

# Kvantifisering av rest-austenitt i sveisesimulert SMSS og kontinuerlig EBSD karakterisering under in-situ strektesting

**Børge Sognnæs Andresen**

Materialteknologi

Innlevert: juli 2016

Hovedveileder: Jarle Hjelen, IMTE

Medveileder: Morten Karlsen, IMT  
Ida Westermann, IMT

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet  
Institutt for materialteknologi



## Forord

Denne oppgaven er utført ved Institutt for Materialteknologi på Norges Teknisk-Naturvitenskapelige Universitet, NTNU, våren 2016.

Jeg vil takke mine veiledere professor Jarle Hjelen, professor II Morten Karlsen og førsteamanuensis Ida Westermann for god hjelp underveis. Videre vil jeg takke Yingda Yu for hjelp med SEM og EBSD, og Trygve Schanche for hjelp på det metallografiske laboratoriet.

*Børge Sognæs Andresen 17.07.16*

## Sammendrag

Denne oppgavene omhandler EBSD kvantifisering av rest-austenitt i sveisesimulert SMSS og utforsker i tillegg en ny metode for in-situ strekktesting hvor EBSD opptak blir gjort under kontinuerlig strekking. To ulike strategier ble gjennomført for in-situ eksperimentene. Strategi 1 var å gjennomføre flere mindre opptak underveis i strekkforløpet, mens strategi 2 var å gjennomføre ett opptak gjennom hele strekkforløpet. Hovedsakelig fokuseres det på eksperimentell utførelse, men det blir også sett på vekst av ulike martensittvarianter i SMSS som følge av deformasjonsindusert faseomvandling.

Materialet som i levert tilstand inneholder omtrent 40% rest-austenitt, danner tilnærmet ingen andel rest-austenitt etter andre syklisk sveissimulering. Sveisesimulering ble gjennomført i ovn og alle målinger ble gjort med EBSD. Det ble maksimalt funnet 2,1% rest-austenitt etter andre syklisk sveissimulering, dette med 20 minutters holdetid på 650°C og bråkjøling i vann.

In-situ strekktesting med flere EBSD opptak underveis i strekkforløpet gir pålitelige resultat for strekkhastigheter opptil 0,1 mikrometer per sekund. Optimalt sett bør lavest mulig strekkhastighet og kortest mulig opptakstid benyttes for å unngå at materialet forflytter seg for mye under EBSD opptaket, da dette kan gi bildeforstyrrelser ved senere analyser. Kontaminasjon gir stor nedgang i CI verdier ved gjentatte EBSD opptak av samme område for SMSS. Etter 34 EBSD opptak av samme område reduseres CI verdier fra 0,27 til 0,03.

In-situ strekktesting med ett opptak gjennom hele i strekkforløpet gir bildeforstyrrelser og upålitelige resultat. Årsaken er forflytningen som inntreffer underveis i strekkforløpet. Reelt oppnår opptaksområder form som parallelogram, men blir vist som kvadrat (eventuelt rektangel) når analysert i TSL OIM Analysis.

Det observeres ingen foretrukne martensittvarianter med tanke på vekst under in-situ strekktesting. Variantene ser ut til å vokse jevnt.

## Abstract

This thesis deals with EBSD quantification of retained austenite in weld simulated SMSS and explores a new method for in-situ tensile testing, consisting of EBSD mapping during non-stop tensile testing. Two different strategies were performed for EBSD in-situ experiments. Strategy 1 consisted of several smaller EBSD scans on the same area during tensile testing, while strategy 2 were carried out with only one EBSD scan throughout the whole tensile process. The in-situ tensile testing part focuses mainly on the experimental technique itself but also studies the growth of martensite variants in SMSS caused by deformation induced phase transformation.

The material, as received, contains approximately 40% retained austenite. The austenite content reduces to near zero after second cyclic weld simulation. Weld simulations were carried out in an oven and all measurements were done by EBSD analysis. It was found a maximum of 2.1% retained austenite after the second cyclic weld simulation. The latter for a specimen subjected to 650°C at 20 minutes and water quenching.

In-situ tensile testing with several smaller EBSD scans during the tensile process shows reliable results for strain rates up to 0.1 microns per second. Ultimately, the lowest strain rate and the shortest scanning time should be applied in order to prevent the scanning area from moving too much during EBSD acquisition, which may cause picture distortion. Contamination greatly reduces CI values of repeated EBSD scans of the same area for SMSS. After 34 EBSD scans of the same area CI values reduces from 0.27 to 0.03.

In-situ tensile testing with one scan throughout the tensile process causes picture distortion and unreliable results. The scanning area moves relative to the electron beam during EBSD acquisition and forms in reality a parallelogram. When analysed in TSL OIM Analysis the parallelogram is displayed as a square (or rectangle) which causes the picture distortion.

Different martensite variants grows at equal rates during deformation induced phase transformation.

# Innholdsfortegnelse

<b>Forord</b> .....	<b>I</b>
<b>Sammendrag</b> .....	<b>II</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>III</b>
<b>1. Innledning</b> .....	<b>1</b>
<b>2. Teori</b> .....	<b>2</b>
<b>2.1. Supermartensittisk rustfritt stål</b> .....	<b>2</b>
2.1.1. Framstilling .....	3
2.1.1.1. Første steg, dannelse av martensitt .....	4
2.1.1.2. Andre steg, dannelse av austenitt og anløpt martensitt .....	6
2.1.2. Legeringselementer .....	9
2.1.2.1. Krom og Nikkel.....	9
2.1.2.2. Karbon.....	13
2.1.2.3. Molybden.....	13
<b>2.2. Sveising</b> .....	<b>14</b>
2.2.1. Sveismetallurgi i SMSS .....	14
<b>2.3. EBSD</b> .....	<b>18</b>
2.3.1. Opptak av diffraksjonsbilder.....	18
2.3.2. Indisering av diffraksjonsbilder.....	20
2.3.3. Analyse av indiserte diffraksjonsbilder.....	21
2.3.4. Viktige EBSD parametere.....	23
<b>3. Eksperimentelt</b> .....	<b>25</b>
<b>3.1. Oppkutting og prøveholdere</b> .....	<b>25</b>
3.1.1. Prøver til sveisesimulering.....	25
3.1.2. Strekkstaver til in-situ strekktesting .....	27
<b>3.2. Sveisesimulering</b> .....	<b>27</b>
<b>3.3. Prøvepreparering</b> .....	<b>29</b>
3.3.1. Prøver fra sveisesimulering .....	29

3.3.2. Prøver til in-situ strekktesting .....	31
<b>3.4. EBSD.....</b>	<b>31</b>
3.4.1. In-situ oppsett .....	32
3.4.2. EBSD opptak .....	33
<b>4. Resultat .....</b>	<b>36</b>
<b>4.1. Sveisesimulerte prøver .....</b>	<b>36</b>
4.1.1. Første syklisk sveisesimulering .....	36
4.1.2. Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 5 minutter .....	38
4.1.3. Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 20 minutter .....	41
4.1.4. Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 60 minutter .....	43
<b>4.2. In-situ strekktesting .....</b>	<b>45</b>
4.2.1. Effekt av ulik eksperimentell utførelse .....	45
4.2.1.1. Flere opptak av samme området underveis i strekkforløpet .....	45
4.2.1.2. Ett opptak gjennom hele strekkforløpet.....	49
4.2.2. Vekst av ulike martensittvarianter .....	58
<b>5. Diskusjon .....</b>	<b>62</b>
<b>5.1. Sveisesimulerte prøver .....</b>	<b>62</b>
5.1.1. Første syklisk sveisesimulering .....	62
5.1.2. Andre syklisk sveisesimulering .....	63
<b>5.2. In-situ strekktesting .....</b>	<b>67</b>
5.2.1. Effekt av ulik eksperimentell utførelse .....	67
5.2.2. Vekst av ulike martensittvarianter .....	70
<b>6. Konklusjon .....</b>	<b>74</b>
<b>7. Forslag til videre arbeid.....</b>	<b>75</b>
<b>Referanser .....</b>	<b>76</b>
<b>Vedlegg A.....</b>	<b>i</b>
<b>Vedlegg B .....</b>	<b>iv</b>
<b>Vedlegg C .....</b>	<b>xi</b>





# 1. Innledning

I Nordsjøen er det lagt over 600 km med rør av supermartensittisk rustfritt stål (SMSS) som benyttes til å transportere olje og gass [1]. Materialet ble utviklet på 1990-tallet som et billigere alternativ til duplex ved å holde legeringsinnholdet relativt lavt. Mikrostrukturen består hovedsakelig av anløpt martensitt og opptil 40% rest-austenitt. Ved introduksjon av deformasjon har stålet tidligere vist stor evne til deformasjonsindusert omvandling fra austenitt til martensitt [2]. Omvandlingen utnyttes til å gi stålet en herdende effekt ved eksempelvis offshore rørinstallasjon hvor selve utleggingen medfører en vis plastisk deformasjon og omvandling til martensitt. Uanløpt martensitt er midlertidig ansett som en meget ugunstig mikrostruktur med tanke på hydrogen forsprøing. Martensitt løser lite hydrogen i motsetning til austenitt som løser mye. I offshoresammenheng er katodisk beskyttelse og sveising potensielle hydrogenkilder, austenitten kan dermed oppnå høye hydrogen konsentrasjoner. Ved senere deformasjon og påfølgende faseomvandling vil konsentrasjonen overføres til martensitt. Resulterende mikrostruktur er uanløpt martensitt med høyt hydrogeninnhold. Tidligere undersøkelser av sviktende komponenter har bekreftet overstående sammenheng som bruddårsak [3]. Nøyaktig kontroll på austenittandelen er derfor svært viktig.

Denne oppgaven er todelt og omhandler EBSD (Electron Backscatter Diffraction) kvantifisering av rest-austenitt i sveisesimulert SMSS. Fokus blir rettet mot sveisesimulering i to-fase området for å observere i hvor stor grad rest-austenitt mengden i stålet som i levert tilstand gjenopptas. I tillegg blir det gjort eksperimentell utforskning av en ny metode for in-situ strekktesting med EBSD analyser. In-situ strekktesting har tidligere vært utført ved å strekke til forhåndsbestemte forlengelser og deretter stoppe strekking for å utføre EBSD opptak [4]. I denne oppgaven blir midlertidig EBSD opptak gjort under kontinuerlig strekking. Dette er en ny metode. Det blir eksperimentert med ulike strekkhastigheter og to ulike strategier for gjennomføring av EBSD opptak. Ved strategi 1 tas det flere EBSD opptak underveis i strekkforløpet som senere sammenlignes. Strategi 2 innebærer et stort referanseopptak i forkant av strekking, men bare ett EBSD opptak underveis i strekkforløpet. EBSD opptakene benyttes videre til å studere vekst av ulike martensittvarianter i SMSS som følge deformasjonsindusert faseomvandling.

## 2. Teori

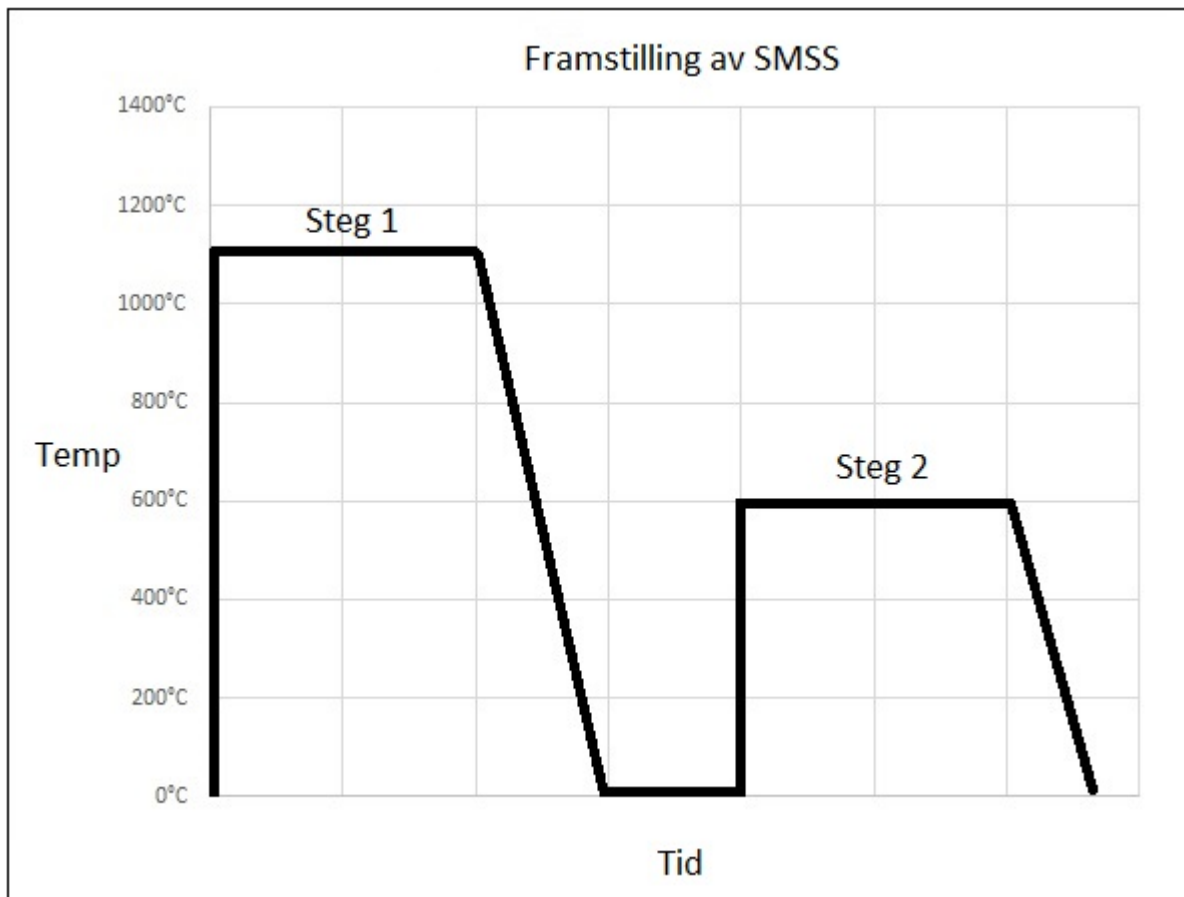
For hvert del-kapittel gis det en kort innledning og en henvisning til kapittelets mest refererte litteratur. Dersom et avsnitt avslutter med en referanse, og ikke øvrige referanser finnes i avsnittet, er referansen gjeldende for hele avsnittet. Ved spesielt viktige poeng vil en referanse likevel kunne følge aktuell setning.

### 2.1. Supermartensittisk rustfritt stål

Supermartensittisk rustfritt stål er en gruppe ultra-lavkarbon stål med et lavt legeringsinnhold sammenlignet med andre rustfrie stål som duplex og austenittiske rustfrie stål [5]. Det teoretiske grunnlaget for dette delkapittelet er i hovedsak hentet fra Jakob Enerhaugs doktorgrad avhandling [6]. Først vil framstillingsprosessen forklares, deretter gås det inn på hvordan viktige legeringselementer bidrar til materialegenskaper og hvordan de også muliggjør framstillingen.

### 2.1.1. Framstilling

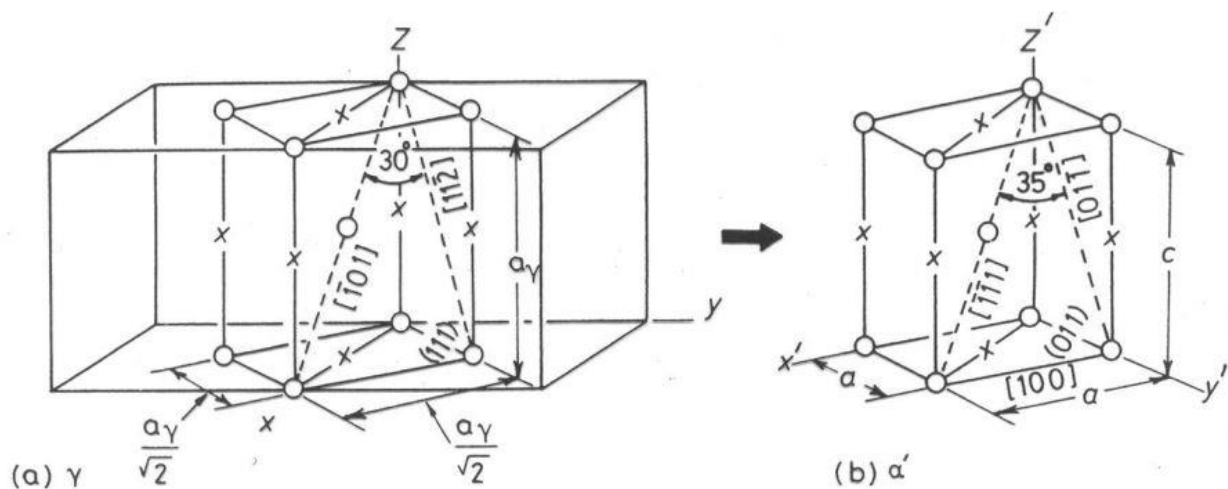
Supermartensittisk rustfritt stål framstilles ved en to-steps varmebehandlingsprosess. Figur 1 illustrerer temperaturområdene for de to varmebehandlingsstegene.



**Figur 1:** Framstilling av supermartensittisk rustfritt stål. Første steg er dannelsen av martensitt ved bråkjøling fra austenittområdet. Andre og avsluttende steg er interkristisk varmebehandling hvor anløpt martensitt og austenitt oppnås [7].

### 2.1.1.1. Første steg, dannelse av martensitt

Første steg innebærer oppvarming til austenittområdet hvor legeringselementer i eventuelle forbindelser oppløses og fordels jevnt utover materialet. Dernest følger bråkjøling og omvandling fra austenitt til martensitt. Transformasjonen er en diffusjonsløs omvandling av FCC til BCT. Siden ingen diffusjon inntreffer har martensitten samme karbonandel som austenitten den er dannet fra. Figur 2 viser hvordan denne diffusjonsløse omvandlingen kan skje med minst mulig atomforflytning (i figuren er austenitt gitt symbolet  $\gamma$  og martensitt gitt symbolet  $\alpha'$ ). Den resulterende krystallstrukturen har forkortet c-akse i forhold til FCC-strukturen den er dannet fra, men lengre c-akse enn likevektstrukturen BCC som inntreffer når karbonet rekker å diffundere ut under omvandling [8].

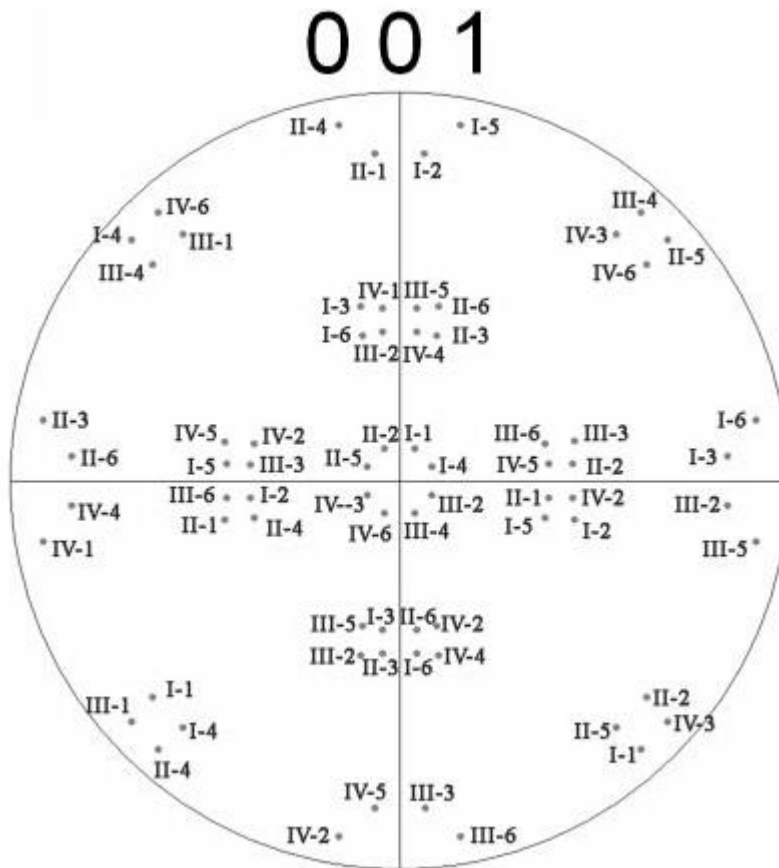


**Figur 2:** Omvandling fra FCC ( $\gamma$ ) til BCT ( $\alpha'$ ). Hvide sirkler indikerer jernatomenes plassering, kryssene indikere karbonatomenes plassering [8].

Etttersom SMSS har en veldig liten karbonandel er endring av c-aksen, i forhold til likevektstrukturen BCC, mye mindre enn i et høykarbon stål. Dette medfører at martensitten er veldig lik BCC strukturen, som blant annet har påvirkning for deteksjon av fasen ved EBSD eller XRD analyser.

I lav-karbon stål har martensitten utseende som tynne nåler, og kalles stavmartensitt. Bunter med parallelle staver vokser innover i austenittkornet. Mellom disse parallelle stavene er det

lavvinkel-korngrenser. Martensitt har en krystallografisk orienteringssammenhengen med austenitten den er dannet fra, påvist av blant andre Kurdjumov-Sachs. De mest tettpakkede atomplanene i martensitt  $\{110\}$  er parallelle med tettpakkede atomplan i austenitt  $\{111\}$ . Videre er tettpakket retning i martensitt  $\langle 111 \rangle$  parallelle med tettpakket retning i austenitt  $\langle 101 \rangle$  [1]. Dette gir 24 mulige martensittvarianter fra et austenittkorn, i figur 3 er disse plottet i en  $\{001\}$  pol figur hvor austenittkornet som variantene stammer fra har en  $(001) [100]$  orientering. Romertallene I-IV svarer til de fire forskjellige  $\{111\}$  planene i austenitt (FCC), mens tallene 1-6 representerer de 6 ulike  $\{110\}$  planene i martensitt (BCC). For eksempel betyr I-5 at tettpakket plan nummer 1 i austenitt er parallell med tettpakket plan nummer 5 i martensitt [4].



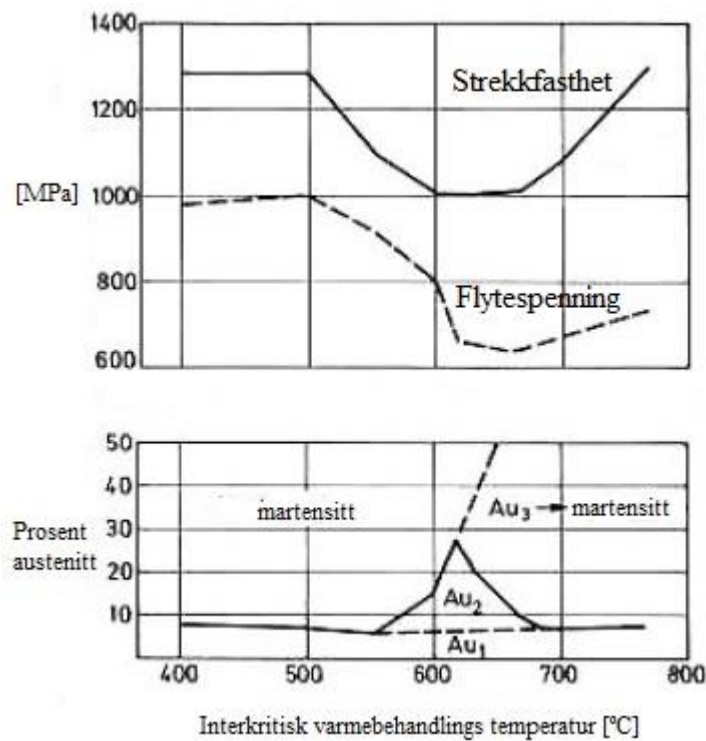
**Figur 3:** Mulige martensittvarianter i en  $\{001\}$  pol figur når austenittkornet som variantene stammer fra har  $(001) [100]$  orientering. Romertallene I-IV svarer til de fire forskjellige  $\{111\}$  austenitt planene, mens tallene 1-6 representerer de seks forskjellige  $\{110\}$  martensitt planene [4].

Deformasjon kan, i tillegg til underkjøling, også skape martensitt. Dette er nødvendigvis ikke relevant for framstillingsprosessen, men er viktig for materialets bruksegenskaper og blir derfor omtalt i dette avsnittet. Ved deformasjon er det vanlig å skille mellom spenningsassistert og tøyingsindusert kimdanning av martensitt. Spenningsassistert kimdanning skjer på de samme lokasjonene som ved underkjøling og kan forklares med at den påførte spenningen øker de drivende kreftene tilstrekkelig for at den termodynamiske omvandlingen kan fortsette. Tøyingsassistert kimdanning er derimot lokalisert på punkter skapt fra plastisk deformasjon. Tidligere undersøkelser av stålet brukt i denne oppgaven har vist at martensittransformasjon, som følge av deformasjon i forbindelse med strekktesting, skjer ved spenningsassistert kimdanning [2].

#### 2.1.1.2. Andre steg, dannelse av austenitt og anløpt martensitt

Andre steg er oppvarming til to-fase område, også kalt interkritisk område, hvor både ferritt ( $\alpha$ ) og austenitt ( $\gamma$ ) eksisterer. Siden materialet inneholder martensitt ( $\alpha'$ ), og ikke ferritt, er det martensitt og austenitt som ko-eksisterer i to-fase område. Dette skjer ved at en vis andel martensitt omvandles til austenitt. Austenitten som dannes er svært finfordelt og bidrar til materialets gode duktilitet og slagseighet [6, 7].

Figur 4 viser hvordan forskjellige typer austenitt dannet fra ulike varmebehandlingstemperaturer innvirker på strekkfasthet og flytespenning.  $Au_1$  er rest-austenitt dannet fra martensitt transformasjonen, det vil si steg 1 i framstillingsprosessen.  $Au_2$  dannes fra interkritisk varmebehandling i temperaturområde 550-680°C og er svært finfordelt hvilket resulterer i økt duktilitet og slagseighet. Dette framkommer i figuren ved at tilstedeværelsen av  $Au_2$  reduserer strekkfasthet og flytespenning. Varmebehandling over omtrent 625°C gir en vis andel ustabil  $Au_3$  som ved avkjøling transformeres til sprø uanløpt martensitt. Figuren gjelder et 12Cr-6Ni-1.5Mo SMSS, hvilket er en lignende legering som denne oppgaven omfatter [6].



**Figur 4:** Dannelse av ulike typer austenitt ( $Au_1$ ,  $Au_2$  og  $Au_3$ ) ved ulike varmebehandlingstemperaturer for et 12Cr-6Ni-1.5Mo SMSS. De ulike austenitt typenes innvirkninger på strekkfasthet og flytespenning vises øverst i figuren [6].

Martensitt som ikke transformeres til austenitt opplever en anløpende effekt av interkritisk varmebehandling, resulterende mikrostruktur er dermed anløpt martensitt, finfordelt austenitt ( $Au_2$ ) og noe rest-austenitt fra martensitt transformasjonen ( $Au_1$ ). Anløpt martensitt er ansett å gi en meget god kombinasjonen av styrke og slagseighet [7]. Noe uanløpt martensitt kan også

forekomme ettersom dannelse av  $Au_3$  inntreffer ved noe avvikende behandlingstemperatur. Tidligere undersøkelser har vist at stålet benyttet i denne oppgaven inneholder omtrentlig 40% austenitt og 60% martensitt [2].

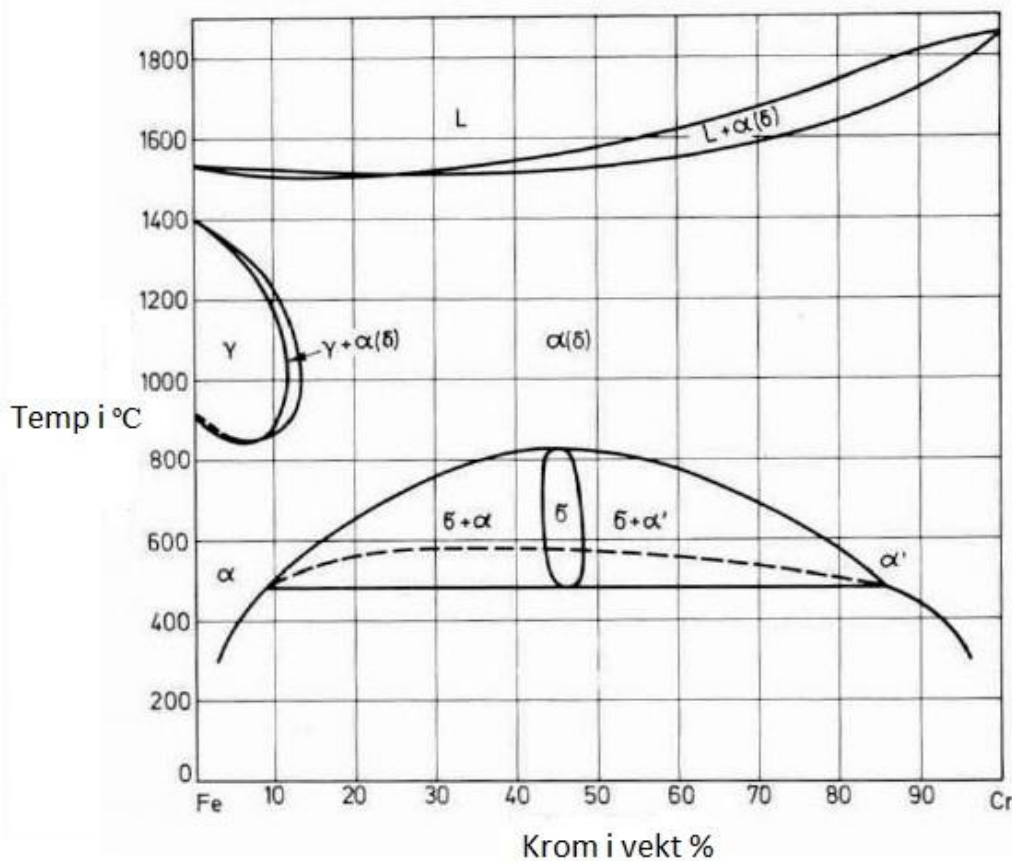
Forsøk gjort på et 13%Cr-6%Ni-2%Mo SMSS i levert tilstand har vist at dannelsen av austenitt skjer i to temperaturområder. De første austenittområdene som dannes anrikes på austenittstabiliserende elementer slik at  $A_1$  temperaturen lokalt senkes og transformasjon fortsetter i økende grad, dette karakteriseres som første temperaturområde. De resterende områdene som er tapet for austenittstabiliserende elementer har lokalt sett høyere  $A_1$  temperatur og videre austenittdannelse er derfor avhengig av økt temperatur, disse områdene blir omtalt som andre temperaturområde for austenittdannelse. Altså er det en inhomogen fordeling av austenittstabiliserende elementer som er opphavet til de to ulike temperaturområdene for austenittdannelse. Det ble i tillegg vist at dannelsen av austenitt (steg 2 i framstillingsprosessen) er avhengig av holdetid på steg 1 i framstillingsprosessen. Lengre holdetid på steg 1 i framstillingsprosessen gir minket andel stabil rest-austenitt når samme temperatur og holdetid benyttes på steg 2. Også disse forsøkene ble gjort med stålet som i levert tilstand fra produsent [9].



## 2.1.2. Legeringselementer

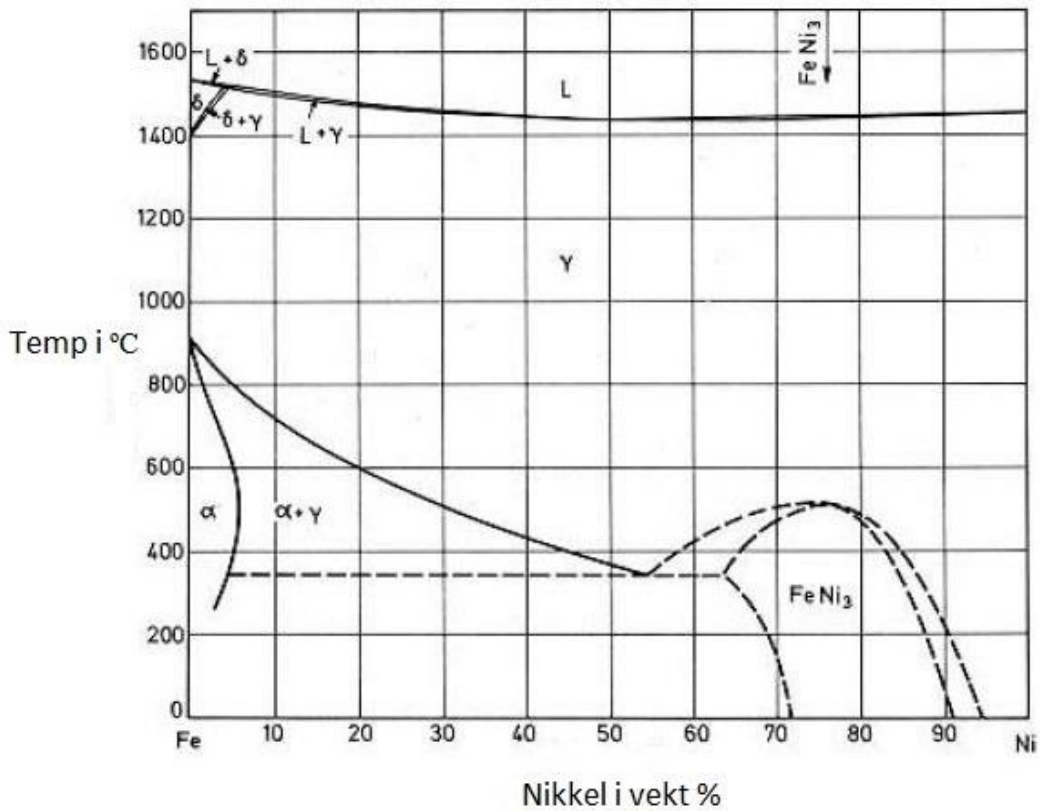
### 2.1.2.1. Krom og Nikkel

Krom hever korrosjonsbestandigheten ved å danne et passiverende oksidsjikt, omtrent 11 vektprosent krom er nødvendig. Alle stål med krom innhold over 12% kalles derfor rustfrie [1]. Figur 5 viser fasediagrammet Fe-Cr, ved omtrent 12% krom er austenittområdet (betegnet  $\gamma$  i figuren) fullstendig forsvunnet, dette skjer fordi krom er en såkalt ferritt-danner som fremmer dannelsen av BCC-fasen ferritt på bekostning av FCC-fasen austenitt. En forutsetning for å danne martensitt (steg 1 i figur 1) er midlertidig at dette austenittområdet eksisterer, det er derfor nødvendig med tilsats av et austenitt stabiliserende element [6].



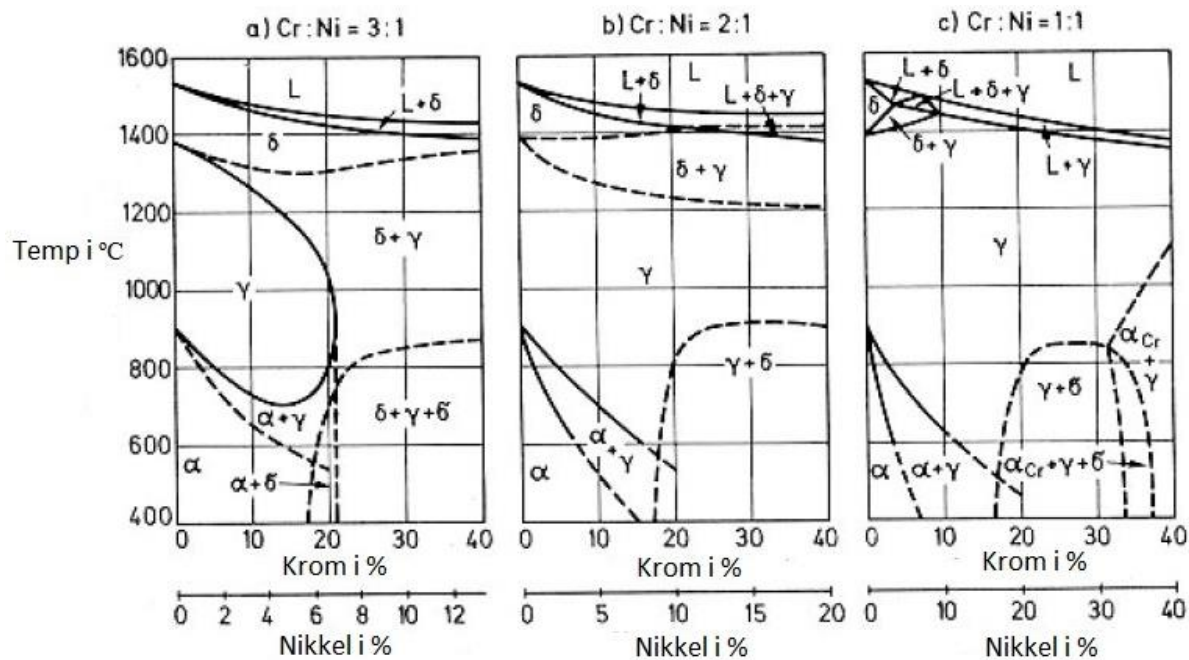
**Figur 5:** Fe-Cr fasediagram [6].

Figur 6 viser fasediagrammet Fe-Ni, ved økende mengde nikkell vil transformasjonstemperaturen fra austenitt (FCC) til ferritt (BCC) stadig senkes (I figuren svarer dette til at linjen mellom  $\gamma$  og  $\alpha + \gamma$  synker med økende nikkellinnhold). Nikkell har altså en austenitt stabiliserende effekt og kan dermed brukes til å opprettholde austenittområdet når over 12% krom er tilsatt [6].



**Figur 6:** Fe-Ni fasediagram [6].

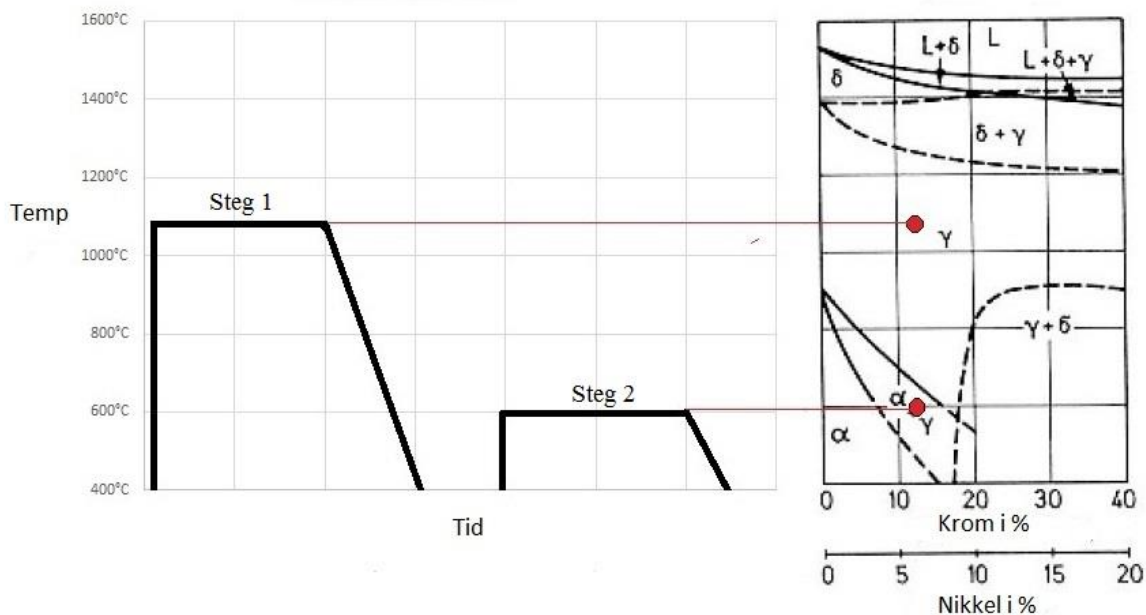
Figur 7 viser fase­diagram for jern med et krom til nikkel forhold på 3:1 (a), 2:1 (b) og 1:1 (c). Endringen i lavere forholdstall fra a) til c) i figuren fører til utvidelse av austenittområdet og dermed også senket transformasjonstemperatur for austenitt til ferritt reaksjonen [6].



**Figur 7:** Fe-Cr:Ni diagram, Krom:nikkel er i a) 3:1, i b) 2:1 og i c) 1:1 [6].

Figur 8 viser hvor stegene i framstillingsprosessen befinner seg i et Fe-Cr:Ni fasediagram med 2:1 forhold. De røde prikkene tilsvarer et krom og nikkel innhold på henholdsvis 12% og 6%, hvilket er lignende konsentrasjoner som stålet i denne oppgaven inneholder. Fasediagrammet er nødvendigvis ikke helt representativt for stålet, da også øvrige legeringselementer kan påvirke austenittområdet, spesielt gjelder dette Mo som er ferritt danner og representert med 2,5% i materialet.

### Framstilling av SMSS og Fe-Cr:Ni fasediagram i 2:1 forhold



**Figur 8:** Framstilling av SMSS sammensatt et Fe-Cr:Ni diagram i 2:1 forhold. De røde prikkene tilsvarer omtrentlig til krom og nikkel konsentrasjoner på henholdsvis 12% og 6% [6].

Krom og nikkel forholdet er viktig for begge stegene i framstillingen, et høytemperatur austenittområde må eksistere for å kunne danne martensitt, mens interkritisk varmebehandling er avhengig av et to-fase område slik at en vis andel martensitt transformeres til austenitt som senere vil kunne beholdes til romtemperatur.

### 2.1.2.2. Karbon

For å opprettholde en god sveisbarhet er karbon innholdet i SMSS vanligvis under 0,015%. Krom er en sterk karbid danner og kan binde opp karbon i ulike forbindelser, dette er som regel sprø og uønskede faser. Karbider kan også utarmere konsentrasjonen av krom langs korngrenser og dermed gi lokal svekkelse av korrosjonsbestandighet. Jamfør Fe-C-Cr fasediagrammet er et blandingskarbid av jern og krom kalt  $M_{23}C_6$  stabilt ved over 7% krom og felles ut ved omtrent 800°C, også andre karbidforbindelser finnes i dette fase diagrammet, men i hovedsak er det typen  $M_{23}C_6$  som felles ut i rustfrie stål. Nikkel danner forøvrig ikke karbidforbindelser [6].

### 2.1.2.3. Molybden

Molybden er i likhet med krom både en ferritt danner og en bidragsyter til økt korrosjonsbestandighet. Austenittiske rustfrie stål med omtrent 2,5-3% Mo kalles syrefaste da de er korrosjonsbestandighet i enkelte syrer. SMSS som inneholder Mo må ha kompenserende mengde nikkel for å opprettholde austenittområdet, ettersom nikkel er et dyrt legeringselement benyttes ikke Mo konsentrasjoner utover 2,5-3% i SMSS [1, 6].

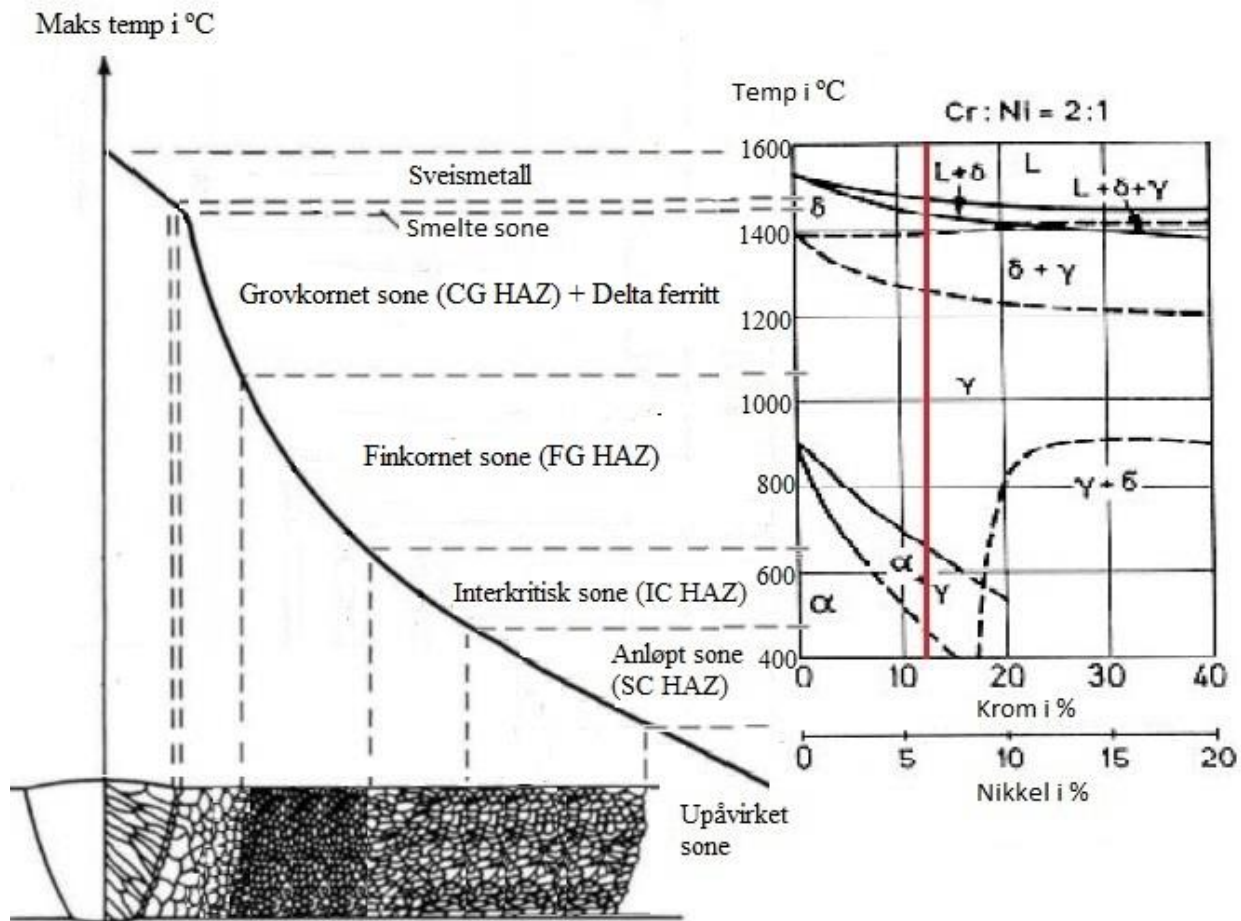
## 2.2. Sveising

Sveising innebærer at smeltet metall tilføres to eller flere separate deler som deretter størkner sammen til et objekt. Dette gir opphav til to forskjellige soner, en smeltet sone og en varmpåvirket sonen (HAZ). Ettersom området med smeltet metall i hovedsak er et resultat av tilført sveismetall, og ikke selve grunnmaterialet, utelates videre teori om denne sonen. I varmpåvirket sone skjer det flere metallurgiske endringer som det her går nærmere innpå. Det teoretiske grunnlaget er for det meste hentet fra en artikkel av C.L. Davis og J.E. King [10].

### 2.2.1. Sveismetallurgi i SMSS

Mye av varmen som oppstår i smelten går videre ut til grunnmaterialet som dermed opplever oppvarming og avkjøling. Temperaturen i grunnmaterialet er sterkt avstandsavhengig, og gir opphav til ulike soner gitt av oppnådd maks temperatur. Avkjølingshastigheten er på den andre siden mindre avstandsavhengig og kan betraktes som konstant for en bestemt varmetilførsel. Tiden det tar å avkjøle fra 800°C til 500°C brukes ofte som mål for avkjølingshastighet og betegnes  $\Delta t_{8-5}$  [11].

Figur 9 viser ulike soner i HAZ og hvordan de kan plasseres i et Fe-Cr:Ni diagram med 2:1 forhold. Rød strek i fasediagrammet svarer til krom og nikkel konsentrasjoner på henholdsvis 12% og 6%, hvilket er lignende konsentrasjoner som stålet i denne oppgaven inneholder.

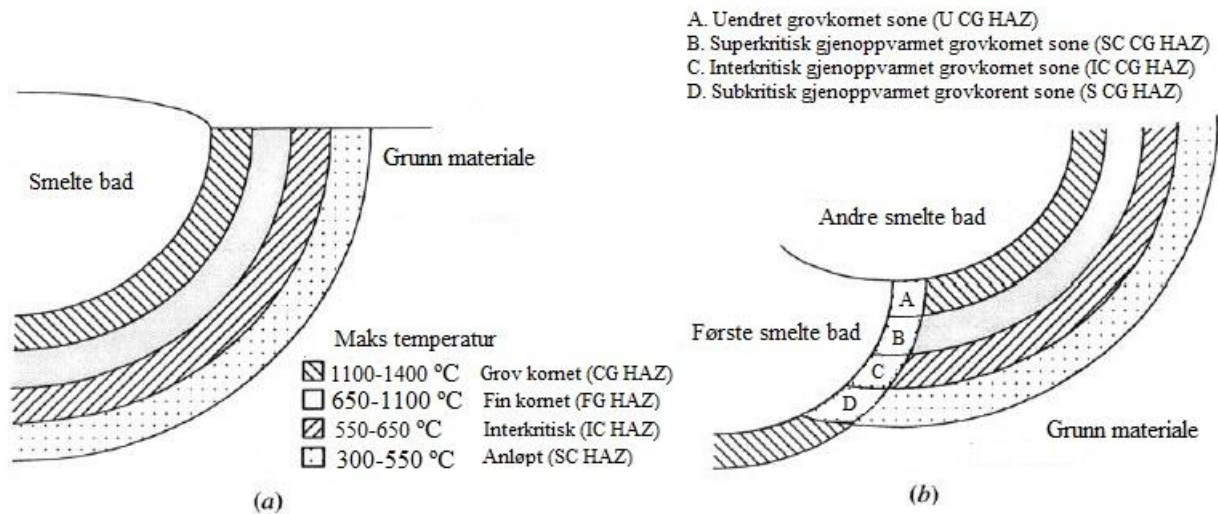


**Figur 9:** Ulike soner i HAZ med tilhørende plasseringer i et Fe-Cr:Ni fasediagram med 2:1 forhold. Rød strek i fase diagrammet indikerer krom og nikkel konsentrasjoner på henholdsvis 12% og 6%, hvilket er lignende konsentrasjoner som stålet i denne oppgaven inneholder [6] [12].

I grovkornet sone (CG HAZ) skjer kornvekst og forgrovning av mikrostrukturen, ved temperaturer over omtrent 1250°C vil også noe delta ferritt dannes. I nedre del av austenittområdet oppnås en finkornet sone (FG HAZ) som følge av rekrySTALLISERING. Mellom omtrent 650°C og 450°C befinner en seg i interkritisk sone (IC HAZ) og en delvis omvandling inntreffer hvor noe omvandles til austenitt, mens resterende forblir martensittisk (eventuelt

ferrittisk, hvis dette er utgangsstrukturen). Anløpt sone (SC HAZ) ligger under to-faseområde og her anløpes martensittstrukturen.

Ved flersyklisk sveising vil HAZ fra første sykel oppleve ny oppvarming og avkjøling. Figur 10 viser hvordan sonene fra figur 9 påvirkes av andre syklisk sveising.



**Figur 10:** (a) viser første syklisk sveising og tilhørende HAZ-soner (dette er de samme sonene som fra figur 9). (b) viser hvordan disse HAZ-sonene påvirkes av andre syklisk sveising [10].

Alle punktene i figur 10 (b) er fra første syklisk sveising oppvarmet til grovkornet sone. Punkt A opplever en gjentatt kornforgroving og kalles derfor uendret grovkornet sone (U CG HAZ). Punkt B er superkritisk gjenoppvarmet sone (SC CG HAZ). Punkt C, som kalles interkritisk gjenoppvarmet sone (IC CG HAZ), er den sonen som vanligvis oppnår lavest slagseighet [10]. Den siste sonen fra to-syklisk sveising kalles subkritisk gjenoppvarmet grovkornet sone (S CG HAZ) [10].



Sveisbarheten til et materiale er avhengig av hvilke egenskaper de overnevnte sonen oppnår, et stål med mye karbon vil eksempelvis danne sprø martensitt og ikke være sveisbart [10]. Andel karbon-ekvivalenter brukes ofte som et mål på sveisbarhet. Et stål med en karbon-ekvivalent på 0.45 eller lavere bør kunne sveises med moderne teknikker. Ito-Besseyos sammenheng er gitt i ligning 1, og gjelder stål med under 0.18 vektprosent karbon [11].

$$C\text{-ekv.} = C + \frac{Si}{30} + \frac{Mn + Cu + Cr}{20} + \frac{Ni}{60} + \frac{Mo}{15} + \frac{V}{15} + 5 \cdot B \text{ (Wt\%)} \quad (1)$$

## 2.3. EBSD

Electron Backscatter Diffraction (EBSD) er en teknikk som benyttes i et elektronmikroskop for å innhente krystallografisk informasjon fra en prøve. Denne informasjonen kan videre sammenlignes med en database av kjente krystallstrukturer. Dermed kan faser og tilhørende orienteringer bestemmes med en vis sannsynlighet. Her er det altså en programvare som detekterer faser, i motsetning til for eksempel sekundærelektron avbildning hvor operatøren selv må gjenkjenne faser. Det teoretiske prinsippene som presenteres videre i dette del-kapittelet er i hovedsak hentet fra boken «Electron Backscatter Diffraction in Material Science» av Schwartz (et al.) [13]. En EBSD analyse kan sees på som en tre-steps prosess. Opptak av såkalte diffraksjonsbilder, indisering av diffraksjonsbilder og tilslutt analyse av resultatet.

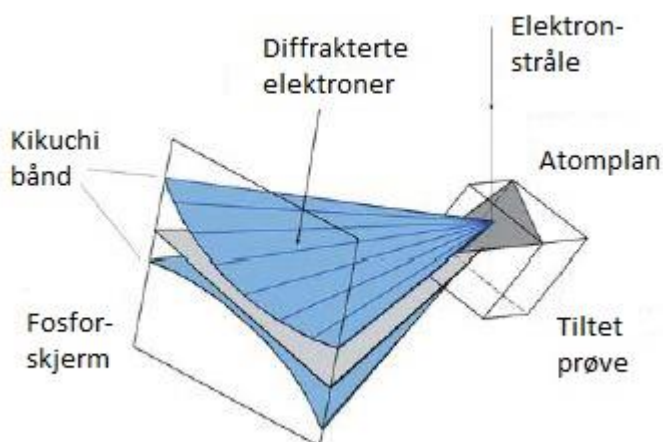
### 2.3.1. Opptak av diffraksjonsbilder

EBSD fungerer slik at en stegvis stasjonær elektronstråle sendes ned i en prøve hvor det oppstår elastisk og uelastisk spredning. Elektroner som gjennomgår en høyvinkel elastisk tilbakespredning kan sendes ut igjen. På vei ut av prøven diffraktes elektronene i atomplan hvor Braggs lov er oppfylt, gitt i ligning 2, hvor  $d$  er atomplanavstand,  $\nu$  er vinkelen mellom diffrakterende atomplan og diffrakterte elektronene, mens  $\lambda$  er elektronets bølgelengde [13, 14].

$$2 \cdot d \cdot \sin(\nu) = \lambda \quad (2)$$

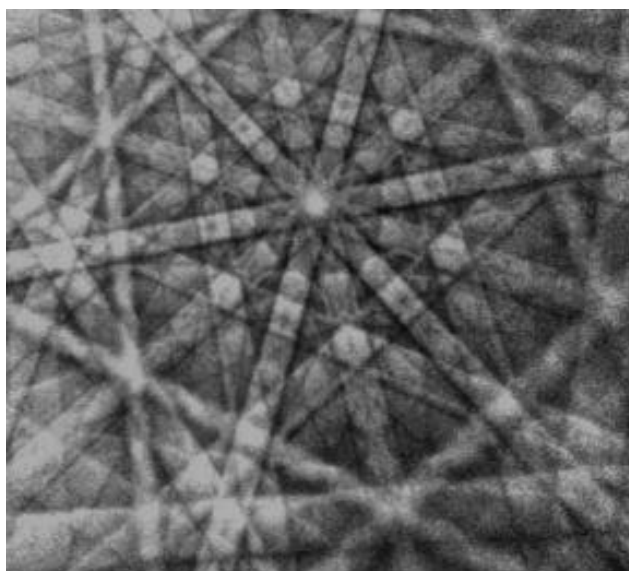
Elektroner diffraktes både fra oversiden og undersiden av et atomplan, med vinkelen  $2 \cdot \nu$  seg imellom. Videre treffer elektronene en fosforskjerm som er plassert i nærheten av prøven. Dette gir to rettlinjede striper som til sammen utgjør et bånd, kalt Kikuchi-bånd. For å generere flest mulige tilbakespredtelektroner er det vanlig å tilte prøven  $70^\circ$  i forhold til innkommende elektronstråle.

Figur 11 viser hvordan et atomplan diffrakterer elektroner, treffer fosforskjermen og danner Kikuchi bånd. En kan tenke seg at atomplanet strekkes ut og krysser fosforskjermen midt i mellom de to kikuchi båndene [13].



**Figur 11:** Dannelse av Kikuchi-bånd. [13]

Der hvor elektronene treffer fosforskjermen dannes det svake lysintensiteter som fanges opp av et høy-sensitivt kamera. Et typisk utseende på et slikt bilde kan sees i figur 12. Vinkelen mellom to kryssende bånd er direkte relatert til vinkelen mellom de to diffrakterende atomplanene. Når en har minst tre slike kryssninger, kan krystallstruktur og orientering bestemmes [13].



**Figur 12:** Bilde av et typisk diffraksjonsmønster [13].

Før en starter et EBSD opptak angis størrelsen på område som skal skannes. Innenfor dette område angis også en parameter kalt steg lengde, som avgjør avstanden mellom hver gang elektronstrålen stopper og kameraet fanger opp et diffraksjonsbilde. Eksempelvis gir et område på 100·100 mikrometer, og 0,1 mikrometer steg lengde, 1 million forskjellige diffraksjonsbilder. Neste steg er å indisere disse diffraksjonsbildene.

### 2.3.2. Indisering av diffraksjonsbilder

Indisering av diffraksjonsbilder kan gjøres fortløpende gjennom selve opptaket, eller «offline» på en «vanlig» datamaskin i ettertid. Fordelen med å gjøre offline indisering er at en bruker mindre tid på selve elektronmikroskopet [13].

I denne oppgaven ble programmet OIM TSL Data Collection brukt for å indisere diffraksjonsbilder. Ettersom en datamaskin ikke kan detektere bånd ut i fra et bilde benyttes en Hough transformasjon. Her transformeres hver eneste pixel, med koordinatene (x,y) i diffraksjonsbildet, over til (θ,ρ) koordinater i Hough rommet. Alle mulige ρ verdier regnes ut med θ varierende fra 0° til 180°. Ligning 3 viser hvordan koordinatene til en pixel i diffraksjonsbilde inngår i utregningen [13].

$$\rho = x \cdot \cos(\theta) + y \cdot \sin(\theta) \quad (3)$$

Hver pixel gir en sinuskurve, og intensiteten til pixelen gjengis med en ned skalert intensitet i hele sinuskurven. Pixeler som ligger på en rett linje i diffraksjonsbildet, vil i Hough rommet svare til sinuskurver som krysser hverandre. Dersom pixelene i en rett linje har høy intensitet, vil krysningspunktet i Hough rommet ha alle disse intensitetene summert. Dermed kan en rett linje med høy intensitet i diffraksjonsbilde gjenkjennes som et punkt med høy intensitet i Hough rommet. Ettersom Kikuchi bånd ikke er linjer, men lyse bånd avgrenset av sorte linjer vil et Kikuchi bånd i Hough rommet framstå som en lys sirkel ved siden av to små mørke sirkler. Kall «Butterfly» effekten [13].

Et gitt antall av de tynneste og lyseste båndene velges ut for sammenligning med en database av teoretiske beregnede bånd. Dermed kan fase med tilhørende orientering bestemmes for hvert eneste diffraksjonsbilde. Et analyse program kan nå benyttes til å vurdere blant annet sikkerhet og kvalitet for et EBSD opptak [13].

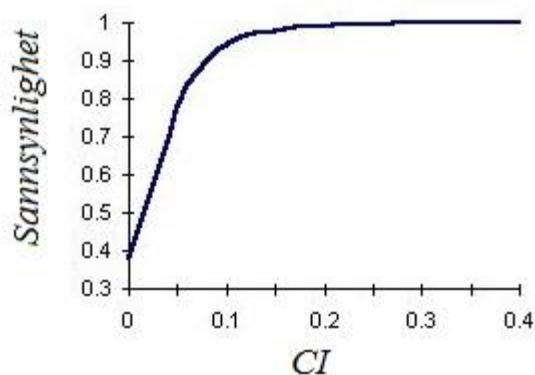
### 2.3.3. Analyse av indiserte diffraksjonsbilder

TSL OIM Analysis er en programvare som kan benyttes til å analysere indiserte EBSD opptak. Videre gis det en kort forklaring på noen viktige parametere som kan beskrive kvaliteten på et indisert EBSD opptak, og tilslutt litt om hvordan indiserte punkter av dårlig kvalitet kan fjernes ved hjelp av etterbehandlingsfunksjoner.

*Confidence Index (CI)*: For et gitt diffraksjonsbilde kan det finnes flere løsninger som tilfredsstill de detekterte båndene. Programvarene rangerer disse løsningene ved hjelp av en avstemningsprosedyre. Ligning 4 viser hvordan resultatene fra avstemningen bestemmer CI-verdien for et gitt diffraksjonsbilde [15].

$$CI = \frac{(V_1 - V_2)}{V_{Totalt}} \quad (4)$$

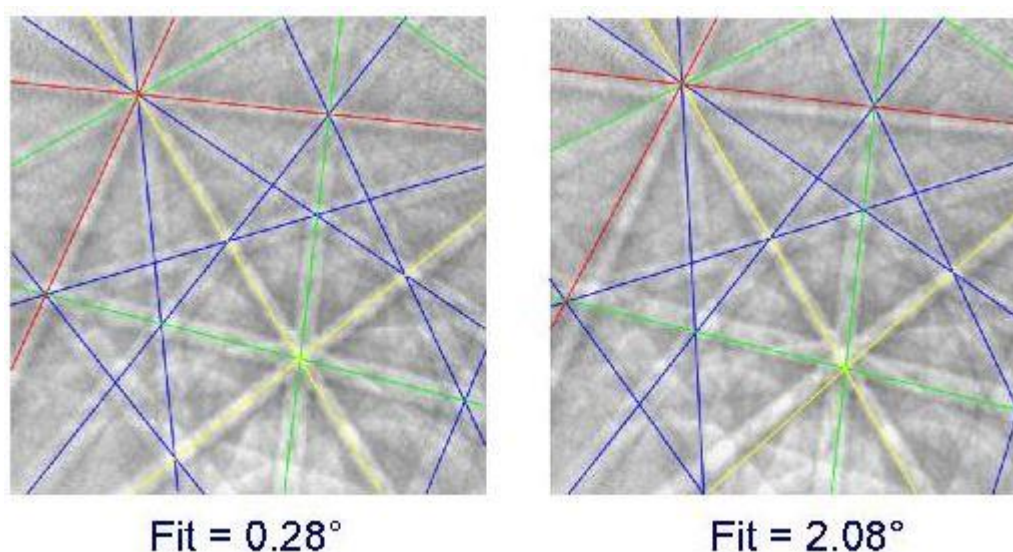
$V_1$  og  $V_2$  er de løsningene med henholdsvis flest og nest flest stemmer.  $V_{Totalt}$  er totalt antall mulige stemmer for diffraksjonsbildet. CI er dermed et tall mellom 0 og 1, et uindisert diffraksjonsbilde gis for øvrig CI verdien -1. Figur 13 viser sammenhengen mellom CI verdier og sannsynlighet for korrekt indisering. Sammenhengen ble funnet utfra en studie gjort på et FCC materiale [15].



**Figur 13:** Sammenheng mellom sannsynlighet for korrekt indisering og CI-verdi for et FCC materiale [15].

*Image Quality (IQ)*: Er summen av detekterte topper i Hough-rommet. Enhver variabel som påvirker prosedyren fram til Hough transformasjonen vil derfor innvirke på IQ-verdien. Den mest interessante variabelen fra et materialteknologisk perspektiv er krystallgitterets perfektjon. Et gitter med mye tøyninger vil framstå med dårligere IQ enn et gitter med mindre tøyninger. Andre variabler som kan påvirke IQ er fokus og kontrast [15].

*Fit*: Når et diffraksjonsbilde er indisert sammenlignes båndene fra bildet med båndene fra en teoretiske løsning. Vinkel forskjellen mellom båndene uttrykkes ved hjelp av Fit-verdien. Figur 14 viser et eksempel på en god og en dårlig Fit-verdi. I likhet med IQ er det mange variabler som innvirker på Fit verdien, som for eksempel kalibrering [15].



**Figur 14:** Eksempel på en god (venstre side) og dårlig (høyre side) Fit-verdi [15].

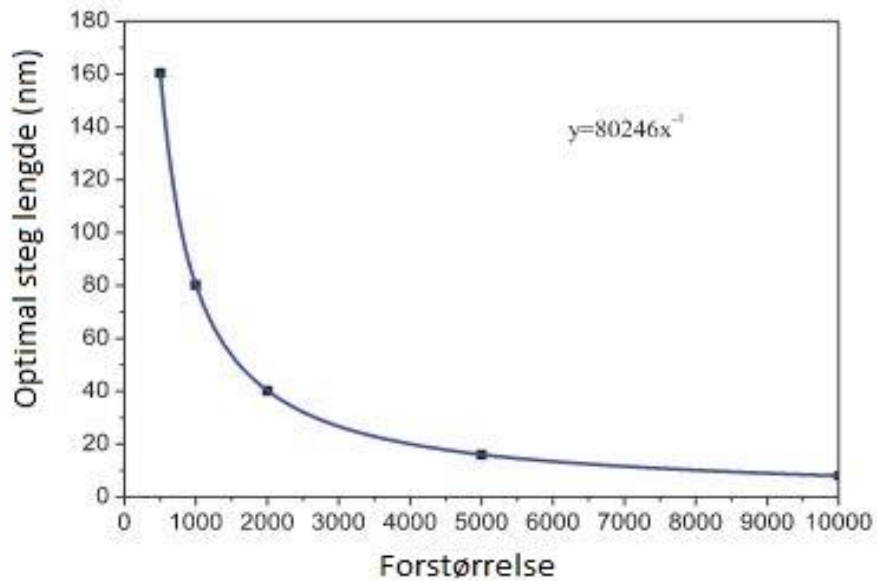
*Etterbehandlingsfunksjoner*: TSL OIM Analysis inneholder flere «Cleanup» funksjoner som kan benyttes til å fjerne støy fra feil indiserte punkter. Det er viktig å ikke bruke disse funksjonen ukritisk da det kan føre til manipulasjon av resultater. CI standardisering i kombinasjon med CI filtrering er en mye brukt etterbehandlingsprosedyre. CI standardisering gir alle punkter som tilhører ett og samme korn, (dvs samme fase og orientering innenfor en angitt toleranse vinkel), den høyeste CI-verdien tilstede i kornet. Deretter fjernes alle punkter som ikke tilfredstiller  $CI > X$ . På den måten kan punkter som i utgangspunktet hadde CI verdier  $< X$  likevel beholdes, gitt at de tilhører et korn som inneholder minst ett punkt med  $CI > X$ . Den nedre CI verdien  $X$  kan

velges fritt. Det er viktig å gjennomføre denne etterbehandlingsprosedyren i korrekt rekkefølge, først CI standardisering og deretter CI filtrering [15].

#### 2.3.4. Viktige EBSD parametere

*Kalibrering:* Kalibrering gjøres i forkant av et EBSD opptak i den hensikt å bestemme pattern-center (PC). PC er den korteste avstanden fra elektronstrålens posisjon på prøven og bort til fosforskjermen. Hvert eneste punkt på prøven tilhører derfor en bestemt PC posisjon på fosforskjermen. Det er nødvendig og kjenne PC for å kunne indisere korrekt ettersom en og samme krystallorientering vil opptre forskjellig på fosforskjermen med varierende PC posisjoner. Vanligvis tas fire kalibreringsbilder fra hvert hjørne og ett i fra midten av opptaksområdet. Punktene ekstrapoleres for å bestemme PC til øvrige punkter. Det er derfor viktig med gode kalibreringsbilder som kan indiseres korrekt med stor sannsynlighet. Dersom indiseringen er sikker, er også PC posisjonen tilsvarende sikker [16].

*Steg lengde:* Steg lengde angir avstanden mellom hver gang elektronstrålen stopper opp og generere et diffraksjonsbilde. Dersom en prøve inneholder svært små korn vil det være gunstig med en liten steg lengde for å oppnå flest mulig diffraksjonsbilder innad i hvert korn. Mindre steg lengde gir midlertidig økt opptakstid. For en gitt forstørrelse finnes det likevel en minimumsgrense for hvilken steg lengde som bør benyttes. Dette har sammenheng med elektronikk begrensinger som det ikke går videre inn på her. Figur 15 viser optimal steg lengde som funksjon av forstørrelse [17].



**Figur 15:** Steg lengde som funksjon av forstørrelse [17].

*Strålestrøm:* Strålestrømmen innvirker på andel tilbakespredts elektroner og elektronstrålediameter. En høy andel tilbakespredte elektroner er gunstig for å få tydelige diffraksjonsbilder, mens en lav strålestrøm er gunstig for å oppnå en minst mulig strålediameter og således en høyere oppløsning [18].

*Dynamisk fokus:* Ettersom prøven er tiltet  $70^\circ$  vil fokus variere fra øvre og nedre del av opptaksområdet. Dette forbedres med en funksjon kalt dynamisk fokus, som ved optimal innstilling skal kunne gjøre hele opptaksområdet fokusert [16].



### 3. Eksperimentelt

Stålet som undersøkes i denne oppgaven er et supermartensittisk rustfritt stål med kjemisksammensetning vist i tabell 1.

**Tabell 1:** Kjemisksammensetning for materialet brukt i denne oppgaven.

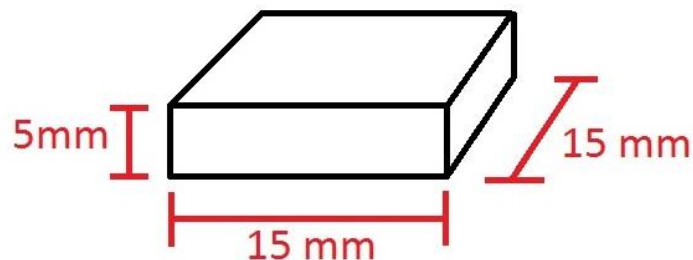
Element	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Ti
Vekt prosent	0,011	0,55	0,12	0,017	0,002	11,9	5,9	2,5	0,01

#### 3.1. Oppkutting og prøveholdere

Dette del-kapittelet beskriver hvordan prøver til EBSD eksperimenter ble kuttet opp og hvordan det ble laget prøveholdere for å gjøre preparering enklere. To forskjellige prøvedimensjoner ble benyttet, kvadratiske prøver til sveisesimulering og strekkstaver til in-situ strekktesting. Begge prøvetyper ble kuttet ut fra samme rørdel.

##### 3.1.1. Prøver til sveisesimulering

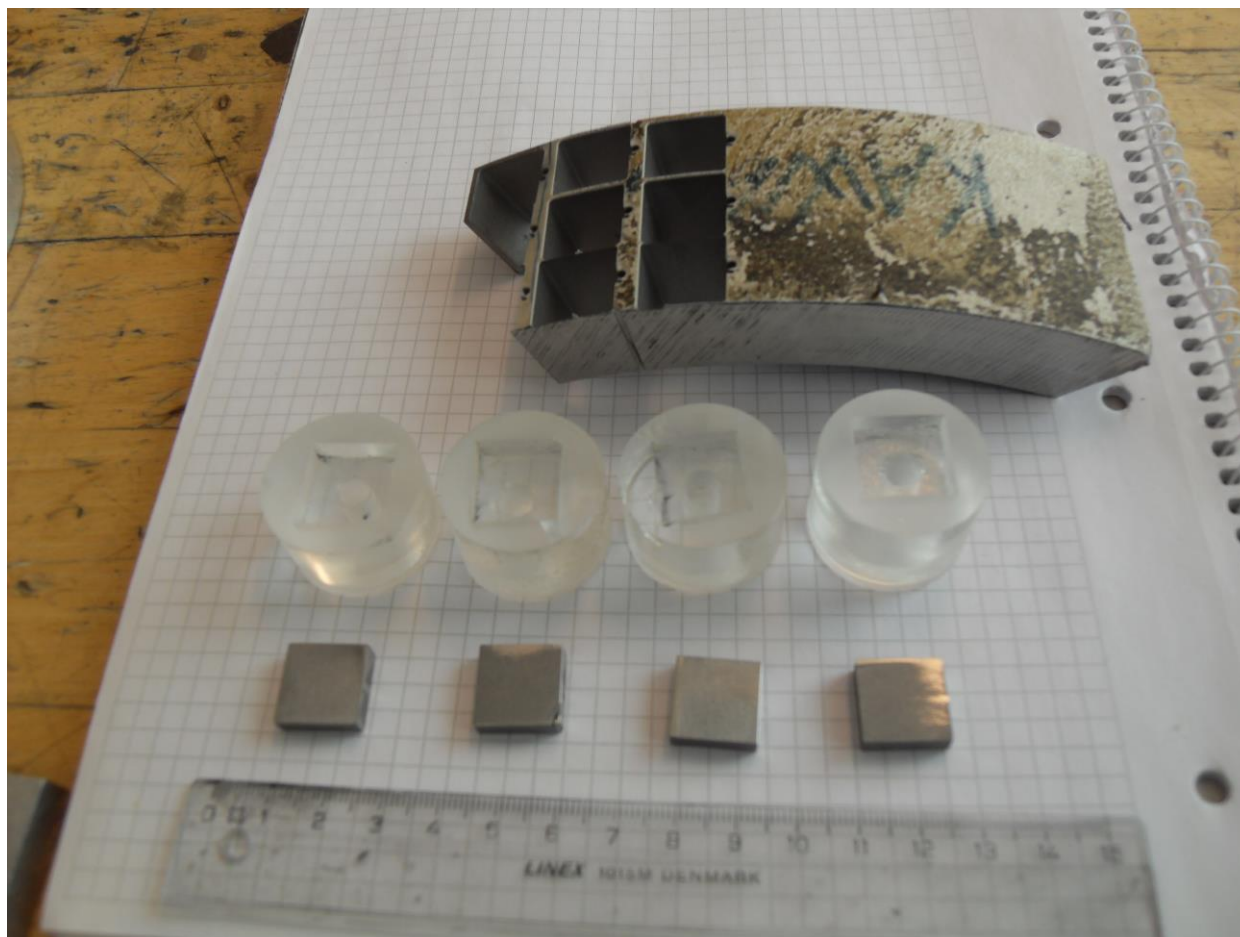
Prøvene ble kuttet ut fra rørdelen med en vann-jet skjærer. Dette ble utført av fagpersonell ved NTNU-mekaniske verksted. Prøvedimensjoner er vist i figur 16.



**Figur 16:** Skisse av prøvedimensjoner til sveisesimulering.

For å kunne utføre automatisk preparering ble det laget prøveholdere. (Innstøping var uaktuelt ettersom dette ville skapt vanskeligheter i forhold til EBSD analyser). Prøveholderne ble laget ved å støpe inn et annet materiale, men med samme dimensjoner, som deretter ble slått ut. I vedlegg B er det gitt en detaljert oppskrift på hvordan prøveholderne ble laget. Figur 17 viser

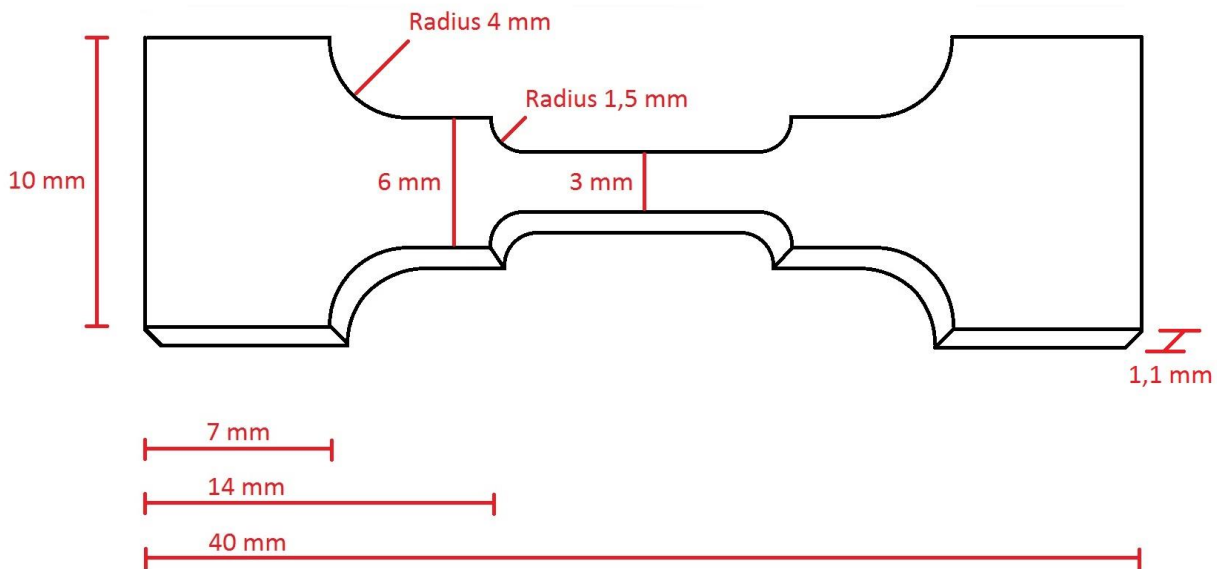
rørdelen (som prøvene ble kuttet ut ifra), fire stykk prøveholdere og fire stykk ferdig oppkuttete prøver.



**Figur 17:** Rørdelen, fire stykk prøveholdere og fire stykk ferdig oppkuttete prøver.

### 3.1.2. Strekkstaver til in-situ strekktesting

Strekkstaver ble kuttet ut fra rørdelen med knistkutter av Nomek As Trondheim. Prøvedimensjoner for strekkstaver er vist i figur 18. Lengden på området som forlenges ved strekking er 9 mm.



**Figur 18:** Skisse av prøvedimensjoner for strekkstaver til in-situ strekktesting. Lengden på området som forlenges ved strekking er 9 mm.

For enklere å kunne håndtere de tynne strekkstavene i forbindelse med sliping og polering ble det laget rektangulære klosser som strekkstavene ble festet til med dobbel-side tape. Klossene ble laget av Epofix innstøpingsmasse.

### 3.2. Sveisesimulering

Bare kvadratiske prøver gjennomgikk sveisesimulering. Ovn Nabertherm N11/R ble benyttet for både første og andre syklisk sveisesimulering. For å simulere første syklisk sveising ble prøvene lagt i en forhåndsoppvarmet ovn på 1000°C. Prøvene ble holdt på denne temperaturen i 5 minutter, og deretter bråkjølt ved å umiddelbart senkes i en bølge med romtemperert vann. Dette

ble gjort for samtlige prøver. Ved andre syklisk sveissimulering ble forskjellige temperaturer og holdetider benyttet. Temperatur, holdetid og avkjølingsmetode for andre syklisk sveissimulering er vist i tabell 2, tabell 3 og tabell 4.

**Tabell 2:** Andre syklisk sveissimulering i ovn med holdetid 5 min. Avkjølingsmetode er markert med kryss

2.syklisk med holdetid 5 min		
Temp [°C]	Bråkjøling	Luftkjøling
550	x	
600	x	
650	x	
700	x	
750	x	
800	x	
850	x	

**Tabell 3:** Andre syklisk sveissimulering i ovn med holdetid 20 min. Avkjølingsmetode er markert med kryss.

2.syklisk med holdetid 20 min		
Temp [°C]	Bråkjøling	Luftkjøling
550	x	x
600	x	x
625	x	
650	x	x
700	x	
750	x	
800	x	
850	x	

**Tabell 4:** Andre syklisk sveissimulering i ovn med holdetid 60 min. Avkjølingsmetode er markert med kryss.

2.syklisk med holdetid 60 min		
Temp [°C]	Bråkjøling	Luftkjøling
550	x	x
600	x	x
650	x	x

Etter endt sveisesimulering ble prøvene enten luftavkjølt eller bråkjølt i romtemperert vann.

### 3.3. Prøvepreparering

Dette del-kapittelet tar for seg hvordan prøvene ble preparert med henholdsvis sliping, polering og elektroplering. I prosjektoppgavene til Kim Elstad og forfatteren av denne oppgaven ble det sett på effekt av ulike prepareringsmetoder for kvantifisering av rest-austenitt i SMSS ved EBSD undersøkelser [19] [20]. Det ble funnet at elektroplering er den foretrukne prepareringsteknikken og er derfor benyttet her. Prøver som gjennomgikk sveisesimulering ble preparert i etterkant av fullført simulering (varmebehandling).

#### 3.3.1. Prøver fra sveisesimulering

Prøver ble festet til prøveholdere med dobbel-side tape og automatisksliping og -polering ble gjennomført. Struers RotoPol-31 ble brukt for sliping og polering. Tabell 5 og tabell 6 viser henholdsvis slipe- og poleringsoppsett. Prøvene ble vasket mellom hvert steg.

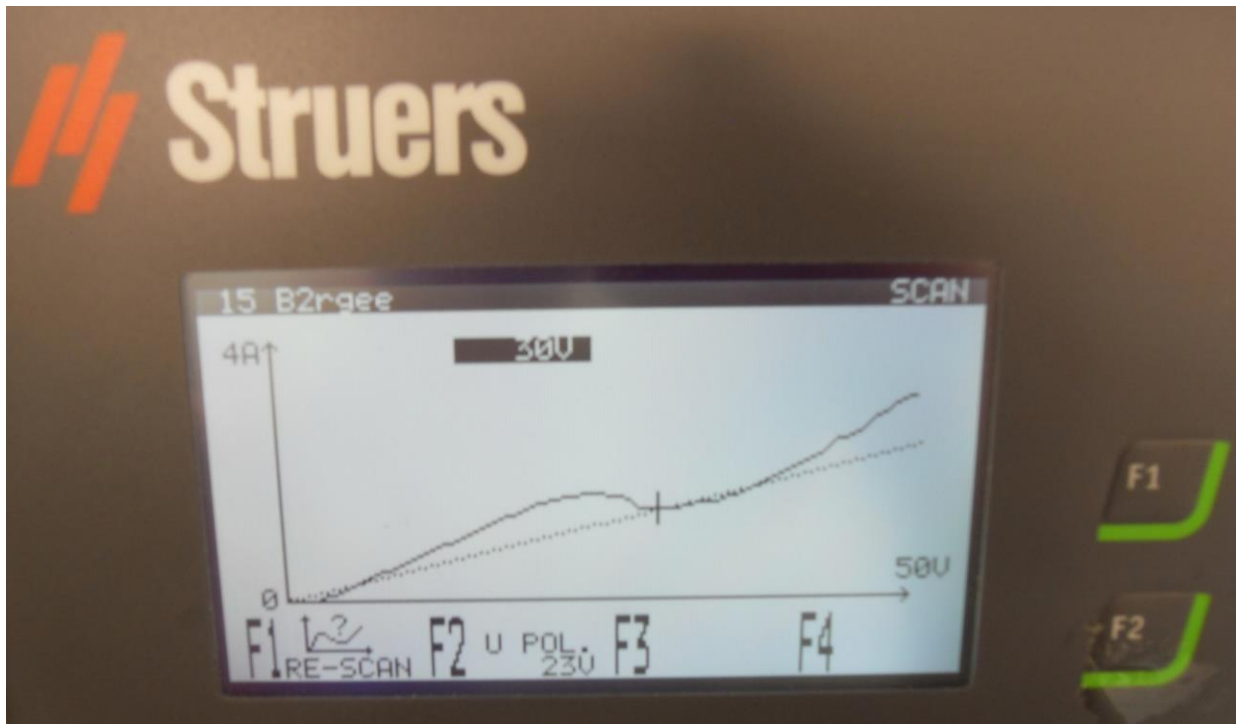
**Tabell 5:** Slipesoppsett for prøver fra varmebehandling.

Finhet (SiC)	Tid	Kraft per prøve	Runder per min
P800	2 Min	20 N	150
P1200			
P2000			

**Tabell 6:** Poleringsoppsett for prøver fra varmebehandling.

Abrasivstørrelse	Tid	Kraft per prøve	Runder per min
3 mikrometer	5 Min	10 N	150
1 mikrometer	2 Min		

Struers Lectropol-5 ble brukt til elektropolering. I forkant av elektropolering ble det gjennomført et strøm-spenningsopptak på dette apparatet med elektrolytt A3 som vist i figur 19.



**Figur 19:** Strøm-spenningsopptak for elektrolytt A3 gjennomført med Struers Lectropol-5.

Tabell 7 viser parametere brukt ved elektropolering. Etter fullført elektropolering ble prøvene raskt skyllet med vann og deretter med etanol.

**Tabell 7:** Elektropoleringsparametere for prøver fra varmebehandling.

Elektrolytt	Tid	Spenning	Temp	Areal
A3	25 sek	30 V	20°C	1 cm <sup>2</sup>

### 3.3.2. Prøver til in-situ strekktesting

Strekkstavene ble festet til innstøpingsklossene med dobbel-side tape og manuell sliping og polering ble gjennomført etter oppsett fra henholdsvis tabell 8 og tabell 9. Stuers Rotopol-31 ble benyttet.

**Tabell 8:** Slipeoppsett for strekkstaver.

Finhet (SiC)	Tid	Kraft per prøve	Runder per min
P500	2 Min	Lett håndtrykk	150
P800			
P1200			
P2000			

**Tabell 9:** Poleringsoppsett for strekkstaver.

Abrasivstørrelse	Tid	Kraft per prøve	Runder per min
3 mikrometer	5 Min	Lett håndtrykk	150
1 mikrometer	2 Min		

Struers Lectropol-5 ble brukt til elektroplering. I forkant av elektroplering ble det gjennomført et strøm-spenningsopptak på dette apparatet med elektrolytt A3 som vist i figur 19. Tabell 10 viser parametere brukt ved elektroplering. Etter fullført elektroplering ble prøvene raskt skyllet med vann og deretter med etanol.

**Tabell 10:** Elektropoleringsparametere for strekkstaver.

Elektrolytt	Tid	Spenning	Temp	Areal
A3	25 sek	30 V	20°C	0,5 cm <sup>2</sup>

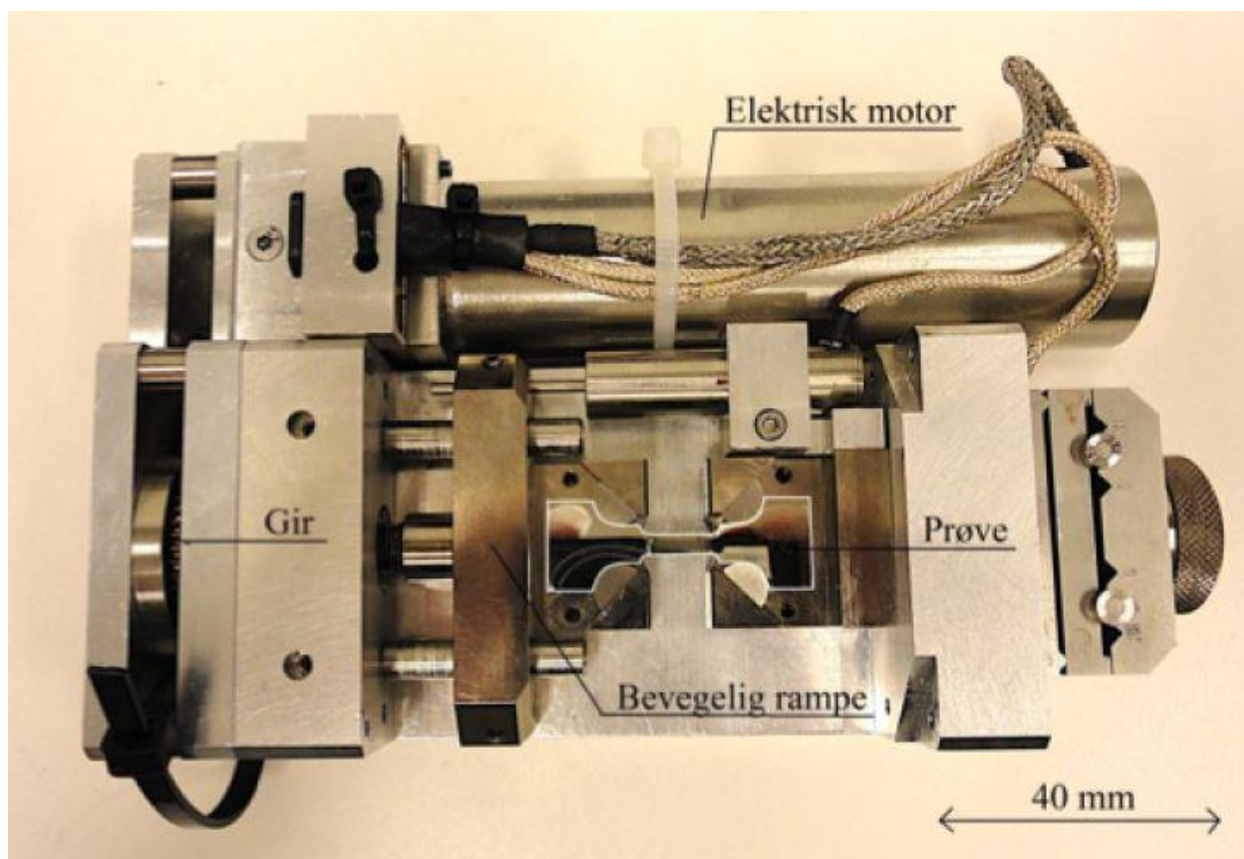
### 3.4. EBSD

Etter fullført elektroplering ble både strekkstaver og varmebehandlede prøver rensset med ultra lyd i et bad av etanol for 5-10 minutter. Apparatet Stuers Metason 120 ble benyttet. Tilslutt ble prøvene plasmarensset i 5 minutter med apparatet Fischione 1020 Plasma Cleaner og deretter satt inn i elektronmikroskopet Zeiss Gemini Ultra 55 Limited Edition (FESEM). Videre i dette

kapitlet gis det en beskrivelse av oppsettet benyttet under in-situ eksperimentene samt en beskrivelse av innstillinger og programvarer benyttet under EBSD opptakene.

### 3.4.1. In-situ oppsett

Figur 20 viser strekkmaskinen som ble benyttet til in-situ EBSD strekktesting. Strekkmaskinen ble satt opp i elektronmikroskopet etter en upublisert oppskrift av Christian Oen Poulsen. For ikke å belaste «traction» kablen inne i mikroskopet unødvendig ble tilting gjennomført uten kablen tilkoblet strekkbordet. Dette er viktig fordi kablen er veldig sårbar og kan enkelt ødelegges hvis den bøyes eller kommer i klem. Etter tilting ble kablen tilkoblet strekkbordet og vakuum pumpet.



**Figur 20:** Strekkmaskinen som ble benyttet under in-situ EBSD strekktesting [21].



Det ble gjennomført seks ulike in-situ strekkforsøk. Tabell 11 viser forsøksvariabler for in-situ strekktesting.

**Tabell 11:** Ulike forsøksvariabler for in-situ strekktesting.

Ulike forsøksvariabler for in situ strekktesting					
Strekkhastighet [ $\mu\text{m}/\text{sek}$ ]	Antall skann under strekkforløpet	Total strekktid [timer]	Forlengelse ved stopp	Tid per skann	Total opptakstid/ total strekktid
0,02	1	13	7,9 %	13 timer	1
0,02	34	13,5	8,8 %	20 minutter	0,8
0,05	5	5,4	9,0 %	22 minutter	0,3
0,08	1	2,8	7,3 %	2,8 timer	1
0,1	5	2,8	9,6 %	14 minutter	0,4
0,1	1	2,1	7,6 %	2,1 timer	1

### 3.4.2. EBSD opptak

Dette del-kapittel gjelder for EBSD opptak av sveisesimulerte prøver og for EBSD opptak under in-situ strekktesting. SEM innstillinger som ble benyttet under EBSD opptakene er vist i tabell 12.

**Tabell 12:** SEM innstillinger benyttet under EBSD opptak (både for varmebehandlede prøver og in-situ strekktesting).

SEM innstillinger	
Akselerasjonsspenning	20 kV
Arbeidsavstand	22-28 mm
Forstørrelse	300-500
Strålestrøm (High current mode)	70 nA
Aperturdiameter	300 $\mu\text{m}$
Vippevinkel	70°
Dynamisk fokus	2-3%

Nordif UF-1100 EBSD-detektor sammen med programvaren NORDIF 2.0.21 ble benyttet ved opptak av diffraksjonsbilder, innstillinger for henholdsvis «acquisition» og «calibration»-bilder er vist i tabell 13 og tabell 14.

**Tabell 13:** Acquisition innstillinger benyttet i NORDIF 2.0.21 under EBSD opptak (både for varmebehandlede prøver og in-situ strekktesting).

Acquisition innstillinger	
Hastighet (fps)	300
Oppløsning	120x120
Forsterkning (Gain)	5

**Tabell 14:** Calibration innstillinger benyttet i NORDIF 2.0.21 under EBSD opptak (både for varmebehandlede prøver og in-situ strekktesting).

Calibration innstillinger	
Hastighet (fps)	80
Oppløsning	240x240
Forsterkning (Gain)	3

For indisering av diffraksjonsbilder ble OIM TSL Data Collection 7.3 benyttet, Hough innstillinger er vist i tabell 15.

**Tabell 15:** Hough innstillinger benyttet under indisering av diffraksjonsbilder i OIM TSL Data Collection 7.1 (både for varmebehandlede prøver og in-situ strekktesting).

Hough innstillinger	
Hough type	Classic
Hough resolution	Low
Convolution mask	Large (13x13)
Min peak magnitude	5
Min peak distance	15
Peak symmetry	0,5
Binned pattern size	120x120
Theta step size	1°
Pho fraction	85 %
Min peak count	3
Max peak count	7

Tilslutt ble TSL OIM Analysis 7.3 brukt til analyser av indiserte EBSD opptak. I vedlegg A er det vist en oppskrift på hvordan en kan sammenligne martensittvarianter i ett austenittkorn med

Kurdjumov-Sachs orienteringssammenheng. I tillegg ble NORDIF Extraction 1.0 benyttet for å visuelt analysere enkelte diffraksjonsbilder av spesiell interesse.

## 4. Resultat

### 4.1. Sveisesimulerte prøver

Dette del-kapittelet presenterer kvantifisering av austenittandeler med EBSD analyser etter første og andre syklisk sveisesimulering. Vedlegg C inneholder orienteringskart til austenittfasen etter andre sykliske sveisesimulering for alle temperaturer og holdetider. Et representativt utvalg av orienteringskartene er plukket ut og vist i dette del-kapittelet.

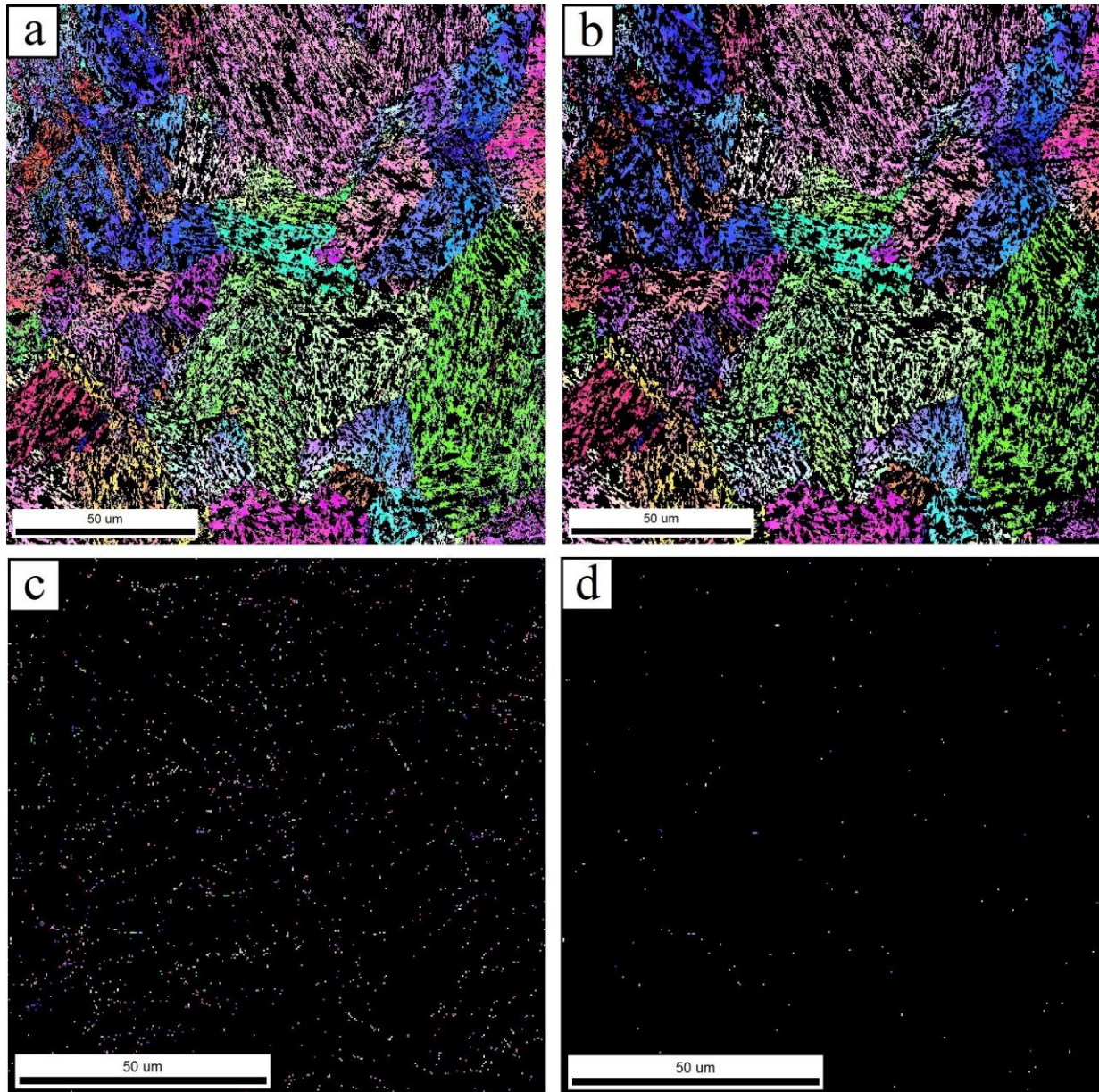
#### 4.1.1. Første syklisk sveisesimulering

Alle prøver gjennomgikk samme første syklisk sveisesimulering med 5 minutters holdetid på 1000°C og deretter bråkjøling i en bøtte med romtemperert vann. Tabell 1 viser austenitt- og martensittandeler som levert og etter første syklisk sveisesimulering. Både rådata og behandlet data er vist i tabellen. Behandlingsprosedyren består av CI standardisering og CI filtrering (CI > 0,1) i respektive rekkefølge.

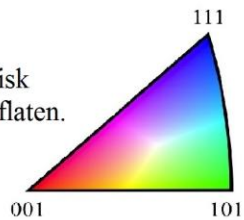
**Tabell 16:** Austenitt- og martensittandeler som levert og etter første syklisk sveisesimulering. Både rådata og behandlet data er vist. Behandlingsprosedyren består av CI standardisering og CI filtrering (CI > 0,1) i respektive rekkefølge.

Tilstand:	Som levert		Etter 1.syklisk	
Fase:	Austenitt	Martensitt	Austenitt	Martensitt
Rådata:	42,1 %	57,9 %	1,5 %	98,5 %
Behandlet data:	42,6 %	57,4 %	0,2 %	99,8 %

Figur 21 viser et EBSD orienteringskart (IPF) for austenitt fasen som levert (a og b) og etter første syklisk sveisesimulering (c og d). Bilde a og c viser ubehandlet rådata og oppnår austenittandeler som levert og etter på henholdsvis 42,1% og 1,5%. Behandlet data (b og d) gir austenittandeler som levert og etter på henholdsvis 42,6% og 0,2%. Behandlingsprosedyren består av CI standardisering og CI filtrering (CI > 0,1) i respektive rekkefølge.



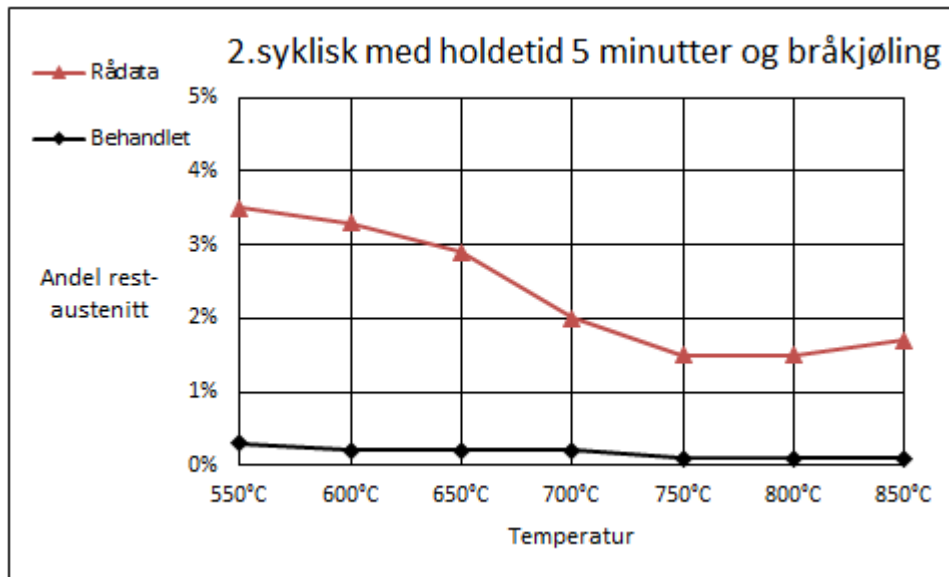
Fargekoding angir krystallografisk orientering rett ut fra prøveoverflaten.



**Figur 21:** Orienteringskart for austenitt fasen som levert (a og b) og etter (c og d) 1.syklisk sveissimulering. Bilde a og c er rådata, mens b og d er etterbehandlet med CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) gjennomført i respektiv rekkefølge.

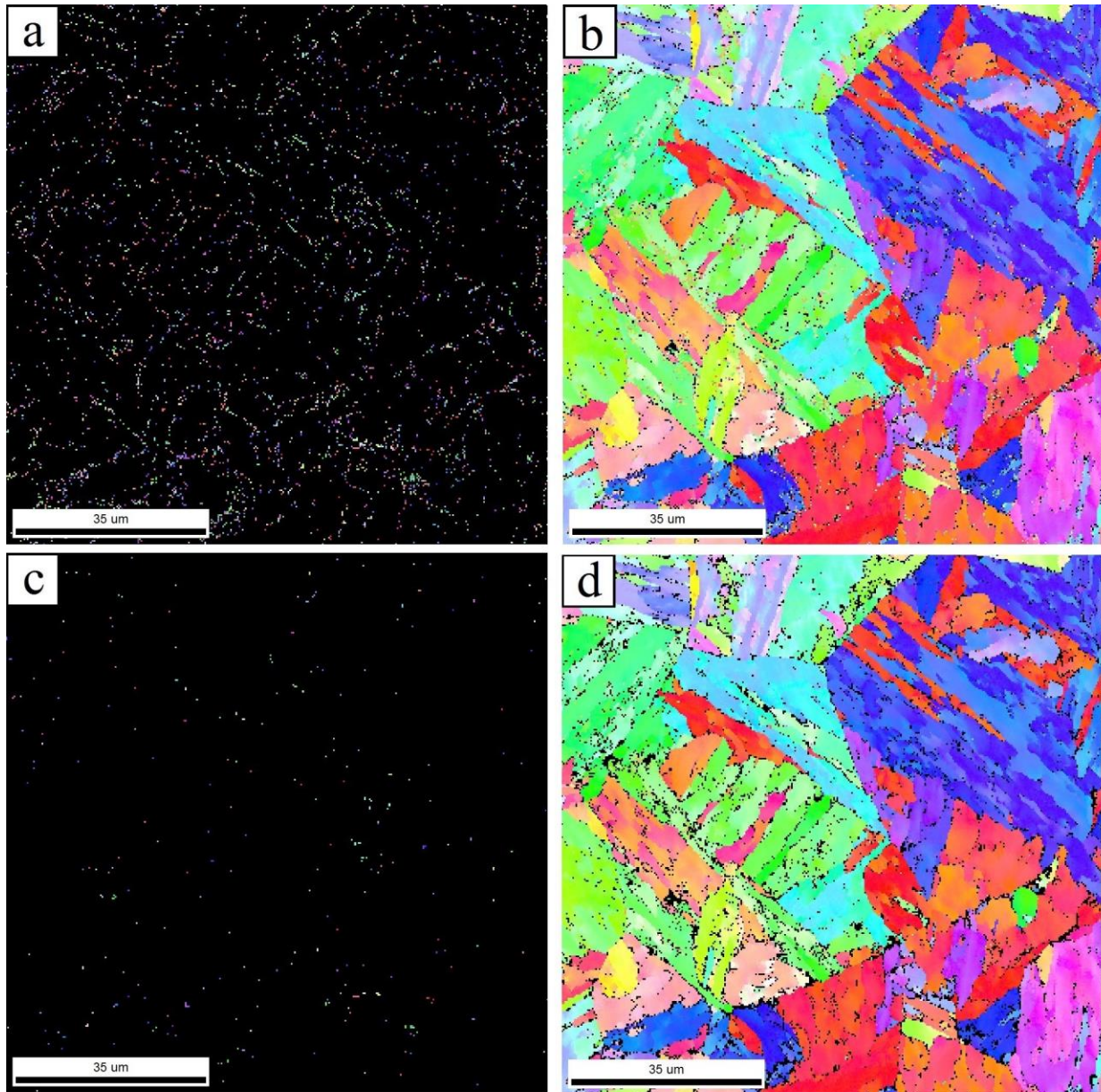
#### 4.1.2. Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 5 minutter

Figur 22 viser austenittandeler for rådata og behandlet data etter EBSD analyser av prøver fra andre syklisk sveisesimulering med holdetid 5 minutter og bråkjøling. Behandlet data har gjennomgått CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) i respektiv rekkefølge.

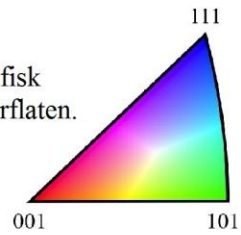


**Figur 22:** Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 5 minutter og bråkjøling. Andel rest-austenitt er plottet mot temperatur både for rådata og behandlet data, hvor CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) ble gjennomført i respektiv rekkefølge.

Figur 23 viser orienteringskart for austenitt (a og c) og martensitt (b og d) etter andre syklisk sveisesimulering med holdetid 5 minutter på 550°C og bråkjøling i vann.



Fargekoding angir krystallografisk orientering rett ut fra prøveoverflaten.



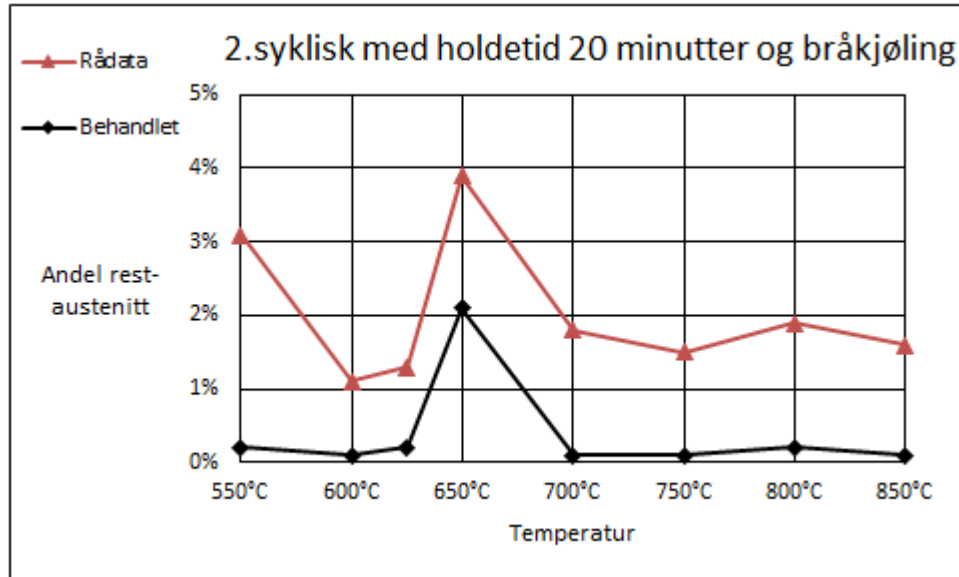
**Figur 23:** Orienteringskart for austenitt (a og c) og martensitt (b og d) etter andre syklisk sveisesimulering med holdetid 5 minutter på 550°C. Bilde a og b er rådata, mens bilde c og d er etterbehandlet med CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) i respektiv rekkefølge.





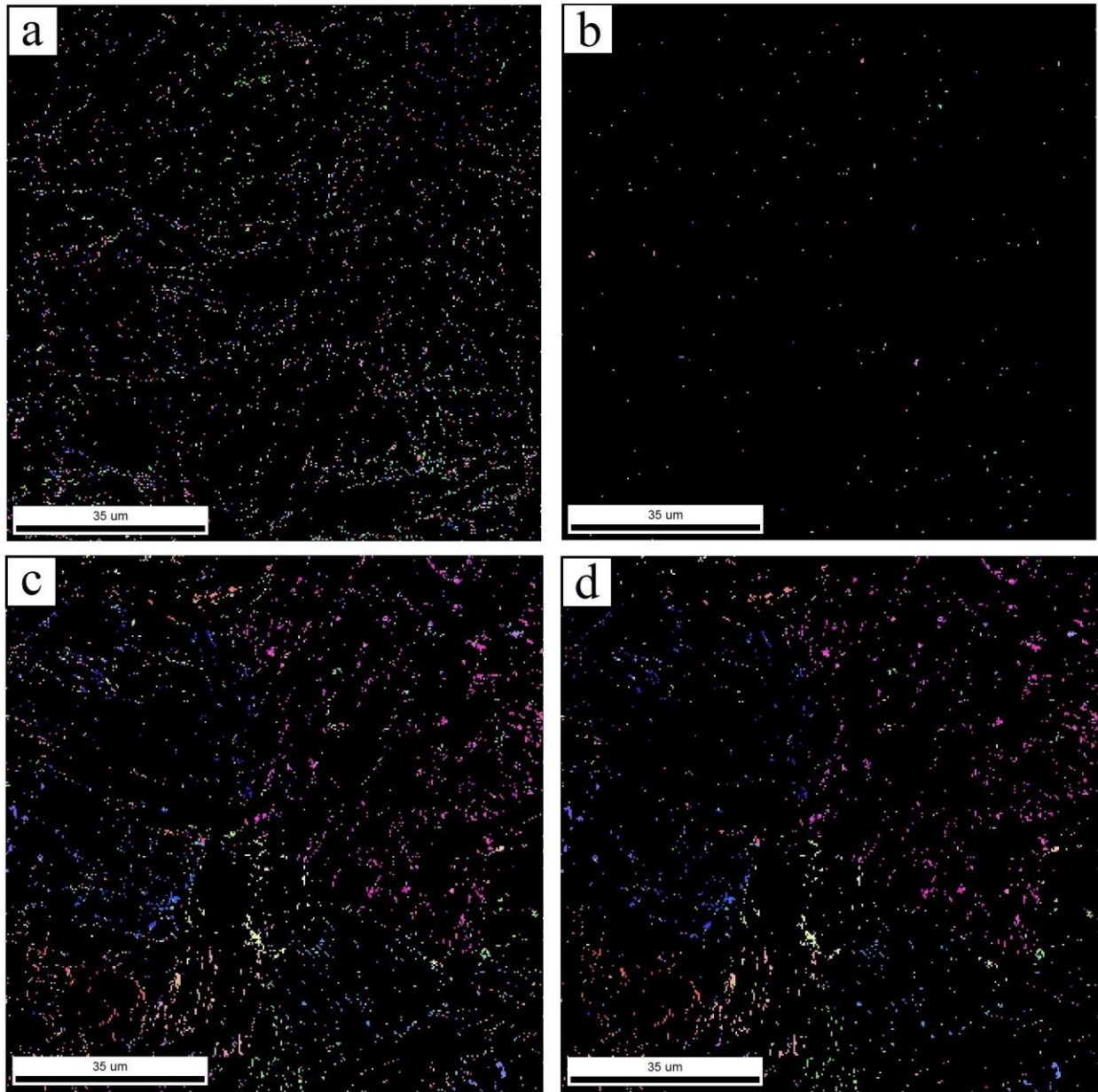
### 4.1.3. Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 20 minutter

Figur 25 viser austenittandeler for rådata og behandlet data etter EBSD analyser av prøver fra andre syklisk sveisesimulering med holdetid 20 minutter og bråkjøling. Behandlet data har gjennomgått CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) i respektiv rekkefølge.

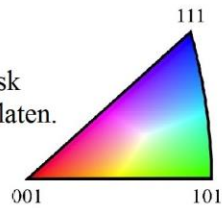


**Figur 25:** Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 20 minutter og bråkjøling. Andel rest-austenitt er plottet mot temperatur både for rådata og behandlet data, hvor CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) ble gjennomført i respektiv rekkefølge.

Figur 26 viser et EBSD orienteringskart (IPF) for austenitt etter 550°C (a og b) og 650°C (c og d) med holdetid 20 minutter og bråkjøling. Ubehandlet rådata er vist i bilde a og c, mens etterbehandlet data er vist i bilde b og d. Behandlingsprosedyren består av CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) i respektiv rekkefølge.

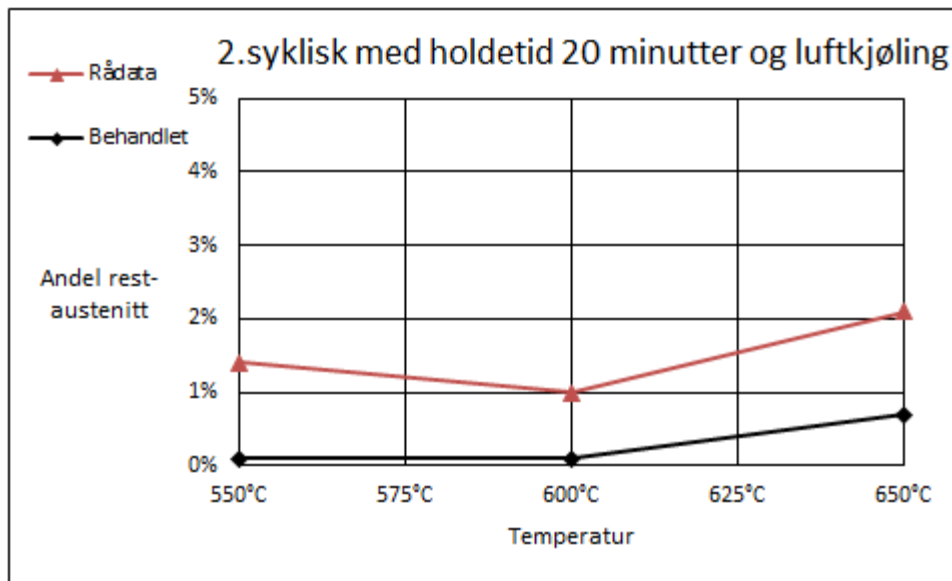


Fargekoding angir krystallografisk orientering rett ut fra prøveoverflaten.



**Figur 26:** Orienteringskart for austenitt etter 550°C (a og b) og 650°C (c og d) med 20 minutter holdetid. a og b er rådata, c og d er etterbehandlet data hvor CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) ble gjennomført i respektiv rekkefølge.

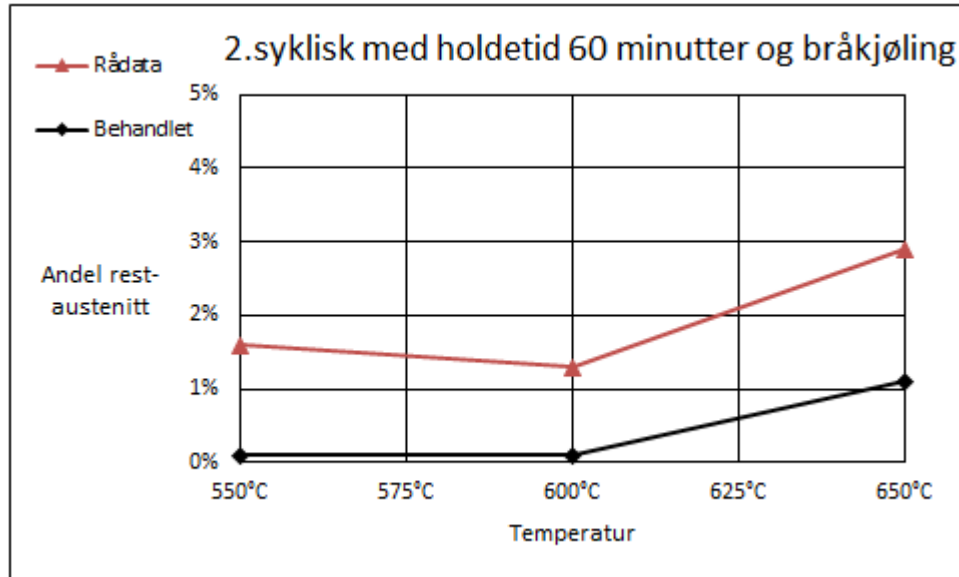
Figur 27 viser austenittandeler for rådata og behandlet data etter EBSD analyser av prøver fra andre syklisk sveisesimulering med holdetid 20 minutter og luftkjøling.



**Figur 27:** Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 20 minutter og luftkjøling. Andel rest-austenitt er plottet mot temperatur både for rådata og behandlet data, hvor CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) ble gjennomført i respektiv rekkefølge.

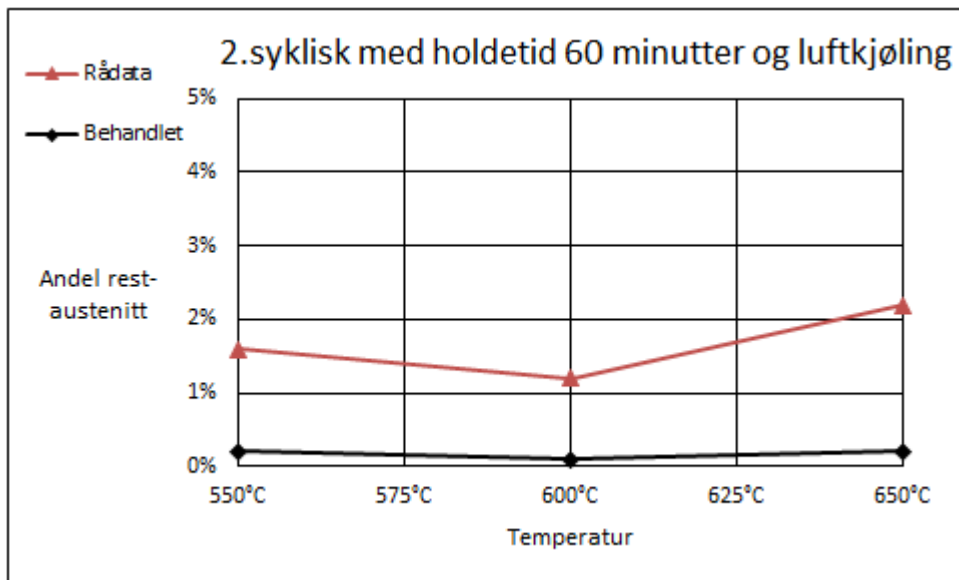
#### 4.1.4. Andre syklisk sveissimulering med holdetid 60 minutter

Figur 28 viser austenittandeler for rådata og behandlet data etter EBSD analyser av prøver fra andre syklisk sveisesimulering med holdetid 60 minutter og bråkjøling.



**Figur 28:** Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 60 minutter og bråkjøling. Andel rest-austenitt er plottet mot temperatur både for rådata og behandlet data, hvor CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) er gjennomført i respektiv rekkefølge.

Figur 29 viser austenittandeler for rådata og behandlet data etter EBSD analyser av prøver fra andre syklisk sveisesimulering med holdetid 60 minutter og luftkjøling.



**Figur 29:** Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 60 minutter og luftkjøling. Andel rest-austenitt er plottet mot temperatur både for rådata og behandlet data, hvor CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) er gjennomført i respektiv rekkefølge.

## 4.2. In-situ strekktesting

Dette del kapitlet presenterer resultater fra in-situ strekktesting. Fokus blir rettet mot to ulike områder, effekt av ulik eksperimentell utførelse og vekst av ulike martensittvarianter ved økt forlengelse. Strekkhastigheter blir oppgitt i mikrometer per sekund. Figur 30 viser strekkhastigheter benyttet i denne oppgaven og tilsvarende tøyningshastigheter når en lengde på 9 mm forlenges.

Strekkhastighet [ $\mu\text{m}/\text{sek}$ ]	Tøyningshastighet [ $\text{sek}^{-1}$ ]
0,02	2,22E-06
0,05	5,56E-06
0,08	8,89E-06
0,1	1,11E-05

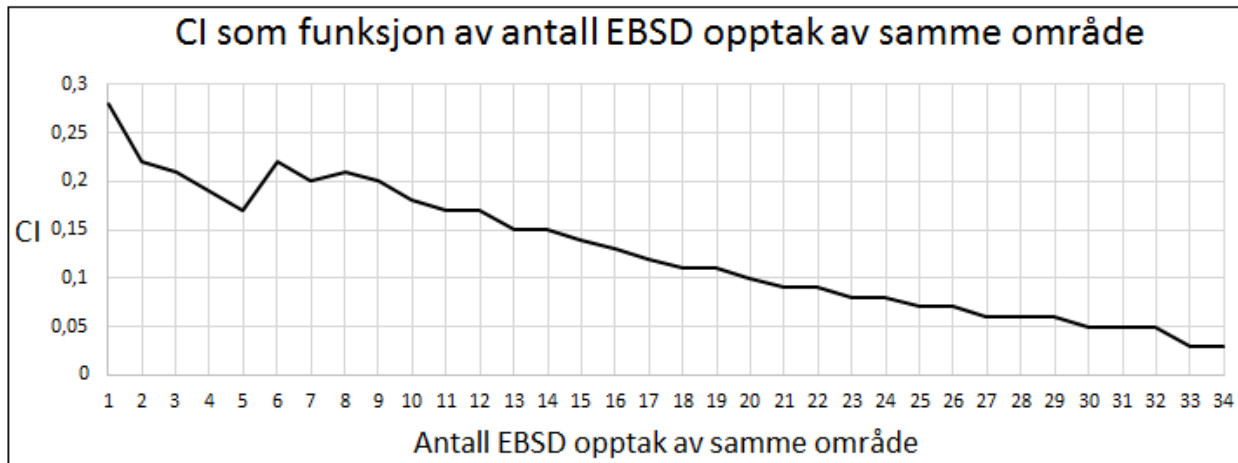
**Figur 30:** Strekkhastigheter og tilsvarende tøyningshastigheter benyttet i denne oppgaven.

### 4.2.1. Effekt av ulik eksperimentell utførelse

Det ble benyttet to ulike strategier for in-situ strekktesting. Strategi 1 var å gjennomføre flere opptak av samme område underveis i strekkforløpet, mens strategi 2 var å gjennomføre ett opptak gjennom hele strekkforløpet.

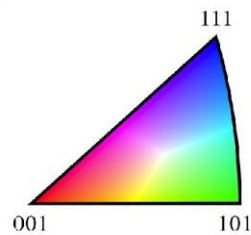
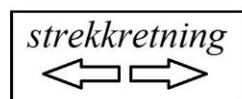
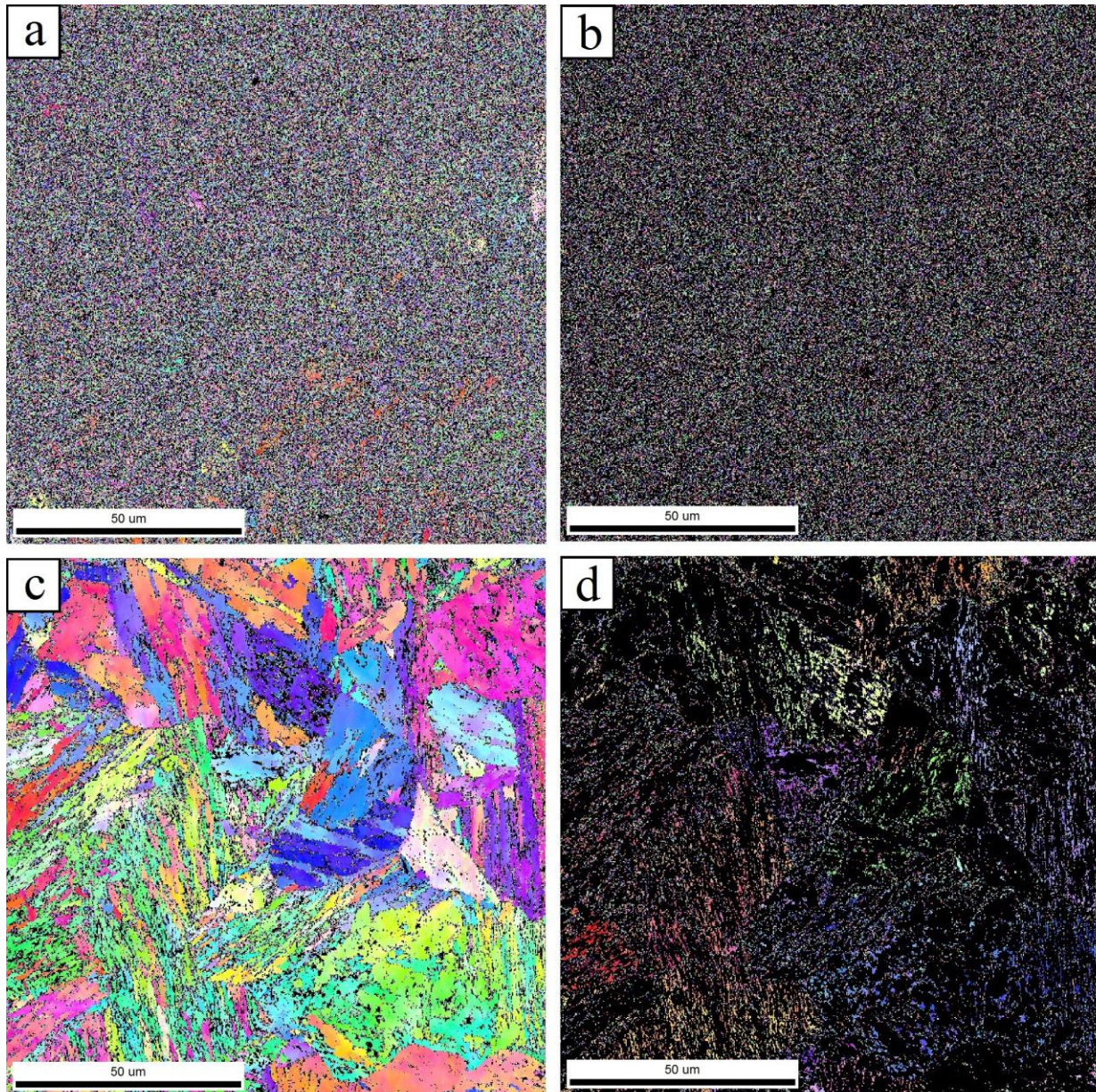
#### 4.2.1.1. Flere opptak av samme området underveis i strekkforløpet

Figur 31 viser CI som funksjon av antall EBSD opptak av samme område. Strekkhastighet 0,02 mikrometer per sekund ble benyttet.



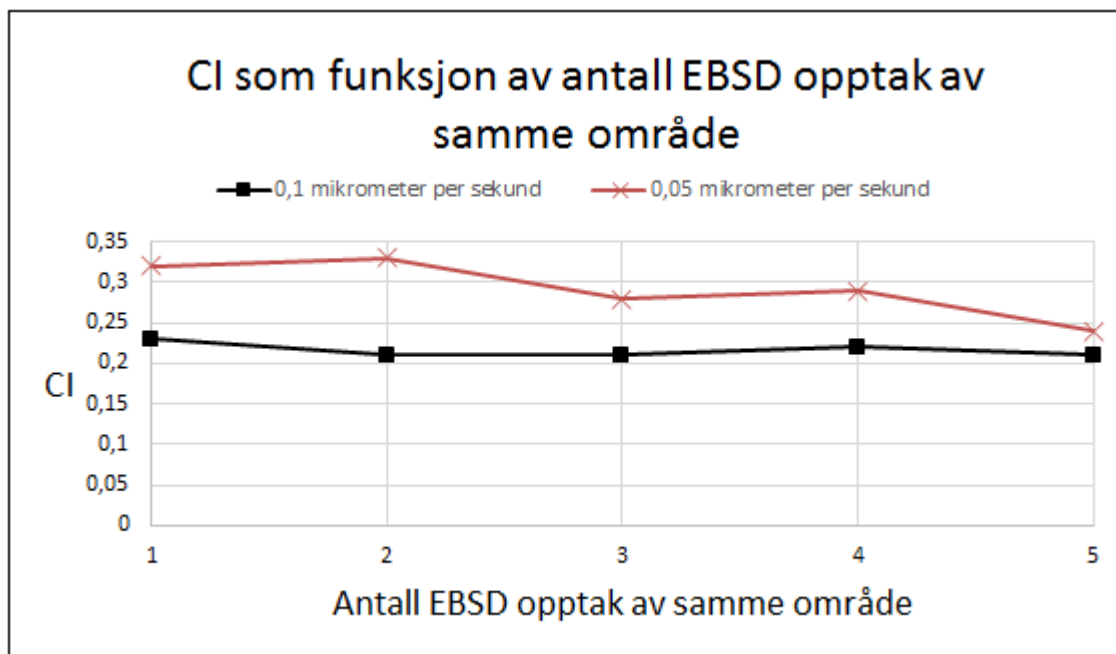
**Figur 31:** CI som funksjon av antall EBSD opptak av samme område. Opptak 1 svarer til omtrent 0% forlengelse, og opptak 34 til omtrent 8,8% forlengelse. Strekkhastighet 0,02 mikrometer per sekund ble benyttet.

Figur 32 viser orienteringskart til austenitt og martensitt for opptak 34 og for et opptak gjort av et nabo område rett etter avsluttet strekking. Forlengelsen er omtrent 8,8% for alle bildene i figuren.



**Figur 32:** Orienteringskart for martensitt (a og c) og austenitt (b og d). Bilde a og b er det 34.opptaket gjort av samme område underveis i strekkforløpet og har en gjennomsnittlig CI verdi på 0,03. Bilde c og d er fra et nabo område, tatt rett etter avsluttet strekking, og oppnår 0,32 i gjennomsnittlig CI verdi. Forlengelsen er omtrent 8,8% for alle bildene.

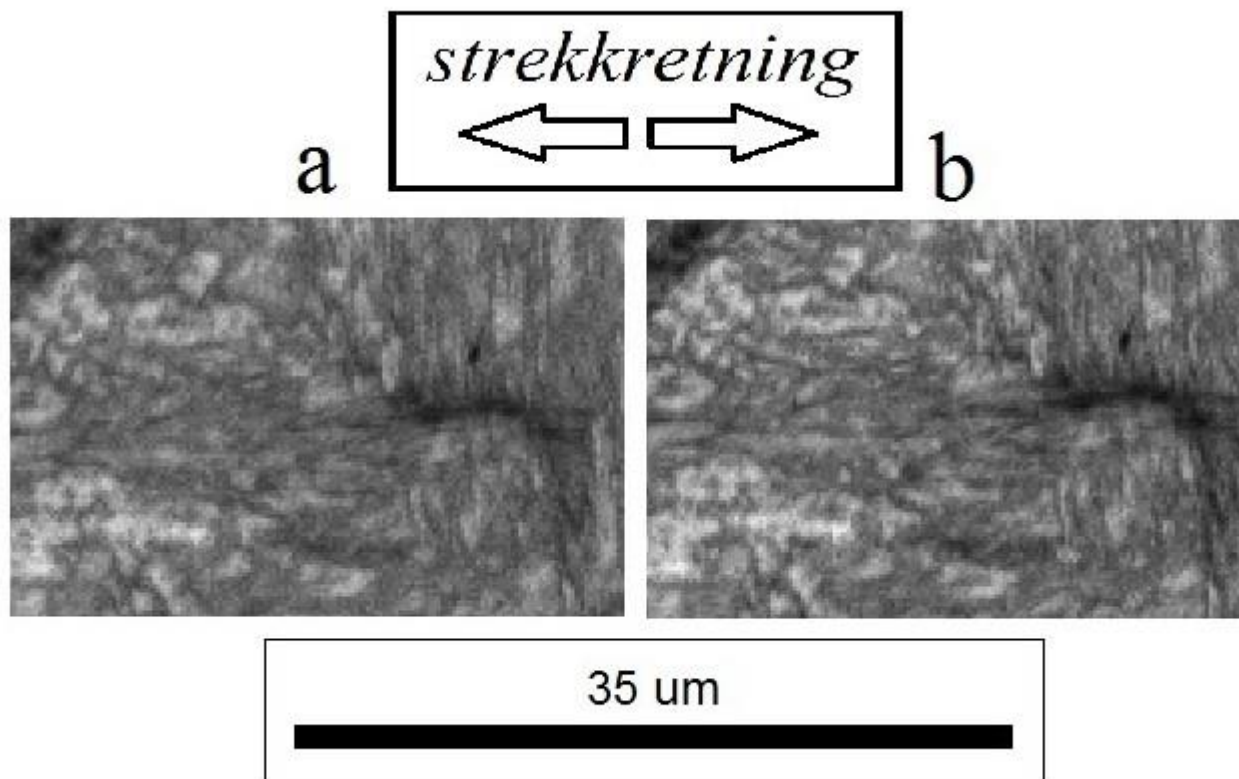
Figur 33 viser CI som funksjon av antall EBSD opptak av samme område for strekkhastigheter 0,1 mikrometer per sekund og 0,05 mikrometer per sekund. For disse forsøkene ble det kun gjort 5 EBSD opptak av det samme område underveis i strekking,



**Figur 33:** CI som funksjon av antall EBSD opptak av samme område for strekkhastigheter 0,1 mikrometer per sekund (rødt) og 0,05 mikrometer per sekund (svart).



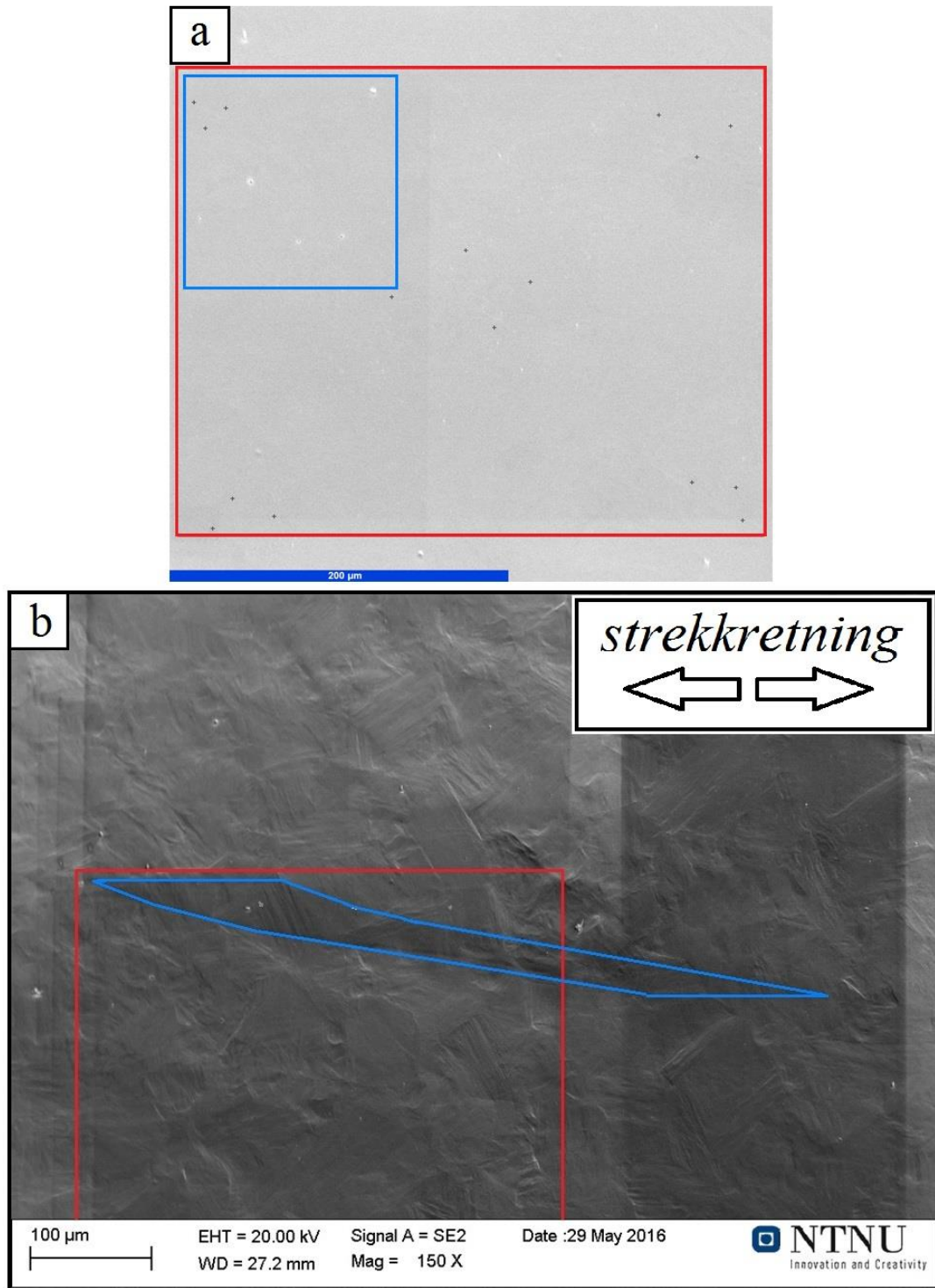
Figur 34 viser Image Quality for strekkhastighet 0,1 mikrometer per sekund under pågående strekking (a), og etter endt strekking (b).



**Figur 34:** Bilde a viser Image Quality av et opptak under pågående strekking med strekkhastighet 0,1 mikrometer per sekund. Bilde b viser Image Quality av samme område etter endt strekking.

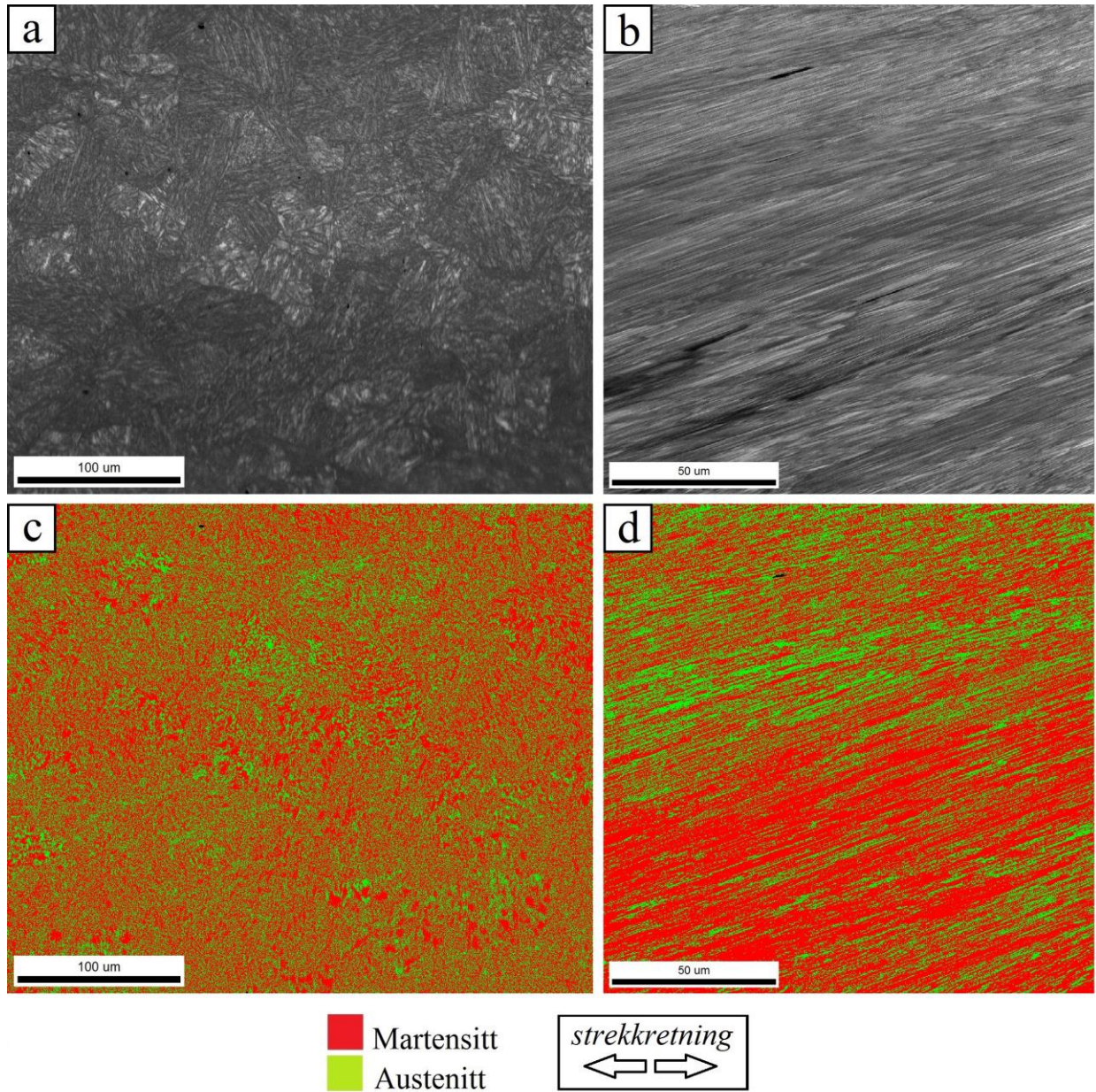
#### 4.2.1.2. Ett opptak gjennom hele strekkforløpet

Figur 35 (a) viser hvor det ble tatt et stort opptak før strekking (rødt) i forhold til hvor det ble tatt et mindre opptak underveis i strekkforløpet (blått). Det store opptaket (rødt) var ment å fungere som referanse for det mindre opptaket som pågikk parallelt med strekking (blått). Figur 35 (b) viser et SEM bildet av området etter fullført strekking. Kontaminasjon viser hvor opptaket som pågikk parallelt med strekking (blått) har forflyttet seg i forhold til referanseopptaket (rødt).



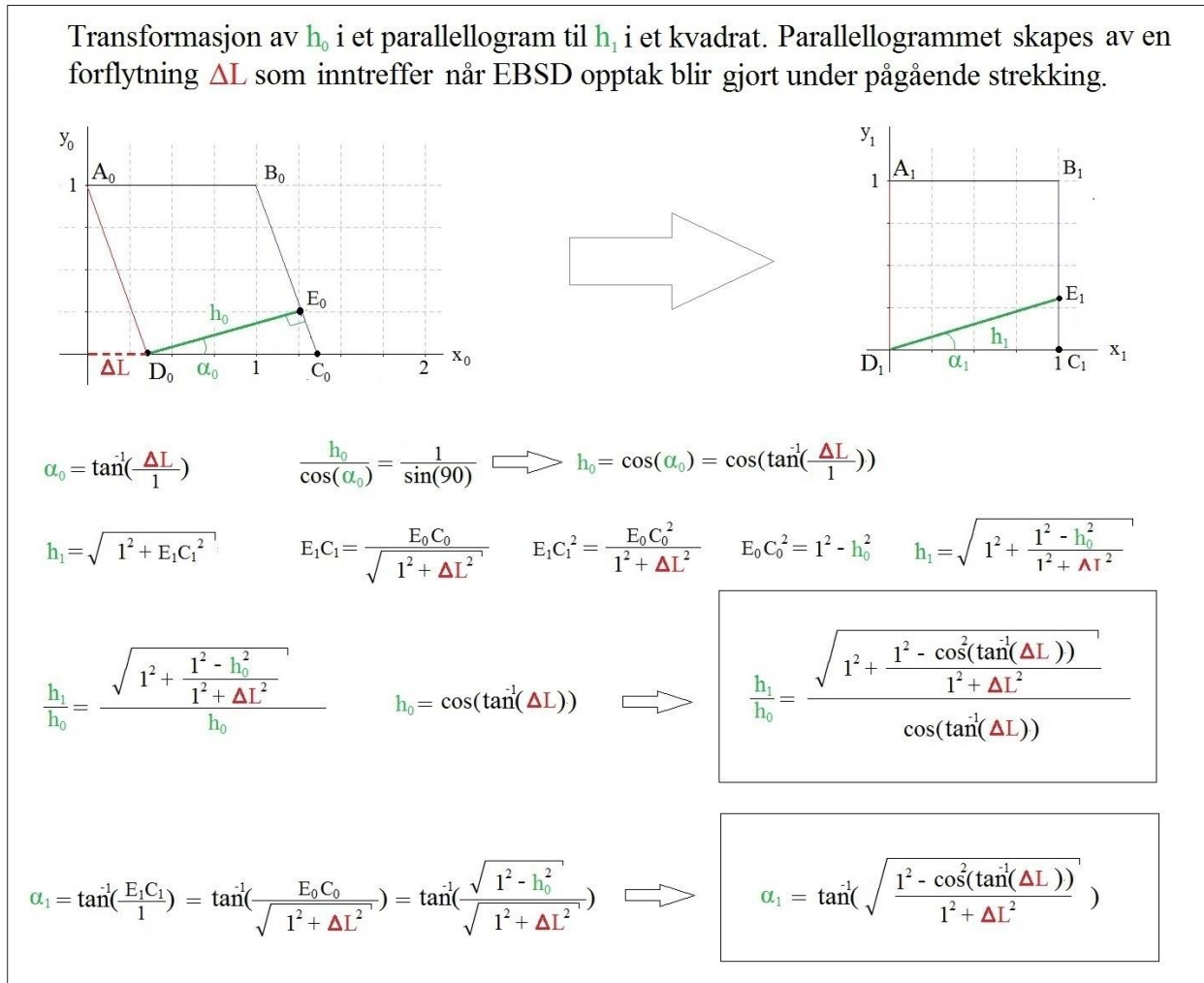
**Figur 35:** (a) viser hvor det ble tatt et stort opptak før strekking (rødt) i forhold til hvor det ble tatt et mindre opptak (blått) som pågikk parallelt med strekking. (b) viser hvordan opptaket (blått) har forflyttet seg som følge av pågående strekking.

Figur 36 viser image quality (a) og fasekart (c) for referanseopptaket (rødt i figur 35), og image quality (b) og fasekart (d) for opptaket tatt med pågående strekking (blått i figur 35). Bildene b og d, tatt under pågående strekking, er forlenget diagonalt.



**Figur 36:** Image Quality før (a) og under strekking (b). Fasekart før (c) under strekking (d). Områdene er de samme som i figur 35, dvs blått i figur 28 svarer til bildene b og d i denne figuren, mens rødt svarer til bildene a og c i denne figuren.

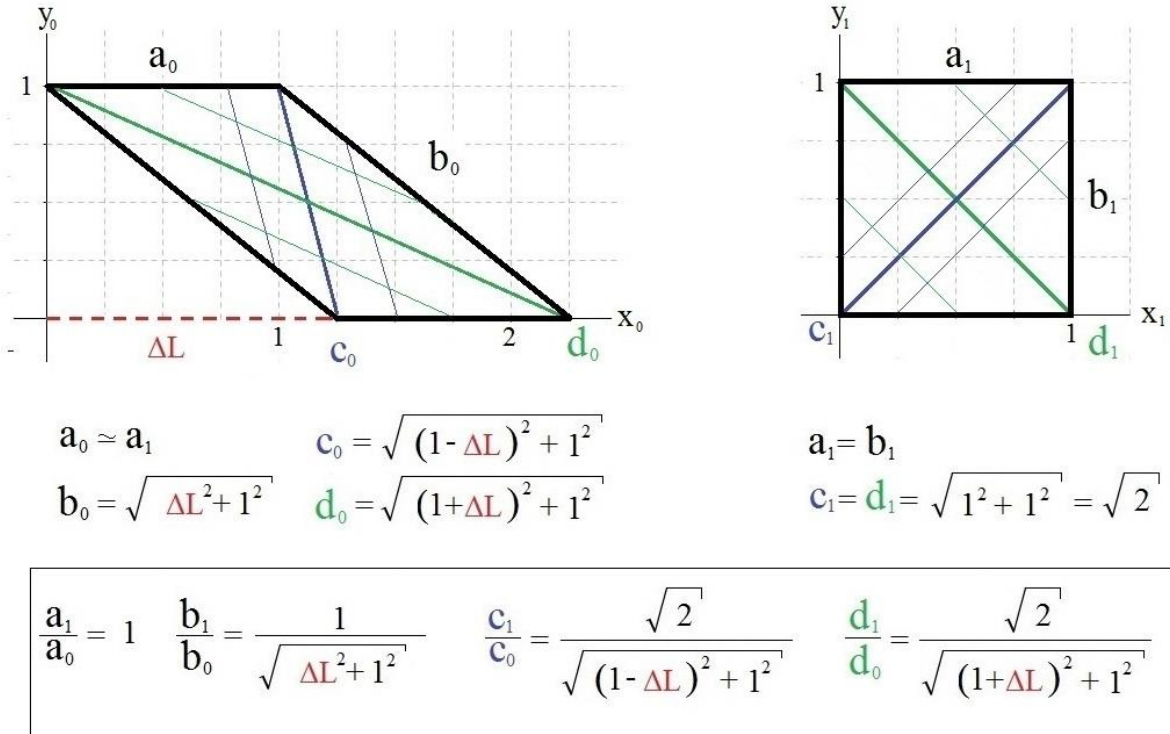
Figur 37 viser utregninger for hvordan den korteste avstanden mellom to parallelle linjer i et parallelogram endrer seg ved transformasjon til et kvadrat. Utregningene gjøres for å kunne forklare det som observeres i figur 35 og figur 36.



**Figur 37:** Transformasjon av linjen  $h_0$  i et parallelogram (koordinatsystem  $x_0, y_0$ ) til linjen  $h_1$  i et kvadrat (koordinatsystem  $x_1, y_1$ ).

Figur 38 viser utregninger for hvordan fire ulike linjer i et parallelogram endrer seg ved transformasjon til et kvadrat. Utregningene gjøres for å kunne forklare det som observeres i figur 35 og figur 36 i andre retninger enn  $h_0$  (definert i figur 37).

Transformasjon av linjene  $a_0, b_0, c_0$  og  $d_0$  i koordinatsystem  $x_0, y_0$  til linjene  $a_1, b_1, c_1$  og  $d_1$  i koordinatsystem  $x_1, y_1$ .



**Figur 38:** Transformasjon av linjene  $a_0, b_0, c_0$  og  $d_0$  i koordinatsystem  $x_0, y_0$  til linjene  $a_1, b_1, c_1$  og  $d_1$  i koordinatsystem  $x_1, y_1$ . Forholdene mellom linjene er innrammet nederst i figuren. Det er også tegnet paralleller til linjene c og d, dette for å illustrere at forholdet mellom alle paralleller til for eksempel linje  $d_0$ , og sin tilsvarende variant i koordinatsystem  $x_1, y_1$ , er likt forhold mellom  $d_1/d_0$ .

Figur 39 viser hvordan  $\Delta L$  kan regnes ut som forholdet mellom forflytningen som inntreffer under ett EBSD opptak, og bredden på opptaksområdet. Formelen gjelder kvadratiske opptaksområder tatt omtrent midt på området som forlenges ved strekking hvor det er antatt at total forlengelse vil være halvert.

Når opptaket gjøres omtrent midt på området som strekkes er:

$$\Delta L = \frac{v \cdot t}{2b}$$

v: strekkhastighet [ $\mu\text{m}/\text{sekund}$ ]  
t: opptakstid [sekunder]  
b: bredde på opptaksområdet [ $\mu\text{m}$ ]

**Figur 39:** Formel for  $\Delta L$  når opptak gjennomføres omtrent midt på område som forlenges ved strekking. Det er antatt at den totale forlengelsen vil være halvert i dette området.  $\Delta L$  er altså et ubenevnt forhold mellom forflytningen som inntreffer under ett opptak, og bredden på opptaksområdet. Formelen gjelder for kvadratiske opptaksområder.

Tabell 17 viser bildeforstyrrelser beskrevet gjennom parameterne  $\Delta L$ ,  $h_1/h_0$  og  $\alpha_1$  for alle in-situ strekkforsøk gjort i denne oppgaven. Betydning av disse parameterne kan sees gjennom figur 37 og figur 39.

**Tabell 17:** Bildeforstyrrelser beskrevet gjennom parameterne  $\Delta L$ ,  $h_1/h_0$  og  $\alpha_1$  (definert i figur 37 og figur 39).

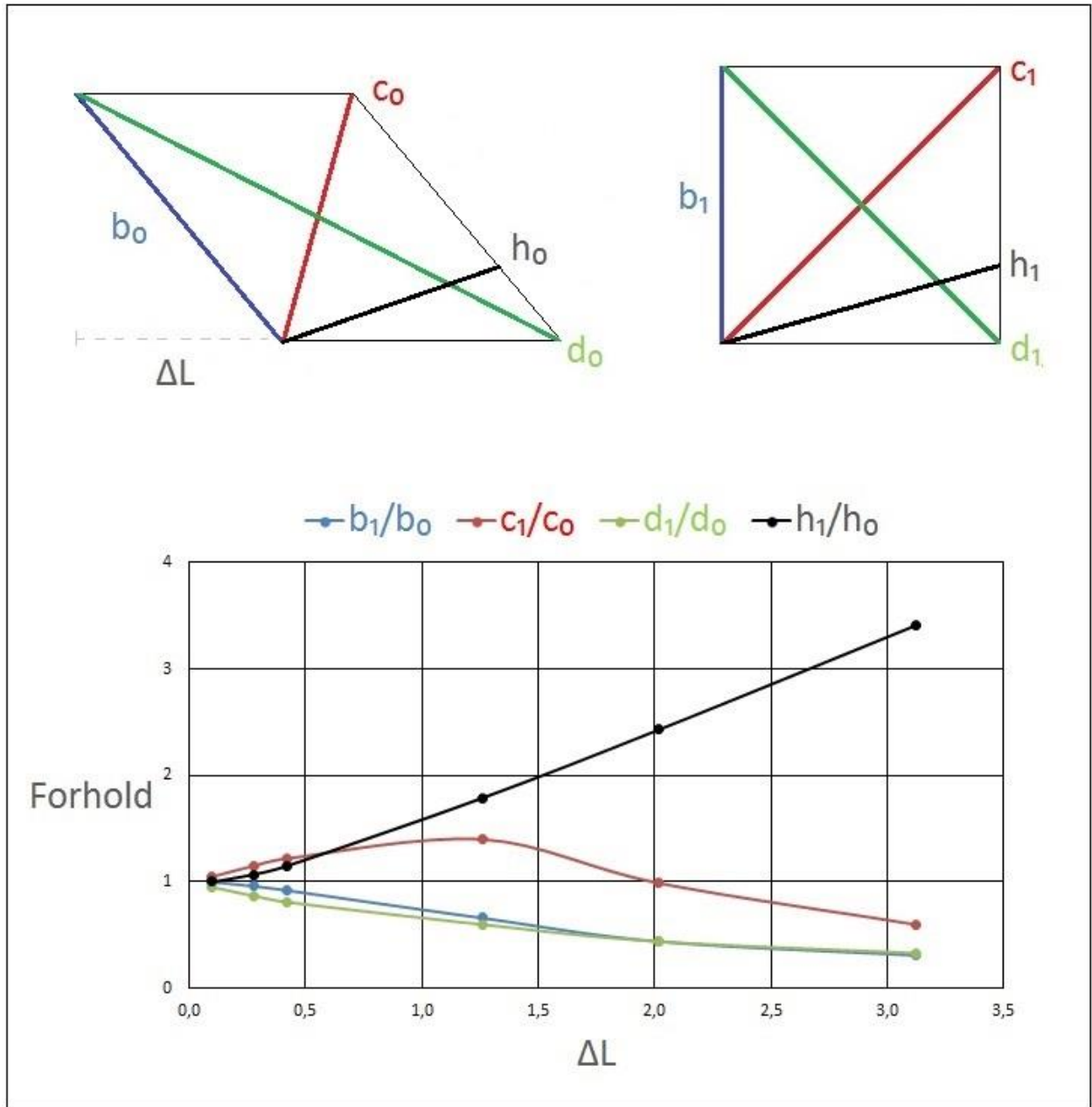
Bildeforstyrrelser beskrevet gjennom parameterne $\Delta L$ , $h_1/h_0$ og $\alpha_1$					
Strekkehastighet [ $\mu\text{m}/\text{sek}$ ]	Opptaksområde [ $\mu\text{m}$ ]	Tid per opptak	$\Delta L$	$h_1/h_0$	$\alpha_1$
0,02	150-150	13 timer	3,12	3,41	16°
0,02	120-120	20 min	0,10	1,00	6°
0,05	120-120	22 min	0,28	1,07	14°
0,08	200-200	2,8 timer	2,02	2,43	22°
0,1	100-100	14 min	0,42	1,15	20°
0,1	300-300	2,1 timer	1,26	1,79	26°

Tabell 18 viser bildeforstyrrelser beskrevet gjennom parameterne  $\Delta L$ ,  $b_1/b_0$ ,  $c_1/c_0$  og  $d_1/d_0$  for alle in-situ strekkforsøk gjort i denne oppgaven. Betydning av disse parameterne kan sees gjennom figur 38 og figur 39.

**Tabell 18:** Bildeforstyrrelser beskrevet gjennom parameterne  $\Delta L$ ,  $b_1/b_0$ ,  $c_1/c_0$  og  $d_1/d_0$  (definert i figur 38 og figur 39).

Bildeforstyrrelser beskrevet gjennom parameterne $\Delta L$ , $b_1/b_0$ , $c_1/c_0$ og $d_1/c_0$						
Strekkehastighet [ $\mu\text{m}/\text{sek}$ ]	Opptaksområde [ $\mu\text{m}$ ]	Tid per opptak	$\Delta L$	$b_1/b_0$	$c_1/c_0$	$d_1/d_0$
0,02	150-150	13 timer	3,12	0,31	0,60	0,33
0,02	120-120	20 min	0,10	1,00	1,05	0,95
0,05	120-120	22 min	0,28	0,96	1,15	0,87
0,08	200-200	2,8 timer	2,02	0,44	0,99	0,44
0,1	100-100	14 min	0,42	0,92	1,22	0,81
0,1	300-300	2,1 timer	1,26	0,66	1,40	0,60

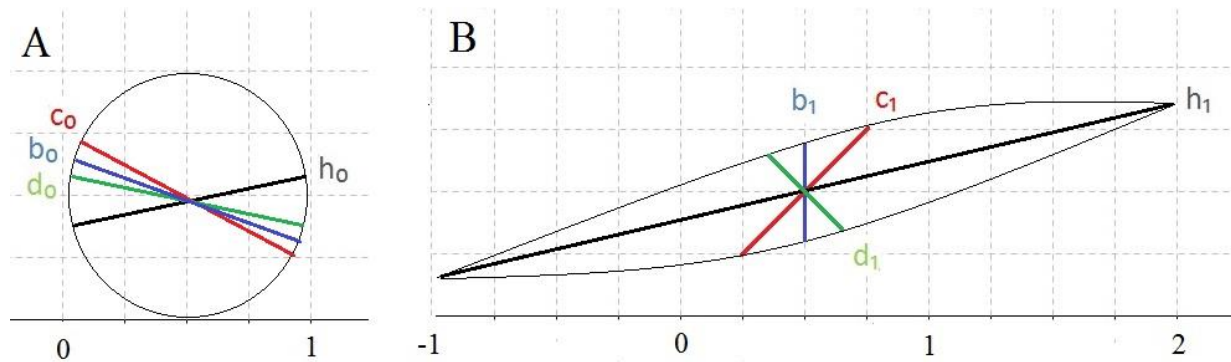
Figur 40 viser en grafisk framstilling av ulike parametere for bildeforstyrrelser som funksjon av  $\Delta L$ . Øverst er det vist et parallelogram og et kvadrat fargekodet i henhold til den grafiske framstillingen.



**Figur 40:** Grafisk framstilling av parametere for bildeforstyrrelser som funksjon av  $\Delta L$ . Øverst er det vist et parallelogram og et kvadrat, fargekodet i henhold til den grafiske framstillingen.

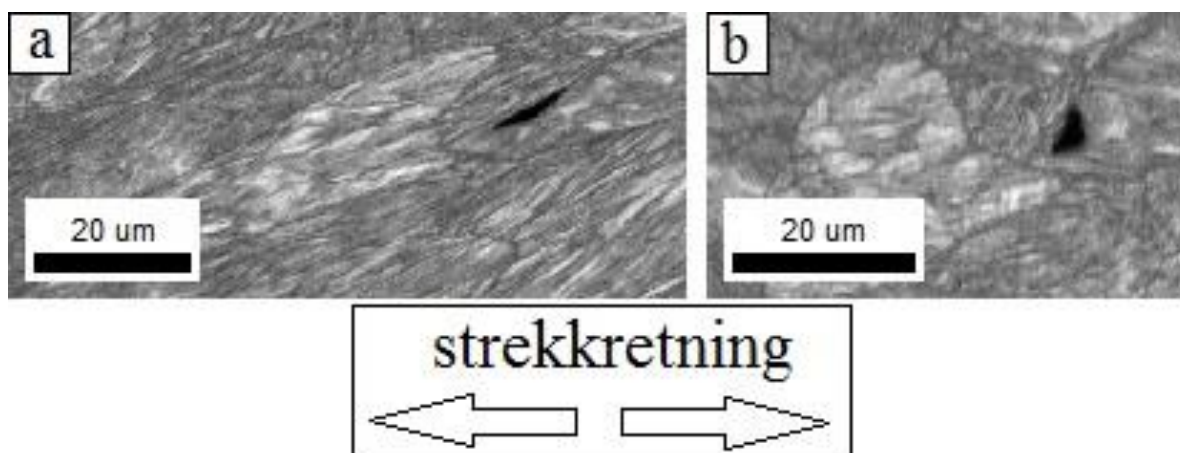


Figur 41 viser en illustrasjon av hvordan en sirkel endres som følge av bildeforstyrrelser med  $\Delta L \approx 3,12$ . Dette er omtrent samme situasjon som for EBSD bildene b og d i figur 36.



**Figur 41:** Illustrasjon av bildeforstyrrelser med  $\Delta L \approx 3,12$  som viser hvordan linjene  $b_0$ ,  $c_0$ ,  $d_0$  og  $h_0$  (A) endres til linjene  $b_1$ ,  $c_1$ ,  $d_1$  og  $h_1$  (B) etter omtrentlige forhold fra tabell 17 og tabell 18. En sirkel endres til et avlangt objekt forlenget diagonalt i en retning gitt av vinkelen  $\alpha_1=16^\circ$  som definert i figur 37 og oppgitt i tabell 17 for alle in-situ strekkforsøk.

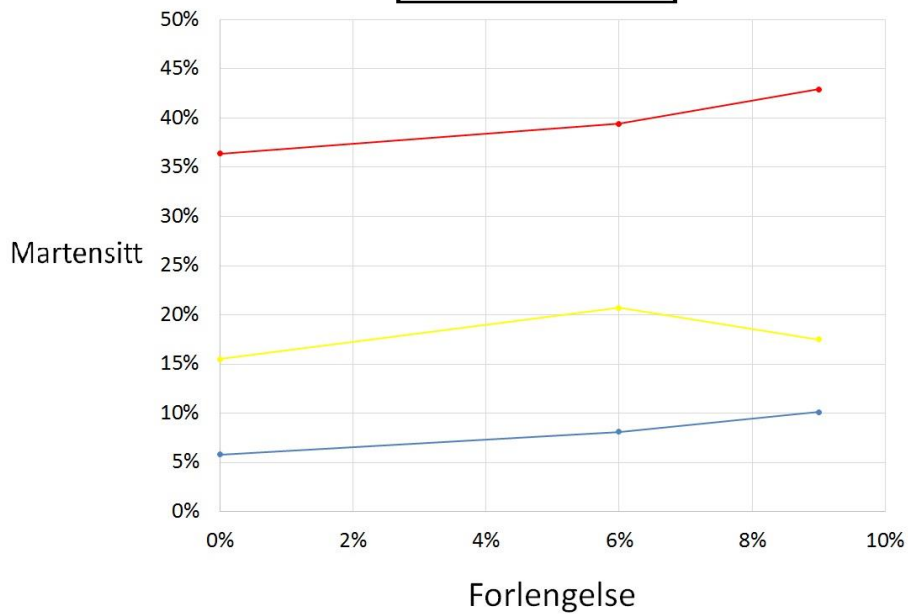
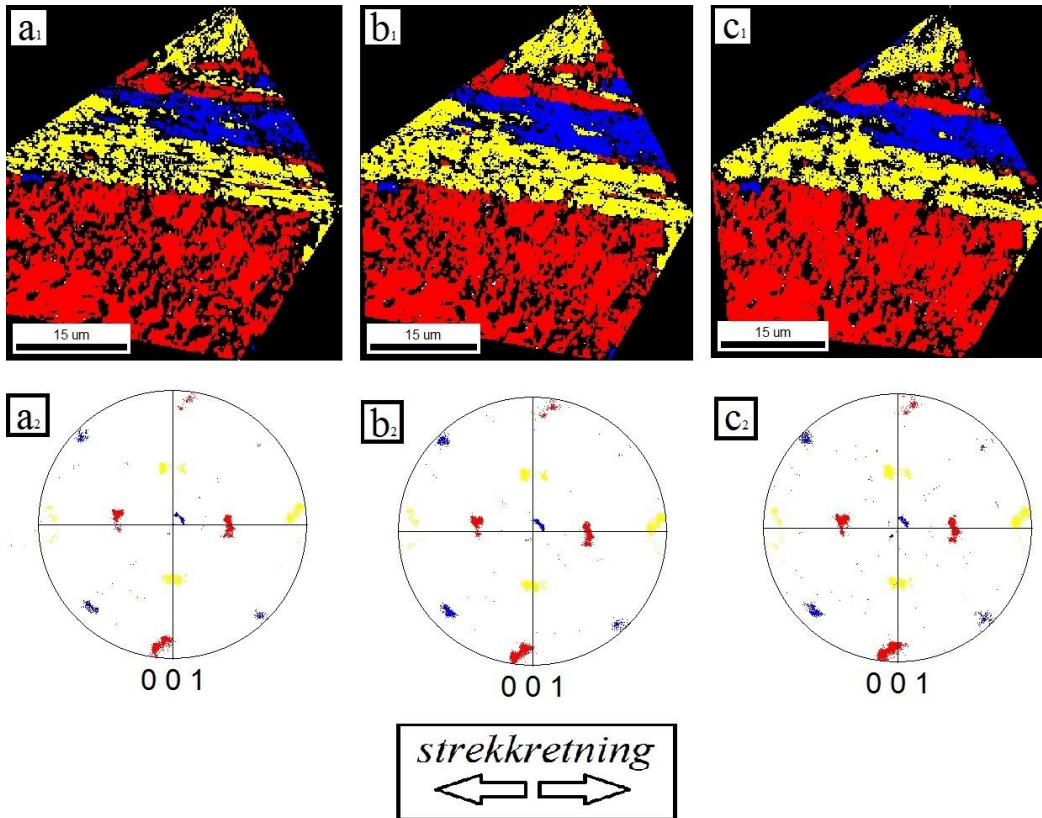
Figur 42 a viser et Image Quality av et opptak under pågående strekking med strekkhastighet 0,1 mikrometer per sekund og en opptakstid på 2,1 timer. Bilde a svarer til en  $\Delta L$  verdi på 1,26. Bilde b viser Image Quality av samme område før strekking og svarer til en  $\Delta L$  verdi på 0. Bilde a er tydelig forlenget diagonalt i forhold til bilde b.



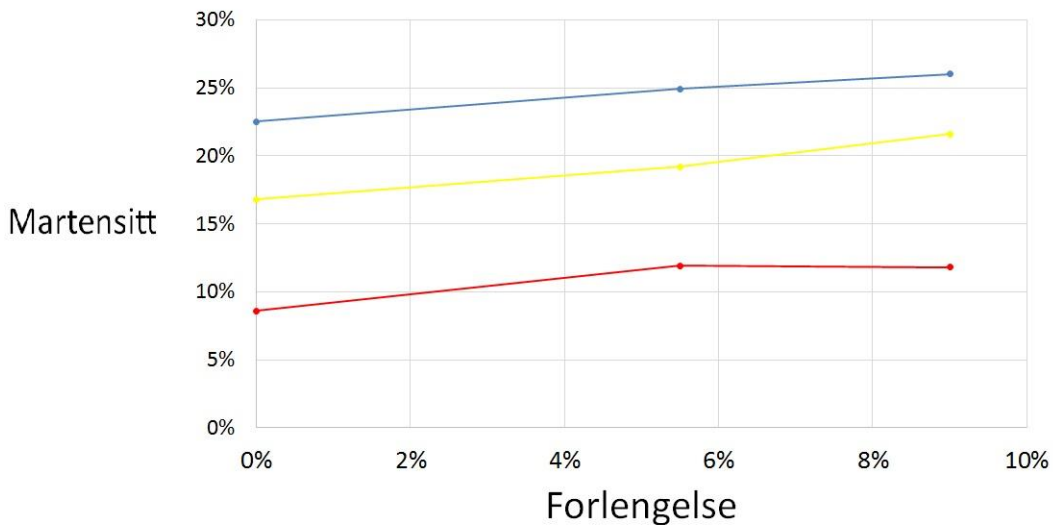
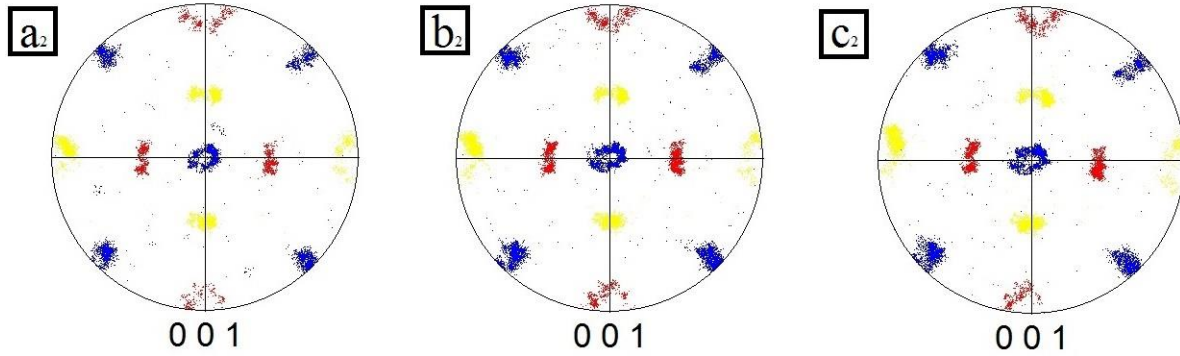
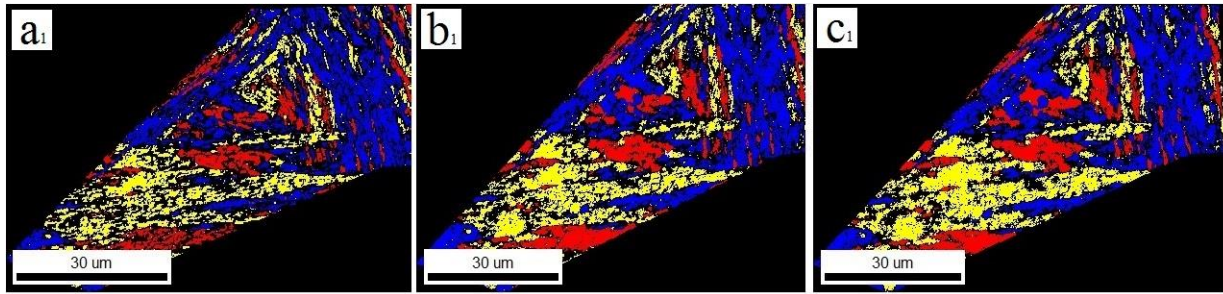
**Figur 42:** Bilde a viser Image Quality av et opptak under pågående strekking med strekkhastighet 0,1 mikrometer per sekund og en opptakstid på 2,1 timer. Bilde a svarer til en  $\Delta L$  verdi på 1,26. Bilde b viser Image Quality av samme område før strekking og svarer til en  $\Delta L$  verdi på 0.

#### 4.2.2. Vekst av ulike martensittvarianter

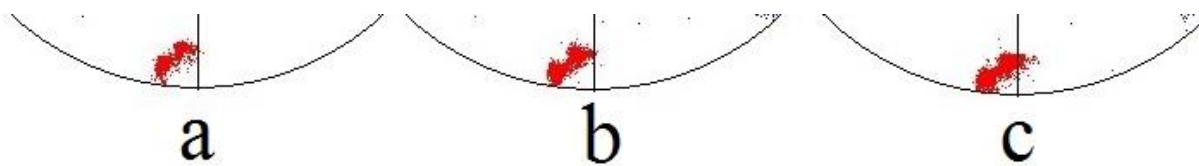
Figur 43 og figur 44 viser vekst av ulike martensittansamlinger for strekkhastigheter på henholdsvis 0,05 og 0,1 mikrometer per sekund. Martensittansamlingene er gitt egne farger og består av høyst 8 forskjellige martensittvarianter. Det er maksimalt  $20^\circ$  orienteringsforskjell innad i hver farge. Svarte områder er enten austenitt eller uindiserte punkter.



**Figur 43:** Martensittvansamlinger før strekk (a<sub>1</sub> og a<sub>2</sub>), ved 6% forlengelse (b<sub>1</sub> og b<sub>2</sub>) og ved 9% forlengelse (c<sub>1</sub> og c<sub>2</sub>). Farger i martensittfasekartene (a<sub>1</sub>, b<sub>1</sub>, c<sub>1</sub>) er samsvarende med farger i pol figurene (a<sub>2</sub>, b<sub>2</sub>, c<sub>2</sub>) og med farger i grafen nederst. Det er maksimalt 20° orienteringsforskjell innad i hver farge. Det er gjennomført CI standardisering og CI filtrering (CI > 0,1) i respektiv rekkefølge. Strekkhastighet 0,05 mikrometer per sekund ble benyttet.



**Figur 44:** Martensittansamlinger før strekk ( $a_1$  og  $a_2$ ), ved 5,5% forlengelse ( $b_1$  og  $b_2$ ) og ved 9% forlengelse ( $c_1$  og  $c_2$ ). Farger i martensittfasekartene ( $a_1, b_1, c_1$ ) er samsvarende med farger i pol figurene ( $a_2, b_2, c_2$ ) og farger i grafen nederst. Det er maksimalt  $20^\circ$  orienteringsforskjell innad i hver farge. Det er gjennomført CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) i respektiv rekkefølge. Strekkhastighet 0,1 mikrometer per sekund ble benyttet.



**Figur 45:** Martensittvariantene IV-2 og IV-5 utklippt fra pol figurene i figur 43. Bilde a, b og c er henholdsvis på 0%, 6% og 9% forlengelse.

## 5. Diskusjon

### 5.1. Sveisesimulerte prøver

All sveisesimulering ble gjennomført i ovn og alle målinger er gjort med EBSD. Andre syklisk holdetid ble i utgangspunktet valgt til 5 minutter i den hensikt å gi hele prøvetykkelsen anledning til å oppnå ovnstemperatur, men på kortest mulig tid. Dette for å best mulig simulere reelle sveiseforhold, som innebærer både rask oppvarming og avkjøling. Ettersom andre syklisk sveisesimulering med holdetid 5 minutter ikke gav forventet resultat ble det valgt å undersøke effekt av utvidet holdetid. Dette er ikke realistisk i forhold til sveising, men er interessant med tanke på å oppnå en bedre forståelse av materialets oppførsel ved varmebehandling.

#### 5.1.1. Første syklisk sveisesimulering

Som levert fra produsent inneholder materialet omtrent 40% austenitt og 60% martensitt. Etter første syklisk sveisesimulering i ovn med holdetid 5 minutter på 1000°C og bråkjøling i vann er austenittandelen redusert til under 2%. Resterende er martensitt. Oppvarming til over austenittområdet og påfølgende avkjøling er forventet å gi en tilnærmet fullstendig martensittisk struktur uavhengig av avkjølingshastighet (forutsatt at holdetiden i austenittområdet er tilstrekkelig for å danne en fullstendig austenittisk struktur). Altså svarer resultatene fra første syklisk sveisesimulering godt overens med teorien, en tilnærmet fullstendig martensittisk struktur oppnås med kun små andeler rest-austenitt. Nøyaktig bestemmelse av andelen rest-austenitt er vanskelig. Figur 21 viser orienteringskart til austenitt for materialet som i levert tilstand (a og b), og etter første syklisk sveisesimulering (c og d). Orienteringskartene til høyre er etterbehandlet med CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) i respektiv rekkefølge. Hensikten med denne prosedyren er å fjerne feil indiserte diffraksjonsbilder. For prøven i tilstand som levert fra produsent, øker andelen austenitt fra 42,1% til 42,6% etter fullført etterbehandlingen. Dette må skyldes at martensittfasen får en større andel punkter fjernet, sammenlignet med austenittfasen, og dermed en forholdsmessig økt andel austenitt. (Punkter som fjernes regnes ikke med i prosentandelene, det vil si at summen av martensitt og austenitt er lik 100% også etter fullført etterbehandling). Det motsatte er tilfelle etter første syklisk sveisesimulering. Austenittandelen

synker fra 1,9% til 0,2% som følge av etterbehandling. Fra bilde c i figur 21 ser en at flesteparten av punktene ligger alene eller har ulik orientering med sine nabopunkter (bildene viser bare punkter indisert som austenitt), og dermed heves heller ikke CI verdiene til disse punktene. Denne etterbehandlingen fungerer på samme vilkår for austenitt- og martensittfasen så lenge det ikke gjelder enslige punkter. Enslige punkter har ingen effekt av CI standardisering da de ikke tilhøre et korn (har ikke nabopunkter av samme fase og orientering). Ettersom austenittandelen er mye mindre enn martensittandelen er også sjansen for enslige punkter større for austenittfasen. Dermed kan en kanskje argumentere for at etterbehandlingsprosedyren til en viss grad favoriserer martensittfasen. På den andre siden ser en få eller ingen tegn til at disse enslige punktene tilhører et korn ved at det foreligger punkter i nærheten, som ikke er direkte nabo, men likevel innehar samme fase og orientering. Det er derfor rimelig å anta at etterbehandlingsprosedyren gir et riktigere bilde av austenittandelen etter første syklisk sveisesimulering sammenlignet med ubehandlet rådata.

### 5.1.2. Andre syklisk sveisesimulering

Dette del-kapittelet diskuterer resultater fra andre syklisk sveisesimulering og er inndelt etter holdetider på 5, 20 og 60 minutter. Både rådata og etterbehandlet data blir diskutert. Det er gjennomført den samme etterbehandlingsprosedyren for alle datasett med CI standardisering og CI filtrering ( $CI > 0,1$ ) i respektiv rekkefølge.

#### 5.1.2.1. Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 5 minutter

Fra figur 22 ser en at alle prøver med 5 minutters holdetid og bråkjøling oppnår austenittandeler under 4%. For ubehandlet rådata oppnås de høyeste austenittandelen for temperaturene 550°C, 600°C og 650°C. Fasediagrammene i figur 7 angir Fe-Cr:Ni i 3:1, 2:1 og 1:1 forhold. Materialet benyttet i denne oppgaven inneholder 11,9% Cr og 5,9% Ni, altså et tilnærmet 2:1 forhold. Det finnes også andre elementer i materialet som påvirker austenitt- og ferrittområdene, men et grovt anslag kan antagelig fås gjennom Fe-Cr:Ni 2:1 diagrammet. Her befinner to-fase området seg omtrent mellom 500°C og 700°C. At temperaturene 550°C, 600°C og 650°C oppnår høyeste andeler austenitt er derfor rimelig, det er i to-fase området dannelse av stabil rest-austenitt er forventet å inntreffe. For etterbehandlet data synker alle austenittandelene til under 0,3%. Forholdsmessig er austenittandelene tilnærmet bevart, 550°C, 600°C og 650°C oppnår fortsatt

høyeste andeler i tillegg til 700°C. Utfra orienteringskart av austenitt, vist i figur 23, er det likevel rimelig å anta at etterbehandlingen gir et riktigere bilde av austenittfordelingen. Svært få av punktene ser ut å tilhøre et større austenittkorn ved at det foreligger områder med punkter av samme orientering. Punktene har tilfeldige orienteringer og CI verdiene er lave som fører til at flesteparten filtreres bort. Figur 24 viser diffraksjonsbilder for austenitt og martensitt med CI verdier på henholdsvis 0,09 og 0,83. Detekterte bånd er overlatt i bilde b og d. For austenitt er det svært vanskelig å observere detekterte bånd ut ifra bilde a (hvor båndene ikke er overlatt). For martensitt er det derimot enkelt å observere detekterte bånd ut ifra bilde c (hvor båndene ikke er overlatt). Dette viser at etterbehandlingsprosedyren med nedre CI grense på 0,1 ikke er for høy. Diffraksjonsbildet for austenitt med CI lik 0,09 kan ikke betraktes som pålitelig.

Holdetid på 5 minutter i to-fase området er antagelig for kort til dannelse av større andeler stabil rest-austenitt. Effektivt er dessuten holdetiden mindre, ettersom tiden på 5 minutter også innebærer oppvarming. (Holdetid refererer her til total tid inne i ovnen og ikke tiden materialet reelt opplever ovnstemperaturen, oppvarming finner også sted i løpet av de 5 minuttene).

#### 5.1.2.2. Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 20 minutter

Figur 25 viser rådata og etterbehandlet data for andre syklisk sveisesimulering med holdetid 20 minutter og bråkjøling. Etterbehandlet data viser at alle temperaturer, foruten 650°C, oppnår austenittandeler under 0,3%. Rådata for temperaturene 550°C og 650°C oppnår de høyeste austenittandelene med henholdsvis 3,1% og 3,9%. Etterbehandling gir 0,2% austenitt for 550°C og 2,1% for 650°C. Forholdsmessig fjernes altså langt mere austenitt fra 550°C sammenlignet med 650°C. Figur 26 viser orienteringskart for austenitt til de to nevnte temperaturene, som en ser av figuren inneholder 650°C klare tegn til austenittkorn ved at det foreligger punkter av samme orientering og fase innenfor et visst område. I størrelse ser områdene til å passe godt overens med austenittkornstørrelsen slik de opptrer for materialet i levert tilstand (figur 21 a og b). 550°C viser derimot ingen tegn til å inneholde austenittkorn. De fleste punktene opptrer med tilfeldige orienteringer. Mye av det samme allerede diskutert i foregående del-kapittel er derfor også gjeldende for holdetid 20 minutter. Det er rimelig å anta at etterbehandlingsprosedyren gir et riktigere bilde av austenittfordelingen sammenlignet med rådata. Den eneste temperaturen (650°C) som viser tegn til å inneholde austenittkorn, oppnår også klart høyeste austenittandel. En



kan altså konkludere med at 20 minutters holdetid på 650°C og bråkjøling gir omtrent 2% stabil rest-austenitt.

Figur 27 viser austenittandeler for andre syklisk sveisesimulering med holdetid 20 minutter og luftkjøling. I likhet med samme holdetid, men med bråkjøling, oppnår 650°C høyest andel rest-austenitt både for rådata og behandlet data. For 650°C er andelen rest-austenitt noe mindre for luftkjøling (rådata: 2,1%, behandlet 0,7%) sammenlignet med bråkjøling (rådata: 3,9%, behandlet: 2,1%). Generelt er forskjellene likevel ikke tilstrekkelige for å kunne fastslå om luftkjøling gir mindre andel austenitt sammenlignet med bråkjøling. Avkjølingsmetode har liten påvirkning for andel rest-austenitt.

### 5.1.2.3. Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 60 minutter

Resultatene fra andre syklisk sveisesimulering med holdetid 60 minutter gir ingen store endringer i andel rest-austenitt sammenlignet med holdetid 5 og 20 minutter. Dette for både bråkjøling og luftkjøling. I levert tilstand inneholder materialet omtrent 40% stabil rest-austenitt, skapt fra interkritisk varmebehandling i to-fase området. Utfra fasediagrammet Fe-Cr:Ni i 2:1 forhold befinner to-fase område seg mellom 500°C og 700°C, altså i samme temperaturområdet som flesteparten av andre sykliske sveisesimuleringstemperaturer befinner seg. En burde derfor forventet stigende andel rest-austenitt med økende holdetid, men dette skjer ikke. I en studie på effekt av interkritisk varmebehandling for et SMSS ble det funnet at 1 times holdetid på 600°C, 625°C og 650°C gav rest-austenitt andeler på henholdsvis 3%, 12% og 8%. 2 timers holdetid på 670°C og deretter 2 timer på 600°C førte til 25% rest-austenitt. Forsøkene ble gjort på et SMSS med lignende konsentrasjoner av legeringselementer som stålet i denne oppgaven inneholder [22]. Dette viser at temperaturområdet for stabil rest-austenitt dannelse er smalt (stor forskjell på 600°C og 625°C ved 1 times holdetid) og at dobbel interkritisk varmebehandling gir signifikant økning av andel rest-austenitt. Forsøkene gjort i denne oppgaven med holdetid 1 time er gjort på temperaturen 550°C, 600°C og 650°C. Det er dermed en mulighet at det smale temperaturområdet ligger mellom to av disse temperaturene og at en således ikke har truffet optimal temperatur for dannelse av stabil rest-austenitt. Dessuten viser resultater fra overnevnt rapport at dobbel interkritisk varmebehandling på til sammen 4 timer er nødvendig for å danne større mengder rest-austenitt. Dermed kan en ikke forvente rest-austenitt mengder tilsvarende som i levert tilstand med bare 1 times holdetid. En burde likevel forvente noe mere rest-austenitt

enn det som observeres gjennom EBSD analyser i denne oppgaven. I en artikkel av Bojack (et al.) observeres det at røntgen- og magnetiskemålinger detekterer ulike mengder rest-austenitt i SMSS etter avkjøling fra to-fase området [23]. Dette blir forklart ved at prøveoverflaten opplever større termiske spenninger ved avkjøling sammenlignet med bulk materiale, og dermed økt martensittdannelse lokalt i prøveoverflaten. Røntgen (XRD), som henter informasjon i en begrenset dybde fra overflaten, vil dermed måle mindre andeler austenitt sammenlignet med magnetiskemålinger hvor informasjon hentes fra hele prøvetykkelsen. EBSD målinger, som er benyttet i denne oppgaven, henter midlertidig informasjon fra en enda mindre dybde enn røntgenmålinger. EBSD er altså en svært overflate sensitiv teknikk. Dette kan forklare hvorfor det måles mindre austenittandeler etter interkristisk varmebehandling i denne oppgaven sammenlignet med tilsvarende varmebehandlinger i overnevnte rapporter. Prøvene ble riktig nok slipt, polert og elektroplert etter fullført varmebehandling for å kunne benytte EBSD målinger. Hvor mye av prøveoverflaten som blir fjernet ved preparering sammenlignet med dybden av den lokale martensittdannelsen i prøveoverflaten vil være avgjørende for om denne forklaringen fortsatt er gjeldende. I prosjektoppgavene til Kim Elstad og forfatteren av denne oppgaven ble det gjort utstrakt eksperimentering med ulike prøveprepareringsmetoder for EBSD karakterisering av rest-austenitt i SMSS [19] [20]. Elektroplering vist seg som eneste pålitelige prepareringsteknikk. Ione sputtering og kjemisk mekanisk polering målte mindre andeler rest-austenitt på grunn av teknikkenes manglende evne til å fjerne materiale uten å introdusere deformasjon. Elektroplering har derfor vært benyttet som prepareringsteknikk i forkant av EBSD analyser i denne oppgaven. En kan dermed konkludere med at prøvepreparering ikke medfører feilkilder i forhold til EBSD kvantifisering av rest-austenitt i denne oppgaven. De lave andelene rest-austenitt skyldes antagelig en kombinasjon av lokal martensittdannelse i prøveoverflaten og at temperaturer benyttet ikke har truffet det optimale og smale temperaturområde for dannelse av stabil rest-austenitt. Hvor stor effekt lokal martensittdannelse har på EBSD målinger kan finnes ved å kutte prøver i tykkelsesretning etter fullført varmebehandling og deretter kvantifisere mengde martensitt som funksjon av avstand fra prøveoverflaten.

## 5.2. In-situ strekktesting

Dette del-kapittelet diskuterer resultater fra in-situ strekktesting. Effekt av ulik eksperimentell utførelse diskuteres først og deretter vekst av ulike martensittvarianter.

### 5.2.1. Effekt av ulik eksperimentell utførelse

#### 5.2.1.1. Flere opptak av samme område underveis i strekkforløpet

Fra figur 31 ser en at CI verdier synker med økende antall EBSD opptak av samme område. Opptak 1 svarer til 0% forlengelse og har CI verdi lik 0,27, mens opptak 34 svarer til 8,8% forlengelse og har CI verdi lik 0,03. Det er forventet en vis nedgang i CI verdier ettersom strekking vil introdusere gitterdeformasjoner. Figur 32 viser orienteringskart til austenitt og martensitt for opptak 34 og for et opptak av et nabo område tatt etter avsluttet strekking. Opptak 34 er av så dårlig kvalitet at ikke et eneste korn fra verken austenitt eller martensitt er synlig. For opptaket tatt fra nabo området fremtrer derimot begge faser med tydelig adskilte korn. Dette opptaket oppnår en CI verdi på 0,32, i kontrast til opptak 34 som bare oppnår 0,03. Nedgangen i CI verdi må altså utelukkende skyldes kontaminasjon og ikke gitterdeformasjoner. Som en ser av figur 31 reduseres CI verdier tilnærmet linjert med økende antall opptak av samme område. Det er ikke et perfekt linjert forhold, men det er heller ikke forventet. EBSD innstillinger som for eksempel fokus og dynamisk fokus vil kunne gi ett og samme område noe ulike CI verdier uavhengig av kontaminasjon.

Figur 33 viser CI som funksjon av antall EBSD opptak av samme område for strekkhastigheter 0,1 og 0,05 mikrometer per sekund. Ettersom det kun er gjennomført 5 EBSD opptak er nedgangen i CI, som følge av kontaminasjon, liten. Økt strekkhastighet fra 0,02 til 0,1 mikrometer per sekund har liten påvirkning for opptaks kvalitet, begrunnet i respektive opptaks CI verdier vist i figur 31 og figur 33. En ulempe med raskere strekkhastighet er derimot at det vil være større variasjon i forlengelse fra første til siste diffraksjonsbilde dersom samme opptakstid benyttes. I forsøket med 0,1 mikrometer per sekund er forskjellen i forlengelse mellom første og siste diffraksjonsbilde omtrent 0,2%. For strekkhastigheter 0,05 og 0,1 mikrometer per sekund er forskjellen i forlengelse mellom første og siste diffraksjonsbilde på henholdsvis 0,5% og 1%.

Dette kan unngås ved å skanne et mindre område når strekkhastigheten økes, og dermed oppnå kortere opptakstid. Dersom en ønsker samme dekningsgrad (total opptakstid/total strekktid) er en midlertidig avhengig av å øke antallet opptak når selve opptakstiden reduseres. Dette er som vist i figur 31 problematisk da gjentatte EBSD opptak av samme område merkbart vil redusere opptakskvaliteten som følge av kontaminasjon. For å kunne dekke hele strekkforløpet med EBSD opptak av god kvalitet er en derfor avhengig av å redusere kontaminasjon. Høyere vakuum reduserer kontaminasjon ettersom det er elektronstrålens interaksjoner med rest-gasser i kammeret som skaper kontaminasjon. I en artikkel som studerer optimalisering av EBSD parametere for ultra rask karakterisering ble det funnet at trykket konvergerer sakte mot et minimums nivå med økende tid [17]. Dette for et Zeiss Ultra FESEM apparat, hvilket er samme instrument benyttet i denne oppgaven. Kontaminasjon kan dermed reduseres ved å la vakuumsystemet pumpe over lang tid før en igangsetter in-situ strekktesing.

#### 5.2.1.2. Ett opptak gjennom hele strekkforløpet

Det ble gjennomført 3 ulike in-situ strekkforsøk hvor kun ett opptak ble gjennomført underveis i strekkforløpet. Planen bak denne strategien var å gjennomføre et stort referanse opptak i forkant av strekking, som senere kunne sammenlignes med opptaket tatt underveis i strekkforløpet. Både NORDIF Extraction og TSL OIM Analysis kan brukes til å klippe ut mindre områder av et større opptak. Når det gjennomføres kun ett opptak gjennom hele strekkforløpet vil første diffraksjonsbilde ha 0% forlengelse, mens siste diffraksjonsbilde vil ha den endelige forlengelsen (for de 3 forsøkene gjort i denne oppgaven, omtrent 8-9%). Det er derfor hensiktsmessig å kunne klippe ut mindre områder som videre kan angis med en bestemt forlengelse ut ifra plassering i det større opptaket. For eksempel vil midten av opptakene gjort i denne oppgaven ha en forlengelse på omtrent 4% til 4,5%.

Figur 35 (a) viser plasseringen til referanse opptaket (rødt) og til opptaket tatt underveis i strekking (blått). Første diffraksjonsbilde tas i øverste hjørne til venstre og elektronstrålen forflytter seg sidelengs mot høyre inntil områdets bredde er nådd. Deretter starter neste linje. Siste diffraksjonsbilde tas dermed i nederste hjørne til høyre. Bilde (b) viser hvordan forflytning har skapt ett opptak lignende et parallelogram istedenfor et kvadrat (kontaminasjon har gjort område hvor opptaket har pågått mørkere, det er dette området som er merket med blått). Opptakene er gjort omtrent midt på området som forlenges ved strekking. (På grunn av fare for

kollisjon mellom strekkmaskin og sekundærelektron detektor er det ikke mulig å bevege seg mye sideveis). Total lengde på område som forlenges er 9 mm. Med 8% forlengelse ved avsluttet strekking vil prøven være forlenget med 720  $\mu\text{m}$ . Ettersom opptaket er tatt midt på prøven vil denne forlengelsen være omtrent halvert. Det vil si en forflytning på omtrent 360  $\mu\text{m}$ . Som en ser av figur 35 (b) stemmer dette godt overens med hvordan området faktisk har forflyttet seg. Det er omtrent 350  $\mu\text{m}$  avstand mellom øverste og nederste hjørner. Dette skaper et forvrent bilde når analysert i TSL OIM Analysis som vist i figur 36. En sirkel i referanseopptaket fremtrer i opptaket med pågående strekking som en tynn strek forlenget diagonalt fra venstre mot høyre. Årsaken til dette er at området som egentlig har form som et parallellogram blir vist som et kvadrat. Figur 37 viser utregninger av hvordan linjen  $h_0$  i et parallellogram endres til linjen  $h_1$  når transformert til et kvadrat. Figuren viser også utregninger for vinkelen mellom  $h_1$  og grunnlinjen i kvadratet etter transformasjonen. Denne vinkelen er kalt  $\alpha_1$ . Linjen  $h_0$  står vinkelrett på de to parallell linjene  $B_0C_0$  og  $A_0D_0$  i figur 37, og er valgt fordi dette er den korteste avstanden mellom linjene og således den linjen som vil forlenges mest når et parallellogram transformeres til et kvadrat. I figur 39 er det vist en formel for  $\Delta L$  når opptak tas omtrent midt på område som forlenges ved strekking. Strekkhastighet, opptakstid og bredde på opptaksområdet er variablene som inngår i uttrykket og bør tilpasses slik at en minst mulig  $\Delta L$  oppnås. En minst mulig  $\Delta L$  fører til at  $h_1$  forlenges minst mulig i forhold til  $h_0$  som vist i tabell 17 hvor  $h_1/h_0$  og  $\alpha_1$  er regnet ut for alle in-situ strekkforsøk gjennomført i denne oppgaven. Det er ikke bare forsøkene gjort med ett opptak underveis i strekkforløpet som opplever  $h_1/h_0$  forhold større enn 1. Forsøket gjort med flere EBSD opptak underveis i strekkforløpet, og med strekkhastighet 0,1 mikrometer per sekund oppnår  $h_1/h_0=1,15$  og  $\alpha_1=20^\circ$ . Bildene i dette forsøket er altså til en viss grad forstyrret. Denne forstyrrelsen er midlertidig vanskelig å observere ut fra ut fra figur 36, som viser Image Quality av opptaket tatt under pågående strekking (a) og Image Quality av det samme området tatt etter endt strekking (b). Antagelig er forlengelsen for liten til å kunne observeres. Selv om forlengelsen av linje  $h_0$  ikke er observerbar i dette tilfellet bør en generelt minimere denne effekten også når det tas flere opptak underveis i strekkforløpet. Det er bare strekkhastighet 0,02 mikrometer per sekund som opplever uforandret forhold mellom  $h_1$  og  $h_0$ . 0,02 mikrometer per sekund er derfor den foretrukne strekkhastigheten da høyere strekkhastighet introduserer bildeforstyrrelser på grunn av endret forhold mellom  $h_1$  og  $h_0$ . Observasjoner viser at disse

bildeforstyrrelsene ikke er synlige for  $h_1/h_0=1,15$ , men bør likevel unngås da det er en unødvendig feilkilde. For strekkhastighet 0,1 mikrometer per sekund og ett opptak på 2,1 timer er derimot bildeforstyrrelsen tydelig observerbar som en ser i figur 42. Bilde a i figur 42 viser Image Quality av et opptak med  $\Delta L=1,26$  og  $h_1/h_0=1,79$ . Altså kan en konkludere med at grensen for observerbare bildeforstyrrelser ligger et sted mellom  $\Delta L=0,42$  (figur 36) og  $\Delta L=1,26$  (figur 42). Dette svarer til henholdsvis  $h_1/h_0=1,15$  og  $h_1/h_0=1,79$ .

Figur 38 viser samme transformasjon som i figur 37, men for tre andre linjer. Disse linjene er valgt for å se på transformasjonseffekten i andre retninger og er kalt b, c og d. Det er benyttet samme tegnsetting som i figur 37, for eksempel betyr  $b_0$  og  $b_1$  henholdsvis før og etter transformasjon. I tabell 18 er forholdene for disse linjene regnet ut for alle in-situ strekkforsøk gjort i denne oppgaven. Figur 40 viser en grafisk framstilling av  $b_1/b_0$   $c_1/c_0$   $d_1/d_0$  og  $h_1/h_0$  som funksjon av  $\Delta L$ . Forholdene  $b_1/b_0$  og  $d_1/d_0$  har en tilnærmet lik utvikling og synker med økende  $\Delta L$ , forminskning inntreffer i disse retningene. Forholdet  $c_1/c_0$  stiger fra  $\Delta L=1$  til  $\Delta L \approx 1,25$ , men avtar deretter. Forholdet  $h_1/h_0$  øker som ventet mest. Forholdene forklarer hvorfor en sirkel blir seende ut som et avlangt og smalt objekt forlenget diagonalt når  $\Delta L$  er stor. I Figur 41 er det vist en illustrasjon av hvordan en rundt objekt i parallelogrammet vil forlenges diagonalt i kvadratet. Illustrasjonen er gjort for et parallelogram av omtrent samme dimensjoner som observert i figur 35 (b). Illustrasjonen ser ut til å stemme godt overens med det som observeres i figur 36. Altså kan en konkludere med at parallelogram til kvadrat transformasjonen er årsaken til bildeforstyrrelsene. Alle resultater fra forsøk utført med strategien om kun ett EBSD opptak gjennom hele strekkforløpet er derfor upålitelige. Det oppnås for høy  $\Delta L$  verdi. Hadde en hatt mulighet til å forflytte seg nærmere den innspennte enden av strekkstaven ville strategien antagelig fungert. Her vil forflytningen være tilnærmet lik null. På grunn av fare for kollisjon mellom sekundærelektron detektor og strekkmaskin var ikke dette mulig. En annen løsning for å lykkes med denne strategien kan gjøres ved å tilpasse strekkstavens form slik at område som forlenges starter omtrent midt på prøven, dermed blir forflytningen i opptaksområdet tilnærmet null.

### 5.2.2. Vekst av ulike martensittvarianter

Morten Karlsen (et al.) har tidligere gjort tilsvarende undersøkelser på samme materiale som denne oppgaven omfatter [4]. Karlsens undersøkelser ble midlertidig gjort ved å strekke til

forhåndsbestemte forlengelser, hvor strekkingen ble stoppet og EBSD opptak gjennomført. Her er derimot EBSD opptak gjennomført kontinuerlig underveis i strekkforløpet. Fokus blir derfor rettet mot eventuelle forskjeller i resultater fra nesten in-situ eksperimenter (tidligere undersøkelser) og ekte in-situ eksperimenter (denne oppgaven). Det er innhentet informasjon fra to in-situ strekk eksperimenter med strekkhastigheter 0,05 og 0,1 mikrometer per sekund.

Figur 43 viser tre forskjellige martensittansamlinger som er gitt fargene rød, blå og gul. Innad i hver martensittansamling (hver farge) er det maksimalt 20° orienteringsforskjell og høyst 8 ulike martensittvarianter tilstede. Som en ser av bilde b, d og f er ikke alle variantene tilstede. For eksempel består blå farge stort sett av variantene I-1 og I-4, mens rød farge i hovedsak består av variantene IV-2 og IV-5. Gul farge består for det meste av variantene I-3 og I-6. (II-2 II-6 er også tilstede, men i mindre mengde). Dette er samsvarende observasjoner fra tidligere undersøkelser, martensittvariantene opptrer ofte i par [4]. Grafen nederst i bildet angir vekst av ulike farger med økende forlengelse. Veksten er angitt i prosent og er regnet ut i forhold til det totale antallet punkter som befinner seg i kornet (Total number of ponits). Det vil si at både austenitt- og martensittpunkter inngår i prosentutregningene. Summen av martensitt og austenitt er teoretisk sett alltid hundre prosent (eventuelle utfellinger neglisjeres her). I TSL OIM Analysis oppgis også prosent i forhold til totalt antall punkter martensitt (Number of partition points). Andel martensitt er midlertidig ikke konstant, men stiger med økende forlengelse som følge av austenitt til martensitt transformasjonen. Derfor vil prosentandeler, utregnet i totalt antall punkter martensitt, kunne oppleves som villedende når en skal sammenligne ulike forlengelser. For eksempel øker antall røde martensittpunkter fra 10.000 til 15.000, mens øvrige martensittvarianter (gul og blå) øker fra 100.000 til 300.000 punkter. Røde martensittpunkter vil dermed (med utgangspunkt i antall martensitt punkter totalt) oppleve en nedgang fra 10% til 5%, selv om antallet punkter reelt øker fra 10.000 til 15.000. Dette er det viktig å være klar over da det er flere funksjoner i TSL OIM Analysis hvor sammenligningsgrunnlaget er basert på antallet punkter i en bestemt fase, i det overnevnt martensitt, og ikke antallet punkter totalt sett. Fra 0% til 6% forlengelse øker martensittansamlingene jevnt. Fra 6% til 9% skjer økningen med noe høyere stigningstall for blå og rød farge, mens gul farge oppnår negativt stigningstall. Det er forventet en større andel uindiserte punkter med økende forlengelse som følge av forhøyninger og forsenkninger i prøveoverflaten. Sannsynligvis opplever gul martensitt en forholdsmessig stor

nedgang i antall indiserte punkter og dermed også en prosentvis nedgang. Denne forklaringen underbygges av observasjoner fra figur 43 hvor gulepunkter i øvre del av kornet i bilde  $c_1$  erstattes med svarte punkter i bilde  $d_1$ . Videre er det også sannsynlig at andelen rød og blå martensitt reelt sett ikke opplever økt stigningstall fra 6% til 9% som observeres i figur 43, men at økningen heller skyldes endret prosentgrunnlag. Flere uindiserte punkter gir færre punkter totalt sett og påvirker derfor prosentandelene. Altså kan nedgang i gul martensitt også forklare stigning i rød og blå martensitt. Det må også medregnes en vis feilmargin i utklippingen av austenittkornene, som er gjort manuelt på øyemål i TSL OIM Analysis. Kornene er derfor ikke 100% like.

Mye av det overnevnte er også gjeldende for strekkhastighet 0,1 mikrometer per sekund, men her er derimot alle 24 varianter tilstede som det framgår av figur 44. Det er en forholdsmessig jevn stigning for alle martensittansamlinger opptil omtrent 5,5% forlengelse. Fra 5,5% til 8,5% verken synker eller stiger andelen rød martensitt, den er konstant. Gul og blå martensitt fortsetter omtrent som før. Det fremgår ikke like klart hvorfor rød martensitt ikke stiger fra 5,5% til 8,5% i form av lokal erstatning av svarte uindiserte punkter som for gul martensitt i forsøket med strekkhastighet 0,05 mikrometer per sekund. Til gjengjeld er også forskjellene mindre. Antakelig skyldes mangelen på vekst i rød martensitt økt andel uindiserte punkter i forhold til øvrige punkter og en noe unøyaktig utklipping, som gjør at området nederst til høyre i kornet mister noe rød martensitt i forhold til figur 44 bilde (d).

I det overstående er kun martensittansamlinger bestående av minst to martensittvarianter betraktet. Det kan dermed ikke utelukkes at vekst innad i en martensittansamling skjer ujevnt. Optimalt sett burde en farge i figur 43 og figur 44 svare til kun en martensittvariant. Etersom martensittvariantene opptrer i par med svært små orienteringsforskjeller seg imellom er dette vanskelig. For å få en farge til å bestå av kun en martensittvariant er en avhengig av å sette vinkeltoleransen for fargen så lav at den sannsynligvis blir lavere enn opptakets orienteringsoppløsning. Det er derfor fornuftig å heller visuelt observere forskjeller fra pol figurer av ulike forlengelser. Figur 45 viser utklipp av pol figurer fra figur 43. Utklippene er gjort nederst i pol figurene hvor variantene IV-2 og IV-5 befinner seg (jamfør figur 3). Begge variantene ser ut til å vokse jevnt. Antall punkter i områder rundt forventet lokasjon til variantene ser ut til å øke med økt forlengelse. Punkter av de to variantene overlapper hverandre, hvilket illustrerer



vanskeligheten av å angi variantene med forskjellige farger (forskjellige vinkler). Bilde a, b og c i figur 45 er på henholdsvis 0%, 6% og 9% forlengelse. Ved å studere gul og blå farge i figur 43 ser en at det samme også er gjeldende her. Par av martensittvarianter vokser omtrentlig jevnt.

En kan konkludere med at vekst av ulike martensittvarianter, som følge av deformasjon, skjer jevnt. Dette er samme konklusjon som ble trukket i tidligere undersøkelser [4]. EBSD opptak gjort kontinuerlig underveis i strekking med strekkhastighet så høy som 0,1 mikrometer per sekund gir like gode resultater som EBSD opptak gjort uten pågående strekking. Det er ikke mulig å se bildeforstyrrelser slik som observert i figur 36 (som nevnt i diskusjonen rundt ulik eksperimentell utførelse er det likevel grunn til å unngå strekkhastigheter høyere enn 0,02 mikrometer per sekund) Selve om metoden, for denne analysen, ikke tilførte ytterligere informasjon enn det som allerede var kjent fra tidligere bør metoden likevel kunne gi utfyllende informasjon for andre analyser da en potensielt kan dekke hele strekkforløpet med EBSD opptak.

## 6. Konklusjon

Følgende konklusjoner kan trekkes fra arbeidet utført i denne oppgaven:

- $CI < 0,1$  gir upålitelig indisering for austenittfasen i SMSS.
- EBSD målinger av SMSS viser at andel rest-austenitt går fra 42,6% til 0,2% etter 5 minutters holdetid på 1000°C og bråkjøling i vann.
- EBSD målinger av SMSS viser høyst 2,1% rest-austenitt etter andre syklisk sveisesimulering med holdetid opptil 1 time i temperaturintervallet 550-850°C.
- In-situ kontinuerlig strekktesting med gjentatte EBSD opptak fra samme område gir pålitelige resultat for strekkhastigheter opptil 0,1 mikrometer per sekund.
  - Optimalt sett bør likevel lavest mulig strekkhastighet og kortest mulig opptakstid benyttes for å unngå bildeforstyrrelser.
  - Kontaminasjon gir stor nedgang i CI verdier ved gjentatte EBSD opptak av samme område for SMSS. Etter 34 EBSD opptak reduseres CI verdier fra 0,27 til 0,03.
- In-situ kontinuerlig strekktesting med ett EBSD opptak gjennom hele i strekkforløpet gir bildeforstyrrelser.
  - Grensen for observerbare bildeforstyrrelser ligger et sted mellom  $\Delta L=0,42$  og  $\Delta L=1,26$ . Hvor  $\Delta L$  er forholdet mellom forflytning i opptaksområdet og bredden på det kvadratiske opptaksområdet.
- Ulike martensittvarianter vokser jevnt som følge av deformasjonsindusert faseomvandling i SMSS.

## 7. Forslag til videre arbeid

Med utgangspunkt i det som er gjennomført i denne oppgaven blir følgende foreslått som videre arbeid:

- Gjennomføre in-situ varmebehandling med EBSD analyser av stålet benyttet i denne oppgaven for å oppnå en bedre forståelse av austenittdannelsen.
- Gjennomføre in-situ EBSD strekktesting med strekkstaver tilpasset i form slik at område som forlenges starter omtrent midt på strekkstavene. Dermed unngås bildeforstyrrelser skapt av forflytning.
- Gjennomføre andre syklisk varmebehandling av stålet benyttet i denne oppgaven, hvor prøver kuttes i tykkelsesretning etter fullført varmebehandling og tverrsnittet studeres med EBSD for å observere om martensittandeler varierer med avstand fra prøveoverflaten.

## Referanser

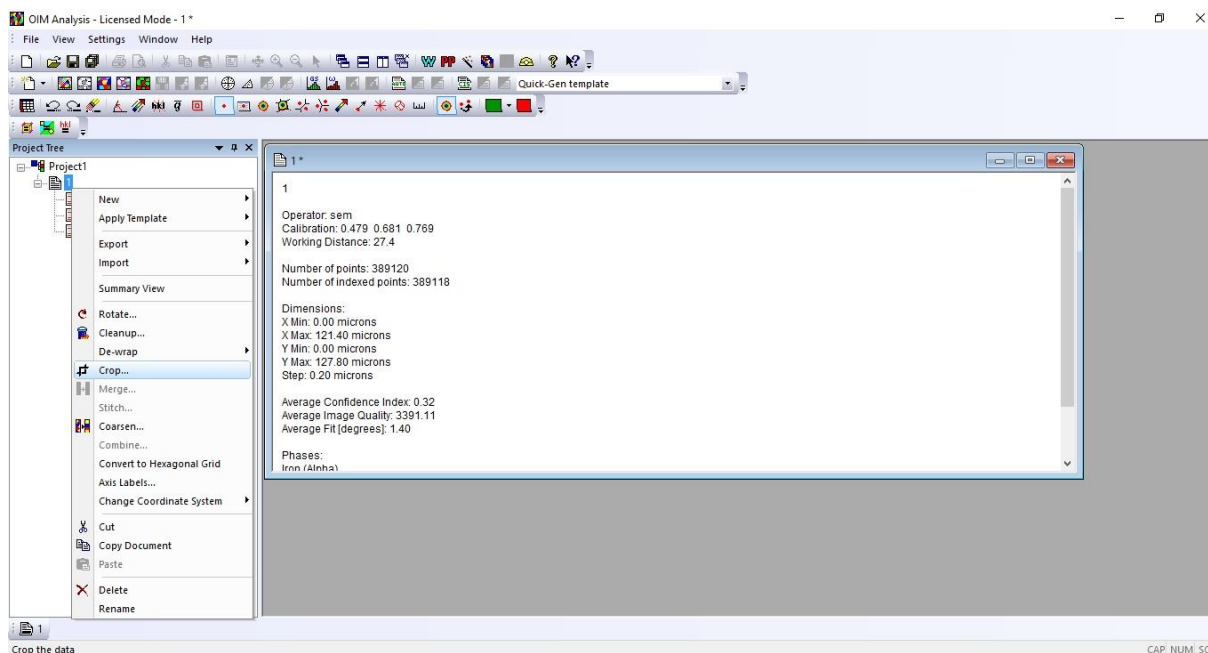
- [1] Solberg JK. Teknologiske metaller og legeringer. Institutt for materialteknologi ved Norges Teknisk-Naturvitenskaplige Universitet: Norges Teknisk-Naturvitenskaplige Universitet (NTNU); 2014.
- [2] Karlsen M, Grong Ø, Søfferud M, Hjelen J, Rørvik G, Chiron R. Scanning Electron Microscopy/Electron Backscatter Diffraction-Based Observations of Martensite Variant Selection and Slip Plane Activity in Supermartensitic Stainless Steels during Plastic Deformation at Elevated, Ambient, and Subzero Temperatures. Metall and Mat Trans A 2009;40:310-20.
- [3] Solheim KG, Solberg JK. Hydrogen induced stress cracking in supermartensitic stainless steels - Stress threshold for coarse grained HAZ. Engineering Failure Analysis 2013;32:348-59.
- [4] Karlsen M, Hjelen J, Grong Ø, Rørvik G, Chiron R, Schubert U, et al. SEM/EBSD based in situ studies of deformation induced phase transformations in supermartensitic stainless steels. Materials Science and Technology 2008;24:64-72.
- [5] Ye D, Li S, Li J, Jiang W, Su J, Zhao K. Study on the crystallographic orientation relationship and formation mechanism of reversed austenite in economical Cr12 super martensitic stainless steel. Materials Characterization 2015;109:100-6.
- [6] Enerhaug J. A STUDY OF LOCALIZED CORROSION IN SUPER MARTENSITIC STAINLESS STEEL WELDMENTS. The Norwegian University of Science and Technology (NTNU): The Norwegian University of Science and Technology (NTNU); 2002.
- [7] Ma XP, Wang LJ, Liu CM, Subramanian SV. Microstructure and properties of 13Cr5Ni1Mo0.025Nb0.09V0.06N super martensitic stainless steel. Materials Science and Engineering: A 2012;539:271-9.
- [8] Bhadeshia HKDH, Honeycombe SR. 5 - Formation of Martensite. In: Honeycombe HKDHBR, editor. Steels (Third Edition). Oxford: Butterworth-Heinemann; 2006. p. 95-128.
- [9] Bojack A, Zhao L, Morris PF, Sietsma J. Austenite Formation from Martensite in a 13Cr6Ni2Mo Supermartensitic Stainless Steel. Metall and Mat Trans A 2016;47:1996-2009.
- [10] Davis CL, King JE. Cleavage initiation in the intercritically reheated coarse-grained heat-affected zone: Part I. Fractographic evidence. Metall and Mat Trans A;25:563-73.

- [11] Bhadeshia HKDH, Honeycombe SR. 13 - Weld Microstructures. In: Honeycombe HKDHBR, editor. Steels (Third Edition). Oxford: Butterworth-Heinemann; 2006. p. 287-306.
- [12] Kaplan D, Murry G. Thermal, Metallurgical and Mechanical Phenomena in the Heat Affected Zone. Metallurgy and Mechanics of Welding: ISTE; 2010. p. 89-131.
- [13] Schwartz AJ, Kumar M, Adams BL, Field DP. Electron backscatter diffraction in materials science: Springer; 2009.
- [14] Hjelen J. Scanning elektron-mikroskopi. Institutt for materialteknologi, NTNU1989.
- [15] TSL OIM Analysis 7. EDAX.
- [16] TSL OIM Data Collection 7. EDAX.
- [17] Chen Y, Hjelen J, Gireesh SS, Roven HJ. Optimization of EBSD parameters for ultra-fast characterization. Journal of Microscopy 2012;245:111-8.
- [18] Humphreys FJ. Review Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction. Journal of Materials Science 2001;36:3833-54.
- [19] Elstad K. Effekt av ionespattering og kjemisk mekanisk polering på kvantifisering av mengde restaustenitt i SMSS ved EBSD og XRD: Norges Teknisk-Naturvitenskaplige Universitet, (NTNU); 2015.
- [20] Andresen BS. Effekt av elektroplering på målt austenittandel i supermartensittisk rustfritt stål (SMSS) ved EBSD og XRD undersøkelser: Norges tekniske-naturvitenskaplige universitet NTNU; 2015.
- [21] Larsen K. In situ strekktesting og karakterisering av et 9%Ni-stål ved hjelp av EBSD: Norges teknisk-naturvitenskaplige universitet, NTNU; 2012.
- [22] Tavares SSM, Pardal JM, de Souza GC, de Oliveira CAS, de Abreu HFG. Influence of tempering on microstructure and mechanical properties of Ti alloyed 13%Cr supermartensitic stainless steel. Materials Science and Technology 2014;30:1470-6.
- [23] Bojack A, Zhao L, Morris PF, Sietsma J. In-situ determination of austenite and martensite formation in 13Cr6Ni2Mo supermartensitic stainless steel. Materials Characterization 2012;71:77-86.

## Vedlegg A

Dette vedlegget viser hvordan Kurdjomov–Sachs (KS) orienteringsammenheng for martensitt kan studeres i TSL OIM Analysis.

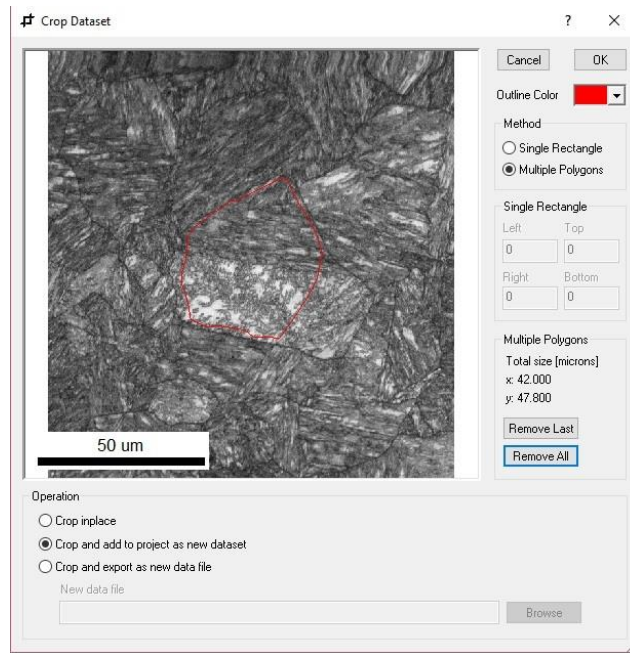
**1.** Last opp et indisert opptak i TSL OIM Analysis som inneholder fasene austenitt og martensitt (ferritt kan brukes for lavkarbon stål). Høyre klikk på datasettet og velg *crop som* vist i figur A-I.



**Figur A-I**

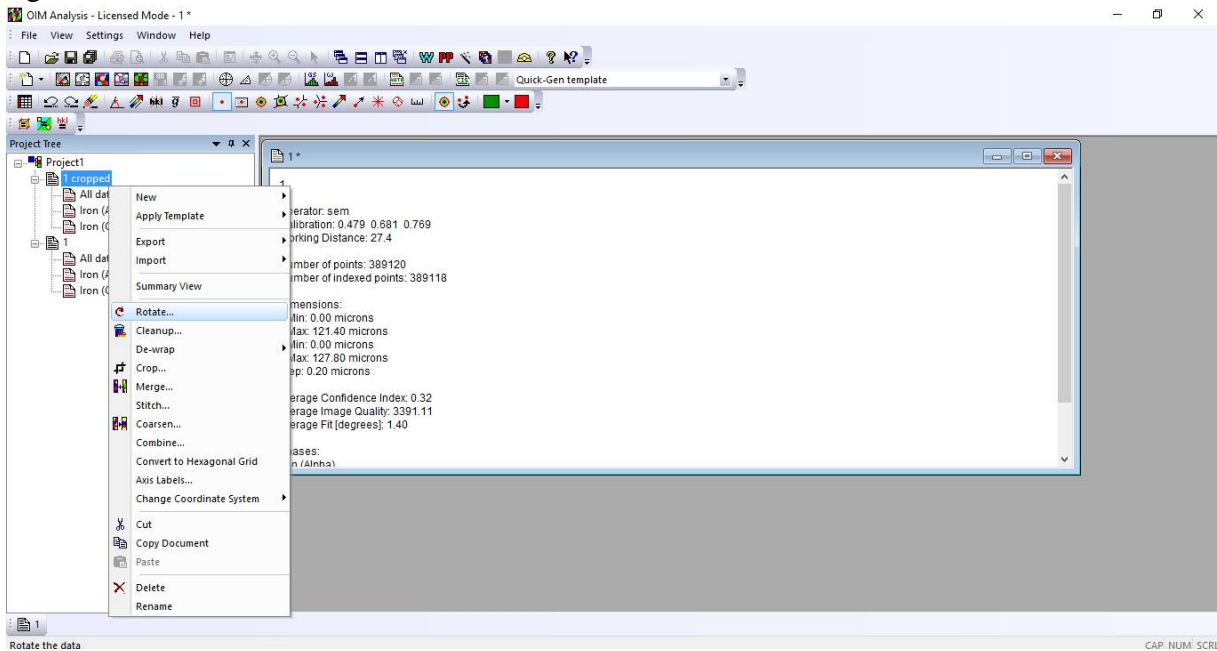
**2.** En fane kalt «crop dataset» dukker nå opp. Klipp ut et enkelt austenittkorn som vist i figur A-II Det er viktig at utklippsområde ikke inneholder flere austenittkorn da det vil skape forstyrrelser. Trykk deretter OK.

## Vedlegg A



Figur A-II

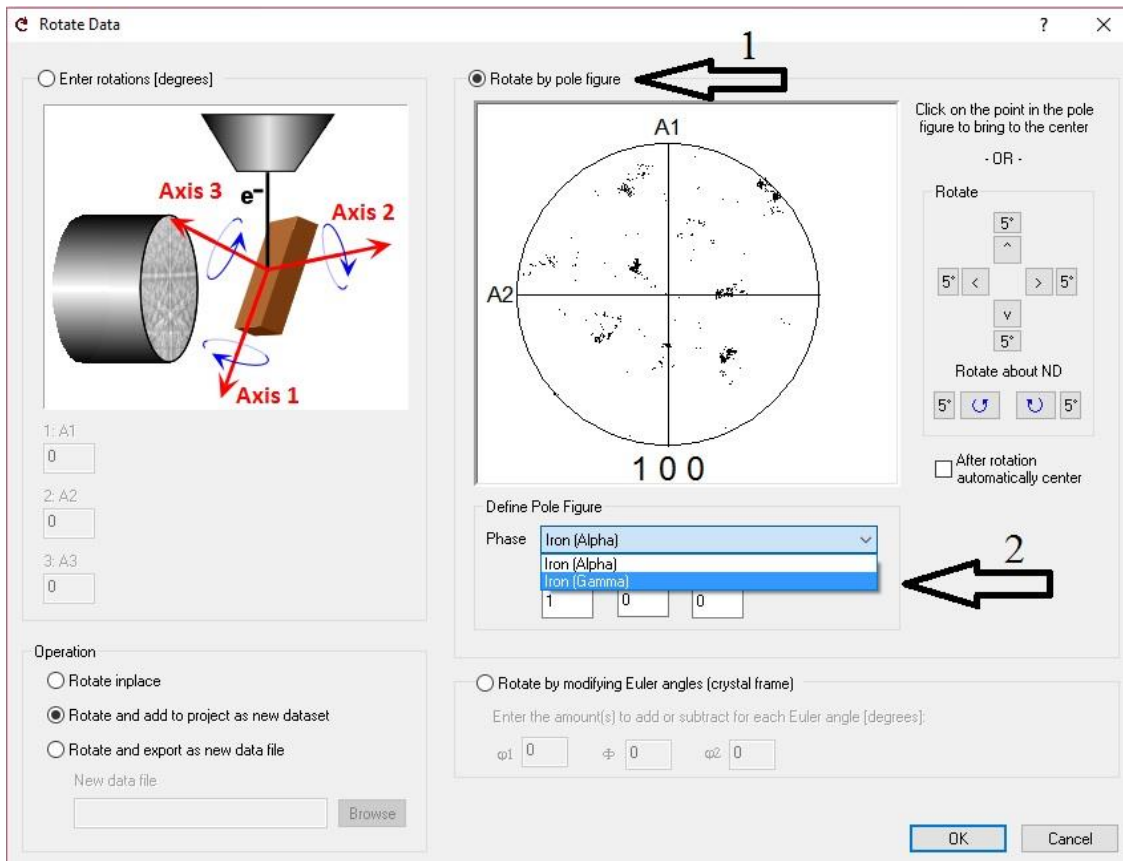
3. Et nytt datasett dukker nå opp dersom «crop and add to project as new dataset» ble valgt i fanen «crop Dataset» (figur A-II). Høyre klikk på det nye datasettet og velg *rotate* som vist i figur A-III.



Figur A-III

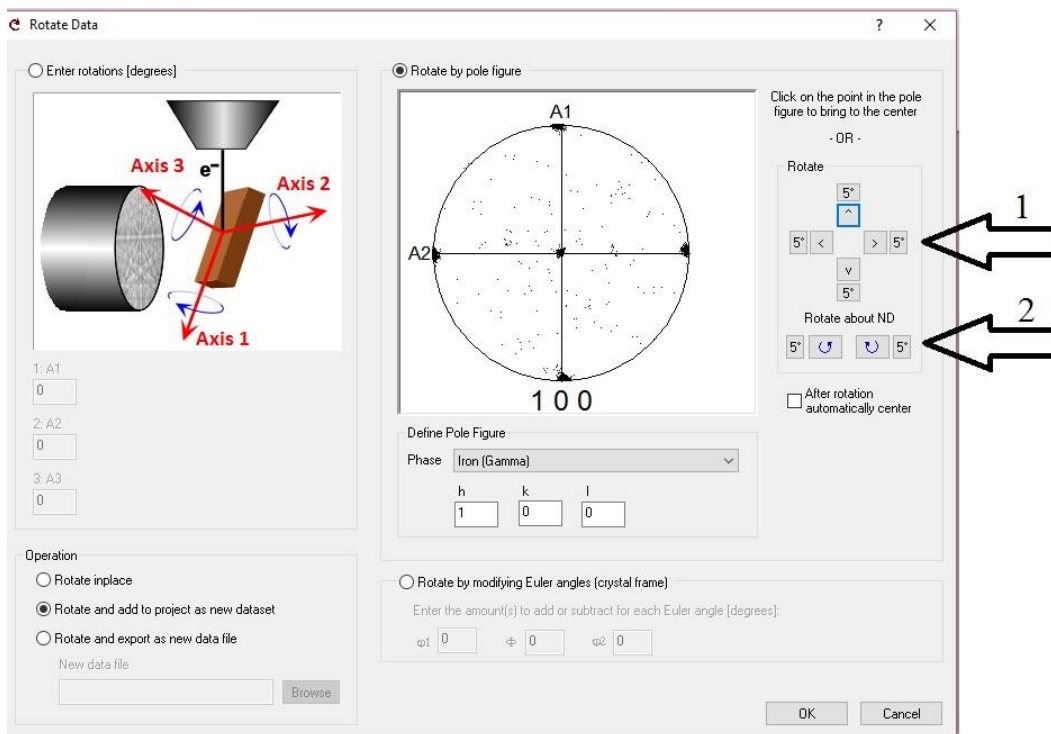
4. En fane kalt «rotate data» dukker nå opp. Velg «Rotate by pole figure» og «Phase: Iron (gamma)» som vist ved henholdsvis pil 1 og 2 i figur A-IV

## Vedlegg A



Figur A-IV

5. Roter austenittfasen som vist i figur A-V ved å bruke rotasjonsknappene markert med pil 1 og 2. Trykk OK.

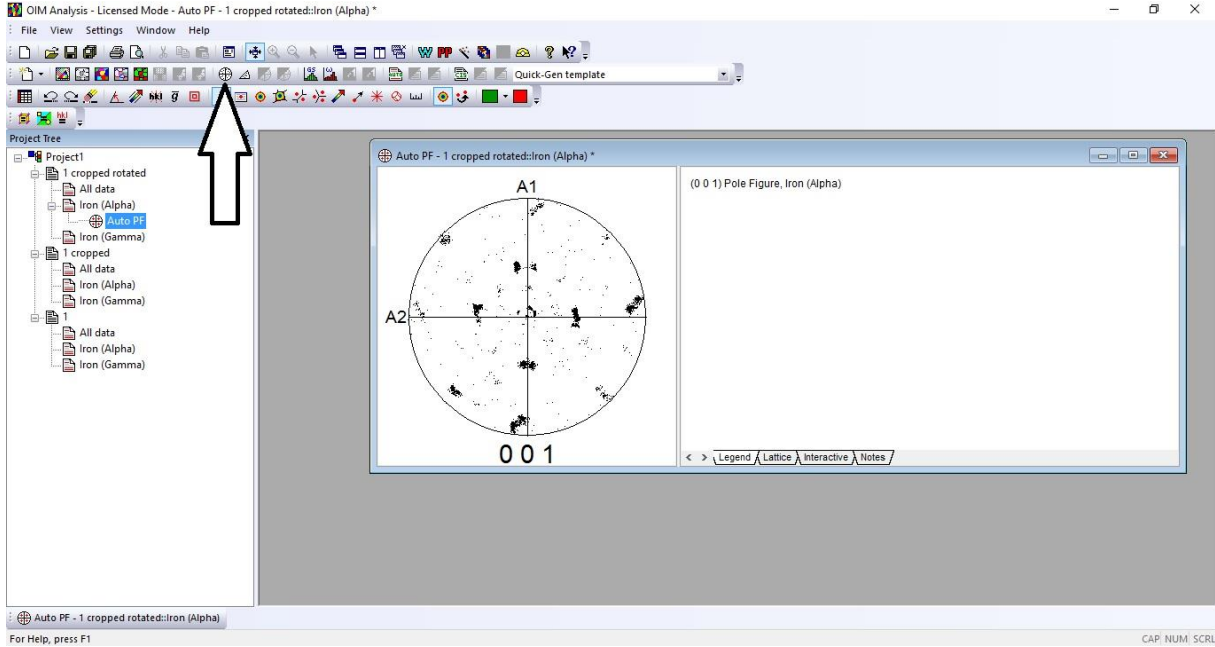


Figur A-V



## Vedlegg A

6. Et nytt datasett dukker nå opp i prosjekt fanen. Venstreklikk på martensittfasen (Iron Alpha) i figur A-VI og velg «Auto Pole Figure map» i «Quick-Gen-template» menyen som vist med pil i figur A-VI. En 001 pol figur dukker nå opp. Om martensittfasen følger Kurdjomov–Sachs (KS) orienteringssammenheng kan nå studeres ved for eksempel å sammenligne pol figuren i figur A-VI med en pol figur av teoretisk beregnede varianter.



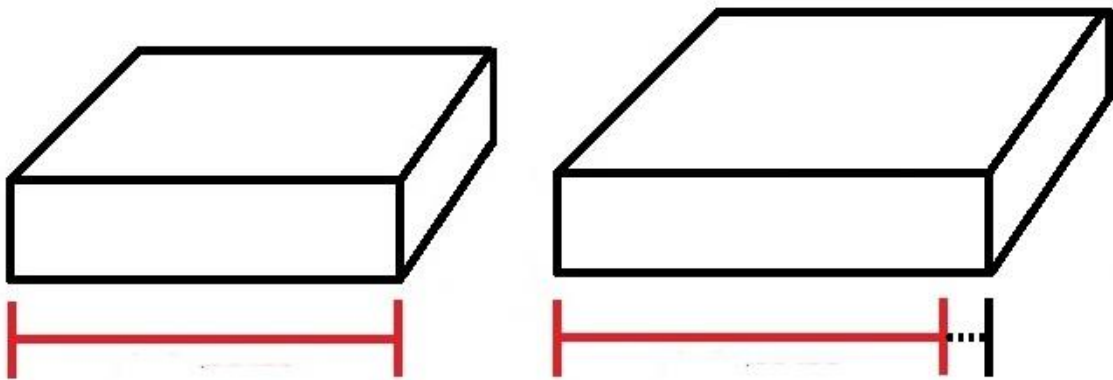
Figur A-VI

## Vedlegg B

For å effektivisere prepareringsprosessen ble det laget prøveholdere for å muliggjøre automatisk sliping og polering. Intensjonen var å lage prøveholdere som enkelt tillot festing og fjerning av prøver. Dette for å unngå prøver i en innstøpingsmasse som vanskeliggjør EBSD og XRD analyser. Her gis en stegvis oppskrift på hvordan tilsvarende prøveholdere kan lages.

### 1. Oppkutting av dummyprøver

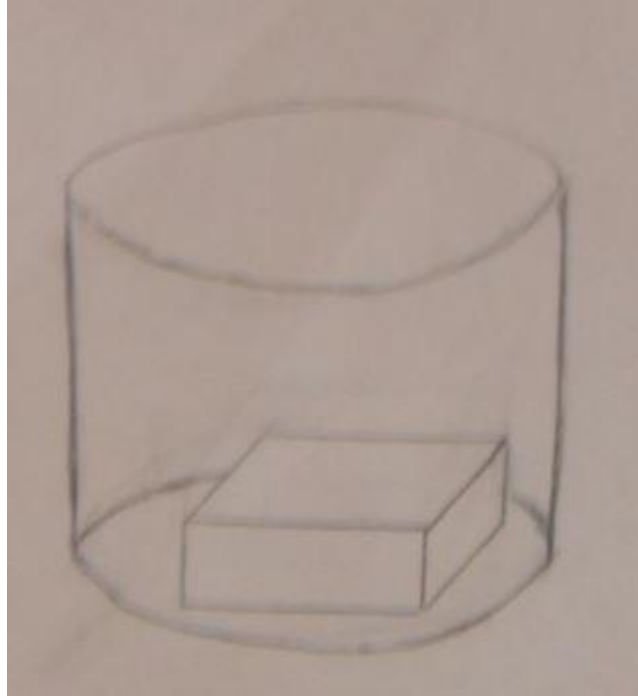
Kutt opp en dummyprøve med dimensjoner litt større enn prøvene som skal slipes og poleres. Denne dummyprøven skal støpes inn og deretter slås ut. For at prøvene som skal slipes og poleres enkelt kan plasseres ned i det etterlatte volumet fra dummyprøven er det lurt å ha dimensjoner litt større på dummyprøven.



**Figur B-I:** Prøvedimensjoner til dummyprøven bør være litt større en prøvene som skal slipes og poleres.

2. Innsmøring av prøver og innstøpingsbeholdere

Smør dummyprøven inn med en luberikant. Finn en egnet innstøpingsbeholder som også smøres inn med luberikant. Plasser prøver ned i innstøpingsbeholderen.



**Figur B-II:** Dummyprøve nedsatt i en innstøpingsbeholder.

3. Blanding av innstøpingsmasse

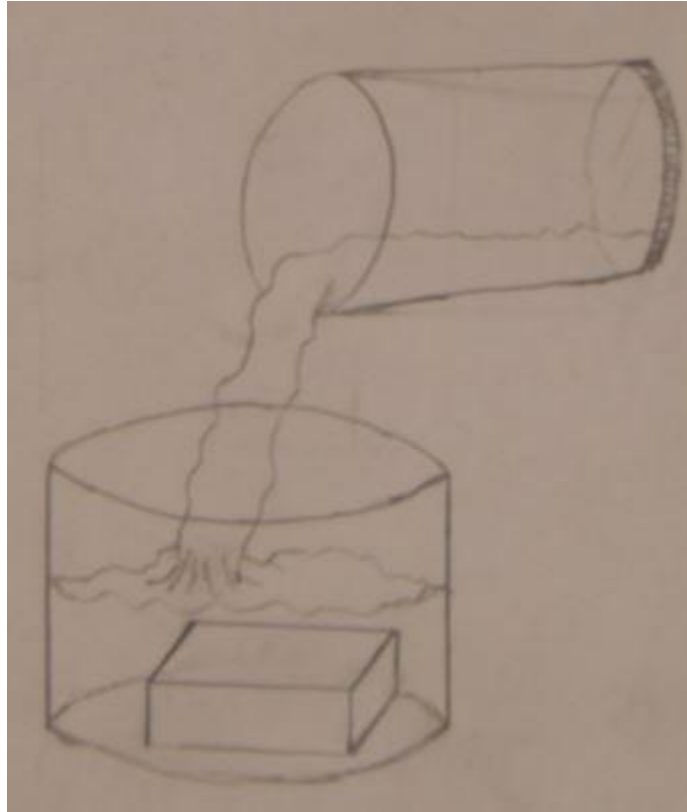
Bland sammen innstøpingsmasse i en egen beholder. For eksempel Epo Fix Resin og Epo Fix Hardener, som ble brukt i denne oppgaven. Følg oppgitte blandingsinstrukser og rør godt med en rørepinne.



**Figur B-III:** Blanding av innstøpingsmasse med rørepinne.

4. Fylling av innstøpingsmasse

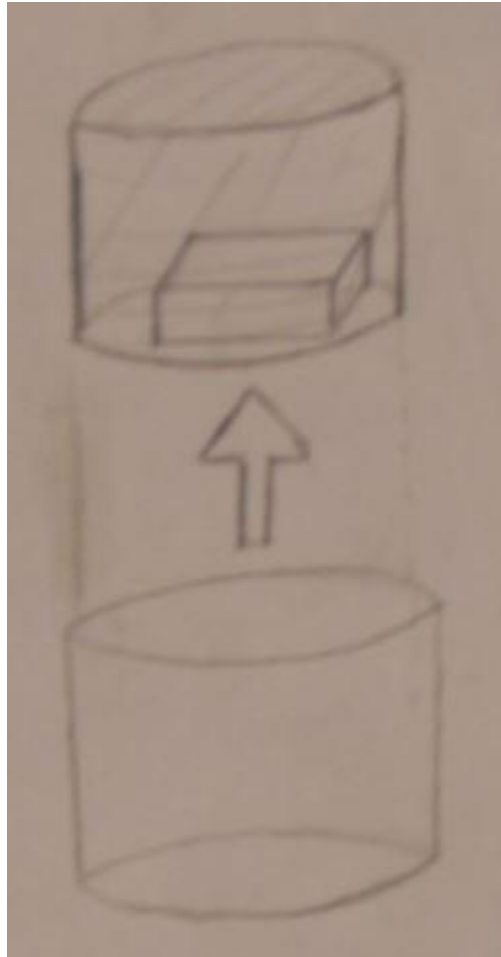
Fyll den ferdig blandede innstøpingsmassen ned i innstøpingsbeholderen som inneholder dummyprøven. La stå til det har størknet.



**Figur B-IV:** Innstøpingsbeholder med dummyprøve fylles med den ferdigblandede innstøpingsmassen.

5. Fjerning av innstøpingsbeholder

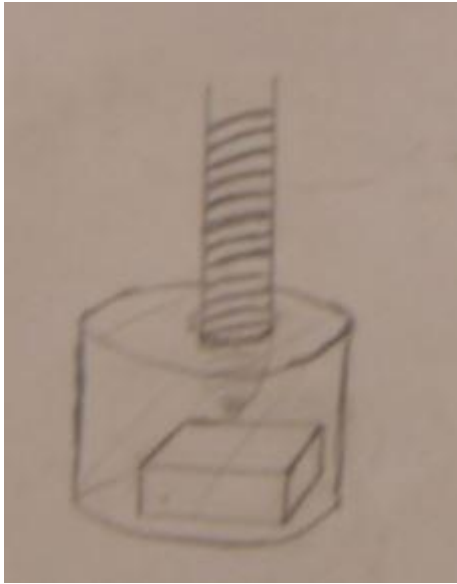
Fjern innstøpingsbeholderen slik at en står igjen med dummyprøven og innstøpingsmassen som et objekt. Dersom beholderen ble smurt inn med luberikant skal dette gå greit.



**Figur B-V:** Fjerning av innstøpingsbeholder.

6. Boring

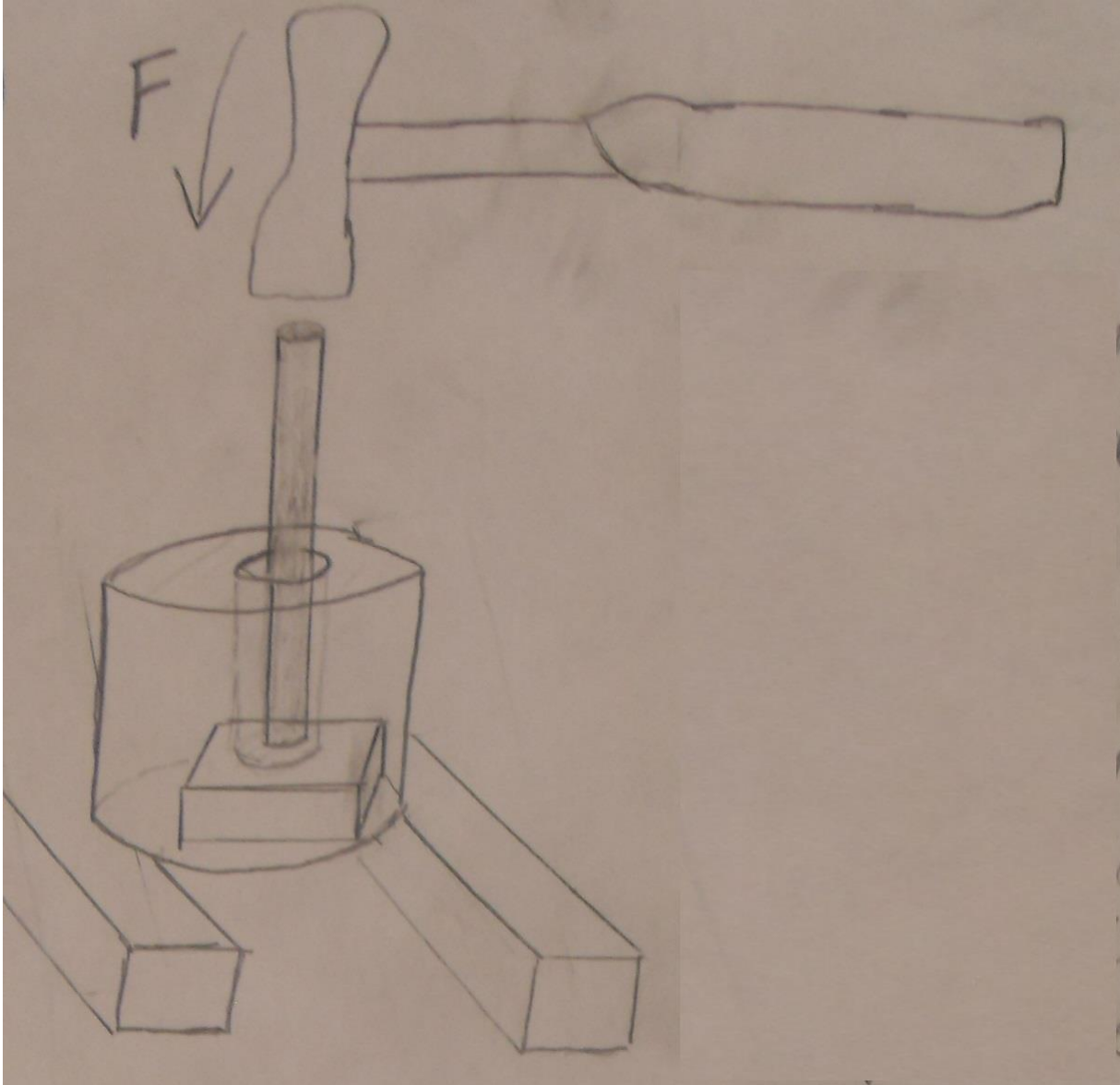
Bor et hull ned til dummyprøven fra oversiden. Sørg for å bore helt ned til dummyprøven.



**Figur B-VI:** Boring av hull ned til dummyprøven.

7. Fjerning av dummyprøve

Slå ut dummyprøven med en hammer. Bruk for eksempel en tynn metall sylinder som senkes ned i til dummyprøven og slå på denne. NB: ikke spenn fast innstøpingsmassen når dummyprøven skal slås ut. Dette øker sjansen for at innstøpingsmassen sprekker.



**Figur B-VII:** Dummyprøven slås ut ved hjelp av hammer og en tynn metall sylinder.

8. Ferdig prøveholder.

Etter å ha slått ut dummyprøvene er prøveholderne ferdig. Prøver som skal slipes og poleres kan nå festes med dobbel side tape til prøveholderen og enkelt presses ut igjen ved endt sliping/polering.

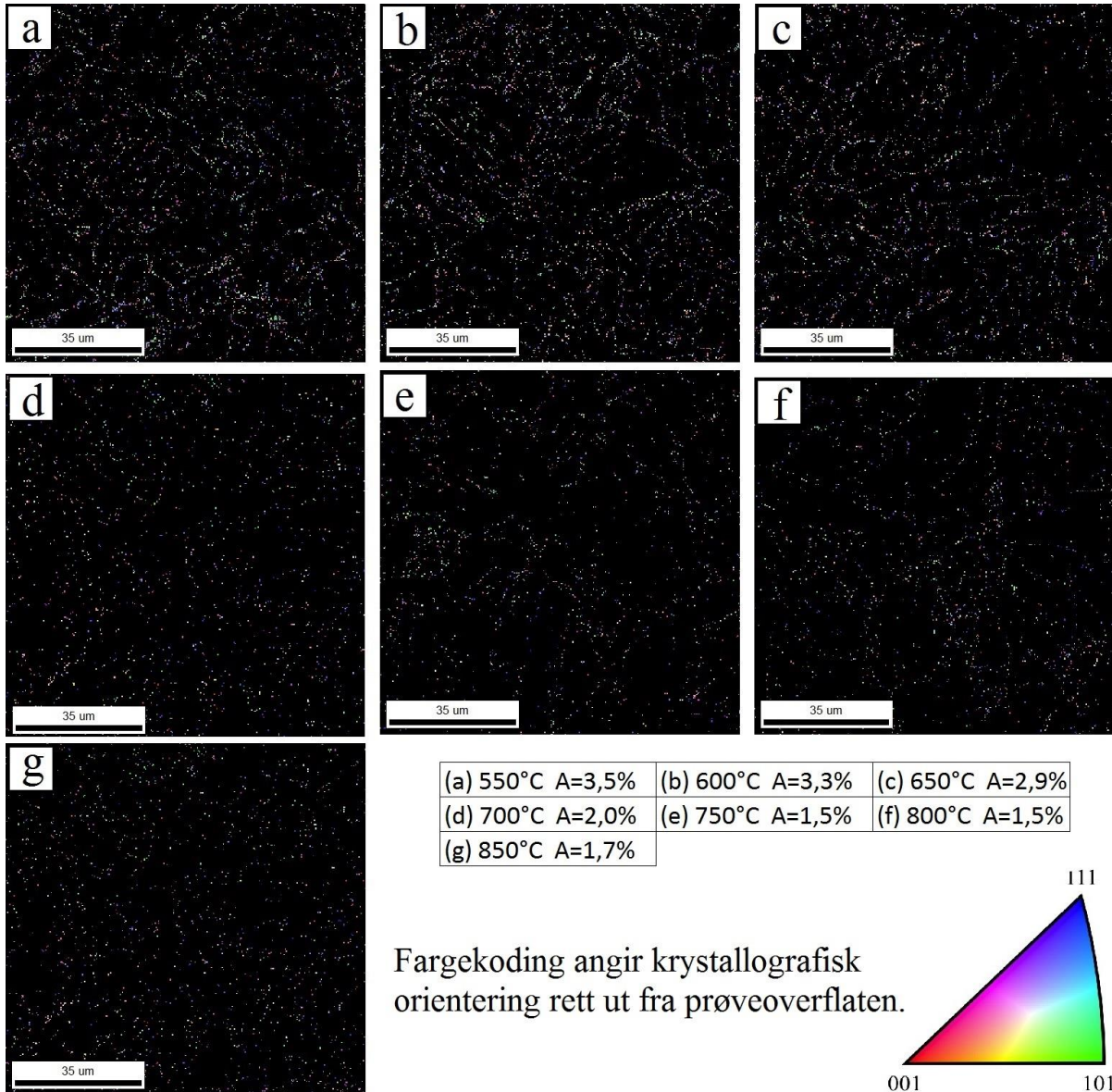


**Figur B-VIII:** Ferdig prøveholder (figuren er snudd opp-ned i forhold til tidligere figurer).



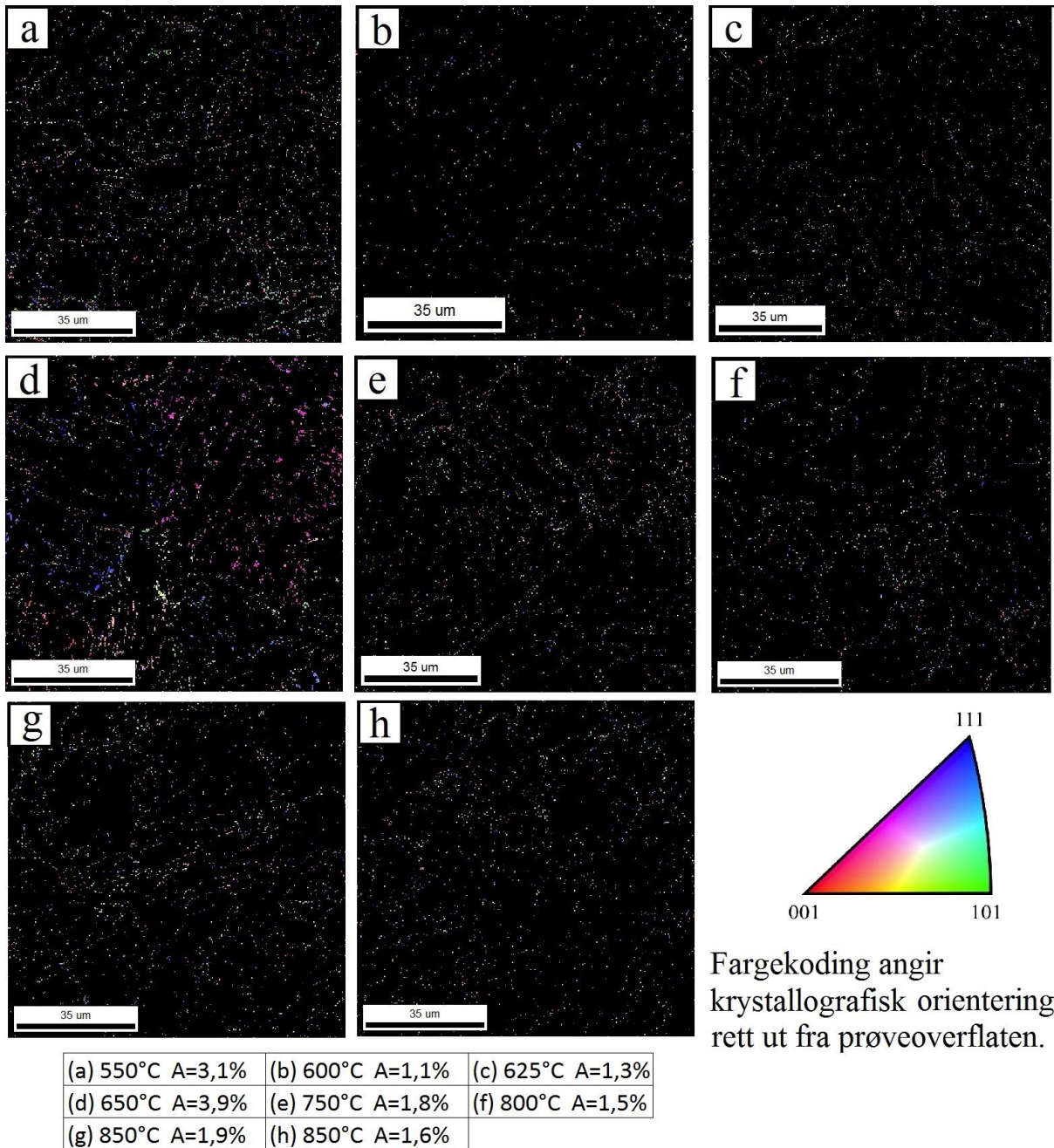
## Vedlegg C

Dette vedlegget viser orienteringskart til austenittfasen etter utført andre syklisk sveisesimulering for alle temperatur og holdetider benyttet i oppgaven. Orienteringskartene er ubehandlet rådata. Hver figur inneholder en tabell som oppgir temperatur og austenittandel for aktuelle bilder. Forkortelsen A står for austenitt. Alle austenittandeler er for ubehandlet rådata.

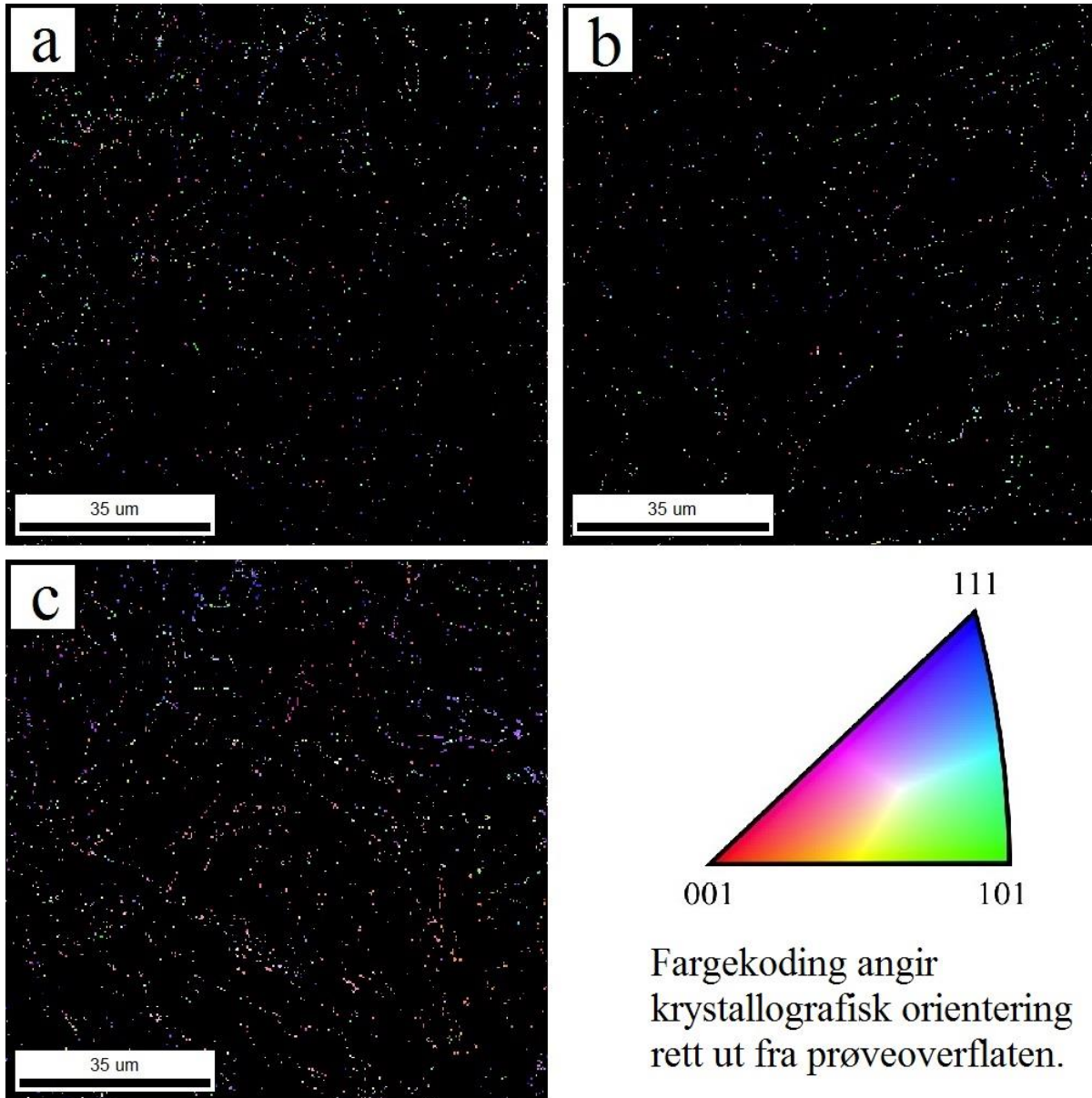


**Figur C- I:** Andre syklisksveisesimulering med holdetid 5 minutter og bråkjøling i vann.

Vedlegg C

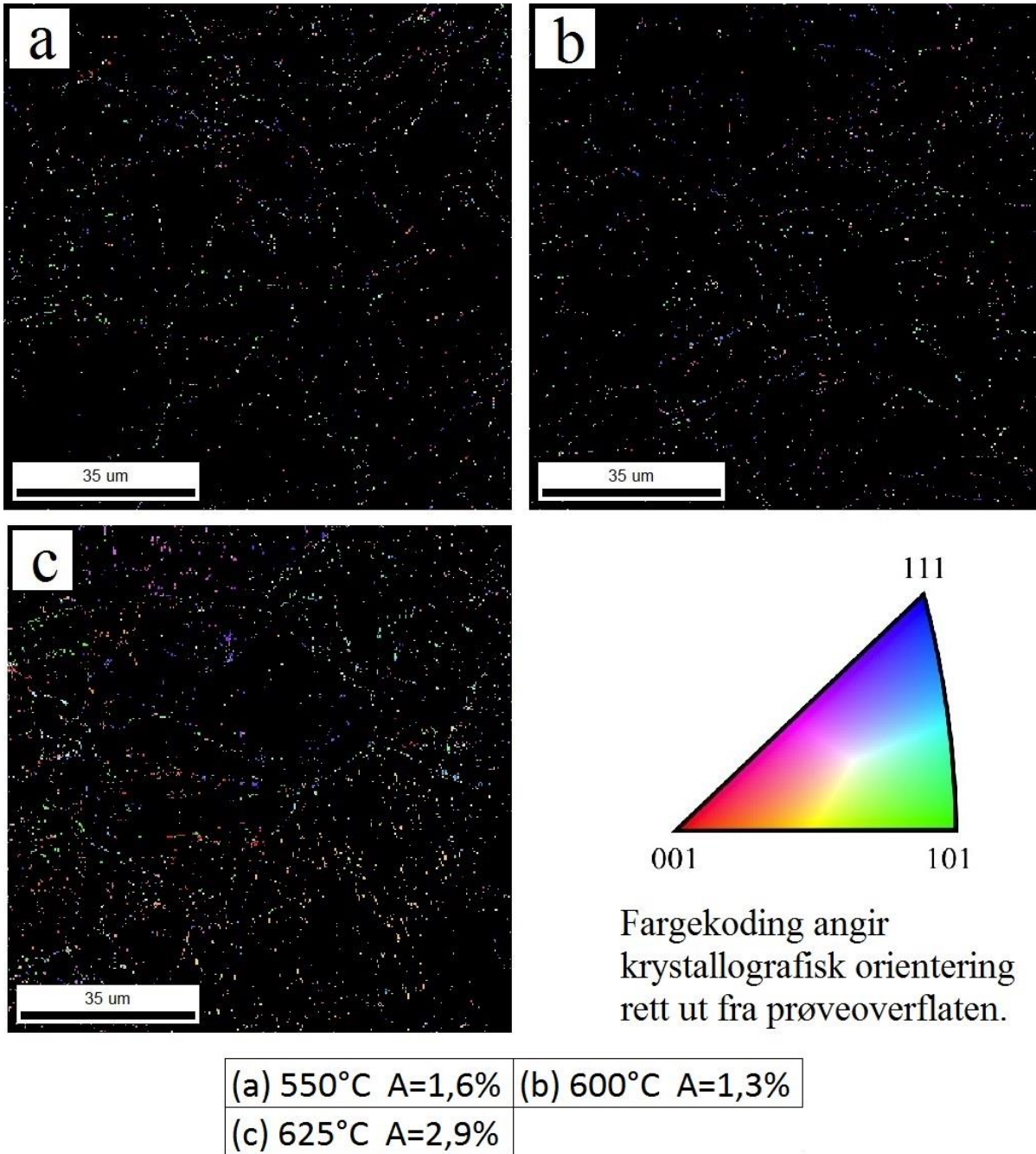


**Figur C- II:** Andre syklisvsveisesimulering med holdetid 20 minutter og bråkjøling.

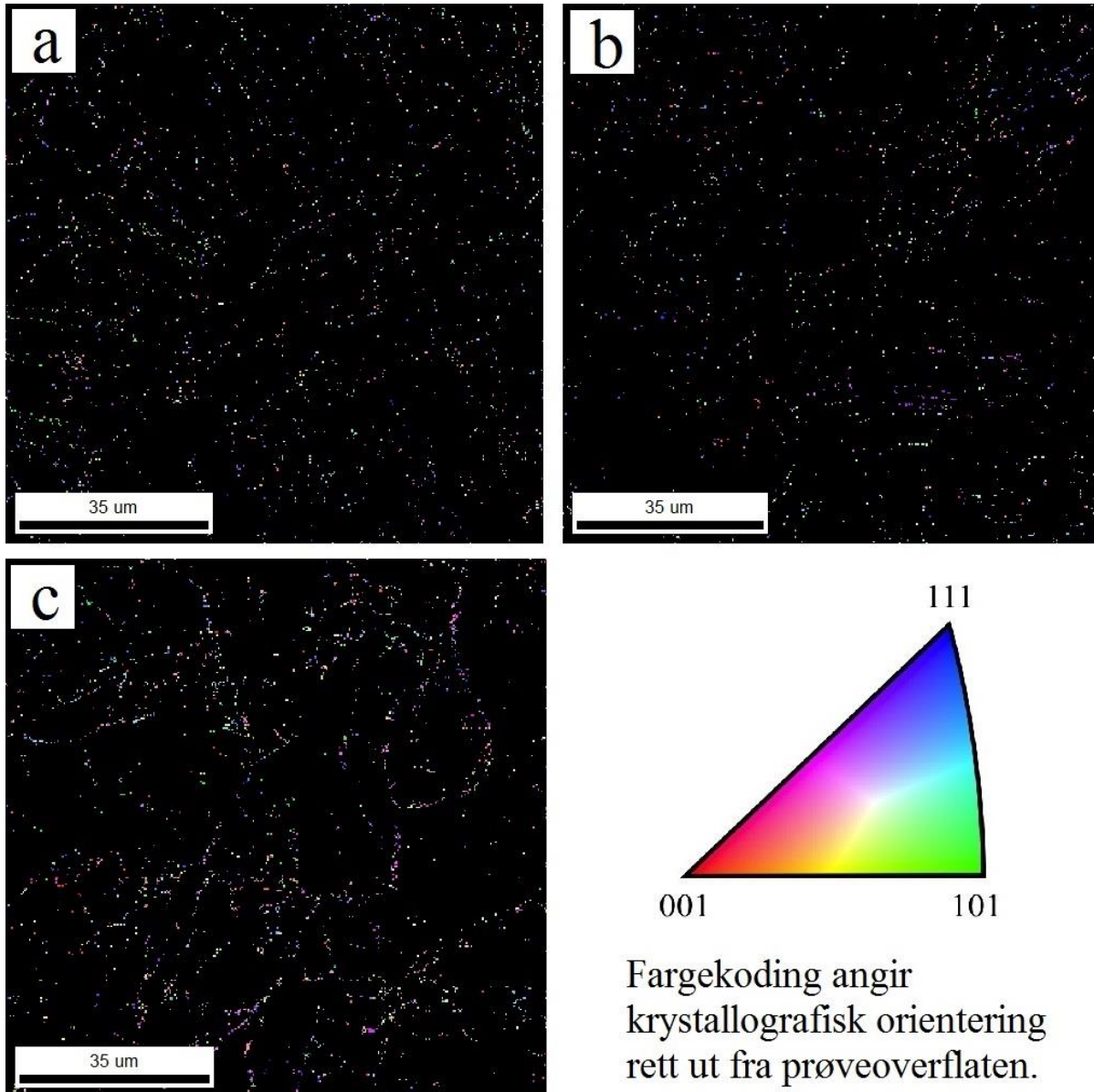


(a) 550°C A=1,4%	(b) 600°C A=1,0%
(c) 625°C A=2,1%	

**Figur C- III:** Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 20 minutter og luftkjøling.



**Figur C- IV:** Andre syklisk sveisesimulering med holdetid 60 minutter og bråkjøling.



(a) 550°C A=1,6%	(b) 600°C A=1,2%
(c) 625°C A=2,2%	

**Figur C- V:** Andre sykklisk sveisesimulering med holdetid 60 minutter og luftkjøling