

ESTUDO COMPARATIVO DE IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE AUSTENITA RETIDA EM AÇO TRIP POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X E DIFRAÇÃO DE ELETRONS RETROESPALHADOS*

Lourdes Amélia Pinto¹

Diana Perez Escobar²

Olívia de Souza Heleno Santos³

Rodrigo Ribeiro de Andrade⁴

José Rubens Gonçalves Carneiro⁵

Resumo

Uma das principais dificuldades na caracterização dos aços multifásicos é a identificação e quantificação das fases presentes. Este trabalho teve como objetivo identificar e quantificar a fração de austenita retida em aço TRIP, além de verificar a melhor metodologia de preparação metalográfica. Foram utilizados os métodos de difração de raios-X (DRX) e difração de elétrons retroespalhados (EBSD) para identificação e quantificação da austenita retida. Foi possível observar a diferença entre os métodos de análise adotados concluindo que a técnica de DRX é mais confiável para quantificação de austenita retida e a preparação por polimento eletrolítico é a melhor metodologia de preparação de amostra para EBSD.

Palavras-chave: Austenita retida; EBSD; raios-X; Aços TRIP.

COMPARATIVE STUDY OF IDENTIFICATION AND QUANTIFICATION OF RETAINED AUSTENITE IN STEEL TRIP BY DRX E EBSD

Abstract

One of the main difficulties in the characterization of multiphase steels is the identification and quantification of the phases present. This work aimed to identify and quantify the retained austenite fraction in TRIP steel, in addition to verifying the best metallographic preparation methodology. X-ray diffraction (XRD) and backscattered electron diffraction (EBSD) methods were used to identify and quantify retained austenite. It was possible to observe the difference between the methods of analysis adopted concluding that the XRD technique is more reliable for quantification of retained austenite and the preparation by electrolytic polishing is the best methodology of sample preparation for EBSD.

Keywords: Retained austenite; EBSD; X-Rays; TRIP Steels.

¹ Gestora da qualidade, Especialista em Processos Mecânicos de Fabricação, Técnico de Laboratório, Instituto SENAI de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, Belo Horizonte, MG Brasil.

² Engenharia Metalúrgica, Doutor, Pesquisador em Tecnologia, Instituto SENAI de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, Belo Horizonte, MG Brasil.

³ Química Industrial, Doutor, Bolsista Pesquisador Visitante, Instituto SENAI de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, Belo Horizonte, MG Brasil

⁴ Físico, Doutor, Pesquisador em Tecnologia, Instituto SENAI de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, Belo Horizonte, MG Bras.

⁵ Engenheiro Metalúrgico, Doutor, Coordenador do curso de Processo Mecânico de Fabricação no Instituto de Educação Continuada, Belo Horizonte, MG Brasil.

1 INTRODUÇÃO

A busca por novas ligas com propriedades que vão de encontro às exigências atuais do mercado, tais como; alta resistência associada à ductilidade, tenacidade e conformabilidade estão associadas aos contínuos desafios do mercado e só coexistem em decorrência da presença de diferentes constituintes microestruturais nos aços [1,2]. Como o comportamento macroscópico dos materiais é fortemente dependente da microestrutura, torna-se imprescindível a caracterização do material [3]. Desta forma a preparação para análise microestrutural adequada é de fundamental relevância, a amostra deve ser representativa e todos os seus microconstituintes devem ser preservados [4].

A preparação metalográfica e as condições de aquisição dos dados têm reflexos diretos sobre os resultados obtidos [3,4]. A maior parte das investigações metalográficas que correlacionam a estrutura e as propriedades dos materiais envolvem a determinação quantitativa de frações volumétricas das fases presentes no material; tamanho de grão, morfologia e distribuição de fases [3]. Para os aços multifásicos a identificação das fases presentes é uma das principais dificuldades.

A caracterização de aços *Transformation Induced Plasticity* - TRIP com ataques coloridos como LePera ou Klemm's associados a técnicas de observação, tais como microscopia óptica, não são suficientes para identificar os diferentes tipos de fases [5,6] e cada vez mais são utilizadas técnicas mais sofisticadas na tentativa de uma correta correlação entre as propriedades mecânicas e microestrutura nos aços [3,7]. A técnica de caracterização por microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada a um detector de Electron BackScatter Diffraction (EBSD), tem sido bastante utilizada para estudar as microestruturas dos aços, possibilitando a realização de medidas de tamanho de grãos/ sub grãos, análises de textura, características de contorno de grão, orientação de grão, identificação e quantificação de fases [8,9].

A difração de raios-X é uma técnica de caracterização indispensável, e os seus diversos métodos (filme finos, textura, Rietveld) são fundamentais para o estudo de vários aspectos dos materiais, como determinação da tensão residual e quantificação do percentual de fases [8,10].

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi identificar e quantificar austenita retida utilizando os métodos de difração de raios-X e EBSD utilizando duas técnicas distintas de preparação metalográfica, polimento eletrolítico e polimento com O-PS.

2 DESENVOLVIMENTO

Materiais e métodos

Neste trabalho foram utilizados dois aços da classe 15XX modificados quanto a teores de Mn e Si, ambos com adição de Nb. A composição química do aço é apresentada na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**

Tabela 1. Composição química dos aços classe 15XX com adição de Nb utilizados

Aço	C	Mn	Si	Nb	Al	N	Cr	Mo	Ti
1520Nb	0,20	1,42	1,54	0,031	0,019	0,071	0,21	0,07	0,013
1540Nb	0,41	1,39	1,51	0,030	0,020	0,058	0,21	0,07	0,013

Ciclos de tempera e partição

Para obtenção de uma microestrutura característica de um aço TRIP e com diferentes frações de austenita retida, foram realizados ensaios de têmpera e partição utilizando um dilatômetro de têmpera, marca TA Instruments, modelo DIL805A/T. Amostras dos aços 1520Nb e 1540Nb (com 4 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento) sofreram ciclo de tratamento térmico por têmpera e partição de acordo com o esquema da Figura 1.

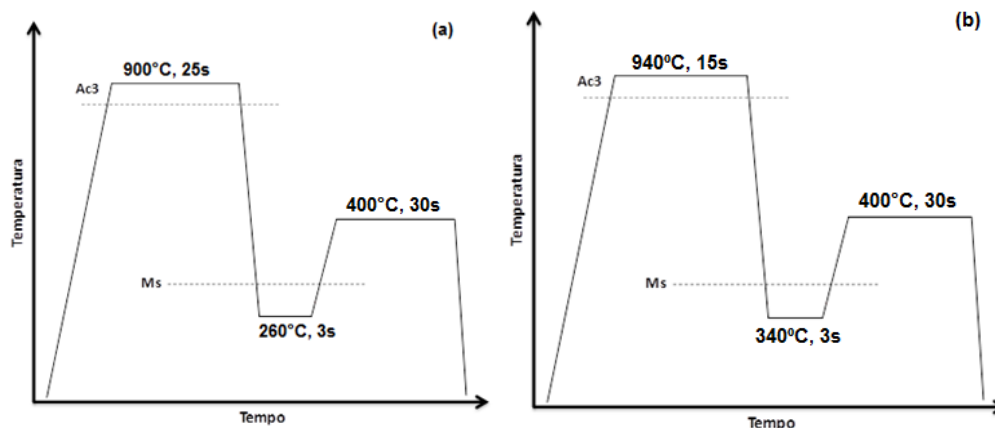


Figura 1. Diagrama esquemático de ensaios dilatométricos de têmpera e partição realizados para as ligas 1540Nb (a) e 1520Nb (b).

Preparação metalográfica

Após os ensaios de dilatometria as amostras foram preparadas metalograficamente seguindo a rota convencional de preparação. Foi realizado o corte, embutimento, lixamento com lixas de granulometria variando de 220 a 1500#, polimento com suspensão de diamante com granulometria de 1 e 3 μm . Após polimento com suspensão de diamante de 1 μm , as amostras foram submetidas a acabamento final por polimento mecânico com sílica coloidal (O-PS) por 25 minutos carga de 15N e rotação de 100rpm. As amostras também sofreram polimento eletrolítico com uma solução de 730ml etanol, 90ml água destilada, 100ml 2-Butoxietanol, 78ml ácido perclórico por 25 segundos com 16V a aproximadamente 10°C.

Difração de elétrons retroespalhados – EBSD

As amostras foram analisadas utilizando um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) modelo JEM 7100 FLV – da marca JEOL. O MEV está acoplado com detectores de EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) e de EBSD (modelo HKL Nordlys-Max) da Oxford. O software utilizado para análises foi o Channel 5 da Oxford Instruments. Após a aquisição de dados eles foram tratados no módulo Tango (*software* de tratamento de dados que permite plotar e medir vários tipos de mapas de EBSD, como, mapas de orientação cristalográfica, mapas de contorno de grãos, dentre outros) presente no *software* Channel5 e no Origin.

Difração de raios-X – DRX

Para determinação de fração de austenita retida, foram realizadas medidas de Difração de raios-X. As medidas de DRX foram conduzidas no difratômetro Rigaku SmartLab de 9 kW, anodo rotatório de Cr como fonte de raios-X, detector D/Tex Ultra, geometria de feixe paralelo, faixa de varredura 2θ , voltagem de 40 kV e

corrente de 180 mA. O cálculo das fases foi realizado de acordo com a norma ASTM E975-2013 considerando as áreas dos picos correspondentes aos índices de Miller hkl (110) para Fe α (martensita) e (111) para Fe γ (austenita).

RESULTADOS

Identificação e quantificação de Austenita retida – EBSD

Foram realizadas análises via EBSD para as amostras finalizadas com O-PS e polimento eletrolítico a fim de identificar a distribuição de fases presentes e quantificar a fração de austenita retida. As Figuras 2 e 3 ilustram os mapas obtidos por EBSD das amostras 1540Nb e 1520Nb respectivamente e Tabela 2, apresenta os resultados da quantificação de fases destas análises.

Tabela 2. Fração de austenita retida e martensita/ferrita por EBSD

Amostra	Polimento	Método de quantificação	% Fe α	% Fe γ
1540Nb	O-PS	EBSD	90	10
1540Nb	Eletrolítico	EBSD	82	18
1520Nb	O-PS	EBSD	99	1
1520Nb	Eletrolítico	EBSD	96	4

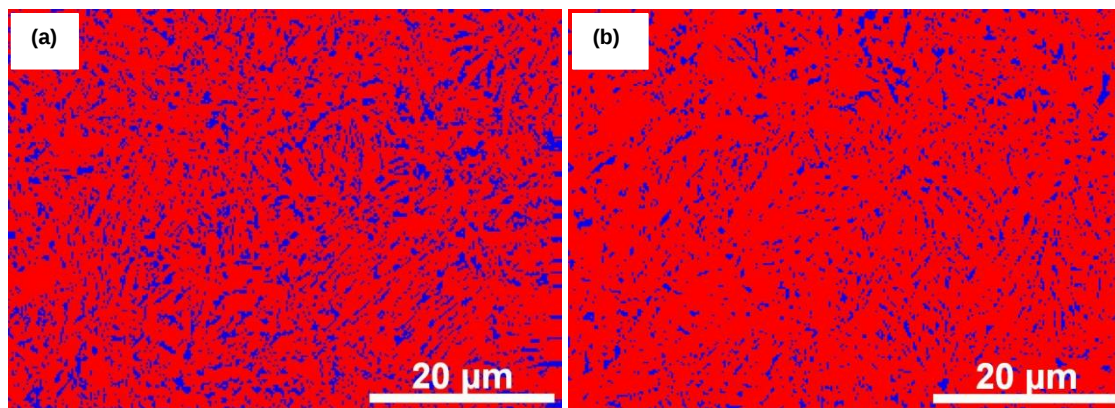


Figura 2. Mapa de distribuição de fases obtida por EBSD, polimento eletrolítico (a) e polimento com O-PS (b), evidenciando as fases (austenita, em azul) e (martensita/ferrita, em vermelho) para amostra 1540Nb.

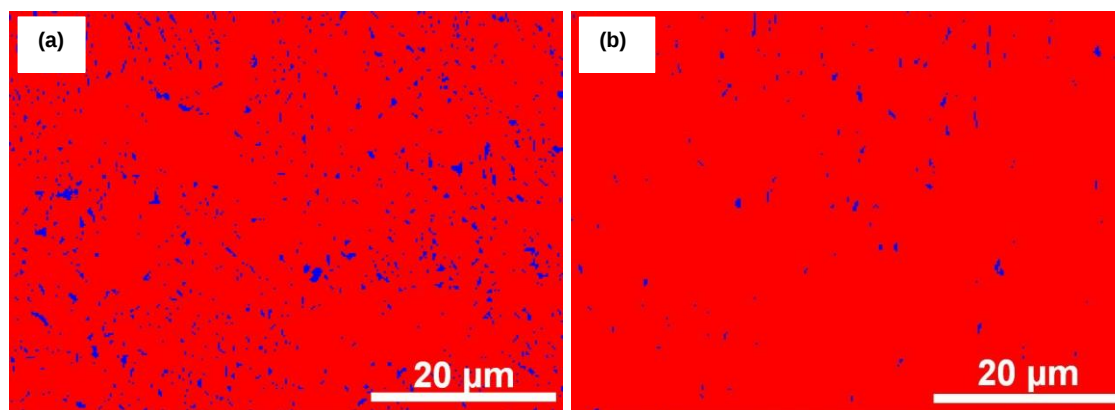


Figura 3. Mapa de distribuição de fases obtida por EBSD, polimento eletrolítico (a) e polimento com O-PS (b), evidenciando as fases (Austenita, em azul) e (martensita/ferrita, em vermelho) para amostra 1520Nb.

Identificação e quantificação de Austenita retida – Raios-X

A quantificação da fração de austenita retida obtida por difração de raios-X é apresentada na Tabela 3. A fração relativa foi calculada pelo método ASTM E975. Para quantificação do percentual de austenita retida foram considerados apenas os dois primeiros picos, os de maior intensidade. As Figura 4 e 5 apresentam os difratogramas medidos para as amostras 1540Nb e 1520Nb, respectivamente. Através deles foi possível distinguir as fases Fe CFC (Austenita), e Fe CCC (Martensita/ferrita), e determinar a fração relativa de cada uma delas.

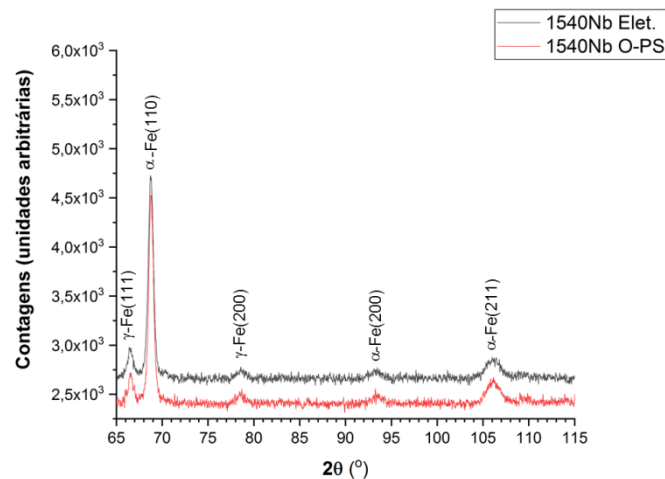


Figura 4. Difratogramas e determinação das fases Fe CFC e Fe CCC para liga 1540Nb com polimento eletrolítico (a) e polimento com O-PS (b)

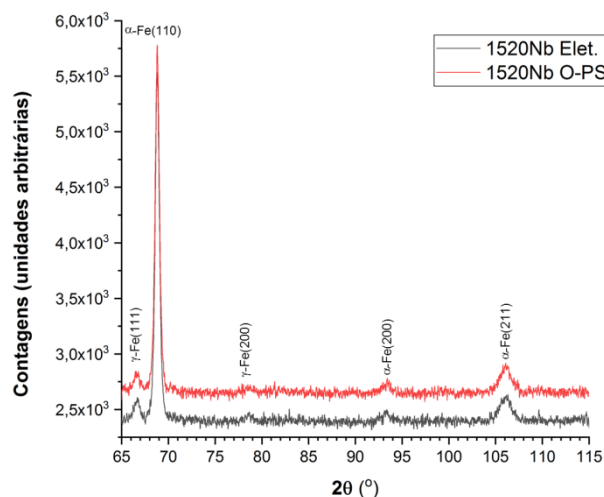


Figura 5. Difratogramas e determinação das fases Fe CFC e Fe CCC para liga 1520Nb com polimento eletrolítico (a) e polimento com O-PS (b)

Tabela 3. Fração de austenita retida e martensita/ferrita por difração de raios-X

Amostra	Polimento	Norma	% Fe α	% Fe γ
1540Nb	O-PS	ASTM E975	83 (2)	17 (1)
1540Nb	Eletrolítico	ASTM E975	81 (2)	19 (1)
1520Nb	O-PS	ASTM E975	92 (2)	8 (1)
1520Nb	Eletrolítico	ASTM E975	91 (2)	9 (1)

DISCUSSÃO

Para quantificação por EBSD é possível observar que o método de finalização das amostras possui grande influência, especialmente, para aços TRIP. Com a deformação induzida pelo polimento mecânico (O-PS), pode ocorrer transformação da austenita retida em martensita na superfície, e devido à profundidade de penetração no feixe na amostra (~100nm) nesta técnica, os dados são adquiridos somente na superfície o que irá influenciar a quantificação de fases, diminuindo a fração da austenita retida.

Na difração de raios-X a profundidade de penetração alcançada na aquisição de dados é suficiente para atingir um volume constante de fases, extinguindo a interferência da superfície na quantificação. Desta forma para ambos os métodos de preparação não era esperado diferença entre a fração de austenita retida. O que foi confirmado pelos resultados de difração de raios-X.

A diferença encontrada nos resultados da quantificação por EBSD e pela técnica de DRX é devido à diferença de volume de amostra alcançado característicos de cada técnica. Por DRX a penetração dos raios X alcança um volume constante de fases superior àquele alcançado por EBSD.

CONCLUSÕES

A técnica de raios-X é mais confiável para quantificação de fase que o EBSD, uma vez que, as análises são realizadas em um volume maior do material. Contudo, a análise por EBSD possibilita visualizar a distribuição das fases, o que não é possível por raios-X. Sendo assim, sugere-se que, dependendo dos resultados esperados, se faz necessário utilizar o EBSD como uma técnica complementar.

Agradecimentos: Os autores agradecem a Gerdau Aços Especiais por fornecer as amostras e a CBMM pelas discussões técnicas. Lourdes Amélia Pinto agradece o Instituto SENAI de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, local onde este estudo foi realizado.

REFERÊNCIAS

- 1 FERRER, Modesto Hurtado. Tenacidade à fratura do aço AISI/SAE- 4140 quando tratado através de têmpera e partição. Joinville: Ufsc, 2013. 20 p.
- 2 GORNI, A. A.; Aços avançados de alta resistência: microestrutura e propriedades mecânicas, Corte e Conformação de Metais, 44, pp. 26-57, 2008.
- 3 PADILHA A.F., AMBROSIO F.F. Técnicas de análise microestrutural, São Paulo: Ed. Hemus, 1985, 190p.
- 4 Colpaert, H. (1994). Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns. In *Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns*. Edgard Blucher.
- 5 AZEVEDO, C. R. F.; CAMPOS, B. A. Breve História da Metalografia. Metalurgia e Materiais, v.573. ABM. nov. 2007. [Acesso em: 20/03/2019]; Disponível em: <http://www.pmt.usp.br/LCMHC/textos/CENTENARIO%20NA%20METALOGRAFIA%20FINAL.pdf>.
- 6 Fukugauchi, C. S. (2010). Metodologia para caracterização metalográfica de um aço TRIP por microscopia óptica. [Acesso em: 20/03/2019]; Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/handle/11449/94424>.
- 7 MARTINS, Ana Rosa Fonseca de Aguiar. Têmpera e Partição em Aços de Alta Resistência contendo Ni: Modelagem Cinética, Microestrutura e Propriedades

- Mecânicas. 2007. 147 f. 2007. Tese (Doutorado)-Curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Ciência dos Materiais e Metalurgia, Pontifícia Universidade Católica, Rio de Janeiro.
- 8 Santos D. B. Apostila de Metalografia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2008, 104p.
- 9 Tomaz, R. F., Santos, D. B., Camey, K., Barbosa, R., Andrade, M. S., & Escobar, D. P. (2019). Complex phase quantification methodology using electron backscatter diffraction (EBSD) on low manganese high temperature processed steel (HTP) microalloyed steel. *Journal of Materials Research and Technology*. [Acesso em: 20/03/2019]; Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2238785418308834?via%3Dihub>.
- 10 CULLITY, B. D. Elements of X-Ray Diffraction. USA: Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 1978.