

# THE IMPACT OF METALLOGRAPHIC SAMPLE PREPARATION ON THE RETAINED AUSTENITE QUANTIFICATION BY MEANS OF EBSD IN AHSS STEEL \*

Rodrigo Bessa Julião<sup>1</sup>  
Vanucci de Medeiros Costa<sup>1</sup>  
Jetson Lemos Ferreira<sup>2</sup>  
Flávio José Saraiva Rodrigues<sup>2</sup>  
Fabrício Moreira Cerqueira<sup>2</sup>  
Joelma Krugel Brites<sup>3</sup>  
Nicolau Apoena Castro<sup>4</sup>

## Abstract

Two major drivers for the use of newer steels in the automotive industry are fuel efficiency and increased safety performance. Fuel efficiency is mainly a function of weight of steel parts, which in turn, is controlled by gauge and design. Safety is determined by the energy absorbing capacity of the steel used to make the part. All of these factors are incentives for automakers to use Advanced High Strength Steels (AHSS) in order to replace the conventional steels used to manufacture structural parts in the past. Due to the great importance that surrounds the development and optimization of current and new steels, this work has proposed to optimize the metallographic preparation method for the quantification of retained austenite by Electron Backscatter Diffraction (EBSD) in AHSS steel. The Rietveld method applied to X-ray diffraction was used as a reference in the present study. Two different final polishing techniques were applied by immersion in colloidal silica: Vibration polishing using the Vibromet polisher and polishing using the Minimet polisher. For each of those methods, the polishing time was varied. The results indicated that polishing using the Minimet polisher was more efficient for this application. In addition, the EBSD method presented reliable results, close to the reference value, when the polishing method was efficient for the removal of the work-hardened layer by the previous steps of metallographic preparation.

**Keywords:** AHSS; Retained Austenite; Metallography; XRD; EBSD.

- <sup>1</sup> *Graduando, aluno, departamento de engenharia de materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, Rio Grande do Norte, Brasil.*
- <sup>2</sup> *Me., Engenheiro Metalúrgico, Pesquisador, Centro de Pesquisa Global da ArcelorMittal, Vitória, ES, Brasil.*
- <sup>3</sup> *Engenheiro Metalúrgico, Técnica de Pesquisa, Centro de Pesquisa Global ArcelorMittal, Vitória, ES, Brasil.*
- <sup>4</sup> *Doutor, professor, departamento de engenharia de materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, Rio Grande do Norte, Brasil.*

## 1 INTRODUÇÃO

O setor automotivo vem sofrendo grandes mudanças ao longo dos últimos anos, visando a geração de veículos mais eficientes em termos energéticos e de segurança. Esse movimento tem levado as siderúrgicas a avançar cada vez mais rápido, nos projetos de desenvolvimento de novos aços. Para a classificação desses aços tem-se adotado três designações: - classificação metalúrgica inclui aços de baixa resistência, aço convencional de alta resistência e os mais novos tipos de aços avançados de alta resistência (AHSS); - designação por resistência do aço, importante para os projetistas de peças; - classificação por características mecano-metalúrgicas, ou seja, por propriedades mecânicas (alongamento total, o expoente de encruamento, índice de expansão de furo) ou por tipo e fração de fases presentes no aço. [1,2]

A quantificação de austenita retida em aço AHSS demonstra ser fundamental principalmente para a indústria automotiva. A austenita retida, que é uma fase metaestável, segundo Fonstein[3], presente de forma significativa em peças que compõem o habitáculo do automóvel se transforma em martensita após a estampagem, proporcionando ao aço final excelentes propriedades tais como absorção de impacto, deformação e resistência mecânica. Estas características traduzem em uma maior segurança para os ocupantes do veículo, sendo assim, importante objeto deste estudo.

Segundo Maitland e Sitzman[4], em seu artigo sobre a técnica de EBSD, a difração de elétrons retroespalhados (EBSD) é uma técnica microanalítica para estudar a estrutura cristalina e a orientação cristalográfica da superfície de uma amostra, que pode chegar à resolução de até 20 nanômetros. A técnica de EBSD fornece informações quantitativas sobre a orientação local do cristal, fase, caracterização da morfologia

do grão, bem como textura cristalográfica, tensões internas e defeitos nas amostras, sejam elas metálicas, minerais, semicondutores e cerâmicas.

O funcionamento dessa técnica parte da obtenção de amostras bem polidas ou que possuem filmes finos depositados em sua superfície. A amostra é então posicionada inclinada a 70° em relação ao eixo da abscissa e interage com um feixe de elétrons da ordem de 10 a 30 kV e uma corrente que varia de 1 a 50 nA. A interpretação da análise feita com o auxílio de um computador se dá através da detecção das bandas de Kikuchi, utilizando a transformada de Hough, muito utilizada em processamento digital de imagens na detecção de formas. A identificação de fases ocorre quando o software compara o padrão encontrado com um banco de dados selecionado, de modo a escolher a solução com menor aderência (menores desvios em relação ao padrão adquirido). Como resultado é coletada uma matriz com as informações de fase, orientação cristalográfica e qualidade do padrão em função da posição da superfície analisada. A partir dessa matriz é possível construir mapas de fases, orientações, contornos de grãos e índice de qualidade, dentre outros.

Existe outro método para quantificação da austenita retida, que é a utilização do refinamento de Rietveld a partir de uma análise utilizando difração de raios-X. Segundo Morawiec e Grajcar[5], o método de Rietveld é um método computacional utilizado para identificação de fases em estruturas cristalinas e de análise quantitativa dessas fases. O algoritmo utilizado funciona através de uma projeção ou cálculo teórico do difratograma do material estudado, através de *inputs* relacionados a estrutura cristalina do material alvo, como parâmetros de rede e os tipos de átomos na rede cristalina.

Um dos principais aspectos quando da utilização do método de Rietveld é a qualidade do padrão de

difração medido, uma vez que esse método utiliza da comparação entre os picos característicos calculado e o medido. Ainda segundo Morawiec e Grajcar, as principais dificuldades que podem ser observadas estão justamente no erro de sobreposição dos padrões de difração, o que pode levar a resultados variados ou até mesmo errôneos. Ainda segundo os autores, um exemplo do motivo para tais diferenças de padrão de difração está em células unitárias com diferentes valores de distâncias interatômicas, devido ao aumento ou à redução do parâmetro de rede provocado por defeitos pontuais da rede cristalina.

## 2 MATERIAIS E MÉTODO

No presente estudo, buscou-se avaliar o efeito da preparação metalográfica na quantificação de fração de austenita retida via EBSD (Difração de Elétrons Retroespalhados), em um aço avançado de alta resistência (AHSS) fabricado pela ArcelorMittal, contendo composição química com valores máximos especificados de 0,2%C; 1,0%Si; 2,0%Al e 2,5%Mn associado a elementos de liga (Ti, Nb, Cr e Mo). As amostras em estudo são provenientes da tira galvanizada, as quais foram retiradas na linha de acabamento final da ArcelorMittal.

O trabalho foi realizado em duas etapas. A primeira, consistiu-se na análise via difração de raios-X (DRX), aplicando-se o refinamento Rietveld, no laboratório de caracterização de materiais do Centro de Pesquisas Global R&D – Brazil da ArcelorMittal. Na segunda etapa, o material foi analisado via EBSD, no Laboratório de Caracterização Estrutural de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN).

A fração de austenita retida via Rietveld foi adotada como valor de referência para a comparação com os resultados obtidos via EBSD. É importante ressaltar que a preparação metalográfica

de amostras para EBSD é uma etapa fundamental para a qualidade dos resultados obtidos, visto que o padrão de difração de elétrons retroespalhados (EBSP) é extremamente sensível ao nível de encruamento da superfície de análise, uma vez que o volume de interação do feixe de elétrons é da ordem de 10 nm a 50 nm. Além disso, a austenita retida presente nos aços AHSS pode ser transformada durante as etapas de lixamento e polimento, acarretando valores de austenita retida menores. Já a análise via DRX é menos sensível, já que o volume de interação do feixe de raios-X é maior (aproximadamente 6  $\mu\text{m}$  para radiação de Co)[6], não requerendo, portanto, o mesmo nível de acabamento.

### 2.1 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

No sentido de avaliar o efeito da preparação metalográfica nos valores de fração de austenita retida obtidos via EBSD, foram avaliados dois tipos de polimentos finais por imersão em sílica coloidal: o polimento em politriz Minimet e o polimento vibracional em politriz Vibromet, variando-se o tempo de polimento. Foram analisadas seções longitudinais à direção de laminação da chapa. As amostras foram cortadas em cortadeira metalográfica de precisão, embutidas a quente, lixadas e polidas até suspensão diamantada de 1  $\mu\text{m}$  em lixadeira/politriz rotativa automática, conforme norma ASTM E3-11. Como etapa final de preparação adotou-se o polimento por imersão em sílica coloidal, utilizado para realizar polimento químico e mecânico, de modo a minimizar o efeito do encruamento durante as etapas metalográficas. Foram realizados polimentos com 2 h, 12 h e 24 h em politriz Vibromet, aplicando-se carga de 1 N (valor máximo disponível no equipamento). Já para a amostra polida via politriz Minimet aplicou-se carga mínima de 5 N (valor mínimo disponível no equipamento) por 24 h. Os valores de carga de polimento

foram escolhidos observando-se o menor nível disponível para a Minimet, de modo a minimizar o encruamento em decorrência dessa etapa. Já para a Vibromet, o maior valor disponível (1 N) foi escolhido visando-se aumentar a planicidade da superfície de polimento, característica desejada para a análise via EBSD. É importante mencionar que o polimento vibracional tem como características a promoção de baixo nível de encruamento e baixas taxas de remoção de material, exigindo tempos longos de preparação. Já a politriz Minimet promove maiores taxas de remoção e maiores níveis de encruamento, esse último minimizado pela sílica coloidal, que promove ação de polimento químico e abrasivo. Para minimizar o encruamento decorrente desse tipo de polimento, utilizou-se a menor carga disponível.

Para a análise via DRX/Rietveld utilizou-se amostra de seção planar, lixada até  $\frac{1}{4}$  da espessura, seguido de polimento com suspensão diamantada de  $3\ \mu\text{m}$  e  $1\ \mu\text{m}$ . Nesse caso, foram analisadas seções planares, já que as seções longitudinal ou transversal da chapa não proporcionam área compatível com o feixe de raios-X do difratômetro utilizado. Para minimizar a diferença entre as seções analisadas dos diferentes métodos de análise (DRX e EBSD), ambas as análises foram realizadas a  $\frac{1}{4}$  da espessura.

## 2.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Para a realização dos ensaios utilizando difração de raios-X, foi utilizado o equipamento Epyrion Alpha 1 da marca Malvern Panalytical.

O software utilizado para o refinamento de Rietveld foi o HighScore Plus. Os espectros característicos obtidos nesse trabalho foram comparados com os dados alimentados pelo banco de dados de difração da Joint Comete on Powder Diffraction Standards (JCPD).

## 2.3 Electron Backscatter Diffraction – EBSD

As análises via EBSD foram realizadas no microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo de modelo Auriga 40, da marca Zeiss, utilizando detector de elétrons retroespalhados e-Flash da Bruker. Os parâmetros de aquisição de dados foram os seguintes:

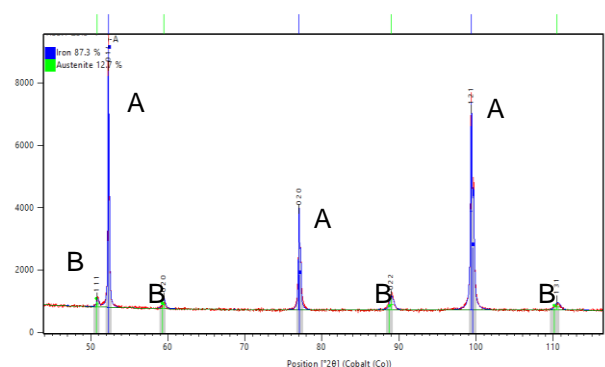
- Inclinação da amostra a  $70^\circ$  em relação ao feixe;
- Ampliação de 1000 e 2000 vezes;
- Distância de trabalho de 14 mm;
- Tensão: 20 kV;

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Com o objetivo de quantificar a fração de austenita retida presente no aço fornecido, utilizou-se a difração de raios-X com posterior etapa de refinamento via método de Rietveld.

### 3.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

O resultado da análise de difração de raios-X com aplicação do método de Rietveld pode ser observado na figura 1.



**Figura 1.** Padrão de difração do aço estudado. “A” indica os picos referentes à ferrita e “B” os picos referentes à austenita.

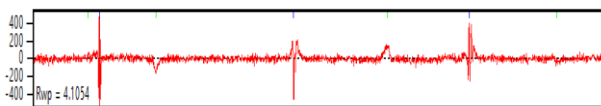
Na figura 1, ocorre a presença de 3 picos maiores (A) e 4 picos menores (B).



Após a geração do padrão de difração, foi realizada a caracterização dos picos, relacionando-os aos respectivos planos, através de dados provenientes do banco de dados JCPD.

### 3.1.1 Resultado do refinamento de Rietveld

A aplicação do refinamento Rietveld para o difratograma da figura 1 retornou como resultado dados semelhantes ao trabalho de Morawiec e Grajcar[5], ou seja, a aproximação das curvas dos desvios ponderados (Rwp), que mostram o quanto os resultados obtidos estão díspares em relação ao resultado ideal, como mostra a figura 2.



**Figura 2.** Representação das curvas diferenciais entre o resultado obtido pelo método de Rietveld e os valores obtidos via difração de raios-X.

Ainda na análise do presente trabalho, outro parâmetro importante elencado por Morawiec e Grajcar[5], é o grau de ajuste ou índice de qualidade do refinamento (GoF), que representa o quanto o refinamento é representativo estatisticamente. Quanto mais próximo de 1 for esse valor, melhor o ajuste. Outro parâmetro importante é o resíduo, que é utilizado para monitorar a qualidade do refinamento e possíveis dificuldades de ajustes.

O resíduo esperado e o decorrente do refinamento são apresentados por R esp e R wp, respectivamente. Esses valores são calculados baseados nas diferenças de intensidades dos picos calculados e medidos. Os valores obtidos para o GoF, R esp e Rwp estão representados na tabela 1.

**Tabela 1.** Parâmetros de avaliação do refinamento de Rietveld.

Parâmetro	Valor
Índice do Refinamento (GoF)	1,20331

R esp (%)	3,41178
R wp (%)	4,10543

Do ponto de vista estatístico, o refinamento realizado apresentou boa aderência com os resultados experimentais, indicados pelos valores de Rwp e GoF. Valores menores que 5 e próximos de 1, respectivamente, são considerados bons indicativos da qualidade do resultado. Apesar de ser uma técnica utilizada frequentemente para a quantificação de fases, o método de Rietveld apresenta possíveis erros que podem prejudicar a confiabilidade da técnica como, por exemplo, a presença de textura cristalográfica no material analisado. No presente trabalho, foi adotado um algoritmo de ajuste do refinamento, de modo a minimizar o efeito da orientação cristalográfica preferencial, comumente presente em aços laminados. No entanto, tal correção, embora necessária, pode gerar incertezas nos resultados de quantificação. Embora se tenha conhecimento dos desafios e limitações encontrados para o método de Rietveld aplicado à análise de amostras com forte textura cristalográfica, esse método foi utilizado como ponto de referência para avaliação dos resultados obtidos via EBSD, já que não estavam disponíveis outros métodos de quantificação de austenita em aços. A aplicação do método de Rietveld no difratograma da figura 1, levou ao resultado de 12,7% de austenita retida.

## 3.2 Electron Backscatter Diffraction – EBSD

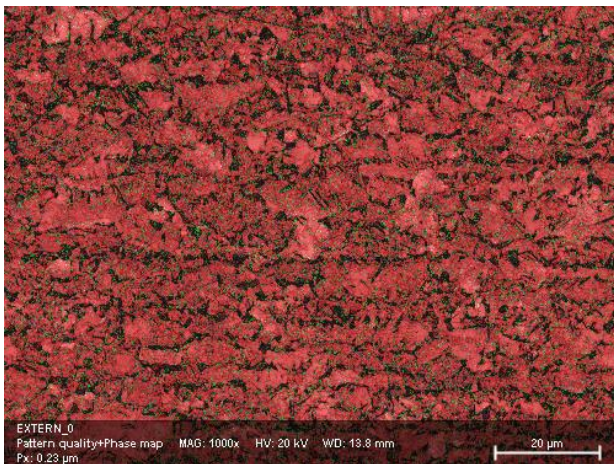
### 3.2.1 Resultados de EBSD para polimento final na politriz Vibromet

Os resultados para cada tempo de polimento vibracional, descrito no procedimento experimental, podem ser observados nos mapas de fases a seguir, figuras 3, 4 e 5. A tabela 2 apresenta as porcentagens de fases identificadas (ferrita e austenita), bem como a porcentagem de

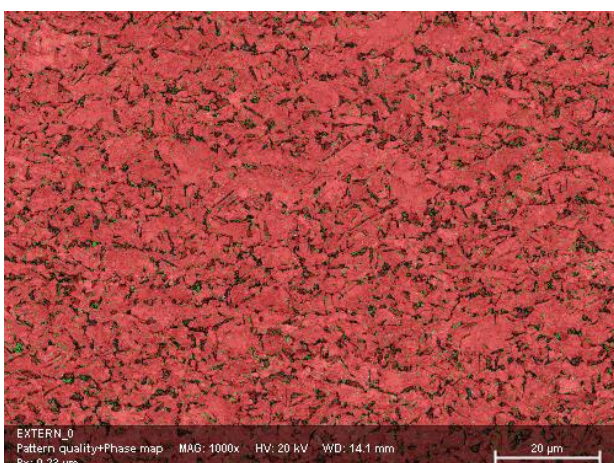
pontos não indexados por apresentarem padrão de qualidade insuficiente. Para os cálculos de ferrita e austenita, foram retirados os pontos não indexados, ou seja, os valores das fases foram normalizados dentre os pontos indexados. Os resultados são apresentados na tabela 2.

**Tabela 2.** Porcentagem de fases identificadas via EBSD das amostras polidas em Vibromet.

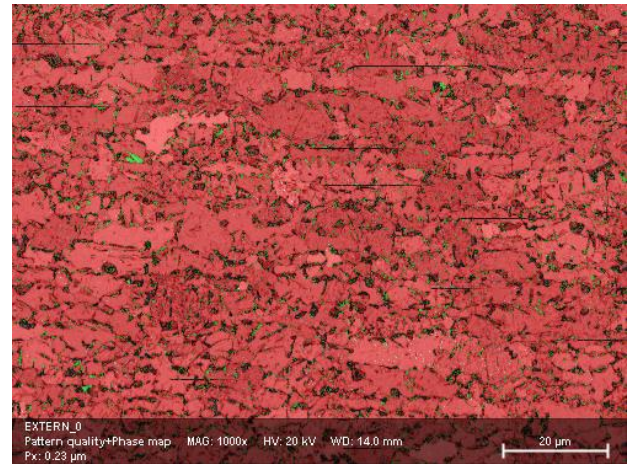
Tempo de polimento na vibromet / Fase	2h	12h	24h
Austenita Retida (%)	8,2	4,3	4,5
Ferrita (%)	91,8	95,7	95,5
Não indexados (%)	29,2	12,6	11,2



**Figura 3.** Mapa de fase obtido via EBSD com polimento vibracional por 2 horas.



**Figura 4.** Mapa de fase obtido via EBSD com polimento vibracional por 12 horas.



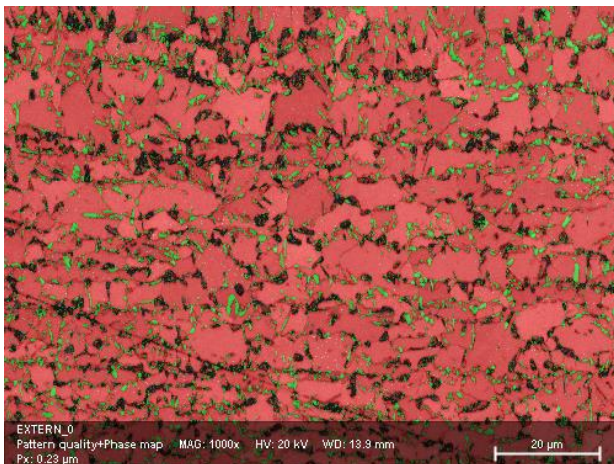
**Figura 5.** Mapa de fase obtido via EBSD com polimento vibracional por 24 horas.

Os resultados obtidos indicam uma forte tendência de redução dos pontos não indexados em função do aumento do tempo de polimento vibracional. Tal comportamento pode ser explicado pela remoção de camadas afetadas pelo encruamento decorrentes das etapas anteriores de preparação. Já o valor de austenita retida apresentou tendência à redução em função do aumento do tempo de polimento. Tal resultado provavelmente está relacionado ao gradiente de dureza entre a ferrita e a austenita, o qual promoveu a formação de pronunciado relevo na superfície de polimento final. Dessa forma, as ilhas de austenita ficaram em baixo relevo, dificultando a detecção via EBSD. Vale mencionar que, para esse tipo de análise, uma superfície com alta planicidade é requerida.

### 3.2.2. Resultados de polimento de acabamento na Minimet

Os mapas de fases da amostra após polimento em Minimet são apresentados a seguir, figura 6.





**Figura 6.** Mapa de fases obtido via EBSD para amostra com polimento via Minimet por 24 horas.

A tabela 3 apresenta os valores referentes à fração de cada fase.

**Tabela 3.** Porcentagem de cada fase identificada.

Fase	Média	Desvio Padrão
Austenita Retida (%)	11,2	0,5
Ferrita (%)	88,8	2,0
Não indexados (%)	11,0	0,8

Comparando o resultado das tabelas 2 e 3 é possível observar, primeiramente, que a fração de pontos não indexados para os tempos de 24 horas de polimento se aproximam de 11%. Embora os métodos de polimento sejam bastante distintos, esse valor semelhante indica que, para ambos os casos, o método foi eficiente para a eliminação do encruamento. Provavelmente os pontos não indexados nas amostras com longo tempo de polimento, 24 horas, são decorrentes de microfases e microconstituintes com alta concentração de defeitos na rede cristalina, como a martensita, o constituinte MA (Martensita-Austenita) e regiões de bainita. É possível observar nos mapas das figuras 4 a 6 que os pontos não indexados (regiões escuras) se encontram em contornos de grãos ferríticos, onde está concentrado o segundo constituinte em aços AHSS. Na figura 6, algumas ilhas de segundo constituinte são completamente austeníticas, indicando que o método de

preparação promoveu condições para a indexação desse constituinte, sem a ocorrência de transformação martensítica induzida por deformação. Já em outras regiões, as ilhas apresentam-se como pontos não indexados, provavelmente associados aos constituintes de baixa temperatura de transformação (MA e bainita). Para o polimento vibracional, não foi possível observar ilhas completamente austeníticas, provavelmente devido ao pronunciado relevo gerado.

Portanto, as frações de austenita obtidas via diferentes métodos de polimento apresentou valores muito distintos. O polimento em politriz Minimet proporciona alta planicidade da superfície da amostra, gerando condições favoráveis à análise via EBSD. Outro ponto favorável em relação à preparação via Minimet é o valor da quantificação de austenita retida, o qual ficou próximo do valor de referência, obtido via Rietveld (12,7%).

Com base nos resultados obtidos, verificou-se que o polimento em politriz Minimet é mais indicado que o polimento vibracional para amostras contendo quantidades significativas de austenita retida. Na comparação com o método Rietveld, os valores obtidos via EBSD foram ligeiramente inferiores, fato este que pode estar relacionado ainda à uma pequena quantidade de decomposição da austenita durante as etapas de preparação metalográfica. No entanto, as incertezas intrínsecas ao método Rietveld também devem ser levadas em consideração, principalmente em relação ao tratamento matemático necessário para a correção da textura cristalográfica. Nesse aspecto, o método de EBSD aplicado à quantificação de austenita retida é mais confiável, sendo que o resultado não é afetado pela textura da amostra.

Como sugestão de continuidade do estudo, sugere-se avaliar o efeito da força de polimento vibracional nos resultados de austenita retida via EBSD. É possível que a aplicação de maiores cargas de polimento proporcione a formação de uma

superfície mais plana, de modo a promover melhores condições para a análise via EBSD. Embora o equipamento Vibromet proporcione, na condição de fábrica, a limitação de carga máxima de 1 N, é possível fabricar porta amostras que permitam a aplicação de cargas maiores. Também sugere-se avaliar outros métodos de polimento, como polimentos eletrolítico e iônico, visando a utilização de métodos que não promovam o encruamento e, conseqüentemente, a transformação martensítica induzida por deformação.

#### 4 CONCLUSÃO

A preparação metalográfica utilizando-se politriz Minimet apresentou melhores resultados em comparação com a politriz Vibromet para a quantificação de fração de austenita retida em aço AHSS via EBSD; Os valores de fração de austenita retida via Rietveld e via EBSD das amostras polidas em Minimet apresentaram resultados próximos, 12,7% e 11,2%, respectivamente, indicando que o método é interessante para essa aplicação; Os valores de fração de pontos não-indexados diminuem com o aumento do tempo de polimento vibracional, indicando que o método promove a remoção de camadas encruadas pelas etapas anteriores de preparação; A quantidade de austenita obtida via EBSD é menor quando utilizado o polimento vibracional, provavelmente devido ao pronunciado relevo promovido por esse método.

#### REFERÊNCIAS

- 1 World Auto Steel. Advanced High-Strength Steels Application Guidelines Version 6.0. Disponível em: &lt;<https://www.worldautosteel.org/projects/advanced-high-strength-steel-application-guidelines/>&gt; Acesso em: 15 de março de 2019.
- 2 T.B. Hilditch, T. de Souza, P.D. Hodgson, 2 - Properties and automotive applications of advanced high-strength steels (AHSS), Editor(s): Mahadev Shome, Muralidhar Tumuluru, Welding and Joining of Advanced High Strength Steels (AHSS), Woodhead Publishing, 2015, Pages 9-28, ISBN 9780857094360, <https://doi.org/10.1016/B978-0-85709-436-0.00002-3>.
- 3 Fonstein, N. Advanced High Strength Sheet Steels: Physical Metallurgy, Design, Processing, and Properties. 1. ed. Springer International Publishing, 2015.E-Book. ISBN 978-3-319-19165-2.
- 4 Maitland T., Sitzman S. (2006) Backscattering Detector and EBSD in Nanomaterials Characterization. In: Zhou W., Wang Z.L. (eds) Scanning Microscopy for Nanotechnology. Springer, New York, NY. DOI: [https://doi.org/10.1007/978-0-38739620-0\\_2](https://doi.org/10.1007/978-0-38739620-0_2). Online ISBN: 978-0-387-39620-0.
- 5 M. Morawiec, A. Grajcar. Some aspects of the determination of retained austenite using the Rietveld refinement. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. Volume 80. Issue 1. January, 2017.
- 6 Frączek, T., Olejnik, M., & Pilarska, M. (2015). X-Ray Phase Analysis Of Nitrided Layers Of X2CrNiMo17-12-2 Austenitic Steel, *Archives of Metallurgy and Materials*, 60(3), 2005-2012. doi: <https://doi.org/10.1515/amm-2015-0340>