

**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.<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. 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<sup>a</sup>. 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:  $\varepsilon$  (hc) e  $\alpha'$  (ccc). A austenita ( $\gamma$ ) e a martensita tipo  $\varepsilon$  são ambas paramagnéticas, enquanto que a martensita  $\alpha'$  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  $\alpha'$ . 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  $\alpha'$ . 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:  $\epsilon$  (hc) and  $\alpha'$  (bcc). Austenite ( $\gamma$ ) and  $\epsilon$ -martensite are both paramagnetic, while  $\alpha'$ -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%  $\alpha'$ -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  $\alpha'$ -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

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

<b>Figura 35</b> - 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
<b>Figura 36</b> - 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
<b>Figura 37</b> - 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
<b>Figura 38</b> - 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
<b>Figura 39</b> - 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
<b>Figura 40</b> - 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
<b>Figura 41</b> - 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
<b>Figura 42</b> – 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
<b>Figura 43</b> - 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
<b>Figura 44</b> - 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
<b>Figura 45</b> - 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
<b>Figura 46</b> – 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
<b>Figura 47</b> – 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
<b>Figura 48</b> – (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

<b>Tabela 1</b> - Composição química nominal do aço 317L (em %p).....	39
<b>Tabela 2</b> - 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

$\gamma$	Austenita
$\gamma_s$	Austenita secundária
$\chi$	Chi
$\delta_t$	Deformação específica térmica
$\varepsilon$	Deformação verdadeira
$\rho$	Densidade de discordâncias
$\delta$	Espessura da parede de domínio
$\delta$	Ferrita delta
$\alpha''$	Ferrita pobre em Cr
$\alpha'$	Ferrita rica em Cr
$\eta$	Laves
$\alpha'$	Martensita ccc
$\varepsilon$	Martensita hc
R	Raio
$\sigma$	Sigma
d	Tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ )

## SUMÁRIO

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

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
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>50</b>
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
<b>5 CONCLUSÕES .....</b>	<b>85</b>
<b>6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>88</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>89</b>

## 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  $\epsilon$  são paramagnéticas, enquanto que a martensita tipo  $\alpha'$  é ferromagnética. Em consequência disso, medidas magnéticas são muito úteis para a quantificação da martensita  $\alpha'$  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  $\alpha'$  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  $H_c$ .

## 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  $800^{\circ}\text{C}$  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  $800^{\circ}\text{C}$  mostra, além da matriz austenítica, a presença de fase sigma na microestrutura. Além disso, o difratograma da amostra recozida isotermicamente em  $800^{\circ}\text{C}$  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  $800^{\circ}\text{C}$ , apresenta uma forte contribuição paramagnética.
- As estruturas com morfologia ovalada identificadas no material deformado e também recozido até  $800^{\circ}\text{C}$  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  $800^{\circ}\text{C}$  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  $500^{\circ}\text{C}$ . Após essa temperatura de recozimento, a dureza cai. O fenômeno que leva a esse ligeiro aumento de dureza entre  $400$  e  $500^{\circ}\text{C}$  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  $500^\circ\text{C}$ , 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  $600^\circ\text{C}$ , é a transformação  $\alpha' \rightarrow \gamma$ . O segundo ponto de mínimo, entre  $640$  e  $770^\circ\text{C}$ , 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.

## 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.

GÜNTER; 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.  $\epsilon$  and  $\alpha'$  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 ( $\sigma$ ) 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  $\sigma$  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  $\alpha'$ -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  $\alpha'$ -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  $\alpha'$  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.