

# In situ strekkforsøk med EBSD karakterisering av HSLA-stål ved romtemperatur og $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$

**Jonas Hovde Pedersen**

Materialteknologi

Oppgaven levert: Juni 2011

Hovedveileder: Jarle Hjelen, IMTE

Biveileder(e): Morten Karlsen, Statoil



# Forord

Denne oppgaven er utført selvstendig og i henhold til reglement for gjennomføring av sivilingeniøreksamen. Oppgaven er gjennomført ved Institutt for materialteknologi våren 2011.

Jeg vil rette en stor takk til mine veiledere Professor Jarle Hjelen og Professor II Morten Karlsen for god veiledning og inspirasjon gjennom hele oppgaven. Det er godt å se entusiastiske ansikter da jeg viser frem resultatene etter mange lange timer på mikroskopet. Videre vil jeg takke de ansatte på EM-lab ved Institutt for materialteknologi for hjelp med mikroskop og utstyr. Jeg vil også takke Professor II Odd Magne Akselsen og Dr. Ing. Erling Østby ved SINTEF for god støtte, hjelp til anskaffelse av grunnmaterialet og sveisesimulering. Finmekanisk verksted fortjener også en takk for hjelp til videreutvikling av kaldfingeren som har en sentral rolle i denne oppgaven. Til slutt vil jeg takke mine medstudenter og ansatte ved Institutt for materialteknologi for fem fine år i Trondheim.

---

Jonas Hovde Pedersen

Trondheim, juni 2011





# Sammendrag

Denne oppgaven har tatt for seg et 420 MPa HSLA stål. Stålet ble sveisesimulert for å oppnå mikrostruktur tilsvarende grovkornet og interkritisk grovkornet HAZ. Interkritisk grovkornet HAZ ble oppnådd ved en tosyklus sveisesimulering hvor materialet ble varmet opp til 1350 °C og avkjølt med  $\Delta\tau_{8/5} = 15\text{s}$  og deretter gjenoppvarmet til 780 °C og avkjølt med  $\Delta\tau_{6/4} = 17\text{s}$ . Grovkornet HAZ ble oppnådd ved ensyklus sveisesimulering hvor materialet ble varmet opp til 1350 °C og avkjølt med  $\Delta\tau_{8/5} = 15\text{s}$ .

Et eksempel på EBSD teknikken er vist ved en sammenligning av sekundærelektronbilde, fasekart og Image Quality kart. Sekundærelektronbilde og EBSD skannet er fra nøyaktig det samme område. På denne måten blir det demonstrert at EBSD teknikken er et verdifullt verktøy for å skille ulike stålfaser fra hverandre.

Det ble så fortatt en grunnleggende EBSD karakterisering av de to sveisesyklusene. Fire skann med et totalareal på  $150\mu\text{m} \times 150\mu\text{m}$  ble gjort på hver av de to prøvene. Det ble konkludert med at den største forskjellen var øyer av restaustenitt som i gjennomsnitt utgjorde 2,45% av det skannede område på tosyklus sveisesimulert prøve. I ensyklus sveisesimulert prøve var disse øyene så godt som fraværende.

For tosyklus sveisesimulert stål ble det også gjennomført in situ strekktesting med påfølgende EBSD karakterisering ved -60 °C og romtemperatur. En spesiallaget kaldfinger ble videreutviklet for å kjøle ned prøven til -60 °C, da det ikke lykkes å nå -60 °C slik den opprinnelig var konstruert. EBSD karakterisering ble foretatt uten deformasjon og ved 1%, 2%, 3% og 4% forlengelse av stålet. En sammenligning av resultatene ved -60 °C og romtemperatur ble gjort. Det ble konkludert med at øyer av restaustenitt transformeres til martensitt som følge av plastisk deformasjon i større grad ved -60 °C enn ved romtemperatur som følge av høyere termodynamiske drivkrefter.

Ved in situ undersøkelser må strekkbord og kaldfinger monteres i mikroskopet, dette fører til at det tar mye lengre tid å pumpe vakuum enn ved normale omstendigheter. Det tar 50 minutter å pumpe  $2,5 \times 10^{-6}$  mBar vakuum i tomt prøvekommer. Tilsvarende vakuum ved in situ undersøkelser tar over 5 timer å pumpe, grunnet større overflate inne i mikroskopet.

Til slutt ble det gjennomført en sammenligning ved bruk av  $1^\circ$  og  $2^\circ \theta$  steglengde ved indisering av EBSD rådata. Indisering med  $1^\circ \theta$  steglengde ga 1,5% austenitt, mens  $2^\circ \theta$  steglengde ga kun 0,9% austenitt. Konklusjonen var at  $2^\circ \theta$  steglengde ikke oppdager de minste kornene på grunn av for grov omregning i Hough transformasjonen.

# Innhold

Forord . . . . .	i
Sammendrag . . . . .	iii
<b>Innhold</b>	<b>v</b>
<b>1 Innledning</b>	<b>1</b>
<b>2 Teori</b>	<b>3</b>
2.1 Stålmetsallurgi . . . . .	3
2.2 Sveiseteori . . . . .	3
2.2.1 MA-faser . . . . .	5
2.3 Fasettransformasjon . . . . .	5
2.4 EBSD-teknikken . . . . .	6
2.4.1 Parametre i SEM . . . . .	7
2.4.2 EBSD-Software . . . . .	10
<b>3 Eksperimentelt</b>	<b>15</b>
3.1 Grunnmaterialet . . . . .	15
3.2 Sveisesimulering . . . . .	15
3.3 Prøvepreparering . . . . .	16
3.4 SEM . . . . .	17
3.5 EBSD-systemet . . . . .	18
3.6 In Situ eksperimenter . . . . .	19
<b>4 Resultater</b>	<b>25</b>
4.1 Sveisesimulering . . . . .	25
4.2 Eksempel på EBSD teknikken . . . . .	25
4.3 Mikrostruktur for en- og tosyklus sveisesimulert stål . . . . .	27
4.3.1 Ensyklus sveisesimulert prøve . . . . .	27
4.3.2 Tosyklus sveisesimulert prøve . . . . .	31
4.4 In situ strekkforsøk på tosyklus sveisesimulert stål . . . . .	35
4.4.1 In situ EBSD undersøkelser ved romtemperatur . . . . .	36

4.4.2	In situ EBSD undersøkelser ved -60 °C . . . . .	38
4.5	Andre resultater . . . . .	41
<b>5</b>	<b>Diskusjon</b>	<b>47</b>
5.1	Eksempel på EBSD målinger . . . . .	47
5.2	Generell karakterisering . . . . .	47
5.3	Strekkforsøkene . . . . .	48
5.4	Andre resultater . . . . .	51
<b>6</b>	<b>Konklusjon</b>	<b>53</b>
6.1	Forslag til videre arbeid . . . . .	54
	<b>Bibliografi</b>	<b>55</b>
	<b>Vedlegg A Resultater</b>	<b>A1</b>
A.1	Ensyklus sveisesimulert prøve . . . . .	A1
A.2	Tosyklus sveisesimulert prøve . . . . .	A6
A.3	In situ EBSD undersøkelser ved romtemperatur . . . . .	A11
A.4	EBSD undersøkelser ved -60 °C . . . . .	A14
	<b>Vedlegg B ISOPE artikkel</b>	<b>B19</b>
	<b>Vedlegg C Assembly manual</b>	<b>C25</b>
	<b>Vedlegg D User manual</b>	<b>D39</b>

# Kapittel 1

## Innledning

Det blir stadig større fokus på olje og gassutvinning i nordområdene. Det er estimert at 30% av verdens uoppdagede gass, og 13% av verdens uoppdagede olje befinner seg nord for polarsirkelen [1]. Olje- og gassutvinning i arktiske områder må takle ekstreme klimatiske forhold. Is, snø og temperaturer ned mot  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  er noen av utfordringene. I denne sammenheng har det blitt større fokus på materialer som kan brukes under disse forhold.

HSLA (high strength low alloy) stål er en god kandidat i denne sammenheng med en fin balanse mellom styrke og seighet ved lave temperaturer. Problemet oppstår ved sveising da disse egenskapene kan bli forandret. Sprø faser bestående av martenisitt og austenitt (MA øyer) kan utvikles under sveising og føre til sprøbrudd ved lave temperaturer. Det er derfor av stor interesse å få mer kunnskap om MA øyer og hvordan de påvirker stål ved lave temperaturer. Derimot har det vært vanskelig å karakteriserer materialer ved lave temperaturer. I denne oppgaven blir EBSD teknikken brukt i kombinasjon med in situ deformasjon og en spesiallaget kaldfinger for å kunne studere materialet ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Resultene kan så sammenlignes med samme forsøk utført ved romtemperatur.

Denne oppgaven tar for seg et 420 MPa HSAL stål. Stålet sveisesimuleres for å oppnå en mikrostruktur tilsvarende den som finnes i varmpåvirket sone av en sveis. Hovedfokus for denne oppgaven vil være gjennomføring av in situ strekktesting ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  og ved romtemperatur. Det skal i tillegg gjøres en generell EBSD karakterisering av stål fra to ulike sveisesykluser. Oppgaven er en del av det SINTEF-ledede prosjektet Arctic Materials som har fokus på å etablere kriterier og løsninger for sikker og kostnadseffektiv bruk av materialer for olje- og gassutvinning i arktiske områder.



# Kapittel 2

## Teori

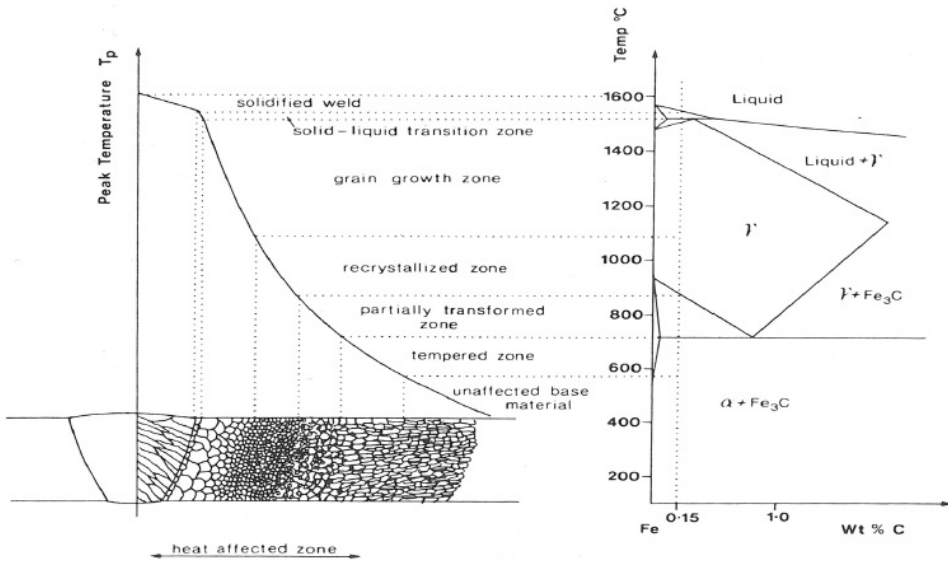
### 2.1 Stålmetsallurgi

Siden 2. verdenskrig er det utviklet nye konstruksjonstål som bedre ivaretar de strenge krav til styrke, seighet, duktilitet og sveisbarhet som i dag stilles for anvendelser i olje- og gassrørledninger. High Strength Low Alloy Steels eller HSLA-stål er en type stål der høy styrke blir kombinert med liten andel legerings-elementer. Dette stålet blir produsert ved en varmvalseprosess som kalles kontrollert valsing, der temperatur, tid og deformasjonsgrad blir nøye avpasset til hverandre. Kontrollert valsing kan deles opp i fem trinn. Gløding i temperaturområde 1150-1250 °C, grovvalsing mens temperaturen senkes til om lag 950 °C, kontrollert nedkjøling til 850-800 °C uten valsing, deretter finvalsing mens temperaturen faller til 780-650 °C, og til slutt avkjøling til romtemperatur hvor stålet har oppnådd en veldig fin kornstørrelse. [2]

### 2.2 Sveiseteori

Sveising av stål vil føre til at området rundt sveisen blir påvirket av varme, som kan føre til endringer i mikrostruktur, som igjen fører til endring av de mekaniske egenskapene. Varmepåvirket sone utenfor smeltesonen, som har blitt merkbart påvirket av varmen fra sveisen, kalles HAZ (Heat Affected Zone). Grunnmaterialer som har fått sine egenskaper ved varmebehandling har størst tendens til å forandre seg mest i HAZ. Det skjer ingen endring i kjemisk sammensetning i varmpåvirket sone, men de mekaniske egenskapene blir endret som følge av endringer i mikrostrukturen.

HAZ kan deles opp i soner avhengig av avstand fra sveisen. De deles opp etter hvor varmt det har blitt under sveisingen, noe som avgjør hvilke endringer som har skjedd i mikrostrukturen. Dette er vist skjematisk i figur 2.2.1.



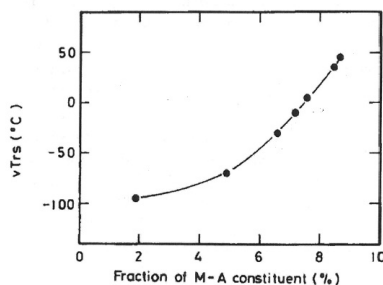
**Figur 2.2.1:** Viser sammenhengen mellom den varmepåvirkede sonen rundt en sveis og fasediagrammet for stål. [3]

Sone 1, i Figur 2.2.1 betegnet tempered zone, kjennetegnes ved at strukturen forblir uforandret ettersom  $A_1$ -temperaturen ikke er oversteget. Derimot skjer det en anløpning av materialet i dette området. I sone 2, betegnet som partially transformed zone i Figur 2.2.1, har temperaturen vært mellom  $A_1$  og  $A_3$ . Dette fører til delvis omdannelse fra ferritt og perlitt til austenitt. Denne sonen kan oppnå flere ulike sturkturer avhengig av avkjølingshastigheten. I sone 3, som omfatter recrystallized zone og grain growth zone i Figur 2.2.1, ligger nærmest sveisen. Her har temperaturen oversteget  $A_3$ -temperaturen og alt materialet blir her fullstendig austenittisert. Denne sonen kan deles i to, grovkornet struktur nærmest sveisen, og finkornet struktur lengst unna sveisen, der temperaturen har vært bare litt over  $A_3$ . Den grovkornede strukturen nærmest sveisen vil ha høy herdeevne som følge av liten overflate og stort volum, og det vil under avkjølingen dannes ulikevektsfaser som martensitt og bainitt. Den finkornede strukturen vil, under avkjøling, omdannes til finkornet ferrittisk struktur, men også her er det fare for ulikevektsfaser avhengig av hvilken avkjølingshastighet som blir benyttet.[4]



### 2.2.1 MA-faser

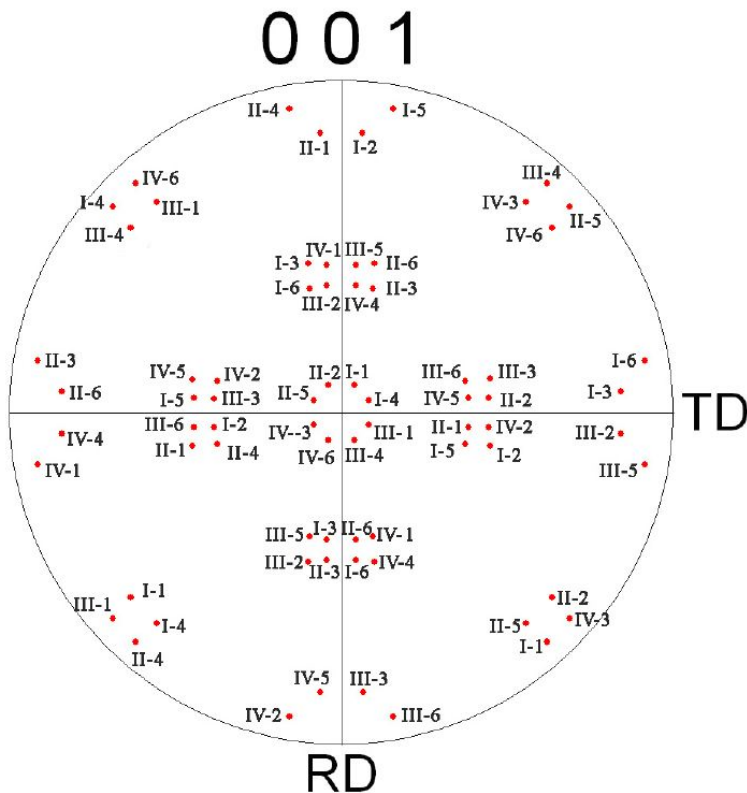
MA-faser er en blanding av martensitt og restaustenitt. Dette er sprø soner som kan oppstå i den varmpåvirkede sonen av en sveis [5, 6, 7]. For lavkarbon HSLA stål er det særlig i interkritiske gjennoppvarmet grovkorna HAZ at disse fasene oppstår. På grunn av det høye karboninnholdet vil austenitt bare bli delvis transformert av den raske nedkjølingen etter sveising, dette gir en blanding av martensitt og restaustenitt. Selv små forekomster av MA-faser er ikke ønskelig. Omslagstemperaturen for stål øker med økende andel MA-faser, illustrert i figur 2.2.2. Ettersom temperaturen i arktiske strøk kan være veldig lav trenger stål som brukes i dette området lav omslagstemperatur. MA-faser er også med på å senke materialets seighet, noe som er svært uønsket. MA faser kan bli funnet på tidligere autenittkorn grenser eller mellom bainittplater innenfor tidligere austenittkorn.



**Figur 2.2.2:** Graf som viser sammenhengen mellom andel MA-faser og omslagstemperatur i stål. [8]

## 2.3 Fasetransformasjon

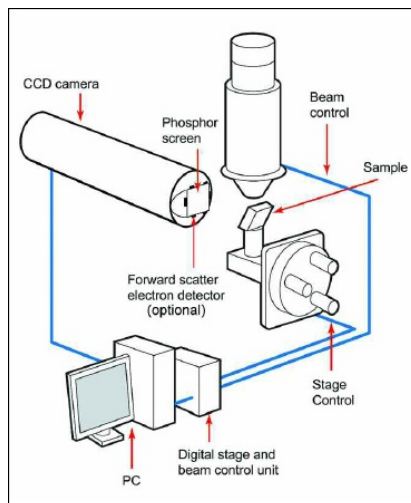
Matensitttransformasjon fra metastabil austenitt kan bli påvirket av tøyning og plastisk deformasjon, noe som er observert i flere legeringsystemer [9]. Ved fasetransformasjon fra en FCC-orientering (austenitt) med kubeorientering til BCC-orientering (martensitt, ferritt, bainitt) kan BCC-fasene orientere seg på 24 forskjellige måter i henhold til Kurdjomov-Sachs orienteringssammenheng [10]. Kubeorientering vil si at  $\{001\}$  planene står normalt på Rolling Direction (RD), Transverse Direction (TD) og Normal Direction (ND). Kurdjomov-Sachs orienteringene er gjengitt i figur 2.3.1. De ulike variantene av BCC vokser fra  $\{111\}$  planene i austenitt, og for hvert plan kan det dannes seks ulike orienteringer [11].



Figur 2.3.1: Viser Kurdjomov-Sachs orienteringssammenheng. [11]

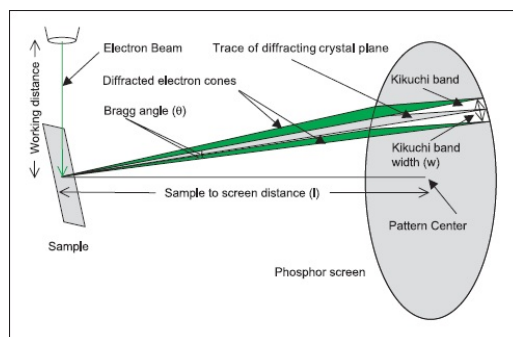
## 2.4 EBSD-teknikken

Electron BackScatter Diffraction (EBSD) er et viktig hjelpemiddel som muliggjør opptak av krystallografisk informasjon fra prøver i Scanning Electron Microscope (SEM) [12]. Figur 2.4.1 viser skjematisk hvordan dette gjøres i praksis. Prøven blir vippet  $70^\circ$  for å øke andelen tilbakespredte elektroner, disse blir tilbakespredt mot en fosforskjerm som lyser opp når den blir truffet av elektroner. For hvert punkt som blir undersøkt tar et CCD-kamera bilde av de tilbakespredte elektronene på fosforskjermen. Bildene fra CCD-kameraet kalles Electron Backscatter Diffraction Pattern (EBSP) og blir enten direkte indisert i et online system eller streamet til en harddisk for senere indisering i et offline system. Fast EBSD med offline EBSP-indisering er definitivt overlegent med tanke på tidsforbruk og vil snart bli standard [13].



**Figur 2.4.1:** Skjematisk tegning av et EBSD oppsett. [12]

EBSP blir dannet som følge av at elektroner vekselvirker med overflaten til den vippede prøven, for så å bli diffraktert ut i henholdt til Braggs lov som gir lyse kikuchi bånd i EBSP-bildene. Dette er vist skjematisk i figur 2.4.2. Ut fra hvert enkelt EBSP bilde blir det regnet ut en krytallografisk orientering ved hjelp av en Hough-transformasjon.



**Figur 2.4.2:** Viser geometrien av hvordan Kikuchi båndene blir diffraktert på fosforskjermen. [14]

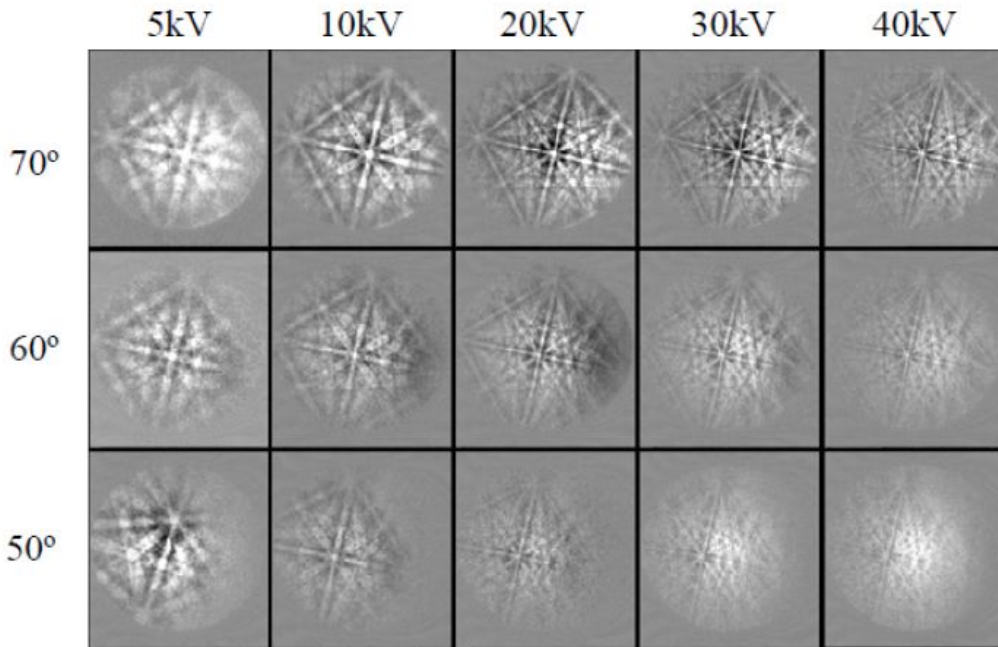
## 2.4.1 Parametre i SEM

For å oppnå gode resultater med EBSD er det viktig at parametrene i SEM er riktig innstilt. De viktigste parametrene er akselerasjonsspennning, vippevinkel og strålestrøm. Men også andre faktorer spiller inn på resultatet. Vakuum er også

en viktig parameter, spesielt ved in situ undersøkelser hvor samme område skal skannes flere ganger. Det er også en sammenheng mellom steglengden på EBSD skannet og ved hvilken forstørrelse skannet blir utført.

### Akselerasjonsspenning og vippevinkel

Akselerasjonsspenning og vippevinkel kan kombineres på forskjellige måter og gi veldig forskjellig resultat. Sammenhengen mellom disse to parametrene er vist i figur 2.4.3. Det kommer tydelig frem i denne figuren at 20 kV akselerasjonsspenning og 70 ° vippevinkel gir den beste kvaliteten på mønsteret.

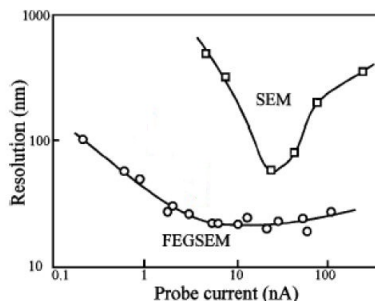


**Figur 2.4.3:** *Matrise som viser kombinasjoner av akselerasjonsspenning og vippevinkel som gir forskjellig kvalitet på mønsteret til de tilbakespredte elektronene. [15]*

### Strålestrøm

Strålestrømmen spiller også en veldig stor rolle. Hvis strålestømmen er høy, betyr det at flere elektroner er med på å skape mønsteret på fosforskjermen for hvert punkt som blir analysert, noe som igjen betyr bedre kvalitet på mønsteret ettersom forholdet signal-støy øker med økende strålestrøm. Strålestrømmen har også direkte sammenheng med den romlige oppløsningen til EBSD-teknikken.

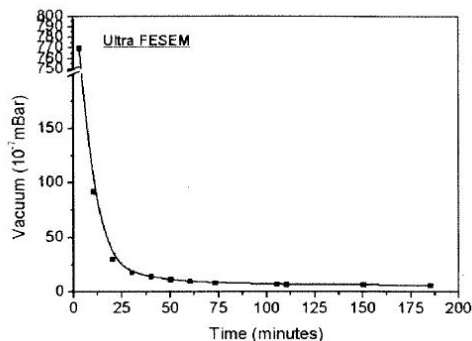
Dette er vist i figur 2.4.4. Det kommer også tydelig frem i figur 2.4.4 at en FESEM har mye bedre romlig oppløsning enn en konvensjonell SEM.



**Figur 2.4.4:** Graf som viser sammenhengen mellom strålestrøm og romlig oppløsning i EBSD. [15]

## Vakuuum

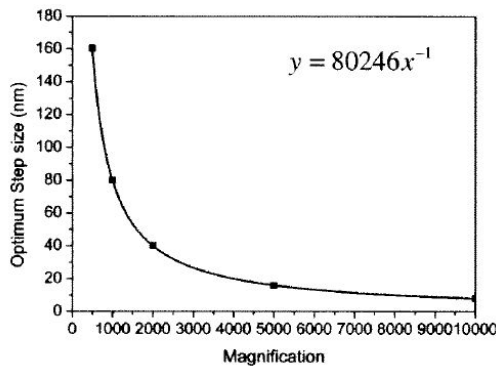
Ved å pumpe vakuuum i tomt prøve-kammer tar det 50 minutter å pumpe vakuuum tilsvarende  $2,5 \times 10^{-6}$  mBar. Kontaminasjon som følge av elektronstrålen har vist seg å ikke være et problem med vakuuum tilsvarende  $6,13 \times 10^{-7}$  mBar. [16] Ved å ha godt vakuuum i mikroskopet vil ikke elektronstrålen deponere hydrokarboner på prøveoverflaten. Dette gjør det mulig å skanne samme område flere ganger som er et kriterie ved in situ undersøkelser. Figur 2.4.5 viser hvordan vakuuum utvikler seg i et tomt prøve-kammer for Zeiss Ultra 55 FESEM.



**Figur 2.4.5:** Vakuuumutvikling over tid for tomt prøve-kammer [16].

## Steglengde

Figur 2.4.6 viser optimal steglengde for EBSD skann som funksjon av den forstørrelsen skannet er foretatt ved. Ved 1000X forstørrelse er optimal steglengde 80 nm. Denne sammenhengen er avhengig av oppløsningen til det elektroniske kortet. [16]

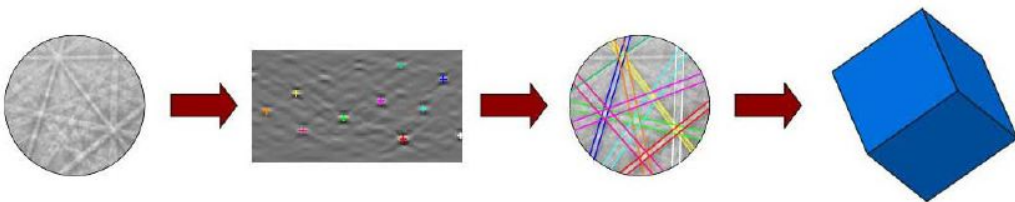


Figur 2.4.6: Optimal steglengde som funksjon av forstørrelse [16].

## 2.4.2 EBSD-Software

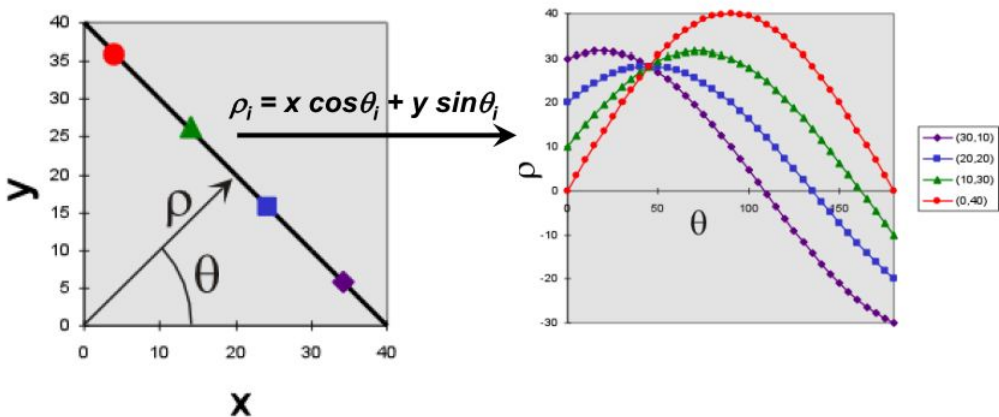
### Indisering av rådata

For å indisere alle EBSP bildene brukes automatisk programvare. Hvis krystallstrukturen er kjent blir diffraksjonsbåndene lokalisert ved hjelp av en Hough-transformasjon. Deretter blir diffraksjonsbildene indisert ved hjelp av geometrien til båndene ved å finne den korresponderende orienteringen. Når alle punktene er indisert blir de satt sammen og skaper på denne måten et bilde av overflaten til materialet og gjengir forskjellige orienteringer i forskjellige farger. I figur 2.4.7 er gangen fra et diffraksjonsbilde til en orientering vist skjematisk.



Figur 2.4.7: Viser gangen fra diffraksjonsbilde til den krystallografiske orienteringen for et enkelt EBSP. [12]

Hough transformasjonen fungerer ved å betrakte piksler langs en linje over et EBSP. For hver piksel på denne linjen blir en  $\rho$  verdi regnet ut for  $\theta$  verdier mellom  $0^\circ$  og  $180^\circ$  ved hjelp av formelen  $\rho = x \cos\theta + y \sin\theta$ . Dette produserer sinuskurver som krysser hverandre i samme punkt med koordinatene  $\rho, \theta$  som svarer til vinkelen på linjen og den posisjon relativ til utgangspunktet. På denne måten blir en linje i bilde-rommet transformert til et punkt i Hough-rommet. Figur 2.4.8 viser denne omregningen i praksis. Når Hough transformasjonen er regnet ut kan Kikuchi båndene bli detektrert som lyse topper.[15] Ved å øke  $\theta$  steglengde gjøres denne omregningen forttere. Dette vil si i praksis at ved å øke  $\theta$  steglengde fra  $1^\circ$  til  $2^\circ$  brukes kun halvparten av tiden.

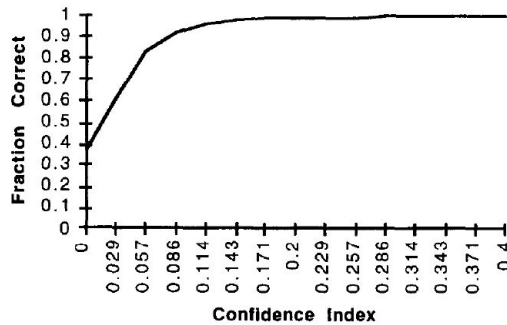


Figur 2.4.8: Viser Hough transformasjonen i praksis [15]

Ut fra den indiserte orienteringen kan programvaren fortelle hvor sannsynlig det er at punktet er korrekt indisert ved hjelp av tre verdier, CI (Confidence Index), Fit og IQ (Image Quality). For hvert eneste diffraksjonsbilde blir disse tre verdiene regnet ut. Disse verdiene blir påvirket av blant annet deformasjon og kontamineringer på overflaten. Korngrensener kan føre til at diffraksjonsmønstre fra to korn overlapper hverandre, som igjen vil føre til dårlige verdier. Nedenfor følger en kort forklaring av de tre verdiene.

CI angir hvor stor grad av sikkerhet det er for at den oppgitte krystallorienteringen er korrekt. Den blir angitt i et tall fra 0 til 1, og jo høyere verdi jo sikrere er indiseringen. I de tilfeller hvor et punkt ikke blir indisert vil CI bli angitt som minus 1. CI-verdier under 0,05 er ansett som tvilsomme [17]. Dette har sammenheng med usikkerheten til et punkt med en gitt CI-verdi. Figur 2.4.9 viser hvor stor sannsynligheten er for at et diffraksjonsmønster er rett indisert i forhold til CI-verdi. Den viser at ved  $CI = 0,05$  er det 80% sannsynlig at punktet er rett indisert. For å være helt sikker på at et punkt er

rett indisert må  $CI = 0,15$ . Dette gjelder for diffraksjonsmønster hvor minst seks Kikuchi bånd blir detektert. [18]



**Figur 2.4.9:** Viser sannsynligheten for at et punkt er rett indisert i forhold til CI-verdi. [18]

CI-standardisering er en metode for å rense orienteringsdata for et skann. Denne metoden finner nabopunkter med lik orientering innenfor en vinkeltoleranse på 5 grader. Innenfor hver korn grense registreres den høyeste CI-verdien, og denne verdien tilegnes alle punktene innenfor den aktuelle korn grensen.

CI-standardiseringen forandrer ikke på orienteringene til punktene innenfor vinkeltoleransen, men øker CI-gjennomsnittet betraktelig.[19]

Fit er en parameter som forteller hvor stor vinkelforskjell det er mellom den reelle kryptallografiske retningen og den retningen som programmet foreslår. Denne parameteren blir angitt i grader, og liten vinkelforskjell er å foretrekke, helst under 2 grader [20].

IQ blir registrert som gjennomsnittlig verdi av Hough-topper og multiplisert med 5 av historiske årsaker. Dette er en ikke-absolutt verdi hvor det er bedre des høyere verdien er. Denne parameteren kan bli presentert med et gråtonekart hvor lyse punkter representerer god kvalitet og høy IQ-verdi. Dette gråtonekartet kan minne om et lysmikroskop bilde hvor korn grenser og kontaminasjoner gir dårlig IQ-verdi, og derfor blir mørke.

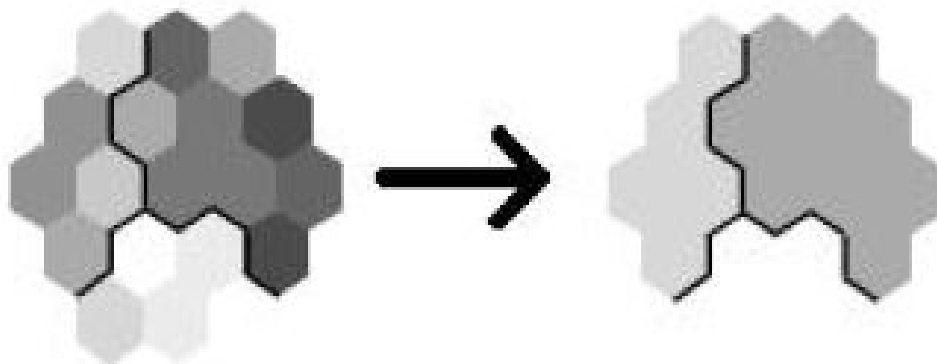
Når det gjelder EBSD undersøkelser av stål blir det undersøkt for to typer struktur,  $\alpha$ -fase (BCC) og  $\gamma$ -fase (FCC).  $\gamma$ -fase består av austenitt. Men ettersom  $\alpha$ -fase struktur kan bestå av flere forskjellige faser som martensitt, ferritt og bainitt er det ikke mulig å skille disse ved å se på fasekart for området som er skannet. Ulik dislokasjonstetthet og andre gitterfeil gjør at fasene gir forskjellig utslag i IQ-verdien, som gir lav IQ der hvor dislokasjonstettheten er stor. Ferritt vil derfor gi de beste IQ-verdiene, bainitt vil gi middels IQ-verdier og martensitt vil gi de dårligste IQ-verdiene. På denne måten er det mulig å



identifisere og kvantifisere andelen av MA-faser i HSLA stål. [21]

### CI standardisering

CI standrarisering er en rensefunksjon tilgjengelig i OIM Analysis. Denne metoden endrer CI verdiene for alle punktene innenfor et korn til den maksimale CI verdien funnet innenfor dette kornet. Dette blir gjort innenfor en gitt toleransevinkel mellom punktene. Dermed blir punkter med lav CI, som har samme orientering som omliggende punkter, gitt en høyere CI verdi. I og med at disse punktene har omliggende punkter med samme orientering er det veldig sannsynlig at de er korrekt indisert og får dermed høyere CI verdi. Figur 2.4.10 viser hvordan denne standariseringen skjer i praksis. Gråtonene i figuren representerer CI verdier. [22]



**Figur 2.4.10:** Skjematisk tegning av hvordan CI standarisering fungerer. [22]



# Kapittel 3

## Eksperimentelt

### 3.1 Grunnmaterialet

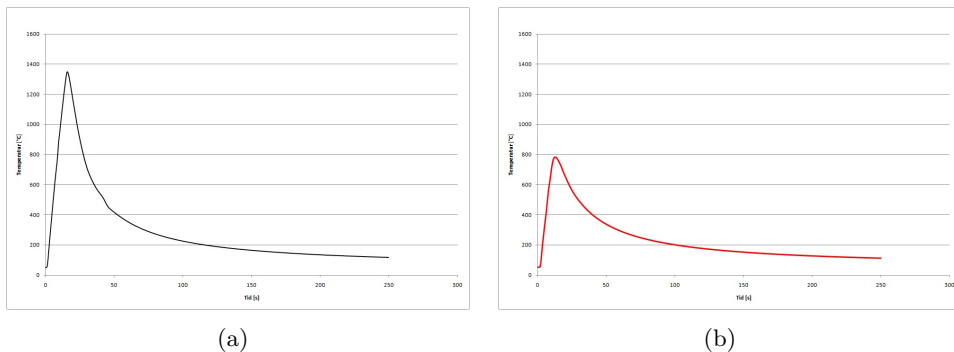
Stålet undersøkt i denne oppgaven er et 420 MPa HSLA stål fra Nippon Steel. Innholdet av legeringselementer er vist i tabell 3.1.1 nedenfor.

**Tabell 3.1.1:** Viser innholdet av legeringselementer i stålet undersøkt i denne oppgaven. [23]

Element	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Nb	N
wt%	0,09	0,19	1,54	0,004	0,002	0,28	0,72	0,02	0,013	0,035

### 3.2 Sveisesimulering

For å kunne gjenskape mikrostrukturen som oppstår ved sveising av HSLA stål ble prøvene sveisesimulert. Sveisesimulatoren som ble benyttet var av typen SMITWELD TCS 1405. En prøvestav ble sveisesimulert i to sykluser, med ønsket makstemperatur henholdsvis,  $T_{p1} = 1350$  °C og  $T_{p2} = 780$  °C. En annen prøve gjennomgikk kun ensyklus sveisesimulering med makstemperatur  $T_{p1} = 1350$  °C. Tosyklus sveisesimulering vil gi en mikrostruktur tilsvarende interkritisk grovkornet HAZ, mens ensyklus sveisesimulering vil gi mikrostruktur tilsvarende grovkornet HAZ. Temperaturforløpet under sveisesimuleringene er vist under i figur 3.2.1. Før sveisesimuleringene startet ble prøvene forvarmet til 50 °C.



**Figur 3.2.1:** To grafer som viser henholdsvis ønsket temperaturforløp for (a) ensyklus og (b) en eventuell andresyklus. Kombinasjonen av disse to temperaturforløpene vil gi en tosyklus sveisesimulert prøve.

For å oppnå de ønskede parametrene ble sveisesimulatoren stilt inn med verdier vist i tabell 3.2.1.

**Tabell 3.2.1:** Operasjonsparametrene for Smithweld TCS 1405.

Parameter	Førstesyklus	Andresyklus
Prøvetype	Thick sample	Thick sample
Bakkeavstand	20 mm	20 mm
Forvarmingstemp.	50 °C	50 °C
Maks temp., $T_p$	1335 °C	768 °C
Øverste $\Delta$ temp.	800	600
Nederste $\Delta$ temp.	500	400
Kjølingstid	14,7 s	15,8 s
Oppvarmingshastighet	100 °C/s	100 °C/s

### 3.3 Prøvepreparering

Prøvene i denne oppgaven ble preparert ved hjelp av elektropolering. Nedenfor følger prepareringsstegene som ble fulgt ved denne metoden:

1. Våtsliping på papir for å skape en plan overflate ved mesh 80, 320, 800 og 1200.
2. Elektropolering med Struers LectroPol-5. De poleringsparametrene som ga best resultat er gjengitt i tabell 3.3.1.
3. Skylling i etanol rett etter elektropolering og deretter tørking med føner.

4. Ultralydrensing i etanol, tre minutter, med påfølgende skylling i etanol og tørking med føner.
5. Plasmarens under vakuum i tre minutter med Fischione 1020 plasmacleaner.

Det er svært viktig at de to siste stegene blir gjort rett før prøven blir satt inn i mikroskopet, dette for å minimere kontaminasjoner på prøveoverflaten.

**Tabell 3.3.1:** *Innstillinger for Struers LectroPol-5.*

Elektrolytt	Struers AC-2
Spenning	30 - 50 V
Flow rate	15
Tid	30 s
Temp.	20 °C
Areal	0,5 cm <sup>2</sup>

Spenningen som trengs for å oppnå en god elektropolering kan variere og er avhengig av hvor stort areal som poleres og hvor mye elektrolytten er brukt.

### 3.4 SEM

Mikroskopet som ble benyttet er av typen Zeiss Gemini Ultra 55 Limited Edition som er et field emission scanning elektron microscope (FESEM) med største apertur på 300  $\mu\text{m}$ . Dette gir en stålestrøm på 100 nA. Det er ønskelig med stor apertur slik at stålestrømmen blir høy, dette gjør det mulig å oppnå høy hastighet på EBSD-skannet. SEM-instillingene er vist i tabell 3.4.1. Ved skanning av samme område flere ganger er det viktig med veldig bra vakuum i mikroskopet. Ved in situ undersøkelser gjort i denne oppgaven ble utstyret og prøve montert dagen før undersøkelsene slik at vakuum ble pumpet kontinuerlig over natten.

**Tabell 3.4.1:** *Operasjonsparametere i SEM.*

Akselerasjonsspenning	20 kV
Arbeidsavstand	21 - 22 mm
Vippevinkel	70 °
Apertur	300 $\mu\text{m}$
Forstørrelse	1000X

## 3.5 EBSD-systemet

EBSD-detektoren som ble benyttet i forsøkene er av typen NORDIF UF-300 koblet opp mot programvaren NORDIF 1.4.0. Programvaren styrer elektronstrålen og lagrer diffraksjonsbildene. Dette er et offline system som lagrer alle diffraksjonsbildene på en harddisk for senere å bli indisert ved hjelp av programvaren EDAX/TSL OIM Data Collection 5.31.

### NORDIFF 1.4.0

Etter at prøven er vippt, rett arbeidsavstand og fokus er stilt inn, og detektoren er satt inn, må forstørrelse, vippevinkel, arbeidsavstand og akselerasjonsspennning fra mikroskopet bli skrevet inn i NORDIF 1.4.0. Deretter tar programvaren opp et sekundælektronbilde av overflaten. Videre kan acquisition og calibration settings med parametrene fram rate (hastighet), resolution (oppløsning) og gain (elektronisk kameraforsterkning) optimaliseres for å oppnå gode diffraksjonsbilder. Instillingene som ble benyttet i NORDIF 1.4.0 er gjengitt i tabell 3.5.1. Alle skann utført i denne oppgaven er gjort med 80 nm steglengde. Dette ble valgt på grunnlag av hva som er optimalt i forhold til forstørrelse [24].

**Tabell 3.5.1:** *Acquisition og Calibration settings i NORDIF 1.4.0.*

Acquisititon settings	
Hastighet	200 fps
Oppløsning	120 x 120 px
Forsterkning	2 - 11
Calibration settings	
Hastighet	30 - 120 fps
Oppløsning	160 x 160 px
Forsterkning	0 - 1

### EDAX/TSL OIM Data Collection 5.31

Innstillingene som ble benyttet under analysering i EDAX/TSL OIM Data Collection 5.31 er gjengitt i Tabell 3.5.2. Det ble også gjort et forsøk på å øke  $\theta$  steglengde til 2 °, og dermed halvere analysringstiden. Samme område ble analysert, en sammenligning er gjort i resultatdelen av denne oppgaven.

**Tabell 3.5.2:** *Innstillinger for EDAX/TSL OIM Data Collection 5.31*

Binned Pattern size	120
$\theta$ steglengde	1 °
Rho fraction	90%
Min. peak count	3
Max. peak count	8
Hough type	Classic
Hough resolution	Low

### EDAX/TSL OIM Analysis 5.31

Til slutt ble de ferdig indiserte dataene analysert ved hjelp av EDAX/TSL OIM Analysis 5.31. Dette programmet brukes for å behandle ferdig indiserte EBSD skann. Programmet tilbyr nærmest uendelige antall funksjoner i forbindelse med analysering av EBSD resultater. De funksjoner som er brukt i denne oppgaven er listet opp nedenfor. I tillegg er det også nevnt noen funksjoner som ikke er brukt i denne oppgaven, men som er veldig nyttig når det kommer til behandling av EBSD data.

- Fasekart, orienteringkart og IQ-kart.
- Legge på korn grenser innenfor et bestemt vinkelspenn. Dette gjør at det er mulig å skille mellom høy- og lavvinkel korn grenser.
- CI-filtrering, brukes for å filtrere bort de punktene med lavest CI verdi.
- Lage polfigurer og rotere disse for å se etter orienteringssammenhenger mellom faser.
- En rekke rensefunksjoner for EBSD dataene. Kun CI standardisering er benyttet ved noen anledninger i denne oppgaven.

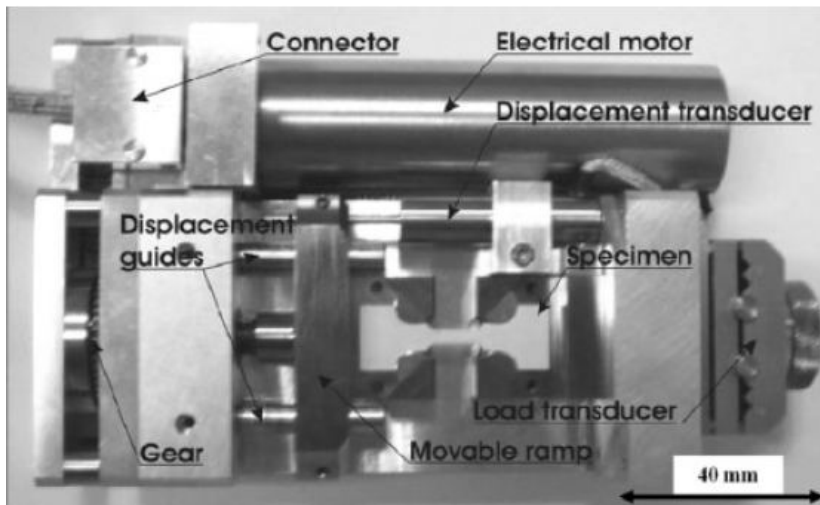
## 3.6 In Situ eksperimenter

In Situ eksperimenter gjør det mulig å undersøke ett og samme område av mikrostrukturen ved forskjellig grad av forlengelse under et stekkforsøk. Dette kan gjøres uten å ta prøven ut av mikroskopet ved hjelp av et spesialbygget strekkbord beregnet for bruk i et elektronmikroskop. Fordelen med dette er at kontaminasjoner blir minimert og godt vakuum blir opprettholdt gjennom alle undersøkelsene. In situ eksperimenter i denne oppgaven har benyttet et strekkbord for å deformere prøven i mikroskopet. Det har også blitt benyttet en

kaldfinger for å kjøle ned prøven under eksperimentene. For at det skal være lettere å benytte dette utstyret har det i forbindelse med denne oppgaven blitt laget en monteringsanvisning, se Vedlegg C. Det har også blitt laget en bruksanvisning, se Vedlegg D. Disse ble skrevet på engelsk for at også utenlandske studenter og ansatte skal kunne benytte dem.

### Strekkbord

Figur 3.6.1 viser strekkbordet benyttet i denne oppgaven. Prøvegeometrien som ble benyttet for strekkmaskinen er vist i figur 3.6.2. Tabell 3.6.1 oppgir opplysninger om strekkbordet.

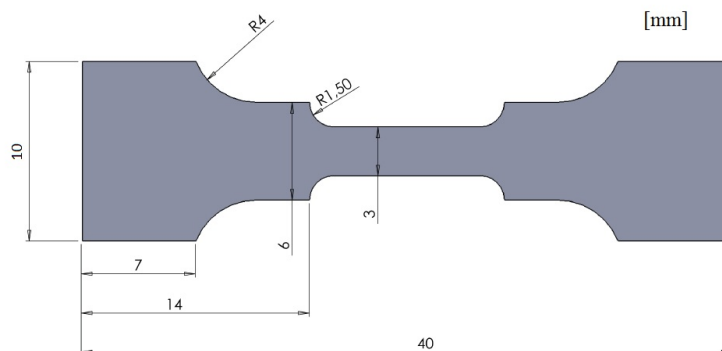


**Figur 3.6.1:** *Bilde av strekkbordet med forklaring av de ulike delene. [11]*

**Tabell 3.6.1:** *Om in situ strekkbord. [11]*

Ytre diameter	155 x 95 x 45 mm <sup>3</sup>
Vekt	1,6 kg
Belastningsområde	0 - 5000 N
Krysshodehastighet	0,01 - 20 $\mu\text{m/s}$
Maksimal temperatur	500 °C

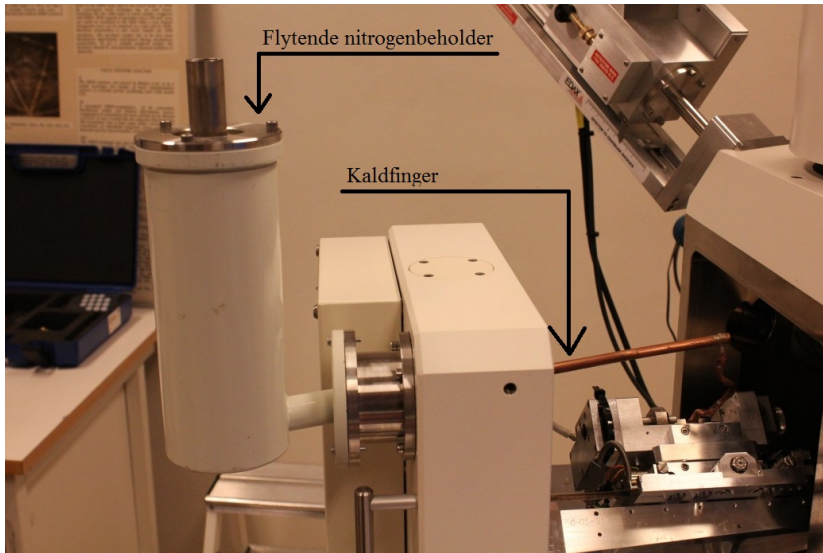




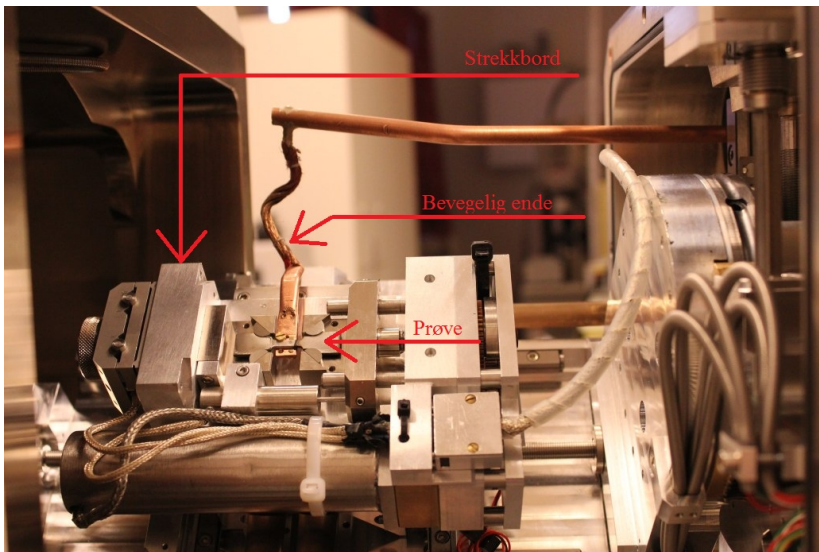
**Figur 3.6.2:** *Prøvegeometri for strekkbord*

## Kaldfinger

For å kjøle ned prøven til  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  ble det benyttet en kaldfinger. Kaldfingeren er utviklet av sivilingeniør Mario Kokolakis Søfferud i samarbeid med avdelingsingeniør Tor Nilsen ved EM-lab, NTNU [25]. Dette systemet består av en flytende nitrogenbeholder som monteres på utsiden av mikroskopdøren og en massiv kobberstang hvor den ene enden blir skrudd inn i nitrogenbeholderen. Den andre enden av kobberstangen er bevegelig slik at det er mulig å stille inn rett arbeidsavstand og finne det området som skal undersøkes. Figur 3.6.3 viser kaldfinger og nitrogenbeholderen montert. Prøven ble opprinnelig festet med en klype vist i Figur 3.6.4(a), men er nå byttet ut med skruefeste som sikrer bedre kontakt mellom kaldfinger og prøve. Skruefeste er vist i Figur 3.6.4(b). Denne endringen ble gjort da det ikke lyktes å nå  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  på prøven med den gamle festanordningen. Skruefeste fungerer på den måten at to skruer festes i kaldfingeren og prøven legges under skruehodene og på denne måten blir trykket mot prøven når skruene strammes. To andre skruer som er skrudd inn fra undersiden av kaldfingeren fungerer som styrepinner som hindrer at kaldfingeren kommer ut av posisjon. Denne gjør at prøven kan strekkes selv om den er festet i kaldfingeren og temperaturen på prøven stabiliserer seg ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Det viste seg å være en egen prøvegeometri som skulle benyttes sammen med kaldfinger og keramiske klosser som holdt prøven på plass. Dette ble oppdaget etter at prøvene for denne oppgaven ble laget, derfor ble det besluttet å lage nye og mindre klosser i titan med lav ledningsevne slik at begge prøvegeometrier kunne benyttes sammen med kaldfingeren. De keramiske klossene som holder prøven på plass og de nye klossene i titan er vist i Figur 3.6.4. Temperaturen ble målt med termoelement type K mellom festeskruen og prøven.

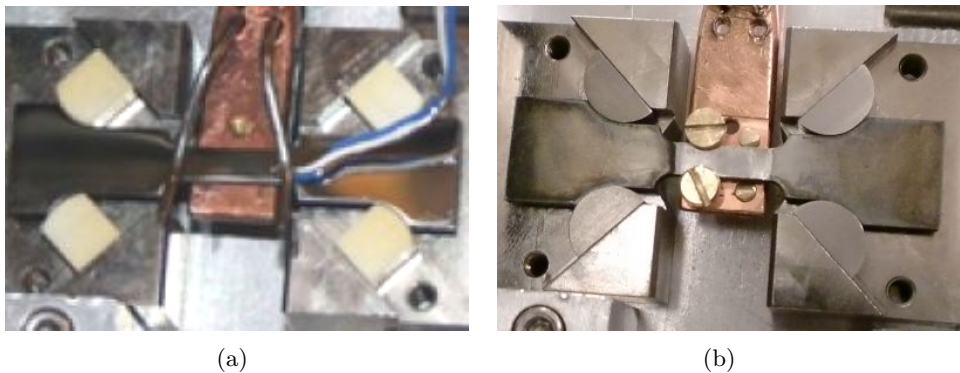


(a)



(b)

**Figur 3.6.3:** Viser (a) nitrogenbeholder montert i mikroskopdøren og (b) kaldfinger montert på prøven.



**Figur 3.6.4:** Viser (a) den gamle festeanordningen og (b) den nye festeanordningen.

### Gjennomføring av in situ eksperimentene

Før strekking av prøvene begynte ble det gjort et stort skann på  $80\mu\text{m} \times 80\mu\text{m}$  for å lokalisere et interessant område med restaustenitt. Et skann av denne størrelsen med steglengde på 80 nm og hastighet på 200 fps tar en time og 23 minutter å gjennomføre. I tillegg skal dette indiseres som tar omlag dobbel så lang tid. Et slikt skann består av 1 million diffraksjonbilder og tar opp omlag 10 GB lagringplass på harddisk. Med tanke på tidsbruk ble det derfor valgt å gjøre mindre skann på  $30\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$ , fokusert på et interessant område under de ulike stegene i strekkforsøkene. Det ble tatt pause i strekkforløpet ved 1%, 2%, 3% og 4% forlengelse av materialet for å utføre EBSD skannene.



# Kapittel 4

## Resultater

### 4.1 Sveisesimulering

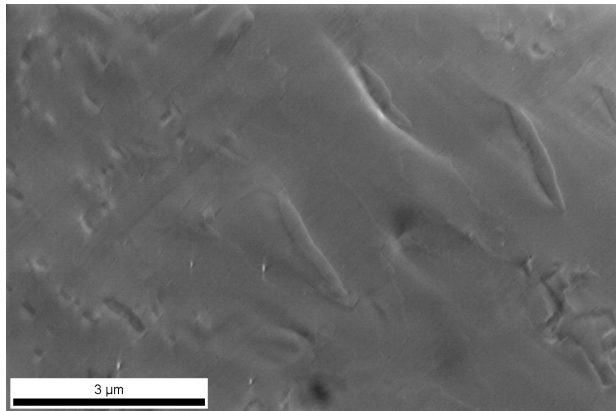
Sveisesimulatoren gir små avvik i temperatur og avkjølingstid i forhold til hva som er ønsket. Nedenfor, i tabell 4.1.1, er ønskelige og faktisk oppnådde verdier gjengitt.

**Tabell 4.1.1:** Sammenligner ønskelige og de oppnådde verdier ved maksimaltemperaturene og avkjølingstidene for sveisesimuleringscyklusene som ble gjennomført i oppgaven.

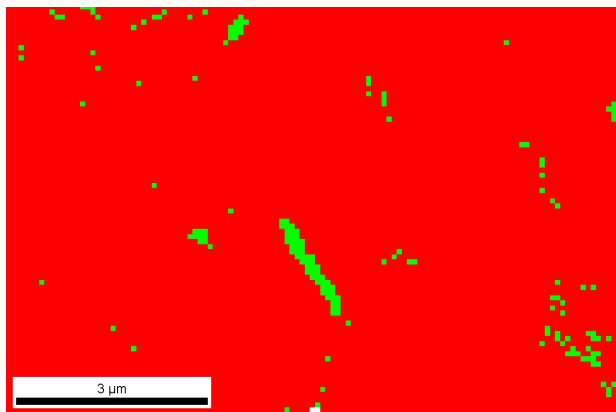
	Ønskelige verdier	Oppnådde verdier
$T_{p1}$	1350 °C	1348,3 °C
$\Delta\tau_{8/5}$	15 s	15,2 s
$T_{p2}$	780 °C	780,5 °C
$\Delta\tau_{6/4}$	17 s	17,1 s

### 4.2 Eksempel på EBSD teknikken

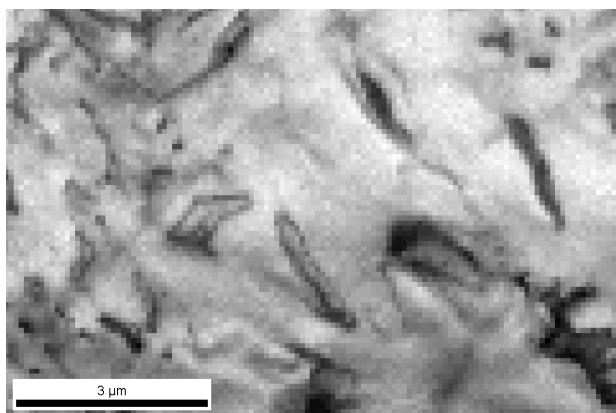
Figur 4.2.1 viser (a) sekundærelektronbilde, (b) fasekart og (c) IQ-kart av samme område. I sekundærelektronbilde er det umulig å skille mellom faser. Fasekartet skiller mellom  $\alpha$ - og  $\gamma$ -fase.  $\alpha$ -fase er markert med rød farge, har BCC struktur, og kan bestå for eksempel ferritt, bainitt eller martensitt.  $\gamma$ -fasen er markert grønn, har FCC struktur, og består av austenitt. IQ-kartet angir en gråtoneverdi for kvaliteten på diffraksjonsmønteret. Både sekundærelektronbildet og EBSD skannet er gjort ved romtemperatur og 3% forlengelse av materialet.



(a) Sekundærelektron bilde



(b) Fasekart



(c) IQ kart

**Figur 4.2.1:** Sammenligning av EBSD kart og sekundærelektronbilde

## 4.3 Mikrostruktur for en- og tosyklus sveisesimulert stål

Denne delen av resultatene tar for seg generell karakterisering av en- og tosyklus sveisesimulert stål. Det er gjennomført 4 skann på hver av de to prøvene. Et skann tilsvarer  $75\mu\text{m} \times 75\mu\text{m}$ . Dette ble gjort for å ha et godt statistisk grunnlag for å kunne sammenligne de to prøvene. Det er valgt å vise ett orienteringskart, ett fasekart og ett IQ-kart for både en- og tosyklus prøve. Tilsvarende kart for de andre skannene er lagt ved i Vedlegg A. Kun rådata er presentert og skannen er utført ved romtemperatur uten noe form for deformasjon.

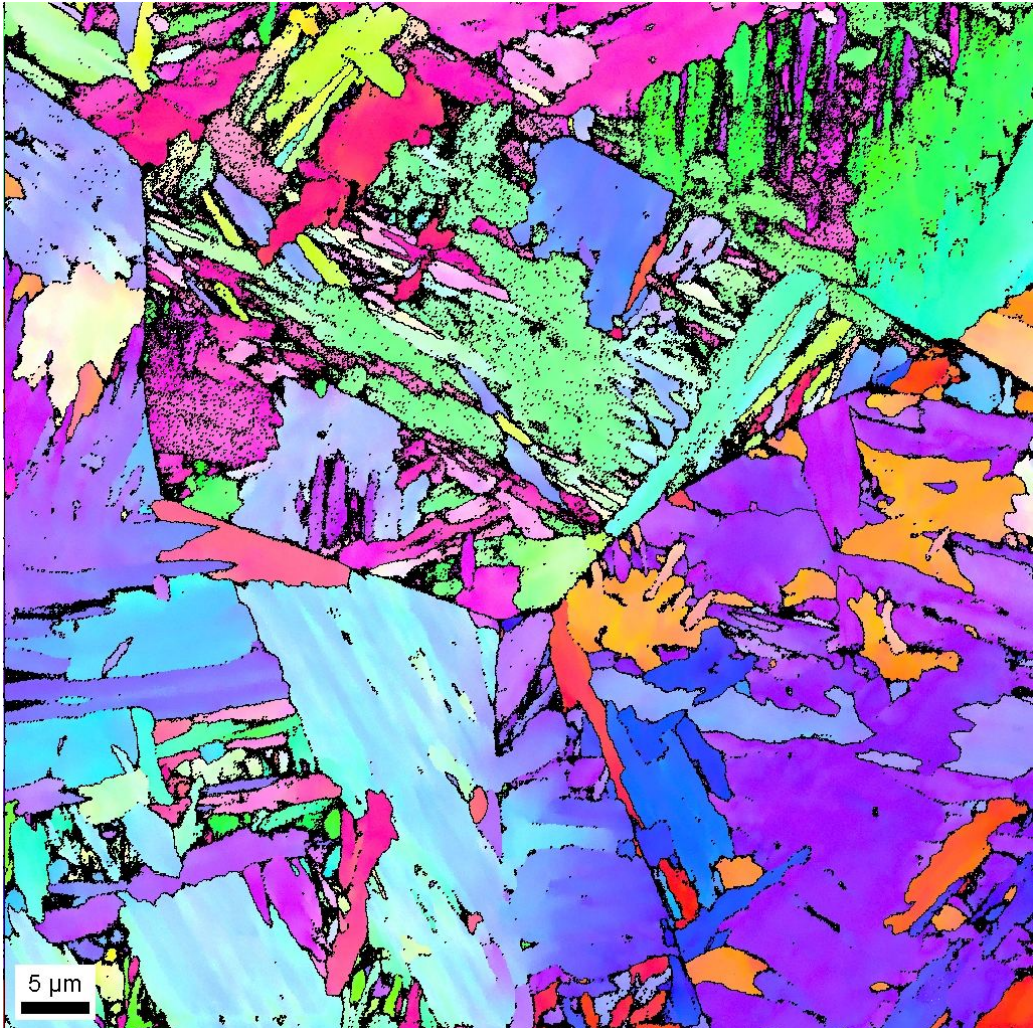
### 4.3.1 Ensyklus sveisesimulert prøve

Figur 4.3.1, 4.3.2 og 4.3.3 viser henholdsvis orientringkart, fasekart og IQ-kart for skann nummer 3 av skannene utført på ensyklus sveisesimulert prøve. I orientringskartet er det lagt på høyvinkel korngrenser, markert svart.  $\gamma$ -fasen i fasekartet, markert grønn, består stort sett av enkeltpiksler, med noen få untak. Tidligere austenittkorngrenser kommer tydelig frem i IQ-kartet. Disse kan også ses i orienteringskartet. Orienteringskart, fasekart og IQ-kart for de tre andre skannene er lagt ved som vedlegg. Tabell 4.3.1 viser gjennomsnittlig CI, IQ og Fit verdier for skann nr. 1-4. Tabellen viser også andel høyvinkel korngrenser (HVK) og fraksjon  $\gamma$ -fase for punkter med høyere CI verdi enn null. Legg merke til at det er jevn kvalitet på skannene og at skann nummer 4 som har litt høyere kvalitet enn de tre andre har lavere fraksjon  $\gamma$ -fase enn de andre skannene.

**Tabell 4.3.1:** Data for alle fire skann utført på ensyklus sveisesimulert prøve.

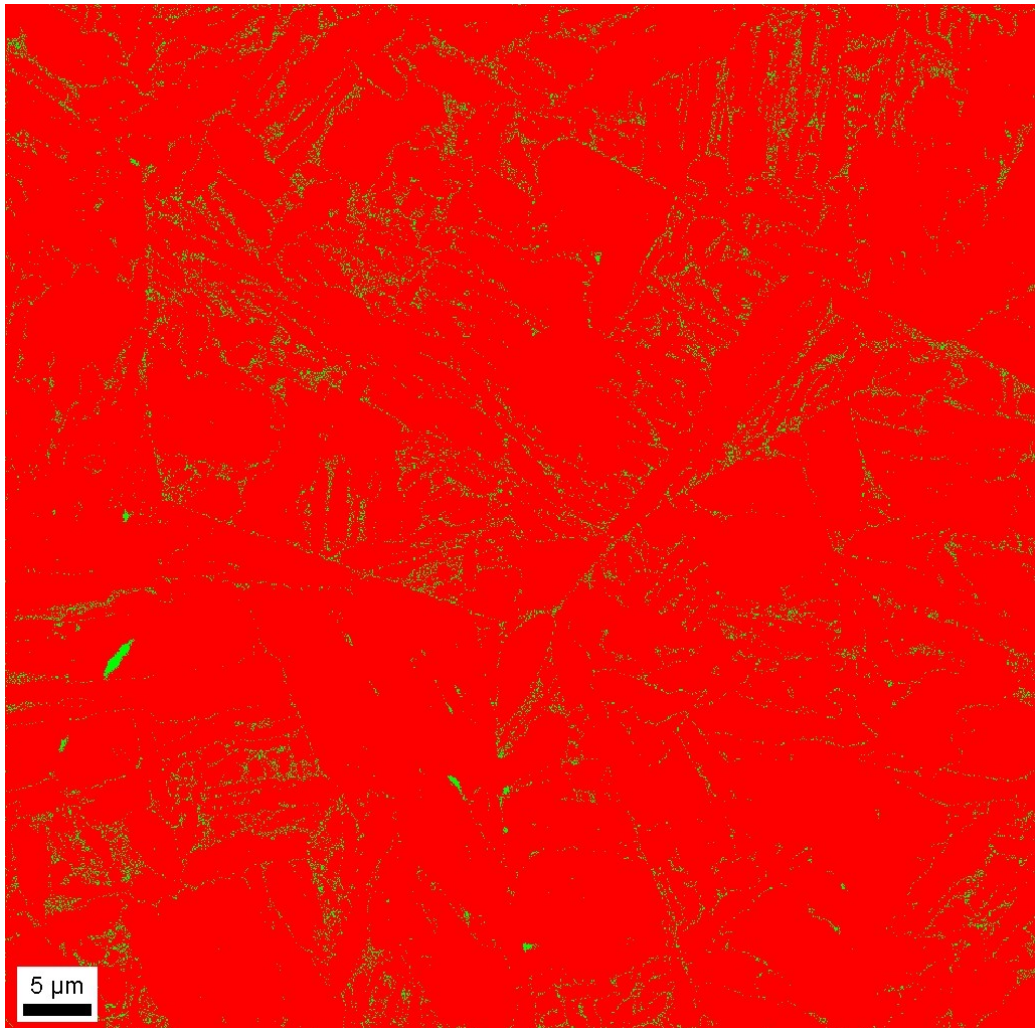
Skann nr.	CI	IQ	Fit	Fraksjon HVK	Fraksjon $\gamma$ , CI > 0
1	0,52	127,87	1,02	0,71	0,014
2	0,5	123,44	1,03	0,77	0,014
3	0,51	125,26	1,04	0,8	0,016
4	0,58	138,96	0,87	0,721	0,009



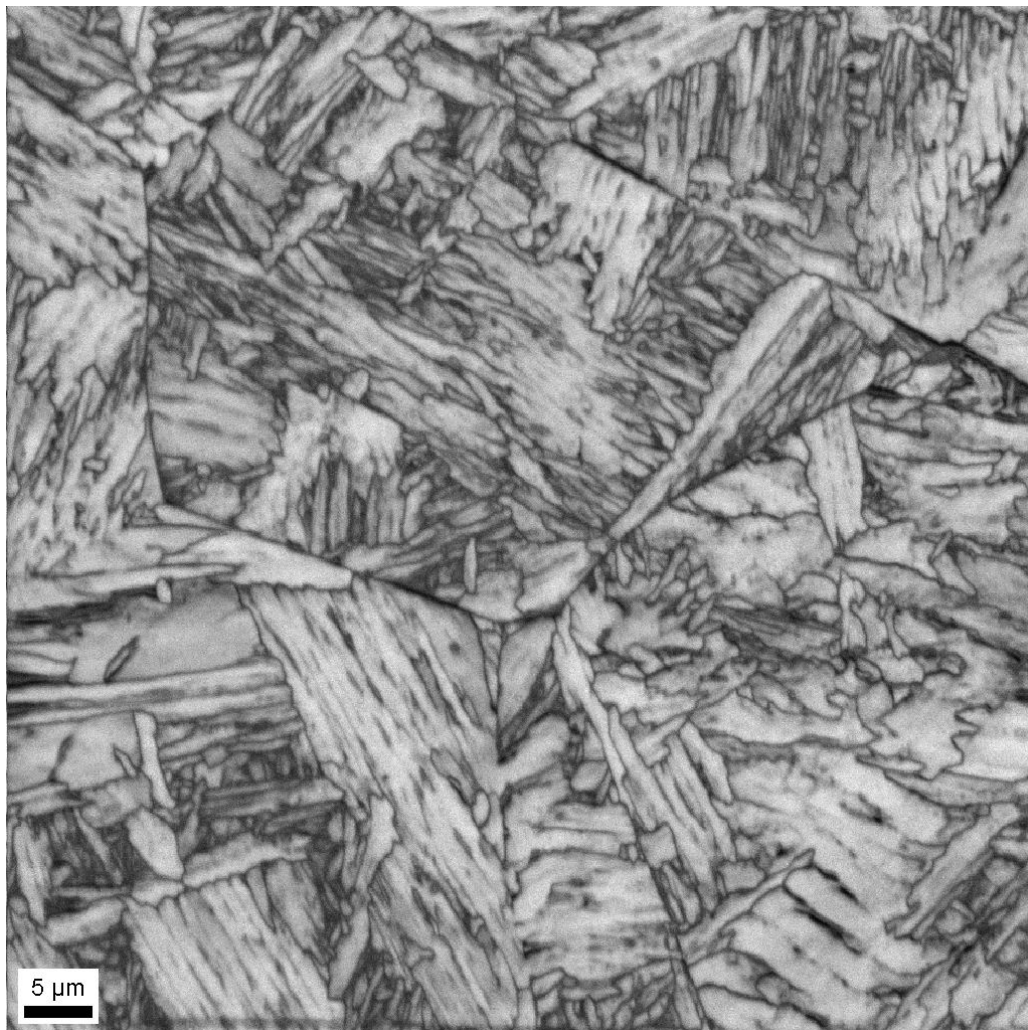


**Figur 4.3.1:** Orienteringskart for ensyklus sveisesimulert prøve, skann nummer 3.





**Figur 4.3.2:** Fasekart for ensyklus sveisesimulert prøve, skann nummer 3. Grønn =  $\gamma$ -fase og rød =  $\alpha$ -fase.



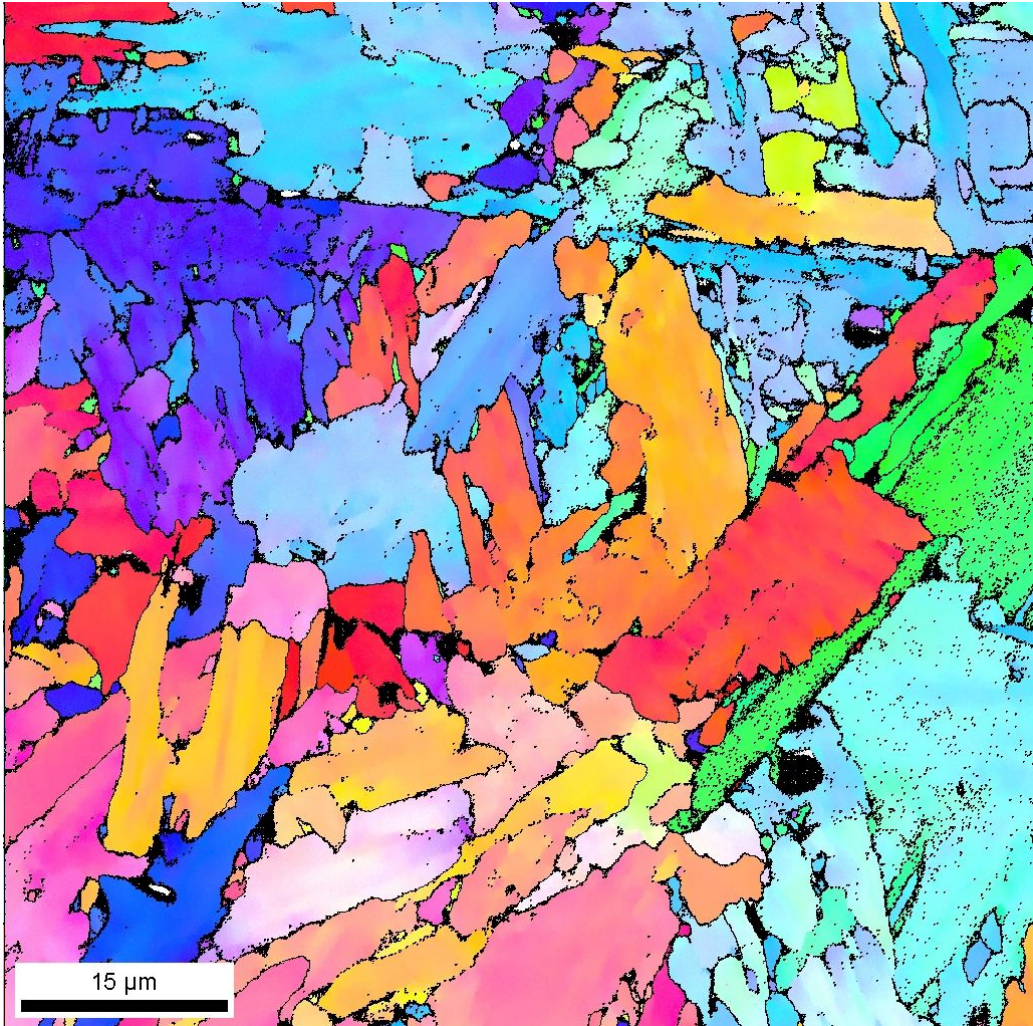
**Figur 4.3.3:** *Image Quality kart for ensyklus sveisesimulert prøve, skann nummer 3.*

### 4.3.2 Tosityklus sveisesimulert prøve

Figur 4.3.4, 4.3.5 og 4.3.6 viser henholdsvis orienteringskart, fasekart og IQ-kart for skann nummer 3 av skannene utført på tosyklus sveisesimulert prøve. I orienteringskartet er det lagt på høyvinkel korgrenser. I fasekartet blir det observert tydelige  $\gamma$ -fase jevnt fordelt i prøven. Det er ikke mulig å se tidligere austenittkorgrenser i noen av skannene. Tabell 4.3.1 viser gjennomsnittlig CI, IQ og Fit verdier for alle de fire skannene utført på tosyklus sveisesimulert prøve. Det er jevn kvalitet på alle skannene. Legg merke til at skann nummer 4 har vesentlig høyere gjennomsnittlig IQ verdi og lavere fraksjon høyvinkel korgrenser. Gjennomsnittet av fraksjon  $\gamma$ - fase for alle skanne er 0,0245, noe som tilsvarer 2,45%.

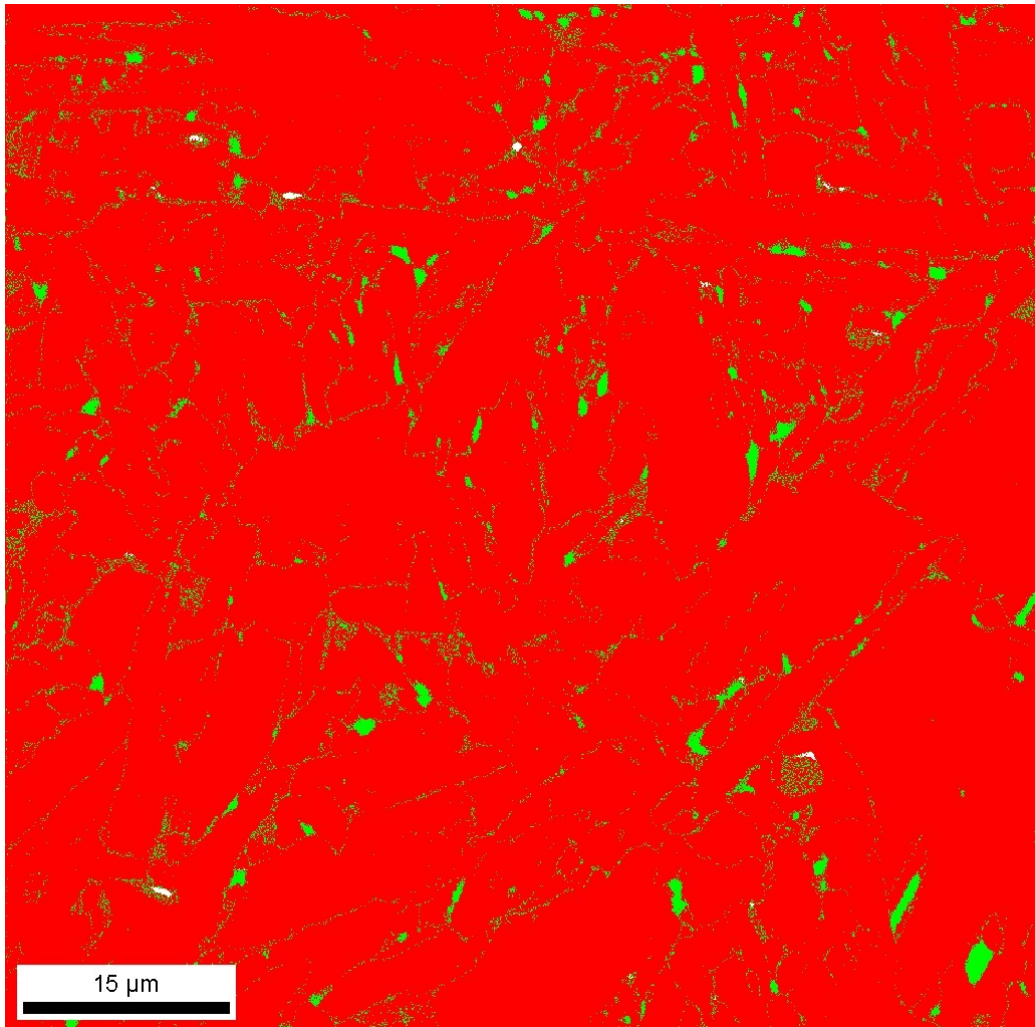
**Tabell 4.3.2:** Data for alle fire skann utført på tosyklus sveisesimulert prøve.

Skann nr.	CI	IQ	Fit	Fraksjon HVK	Fraksjon $\gamma$ , CI > 0
1	0,58	128,33	0,92	0,746	0,033
2	0,53	109,65	0,99	0,727	0,019
3	0,53	104,45	0,99	0,758	0,023
4	0,66	177,96	0,73	0,673	0,023

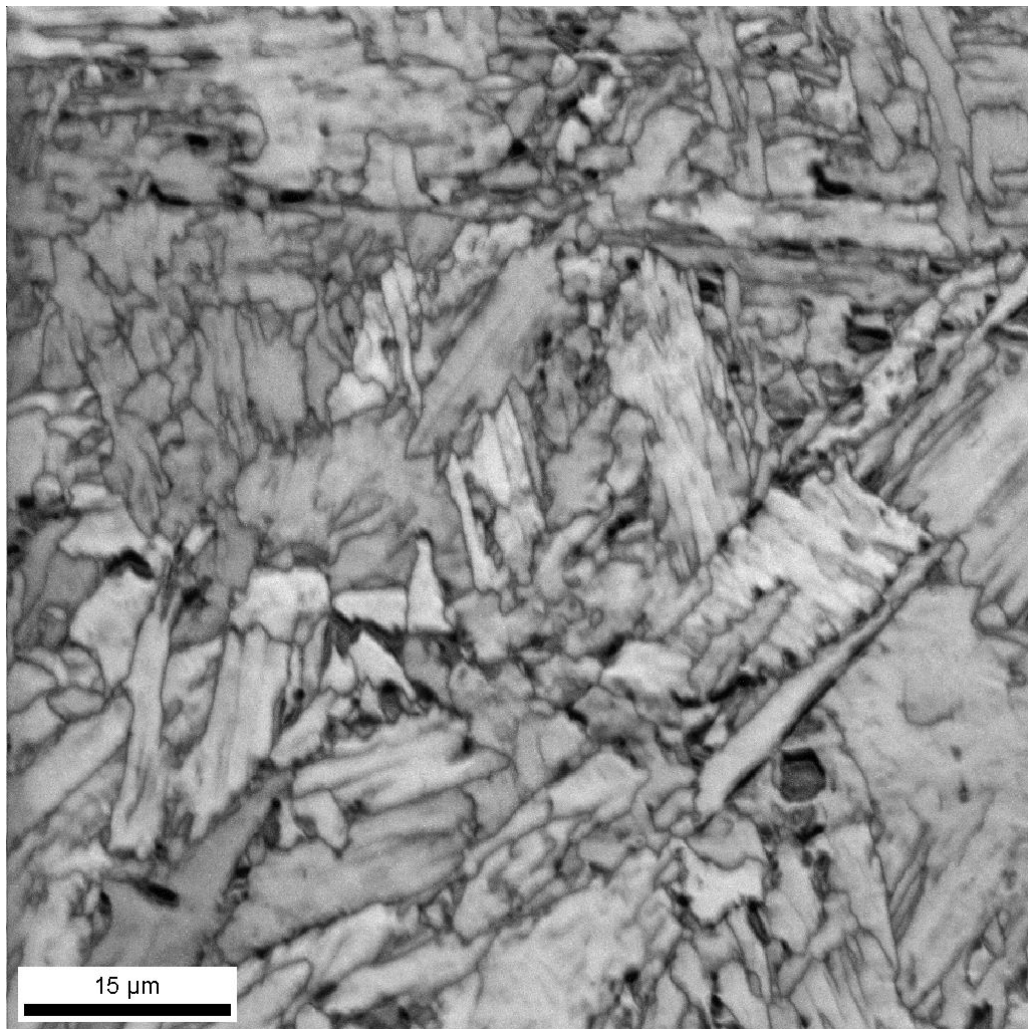


**Figur 4.3.4:** Orienteringskart for tosyklus sveisesimulert prøve, skann nummer 3.





**Figur 4.3.5:** Fasekart for tosyklus sveisesimulert prøve, skann nummer 3. Grønn =  $\gamma$ -fase og rød =  $\alpha$ -fase.



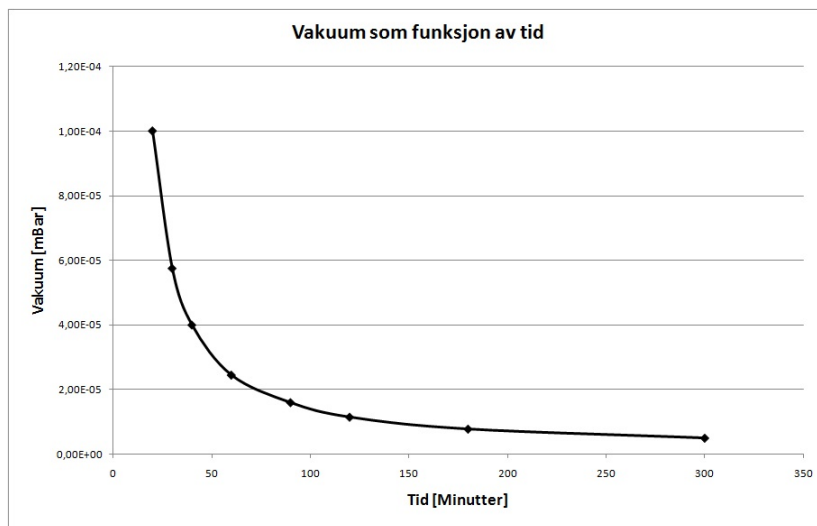
**Figur 4.3.6:** *Image Quality kart for tosyklus sveisesimulert prøve, skann nummer 3.*

## 4.4 In situ strekkforsøk på tosyklus sveisesimulert stål

Det ble gjennomført to strekkforsøk ved romtemperatur og tre strekkforsøk ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Det er valgt å vise fasekart fra et forsøk ved romtemperatur og et forsøk ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . IQ-kart fra alle forsøkene og fasekart fra de forsøkene som ikke er vist her er lagt ved i Vedlegg A. Det har blitt benyttet CI standardisering for å se på fraksjon  $\gamma$ -fase med  $\text{CI} \geq 0,05$ . Gjennomsnittlige CI, IQ og Fit verdier en kun basert på rådata. Basert på resultatene fra disse forsøkene ble det skrevet en artikkel som skal presenteres på ISOPE konferansen som finner sted på Maui, Hawaii, 19-24 juni 2011. Artikkelen er lagt ved i Vedlegg B.

### Vakuuum

Figur 4.4.1 viser hvordan vakuuum som funksjon av tid med strekkbord og kaldfinger monterert. Tabell 4.4.1 viser tilhørende tid og vakuuumverdier for grafen i Figur 4.4.1. Tabellen og grafen gjelder kun Zeiss gemini ultra 55 FESEM hvor alle undersøkelsene i denne oppgaven er foretatt.



**Figur 4.4.1:** Viser graf for hvordan vakuuum i mikroskopet utvikler seg over tid.

**Tabell 4.4.1:** *Tid og vakuumverdier for Zeiss gemini ultra 55 FESEM.*

Tid[Minutter]	Trykk [mBar]
20	1,00E-04
30	5,75E-05
40	4,00E-05
60	2,45E-05
90	1,60E-05
120	1,15E-05
180	7,80E-06
300	5,00E-06

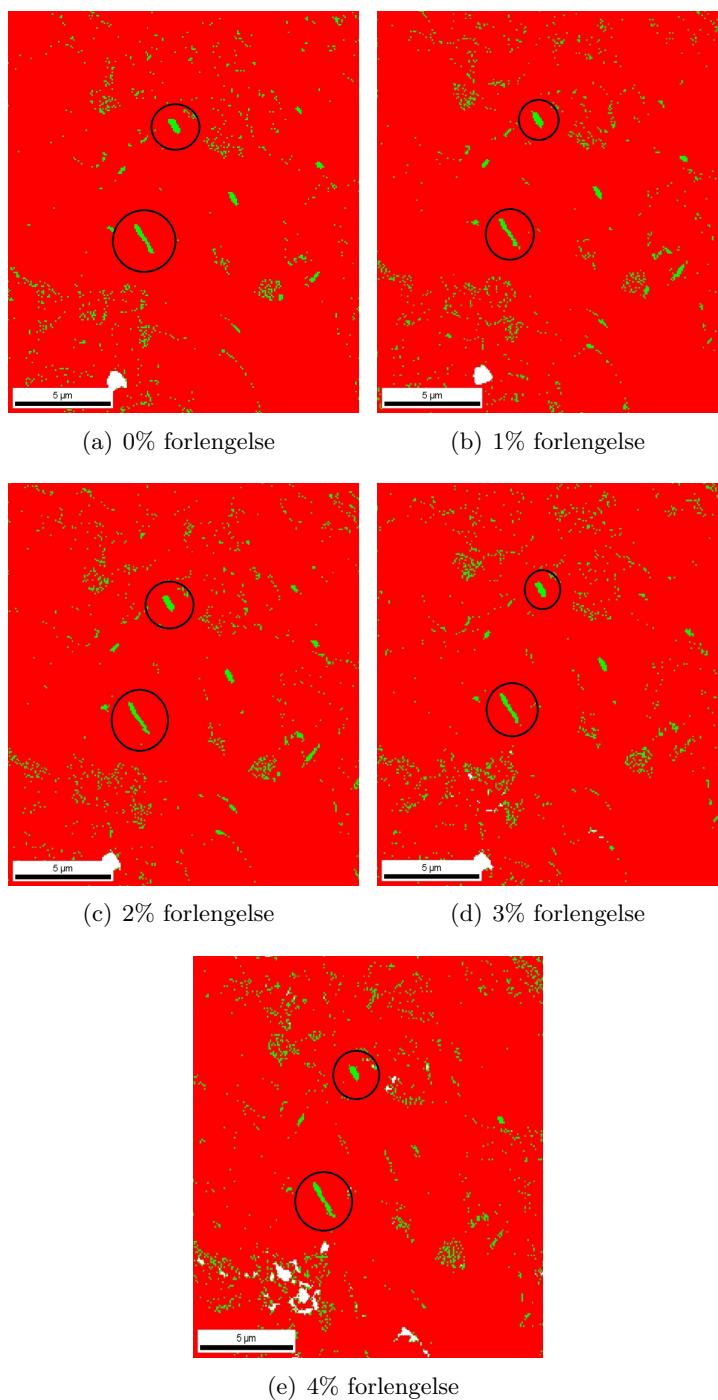
#### 4.4.1 In situ EBSD undersøkelser ved romtemperatur

Figur 4.4.2 viser fasekart for et av de to strekkforsøkene gjennomført ved romtemperatur. Det går frem av figurene at  $\gamma$ -øyene, markert med svart sirkel, ikke forsvinner ved forlengelse av materialet. Tabell 4.4.2 viser tilhørende data for fasekartene. Legg merke til at fraksjon  $\gamma$ -fase ikke forandrer seg nevneverdig gjennom strekkforløpet.

**Tabell 4.4.2:** *Viser andel austenitt ved økende grad av forlengelse, samt gjennomsnittlig CI, IQ of Fit verdier for forsøk nummer 1 ved romtemperatur.*

Forlengelse [%]	CI	IQ	Fit	Fraksjon $\gamma$ , CI $\geq$ 0,05
0	0,59	163,45	0,74	0,007
1	0,57	163,93	0,82	0,008
2	0,57	148,88	0,79	0,008
3	0,54	122,21	0,85	0,007
4	0,49	98,50	0,95	0,007





**Figur 4.4.2:** Fasekart for forsøk nummer 1 ved romtemperatur. Grønn =  $\gamma$ -fase og rød =  $\alpha$ -fase. Tilhørende IQ-kart kan ses i Vedlegg A.

Tabell 4.4.3 viser data for det strekkforsøk nummer 2 ved romtemperatur. Tilhørende fasekart og IQ-kart kan ses i Vedlegg A.

**Tabell 4.4.3:** Viser fraksjon  $\gamma$ -fase ved økende grad av forlengelse, samt gjennomsnittlig CI, IQ of Fit verdier for forsøk nummer 2 ved romtemperatur

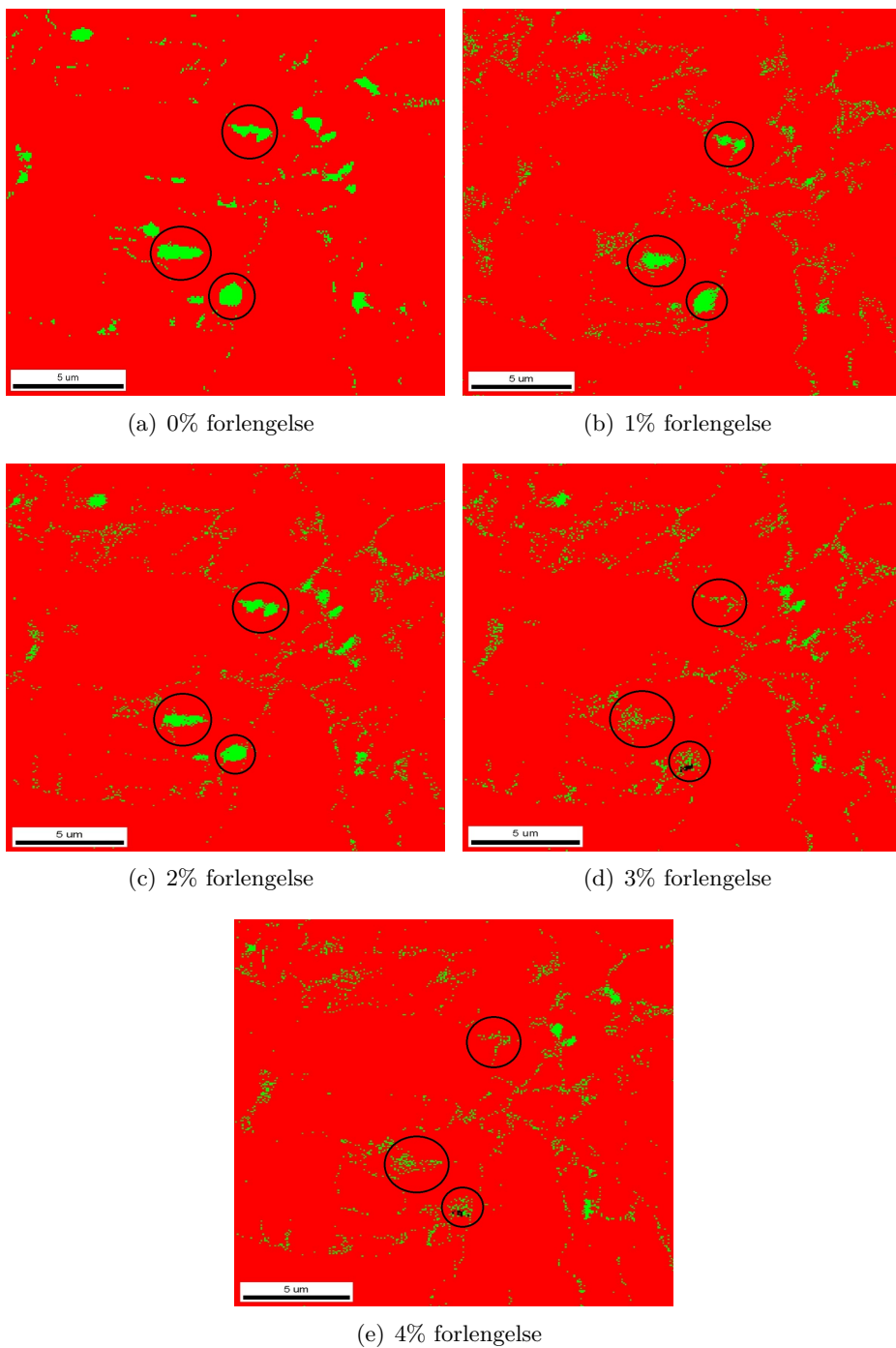
Forlengelse [%]	CI	IQ	Fit	Fraksjon $\gamma$ , CI $\geq$ 0,05
0	0,76	201,02	0,67	0,019
1	0,74	153,87	0,73	0,015
2	0,72	134,37	0,81	0,014
3	0,71	115,61	0,84	0,010
4	0,70	104,00	0,86	0,012

#### 4.4.2 In situ EBSD undersøkelser ved -60 °C

Fra Figur 4.4.3 er det tydelig at øyene av  $\gamma$ -fase, markert med svart sirkel, forsvinner fra fasekartene etterhvert som materialet blir strekt til større grad av forlengelse. Tabell 4.4.4 viser fraksjon  $\gamma$ -fase for punkter i skannene som har høyere CI verdi enn 0,05. I tillegg viser den gjennomsnittlige CI, IQ og Fit verdier for skannene. Det viktigste med denne tabellen er likevel å legge merke til at fraksjon  $\gamma$ -fase synker ved større grad av forlengelse.

**Tabell 4.4.4:** Viser fraksjon  $\gamma$ -fase ved økende grad av forlengelse, samt gjennomsnittlig CI, IQ of Fit verdier for forsøk nummer 1 ved -60 °C.

Forlengelse[%]	CI	IQ	Fit	Fraksjon $\gamma$ , CI $\geq$ 0,05
0	0,70	167,65	0,67	0,022
1	0,56	108,26	1,02	0,013
2	0,59	122,47	0,97	0,016
3	0,57	121,16	1,02	0,008
4	0,60	118,15	0,96	0,007



**Figur 4.4.3:** Fasekart for forsøk nummer 1 ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Grønn =  $\gamma$ -fase og rød =  $\alpha$ -fase. Tilhørende IQ-kart kan ses i Vedlegg A.

Tabell 4.4.5 og 4.4.6 viser data for henholdsvis strekkforsøk nummer 2 og 3 gjort ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Tilhørende fasekart og IQ-kart kan ses i Vedlegg A. I tabellene blir det observert at de gjennomsnittlige CI verdiene for forsøk nummer 2 og 3 synker betraktelig i forhold til forsøk nummer 1. Samtidig med synkende CI verdier, øker fraksjon  $\gamma$ -fase. Tilhørende fasekart kan ses i Vedlegg A.

**Tabell 4.4.5:** *Viser fraksjon  $\gamma$ -fase ved økende grad av forlengelse, samt gjennomsnittlig CI, IQ of Fit verdier for forsøk nummer 2 ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ .*

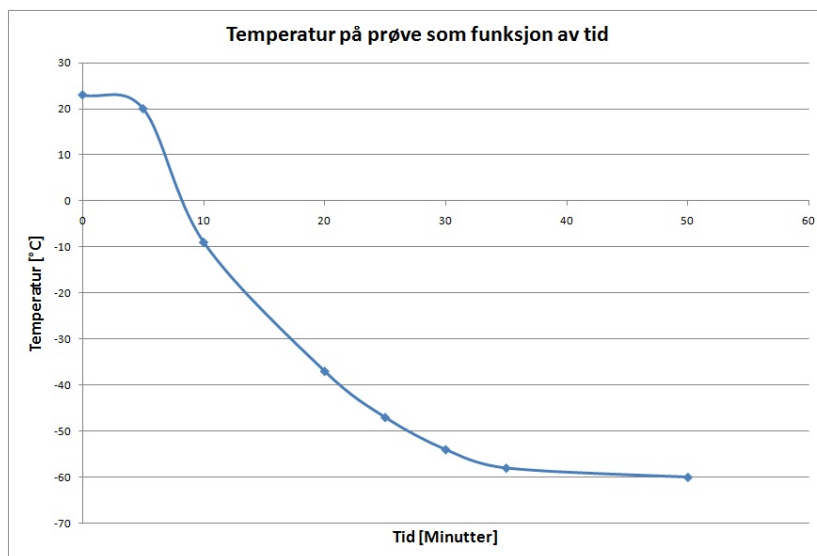
Forlengelse[%]	CI	IQ	Fit	Fraksjon $\gamma$ , $\text{CI} \geq 0,05$
0	0,40	104,60	1,41	0,020
1	0,33	96,92	1,50	0,020
2	0,21	92,86	1,70	0,019
3	0,17	86,92	1,79	0,022
4	0,12	80,53	1,90	0,029

**Tabell 4.4.6:** *Viser fraksjon  $\gamma$ -fase ved økende grad av forlengelse, samt gjennomsnittlig CI, IQ of Fit verdier for forsøk nummer 3 ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ .*

Forlengelse[%]	CI	IQ	Fit	Fraksjon $\gamma$ , $\text{CI} \geq 0,05$
0	0,47	112,88	1,18	0,007
1	0,36	96,93	1,33	0,009
2	0,24	86,76	1,52	0,011
3	0,12	88,51	1,80	0,015
4	0,09	80,80	1,93	0,033

## Kjølingsforløp

Tiden det tok å kjøle ned prøven til  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  var litt varierende, men temperaturen ble stabilisert ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  hver gang. Figur 4.4.4 viser hvordan temperaturen på prøven forandret seg ved nedkjøling før forsøkene startet.

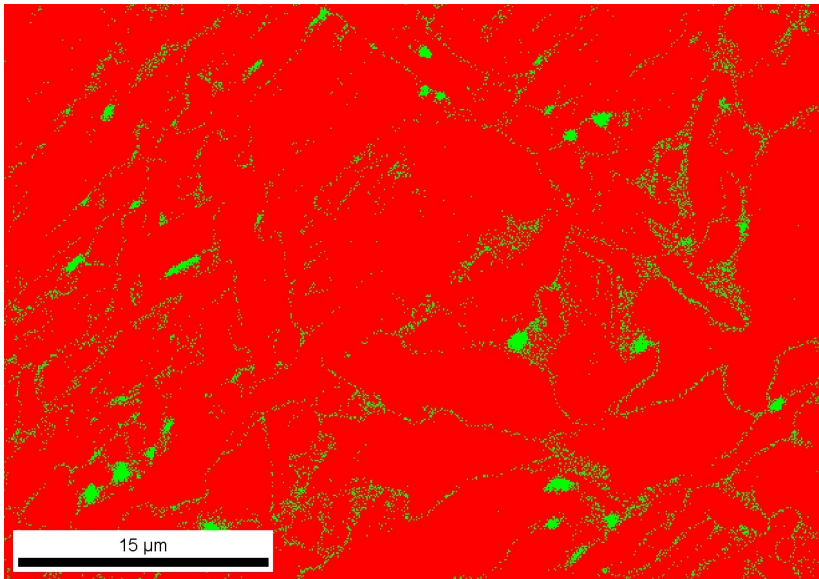


Figur 4.4.4: Temperatur målt på prøven som funksjon av tid.

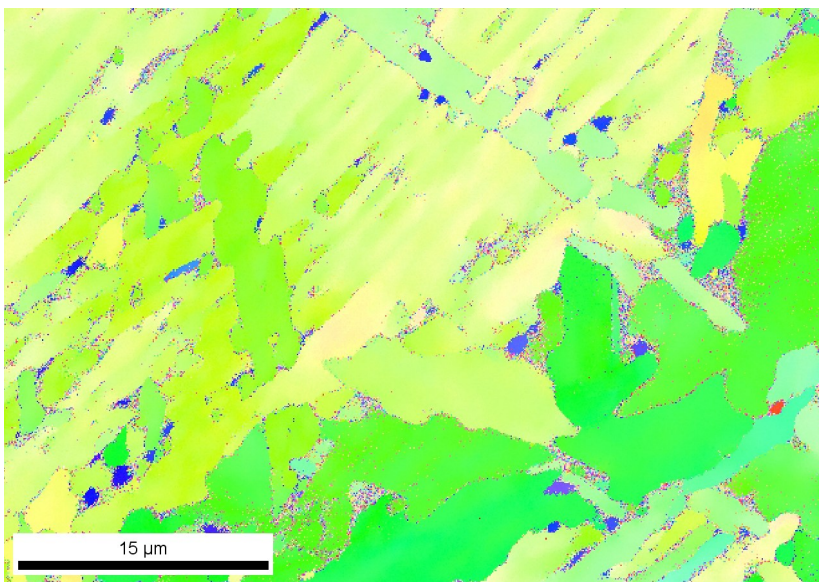
## 4.5 Andre resultater

### Analysering av rådata

Figur 4.5.1 viser fasekart og orienteringskart for et område analysert med  $1^{\circ}\theta$  steglengde. Fraksjon  $\gamma$ -fase, markert med grønn farge, er her 1,5%. Figur 4.5.2 viser samme området analysert med  $2^{\circ}\theta$  steglengde. I dette tilfellet ble det funnet 0,9%  $\gamma$ -fase også markert grønn. Ved sammenligning av Figur 4.5.1 og 4.5.2 blir det observert at de minste øyene av  $\gamma$ -fase ikke blir detektert ved analysering med  $2^{\circ}\theta$  steglengde. Det blir også observert i orienteringskartet at alle øyene av  $\gamma$ -fase har samme farge, dvs at de har samme orientering.



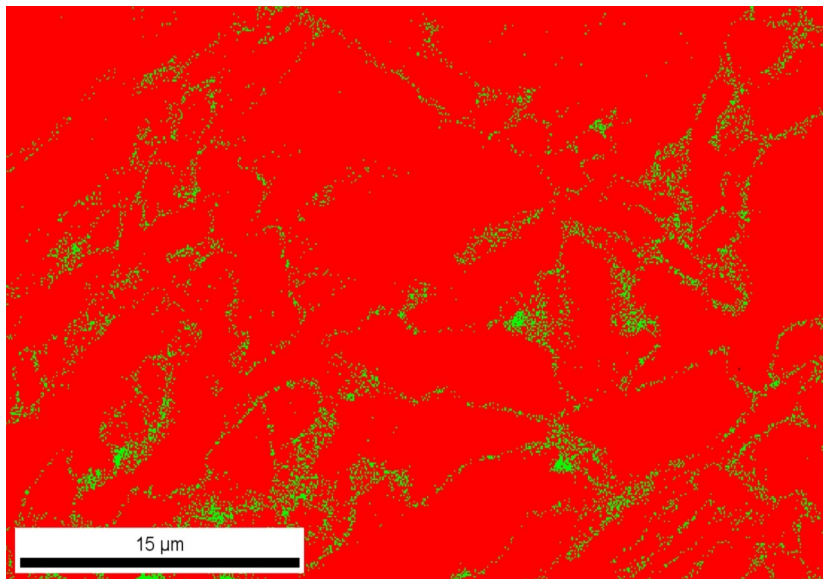
(a) Fasekart,  $\theta$  steglengde =  $1^\circ$



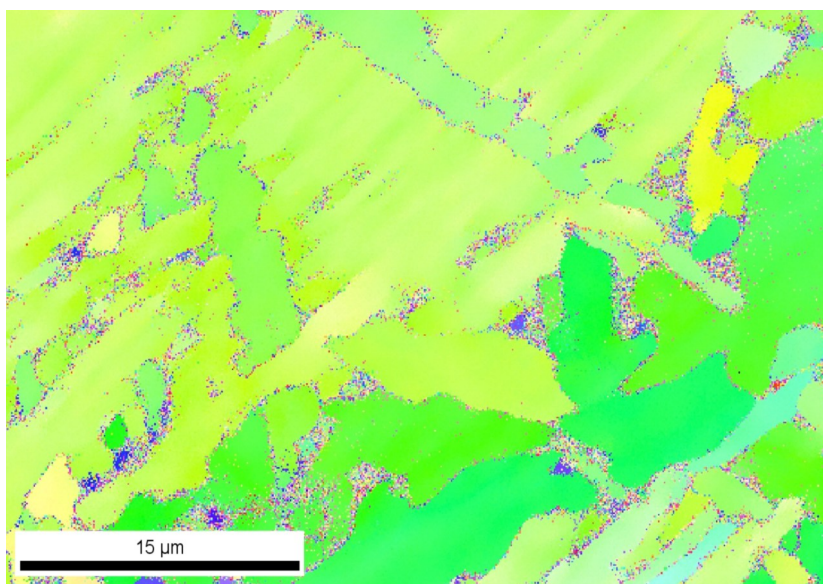
(b) Orienteringskart,  $\theta$  steglengde =  $1^\circ$

**Figur 4.5.1:** Fase- og orienteringskart for data analysert med  $\theta$  steglengde stilt inn på  $1^\circ$  og  $2^\circ$ . I fasekartet er grønn = FCC og rød = BCC.





(a) Fasekart,  $\theta$  steglengde =  $2^\circ$

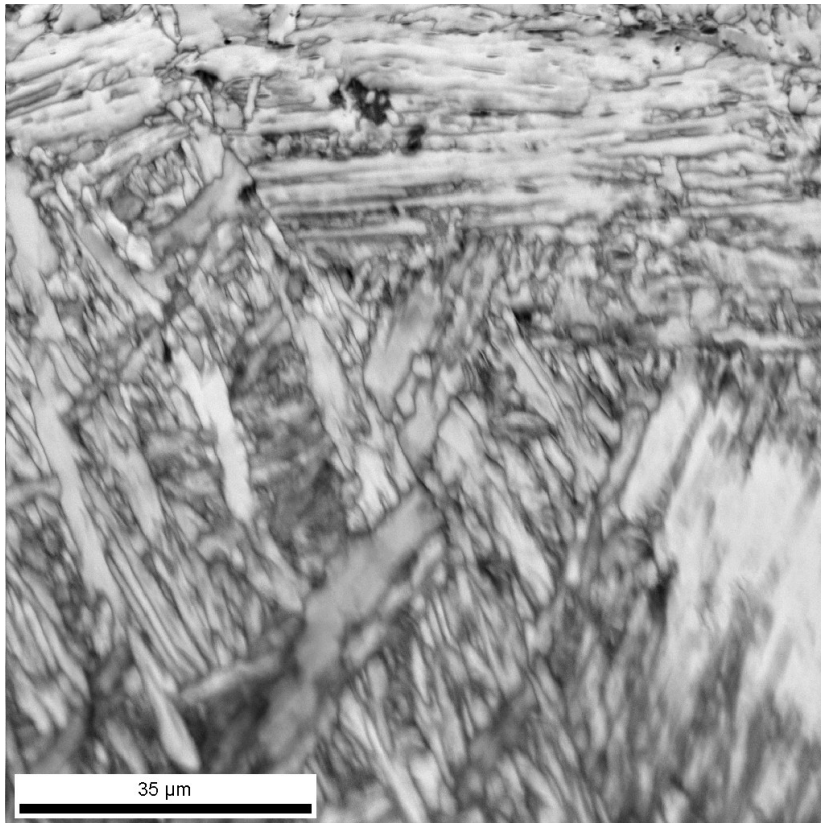


(b) Orienteringskart,  $\theta$  steglengde =  $2^\circ$

**Figur 4.5.2:** Fase- og orienteringskart for data analysert med  $\theta$  steglengde stilt inn på  $1^\circ$  og  $2^\circ$ . I fasekartet grønn = FCC og rød = BCC

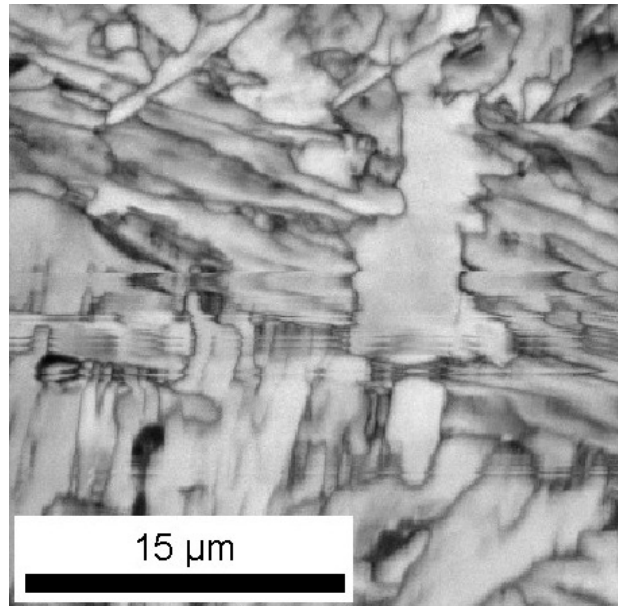
### Forstyrrelser

Figur 4.5.3 viser et IQ-kart som er uskarpt i nedre del av skannet, mens øvre del av skannet er skarpt med tydelige korngrenser. Figur 4.5.5 viser et eksempel hvor hele IQ-kartet er uskarpt, det er i dette tilfellet vanskelig å identifisere korngrenser. Til slutt viser Figur 4.5.4 et IQ-kart som har noen horisontale linjer som bryter opp og gjentar noe av skannet.

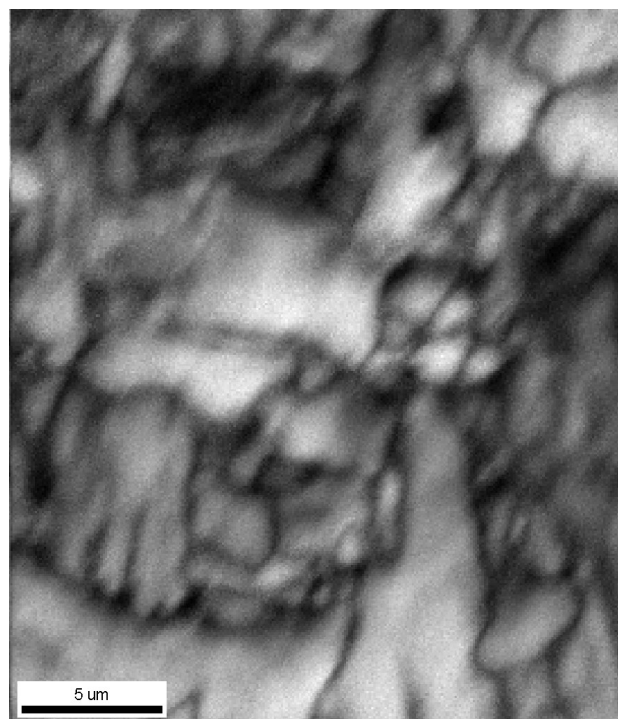


**Figur 4.5.3:** *IQ-kart som er skarpt i toppen og uklart i bunnen.*





**Figur 4.5.4:** *IQ-kart med horisontale linjer som bryter opp skannet.*



**Figur 4.5.5:** *Uskarpt IQ-kart.*



# Kapittel 5

## Diskusjon

### 5.1 Eksempel på EBSD målinger

I sekundærelektronbilde er det umulig å skille mellom ulike faser. Fasekartet skiller mellom FCC og BCC struktur. Når det gjelder IQ kartet kan dette bli brukt til å bestemme hvilke områder som er martensitt. Basert på gråtone er det mulig å se hvilket område som sannsynligvis består av martensitt ettersom martensitt har stor dislokasjonstetthet som vil føre til lave IQ verdier [21]. Problemet med denne teknikken er at også korn grenser og andre kontaminasjoner gir lave IQ verdier, noe som gjør at det er vanskelig å fastslå fraksjon martensitt basert på denne teknikken. Den kan derimot brukes til å se på enkeltkorn. Ut fra IQ kartet er det da sannsynlig at de to mørke, avlange kornene består av martensitt som er dannet ved avkjøling etter sveisesimuleringen.

### 5.2 Generell karakterisering

Det ble observert omtrent lik fraksjon høyvinkel korn grenser for en- og tosyklus sveisesimulert prøver. Fra tosyklusprøven er det et skann som skiller seg ut med spesielt gode CI, IQ og Fit verdier. Det samme skannet har også lavere fraksjon høyvinkel korn grenser. Dette tyder på at de faktiske verdiene er lavere enn det som er oppgitt i tabellen. Dette er også mulig å oppdage ved å betrakte orienteringskartene med pålagt høyvinkel korn grenser, både for skannene på en- og tosyklusprøvene. Ved å se nøye på orienteringskartene blir det observert at områder med lav kvalitet har store ansamlinger av høyvinkel korn grenser, noe som tyder på at de er lagt på feil som følge av dårlig kvalitet på skannene i disse

områdene. En stor forskjell på korn grensene er de tidligere austenittkorn grensene som er veldig tydelige i skannene fra ensyklusprøven. I skannene fra tosyklusprøven er det ikke mulig å observere de tidligere austenittkorn grensene bare ved å se på EBSD-kartene. Dette vil si at de tidligere austenittkorn grensene blir "visket ut" ved den andre syklusen av sveisesimuleringen.

Når det gjelder fasekartene er det stor forskjell, først og fremst med tanke på øyer av  $\gamma$ -fase som blir observert i skannene fra tosyklusprøven. For skannene fra ensyklusprøvene ble det funnet mellom 1,4% og 0,9%  $\gamma$ -fase, men den er først og fremst representert ved enkeltpiksler. I tillegg er de lokalisert ved korn grenser hvor det er lavere kvalitet på skannene. Dette til sammen kan tyde på at det er noe feilindiseringer og den faktiske andelen er lavere. Når det gjelder tosyklusprøvene ble det funnet å være mellom 1,9% og 3,3%  $\gamma$ -fase.  $\gamma$ -fasen i dette tilfellet er representert som små ansamlinger jevnt fordelt på prøveoverflaten. Disse øyene har gode CI, IQ og Fit verdier i tillegg til at det er flere punkter ved siden av hverandre, noe som tyder på at de er korrekt indisert. Gjennomsnittlig andel  $\gamma$ -fase er funnet til å være 2,45% for alle de fire skannene hvor arealet som er skannet tilsvarer  $150\mu\text{m} \times 150\mu\text{m}$ . Dette vil si at restaustenitt vokser frem ved den andre syklusen. Samtidig blir de tidligere austenittkornene borte.

### 5.3 Strekkforsøkene

Fasekartene fra strekkforsøk nummer 1, ved  $-60\text{ }^\circ\text{C}$ , viser at øyene bestående av  $\gamma$ -fase forsvinner med økende grad av forlengelse. Dette skjer også i fasekartene for de to andre forsøkene utført ved  $-60\text{ }^\circ\text{C}$ . Fraksjon  $\gamma$ -fase synker i forsøk nummer 1, samtidig som jevnt gode CI verdier blir opprettholdt. I og med at CI verdiene blir opprettholdt er det sannsynlig at dette er korrekt. Fraksjon  $\gamma$ -fase i forsøk nummer 2 og 3 øker utover i strekkforløpet, men samtidig faller den gjennomsnittlige CI verdien for hvert skann. Synkende CI verdi indikerer at det er liten sannsynlighet for at det er korrekt. Ved å se på fasekartene fra forsøk nummer 2 og 3 blir teorien om feilindiseringer styrket,  $\gamma$ -fasen består kun av enkeltpiksler jevnt fordelt i skannet. Grunnen til at Forsøk nummer 2 og 3 har mye dårligere kvalitet enn forsøk nummer 1 kan skyldes variasjoner i prøveprepareringen eller at vakuumbelastingen ikke har vært bra nok slik at området som ble undersøkt ble mer og mer kontaminert.

Ved romtemperatur er resultatene mer entydige, to forsøk har blitt gjennomført, med veldig gode resultater med tanke på jevnt god kvalitet på skannene. Fasekartene fra de to forsøkene viser at øyer bestående av  $\gamma$ -fase ikke forsvinner opp til og med 4% forlengelse av materialet. Dette blir bekreftet ved å se på

fraksjon  $\gamma$ -fase for de to forsøkene som blir opprettholdt gjennom strekkforløpet. Unntaket strekkforsøk nummer 2, her har forstyrrelser under skannet gjort ved 0% forlengelse at det er indisert mer  $\gamma$ -fase enn det om faktisk er tilfellet. Fraksjon  $\gamma$ -fase er altså ikke riktig for dette skannet. Det finnes riktignok små variasjon i fraksjon  $\gamma$ -fase i begge tilfeller, dette kan skyldes små variasjoner av fokus under skannene. Det kan også være tilfelle at noe  $\gamma$ -fase forsvinner fra fasekartene.

En sammenligning av de to tilfellene viser klart og tydelig at øyer med  $\gamma$ -fase forsvinner fra fasekartene i forsøkene gjort ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Dette er ikke tilfellet ved romtemperatur hvor øyene av  $\gamma$ -fase blir opprettholdt gjennom strekkforsøket. Det er tydelig at øyene av  $\gamma$ -fase hvertfall i større grad forsvinner under deformasjon ved å senke temperaturen ned til  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Fasetransformasjon som følge av plastisk deformasjon er sannsynligvis grunnen til at austenittøyene forsvinner fra fasekartene. Dette stemmer overens med tidligere observasjoner ved in situ undersøkelser gjort på restaustenitt i SMSS (supermartensitic stainless steel) [11], [26]. Det har også blitt observert i flere legeringsystemer [9]. Grunnen til at denne transformasjonen skjer i større grad ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  kan skyldes høyere termodynamiske drivkrefter. Dette er i henhold til tidligere observasjoner [26]. Det er vanskelig å si hvor stor grad restaustenitt transformeres lettere ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  sammenlignet med romtemperatur. Dette skyldes at området som er felles for alle skannene er veldig lite, dermed blir også usikkerheten stor i forhold til om dette er noe som skjer lokalt eller om observasjonen skjer gjennomgående i hele prøven. Større områder skulle blitt skannet for å kunne si noe om dette.

Ved å sammenligne IQ verdiene og fraksjon  $\gamma$ -fase er det tydelig å se at det er en sammenheng. Både fraksjon  $\gamma$ -fase og den gjennomsnittlige IQ verdien øker, fra 1% til 2% forlengelse ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . I og med at de gjennomsnittlige CI verdiene er relativt lik ved 1% og 2% tyder dette på at prøven har vært litt ute av fokus eller at dynamisk fokus ikke har vært optimalt stilt inn på skannet som er gjort ved 1% forlengelse. Rett fokus kan være vanskelig å stille inn ved in situ forsøk. Strekkbord og eventuelt kaldfinger kan være med på å skygge for sekundærelektroner. I tillegg viste det seg at NORDIF programmet og elektronmikroskopet er optimalt stilt inn ved forskjellig dynamisk fokus. NORDIF programmet tar opp Ebsp bildene og lagrer disse. I dette programmet er det ikke mulighet for å stille på skanninghastigheten eller fokusere på et mindre område. Dette gjør at det er vanskelig å stille inn rett fokus, hvis signalet er dårlig. Dette gjør det også vanskeligere å finne igjen samme område ved in situ undersøkelser, ettersom det blir bevegelse ved strekking av prøven. Det kan da være vanskelig å finne igjen nøyaktig det samme område på prøven for hvert skann som blir utført i strekkforløpet.

### Måling av forlengelse

Utenom usikkerheten i EBSD dataene kan det også være andre feilkilder knyttet til disse forsøkene. Det har tidligere vært problemer med registrering av korrekt forlengelse på strekkbordet. Hvis det er tilfelle at sensoren som måler forlengelse ikke har vært riktig kalibrert under forsøkene vil grad av forlengelse være feil. Det vil i så fall være like mye feil for forsøkene gjort ved romtemperatur og  $-60$  °C. Usikkerheten er da størst knyttet til når fasetransformasjonen skjer i materialet.

### Temperatur

Temperaturen på prøven ble målt i overflaten med termoelement type K. Termoelementet ble festet mellom prøveoverflaten og skruehode på en messingskrue som ble skrudd ned i kaldfingeren. Hvis det er tilfelle at skruen blir kaldere enn prøven kan dette ha bidratt til at temperaturen på prøven har sett ut til å være kaldere enn den faktisk var. Det vil si at undersøkelsene kan ha blitt gjennomført ved en høyere temperatur enn  $-60$  °C.

### Vakuum

Ved å pumpe vakuum i et tomt elektronmikroskop tar det om lag 50 minutter å oppnå  $2,5 \times 10^{-6}$  mBar vakuum. Dette gjelder for Zeiss Ultra 55 FESEM hvor alle undersøkelser i forbindelse med denne oppgaven er gjort. Ved å montere strekkbord og kaldfinger på mikroskopet tar det over 300 minutter å oppnå tilsvarende vakuum. Ved in situ undersøkelser er det veldig viktig med godt vakuum ettersom elektronstrålen brenner fast hydrokarboner på overflaten som blir undersøkt. Dette skjer i økende grad ved lavere vakuum. Etersom samme område skal skannes flere ganger ved in situ undersøkelser blir det derfor enda viktigere å minimere kontaminasjonene som elektronstrålen skaper [16]. Ved bruk av strekkbord og kaldfinger anbefales det derfor at vakuum blir pumpert over natten før undersøkelsene starter. På denne måten opptas ikke verdifull tid av mikroskopet på dagtid.

## 5.4 Andre resultater

### $\theta$ steglengde

Det ble gjort forsøk med å øke  $\theta$  steglengde, fra  $1^\circ$  til  $2^\circ$ , og på denne måten halvere tiden som ble brukt ved analysering av EBSD rådata. Det viste seg at dette ga store utslag i det endelig resultatet. Først og fremst gjelder dette de minste kornene som ikke blir detektert ved  $2^\circ$   $\theta$  steglengde. Dette gir igjen utslag i fraksjon  $\gamma$ -fase, analyse med  $\theta$  steglengde =  $1^\circ$  gir 1,5%  $\gamma$ -fase, mens analyse med  $\theta$  steglengde =  $2^\circ$  gir kun 0,9%  $\gamma$ -fase. Dette kan skyldes at  $2^\circ$   $\theta$  steglengde gir en for grov omregning i hough transformasjonen. Det ble også observert at alle  $\gamma$ -øyene har samme oreintering, noe som tyder på at skannet er gjort innenfor ett tidligere austenittkorn.

### Forstyrrelser

EBSD teknikken kan være et utrolig kraftig verktøy for å undersøke mikrostrukturen i et materiale. Men det er også viktig å være kritisk og undersøke resultatene nøye. Forstyrrelser kan være vanskelig å oppdage i et fasekart eller orienteringskart, men blir veldig synlig på et IQ kart. Et IQ kart som er skarpt i toppen og uklart i bunn kan skyldes dynamisk fokus. I tilfelle hvor hele IQ-kartet er uskarpt kan dette skyldes at det ikke er korrigert for korrekt astigmatisme eller at fokus ikke har vært rett stilt inn. Horisontale linjer skyldes mest sansynlig drift i prøven, grunnen til driften blir ikke diskutert videre i denne oppgaven.





## Kapittel 6

# Konklusjon

På bakgrunn av resultater fra eksperimenter gjennomført i forbindelse med denne masteroppgaven kan det trekkes følgende konklusjoner.

- Det er stor forskjell i mikrostrukturen på en- og tosyklus sveisesimulert stål. Den største forskjellen er øyer av austenitt som er jevnt fordelt i tosyklus sveisesimulerte stål.
- Forsøkene viser at in situ forsøk i kombinasjon med EBSD teknikken og nedkjøling kan gi verdifull kunnskap om lavtemperaturoppførsel under deformasjon av HSLA stål.
- Øyer av restaustenitt transformereres til martensitt som følge av plastisk deformasjon i større grad ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  enn ved romtemperatur. Grunnen til dette er høyere termodynamiske drivkrefter.
- Med tomt prøvekommer bruker mikroskopet 50 minutter å pumpe ned til  $2,5 \times 10^{-6}$  mBar vakuum grunnet større overflate. Det tar over fem timer å oppnå tilsvarende vakuum med strekkbord og kaldfinger montert.
- En økning fra  $1^{\circ}$  til  $2^{\circ}$   $\theta$  steglengde halverer tiden det tar å indiserer EBSD rådata, men gir et vidt forskjellig resultat med tanke på at de minste kornene ikke blir oppdaget.

## 6.1 Forslag til videre arbeid

Med tanke på det som er gjort i denne oppgaven blir følgende foreslått som videre arbeid.

- Gjøre flere forsøk hvor større områder blir skannet for å sikre bedre statistikk.
- Utføre samme type forsøk på forskjellig stållegeringer med restaustenitt og sammenligne oppførsel under deformasjon.
- Gjøre ytligere forbedringer på kaldfingeren slik at det er lettere å kontrollere temperaturen. Dermed kan strekkforsøkene gjøres ved flere temperaturer enn romtemperatur og  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- Undersøke funksjoner i EDAX/TSL OIM Analysis 5.31 både med tanke på å fremstille resultater på en bedre måte og undersøke rensefunksjoner og hva disse gjør med resultatet.

# Bibliografi

- [1] D. Gautier, K. Bird, R. Charpentier, A. Grantz, D. Houseknecht, T. Klett, T. Moore, J. Pitman, C. Schenk, J. Schuenemeyer, S. K. M. Tennyson, Z. Valin, and C. Wandre, "Assessment of undiscovered oil and gas in the arctic," *Science*, vol. 324, no. 5931, pp. 1175–1179, 2009.
- [2] J. K. Solberg, *Teknologiske metaller og legeringer*. 2008.
- [3] K. E. Easterling, *Introduction to the physical metallurgy of welding, 2nd ed.* Oxford: Butterworth-Heinemann, 1992.
- [4] E. Halmøy, *Sveiseteknikk*. 2007.
- [5] J. Chen, Y. Kikuta, T. Araki, M. Yoneda, and Y. Matsuda, "Micro-fracture behavior induced by m-a constituent (island martensite) in simulated welding heat affected zone of ht80 high strength low alloy steel," vol. 32, pp. 1779–1788, 1984.
- [6] O. Akselsen, J. Solberg, and . Grong, "Effects of martensite-austenite (m-a) islands on intercritical heat-affected zone toughness of low carbon microalloyed steels," *Scand. J. Met.*, vol. 17, pp. 194–200, 1988.
- [7] O. Akselsen, . Grong, and J. Solberg, "Structure-property relationships in intercritical heat affected zone of low carbon microalloyed steels," *Materials Science and Technology*, vol. 3, pp. 649–655, 1987.
- [8] H. Ikawa, H. Oshige, and T. Tanoue, "Effect og martensite-austenite constituent on haz toughness of a high strengt steel," *Transactions of the Japan Welding society*, vol. 11, pp. 3–12, 1980.
- [9] P. C. Maxwell, A. Goldberg, and J. C. Shyne, "Stress-assisted and strain-induced martensites in fe-ni-c alloys," *Metallurgical Transactions*, vol. 5, pp. 1305–1318, 1974.
- [10] G. Kurdjomov and G. Sachs *Z. Phys.*, vol. 64, pp. 325–343, 1930.

- [11] M. Karlsen, J. Hjelen, . Grong, G. Rørvik, R. Chiron, U. Schubert, and E. Nilsen, “Sem/ebsd based in situ studies of deformation induced phase transformations in supermartensitic stainless steels,” *Materials Science and Technology*, vol. 24, pp. 64–72, 2008.
- [12] *Tutorial: Electron Backscatter Diffraction in the Scanning Electron Microscope*. Oxford Instruments Analytical, 2007.
- [13] R. A. Schwarzer and J. Hjelen, “High-speed orientation microscopy with offline solving sequences of ebsd patterns,” *Solid State Phenomena*, vol. 160, pp. 295–300, 2010.
- [14] *Electron Backscattered Diffraction Explained*. Oxford Instruments Analytical.
- [15] J. Hjelen, *Forelesningsnotater TMT4505 EBDS*.
- [16] Y. Chen, J. Hjelen, and H. Roven, “Optimization of ebsd parameters for ultra-fast characterization of ultrafine grained titanium.” Upublisert arbeid, 2011.
- [17] R. Petrov, L. Kestens, A. Wasilkowska, and Y. Houbaert, *Microstructure and texture of a lightly deformed TRIP-assisted steel characterized by means of the EBSD technique*. 2006.
- [18] D. P. Field, *Recent advances in the application of orientation imaging*. 1996.
- [19] M. M. Nowell and S. I. Wright, “Orientation effects on indexing of electron backscatter diffraction patterns,” *Ultramicroscopy*, vol. 103, no. 1, pp. 41–58, 2005.
- [20] “Samtale med professor ii morten karlsen.”
- [21] S. Astad, O. Bjering, M. Karlsen, J. Solberg, and J. Hjelen, “Ebsd measurments combined with optical microscopy to quantify complex microstructures in steels,” 2010.
- [22] “Edax tsl oim analysis 5.2, brukemanual.” 2007.
- [23] “Nippon steel. inspectinon certificate.” 07.11.2008.
- [24] Y. Chen, J. Hjelen, and H. Roven, “Optimization of ebsd parameters for ultra-fast charactreization of ultrafine grained titanium.” 2011.
- [25] M. Søfferud, “Høyhastighets-ebsd og karakterisering av supermartensittisk rustfritt stål deformert in-situ i sem,” Masteroppgave 2008.
- [26] M. Karlsen, . Grong, M. Søfferud, J. Hjelen, G. Rørvik, and R. Chiron, “Scanning electron microscopy/electron backscatter diffraction-based

observations of martensite variant selection and slip plan activity in supermartensitic stainless steel during plastic deformation at elevated, ambient, and subzero temperatures,” *Metallurgical and materials transactions*, vol. 40A, pp. 310–320, 2009.

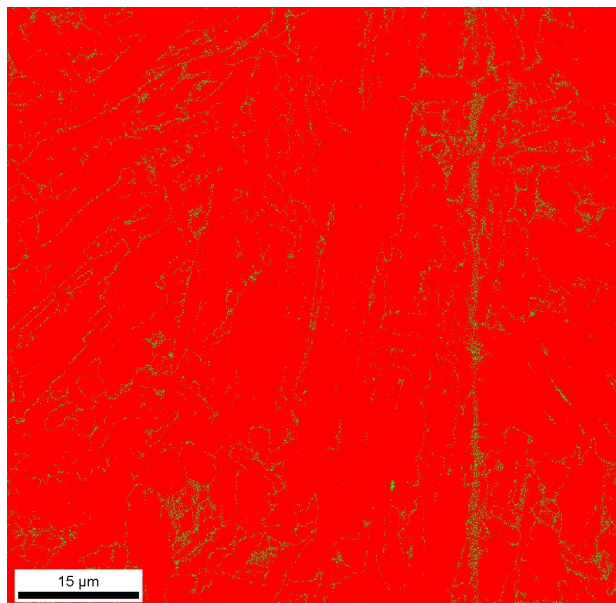


# Vedlegg A

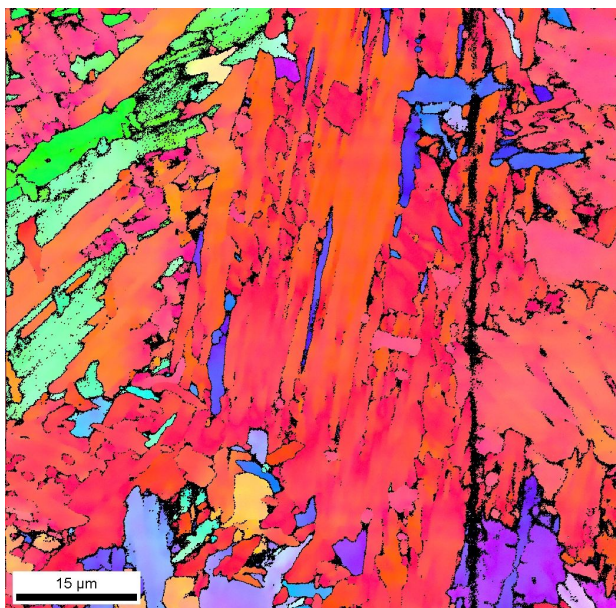
## Resultater

### A.1 Ensyklus sveisesimulert prøve

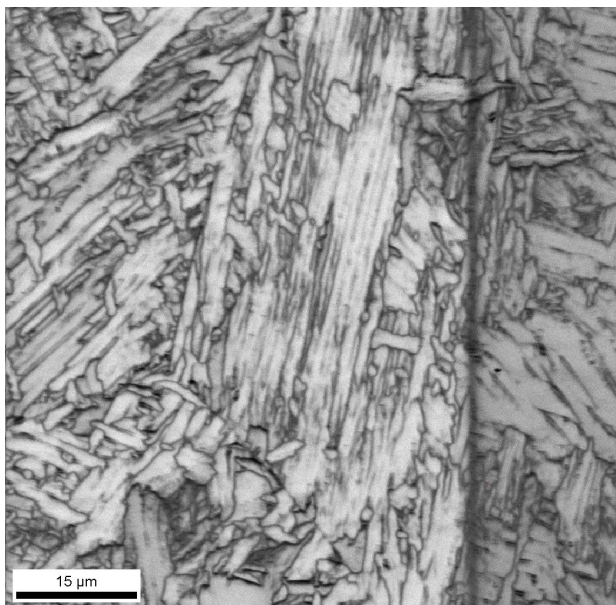
Skann 1



**Figur A.1.1:** *Fasekart*



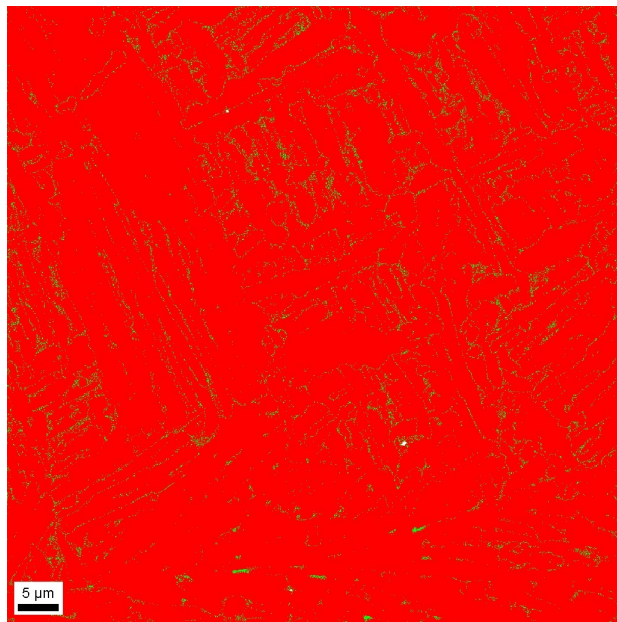
**Figur A.1.2:** *Orienteringskart*



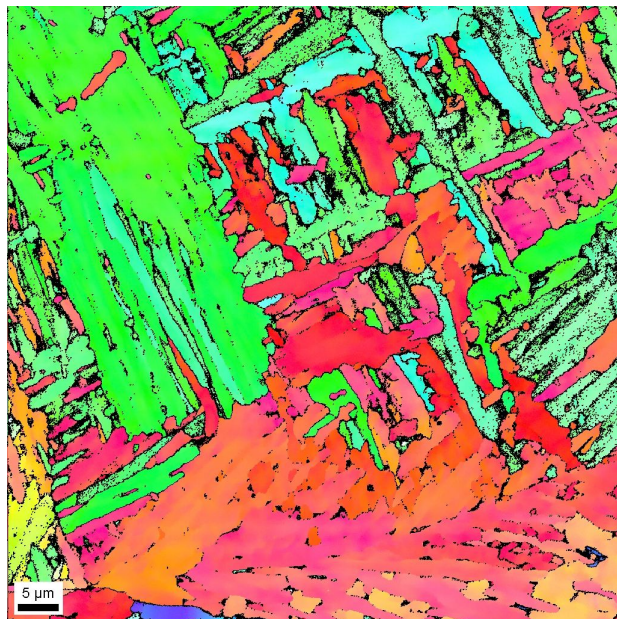
**Figur A.1.3:** *IQ-kart*



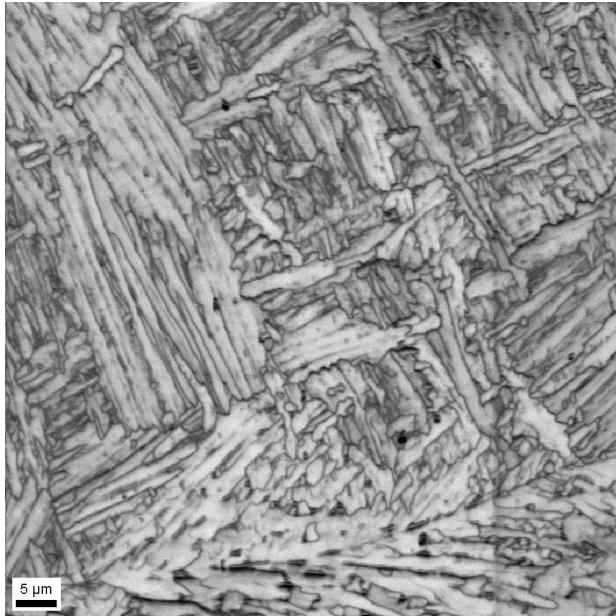
Skann 2



Figur A.1.4: *Fasekart*

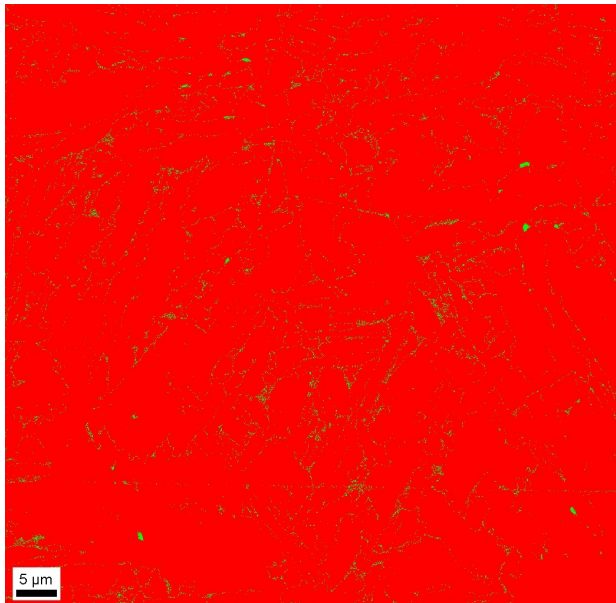


Figur A.1.5: *Orienteringskart*

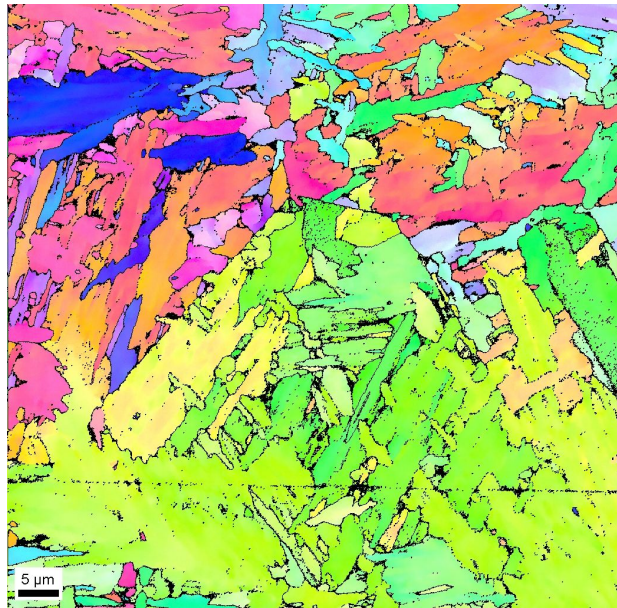


**Figur A.1.6:** *IQ-kart*

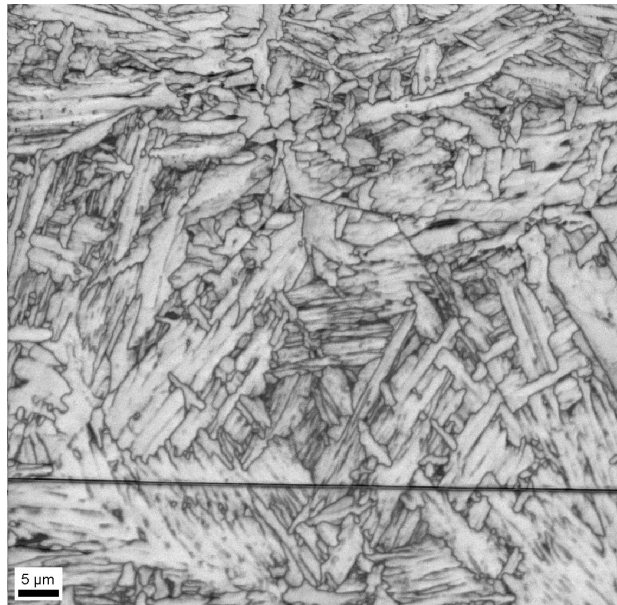
**Skann 4**



**Figur A.1.7:** *Fasekart*



Figur A.1.8: *Orienteringskart*

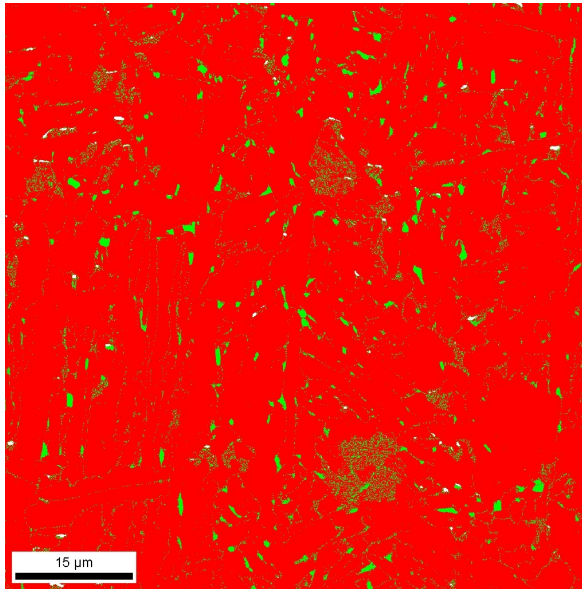


Figur A.1.9: *IQ-kart*

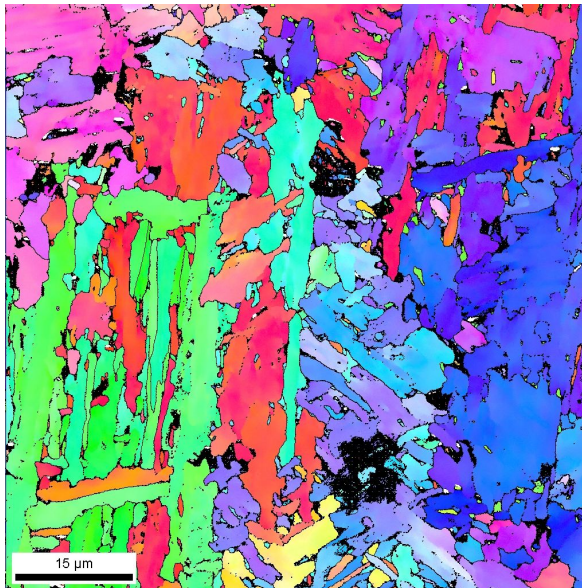


## A.2 Tosityklus sveisesimulert prøve

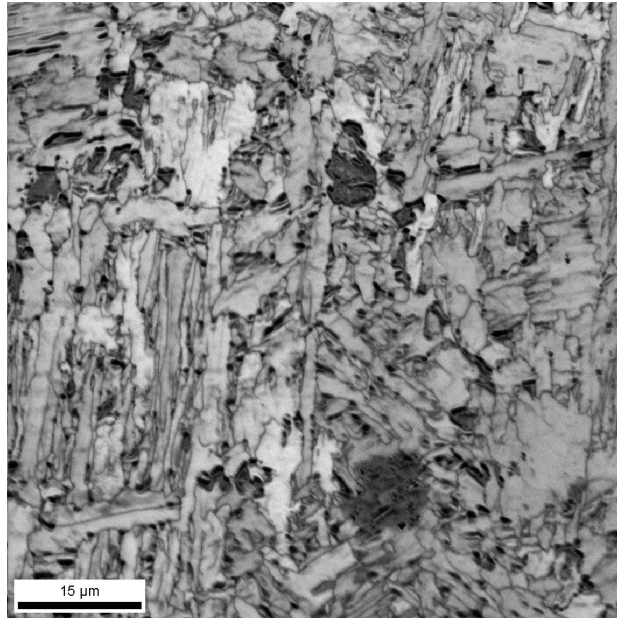
Skann 1



Figur A.2.1: *Fasekart*

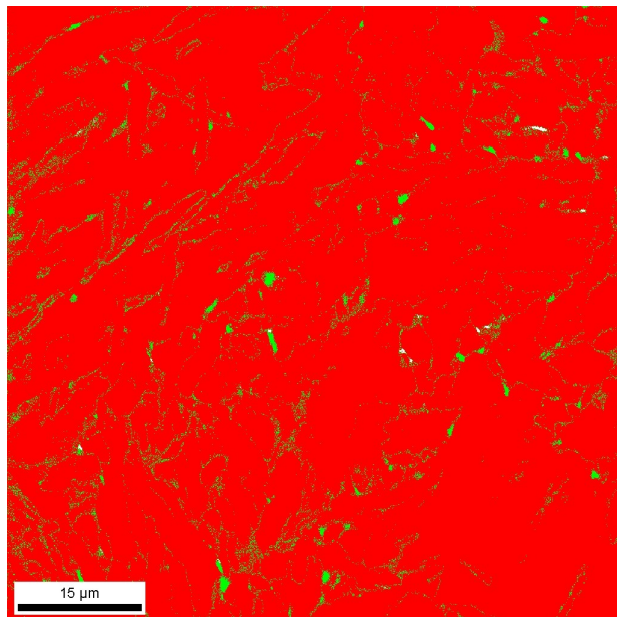


Figur A.2.2: *Orienteringskart*

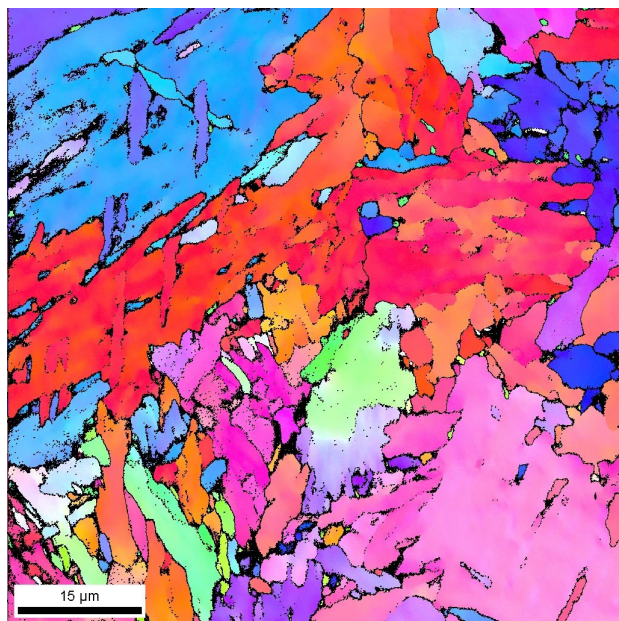


Figur A.2.3: *IQ-kart*

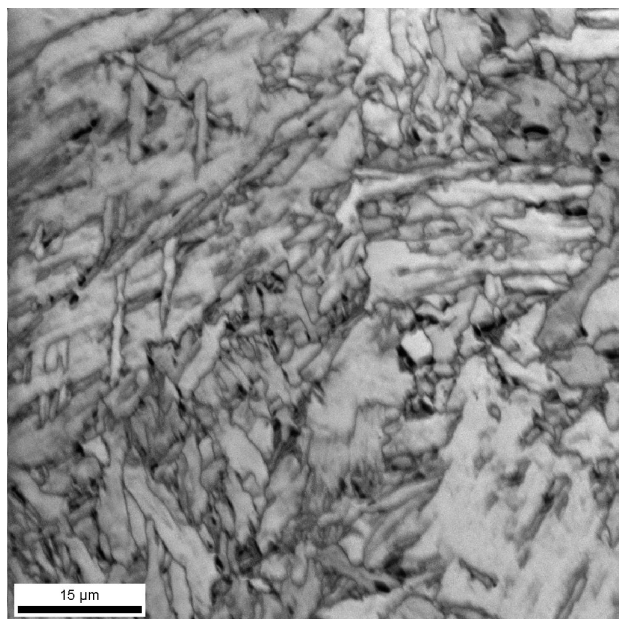
Skann 2



Figur A.2.4: *Fasekart*



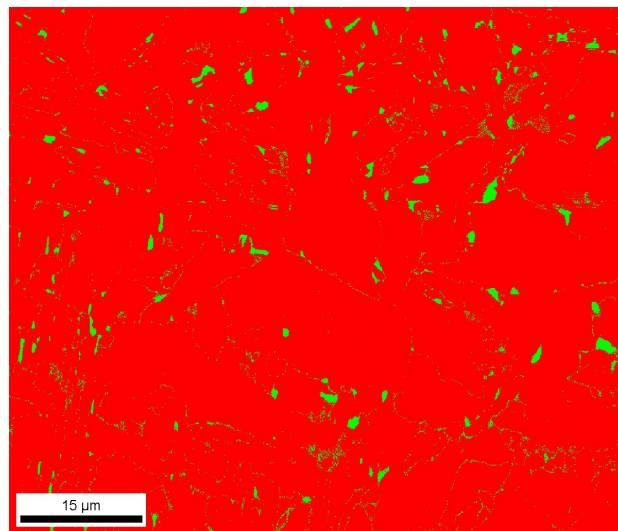
**Figur A.2.5:** *Orienteringskart*



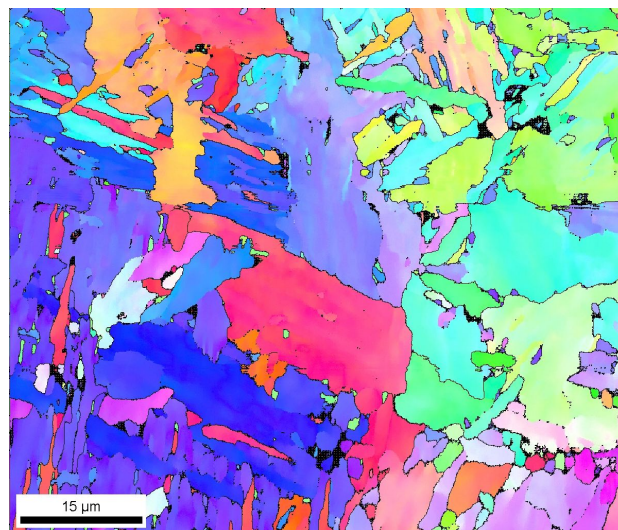
**Figur A.2.6:** *IQ-kart*



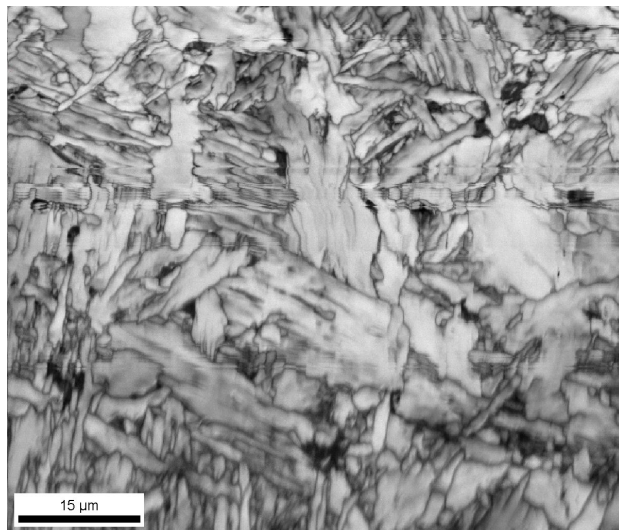
Skann 4



Figur A.2.7: *Fasekart*



Figur A.2.8: *Orienteringskart*

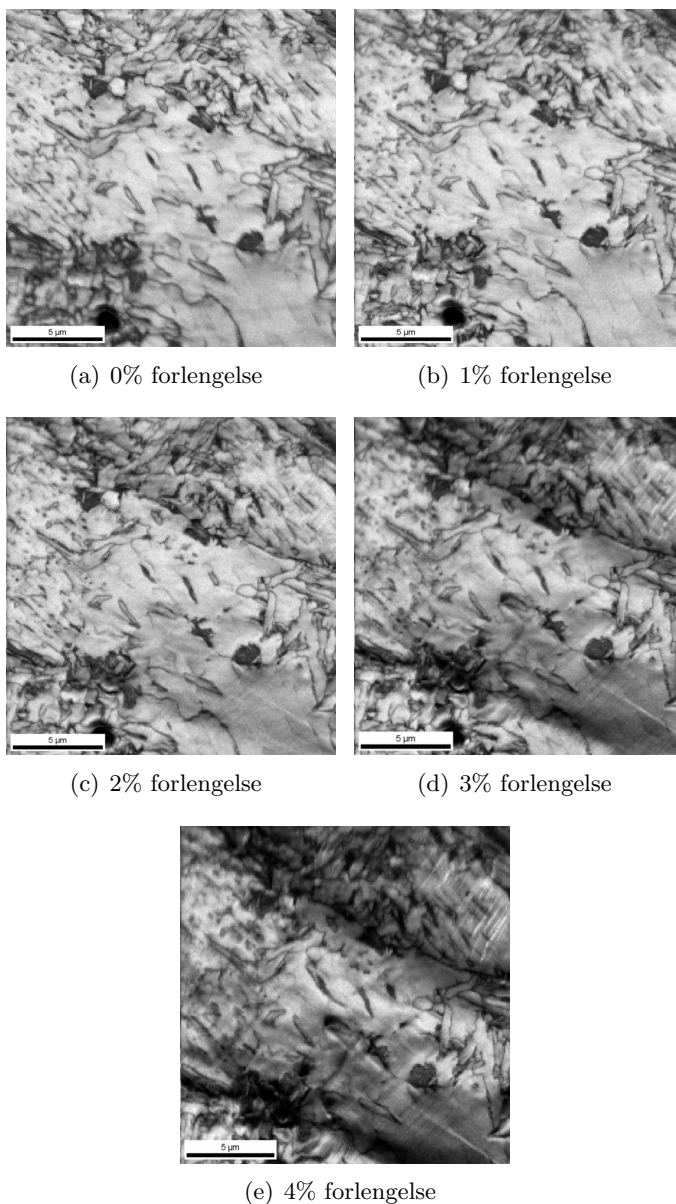


**Figur A.2.9:** *IQ-kart*



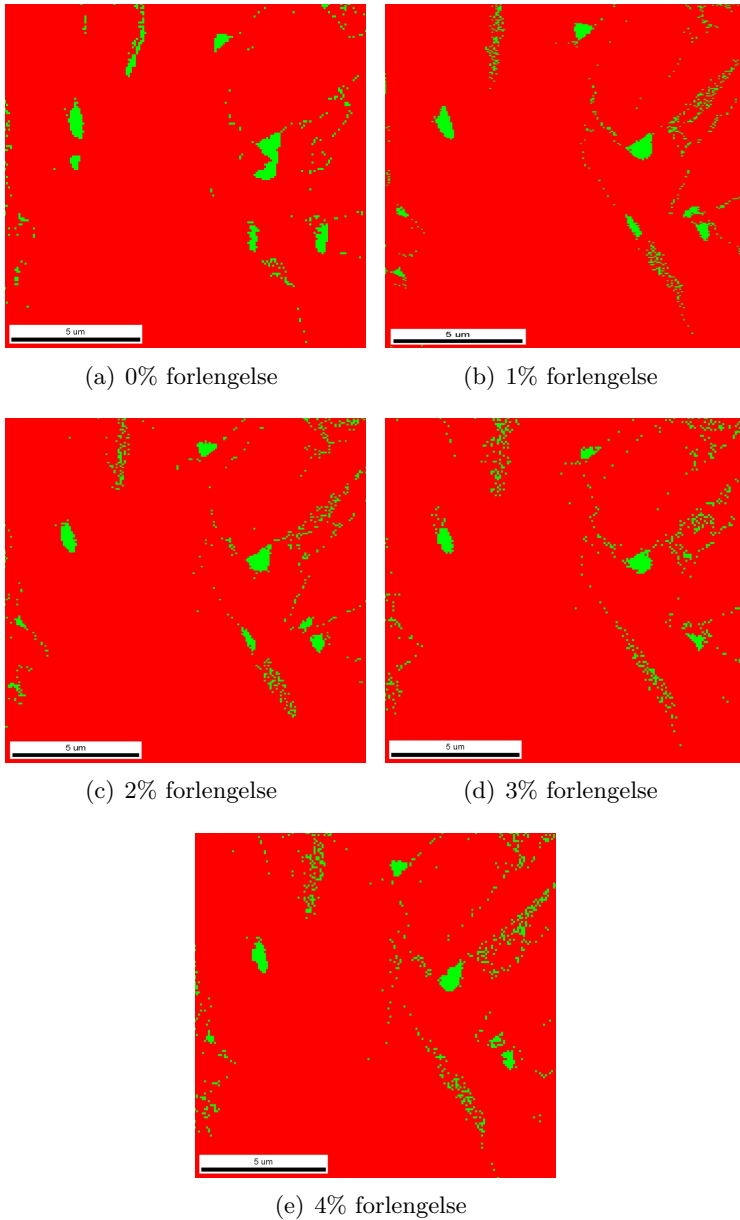
### A.3 In situ EBSD undersøkelser ved romtemperatur

#### Forsøk nummer 1

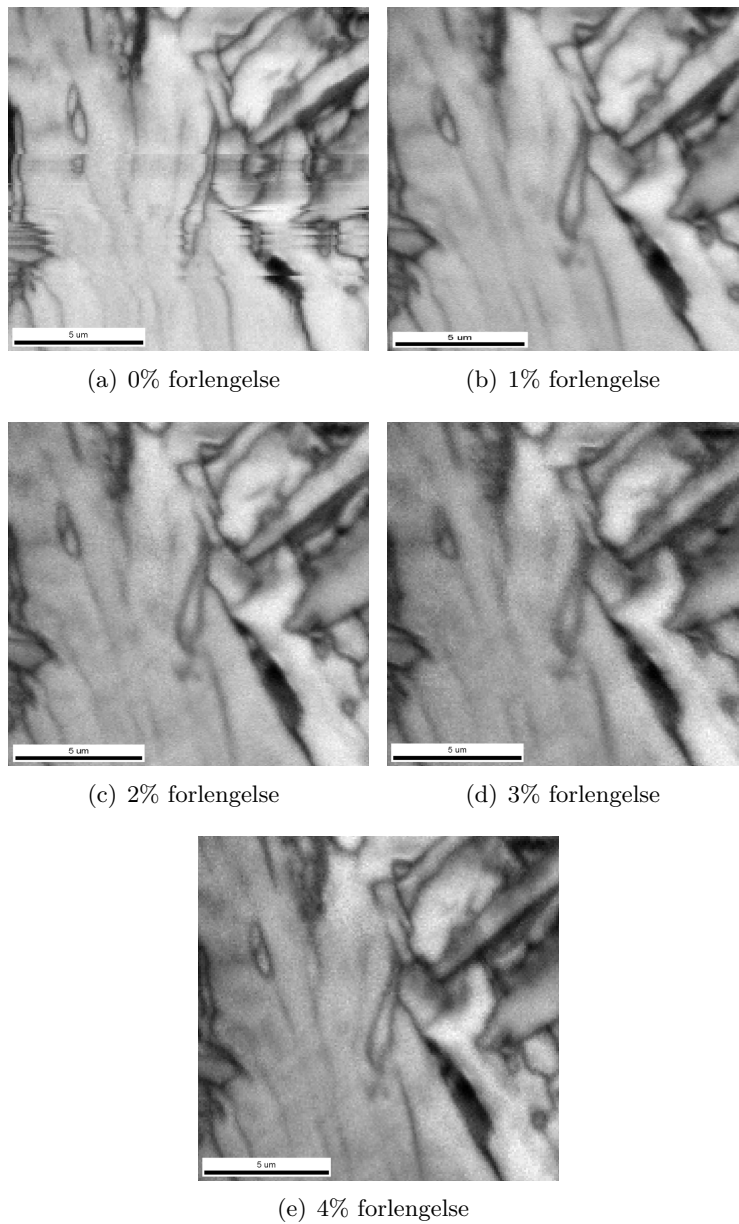


**Figur A.3.1:** IQ-kart for forsøk nummer 1 ved romtemperatur

Forsøk nummer 2



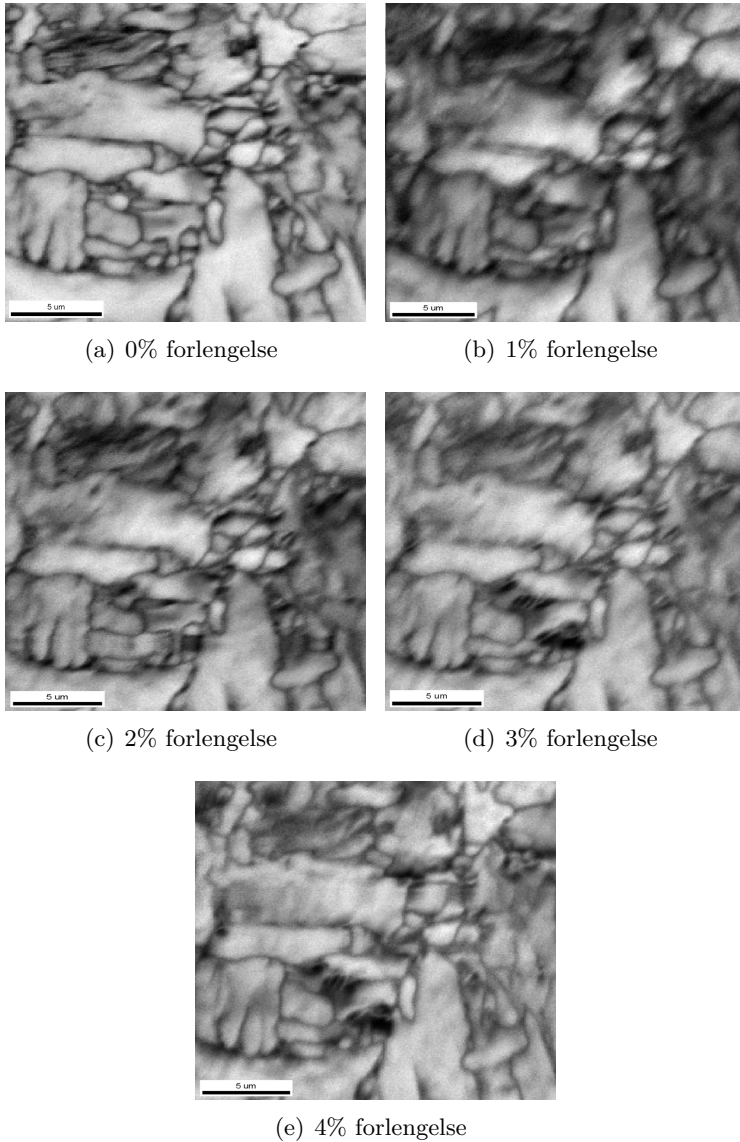
**Figur A.3.2:** *Fasekart for forsøk nummer 2 ved romtemperatur*



**Figur A.3.3:** IQ-kart for forsøk nummer 2 ved romtemperatur

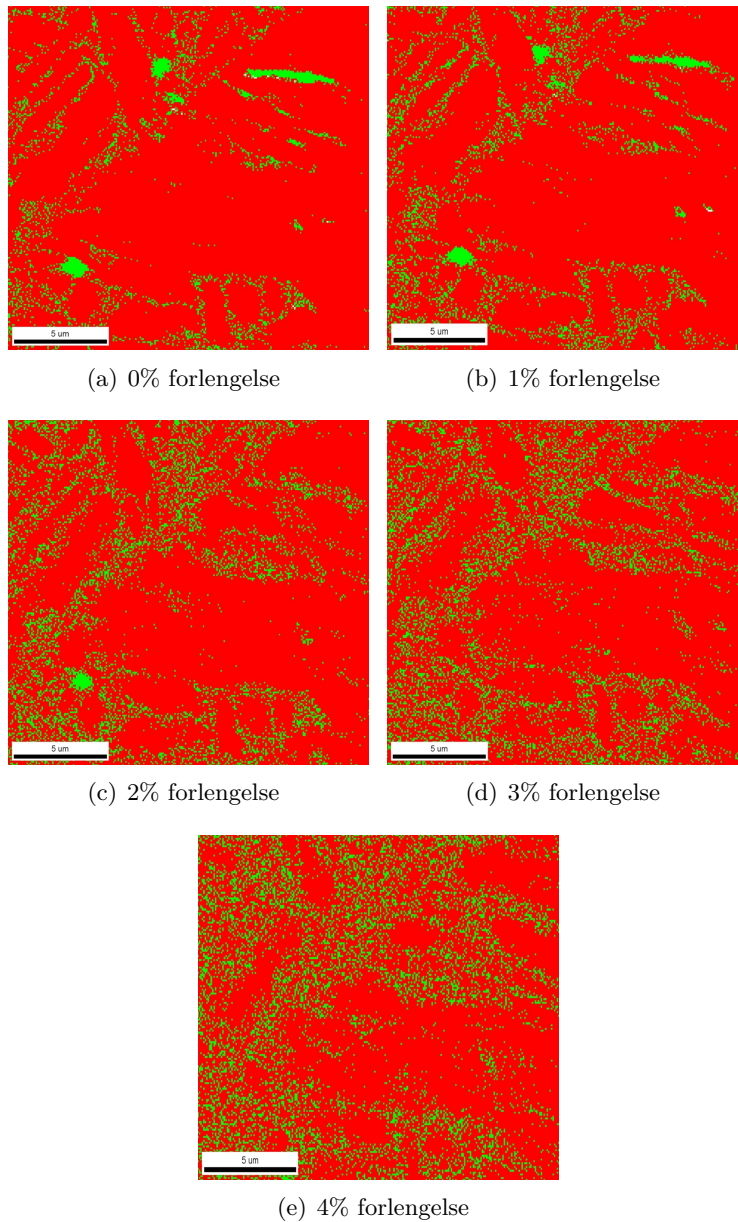
## A.4 EBSD undersøkelser ved -60 °C

### Forsøk nummer 1

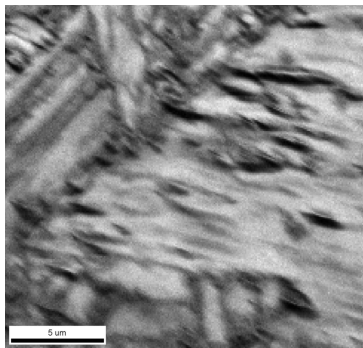


**Figur A.4.1:** IQ-kart for forsøk nummer 1 ved -60 °C

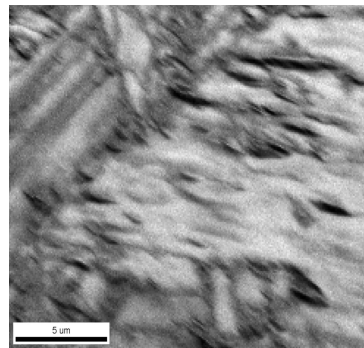
## Forsøk nummer 2



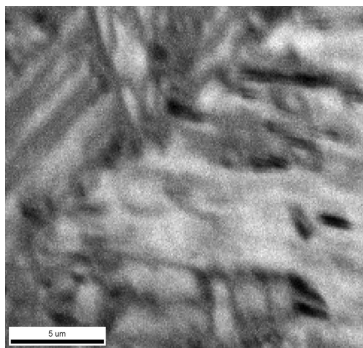
**Figur A.4.2:** Fasekart for forsøk nummer 2 ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$



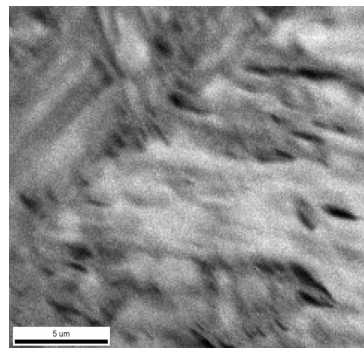
(a) 0% forlengelse



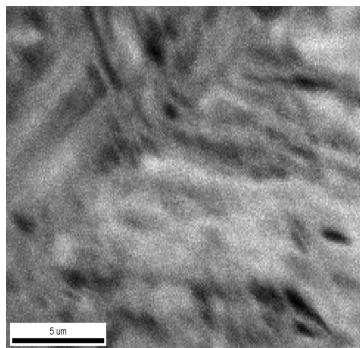
(b) 1% forlengelse



(c) 2% forlengelse



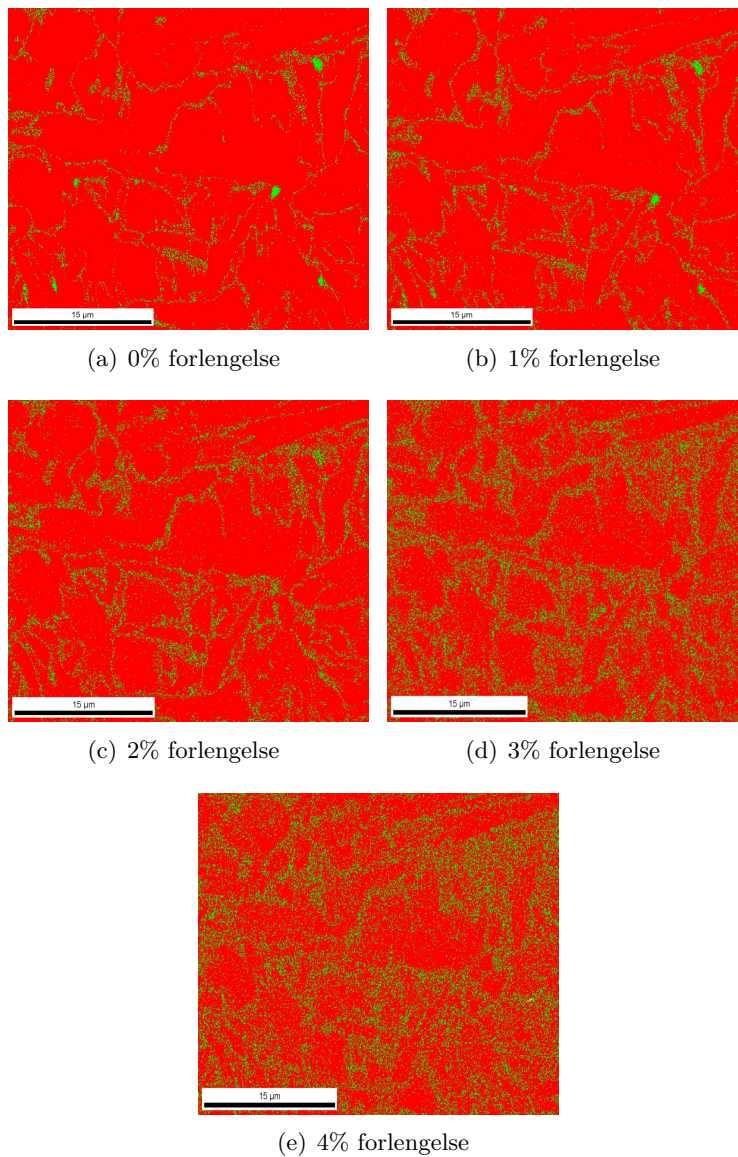
(d) 3% forlengelse



(e) 4% forlengelse

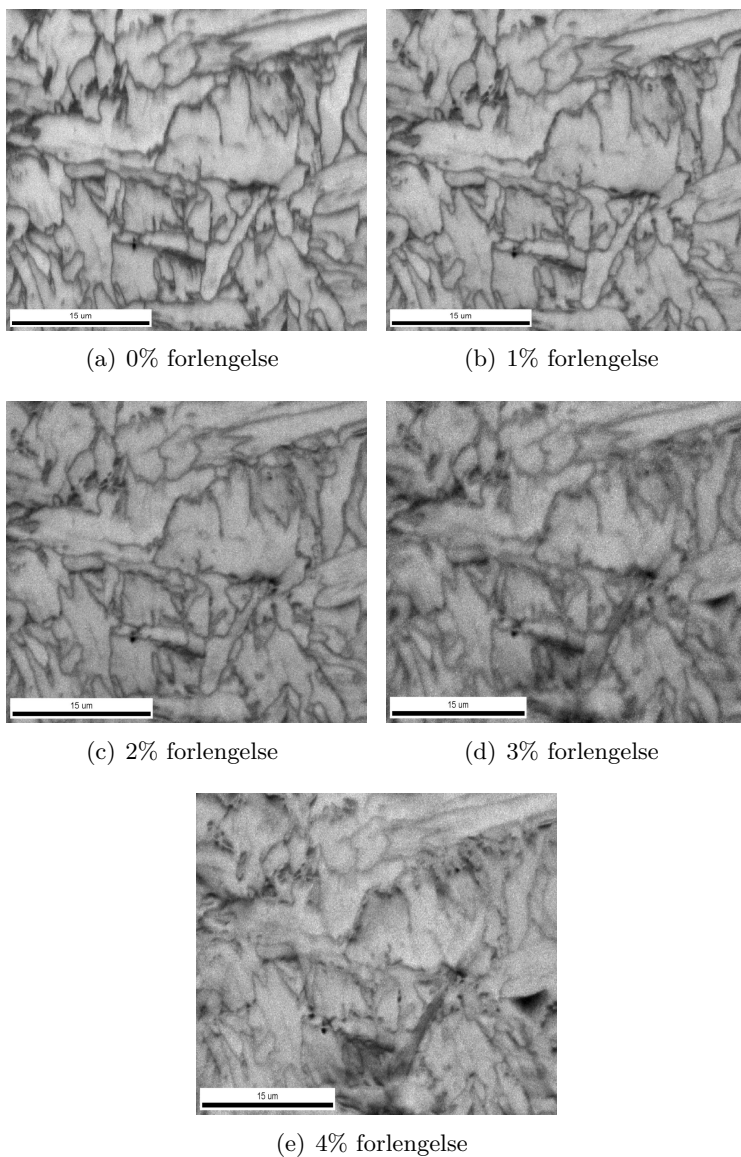
**Figur A.4.3:** IQ-kart for forsøk nummer 2 ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$

## Forsøk nummer 3



**Figur A.4.4:** *Fasekart for forsøk nummer 3 ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$*





**Figur A.4.5:** *IQ-kart for forsøk nummer 3 ved -60 °C*



## Vedlegg B

# ISOPE artikkel

Denne artikkelen skal presenteres på ISOPE (International Offshore (Ocean) and Polar Engineering) konferansen som finner sted på Maui, Hawaii, 19 - 24 juni 2011. Resultatene presentert i denne artikkelen er basert på eksperimenter utført i forbindelse med denne masteroppgaven.

## In situ EBSD investigation of arctic steel at sub-zero temperatures

*J.H. Pedersen<sup>1</sup>, S.P. Astad<sup>2</sup>, M. Karlsen<sup>1,2</sup>, J. Hjelen<sup>1</sup>, J.K. Solberg<sup>1</sup>, O.M. Akselsen<sup>1,3</sup> and E. Østby<sup>3</sup>*  
*<sup>1</sup>Norwegian University of Science and Technology (NTNU), <sup>2</sup> Statoil ASA, <sup>3</sup> SINTEF, Trondheim, Norway*

### ABSTRACT

Combined in situ tensile testing in a high resolution field emission scanning electron microscope (FESEM) and electron backscatter diffraction (EBSD) measurements was carried out at room temperature and -60 °C on weld thermal simulated HSLA steel. EBSD measurements were conducted at different elongation levels to look for changes in the microstructure. The experiments reveal that retained austenite transforms to martensite under deformation at -60 °C. This is not the case at room temperature where phase transformation does not occur in the majority of the retained austenite grains.

**KEY WORDS:** arctic steel; EBSD; deformation; In Situ; sub-zero; SEM.

### INTRODUCTION

It is estimated that approximately 30 % of the remaining gas reserves and 13% of the remaining oil reserves may be located in the arctic region, north of the polar circle (Gautier et al., 2009). Oil and gas activities in these regions have to cope with extreme climatic conditions from ice, snow and very low temperatures. It is therefore of vital importance to apply robust materials for safe and cost-effective hydrocarbon exploration and production in arctic environments. The parent microstructure of high strength low alloy (HSLA) steels has a fine balance between strength and toughness at low temperatures. However, these favourable mechanical properties may be altered during welding. Brittle phases, such as martensite-austenite (M-A) islands, may form during the weld cycles (Chen et al., 1984; Akselsen et al., 1987 and 1988; Li et al., 2001), and this can lead to brittle fracture at low temperatures. Increased knowledge and understanding of these phases and how they influence the low temperature behaviour of HSLA steels is therefore of great interest. Today it is possible to conduct microstructure examinations of steels during in situ tensile testing from elevated to sub zero temperatures inside the high resolution field emission scanning microscope (FESEM) (Karlsen et al., 2009). This is possible by using a purpose built tensile testing device in conjunction with the electron backscatter diffraction (EBSD) technique (Chiron et al., 1996). With the EBSD technique a stationary beam of electrons penetrates the specimen inside a FESEM. The specimen is tilted

approximately 70° to allow backscattered electrons to escape from the surface of the sample. The backscattered electrons are diffracted at crystal lattice planes and they provide information about the lattice structure and crystallographic orientation from the point which they originate. The diffracted signal is collected on a phosphor screen and stored for further analysis. By using a fully automated EBSD system the electron beam moves across a predefined grid and the diffraction patterns are measured at each point, which allows the microstructure to be reconstructed. Typical applications of EBSD include grain size and grain orientation measurements, texture analysis, phase discrimination and measures of local crystalline perfection (Humphreys, 2001). These microstructure characteristics can be used to determine the mechanical properties of the examined material. By combining EBSD measurements with in situ experiments valuable information regarding the microstructure response can be obtained. In the present work in situ tensile testing and EBSD analysis has been carried out on weld thermal simulated HSLA steel that is designed for low temperature applications. The purpose was to determine whether this combined technique could be applied to study the microstructure evolution of the steel during ambient and low temperature deformation.

### EXPERIMENTAL

#### Base Material

The steel investigated is a HSLA steel with 420 MPa yield strength. The chemical composition is 0.09C-0.19Si-1.54Mn-0.004P-0.002S-0.28Cu-0.72Ni-0.02Cr-0.013Nb-0.035N (wt%).

#### In Situ Tensile Testing

The in situ tensile testing device is placed on the top of the SEM stage after removal of the rotation unit, and can be operated at 70° tilt without interfering with the objective lens and detectors of the microscope. The device is shown in Fig. 1 and some key figures are given in Table 1. The device requires the use of specimens with a special geometry, as shown in Fig. 2.

Table 1: Key figures in the tensile testing device

Outer dimension, mm <sup>3</sup>	155 x 95 x 45
Weight, kg	1,6
Load range, kN	0 – 5
Crosshead velocity, $\mu\text{m s}^{-1}$	0,01 – 20
Temperature range, °C	-60 - 500
Sample dimension (length/diameter/height), mm	40/14/3
Gauge volume (length/diameter/height), mm	10/3/3 (max.)

### In Situ Cooling Device

The equipment design for cooling the specimen consists of a container that is filled with liquid nitrogen and attached to the microscope chamber door, massive copper conductors and a cold finger that is connected to the sample. With the experimental setup, the specimen temperature can be varied from ambient temperature to -60 °C prior to and during deformation testing. Fig. 1 shows the cold finger connected to the sample which is mounted in the tensile testing device.

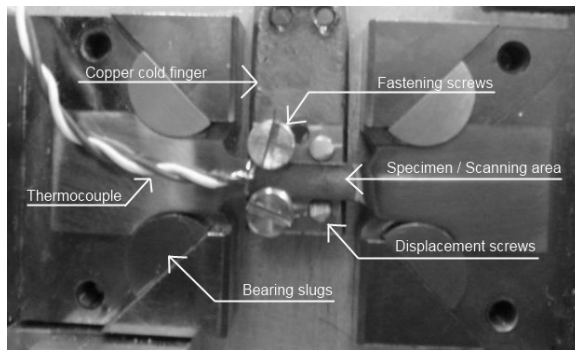


Fig. 1: Specimen mounted in the tensile testing device with the cold finger and thermocouple attached.

### Specimen Heat Treatment and Surface Preparation

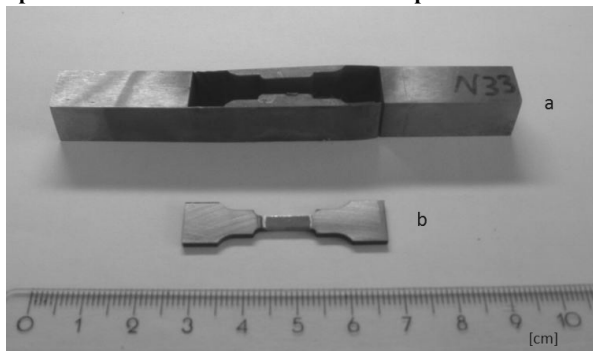


Fig. 2: Photograph showing a) weld simulation rod with the sample removed by spark erosion and b) the sample geometry

Specimens have been subjected to a double cycle weld thermal simulation program with the maximum temperatures of 1350 °C ( $T_{P1}$ ) and 780 °C ( $T_{P2}$ ), and the subsequent cooling times from 800 to 500 °C,  $\Delta t_{8/5}$ , and from 600 to 400 °C,  $\Delta t_{6/4}$ , equal to 15s and 17s, respectively. The obtained microstructure corresponds to intercritically reheated coarse grained heat affected zone (ICCGHAZ). To ensure good pattern quality, the specimen surface must be as smooth as

possible and contamination free. Specimen surface preparation included grinding and mechanical polishing down to 5  $\mu\text{m}$ , followed by electro polishing with Struers AC-2 electrolyte at room temperature. The last two steps consisted of ultrasonic treatment in ethanol and plasma cleaning with Fischione 1020 plasma cleaner, both for 3 minutes, in the order stated.

### Testing Conditions

The EBSD measurements were performed in a Zeiss 55 Ultra FESEM equipped with a NORDIF UF300 detector for offline and high speed EBSD data collection. The offline system stores the EBSD for later processing, this increased speed and reliability for the EBSD technique and will soon become standard (Schwarzer et al., 2010). Indexing and post processing of the diffraction patterns were carried out using EDAX/TSL OIM 5.2 software. When indexed, each point is given a confidence index (CI) which gives the probability that the pattern is correctly indexed. CI is given as a value between 0 and 1 and the probability for a correctly indexed point increases with increasing CI value. The EBSD investigations were conducted using an accelerating voltage of 20 kV, a tilt angle of 70°, an aperture size of 300  $\mu\text{m}$  in high current mode and a working distance of 22 mm. The step size was set to 80 nm. Tensile testing was carried out from zero strain up to 4% nominal plastic strain at room temperature and at -60 °C. All EBSD mapping was carried out with the sample load kept at a selected strain level. The EBSD EDAX/TSL OIM 5.2 post-processing software offers several data cleaning methods. In the present study, no cleaning is performed to avoid manipulating the raw data. At zero strain, a large scan (150  $\mu\text{m}$  x 150  $\mu\text{m}$ ) was conducted to locate the retained austenite in the microstructure. An area of interest with positively identified retained austenite was then selected as a focus area (20  $\mu\text{m}$  x 20  $\mu\text{m}$ ) for further investigation. The focus area was then scanned after 1%, 2%, 3% and 4% elongation.

### RESULTS

Fig. 3 shows a) an EBSD phase map, b) EBSD image quality (IQ) map and c) secondary electron image of the same area from the sample. The microstructure is composed of coarse grained bainite, martensite and M-A islands. In the phase map the austenite (fcc) phase is depicted in green and the bainite and martensite (bcc) in red. Fig. 3 reveals that austenite can easily be distinguished from the bcc structures by EBSD since they have different crystallographic structures. Moreover, the dark regions of the IQ map may have low pattern quality due to high dislocation density; this means that the dark regions may consist of martensite which is associated with high dislocation density. Low pattern quality can also be caused by topography on the sample surface, grain boundaries, contaminations or deformation. Figs. 4 and 5 show phase maps of the examined areas at a) 0%, b) 2% and c) 4% elongation at room temperature and -60 °C, respectively. The retained austenite islands are recognised as clusters of pixels with high confidence index. In addition, single isolated austenite pixels are observed. A detailed examination of these pixels reveals that they frequently appear along grain boundaries and regions with low pattern quality. This indicates that they have been incorrectly indexed. In Fig. 4 it is seen that the majority of the correctly indexed austenite grains do not change, indicating that no major phase transformation did occur during the deformation process at room temperature. However, it is observed that the number of single isolated austenite pixels, representing incorrectly indexed patterns, increases due to grain rotation and topographic development during the elongation. At -60 °C, on the other hand, it is seen that the austenite islands transform to martensite (bcc) during the in situ tensile testing. The deformation induced martensite increases progressively with increasing strain up to

4 % elongation.

It should also be noted that prior to the specimen cooling down to -60 °C, an EBSD scan was conducted at room temperature to see if the cooling resulted in any changes in the microstructure. However, it was revealed that no phase transformation occurred from cooling the specimen. The present experiments have been conducted two times at both room temperature and at -60 °C, and they show the same results both times for each testing temperature.

Table 2: Shows the percentage of austenite (with  $CI \geq 0.05$ ) for the scanned areas in Figs. 4 and 5.

Elongation [%]	-60 °C [% austenite]	Room temperature [% austenite]
0	2.3	0.7
2	1.6	0.7
4	0.7	0.6

Table 2 shows that the specimen tested at room temperature have almost the same amount of austenite at 0 %, 2 % and 4 % elongation. While the specimen tested at -60 °C starts out with 2.3 % austenite at 0 % elongation and ends up with 0.7 % austenite at 4 % elongation. Only pixels with  $CI \geq 0.05$  have been taken into consideration.

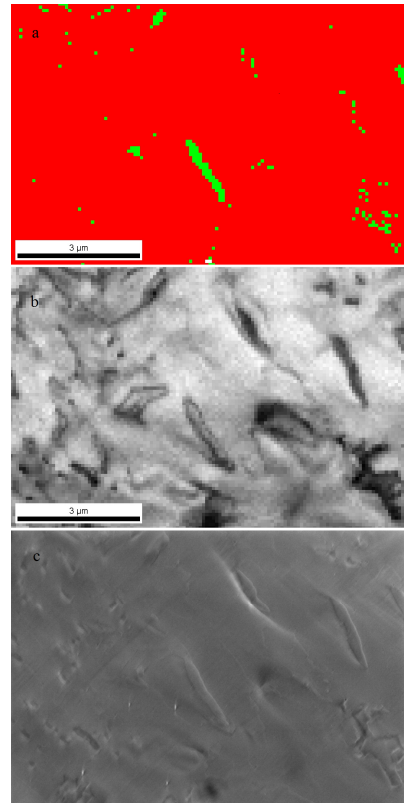


Fig. 3: Comparison of EBSD and secondary electron image at 3 % elongation. a) EBSD phase map. a) EBSD image quality map. c) Secondary electron image.

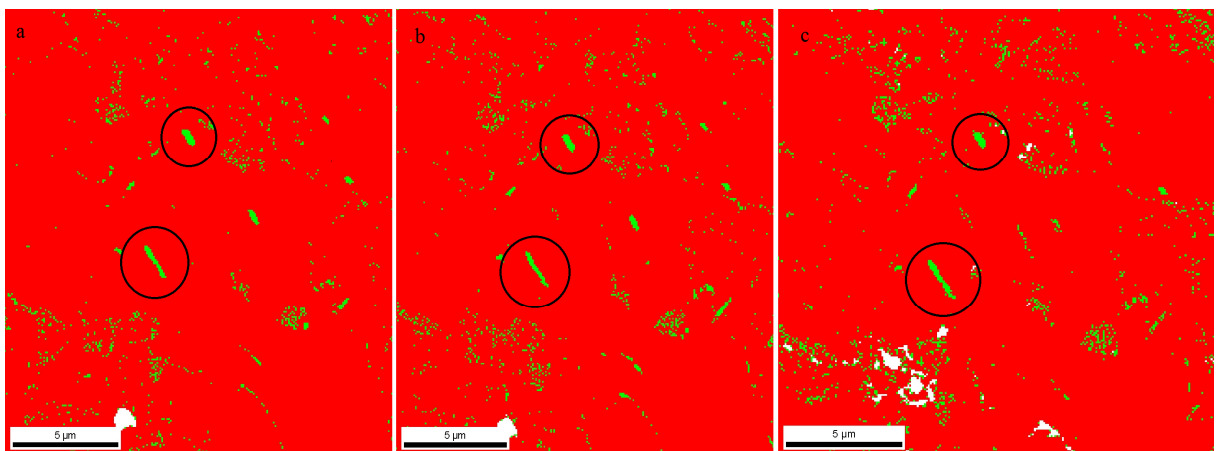


Fig. 4: Phase map for the specimen tested at room temperature at a) 0%, b) 2% and c) 4% elongation. Red color indicates BCC structure and green indicates FCC (austenite). The same austenite grains are marked with a black circle in all three maps. White pixels are non indexed pixels due to contamination or topography induced deformation.

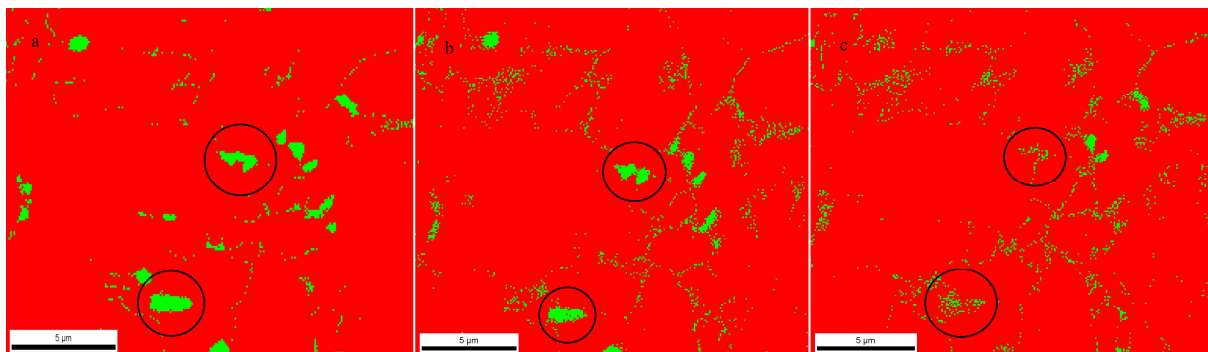


Fig. 5: Phase map for specimen tested at  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  at a) 0%, b) 2% and c) 4% elongation. Red color indicates BCC structure and green indicates FCC structure (austenite). Notice that the austenite grains disappear when the material is elongated. The same austenite grains are marked with a black circle in all three maps.

## DISCUSSION

The present study has revealed that the austenite (fcc) structure easily can be separated from the bainite and martensite (bcc) structures of the examined HSLA steel. Therefore, the material is a suitable candidate for studying the progressive microstructure response during deformation. The present examination has demonstrated that the test set up can be applied to examine in situ microstructure evolution at both ambient and sub zero temperatures in combination with tensile testing. During in-situ tensile testing at room temperature it was confirmed that the majority of the retained austenite does not transform to martensite up to 4 % elongation. However, at  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  the retained austenite in the weld thermal simulated microstructure transform readily to martensite due to an increase in the thermodynamic driving force for the transformation. Moreover, it was revealed that the fresh martensite forms progressively with increasing plastic strains.

## CONCLUSION

The present work has shown that the EBSD technique is an important tool for measuring the microstructure of the examined HSLA steel. It was observed that austenite phase can easily be separated from the martensite and bainite phases. It was also demonstrated that EBSD measurements can be performed in conjunction with in-situ tensile testing at ambient and sub-zero temperatures in the FESEM to study the microstructure evolution of the steel during deformation. Valuable information of the microstructure response, including phase transformation and grain rotations can then be obtained. The EBSD measurements disclosed that austenite phase transforms to martensite (bcc) during the in situ tensile testing at  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  due to an increase in the thermodynamic driving force for the transformation. This was not the case at room temperature, where the majority of retained austenite did not transform during the elongation.

## ACKNOWLEDGEMENTS

The authors acknowledge the Norwegian University of Science and Technology (NTNU) and SINTEF for providing access to the equipment and materials used in the microstructure examination. The authors wish to thank the Research Council of Norway for funding through the Petromaks Programme, Contract No.187389/S30. The financial support from ENI, Statoil, Total, Scana Steel Stavanger, JFE Steel, Nippon Steel Corporation, Brück Pipeconnections, Miras

Grotnes, Bredero Shaw, Trelleborg, GE Oil and Gas, Aker Solutions and Technip are also acknowledged.

## REFERENCES

- Akselsen, OM, Solberg, JK, Grong, Ø (1988). "Effects of martensite-austenite (M-A) islands on intercritical heat-affected zone toughness of low carbon microalloyed steels", *Scand. J. Met.*, Vol.17, pp 194-200.
- Akselsen, OM, Grong, Ø, Solberg, JK (1987). "Structure-property relationships in intercritical heat affected zone of low carbon microalloyed steels", *Mater.Sci.Technol.*, Vol.3, pp 649-655.
- Chen, JH, Kikuta, Y, Araki, T, Yoneda, M, and Matsuda, Y (1984). "Micro-fracture behavior induced by M-A constituent (island martensite) in simulated welding heat affected zone of HT80 high strength low alloy steel", *Acta Metall.*, Vol.32, pp 1779-1788.
- Chiron, R, Fryet, J, and Lesegno, PVD, (1996). "Device for SEM and EBSP in situ tensile tests up to  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ , in Local Strain and Temperature Measurements in Non-Uniform fields at Elevated Temperatures". *Woodhead Publishing Limited*, Cambridge UK, pp 149-158.
- Gautier, DL, Bird, KJ, Charpentier, RR, Grantz, A, Houseknecht, DW, Klett, TR, Moore, TE, Pitman, JK, Schenk, CJ, Schuenemeyer, JH, Sorensen K, Tennyson, ME, Valin, ZC and Wandre, CJ (2009). "Assessment of undiscovered oil and gas in the arctic" *Science*, 324(5931):1175-1179.
- Humphreys, FJ (2001). "Review Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction", *Journal of material science*, 36, pp 3833 – 3854
- Karlsen, M, Grong, Ø, Søfferud, M, Hjelen, J, Rørvik, G and Chiron, R (2009). "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", *Met. Trans.*, 40 A, pp 310-320.
- Li, Y, Crowther, DN, Green, MJW, Mitchell, PS, and Baker, TN (2001). "The Effect of Vanadium and Niobium on the Properties and Microstructure of the Intercritically Reheated Coarse Grained Heat Affected Zone in Low Carbon Microalloyed Steels". *ISIJ Int.*, 41, pp 46-55.
- Schwarzer, RA, Hjelen, J (2010). "High-speed orientation microscopy with offline solving sequences of EBSD patterns". *Solid State Phenomena*, Vol. 160, pp 295-300.



# Vedlegg C

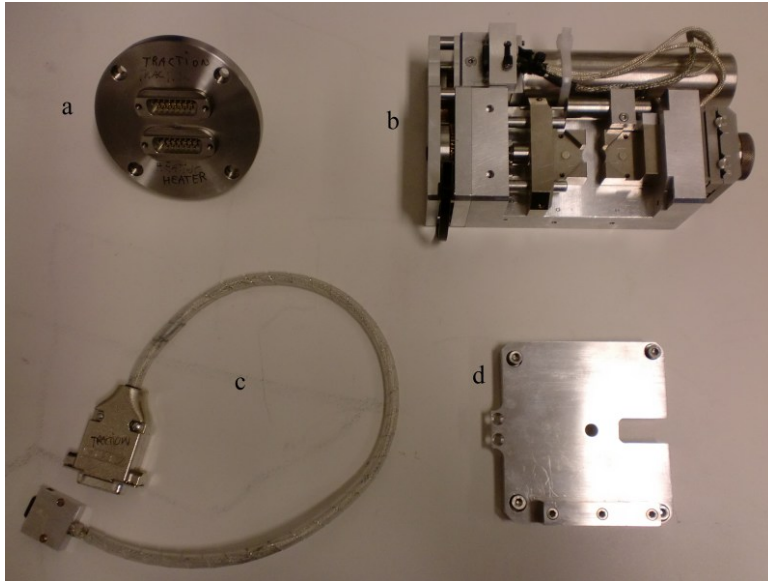
## Assembly manual

Assembly manual for in situ tensile stage and cold finger on Zeiss Gemini Ultra 55 Limited Edition

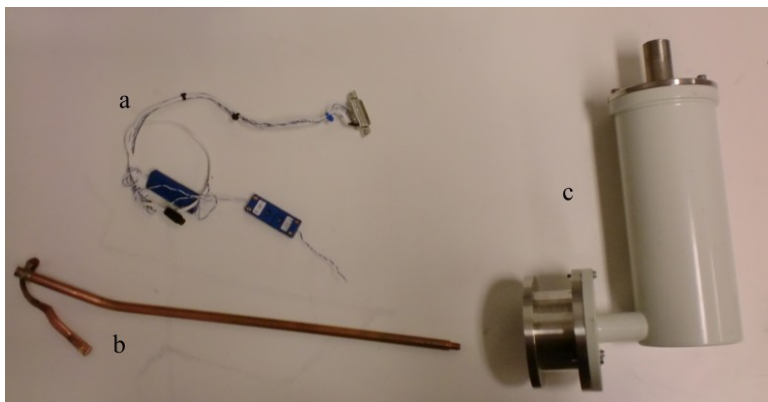
### Tools required

1. One hexagonal key size xx
2. One hexagonal key size xx
3. Plastic gloves. Always use plastic gloves when working inside the SEM, or in contact with equipment that goes into the SEM.
4. The first thing you have to do is initialize stage, this is done in the SmartSem program under Stage ⇒ Initialize stage...

## Bill of materials



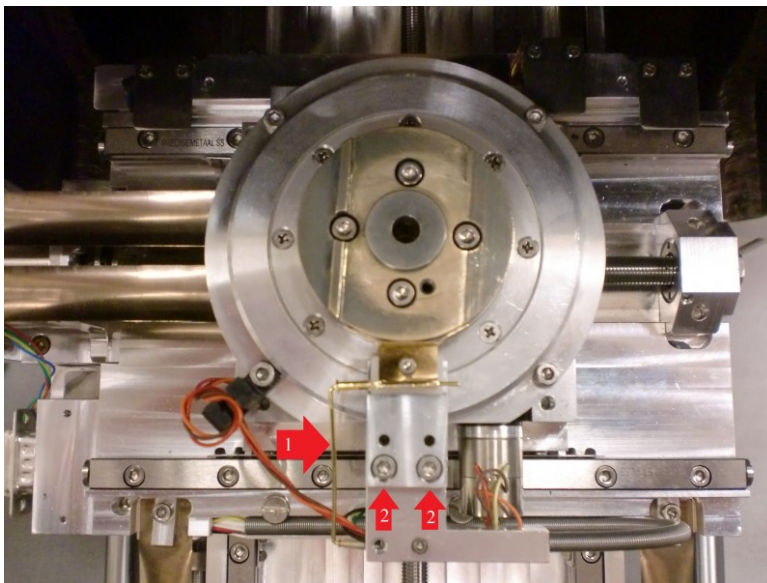
**Figure 6:** *Tension stage parts. (a) chamber door contact (b) tesile stage (c) traction cable (d) mounting bracket*



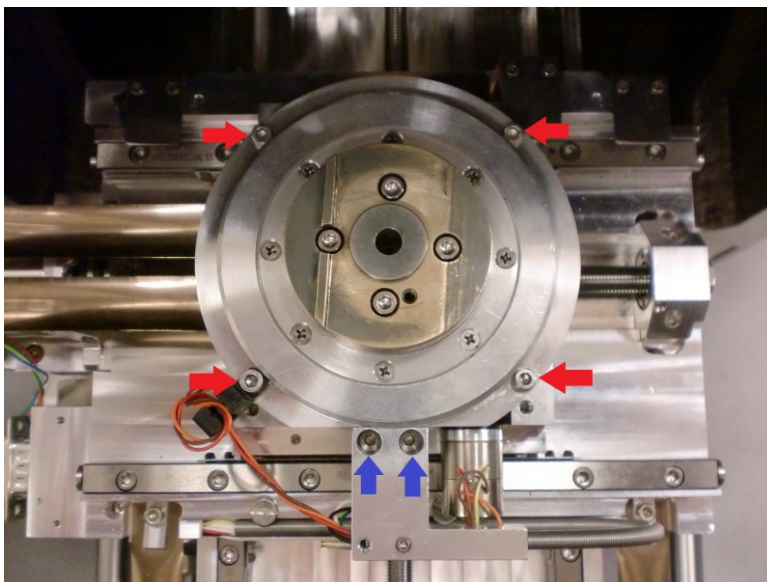
**Figure 7:** *Cold finger parts. (a) thermocouple (b) cold finger (c) liquid nitrogen container*



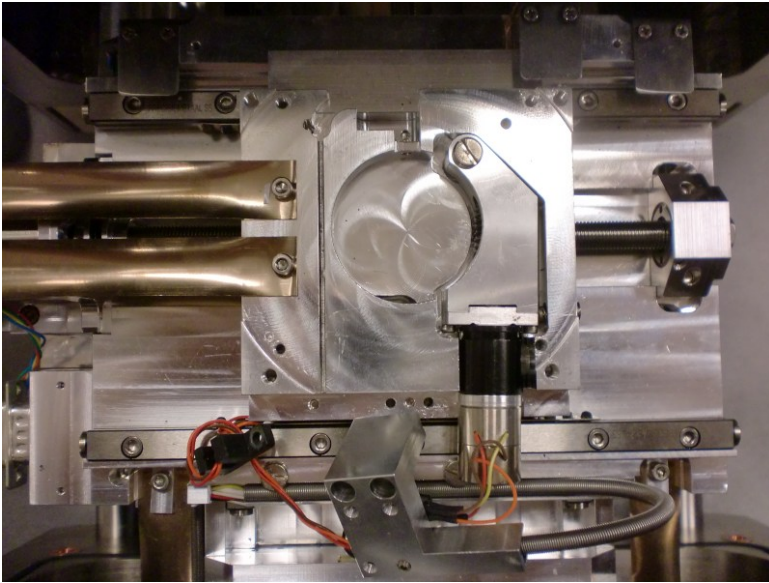
## Disassembly of the rotation unit



**Figure 8:** Remove the gold pin (1) and unscrew the marked screws (2)

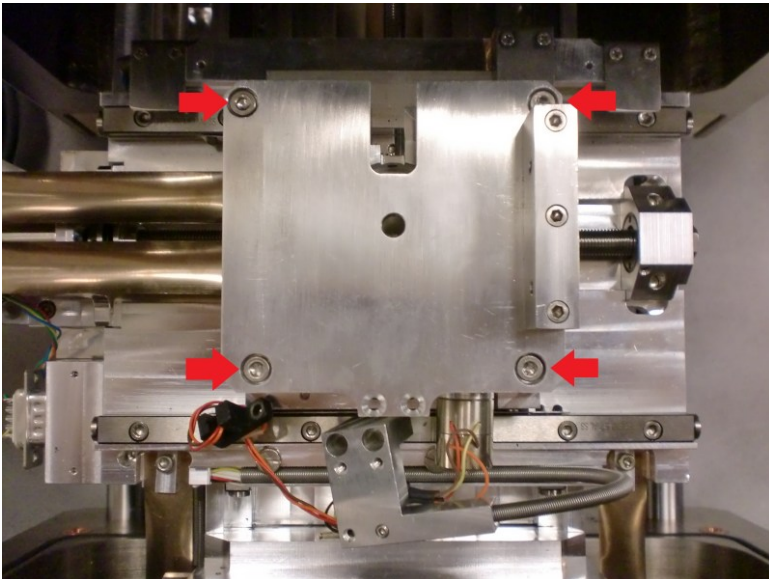


**Figure 9:** Unscrew all the marked screws and remove the rotation unit, the two screws marked blue are later used to fasten the tesile stage.

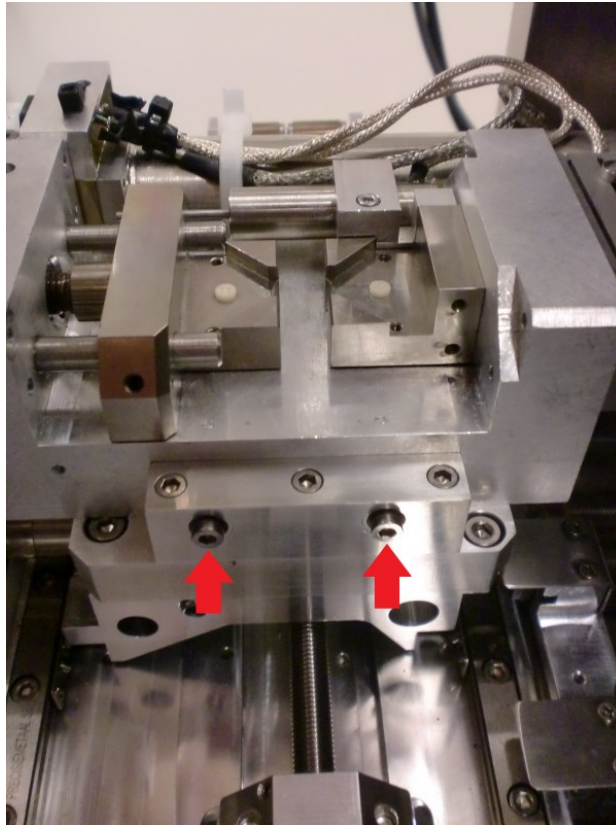


**Figure 10:** *This is how it should look like when the rotation unit is removed.*

## Mounting the tensile stage



**Figure 11:** *Place the mounting bracket on top of the stage and fasten the screws marked red.*



**Figure 12:** *Place the tensile stage on top of the mounting bracket and fasten it by two screws from the side.*



**Figure 13:** *Mount the tesile stage cable and thermocouple to the door contact, lead the cables through the door and screw the contact to the door.*

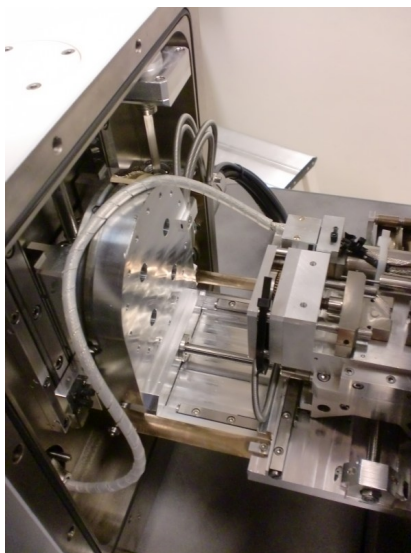


**Figure 14:** *Connect the cables from the movable computer. Traction in the upper contact and heating in the lower contact.*



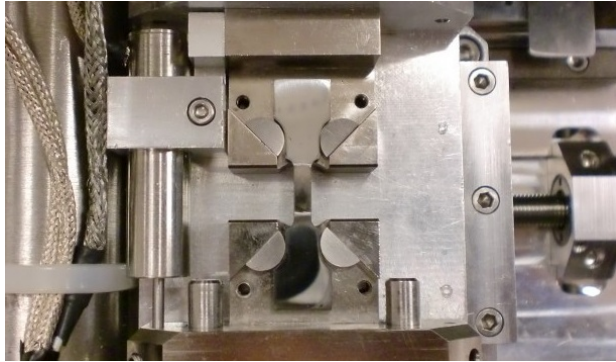


**Figure 15:** *Test the thermocouple and make sure it responds by squeezing it with your fingertips.*

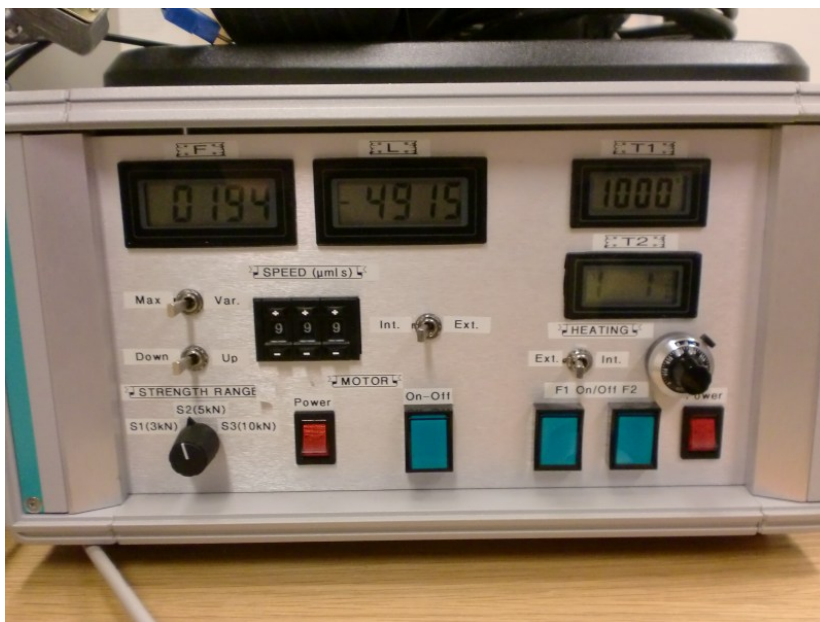


**Figure 16:** *Connect the traction cable to the tensile stage and place the cable as shown in the picture. When connecting and disconnecting the cable, pull the metal connectors and not the cable in itself!*

## Mounting of the specimen



**Figure 17:** The specimen correctly placed in the tensile stage with four bearing slugs. Use titanium or ceramic bearing slugs if thermomechanical experiments will be conducted. Otherwise use steel bearing slugs.



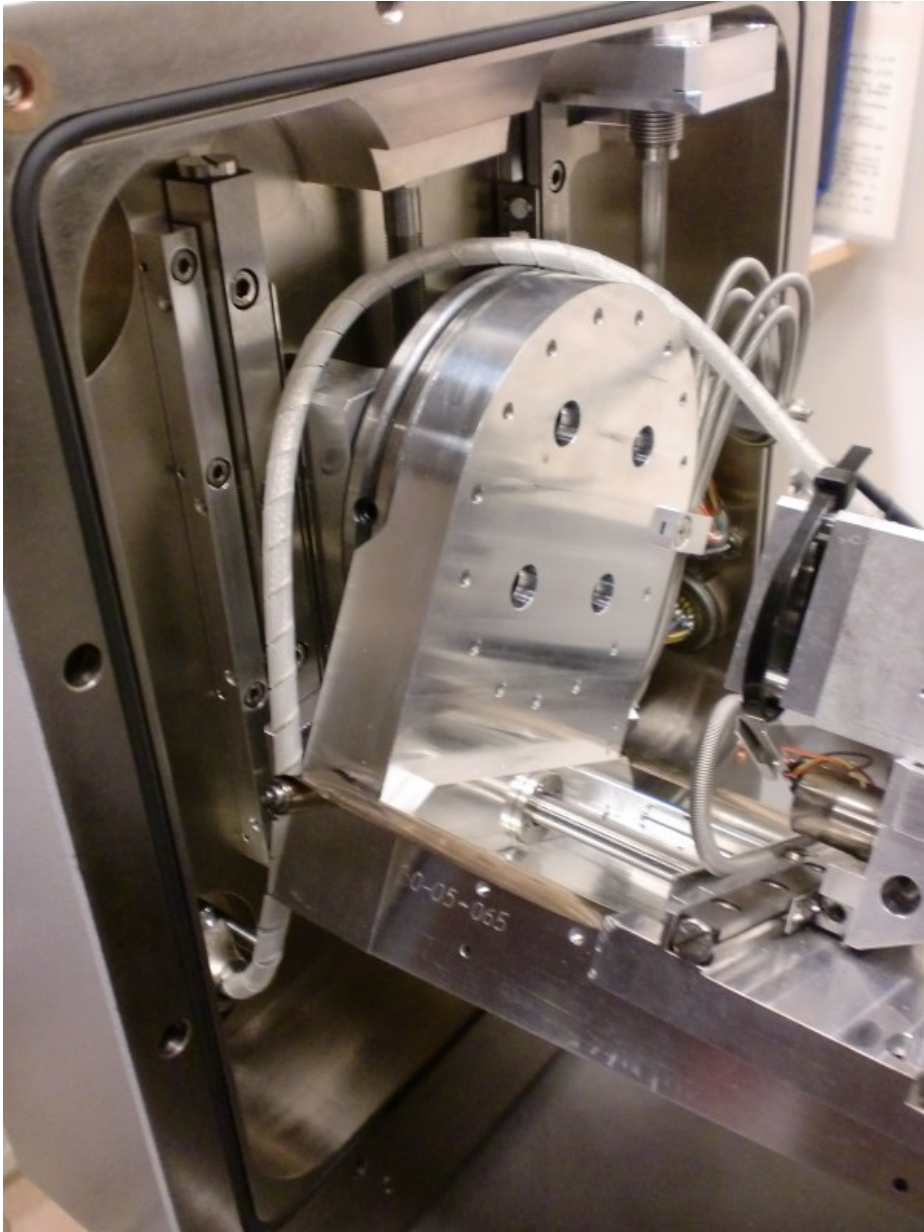
**Figure 18:** Tensile stage control box

To fasten the sample, follow the steps below.

1. Int. (means than the stage is controlled by the control box)
2. Strength range should be S2(5kN)

3. Down = Tensile (Up = Compression)
4. Max (Speed)
5. Push the red Power button
6. Push On-Off to start
7. The sample is fasten when the the force increases in the display marked with F.
8. To stop the tensile stage, push the On-Off button and turn off the power with the red Power button.
9. Tilt the stage and make sure that the stage do not hit any of the detectors inside the SEM and that the traction cable is correctly placed as shown in Figure 19

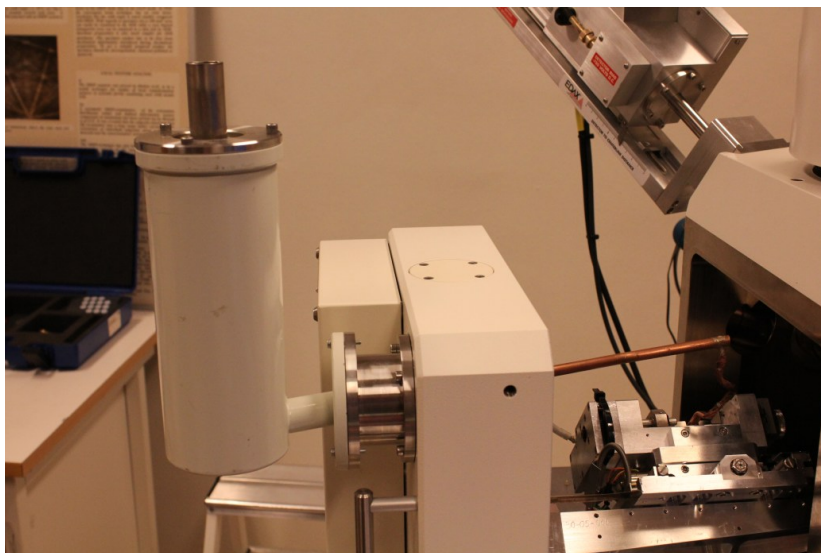
THE TRACTION CABLE IS VERY FRAGILE AND MUST NOT BE EXPOSED TO TENSION OF ANY KIND!!!



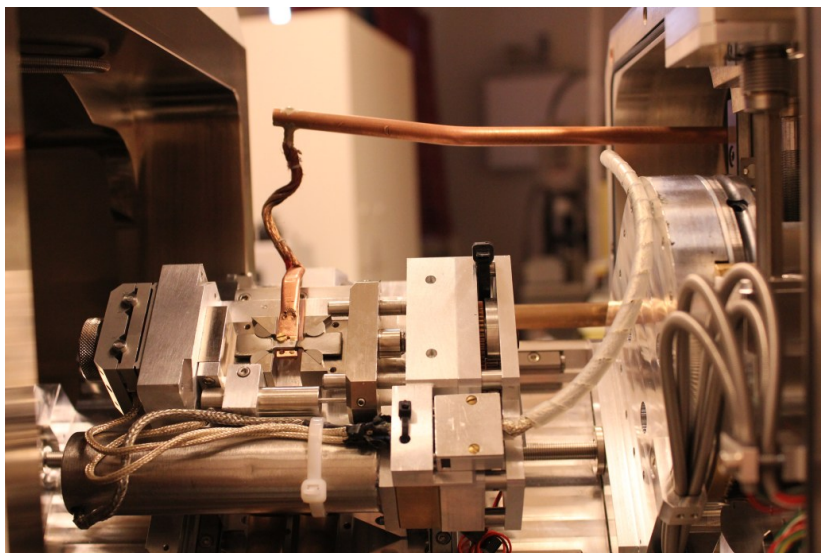
**Figure 19:** *Show the traction cable correctly placed between the tilted stage and the chamber door.*



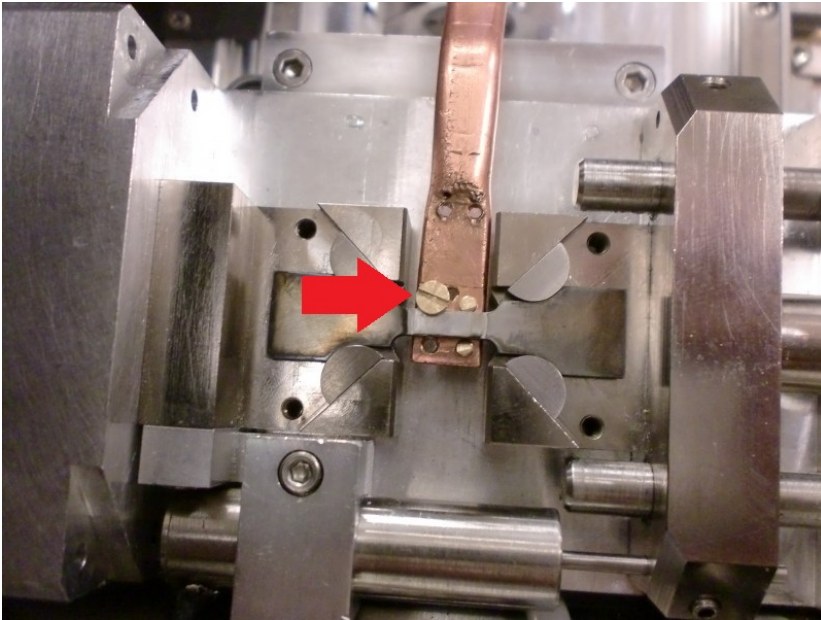
## Mounting the cold finger



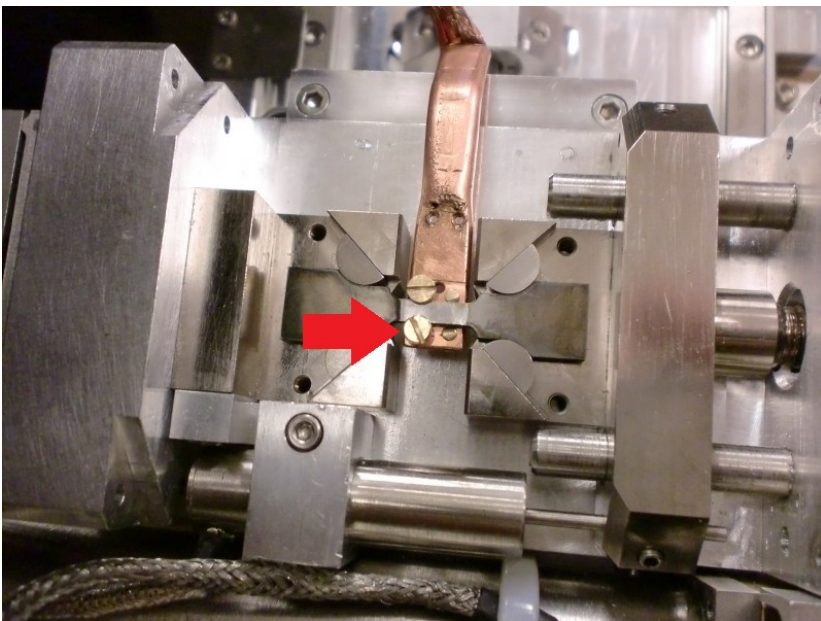
**Figure 20:** *Mount the liquid nitrogen container in the top right corner of the chamber door.*



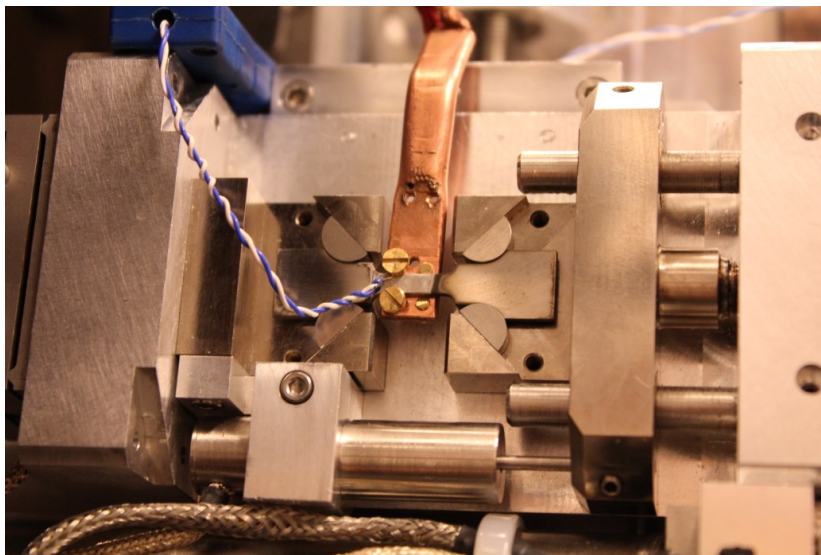
**Figure 21:** *Screw the cold finger in from the inside of the chamber door. Make sure not to touch any of the detectors inside the SEM when maneuvering the cold finger into position.*



**Figure 22:** Maneuver the stage in position so it is possible to mount the cold finger as shown in this figure and fasten the screw on top of the specimen.



**Figure 23:** Fasten the other screw, make it tight to ensure good thermal contact between the cold finger and specimen.



**Figure 24:** *Mount the thermocouple under one of the screwheads as shown in the picture. Be gentle but make sure it is stuck.*

- Finally, tilt the sample  $70^\circ$  and lower the stage so it is possible to close the chamber door without touching the detectors.
- Wait for vacuum. It can take up to five hours to pump good enough vakuu for in situ experiments. Especially for in situ cooling experiments where contaminations are very easily stuck to the scanning surface.



# Vedlegg D

## User manual

User manual for in situ tensile stage and cold finger

### In situ tensile stage

1. Locate the center of the tensile stage specimen before you move the stage closer to the objective lens.
2. Turn on the movable computer. Username: SEMlab Password: SEMlab.
3. Start RT traction (shortcut on desktop).
4. Flip the switch to Ext.
5. Enter the following values in the geometric data: L1=18, H1=14, L0=10, E0=1 H0=3. See Figure 25.
6. Choose strength rate 5000N. See Figure 25.
7. 20N initial strength. See Figure 25.
8. Choose User String by clicking OK. See Figure 25.
9. Start acquisition (make sure the the switch is on EXTERNAL). See Figure 26.
10. Click the pink reset button. See Figure 26
11. Click the Graph stop button, red  $\Rightarrow$  green. See Figure 26.
12. The tension test can be controlled by Elongation. Choose Control and type in the value of  $\epsilon$  where you want the stage to stop. See Figure 26.

13. Click the flipswitch to Unloading. See Figure 26.
14. Pause  $\Rightarrow$  ON. See Figure 26.
15. To start, push the red power button then the green On-Off button on the control box.

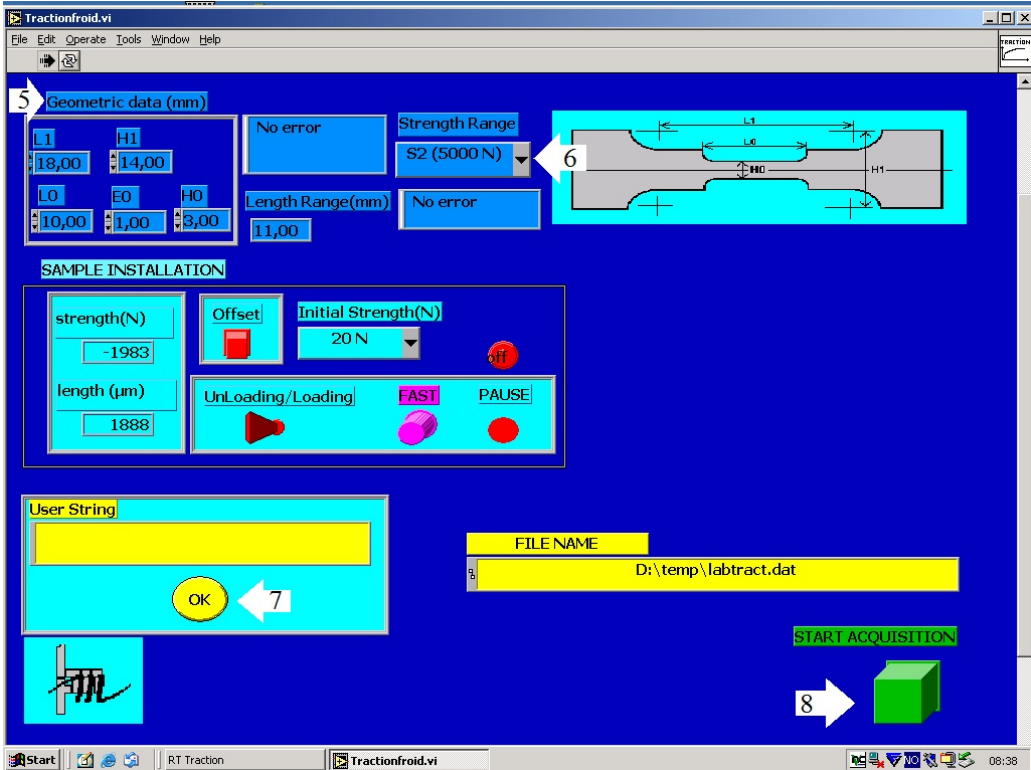


Figure 25: Print screen of the RT traction program



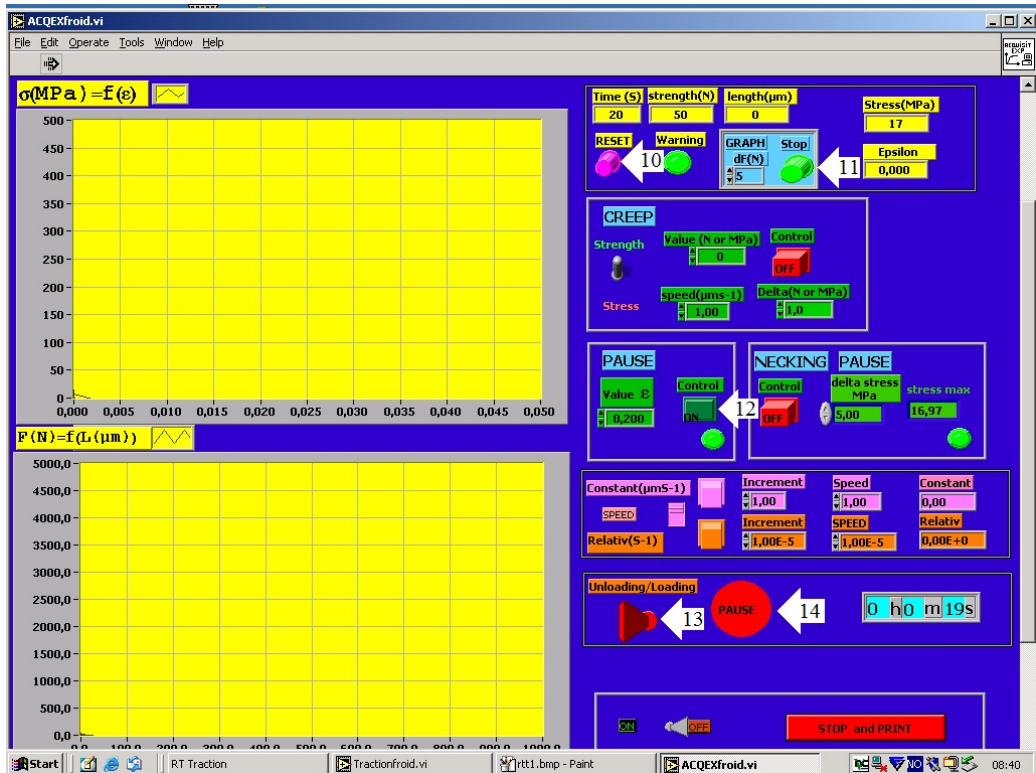


Figure 26: Print screen of the second window in the RT traction program

## Cold finger

1. Pour liquid nitrogen into the container, refill when needed. Contact Tor Nilsen to get access to the liquid nitrogen.
2. Start investigation when the temperature on the sample stabilizes (about  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).