

*S. Uusikallio, M. Jaskari, A. Kisko, T. Nyo, D. Porter, J. Kömi*

# Sample Preparation Challenges with Highly Metastable Ferritic-Austenitic Stainless Steels

## Herausforderungen bei der Probenpräparation von hochmetastabilen ferritisch-austenitischen Edelstählen

*Received: December 31, 2018*

*Accepted: February 06, 2019*

*Eingegangen: 31. Dezember 2018*

*Angenommen: 06. Februar 2019*

*Übersetzung: M. Lackas*

### Abstract

The effects of different sample preparation techniques on a set of laboratory hot-rolled and thermally cycled ferritic-austenitic stainless steels containing 19–20 wt.% Cr have been studied. The differences in chemical composition led to different volume fractions of ferrite and austenite and austenite stabilities, which were characterized using composition-based estimates of  $M_{d30}$  and  $M_s$  temperatures. The sample preparation methods were combined mechanical and chemical polishing, electrolytical polishing and ion beam cross section polishing. The ferrite-austenite phase ratio and tendency for phase transformation varied with the chemical composition of the steel. Elec-

### Kurzfassung

Die Auswirkungen unterschiedlicher Präparationstechniken an einer Reihe von im Labor warmgewalzten und thermisch wechselbelasteten ferritisch-austenitischen Edelstählen mit 19–20 wt.% Cr wurden untersucht. Die Unterschiede der chemischen Zusammensetzung führten zu unterschiedlichen Volumenanteilen und ferritischen und austenitischen Stabilitäten, die mithilfe von kompositionsbasierten Schätzungen der  $M_{d30}$ - und  $M_s$ -Temperaturen charakterisiert wurden. Die Präparationsmethode für die Probe bestand aus einer Kombination aus mechanischem und chemischem Polieren, elektrolytischem Polieren und Ionenstrahl-Querschliff-Polieren. Das ferritisch-austeniti-

### Authors:

**Sampo Uusikallio, Anna Kisko, Tun Tun Nyo, David A. Porter, Jukka Kömi** Materials and Mechanical Engineering, Centre for Advanced Steels Research (CASR), University of Oulu, Finland; e-mail: sampo.uusikallio@oulu.fi

**Matias Jaskari** Future Manufacturing Technologies, Kerttu Saalasti Institute, University of Oulu, Finland

tropolishing is shown to be the only sample preparation method not to cause martensite formation in samples containing metastable austenite.

## 1. Introduction

Ferritic-austenitic duplex stainless steels are widely used for structural purposes as they offer desirable combinations of good mechanical properties and corrosion resistance. Increasing interest in reducing raw material costs has led to the development of lean versions of duplex stainless steels [1]. Lately, lean duplex grades have already been considered to be potential replacements for standard 18–8 austenitic stainless steels in a large number of industrial applications [2]. In these lean duplex grades, Ni and Mo have been partially replaced with Mn, N and increased amount of Cr in order to maintain adequate stability of austenite. Together with C, the aforementioned alloying elements have the strongest effect on the  $M_{d30}$  and  $M_s$  temperatures of the austenite in the steels [3].

High  $M_{d30}$  and  $M_s$  temperatures increase the tendency to the formation of deformation-induced martensite (DIM) and the transformation-induced plasticity (TRIP) effect [4]. The latest alloy developments of lean duplex steel grades utilize the TRIP effect to achieve the desired mechanical properties [2, 5]. Ductility improves when the austenite phase is engineered to be sufficiently metastable [6]. The formation of DIM increases work hardening leading to higher ultimate tensile strength and elongation in tensile testing. However, in multi-phase steels the design of austenite stability is challenging due to the partitioning of alloying elements between the

sche Phasenverhältnis und die Tendenz zur Phasentransformation variierte ja nach chemischer Zusammensetzung des Stahls. Es wird gezeigt, dass Elektropolieren die einzige Methode zur Probenpräparation ist, bei der sich kein Martensit in den Proben bildet, die metastabilen Austenit enthalten.

## 1. Einleitung

Ferritisch-austenitische Duplex-Edelstähle werden häufig für strukturelle Zwecke verwendet, da sie wünschenswerte Kombinationen aus guten mechanischen Eigenschaften und Korrosionsbeständigkeit bieten. Ein zunehmendes Interesse an der Reduzierung der Rohstoffkosten hat zur Entwicklung von schlanken Versionen von Duplex-Edelstählen geführt [1]. In jüngster Zeit wurden schlanke Duplex-Edelstähle bereits als potenzielle Ablösung für austenitische Standard-18–8-Edelstähle in einer Vielzahl von industriellen Anwendungen erwogen [2]. In diesen schlanken Duplex-Klassen wurden Ni und Mo teilweise durch Mn, N und eine erhöhte Menge an Cr ersetzt, um eine hinreichende Stabilität des Austenits sicherzustellen. Zusammen mit C haben die zuvor erwähnten Legierungselemente den größten Einfluss auf die  $M_{d30}$ - und  $M_s$ -Temperaturen des Austenits in den Stählen [3].

Hohe  $M_{d30}$ - und  $M_s$ -Temperaturen erhöhen die Tendenz zur Bildung von verformungsinduziertem Martensit (Deformation-Induced Martensite, DIM) und den umwandlungsinduzierten Plastizitätseffekt (Transformation-induced Plasticity, TRIP) [4]. Bei neuesten Legierungsentwicklungen von schlanken Duplexstählen wird der TRIP-Effekt genutzt, um die gewünschten mechanischen Eigenschaften zu erreichen [2, 5]. Die Verformbarkeit verbessert sich, wenn die Austenitphase metastabil genug konstruiert wurde [6]. Die Bildung von DIM verbessert die Kaltverfestigung, was zu einer höheren ultimativen Zugfestigkeit und zu einer Verlängerung bei Zugfestigkeitsversuchen führt. In mehrphasigen Stählen ist das Design der austenitischen Stabi-

phases and their shape and size factors [7–9].

Accurate microstructural characterization is an essential step in the development of new steel grades. In the case of highly metastable ferritic-austenitic stainless steels, during conventional metallographic sample preparation involving mechanical polishing, austenite can easily transform into martensite [10]. Electropolishing has been recommended for the final polishing step in order to remove the surface strain induced by mechanical polishing [11, 12]. However, specific advice concerning the details of how electropolishing should be performed are still missing [11]. Despite the long history of electropolishing, there is no generally accepted theory of the process [13].

The success of the process and thus the surface quality of the electropolished specimen is known to depend on voltage, temperature, flow rate and polishing time [11]. Also, the following parameters have been found to have an effect: current density, specimen surface area, orientation and depth below the electrolyte surface, cathode material, position and surface area, specimen composition including impurities, previous treatment of specimen, electrolyte age, and rinsing method [14]. Also, special attention has to be paid to process control as electrolytes can be dangerous to breathe, and they can catch fire or even cause an explosion [14].

In this work, metastable 19–20Cr ferritic-austenitic stainless steels with various phase proportions are studied with respect to sample preparation. The extent to which different preparation methods influence austenite transformation to martensite is analysed and recommendations as to how best achieve a martensite-free surface will be provided.

lität aufgrund der Aufteilung der Legierungselemente zwischen den Phasen und deren Form und Größenfaktoren schwierig [7–9].

Eine präzise mikrostrukturelle Charakterisierung ist ein wesentlicher Schritt bei der Entwicklung neuer Stahlklassen. Im Falle von hochmetastabilen ferritisch-austenitischen Stählen kann sich Austenit während der konventionellen metallographischen Probenpräparation durch mechanisches Polieren leicht in Martensit verwandeln [10]. Elektropolieren wurde für den letzten Polierschritt empfohlen, um die durch das mechanische Polieren verursachte Oberflächendehnung zu entfernen [11, 12]. Spezifische Anweisungen hinsichtlich der Details, wie das Elektropolieren zu erfolgen hat, fehlen jedoch bisher [11]. Trotz der langen Geschichte des Elektropolierens, gibt es bisher keine allgemein akzeptierte Theorie zum Prozess [13].

Der Erfolg des Prozesses und somit der Oberflächenqualität der elektropolierten Probe hängt bekanntlich von der Spannung, Temperatur, Durchflussrate und Polierzeit ab [11]. Außerdem wurde festgestellt, dass folgende Parameter eine Rolle spielen: Stromdichte, Oberflächenbereich der Probe, Orientierung und Tiefe unterhalb der Elektrolyt-Oberfläche, Kathodenmaterial, Position und Oberflächenbereich, Probenzusammensetzung (einschließlich Verunreinigungen), vorherige Probenbehandlung, Elektrolytalter und Spülmethode [14]. Der Prozesssteuerung muss ebenfalls besondere Aufmerksamkeit gewidmet werden, da es gefährlich sein kann, Elektrolyte einzusatmen. Außerdem können sie Feuer fangen und sogar eine Explosion verursachen [14].

In diesem Beitrag werden metastabile, ferritisch-austenitische 19–20Cr-Edelstähle mit unterschiedlichen Phasenproportionen hinsichtlich der Probenpräparation untersucht. Das Maß, in dem unterschiedliche Präparationsmethoden die Umwandlung von Austenit in Martensit beeinflussen, wird analysiert und es werden Empfehlungen gegeben, wie am besten eine martensitfreie Oberfläche erreicht werden kann.

## 2. Experimental

The materials studied were laboratory cast low-Ni ferritic-austenitic stainless steels, from Outokumpu Stainless (Tornio, Finland). The chemical compositions of the steels as determined using an ARL 4460 optical emission spectrometer and an ARL 9800 XP X-ray spectrometer are listed in Tab. 1. Steels A and B were used for the main study, while steel C was only used for dilatometric studies to give an experimental  $M_s$  temperature for checking the accuracy of the  $M_s$  prediction formula given below. 48 mm thick ingots were laboratory cast and hot rolled in a laboratory rolling mill to a 92.7% total reduction giving 3.5 mm as the final thickness. Directly after hot rolling, sheets were annealed at 1100 °C for 300 s and water quenched.

Satmagan [15] and Feritscope (Helmut Fisher FMP30) instruments were used to measure the amount of austenite in the sheets.  $M_{d30}$  and  $M_s$  temperatures for the austenite were calculated by assuming its composition was the equilibrium composition at 1100 °C, which was calculated using Thermo-Calc software (2017a, TCFe9).  $M_{d30}$  was calculated using Nohara's equation, which includes the effect of grain size [16]:

$$M_{d30} (^{\circ}\text{C}) = 551 - 462 (\% \text{C} + \% \text{N}) - 9.2 (\% \text{Si}) - 8.1 (\% \text{Mn}) - 13.7 (\% \text{Cr}) - 29 (\% \text{Ni} + \% \text{Cu}) - 18.5 (\% \text{Mo}) - 68 (\% \text{Nb}) - 1.42 (v - 8.0)$$

where  $v$  is the ASTM grain size.  $M_s$  temperatures were calculated using the empirical Finkler and Schirra equation [17]:

$$M_s (^{\circ}\text{C}) = 635 - 474 \{ \% \text{C} + 0.86 [N - 0.15 (\% \text{Nb} + \% \text{Zr})] - 0.066 (\% \text{Ta} + \% \text{Hf}) \} - [33 (\% \text{Mn}) + 17 (\% \text{Cr}) + 17 (\% \text{Ni}) + 21 (\% \text{Mo}) + 39 (\% \text{V}) + 11 (\% \text{W})]$$

## 2. Versuchsanordnung

Bei den untersuchten Materialien handelte es sich um im Labor gegossene ferritisch-austenitische Edelstähle mit niedrigem Ni-Gehalt von Outokumpu Stainless (Tornio, Finnland). Die mithilfe eines optischen Emmissionsspektrometers vom Typ ARL 4460 und eines Röntgenspektrometers vom Typ ARL 9800 XP ermittelten chemischen Zusammensetzungen sind in Tab. 1 aufgeführt. Die Stähle A und B wurden für die Hauptstudie verwendet, während Stahl C nur für dilatometrische Untersuchungen verwendet wurde, um eine experimentelle  $M_s$ -Temperatur zur Überprüfung der Genauigkeit der unten angegebenen  $M_s$ -Prognoseformel bereitzustellen. 48 mm dicke Blöcke wurde im Labor gegossen und in einer Walzanlage im Labor bis zu einer Gesamtreduktion von 92,7% und somit einer endgültigen Dicke von 3,5 mm warmgewalzt. Direkt nach dem Warmwalzen wurden die Bleche bei 1100 °C für 300 s geglüht und mit Wasser abgeschreckt.

Instrumente von Satmagan [15] und Feritscope (Helmut Fisher FMP30) kamen zum Einsatz, um die Menge an Austenit in den Blechen zu messen. Die  $M_{d30}$ - und  $M_s$ -Temperaturen für den Austenit wurden unter der Annahme berechnet, dass seine Zusammensetzung die Gleichgewichtszusammensetzung bei 1100 °C darstellte, die mithilfe der Software Thermo-Calc (2017a, TCFe9) berechnet wurde.  $M_{d30}$  wurde mithilfe von Noharas Gleichung berechnet, die den Effekt der Korngröße berücksichtigt [16]:

$$M_{d30} (^{\circ}\text{C}) = 551 - 462 (\% \text{C} + \% \text{N}) - 9.2 (\% \text{Si}) - 8.1 (\% \text{Mn}) - 13.7 (\% \text{Cr}) - 29 (\% \text{Ni} + \% \text{Cu}) - 18.5 (\% \text{Mo}) - 68 (\% \text{Nb}) - 1.42 (v - 8.0)$$

wobei  $v$  die ASTM-Korngröße ist.  $M_s$ -Temperaturen wurden mithilfe der empirischen Gleichung von Finkler und Schirra berechnet [17]:

$$M_s (^{\circ}\text{C}) = 635 - 474 \{ \% \text{C} + 0.86 [N - 0.15 (\% \text{Nb} + \% \text{Zr})] - 0.066 (\% \text{Ta} + \% \text{Hf}) \} - [33 (\% \text{Mn}) + 17 (\% \text{Cr}) + 17 (\% \text{Ni}) + 21 (\% \text{Mo}) + 39 (\% \text{V}) + 11 (\% \text{W})]$$

Steel / Stahl	Cr	Mn	Mo	Ni	C	N	Si
A	20.3	2.86	0.2	1.1	0.023	0.184	0.31
B	19.2	3.13	0.01	0.5	0.016	0.197	0.52
C	18.6	0.53	0.2	0.1	0.023	0.154	0.27

**Tab. 1:** Chemical composition (wt. %).

**Tab. 1:** Chemische Zusammensetzung (%).

$M_s$  temperatures were also determined experimentally from dilatometer measurements on a Gleeble 3800 thermomechanical simulator. Gleeble specimens sized 3.5 mm x 10 mm x 55 mm were heated at 20°C/s to 1050°C, held for 60 s, and then cooled at 10°C/s to room temperature.

Samples for microstructural examination were prepared using three different methods; traditional mechanical polishing combined with chemical polishing, electrolytic polishing and ion beam cross section polishing.

Mechanical polishing was conducted using a diamond suspension down to 1 µm after which a chemical polishing was applied using 10 N force with 0.05 µm colloidal silica suspension. Satmagan and Feritscope were only used on mechanically polished samples.

Electrolytical polishing was performed on samples first ground to 600 Grit. Parameters used for electropolishing and electrolyte chemical compositions can be found in Tabs. 2 and 3, respectively.

The minimum thickness of transformed layer removed varied from 42 to 45 µm depending on the austenite stability and grain size. Chemical polishing using 0.05 colloidal silica suspension was also applied to some samples after electrolytical polishing to reveal the effect of chemical polishing on the measured phase ratio. A Struers

$M_s$ -Temperaturen wurden ebenfalls experimentell aus Dilatometermessungen mit einem thermomechanischen Simulator vom Typ Gleeble 3800 ermittelt. Gleeble-Proben mit den Abmessungen 3,5 mm x 10 mm x 55 mm wurden bei 20°C/s auf 1050°C erwärmt, für 60 s gehalten und dann bei 10°C/s auf Raumtemperatur abgekühlt.

Proben für mikrostrukturelle Untersuchungen wurden mithilfe von drei unterschiedlichen Methoden vorbereitet: Traditionelles mechanisches Polieren in Kombination mit chemischem Polieren, elektrolytischem Polieren und Ionenstrahl-Querschnitt-Polieren.

Das mechanische Polieren wurde mithilfe einer Diamantsuspension (bis 1 µm) durchgeführt. Anschließend wurde eine chemische Politur mit einer Stärke von 10 N mithilfe einer gallertartigen Kieselerde-suspension (0,05 µm) durchgeführt. Satmagan und Feritscope wurden nur bei mechanisch polierten Proben verwendet.

Das elektrolytische Polieren wurde an Proben durchgeführt, die zuvor auf eine Körnung von 600 geschliffen wurden. Die für das Elektropolieren und die chemischen Zusammensetzungen der Elektrolyte verwendeten Parameter sind in Tabs. 2 bzw. 3 aufgeführt.

Die Mindestdicke der entfernten, umgewandelten Schicht variierte zwischen 42 und 45 µm, je nach Austenitstabilität und Korngröße. Das chemische Polieren mit kolloidaler Kieselerde-suspension mit 0,05 µm wurde bei einigen Proben auch nach dem elektrolytischen Polieren durchgeführt, um die Auswirkungen des chemischen Polierens auf das gemessene Phasen-

Temperature / Temperatur °C	Time / Zeit min.	Stirring / Rühren intensity / Intensität	Voltage / Spannung V	Current / Strom A	Cathode / Kathode
-20–25	1.5–30	Low-high / Niedrig-hoch	15–36	0.01–1.5	Copper, Stainless steel / Kupfer, Edelstahl

**Tab. 2:** *Parameters ranges used on electropolishing.*

**Tab. 2:** *Verwendete Parameterbereiche für Elektropolieren.*

Electrolyte / Elektrolyt	Composition / Zusammensetzung
1	90% acetic acid + 10% perchloric acid / 90% Essigsäure + 10% Perchlorsäure
2	1830 mL ethanol + 230 mL distilled water + 250 mL Butylcellosolve + 195 mL perchloric acid / 1.830 mL Ethanol + 230 mL destilliertes Wasser + 250 mL Ethylenglycolmonobutylether + 195 mL Perchlorsäure
3	90% methanol + 10% perchloric acid / 90% Methanol + 10% Perchlorsäure

**Tab. 3:** *Chemical compositions of electrolytes.*

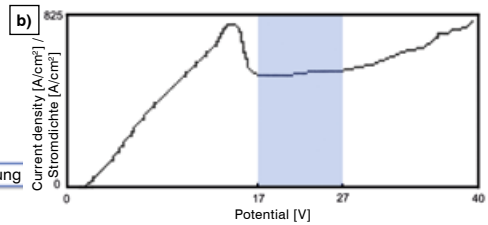
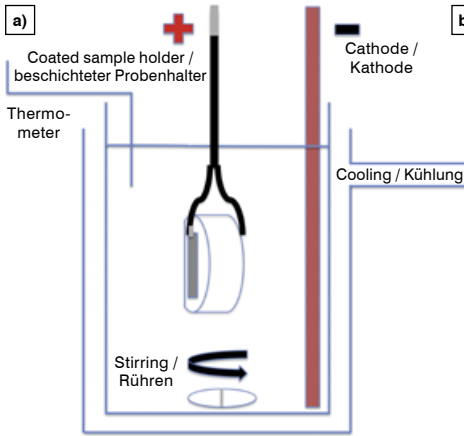
**Tab. 3:** *Chemische Zusammensetzung der Elektrolyte.*

TenuPol-5 was employed to create a current density vs voltage curve for steel A. For that purpose, electrolyte 1 at 8 °C was used with a TenuPol pump flow rate setting of 15, the sample size being 0.8 cm<sup>2</sup>.

A schematic diagram showing the electropolishing setup can be seen in Fig. 1a. A glass beaker was filled with the selected electrolyte. A round, magnetic stirring bar was used to create a constant flow. A plastic collar was used to keep the cathode and thermometer in place. The setup was embedded in a cooling system, which ensured stable temperature control throughout the process. The samples were mounted in a non-conductive medium and ground flat from the side facing the flow in order to achieve a more uniform flow of electrolyte over the sample. The size of the polished surface was 3.5 mm × 17 mm giving an area of 0.6 cm<sup>2</sup>. Samples were placed in

verhältnis zu enthüllen. Es wurde ein Struers TenuPol-5 verwendet, um eine Stromdichte-Spannungskurve für Stahl A zu erstellen. Zu diesem Zweck wurde Elektrolyt 1 bei 8 °C mit einer TenuPol-Pumpenfördermenge von 15 verwendet, wobei die Probengröße 0,8 cm<sup>2</sup> betrug.

Eine schematische Darstellung des Aufbaus des Elektropolierens ist in Bild 1a dargestellt. Ein Glasbecher wurde mit dem ausgewählten Elektrolyt gefüllt. Ein runder, magnetischer Rührkern wurde verwendet, um einen konstanten Fluss herzustellen. Mithilfe einer Plastikmanschette wurden Kathode und Thermometer an ihrem Platz gehalten. Die Installation wurde in ein Kühlsystem eingebettet, um eine stabile Temperaturregung während des Vorgangs sicherzustellen. Die Proben wurden in einem nichtleitenden Medium befestigt und von der dem Fluss zugewandten Seite flach geschliffen, um einen einheitlicheren Elektrolytfluss über die Probe zu erreichen. Die Größe der polierten Oberfläche



**Figs. 1 a and b:** a) Schematic diagram of the manual electropolishing setup; b) an example of a current density vs. voltage curve showing the polishing voltage range.

**Bilder 1a und b:** a) Schematische Darstellung des Aufbaus für das Elektropolieren; b) ein Beispiel einer Stromdichte-Spannungskurve, die den Polierspannungsbereich zeigt.

the middle of the beaker facing away from the cathode. After sufficient polishing time, the current was switched off and the specimen was left in place until the viscous layer was dissolved. After that, the specimen was removed from the electrolyte, rinsed with water followed by ethanol and blown dry.

Ion beam cross-section polishing of hot rolled and annealed samples was done in several steps using a JEOL IB-19520CCP Cooling Cross Section Polisher. First, 8 kV with 270  $\mu$ A for 4 h was used to remove an area large enough for fine milling. Further milling for 4 h using 6 kV with 177  $\mu$ A and 4 kV with 78  $\mu$ A were then made. As a final polishing step, fine milling with 3 kV and 38  $\mu$ A for 8 h was applied to assure a smooth polished surface. The total amount of material removed from the surface of the cross-sections was 100  $\mu$ m.

General characterization of the microstructure, surface profile analysis and 3D imaging were performed using a laser scanning confocal microscope (LSCM, VK-X200, Keyence Ltd.). Further microstructural ex-

che betrug 3,5 mm  $\times$  17 mm, was eine Größe von 0,6 cm<sup>2</sup> ergibt. Proben wurden in der Mitte des Bechers von der Kathode abgewandt platziert. Nach einer ausreichenden Polierzeit wurde der Strom abgestellt und die Probe blieb in dieser Position, bis sich die zähflüssige Schicht aufgelöst hatte. Anschließend wurde die Probe aus dem Elektrolyt entfernt, mit Wasser und dann mit Ethanol abgespült und anschließend trocken geblasen.

Das Ionenstrahl-Querschnitt-Polieren der warmgewalzten und geglähten Proben erfolgte in mehreren Schritten mithilfe eines JEOL IB-19520CCP Cooling Cross Section Polishers. Zuerst wurden 8 kV mit 270  $\mu$ A für 4 Stunden verwendet, um einen Bereich zu entfernen, der groß genug für das Feinmahlen ist. Anschließend wurde für 4 Stunden mit 6 kV mit 177  $\mu$ A und 4 kV mit 78  $\mu$ A weiter gemahlen. Als letzter Polierschritt erfolgte ein Feinmahlen mit 3 kV und 38  $\mu$ A für 8 h, um eine glatte, polierte Oberfläche sicherzustellen. Die Gesamtmenge des von der Oberfläche des Querschnitts entfernten Materials betrug 100  $\mu$ m.

Die allgemeine Charakterisierung der Mikrostruktur, die Analyse des Oberflächenprofils und die 3D-Aufnahmen wurden mithilfe eines Laserscanning-Konfokalmikroskops (LSCM, VK-X200, Keyence Ltd.) durchgeführt. Weitere

aminations were performed using a field emission scanning electron microscope (FE-SEM, Zeiss Sigma) together with an EDAX Hikari XP electron backscatter diffraction (EBSD) camera and an accessory device with EDAX TSL OIM Data Analysis, OIMDC 7.2.1 [01–23–15]. The measurements were conducted using the acceleration voltage of 15 kV, a working distance of 13 mm, and a step size of 0.2 and 0.7  $\mu\text{m}$  for the magnifications of 2000 $\times$  and 500 $\times$  respectively. Microstructure was studied at the quarter-thickness position on surfaces that were normal to transverse direction (TD), i.e sections containing the sheet rolling direction (RD) and the sheet normal direction (ND).

### 3. Results and Discussion

#### 3.1 Phase Stability

$M_s$  and  $M_{d30}$  temperatures calculated using the equilibrium austenite compositions as given by Thermo-Calc for 1100 $^{\circ}\text{C}$  are shown in Tab. 4. The calculated  $M_s$  temperatures were 30, 67 and 142 $^{\circ}\text{C}$  for steels A, B and C, respectively.  $M_{d30}$  temperatures behaved similarly to  $M_s$  temperatures indicating the austenite in steel A to be the most stable and steel C to be the least stable. In order to check the accuracy of the estimated  $M_s$  temperatures, dilatometry measurements were made for steel C, which had the highest calculated  $M_s$  temperature.

mikrostrukturelle Untersuchungen wurden mithilfe eines Feldemissions-Rasterlektronenmikroskops (FE-SEM, Zeiss Sigma) in Kombination mit einer EDAX Hikari XP Elektronenrückstreubeugungskamera (EBSD) und einem zusätzlichen Gerät mit EDAX TSL OIM Data Analysis, OIMDC 7.2.1 [01–23–15] durchgeführt. Die Messungen wurden unter Verwendung einer Beschleunigungsspannung von 15 kV, einem Arbeitsabstand von 13 mm und einer Schrittgröße von 0,2 und 0,7  $\mu\text{m}$  für die Vergrößerungen 2000 $\times$  bzw. 500 $\times$  durchgeführt. Die Mikrostruktur wurde auf einem Viertel der Dicke auf Oberflächen gemessen, die normal zur Querrichtung verlaufen (TD), d. h. Schliffe, die die Walzrichtung (RD) und die normale Richtung (ND) des Blechs enthalten.

### 3. Ergebnisse und Diskussion

#### 3.1 Phasenstabilität

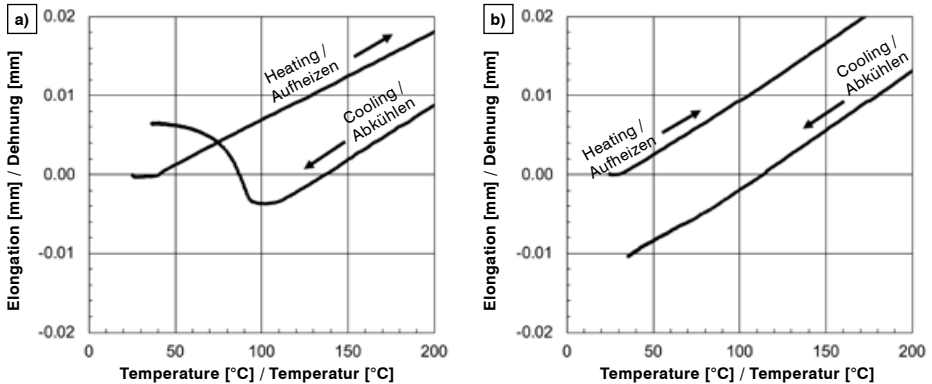
Die mithilfe der von Thermo-Calc für 1100 $^{\circ}\text{C}$  vorgesehenen Gleichgewichts-Austenitzusammensetzung berechneten  $M_s$ - und  $M_{d30}$ -Temperaturen sind in Tab. 4 aufgeführt. Die berechneten  $M_s$ -Temperaturen betrugen jeweils 30, 67 und 142 $^{\circ}\text{C}$  für die Stähle A, B und C. Die  $M_{d30}$ -Temperaturen verhielten sich ähnlich wie die  $M_s$ -Temperaturen, was darauf hindeutet, dass der Austenit in Stahl A der stabilste und der in Stahl C der am wenigsten stabile ist. Um die Genauigkeit der geschätzten  $M_s$ -Temperaturen zu überprüfen, wurden für Stahl C Dilatometriemessungen

Steel / Stahl	$M_{d30}$	$M_s$	$M_s$ (dilatometric) / $M_s$ (dilatometrisch)	$M_s$ (adjusted) / $M_s$ (angepasst)
A	49	30	-	-2
B	98	67	-	35
C	120	142	110	110

**Tab. 4:**  $M_{d30}$  and  $M_s$  temperatures acquired from compositions predicted by Thermo-Calc for 1100 $^{\circ}\text{C}$ , dilatometric and adjusted [ $^{\circ}\text{C}$ ].

**Tab. 4:**  $M_{d30}$ - und  $M_s$ -Temperaturen, gewonnen aus Zusammensetzungen, die von Thermo-Calc für 1100 $^{\circ}\text{C}$  vorhergesagt wurden, dilatometrisch und angepasst [ $^{\circ}\text{C}$ ].





**Figs. 2a and b:** Dilatometric curves of a) Steel C; b) Steel B.

**Bilder 2a und b:** Dilatometrische Kurven von a) Stahl C; b) Stahl B.

According to Fig. 2, martensite formation takes place at 110 °C for steel C, i.e. 32 °C lower than the temperature calculated from the predicted equilibrium composition. The location of  $M_s$  on the dilatation curve was based on the approach of Ramesh Babu [18]. Assuming that the same 32 °C error in the calculations also applies to the other steels, leads to the adjusted  $M_s$  temperatures shown in Tab. 4.

The dilatometric curves of steels A and B did not show any phase transformation above 35 °C: Fig. 2 shows the curve for the least stable of the two, i.e. steel B. The predicted high  $M_{d30}$  temperatures indicate a tendency for phase transformation at room temperature. For comparison,  $M_{d30}$  for conventional duplex steel is 28 °C [4].

### 3.2 Electropolishing

Current density vs. voltage curves were used to define suitable voltage ranges. Fig. 1b shows voltage area of 17 to 27 V to be suitable for steel A. The optimal electropolishing parameters for the studied steels are shown in Tab. 5. These provided

durchgeführt, die die höchste berechnete  $M_s$ -Temperatur aufwiesen. Laut Bild 2 erfolgt die Bildung von Martensit bei Stahl C bei 110 °C, d.h. 32 °C niedriger als die Temperatur, die aus der vorhergesagten Gleichgewichtszusammensetzung berechnet wurde. Die Position von  $M_s$  auf der Dilatationskurve basierte auf dem Ansatz von Ramesh Babu [18]. Die Annahme, dass derselbe 32-°C-Fehler in den Berechnungen auch für andere Stähle gilt, führt zu den angepassten  $M_s$ -Temperaturen, die in Tab. 4 dargestellt sind.

Die dilatometrischen Kurven der Stähle A und B zeigten keine Phasenumwandlung über 35 °C: In Bild 2 ist die Kurve für den am wenigsten stabilen der beiden, d.h. Stahl B, dargestellt. Die vorhergesagten  $M_{d30}$ -Temperaturen deuten auf eine Tendenz zur Phasentransformation bei Raumtemperatur hin. Zum Vergleich:  $M_{d30}$  für konventionelle Duplex-Stähle beträgt 28 °C [4].

### 3.2 Elektropolieren

Stromdichte-Spannungskurven wurden verwendet, um geeignete Spannungsbereiche zu definieren. Bild 1b zeigt, dass ein Spannungsbereich von 17 bis 27 V für Stahl A geeignet ist. Die optimalen Elektropolierparameter für die untersuchten Stähle sind

Variant / Alternative	Electro-lyte / Elektrolyt	Tempe-rature / Tempe-ratur °C	Time / Zeit min.	Stirring intensity / Rühr-intensität	Voltage / Span-nung V	Current Density / Stromdichte A/cm <sup>2</sup>	Cathode option / Kathoden-option
A	1	7–10	30	Medium	25	0.17	Copper / Kupfer
A	2	17–25	5	Medium	22.5	1	Copper / Kupfer
B	3	25–30	1.5	Medium	36.2	1.25	Stainless steel / Edelstahl

**Tab. 5:** Optimal electropolishing parameters for steels A and B.

**Tab. 5:** Optimale Elektropolierparameter für Stähle A und B.

surfaces that were sufficiently flat for EBSD examinations using individual parameters for each steel. The shape of the specimen mounting had a significant effect on the outcome of the electropolishing. Round mounts caused uneven polishing by causing uneven flow of the electrolyte over the polished surface. Compared to automated electropolishing, the manual electropolishing used in this study gives the advantage of easier control of the factors affecting the polishing result. However, despite giving greater control over the process, due to the different electrochemical behavior of the ferrite and austenite phases [14], manual electropolishing must be done with careful attention to the parameters in order to achieve decent results.

The electrolytes studied worked best at different temperatures. For steel A, electrolytes 1 and 2 were optimal when used in the temperature of 7–10 and 17–25°C, respectively. Careful adjustment of the cooling equipment was required to keep temperatures constant as the electrolyte warms up during the polishing. In the case of electro-

in Tab. 5 dargestellt. Diese lieferten Oberflächen, die glatt genug für EBSD-Untersuchungen waren, wobei für jeden Stahl individuelle Parameter verwendet wurden. Die Form der Probenhalterung hatte erhebliche Auswirkungen auf das Ergebnis des Elektropolierens. Runde Halterungen führten zu einer ungleichmäßigen Politur, da ein ungleichmäßiger Fluss des Elektrolyts über die polierte Oberfläche verursacht wurde. Im Gegensatz zu automatisiertem Elektropolieren bietet das hier verwendete manuelle Elektropolieren den Vorteil, dass die Faktoren, die das Polierergebnis beeinflussen, besser kontrolliert werden können. Obwohl man größere Kontrolle über den Prozess erhält, muss beim manuellen Elektropolieren aufgrund des unterschiedlichen elektrochemischen Verhaltens der Ferrit- und Austenitphasen [14] den Parametern besondere Aufmerksamkeit gewidmet werden, um annehmbare Ergebnisse zu erzielen.

Die untersuchten Elektrolyte funktionierten am besten bei unterschiedlichen Temperaturen. Für Stahl A waren die Elektrolyte 1 und 2 optimal, wenn sie bei Temperaturen von 7–10 bzw. 17–25°C verwendet wurden. Die Kühlgeräte mussten vorsichtig angepasst werden, um die Temperaturen konstant zu halten, während das Elektrolyt während des

lyte 1, colder temperatures helped achieve a more easily controlled process by slowing the polishing rate. The current density did not exceed  $0.17 \text{ A/cm}^2$ , which indicated a very slow removal of material from sample surface. When using electrolyte 1 for steel A, removing  $50 \text{ }\mu\text{m}$  from the sample surface took 30 min. With electrolyte 2 and a current density of  $1 \text{ A/cm}^2$ , steel A was polished six times faster than using electrolyte 1 with current density  $0.17 \text{ A/cm}^2$  meaning that the polishing time was just 5 min.

Due to the lower stability of steel B compared to steel A, steel B needed to be handled more carefully. Therefore, electrolyte 3 was used, as it worked best at the higher temperatures of  $25\text{--}30^\circ\text{C}$ , which were needed because of the high  $M_s$  temperature of steel B ( $35^\circ\text{C}$ , cf. Tab. 4). The cathode was also changed to stainless steel, which is often recommended as an alternative to copper [14]. The voltage was set to the highest possible, specifically 36 V, in order to increase the current density. Thus, the polishing process was faster. However, as current density was raised the electrolyte heated rapidly from  $25^\circ\text{C}$  to  $35^\circ\text{C}$ , which was the highest usable temperature.

For samples sized  $0.6 \text{ cm}^2$ , the optimal current density for steady polishing with electrolyte 2 was found to be  $1 \text{ A/cm}^2$  or less. Above that, gas bubbles started to form, increasing rapidly when the current density reached  $1.25 \text{ A/cm}^2$ . Despite the gas formation, the polishing quality for steel B did not decrease noticeably as the polishing time was just 90 s. The mixing speed of electrolyte for polishing was found to be optimal when a vortex was just about visible on the top surface of the electrolyte. The current density changed with voltage and temperature.

Polierens erwärmt wird. Im Falle von Elektrolyt 1 wurde mit kälteren Temperaturen ein leichter zu kontrollierender Prozess erreicht, indem die Polierate verlangsamt wurde. Die Stromdichte überschritt nicht  $0,17 \text{ A/cm}^2$ , was darauf hindeutet, dass das Material sehr langsam von der Probenoberfläche entfernt wurde. Wurde Elektrolyt 1 für Stahl A verwendet, dauerte es 30 min,  $50 \text{ }\mu\text{m}$  von der Probenoberfläche zu entfernen. Stahl A wurde mit Elektrolyt 2 und einer Stromdichte von  $1 \text{ A/cm}^2$  sechsmal schneller poliert als mit Elektrolyt 1 und einer Stromdichte von  $0,17 \text{ A/cm}^2$ , was bedeutete, dass die Polierzeit nur 5 min betrug.

Aufgrund der im Vergleich mit Stahl A geringeren Stabilität von Stahl B musste Stahl B vorsichtiger behandelt werden. Daher wurde Elektrolyt 3 verwendet, da es bei hohen Temperaturen zwischen  $25$  und  $30^\circ\text{C}$  am besten funktioniert. Diese werden aufgrund der hohen  $M_s$ -Temperature von Stahl B ( $35^\circ\text{C}$ , cf. Tab. 4) verwendet. Es wurde sogar eine Kathode aus Edelstahl genutzt, was häufig als Alternative zu Kupfer verwendet wird [14]. Die Spannung wurde auf den höchsten möglichen Wert eingestellt, genau genommen 36 V, um die Stromdichte zu erhöhen. Daher war der Polierprozess schneller. Da die Stromdichte erhöht wurde, erwärmte sich der Elektrolyt von  $25^\circ\text{C}$  auf  $35^\circ\text{C}$ . Hierbei handelt es sich um die höchste nutzbare Temperatur.

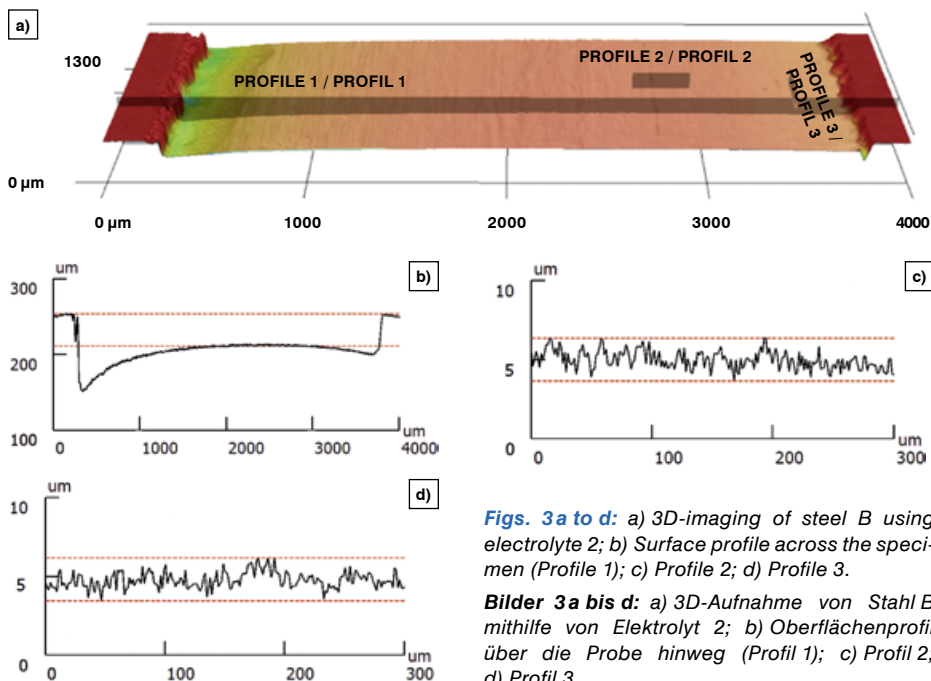
Für Proben mit einer Größe von  $0,6 \text{ cm}^2$  erwies sich eine Stromdichte von  $1 \text{ A/cm}^2$  oder weniger als optimal für gleichmäßiges Polieren mit Elektrolyt 2. Darüber hinaus begannen sich zunehmend schneller Gasblasen zu bilden, wenn die Stromdichte  $1.25 \text{ A/cm}^2$  erreichte. Trotz der Bildung von Gas nahm die Polierqualität für Stahl B nicht merklich ab, da die Polierzeit nur 90 s betrug. Die Mischgeschwindigkeit des Elektrolyts zum Polieren erwies sich als optimal, wenn auf der Oberfläche des Elektrolyts geradeso ein Strudel sichtbar war. Die Stromdichte variierte je nach Spannung und Temperatur.

### 3.3 Surface Profiles

Due to the instability of the austenite in the studied steels, it was necessary to remove a sufficient amount of material from the surface to achieve a clean, non-deformed surface. It was essential to mount specimens before electropolishing in order to avoid deformation and heat caused by the mounting procedure. The use of a non-conductive mounting medium prevented the sides other than the studied one from being polished. However, mounting of the samples caused uneven removal of material as the electrolyte flow was trapped against the wall of mounting material as the level of the steel surface got lower than the level of the mounting material during the electropolishing. This caused removal of material to be significantly quicker on the sides of specimen leaving a convex steel surface irrespective of the polishing time used, as

### 3.3 Oberflächenprofile

Aufgrund der Instabilität des Austenits in den untersuchten Stählen musste genügend Material von der Oberfläche entfernt werden, um eine saubere, nicht verformte Oberfläche zu erreichen. Es war äußerst wichtig, die Proben vor dem Elektropolieren zu befestigen, um Verformungen und Hitze zu vermeiden, die durch den Befestigungsprozess verursacht wurden. Durch die Verwendung eines nicht leitenden Befestigungsmediums wurde verhindert, dass eine andere Seite als die untersuchte poliert wird. Durch die Halterung der Proben kam es zu einer ungleichmäßigen Entfernung von Material, da der Elektrolytfluss an der Wand des Befestigungsmaterials eingeschlossen war, da die Höhe der Stahloberfläche niedriger wurde als die Höhe des Halterungsmaterials während des Elektropolierens. Dadurch erfolgte die Entfernung von Material an den Seiten der Probe wesentlich schneller und unabhängig von der



**Figs. 3a to d:** a) 3D-imaging of steel B using electrolyte 2; b) Surface profile across the specimen (Profile 1); c) Profile 2; d) Profile 3.

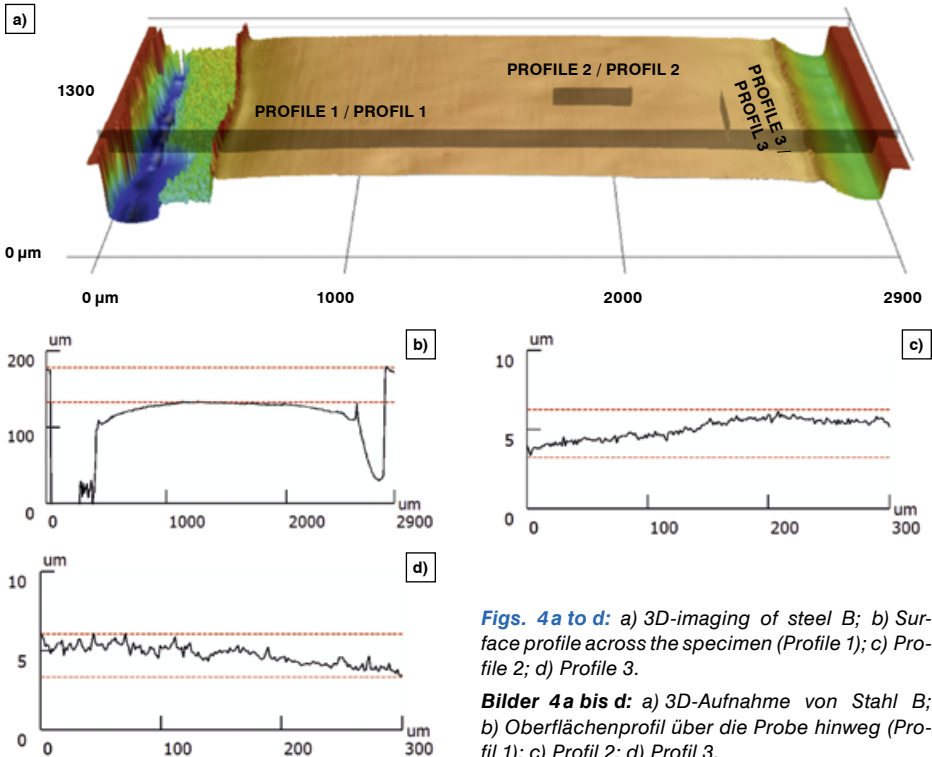
**Bilder 3a bis d:** a) 3D-Aufnahme von Stahl B mithilfe von Elektrolyt 2; b) Oberflächenprofil über die Probe hinweg (Profil 1); c) Profil 2; d) Profil 3.

seen in Figs. 3 and 4. In 3D presentation of the steels A and B in Figs. 3 and 4 respectively, the electrolyte flow has confronted the sample from left to right.

Using electropolishing, at least  $42\text{ }\mu\text{m}$  of material was removed from the surface of steel A as can be seen in Figs. 3a and b. The surface quality was adequate for high-quality EBSD imaging and indexing despite the distinct topography in both the x and y directions (Figs. 3c and d). A typical area for EBSD studies is only at most  $300\text{ }\mu\text{m} \times 300\text{ }\mu\text{m}$ . In both x and y directions the differences between lowest valleys and highest peaks over a distance of  $300\text{ }\mu\text{m}$  was  $3\text{ }\mu\text{m}$ . There was no significant difference between electrolytes 1 and 2 when

verwendeten Polierzeit blieb eine konvexe Stahloberfläche zurück (siehe Bilder 3 und 4.) In der 3D-Präsentation der Stähle A und B in den Bildern 3 bzw. 4 trifft der Elektrolytfluss von links nach rechts auf die Probe.

Durch Elektropolieren wurden mindestens  $42\text{ }\mu\text{m}$  des Materials von der Oberfläche von Stahl A entfernt (siehe Bilder 3A und b). Die Oberflächenqualität war trotz der verschiedenen Topographie in x- und y-Richtung geeignet für qualitativ hochwertige EBSD-Aufnahmen und -Indexierungen (Bilder 3c und d). Ein typischer Bereich für EBSD-Untersuchungen ist nicht größer als  $300\text{ }\mu\text{m} \times 300\text{ }\mu\text{m}$ . In x- und y-Richtung betrugen die Unterschiede zwischen den niedrigsten Tälern und höchsten Gipfeln über eine Distanz von  $300\text{ }\mu\text{m}$  nur  $3\text{ }\mu\text{m}$ . Es gab keinen wesentlichen Unterschied



**Figs. 4a to d:** a) 3D-imaging of steel B; b) Surface profile across the specimen (Profile 1); c) Profile 2; d) Profile 3.

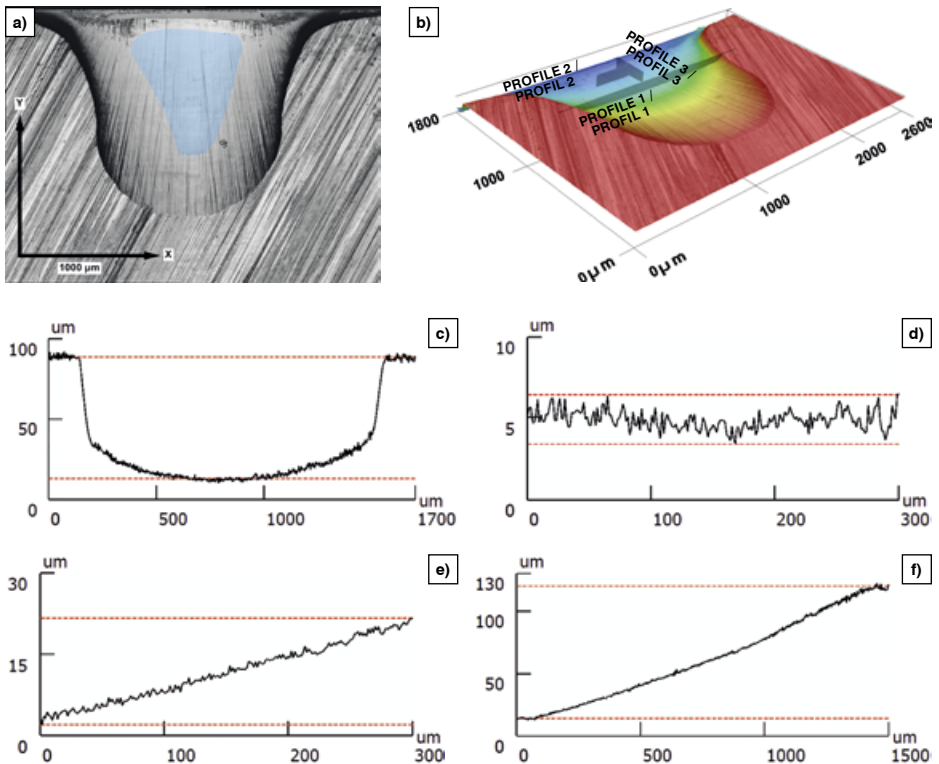
**Bilder 4a bis d:** a) 3D-Aufnahme von Stahl B; b) Oberflächenprofil über die Probe hinweg (Profile 1); c) Profil 2; d) Profil 3.

comparing surface profiles and the surface quality of electropolished steel A. Hence only steel A polished with electrolyte 2 is presented here as an example.

From steel B, 45  $\mu\text{m}$  was removed in order to achieve a transformation-free surface as seen in Fig. 4. Despite the gradient in the x-direction and waviness in the y-direction, the surface quality was satisfactory as the differences between lowest and highest sections over a distance of 300  $\mu\text{m}$  was just 3  $\mu\text{m}$ .

zwischen 1 und 2, wenn man die Oberflächenprofile und die Oberflächenqualität des elektropolierten Stahls A vergleicht. Daher ist nur der mit Elektrolyt 2 polierte Stahl A hier als Beispiel aufgeführt.

Von Stahl B wurden 45  $\mu\text{m}$  entfernt, um eine umwandlungsfreie Oberfläche zu erreichen (siehe Bild 4). Trotz des Gradienten in x-Richtung und Welligkeit in y-Richtung war die Oberflächenqualität zufriedenstellend, da die Unterschiede zwischen den niedrigsten und höchsten Abschnitten über eine Entfernung von 300  $\mu\text{m}$  lediglich 3  $\mu\text{m}$  betrug.



**Figs. 5a to f:** a) Laser microscopy image of cross section polished steel A; b) 3D imaging; c) Surface profile across the specimen (Profile 1); d) Profile 2; e) Profile 3; f) Profile 3 extended.

**Bilder 5a bis f:** a) Lasermikroskopaufnahme vom querschliffpolierten Stahl A; b) 3D-Aufnahme; c) Oberflächenprofil über die Probe hinweg (Profil 1); d) Profil 2; e) Profil 2; f) Profil 3 erweitert.

In contrast to electropolished samples, the surface profiles of ion beam cross section polished samples were concave along the x-direction as seen in Figs. 5a, b and c. The difference in height between the mechanically ground side and the center of the polished cross section was 100  $\mu\text{m}$  at its greatest. Due to concavity, the height difference between the center and the side within the polished area in the x-direction was 25  $\mu\text{m}$ . In the y-direction, the height of surface increased by 105  $\mu\text{m}$  over a distance of 1.5 mm from the sample side, which is equivalent to an angle of 4°. There was no significant difference between ion beam cross section polished steels A and B when comparing surface profiles and the surface quality. Hence only steel A prepared with ion beam cross section polisher is presented here as an example.

Over a typical distance covered in an EBSD scan, i.e. 300  $\mu\text{m}$ , the height difference in the x-direction between the lowest valley and the highest peak was just 3  $\mu\text{m}$  (Fig. 5e), but in the y-direction, the difference was more significant, namely 19.5  $\mu\text{m}$  (Fig. 5f). This can be overcome by using dynamic focus on the SEM. The flattest and thus best area for EBSD studies is marked blue in Fig. 5a. Outside that area, the indexing quality was inadequate due to focusing problems caused by gradient.

### 3.4 Phase Fractions

The phase fractions are summarized in Tab. 6. Thermo-Calc calculations were in good agreement for steel A with the fraction of austenite (47%) obtained using the Satmagan (47%) and Feritscope (45 %) techniques. For steel B, there was considerable deviation as the austenite fractions were 62 (Thermocalc), 58 (Satmagan) and 52% (Feritscope). While Thermo-Calc predicts the equilibrium phase proportions for equilibrium at 1100°C prior to quenching,

Im Gegensatz zu elektropolierten Proben waren die Oberflächenprofile der per Ionenstrahl-Querschleif-Polieren behandelten Proben entlang der x-Richtung gewölbt (siehe Bilder 5a, b und c). Der Höhenunterschied zwischen der mechanisch geschliffenen Seite und der Mitte des polierten Querschleiffs betrug maximal 100  $\mu\text{m}$ . Aufgrund der Wölbung betrug der Höhenunterschied zwischen der Mitte und der Seite innerhalb des polierten Bereichs in x-Richtung 25  $\mu\text{m}$ . In y-Richtung nahm die Höhe der Oberfläche von der Proben- seite über eine Entfernung von 1,5 mm um 105  $\mu\text{m}$  ab. Dies entspricht einem Winkel von 4°. Bei einem Vergleich der Oberflächenprofile und Oberflächenqualität wurde kein nennenswerter Unterschied zwischen Ionenstrahl-Querschleif-poliertem Stahl A und B gefunden. Daher wird hier nur Stahl A, der mit einem Ionenstrahl-Querschleif-Poliergerät präpariert wurde, hier als Beispiel aufgeführt.

Über eine für einen EBSD-Scan typische Entfernung, d.h. 300  $\mu\text{m}$ , betrug der Höhenunterschied in x-Richtung zwischen dem niedrigsten Tal und dem höchsten Gipfel lediglich 3  $\mu\text{m}$  (Bild 5e). In y-Richtung war der Unterschied erheblicher, nämlich 19,5  $\mu\text{m}$  (Bild 5f). Dies kann überwunden werden, indem der dynamische Fokus des REM verwendet wird. Der flachste und somit beste Bereich für EBSD-Untersuchungen ist in Bild 5a blau markiert. Außerhalb dieses Bereichs war die Indexierung aufgrund von Fokussierungsproblemen, die durch Gradienten verursacht wurden, unzureichend.

### 3.4 Phasenanteile

Die Phasenanteile sind in Tab. 6 aufgeführt. Die Thermo-Calc-Berechnungen waren für Stahl A in guter Übereinstimmung mit dem Gehalt an Austenit (47%), der mithilfe der Satmagan- (47%) und Feritscope-Techniken (45%) ermittelt wurde. Bei Stahl B gab es eine beachtliche Abweichung, das die Austenitanteile 62 (Thermocalc), 58 (Satmagan) und 52% (Feritscope) betrugen. Während Thermo-Calc die Gleichgewichtsphasenanteile für 1100°C vor dem Abschrecken vorhersagt, messen



Variation / Variante	Thermo-calc	Satma-gan	Ferit-scope	EBSD			
	Calc. / Be-rechnet	Mech.	Mech.	Mech+Chem.	Ion beam / Ionen-strahl	Electr. / Elek-trol.	Electr+Chem / Elektrol. + Chem
A	47	47	45	24	23	46	-
B	62	58	52	1.5	1.8	58	14

**Tab. 6:** Austenite fraction on samples measured and prepared in different ways [%].

**Tab. 6:** Austenitanteile für Proben, die auf unterschiedliche Weise präpariert und gemessen wurden [%].

Satmagan and Feritscope measure the actual amount of austenite in the bulk of the steel [15, 19] and EBSD data only comes from the surface layers down to a depth of 10–100 nm below the surface depending on the setup [20].

Figs. 6, 7 and 8 show combined phase and image quality maps of steels A and B as revealed using EBSD at room temperature. After combined mechanical and chemical polishing, martensite (dark red) was clearly visible on the surfaces of steels A and B, Figs. 6a and 7a, respectively. 23% and 56.5% of the austenite of steels A and B was transformed into martensite.

After cross section polishing, the austenite fractions of steels A (Fig. 8a) and B (Figs. 8b and c) were 23 and 1.8%, which were the same as those obtained with mechanical polishing (Figs. 6a and 7a). Hence, the Cross Section Polisher was not suitable for preparing samples of metastable stainless steels as majority of the austenite was transformed into martensite. There are other disadvantages to ion beam cross-section polishing: the process is rather lengthy as it can take up to 20 h, and the wavy final surface quality, observed in Figs. 8b and c, makes EBSD studies challenging.

After electropolishing according to Tab. 5 (Figs. 6b and 7b), martensite was fully absent and the microstructures consist of simply austenite and ferrite. The austenite

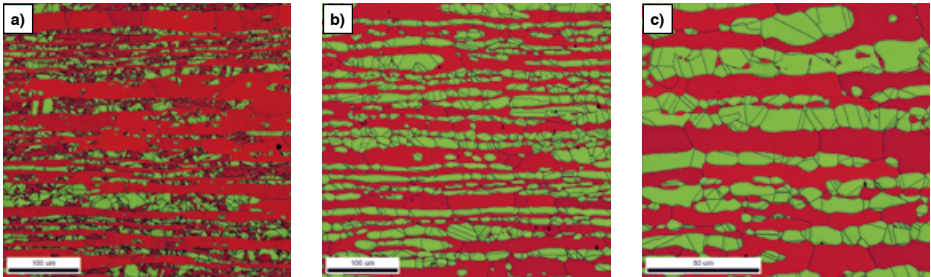
Satmagen und Feritscope die tatsächliche Menge an Austenit im Hauptanteil des Stahls [15, 19]. Je nach Vorrichtung wurden EBSD-Daten nur aus Oberflächenschichten bis zu einer Tiefe von 10–100 nm unter der Oberfläche gewonnen [20].

Die Bilder 6, 7 und 8 zeigen kombinierte Phasen- und Image Quality Karten der Stähle A und B, die bei Raumtemperatur mithilfe von EBSD ermittelt wurden. Nach einer Kombination aus mechanischem und chemischem Polieren war Martensit (dunkelrot) klar auf den Oberflächen der Proben A und B zu erkennen (Bilder 6a bzw. 7a). 23% und 56,5% des Austenits der Stähle A und B wurde in Martensit umgewandelt.

Nach dem Querschliff-Polieren betrugen die Austenitanteile der Stähle A (Bild 8a) und B (Bilder 8b und c) 23 und 1,8%. Beim mechanischen Polieren wurden dieselben Werte erreicht (Bilder 6a und 7a). Daher war der Cross Section Polisher nicht für die Präparation von metastabilen Edelstahlproben geeignet, da der Großteil des Austenits in Martensit umgewandelt wurde. Das Ionenstrahl-Querschliff-Polieren hat auch andere Nachteile: der Prozess ist eher langwierig, da er bis zu 20 h dauern kann. Außerdem macht die wellenförmige endgültige Oberflächenqualität, die in den Bildern 8b und c beobachtet wurde, EBSD-Untersuchungen schwierig.

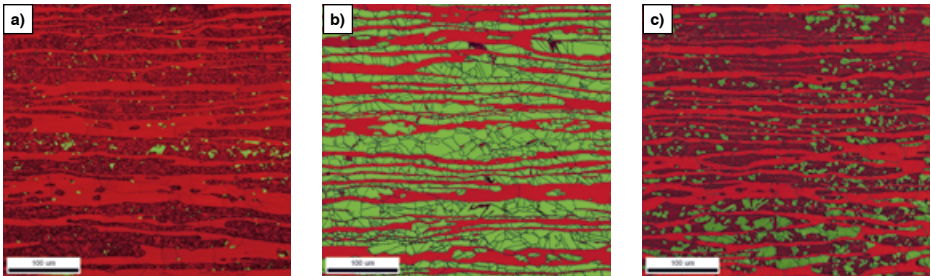
Nach dem Elektropolieren gemäß Tab. 5 (Bilder 6b und 7b) war das Martensit vollständig verschwunden und die Mikrostruktur bestand lediglich aus Austenit und Ferrit. Die





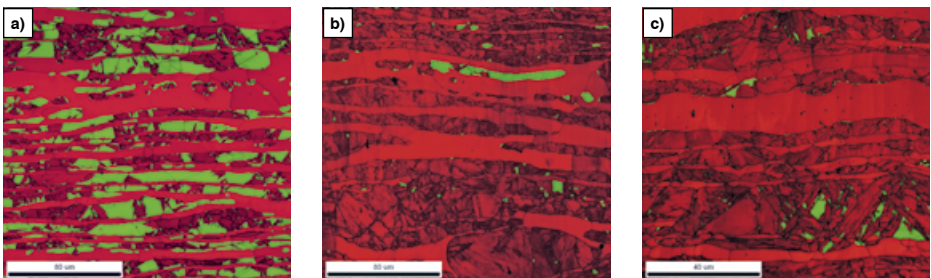
**Figs. 6a to c:** Steel A. a) Mechanical polishing combined with chemical polishing; b) electropolishing with electrolyte 2; c) electropolishing with higher magnification. EBSD, IQ map with phase color. Ferrite red, austenite green, martensite dark red.

**Bilder 6a bis c:** Stahl A. a) Mechanisches Polieren kombiniert mit chemischem Polieren; b) Elektropolieren mit Elektrolyt 2; c) Elektropolieren mit höherer Vergrößerung. EBSD, IQ-Karte mit Phasenfarbe. Ferrit = rot, Austenit = grün, Martensit = dunkelrot.



**Figs. 7a to c:** Steel B. a) Mechanical polishing combined with chemical polishing; b) electropolishing with electrolyte 3; c) chemical polishing after electropolishing. EBSD, IQ map with phase color. Ferrite red, austenite green, martensite dark red.

**Bilder 7a bis c:** Stahl B. a) Mechanisches Polieren kombiniert mit chemischem Polieren; b) Elektropolieren mit Elektrolyt 3; c) chemisches Polieren nach Elektropolieren. EBSD, IQ-Karte mit Phasenfarbe. Ferrit = rot, Austenit = grün, Martensit = dunkelrot.



**Figs. 8a to c:** Ion beam cross-section polished a) steel A; b) steel B; c) steel B with higher magnification. EBSD, IQ map with phase color. Ferrite red, austenite green, martensite dark red.

**Bilder 8a bis c:** Ionenstrahl-Querschliff-Polieren a) Stahl A; b) Stahl B; c) Stahl B mit höherer Vergrößerung. EBSD, IQ-Karte mit Phasenfarbe. Ferrit = rot, Austenit = grün, Martensit = dunkelrot.

fractions for steel A (46 %) and steel B (58 %) agreed well with those obtained using other measuring methods. The higher magnification image, Fig. 6c, reveals excellent indexing quality as there is no martensite: austenite twins are distinctly apparent as well as the grain boundaries of both phases.

After EBSD studies were done on the clean, electropolished microstrain-free surface of steel B, the sample was subjected to chemical polishing to investigate the effect of chemical polishing alone. Despite the low (10 N) force used in chemical polishing, 86% of the austenite was transformed into martensite, as seen in Fig. 7c. This shows that the austenite has a very low stability.

## 4. Conclusions

The suitability of three different metallographic sample preparation methods for highly metastable ferritic-austenitic stainless steels has been studied. The following conclusions can be obtained from the results:

- Combined mechanical and chemical polishing caused deformation-induced martensite transformation in the surface layers.
- Chemical polishing alone causes the transformation of austenite to martensite as witnessed by the chemical polishing of electropolished untransformed austenite.
- Ion beam polishing caused martensite formation in the same way as combined mechanical and chemical polishing with the additional disadvantage of being very time consuming.
- Electropolishing is able to remove the deformed, transformed layer caused

Austenitanteile für Stahl A (46 %) und Stahl B (58 %) stimmten sehr gut mit den Ergebnissen überein, die mithilfe anderer Messmethoden ermittelt wurden. Die Aufnahme mit der höheren Vergrößerung, Bild 6c, enthüllt eine ausgezeichnete Indexierungsqualität, da kein Martensit vorhanden ist: Austenit-Zwillingspaare sind deutlich an den Korngrenzen beider Phasen zu erkennen.

Nachdem EBSD-Untersuchungen an der sauberen, elektropolierten, dehnungsfreien Oberfläche von Stahl B durchgeführt wurden, wurde die Probe chemisch poliert, um die Auswirkungen des chemischen Polierens allein zu untersuchen. Trotz der niedrigen Kraft (N 10), die für das chemische Polieren verwendet wurde, wurde das Austenit in Martensit umgewandelt (siehe Bild 7c). Dies zeigt, dass das Austenit eine sehr geringe Stabilität besitzt.

## 4. Schlussfolgerungen

Die Tauglichkeit von drei unterschiedlichen metallographischen Präparationsmethoden für hochmetastabile ferritisch-austenitische Edelmstähle wurde untersucht. Die folgenden Schlussfolgerungen können aus diesen Ergebnissen gezogen werden:

- Eine Kombination aus mechanischem und chemischem Polieren verursachte eine durch Verformung ausgelöste Bildung von Martensit in den Oberflächenschichten.
- Das chemische Polieren allein verursacht die Umwandlung von Austenit in Martensit, wie es beim chemischen Polieren von elektropoliertem, nicht umgewandeltem Austenit beobachtet wurde.
- Ionenstrahl-Polieren verursachte die Bildung von Martensit auf dieselbe Weise wie eine Kombination aus mechanischem und chemischem Polieren mit dem zusätzlichen Nachteil, dass es sehr zeitaufwändig ist.
- Durch Elektropolieren kann die deformierte, umgewandelte Schicht, die durch eine

by combined mechanical and chemical polishing to reveal the actual austenite fraction.

- Special care is required to select appropriate electropolishing conditions to produce a sufficiently flat surface for EBSD measurements.

Kombination aus mechanischem und chemischem Polieren verursacht wurde, entfernt werden, um den eigentlichen Austenitgehalt zu enthüllen.

- Es muss besonders darauf geachtet werden, angemessene Bedingungen für das Elektropolieren auszuwählen, um eine ausreichend flache Oberfläche für EBSD Messungen zu produzieren.

## Acknowledgements

This research was financially supported by the Business Finland (formerly Tekes) in the Breakthrough Steels and Applications Program of the Digital, Internet, Materials & Engineering Co-Creation (DIMECC). The authors would like to thank Outokumpu Stainless Oy for providing the experimental material. Juha Uusitalo is acknowledged for conducting the Gleeble measurements.

## Danksagungen

Diese Forschung wurde finanziell unterstützt von Business Finland (zuvor Tekes) im Breakthrough Steels and Applications Program of the Digital, Internet, Materials & Engineering Co-Creation (DIMECC). Die Autoren danken Outokumpu Stainless Oy für die Bereitstellung des Versuchsmaterials. Dank geht an Juha Uusitalo für die Durchführung der Gleeble-Messungen.

## References / Literatur

- [1] Liljas, M.; Johansson, P.; Liu, H.-P.; Olsson, C.-O. A.: *Steel Res.* 79 (2008) 6, 466–473  
DOI: 10.1002/srin.200806154
- [2] Charles, J.: Duplex families and applications, A review Part 3, The lean duplex grades, presented in *Stainless Steel Word 2015* (2015)
- [3] Becker, H.; Brandis H.; Küppers, W.: *Thyssen Edelstahl Tech. Berichte* 12 (1986) 35–54
- [4] Herrera, C.; Ponge, D.; Raabe, D.: *Acta Mater.* 59 (2011) 11, 4653–4664  
DOI: 10.1016/j.actamat.2011.04.011
- [5] Groth, A.; Schedin, E.; Sun, C. C.; He, H.; Guan, L.; *Phys. Conf. Ser.* 896, 2017, 012013  
DOI: 10.1088/1742-6596/896/1/012013
- [6] Fahr, D.: *Metall. Trans.* 2 (1971) 7, 1883–1892
- [7] Ryu, J. H.; Kim, D.-I.; Kim, H. S.; Bhadeshia, H. K. D. H.; Suh, D.-W.: *Scr. Mater.* 63 (2010) 3, 297–299  
DOI: 10.1016/j.scriptamat.2010.04.020
- [8] Xiong, X. C.; Chen, B.; Huang, M. X.; Wang, J. F.; Wang, L.: *Scr. Mater.* 68 (2013) 5, 321–324  
DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.11.003
- [9] Hidalgo, J.; Findley, K.O.; Santofimia, M. J.: *Mater. Sci. Eng. A* 690 (2017) March, 337–347  
DOI: 10.1016/j.msea.2017.03.017
- [10] Juuti, T.; Uusikallio, S.; Kajjalainen, A. J.; Heino, E.; Nyo, T. T.; Porter, D. A.: *Mater. Sci. Forum* 879, 2017, 873–878  
DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.879.873
- [11] Chen, Y.; Hjelen, J.; Roven, H. J.: *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 22 (2012) 8, 1801–1809  
DOI: 10.1016/S1003-6326(11)61132-1
- [12] Marder, A. R.: *Nondestructive Evaluation and Quality Control*, ASM Handbook 17, 2018, 52–56
- [13] Rokicki, R.; Hryniewicz, T.: *Trans. IMF* 90 (2012) 4, 188–196  
DOI: 10.1179/0020296712Z.000000000031
- [14] Vander Voort, G. F.: *Metallography Principles and Practice*, ASM International, 1999
- [15] Rintamaa, R.: *The Effects of Austenite Stability on the Formability of Austenitic Stainless Steels*, Licentiate's thesis, Helsinki University of Technology, 1981

- [16] Nohara, K.; Ono, Y.; Ohashi, N.: Iron Steel Inst. 63 (1977) 5, 212–222  
DOI: 10.2355/tetsutohagane1955.63.5\_772
- [17] Finkler, H.; Schirra, M.: Steel Res. 67 (1986) 8, 328–336  
DOI: 10.1002/srin.199605498
- [18] Ramesh Babu, S.; Ivanov, D.; Porter, D.: ISIJ Int. 2018, ISIJINT-2018–424
- [19] Behrens, B.-A.; Knigge, J.: Suppl. Proc. 2011, 317–324  
DOI: 10.1002/9781118062173.ch39
- [20] Wisniewski, W.; Rüssel, C.: Scanning 38 (2016) 2, 164–171  
DOI: 10.1002/sca.21251

### Bibliography

DOI 10.3139/147.110580

Pract. Metallogr. 56 (2019) 6; page 373–392

© Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG

ISSN 0032–678X

### Sampo Uusikallio



is PhD student at the Centre of Advanced Steels Research at University of Oulu. Lately he has been characterizing lean alloyed ferritic-austenitic stainless steels.

### Matias Jaskari



studied Materials Engineering at University of Oulu. He has been working on reversion studies at Future Manufacturing Technologies at Kerttu Saalasti Institute at University of Oulu.