

EBSD-karakterisering av et HSLA-stål under in situ varmebehandling

Anne-Jorunn Enstad

Materialteknologi

Oppgaven levert: Juni 2011

Hovedveileder: Jarle Hjelen, IMTE

Biveileder(e): Morten Karlsen, Statoil

Forord

Denne diplomoppgaven ble utført ved Institutt for materialteknologi ved Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet, NTNU, våren 2011. Oppgaven er utført selvstendig og i henhold til gjeldende reglement for gjennomføring av sivilingeniøreksamen. Utdrag av de presenterte resultatene skal presenteres på ISOPE-konferansen på Maui, Hawaii, juni 2011.

Jeg vil rette en stor takk min veileder Professor Jarle Hjelen for hjelp underveis i oppgaven og utmerket veiledning. Jeg vil også takke min medveileder Prof. II Morten Karlsen for gode faglig innspill til analyse av EBSD-data og oppfølging under hele oppgaven. Videre vil jeg takke avdelingsingeniør Tor Nilsen for å ha ordnet et vakuumkammer samt for fiksing av diverse utstyr som slutte å fungere i løpet av oppgaven. Jeg vil også takke avdelingsingeniør Harald Holm for hjelp med *in situ* utstyret. I tillegg vil jeg takke Prof. II Odd Magne Akselsen og dr.ing. Erling Østby, begge ved SINTEF Materialer og Kjemi, og sivilingeniør Svein Prestrud Astad ved Statoil for faglige innspill underveis i oppgaven.

Til slutt vil jeg takke alle ansatte på EM-laben ved Institutt for materialteknologi for hjelp i løpet av oppgaven.

Trondheim, 15. juni 2011



Anne-Jorunn Enstad

Sammendrag

Ved sveising av HSLA-stål (High Strength Low Alloy) designet for lavtemperatur applikasjoner kan det dannes lokale sprø soner som martensitt/austenitt-faser (MA-faser). Det er derfor ønskelig å karakterisere austenitten som dannes ved tosykel sveising for å gi økt kunnskap om endringene som oppstår i mikrostrukturen.

Denne masteroppgaven tar for seg karakterisering av et 420 MPa HSLA-stål ved *in situ* varmebehandling opp til tofaseområdet for austenitt og ferritt i kombinasjon med diffraksjon av tilbakespredte elektroner (Electron Backscatter Diffraction - EBSD). Målet med oppgaven var da å karakterisere endringer som oppstår i mikrostrukturen til stålet under *in situ* oppvarming i mikroskopet. Oppvarmingen ble utført ved å videreutvikle et tidligere varmebord.

Stålprøvene ble ènsykel sveisesimulert til 1350 °C og avkjølt med $\Delta t_{8/5}$. Den *in situ* varmebehandlingen tilsvarte da den andre sveisesyklusen i en tosykel sveisesimulering. Ved prøvepreparering ble prøvene elektropolert med to ulike elektrolytter; Struers A2 og AC2. I oppgaven ble det benyttet offline-EBSD da det var nødvendig med høy skannehastighet slik at tiden for hvert EBSD-skann ble så liten som mulig.

For å nå tofaseområdet til HSLA-stålet var det nødvendig å varme opp til en prøvetemperatur på over 740 °C. Da ovnen har en maksimaltemperatur på 800 °C ble det benyttet en vakuumpatibel platinamaling mellom prøven og ovnen i varmebordet for å øke varmeledningen. Temperaturforskjellen mellom prøven og ovnen ble da reduseres helt ned til 10 °C. Det ble varmet opp til prøvetemperaturer på 750 °C, 760 °C, 770 °C, 780 °C og 790 °C. Det var nødvendig å vente i 10 minutter etter å ha nådd ønsket prøvetemperatur før det ble kjørt EBSD på grunn av termisk ekspansjon av prøven.

Austenitten som ble dannet under oppvarming vokste frem langs korngrænser og hadde en orienteringssammenheng med BCC-matriksen rundt som oppfyller Kurdjomov-Sachs. Det ble observert at austenitten som dannes gradvis forsvant igjen ved økende holdetid ved høy temperatur som følge av avdamping av karbon fra prøveoverflaten. Ved oppvarming viste det seg at det ble dannet en mye større andel austenitt i prøver elektropolert med Struers AC2 enn den med Struers A2. Det ble da konstruert fasediagram for tofaseområdet til stålet på bakgrunn av andel dannet austenitt ved oppvarming. Disse viste at prøver elektropolert med Struers A2 gav mest korrekt andel austenitt.

Forkortelser

Terminologi	Forklaring
A_{e1} og A_{e3}	Temperatur for henholdsvis start og ferdiggjøring av austenittdannelse ved likevekt
A_{c3} og A_{c1}	Temperatur for henholdsvis start og ferdiggjøring av austenittdannelse ved oppvarming
a og c	Krystallgitterparameter
d_{hkl}	Avstand mellom atomplan
λ	Bølgelengde til elektroner
θ_B	Braggvinkel
E_0	Akselerasjonsspenning
M_s	Starttemperatur for martensittdannelse
M_f	Sluttemperatur for martensittdannelse
α	Alfa-ferritt (her: Betegnelse på BCC-fasen)
γ	Austenitt

Forkortelse	Forklaring
BCC	Kubisk romsentrert
BCT	Tetragonal romsentrert
CCD	Charged Coupled Device
CI	Konfidensindeks på diffraksjonsmønster
EBSD	Diffraksjon av tilbakespredte elektroner
FCC	Kubisk flatesentrert
FESEM	Feltemisjon-SEM
Fit	Vinkelavvik mellom detekterte og beregnede Kikuchibånd
HAZ	Varmepåvirket sone
HSLA	High Strength Low Alloy
ICCG	Interkritisk grovkornet
IPF	Invers polfigur
IQ	Bildekvalitet på diffraksjonsmønster
K-S	Kurdjumov-Sachs
MA-fase	Martenitt/austenitt-fase
OIM	Orienteringsmikroskopi
PC	Pattern Center
pps	Mønster per sekund
SEM	Skanning-elektronmikroskop

Innhold

Forord	i
Sammendrag	iii
Forkortelser	v
1 Innledning	1
2 Teori	3
2.1 Stålmetsallurgi	3
2.2 Sveising	5
2.3 Martensitt	7
2.4 Orienteringsammenheng mellom FCC og BCC	9
2.5 EBSD-teknikken	10
2.5.1 Operasjonsparametre	13
2.5.2 TSL OIM Data Collection	15
2.5.3 Kvalitet på indisering	16
2.5.4 TSL OIM Analysis	17
2.6 <i>In situ</i> EBSD-karakterisering	19
3 Eksperimentelt	23
3.1 Materiale	23
3.2 Sveisesimulering	23
3.2.1 Dilatometermålinger	25
3.3 Prøvegeometri og prøvepreparering	26
3.4 Innstillinger ved EBSD-karakterisering	28
3.5 Opptak av EBSD-data	29
3.6 Indisering og analyse av EBSD-data	32
3.7 <i>In situ</i> oppvarmingsforsøk	33
4 Resultater	39

4.1	Bestemmelse av Ac_1 og Ac_3	39
4.2	Temperaturundersøkelse	40
4.3	Dannelse av overflatetopografi ved oppvarming	41
4.4	EBSD	42
4.4.1	<i>In situ</i> oppvarming til 760 °C for prøven elektropolert med Struers A2	43
4.4.2	<i>In situ</i> oppvarming til 760 °C for prøven elektropolert med Struers AC2	52
4.4.3	CI-filtrering	59
4.4.4	Data fra alle oppvarmingsforsøk	63
4.5	Konstruksjon av fasediagram	67
5	Diskusjon	69
5.1	Forutsetninger for valg av oppvarmingstemperatur og holdetid	69
5.2	Endringer i overflatetopografi ved oppvarming	70
5.3	EBSD-karakterisering ved <i>in situ</i> oppvarming	70
5.3.1	EBSD-karakterisering ved oppvarming til 760 °C	72
5.4	Analyse av konstruerte fasediagram	76
6	Konklusjon	79
7	Forslag til videre arbeid	81
	Referanser	85
A		A1
B	EBSD-kart for prøver elektropolert med elektrolytt A2	B1
B.1	Oppvarming til 750 °C	B2
B.2	Oppvarming til 770 °C	B4
C	EBSD-kart for prøver elektropolert med elektrolytt AC2	C1
C.1	Andre oppvarming til 760 °C	C2
C.2	Oppvarming til 780 °C	C4
C.3	Oppvarming opp til 790 °C	C6
D	Assembly manual for the <i>in situ</i> hot stage	D1
D.1	Required tools	D1
D.2	Bill of materials	D2
D.3	Assembling the <i>in situ</i> hot stage	D7
E	User manual for the <i>in situ</i> hot stage software	E1

Kapittel 1

Innledning

I de senere årene har olje og gass produksjon i arktiske strøk blitt et interessant mål for oljeselskaper verden rundt. Et estimat gjort av United States Geological Survey indikerer at henholdsvis 30 % og 13 % av de resterende gass- og oljereservene kan finnes nord for polarsirkelen [1]. Fokuset på egenskaper til stållegeringer ved lave temperaturer har derfor økt. Basematerialet til HSLA-stål (High Strength Low Alloy) kan ha gode mekaniske egenskaper ved lave temperaturer, men ved sveising kan det dannes lokale sprø soner som martensitt/austenitt-faser (MA-faser) [2]. Økt kunnskap om faseformasjonene som skjer under sveising, samt dannelsen av MA-faser ved avkjøling, er derfor viktig.

Diffraksjon av tilbakespredte elektroner (EBSD) er ansett som et viktig verktøy for å undersøke mikrostrukturen til materialer. Ved bruk av denne teknikken kan informasjon om blant annet fasefordeling, krystallorienteringer og korn grenser hentes ut. Imidlertid er de fleste EBSD-undersøkelser begrenset til undersøkelse av mikrostrukturen før og etter oppvarming. *In situ* undersøkelser gjør det mulig å studere endringer i mikrostrukturen ved oppvarming direkte og er derfor en viktig metode for å kunne karakterisere disse endringene. Det er nå mulig å gjøre EBSD-undersøkelser ved høy hastighet og teknikken er derfor velegnet i kombinasjon med *in situ* varmebehandling for sanntidskarakterisering av endringer i mikrostruktur. Det har tidligere blitt rapportert få *in situ* varmebehandlinger av stål på grunn av den høye temperaturen som er nødvendig for å nå tofaseområdet med austenitt og ferritt [3–5].

Denne diplomoppgaven har til hensikt å undersøke endringer i mikrostruk-

turen til et 420 MPa HSLA-stål ved *in situ* varmebehandling. Dette gjøres ved å videreutvikle et tidligere varmebord [6] som benyttes til å kombinere *in situ* oppvarming til tofaseområdet til stålet i kombinasjon med EBSD-karakterisering. HSLA-stålet utsettes for en ènsykel sveisesimulering før oppvarming i mikroskopet. Oppvarmingsforsøkene tilsvarer derfor den andre sykkelen i en tosykel sveisesimulering og vil følgelig gi informasjon om endringer i mikrostrukturen som oppstår under sveising.

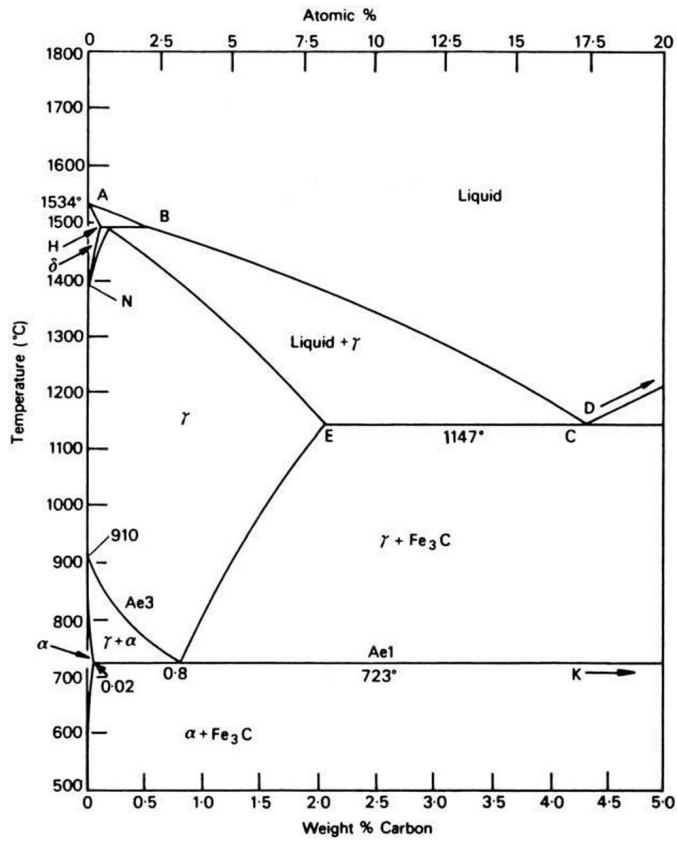
Kapittel 2

Teori

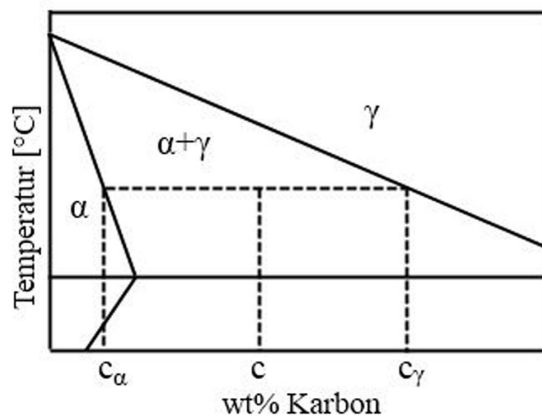
2.1 Stålmetsallurgi

HSLA-stål (High Strength Low Alloy) har som navnet tilsier høy styrke og lavt innhold av legeringselementer. Det lave karboninnholdet i stålet gir det god sveisbarhet. Stålet har en finkornet ferrittstruktur som oppnås ved hjelp av en kontrollert valseprosess hvor temperatur, tid og deformasjonsgrad tilpasses hverandre [7]. Valseprosessen skjer ved en temperatur som er høy nok til at stålet er i austenittområdet og består av flere valsestikk mens temperaturen senkes. Etter hvert valsetrinn vil stålet rekrystallisere, noe som gir kornforfining. Utfelling av karbonnitrider når temperaturen synker gir en ytterligere korforfiningseffekt. Under A_3 -temperaturen vil ferritt kimdannes på austenitkorngrensene, og resultatet blir en finkornet ferrittisk struktur med høy styrke og seighet [7].

Fe-C fasediagrammet er vist i Figur 2.1. I fasediagrammet er Ae_1 og Ae_3 temperaturene hvor det skjer fasetransformasjoner ved likevekt. Fra fasediagrammet kan andelen α og γ ved en gitt temperatur beregnes ved hjelp av vektstangregelen. Vektprosent karbon i α og γ leses da av fasediagrammet som vist skjematisk i Figur 2.2. Likningene for vektstangregelen er gitt i likning 2.2 og 2.1.



Figur 2.1: Fe-C fasediagrammet [7].



Figur 2.2: Skjematisk illustrasjon som viser hvordan wt% karbon i α og γ leses av ved bruk av vektstangregelen.

$$\% \gamma = \frac{\% \text{C i stålet} - \% \text{C i } \alpha}{\% \text{C i } \gamma - \% \text{C i } \alpha} = \frac{c - c_{\alpha}}{c_{\gamma} - c_{\alpha}} \quad (2.1)$$

$$\% \alpha = \frac{\% \text{C i } \gamma - \% \text{C i stålet}}{\% \text{C i } \gamma - \% \text{C i } \alpha} = \frac{c_{\gamma} - c}{c_{\gamma} - c_{\alpha}} \quad (2.2)$$

Siden den kubisk flatesentrerte krystallstrukturen (FCC) til γ er mer tett-pakket enn den romsentrerte krystallstrukturen (BCC) til α , vil det være en volumendring ved transformasjon fra α til γ . Ved å registrere ved hvilken temperatur volumendringen oppstår, vil det være mulig å bestemme fasetransformasjonstemperaturene. Et dilatometer kan benyttes til å registrere disse volumendringene og gir dermed en dilatometerkurve. For temperaturene hvor fasetransformasjonene skjer vil det da være en endring i stigningstallet til kurven.

Ved sveisesimulering vil ikke fasetransformasjonene skje ved likevekt siden oppvarmings- og nedkjølingshastighetene er så store. Temperaturene for fasetransformasjonene blir derfor betegnet Ac_1 og Ac_3 ved oppvarming. Ac_1 - og Ac_3 -temperaturene kan bestemmes ved hjelp å registrere hvor lineariteten på dilatometerkurven forandres. Ac_1 - og Ac_3 -temperaturene kan også beregnes på bakgrunn av sammensetningen til stålet ved hjelp av likningene 2.3 og 2.4 [8].

$$Ac_1 = 723 - 10.7(\text{wt}\%Mn) - 16.9(\text{wt}\%Ni) + 29.1(\text{wt}\%Si) + 16.9(\text{wt}\%Cr) + 290(\text{wt}\%As) + 6.38(\text{wt}\%W) \quad (2.3)$$

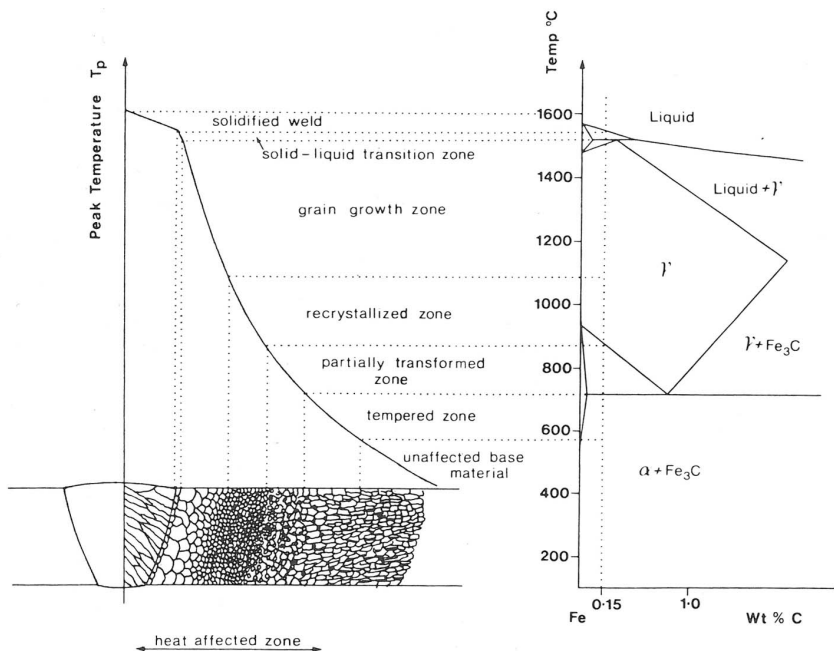
$$Ac_3 = 910 - 203(\text{wt}\%C)^{\frac{1}{2}} - 15.2(\text{wt}\%Ni) + 44.7(\text{wt}\%Si) + 104(\text{wt}\%V) + 31.5(\text{wt}\%Mo) + 13.1(\text{wt}\%W) \quad (2.4)$$

2.2 Sveising

Ved sveising av stål blir metallet som skal sveises sammen varmet opp til smeltepunktet for deretter å bli raskt avkjølt. Den høye temperaturen fører til at også det nærliggende metallet blir varmet opp. Dette medfører til

at metallens opprinnelige mikrostruktur og egenskaper blir endret. Dette metallet blir kalt den varmepåvirkede sonen, HAZ (Heat Affected Zone).

HAZ deles ofte opp i ulike soner som har forskjellig mikrostruktur og egenskaper som følge av avstanden fra smeltebadet [9]. Figur 2.3 viser de forskjellige sonene i den varmepåvirkede sonen til en ensykel sveis i stål.

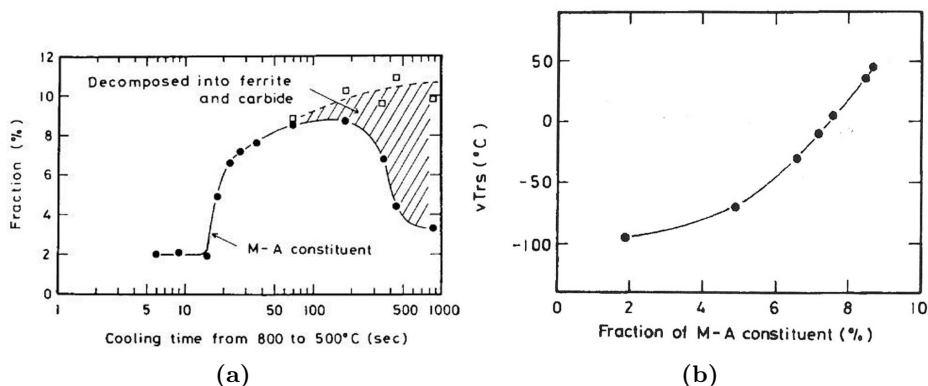


Figur 2.3: Skjematisk diagram over de forskjellige sonene i HAZ [9].

Ved flersykel sveising vil mikrostrukturen i den varmepåvirkede sonen fra den første sveisesykel endres og det kan dannes lokale sprø soner [10]. Disse sonene er den såkalte martensitt/austenitt-fasen, MA-fasen, og består av martensitt og restaustenitt. Det er spesielt i interkritisk grovkornet HAZ (ICCG HAZ - InterCritical Coarse Grained HAZ) at denne fasen oppstår [10]. I denne sonen er den grovkornede strukturen fra den første sveisesykel blitt gjenoppvarmet til tofaseområdet. Austenitten vil dannes langs tidligere austenittkorngrenser eller mellom bainittstaver. Karbonet vil ikke få tid til å diffundere og austenitten vil derfor være anriket på karbon. Ved hurtig avkjøling vil denne austenitten bare bli delvis transformert og strukturen vil derfor bestå av en blanding av martensitt og restaustenitt [10].

Morfologien til MA-fasen avhenger av avkjølingstiden [2]. Ved kort avkjølingstid dannes MA-fasen som forlengede staver og disse blir tykkere ved økende avkjølingstid. Mengden dannet MA-fase vil øke ved økende avkjølingstid helt til det når et toppunkt og vil deretter synke som vist i Figur 2.4a. Andelen MA-fase vil derfor minke ved lang avkjølingstid. Denne reduksjonen av dannet MA-fase skyldes nedbrytning av austenitt til ferritt og karbid [2].

MA-fasene er uønsket ettersom de har en stor innvirkning på seigheten til et materiale. Ved kort avkjølingstid skyldes seighetstapet hovedsakelig økt mengde MA-fase [2]. Dette er fordi rask avkjøling og høyt karboninnhold gjør MA-fasene sprø. Ved lang avkjølingstid er ikke MA-fasene like skadelige siden mengden av fasen er mindre, samt at den er mindre sprø og har lavere karboninnhold [2]. En økt volumfraksjon MA-faser gir også en økt omslagstemperatur, som vist i Figur 2.4b.



Figur 2.4: Forholdet mellom (a) avkjølingstid og dannet mengde MA-fase og (b) mengde MA-fase og omslagstemperatur [2]

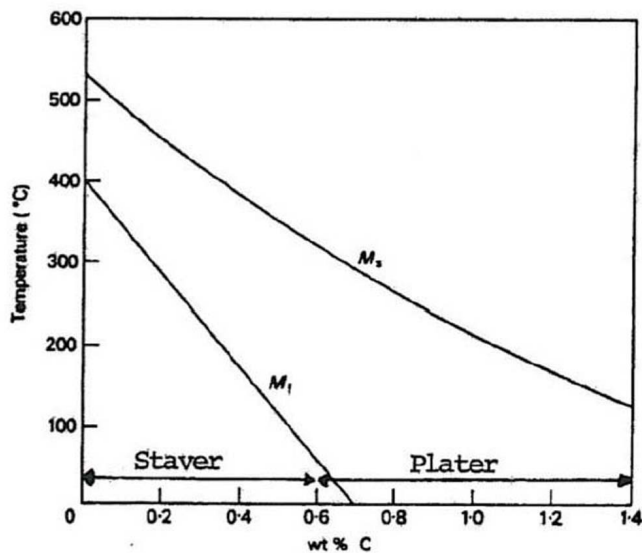
2.3 Martensitt

Martensitt er en metastabil fase og for at den skal dannes er det nødvendig å avkjøle stål fra austenittområdet med en avkjølingshastighet som er hurtig nok til å unngå dannelse av andre faser. Avkjølingen vil ikke gi tid til

karbondiffusjonen som er nødvendig for dannelse av ferritt og karbid. Når underkjølingen er stor nok, dannes det plater eller staver av martensitt fra austenittkorn grensene.

Reaksjonen for martensittomvandlingen begynner ved en starttemperatur M_s og transformasjonen stopper når materialet når en sluttemperatur M_f . Hvis et stål bråkjøles fra austenittområdet må temperaturen synke til M_s -temperaturen før underkjølingen er stor nok til at martensitt kan kimdannes. Hvis avkjølingen stoppes før all austenitten er omvandlet til martensitt vil strukturen bli bestående av en blanding av martensitt og såkalt restaustenitt. Hvordan M_s - og M_f -temperaturene varierer med karboninnhold er vist i Figur 2.5.

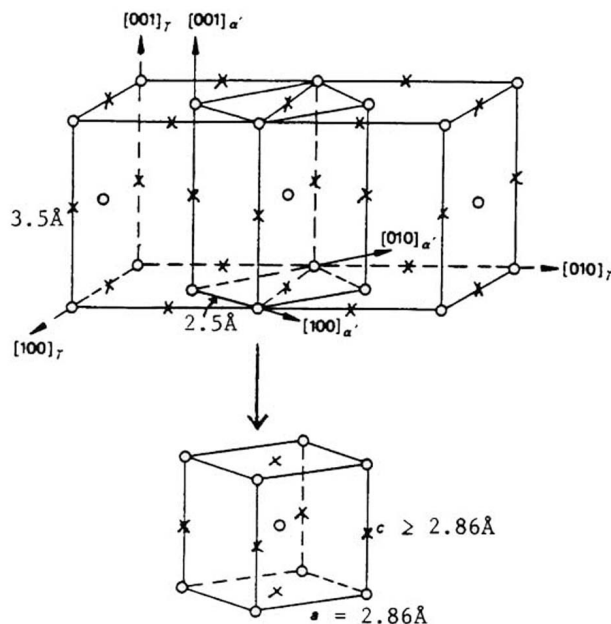
$$M_s(^{\circ}C) = 539 - 423(\text{wt}\%C) - 30,4(\text{wt}\%Mn) - 17,7(\text{wt}\%Ni) - 12,1(\text{wt}\%Cr) - 7,5(\text{wt}\%Mo) \quad (2.5)$$



Figur 2.5: Effekten av karbon på M_s og M_f [7].

På grunn av det tvangsløste karbonet er krystallgitteret til martensitt ikke kubisk som hos ferritt, men tetragonalt. Bain har vist hvordan martensittgittet kan dannes fra den flatesentrerte austenittstrukturen (FCC) med

minst mulig atomforflytning, Figur 2.6. Figuren viser en romsentrert tetragonal celle (BCT) inntegnet inni to enhetsceller av austenitt. For å få rett c/a -forhold ved overgangen til martensitt blir den tetragonale cellen sammentrukket i c -retning og forlenget i a -retningen [7]. Dette resulterer i gitterdeformasjon som gir høy hardhet i martensittstrukturen ved at dislokasjonsglidning forhindres [11]. Forholdet mellom c/a avhenger av karboninnholdet.

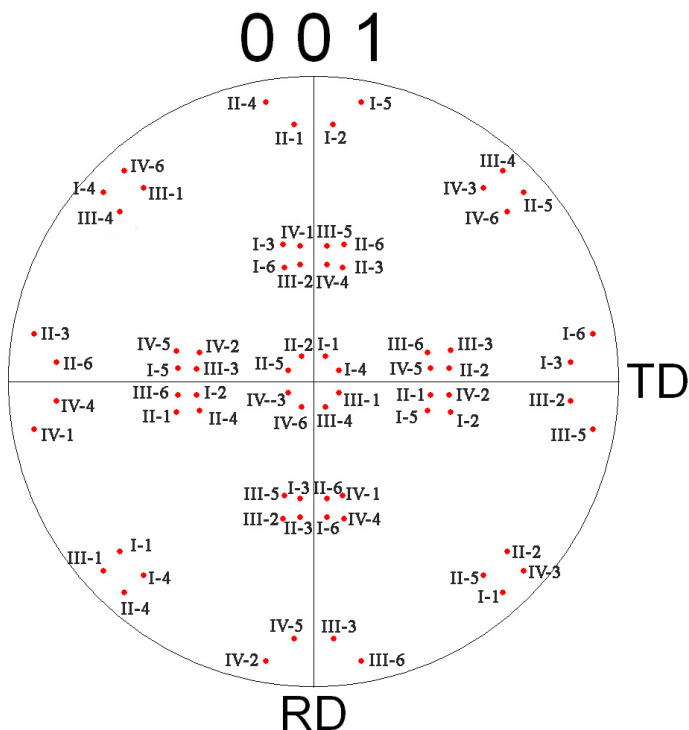


Figur 2.6: Dannelsen av martensitt ved Bain-deformasjon [12].

2.4 Orienteringsammenheng mellom FCC og BCC

Orienteringssammenhenger mellom faser kan uttrykkes ved hjelp av forskjellige teorier. En av de mest vanlige orienteringssammenhengene er Kurdjumov-Sachs (K-S). Ved transformasjon fra FCC til BCC sier K-S at det fra en tidligere austenittkornorientering kan dannes 24 ekvivalente BCC-varianter [13]. Disse BCC-varientene kan vokse fra de fire tettpakkede $\{111\}_\gamma$ planene, hvorav seks varianter kan dannes fra hvert austenittplan. Imidlertid har undersøkelser vist at noen spesifikke varianter kan bli favorisert fremfor andre under transformasjonen [14].

De teoretiske BCC-variantene som stammer fra en austenittkrystall med kubeorientering kan plottes i en standard $\{100\}$ -polfigur, som vist i Figur 2.7. I denne figuren er BCC-variantene nummerert i forhold til hvilke tett-pakkede austenittplan de er parallelle til med romertallene I-IV. I tillegg er de seks variantene som hører til samme austenittplan nummerert med nummerene 1-6 [14]. Ved sammenligning med BCC-orienteringer fra eksperimentelle data kan denne polfiguren benyttes til å bekrefte eller avkrefte orienteringssammenhenger mellom FCC og BCC i eksperimentelle forsøk.



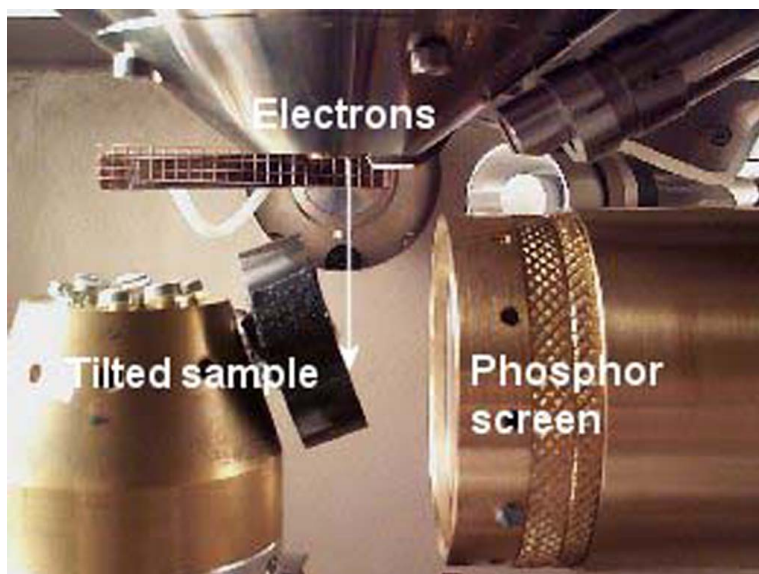
Figur 2.7: Standard $\{100\}$ -polfigur av de 24 mulige K-S martensittvariantene dannet fra austenittorienteringen $(001)[100]$ [14].

2.5 EBSD-teknikken

Diffraksjon av tilbakespredte elektroner (Electron Backscatter Diffraction - EBSD) i et skanning-elektronmikroskop (SEM) er en teknikk som har ut-

viklet seg til å bli en vel anvendt teknikk for materialkarakterisering av ulike typer krystallinske materialer. Teknikken kan gi informasjon om blant annet kornorienteringer, korngrenser og faser til det karakteriserte materialet.

EBSD-mønster dannes av tilbakespredte elektroner på en fosforskjerm når en stasjonær elektronstråle fokuseres på et punkt av interesse på en vip-pet krystallinsk prøve. Prøven vippes typisk 70° fra horisontal posisjon for å øke tilbakespredningen [15]. EBSD-mønster dannes fra høyenergiske elektroner som har blitt spredt elastisk i de første få nanometerene under prøveoverflaten. Over 95% av elektronene som treffer fosforskjermen er imidlertid spredt uelastisk og gir derfor støy i bildet [16]. Et typisk eksperimentelt oppsett for EBSD i SEM er vist i Figur 2.8.



Figur 2.8: Typisk eksperimentelt oppsett for EBSD i SEM [17].

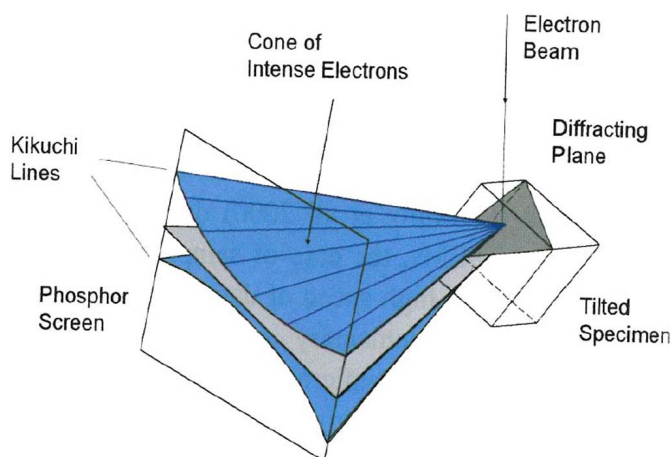
Primærelektronene fra elektronstrålen gjennomgår en høyvinkel tilbakespredning og vekselvirker med atomplan ytterst i prøveoverflaten. På vei ut av prøven diffrakteres de elektronene som treffer atomplan med en vinkel som oppfyller Bragg's lov gitt i ligning (2.6):

$$2d_{hkl}\sin\theta_B = n\lambda \quad (2.6)$$

hvor d_{hkl} er avstanden mellom de diffrakterende atomplanene, θ_B er Bragg-

vinkelen, n er et heltall og λ er bølgelengden til elektronene i den innkommende elektronstrålen. I EBSD er n satt lik 1 (1. orden diffraksjon).

De diffrakterte elektronene danner parvis høyvinkelkjegler med åpningsvinkel $180^\circ - 2\theta_B$ for hvert diffrakterte plan. Årsaken til at det dannes to kjegler for hvert diffrakterte plan er på grunn av spredning fra begge sider av atomplanet. For EBSD er θ_B -vinkelen liten og dette medfører at åpningsvinkelen til de diffrakterte kjeglene blir svært stor. Dermed avbildes kjeglene som to tilnærmet parallelle linjer med avstand $2\theta_B$ på fosforskjermen. Figur 2.9 er EBSD-prinsippet vist skjematisk med innkommende elektronstråle, vippet prøve og diffrakterte elektroner mot en fosforskjerm.



Figur 2.9: Skjematisk prinsipp av diffraksjonskoner i forhold til prøve og fosforskjerm [18].

I praksis blir det observert lyse bånd og ikke parvise linjer på fosforskjermen. Dette kommer av det oppstår en forsterket elektronintensitet i området $[-\theta_B, \theta_B]$ [15]. Slike bånd refereres til som Kikuchi-bånd. Årsaken til at det oppstår slike bånd er den såkalte channeling-effekten; elektronene har økt sannsynlighet for å bli tilbakespredt dersom innfallsvinkelen mot diffrakterende atomplan ligger i området $[-\theta_B, \theta_B]$. En utdypende forklaring på channeling-fenomenet finnes i litteraturen ([19]).

Kikuchi-bånd avspeiler dermed atomplan hvor midtlinjen i et bånd representerer det diffrakterte krystallplanet/planets trase. De innkommende elektronene vil diffraktere fra flere atomplan og det vil derfor dannes flere bånd

på forforskjermen. Skjæringspunktet mellom midtlinjer som stammer fra to ulike atomplan svarer derfor til en krystallretning i materialet, kalt soneaksen [18]. Mønsteret av flere bånd som dannes på fosforskjermen kalles diffrakjonsmønster.

2.5.1 Operasjonsparametre

Ved undersøkelse av større områder av en prøve er det nødvendig med et separat styringssystem i tillegg til elektronmikroskopet. Diffrakjonsmønsteret på fosforskjermen fanges opp av et lyssensitivt CCD-digitalkamera og prosesseres deretter i EBSD-programvaren. Når området skannes vil elektronstrålen bli flyttet fra punkt til punkt på prøven med innstilt steglengde og hastighet. I hvert punkt vil det bli tatt et bilde av diffrakjonsmønsteret som dannes på fosforskjermen. Dette bildet kan enten lagres (offline-indisering) eller indiseres direkte (online-indisering).

Hastigheten på CCD-brikker til digitalkamera er for online-EBSD-systemer større enn hastigheten på maskin- og programvaren som foretar etterbehandling og indisering av diffrakjonsmønstrene. Hastigheten på disse systemene er derfor begrenset av hvor raskt indiseringen er. Ved offline-EBSD-systemer blir diffrakjonsmønstrene lagret fortløpende til en harddisk i stedet for å bli direkte indisert. Dette medfører dermed at det er hastigheten på CCD-brikken, samt prøve og mikroskopinnstillinger, som begrenser hastigheten, og ikke indiseringsprogramvaren. Dette fører til at betydelig flere diffrakjonsmønster kan innhentes per tidsenhet. Dette er viktig ved *in situ* forsøk hvor det er ønskelig at EBSD-karakteriseringen tar så kort tid som mulig. I denne oppgaven ble derfor offline-EBSD benyttet.

Det er ønskelig med høyest mulig signal/støy-forhold og for å forbedre signalet kan enten eksponeringstiden eller strålestrømmen økes [20]. Da økt eksponeringstid fører til at det tar lenger tid å skanne et område er det heller ønskelig å øke strålestrømmen. Dette gjøres ved å benytte en større apertur og et større antall elektroner vil da treffe prøven. En ulempe ved å øke strålestrømmen er at strålediametern økes og dermed blir oppløsningen forringet. Denne effekten er derimot liten for feltemisjons-SEM (FESEM) i området 10-100 nA [21].

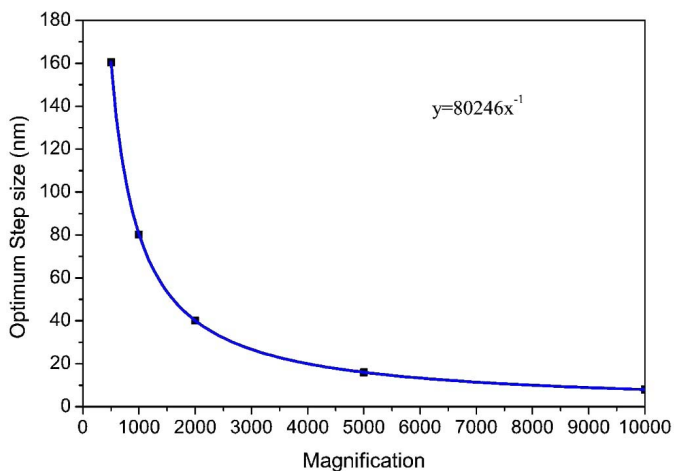
Akselerasjonsspenningen har også en stor innvirkning på diffrakjonsmønstrene [20]. Av Braggs lov blir det gitt at bølgelengden til primærelektronene er proporsjonal med bredden på Kikuchi-båndene. Sammenhengen mellom

bølgelengden og akselerasjonsspenningen er gitt i ligning (2.7):

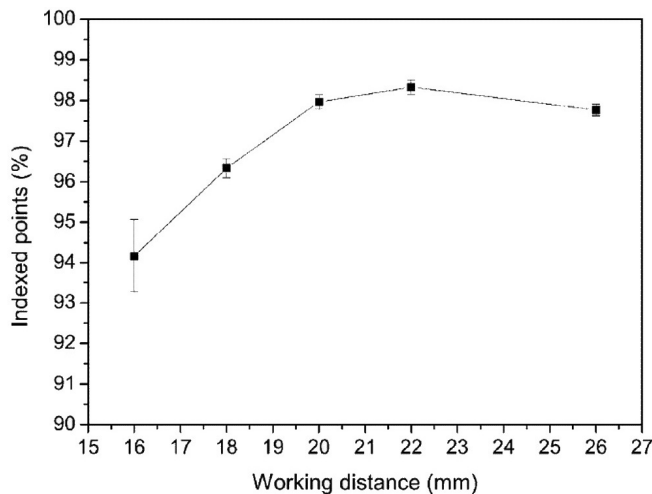
$$\lambda = \frac{1,224}{\sqrt{E_0}} \quad (2.7)$$

hvor λ får benevnelsen nm når E_0 er oppgitt i V . Dette medfører at bredden på Kikuchi-båndene reduseres ved høyere akselerasjonsspenning og midtlinjene kan da plasseres mer nøyaktig. Ulempen med for høy akselerasjonsspenning er at elektronene trenger dypere inn i prøven og følgelig får man diffraksjonsmønstre fra et større emisjonsvolum og romlig oppløsning blir derfor dårligere [18]. Ved lav akselerasjonsspenning blir oppløsningen god, men signalkvaliteten blir dårligere. Et godt kompromiss for høyatomære prøver er 20 kV.

Den optimale steglengden under kjøring av EBSD er avhengig av forstørrelsen [22], som vist i Figur 2.10. I denne oppgaven ble det benyttet en steglengde på 80 nm og optimal forstørrelse var da på 1000X. Også arbeidsavstanden er en viktig parameter i forhold til kvaliteten på EBSD-dataene da den har stor innvirkning på antall indisert punkter i et skann [22]. Dette er vist i Figur 2.11 og den optimale arbeidsavstanden ligger på rundt 22 mm for SEM/EBSD-oppsettet benyttet i denne oppgaven.



Figur 2.10: Optimal steglengde som en funksjon av forstørrelse [22].

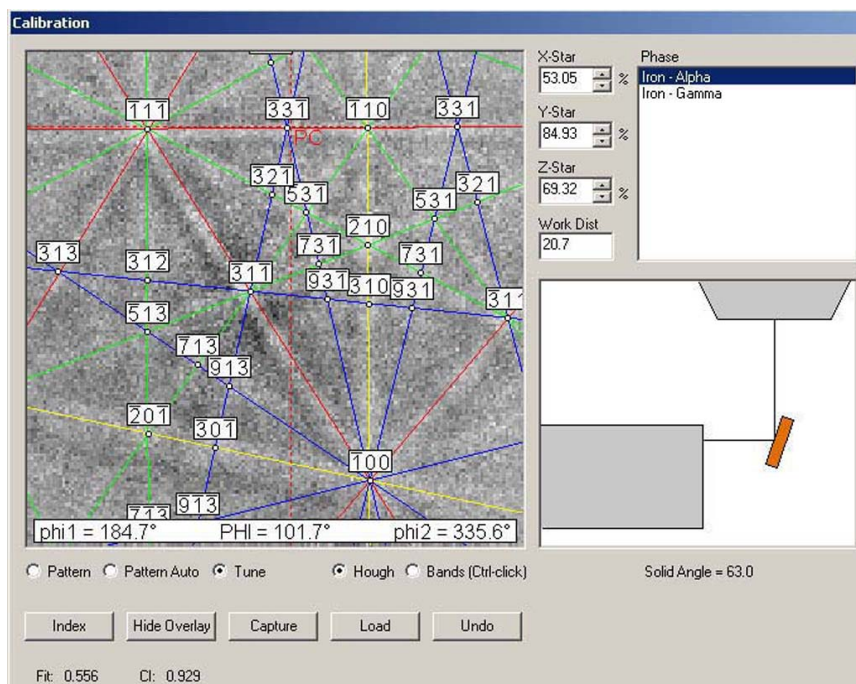


Figur 2.11: Effekten av arbeidsavstand på antall indiserte punkter i grovkornet Ti [22].

2.5.2 TSL OIM Data Collection

Programvaren TSL OIM Data Collection 5.31 benyttes til å indisere diffraksjonsmønstrene. Programmet regner ut krystallretninger ut fra posisjonene til Kikuchi-båndene [23]. Disse posisjonene blir funnet ved hjelp av Hough-transformasjonen. Kikuchi-båndene blir da transformert til punkter i et Hough-rom.

For at programmet skal indisere diffraksjonsmønstrene korrekt må prøvens posisjon i forhold til objektivlinsa og fosforskjermen være kjent. Avstanden mellom objektivlinsa og prøven er kjent som arbeidsavstanden. Pattern center (PC) defineres som punktet på fosforskjermen som har kortest normalavstand til fokuspunktet på prøven. Det bestemmes av tre koordinater (x , y , z), hvor x og y angir pattern center på forforskjermen og z er avstanden til fokuspunktet på prøven. Posisjonen til PC blir funnet ved en iterasjonsprosess, kalibreringsvinduet til programvaren er vist i Figur 2.12. Brukeren foreslår en posisjon til PC og programmet bruker denne som et utgangspunkt. Ved å sammenligne Fit- og CI-verdiene før og etter kalibreringen kan brukeren se om resultatet forbedret seg. Det er viktig at utgangspunktet er godt for at iterasjonene skal fungere.



Figur 2.12: Kalibreringsvindu i programvaren TSL OIM Data Collection. Kvaliteten på iniseringen anslås ved hjelp av parameterene CI og Fit.

2.5.3 Kvalitet på indisering

Programvaren fra TSL benytter tre parametre som mål på kvaliteten til de indiserte EBSD-dataene; konfidensindeks (CI - Confidence Index), Fit og bildekvalitet (IQ - Image Quality).

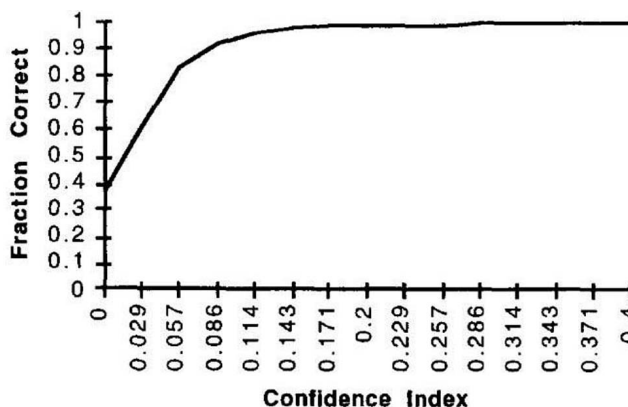
CI angir hvor stor grad av sikkerhet det er for at beregningen av krystallorienteringen er korrekt. CI beregnes ved å ta differansen mellom antallet stemmer til de to mest sannsynlige krystallorienteringene og dele på totalt antall båndtripletter. Sammenhengen er gitt i ligning (2.8) [23]:

$$CI = \frac{V1 - V2}{V_{IDEAL}} \quad (2.8)$$

hvor $V1$ og $V2$ er antall stemmer for henholdsvis første og andre løsning og V_{IDEAL} er totalt antall båndtripletter. CI vil dermed variere mellom 0 og 1 og jo nærmere 1 verdien er, desto større sikkerhet er det for at orienteringen

er korrekt indisert. En CI-verdi lik 0 betyr enten at to krystallorienteringer eller to faser er like sannsynlige. I slike tilfeller velges løsningen med lavest Fit-verdi. Ikke-indiserte punkter vil bli tildelt en CI lik -1 [23].

Påliteligheten til CI har tidligere blitt undersøkt for FCC materialer og det har blitt funnet at for diffraksjonsbilder hvor minst seks Kikuchibånd er blitt indentifisert vil det være 95% sannsynlig at diffraksjonsmønster med CI større eller lik 0,1 er korrekt indisert [24]. Figur 2.13 viser denne sammenhengen mellom CI-verdier og fraksjon korrekt indiserte diffraksjonsmønstre.



Figur 2.13: Sammenhengen mellom CI-verdier og fraksjon korrekt indiserte diffraksjonsmønstre for FCC materialer når minst seks Kikuchibånd er indentifisert [24].

Fit er gjennomsnittlig vinkelavvik mellom de detekterte båndene og de beregnede [23]. Det er ønskelig med en lav Fit-verdi da dette tyder på en god overenstemmelse mellom bånd i mønsteret og valgt orientering.

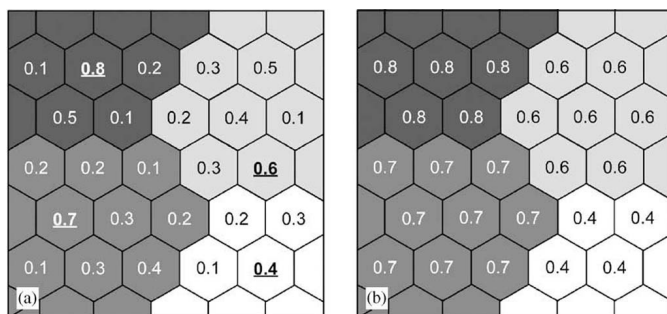
IQ-parameteren beskriver toppene i Hough-rommet. Høy IQ-verdi tyder på høy kvalitet på indiseringen [23]. IQ-kart er et gråtonebilde og områder med høy IQ er lyse. Områder i materialet med lav kvalitet på diffraksjonsmønstrene vil derfor bli mørke.

2.5.4 TSL OIM Analysis

Etter indisering bli orienteringsdataene analysert i programvaren TSL OIM Analysis 5.31. Denne programvare tilbyr flere renseoperasjoner av orienteringsdataene, men disse må brukes kritisk for å unngå å manipulere data-

ene. I denne oppgaven ble rensetemetoden *Grain CI Standarization* benyttet på alle dataene. Denne rensetemetoden gir alle punktene i ett korn innenfor en gitt vinkeltoleranse samme CI-verdi som den maksimale CI-verdien funnet blant punktene i dette kornet. Denne rensetemetoden er nyttig til å skille mellom punkter med lav CI, men som har samme orientering som punktene rundt, med punkter som har lav CI og ingen orienteringssammenheng med nabopunktene. I det første tilfellet er det sannsynlig at diffraksjonsmønsteret til punktet har blitt korrekt indisert, mens i det andre tilfellet er det mest sannsynlig at punktet er feilindisert [25]. En skjematisk illustrasjon av virkemåten til rensetemetoden er vist i Figur 2.14. Her er representert områder med samme gråtone punkter med lik orientering.

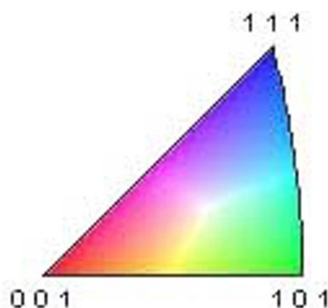
Programvaren gjør det også mulig å legge på et CI-filter på EBSD-dataene. Da kan CI-verdier under en valgt verdi fjernes. Dette gir mulighet til å fjerne de enkeltpunktene med lav CI som mest sannsynlig er feilindiserte og som da ikke endres av rensetemetoden *Grain CI Standarization*.



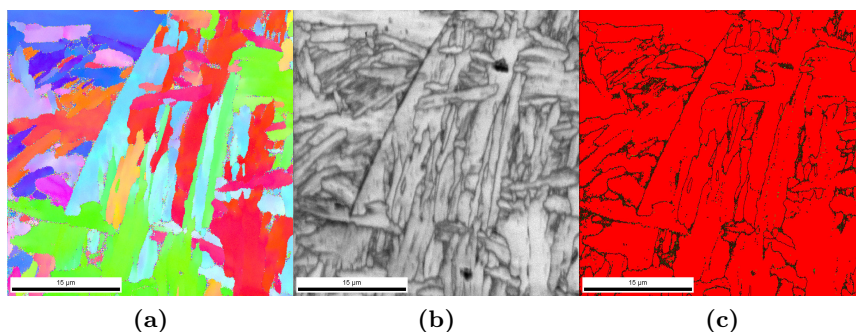
Figur 2.14: Skjematisk illustrasjon av rensetemetoden *Grain CI Standarization* (a) før og (b) etter standardisering [26].

I programvaren kan mye informasjon om materialet hentes ut. EBSD-dataene visualiseres vanligvis på to forskjellige måter; ved hjelp av orienteringskart eller polfigurer. Orienteringskartet, også kalt invers polfigurkart (IPF-kart), er et fargekart hvor kornorienteringene i materialet er vist ved at fargene representerer ulike orienteringer tilsvarende den inverse polfiguren vist i Figur 2.15. Orienteringene er ofte rettet normalt i forhold til prøveoverflaten. Andre typer kart som kan hentes ut er IQ-kart og fasekart. IQ-kart er gråtonekart hvor områder med god kvalitet på diffraksjonsbildene avbildes lyse. Følgelig vil korn grenser, slipestriper, partikler og områder med spenninger avbildes som mørke felt i bildet. Fasekart er et fargekart hvor

forskjellige faser avbildes med forskjellig farge og dermed viser kartet hvilke faser som er til stede i materialet. Over alle kartene kan det legges høyvinkel korngrenser, det vil si korngrenser med en misorientering på mer enn 15 grader. Eksempler på de forskjellige kartene er vist i Figur 2.16.



Figur 2.15: *Invers polfigur* hvor fargene representerer ulike kornorienteringer orientert normalt til prøveoverflaten.



Figur 2.16: Eksempel på (a) IPF-kart, (b) IQ-kart og (c) fasekart hvor høyvinkel korngrenser er lagt over.

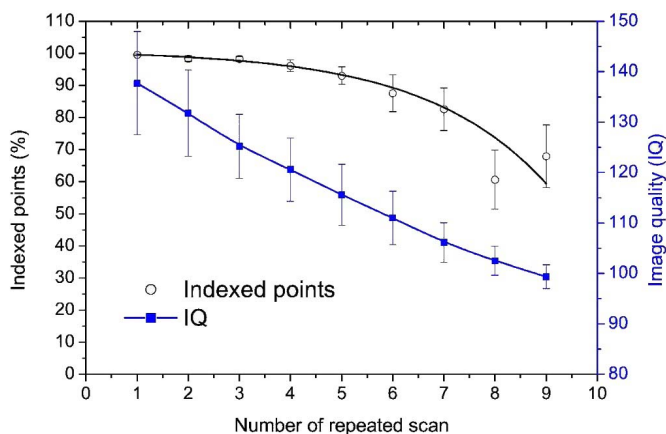
2.6 *In situ* EBSD-karakterisering

De fleste EBSD-undersøkelser er begrenset til undersøkelse av mikrostrukturen før og etter oppvarming. *In situ* undersøkelser gjør det mulig å studere endringer i mikrostruktur direkte og er derfor en viktig metode til å forstå hvordan endringene oppstår. Teknikken blir derfor benyttet på mange forskjellige materialer, enten for å studere deformasjonsmekanismer ved forskjellige temperaturer eller endringer i strukturen ved oppvarming. Økningen av hastigheten på innhentning av EBSD-data gjør det mulig å kjøre

flere analyser under *in situ* forsøk. Dette fører til at det er lettere å følge endringene i mikrostrukturen til materialet.

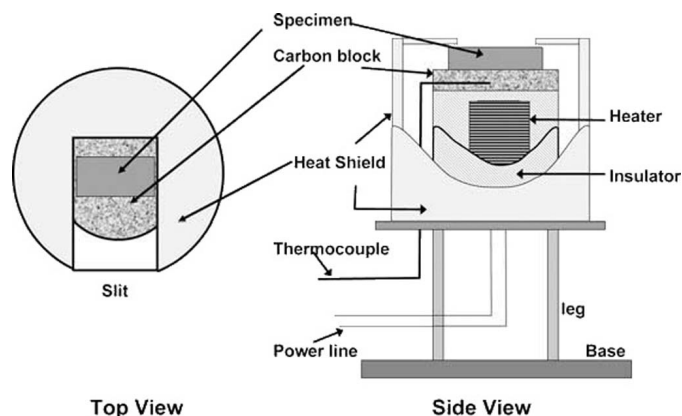
For å kunne studere endringer i mikrostrukturen direkte ved hjelp av EBSD-teknikken er det viktig at hastigheten på EBSD-systemet er høy. Tradisjonelt har diffraksjonsmønstrene blitt indisert direkte under kjøring av EBSD, såkalt online-EBSD. Ved offline-EBSD blir diffraksjonsmønstrene lagret direkte på harddisk uten å bli indisert på forhånd. Dette fører til at hastigheten på systemet øker betraktelig. At diffraksjonsbildene lagres på harddisk gjør det også mulig å indisere diffraksjonsdataene gjentatte ganger og dermed optimalisere innstillingene. Det er heller ikke nødvendig å kjenne til alle fasene som er i strukturen ved kjøring av EBSD-skann da disse kan legges til i indiseringen i etterkant. Denne kombinasjonen av høy hastighet, pålitelighet og fleksibilitet med hensyn på indisering gjør offline-systemet godt egnet til sanntidskarakterisering ved *in situ* forsøk.

Under kjøring av EBSD-skann vil prøveoverflaten bli kontaminert som følge av at det dannes et hydrokarbonlag på overflaten [22]. Ved *in situ* EBSD-undersøkelser kan dette være et problem siden det samme området på prøven skannes flere ganger. Prøven vil da kontamineres for hvert skann og følgelig vil kvaliteten på diffraksjonsbildene forringes. Effekten av kontaminasjonen ved gjentatte skann er vist i Figur 2.17. Under *in situ* oppvarmingsforsøk unngås dette problemet da den høye temperaturen fører til at karbonlaget damper av.



Figur 2.17: Effekten av antall repeterte skann på antall indiserte punkter og bildekvalitet i grovkornet Ti (strålestrøm 33 nA og opptakshastighet lik 140 pps) [22].

Det er rapportert få *in situ* EBSD-undersøkelser ved oppvarming av stål. Dette kommer av den høye rekrystallasjonstemperaturen som gir flere utfordringer. Ved tidligere oppvarmingsforsøk av stål i kombinasjon med EBSD er det blitt utviklet ulike typer varmebord for å kunne varme opp til så høye temperaturer. Nakamichi *et al.* [3] har utført en undersøkelse av rekrystallasjon i et IF-stål (Interstitial Free). Det ble her vist at det var ingen signifikant forringelse av kvaliteten på diffraksjonsmønstrene ved temperaturer opp til 800 °C. Ved å sammenligne mikrostrukturen i overflaten og inni prøven ved *in situ* oppvarming ble det her funnet at det var en liten forskjell i rekryllisasjonprosessen, men at teksturendringene var liknede og dette indikerer at EBSD-observasjoner av overflaten er generelt representative for rekrystallasjonen i bulk. Til disse forsøkene ble varmebordet vist i Figur 2.18 utviklet. I varmebordet ble det benyttet en motstandsovn som var dekket med Al_2O_3 . Mellom ovn og prøven var det lagt en karbonskive og prøven var så festet til karbonskiven ved hjelp av grafittsement. Ovn, samt kanten på toppen av varmebordet, var skjermet med en sylinder av rustfritt stål. Varmebordet var festet på tre ben av en titanlegering som har lav varmeledningsevne.

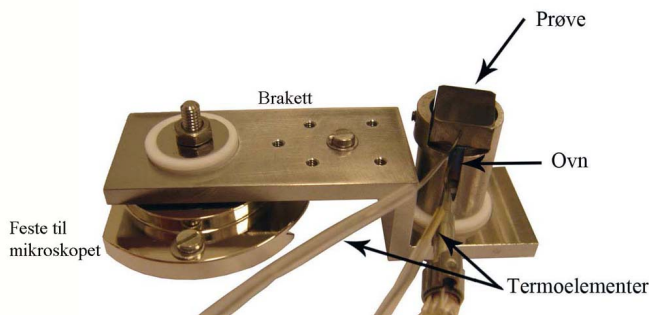


Figur 2.18: Skjematisk diagram av varmebordet utviklet for undersøkelse av rekrystallasjon i et IF-stål [3].

Lischewski *et al.* [4] har undersøkt $\alpha - \gamma - \alpha$ fasetransformasjonen i stål ved *in situ* varmebehandling opp til 900 °C i kombinasjon med EBSD-teknikken. Det ble da utviklet et varmebord hvor en infrarød diodelaser ble benyttet som varmekilde. Varmebordet bestod da av en SiC prøveholder som ble oppvarmet av laserens ved hjelp av absorpsjon. Holderen hadde videre et

indre og ytre varmevern, hvor det ytterste var vannkjølt. Varmebordet hadde mulighet til å varme opp til temperaturer på 1000 °C. Watanabe *et al.* [5] har også studert $\alpha - \gamma$ faseovergangen ved hjelp av *in situ* oppvarming i kombinasjon med EBSD. Det ble da spesialdesignet et varmebord med mulighet for oppvarming til rundt 1500 °C.

Ved Institutt for materialteknologi ved NTNU er det blitt utført flere *in situ* EBSD-forsøk. I tidligere arbeid utført av forfatteren ble det utviklet et *in situ* varmebord til oppvarming til høye temperaturer i stål. Dette varmebordet er vist i Figur 2.19. Varmebordet ble laget av en titanlegering med lav legeringsevne. De ulike delene av varmebordet var også isolert fra hverandre ved bruk av et keram kalt Macor. Til oppvarming ble det benyttet en motstandsovn med en maksimal temperatur på 800 °C. Denne ovnen ble skrudd opp i kontakt med prøven og termoelementer registrerte temperaturen i ovnen og i midten av prøven. Dette varmebordet ble så benyttet til å studere faseoverganger i et supermartensittisk rustfritt stål ved oppvarming til 635 °C [6].



Figur 2.19: *In situ* varmebordet utviklet for oppvarming til tofaseområdet i stål [6].

Andre *in situ* EBSD-forsøk utført ved Institutt for materialteknologi ved NTNU er *in situ* oppvarming og EBSD-karakterisering av aluminium. Ved disse oppvarmingsforsøkene har det ikke blitt varmet opp til temperaturer over 500 °C [27]. I tillegg har det blitt utført termomekaniske strekkforsøk av supermartensittisk rustfritt stål [14,28], samt av et lavlegert stål til arktiske applikasjoner [29]. Disse strekkforsøkene har blitt utført både ved oppvarming og ved lave temperaturer.

Kapittel 3

Eksperimentelt

3.1 Materiale

Stålet som blir undersøkt i denne oppgaven er et 420 MPa platestål fra Nippon Steel. Sammensetningen til stålet er vist i tabell 3.1.

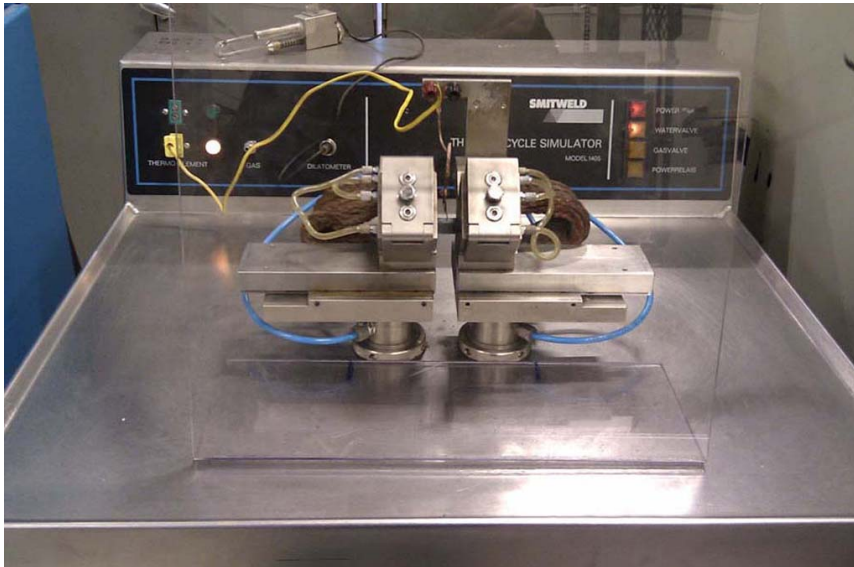
Tabell 3.1: *Sammensetning av stålet brukt i oppgaven [30].*

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

3.2 Sveisesimulering

Prøvestaver med en dimensjon på 11x11x100 mm³ ble utsatt for en ènsykel sveisesimulering med en maksimal temperatur på 1350 °C og påfølgende avkjølingstid mellom 800 °C og 500 °C, $\Delta t_{8/5}$, på 15s. Sveisesimuleringene ble utført SINTEFs sveisesimulator Smitweld TCS modell 1405 som baserer seg på motstandsoppvarming, vist i Figur 3.1. Prøvestaven ble da festet mellom to bakker i sveisesimulatoren. Disse bakkene var vannkjølt for å lede bort varme fra prøvestaven. Avkjølingshastigheten til prøven avhenger av bakkeavstanden. For å kontrollere temperaturen ble det påsveis et termoelement midt på prøvestaven. Operasjonsparametrene som ble benyttet er gitt i Tabell 3.2, mens Figur 3.2 viser en typisk resulterende temperatur-

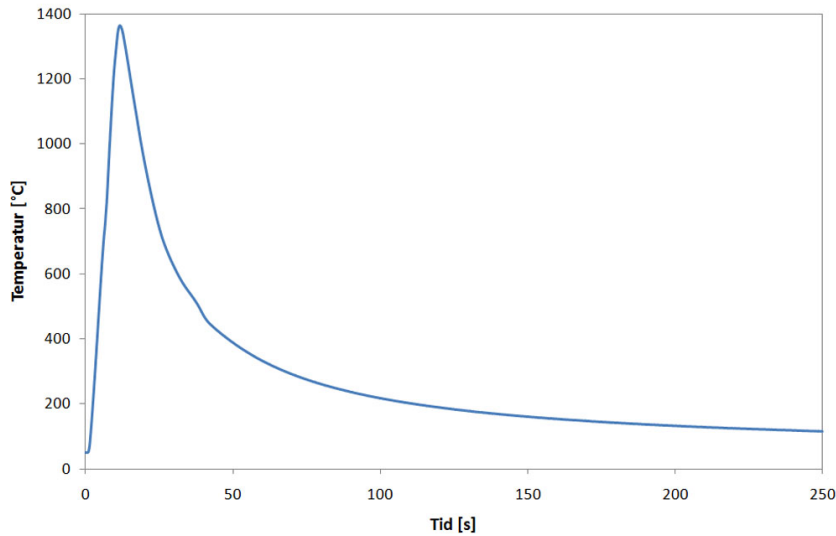
kurve. Ved sveisesimulering av den ene prøvestaven ble volumendring under sveissimuleringen logget ved bruk av et dilatometer.



Figur 3.1: Smitweld TCS modell 1405.

Tabell 3.2: Operasjonsparametre Smitweld TCS 1405.

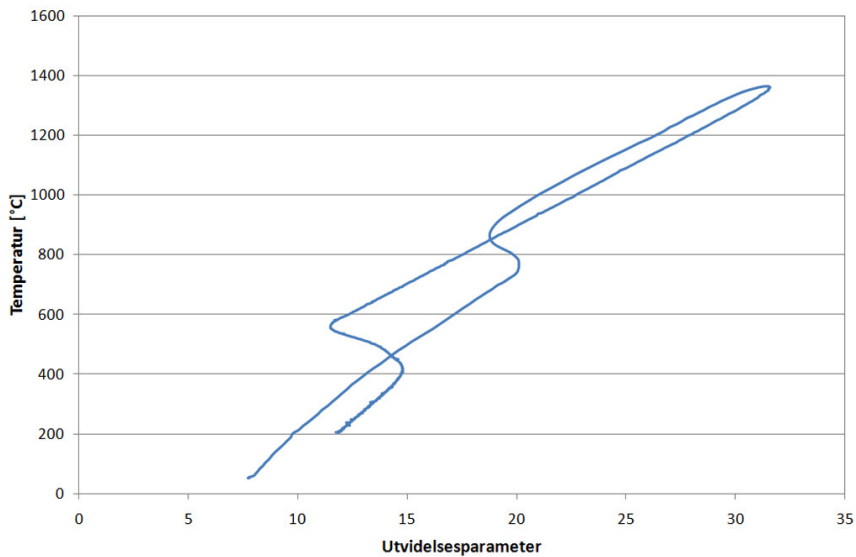
<i>Parameter</i>	<i>Verdi</i>
Sample type	Thick sample
Clamp distance	20 mm
Preheating temperature	50 °C
Peak temperature	1333 °C
Upper Δ temperature	800 °C
Lower Δ temperature	500 °C
Cooling time	14,7 s
Uprate limit	100 °C/s



Figur 3.2: Målt temperatur under sveisesimulering av en prøve.

3.2.1 Dilatometermålinger

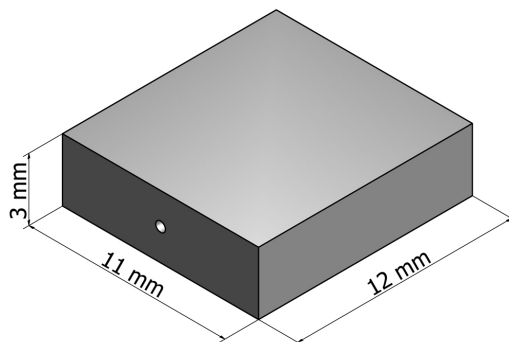
Dilatometeret måler utvidelsen av prøven ved oppvarming og avkjøling. Den termiske ekspansjonen er lineær og volumendringer som følge av faseformasjoner vil da gi endring i stigningstallet på den ellers lineære grafen. Temperaturen i punktet hvor stigningstallet til kurven først endrer seg gir temperaturen til starten på faseformasjonen. Sluttemperaturen til faseformasjonen er i punktet hvor kurven går tilbake til å være lineær. Dilatometerkurven ble benyttet til å finne de eksperimentelle A_{c1} - og A_{c3} -temperaturene til stålet. Et eksempel på en dilatometerkurve er vist i Figur 3.3.



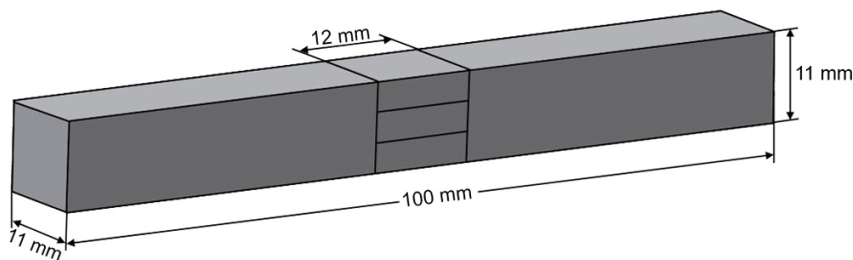
Figur 3.3: Eksempel på en dilatometerkurve fått fra dilatometermålinger.

3.3 Prøvegeometri og prøvepreparering

Etter sveisesimulering ble prøvene skjært ut etter geometrien vist i Figur 3.4. Prøvene ble skjært ut fra midt på røvestavne som vist i Figur 3.5. Det ble skjært ut tre prøver per prøvestav. I senter av prøven ble det boret et hull med en diameter på 0,55 mm til termoelement.



Figur 3.4: Prøvegeometri.



Figur 3.5: *Prøvestav med utskjærte prøver.*

Prøvene ble ikke støpt inn da de skulle undersøkes i SEM og det var da viktig at rester fra en eventuell innstøping ikke var til stede for å unngå oppladning av prøven. Prøvene ble derfor preparert manuelt. Prøvepreparering er svært viktig for å få gode EBSD-mønster siden det er bare de øverste nanometerne av prøven som undersøkes. All deformasjon i overflaten fra mekanisk behandling må derfor fjernes. Prøvene gjennomgikk prepareringsstegene gitt i listen under.

1. Våtsliping på papir med økende grad av finhet (80, 320, 500, 800 og 1200)
2. Elektropolering
3. Skylling i etanol
4. Rensing i aceton med ultralyd i fem minutter
5. Plasmarens under vakuum i tre minutter

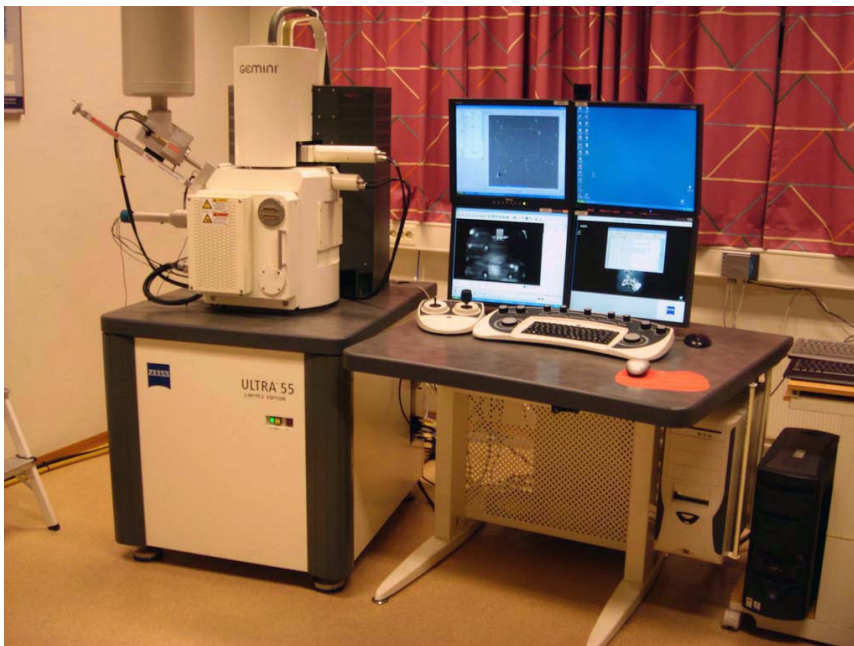
Ved elektropoleringen ble det benyttet en Struers LectroPol-5. Innstillingene for elektropoleringen er gitt i Tabell 3.3. Plasmarensen ble utført på en Fischione 1020 Plasma Cleaner. Tidligere undersøkelser hadde vist at elektrolytten Struers AC2 gav gode resultater ved kjøring av EBSD på stålet undersøkt i denne oppgaven [31]. Da denne elektrolytten ikke var tilgjengelig i begynnelsen av diplomoppgaven ble elektrolytten Struers A2 benyttet på de første prøvene som ble undersøkt. Senere ble Struers AC2 benyttet.

Tabell 3.3: Innstillinger for elektropolering.

	Serie 1	Serie 2
<i>Areal</i>	1 cm ²	0.5 cm ²
<i>Temperatur</i>	21 °C	21 °C
<i>Elektrolytt</i>	Struers A2	Struers AC2
<i>Spenning</i>	20 V	40 V
<i>Strømningshastighet</i>	15	15
<i>Tid</i>	30 s	30 s eller 40 s

3.4 Innstillinger ved EBSD-karakterisering

Elektronmikroskopet som ble brukt i oppgaven var et Zeiss Gemini Ultra 55 Limited Edition. Et bilde av mikroskopet og EBSD-detektoren er vist i Figur 3.6.

**Figur 3.6:** Zeiss Gemini Ultra.

Da dette er et FESEM kunne en høy strålestrøm benyttes uten at oppløsningen ble påvirket i stor grad. Detektoren som ble benyttet var en NORDIF UF-300 EBSD-detektor som var koblet til programvaren NORDIF 1.4.0 for lagring av diffraksjonsmønstrene. Programvaren EDAX/TSL OIM Data Collection 5.31 ble brukt til å indisere de lagrede diffraksjonsbildene, mens programvaren EDAX/TSL OIM Analysis 5.31 ble brukt til analysering av dataene.

Innstillingene i SEM er vist i Tabell 3.4. Arbeidsavstanden og forstørrelsen ble valgt på bakgrunn av grafene i Figur 2.11 og 2.10 som gir optimale verdier for arbeidsavstanden og forstørrelsen.

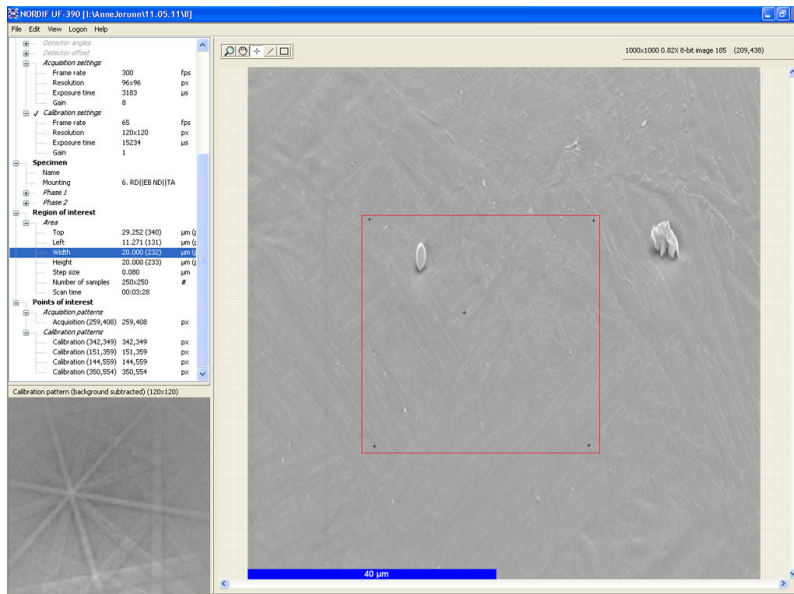
Tabell 3.4: SEM-innstillinger.

<i>Akselerasjonsspenning</i>	20 kV
<i>Arbeidsavstand</i>	22 mm og 23 mm
<i>Forstørrelse</i>	1000X
<i>Strålestrøm</i>	100 nA
<i>Aperturdiameter</i>	300 μm
<i>Strålestrøm</i>	High current mode
<i>Vippevinkel</i>	70 °
<i>Dynamisk fokus</i>	2% og 3%

3.5 Opptak av EBSD-data

NORDIF-programvaren ble benyttet til opptak av EBSD-data. Figur 3.7a viser et skjermbilde av programmet. I rammen til venstre ble innstillingene justert. Et utsnitt av disse innstillingene er vist i Figur 3.7b. I forkant av EBSD-skannet ble det lagt inn forstørrelse, akselerasjonsspenning, arbeidsavstand og vippevinkel i samsvar med SEM-innstillingene. Programmet henter deretter opp et sekundærelektronbilde av det aktuelle området.

Hovedinnstillingene for detektoren er opptak- og kalibreringsinnstillingene, henholdsvis *Acquisition-* og *Calibration settings*. Ved å justere opptaksinnstillingene kan kvaliteten på diffraksjonsbildene som lagres optimaliseres.



(a)

Microscope		
Manufacturer	Zeiss	
Model	Ultra 55	
Magnification	1000	#
Accelerating voltage	20.0	kV
Working distance	22.0	mm
Tilt angle	70.0	°
Signal voltages		
Deflection voltages		
Electron image		
Frame rate	0.10	fps
Resolution	1000x1000	px
Calibration factor	5515.1	μm/V
Aspect ratio		
EBSD detector		
Port position	270	°
Detector angles		
Detector offset		
Acquisition settings		
Frame rate	300	fps
Resolution	96x96	px
Exposure time	3183	μs
Gain	8	
Calibration settings		
Frame rate	45	fps
Resolution	160x160	px
Exposure time	22072	μs
Gain	2	

(b)

Figur 3.7: (a) Skjermbilde av NORDIF-programvaren hvor interesseområdet er merket med en rød firkant og (b) utsnitt av innstillingene til programvaren.

Parameterne hastighet (Frame rate), oppløsning (Resolution) og kameraforsterkning (Gain) blir da justert. Hastigheten angir hvor mange bilder som blir tatt opp hvert sekund, og dermed hvor mange punkter som blir skannet hvert sekund. I denne oppgaven ble det brukt en oppløsning på 96x96 piksler. Dette tilsvarer en 5x5 binning, altså at 5x5 bildepunkter blir slått sammen til ett. Lysfølsomheten på CCD-brikken vil da øke med en faktor 25. Hastigheten kan økes når oppløsningen reduseres. Eksponeringstiden (Exposure time) settes automatisk til tilhørende maksimal verdi. I de tilfellene der det er lav intensitet i bildene kan elektronisk kameraforsterkning legges inn. Gain vil tilføre støy i bildet, men siden Hough-transformasjonen er lite følsom for støy har dette liten negativ effekt.

Kalibreringsbildene bør ha god kvalitet og derfor tas disse med større oppløsning og lengre eksponeringstid enn opptaksbildene. Tabell 3.5 viser innstillingene som ble brukt under forsøket. For et interesseområde på 20x20 μm tok hvert EBSD-skann 3,5 minutter ved bruk av innstillingene gitt i tabellen.

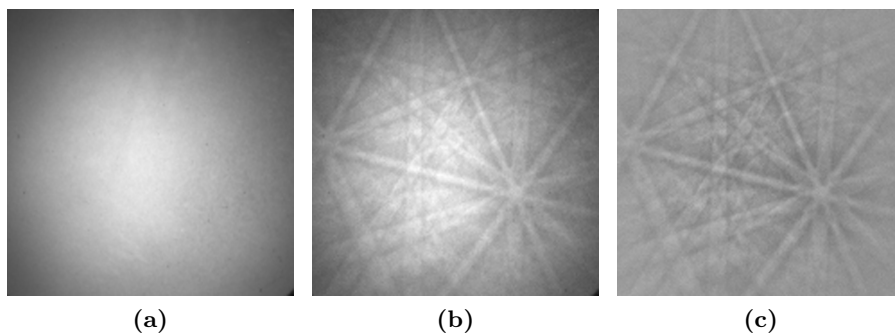
Tabell 3.5: *NORDIF-innstillinger.*

Opptaksinnstillinger	
<i>Hastighet</i>	300 pps
<i>Oppløsning</i>	96x96 px
<i>Kameraforsterking</i>	4 og 8
Kalibreringsinnstillinger	
<i>Hastighet</i>	80 og 45 fps
<i>Oppløsning</i>	160x160 px
<i>Kameraforsterking</i>	1 og 2
Interesseområde	
<i>Bredde</i>	20 μm og 40 μm
<i>Høyde</i>	20 μm og 40 μm
<i>Steglengde</i>	80 nm

Før skannet kjøres blir det tatt opp et bakgrunnsbilde for å fjerne skjevbe-
lysning i bildene. Bakgrunnsbildet blir dannet ved å ta opp diffraksjonbildet

for en rekke punkt på prøven og deretter ta gjennomsnittet av disse. Dette bildet blir så trukket fra diffraksjonsbildene. Dette er vist i Figur 3.8.

Før skannet startes må interesseområdet velges. Deretter tas det opp kalibreringsbilder og ett opptaksbilde. Kalibreringsbildene tas typisk opp fra hjørnene av interesseområdet som skannes mens opptaksbildet hentes fra et vilkårlig punkt i området.



Figur 3.8: (a) Bakgrunnsbilde og diffraksjonsbilde (b) uten og (c) med bakgrunns-korreksjon.

3.6 Indisering og analyse av EBSD-data

Prosesseringen av de lagrede EBSD-dataene ble gjort med programmet TSL OIM Data Collection 5.31. I programmet må det velges hvilke faser programmet skal lete etter, samt Hough-innstillingene. Det var forventet å finne BCC- og FCC-strukturer i de undersøkte stålprøvene, og følgelig ble derfor α - og γ -jern lagt inn i programmet. Hough-innstillingene er gitt i Tabell 3.6.

Programmet TSL OIM Analysis 5.31 ble benyttet til å analysere mikrostrukturen i materialet. Det ble da i hovedsak tatt ut to typer EBSD-kart; invers polfigurkart (IPF-kart) og fasekart. IPF-kart viser kornorienteringene i materialet ved at fargene representerer forskjellige orienteringer som vist i Figur 2.15. Alle IPF-kart vist i denne oppgaven har disse fargene. Fasekart viser hvilke faser som er til stede i materialet. I denne oppgaven vises FCC (α -fase) med en rød farge, mens austenitt (γ -fase) avbildes grønn.

Ved å benytte polfiguren til austenittfasen ble orienteringsdataene til to

Tabell 3.6: *Hough-innstillinger*

<i>Hough type</i>	Classic
<i>Hough resolution</i>	low
<i>Convolution mask</i>	9x9
<i>Min peak magnitude</i>	5
<i>Min peak distance</i>	15
<i>Peak symmetry</i>	0,5
<i>Vertical bias</i>	0%
<i>Binned pattern size</i>	96
<i>Theta step size</i>	1°
<i>Pho fraction</i>	92%
<i>Max peak count</i>	8
<i>Min peak count</i>	3
<i>Hastighet</i>	94 pps

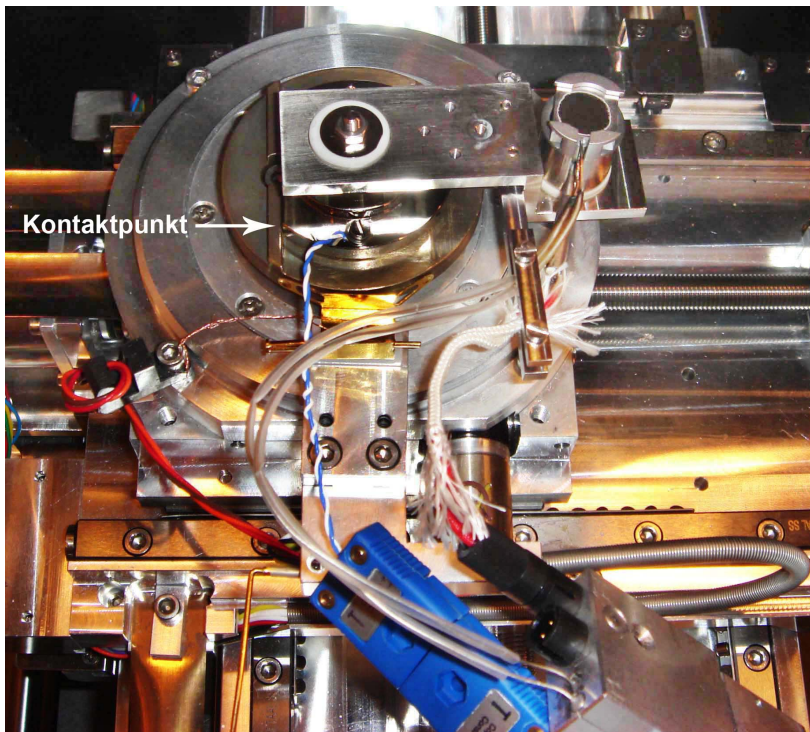
oppvarmingsforsøkeene rotert til en kubeorientering. Den eksperimentelle polfiguren for BCC-orienteringene kan da sammenlignes med K-S-polfiguren vist i Figur 2.7.

Programvaren tilbyr flere rensemetoder av orienteringsdataene. I denne oppgaven ble rensingsmetoden *Grain CI Standarization* brukt på alle dataene. I tillegg ble dataene til to av oppvarmingsforsøkene undersøkt med og uten et CI-filter hvor punkter med $CI < 0,05$ ble fjernet.

3.7 *In situ* oppvarmingsforsøk

Forsøksoppsettet i SEM er vist i Figur 3.9. Ovnene i varmebordet styres av en egen datamaskin som registrerer temperaturen i ovnen og prøven, se Figur 3.10. Ovnen kan også styres manuelt. Utstyret er utviklet av Rémi Chiron ved CNRF i Frankrike. Termoelementene som festes i ovnen og prøven er type K termoelementer med Inconel 600-mantel og diameter på 0,5 cm.

Det ble også festet termoelementer til varmebordet for å passe på at temperaturen ikke ble for høy i kontaktpunktet mellom varmebordet og prøvebordet på mikroskopet som vist i Figur 3.9. Temperaturen skulle ikke overstige 47 °C i dette punktet da det er sensitive komponenter som ikke tåler høy temperatur under prøvebordet til mikroskopet. Temperaturen ble overvåket ved hjelp av en temperaturmåler.

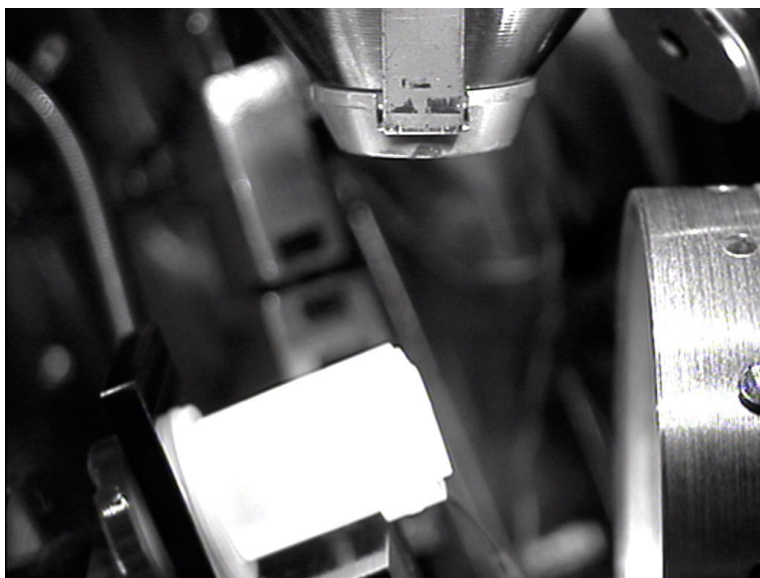


Figur 3.9: Forsøksoppsett av varmebord med ovn og termoelementer. Kontaktpunktet mellom varmebord og prøvebordet til mikroskopet er merket.



Figur 3.10: Styringsmaskin for in situ varmebord.

Varmebordet ble monteret i mikroskopet før ledninger til styring av ovn og logging av temperatur ble tilkoblet til varmbordet. Hele apparaturen ble tiltet 70 grader mens døren til mikroskopet var åpen for å være sikker på at ledninger ikke forflyttet seg. En monteringsanvisning for varmbordet og en bruksanvisning til styringsprogramvaren ble utviklet av forfatteren og er presentert i Vedlegg D og E. I Figur 3.11 er varmbordet og EBSD-detektoren vist inni mikroskopet under oppvarming. På grunn av den høye temperaturen er da ovn, prøve og prøveholderen glødende.



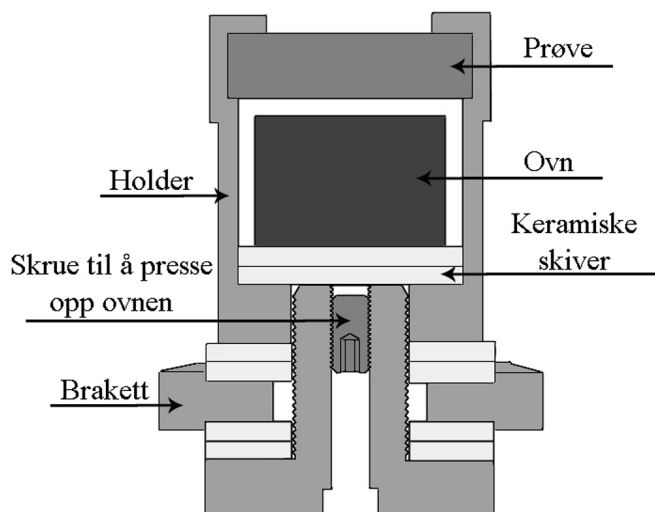
Figur 3.11: Skjerm bilde av innsiden av mikroskopet med lysende holder og EBSD-detektor.

I varmbordet plasseres ovnen under prøven i en holder og blir deretter skrudd opp i kontakt med prøven. Ovnen har en maksimal temperatur på 800 °C. I denne oppgaven var det ønskelig å nå en prøvetemperatur på minimum 750 °C. Tidligere arbeid utført av forfatteren har vist at temperaturforskjellen mellom prøve og ovn vil være over 85 °C når ovnen har en temperatur på 750 °C, og at denne temperaturforskjellen øker ved økende temperatur [6]. Det var derfor nødvendig å redusere temperaturforskjellen mellom prøven og ovnen. For å oppnå dette ble det benyttet en platinamalning fra SPI Supplies som er vakuunkompatibel ved høy temperatur [32]. En dråpe platinamalning ble plassert mellom prøven og ovnen og deretter satt til tørking i minst tre timer. Det var viktig å ikke bruke for mye platina-

maling da den ikke skulle presses ut på sidene av ovnen når ovnen presses mot prøven. For å forsikre at platinamalingen ikke ville gi avgassing under oppvarming ble det utført et oppvarmingsforsøk i et vakuumkammer. To prøver ble da limt sammen med platinamaling og varmet opp til 200 °C mens trykket i vakuumkammeret ble overvåket.

Holderen til prøven og ovnen på varmebordet har blitt utbredet fra den brukt i tidligere arbeid [6]. For å hindre varmeoverføring ytterligere har den nye holderen større diameter slik at ovnen ikke ligger i direkte kontakt med sidene på holderen som vist i Figur 3.12. I mikroskopet vil det derfor være vakuum mellom holderen og ovnen, noe som gir god varmeisolasjon. Dette gjør det mulig å holde høy temperatur over et lengre tidsrom.

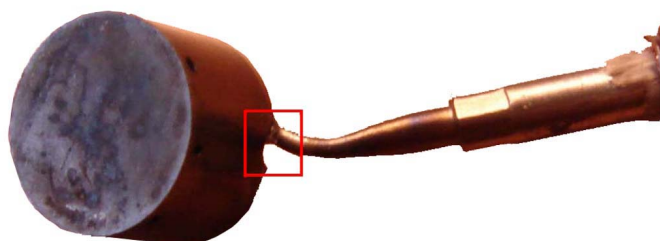
Opprinnelig var det planlagt å belegge sideflatene på holderen med en varmeisolerende maling [33]. Som for platinamalingen ble malingen påført en prøve som deretter ble varmet opp til 200 °C i et vakuumkammer. Trykket ble så overvåket for å se om malingen gav avgassing. Etter oppvarming viste det seg at den isolerende malingen ble sprø og støvet av. Den var derfor ikke egnet til å benyttes i SEM.



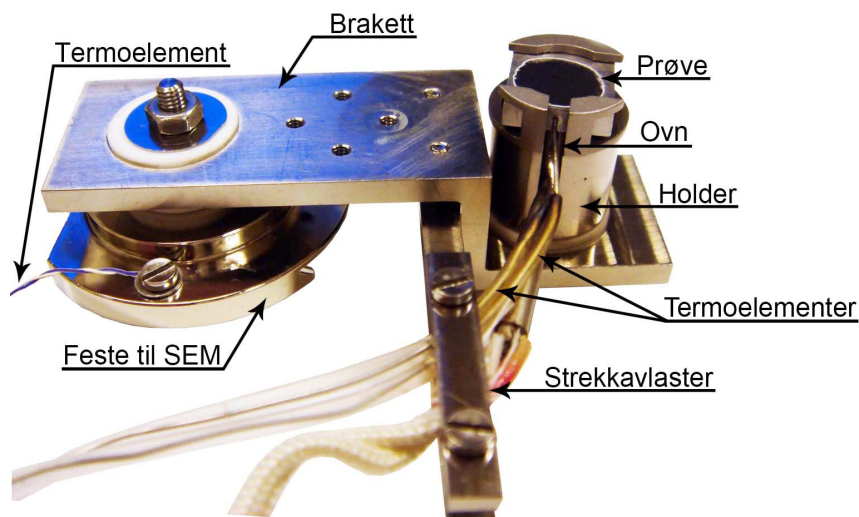
Figur 3.12: Skjematisk figur av et tverrsnitt av holderen for prøve og ovn.

Det ble utviklet en strekkavlaster til ovnen da det viste seg at overgangen til ovnen knakk som følge av bevegelse under innstallasjon i mikroskopet,

se Figur 3.13. Strekkavlasteren er vist montert til varmebordet i Figur 3.14. Ovn og termoelementene blir da holdt fast av strekkavlasteren og vil derfor ikke belastes under innstallasjon og bruk i mikroskopet. Dette forhindrer at det oppstår brudd i varmeelementet i ovnen.



Figur 3.13: Ovn med brudd i overgangen (merket med rød firkant).



Figur 3.14: Varmebord med strekkavlaster.

Det ble kjørt totalt seks oppvarmingsforsøk; tre for begge elektrolyttene som ble benyttet ved elktropolering under prøvepreparering. Prøver elektropolert med elektrolytten Struers A2 ble varmet opp til en prøvetemperatur på 750 °C, 760 °C og 770 °C. Prøver preparert med elektrolytten Struers AC2 ble varmet opp til 760 °C, 780 °C og 790 °C. Temperaturforskjellen mellom prøven og ovnen varierte avhengig av mengden platinamaling som ble benyttet og temperaturen ble derfor justert underveis i oppvarmingsforsøket for å

gi ønsket prøvetemperatur. Oppvarmingshastigheten var 1 °C/s. Et skjermbilde av styringsprogramvaren til ovnen er vist i Figur E.3 i Vedlegg D. Ved oppvarming varierte prøvetemperaturen innenfor hvert enkelt EBSD-skann maksimalt med $\pm 0,5$ °C.

For hvert oppvarmingsforsøk ble det kjørt ett EBSD-skann før oppvarming, tre skann under oppvarming med 5 minutter mellomrom og ett skann etter avkjøling til romtemperatur. Ved oppvarming ble et område på $20 \times 20 \mu\text{m}$ undersøkt for hvert EBSD-skann. Det tok da 3,5 minutter å kjøre hvert enkelt skann. Skannene tatt før oppvarming og etter avkjøling var på $40 \times 40 \mu\text{m}$ da disse ble tatt ved romtemperatur, og skanningtiden var derfor ikke viktig. Dette ble gjort for å være sikker på at området skannet under oppvarming var innenfor området skannet før oppvarming og etter avkjøling. Disse ble senere beskåret til $20 \times 20 \mu\text{m}$ i programvaren TSL OIM Analysis 5.31 for å samsvare med samme område som ble undersøkt under oppvarming.

Under oppvarming beveget prøven seg som følge av termisk ekspansjon. Det var derfor viktig å følge med prøven under oppvarmingen for å kunne justere for denne bevegelsen slik at det området som ble skannet før oppvarming var synlig på skjermbildet i mikroskopet. Dette var fordi det var ønskelig å undersøke samme området under hele forsøket og det kan være vanskelig å finne igjen området etterpå. Det var også viktig å justere fokus før det ble kjørt EBSD da arbeidsavstanden også ble endret som følge av varmeutvidelsen på både prøven og holderen.

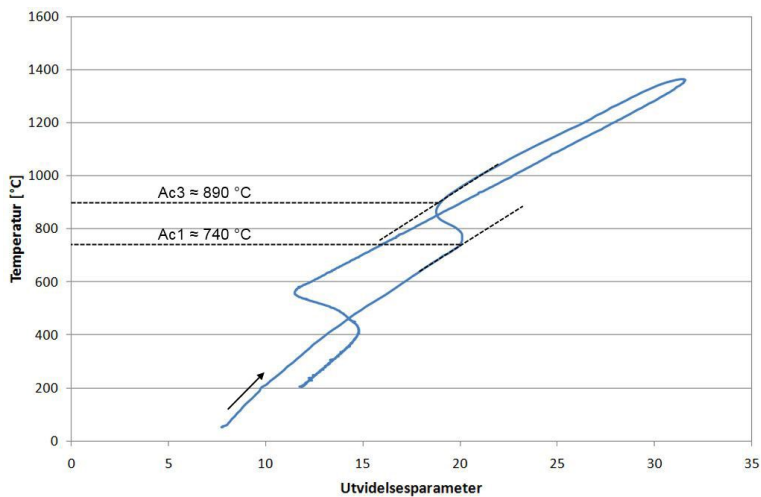
Det første skannet under oppvarming ble kjørt etter at prøven hadde ligget ved ønsket temperatur i 10 minutter. Det kunne ikke kjøres skann før dette da den termiske ekspansjonen i prøven ikke hadde stabilisert seg. Resultatene fra oppvarmingsforsøkene er presentert i neste kapittel.

Kapittel 4

Resultater

4.1 Bestemmelse av A_{c1} og A_{c3}

A_{c1} - og A_{c3} -temperaturene ble anslått til å være henholdsvis 740 °C og 890 °C på bakgrunn av dilatometerkurven vist Figur 4.1.



Figur 4.1: Dilatometerkurve med A_{c1} - og A_{c3} -temperaturene angitt.

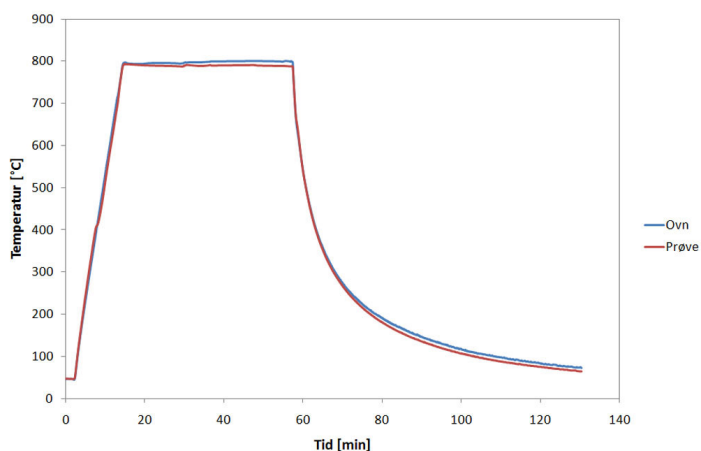
De teoretiske A_{c1} - og A_{c3} -temperaturene ble beregnet ved å bruke likningene 2.3 og 2.4 i kombinasjon med sammensetningen til materialet gitt i Tabell 3.1. A_{c1} og A_{c3} ble da funnet til å være henholdsvis 700 °C og 847 °C. De

eksperimentelle temperaturene ligger da omtrent 40 °C over de teoretiske. Videre i oppgaven ble da de eksperimentelle Ac_1 - og Ac_3 -temperaturene funnet fra dilatometerkurven benyttet.

4.2 Temperaturundersøkelse

For å minske temperaturforskjellen mellom prøven og ovnen ble det benyttet en platinamaling fra SPI. Denne ble da påført mellom prøven og ovnen før oppvarming. Ved bruk av platinamalingsen lå temperaturforskjellen normalt mellom 20-35 °C som vist i Figur 4.5 og 4.10. Ved å påføre en liten mengde ekstra platina ble temperaturforskjellen redusert helt ned til 10 °C, noe som var nødvendig for å nå en prøvetemperatur på 790 °C da maksimal temperatur i ovnen er 800 °C. Temperaturkurven ved oppvarming til 790 °C er vist i Figur 4.2.

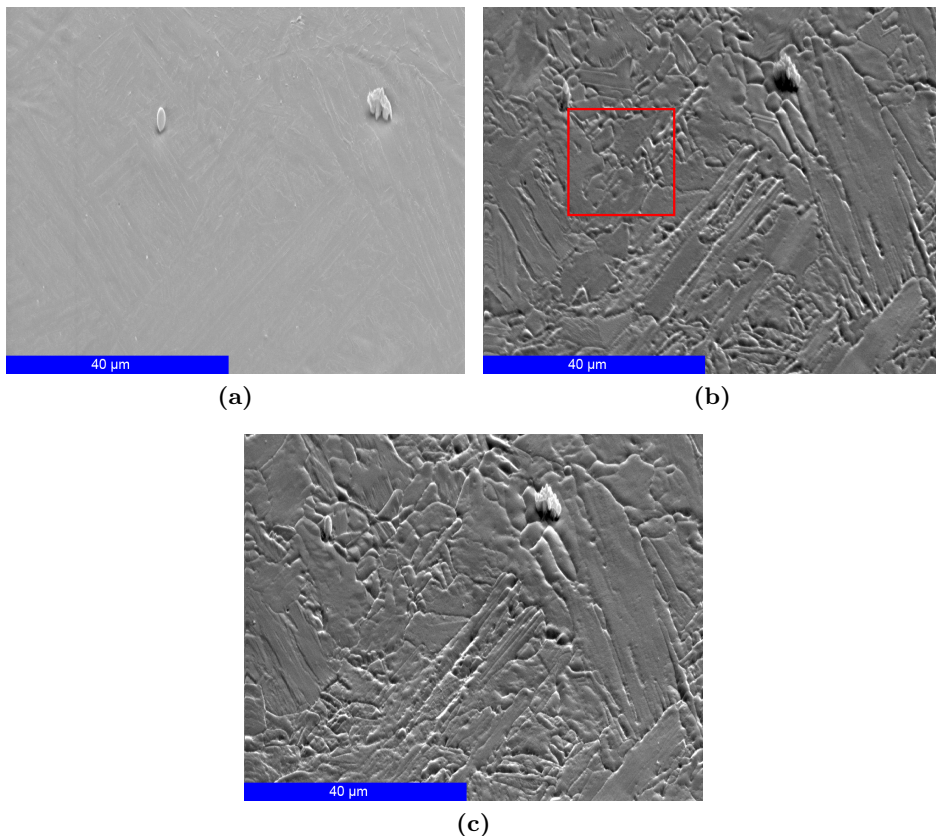
Fra temperaturkurvene til alle oppvarmingsforsøkene ble det observert at temperaturen i prøve og ovnen følger hverandre frem til rundt 400 °C, hvor det oppstår en liten utplaning i prøvetemperaturen som vist i Figur 4.2. Under de ulike oppvarmingsforsøkene ble det da observert at prøvetemperaturen ikke steg i et kort tidsrom når prøven begynte å gløde ved rundt 400 °C, og dette gav da utplaningen i temperaturkurvene. Denne utplaningen gir en temperaturforskjell mellom prøven og ovnen ved videre oppvarming.



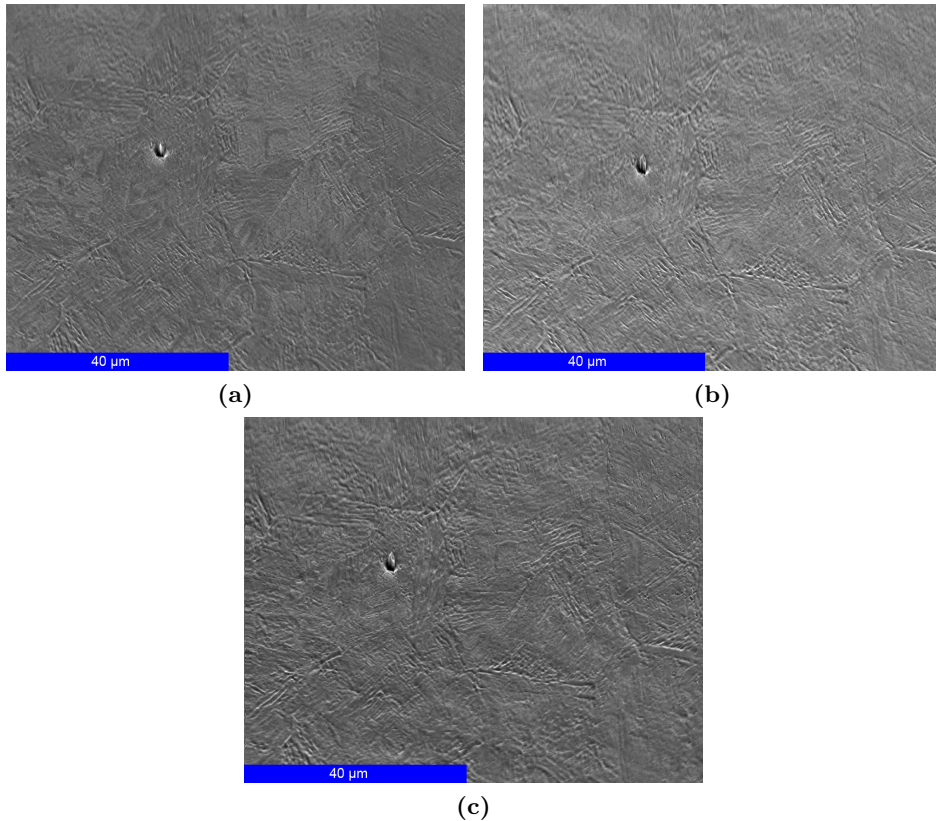
Figur 4.2: Temperaturkurve under *in situ* varmebehandling hvor prøven ble oppvarmet til 790 °C.

4.3 Dannelse av overflatetopografi ved oppvarming

Det ble observert at overflaten til prøvene elektropolert med elektrolytten Struers AC2 fikk en overflatetopografi under oppvarming. Denne topografien forble selv etter avkjøling av prøven. Dette er vist tydelig i Figur 4.3. Området som ble skannet med EBSD under oppvarming er merket med en rød firkant. Denne endringen i topografien ble ikke observert i samme grad for prøvene elektropolert med elektrolytten Struers A2, som vist i Figur 4.4.



Figur 4.3: Sekundærbilde av prøveoverflaten for en prøve polert med elektrolytten Struers AC2 (a) før oppvarming, (b) under oppvarming ved 760 °C (hvor området skannet med EBSD er merket med en rød firkant) og (c) etter avkjøling.



Figur 4.4: Sekundærbilde av prøveoverflaten for en prøve polert med elektrolytten Struers A2 (a) før oppvarming, (b) under oppvarming 750 °C og (c) etter avkjøling.

4.4 EBSD

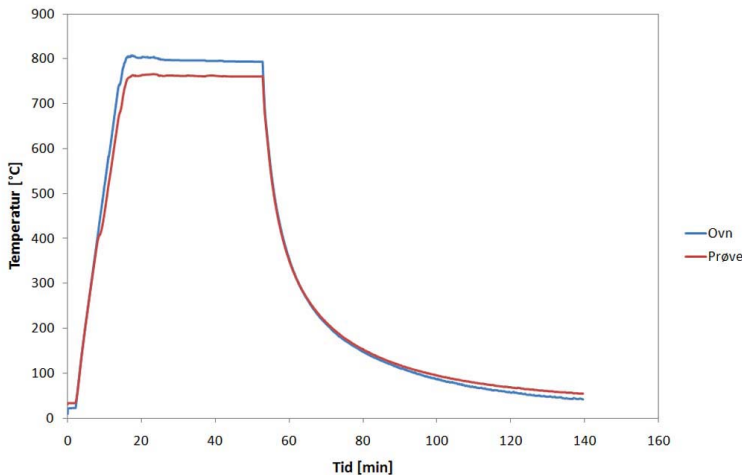
Det ble kjørt totalt seks oppvarmingsforsøk; tre for begge elektrolyttene som ble benyttet under prøveprepareringen. Prøver elektropolert med elektrolytten Struers A2 ble varmet opp til en prøvetemperatur på henholdsvis 750 °C, 760 °C og 770 °C. Prøver preparert med elektrolytten Struers AC2 ble varmet opp til prøvetemperaturer på henholdsvis 760 °C, 780 °C og 790 °C. Skannene for de to oppvarmingsforsøkene som ble varmet opp til 760 °C er presentert i dette kapittelet. Resultatene fra resten av oppvarmingsforsøkene er presentert i Vedlegg B og C.

Det var nødvendig å vente 10 minutter etter at prøvetemperaturen hadde nådd ønsket temperatur da det tok tid før den termiske ekspansjonene i

prøven stabiliserte seg. Deretter ble det kjørt skann hvert 5. minutt og skannene hadde derfor en holdetid ved ønsket temperatur på rundt 10 minutter, 15 minutter og 20 minutter. Under oppvarming ble et område på $20 \times 20 \mu\text{m}$ undersøkt og hvert EBSD-skann tok da 3,5 minutter. Temperaturen innenfor hvert enkelt skann varierte maksimalt med $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$.

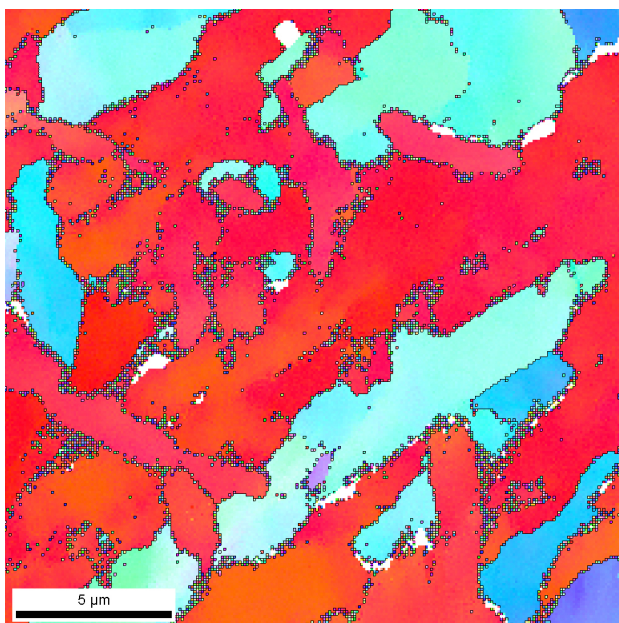
4.4.1 *In situ* oppvarming til $760 \text{ }^\circ\text{C}$ for prøven elektropolert med Struers A2

Figur 4.5 viser temperaturen i prøve og ovn ved oppvarming til en prøvetemperatur på $760 \text{ }^\circ\text{C}$ for prøven elektropolert med Struers A2. Prøvetemperaturen stabiliserte seg på $761 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$. Temperaturen i ovnen ble regulert kontinuerlig for å holde prøvetemperaturen på $760 \text{ }^\circ\text{C}$ og ovnen fikk da en temperatur på $796 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$. Det ble kjørt EBSD-skann når prøvetemperaturen hadde ligget på $760 \text{ }^\circ\text{C}$ i henholdsvis 10 minutter, 16 minutter og 21 minutter.

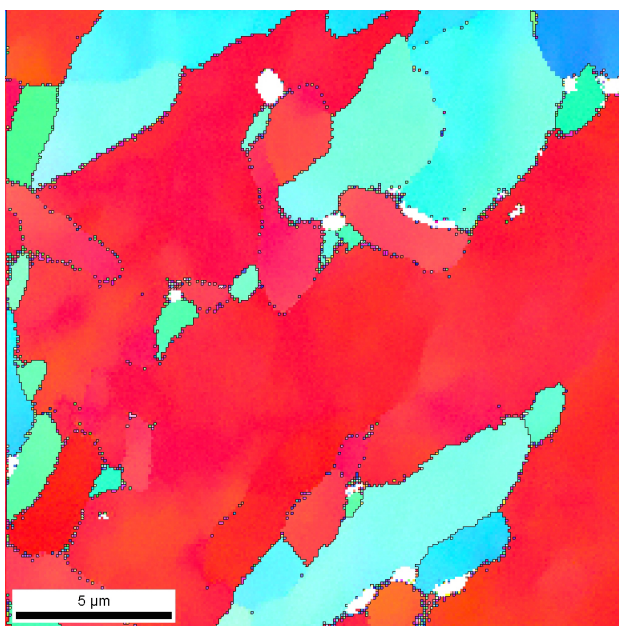


Figur 4.5: Temperaturkurve for prøven elektropolert med A2 og *in situ* varmebehandlet ved $760 \text{ }^\circ\text{C}$.

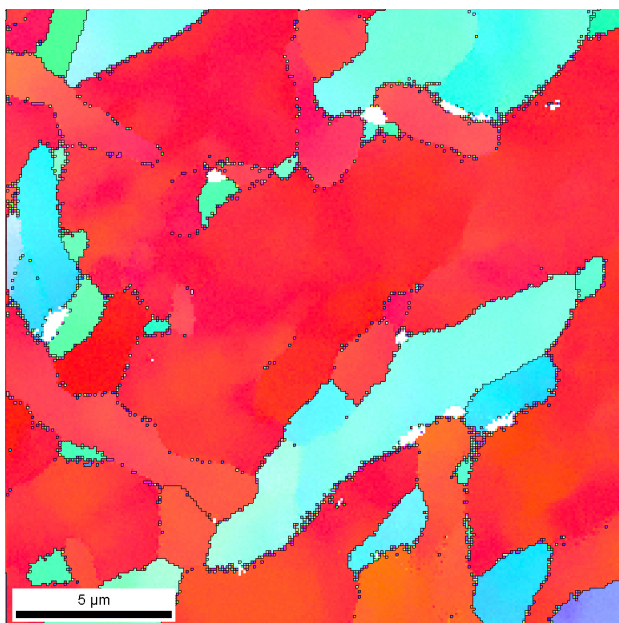
Det inverse polfigurkartet (IPF-kartet) og fasekartet for prøvematerialet før oppvarming, under oppvarming og etter avkjøling er vist i Figur 4.6 og 4.7. På fasekartene er BCC (α -fase) angitt med en rød farge mens de grønne områdene indikerer austenitt (γ -fase). Det er lagt høyvinkel korngrenser over alle kartene, det vil si korngrenser med en misorientering på mer enn 15 grader.



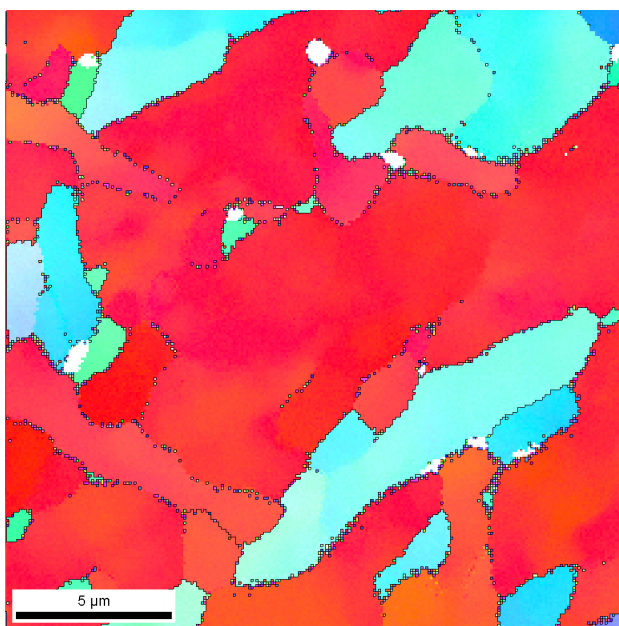
(a) Før oppvarming



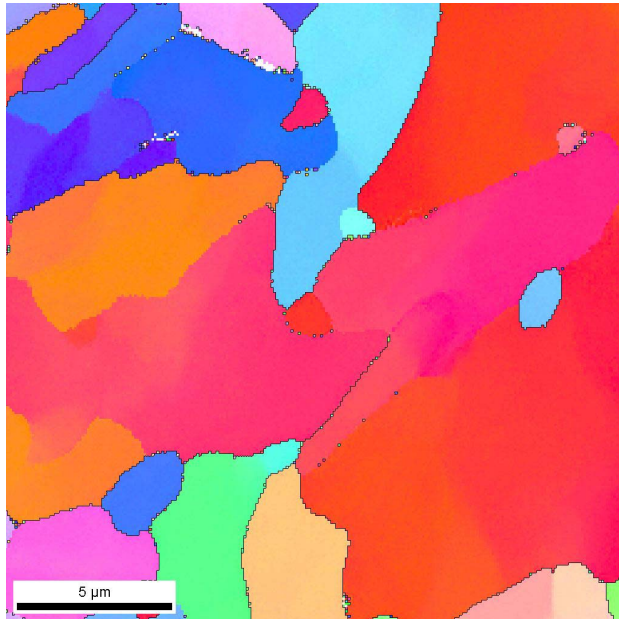
(b) 10 minutter ved 760 °C



(c) 16 minutter ved 760 °C

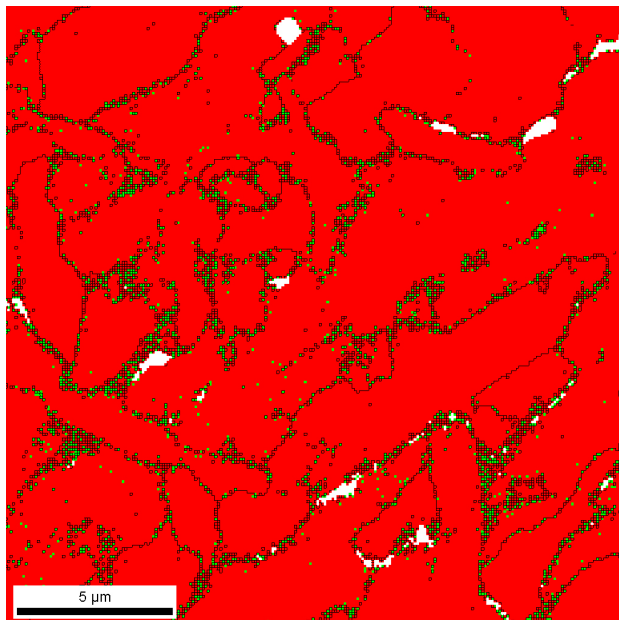


(d) 21 minutter ved 760 °C

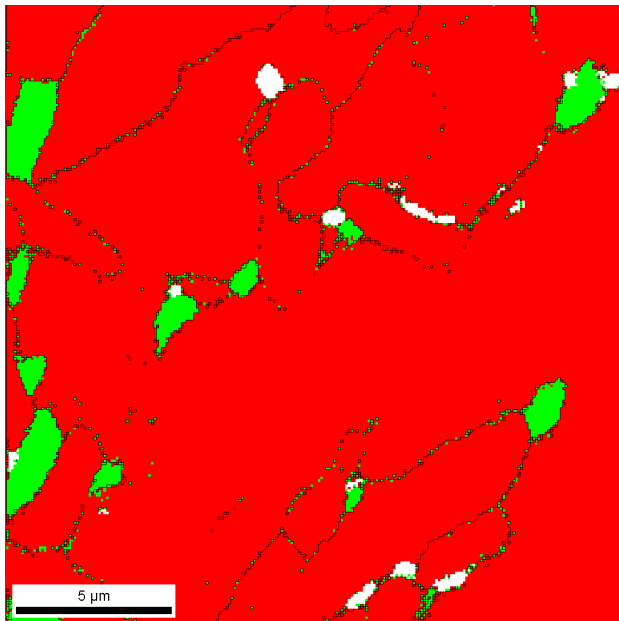


(e) Etter avkjøling

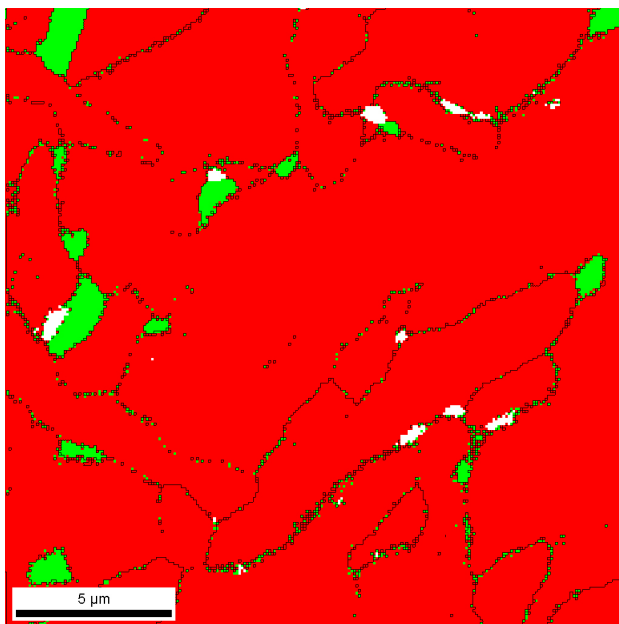
Figur 4.6: Invers polfigurkart for prøven som ble polert med elektrolytten Struers A2 (a) før oppvarming, (b) holdt ved 790 °C i 10 minutter, (c) 16 minutter, og (d) 21 minutter og (e) etter avkjøling. Høyvinkel korngrenser er lagt over kartene.



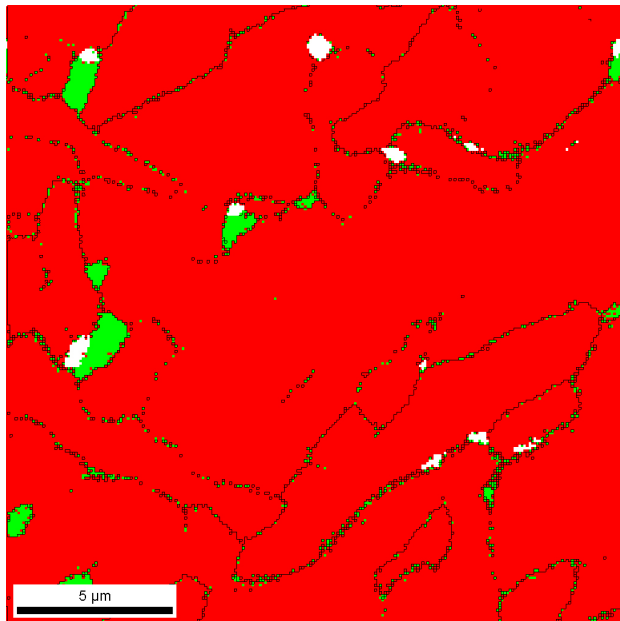
(a) Før oppvarming



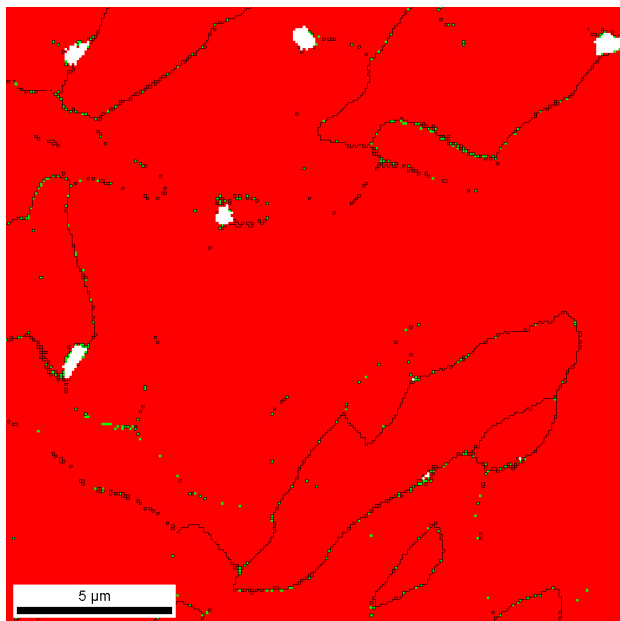
(b) 10 minutter ved 760 °C



(c) 16 minutter ved 760 °C



(d) 21 minutter ved 760 °C



(e) Etter avkjøling

Figur 4.7: Fasekart for prøven som ble polert med elektrolytten Struers A2 (a) før oppvarming, (b) holdt ved 760 °C i 10 minutter, (c) 16 minutter, og (d) 21 minutter og (e) etter avkjøling. Høyvinkel korn grenser er lagt over kartene.

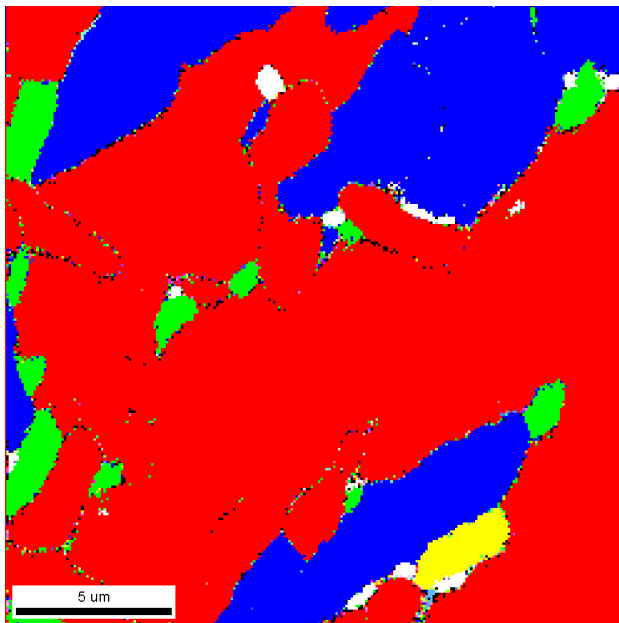
Andelen austenitt i skannet var 3,8 % før oppvarming og 5,4 %, 4,1 % og 3,0 % ved henholdsvis 10 minutter, 16 minutter og 22 minutter ved 760 °C, og 0,3 % etter avkjøling. De gjennomsnittlige CI-, IQ- og Fit-verdiene for forsøket er gitt i Tabell 4.1.

Tabell 4.1: Gjennomsnittlig CI-, IQ- og Fit-verdier for prøvematerialet elektro-polert med elektrolytten Struers A2 før oppvarming, ved 760 °C i 10 minutter, 16 minutter og 21 minutter og etter avkjøling.

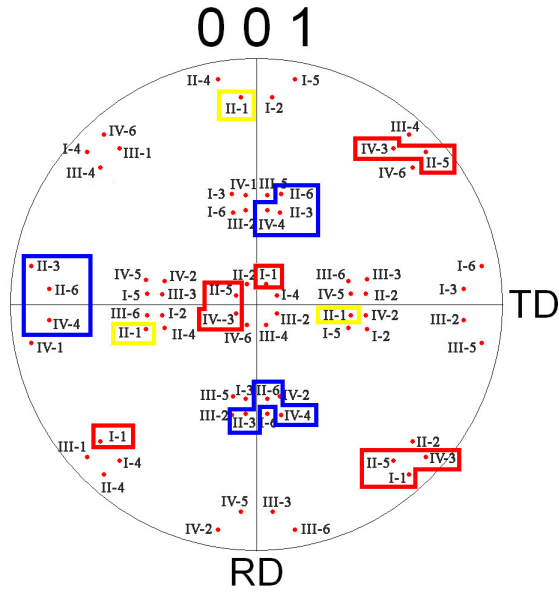
	Under oppvarming				Etter avkjøling
	Før oppvarming	10 min	16 min	22 min	
CI	0.83	0.91	0.90	0.90	0.92
IQ	147.77	147.35	146.14	145.23	187.11
Fit	1.16	0.85	0.90	0.90	0.69

Orienteringsdataene til EBSD-skannet tatt av prøven holdt ved 760 °C i 10 minutter ble rotert til en kubeorientering i programvaren TSL OIM Analysis 5.31. Dette ble gjort ved hjelp av polfiguren til austenitten da det er lett å se når denne har kubeorientering. Når EBSD-dataene har en kubeorientering vil polfiguren for BCC-orienteringene sammenfalle med K-S orienteringene. Polfiguren til BCC-orienteringene er vist i Figur 4.9b. De ulike BCC-variantene er markert med forskjellige farger i polfiguren. I Figur 4.9b er BCC-korn som har disse orienteringene markert med samme farge som i polfiguren. Austenitten er markert med en grønn farge i kartet vist i Figur 4.9b. Punktene som gir støy i polfiguren er merket med svart i Figur 4.8. Det ses at punktene som gir støy er enkelt piksler langs korn grensene.

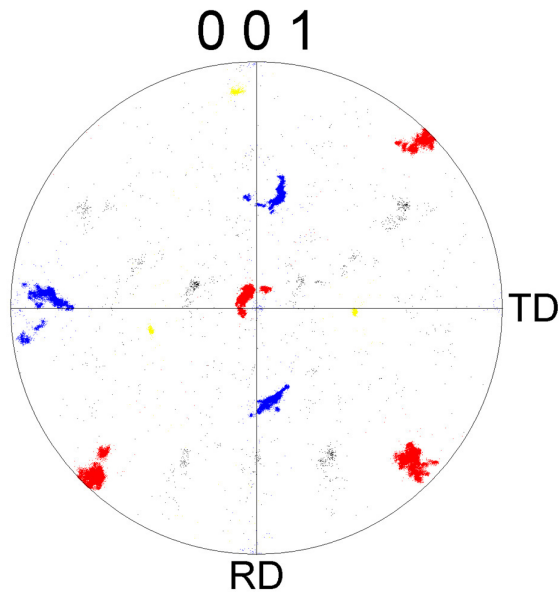
Ved sammenligning av polfiguren for BCC-variantene til de roterte orienteringsdataene med polfiguren til den teoretiske fordelingen av BCC-varianten i henhold til K-S, ses det at selv om det er litt spredning fra de ideelle atskilte orienteringene, så samsvarer de eksperimentelle orienteringene godt med de teoretiske.



Figur 4.8: BCC-korn med samme orientering er markert med samme farge (austenitt er vist med grønn). Disse fargene samsvarer med orienteringene vist i polfiguren i Figur 4.9b.



(a)

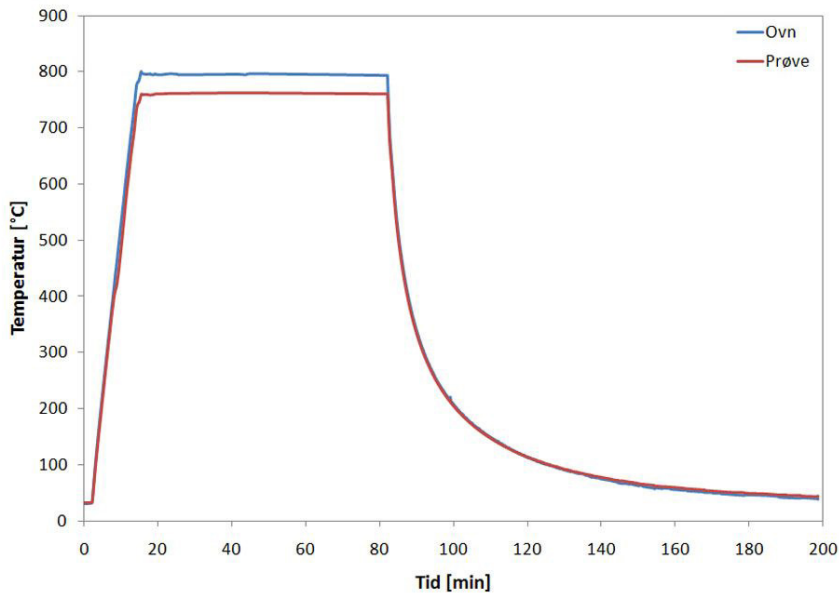


(b)

Figur 4.9: Standard $\{100\}$ polfigurer for (a) de 24 teoretisk mulige BCC-variantene og (b) rotert datasett for skannet holdt ved 760 °C i 10 minutter.

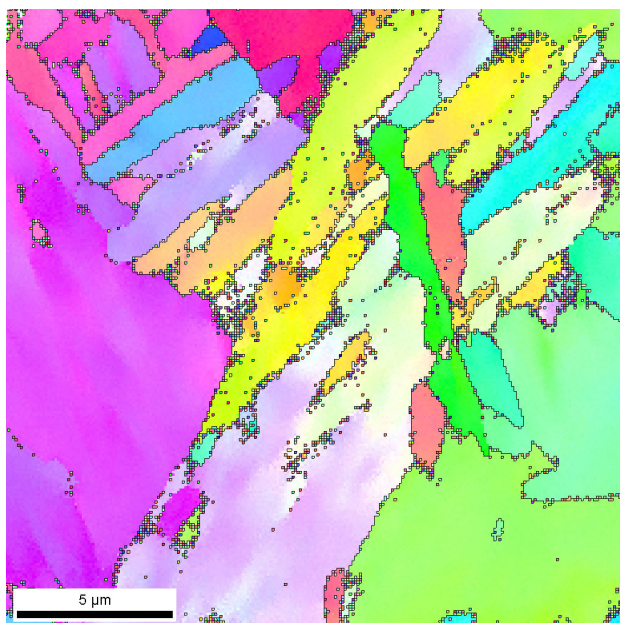
4.4.2 *In situ* oppvarming til 760 °C for prøven elektropolert med Struers AC2

Figur 4.10 viser temperaturen i prøven og ovnen ved oppvarming til en prøvetemperatur på 760 °C for prøven elektropolert med Struers AC2 ved prøvepreparering. Prøvetemperaturen stabiliserte seg på $761\pm 0,5$ °C. Temperaturen i ovnen ble regulert kontinuerlig for å holde prøvetemperaturen på 760 °C og ovnen fikk da en temperatur på $795\pm 0,5$ °C. Det ble kjørt EBSD-skann da prøvetemperaturen hadde ligget på 760 °C i henholdsvis 10 minutter, 16 minutter og 21 minutter.

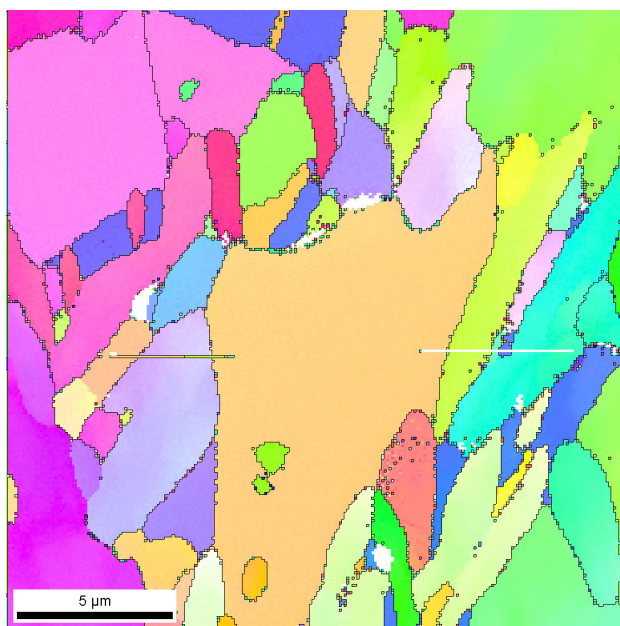


Figur 4.10: Temperaturkurve for prøven elektropolert med AC2 og *in situ* varmebehandling ved 760 °C.

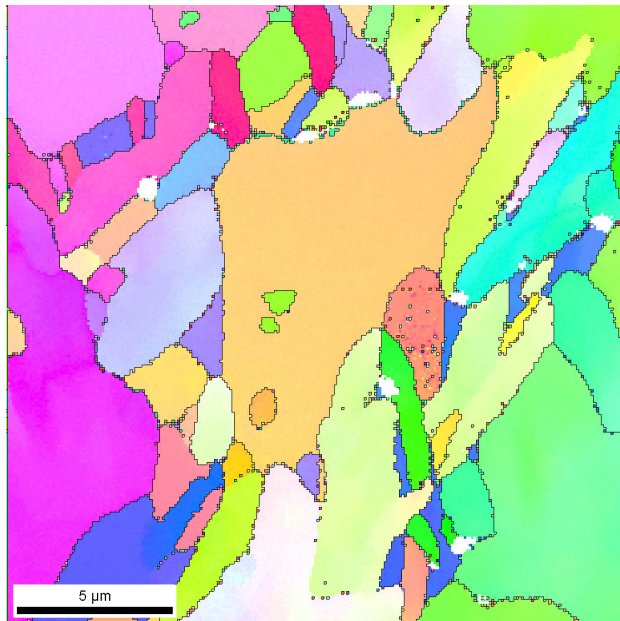
IPF-kartet og fasekartet for prøvematerialet før oppvarming, under oppvarming og etter avkjøling er vist i Figur 4.11 og 4.12. Det er lagt høyvinkel korngrenser over alle kartene, det vil si korngrenser med en misorientering på mer enn 15 grader.



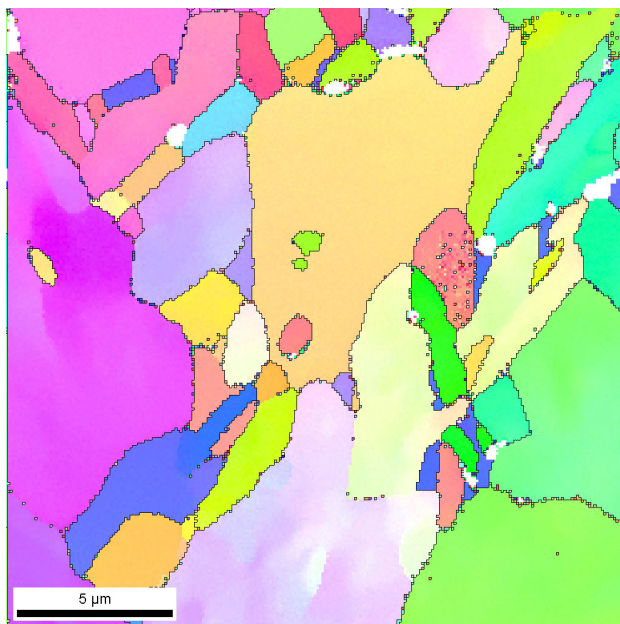
(a) Før oppvarming



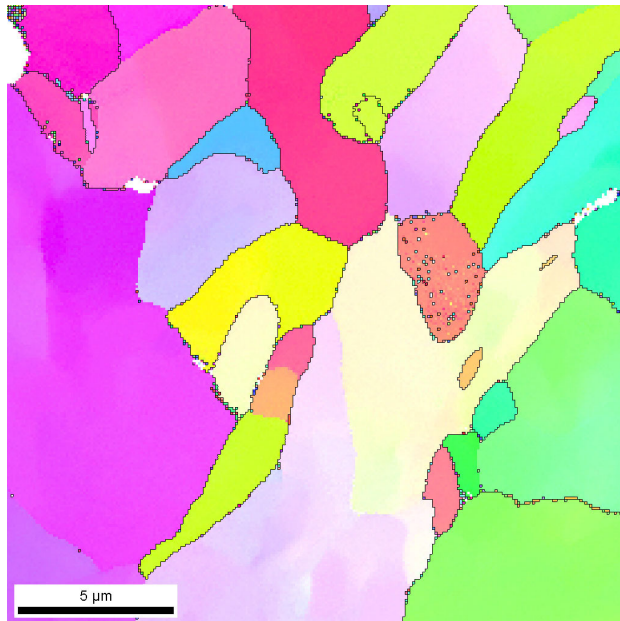
(b) 10 minutter ved 760 °C



(c) 16 minutter ved 760 °C

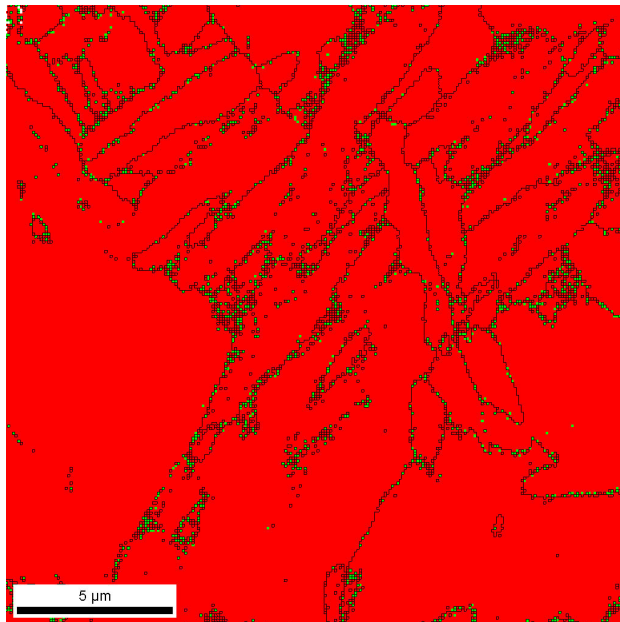


(d) 21 minutter ved 760 °C

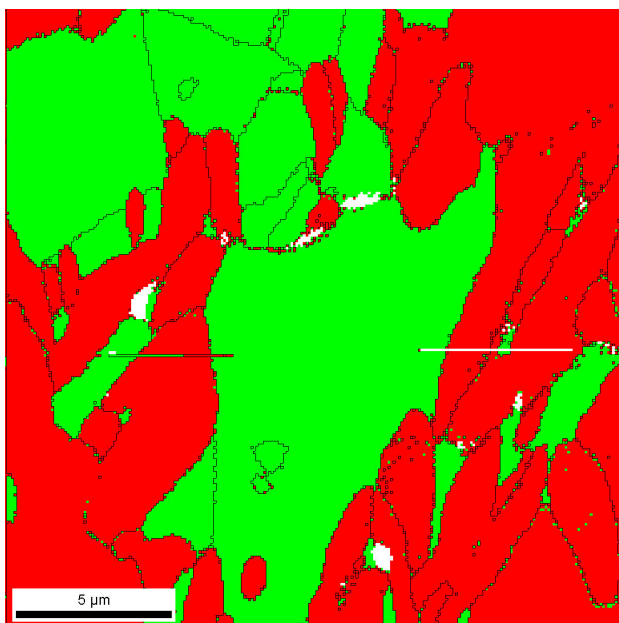


(e) Etter avkjøling

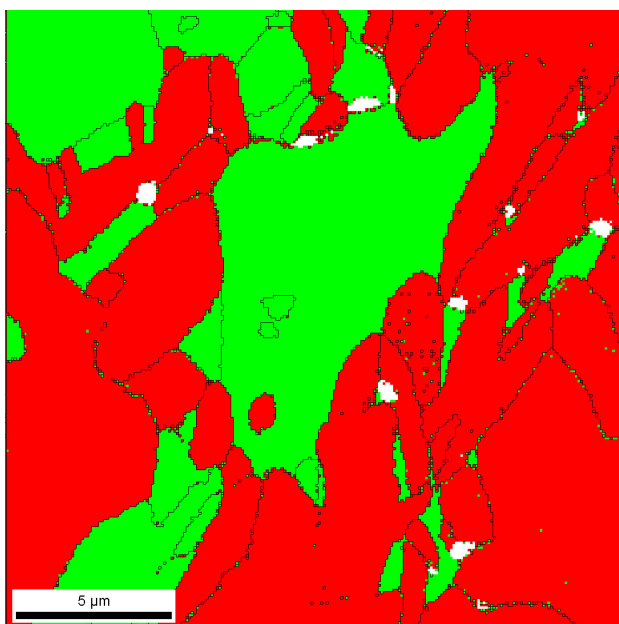
Figur 4.11: Invers polfigurkart for prøven som ble polert med elektrolytten Struers AC2 (a) før oppvarming, (b) holdt ved 760 °C i 10 minutter, (c) 16 minutter, og (d) 21 minutter og (e) etter avkjøling. Høyvinkel korn grenser er lagt over kartene.



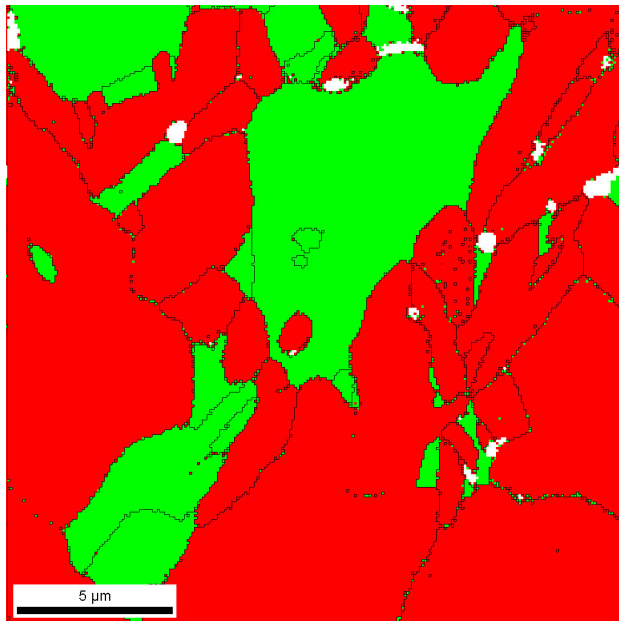
(a) Før oppvarming



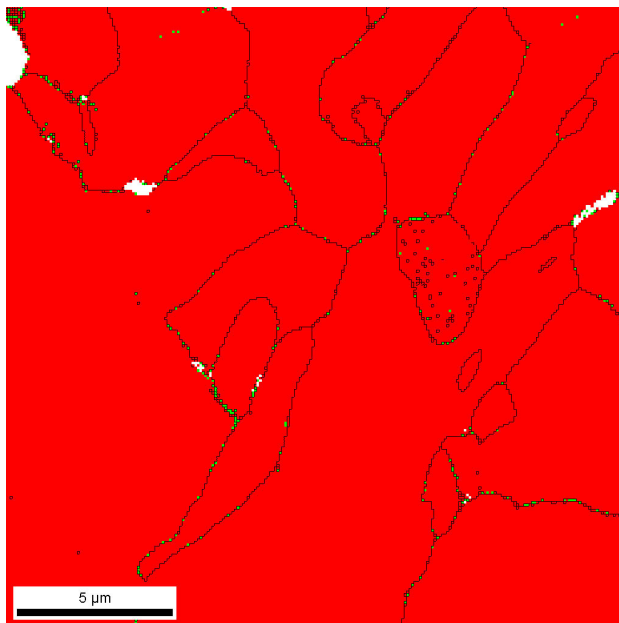
(b) 10 minutter ved 760 °C



(c) 16 minutter ved 760 °C



(d) 21 minutter ved 760 °C



(e) Etter avkjøling

Figur 4.12: Fasekart for prøvematerialet som ble polert med elektrolytten Struers AC2 (a) før oppvarming, (b) holdt ved 760 °C i 10 minutter, (c) 16 minutter, og (d) 21 minutter og (e) etter avkjøling. Høyvinkel korngrenser er lagt over kartene.

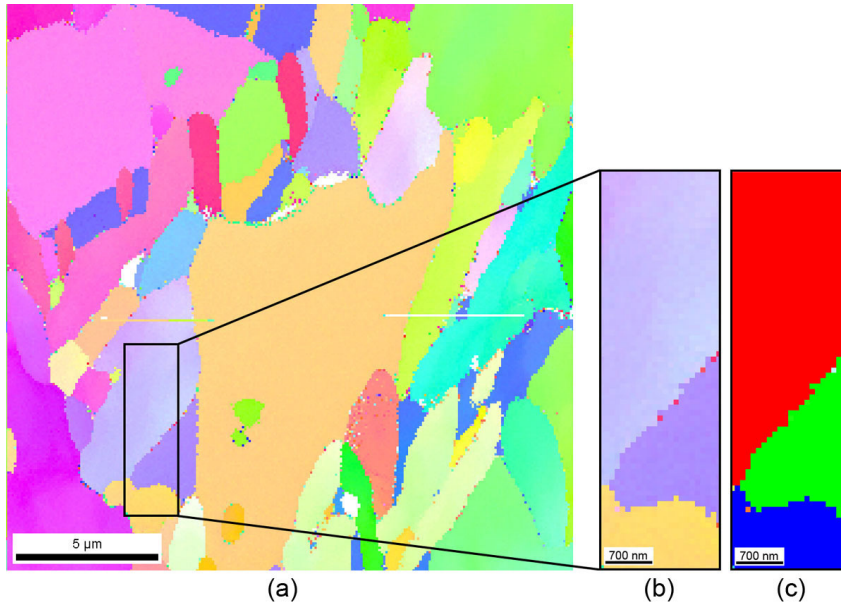
Andelen austenitt i skannene var 2,5 % før oppvarming og 43,6 %, 33,7 % og 26,6 ved henholdsvis 10 minutter, 16 minutter og 21 minutter ved 760 °C, og 0,6 % etter avkjøling. De gjennomsnittlige CI-, IQ- og Fit-verdiene for forsøket er gitt i Tabell 4.2.

Tabell 4.2: Gjennomsnittlig CI-, IQ- og Fit-verdier for prøvematerialet elektropolert med elektrolytten Struers AC2 før oppvarming, ved 760 °C i 10 minutter, 16 minutter og 21 minutter og etter avkjøling.

	Under oppvarming				Etter avkjøling
	Før oppvarming	10 min	16 min	22 min	
CI	0.86	0.90	0.90	0.90	0.91
IQ	157.32	188.28	187.07	191.49	212.33
Fit	1.02	0.83	0.84	0.87	0.62

I EBSD-skannet tatt av prøven holdt ved 760 °C i 10 minutter ble orienteringsdataene til et lite område som besto av et austenittkorn og to BCC-korn rotert til en kubeorientering i programvaren TSL OIM Analysis 5.31. IPF-kartet for hele skannet og for det utvalgte området er vist i Figur 4.13a og 4.13b. Orienteringsdataene til det utvalgte området ble rotert til en kubeorientering ved hjelp av polfiguren til austenitten i dette området da det er lett å se når FCC har en kubeorientering. Når EBSD-dataene har en kubeorientering vil polfiguren for BCC-orienteringene sammenfalle med K-S orienteringene. Polfiguren til BCC-orienteringene er vist i Figur 4.14b. I polfiguren er de ulike BCC-variantene markert med forskjellige farger. I Figur 4.13c er BCC-korn som har disse orienteringene markert med samme farge som i polfiguren. Austenitten er markert med en grønn farge i kartet vist i Figur 4.13c.

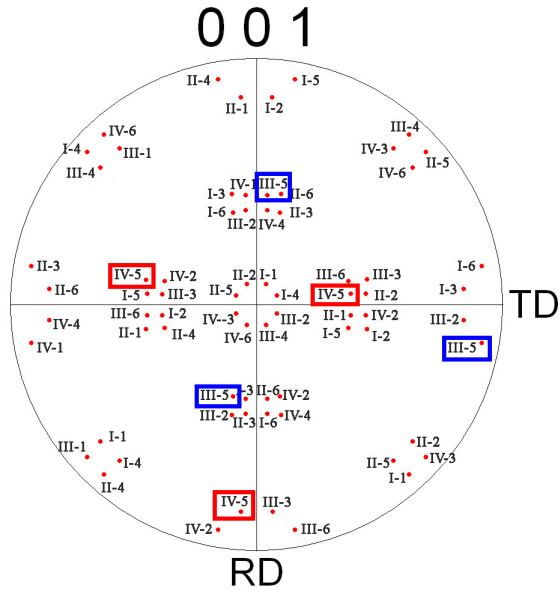
Ved sammenligning av polfiguren for BCC-variantene innenfor det roterte området med polfiguren for den teoretiske fordelingen for BCC-varianter i henhold til K-S, ses det at de eksperimentelle orienteringene samsvarer godt med de teoretiske.



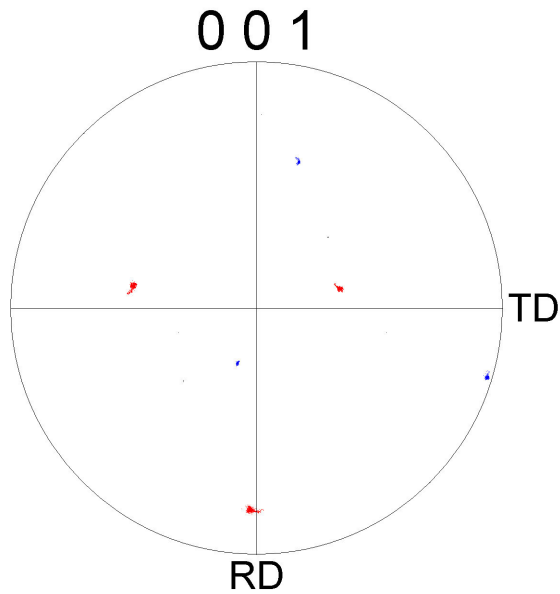
Figur 4.13: IPF-kart for (a) hele skannet for prøven holdt ved 760 °C i 10 minutter og (b) for det utvalgte området hvor orienteringsdataene ble rotert. (c) Kart hvor BCC-korn med samme orientering er markert med samme farge (austenitt er vist med grønn), og hvor disse fargene samsvarer med orienteringene vist i polfiguren i Figur 4.9b.

4.4.3 CI-filtrering

For å undersøke usikkerheten til EBSD-dataene ble det lagt på et CI-filter i skannene til de to oppvarmingsforsøkene hvor prøvetemperaturen var 760 °C. Indiserte punkter med en $CI < 0,05$ ble da fjernet. En sammenligning mellom data for de ulike skannene med og uten CI-filter for prøvene polert med elektrolyttene Struers A2 og AC2 er gitt i Tabell 4.3 og 4.4. Ved bruk av CI-filter blir det i gjennomsnitt fjernet mindre enn 3 % av punktene i de ulike skannene. Andelen korrekt indiserte punkter ligger da over 97 % for alle skannene, med unntak av de to skannene tatt før oppvarming hvor andelen indiserte punkter lå noen prosent under resten av skannene. Dette er en svært akseptabel verdi for kvaliteten på skannene.



(a)



(b)

Figur 4.14: Standard $\{100\}$ polfigurer for (a) de 24 teoretisk mulige BCC-variantene og (b) rotert datasett for området vist i Figur 4.13c.

Tabell 4.3: Sammenligning av gjennomsnittlig EBSD-data med og uten CI-filter for prøvematerialet preparert med elektrolytten A2. Ved bruk av CI-filter fjernes punkter med ($CI < 0,05$). KG er forkortelse for korngrænser.

	Før oppvarming		Under oppvarming						Etter avkjøling	
	10 min		16 min		21 min		Etter avkjøling			
	$CI \geq 0$	$CI \geq 0,05$	$CI \geq 0$	$CI \geq 0,05$	$CI \geq 0$	$CI \geq 0,05$	$CI \geq 0$	$CI \geq 0,05$		
Andel punkter [%]	100	90,4	100	97,2	100	97,2	100	97,1	100	98,6
Andel γ -fase [%]	3,8	0,4	5,4	4,4	4,1	2,9	3,0	1,8	0,3	0,1
Høyinkel KG [%]	68,7	40,5	69,2	59,9	67,1	58,8	66,9	55,3	63,9	53,4
CI	0,83	0,91	0,91	0,92	0,90	0,92	0,90	0,92	0,92	0,93
CI for γ -fasen	0,02	0,09	0,71	0,87	0,60	0,84	0,48	0,79	0,02	0,02
IQ	102,83	106,40	147,35	148,56	146,14	147,56	145,23	146,59	187,11	187,97
Fit	1,16	1,06	0,85	0,83	0,90	0,87	0,90	0,87	0,69	0,68

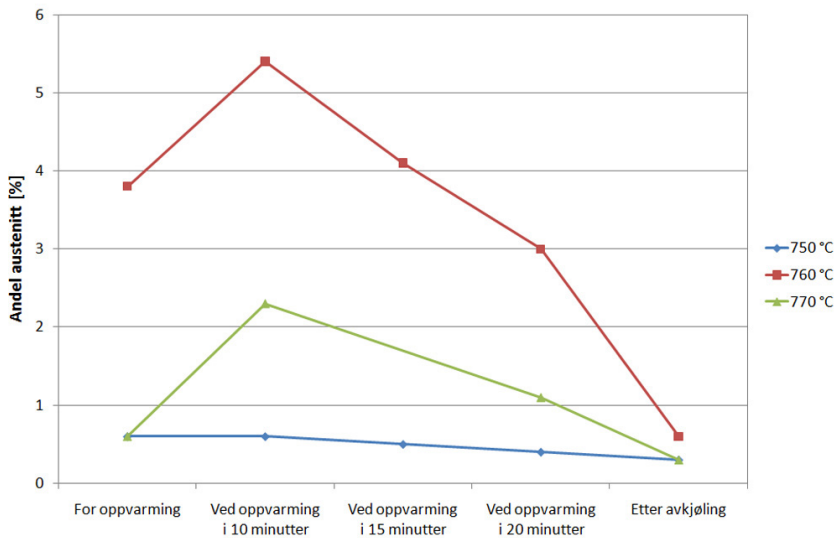
Tabell 4.4: Sammenligning av gjennomsnittlig EBSD-data med og uten CI-filter for prøvematerialet preparert med elektrolitten AC2. Ved bruk av CI-filter fjernes punkter med ($CI < 0,05$). KG er forkortelse for korngrenser.

	Før oppvarming		Under oppvarming						Etter avkjøling	
	10 min		16 min		21 min					
	$CI \geq 0$	$CI \geq 0,05$	$CI \geq 0$	$CI \geq 0,05$	$CI \geq 0$	$CI \geq 0,05$	$CI \geq 0$	$CI \geq 0,05$		
Andel punkter [%]	100	94,3	100	98,0	100	98,0	100	97,8	100	98,8
Andel γ -fase [%]	2,5	0,3	43,6	43,0	33,7	33,1	26,6	26,1	0,5	0,1
Høyvinkel KG [%]	83,4	59,9	91,3	88,2	89,0	84,8	86,3	80,6	79,2	71,6
CI	0,86	0,91	0,90	0,92	0,90	0,92	0,90	0,91	0,91	0,92
CI for γ -fasen	0,02	0,09	0,91	0,93	0,91	0,92	0,90	0,92	0,03	0,09
IQ	157,32	160,16	188,28	189,6	187,07	188,34	191,49	192,9	212,33	213,21
Fit	1,02	0,95	0,83	0,82	0,84	0,83	0,87	0,86	0,62	0,61

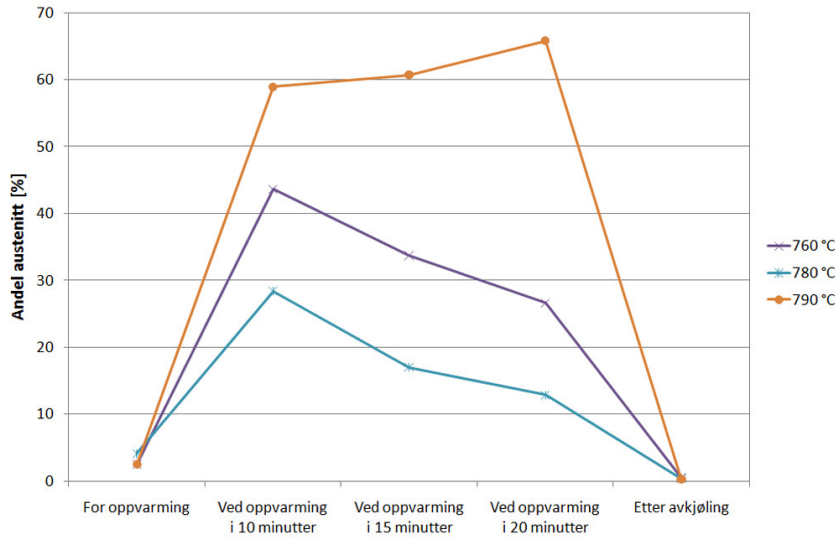
4.4.4 Data fra alle oppvarmingsforsøk

EBSD-dataene fra oppvarmingsforsøkene utført ved de andre prøvetemperaturene viser samme trend som prøvene oppvarmet til 760 °C.

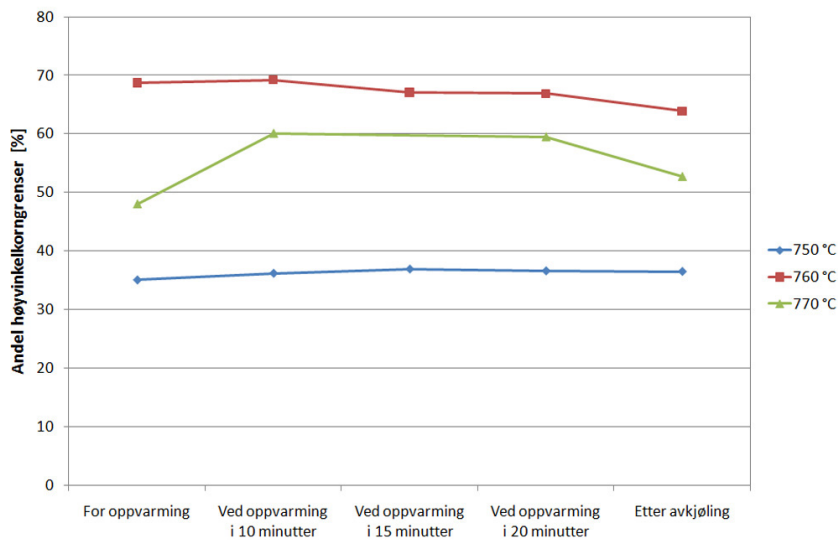
Prosentandelen austenitt for oppvarmingsforsøkene for prøvene preparert med elektrolytten Struers A2 er vist i Figur 4.15. For prøvene preparert med Struers AC2 er austenittandelen vist i Figur 4.16. Figur 4.17 og 4.18 viser prosentandel høyvinkel korngrenser, det vil si korngrenser med en misorientering på over 15 grader, for de samme oppvarmingsforsøkene. De gjennomsnittlige CI-, IQ- og Fit-verdiene for alle oppvarmingsforsøkene er gitt i Tabellene 4.5, 4.7 og 4.8. De ulike elektrolyttene prøvene er preparert med er merket med henholdsvis A2 og AC2 bak prøvetemperaturen.



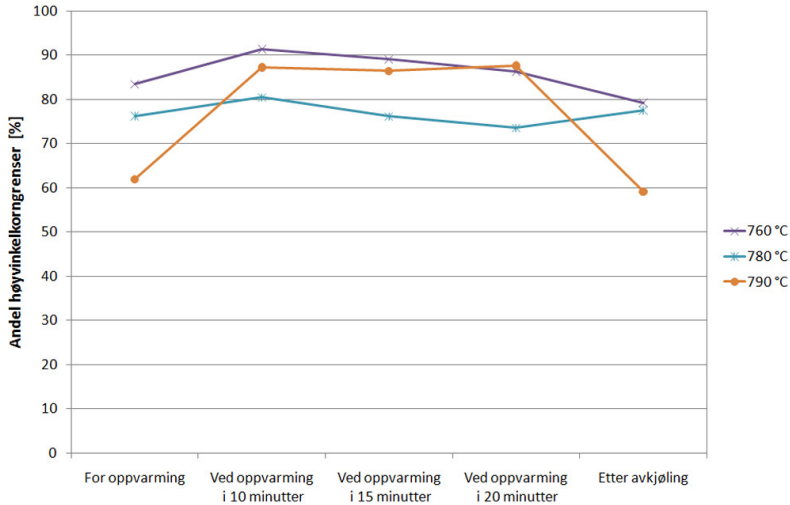
Figur 4.15: Oversikt over andel austenitt i prøvematerialet preparert med elektrolytten Struers A2 før oppvarming, under oppvarming og etter avkjøling ved forskjellige oppvarmingstemperaturer.



Figur 4.16: Oversikt over andel austenitt for prøvematerialet preparert med elektrolytten Struers AC2 for oppvarming, under oppvarming og etter avkjøling ved forskjellige oppvarmingstemperaturer.



Figur 4.17: Oversikt over prosent høyvinkel korngrenser (> 15 grader misorientering) for prøvematerialet preparert med elektrolytten Struers A2 for oppvarming, under oppvarming og etter avkjøling ved forskjellige oppvarmingstemperaturer.



Figur 4.18: Oversikt over prosent høyvinkel korngrænser (> 15 grader misorientering) for prøvematerialet preparert med elektrolytten Struers AC2 før oppvarming, under oppvarming og etter avkjøling ved forskjellige oppvarmingstemperaturer.

Tabell 4.5: Gjennomsnittlig CI-verdier før oppvarming, under oppvarming og etter avkjøling ved forskjellige oppvarmingstemperaturer.

	Før oppvarming	Under oppvarming			Etter avkjøling
		10 min	15 min	20 min	
750°C A2	0.93	0.94	0.92	0.92	0.93
760°C A2	0.83	0.91	0.90	0.90	0.92
770°C A2	0.92	0.91		0.91	0.92
760°C AC2	0.86	0.90	0.90	0.90	0.91
780°C AC2	0.82	0.91	0.92	0.92	0.91
790°C AC2	0.87	0.91	0.91	0.92	0.93

Tabell 4.6: Gjennomsnittlig *CI*-verdier for austenitten før oppvarming, under oppvarming og etter avkjøling ved forskjellige oppvarmingstemperaturer.

	Før oppvarming	Under oppvarming			Etter avkjøling
		10 min	15 min	20 min	
750°C A2	0.10	0.70	0.27	0.05	0.03
760°C A2	0.02	0.71	0.60	0.48	0.02
770°C A2	0.04	0.42		0.06	0.03
760°C AC2	0.02	0.91	0.91	0.90	0.03
780°C AC2	0.02	0.91	0.90	0.89	0.02
790°C AC2	0.02	0.92	0.92	0.92	0.02

Tabell 4.7: Gjennomsnittlig *IQ*-verdier før oppvarming, under oppvarming og etter avkjøling ved forskjellige oppvarmingstemperaturer.

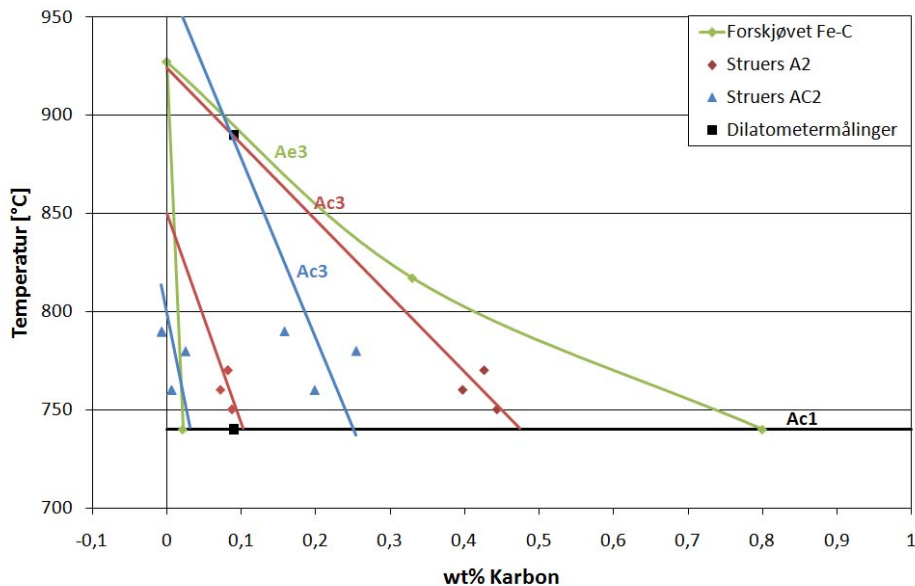
	Før oppvarming	Under oppvarming			Etter avkjøling
		10 min	15 min	20 min	
750°C A2	154.88	199.82	203.03	201.07	227.30
760°C A2	102.83	147.35	146.14	145.23	187.11
770°C A2	189.63	194.38		196.15	223.49
760°C AC2	157.32	188.28	187.07	191.49	212.33
780°C AC2	122.77	182.17	187.63	188.76	206.51
790°C AC2	147.77	185.08	185.14	187.20	203.57

Tabell 4.8: Gjennomsnittlig *Fit*-verdier før oppvarming, under oppvarming og etter avkjøling ved forskjellige oppvarmingstemperaturer.

	Før oppvarming	Under oppvarming			Etter avkjøling
		10 min	15 min	20 min	
750°C A2	0.77	0.86	0.73	0.75	0.65
760°C A2	1.16	0.85	0.90	0.90	0.69
770°C A2	0.78	0.9		0.89	0.61
760°C AC2	1.02	0.83	0.84	0.87	0.62
780°C AC2	1.20	0.85	0.83	0.80	0.70
790°C AC2	1.05	0.88	0.86	0.87	0.66

4.5 Konstruksjon av fasediagram

På bakgrunn av andelen austenitt funnet i skannet kjørt ved 10 minutters holdetid ved ønsket prøvetemperatur for hvert oppvarmingsforsøk, vist i Figur 4.15 og 4.16, ble tofaseområdet i fasediagrammet til prøvene elektropolert med Struers A2 og AC2 konstruert. Dette ble gjort ved å ta utgangspunkt i vektstangregelen gitt i likning 2.2 og 2.1. Prosentandelen av karbon i α og γ ble da utregnet for de ulike oppvarmingstemperaturene. De eksperimentelle Ac_1 - og Ac_3 -temperaturene ble funnet ved hjelp av dilatometerkurven som vist i Figur 4.1. Disse temperaturene ble også tegnet inn i det konstruerte fasediagrammet. Ac_3 -temperaturen gir da det øverste punktet i de to Ac_3 -linjene for prøvene preparert med Struers A2 og Struers AC2. Det ble lagt på linjer med beste tilpassning for de ulike punktene inn i diagrammet. Det konstruerte fasediagrammet er vist i Figur 4.19.



Figur 4.19: Konstruert fasediagram for tofaseområdet til stålet på bakgrunn av andel dannet austenitt ved oppvarming for prøver elektropolert med elektrolyttene Struers A2 og AC2. Tofaseområdet til et forskjøvet Fe-C fasediagram er også tegnet inn.

Som et sammenligningsgrunnlag ble også tofaseområdet i fasediagrammet til Fe-C tegnet inn i diagrammet. Da den eksperimentelle Ac_1 -temperaturen

for stålet var høyere enn den i Fe-C fasediagrammet ble det inntegnede tofaseområdet til Fe-C forskjøvet opp til samme Ac_1 -temperatur.

Kapittel 5

Diskusjon

5.1 Forutsetninger for valg av oppvarmingstemperatur og holdetid

HSLA-stålet som ble undersøkt i denne oppgaven anslås, på bakgrunn av dilatometerkurven vist i Figur 4.1, å ligge i tofaseområdet for austenitt og ferritt for temperaturer mellom rundt 740 °C til 890 °C. De teoretiske Ac_1 - og Ac_3 -temperaturene ble også beregnet på bakgrunn av legeringsinnhold ved hjelp av likningene 2.3 og 2.4, og ble da funnet til å ligge 35-40 °C under de gitt av dilatometerkurven. I oppgaven ble det valgt å varme opp til temperaturene 750 °C, 760 °C, 770 °C, 780 °C og 790 °C. Disse temperaturene ligger da godt innenfor tofaseområdet for austenitt og ferritt for både temperaturene gitt av dilatometerkurven samt temperaturene beregnet på bakgrunn av legeringsinnhold.

På grunn av den høye temperaturen utvidet prøven seg termisk under oppvarming. Dette gav bevegelse i prøven og det tok tid før denne bevegelsen stabiliserte seg. Det var derfor nødvendig å vente i 10 minutter etter at prøven hadde nådd ønsket temperatur før det var mulig å kjøre EBSD-skann. Dette førte til at det ikke var mulig å observere de første endringene i mikrostrukturen under oppvarming, bare de som oppstod etter å ha holdt prøven ved høy temperatur enn viss tid. Ved sveising har materialet høy temperatur i kun et kort tidsrom og det er derfor endringene som oppstår i mikrostrukturen rett etter at prøven når høy temperatur som er mest interessant.

5.2 Endringer i overflatetopografi ved oppvarming

Under oppvarming ble det observert at det oppstod en overflatetopografi på prøvene som ble elektropolert med elektrolytten Struers AC2, som vist i Figur 4.3. Dette ble ikke observert i samme grad for prøvene preparert med Struers A2, vist i Figur 4.4. Ved å sammenligne overflatestrukturen i området hvor det ble kjørt EBSD-skann som er vist i Figur 4.3b med det inverse polfigurkartet for dette området, vist i Figur 4.11d, ses det at overflatetopografien opptrer langs høyvinkel korngrenser. Årsaken for denne endringen i overflatetopografi under oppvarming er ikke kjent. At dette ikke ble observert for prøvene elektropolert med Struers A2 kan være på grunn av forskjellige innstillinger i lysstyrke og kontrast for sekundælektronbildene i SEM. En eventuell topografi vil ikke være like synlig ved lav kontrast. For å undersøke dette nærmere kan sekundælektronbilder tas av overflaten ved ulike vinkler. Disse bildene kan så prosesseres i en programvare som vil gi et 3D-bilde av prøveoverflaten. Høydeforskjeller i overflaten vil da kunne måles.

5.3 EBSD-karakterisering ved *in situ* oppvarming

Prøvene av HSLA-stålet undersøkt i denne oppgave hadde undergått en ensykel sveisesimulering før oppvarmingsforsøkene ble utført. I sveisesimuleringen ble prøvene oppvarmet til 1350 °C med en påfølgende avkjøling med $\Delta t_{8/5}$. Mikrostrukturen til stålet ble da først austinittisert og deretter bråkjølt. Oppvarmingen til austenittområdet gav grove korn med stor herdevne og det ble dermed dannet en mikrostruktur med martensitt og bainitt under avkjøling [29]. De *in situ* oppvarmingsforsøkene representerte den andre sveisesykel ved tosykel sveisingssimulering. Oppvarmingsforsøkene viser dermed hvilke endringer i mikrostrukturen som oppstår ved tosykel sveising av HSLA-stålet.

Den høye oppvarmingstemperaturen som er nødvendig for å nå tofaseområdet med austenitt og ferritt gir flere utfordringer ved *in situ* varmebehandling av stål. Av den grunn er det tidligere blitt rapportert få *in situ* varmebehandling av stål. Ved oppvarming til så høy temperatur er det nødvendig å benytte oppvarmingsutstyr som har svært lav varmeledningsevne for å kunne holde en høy temperatur over en viss tid uten å gi skade på mikroskopet. I denne oppgaven ble det derfor benyttet et varmebord bestående

av en titanlegering og var ytterligere isolert ved bruk av et keram. Dette varmebordet ble utviklet i et tidligere arbeid utført av forfatteren [6].

Når det kjøres flere EBSD-skann på samme området vil det vanligvis oppstå et problem som følge av kontaminasjon av området [22]. Når et området skannes med EBSD vil det dannes et hydrokarbonlag som gir kontaminasjon på prøveoverflaten. Prøven vil derfor kontamineres for hvert skann og følgelig blir kvaliteten på diffraksjonsbildene dårligere. I denne oppgaven ble dette problemet unngått da hydrokarbonlaget dampet av på grunn av den høye temperaturen. Dette gjorde det derfor mulig å kjøre mange skann innenfor samme område uten noen forringelse av EBSD-dataene.

I oppgaven ble det benyttet et offline EBSD-system da dette gir mulighet til å kjøre skann ved høy hastighet. EBSD-skannene ble utført med en hastighet på 300 pps. Det var nødvendig å benytte en så stor hastighet da det ble brukt en liten steglengde for å gjøre det mulig å karakterisere små områder med austenitt som dannes under oppvarming. Hadde hastigheten vært lavere ville tiden på hvert skann blitt for lang. Det kan da oppstå store endringer i mikrostrukturen innenfor et enkelt skann og dermed gjøre dataene upålitelige. Høy hastighet ved opptak av EBSD-data forringer kvaliteten på diffraksjonsmønstrene og det er derfor viktig å finne et kompromiss mellom kvaliteten på mønstrene og hastigheten. Ved den valgte hastigheten var andel korrekt indiserte punkter ($CI \geq 0,05$) gjennomsnittlig på over 97 % for oppvarmingsforsøkene hvor prøvetemperaturen var 760 °C. Dette er en meget god verdi og den valgte hastigheten er derfor et godt kompromiss mellom høy hastighet og god kvalitet på EBSD-dataene.

For å gjøre det mulig å nå høy nok prøvetemperatur til å nå tofaseområdet med ferritt og austenitt var det nødvendig å bedre varmeledningen mellom prøven og ovnen. Dette var fordi at selv om prøven og ovnen er presset i kontakt med hverandre vil det bare være enkeltpunkter mellom dem som er i direkte kontakt som følge av overflateruhet. Mellom disse punktene vil det være vakuum som er en ekstremt god isolator mot varmeledning. Ved tidligere forsøk utført av forfatteren har da temperaturforskjellen mellom prøven og ovnen ligget på rundt 85 °C når temperaturen i ovnen har vært 750 °C, og denne temperaturforskjellen økte med økende temperatur [6]. Da maksimal temperatur på ovnen er 800 °C, ville det derfor være umulig å nå høy nok temperatur til å nå tofaseområdet til HSLA-stålet. For å øke varmeledningen mellom ovnen og prøven ble det studert flere ulike varmeledningsmedier. Det var da to krav som måtte oppfylles; mediet måtte ha gode varmeledningsegenskaper samt være vakuumkompatibelt ved tempe-

raturer opp til over 800 °C. Valget falt da på en platinamaling fra SPI som er spesialdesignet for bruk ved høy temperatur i SEM [32]. Denne ble da påført mellom ovnen og prøven og reduserte temperaturforskjellen til rundt 20-30 °C når temperaturen i ovnen lå på rundt 800 °C. Det var også mulig å redusere denne temperaturforskjellen ytterligere ved å påføre ekstra platina. Temperaturforskjellen var da på bare 10 °C, noe som var nødvendig for å nå en prøvetemperatur på 790 °C. Bruk av platinamalingsen gjorde det derfor mulig å varme opp HSLA-stålet til temperaturer over Ac_1 -temperaturen på 740 °C med varmebordet brukt i oppgaven.

Under oppvarming justerte ovnen temperaturen kontinuerlig for å holde den stabil. Ovnen var da på hele tiden, men ble stilt inn slik at den ikke ville nå maksimal effekt. Dette var viktig da ovnen begynte å slå seg av og på for å regulere temperaturen når den nådde maksimal effekt. Dette gav da forstyrrelser på elektronstrålen, noe som også har blitt rapportert tidligere med annet *in situ* oppvarmingsutstyr [14]. Det ble da observert at det oppstod et felt når ovnen slo seg av og på og at dette dermed gav drift i EBSD-skannet. Da utstyret brukt i denne oppgaven gjorde det mulig å endre innstillingene slik at ovnen ikke ville nå maksimal effekt kunne dette problemet unngås og det ble dermed ikke observert noen forstyrrelser på elektronstrålen under oppvarming.

5.3.1 EBSD-karakterisering ved oppvarming til 760 °C

Det ble benyttet to ulike elektrolytter ved elektropolering av prøvene; Struers A2 og Struers AC2. Dette var fordi tidligere undersøkelser hadde vist at elektrolytten Struers AC2 gav gode resultater ved kjøring av EBSD på stålet undersøkt i denne oppgaven [31]. Da denne elektrolytten ikke var tilgjengelig i begynnelsen av diplomoppgaven ble elektrolytten Struers A2 benyttet på de første prøvene som ble undersøkt.

To prøver preparert med ulik elektrolytt ble begge varmet opp til en prøvetemperatur på 760 °C. Det ble da utført totalt fem skann for hver prøve; ett før oppvarming, tre under oppvarming med 5 minutters mellomrom og ett etter avkjøling. Som nevnt tidligere ble det første EBSD-skannet først kjørt etter prøven hadde hatt en prøvetemperatur på 760 °C i 10 minutter. Alle skannene ble kjørt på samme område i prøven for å studere endringene i strukturen direkte.

For begge prøvene ble det kjørt ett EBSD-skann av prøvematerialet før opp-

varming for å kunne sammenligne dette med resultatene fra oppvarmingen. Det kartlagte området hadde da kun en veldig liten andel restaustenitt, henholdsvis 3,8% og 2,5 % for prøvene elektropolert med A2 og AC2. Den gjennomsnittlige CI-verdien til austenittfasen før oppvarming var bare 0,02 for begge skannene. I henhold til Field er det 95 % sannsynlig at et punkt er korrekt indisert hvis CI-verdien er over 0,1 [24]. Da austenittfasen hadde en CI-verdi som var mye lavere enn dette er det stor sannsynlighet for at punktene indisert som austenitt er feilindiserte. Andre faktorer som underbygger dette er at områdene med austenitt bare er indisert som enkeltpikslar, og ikke sammenhengende områder, som vist i Figur 4.7a og 4.12a. I tillegg har disse enkeltpunktene ulik orientering som er vist i Figur 4.6a og 4.11a ved at punktene har forskjellig farge. Det er da sannsynlig at det er lite eller ingen restaustenitt i mikrostrukturen i begge prøvene før oppvarming.

Andelen austenitt som dannes ved oppvarming til 760 °C for prøvematerialet elektropolert med Struers A2 var henholdsvis 5,4 %, 4,1 % og 3,0 % etter 10 minutter, 16 minutter og 21 minutter ved 760 °C. For prøven polert med elektrolytten AC2 var andelen derimot 43,6 %, 33,7 % og 26,6 %. Det ble da dannet 8 ganger så mye austenitt i prøven polert med elektrolytten AC2, noe som er vist tydelig i Figur 4.7b-4.7d og 4.12b-4.12d. De gjennomsnittlige CI-verdiene for austenitten i EBSD-skannene ved oppvarming i prøven preparert med Struers AC2 var veldig høye (0,90 eller høyere), noe som gir god sikkerhet på at austenittfasen er korrekt indisert. Dette er også underbygget av at austenitten er indisert som store sammenhengende områder og ikke enkeltpunkter. For skannene fra prøvematerialet elektropolert med Struers A2 var CI-verdiene for austenitten noe lavere og sank fra 0,71 til 0,48 ved økende holdetid som vist i Tabell 4.6. Reduksjonen i CI-verdi skyldes mest sannsynlig at andelen austenitt er så lav i skannet tatt ved en holdetid på 21 minutter. Punkter indisert som austenitt, men som er enkeltpikslar med lav CI-verdi, har da en større innvirkning på den gjennomsnittlige CI-verdien. CI-verdiene i skannene for prøven polert med A2 er likevel så høye at det er stor sannsynlighet for at austenitten er korrekt indisert.

Da austenitten som dannes under oppvarming har god kvalitet i begge prøvene kan det ikke på bakgrunn av EBSD-resultatene fastslås hvilken prøve som gir korrekt andel austenitt ved oppvarming. Årsaken for den store forskjellen i andel austenitt i de to prøvene er ikke kjent. Den eneste forskjellen mellom prøvene er elektrolytten benyttet ved elektropolering. Det ble også observert for de andre oppvarmingsforsøkene som ble utført at det ble dannet en mye høyere andel austenitt i prøver polert med Struers

AC2. Dette er vist i Figur 4.15 og 4.16 samt i fasekartene i Vedlegg B og C. En mulig forklaring på den store forskjellen i andelen austenitt som dannes under oppvarming for prøver elektropolert med de to elektrolyttene kan være at elektrolytten Struers A2 reagerer med karbonet i prøveoverflaten. Dette vil gi et lavere karboninnhold i overflaten som igjen vil føre til at det dannes mindre austenitt under oppvarming. Den andre mulige forklaringen kan være at prøveoverflaten reagerer med Struers AC2 under elektropolering og da tar opp karbon fra elektrolytten. Prøveoverflaten vil da ha et høyere karboninnhold og følgelig vil det dannes mer austenitt ved oppvarming til tofaseområdet. Det vil være nødvendig med ytterligere undersøkelser for å kunne bestemme hvilken elektrolytt som gir den faktiske andelen austenitt i HSLA-stålet ved oppvarming til tofaseområdet. Da EBSD-teknikken bare karakteriserer prøveoverflaten kan slike undersøkelser gjøres ved å karakterisere prøven med røngten under oppvarming. Overflateeffekter vil da kunne utelukkes siden røngtenstrålene trenger dypere inn i prøven.

Andelen austenitt i skannene i begge prøvene sank med økende holdetid ved 760 °C. Dette kommer antageligvis av at karbon damper av prøveoverflaten under oppvarming og dette fører da til at det vil kunne dannes mindre austenitt. For å undersøke denne effekten ble prøven som var elektropolert med Struers AC2 varmet opp på nytt til 760 °C etter avkjøling. I den andre oppvarmingen ble det ikke dannet austenitt igjen i prøveoverflaten som vist i Figur C.2. Dette underbygger da teorien om at karbon damper av prøveoverflaten ved oppvarming til høy temperatur siden prøveoverflaten da vil ha et lavere karboninnhold ved den andre oppvarmingen.

I skannene kjørt etter avkjøling hadde andelen austenitt sunket til henholdsvis 0,6 % og 0,3 % for prøven elektropolert med Struers A2 og AC2 som vist i Figur 4.7e og 4.12e. Denne austenitten hadde da en like lav gjennomsnittlig CI-verdi som før oppvarming og var bare indisert som enkelt piksler med ulik orientering som vist i Figur 4.6e og 4.11e. Som i skannet før oppvarming er det da stor sannsynlighet for at denne austenitten er feilindisert. Det var da lite eller ingen restaustenitt i mikrostrukturen etter avkjøling.

Austenitten som dannes vokser frem langs høyvinkel korngrenser som vist i fasekartene i Figur 4.7 og 4.12. Dette stemmer med teorien hvor austenitt dannes langs tidligere austenittkorngrenser eller mellom bainittstaver [10]. Da austenitten som dannes gir flere korn i strukturen, øker andelen høyvinkel korngrenser ved oppvarming som vist i Figur 4.17 og 4.18. Derimot har ikke andelen høyvinkel korngrenser endret seg nevneverdig etter avkjøling i forhold til før oppvarmingen. Det ser da ut som oppvarming

til 760 °C ikke har gitt noen endring i kornstørrelse etter avkjøling. Da avkjølingen ble gjort i vakuum og ikke ved bråkjøling, bestod den endelige mikrostrukturen av ferritt, og ikke martensitt som er tilfellet ved sveising [10]. Da avkjølingen ikke ble gjort ved bråkjøling var det heller ikke mulig å studere dannelsen av MA-faser under avkjøling. For å muliggjøre dette vil det være nødvendig å utvikle en avkjølingsenhet som kan kombineres med varmebordet.

I skannet før oppvarming i de to prøvene er det flere enkeltpiksler med ulik orientering enn skannene under oppvarming og etter avkjøling. Skannet før oppvarming har også en lavere IQ-verdi, samt dårligere Fit-verdi enn de andre skannene, vist i Tabell 4.7 og 4.8. Dette vises også ved at det er en høyere andel pålitelige indiserte punkter ($CI \geq 0,05$) i de andre skannene enn skannet kjørt før oppvarming, som vist i Tabell 4.3 og 4.4. Oppvarming til høy temperatur gir derfor bedre kvalitet på diffraksjonsmønstrene og denne effekten bevares etter avkjøling. Økningen i IQ-verdiene ved oppvarming kan skyldes at dislokasjoner i mikrostrukturen blir fjernet av varmebehandlingen og følgelig vil det bli mindre spenninger i strukturen. Dette vil da gi bedre kvalitet på diffraksjonsmønstre fra disse områdene, og dermed blir IQ-verdiene høyere. Det oppstår dermed ingen forringelse av kvaliteten på EBSD-data under oppvarming til tofaseområdet. Dette stemmer med det som har blitt rapportert fra tidligere oppvarmingsforsøk [3] og viser da at kontaminasjon av prøveoverflaten ikke er et problem ved oppvarming til så høy temperatur.

For prøven elektropolert med elektrolytten Struers A2 ble orienteringsdataene fra hele skannet hvor prøven var holdt ved 760 °C i 10 minutter rotert til kubeorientering i programvaren TSL OIM Analysis 5.31. Dataene ble rotert til kubeorientering ved hjelp av polfiguren til austenittfasen og da all austenitten i dette skannet hadde samme orientering kunne polfiguren for austenitten i hele skannet benyttes. At all austenitten hadde samme orientering indikerer at det karakteriserte området på prøven var inni et tidligere austenittkorn. For prøven polert med Struers AC2 hadde derimot austenitten som ble dannet under oppvarming ulik orientering. Derfor ble bare orienteringsdataene for et lite område i skannet hvor prøven var holdt ved 760 °C i 10 minutter rotert til kubeorientering. Dette området bestod av ett austenittkorn og to korn med BCC-struktur som vist i Figur 4.13. Når EBSD-dataene har en kubeorientering skal fordelingen til BCC-variantene tilsvare den teoretiske K-S-fordelingen. Ved å sammenligne polfigurene, vist i Figur 4.9 og 4.14, med polfiguren for den teoretiske fordelingen over de 24

mulige BCC-variantene, ses det at selv om det er litt spredning fra de ideelle atskilte orienteringene, så samsvarer de eksperimentelle orienteringene godt med de teoretiske. Den dannede austenitten har da en orienteringssammenheng med BCC-matriksen rundt som oppfyller K-S. Dette bekrefter at austenitten som vokser frem under oppvarming er korrekt identifisert, altså at austenittfasen som oppdages ikke skyldes feil EBSD-identifisering. Hadde identifiseringen vært ukorrekt ville det ikke vært mulig å få en fordeling av BCC-variantene i henhold til den teoretiske K-S fordelingen.

For å undersøke hvor mange punkter i de forskjellige skannene som har lav CI-verdi ble det lagt på et CI-filter på EBSD-dataene til alle skannene til de to prøvene varmet opp til 760 °C. Alle punktene med en CI mindre enn 0,05 ble da fjernet. Dette gir et mål på usikkerheten til EBSD-dataen diskutert over da det er stor sannsynlighet for at punkter med en CI-verdi lavere enn 0,05 er feilindisert [24]. For alle skannene var andelen korrekt indiserte punkter, altså punkter med CI større eller lik 0,05, høyere enn 97 %, med unntak av de to EBSD-skannene som ble kjørt før oppvarming hvor andelen noen prosent lavere. Dette er vist i Tabell 4.3 og 4.4. For prøven elektropolert med Struers AC2 sank andelen austenitt for skannet før oppvarming helt ned til 0,3 % ved bruk av CI-filter, mens for de andre skannene sank andelen austenitt neglisjerbart lite. Det er da sannsynligvis lite eller ingen austenitt i mikrostrukturen før oppvarming. For prøven polert med Struers A2 sank også andelen austenitt i skannet før oppvarming til 0,4 %, men for denne prøven sank også andelen austenitt i skannene under oppvarming. Forskjellen i andelen austenitt med og uten CI-filter for denne prøven økte ved økende holdetid ved høy temperatur. Dette skyldes mest sannsynlig at andelen austenitt er så lav i utgangspunktet at når punkter med lav CI-verdi som er indisert som austenitt fjernes av CI-filteret er det mer synlig enn i prøven polert med AC2 hvor skannene inneholder mye mer austenitt.

5.4 Analyse av konstruerte fasediagram

Det ble konstruert fasediagram for tofaseområdet for austenitt og ferritt til HSLA-stålet på bakgrunn av andelen austenitt som ble funnet for de ulike oppvarmingstemperaturene, samt på bakgrunn av de eksperimentelle A_{c1} - og A_{c3} -temperaturene. Det konstruerte fasediagrammet er vist i Figur 4.19. Tofaseområdet for Fe-C fasediagrammet ble også tegnet inn i diagrammet,

men ble forskjøvet opp slik at A_{e1} -temperaturen tilsvarte den eksperimentelle A_{c1} -temperaturen. Fasediagrammet til HSLA-stålet vil følgelig være litt forskjøvet i forhold til Fe-C fasediagrammet som følge av legeringsselementene i stålet, men det inntegnede tofaseområdet for Fe-C vil allikevel gi en indikasjon på hvilken elektropolering som gir den mest korrekte andelen dannet austenitt under oppvarming ved å sammenligne A_{c3} -linjene. Fra fasediagrammet i Figur 4.19 ses det at austenittandelen som dannes i prøvene elektropolert med Struers AC2 gir en mye brattere A_{c3} -linje enn A_{e3} -linjen i Fe-C fasediagrammet. Andelen austenitt i prøven oppvarmet til 790 °C og som er elektropolert med Struers AC2 gir også en negativ verdi for karboninnholdet i α -fasen. Det er da ganske store avvik mellom det konstruerte tofaseområdet for prøvene elektropolert med Struers AC2 i forhold til Fe-C tofaseområdet. Derimot stemmer stigningen til A_{c3} -linjen til prøvene elektropolert med A2 ganske bra med A_{e3} -linjen til Fe-C fasediagrammet.

På A_{c3} -linjen for prøvene elektropolert med A2 er det et avvik for oppvarmingstemperaturen på 760 °C som følge av at det ble dannet en litt høyere andel austenitt som vist i Figur 4.15. Det samme ble observert på A_{c3} -linjen for prøvene elektropolert med Struers AC2 ved en oppvarmingstemperatur på 780 °C hvor det ble dannet en litt lavere andel austenitt enn for de øvrige oppvarmingsforsøkene, vist i Figur 4.16. Dette kan komme av at det er et veldig lite område som blir undersøkt for hvert skann og det kan da være lokale variasjoner i andelen dannet austenitt i prøven. Fra fasediagrammet ses det likevel at det er prøvene som er elektropolert med Struers A2 som gir en A_{c3} -linje som stemmer best med Fe-C diagrammet.

Konklusjon

Denne oppgaven har bestått i å undersøke om det er mulig å videreutvikle et varmebord for *in situ* oppvarming slik at det var mulig å nå høy nok temperatur til å nå tofaseområdet i et HSLA-stål. Deretter ble HSLA-stålet *in situ* varmebehandlet ved ulike temperaturer innenfor tofaseområdet for austenitt og ferritt i kombinasjon med EBSD-karakterisering. På bakgrunn av de utførte oppvarmingsforsøkene kan følgende konklusjoner trekkes:

- Bruk av en utviklet strekkavlaster i kombinasjon med varmebordet forhindret bevegelse av ovn og termoelementer under *in situ* oppvarmingsforsøk.
- Det er mulig å nå prøvetemperaturer opp til 790 °C ved bruk av en vakuumkompatibel platinamaling mellom prøven og ovnen.
- Oppvarming til tofaseområde til HSLA-stålet gav meget gode EBSD-data.
- Det oppstod ingen kontaminasjon av prøveoverflaten ved kjøring av *in situ* EBSD-skann.
- På grunn av termisk ekspansjon av prøven ved oppvarming til tofaseområdet var det nødvendig å vente i 10 minutter etter å ha nådd ønsket prøvetemperatur for å oppnå stabile forhold til å kjøre EBSD-skann.
- Ved oppvarming til tofaseområdet vil austenitten som dannes gradvis forsvinne igjen ved økende holdetid ved høy temperatur. Dette er sannsynligvis forårsaket av at karbon damper av overflaten på grunn av den høye temperaturen.
- Det var store forskjeller i andel dannet austenitt under oppvarming som følge av ulik elektrolytt benyttet ved elektropolering.

- Austenitten som dannes under oppvarming oppfyller K-S-kriteriet. Dette beviser at austenitten som vokser frem er korrekt identifisert.
- Austenitten som vokser frem under oppvarming til tofaseområdet dannes langs korngrenser.
- A_{c1} - og A_{c3} -temperaturene for HSLA-stålet ble funnet til å ligge rundt henholdsvis 740 °C og 880 °C på bakgrunn av en dilatometerkurve.
- På bakgrunn av konstruert fasediagram gis det at prøver elektropolert med elektrolytten Struers A2, og ikke Struers AC2, gir den mest korrekte andelen dannet austenitt.

Forslag til videre arbeid

Det kan også utføres noen flere undersøkelser av HSLA-stålet under *in situ* varmebehandling. Det kan også utføres noen ytterligere utbedringer på varmebordet brukt i oppgaven. Følgende forslag til videre arbeid kan da bli gjort:

- Undersøke prøver av HSLA-stålet med røngten under oppvarming i vakuum. Dette vil gi et sikkert svar på hvilken av elektrolyttene Struers A2 og AC2 brukt til elektropolering som gir korrekt andel austenitt i prøven ved oppvarming til tofaseområdet.
- Undersøke dannelsen av overflatetopografi ved oppvarming ved å ta sekundærelektronbilder av prøveoverflaten ved ulike vinkler under oppvarming og deretter bruke en programvare for å lage et 3D-bilde av prøveoverflaten. Dette vil da gjøre det mulig å studere høydeforskjeller i prøveoverflaten.
- Utvikle en kjølenhet som kan beveges bort til prøven etter oppvarming og dermed bråkjøle prøven. Dette vil gjøre det mulig å studere dannelsen av MA-faser direkte.
- Designe et ny strekkavlaster for å kunne ta i bruk en ny ovn som har litt andre dimensjoner enn den brukt i oppgaven.
- Isolere varmebordet ytterligere for å gjøre det mulig å holde høy temperatur over lengre tid ved oppvarming.

Referanser

- [1] Donald L. Gautier, Kenneth J. Bird, Ronald R. Charpentier, Arthur Grantz, David W. Houseknecht, Timothy R. Klett, Thomas E. Moore, Janet K. Pitman, Christopher J. Schenk, John H. Schuenemeyer, Kai Sørensen, Marilyn E. Tennyson, Zenon C. Valin, and Craig J. Wandrey. Assessment of undiscovered oil and gas in the arctic. *Science*, 324(5931):1175–1179, 2009.
- [2] Hiroshi Ikawa, Hiroaki Oshige, and Toyoaki Tanoue. Effect of martensite-austenite constituent on haz toughness of a high strength steel. *Trans. Jpn. Weld. Soc.*, 11(2):3–12, 1980.
- [3] H. Nakamichi, F. J. Humphreys, and I. Brough. Recrystallization phenomena in an IF steel observed by in situ EBSD experiments. *Journal of Microscopy*, 230(3):464–471, 2008.
- [4] I. Lischewski, D. M. Kirch, A. Ziemons, and G. Gottstein. Investigation of the α - γ - α phase transformation in steel: High-temperature in situ EBSD measurements. *Texture, Stress, and Microstructure*, 2008, 2008.
- [5] Tadao Watanabe, Kouichi Obara, and Sadahiro Tsurekawa. In-situ observations on interphase boundary migration and grain growth during α/γ phase transformation in iron alloys. *Mater. Sci. Forum*, 467-470(Pt. 2, Recrystallization and Grain Growth):819–824, 2004.
- [6] Anne-Jorunn Enstad. *Utvikling og utprøving av varmebord for in situ EBSD-karakterisering av stål i SEM*. Prosjektoppgave, 2010.
- [7] H. K. D. H. Bhadeshia and R. W. K. Honeycombe. *Steels: microstructure and properties*. Elsevier, Butterworth-Heinemann, Amsterdam, 2006.

-
- [8] K.W. Andrews. Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures. *JISI*, pages 721–727, 1965.
- [9] K. E. Easterling. *Introduction to the physical metallurgy of welding*. Butterworth-Heinemann, Oxford, 1992. 2nd ed.
- [10] C. Davis and J. King. Cleavage initiation in the intercritically reheated coarse-grained heat-affected zone: Part i. fractographic evidence. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 25(3):563–573, 1994.
- [11] J. R. Davis. ASM handbooks online. 9:170–185, 165–178, 2004.
- [12] Jan Ketil Solberg. *Teknologiske metaller og legeringer*. 2008.
- [13] G Kurdjomov and G Sachs. *Z. Phys.*, 64:325–343, 1930.
- [14] M. Karlsen, J. Hjelen, Oe Grong, G. Roervik, R. Chiron, U. Schubert, and E. Nilsen. SEM/EBSD based in situ studies of deformation induced phase transformations in supermartensitic stainless steels. *Mater. Sci. Technol.*, 24(Copyright (C) 2010 American Chemical Society (ACS). All Rights Reserved.):64–72, 2008.
- [15] Jarle Hjelen. *Scanning elektron-mikroskopi*. Trondheim: Metallurgisk institutt, NTH, 1989.
- [16] D.P. Field. Improving the spatial resolution of EBSD. *Microscopy and Microanalysis*, 11:52–53, 2005.
- [17] Oxford-Instruments. The experimental set up for EBSD. <http://ebstd.com/ebstd-explained/basicsofebsd1.htm>, 04.05.11.
- [18] Adam J. Schwartz, Mukul Kumar, and Brent L. Adams. *Electron backscatter diffraction in materials science*. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 2000.
- [19] David C. Joy, Dale E. Newbury, and David L. Davidson. Electron channeling patterns in the scanning electron microscope. *J. Appl. Phys.*, 53(8):R81–R122, 1982.
- [20] Oxford Instruments Analytical. Electron backscatter diffraction explained. 2004.
- [21] F. J. Humphreys. Review grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction. *Journal of Materials Science*, 36(16):3833–3854, 2001.

- [22] Y.J. Chen, J. Hjelen, and H.J. Roven. Optimization of EBSD parameters for ultra-fast characterization of ultrafine grained titanium. 2011.
- [23] OIM data collection 5.3 user manual.
- [24] David P. Field. Recent advances in the application of orientation imaging. *Ultramicroscopy*, 67(1-4):1–9, 1997.
- [25] OIM analysis 5.2 user manual.
- [26] Matthew M. Nowell and Stuart I. Wright. Orientation effects on indexing of electron backscatter diffraction patterns. *Ultramicroscopy*, 103(1):41–58, 2005.
- [27] T. Korsnes, H. Norum, M. Karlsen, and J. Hjelen. In-situ EBSD-analysis of abnormal grain growth in friction stir welded 7075 T6 aluminium alloy, 2002.
- [28] Mario Kokolakis Søfferud. *Høyhastighets-EBSD og karakterisering av supermartensittisk rustfritt stål deformert in-situ i SEM*. Masteroppgave, 2008.
- [29] Olav Kigen Bjering. *In situ EBSD-karakterisering av sprekkvekst i et HSLA-stål ved - 60 °C*. Masteroppgave, 2010.
- [30] Nippon Steel. Inspection certificate, 07.11.2008.
- [31] Jonas H. Pedersen. *EBSD-karakterisering i SEM av lavlegerte stål for arktiske applikasjoner*. Prosjektoppgave, 2010.
- [32] SPI Supplies. SPI-chemTM conductive platinum paint/suspension. http://www.2spi.com/catalog/spec_prep/platinum-paint.php, 01.06.11.
- [33] Ronglihengye Technology. RLHY-12 thermal barrier coating. <http://www.energysaving-coating.com/High-temperature%20resistant%20thermal%20insulating%20coating.html>, 09.06.11.

Vedlegg A

EBSD characterization of arctic steel during in situ heating

A. J. Enstad¹, M. Karlsen^{1,2}, S. P. Astad², J. Hjelen¹, J. K. Solberg¹, O. M. Akselsen^{1,3} and E. Østby³

¹ Norwegian University of Science and Technology, ² Statoil ASA, ³ SINTEF.

Trondheim, NORWAY

ABSTRACT

The present work involves examinations of the microstructure evolution that can occur during welding in the two phase austenite and ferrite region of a high strength low alloy (HSLA) steel that is designed for low temperature applications. This was done by combining in situ heating in a high resolution field emission scanning electron microscope (FESEM) with Electron Backscattered Diffraction (EBSD) measurements. It was found that the designed hot stage is a useful tool to characterize the austenite that forms when heated to 770 °C. It was also observed that the austenite transforms to ferrite with increasing holding time at this temperature due to decarburization.

KEY WORDS: Arctic steel; Austenite formation; In situ heating; EBSD; Hot stage

INTRODUCTION

In recent year's oil and gas production in arctic areas has become an interesting target for oil companies worldwide. An estimate done by the United States Geological Survey indicates that approximately 30 % of the remaining gas reserves and 13 % of the remaining oil reserves may be located north of the polar circle (Gautier et al., 2009). Oil and gas activities in the Arctic are characterized by extreme challenges from icing conditions and the low temperatures involved. Therefore, robust materials are required to ensure safe and sustainable operations. The base material of HSLA steels may have very good mechanical properties down to -60°C. However, brittle phases, such as martensite-austenite (M-A) islands, may form during welding (Chen et al, 1984; Akselsen et al, 1987 and 1988, Davis and King, 1994 and 1996) and the existence of these phases increase the probability of brittle fracture with decreasing temperatures. Increased knowledge about the microstructure that forms, and its influence on the materials behavior in these environments, is therefore of utmost importance.

In the present work, the microstructure evolution that may occur during welding of an HSLA steel that is designed for low temperature applications is explored. This is done by heating the steel in situ in a FESEM in combination with EBSD characterization.

The EBSD technique is based on collecting electron backscattered diffraction patterns (EBSP) from the surface of a sample that is tilted

about 70° inside a scanning electron microscope. The diffraction patterns, which are used to determine the crystal structure and crystallographic orientation from which they originate, are captured on a phosphor screen and stored for further analysis. With a fully automated EBSD system the electron beam scans over the sample on a predefined set of points. At each point a diffraction pattern is obtained, which allows a quantitative representation of the microstructure. Until recently, the diffraction patterns have been indexed directly during EBSD scanning (online EBSD). To increase the scanning speed, it is now possible to store the diffraction patterns directly to hard drive for later indexing (offline EBSD) (Schwarzer and Hjelen, 2010). High speed EBSD is especially important during in situ investigations. The EBSD technique can be applied to reveal a wide variety of information about the microstructure, including grain size and grain orientations, phases present in the material and local crystalline perfection. This information can be used to reveal the mechanical properties of the material.

Most EBSD investigations have been limited to characterization of the initial and final state of the microstructure evolution following thermo-mechanical processing. There have been few in situ heating investigations of steels (Nakamichi et al., 2008; Lischewski et al., 2008; Watanabe et al., 2004) due to the high temperatures required for phase transformation.

The aim of the study is to reveal whether in situ heating inside the SEM can be combined with EBSD measurements to determine the characteristics of the austenite formation during heat treatment in the two phase austenite and ferrite region. Samples from an HSLA steel developed for low temperature applications were heated inside a FESEM to a temperature of 770 °C using a purpose built hot stage unit attached to the top of the microscope stage.

EXPERIMENTAL

In Situ Hot Stage

The present investigation involves in situ heating by using a specially designed hot stage which is shown in Fig. 1. The furnace used was developed by Rémi Chiron at CNRF in France (Chiron et al., 1996), and was cylindrical with a diameter of 10 mm and a height of 7 mm. The hot stage was made from a Ti-6Al-4V alloy with low thermal

conductivity. The hot stage consisted of three parts; the holder for the sample and furnace, a bracket and the mounting to the microscope. The different parts were isolated from each other by disks made of the glass ceramic Macor which had an even lower thermal conductivity than the titanium alloy. The composition of Macor is shown in Table 1. The furnace was placed into the holder of the hot stage as shown in Fig. 2.

Table 1. Composition of the glass ceramic Macor.

SiO ₂	MgO	Al ₂ O ₃	K ₂ O	B ₂ O ₃	F
46 %	17 %	16 %	10 %	7 %	4 %

The sample was mounted on top of the stage and then fixed in place by screwing the furnace in contact with the sample. A heat conducting platinum paste was used between the sample and the furnace to increase thermal conductivity. The temperature was measured in the furnace and sample by thermocouples (type K) with Inconel 600 sheaths, which were placed in the centre of the sample and furnace. The maximum temperature of the hot stage is about 800 °C.

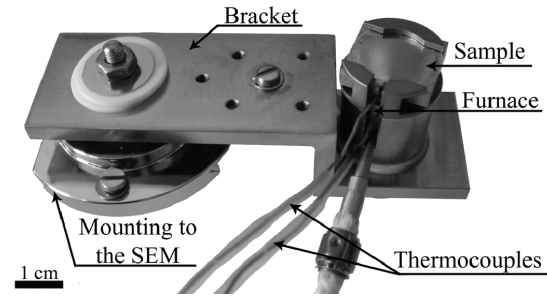


Fig. 1. The hot stage.

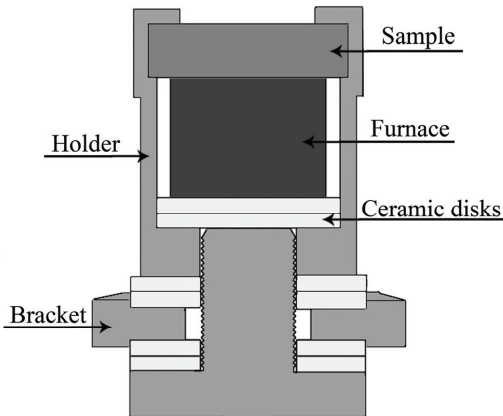


Fig. 2. Schematic outline of hot stage.

Material

The material studied in the present work is an HSLA steel that is designed for low temperature applications with the chemical composition 0,09C-0,19Si-1,54Mn-0,004P-0,002S-0,28Cu-0,72Ni-

0,02Cr-0,013Nb-0,035N (wt%). Samples have been subjected to a single cycle weld thermal simulation program with the maximum temperature of 1350 °C and the subsequent cooling time between 800 °C and 500 °C, $\Delta t_{8/5}$, of 15s. Specimens for EBSD observation were prepared by electropolishing at room temperature in a Struers AC2 electrolyte at 20 volts, followed by plasma cleaning for 3 minutes to obtain the required surface finish.

EBSD Observation

The EBSD measurements were carried out in a Zeiss 55 Ultra FESEM equipped with a NORDIF UF300 detector for ultra fast pattern acquisition and later offline EBSD indexing. The EBSD investigations were conducted using an acceleration voltage of 20 kV, a tilt angle of 70°, an aperture size of 300 μm in high current mode and a working distance of 21.5 mm. EBSD mapping was carried out on 20x20 μm^2 area with a step size of 80 nm. The acquisition time for EBSD mapping of such an area was about 3.5 minutes.

The heating was carried out with a heating rate of 1 °C/s and EBSD mapping was done after the sample temperature had been stable at 770 °C for 12 minutes. The temperature fluctuation during the scan was only ± 0.5 °C. The temperature difference between the furnace and the sample was 25 °C. EDAX/TSL OIM 5.2 EBSD software was applied for post processing of the diffraction data. The software offers several data cleaning methods. However, no cleaning was used in the present study to avoid manipulation of the raw data.

RESULTS

Fig. 3 shows the EBSD orientation maps and phase maps (overlaid with high angle grain boundaries) of the same area a) before heating, b) at 770 °C after 12 minutes, c) at 770 °C after 22 minutes and d) after cooling in the vacuum chamber. Before heating the microstructure consists of coarse grained bainite and martensite, both having bcc structures, as well as traces of austenite with the fcc structure. In the phase maps the austenite and bcc phases are color coded green and red, respectively. The percentage of austenite was 0.6 % before heating, 2.1 % at 770 °C after 12 minutes, 1.1 % at 770 °C after 22 minutes and 0.2 % after cooling.

In the EBSD orientation maps identical orientations are given the same color. Therefore, the grain orientation can easily be identified. It should be noted that no cleaning was performed of the raw data in the present study, and the images in Fig. 3 reveal that the majority of the measured points have been correctly identified. Some incorrectly identified points are observed within the maps. These points are easily recognized because they are shown as single isolated pixels having different color compared to the surrounding pixels. These points are mainly located along phase and grain boundaries.

From the phase map in Fig. 3 b) it is observed that several austenite islands forms during heating at 770 °C. In general, the austenite forms along high angle grain boundaries and at triple points. The austenite phase can easily be separated from the bcc structures because of a different crystall structure. From the orientation map in Fig. 3 b) it can be seen that all the austenite has the same orientation. This indicates that the characterized area is inside a former austenite grain.

It is well known that a reproducible orientation relationship is maintained during the fcc-bcc transformation in steels. The relationship is commonly expressed in terms of associated close-packed planes and directions of the two phases. By using the Kurdjumov-Sachs (K-S) correspondence, 24 bcc variants may form within one single austenite

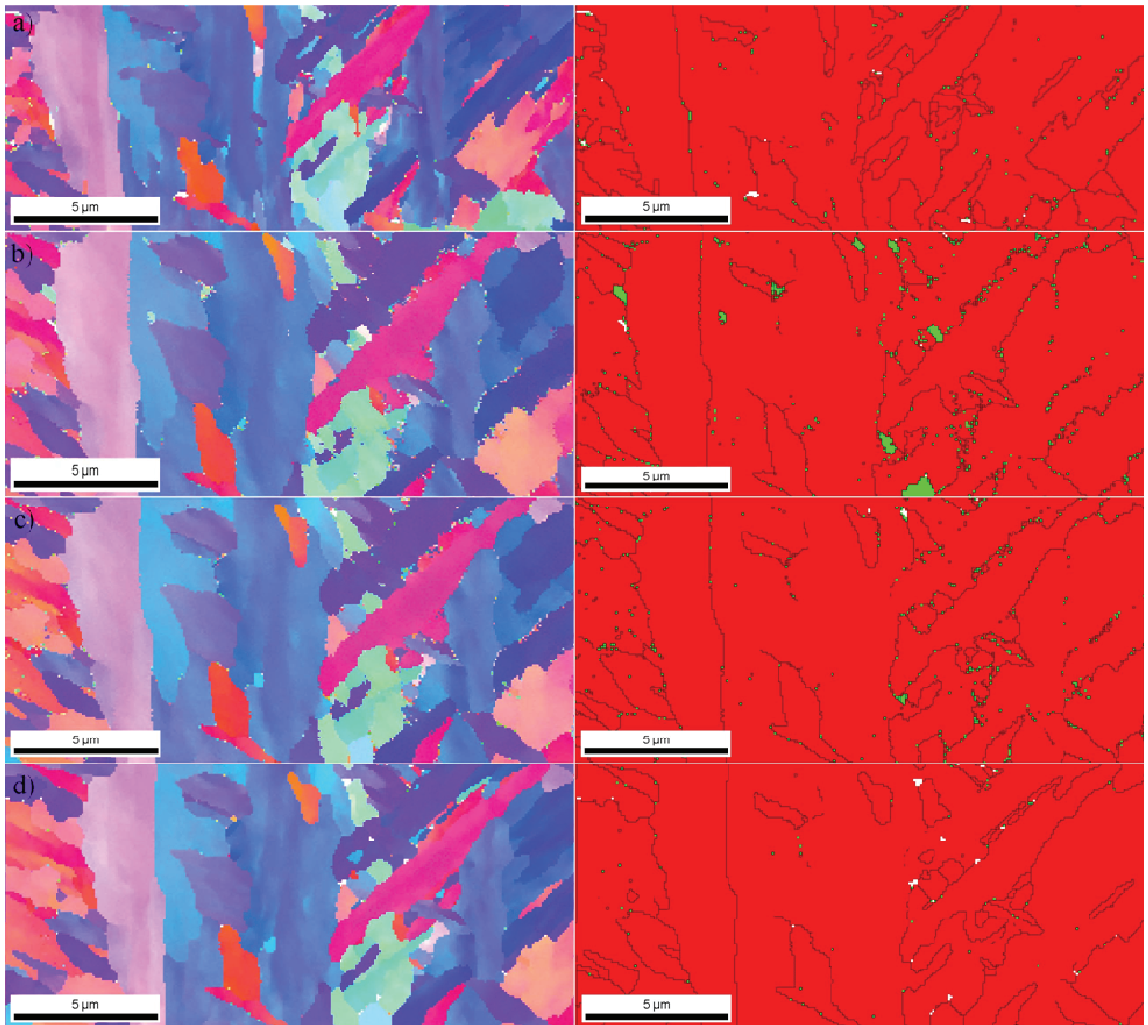


Fig. 3. EBSD orientation maps (left) and phase maps (right) overlaid with high angle grain boundaries a) before heating, b) at 770 °C after 12 minutes, c) at 770 °C after 22 minutes and d) after cooling.

grain (Kurdjomov and Sachs, 1930). However, investigations have revealed that some specific variants may be favored during the transformation (Karlsen et al., 2008). The theoretical bcc variants originating from a cube oriented austenite crystal, representing a single austenite grain, can be calculated and plotted in a standard $\{100\}$ pole figure as seen in Figure 4 a). In Figure 4 b) the experimental bcc pole projections within the examined region have been rotated to allow a direct comparison with the theoretical variants. This pole figure confirms that, despite some minor scattering from the ideal discrete orientations, the experimental measured orientations are in good agreement with the theoretical ones.

Fig. 3 c) reveals that the austenite starts transforming to ferrite with increasing holding time at 770 °C. This may be the result of

decarburization of the surface of the sample. Figure 3 d) shows that the ferrite that formed during cooling has the same orientation as the original bcc structure. Also, there has been no change in grain size after cooling. This shows that heating up to 770 °C with subsequent cooling does not cause any changes in grain orientation or grain size.

DISCUSSION

Due to the high temperature necessary for reaching the two phase austenite and ferrite regions, materials with low thermal conductivity has to be applied for a hot stage for in situ characterization in the FESEM. In the present study it was observed that the temperature fluctuation during the EBSD scan at 770 °C was very small and can therefore be neglected. In addition, due to thermal expansion of the

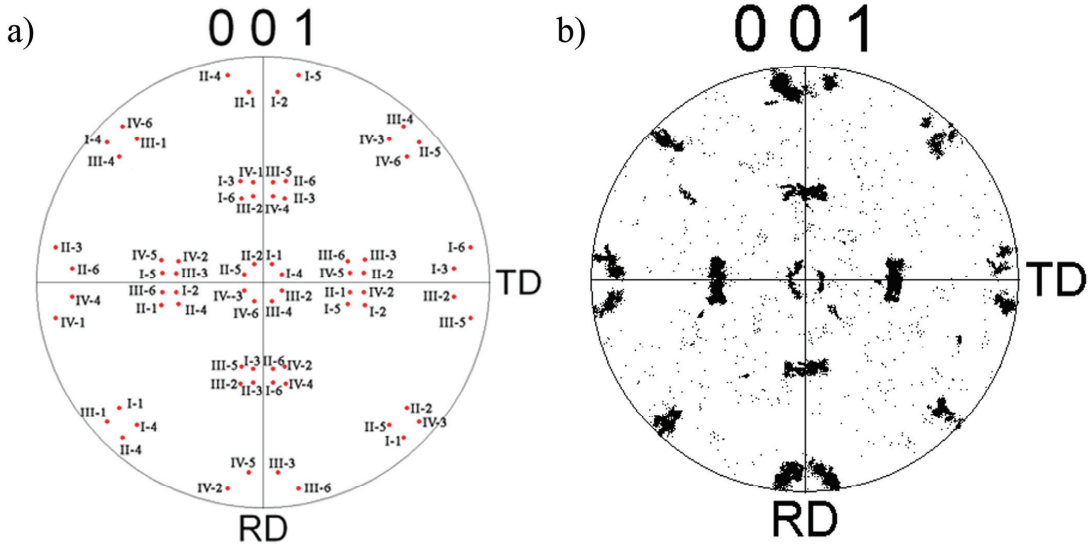


Fig. 4. Standard $\{100\}$ pole projections of a) the 24 possible K-S martensite variants originating from a single $(001) [100]$ austenite orientation (Karlsen et al., 2008) and b) a rotated data set of the variants observed in Fig. 3 b).

specimen during heating, it can be challenging to measure the same area for each scan. A potential solution is to scan a larger area before heating and after cooling as the scanning time is not critical at room temperature.

In the present work it is demonstrated that the hot stage in combination with EBSD measurements enables in situ characterization of austenite formation during heating. The method makes it possible to study the progressive microstructure evolution in the same area from the sample during the heating and cooling process. It was demonstrated that the austenite forms at $770\text{ }^{\circ}\text{C}$. Detailed examinations confirm that the fresh austenite has an orientation relationship with the surrounding bcc matrix that fulfill the K-S correspondence. However, it was also demonstrated that the austenite transform to ferrite at this temperature with increasing holding time, which may be caused by decarburization of the surface of the sample at high temperature in high vacuum.

After cooling, most of the austenite is transformed to bcc structure. However, since this took place in vacuum without an attached unit that enables rapid cooling of the sample, the austenite did not transform to martensite, but rather ferrite. To enable detailed studies of brittle M-A phases it is planned to develop a cooling unit at a later date. On the other hand, it is reasonable to assume that the amount of M-A islands forming during cooling corresponds to the fraction of austenite present in the two phase region.

CONCLUSIONS

The present examination confirms that the designed hot stage is an important tool to study the progressive microstructure response that may occur during welding in the two phase austenite and ferrite region of HSLA steels. In situ heating in combination with EBSD measurements enables a relatively fast, high quality characterization of the microstructure of the same area during the heat treatment. In this

work, it is demonstrated that valuable information can be obtained about where and when phase transformation occurs during heat treatment.

It was observed that austenite formed when the steel was heated to $770\text{ }^{\circ}\text{C}$, and that this austenite shows a K-S orientation relationship with the neighboring bcc structures. The austenite formed along high angle grain boundaries and triple points. It was also demonstrated that the fresh austenite further transformed to ferrite with increased holding time at the holding temperature, which may be caused by decarburization of the surface of the sample. The ferrite that formed during cooling had the same orientation and grain size as the original bcc structure. The grain orientation and grain size were therefore not affected by heating up to $770\text{ }^{\circ}\text{C}$ and the subsequent cooling.

ACKNOWLEDGEMENTS

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, P (1996). ” Device for SEM and EBSD in situ tensile tests up to 800 °C, in Local Strain and Temperature Measurements in Non-Uniform fields at Elevated Temperatures”, *Woodhead Publishing Limited, Cambridge UK*, pp. 149-158.
- Davis, CL, and King, JE (1994). “Cleavage initiation in the intercritically reheated coarse-grained heat-affected zone: Part I. Fractographic evidence”, *Metall. Mater. Trans.*, Vol.25A, pp 563-573.
- Davis, CL, and King, JE (1996). “Cleavage initiation in the intercritically reheated coarse-grained heat affected zone: Part II. Failure criteria and statistical effects”, *Metall. Mater. Trans.*, Vol.27A, pp 3019-3029.
- 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 Wandrey, JC (2009). “Assessment of Undiscovered Oil and Gas in the Arctic”, *Science*, 324(5931):1175-1179.
- Karlsen, M, Hjelen, J, Grong, Ø, Rørvik, G, Chiron, R, Schubert, U, Nilsen, E (2000). “SEM/EBSD based in situ studies of deformation induced phase transformations in supermartensitic stainless steels”, *Mater. Sci. Technol.*, Vol.24, pp 64–72.
- Kurdjomov, G and Sachs, G (1930). *Z. Phys.*, vol. 64, pp. 325-343.
- Lischewski, I, Kirch, DM, Ziemons, A and Gottstein, G (2008). “Investigation of the α - γ phase transformation in steel: High-temperature in situ EBSD measurements”, *Texture, Stress, and Microstructure*.
- Nakamichi, H, Humphreys, FJ and Brough, I (2008). “Recrystallization phenomena in an IF steel observed by in situ EBSD experiments”, *Journal of Microscopy*, 230(3):464-471.
- Schwarzer, R. A. and Hjelen, J (2010). “High-Speed Orientation Microscopy with Offline Solving Sequences of EBSD Patterns”, *Solid State Phenomena*, Vol. 160, pp 295-300
- Watanabe, T, Obara, K and Tsurekawa, S (2004). “In-situ observations on interphase boundary migration and grain growth during α/γ phase transformation in iron alloys”, *Mater. Sci. Forum*, Vol.467-470, pp 819-824.

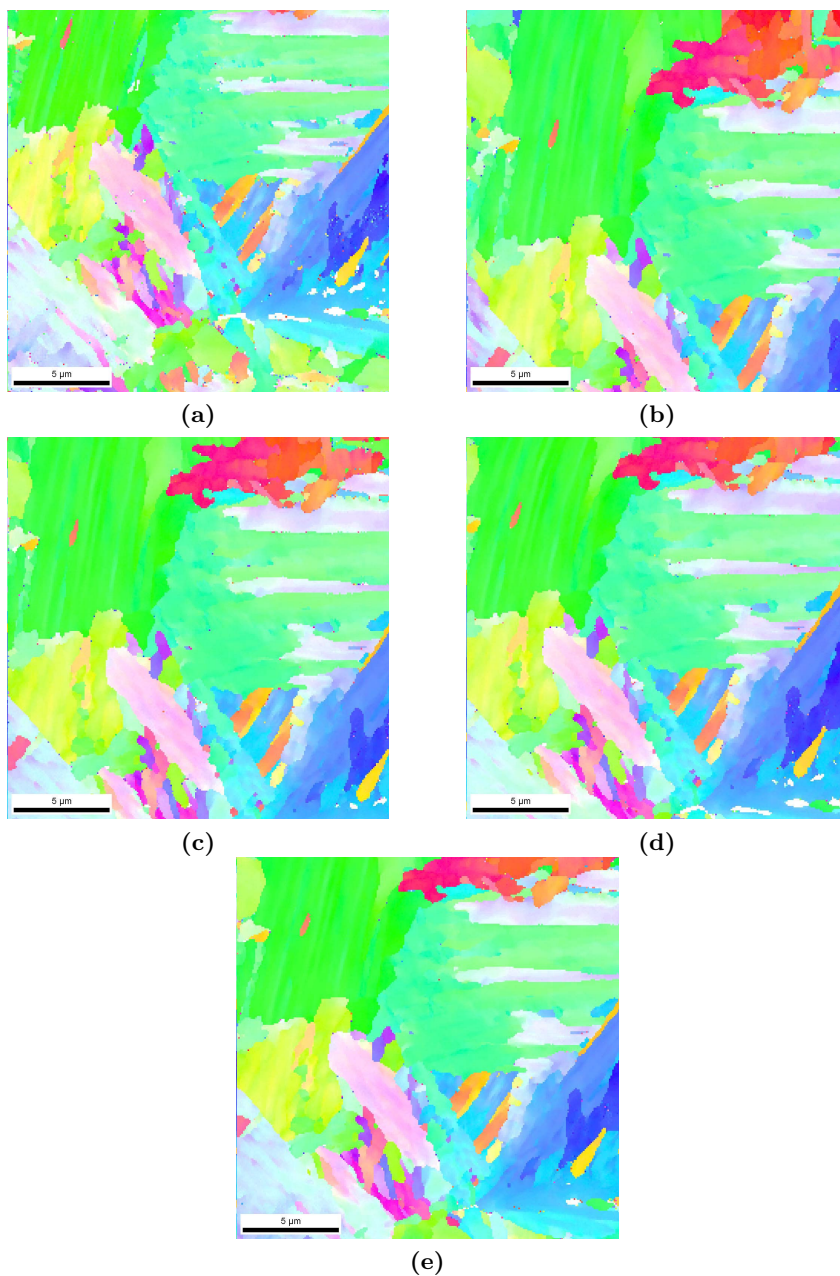
Vedlegg B

EBSD-kart for prøver elektropolert med elektrolytt A2

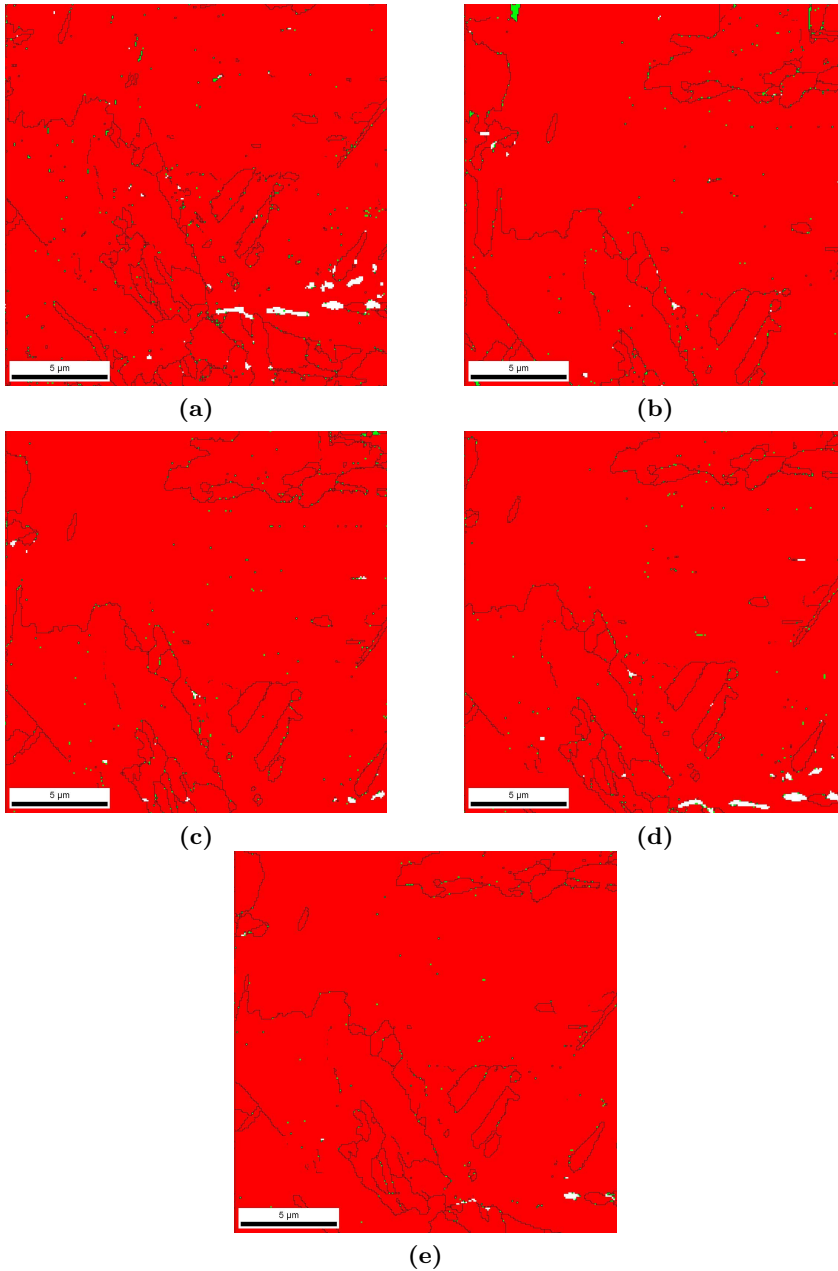
I dette vedlegget er resultatene fra oppvarmingsforsøk hvor temperaturen i prøven var på 750 °C, 760 °C og 770 °C presentert. Alle disse prøvene har blitt elektropolert med elektrolytten Struers A2 under prøvepreparering.

Invers polfigurkart (IPF-kart) og fasekart før oppvarming, under oppvarming og etter avkjøling for prøvematerialet oppvarmet til en prøvetemperatur på 750 °C er gitt i Figur B.1 og B.2. For prøven varmet opp til en prøvetemperatur på 770 °C er IPF-kartene og fasekartene gitt i Figur B.3 og B.4. På fasekartene er ferritt (α -fase) gitt med en rød farge mens de grønne områdene indikerer austenitt (γ -fase). Over fasekartene er det lagt høyvinkel korn grenser, det vil si korn grenser med en misorientering på mer enn 15 grader.

B.1 Oppvarming til 750 °C

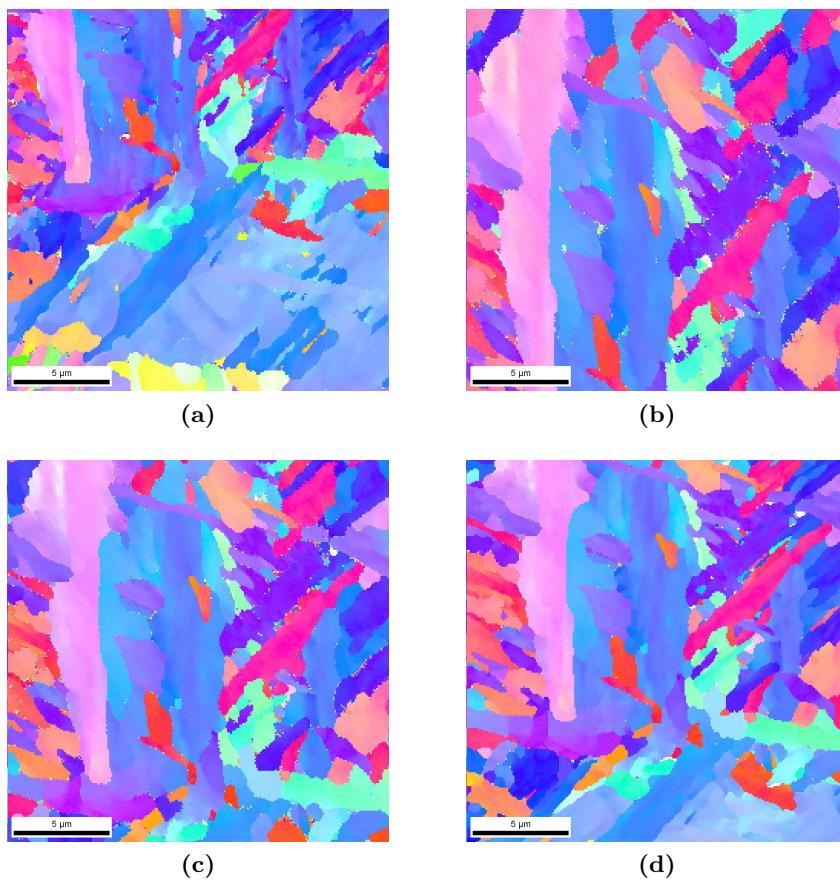


Figur B.1: Invers polfigurkart for prøvematerialet (a) før oppvarming, (b) holdt ved 750 °C i 13 minutter, (c) 18 minutter, (d) 23 minutter og (e) etter avkjøling.

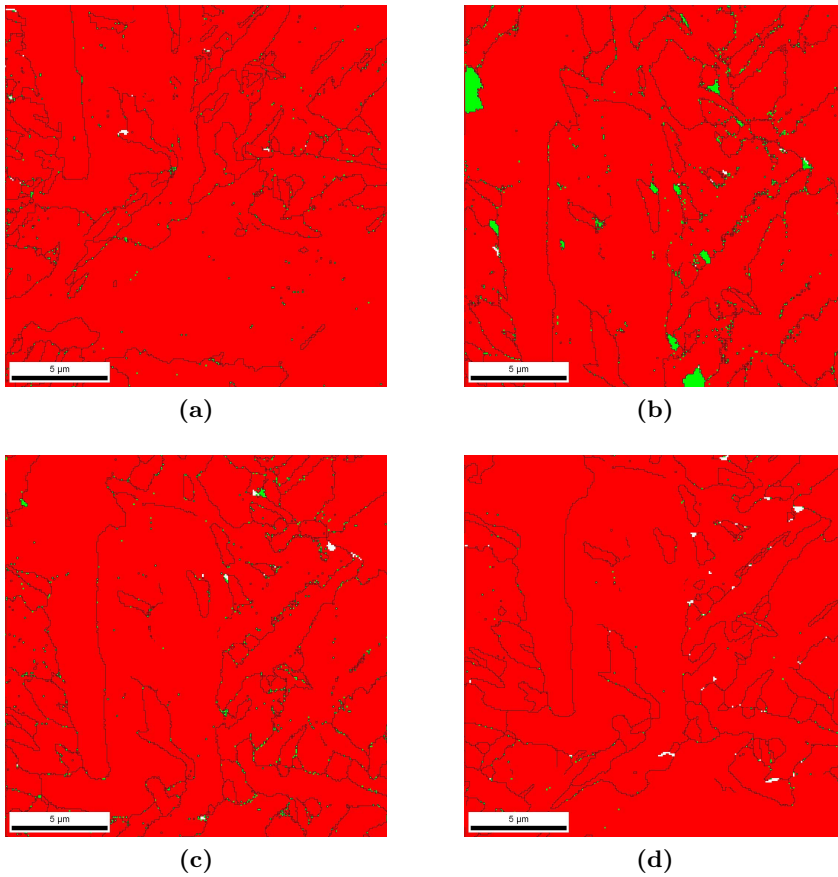


Figur B.2: Fasekart for prøvematerialet (a) før oppvarming, (b) holdt ved 750 °C i 13 minutter, (c) 18 minutter, (d) 23 minutter og (e) etter avkjøling.

B.2 Oppvarming til 770 °C



Figur B.3: *Invers polfigurkart for prøvematerialet (a) før oppvarming, (b) holdt ved 770 °C i 12 minutter og (c) 22 minutter og (d) etter avkjøling.*



Figur B.4: Fasekart for prøvematerialet (a) før oppvarming, (b) holdt ved 770 °C i 12 minutter og (c) 22 minutter og (d) etter avkjøling. Høyvinkel korn grenser er lagt over kartene.

Vedlegg C

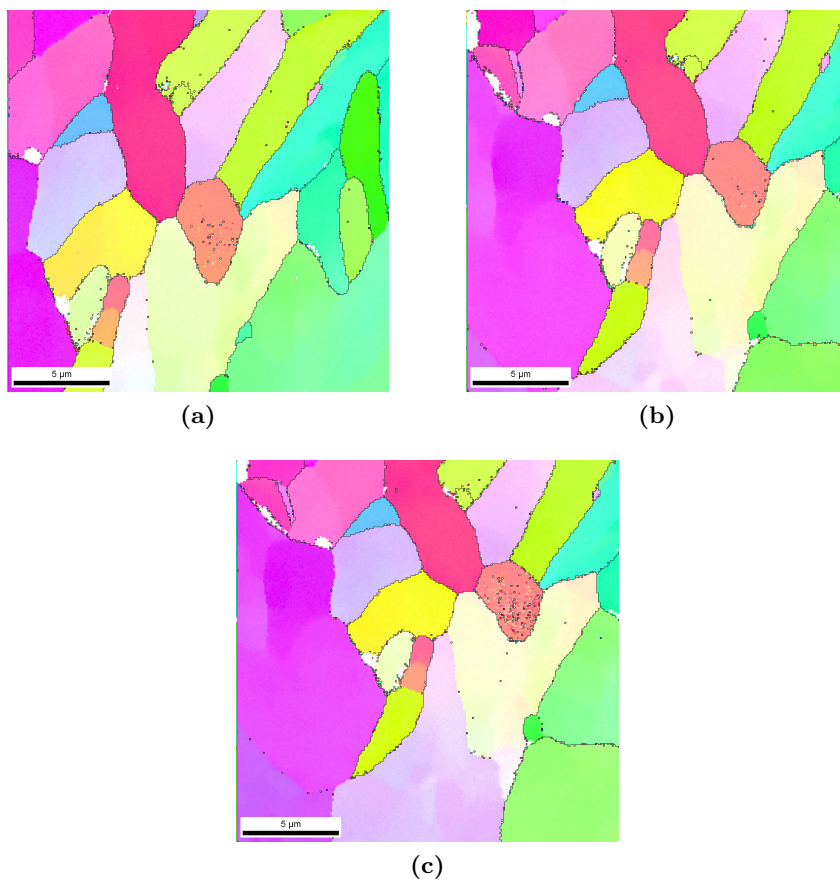
EBSD-kart for prøver elektrolysert med elektrolytt AC2

I dette vedlegget er resultatene fra oppvarmingsforsøk hvor temperaturen i prøven var på 760 °C, 780 °C og 790 °C presentert. Alle disse prøvene har blitt elektrolysert med elektrolytten Struers AC2 under prøvepreparering.

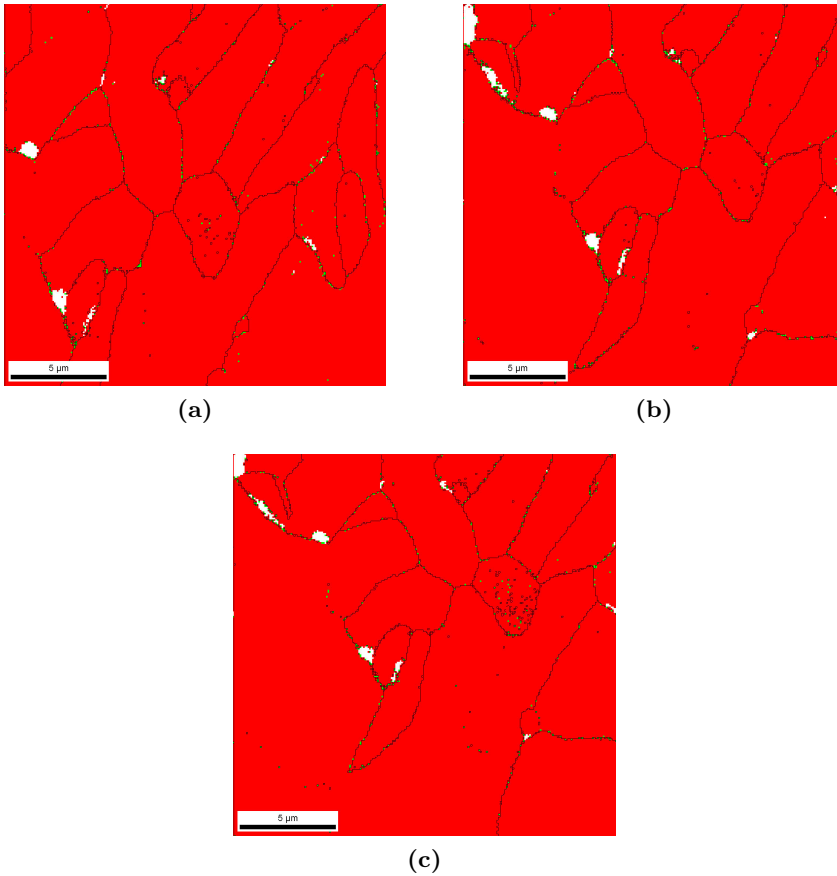
Etter nedkjøling av prøven som ble varmet opp til en prøvetemperatur på 760 °C, vist i Figur 4.11 og 4.12, ble prøven oppvarmet til 760 °C på nytt. Invers polfigurkart (IPF-kart) og fasekart for den andre oppvarmingen til 760 °C er vist i Figur C.1 og C.2.

IPF-kart og fasekart før oppvarming, under oppvarming og etter avkjøling for prøvematerialet oppvarmet til en prøvetemperatur på 780 °C er gitt i Figur C.3 og C.4. For prøven varmet opp til en prøvetemperatur på 790 °C er IPF-kartene og fasekartene gitt i Figur C.5 og C.6. På fasekartene er ferritt (α -fase) gitt med en rød farge mens de grønne områdene indikerer austenitt (γ -fase). Det er lagt høyvinkel korngrenser over alle kartene, det vil si korngrenser med en misorientering på mer enn 15 grader.

C.1 Andre oppvarming til 760 °C

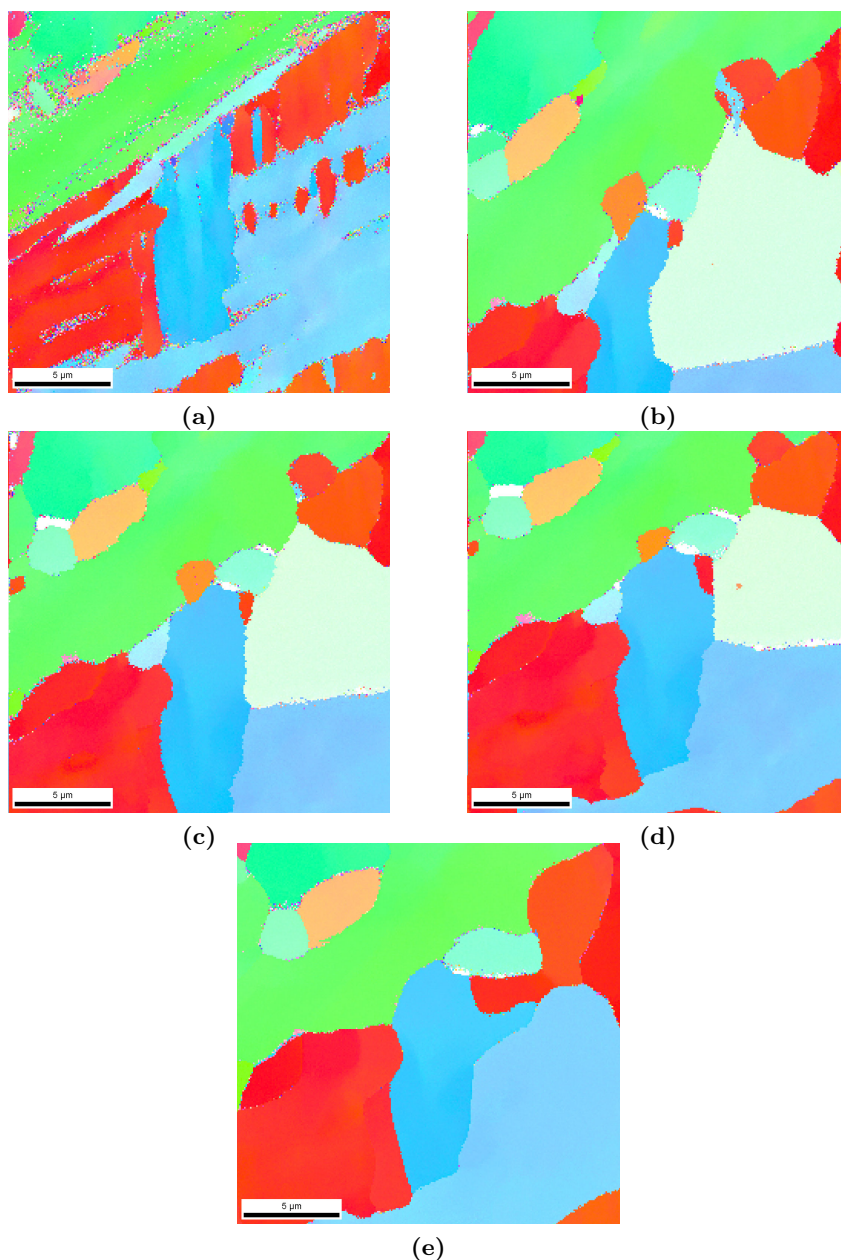


Figur C.1: Invers polfigurkart for prøvematerialet vist i figur 4.11 og 4.12 ved en andre oppvarming til 760 °C og (a) holdt ved i 10 minutter, (c) 15 minutter, (d) 20 minutter. Høyvinkel korngrenser er lagt over kartene.

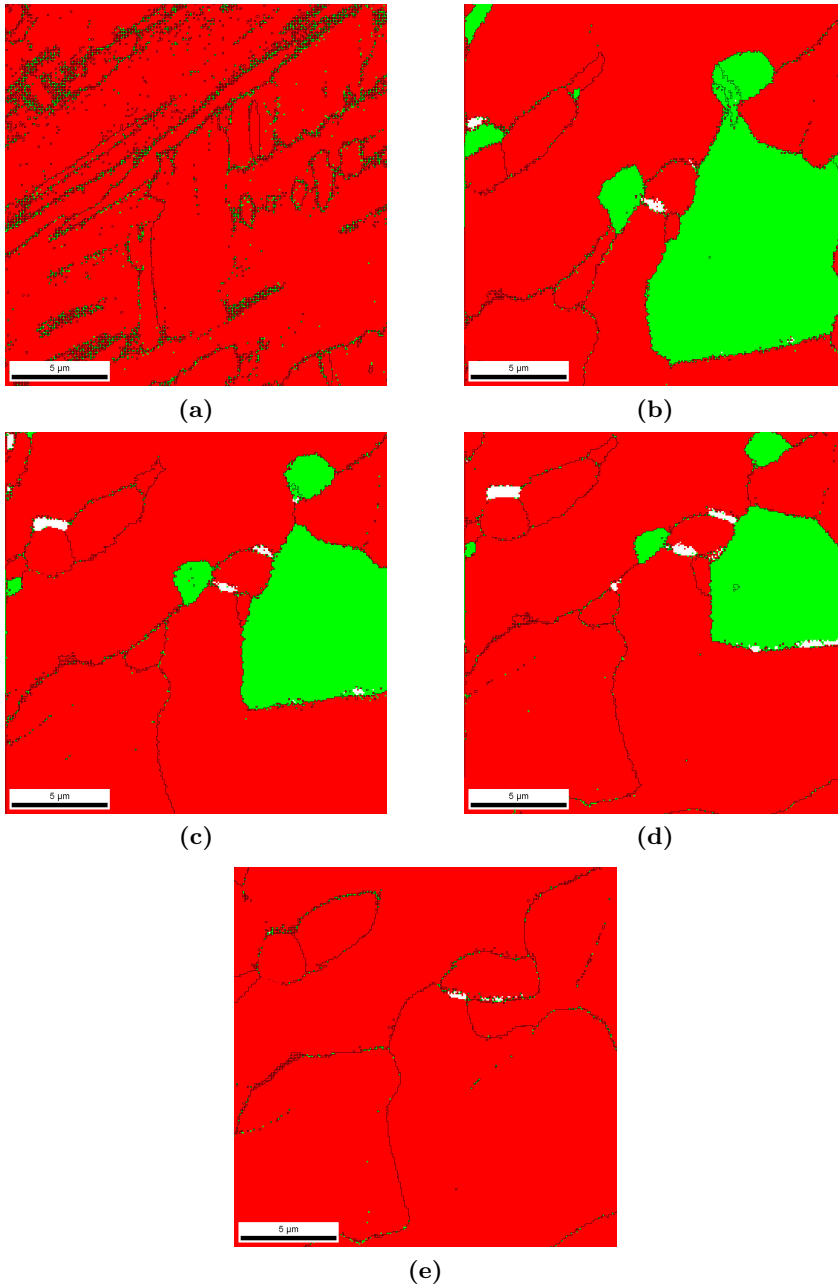


Figur C.2: Fasekart for prøvematerialet vist i figur 4.11 og 4.12 ved en andre oppvarming til 760 °C og (a) holdt ved i 10 minutter, (c) 15 minutter, (d) 20 minutter. Høyvinkel korngrenser er lagt over kartene.

C.2 Oppvarming til 780 °C

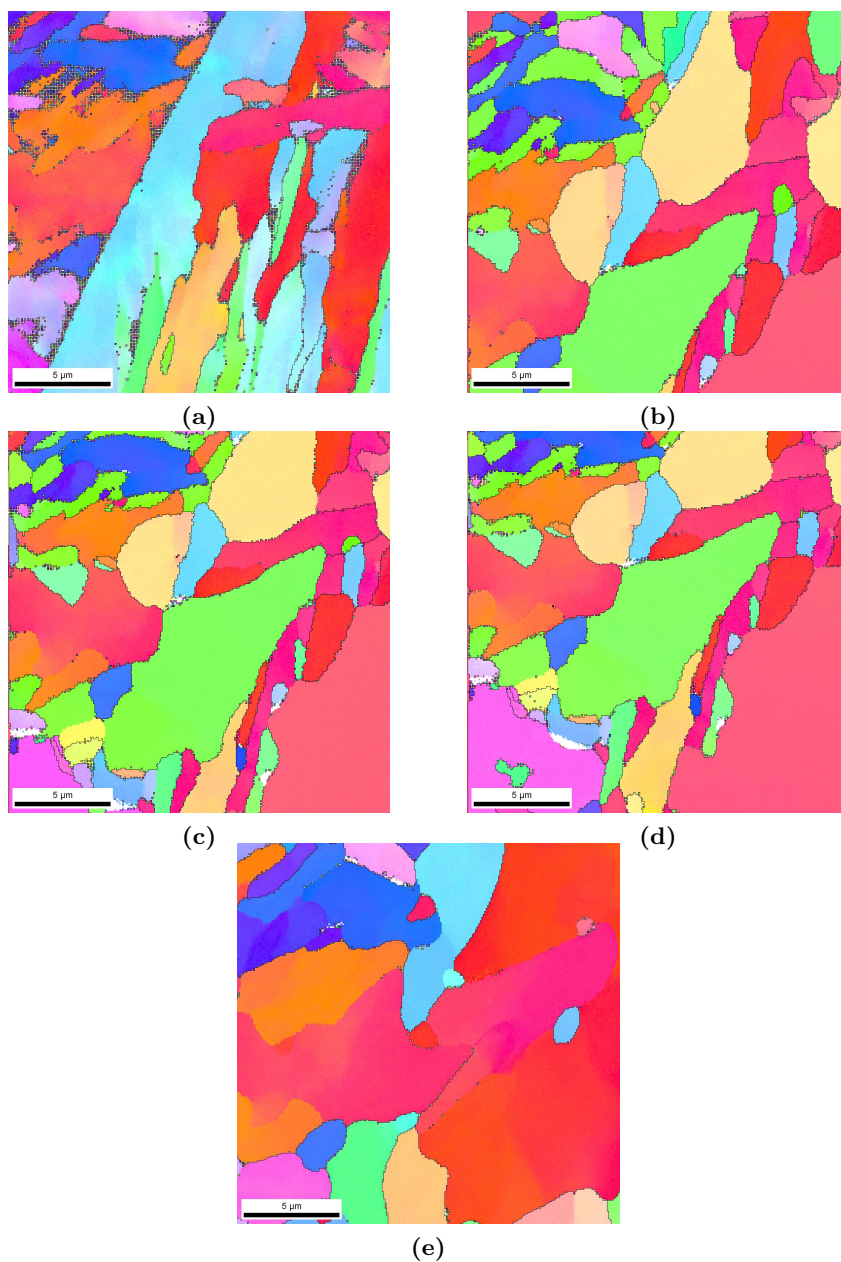


Figur C.3: Invers polfigurkart for prøvematerialet (a) før oppvarming, (b) holdt ved 780 °C i 10 minutter, (c) 15 minutter, (d) 20 minutter og (e) etter avkjøling. Høyvinkel korn grenser er lagt over kartene.

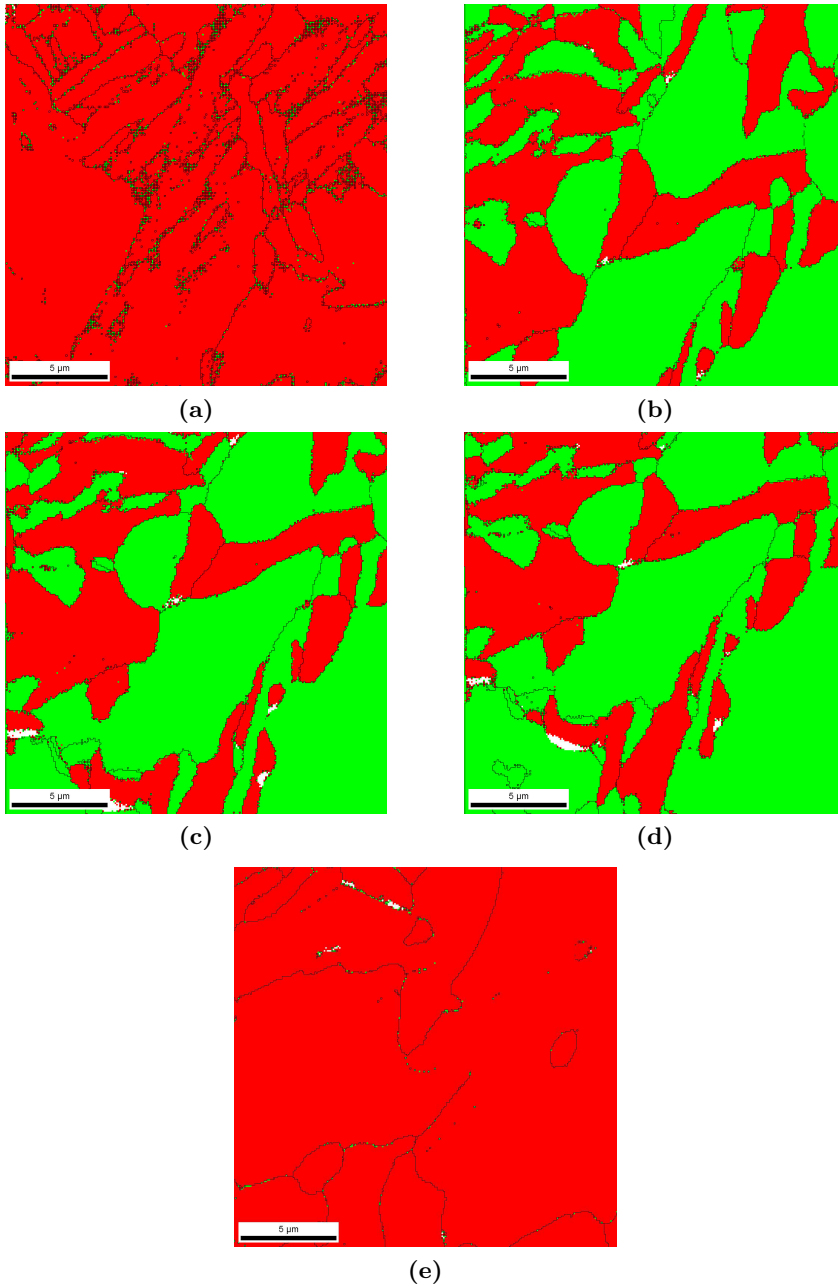


Figur C.4: Fasekart for prøvematerialet (a) før oppvarming, (b) holdt ved 780 °C i 10 minutter, (c) 15 minutter, (d) 20 minutter og (e) etter avkjøling. Høyvinkel korn grenser er lagt over kartene.

C.3 Oppvarming opp til 790 °C



Figur C.5: Invers polfigurkart for prøvematerialet (a) før oppvarming, (b) holdt ved 790 °C i 10 minutter, (c) 16 minutter, (d) 22 minutter og (e) etter avkjøling. Høyvinkel korngrenser er lagt over kartene.



Figur C.6: Fasekart for prøvematerialet (a) før oppvarming, (b) holdt ved 790 °C i 10 minutter, (c) 16 minutter, (d) 22 minutter og (e) etter avkjøling. Høyvinkel korn grenser er lagt over kartene.

Vedlegg D

Assembly manual for the *in situ* hot stage

This manual is a guideline for the hardware installation of the *in situ* hot stage. Use gloves during the whole installation. If you are inexperienced in working with the equipment or feel uncomfortable with assembling the *in situ* stage, you should ask an experienced user for help.

D.1 Required tools

1. 1 x 3,0 mm Allen wrench
2. 1 x 2,5 mm Allen wrench
3. 1 x 1,5 mm Allen wrench
4. 1 x 0,9 mm Allen wrench
5. 1 x Phillips screwdriver

A picture of the required tools is shown in Figure D.1.



Figure D.1: *Required tools for installation of hot stage.*

D.2 Bill of materials

Ensure that all of the items listed in the tables below are found. Be sure to take note of which parts are listed as fragile and handle them with care as they easily break.

Table D.1: *In situ hot stage*

<i>Item</i>	<i>Quantity</i>	<i>Notes</i>
Hot stage	1	
Ceramic disks	2	Be careful. The disks are fragile.
Stainless steel disks	2	

The hot stage and the disks are shown in Figure D.2.

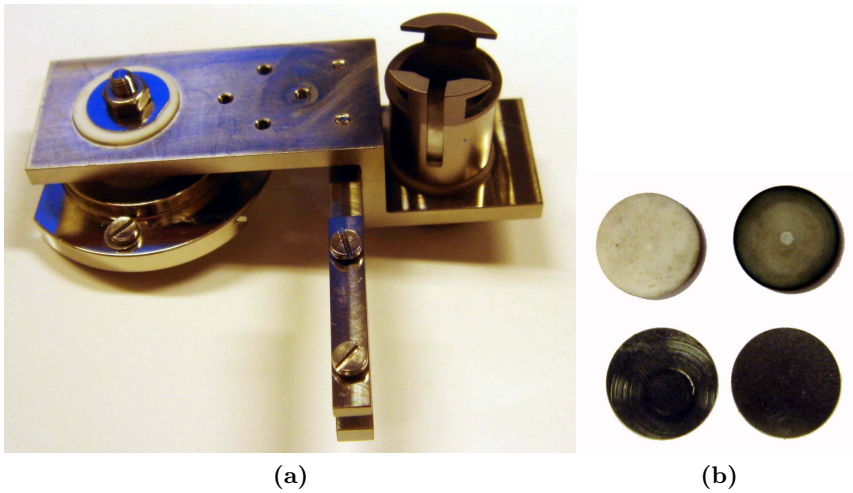


Figure D.2: (a) Hot stage and (b) ceramic and stainless steel disks.

The dimensions of the sample is given in Figure D.3. The width of the sample is not critical and can be larger than 11 mm. The height can vary between 2.5-3.5 mm. The hole should have a diameter of 0.55 mm and be about 2-3 mm deep.

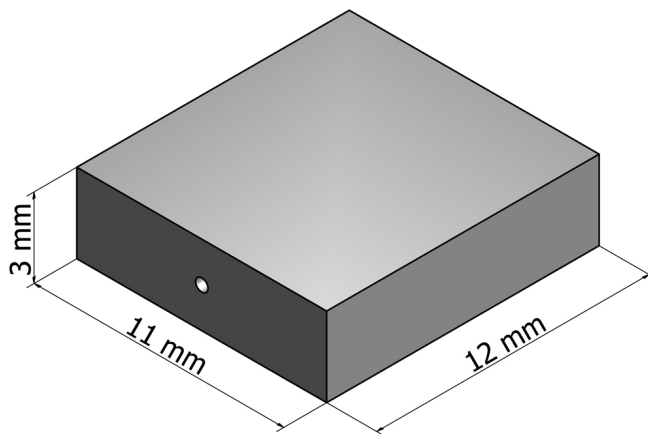


Figure D.3: Sample dimensions.

The different components the hot stage consist of is shown in D.4.

Table D.2: *The different components of the hot stage.*

<i>Item</i>	<i>Part</i>	<i>Quantity</i>	<i>Description</i>	<i>Material</i>
1	Bracket	1		Titanium
2	Holder	1		Titanium
3	Screw	1	M6 x 9mm	Titanium
4	Fasterner to the SEM	1		Nickel plated brass
5	Screw	1	M3 x 15	Titanium
6	Disk	2	D=11mm	MACOR
7	Disk	2	D=11mm	Stainless Steel
8	Washer	4	OD=15mm, ID=6mm	MACOR
9	Set screw	1	M2 x 4mm	Stainless Steel
10	Hexagon nut	1	M3	Stainless Steel
11	Washer	1	M3	Stainless Steel
12	Washer	6	OD=14mm, ID=4mm	MACOR
13	Screw	1	M2 x 3 mm	Stainless Steel
14	Washer	2	M2	Stainless Steel

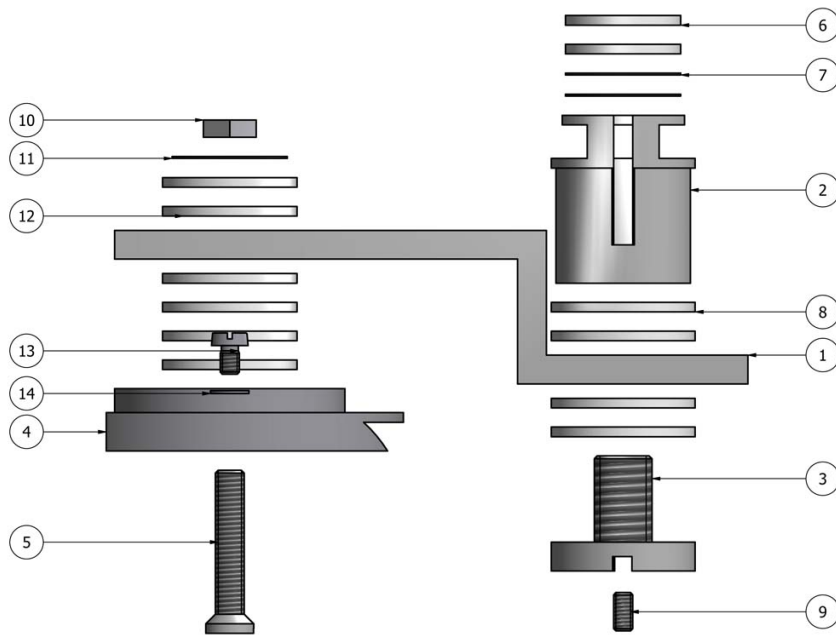
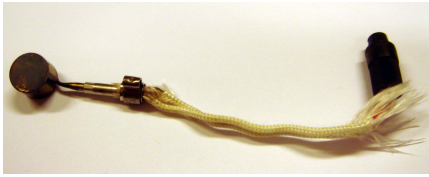


Figure D.4: *The different components the hot stage consist of.*

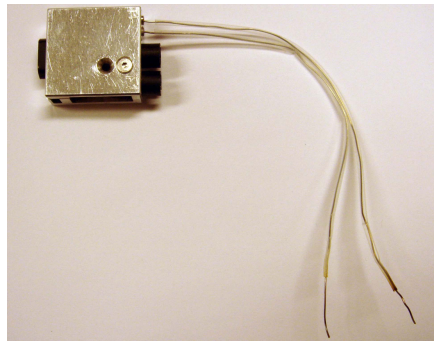
The small furnace and the thermocouples for the furnace and sample are shown in Figure D.5.

Table D.3: *Furnace and thermocouples for the furnace and sample.*

<i>Item</i>	<i>Quantity</i>	<i>Notes</i>
Furnace	1	
Thermocouples	1	Be careful. The thermocouples are fragile.



(a)



(b)

Figure D.5: (a) *Furnace* and (b) *thermocouples for the furnace and sample.*

The thermocouples for the hot stage are shown in Figure D.6.

Table D.4: *Thermocouples for hot stage*

<i>Item</i>	<i>Quantity</i>	<i>Notes</i>
Thermocouples	1	

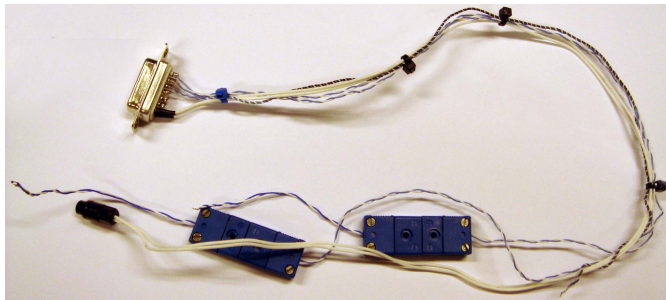


Figure D.6: *Thermocouples for hot stage*

Table D.5: *Heating cable with connectors*

<i>Item</i>	<i>Quantity</i>	<i>Notes</i>
Heating cable	1	Be careful. The two connectors are fragile.

The heating cable with the fragile connectors is shown in Figure D.7.



Figure D.7: *Heating cable with connectors*

D.3 Assembling the *in situ* hot stage

Place the two stainless steel disks inside the holder for the furnace and the sample. Afterwards, place the two ceramic disks on top of these as shown in Figure D.8a. Place the furnace on top of the ceramic disks as shown in Figure D.8b.

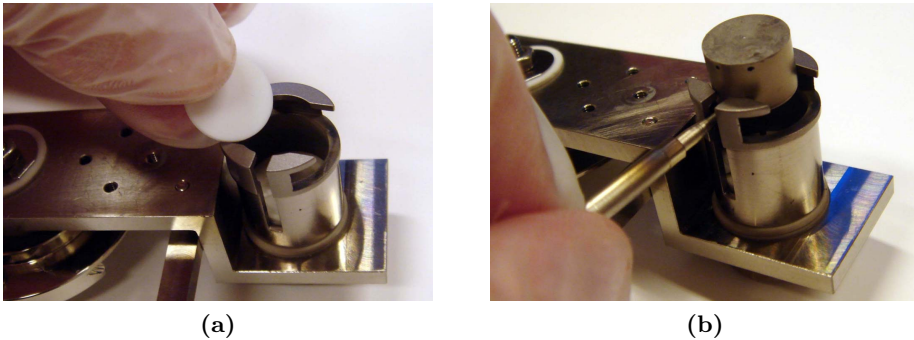


Figure D.8: Placement of (a) ceramic disks and (b) furnace.

Mount the sample on top of the furnace as shown in Figure D.9a. Screw the furnace up in contact with the sample by using the screw in the bottom of the hot stage as shown in Figure D.9b. It is important that the furnace and sample are in full contact with each other. If it is wanted to reach a sample temperature above 700 °C, it is necessary to use an SPI platinum paint between the sample and the furnace. Apply the paint on the furnace before you mount the sample. After application, the paint must be left to dry a minimum of three hours before heating.



Figure D.9: *Mounting of sample*

Connect the furnace to the plug marked as F1 as shown in Figure D.10a. Place the thermocouples in the furnace and sample as shown in Figure D.10b. The thermocouple marked as T1 should be placed in the furnace.

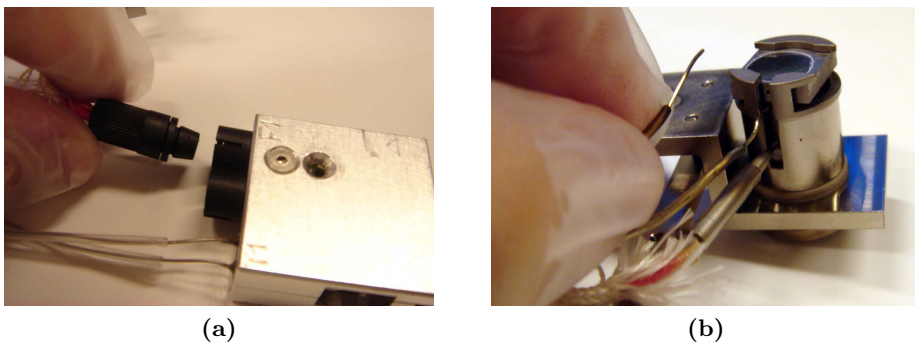


Figure D.10: *Connection of the furnace and placing the thermocouples in the furnace and sample.*

Fasten the chord anchorage on both the furnace and the thermocouples as shown in Figure D.11a. Fasten the thermocouple to the hot stage as shown in Figure D.11b.

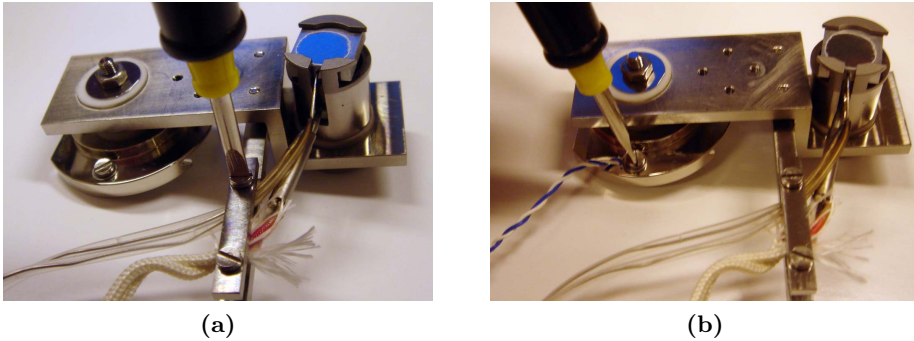


Figure D.11: *Fastening the chord anchorage on the furnace and the thermocouples and fastening of thermocouples to the hot stage.*

Figure D.12 shows how the hot stage should look when everything has been correctly connected to it.

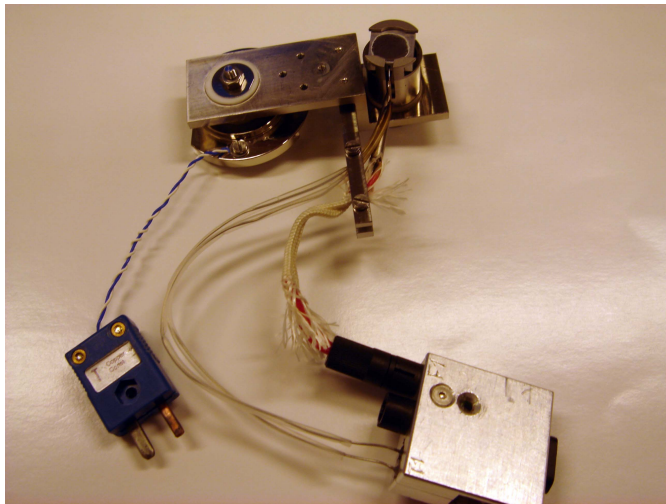


Figure D.12: *Hot stage with sample, furnace and thermocouples.*

Mount the heating cable and thermocouples to the connector as shown in Figure D.13.

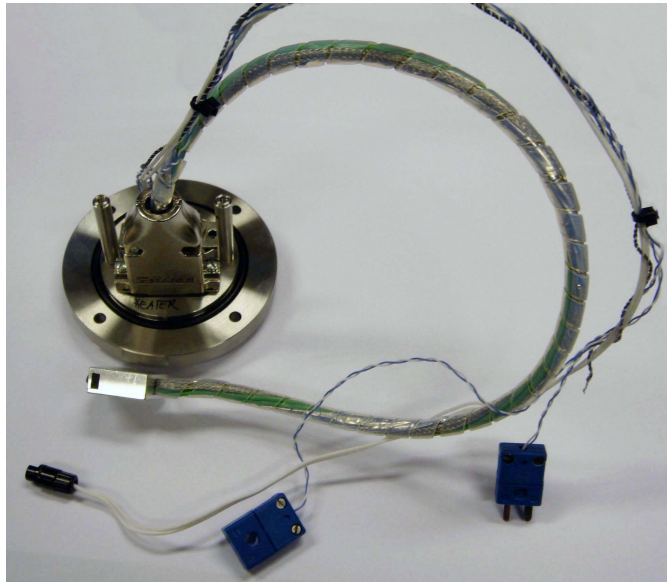


Figure D.13: *Mounting of heating cable and thermocouples on the connector to the SEM.*

Remove the upper door panel by unfastening the four hexagonal cap screws as shown in Figure D.14a. Place the round panel in a plastic bag. The screws should be used to mount the heating cable connector as shown in Figure D.14b. Gently enter the heating cable and thermocouples through the upper port as shown in Figure D.15.



(a)



(b)

Figure D.14: *(a) Remove the upper door panel and (b) mount the heating cable connector.*

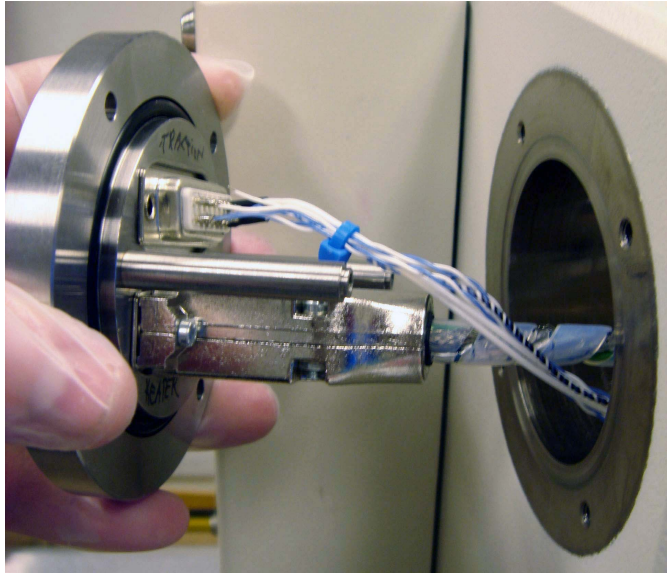
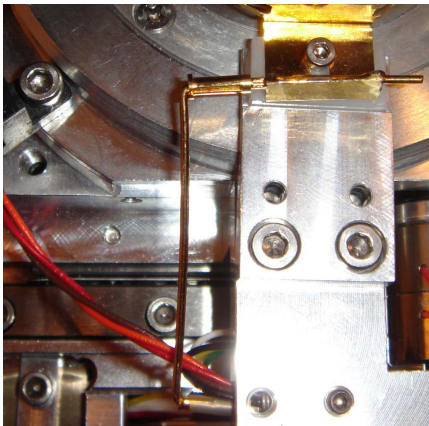
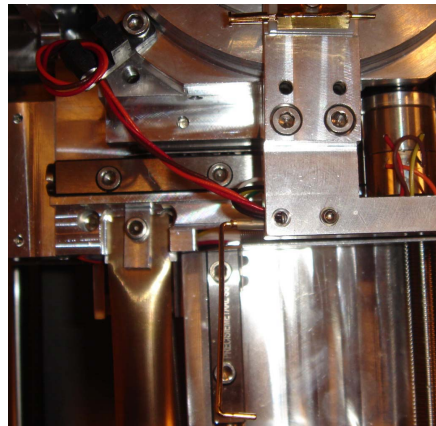


Figure D.15: *Enter the heating cable and thermocouples.*

To prevent that the alarm "Stage is touching" goes off during heating, the pin for the ground cable has to be disconnected. How to do this is shown in Figure D.16. Remember to connect the pin again after the heating experiment is finished!



(a)



(b)

Figure D.16: *The pin for the ground cable in (a) connected position and (b) disconnected position.*

This pin prevents the sample for charging since the stage is isolated from the rest of the microscope. Since the pin is now disconnected it is necessary to form a conductive connection between the stage and the microscope. This is done by using a copper thread. First, loosen the screw on the microscope and place the copper thread under it as shown in Figure D.17. Tighten the screw so that the copper thread is fastened under it as shown in Figure D.18a. Do the same with the screw on the stage as shown in Figure D.18b.

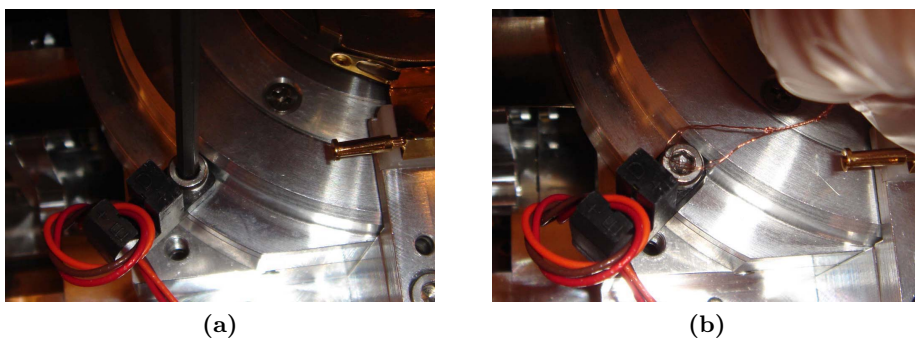


Figure D.17: *The pin for the ground cable (a) in connected position, (b) being disconnected and (c) in disconnected position.*

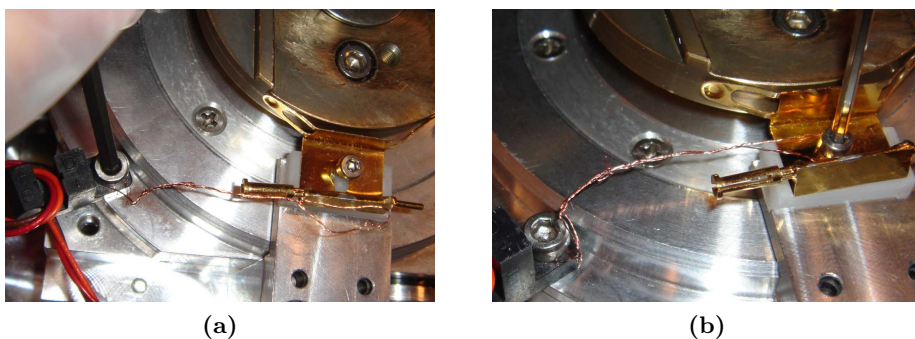


Figure D.18: *The pin for the ground cable (a) in connected position, (b) being disconnected and (c) in disconnected position.*

Mount the *in situ* hot stage in the SEM. Connect the heating cable and the thermocouples to the hot stage as shown in Figure D.19a and D.19b.

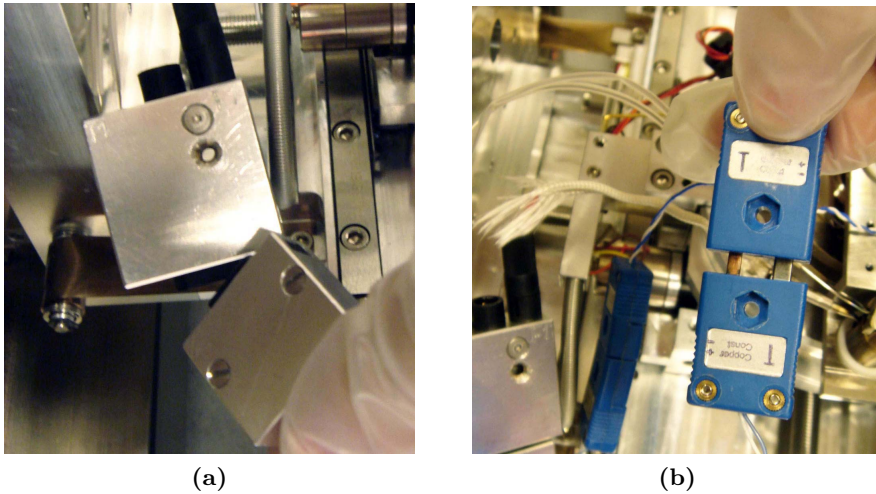


Figure D.19: *Connect the (a) heating cable and (b) thermocouples to the hot stage.*

Finally the cable from the hot stage controller and the temperature logger should be connected to the SEM as shown in Figure D.20. When tilting the hot stage the SEM door should be open to make sure that none of the cables move out of place during tilting.



Figure D.20: *Cables from hot stage controller and temperature logger connected to the SEM.*

The hot stage should now be correctly installed. The result should look like Figure D.21.

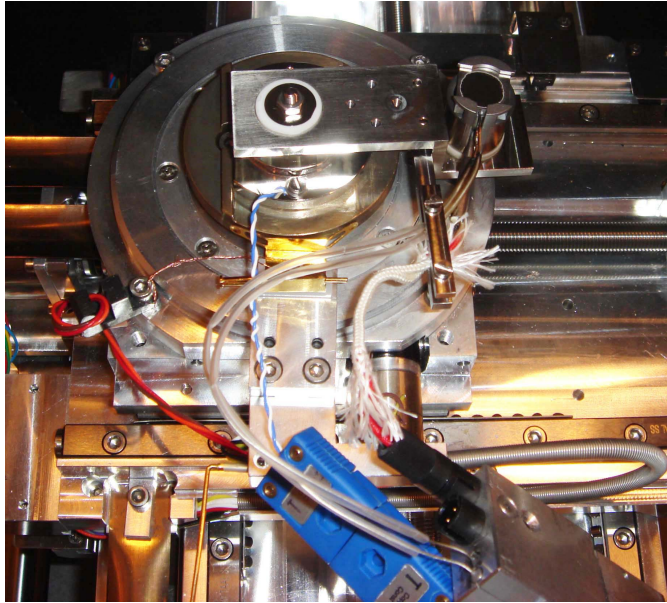


Figure D.21: Hot stage mounted in SEM.

Tilt the stage to 70° while the door to the microscope is still open. Afterwards, close the door and press "Exchange". It is important that the "Z move on vent" is unchecked as shown in Figure D.22. Remember to check this again when you are finished!

	Stage At	Go To	Delta
X	65.000 mm	65.000 mm	<input type="checkbox"/> XY
Y	98.000 mm	98.000 mm	
Z	20.492 mm	0.000 mm	<input type="checkbox"/> Z
T	70.0 °	0.0 °	<input type="checkbox"/> T
R	0.0 °	0.0 °	<input type="checkbox"/> R
M	0.000 mm	0.000 mm	<input type="checkbox"/> M
Stage Is = Idle		Limit Hit	
Comput. Mode = Off			
<input type="checkbox"/> Z move on Vent		<input type="checkbox"/> Stage XY+Z	
<input checked="" type="checkbox"/> Track Z		<input type="checkbox"/> Joystick Disable	

Figure D.22: Uncheck "Z move on vent".

Vedlegg E

User manual for the *in situ* hot stage software

Turn on the PC and *in situ* stage controller shown in Figure E.1. The switch on the stage controller should be on *External* as shown in Figure E.1b.

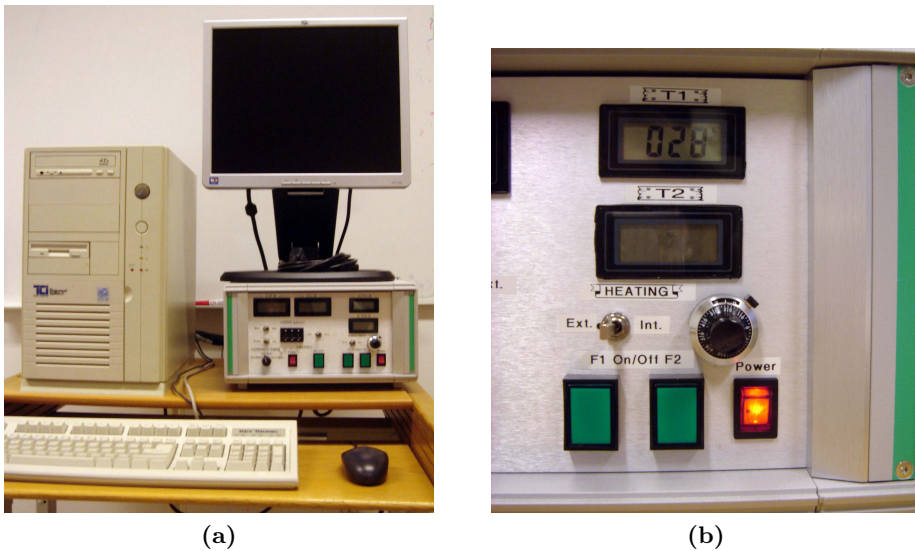


Figure E.1: The (a) PC and (b) close-up of the *in situ* stage controller.

Choose the program *HT-Traction* on the desktop of the PC. The interface of the program is shown in Figure E.2. Type in 18 and 14 under $L1$ and

H1 respectively. These parts are marked with a red square in the figure. Choose *S2 (4500N)* under *Strength Range*. The message *No Error* will then appear. There is a temperature difference of about 85-90 °C between the sample (*T2*) and the furnace (*T1*) temperature. This is caused by an error in the controller. This temperature difference can be subtracted from the furnace temperature in the data file after the experiment. Choose the location of the file under *User String*. Finally press *Start Acquisitions*.

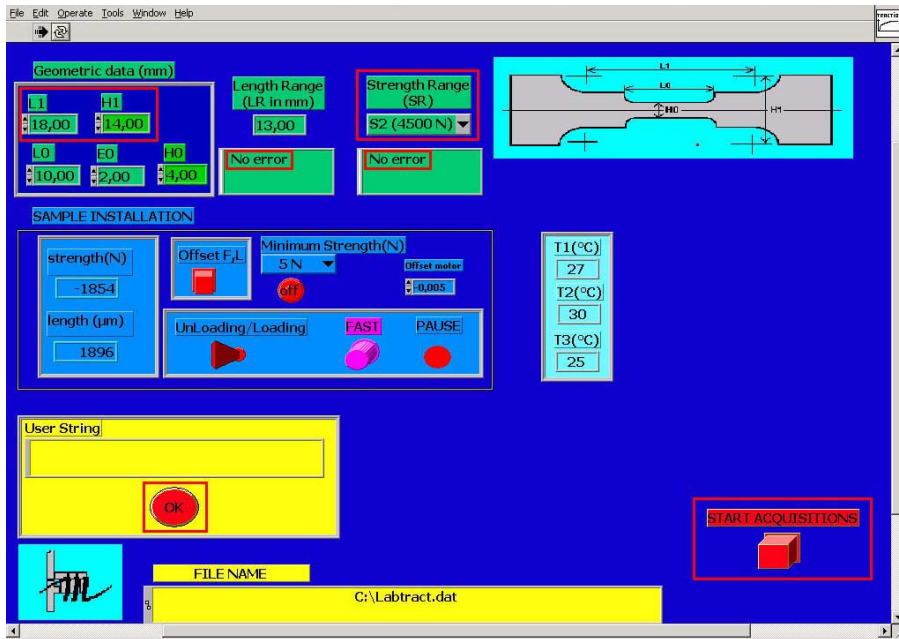


Figure E.2: Software for the *in situ* heating stage.

The next interface is shown in Figure E.3. *T1* gives the temperature in the furnace, while *T2* gives the sample temperature. Set the wanted *heating rate*, *set point* for the furnace and *level:t*. Because of the temperature difference between *T1* and *T2*, it is necessary to add about 90 °C to the wanted set point. The *level:t* should have a greater value than the set point. The maximum temperature in the furnace is 800 °C. If the error message *NaN* appears under *T Control* when opening the program as shown in Figure E.4, the software needs to be restarted.

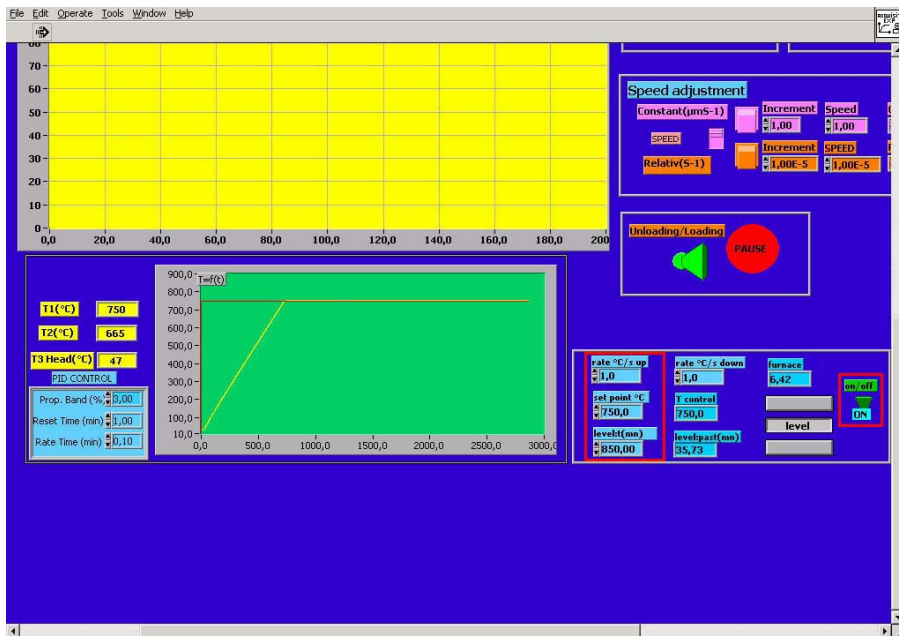


Figure E.3: Software for the in situ heating stage.

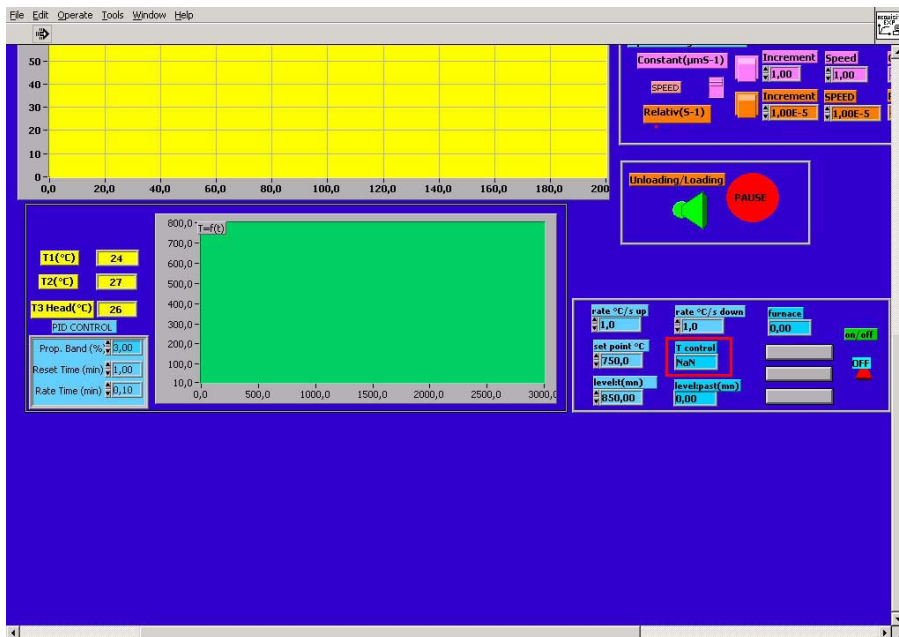


Figure E.4: Error message.

When the wanted values are entered, press the *on* button. Then press the *F1* and *Power* buttons on the *in situ* stage controller as shown in Figure E.1b. The furnace is now heating.

When the temperature is set to reach a high temperature, typically above 700 °C, the furnace will reach maximum effect. The furnace will then turn itself on and off and will fluctuate between 0 and 10 as shown with a red rectangle in Figure E.5. This will interfere with the electron beam in the SEM. It is therefore necessary to adjust the Prop. band to a higher value until the effect of the furnace is stable as shown in Figure E.5. The furnace must be turned off when the temperature on the stage reaches 47 °C. This is to prevent damage on the microscope.

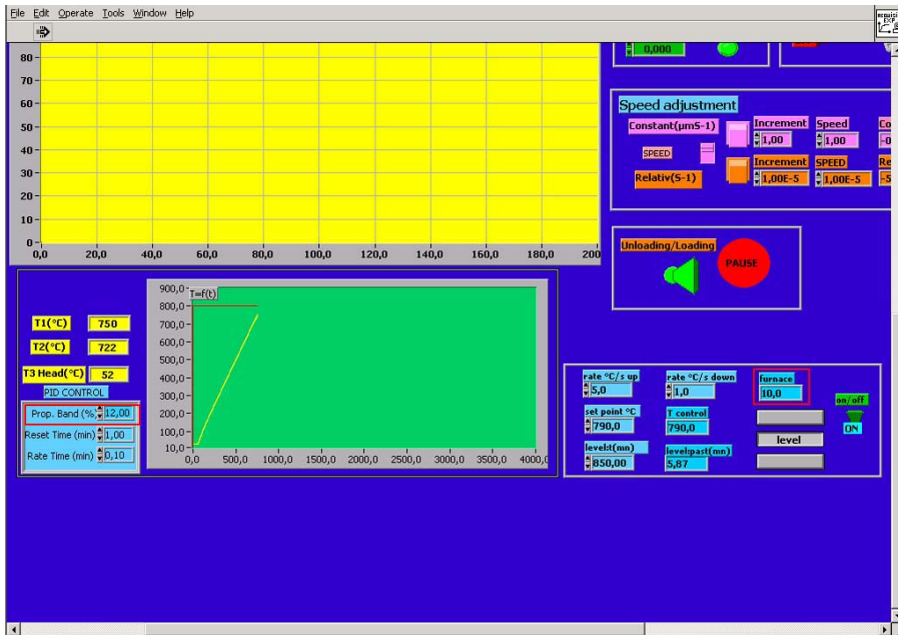


Figure E.5: Adjust Prop. band.