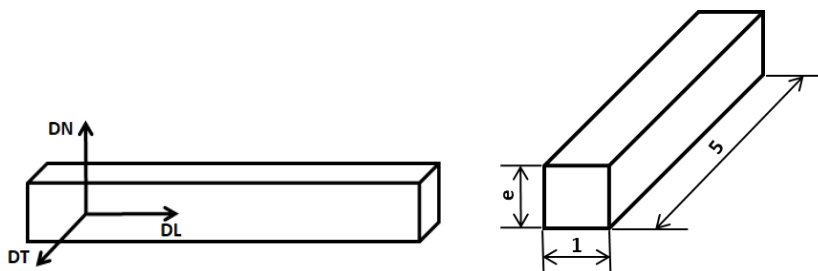
Para o material com a máxima deformação, utilizando-se uma cortadeira de baixa velocidade Buehler Isomet 1000 com disco diamantado, foram obtidas amostras para as seguintes finalidades:

- i) amostras destinadas para medidas de magnetização *in situ* e *ex situ*, caracterização via microscopia óptica, difração de elétrons retroespalhados, microscopia eletrônica de varredura e testes de microdureza Vickers;
- ii) amostras destinadas para recozimentos isotérmicos e posterior caracterização via difração de raios X (DRX).
- iii) amostras destinadas para o uso da técnica de dilatométrica.

3.3.1 Corte das amostras para medidas de magnetização

As amostras utilizadas para as medidas de magnetização e posterior caracterização microestrutural foram cortadas com a maior dimensão paralela à direção de laminação (DL) conforme ilustrado na Figura 12. Obtiveram-se sete amostras com dimensões de 5 (//DL) x 1 x e mm³, onde “e” é a espessura da chapa com a máxima deformação (1,1 mm).

Figura 12 – Dimensões das amostras utilizadas para medidas de magnetização e posterior caracterização microestrutural.



Fonte: Autoria própria.

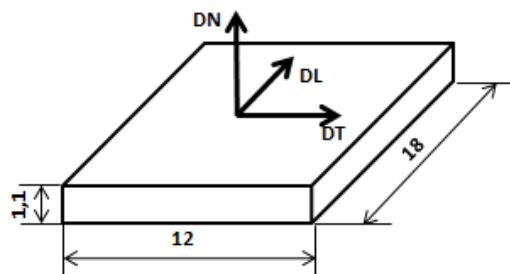
Após o processo de corte, mediu-se a massa das amostras em uma balança analítica digital.

3.3.2 Corte de amostras para recozimentos isotérmicos e posterior caracterização via difração de raios X

Um segundo conjunto de amostras foi cortado para a realização de recozimentos isotérmicos. Nesse caso, cortou-se um total de seis amostras. Novamente, todas as

amostras foram cortadas com a maior dimensão paralela à DL, com dimensões de 18 (//DL) x 12 x 1,1 mm³, como esquematizado na Figura 13.

Figura 13 – Dimensões da amostra para recozimentos isotérmicos e posterior caracterização via DRX.



Fonte: Autoria própria.

3.4 Recozimentos isotérmicos

Previamente aos recozimentos isotérmicos, as seis amostras (descritas no item 3.3.2) foram imersas em álcool isopropílico e submetidas a ultrassom por dez minutos. Após o procedimento de limpeza, os tratamentos térmicos foram realizados sem encapsulamento em um forno resistivo Linderberg Blue instalado na EEL - USP.

Com exceção de uma única amostra mantida no estado deformado, cada uma das outras amostras foi tratada por uma hora e resfriada em água em temperatura ambiente. As temperaturas de tratamento térmico para as respectivas amostras foram: 400, 500, 600, 700 e 800°C.

3.5 Medidas magnéticas

Medidas de magnetização foram feitas utilizando-se um magnetômetro de amostra vibrante Lakeshore Modelo 7404 instalado no IF-USP (SP). Este magnetômetro é provido de um forno o qual permite medidas de magnetização em função da temperatura (até 1000°C), sob fluxo de argônio.

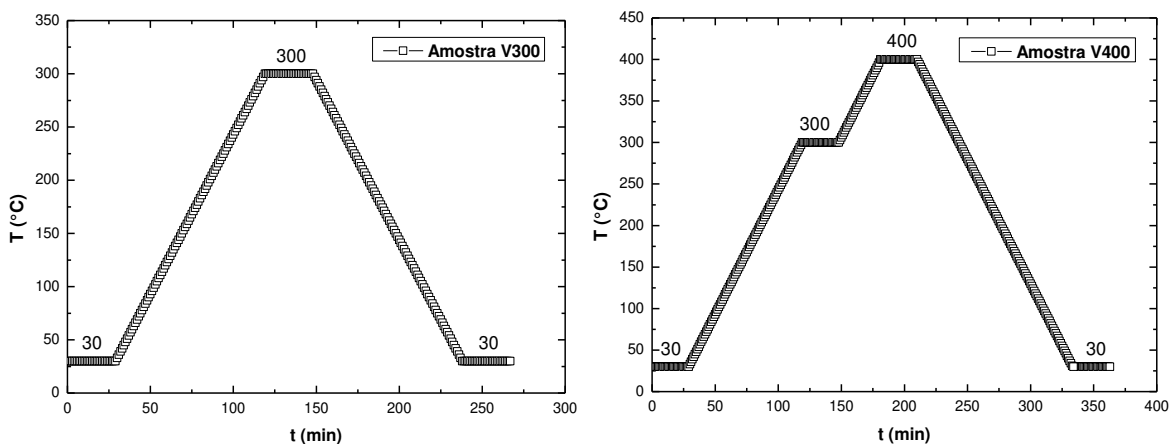
3.5.1 Medidas magnéticas *in situ* e *ex situ*

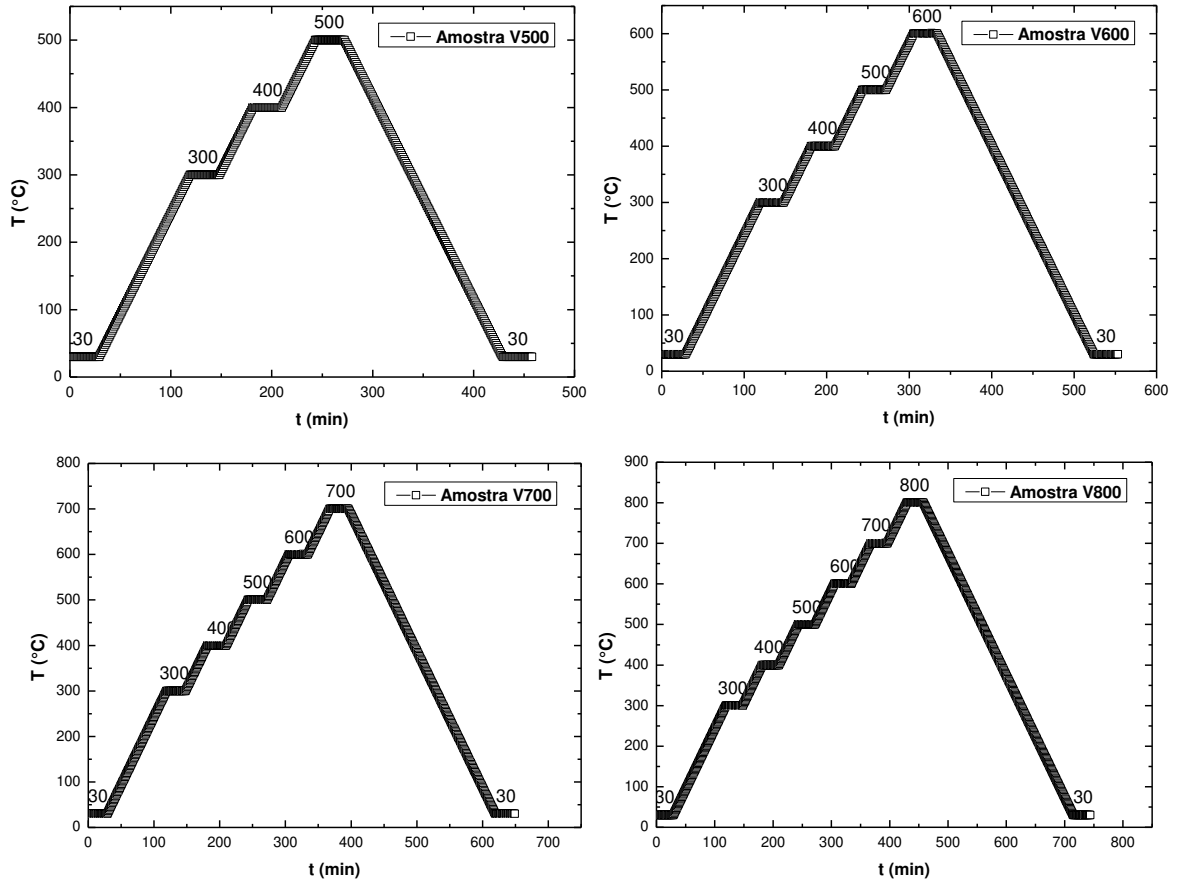
Para o material com 87% de deformação em espessura, seis amostras (intituladas V300, V400, V500, V600, V700 e V800) sofreram um ciclo térmico no forno do VSM como descrito a seguir.

As seis amostras sofreram o mesmo tratamento térmico até uma dada temperatura, aqui denominada temperatura “alvo” e, após isso, foram resfriadas na inércia do forno, sob fluxo de argônio. As temperaturas alvo foram: 300, 400, 500, 600, 700 e 800°C. Uma das amostras (V300) foi aquecida até 300°C a uma razão de 3°C/min e após estabilização da temperatura (≈ 15 min), foi obtido um laço de histerese o qual foi concluído em um tempo de 14,7 min. Dessa forma, para essa temperatura alvo, o material foi recozido por aproximadamente 30 min e depois resfriado. Uma segunda amostra (V400) sofreu o mesmo ciclo térmico da primeira e, após obtenção do laço de histerese em 300°C, foi aquecida até 400°C (com uma razão de 3°C/min) para obtenção do laço de histerese nessa temperatura. Após isso, essa amostra foi resfriada nas mesmas condições. Um procedimento análogo foi efetuado para as quatro amostras restantes (V500, V600, V700 e V800), as quais foram resfriadas, após sofrerem o ciclo completo até as temperaturas de 500, 600, 700 e 800°C, respectivamente. Um laço de histerese foi obtido para cada uma dessas seis amostras antes e após resfriamento até temperatura ambiente. A Figura 14 mostra de forma esquemática o ciclo térmico sofrido por cada uma das seis amostras.

A partir dos laços de histerese, obtiveram-se os valores de magnetização de saturação M_s e do campo coercivo H_c para cada amostra. O erro relativo aos valores de M_s corresponde a $\pm 2\%$ do valor obtido. Já o erro associado aos valores de H_c corresponde a ± 5 Oe.

Figura 14 – Ciclos térmicos das amostras recozidas até 300, 400, 500, 600, 700 e 800°C no forno do VSM Lakeshore.





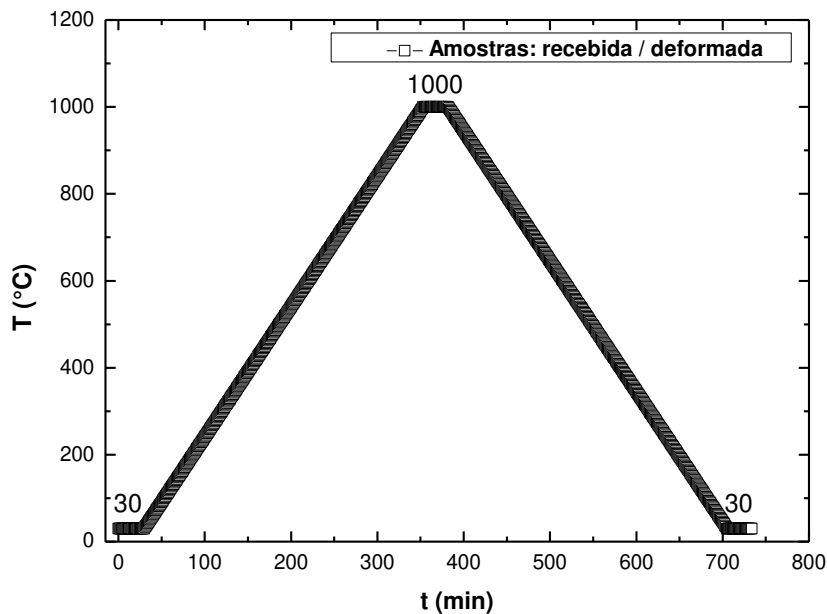
Fonte: Autoria própria.

3.5.2 Curvas de $M \times T$ para a determinação da temperatura de Curie

Foram obtidas curvas de magnetização em função da temperatura ($M \times T$) (medidas de magnetização *in situ*) do material como recebido e deformado (87% de redução em espessura) desde a temperatura ambiente até 1000 $^{\circ}\text{C}$ e posterior resfriamento da amostra (vide Figura 15).

Essas curvas de $M \times T$ foram obtidas com uma taxa de variação de temperatura de 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e campo aplicado paralelo à maior dimensão da amostra ($//$ DL). Para o material como recebido e deformado, o valor do campo aplicado foi de 70 e 100 Oe, respectivamente. Antes e depois do ciclo térmico foram obtidos laços de histerese do material. Para o material como recebido o valor de 70 Oe corresponde ao valor do campo necessário para que a magnetização atinja $\approx 33\%$ do valor de M_s (em temperatura ambiente, antes do ciclo térmico). Para o material deformado o valor de 100 Oe corresponde à obtenção de $\approx 50\%$ do valor de M_s , nas mesmas condições.

Figura 15 – Ciclo térmico até 1000°C (aquecimento e posterior resfriamento) das amostras como recebida e deformada (87% de redução em espessura).



Fonte: Autoria própria.

3.6 Preparação metalográfica

3.6.1 Preparação metalográfica das amostras utilizadas para as medidas de magnetização

Após as medidas magnéticas descritas no item 3.5, as amostras foram preparadas metalograficamente, para posterior caracterização microestrutural e testes de dureza. As amostras foram embutidas a quente em resina condutora Polyfast, utilizando-se uma embutidora Buehler Simplimet 1000. A face exposta foi uma das superfícies DL x DN, com dimensões de 5 x 1 mm². Na Figura 16, essa superfície corresponde à região destacada em vermelho.

Figura 16 – Representação da superfície preparada para inspeção metalográfica (face DL x DN).



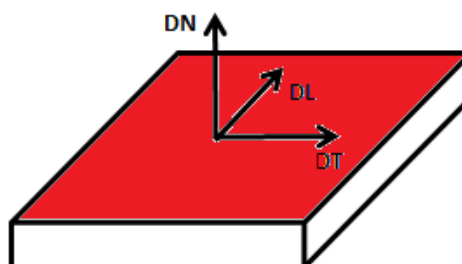
Fonte: Autoria própria.

Após o embutimento a quente, as amostras foram lixadas utilizando-se as politrizes Leco Spectrum System 1000 ou Struers DP-10 Panambra. As lixas Struers empregadas nesse processo em ordem crescente de granulometria foram: P#800, P#1000, P#1200 e P#2400. Depois de lixadas nessa sequência, todas as amostras foram polidas mecanicamente com um pano de polimento MD-Chem e solução de sílica coloidal Struers OP-S.

3.6.2 Preparação metalográfica das amostras que sofreram recozimento isotérmico

Após os recozimentos isotérmicos descritos no item 3.4, as amostras foram preparadas metalograficamente para a caracterização via DRX. Nesse caso, as amostras foram embutidas a quente com a superfície DL x DT voltada para cima, conforme região em vermelho representada na Figura 17.

Figura 17 – Representação da superfície DL x DT preparada metalograficamente para a caracterização via DRX.



Fonte: Autoria própria.

Após o embutimento, removeram-se 0,20 mm de material de cada amostra utilizando-se alternadamente as lixas P#500 e P#800. Em seguida, continuou-se o processo de lixamento com as lixas P#1000, P#2400 e P#2500 até que mais 0,10 mm de material fossem retirados, totalizando uma altura de 0,30 mm. Controlou-se a espessura removida do material por meio de sucessivas medições feitas com um paquímetro digital.

Na sequência, as amostras também foram polidas mecanicamente com um pano de polimento MD-Chem e solução de sílica coloidal Struers OP-S. Findo esse processo, as amostras foram todas desembutidas para a caracterização via DRX.

3.7 Microscopia óptica (MO)

Após a preparação metalográfica descrita no item 3.6.1, com base na literatura (VACHER; BECHTOLDT, 1954; GÜNTER; PETZOW, 1999; VOORT, 1999), testaram-se diversos ataques eletroquímicos e eletrolíticos com intuito de se revelar a microestrutura do material em cada condição via MO. A Tabela 2 lista todas as tentativas de ataques realizados com seus respectivos parâmetros e comentários em relação às características da microestrutura revelada.

Tabela 2 – Ataques eletrolíticos e químicos realizados nas amostras descritas no item 3.6.1.

Ataques eletrolíticos			
Ataque	Solução	Tensão / Tempo	Comentários
Ácido Nítrico	20 mL HNO ₃ + 30 mL H ₂ O	1,2 V / 10 a 30 s	Esboça contornos de grão. Ataca sigma.
Hidróxido de Sódio	6 g NaOH + 30 mL H ₂ O	3 V / 10 s	Ataca preferencialmente sigma.
Hidróxido de Sódio	6 g NaOH + 30 mL H ₂ O	1,8 V / 3 a 5 min	Ataca carbetos. Ataca preferencialmente a sigma. Revela contornos de grão.
Ataques químicos			
Ataque	Solução	Tempo	Comentários
Beraha	5 mL HCl + 25 mL H ₂ O + 0,25 g K ₂ S ₂ O ₅	5 a 60 s	Esboça contornos de grão. Gera ataques por pites (<i>etch pits</i>).
Aquaregia	20 mL HCl + 10 mL HNO ₃ +	5 s	Pinta sigma de preto. Revela contornos de grão. Corrói a amostra.
Aquaregia (modificado)	20 mL HCl + 10 mL HNO ₃ + 10 mL H ₂ O	5 s	Pinta sigma de preto. Revela contornos de grão. Corrói a amostra.
Glyceregia	30 mL HCl + 10 mL HNO ₃ + 20 mL Glycerol	10 a 2 min	Ataca preferencialmente carbetos (pintados de preto). Ataca levemente a sigma. Corrói a amostra.

Reagente Murakami	5 mL H ₂ O + 2,5 g KOH + 2,5 g K ₄ [Fe(CN) ₆]	10 s	Ataca carbeto. Ataca sigma. Esboça contorno de grão.
Reagente Murakami (modificado)	50 mL H ₂ O + 5 g KOH + 5 g K ₄ [Fe(CN) ₆]	1 h	Ataca preferencialmente carbeto (pintado de preto). Ataca levemente a sigma. Revela contornos de grão.
Reagente Kalling	25 mL H ₂ O + 25 mL HCl + 25 mL C ₂ H ₆ O + 1,125 g CuCl ₂	10 s	Pinta carbeto de preto. Ataca levemente a sigma. Corrói a amostra.
Reagente Marble	10 mL H ₂ O + 10 mL HCl + 2 g CuSO ₄	10 s	Pinta carbeto de preto. Ataca levemente a sigma. Corrói a amostra.

Fonte: Autoria própria.

Dentre todas as tentativas listadas e levando-se em consideração as modificações microestruturais das amostras tratadas em diferentes temperaturas, elegeu-se o ataque eletrolítico com solução de hidróxido de sódio (20% m/v) e tensão constante de 1,8 V como sendo o mais satisfatório. Para o ataque em questão, utilizou-se uma fonte de tensão Instruterm FA-1030, juntamente com um béquer e uma chapa de aço inoxidável duplex, a qual serviu de eletrodo negativo. Como descrito na Tabela 2, as amostras submetidas ao ciclo térmico até as temperaturas de 400, 600 e 800°C (forno do VSM Lakeshore) foram imersas na solução por um tempo de 3 a 5 minutos, lavadas em água corrente e secadas com jato de ar comprimido. Posterior ao ataque eletrolítico, caracterizaram-se essas amostras via microscopia óptica. Para tanto, utilizou-se um microscópio óptico Leica DM IRM e o *software* Leica Application Suite para a obtenção das imagens.

3.8 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com a técnica ECCI

Para as amostras utilizadas nas medidas de magnetização foram também obtidas imagens utilizando-se microscopia eletrônica de varredura por meio da técnica ECCI (do inglês *electron channeling contrast imaging*). Após a preparação metalográfica descrita no item 3.6.1, obtiveram-se imagens das superfícies DL x DN dessas amostras utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura Zeiss Merlin instalado no Max-Planck Institut für Eisenforschung – MPIE, Alemanha.

3.9 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com a técnica EBSD

Amostras representativas deste trabalho foram caracterizadas via EBSD (do inglês, *electron backscatter diffraction*). Após a preparação metalográfica descrita no item 3.6.1, obtiveram-se os mapas das superfícies DL x DN com *step size* de 50 nm, utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM-6500F, acoplado a um sistema da TSL instalado no Max-Planck Institut für Eisenforschung (MPIE), Alemanha. Os resultados foram analisados com o auxílio do programa computacional TSL.

3.10 Ensaio de microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados utilizando-se um microdurômetro de bancada Matsuzawa. Realizaram-se as identificações na face DL x DN, paralelas à direção de laminação, com uma carga de 0,200 kgf, por 30 s. A primeira identificação foi realizada em uma altura correspondente à metade da amostra e posicionada inicialmente no limite esquerdo. Obtiveram-se as demais identificações em linha reta, espaçadas de 20 μm uma da outra, totalizando o número de 15 identificações por amostra.

3.11 Difração de raios X

Para as amostras submetidas aos recozimentos isotérmicos, a técnica de difração de raios X foi utilizada para a determinação das fases presentes no material. Para efeito de comparação, também foi obtido o difratograma para o material deformado. Utilizou-se um difratômetro de raios X Empyrean da marca Panalytical com radiação de Mo-K α . Varreduras com passo angular de 0,02° e tempo de contagem de 100 s foram realizadas entre ângulos $10 \leq \theta \leq 90^\circ$ para determinar as posições dos picos. Realizou-se a indexação dos picos nos difratogramas através do programa PowderCell v2.4.

3.12 Ensaio de dilatometria

Medidas de dilatometria foram obtidas para investigação das temperaturas de transformações de fases. Para essa medida, partindo-se do material deformado (87% de redução em espessura), cortou-se uma amostra com dimensões de 5 x 10 x e mm³, onde “e” é a espessura da chapa, sendo a maior dimensão paralela à direção de laminação. Utilizou-se um dilatômetro Linseis L75 Platinum para a realização das medidas. As variações de comprimento na amostra foram tomadas ao longo da maior dimensão da mesma. Primeiramente, realizou-se o ensaio com um padrão de Al₂O₃ para a posterior correção de

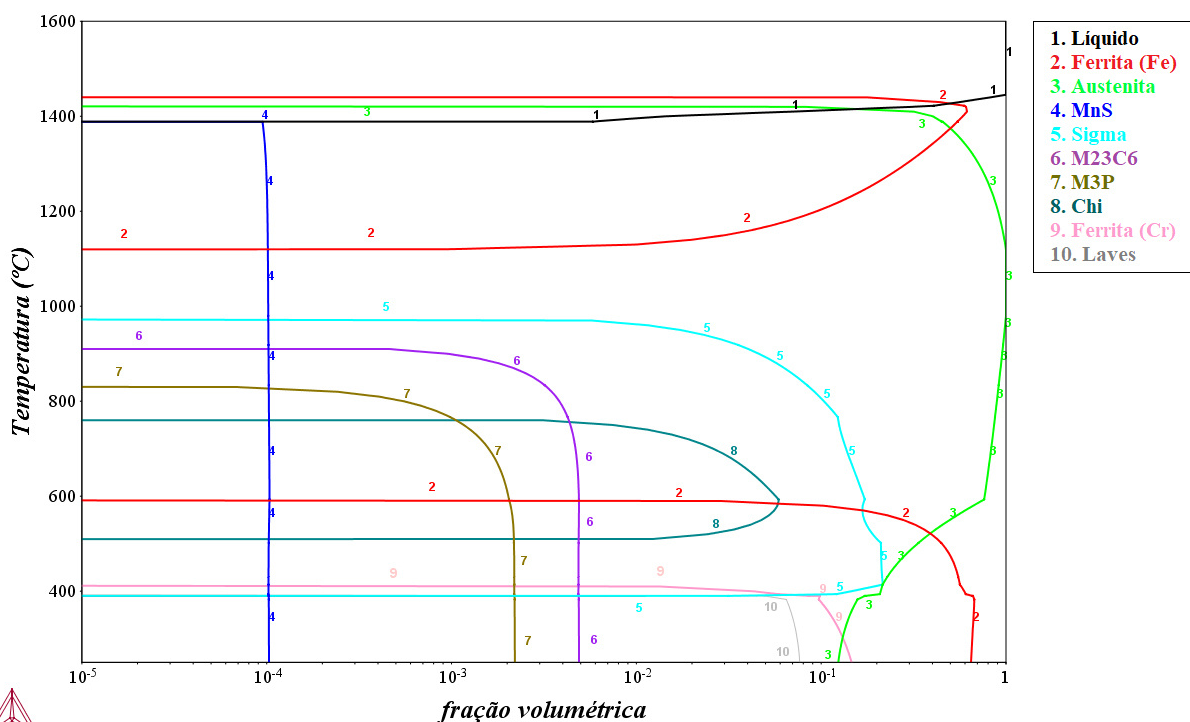
dilatação do sistema. Numa segunda etapa, realizou-se o ensaio para a amostra nas mesmas condições que o padrão: sob fluxo de argônio e com uma taxa de $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$, tanto para o aquecimento quanto para o resfriamento. A temperatura de patamar máxima atingida foi de 800°C .

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Diagrama de fases na condição de equilíbrio

O diagrama de fases do material investigado é mostrado na Figura 18. Esse diagrama mostra a fração volumétrica das fases existentes em função da temperatura na condição de equilíbrio.

Figura 18 – Diagrama de fases (fração volumétrica em função da temperatura) nas condições de equilíbrio para o aço 317L obtido via Thermo-Calc®.



Fonte: Autoria própria.

A partir da Figura 18 é possível observar que, no princípio da solidificação, a primeira fase produzida é a ferrita delta (δ). A fase ferrítica é estável aproximadamente entre as temperaturas de 1450 e 1150°C e, a partir desta temperatura, perde estabilidade até 600°C, patamar no qual passa a ser estável novamente conforme a diminuição de temperatura. A fase austenita (γ) é estável desde o princípio da solidificação até a temperatura ambiente.

Dentro do campo austenítico nota-se a presença da fase MnS abaixo de $\approx 1400^\circ\text{C}$. Já abaixo aproximadamente das temperaturas de 950 e 850°C, tem-se a presença do carboneto M₂₃C₆ e fosforeto M₃P, respectivamente. As fases intermetálicas previstas são:

sigma (σ), estável entre ≈ 400 e 1000°C , chi (χ) estável entre ≈ 550 e 750°C e Laves (η), estável na temperatura abaixo de $\approx 400^\circ\text{C}$.

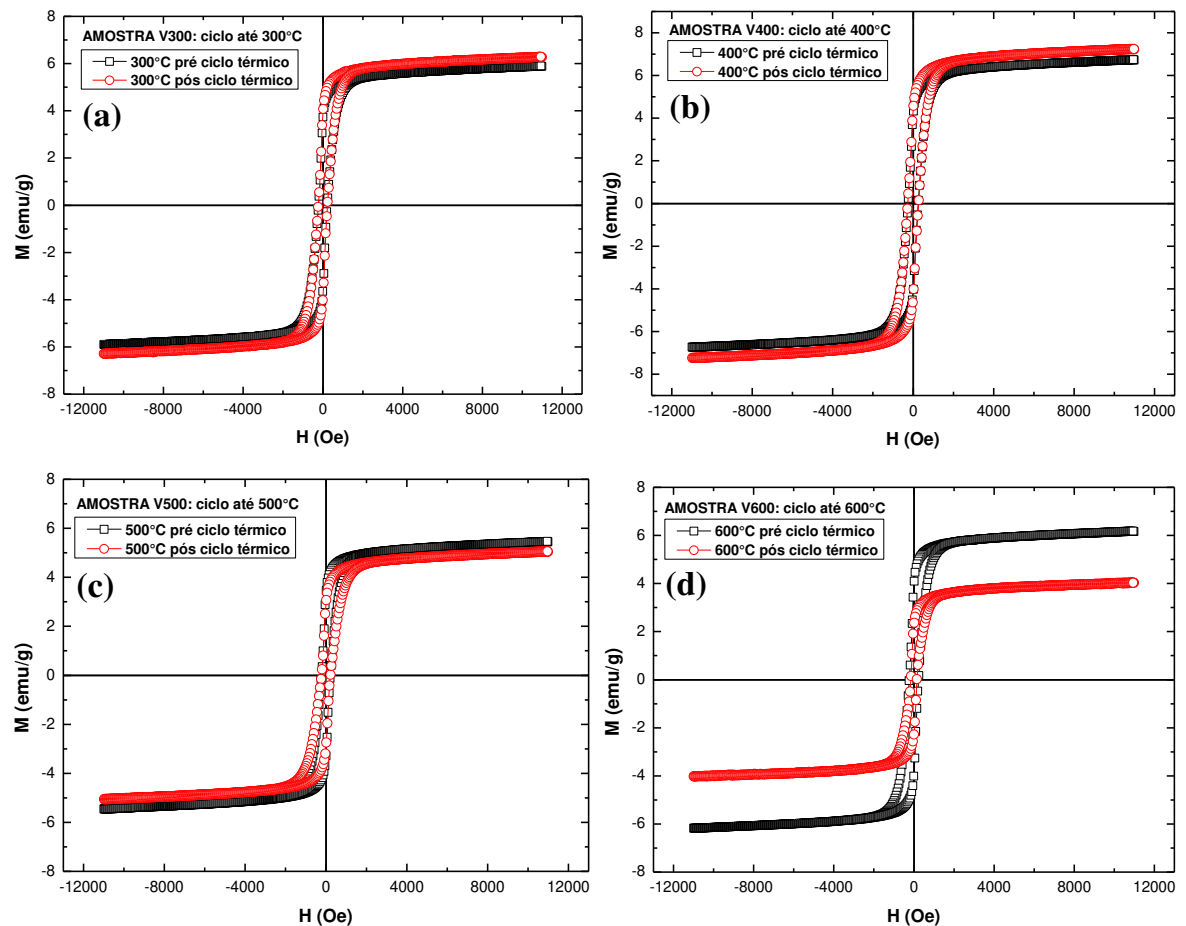
Abaixo do patamar de aproximadamente 400°C , constata-se a formação de uma fase paramagnética denominada ferrita- α' , rica em Cr, e outra ferromagnética chamada de ferrita- α'' , pobre em Cr (ou rica em Fe).

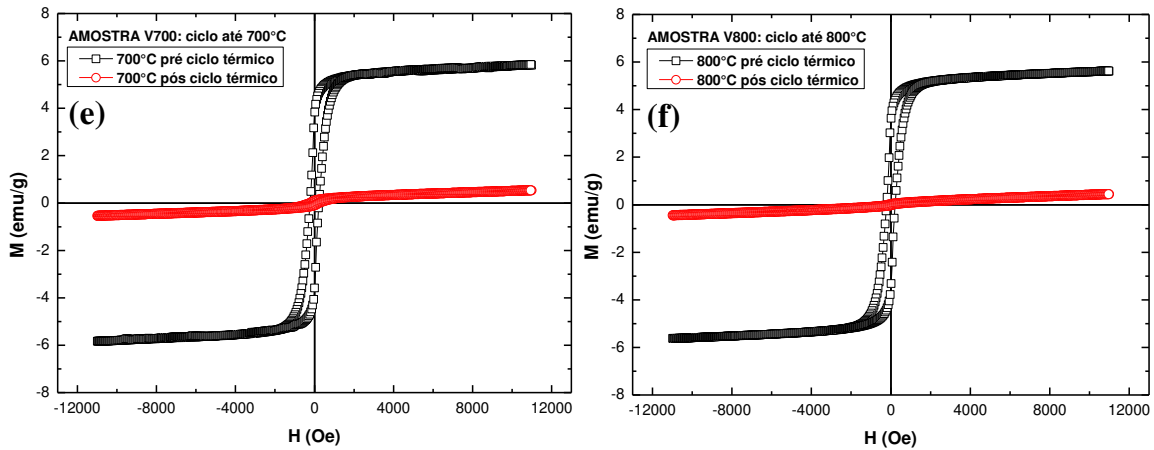
4.2 Propriedades magnéticas do aço AISI 317L

4.2.1 Laços de histerese obtidos em temperatura ambiente antes e depois do ciclo térmico para todas as amostras

A Figura 19 mostra os laços de histerese das amostras V300, V400, V500, V600, V700 e V800 obtidos em temperatura ambiente antes e depois de sofrerem ciclo térmico tal como descrito no item 3.5.1.

Figura 19 – Laços de histerese obtidos em temperatura ambiente antes e depois do ciclo térmico imposto nas amostras: (a) V300 – temperatura alvo: 300°C ; (b) V400 – temperatura alvo: 400°C ; (c) V500 – temperatura alvo: 500°C ; (d) V600 – temperatura alvo: 600°C ; (e) V700 – temperatura alvo: 700°C ; e (f) V800 – temperatura alvo: 800°C .

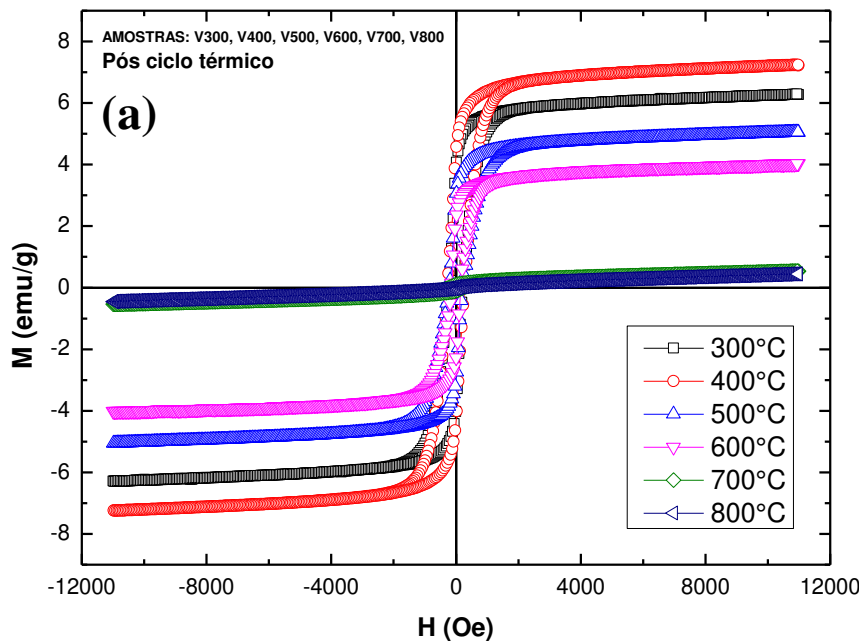


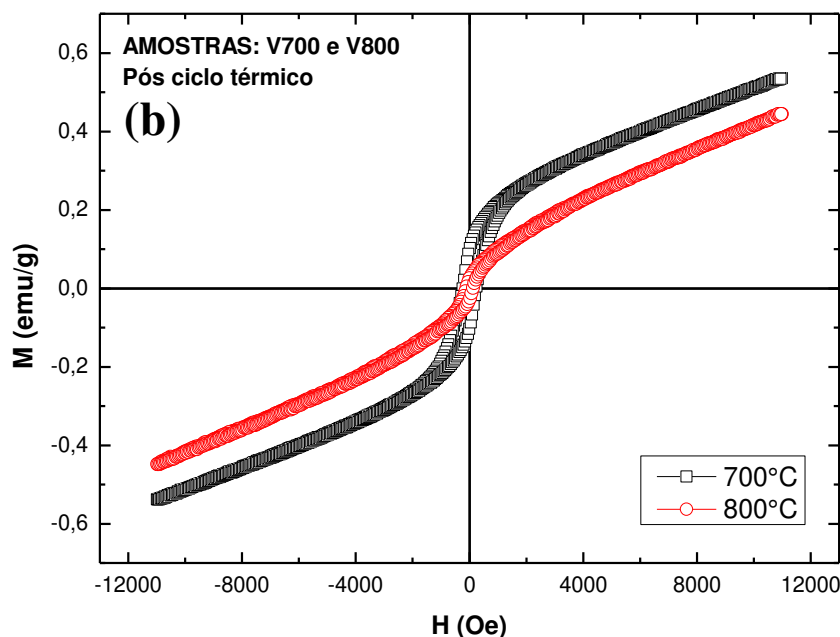


Fonte: Autoria própria.

A Figura 19 mostra que o valor de M_s da amostra recozida até 300°C praticamente não se altera em relação ao estado deformado. A partir dessa figura também é evidente a diminuição de M_s em relação ao estado deformado para a amostra recozida até a temperatura máxima igual ou superior a 600°C . O comportamento do material frente ao recozimento é mais bem visualizado nas Figuras 20 (a) e (b).

Figura 20 – (a) Laços de histerese das amostras V300, V400, V500, V600, V700 e V800 obtidos pós-ciclo térmico em temperatura ambiente. (b) Laços de histerese das amostras V700 e V800 obtidos pós-ciclo térmico em temperatura ambiente.





Fonte: Autoria própria.

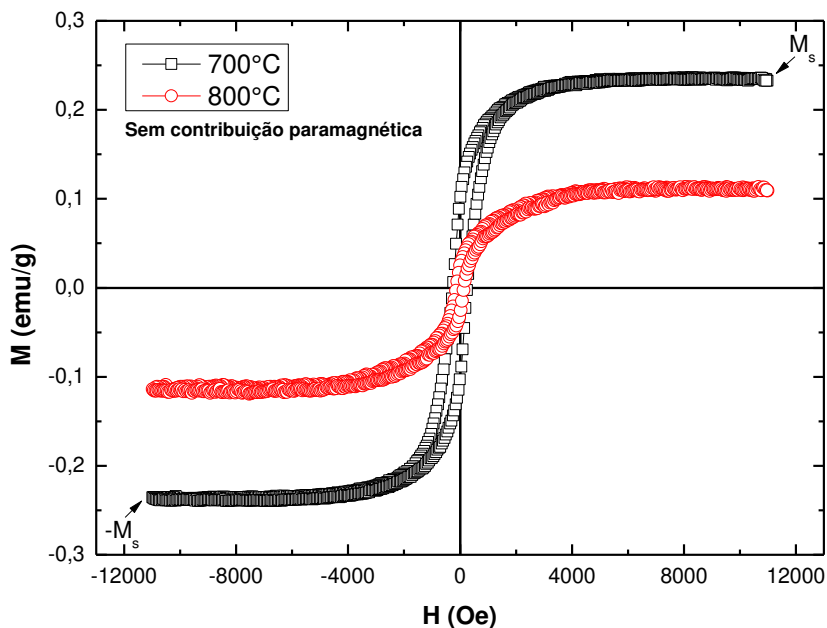
A Figura 20 (a) representa, em conjunto, os laços de histerese obtidos em temperatura ambiente posterior aos ciclos de recozimento para todas as amostras (V300, V400, V500, V600, V700 e V800). De maneira geral, a partir de 300°C a magnetização aumenta até 400°C e cai gradativamente conforme o aumento de temperatura até 800°C. Certamente esse aumento de magnetização para o material recozido até 400°C está relacionado com a fase martensítica presente no material bem como constatado em outros estudos com aços inoxidáveis (SOUZA FILHO *et al.*, 2016; MOTA, 2018). Segundo Padilha e colaboradores (2003), uma possível razão para o aumento de M_s observado para a amostra recozida até 400°C é relacionada ao mecanismo de recuperação durante o tratamento térmico. A aniquilação ou rearranjo de defeitos pontuais, defeitos lineares e planares causam um alívio de tensões ao redor da fase martensítica fazendo com que ela cresça antes mesmo que inicie seu processo de reversão (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003).

Ainda sobre a Figura 20 (a), nota-se que, a partir da temperatura de 500°C, os valores de magnetização começam a reduzir acentuadamente rumo a uma semi-linearização da curva até 800°C. Vale ressaltar que a contribuição paramagnética nas amostras V700 e V800 é bastante forte haja vista que suas curvas praticamente se sobrepõem. Nesse aspecto, a Figura 20 (b) mostra a distinção entre elas, onde é nítido que a contribuição paramagnética aumenta de 700 para 800°C. Como reportado em outros trabalhos, presume-se que para aços inoxidáveis austeníticos, a reversão da martensita

induzida por deformação ocorra entre as temperaturas de 600°C e 750°C (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003; SOUZA FILHO *et al.*, 2016). Nesse contexto, atribui-se a essa diminuição dos valores de magnetização, portanto, a combinação de dois efeitos: reversão da martensita induzida por deformação no material e também a transformação da ferrita delta presente no material em alguma fase paramagnética.

A fim de se obter o comportamento da magnetização de saturação (M_s) em função da temperatura de recozimento para todas as amostras, removeu-se a contribuição paramagnética das curvas da Figura 20 (b) por meio de um tratamento matemático, obtendo-se, portanto, os laços de histerese relativos às amostras V700 e V800 somente com a contribuição ferromagnética. A partir desses laços de histerese, representados na Figura 21, é possível determinar a média aritmética dos valores absolutos de M_s e $-M_s$ para ambas as amostras.

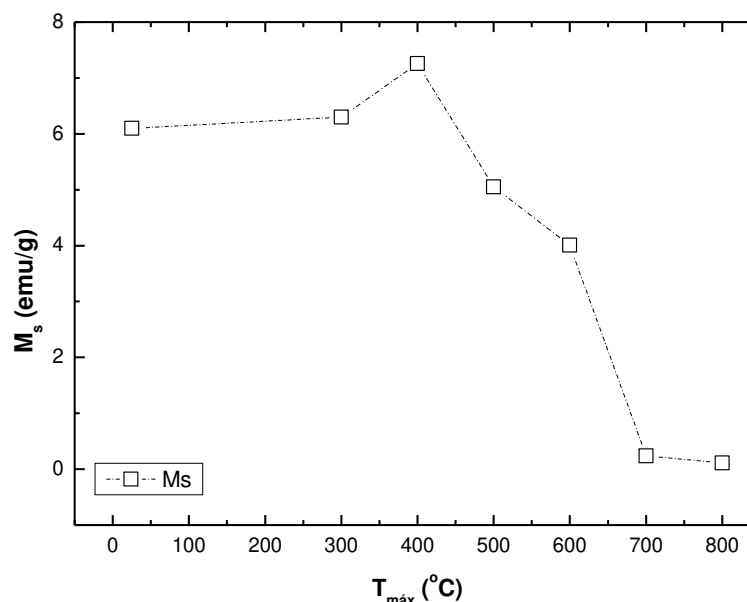
Figura 21 – Laços de histerese sem a contribuição paramagnética relativos às amostras V700 e V800 (obtidos pós-ciclo térmico em temperatura ambiente).



Fonte: Autoria própria.

Em concordância ao que fora reportado nos parágrafos anteriores, obtém-se o comportamento de M_s em função das temperaturas de recozimento, representado na Figura 22, na qual é perceptível que os valores de M_s são muito próximos de zero para as amostras V700 e V800.

Figura 22 – Comportamento de M_s em função da temperatura de recozimento máxima (temperatura alvo). Os valores de M_s representados foram obtidos a partir dos laços de histerese das amostras V300, V400, V500, V600, V700 e V800 pós-ciclo térmico em temperatura ambiente. Para efeitos de comparação, o valor de M_s para o material deformado (87% de redução em espessura) também foi incluído.



Fonte: Autoria própria.

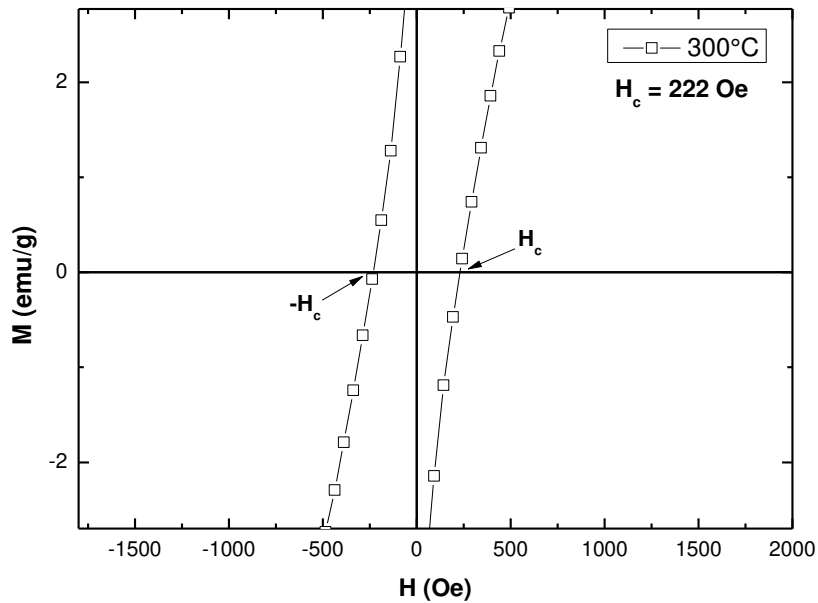
4.2.2 Valores de H_c pós-ciclo térmico em temperatura ambiente para todas as amostras

A Figura 23 ilustra o procedimento utilizado para a determinação de H_c para uma das amostras investigadas. Essa figura mostra uma ampliação da parte central do laço de histerese para a amostra V300 no estado deformado (pré-ciclo térmico obtido em temperatura ambiente). O valor de H_c foi determinado como a média aritmética dos valores absolutos de $+H_c$ e $-H_c$, como mostrado na figura.

O procedimento de cálculo de H_c foi repetido para as amostras restantes (V400, V500, V600, V700 e V800), em temperatura ambiente, pós-ciclo térmico. Como a contribuição paramagnética nas temperaturas de 700 e 800°C é demasiadamente grande, os valores de H_c relativo a essas duas temperaturas foram determinados a partir dos laços de histerese mostrados na Figura 21.

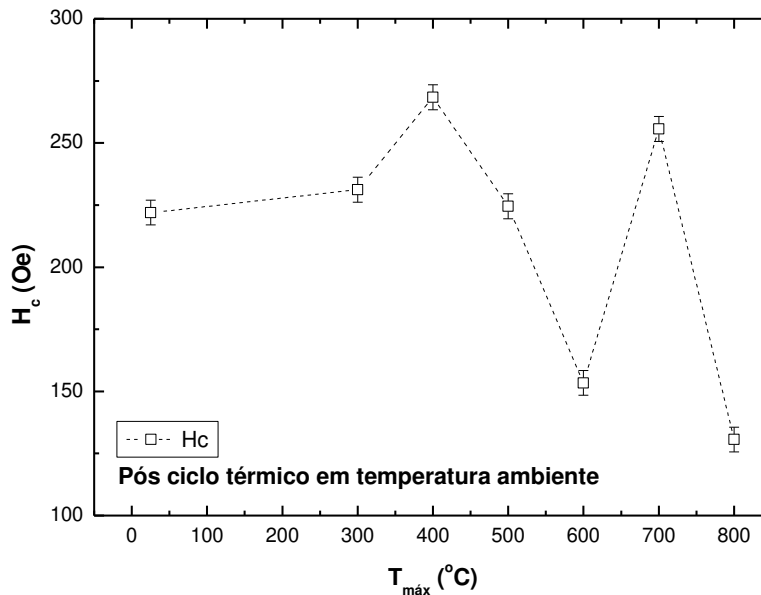
Com o valor de H_c correspondente ao material deformado (utilizado como parâmetro para comparação) e das demais amostras (depois do ciclo térmico) foi possível obter o comportamento de $H_c \times T_{máx}$, tal como representado na Figura 24.

Figura 23 - Ampliação da parte central do laço de histerese pré-ciclo térmico obtido em temperatura ambiente referente à amostra V300 para obtenção do valor de H_c correspondente ao material deformado (87% de redução em espessura).



Fonte: Autoria própria.

Figura 24 – Comportamento de H_c em função da temperatura de recozimento máxima (temperatura alvo). Os valores de H_c representados foram obtidos a partir dos laços de histerese das amostras V300, V400, V500, V600, V700 e V800 pós-ciclo térmico em temperatura ambiente. Para efeitos de comparação, o valor de H_c para o material deformado (87% de redução em espessura) também foi incluído.



Fonte: Autoria própria.

A Figura 24 permite avaliar a coercibilidade em função da máxima temperatura de recozimento. Em correspondência ao comportamento de M_s , existe um aumento de H_c

quando a temperatura máxima de recozimento aumenta de 300 para 400°C. A partir desta temperatura até 600°C, há uma forte queda dos valores de H_c . De 600 até 700°C, há uma notável elevação do campo coercivo, seguido de uma brusca queda até 800°C.

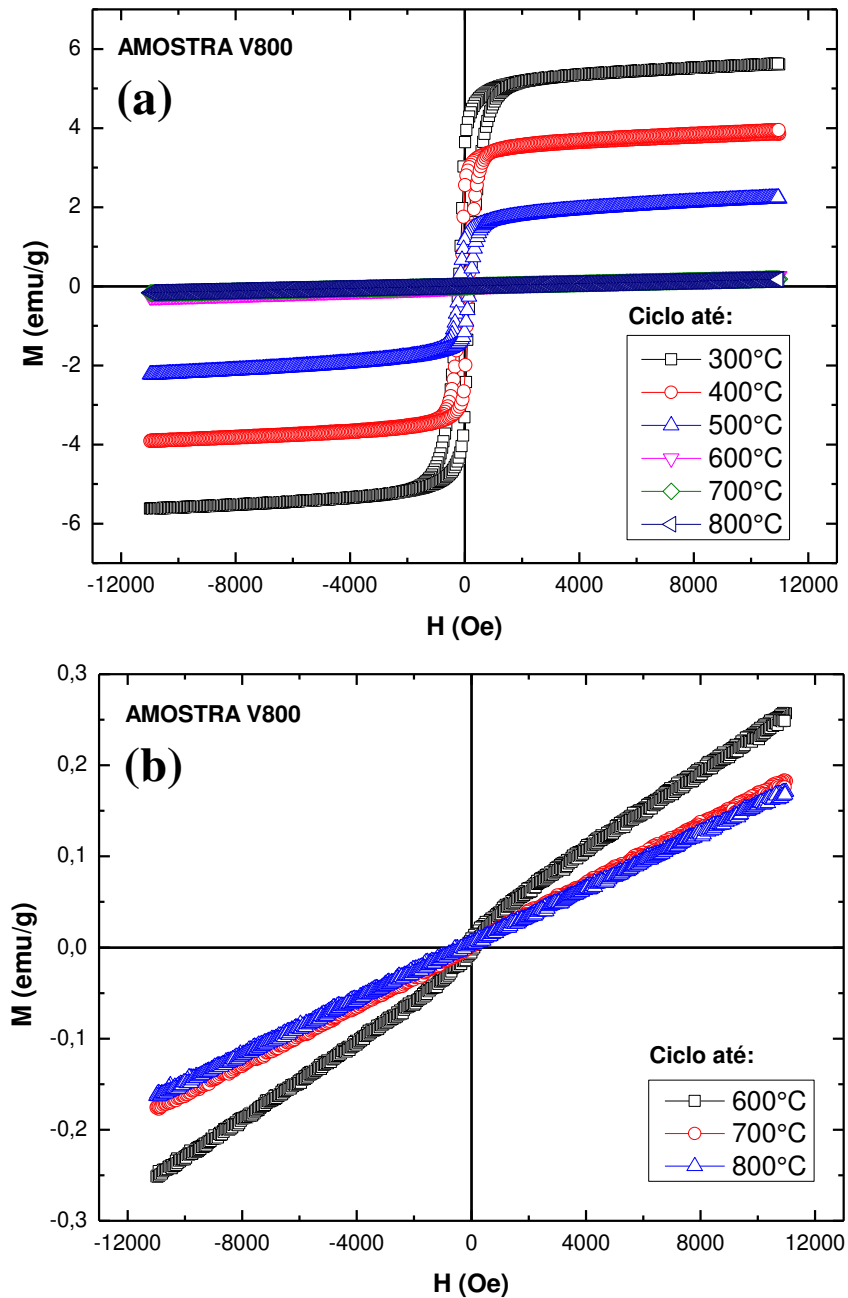
Sobre o aumento de H_c até 400°C, é plausível correlacioná-lo com os mesmos motivos que causaram o aumento de magnetização até essa temperatura (já citados anteriormente), ou seja, efeitos de recuperação que poderiam contribuir para um crescimento da fase martensítica, antes de iniciado o processo de reversão. Sugere-se que até esta temperatura há um aumento de interfaces γ - α' ou α' - α' , fazendo com que as paredes dos domínios magnéticos se tornem mais aprisionadas. Entre 400 e 600°C, a diminuição de H_c pode ser atribuída ao encolhimento da fase martensítica, ou seja, à diminuição das interfaces γ - α' e/ou α' - α' em virtude da reversão ($\alpha' \rightarrow \gamma$), além da diminuição de defeitos cristalinos gerados pelos efeitos de recuperação e recristalização, os quais contribuem para a maior mobilidade das paredes dos domínios. Diferentemente do que se esperava, de 600 até 700°C, existe uma elevação da coercibilidade. Esse aumento de H_c entre 600 e 700°C também foi reportado em um trabalho prévio para o mesmo aço investigado, com o mesmo grau de deformação, porém recozido isotermicamente por 1 h nessas temperaturas (FREITAS, 2016). É plausível supor que esse aumento da coercibilidade aconteça devido à significativa precipitação de fases intermetálicas proveniente da decomposição da ferrita delta residual. Esses precipitados atuam de forma a dificultar o movimento das paredes dos domínios magnéticos, resultando num aumento dos valores de H_c nessa faixa de temperatura (600-700°C). Outros resultados relativos à caracterização microestrutural, os quais serão discutidos mais adiante, reforçam essa hipótese de precipitação nessa faixa de temperatura.

4.2.3 Caracterização magnética *in situ* do aço AISI 317L até a temperatura alvo de 800°C

A Figura 25 mostra os laços de histerese do aço AISI 317L referentes à amostra V800 obtidos em altas temperaturas (temperaturas alvo até 800°C).

A Figura 25 (a) mostra que, além da reversão da martensita induzida por deformação e a decomposição da ferrita delta em outras fases paramagnéticas, a magnetização cai progressivamente à medida que se aumenta a temperatura, de acordo com o fato de que o aumento de temperatura destrói o alinhamento dos momentos magnéticos devido à vibração atômica. A Figura 25 (b) reitera a intensa contribuição paramagnética nas curvas a partir da temperatura de 600 até 800°C.

Figura 25 – Laços de histerese referentes à amostra V800 obtidos em altas temperaturas. Laços obtidos em: (a) 300, 400, 500, 600, 700 e 800°C; (b) 600, 700 e 800°C.



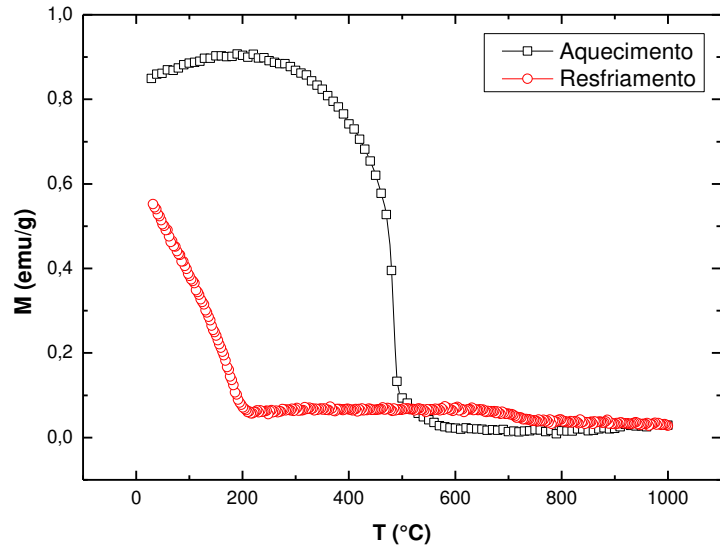
Fonte: Autoria própria.

4.2.4 Caracterização magnética *in situ* do aço AISI 317L para determinação da temperatura de Curie

Para o aço AISI 317L na condição como recebido, as Figuras 26 e 27 mostram, respectivamente, as curvas $M \times T$ e suas correspondentes derivadas em relação à

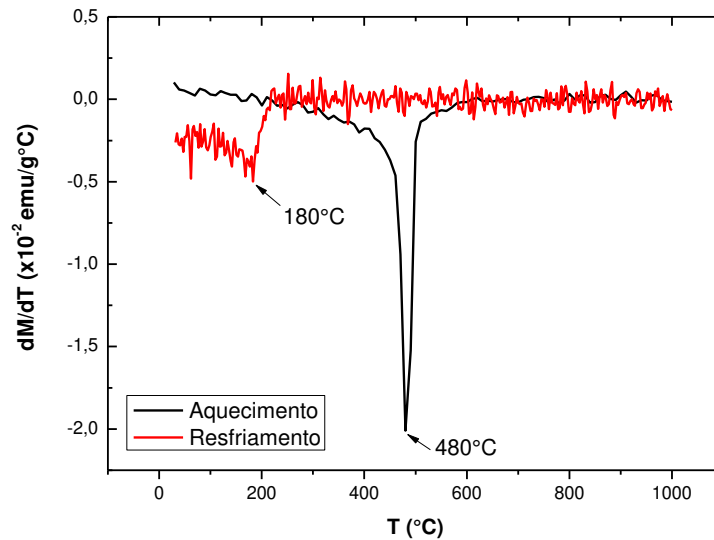
temperatura, tanto para o aquecimento (da temperatura ambiente até 1000°C) quanto para seu resfriamento (de 1000°C até a temperatura ambiente).

Figura 26 - Curvas de $M \times T$ para o aço AISI 317L (material como recebido) obtidas durante o aumento e descida da temperatura.



Fonte: Autoria própria.

Figura 27 - Derivadas das curvas de $M \times T$ para o aço AISI 317L (material como recebido) obtidas durante o aumento e descida da temperatura.



Fonte: Autoria própria.

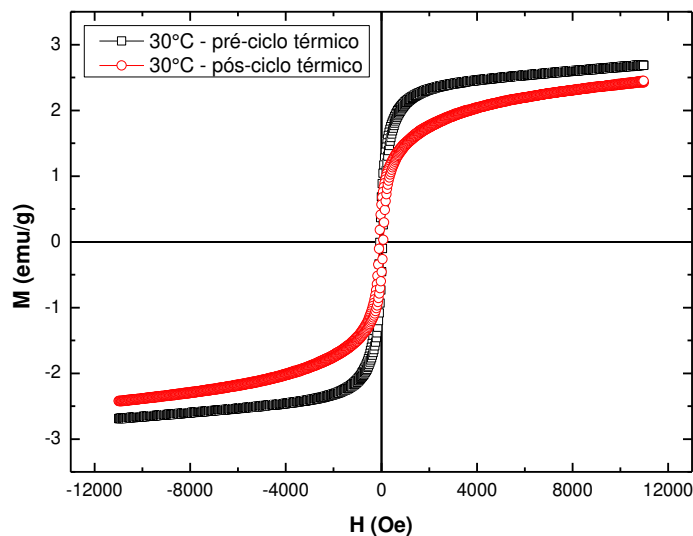
O sinal magnético da amostra como recebida provém da ferrita δ . A partir da Figura 26, na curva $M \times T$ referente ao aquecimento, nota-se um sutil aumento da magnetização da temperatura ambiente até aproximadamente 230°C. A origem desse comportamento

ainda não é bem compreendida até o momento. A partir de $\approx 230^\circ\text{C}$, observa-se uma forte queda da magnetização até atingir o valor nulo em $\approx 570^\circ\text{C}$. Dentro deste intervalo de temperatura, o ponto de mínimo da derivada (Figura 27) ocorre na temperatura de $\approx 480^\circ\text{C}$. Logo, levando-se em consideração que não há dissolução da fase ferrítica, a temperatura de $\approx 480^\circ\text{C}$ pode ser associada à temperatura de Curie da ferrita delta.

Ainda com relação à Figura 26, no retorno do ciclo térmico, verifica-se um ligeiro aumento do sinal ferromagnético abaixo de $\approx 700^\circ\text{C}$ e depois um abrupto aumento do sinal ferromagnético abaixo de $\approx 230^\circ\text{C}$. Dentro deste intervalo de temperatura, o ponto mínimo da derivada (Figura 27) corresponde à temperatura de $\approx 180^\circ\text{C}$. Considerando-se que toda a ferrita δ se decompõe em alguma fase paramagnética com a elevação de temperatura, sugere-se que este aumento de sinal magnético no resfriamento é causado por efeitos de oxidação após o alto patamar de temperatura atingido no aquecimento (SOUZA FILHO *et al.*, 2019).

A Figura 28 ilustra os laços de histerese obtidos em temperatura ambiente para o aço AISI 317L, material como recebido, antes e depois do ciclo térmico até a temperatura de 1000°C . Nela constata-se uma ligeira diminuição de M_s para o material após o ciclo térmico.

Figura 28 - Laços de histerese obtidos em temperatura ambiente para o aço 317L (material como recebido) antes e depois do ciclo térmico (aquecimento até 1000°C , seguido de resfriamento até a temperatura ambiente).

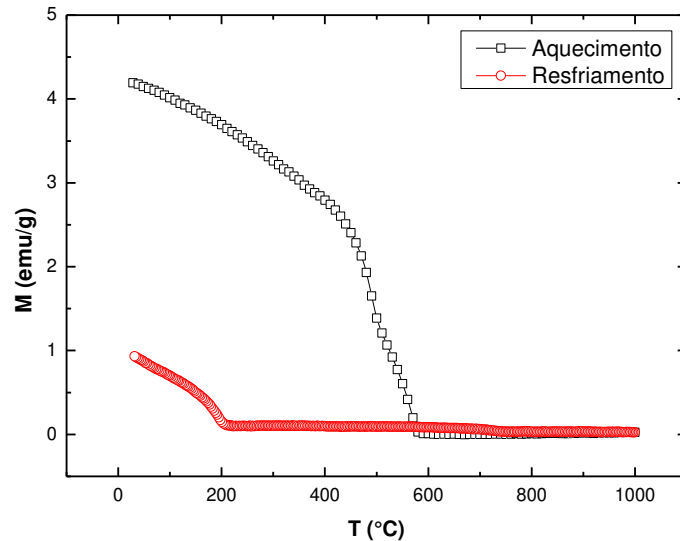


Fonte: Autoria própria.

De forma análoga, para o aço AISI 317L laminado a frio com 87% de redução em espessura, as Figuras 29 e 30 mostram, respectivamente, as curvas $M \times T$ e suas

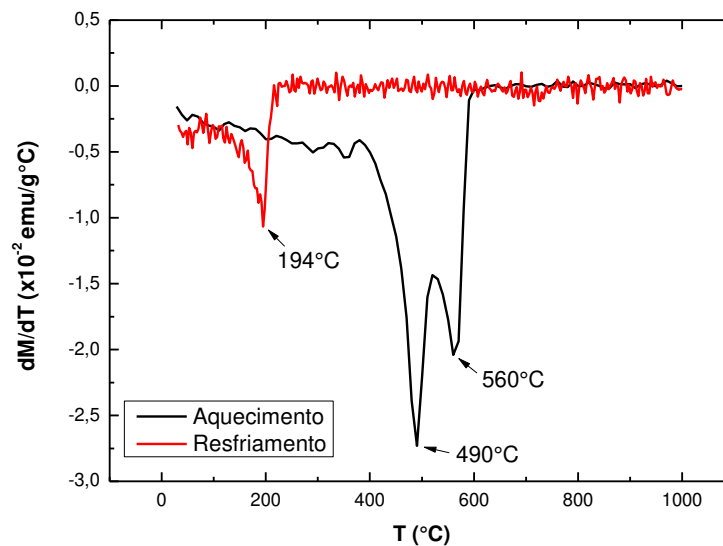
correspondentes derivadas em relação à temperatura, tanto para o aquecimento (da temperatura ambiente até 1000°C) quanto para o resfriamento (de 1000°C até a temperatura ambiente).

Figura 29 - Curvas de $M \times T$ para o aço AISI 317L (com 87% de redução em espessura) obtidas durante o aumento e descida da temperatura.



Fonte: Autoria própria.

Figura 30 - Derivadas das curvas de $M \times T$ para o aço AISI 317L (com 87% de redução em espessura) obtidas durante o aumento e descida da temperatura.



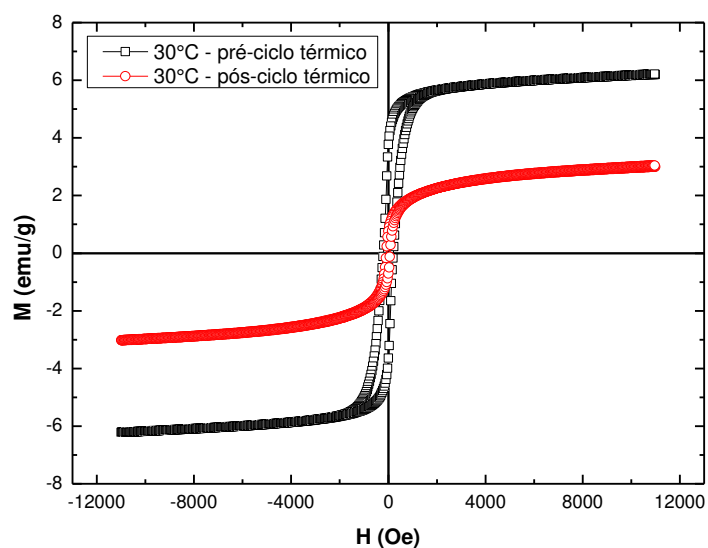
Fonte: Autoria própria.

Na curva $M \times T$ (Figura 29), relativo ao aquecimento, observa-se que a magnetização decresce de forma contínua até $\approx 430^\circ\text{C}$. A partir de 430°C a magnetização

sofre uma forte queda, atingindo o valor nulo em $\approx 560^\circ\text{C}$. Nesse caso, um fator que contribui para a forte queda de magnetização a partir de 430°C é a reversão da martensita induzida pela deformação, antes que a sua temperatura de Curie seja atingida. A partir da derivada da curva de $M \times T$ (Figura 30), o primeiro ponto de mínimo ($\approx 490^\circ\text{C}$) pode ser atribuído a T_c da ferrita δ , em concordância ao que já fora discutido para o material como recebido. Já o segundo ponto de mínimo ($\approx 560^\circ\text{C}$) pode ser atrelado à temperatura de Curie de outra fase ferromagnética presente no material, no caso, a martensita induzida por deformação. Com relação ao resfriamento da amostra, tal como se observou para o material na condição como recebido, existe um aumento do sinal magnético para temperaturas inferiores a $\approx 700^\circ\text{C}$ e outro mais acentuado abaixo de $\approx 200^\circ\text{C}$. Na correspondente derivada da curva de $M \times T$, note que existe um ponto de mínimo na derivada em 194°C . Esse aumento de magnetização em baixas temperaturas também pode ser atribuído a efeitos de oxidação da amostra (SOUZA FILHO *et al.*, 2019).

A Figura 31 mostra os laços de histerese obtidos em temperatura ambiente para o aço AISI 317L, laminado a frio com 87% de redução em espessura, antes e depois do ciclo térmico até a temperatura de 1000°C . Nesse caso, verifica-se que a magnetização de saturação diminui depois do ciclo térmico, mas não é desprezível, em concordância com o observado na Figura 29.

Figura 31 - Laços de histerese obtidos em temperatura ambiente para o aço 317L (87% de redução em espessura) antes e depois do ciclo térmico (aquecimento até 1000°C , seguido de resfriamento até a temperatura ambiente).

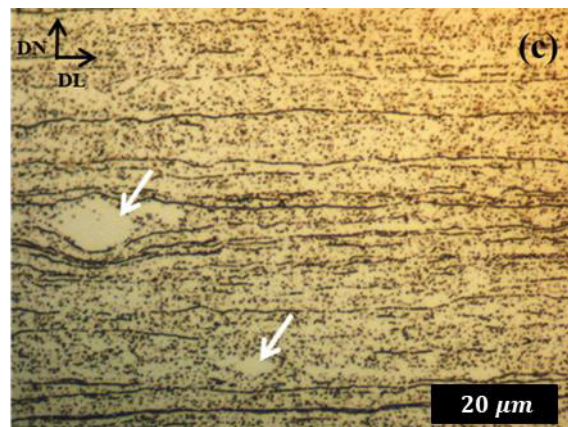
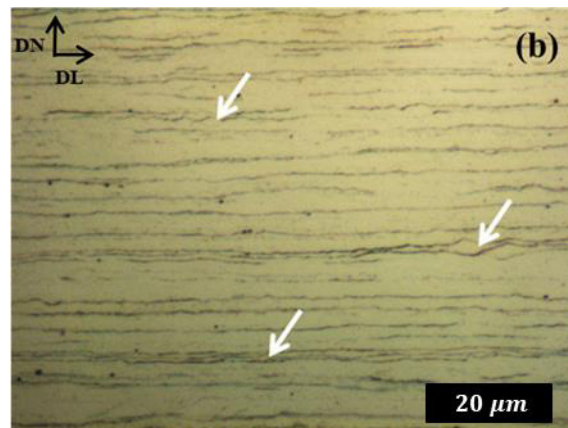
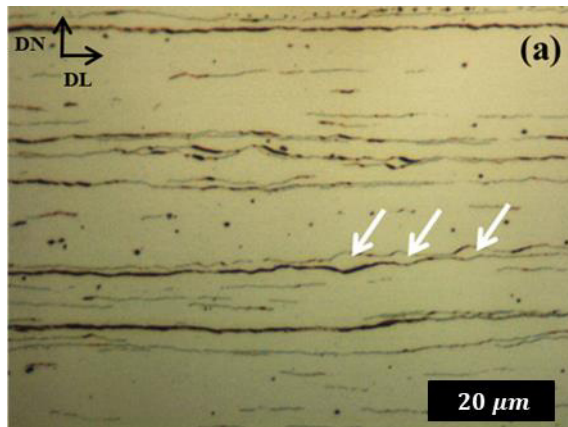


Fonte: Autoria própria.

4.3 Caracterização microestrutural via MO

Imagens com escala de ampliação de 1000 vezes do aço inoxidável austenítico AISI 317L com 87% de redução em espessura recozido até as temperaturas máximas de 400, 600 e 800°C foram obtidas via microscopia óptica e estão representadas na Figura 32.

Figura 32 - Microestrutura do aço 317L laminado a frio (87% de redução em espessura) recozido em: (a) 400°C; (b) 600°C; e (c) 800°C.



Fonte: Autoria própria.

Para obtenção dessas imagens, utilizou-se o ataque eletrolítico com solução de hidróxido de sódio mencionado no item 3.7, o qual revela preferencialmente a fase sigma. Por essa razão, a Figura 32 sugere que existe a precipitação dessa fase no material, a qual se torna mais intensa com o aumento da temperatura de recozimento. Outra característica interessante da microestrutura é a presença de estruturas com morfologia ovalada, as quais estão indicadas nas Figuras 32 (a), (b) e (c) por uma seta branca.

Diversos trabalhos na literatura relacionam a precipitação de fase sigma à ferrita delta. Segundo Plaut, Villanueva e colaboradores, em aços inoxidáveis austeníticos, a precipitação de fase sigma ocorre preferencialmente nas ilhas de ferrita delta através de uma reação eutetóide $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_s$. Entretanto a fase sigma também pode precipitar nos contornos de grão e pontos triplos na matriz austenítica para longos tempos de tratamento térmico (VILLANUEVA *et al.*, 2006; PLAUT *et al.*, 2007). Como reportado por diversos autores, a cinética da precipitação da fase sigma proveniente da austenita é muito mais lenta se comparada com a da ferrita (PADILHA; RIOS, 2002; HSIEH; WU, 2012).

Com relação ao aço 317L, alguns trabalhos reportaram sobre as mudanças microestruturais causadas pela exposição desse aço às temperaturas da ordem de 450-550°C para tempos de exposição de 200 a 400 h (FARNEZE *et al.*, 2014, 2016; TAVARES *et al.*, 2017). O alto teor de molibdênio presente nesse aço acelera a precipitação de fases intermetálicas nessas condições de tratamento térmico, principalmente concentrada nas ilhas de ferrita delta. De acordo com Farneze e colaboradores (FARNEZE *et al.*, 2014), a decomposição da ferrita delta nesse aço ocorre como resultado das seguintes reações $\delta \rightarrow \text{Fe}_2\text{Mo}$, $\delta \rightarrow \chi$, $\delta \rightarrow \sigma$ e ou $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_s$, sendo que a fase chi pode também ser um sítio de nucleação para a fase sigma (FARNEZE *et al.*, 2014). Ainda segundo esses autores, quando a precipitação de sigma se dá a partir da austenita, a formação do carbeto Cr_{23}C_6 nos contornos de grão precede a precipitação da fase sigma (FARNEZE *et al.*, 2014).

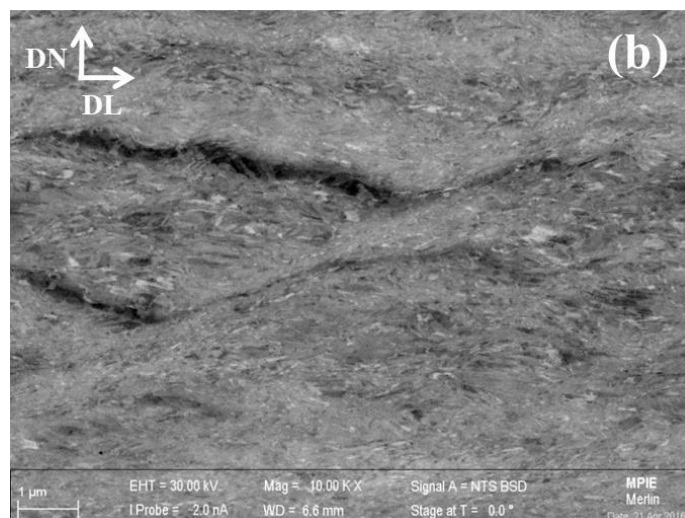
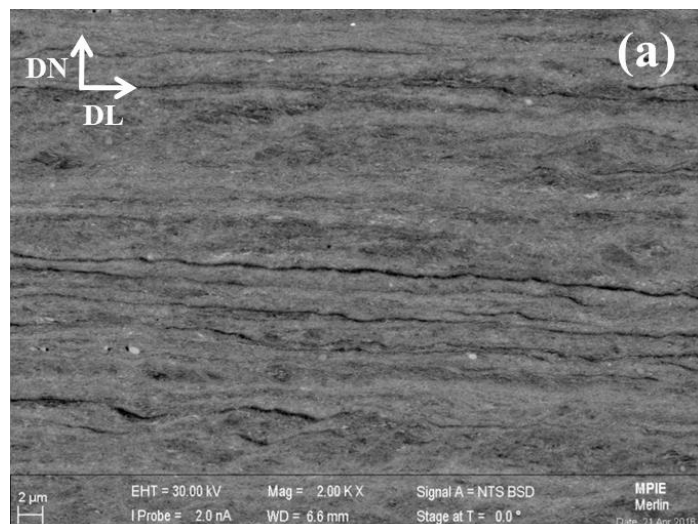
De volta à Figura 32, à luz dos dados da literatura e das previsões do ThermoCalc© (vide seção 4.1), além da fase sigma, outras fases devem estar presentes nas imagens mostradas, como, por exemplo, a fase chi em 600°C. Com relação às estruturas com morfologia ovalada indicadas pelas setas brancas, chama atenção o fato de não apresentarem precipitação expressiva em seu interior.

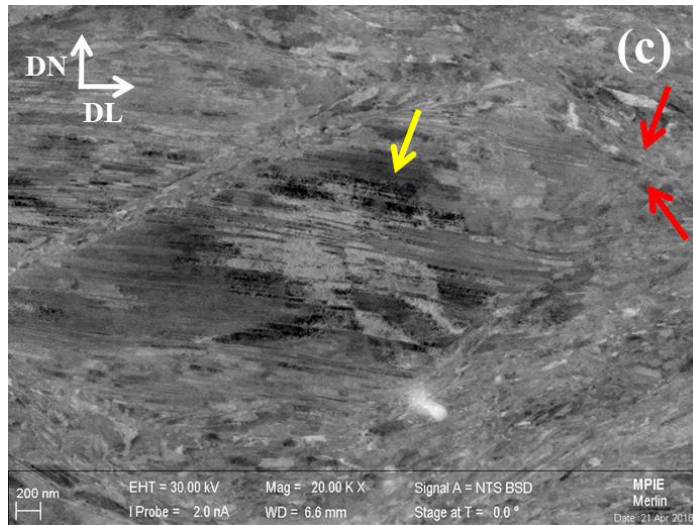
4.4 Imagens obtidas via ECCI

4.4.1 Aço inoxidável austenítico AISI 317L: estado deformado

As Figuras 33 (a), (b) e (c) mostram imagens da microestrutura do aço 317L no estado deformado (laminado a frio com 87% de redução em espessura) ampliadas de 02 kX, 10 kX e 20 kX, respectivamente (SANDIM, 2016). Nas imagens (a) e (b) note a presença de ferrita delta na microestrutura (em coloração mais escura), a qual tipicamente assume a forma de ilhas alongadas paralelas à DL. Já a Figura 33 (c) mostra, em acordo ao que fora reportado no item 4.3, imagem relativa à estrutura com morfologia ovalada com escala de ampliação de 20 kX.

Figura 33 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L laminado a frio (87% de redução em espessura) com aumentos de (a) 2 kX, (b) 10 kX, (c) 20 kX (via ECCI).



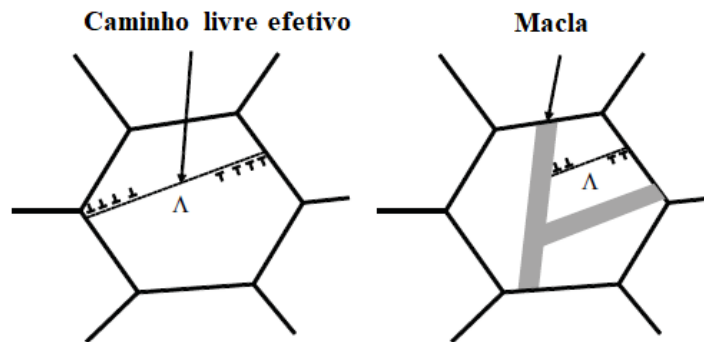


Fonte: SANDIM, 2016.

Com relação à Figura 33 (c), constatou-se que essas estruturas surgiram durante o processo de laminação a frio a partir de 80% de redução em espessura (SOUZA FILHO, 2015).

Estruturas com morfologia similar à mostrada na Figura 33 (c) foram também identificadas em aços do sistema Fe-Mn e foram correlacionadas com o denominado efeito de plasticidade induzida por maclação ou efeito TWIP (do inglês *twinning induced plasticity*) (YANUSHKEVICH *et al.*, 2016; ANAND *et al.*, 2018). O efeito TWIP é esperado em aços austeníticos com alto teor de Mn cuja energia de defeito de empilhamento flutua num intervalo de 20 a 50 mJ/m² em temperatura ambiente (YANUSHKEVICH *et al.*, 2016). De acordo com Yanushkevich *et al.* (2016), nesses materiais (aços Fe-Mn) a laminação a frio resulta na ativação da deformação por maclação (em baixas ou médias deformações) e causa um drástico aumento na densidade de discordâncias, levando a um significativo endurecimento do material. Esse endurecimento é atrelado à redução do caminho livre efetivo para a movimentação das discordâncias em virtude do aparecimento de maclas de deformação (representado na Figura 34), fenômeno conhecido por efeito Hall-Petch Dinâmico (DE COOMAN; CHIN; KIM, 2011).

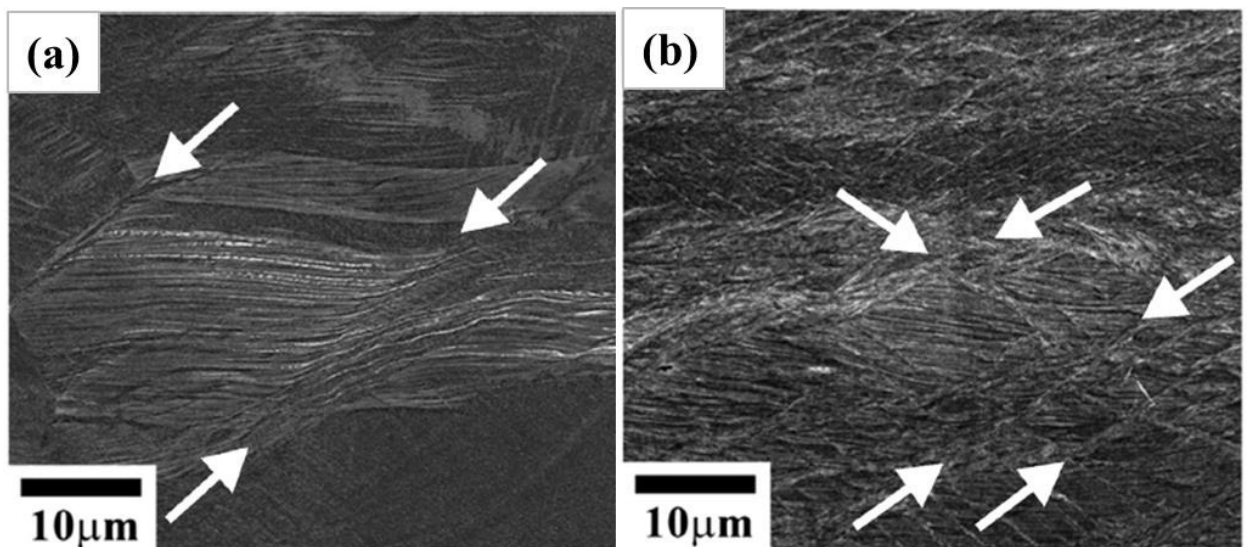
Figura 34 – Representação esquemática do efeito Hall-Petch Dinâmico.



Fonte: DE COOMAN; CHIN; KIM, 2011.

Em sequência, em deformações suficientemente altas, surgem bandas de cisalhamento que atravessam os grãos maclados, o que resulta numa degradação da plasticidade. O número e a espessura das microbandas de cisalhamento aumentam com a deformação. Em consequência, surgem estruturas constituídas de lamelas matriz/maclas alinhadas com a direção de laminação, rodeadas por microbandas de cisalhamento e envoltas em alta densidade de discordâncias, como mostrado na Figura 35. Na Figura 35 (b), correspondente a uma deformação verdadeira de 1,61, a espessura das bandas de cisalhamento é da ordem de 500 nm (YANUSHKEVICH *et al.*, 2016).

Figura 35 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico Fe-17Mn-1.5Al-0.3C laminado a frio cuja deformação verdadeira corresponde a: (a) 0.91 e (b) 1.61. As setas brancas indicam as microbandas de cisalhamento.



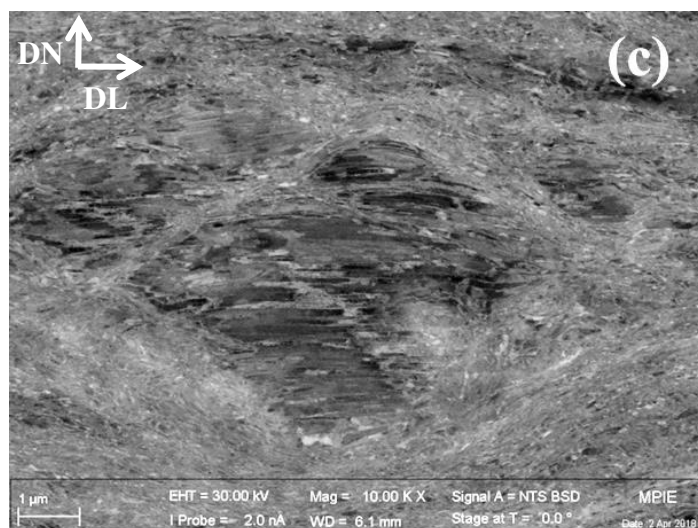
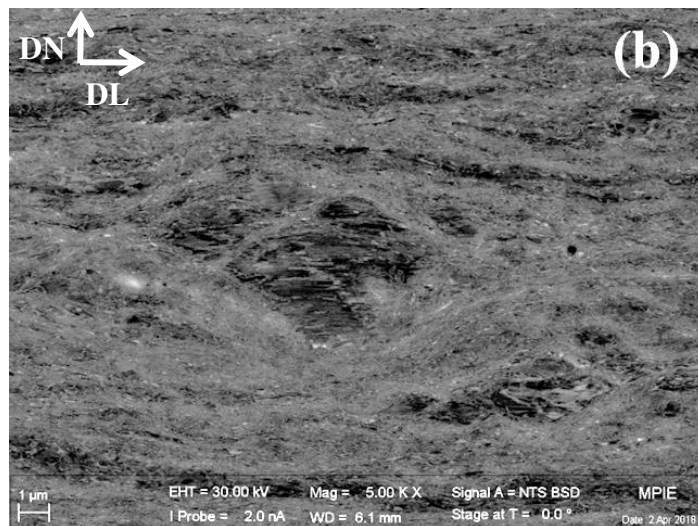
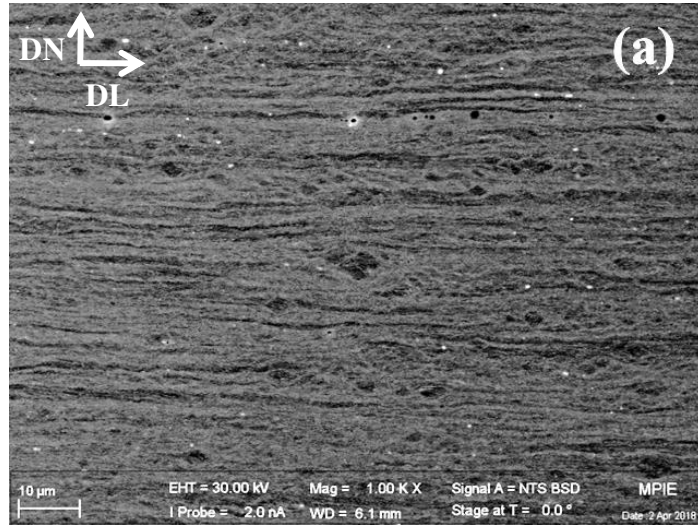
Fonte: YANUSHKEVICH *et al.*, 2016.

A comparação das Figuras 33 (c) e 35 (b) sugere que as estruturas com morfologia ovalada observadas nos dois aços tenham a mesma origem. Tal como o aço AISI 317L, o aço Fe-Mn reportado por Yanushkevich e colaboradores não apresenta um teor expressivo de martensita induzida por deformação (YANUSHKEVICH *et al.*, 2016). No caso do aço Fe-Mn, para $\varepsilon = 1,61$ (80% de deformação) o teor de martensita induzida por deformação é de 4,3% (YANUSHKEVICH *et al.*, 2016).

4.4.2 Aço inoxidável austenítico AISI 317L: recozido

Da mesma forma, obtiveram-se imagens para todas as amostras recozidas até as temperaturas máximas de 300, 400, 500, 600, 700 e 800°C representadas, na devida ordem, pelas Figuras 36, 37, 38, 39, 40 e 41, com escala de ampliação de 1 kX (a), 5 kX (b) e 10 kX (c). Como é possível observar, para todas as temperaturas, as estruturas com morfologia ovalada também permanecem após o tratamento térmico de recozimento. Nas imagens relacionadas às amostras tratadas até 700 e 800°C, note a presença de ilhas alongadas e pontos dispersos na microestrutura com coloração clara (indicadas por setas amarelas nas Figuras 40c e 41c). Parte dessas regiões, principalmente as regiões alongadas devem corresponder ao produto da decomposição da ferrita delta em fases intermetálicas, como a fase sigma, por exemplo. Sendo assim, as Figuras 40 e 41 mostram fortes evidências dessa precipitação em elevadas temperaturas, o que provavelmente explica o notável aumento da coercibilidade reportado no item 4.2.2.

Figura 36 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 300°C (amostra V300) com aumentos de (a) 1 kX, (b) 5 kX e (c) 10 kX (via ECCI).



Fonte: Autoria própria.

Figura 37 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 400°C (amostra V400) com aumentos de (a) 1 kX, (b) 5 kX e (c) 10 kX (via ECCI).

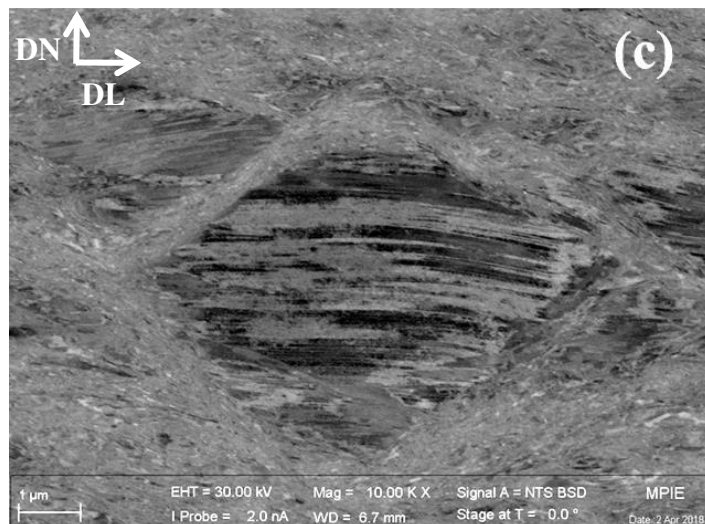
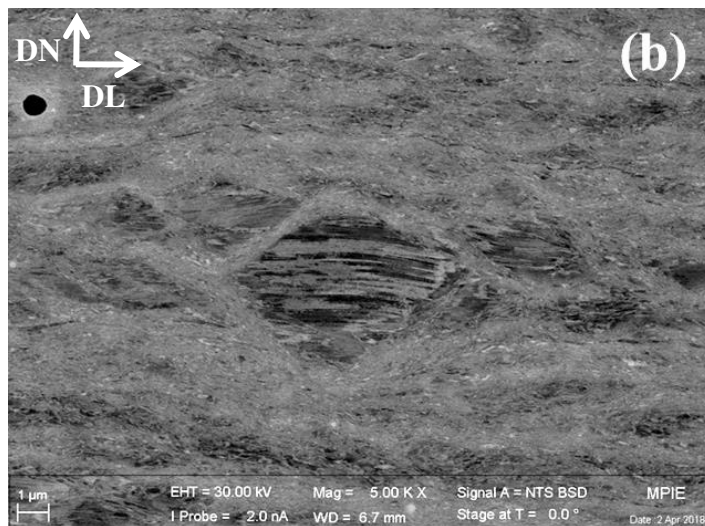
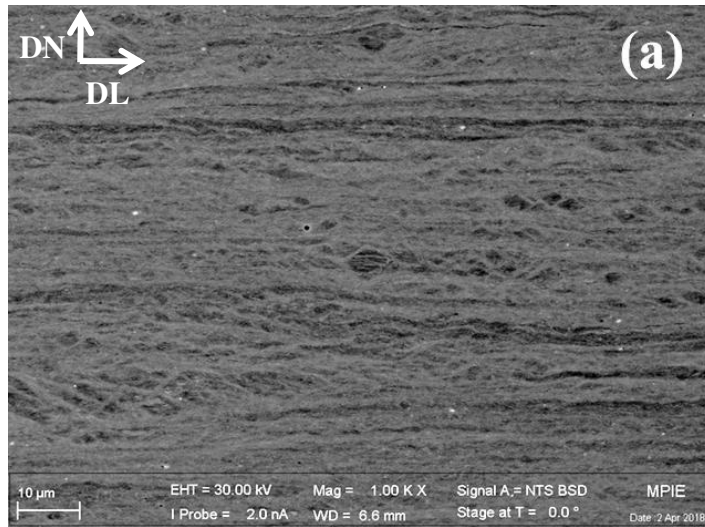
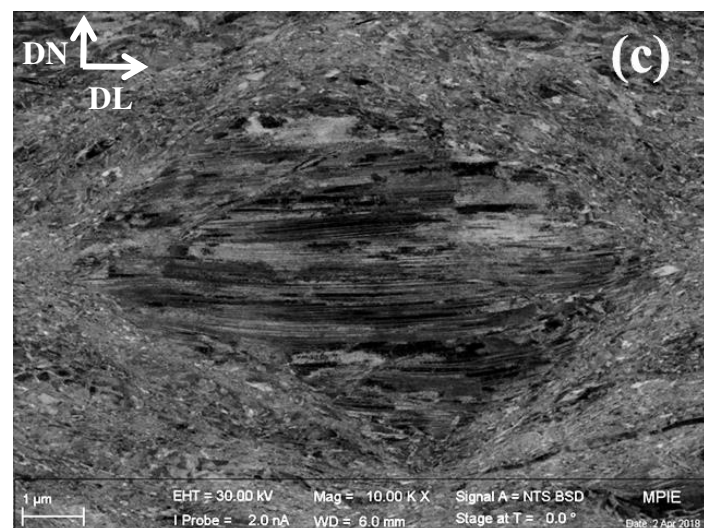
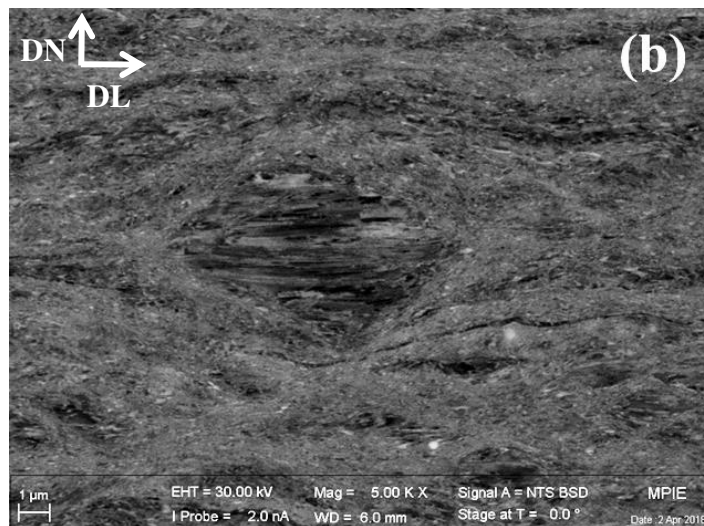
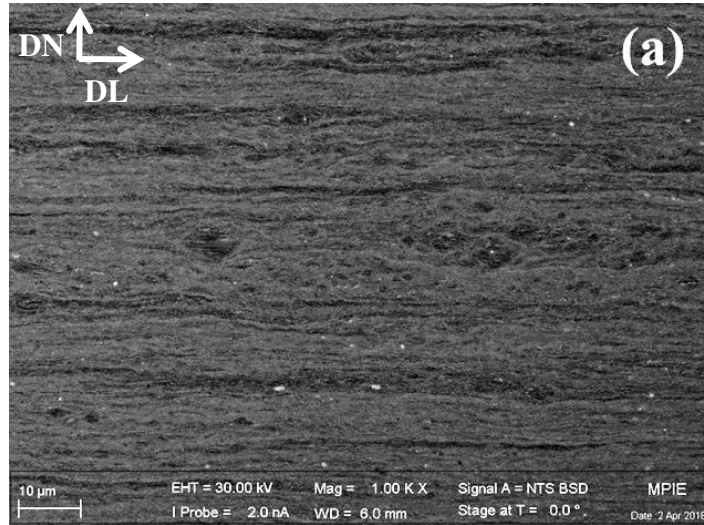


Figura 38 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 500°C (amostra V500) com aumentos de (a) 1 kX, (b) 5 kX e (c) 10 kX (via ECCI).



Fonte: Autoria própria.

Figura 39 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 600°C (amostra V600) com aumentos de (a) 1 kX, (b) 5 kX e (c) 10 kX (via ECCI).

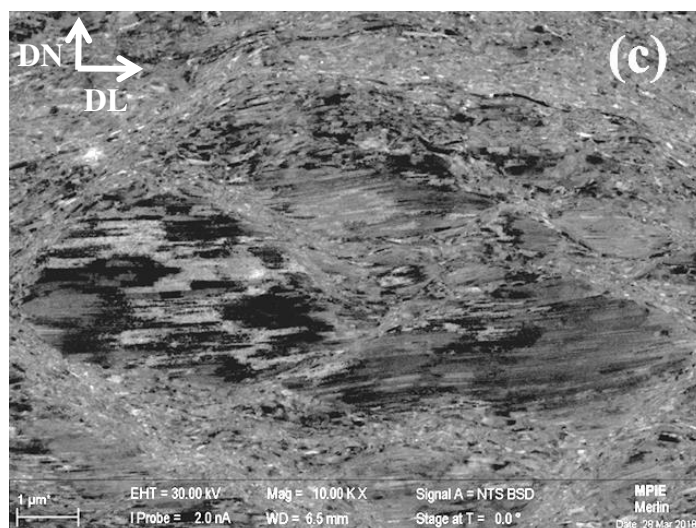
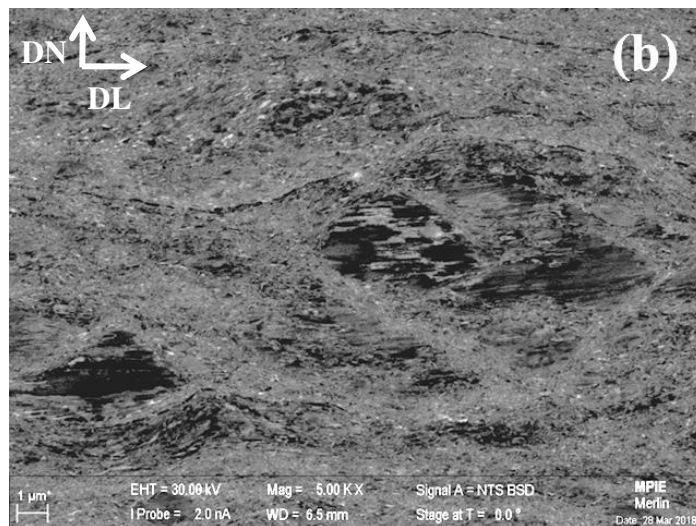
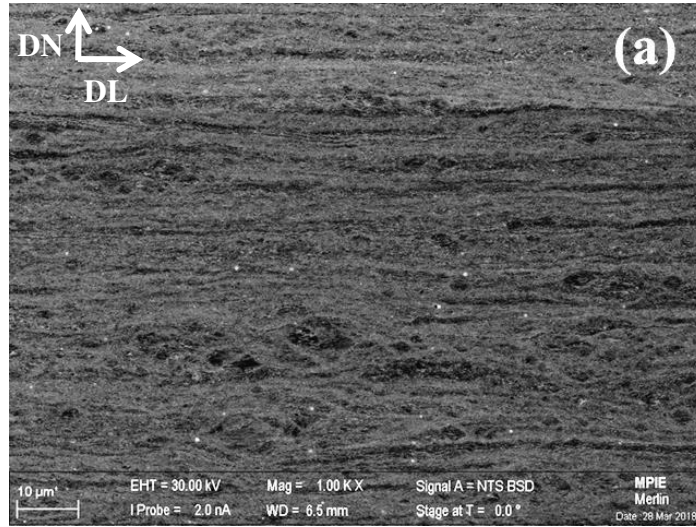
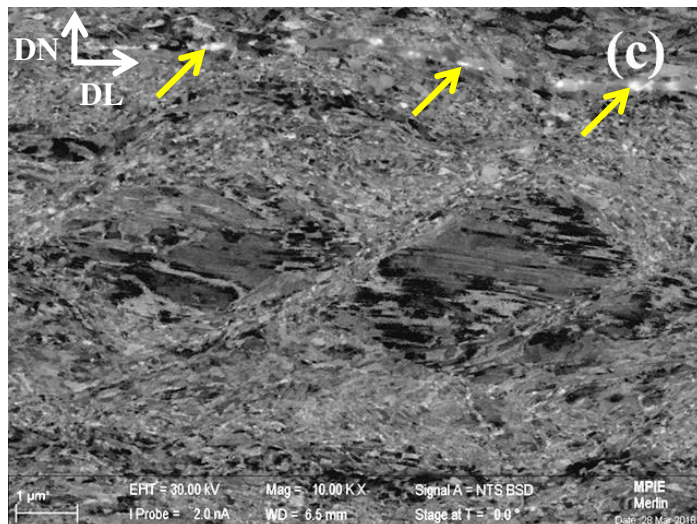
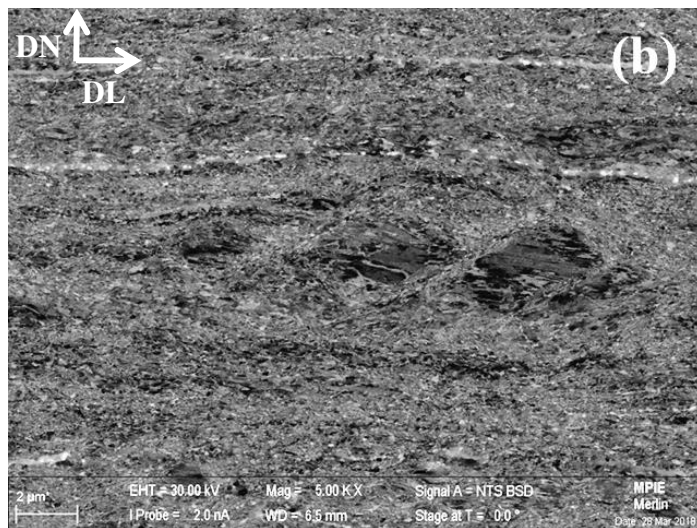
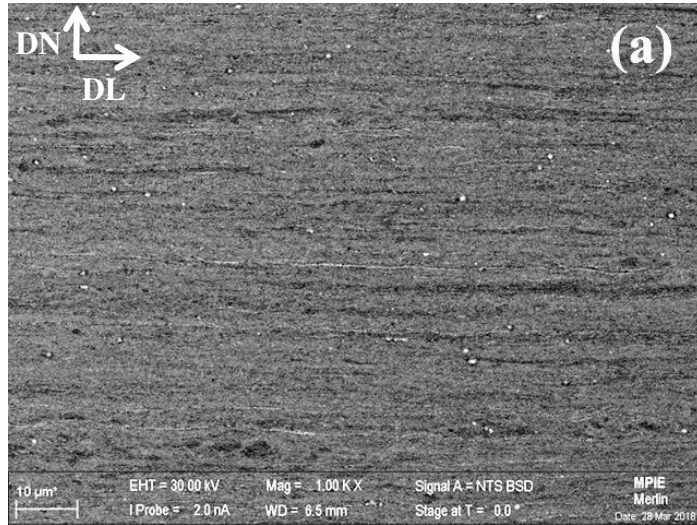
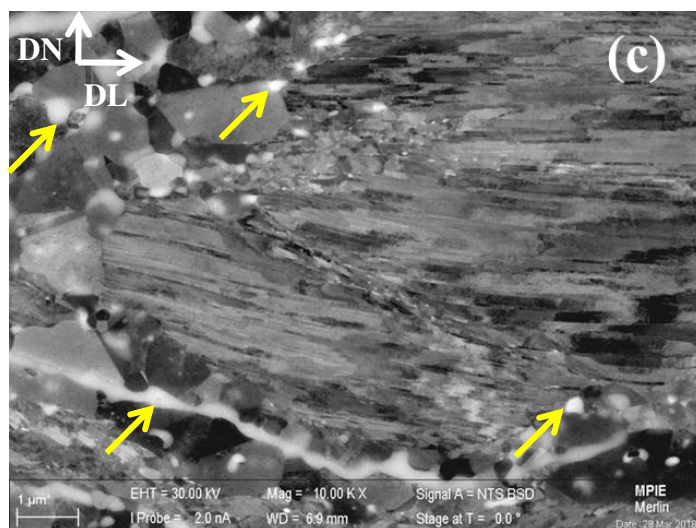
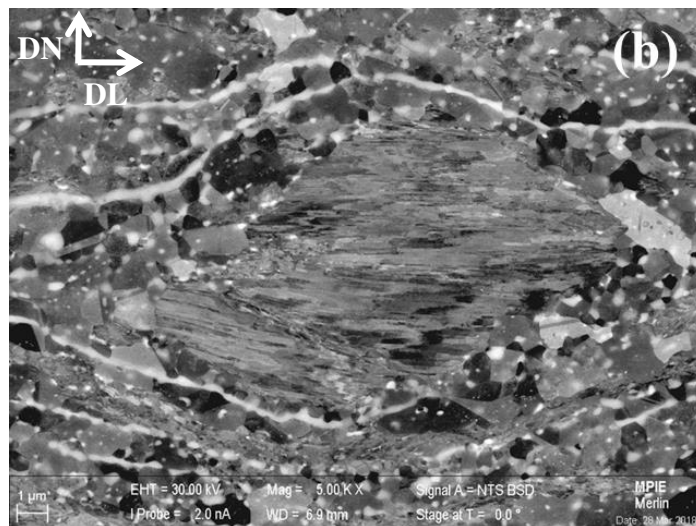
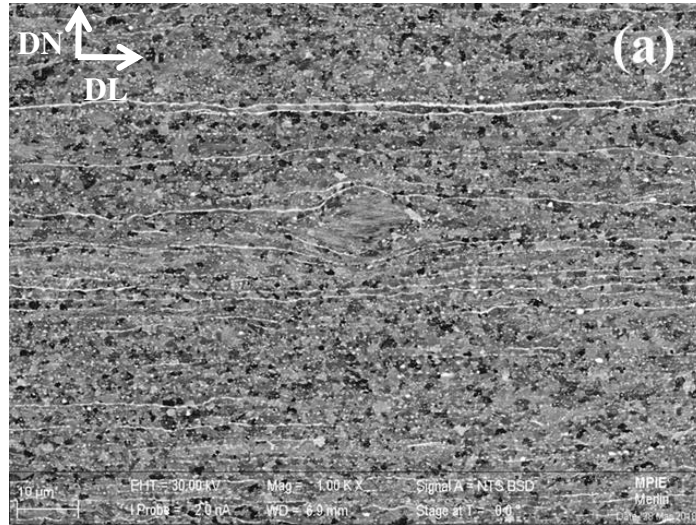


Figura 40 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 700°C (amostra V700) com aumentos de (a) 1 kX, (b) 5 kX e (c) 10 kX (via ECCI).



Fonte: Autoria própria.

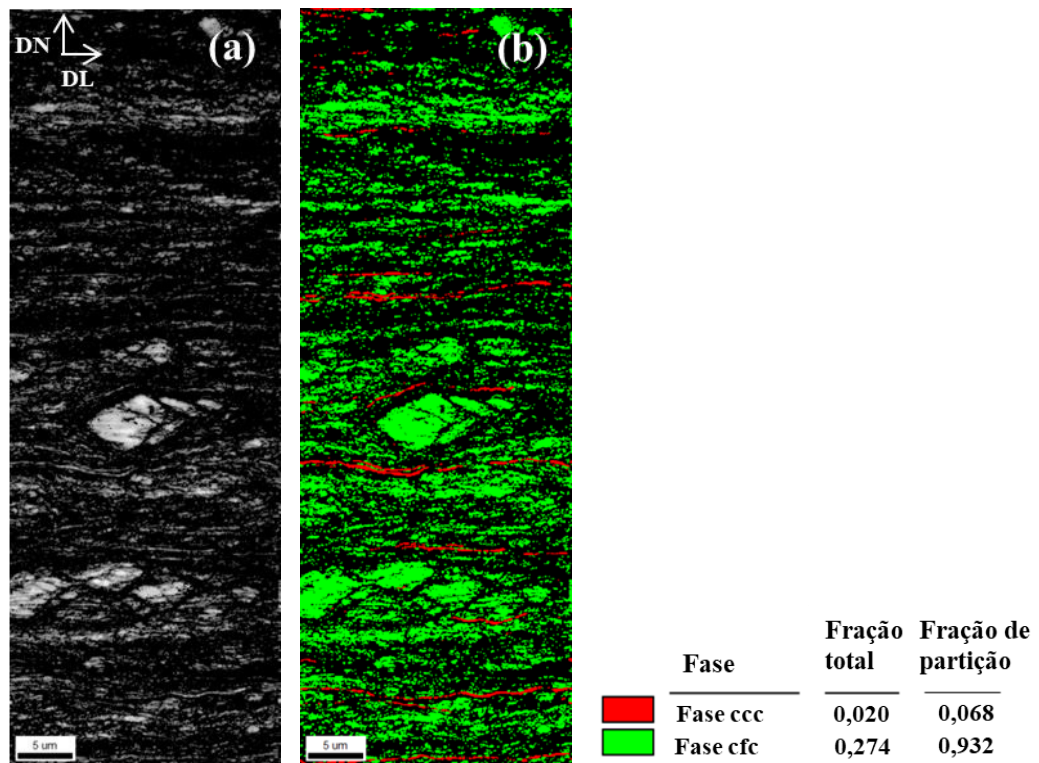
Figura 41 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 800°C (amostra V800) com aumentos de (a) 1 kX, (b) 5 kX e (c) 10 kX (via ECCI).



4.5 Mapeamentos de fases via EBSD

A Figura 42 mostra a caracterização microestrutural obtida via EBSD (difração de elétrons retroespalhados) referente à amostra recozida até a temperatura máxima de 300°C. Na Figura 42 (a) tem-se a *image quality* da região mapeada e na Figura 42 (b) seu correspondente mapeamento de fases.

Figura 42 – Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 300°C: (a) *image quality* da região mapeada (b) correspondente mapeamento de fases.



Fonte: Autoria própria.

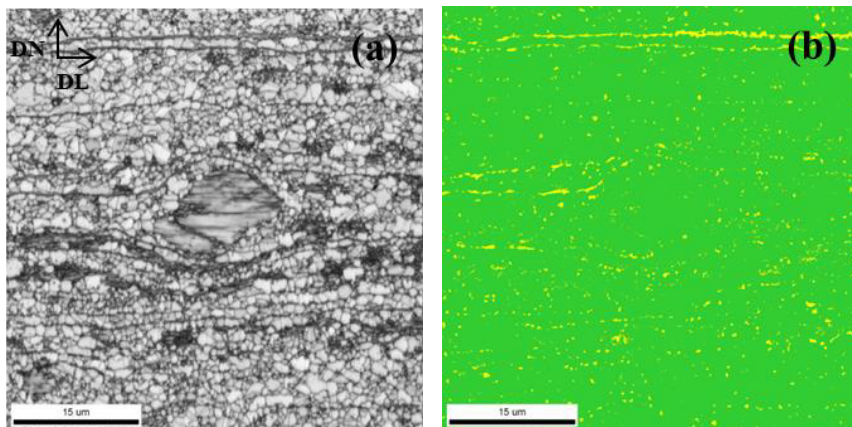
Primeiramente é importante destacar que, em virtude do elevado grau de deformação a frio (redução de 87% em espessura) ao qual o material fora previamente submetido antes do recozimento, não foi possível a indexação de 100% da área mapeada. Por esta razão, no mapa de fases as regiões de coloração preta correspondem às regiões não indexadas. É importante ressaltar que “fração total” de uma dada fase corresponde à fração dessa fase encontrada na área mapeada. Portanto, a soma das frações totais referentes às fases presentes no material não necessariamente resulta igual a um. Já “fração de partição” de cada fase corresponde, proporcionalmente, à fração referente à área que foi, de fato, indexada (ou seja, somente as regiões coloridas do mapa) e estas, se somadas, resultarão num valor igual um.

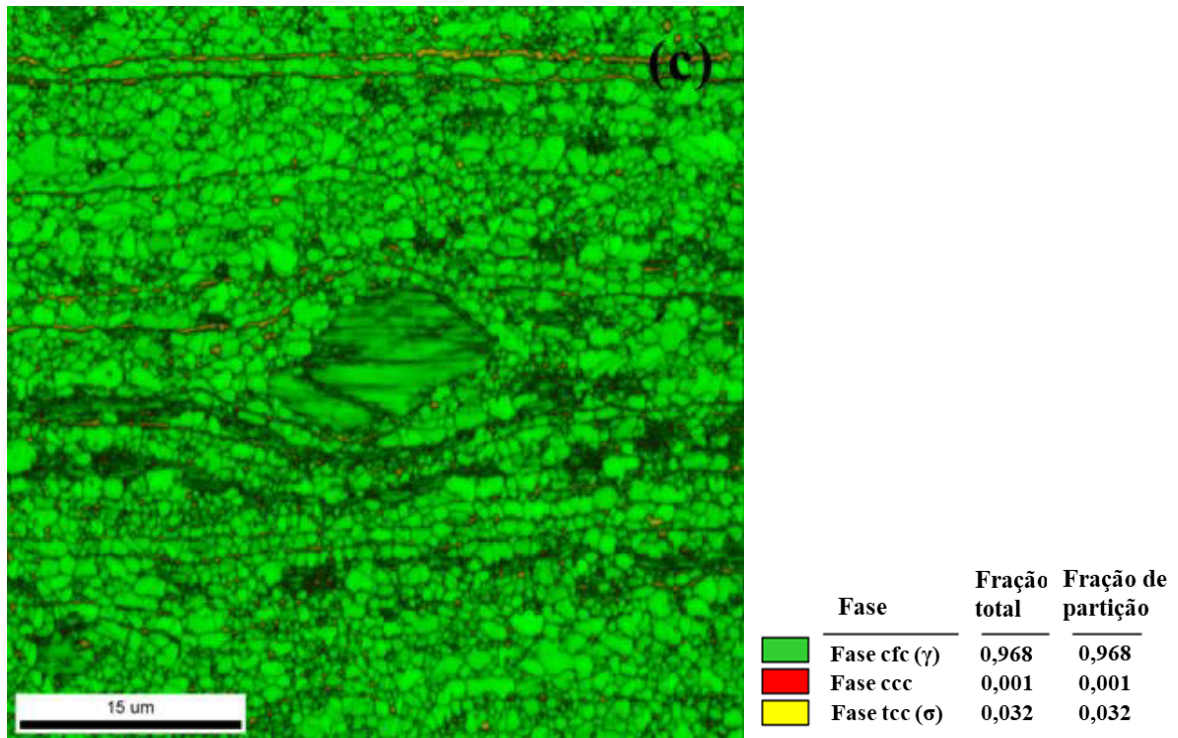
Observando-se a Figura 42 (b), nota-se a predominância da fase austenítica na amostra recozida em 300°C. A fase ferrítica pode corresponder tanto à ferrita delta como à martensita induzida por deformação, haja vista que ambas possuem a mesma estrutura cristalina.

Além disso, as medidas magnéticas mostraram que a reversão da martensita α' ocorre em uma temperatura bem mais alta, então essa fase ainda está presente no material recozido em 300°C. Segundo a literatura, a martensita α' nucleia nas intersecções de bandas de cisalhamento, maclas de deformação ou densos agrupamentos de falhas de empilhamento (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003; SOUZA FILHO *et al.*, 2016). Devido a essas características, seria plausível esperar que a fase martensítica estivesse de alguma forma vinculada às estruturas ovaladas (macladas) presentes no material. Entretanto, a Figura 42 (b) mostra que essas estruturas são essencialmente austeníticas. As regiões indexadas como ferríticas nessa figura apresentam uma morfologia alongada, paralelas à direção de laminação. Devido a essa morfologia e ao fato do material deformado apresentar uma baixa fração de martensita α' , pode-se dizer que, de forma predominante, essas estruturas são ilhas de ferrita delta.

Já na Figura 43, tem-se a caracterização microestrutural obtida via EBSD referente à amostra recozida até a temperatura máxima de 800°C. A Figura 43 (a) representa a *image quality* da região mapeada, a Figura 43 (b) seu correspondente mapeamento de fases e a Figura 43 (c) a *image quality* e seu correspondente mapeamento de fases, ambos sobrepostos.

Figura 43 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 317L recozido até a temperatura máxima de 800°C: (a) *image quality* da região mapeada (b) correspondente mapeamento de fases (c) *image quality* e mapeamento sobrepostos.





Fonte: Autoria própria.

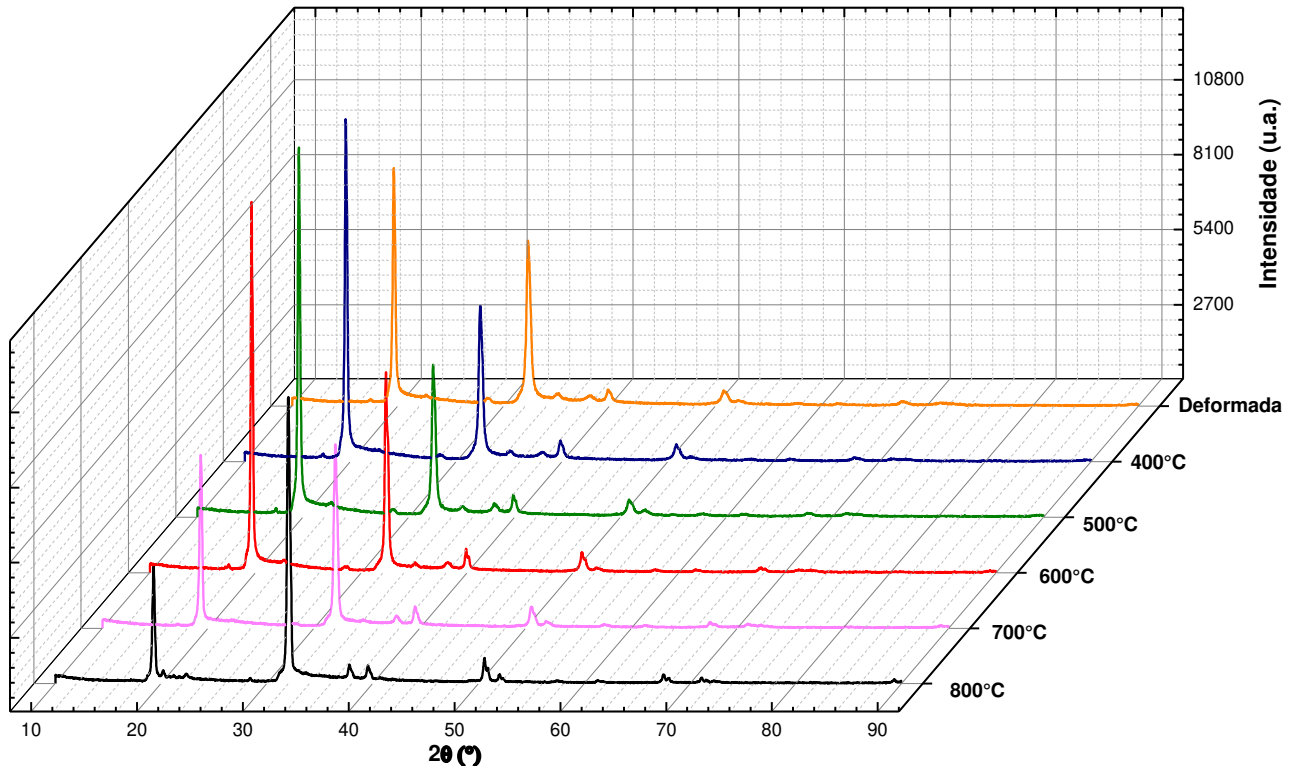
Para a temperatura de recozimento em questão, todas as regiões da amostra foram bem indexadas, ou seja, a soma das frações totais das fases indexadas corresponde a ≈ 1 .

A partir das Figuras 43 (b) e (c), é possível notar que a microestrutura é composta essencialmente pela matriz austenítica e em menor extensão por uma fase intermetálica, identificada como fase sigma. Novamente, reforça-se a ideia da precipitação de fases intermetálicas provenientes da decomposição da ferrita δ no material recozido em altas temperaturas. Aqui, também se deve frisar a total reversão da martensita induzida por deformação. Essas características corroboram o fato de que essa amostra apresenta um comportamento paramagnético, como discutido anteriormente.

4.6 Medidas de difração de raios X

A Figura 44 mostra, em perspectiva, os difratogramas do material laminado a frio com 87% de redução em espessura e também das amostras que sofreram recozimento isotérmico. Conforme reportado no item 3.4, as temperaturas de recozimento isotérmico foram: 400, 500, 600, 700 e 800°C.

Figura 44 - Difratogramas do aço inoxidável austenítico 317L laminado a frio com redução de 87% em espessura e recozido isotermicamente nas temperaturas de 400, 500, 600, 700 e 800°C.

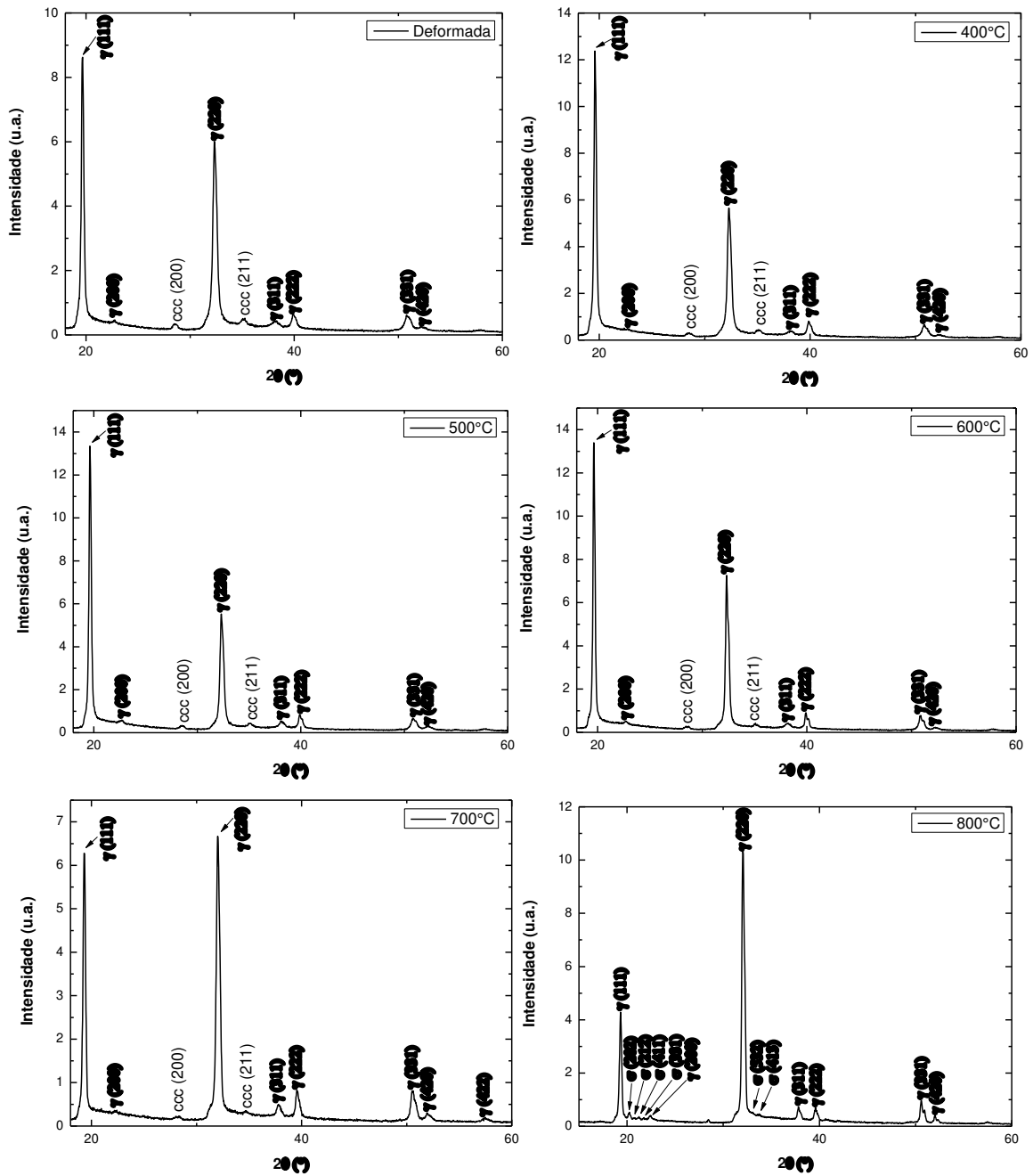


Fonte: Autoria própria.

Comparando-se os difratogramas, não se percebem mudanças substanciais, com exceção da amostra tratada em 800°C. De maneira geral, observa-se uma variação da intensidade relativa dos picos de maiores intensidades que pode estar relacionada com efeitos de textura. Numa análise mais detalhada, é possível verificar que a partir da amostra deformada, em decorrência do aumento de temperatura de recozimento, a largura dos picos diminui. Tal fato está relacionado com a diminuição da densidade de discordâncias, consequência dos efeitos de recuperação e recristalização do material durante o tratamento térmico (PADILHA; SICILIANO, 2005).

No que concerne às fases presentes e aos picos indexados, os difratogramas das amostras deformada e recozidas isotermicamente nas temperaturas de 400, 500, 600, 700 e 800°C podem ser visualizados na Figura 45.

Figura 45 - Difratomogramas do aço inoxidável austenítico 317L laminado a frio com redução de 87% em espessura e recozido is termicamente nas temperaturas de 400, 500, 600, 700 e 800°C.



Fonte: Autoria própria.

Como era de se esperar, a maioria dos picos pertence à fase austenítica. Existem também picos pertencentes às fases de estrutura cristalina cúbica de corpo centrado, sendo elas martensita α' ou ferrita δ , haja vista que ambas possuem a mesma estrutura cristalina (ccc).

Na mesma figura, com relação à amostra tratada em 800°C, existem picos referentes à fase sigma. Sugere-se que a presença dessa fase advém da decomposição da

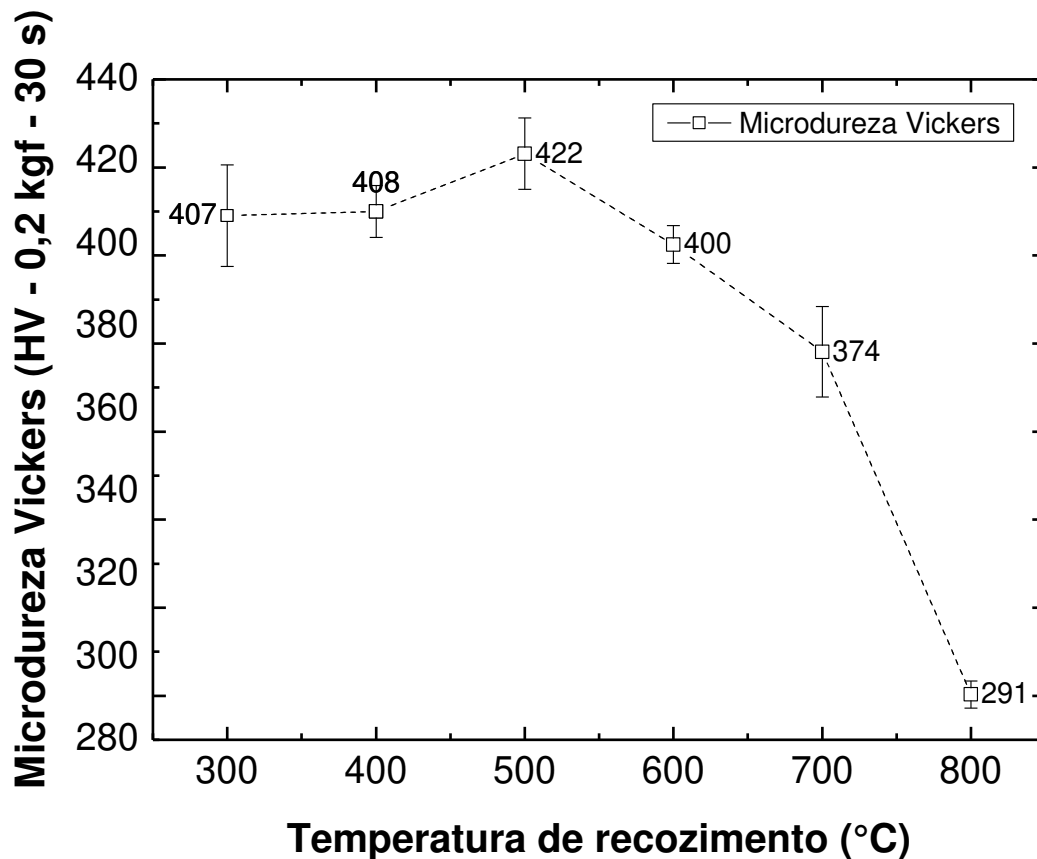
ferrita delta, em concordância ao que fora reportado no item 4.3 relativo à microscopia óptica.

4.7 Propriedades mecânicas e termomecânicas do aço AISI 317L

4.7.1 Medidas de microdureza

A evolução da microdureza Vickers do material em função das temperaturas máximas de recozimento pode ser avaliada na Figura 46.

Figura 46 – Curva de dureza do aço 317L laminado a frio com 87% de redução em espessura em função da temperatura de recozimento para as amostras V300, V400, V500, V600, V700 e V800.



Fonte: Autoria própria.

A dureza do material deformado é 464 ± 6 HV (não mostrado na Figura 46) (SOUZA FILHO, 2015). Da Figura 46, para o recozimento com temperatura máxima de 300°C, a dureza caiu para 407 HV. Entre 300 e 400°C, não há uma mudança substancial do

valor de microdureza do material. A dureza se eleva para 500°C e, a partir dessa temperatura começa a cair. Uma queda expressiva de dureza ocorre entre 700 e 800°C.

O sutil aumento da dureza entre 400 e 500°C pode estar relacionado a dois fatores. O primeiro deles é a expansão volumétrica da fase martensítica. Como já visto em discussões anteriores (item 4.2.1), a aniquilação ou rearranjo de defeitos pontuais, defeitos lineares e planares causam um alívio de tensões ao redor da fase martensítica fazendo com que ela cresça antes mesmo que inicie seu processo de reversão (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003). De fato, deve-se lembrar de que há um aumento no sinal de magnetização de saturação entre 300 e 400°C (vide Figura 19 a e b). O segundo fator seria a formação de carbonetos no material. Como já reportado no item 4.1, o carboneto $M_{23}C_6$ é estável abaixo da temperatura de $\approx 950^\circ\text{C}$. Além disso, segundo Padilha e Guedes (2004), a precipitação do carboneto $M_{23}C_6$ ocorre antes da precipitação de fases intermetálicas como σ , χ e Laves devido à baixa solubilidade do carbono nessas fases. Nesse ponto é importante lembrar que foram observadas evidências (vide itens 4.3, 4.4 e 4.5) que sugerem a precipitação de fases intermetálicas no material investigado nas temperaturas mais elevadas de recozimento (700 e 800°C).

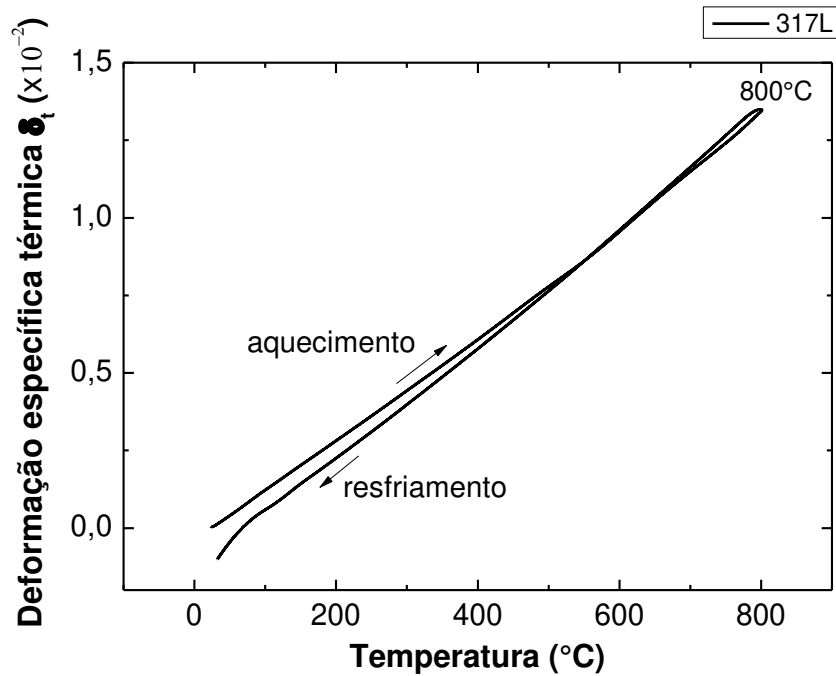
A queda da dureza a partir de 500°C pode ser atribuída a uma combinação de três fatores: a reversão da martensita induzida por deformação, recristalização do material e possibilidade de dissolução de carbonetos. De acordo com Padilha e Rios (PADILHA; RIOS, 2002), a dissolução de $M_{23}C_6$ pode ocorrer durante o recozimento se a precipitação das fases intermetálicas for significativa, já que o surgimento delas pode diminuir os teores de Cr e Mo na matriz e, por conseguinte, aumentar a solubilidade do carbono nelas, levando a uma dissolução parcial do carboneto (PADILHA; RIOS, 2002).

4.7.2 Medidas de dilatometria

Conforme o procedimento descrito no item 3.12, os resultados de dilatometria podem ser visualizados nas Figuras 47 e 48.

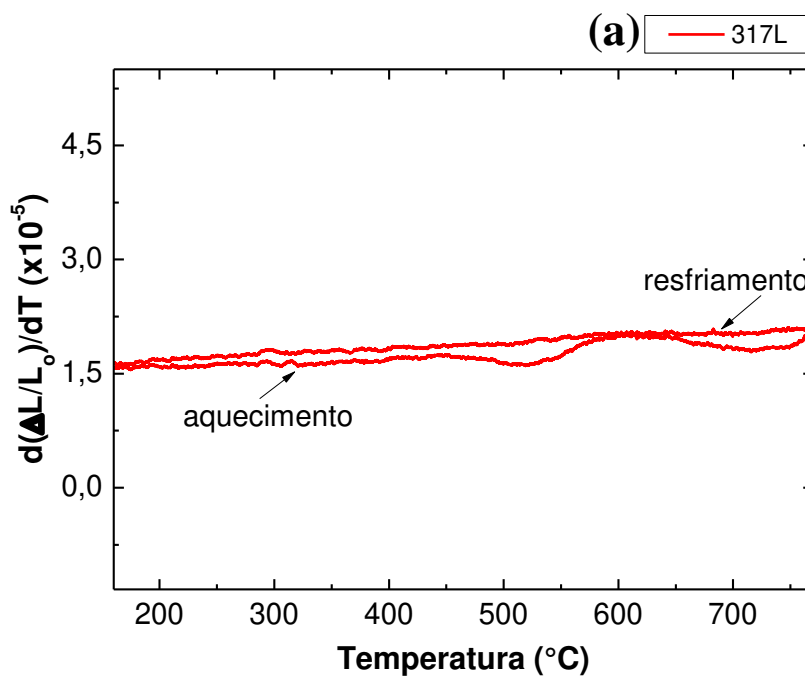
Com intuito de se investigar transformações de fase no material durante o aquecimento, derivou-se a correspondente curva de deformação específica térmica, a qual é mostrada na Figura 48 (a). Essa derivada é mostrada com maior ampliação na Figura 48 (b). A partir dessa figura é nítido que existem dois mínimos na curva de $d(\Delta L/L_0)/dT$. O primeiro mínimo ocorre entre 450 e 600°C e o segundo mínimo ocorre entre 640 e 770°C, aproximadamente.

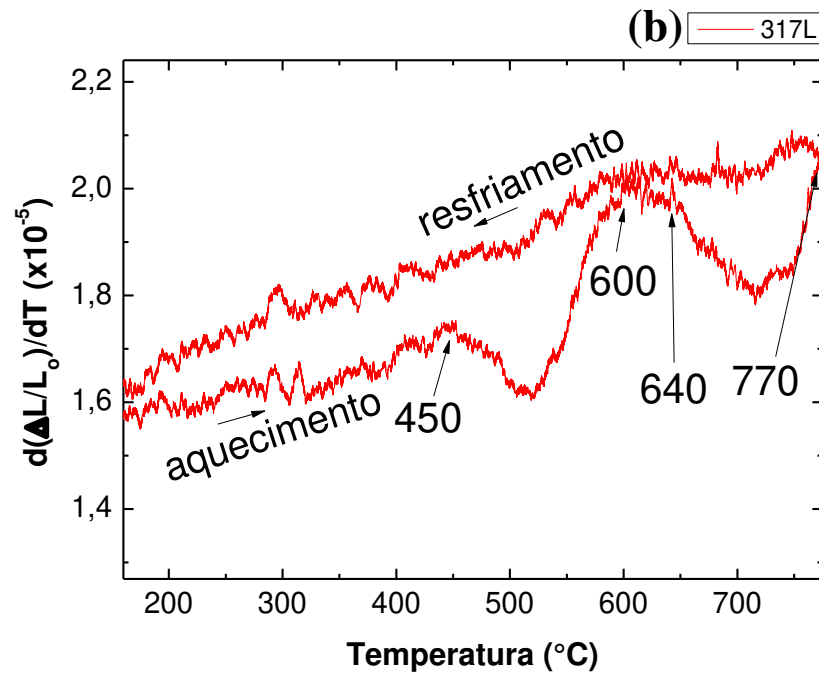
Figura 47 – Deformação específica ($\delta_t = \Delta L/L_0$) em função da temperatura para o aço 317L laminado a frio com 87% de redução em espessura.



Fonte: Autoria própria.

Figura 48 – (a) Primeira derivada da curva de deformação específica em função da temperatura para o aço 317L laminado a 87% de redução de espessura. (b) A mesma curva mostrada em (a), porém em outra escala.





Fonte: Autoria própria.

Segundo a literatura, considera-se que as temperaturas de reversão de ε e α' ocorram no intervalo de 150 a 400°C e 400 a 850°C, respectivamente, nos aços inoxidáveis austeníticos (MÉSZÁROS; PROHÁSZKA, 2005; DRYZEK; SARNEK; WRÓBEL, 2014). De acordo com Tavares e colaboradores, a transformação martensítica no aço 317L ocorre segundo a transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$, sem a formação da fase ε como intermediária (TAVARES *et al.*, 2017). Portanto, tendo em vista os dados da literatura e os resultados de magnetização mostrados anteriormente, associa-se o primeiro mínimo na derivada da curva de dilatométrica à ocorrência da reversão $\alpha' \rightarrow \gamma$ no material.

Antes de retornar à Figura 48 (b) é importante ressaltar que, até o presente momento, não existem dados na literatura que permitam identificar a precipitação de fases intermetálicas no aço AISI 317L por meio de uma análise termomecânica. Nessa linha investigativa, Rivolta e colaboradores (2018) estudaram a decomposição da ferrita num aço inoxidável dúplex utilizando a técnica de dilatométrica. No trabalho em questão, reportou-se que um dos picos de contração na curva dilatométrica estava associado, de fato, à formação da fase sigma proveniente da ferrita (via rota de transformação $\text{Fe-}\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_s$) no intervalo de temperatura entre 700 e 900°C (RIVOLTA; GEROSA; TAVASCI, 2018). Para outro aço inoxidável dúplex, também mediante medidas de dilatométrica, foi reportado que a precipitação da fase sigma ocorre entre 700-900°C durante o resfriamento da amostra após o tratamento de solubilização (MAEHARA *et al.*, 1983). Tendo em vista esses dados da

literatura e os resultados anteriormente apresentados com relação ao aço 317L investigado nessa Dissertação, pode-se atribuir o aparecimento do segundo mínimo na curva de $d(\Delta L/L_0)/dT$ à transformação da ferrita delta em fases intermetálicas.

5 CONCLUSÕES

Em vista dos resultados obtidos nesta Dissertação de Mestrado, apresentam-se as seguintes conclusões:

i) Sobre a caracterização magnética (em temperatura ambiente), para as amostras que sofreram ciclo térmico até as temperaturas máximas de 300, 400, 500, 600, 700 e 800°C:

- Entre 300 e 400°C, há um aumento de M_s que pode ser atribuído ao aumento da fração volumétrica da fase martensítica devido aos efeitos de recuperação no material.
- Entre 400 e 700°C ocorre uma drástica redução dos valores de M_s , a qual pode ser atribuída a uma combinação de dois fatores: a reversão da martensita induzida por deformação e a decomposição da ferrita delta em outras fases paramagnéticas. Os valores de M_s para 700 e 800°C são praticamente os mesmos (próximos de zero).
- Assim como M_s , H_c aumenta entre 300 e 400°C. Após 400°C, H_c apresenta uma queda substancial até 600°C, o que é também atribuído à reversão da fase martensítica no material. Entretanto, entre 600 e 700°C H_c apresenta um notável aumento e volta a cair para 800°C. A razão do aumento de H_c em 700°C pode estar relacionada com a precipitação de fases intermetálicas, em decorrência da decomposição da ferrita delta.

ii) Sobre a caracterização magnética das amostras em altas temperaturas:

- O ligeiro aumento de M_s entre 300 e 400°C, observado a partir das medidas magnéticas em temperatura ambiente não é observado. Nesse caso, M_s cai progressivamente com a temperatura, ou seja, prevalece o efeito da destruição do alinhamento dos momentos magnéticos com o aumento de temperatura.

iii) Sobre as curvas de $M \times T$ (aquecimento até 1000°C e resfriamento até a temperatura ambiente) para o material como recebido e deformado:

- Mediante análise termomagnética do material como recebido, a temperatura de Curie da ferrita delta é $\approx 480^\circ\text{C}$. Uma análise correspondente para o material

deformado mostrou que a temperatura de Curie da martensita induzida por deformação é $\approx 560^{\circ}\text{C}$.

- Durante o resfriamento, em baixas temperaturas ($T < 230^{\circ}\text{C}$) observou-se um aumento da magnetização da amostra, o que deve ser consequência de efeitos de oxidação da mesma.

iv) Sobre a caracterização microestrutural (MO, ECCI e EBSD), simulações termodinâmicas (Thermo-Calc©) e demais resultados (difração de raios X, dureza e dilatométrica):

- As imagens obtidas via microscopia óptica e ECCI das amostras que sofreram ciclo térmico até 800°C indicam que existe a precipitação de fases intermetálicas no material, a qual se torna mais intensa com o aumento da temperatura de recozimento. A precipitação dessas fases nessa faixa de temperatura também foi prevista pelo software Thermo-Calc©. O mapeamento de fases via EBSD da amostra recozida até 800°C mostra, além da matriz austenítica, a presença de fase sigma na microestrutura. Além disso, o difratograma da amostra recozida isotermicamente em 800°C por 1 h também é evidência que ocorre a precipitação de fase sigma nessa temperatura. Essas características microestruturais corroboram o fato de que, do ponto de vista magnético, a amostra recozida até 800°C , apresenta uma forte contribuição paramagnética.
- As estruturas com morfologia ovalada identificadas no material deformado e também recozido até 800°C devem estar vinculadas ao efeito TWIP e à formação de microbandas de cisalhamento que atravessam os grãos maclados. A análise via EBSD do material recozido até 300 e 800°C mostrou que essas regiões são austeníticas.
- Para as amostras que sofreram ciclo térmico, há um ligeiro aumento de dureza entre as amostras recozidas até as temperaturas máximas de 400 e 500°C . Após essa temperatura de recozimento, a dureza cai. O fenômeno que leva a esse ligeiro aumento de dureza entre 400 e 500°C deve estar relacionado ao que leva ao ligeiro aumento de M_s antes da sua queda. Esse aumento pode estar vinculado ao aumento da fração volumétrica da fase martensítica e também à precipitação de carbonetos. De acordo com as previsões do Thermo-Calc©, o carboneto mais provável é do

tipo $M_{23}C_6$. A partir de 500°C , a redução dos valores de microdureza pode estar ligada com a reversão da martensita induzida por deformação, recristalização do material e possibilidade de dissolução de carbonetos.

- A partir dos ensaios de dilatométrica do material deformado, foram observados dois mínimos na curva de $d(\Delta L/L_0)/dT$ referente ao aquecimento da amostra. Um dos efeitos que podem contribuir para o primeiro mínimo, o qual ocorre entre 450 e 600°C , é a transformação $\alpha' \rightarrow \gamma$. O segundo ponto de mínimo, entre 640 e 770°C , aproximadamente, deve estar relacionado a efeitos de precipitação de uma fase intermetálica no material, ou seja, precipitação de fase sigma, como sugerem os dados de EBSD.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A fim de ser dar continuidade às investigações deste trabalho, sugere-se o aprofundamento nos seguintes tópicos:

- Estudo do fenômeno que leva ao ligeiro aumento de M_s e da dureza, antes que os mesmos apresentem uma forte queda em função da temperatura de recozimento do material deformado.
- Investigação sobre o sutil aumento da magnetização em função da temperatura, até $\approx 230^\circ\text{C}$, para o material na condição como recebido.
- Análise sobre o abrupto aumento da magnetização em função da temperatura em $\approx 200^\circ\text{C}$, durante o resfriamento, tanto para o material na condição como recebido quanto para o material deformado.
- Aprofundamento da análise dos dados de EBSD, tendo-se em vista aspectos relativos à textura e recristalização do material.

REFERÊNCIAS

- ANAND, K. K.; MAHATO, B.; HAASE, C.; KUMAR, A.; GHOSH CHOWDHURY, S. 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.
- ANDRADE, M. S.; GOMES, O. A.; VILELA, J. M. C.; SERRANO, A. T. L.; DE MORAES, J. M. D. Formability evaluation of two austenitic stainless steels. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering**, v. 26, p. 47–50, 2004.
- ARZT, E. Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review. **Acta Materialia**, v. 46, p. 5611–5626, 1998.
- CALLISTER JR., W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. LTC, Rio de Janeiro, 2012.
- CAMPBELL, F. C. **Phase diagrams - understanding the basics**. ASM International, Ohio, 2012. p. 171–190.
- CHARLES, J.; MITHIEUX, J. D.; SANTACREU, P.O.; PEGUET, L. The ferritic stainless steel family: the appropriate answer to nickel volatility? In: European Stainless Steel Conference. **Science and Market**, v. 6, p. 703-717, 2008.
- CHEN, C. W. **Magnetism and metallurgy of soft magnetic materials**. New York: Dover Publications, INC, 1986.
- COEY, J. M. D. **Magnetism and magnetic materials**. Cambridge: University Press, 2009.
- COSTA E SILVA, A.; MEI, P. R. **Aços e ligas especiais**. Eletrometal metais especiais S.A., Sumaré, 1988. p. 528.
- DE COOMAN, B. C.; CHIN, K.; KIM, J. High Mn TWIP Steels for Automotive Applications. **New Trends and Developments in Automotive System Engineering**. Intech, 2011.
- DRYZEK, E.; SARNEK, M.; WRÓBEL, M. Reverse transformation of deformation-induced martensite in austenitic stainless steel studied by positron annihilation. **Journal of Materials Science**, v. 49, p. 8449–8458, 2014.
- FARNEZE, H. N. Efeitos do envelhecimento térmico nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão de metais de solda do aço AISI 317L. **Soldagem e Inspeção**, v. 19, p. 231–237, 2016.
- FARNEZE, H. N.; TAVARES, S. S. M.; PARDAL, J. M.; DE SOUZA, G. C. Effects of thermal aging on microstructure and corrosion resistance of AISI 317L steel weld metal.

Soldagem e Inspeção, v. 19, p. 98–103, 2014.

FARNEZE, H. N.; TAVARES, S. S. M.; PARDAL, J. M.; DO NASCIMENTO, R. F.; DE ABREU, H. F. G. Degradation of mechanical and corrosion resistance properties of AISI 317L steel exposed at 550 °C. **Engineering Failure Analysis**, v. 61, p. 69–76, 2016.

FREITAS, R. G. **Estudo do efeito da reversão da martensita induzida por deformação nas propriedades magnéticas do aço inoxidável austenítico AISI 317L**. Lorena: Escola de Engenharia de Lorena - USP, 2016. Relatório de Iniciação Científica.

GENTIL, V. **Corrosão**. 3. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1996.

GRAHAM, C.; LORENZ, B.; CITRIN, M.; GREENSTEIN, D.; XU, R. Reversion of martensite in 304 stainless steel studied by dilatometry and calorimetry. **Journal of Material Science & Engineering**, v. 07, p. 2–5, 2018.

GÜNTNER; PETZOW. **Metallographic etching: techniques for metallography, ceramography, plastography**. 2. ed. Ohio: ASM International, 1999. 200 p.

GUY, K.; BUTLER, E. P.; WEST, D. R. F. ϵ and α' Martensite Formation and Reversion in Austenitic Stainless Steels. **Le Journal de Physique Colloques**, v. 43, p. C4-575-C4-580, 1982.

HSIEH, C.-C.; WU, W. Overview of Intermetallic Sigma (σ) Phase Precipitation in Stainless Steels. **ISRN Metallurgy**, v. 2012, p. 1-16, 2012.

HUBERT, A.; SCHÄFER, R. **Magnetic domains**. Berlin: Springer-Verlag, 1998.

LIPPOLD, J. C.; KOTECKI, D. J. **Welding metallurgy and weldability of stainless steels**. New Jersey: Wiley Interscience, 2005.

LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K. L. Recent developments in stainless steels. **Materials Science and Engineering R: Reports**, v. 65, p. 39–104, 2009.

MAEHARA, Y.; KOIKE, M.; FUJINO, N.; KUNITAKE, T. Precipitation of σ phase in a 25Cr-7Ni-3Mo duplex phase stainless steel. **Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan**, v. 23, p. 240–246, 1983.

MARÉCHAL, D. **Linkage between mechanical properties and phase transformations in a 301LN austenitic stainless steel**. 2011. 228 p. Ph. D. thesis. The University of British Columbia, Vancouver, Canada, 2011.

MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZKA, J. Magnetic investigation of the effect of α' -martensite on the properties of austenitic stainless steel. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 161, p. 162–168, 2005.

MITRA, A.; SRIVASTAVA, P. K.; DE, P. K.; BHATTACHARYA, D. K.; JILES, D. C. Ferromagnetic properties of deformation-induced martensite transformation in AISI 304 stainless steel. **Metallurgical and Materials Transactions A - Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 35A, p. 599–605, 2004.

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 de Mestrado, Escola de Engenharia de Lorena - USP, Lorena, 2018.

MUMTAZ, K.; TAKAHASHI, S.; ECHIGOYA, J.; KAMADA, Y.; ZHANG, L. F.; KIKUCHI, H.; ARA, K.; SATO, M. Magnetic measurements of martensitic transformation in austenitic stainless steel after room temperature rolling. **J. Mater. Sci.**, v. 39, p. 85–98, 2004.

OYARZÁBAL, M.; GURRUCHAGA, K.; MARTÍNEZ-DE-GUERENU, A.; GUTIÉRREZ, I. Sensitivity of conventional and non-destructive characterization techniques to recovery and recrystallization. **ISIJ International**, v. 47, p. 1458–1464, 2007.

PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L.; RIOS, P. R. Annealing of cold-worked austenitic stainless steels. **ISIJ International**, v. 43, p. 135–143, 2003.

PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. **Aços Inoxidáveis Austeníticos: microestrutura e propriedades**. São Paulo: Hemus, 2004.

PADILHA, A. F.; RIOS, P. R. Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels. **ISIJ International**, v. 42, p. 325–327, 2002.

PADILHA, A. F.; SICILIANO, F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. 3. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.

PAPULA, S.; SAUKKONEN, T.; TALONEN, J.; HÄNNINEN, H. Delayed cracking of metastable austenitic stainless steels after deep drawing. **ISIJ International**, v. 55, p. 2182–2188, 2015.

PLAUT, R. L.; HERRERA, C.; ESCRIBA, D. M.; RIOS, P. R.; PADILHA, A. F. A Short review on wrought austenitic stainless steels at high temperatures: processing, microstructure, properties and performance. **Materials Research**, v. 10, p. 453–460, 2007.

PRABHU, R.; ALWARSAMY, T. Effect of process parameters on ferrite number in cladding of 317L stainless steel by pulsed MIG welding. **Journal of Mechanical Science and Technology**, v. 31, p. 1341–1347, 2017.

RIVOLTA, B.; GEROSA, R.; TAVASCI, F. The dilatometric technique for studying sigma phase precipitation kinetics in F55 steel grade. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v.132, p. 869-877, 2018.

SANDIM, M. J. R. Dados ainda não publicados, 2016.

SHYR, T. W.; HUANG, S. J.; WUR, C. S. Magnetic anisotropy of ultrafine 316L stainless steel fibers. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 419, p. 400–406, 2016.

SOUZA FILHO, I. R. Dados ainda não publicados, 2015.

SOUZA FILHO, I. R.; SANDIM, M. J. R.; COHEN, R.; NAGAMINE, L. C. C. M.; HOFFMANN, J.; BOLMARO, R. E.; SANDIM, H. R. Z. Effects of strain-induced martensite and its reversion on the magnetic properties of AISI 201 austenitic stainless steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 419, p. 156–165, 2016.

SOUZA FILHO, I. R.; SANDIM, M. J. R.; COHEN, R.; NAGAMINE, L. C. C. M.; SANDIM, H. R. Z.; RAABE, D. Magnetic properties of a 17.6 Mn-TRIP steel: study of strain-induced martensite formation, austenite reversion, and athermal α' -formation. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 473, p. 109–118, 2019.

SPENCER, K.; VÉRON, M.; YU-ZHANG, K.; EMBURY, J. D. The strain induced martensite transformation in austenitic stainless steels: Part 1 – Influence of temperature and strain history. **Materials Science and Technology**, v. 25, p. 7-17, 2009.

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

TAVARES, S. S. M.; FEIJO, G. F.; FARNEZE, H. N.; SANDIM, M. J. R.; DE SOUZA FILHO, I. R. Influence of microstructure on the corrosion resistance of AISI 317L (UNS S31703). **Materials Research**, v. 20, p. 108–114, 2017.

TAVARES, S. S. M.; FRUCHART, D.; MIRAGLIA, S. A magnetic study of the reversion of martensite α' in a 304 stainless steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 307, p. 311–317, 2000.

TAVARES, S. S. M.; NORONHA, R. F. de; SILVA, M. R. da; NETO, J. M.; PAIRIS, S. 475 °C Embrittlement in a duplex stainless steel UNS S31803. **Materials Research**, v. 4, p. 237–240, 2001.

TELLES, S. C. P. **Materiais para equipamentos de processo**. 6. ed. Rio de Janeiro: Interciência Ltda, 2003.

VACHER, H. C.; BECHTOLDT, C. J. Delta ferrite-austenite reactions and the formation of carbide, sigma, and chi-phases in 18 chromium-8 nickel-3.5 molybdenum steels. **Journal of Research of the National Bureau of Standards**, v. 53, p. 67–76, 1954.

VILLANUEVA, D. M. E.; JUNIOR, F. C. P.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F. Comparative study on sigma phase precipitation of three types of stainless steels: austenitic, superferritic and duplex. **Materials Science and Technology**, v. 22, p. 1098–1104, 2006.

VOORT, G. F. Vander. **Applied metallography**. New York: Van Nostrand Reinhold, 1986. 301 p.

YANUSHKEVICH, Z.; BELYAKOV, A.; HAASE, C.; MOLODOV, D. A.; KAIBYSHEV, R. Structural/textural changes and strengthening of an advanced high-Mn steel subjected to cold rolling. **Materials Science and Engineering A**, v. 651, p. 763–773, 2016.