

Kimdanning av sprøbrudd i et 420 MPa arktisk stål

Trine Viveke Salvesen

Materialteknologi
Oppgaven levert: Juni 2011
Hovedveileder: Jan Ketil Solberg, IMTE

Forord

Denne masteroppgava er resultatet av emnet TMT4905 Materialteknologi og ble utført ved Institutt for materialteknologi ved Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet, NTNU, våren 2011. Arbeidet er utført selvstendig i henhold til reglement for gjennomføring av sivilingeniørexamen. Oppgava ble utarbeidet i samråd med professor Jan Ketil Solberg, seniorforsker Erling Østby og professor Odd Magne Akselsen.

Det er flere personer jeg ønsker å takke for hjelp med oppgava mi. Jeg vil først rette en takk til veilederen min, professor Jan Ketil Solberg, for faglig hjelp og konstruktive råd på utformingen av rapporten. Videre vil jeg takke seniorforsker Erling Østby og professor Odd Magne Akselsen, begge ved SINTEF Materialer og Kjemi, for både gode faglige innspill på oppgava og tullete samtaler. Jeg vil takke Morten Raanes for hjelp med undersøkelser i mikrosonde, Tor Arild Nilsen for bruk av FIB og Peyman Mohseni for hjelp med 3D-analyse og innspill om bruddanalyse. I tillegg vil jeg takke de ansatte ved SINTEF Materialer og Kjemi for hjelp til gjennomføring av oppgava. Jeg vil også takke klassa mi for fem flotte år og masse kake på lesesalen. Jeg vil takke medstudent Steinar Jørstad for faglige diskusjoner og franske oster på sene kvelder. Sist, men ikke minst, vil jeg takke foreldrene mine for ubegrensa interesse og støtte, til tross for begrensa kunnskap om faget.

Trine Viveke Salvesen
Trondheim, juni 2011

Sammendrag

Sveising fører til endret mikrostruktur i deler av stålet. I kombinasjon med lave temperaturer oppstår nye forutsetninger for brudd.

I denne masteroppgava ble det sett på initiering av sprøbrudd i et sveisesimulert 420 MPa HSLA-stål fra Nippon Steel. Dette ble gjort ved å studere mikrostrukturen og bruddflata til seks sveisesimulerte prøver etter bruddmekanisk trepunktsbøying med utmattingskjerv. I tillegg ble det videre undersøkt en mulig MA-fase som tidligere ble funnet i et initieringspunkt på ei prøve med interkritisk grovkornet HAZ.

To prøver hadde simulert grovkornet HAZ og fire prøver var forsøkt rendyrket martensitt- og bainittstruktur. Acikulær ferritt ble her sett på som en del av bainittstrukturen. Alle prøvene ble varmet opp til 1350 °C og hadde avkjølingstid, $\Delta\tau_{8/5}$, på 5, 15 og 22,5 sekunder for derved å simulere henholdsvis martensittstruktur, grovkornet HAZ og bainittstruktur. Prøvene ble brukket ved -60 °C.

Det var forventet at økt andel bainittstruktur i prøvene ville føre til lavere seighet og dermed lavere CTOD-verdier. Martensittstrukturen var noe selv-anløpt og dermed mer duktil. Imidlertid var ikke sammenhengen mellom andel bainittstruktur og initiering av sprøbrudd så klar som forventet og det var mange observasjoner som svekket styrken i sammenhengen.

På alle seks bruddprøvene ble alle mulige initieringspunkt langs og foran sprekkspissen kartlagt ved bruk av SEM. Det ble funnet dobbelt så mange initieringspunkt på prøvene med avkjølingstid lik 5 sekunder som de med avkjølingstid lik 15 og 22,5 sekunder. Imidlertid lå mange av disse svært

nær hverandre og mange var låst av duktil bruddvekst.

Etter undersøkelse i SEM ble de fire rendyrkede bruddprøvene nitaletsa og undersøkt på ny. Det ble observert karbider i, eller rett ved, 61% av initieringspunktene, flest i prøvene med avkjølingstid lik 22,5 sekunder. Dette viser at initieringen kan være knyttet til karbider og dermed bainittstruktur.

Mikrostrukturen til de ulike prøvene ble studert i lysmikroskop. Prøvene med martensittstruktur inneholdt også områder med bainittstruktur. Det var forventet at disse prøvene skulle få høyest CTOD-verdier på grunn av duktil martensitt, men det var ikke tilfellet. De lave CTOD-verdiene kan ha vært grunnet initiering i bainittstrukturen.

Det var ingen klar tendens på hva slags beliggenhet initieringspunktene hadde i forhold til prøvenes mikrostruktur eller CTOD-verdi. På alle prøvene ble det observert initiering foran sprekke-spiss. Disse initieringene ga mest bruddvekst, bortsett fra i de to rendyrkede prøvene med lavest CTOD-verdi.

Det ble gjort tre slipe-steg inn i prøvene med grovkorna HAZ for å undersøke mikrostrukturfordelingen langs bruddkantene ved bruk av lysmikroskop. Andelen martensitt og bainitt langs hele bruddkanten ble estimert ved å vurdere mikrostrukturen i hvert punkt som var relevant i et rutenett. Det var ingen markant forskjell i fordelingen av mikrostruktur langs bruddkanten i forhold til CTOD-verdi.

Mikrosondeundersøkelser av og rundt en forhøyning i et initieringspunkt på ei prøve med interkritisk grovkornet HAZ indikerte at det kunne være en MA-fase. Desverre forsvant forhøyningen da den skulle kuttes ut ved hjelp av FIB for å undersøkes i TEM.

Innhold

Forord	i
Sammendrag	iii
Innhold	v
1 Innledning	1
2 Teori	3
2.1 Arktiske stål	3
2.2 Mikrostruktur i sveis	4
2.2.1 Bainitt	6
2.2.2 Martensitt	8
2.2.3 Martensitt/austenitt-faser (MA-faser)	9
2.3 Brudd	12
2.3.1 Kløvning	13
2.3.2 Kvasikløvning	13
2.3.3 CTOD-testing	16
2.4 Tidligere arbeid	18
2.4.1 Mulig MA-fase i initieringspunkt	19
2.4.2 Ensykel sveisesimulert prøve med høy CTOD-verdi	20
2.4.3 Etsing av bruddflate	20
3 Eksperimentelt	25
3.1 Sveisesimulering	25
3.2 Trepunktsbøying	26

3.3	Prøvepreparering	27
3.3.1	Undersøkelse av mikrostruktur	28
3.3.2	Bruddflater	30
3.3.3	Mulig MA-fase	31
3.4	Lysmikroskop	31
3.5	Hardhetsmåling	32
3.6	Skanning-elektronmikroskop (SEM)	32
3.7	Mikrosonde (Electron Probe Micro Analyzer - EPMA)	33
3.8	Fokusert ionestråle (Focused Ion Beam - FIB)	34
4	Resultater	37
4.1	Undersøkelse av mikrostruktur	37
4.1.1	Rendyrking av bainitt- og martensittprøver	37
4.1.2	Fordeling av mikrostruktur langs bruddkant	42
4.2	Bruddflater	47
4.2.1	Undersøkelse av bruddflater	47
4.2.2	Etsing av bruddflater	49
4.2.3	Uvanlig initieringsområde	57
4.3	Mulig MA-fase	60
5	Diskusjon	67
5.1	Undersøkelse av mikrostruktur	67
5.1.1	Rendyrking av bainitt- og martensittprøver	67
5.1.2	Fordeling av mikrostruktur langs bruddkant	68
5.2	Bruddflater	70
5.2.1	Undersøkelse av bruddflater	70
5.2.2	Etsing av bruddflater	73
5.2.3	Uvanlig initieringsområde	75
5.3	Mulig MA-fase	75
5.4	Videre arbeid	76
6	Konklusjon	79
	Bibliografi	81

Kapittel 1

Innledning

Det økende forbruket av olje og gass har medført interesse for olje- og gassutvinning i arktiske strøk. I 2009 publiserte United States Geological Survey en analyse av området nord for polarsirkelen, basert på en geologisk sannsynlighetsmodell. Konklusjonen var at omkring 30 % av verdens uoppdagede gassreserver og 13 % av verdens uoppdagede oljereserver kan finnes der, i hovedsak på mindre enn 500 meters dyp [1]. Omgivelsene i arktiske strøk med svært lave temperaturer byr på et utfordrende materialvalg.

I denne forbindelsen har NTNU og SINTEF et forskningsprosjekt sammen med industrien kalt Arctic Materials, hvorav denne masteroppgava er en del. Målet for dette forskningsprosjektet er å forbedre den nødvendige materialteknologien for en trygg og kostnadseffektiv bruk i arktiske områder.

Det varmepåvirkede området ved sveising (Heat Affected Zone - HAZ) mister seighet i forhold til grunnmaterialet og brudd kan dermed oppstå. Tester av grovkornet mikrostruktur (CG HAZ) gir mye større spredning enn tester av interkritisk grovkornet mikrostruktur (ICCG HAZ), og det er ønskelig å finne mer ut om hvorfor det er slik.

Denne oppgava tar utgangspunkt i prosjektoppgava skrevet av forfatteren høsten 2010 [2], men er samtidig en del av forskningen som gjøres innen Arctic Materials. Mesteparten av prøvene som studeres i denne oppgava, samt i den nevnte prosjektoppgava, er spesielt utvalgt fra en større mengde

prøver som er likt behandlet og testet. Denne oppgava ser kun på noen av sidene ved disse testene, mens andre resultater blir dermed ikke sett på her, slik som akustisk emisjon (AE).

I prosjektoppgava ble det sett på initieringsmekanismer for sprøbrudd i sveisesimulert HSLA-stål (High Strength Low Alloy). Dette ble gjort ved å undersøke bruddflatene til sveisesimulerte prøver med ICCG HAZ og ei med CG HAZ i skanning-elektronmikroskop (SEM) etter bruddmekanisk trepunktsbøyning ved henholdsvis -60 , -30 og 0 °C. I denne masteroppgava undersøkes bruddflaten til ei ny prøve med CG HAZ og sammenlignes med prøva som ble undersøkt i høst. Disse har svært ulik sprekkspissåpning (Crack Tip Opening Displacement - CTOD). CTOD-verdien gjenspeiler seigheten; lav CTOD-verdi tilsvarer lav seighet. Det blir videre sett på fordelingen av ulik mikrostruktur langs bruddkantene i disse to prøvene ved bruk av lysmikroskop. Videre undersøkes bøyep prøver med rendyrkede mikrostrukturer, bainitt og martensitt, i lysmikroskop og SEM. Det er forventet at økt mengde bainitt kan henge sammen med økt grad av sprøbrudd.

I prosjektoppgava ble det funnet flere forhøyninger i initieringspunkt i prøvene med ICCG HAZ. Dersom disse er MA-faser tyder det på at dekohering av MA-faser fra matriks er en initieringsmekanisme som oppstår i dette sveisesimulerte stålet. Men det ble ikke bevist hvorvidt forhøyningene var MA-faser eller ikke. En mulig MA-fase i ei prøve med ICCG HAZ undersøkes derfor videre i denne masteroppgava. En grundigere kjemisk analyse utføres i mikrosonde. Deretter forsøkes det å kutte den ut av prøva ved bruk av FIB (Focused Ion Beam) for å undersøkes i transmisjonselektronmikroskop (TEM).

Kapittel 2

Teori

2.1 Arktiske stål

Når det er snakk om ”arktiske stål” menes det stål brukt til arktiske applikasjoner. Disse må tåle ekstremt lave temperaturer og deformasjoner fra for eksempel sammenstøt med isfjell.

Temperaturen der materialets tilstand går fra duktil til sprø ved avkjøling kalles omslagstemperaturen, og defineres av skarp endring i seigheten. Ferrittiske stål har en brå overgang fra duktilt til sprøtt materiale ved omslagstemperaturen og denne temperaturen er derfor veldig viktig [3]. Men selv om omslagstemperaturen er lav nok for et gitt stål, kan denne endres ved sveising ettersom mikrostrukturen endres. På grunn av den lave temperaturen i omgivelsene kan endring i omslagstemperatur være kritisk.

HSLA-stål er lavlegerte konstruksjonsstål med høy seighet, styrke og duktilitet. Ettersom konstruksjonsstål har maksimalt 0,25 % C er de også sveisbare. HSLA-stålene produseres ved kontrollert varmvalsing. Dette tillater utfelling av karbider og nitrider av Nb, V, Ti, eller Al, hvilket gir partikkelherding og kornforfining [3]. HSLA-stålene klassifiseres på grunnlag av flytegrensen. De inneholder minst mulig legeringselementer for å oppnå rett flytegrense uten å behøve varmebehandling [4]. I tillegg til mikrolegerte stål, er også aciculær ferrittiske stål en type HSLA-stål som brukes i arktiske

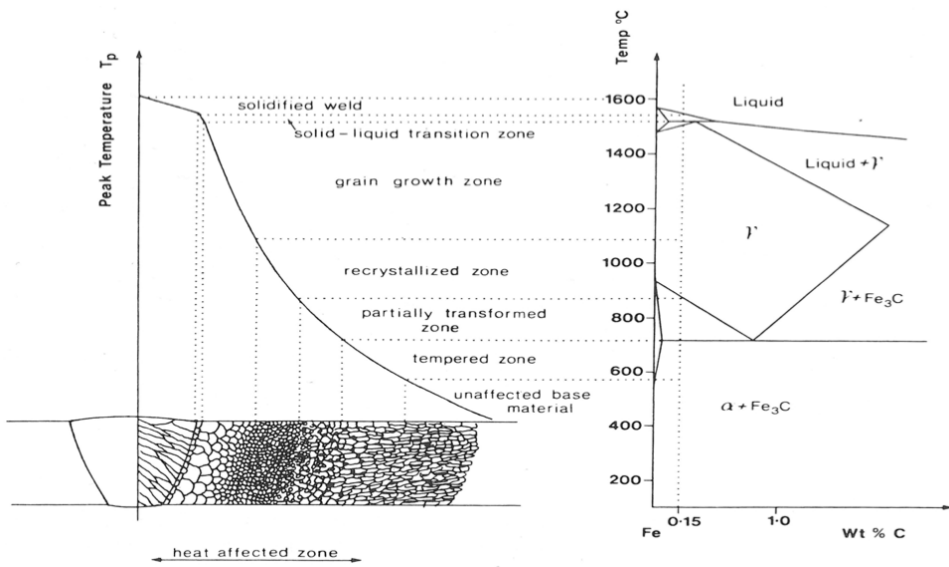
applikasjoner. Aciculær ferrittiske stål har nesten samme sammensetning som mikrolegerte stål, men inneholder Mo og ofte mer Mn, hvilket fører til dannelse av øvre bainitt. Kornene er mindre i aciculær ferrittiske stål enn i mikrolegerte stål, hvilket fører til en svært lav omslagstemperatur. HSLA-stål brukes i dag mye til blant annet olje- og gassledninger, skipsplater og broer [3].

Kombinasjonen av høy styrke og seighet kan imidlertid bli dårligere etter sveisevarmesykler. Foringelsen av bruddseigheten etter sveising tillegges dannelsen av lokale sprø soner (local brittle zones - LBZ) i sveiseskjøten. Disse sonene påvirkes av metallurgiske faktorer som tidligere austenittkornstørrelse, bainittisk pakkestørrelse og fordelingen av sekundærfaser som karbider og MA-faser [5]. For eksempel kan avlange MA-faser opptre som en lokal hard sone som danner en stor tøyningmistilpasning med matriksen, og dermed introdusere oppsprekking av den lokale harde fasen [6].

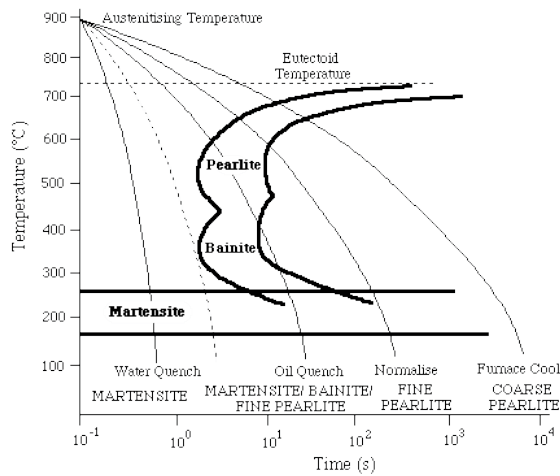
2.2 Mikrostruktur i sveis

Ved sveising blir også grunnmaterialet som er nærmest sveisebadet varmet opp. Dette området kalles det varmepåvirkede området, HAZ. Forholdet mellom mikrostrukturen i HAZ og jern-karbon-fasediagrammet er vist i Fig. 2.2.1. I dette området endres materialets struktur og egenskaper. Hvilken mikrostruktur som oppnås avhenger av avstand til sveisebadet.

Ved avkjøling fra austenittområdet kan det dannes en mengde forskjellige mikrostrukturer eller forbli uttransformert, avhengig av grunnmaterialets herdbarhet, avkjølingsparametre for sveisen og den initielle størrelsen av austenittøyene [7]. Mikrostrukturen til den omvandlede austenitten etter avkjøling er illustrert i et CCT-diagram (Continuous Cooling Transformation), som vist i Fig. 2.2.2. Dette er igjen avhengig av den kjemiske sammensetningen til stålet.



Figur 2.2.1: Mikrostrukturen i det varmepåvirkede området i ensykelsveis i forhold til fasediagrammet for jern og karbon. Grovkornet HAZ står som kornvekstområdet (grain growth zone) og interkritisk HAZ er det delvis transformerte området (partially transformed zone) [8].



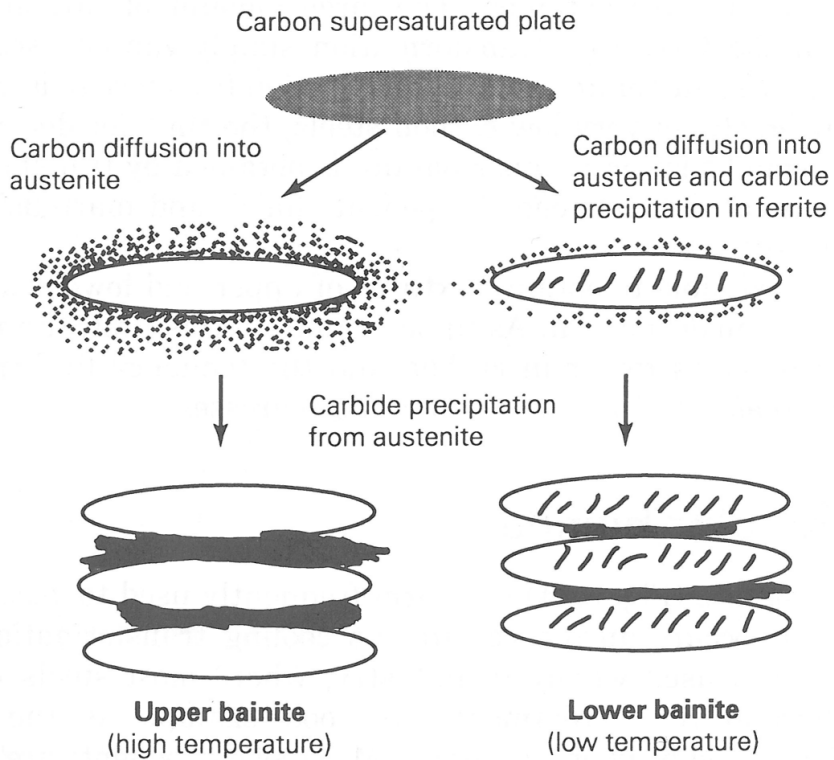
Figur 2.2.2: Et eksempel på et CCT-diagram [9].

2.2.1 Bainitt

Bainitt dannes enten ved atermisk behandling eller isotermt ved bråkjøling fra austenitt. Når reaksjonen skjer atermisk vil det si at det kreves kontinuerlig avkjøling for at prosessen skal fortsette. Transformasjonstemperaturområdet til bainittreaksjonen er mellom de til perlitt- og martensittreaksjonene, ved omtrent 250 – 550 °C. Bainitt består av ferrittplater og sementittpartikler eller karbider. Strukturen endres etterhvert som transformasjonstemperaturen synker og deles inn i hovedtypene øvre og nedre bainitt [10].

Øvre bainitt dannes i temperaturområdet 400 – 550 °C. Mikrostrukturen består av tynne ferrittplater som hver er omtrent 10 µm lang og 0,2 µm tykk. Platene vokser i bunter og innen hver bunt er platene parallelle eller har identisk krystallografisk orientering. Ettersom transformasjonstemperaturen er så høy rekker overskuddskarbone å diffundere ut av ferrittplatene. Karbonløsligheten i ferrittplatene er under 0,02 vekt%, og dermed berikes den resterende austenitten med karbon. Til slutt vil sementittpartikler felles ut mellom ferrittplatene. Ved høye karboninnhold kan sementittpartiklene danne sammenhengende strenger. Dersom stålet inneholder legeringselementer som hemmer sementittveksten vil restaustenitten stabiliseres. Ved videre avkjøling kan denne delvis omvandles til martensitt [10]. Forskjellen på dannelsen av øvre og nedre bainitt vises i Fig. 2.2.3. Begge typene bainitt kornforfines ved økende underkjøling [3].

Mikrostrukturen til nedre bainitt er veldig lik den til øvre bainitt, bortsett fra at sementittpartiklene også felles ut inni ferrittplatene i tillegg til mellom disse. Avhengig av transformasjonstemperatur og kjemisk sammensetning kan det være andre typer karbider som felles ut inni ferrittplatene enn sementittpartikler. Karbidene inni ferrittplatene er veldig små; kun omtrent 500 nm lange og noen få nanometer tykke. Ettersom disse felles ut vil det være mindre karbon i den resterende austenitten. Dette fører til at det er færre og finere sementittpartikler mellom ferrittplatene enn i øvre bainitt. Den fine strukturen til nedre bainitt gjør denne seigere enn øvre bainitt til tross for at den vanligvis også har mye høyere styrke [10]. De grovere sementittpartiklene i øvre bainitt kan virke som startpunkt for brudd.

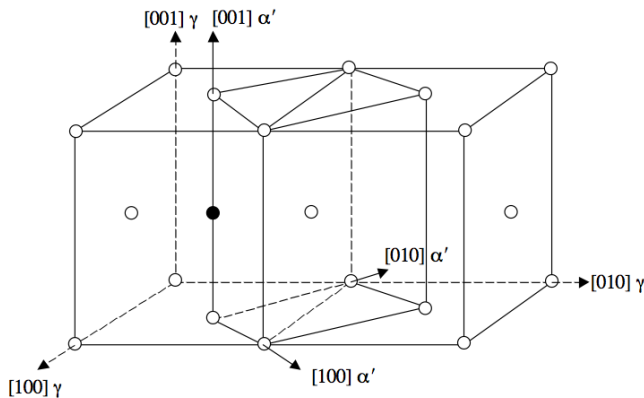


Figur 2.2.3: Dannelsen av øvre og nedre bainitt [10].

2.2.2 Martensitt

Ved bråkjøling av austenitt til romtempertur kan martensitt dannes. Martensitt er en veldig hard fase der karbonet forblir tvangsløst. I motsetning til ferritt og perlitt dannes martensitt ved deformasjon av austenittgitteret uten atomdiffusjon. Dette fører til en formendring i det transformerte området på grunn av stor skjærdeformasjon og volumøkning [10].

Gitterdeformasjonen med minst mulig atomforflytning fra austenittisk FCC-struktur til den svake tetraedriske strukturen til martensitt er vist i Fig. 2.2.4. Imidlertid dannes ikke martensitt kun ved denne deformasjonen, i tillegg skjer det en skjærdeformasjon som ikke endrer krystallgitteret. Den ene mulige skjærdeformasjonen skjer ved dislokasjonsglidning og fører til stavmartensitt. Den andre mulige skjærdeformasjonen er tvillingdannelse, der tvillinger er tynne plater dannet som et krystallografisk speilbilde av hverandre. Den sistnevnte deformasjonsmåten krever mye høyere oppløst skjærspenning enn førstnevnte [3].



Figur 2.2.4: Gitterdeformasjonen fra austenitt til martensitt [10].

De viktigste variablene for dannelse av stav- eller tvillingmartensitt er karboninnhold, innhold av legeringselementer, transformasjonstemperatur og tøyningshastighet. I stål med opptil 0,5 vekt% C dannes lavkarbonmartensitt

i form av staver eller plater. Stavene er veldig lange og omtrent $0,5 \mu\text{m}$ brede. Disse er gruppert sammen i pakker med hovedsakelig lavvinkelgrenser mellom stavene. I området mellom $0,5$ og 1 vekt% C dannes både stav- og platemartensitt. Platemartensitt med tvillingdannelse er linseformet og dannes i stål med mer enn $0,5$ vekt% C. Platene dannes individuelt og danner dermed en veldig kompleks struktur. Ved høyere karboninnhold enn $1,4$ vekt% vil fremdeles platemartensitt dannes, men denne har en annen orientering til den opprinnelige austenitten [10].

Martensittreaksjonen skjer atermisk. Andelen som blir transformert er avhengig av hvor stor underkjølingen er under starttemperaturen for martensittomvandlingen, M_s . Denne temperaturen kan variere mye avhengig av legeringsinnhold. Andrews empiriske formel for M_s er som følger [10]:

$$M_s(^\circ\text{C}) = 539 - 423(\text{vekt}\%C) - 30,4(\text{vekt}\%Mn) - 17,7(\text{vekt}\%Ni) - 12,1(\text{vekt}\%Cr) - 7,5(\text{vekt}\%Mo) \quad (2.2.1)$$

Det finnes ikke en avslutningstemperatur for martensittomvandlingen, M_f , men av praktiske årsaker blir denne ofte definert som temperaturen der 95% er omdannet til martensitt [10].

Ettersom martensitt er overmettet på karbon blir den hard og sprø. For å omvandle martensitten til mindre sprø faser glødes den i temperaturområdet $150 - 700^\circ\text{C}$, såkalt anløpning. Det vil da felles ut karbider, og fordelingen og størrelsen til disse er avhengig av anløpningstemperaturen. Dette fører til at seigheten øker og hardheten synker. Av alle mikrostrukturer i stål er det anløpt martensitt som gir best kombinasjon av seighet og hardhet [3].

2.2.3 Martensitt/austenitt-faser (MA-faser)

MA-faser har skadelig effekt på både sprekkinitering og -propagering [5]. Det blir her derfor sett litt nærmere på dannelsen av MA-faser og hvordan disse påvirker stålets seighet etter sveising.

Dannelse av MA-faser

Når et stål avkjøles fra austenittområdet kan blant annet bainittisk ferritt dannes. Etersom denne fasen har lavere karbonløslighet vil den resterende austenitten berikes på karbon. Ved metning vil austenitten inneholde 0,5 – 0,8 % karbon og vil dermed stabiliseres. Ved videre avkjøling dekomponeres austenitten til ferritt og karbid. Imidlertid vil ikke denne dekomponeringen skje dersom avkjølingshastigheten er for høy. I stedet vil stav- og tvillingmartensitt dannes [11]. Dersom karboninnholdet er høyt nok vil austenitten stabiliseres fordi M_s er under romtemperatur [12]. Den gjenværende austenitten kalles restaustenitt [11].

Dannelsen av slike MA-faser vil føre til utviklingen av betydelige elastiske og plastiske tøyninger i den omkringliggende ferrittmatriksen. Dette skjer på grunn av store transformasjonsspenninger, hvilket oppstår ved en økning i volum når austenitt forvandles til martensitt. I tillegg kan det forventes at de harde MA-fasene vil føre til betydelige spenningskonsentrasjoner ved grenseflatene mellom martensitt og ferritt på grunn av den innbyrdes forskjellen i flytegrense for de to fasene [7]. Det lokale spenningsnivået på disse grenseflatene vil til slutt overskride ferrittens kløvningsbruddstyrke, hvilket vil initiere sprøbrudd. Det er tidligere blitt observert at brudd i tofasemikrostrukturer vanligvis oppstår på grunn av brudd i ferrittområdet [7] [13]. Videre vil seigheten i interkritisk HAZ (IC HAZ) reduseres når spenningskonsentrasjonen i grenseflatene mellom martensitt og ferritt overskrider kløvningsstyrken i ferritten. Seigheten kan imidlertid bedres ved anløping siden den minker spenningskonsentrasjonene på grenseflatene mellom martensitt og ferritt [7]. Den største innvirkningen på seigheten oppstår ved midlere avkjølingshastigheter ettersom det da dannes mange MA-faser [11].

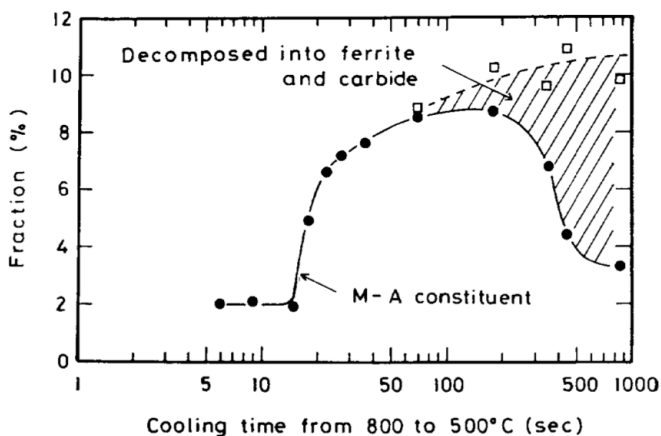
MA-fasenes beliggenhet og morfologi

MA-fasene som dannes ved rask avkjøling er blitt observert som avlange staver, mens de blir mer massive ved saktere avkjøling [11]. I tosykel sveisesimulering kimdannes MA-faser både på tidligere austenittkorngrenser og langs grenseflatene mellom staver av martensitt eller ferrittplater [7] [13]. I likhet med ensykel sveisesimulering vil omfattende kimdannelse av tvilling-

martensitt foregå interkrySTALLINSK på tidligere perlitt/karbid-kolonier [7].

Ved andre sveisesykel oppstår delvis austenittisering, særlig der austenittdannere som C og Mn segregeres i CG HAZ. Disse austenittøyene blir anriket på bare karbon ettersom det ikke er nok tid for diffusjon av substitusjonelle elementer. De tidligere austenittkorn grensene er raske diffusjonsveier for interstitielle elementer. Maksimaltemperatur for andre sykel i tofaseområdet fører til stor kimdannelse av nye austenittøyer, men den raske avkjølingen gir lite vekst. Dette fører til blokkformede MA-faser på de tidligere austenittkorn grensene [14]. De blokkformede MA-fasene består ofte av karbonrike martensittøyer omringet av en tynn, diskontinuelig austenittfilm. Derimot er de avlange hovedsakelig austenittiske [5]. De største og de mest massive MA-fasene er spesielt ødeleggende for seigheten [12].

Ved veldig rask avkjøling vil det dannes en liten andel MA-fase, som vist i Fig. 2.2.5. Etterhvert som avkjølingstiden øker vil mengden MA-fase øke til den når et maksimum, for deretter å minke. Grunnen til at mengden avtar skyldes dekomponering av MA-fase til ferritt og karbid. Den totale mengden MA-fase og ferritt og karbid dannet av MA-fase vil derimot øke [11]. Det er også blitt eksperimentelt bekreftet at austenittøyer som er mindre enn $0,5 - 1,0 \mu\text{m}$ ikke transformeres til martensitt, men hovedsakelig forblir restaustenitt [13].



Figur 2.2.5: Forholdet mellom avkjølingstid og andel MA-faser [11].

Initiering av brudd ved MA-faser

Intuitivt kan det aksepteres at oppsprekking av MA-faser eller dekohesjon mellom MA-faser og matriksen kan opptre som en Griffithsprekk for sprøbruddinitiering [6]. I det duktile temperaturområdet er det blitt observert at MA-faser kan initiere de minste dimplene, mens de større initieres på inneslutninger. Ved lavere temperaturer initieres kløvning nær MA-faser. Det er også observert mange sekundærsprekker i forbindelse med MA-faser, hvilket bekrefter nøkkelrollen til MA-faser i kløvningsbrudd [5].

Den ødeleggende mikromekanismen som spiller på MA-fasene er avhengig av det lokale spenningstriaksialitetsforholdet, τ , som er definert som den lokale hydrostatiske spenningen delt på den lokale Von Mises ekvivalentspenningen. Ved lave middelveier for τ initierer bruddet ved dekohesjon mellom MA-fasene og bainittmatriksen, dette inntreffer oftest nær kantene av MA-fasene. Ved høyere verdier for τ initierer bruddet ved sprøbrudd av MA-fasene [5].

2.3 Brudd

Brudd oppstår når et legeme deles eller fragmenteres i to eller flere deler mens det utsettes for spenning. Prosessen kan deles i to komponenter; sprekkinitering og -forplantning. De to hovedkategoriene brudd deles opp i er duktilt og sprøtt brudd. Tilbøyeligheten til sprøtt brudd øker med synkende temperaturer, økt tøyingsrate og triaksial spenningstilstand. Dette inntreffer normalt sett på grunn av en kjerv [15]. Sprøbrudd skjer ofte uten forvarsel og kan få katastrofale følger, og studeres dermed mer enn duktile brudd [16].

Videre kan brudd defineres ut i fra forholdet mellom kornstrukturen og hvilken bane bruddet har vokst i. Dersom bruddet har skjedd på tvers av kornene er det et såkalt transgranulært brudd. Har bruddet derimot vokst mellom kornene kalles det et intergranulært brudd. Transgranulære brudd kan være sprø eller duktile, avhengig av mengde plastisk deformasjon, mens intergranulære brudd er sprø [16].

Typiske eksempler på brudd under mer kompliserte forhold enn enakset strekkspenning er brudd på grunn av torsjon, utmatting, siging, anløpings-skjørhet og hydrogensprøhet, og sprøbrudd på grunn av lav temperatur [15].

2.3.1 Kløvning

Sprøbruddprosesser i metall kan kategoriseres ved å vurdere separat transgranulær kløvning, intergranulært sprøbrudd eller kvasikløvning [17].

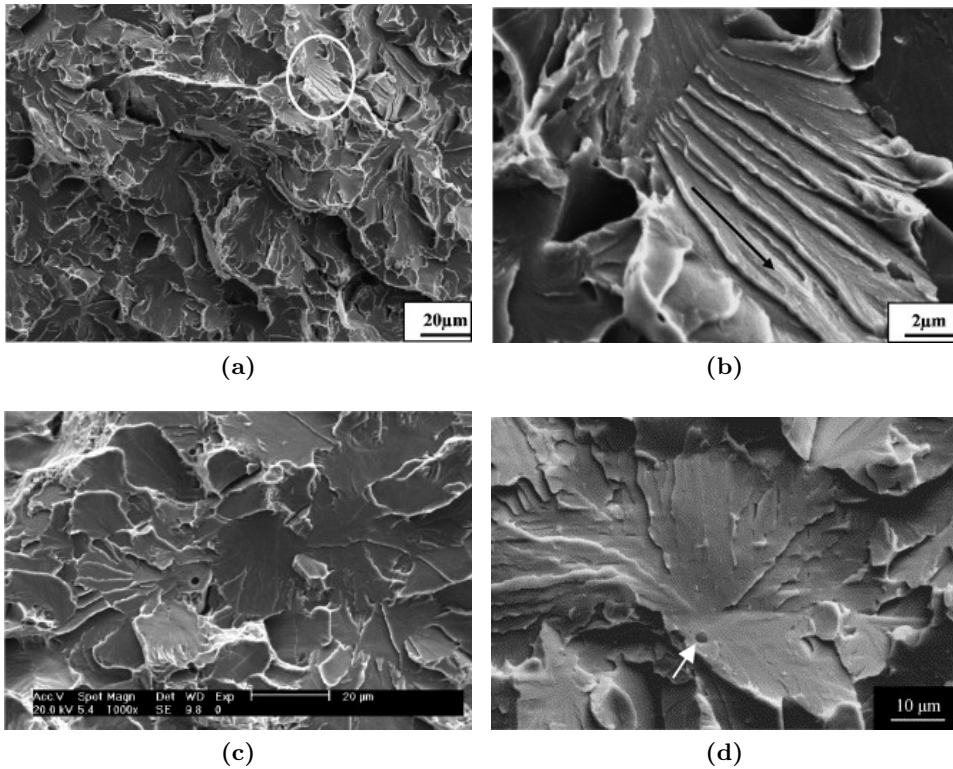
Kløvning er forbundet med deling langs krystallografiske plan, hvilket fører til at bruddflaten er veldig flat [16]. Det er et transgranulært, lavenergi-brudd som hovedsakelig skjer ved splitting av atombånd [18]. De foretrukne kløvningsplanene er de med lavest pakningstetthet ettersom færre bånd må brytes og avstanden mellom planene er større [19]. I materialer med BCC-struktur skjer kløvning på $\{100\}$ -plan, men kan også oppstå på $\{110\}$ -plan [20].

Kløvning oppstår både i materialer som viser ingen eller liten kapasitet til plastisk deformasjon og i materialer som viser signifikant plastisk deformasjon. Fokuset har som oftest vært på overgangen fra duktil til sprø tilstand i stål ettersom det teknologisk sett har stor betydning [18]. Kløvning oppstår typisk i metaller med BCC- eller HCP-struktur, men kan under visse omstendigheter også oppstå i metaller med FCC-struktur [21].

Ettersom kløvning skjer langs veldefinerte krystallografiske plan innen hvert korn, vil det endre retning når det krysser korn- eller subkorn grenser [18]. Fasettene er generelt sett på størrelse med ferrittkornene i ferritt/perlitt-stål. Vanligvis har fasettene såkalt elvemønster, hvilket dannes når sprekkene vokser langs flere parallelle plan i krystallen. Retningen på elvemønsteret er sprekkens forplantningsretning [15]. Eksempler på kløvning er vist i Fig. 2.3.1.

2.3.2 Kvasikløvning

I tillegg til kløvningsbrudd og bruddflater med dimpler er det vanlig å observere kvasikløvningsbrudd [15]. Kvasikløvning er imidlertid ikke like kjent og



Figur 2.3.1: Kløvning i (a-c) bråkjølt CrMo-stål og (d) Charpytestet lavlegert stål ved $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$. (b) viser det markerte området i (a) med tydelig elvemønster, (d) viser bruddinitiering på en MnS-inneslutning markert med en pil på kløvningsfasetten [22] [23] [24].

definisjonen er blitt endret etterhvert som fenomenet er blitt mer utforsket. Av denne grunn blir det her sett nærmere på denne bruddtypen.

Kvasikløvning er mest vanlig å observere i bråkjølt og anløpt stål (quenched and tempered - QT-stål), men kan også forekomme i andre ståltyper [15] [25]. Brudd i martensitt i stål skjer ved kvasikløvning [16]. Kvasikløvning er også den typiske bruddforplantningen som fører til brudd i lavkarbonstål [20]. I visse materialer fører også hydrogensprøhet til kvasikløvningsbrudd [26]. Det er imidlertid blitt observert at dette gir en lignende, men grovere bruddflate med mer topografi enn uten hydrogensprøhet [27].

Kvasikløvningsbrudd er beslektet med kløvningsbrudd, men er allikevel forskjellig [15]. Bruddforplantningen ligner på kløvning ettersom det er sprøtt og skjer transgranulært [20]. Men bruddflatefasettene samsvarer ofte i størrelse til tidligere austenittkorn [15]. Selve betegnelsen "kvasikløvning" ble introdusert for kløvningsaktige kjennetegn som ble observert på transgranulære fasetter i QT-stål som var blitt brukket ved lavere temperaturer enn deres omslagstemperatur. Betegnelsen virket passende ettersom alle kjennetegnene for kløvning var tilstede bortsett fra to; bruddets krystallografiske orienteringer var ikke blitt bevist og fasettene så ikke like flate og sprø ut som kløvning i stål. Det er imidlertid senere blitt bevist at kvasikløvning også kan følge "ekte" kløvningsplan i QT-stål [28]. Ved materialtesting ved tilstander som fremmer sprøhet kan kvasikløvning oppstå i metaller som det ikke er blitt bevist har aktive kløvningsplan [29].

Kvasikløvning er vanskeligere å identifisere enn kløvning i lavkarbonstål med ferritt og perlitt [21]. Kvasikløvning er en blandet bruddmekanisme som innebærer både dimpeldannelse og kløvning [29]. Det oppstår når spenninger over et kritisk nivå omringer et kritisk areal foran sprekkspissen [30]. Transgranulær kvasikløvningsbrudd skjer i duktile materialer under forhold som favoriserer sprøbrudd. Det oppstår ved moderate tøyningshastigheter og lave temperaturer i stål med høy styrke [26]. Kvasikløvning innebærer hyppig dannelse av mikrosprekker og forening av disse, hvilket stanses av misorienterte stavpakker eller tidligere austenittkorn grenser [30]. Tilstander som hindrer plastisk deformasjon fremmer kvasikløvning, for eksempel triaksial spenningstilstand, materialsprøhet eller når et stål utsettes for høye spenninger i omslagsområdet mellom duktil og sprø tilstand [25].

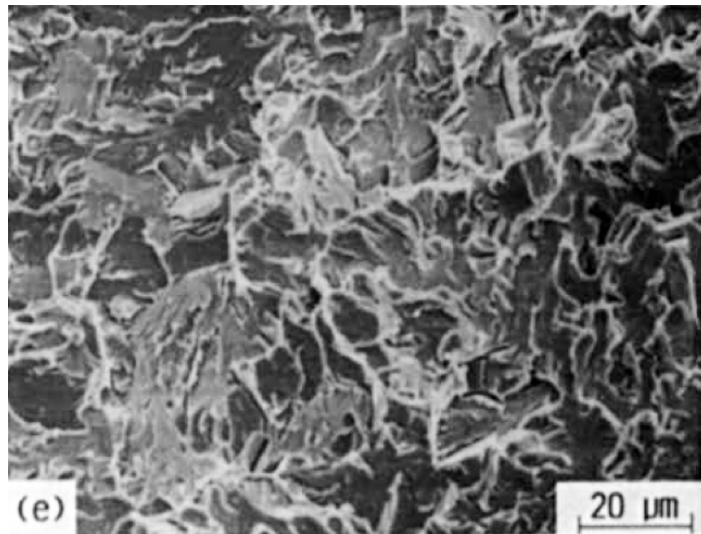
Kjennetegnene ved kvasikløvningsbrudd er vanligvis mindre tydelige enn ved kløvning [16]. Kløvning er vanligvis karakterisert ved tilstedeværelsen av elvemønstre. Elvemønstre alene er ikke nok til å fastslå forekomsten av ”ren” kløvning dersom det har vært noe lokal plastisitet før bruddet. De to bruddflatene vil da ikke motsvare hverandre. Dette fører til kvasikløvning [31]. De fleste bruddflater etter kløvningsbrudd fremstår granulære eller skinnende ved lave forstørrelser og kløvningsstegnene blir tydelige ved høyere forstørrelser. Derimot vil et kvasikløvningsbrudd ha radielle merker og chevronmerker ved små forstørrelser og kvasikløvningsstegene observeres ved høyere forstørrelser [20]. Bruddet er karakterisert av enslige eller små bunter av kløvningsfasetter i ett plan som er separert av avrivningskanter fra andre enslige eller små bunter av fasetter i det samme planet [30]. Fasettene beskrives som rosettaktige og konkave eller ”fjærlignende” [26] [27]. Et eksempel på kvasikløvning er vist i Fig. 2.3.2. I utkanten av fasettene har kvasikløvningsbrudd ofte dimpler og avrivningskanter [15]. Kløvningsstegene i kvasikløvning ser ut til å gå direkte over i avrivningskantene til de nærliggende dimpelområdene [29].

Kvasikløvningsfasetter i QT-stål viser vanligvis elvemønstre og tunger likt det som observeres i ekte kløvning, men i motsetning til ekte kløvning er bruddopprikkelsen innen fasettgrensene [32]. Dette skjer vanligvis på utfelte karbidpartikler [29]. I tillegg har ofte disse fasettene avrivningskanter blandet med elvemønstret og tunger. Disse sistnevnte egenskapene er ikke observert i ekte kløvning og brukes til å skille mellom de to bruddflateklassene [32].

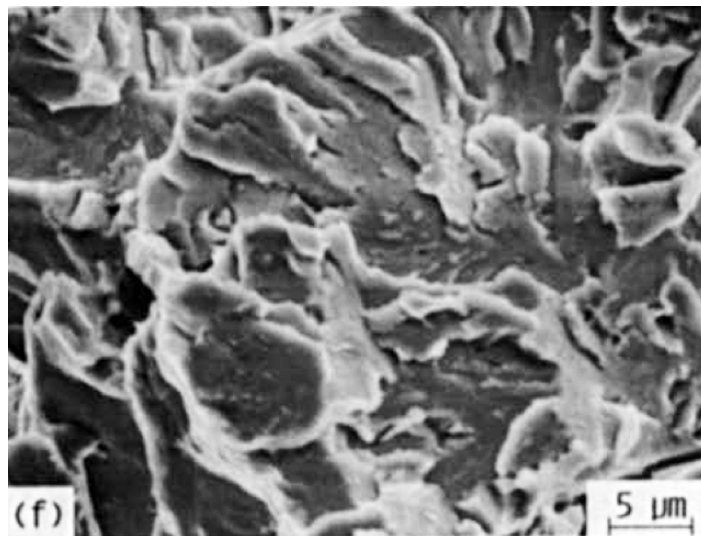
2.3.3 CTOD-testing

Det finnes mange typer mekaniske tester for å bestemme ulike material-egenskaper. Blant de vanligste er strekkprøving, bøyepøving, skårslagprøving, torsjonsprøving, kompresjonsprøving og hardhetsmåling. Samtlige av de nevnte, bortsett fra hardhetsmåling og kompresjonsprøving, fører til brudd på prøva. Disse bruddflatene er dermed mulig å undersøke i forhold til type brudd og hvor seigt materialet er.

Åpningen ved sprekkespissen kalles Crack Tip Opening Displacement, CTOD. Det er to måter å definere CTOD på, begge er vist i Fig. 2.3.3. CTOD kan



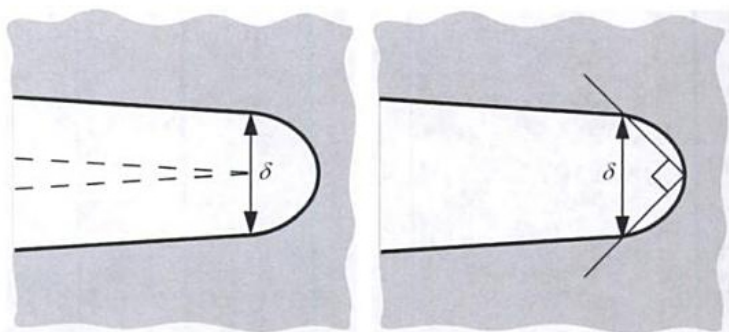
(a)



(b)

Figur 2.3.2: Kvasikløvning på bruddflaten av et Charpytestet A533B-stål, brukket ved $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$. Bildene er av samme område, men ved ulik forstørrelse [27].

defineres som økning av sprekåpningen ved opprinnelig sprekke-spiss, hvilket er skjematiskert til venstre, eller forskyvning i skjæringspunktet mellom 90° buetopp og sprekksidene, hvilket er vist til høyre [19]. En lav CTOD-verdi betyr at materialet har lav seighet.



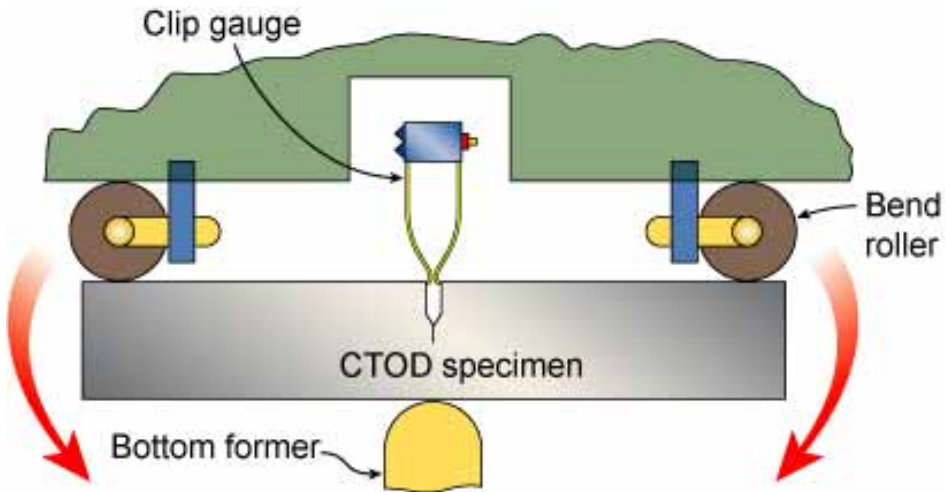
Figur 2.3.3: De to definisjonene av CTOD, der CTOD kalles δ [19].

Crack Mouth Opening Displacement (CMOD) er økning av sprekåpningen målt på prøveoverflaten. Ettersom det er vanskelig å måle CTOD eksperimentelt sett, måles i stedet CMOD og omregnes til CTOD. Et typisk oppsett for CTOD-testing er vist i Fig. 2.3.4. Klemmen, på figuren kalt clip gauge, måler CMOD. Etter brudd blir den reelle dybden av sprekken målt, altså det gnisteroderte skåret og utmattingssprekken før bøyning. Fra denne dybden og CMOD kan CTOD beregnes.

I løpet av CTOD-testingen måles lasten som påføres prøva. Når bruddet inntreffer skjer det et tydelig lastfall. I det punktet der det er maksimal last i prøva og bruddet inntreffer, måles CTOD-verdien.

2.4 Tidligere arbeid

Denne masteroppgava bygger delvis videre på tidligere arbeid i prosjekt-oppgava utført av forfatteren [2]. I prosjekt-oppgava ble det sett på initieringsmekanismer for sprøbrudd i et sveisesimulert 420 MPa HSLA-stål fra



Figur 2.3.4: Typisk oppsett for CTOD-testing [33].

Nippon Steel. Bruddflatene til åtte sveisesimulerte prøver ble studert i SEM etter bruddmekanisk trepunktsbøying med utmattingskjerv. Syv av prøvene hadde simulert ICCG HAZ og én hadde simulert CG HAZ. Maksimaltemperaturene var $T_{p1} = 1350\text{ °C}$ og $T_{p2} = 780\text{ °C}$ med avkjølingstider $\Delta\tau_{8/5} = 15\text{ s}$ og $\Delta\tau_{6/4} = 17\text{ s}$. De tosykel sveisesimulerte prøvene ble så trepunktsbøyd ved -60 , -30 og 0 °C og den ensykel sveisesimulerte prøva ved -60 °C .

2.4.1 Mulig MA-fase i initieringspunkt

På bruddflatene til seks av prøvene med simulert ICCG HAZ, to fra hver bøyetemperatur, ble alle mulige initieringspunkt langs og foran sprekspissen kartlagt. Den mest interessante observasjonen var forhøyninger og groper på noen få mikrometer i og ved initieringspunkt ved alle bøyetemperaturene. En av prøvene med bøyetemperatur på 0 °C hadde den største og flateste forhøyningen. Fasetten med gropa er vist i Fig. 2.4.1 og forhøyningen og gropa er vist i Fig. 2.4.2. Den kvalitative kjemiske sammensetningen til denne forhøyningen og matriks rundt ble sammenlignet ved bruk av energidispersiv spektroskopi (EDS), og dette ga tilnærmet likt resultat. Dette indikerte at forhøyningen ikke var en intermetallisk partikkel eller

inneslutning. En MA-fase vil ikke ha annen kjemisk sammensetning enn matriks bortsett fra noe høyere karboninnhold. Dersom det er en MA-fase viser disse tidligere resultatene at dekohering av MA-faser fra matriksen er en mekanisme for bruddinitiering som oppstår i dette stålet etter sveising.

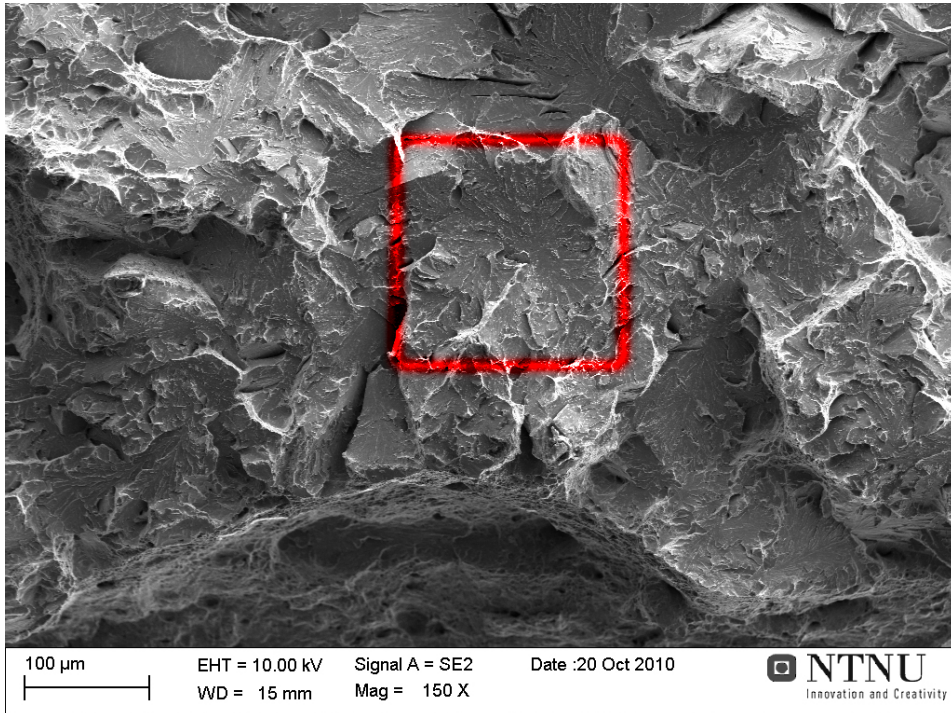
2.4.2 Ensykel sveisesimulert prøve med høy CTOD-verdi

Bruddflata til prøva med simulert CG HAZ ble også observert i SEM. Denne var annerledes enn de andre prøvene ettersom den hadde mer dimpler, hullrom og deformerte sekundærsprekkåpninger. Imidlertid hadde denne prøva nesten dobbelt så høy CTOD-verdi som den høyeste CTOD-verdien til de studerte tosykel sveisesimulerte prøvene, og det var derfor vanskelig å sammenligne dem.

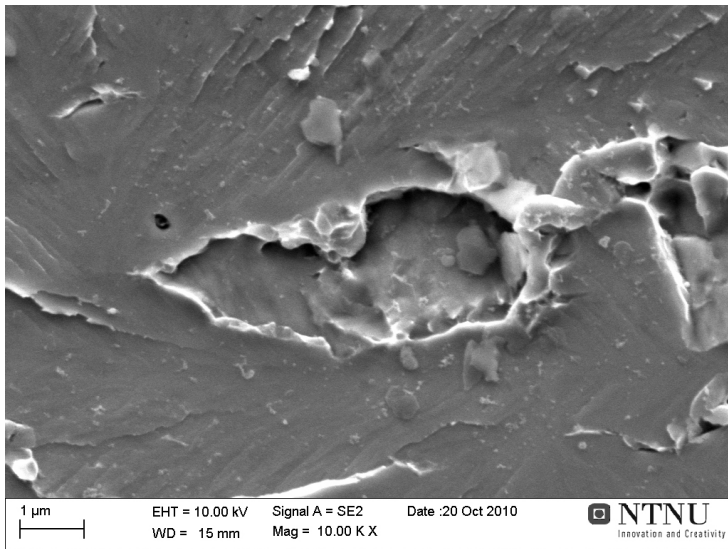
2.4.3 Etsing av bruddflate

Den siste prøva med simulert ICCG HAZ ble brukt til å teste muligheten for å studere mikrostrukturen i initieringspunkt i SEM etter etsing. Bruddflata ble derfor først studert i SEM mens den enda var uetsa og deretter på nytt etter etsing med 2 % nital. For å være sikker på god nok etsing ble dette gjort i to omganger og bruddflata studert i SEM etter hver runde.

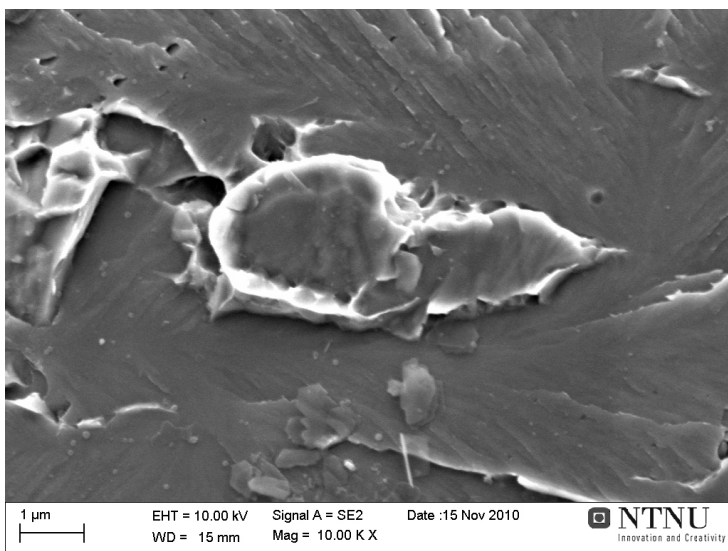
På denne prøva var det imidlertid ikke observert en forhøyning på samme måte som nevnt over. Det ble derimot observert et initieringspunkt på grensa mellom to bainittpakker med ulik orientering, som vist i Fig. 2.4.3. Det er mulig å se orienteringen til områdene på hver side av initieringspunktet på grunn av de avlange, lyse fasene som trer fram. Området til høyre er tydeligst, der fasene ligger på skrå opp mot venstre. Området til venstre for initieringspunktet har faser som ligger på skrå opp mot høyre, omtrent 90° i forhold til fasene på høyre side. Dette viste at overgangen mellom to ulike mikrostrukturelle orienteringer kan spille en viktig rolle ved bruddinitiering.



Figur 2.4.1: *Fasett med grop ved initieringspunktet innrammet i rødt, fra midt på prøva [2].*

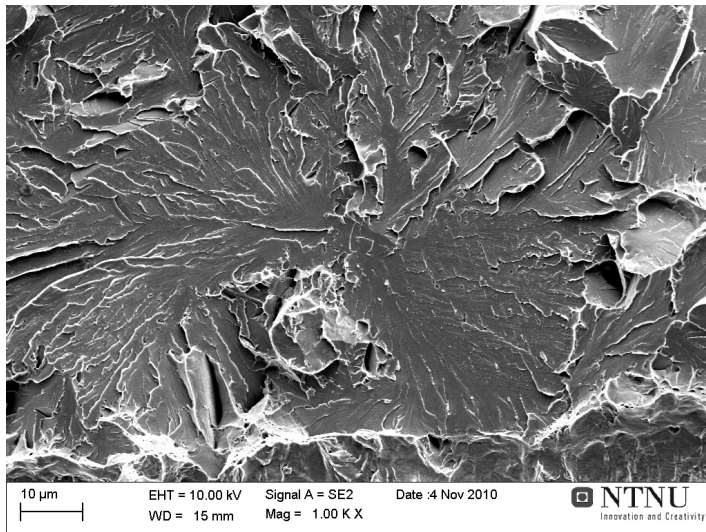


(a)

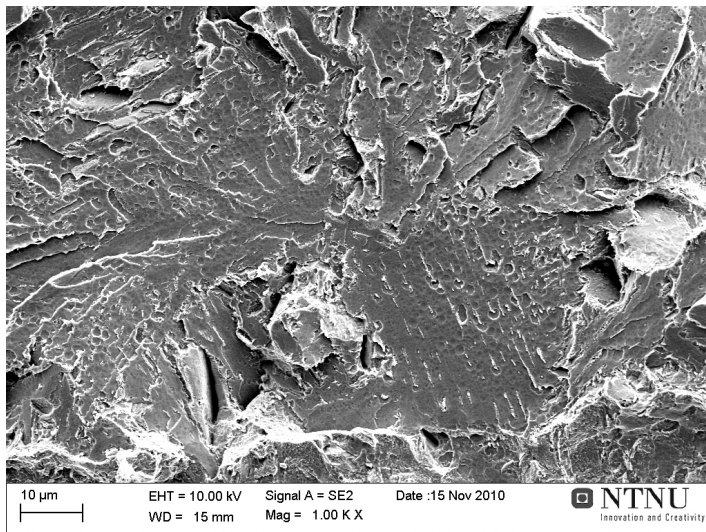


(b)

Figur 2.4.2: (a) Grop i fasetten i Fig. 2.4.1 og (b) forhøyning på motstående bruddflate [2].



(a)



(b)

Figur 2.4.3: Et av de mulige initieringspunktene på den etsa tosykel sveisesimulerte prøva (a) før ets og (b) etter siste runde ets. Selve initieringspunktet er i senter av bildene [2].

Kapittel 3

Eksperimentelt

Grunnmaterialet i denne oppgava er et 420 MPa platestål fra Nippon Steel. Sammensetningen er vist i Tab. 3.0.1.

Tabell 3.0.1: *Kjemisk sammensetning av grunnmaterialet [34]. Legerings-element er her forkortet til leg.el.*

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

3.1 Sveisesimulering

I ekte sveiser er for eksempel ICCG HAZ så smal at det er vanskelig å preparere prøver. Det ble derfor sveisesimulert prøver for å oppnå den tilsvarende mikrostrukturen over et større område. Denne fremgangsmåten er praktisk og reproducerbar.

SINTEF Materialer og Kjemi utførte sveisesimulering og materialtesting av de undersøkte prøvene. Alle prøvene målte 11x11x100 [mm³] og ble sveisesimulert ved bruk av en Smitweld TCS modell 1405. Målet med simuleringene var å oppnå mikrostrukturen til ett område i den varmepåvirkede

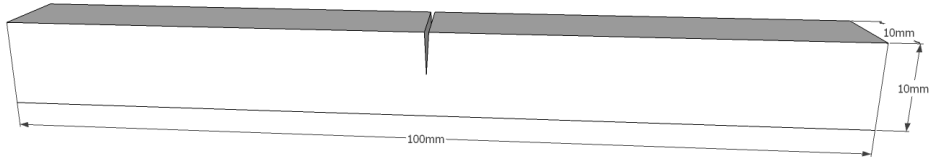
sonen; CG HAZ. Maksimaltemperaturen ble satt til $T_p = 1350$ °C. Høsten 2010 ble 60 prøver simulert som ensykelsveis med avkjølingstid $\Delta\tau_{8/5} = 15$ sekunder (s). For å teste rendyrkede mikrostrukturer i disse prøvene ble det våren 2011 først simulert tre prøver som ensykelsveis med tre ulike avkjølingstider; $\Delta\tau_{8/5} = 20$ s, $\Delta\tau_{8/5} = 25$ s og $\Delta\tau_{8/5} = 30$ s. Etter undersøkelser av mikrostrukturene ble det bestemt at videre tester skulle gjøres på prøver med avkjølingstid $\Delta\tau_{8/5} = 22,5$ s. Denne avkjølingstiden ga riktig bainittstruktur. Det ble deretter simulert tre prøver med sistnevnte avkjølingstid, i tillegg til 10 prøver med avkjølingstid $\Delta\tau_{8/5} = 5$ s for å oppnå martensittstruktur.

To prøver med simulert tosykelsveis ble undersøkt i løpet av forfatterens prosjektarbeid. Disse var sveisesimulert av SINTEF Materialer og Kjemi for å oppnå ICCG HAZ. Maksimaltemperaturene til første og andre sykel var $T_{p1} = 1350$ °C og $T_{p2} = 780$ °C med avkjølingstid henholdsvis $\Delta\tau_{8/5} = 15$ s og $\Delta\tau_{6/4} = 17$ s [2].

Prøvene ble forvarmet ved 50 °C, og det ble kjørt prøvesimuleringer for å bestemme operasjonsparameterne.

3.2 Trepunktsbøying

Etter sveisesimulering ble prøvene maskinert av SINTEF Materialer og Kjemi til $10 \times 10 \times 100$ [mm³]. Det ble laget et dypt gnisterodert skår og deretter ble prøvene utmattet. Geometrien av skåret var slik at forholdet mellom lengden av skåret og utmattingskjerven, a , og prøvas bredde, W , ble 0,5, som vist i Fig. 3.2.1. Det ble deretter utført bruddmekanisk trepunktsbøying av alle prøvene bortsett fra de tre prøvene med avkjølingstidene 20, 25 og 30 s. CTOD-verdien ble målt på samtlige prøver ved bøying. Av de 60 prøvene med avkjølingstid $\Delta\tau_{8/5} = 15$ s ble 10 stykker bøyd ved -60 °C. De ensykel sveisesimulerte prøvene med avkjølingstid $\Delta\tau_{8/5} = 5$ s og $\Delta\tau_{8/5} = 22,5$ s ble også bøyd ved -60 °C. Prøvene som ble valgt til undersøkelser var de med henholdsvis lavest og høyest CTOD-verdi for hver av de tre avkjølingstidene. Den ene tosykel sveisesimulerte prøva ble bøyd ved -60 °C, mens den andre ble bøyd ved 0 °C. Tab. 3.2.1 viser en oversikt over alle prøvene.



Figur 3.2.1: *Prøvegeometrien.*

Tabell 3.2.1: *Oversikt over alle prøvene.*

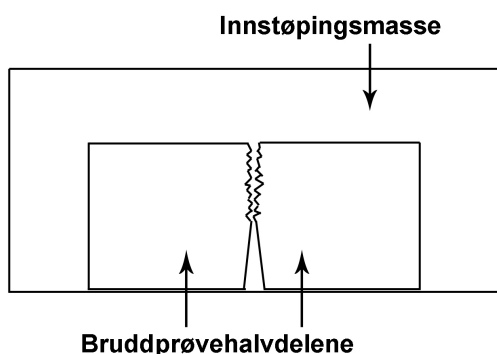
<i>Totalt antall prøver</i> [-]	<i>Antall prøver undersøkt</i> [-]	T_{p1} [°C]	T_{p2} [°C]	$\Delta\tau_{8/5}$ [s]	$\Delta\tau_{6/4}$ [s]	<i>Bøye-temperatur</i> [°C]
10	1	1350	780	15	17	-60
10	1	1350	780	15	17	0
10	2	1350	-	5	-	-60
10	2	1350	-	15	-	-60
1	1	1350	-	20	-	-
3	2	1350	-	22,5	-	-60
1	1	1350	-	25	-	-
1	1	1350	-	30	-	-

3.3 Prøvepreparering

Det ble valgt ut fire ensykel sveisesimulerte hovedprøver til undersøkelse; to med avkjølingstid lik 5 s og to med avkjølingstid lik 22,5 s. De to prøvene ved hver avkjølingstid hadde henholdsvis lavest og høyest CTOD-verdi. For hver av disse fire prøvene ble den ene halvdelen brukt til å studere bruddflata, mens den andre ble brukt til å studere mikrostrukturen like ved bruddet.

3.3.1 Undersøkelse av mikrostruktur

Endene av de tre sveisesimulerte prøvene med avkjølingstid lik 20 s, 25 s og 30 s ble kuttet av ved bruk av en Discotom slik at de ble mer håndterbare. De to ensykel sveisesimulerte bruddprøvene med avkjølingstid lik 15 s ble støpt inn i Struers Epofix epoksy. Bruddflatene til hver prøve ble støpt mot hverandre med gnisterodert kant for måling av CTOD plassert nedover, som skjematisert i Fig. 3.3.1. Denne plasseringen ble gjort for å kunne observere begge sider av bruddet etter et gitt slipe- og poleringsteg ned i sprekken. Innstøpingen ble gjort under vakuum for å hindre luftbobler mellom bruddflatene.



Figur 3.3.1: Innstøping av prøvene med avkjølingstid lik 15 s sett fra sida. Prøvene ble preparert på nedsida.

En halvdel av hver av de fire hovedprøvene nevnt i avsnitt 3.3 ble preparert på sida tilsvarende den lyse sida i Fig. 3.2.1. Prøvene ble manuelt preparert med følgende steg:

- Våtsliping med Struers SiC-papir av økende finhetsgrad; 80 til 2400 mesh
- Polering med Struers DAC poleringsduk med 3 μm partikler
- Polering med Struers NAP poleringsduk med 1 μm partikler

Etter polering ble prøvene etsa for å få fram mikrostrukturen. Det ble brukt 2 % nital som fremhever ferrittkornrensene og gir martensitten en brunlig

farge. Ettersom ferritt etses kraftigere enn martensitt og karbider, oppstår det høydeforskjeller mellom de ulike fasene. Mikrostrukturen kan dermed observeres med sekundærelektronavbildning i SEM. Martensitt, karbider og ferrittkorngrensener fremstår da som lys grålige. Etter etsen ble prøvene skylt i vann og etanol og deretter tørket.

De to innstøpte bruddprøvene med avkjølingstid lik 15 s ble først slipt ned ved bruk av våtsliping med Struers SiC-papir med 80 mesh i en Struers TegroForce til begynnelsen av utmattingsprekken. Deretter ble de pusset, polert og etsa på samme måte som nevnt over for å avbilde mikrostrukturen. Deretter ble de slipt videre ned med 80 mesh til starten av bruddet. Her ble de igjen pusset, polert og etsa, og langs hele bruddkanten ble mikrostrukturen avbildet i lysmikroskop. På grunn av prepareringsutfordringer ble det første nivået for avbildning ikke i begynnelsen av bruddet, men litt lengre inn i bruddet. Tab. 3.3.1 viser dybden inn i sprøbruddet til de ulike nivåene, med andre ord hvor langt inn i prøvene fra utmattingsprekkspissen prepareringen ble gjort. Det var kun tre av de fire halvdelene som reagerte på etsen ved dette første slipesteget. De neste to slipestegetene ble gjort ved å pusse fra og med 500 mesh og videre på samme måte som nevnt over for å oppnå et slipesteget på 0,3–0,4 mm. For å lettere kontrollere at pussinga ble likt utført på begge prøvene ble det brukt en Struers RotoForce-4, mens poleringa ble utført manuelt. Ved de to andre slipestegetene var det kun den ene halvdelene av hver prøve som reagerte på etsen.

Tabell 3.3.1: Dybden de tre nivåene har i sprøbruddet fra utmattingsprekken [mm].

Nivå	Dybde i sprøbruddet [mm]	
	Prøve 15A	Prøve 15C
1	0,56	0,42
2	0,86	0,72
3	1,26	1,12

3.3.2 Bruddflater

For å se på bruddflatene i SEM ble prøvene rensset med ultralyd i acetonbad og deretter i etanolbad. Bruddprøvene ble så raskt studert i et stereoskop av typen Wild Photomakroskop M400 der det var mulig å observere noen større urenheter. Av erfaring fra tidligere arbeid [2] ble prøvene derfor holdt i acetonbadet i 30 minutter etterfulgt av seks minutter i etanolbadet.

Etter ultralydbad ble prøvene skylt i etanol og plassert i et Memmert varmeskap ved 74 °C for å fjerne all fuktighet. Til sist ble plasmarens utført i en modell 1020 plasmarens fra Fischione Instruments. Ved plasmarens holdes prøva i vakuum og blir beskyttet av en gassblanding med 75 % argon og 25 % oksygen. Dette fjerner eventuelle hydrokarboner fra prøva og minker mørke skyggeområder på bruddfasettene.

Etter undersøkelse i SEM ble bruddprøvene også etsa i 2 % nital. Fremgangsmåten for nitalets er enkel og ettersom bruddflatene var ferskere enn i prosjektoppgava ble det antatt at etsen ville ta jevnere [2]. Det ble vurdert å forsøke ulike etseteknikker, men det ble nedprioritert i forhold til å bruke tiden på undersøkelse av prøvene. For å unngå overetsing, ble etsinga gjort i flere omganger. Bruddprøvene ble først holdt 10 s i etsen og så skylt i etanol. Dette var samme tid som de polerte prøvene brukte på å ta etsen. Deretter ble de lagt et minutt i etanolbad med ultralyd og igjen skylt i etanol før de ble tørket. Etanolbadet ble benyttet for å fjerne eventuell gjenværende ets fra bruddflata. Etterpå ble prøvene plassert i varmeskapet for å fjerne eventuell fuktighet i sprekker. Etter etsing ble det utført plasmarens av prøvene på samme måte som etter rensing. Bruddprøvene ble raskt observert i SEM for å se hvor mye etsa de var. Det ble deretter gjort ny etsing og rens etter samme fremgangsmåte som nevnt over. De to prøvene med avkjølingstid lik 5 s ble først etsa 10 s, deretter 8 s og til sist 5 s. Prøva med lavest CTOD-verdi og avkjølingstid lik 22,5 s ble i tillegg til 10 s, 8 s, og 5 s også etsa 4 s til. Prøva med høyest CTOD-verdi og avkjølingstid lik 22,5 s ble først etsa 15 s og så 10 s.

3.3.3 Mulig MA-fase

I prosjektoppgava til forfatteren ble det observert en mulig MA-fase på noen mikrometer i et initieringspunkt [2]. Før undersøkelse i mikrosonde ble det ikke gjort noen nye prepareringer ettersom prøva ble rensert i høst som nevnt over i avsnitt 3.3.2. Etterpå ble forhøyningen kuttet ut av prøva ved bruk av FIB utført av Tor Arild Nilsen ved Institutt for materialteknologi på NTNU. Desverre ble prepareringen mislykket fordi forhøyningen forsvant i FIB-instrumentet da den skulle festes på en holder til TEM.

For å finne en annen kandidat til FIB og deretter TEM for å undersøke mikrostrukturen til en mulig MA-fase ble det sett mot andre bruddprøver fra prosjektoppgava. De tre prøvene som ikke ble undersøkt i løpet av prosjektoppgava ble undersøkt i SEM etter andre tydelige forhøyninger i initieringspunkt. Tydelige forhøyninger ble desverre ikke funnet på disse prøvene. Fra de tidligere undersøkte prøvene i prosjektoppgava ble en annen forhøyning i et initieringspunkt utvalgt til et nytt forsøk med FIB og TEM. Denne forhøyningen var derimot betydelig mindre enn den første og det var ikke blitt gjort kjemisk analyse av den.

3.4 Lysmikroskop

Lysmikroskopene som ble brukt var av typene Leica Reichert MeF4M og Zeiss Axiovert 25 med kameraer av typen ProgRes C10.

Ved hvert slipe­steg av prøvene med simulert ensykelsveis med avkjølingstid $\Delta\tau_{8/5} = 15$ s ble hele bruddkanten på hver etsa halvdel avbildet vertikalt ved 50X forstørrelse. Andel bainitt og martensitt langs bruddkanten ble estimert ved å feste et transparent ruteark foran dataskjermen. Størrelsen på rutene tilsvarte $15,2 \mu\text{m}$ på prøvene. På hver horisontale linje ble det ikke sett på det ytterste krysningspunktet på rutearket mot bruddkanten, men mikrostrukturen i de tre neste punktene ble kategorisert som bainitt eller martensitt. Acikulær ferritt ble vurdert som bainittandel, mens det som var brunfarget ble vurdert som martensitt. Det samme rutenettet ble brukt i de to første nivåene. Ettersom estimeringen var veldig detaljert og tidkrevende, ble det brukt et grovere rutenett i det siste nivået. Et område ble vurdert

med både fint og grovere rutenett og det viste minimal forskjell. For å holde estimeringene like nær bruddkanten som ved de første to nivåene ble det ikke laget et nytt rutenett med dobbel så stor avstand mellom målepunktene. Istedet ble annenhver linje, både horisontalt og vertikalt, markert på rutenettet som ble brukt til de første to nivåene. Målingene ble så gjort på annenhver linje av det opprinnelige rutenettet, ikke ved det ytterste punktet mot bruddkanten, men det neste og tredje neste. Ettersom bildene ved siste nivå ble tatt på et annet lysmikroskop, var ikke bildestørrelsen den samme. Dette førte til at avstanden mellom to målepunkt på det gamle rutenettet tilsvarte $12,5 \mu\text{m}$ på prøva. Det nærmeste målepunktet til bruddkanten var dermed maksimalt $30,4 \mu\text{m}$ fra kanten ved de første to nivåene og $25 \mu\text{m}$ ved det siste nivået. Alle målingene i de to første nivåene ble gjort maksimalt $15,2 \mu\text{m}$ fra hverandre i vertikal retning og maksimalt $25 \mu\text{m}$ fra hverandre i det siste nivået.

3.5 Hardhetsmåling

Det ble utført hardhetsmålinger ved bruk av en hardhetsmåler av typen Matsuzawa DVK-1S på mikrostrukturprøvene for å lage gjenkjennelige merker for avbildning av det samme området i lysmikroskop og SEM. Ettersom målingene ble gjort først og fremst for å lage merker for avbildning, ble det kun gjort to på hver prøve. Målingene ble tatt omtrent $0,5 \text{ mm}$ fra bruddkanten; en ved slutten av skåret og en ved bruddet. De to punktene var $2\text{-}2,5 \text{ mm}$ fra hverandre. Inntrykkene ble gjort med belastningstid på 15 s , belastningshastigheten var $100 \mu\text{m/s}$ og vekten som ble påført var 1 kg .

3.6 Skanning-elektronmikroskop (SEM)

Alle mulige initieringspunkt like foran sprekspissen ble kartlagt. Hver prøve ble undersøkt fra den ene kanten til den andre; fra sprekspissen og omtrent $400 \mu\text{m}$ innover i sprøbruddet fra denne. Avhengig av hvordan elvemønsteret gikk og hvorvidt CTOD-verdien var høy, ble det også undersøkt lengre inn i bruddflaten. Skanning-elektronmikroskopet som ble brukt var et Zeiss Gemini Supra 55VP LVFESEM. Undersøkelsene ble gjort med

3.7. MIKROSONDE (ELECTRON PROBE MICRO ANALYZER - EPMA)33

sekundærelektronavbildning med 10 kV akselerasjonsspenning, aperturdiameter på 30 μm og 20 mm arbeidsavstand. Til sekundærelektronavbildning for å danne 3D-bilder ble det brukt 20 kV akselerasjonsspenning, 24 mm arbeidsavstand og 30 μm aperturdiameter. Dataprogrammet MeX ble brukt til å lage 3D-bilder av bildene som ble tatt i SEM ved +4 og -4 grader vipning av prøva. I tillegg ble det utført EDS ved 20 kV akselerasjonsspenning, 10 mm arbeidsavstand og 30 μm aperturdiameter.

Mulige initieringspunkt på prøva med avkjølingstid lik 15 s og lav CTOD-verdi ble avbildet ved 200X, 500X, 1000X, 2000X og eventuelt 5000X, hvilket er det samme som ble gjort i høst med den andre prøva med lik avkjølingstid. På prøvene med avkjølingstid lik 5 s og 22,5 s ble de mulige initieringspunktene avbildet ved 200X, 500X, 800X, 1000X, 2000X, 5000X og eventuelt 10000X forstørrelse i etsa tilstand og ved 1000X, 2000X, 5000X og eventuelt 10000X i etsa tilstand.

3.7 Mikrosonde (Electron Probe Micro Analyzer - EPMA)

Den mulige MA-fasen på prøven med simulert tosykelsveis ble undersøkt i mikrosonde i samarbeid med Morten Raanes ved Institutt for materialteknologi på NTNU. Mikrosonden som ble brukt var av typen JEOL JXA-8500F.

Det ble utført punktanalyser av den kjemiske sammensetningen på ulike punkt på forhøyningen og ulike punkt i matriksen rundt forhøyningen. Ved de første analysene ble karboninnholdet målt og resten ble regnet som jern. SiC ble brukt som standard for karbonmålingen. Resultatene ble dermed normaliserte og oppnådde en totalverdi på 100 %. Det ble da gjort målinger av fem punkt på forhøyningen og fem punkt i matriks.

De andre analysene ble gjort med prøvens sammensetning som referanse. Det ble da gjort en standardmåling og så lagt inn legeringsinnholdet til de seks største elementene til basematerialet. Dette ble videre brukt som standard for de neste analysene. Ettersom de normaliserte målingene i matriks ga tilnærma likt resultat, ble det kun målt i ett punkt i matriks ved de

standardiserte målingene. Dette ble gjort to ganger i to ulike punkt på forhøyningen og ett i matriks, der det andre gangen ble brukt en kjølefelle. Kjølefelle brukes for å hindre at karbonforurensninger i kammeret festes til prøveoverflaten ved at de i stedet kondenserer på kjølefellen. Akselerasjonsspenningen var 7 kV.

Morten Raanes utførte også en Monte Carlo-simulering av karbonets røntgen-signal i jern ved akselerasjonsspenning på 7 kV ved bruk av programmet Electron Flight Simulator.

3.8 Fokusert ionestråle (Focused Ion Beam - FIB)

Utkutting av mulige MA-faser ved bruk av FIB ble utført av Tor Arild Nilsen ved Institutt for materialteknologi på NTNU. Det ble brukt en FIB av typen FEI, FIB200.

I SEM sendes en fokusert stråle av elektroner på prøva, mens i FIB sendes ioner. Ionestrålen fjerner atomer fra overflaten og kan nøye kontrolleres slik at en partikkel kan kuttes ut. Fremgangsmåten for å kutte ut de to mulige MA-fasene var lik. Etter prøva var plassert inne i mikroskopet, hjalp forfatteren til å finne fram til forhøyningen ved bruk av bilder fra SEM. Ettersom strålen kontinuerlig fjerner atomer fra overflaten som observeres, ble forhøyningen beskyttet ved å belegge et rektangulært område rundt den med platina. Deretter kuttet mesteparten av sidene rundt det belagte området; på langsiden, den ene kortsida og på skrå under forhøyningen, slik at kun ett sted på sida holder forhøyningen fast i prøva. Så blir en nål ført inn i kammeret og forhøyningen loddes på denne. Videre blir det siste punktet kuttet og prøva senket slik at forhøyningen sitter igjen på nåla. Deretter føres en holder til TEM inn i kammeret og forhøyningen loddes på denne, og så kuttet nåla av. Til slutt må forhøyningen tynnes ut slik at det er mulig å observere den i TEM.

Det ble forsøkt å kutte ut forhøyningen som er vist i Fig. 2.4.2b fra ei prøve med ICCG HAZ som ble brukket ved $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$. Prepareringen ble ikke vellykket ettersom forhøyningen ble mista da den skulle festes til holderen til TEM. Deretter ble det forsøkt å kutte ut en annen, mindre forhøyning fra et initieringspunkt fra ei prøve med ICCG HAZ som ble bøydd ved $0\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Desverre ble ikke prepareringen ferdig i løpet av arbeidet med denne masteroppgava. Det ble dermed ikke mulig å gjennomføre TEM-undersøkelse og det blir derfor ikke sett videre på disse forsøkene her.

Kapittel 4

Resultater

4.1 Undersøkelse av mikrostruktur

Mikrostrukturen til prøvene med avkjølingstid $\Delta\tau_{8/5} = 15$ s fra 1350 °C er vist i Fig. 4.1.1. Strukturen er en blanding av martensitt, bainitt og noe acikulær ferritt. Acikulær ferritt kan sees på som en type bainitt ettersom den også består av ferrittplater og karbider, men som kimdannes på partikler inne i tidligere austenittkorn. Strukturen ble delt i to hovedstrukturer; martensitt og bainitt, der bainittstrukturen inneholder bainitt og noe acikulær ferritt. Det var ønskelig å rendyrke prøver med de to ulike strukturene for å se hvordan de påvirker initieringen av sprøbrudd.

4.1.1 Rendyrking av bainitt- og martensittprøver

Avkjølingstiden $\Delta\tau_{8/5} = 5$ s er den raskeste avkjølingen som kan gjøres på den anvendte apparaturen og som blir brukt i Arctic Materials for å frembringe mest mulig martensitt i ei prøve. For å finne riktig avkjølingstid for bainittstrukturen ble det sveisesimulert tre prøver med ulik avkjølingstid; først $\Delta\tau_{8/5} = 30$ s og deretter $\Delta\tau_{8/5} = 25$ s og $\Delta\tau_{8/5} = 20$ s. Mikrostrukturen til disse er vist i Fig. 4.1.2 og 4.1.3. Ettersom det var bainittstrukturen i prøvene med avkjølingstid lik 15 s som skulle rendyrkes var det ønskelig å

oppnå den samme blandingen av lange plater bainittisk ferritt og kortere områder som acikulær ferritt som i dem. Avkjølingstiden på 30 s ga for mye acikulær ferritt, mens både 20 og 25 s ga bainitt med noe acikulær ferritt. Det ble dermed bestemt at bainittprøvene skulle sveisesimuleres med $\Delta\tau_{8/5} = 22,5$ s.

Prøvene blir kalt med navn gitt av avkjølingstiden og en bokstav for lavest (A), midlere (B) eller høyest (C) CTOD-verdi, som vist til venstre i Tab. 4.1.1. Prøvene med avkjølingstid lik 22,5 s kalles bare 22 og bokstaven for CTOD-verdi. For eksempel er prøva med lavest CTOD-verdi og avkjølingstid lik 22,5 s kalt 22A. Prøve 22B ble ikke undersøkt. CTOD-verdiene til de resterende åtte prøvene med avkjølingstid lik 5 s var relativt jevnt fordelt mellom verdiene til de to prøvene som ble undersøkt.

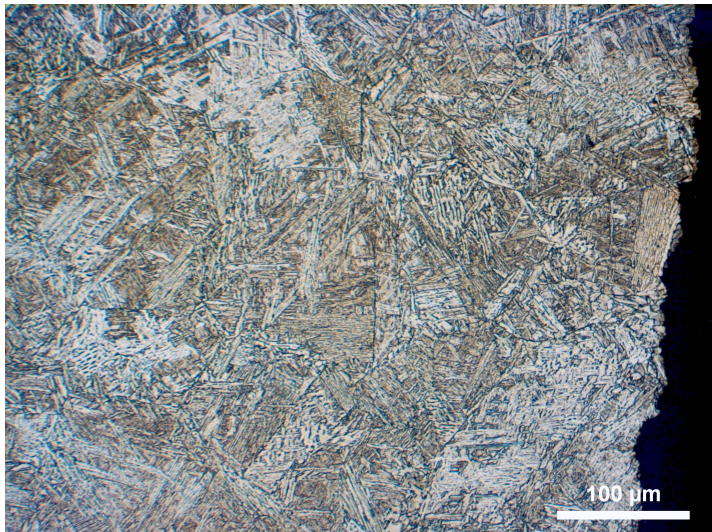
Tabell 4.1.1: *Sprekkspissåpning, CTOD [mm].*

	5 s	15 s	22,5 s
A	0,045	0,04	0,026
B			0,041
C	0,129	0,30	0,275

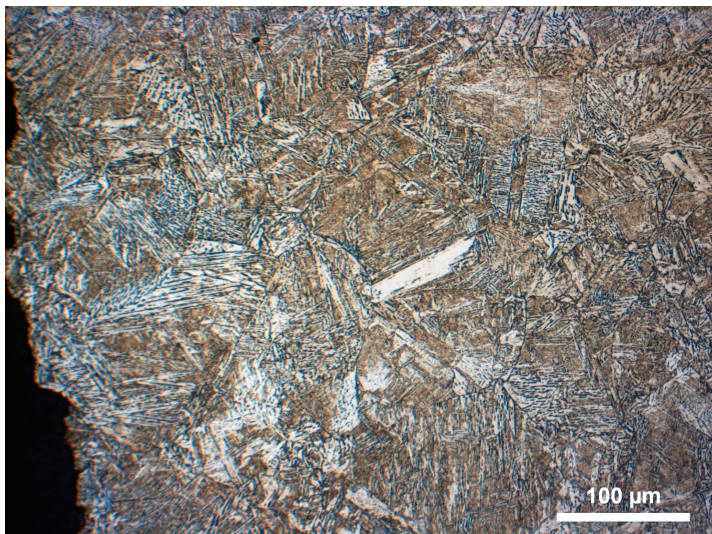
For å finne igjen til det samme området i både lysmikroskop og SEM ble det satt to hardhetsinntrykk på hver mikrostrukturprøve; en ved slutten av skåret og en ved bruddet. De avleste hardhetsverdiene, målt i Vickers hardhet (HV), er vist i Tab. 4.1.2. Gjennomsnittsverdiene for hardhetsmålingene i prøvene med 5 og 22,5 s avkjølingstid ble henholdsvis 288 og 228 HV.

Mikrostrukturen til prøvene 5A, 5C, 22A og 22C er vist i Fig. 4.1.4 og 4.1.5. Det kommer her tydelig frem at prøvene 5A og 5C ikke bare inneholder martensitt, men også store deler bainittstruktur. Prøvene 22A og 22C har begge to bainittstruktur bestående av bainitt med noe acikulær ferritt og ferrittiske områder med lite karbon.

Fig. 4.1.6 og 4.1.7 viser to områder i prøvene 22A og 5A i lysmikroskop og SEM. Hardhetsinntrykkene er nede til høyre og oppe til venstre på henholdsvis prøvene 22A og 5A. Det er her tydelig å se at avbildning i SEM gir nærmest et negativt bilde av området i forhold til i lysmikroskop; det

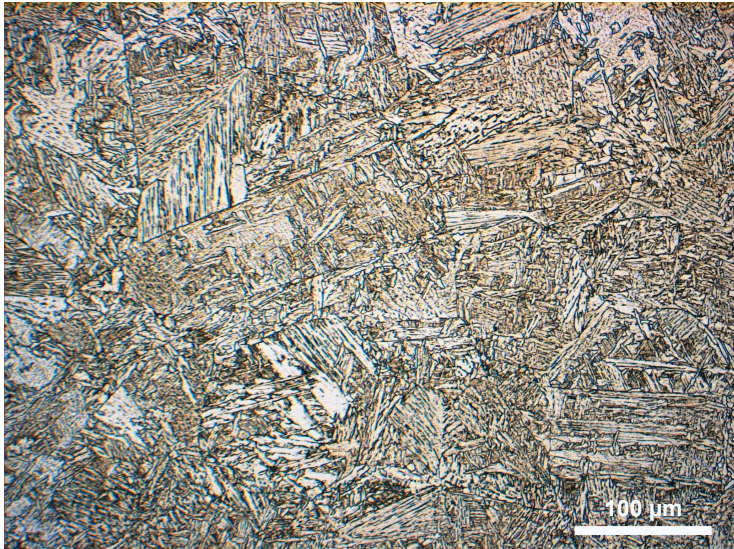


(a)

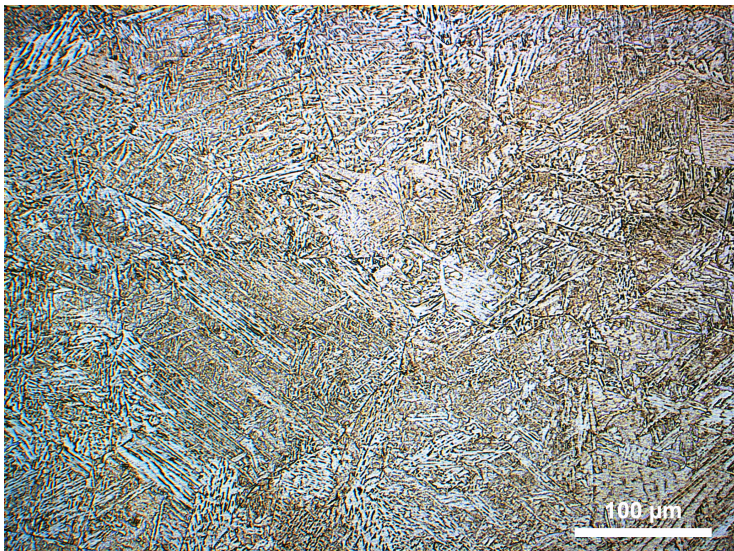


(b)

Figur 4.1.1: Mikrostrukturen til prøvene med avkjølingstid lik 15 s med (a) lavest og (b) høyest CTOD-verdi avbildet med 20X objektiv. Bildene er tatt ved begynnelsen av utmattingsprekken.

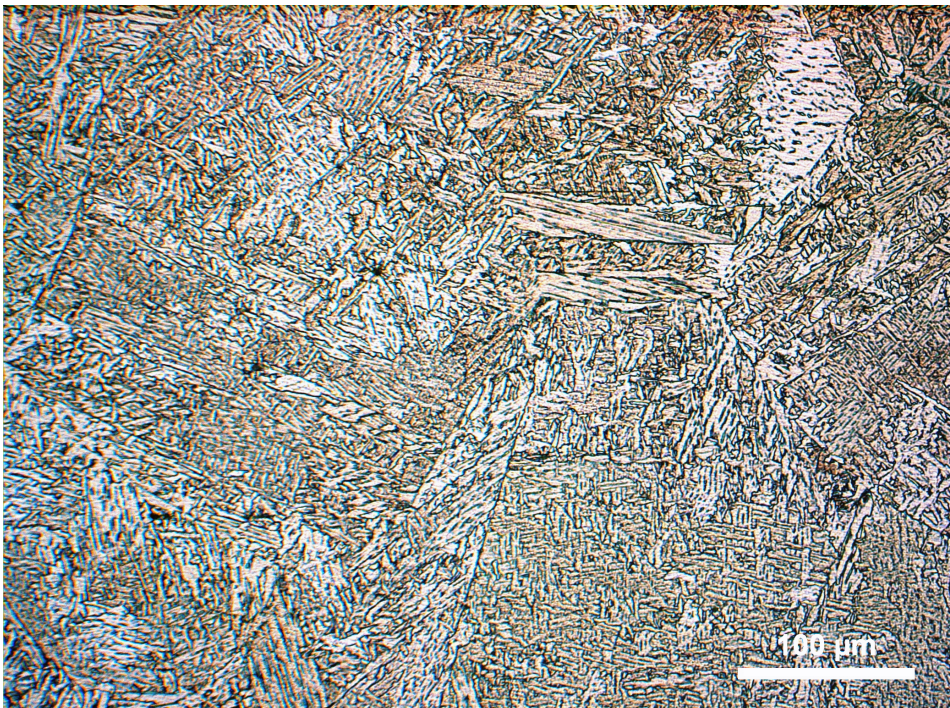


(a)



(b)

Figur 4.1.2: Mikrostruktur av ensykel sveisesimulert stål med (a) $\Delta\tau_{8/5} = 20$ s og (b) $\Delta\tau_{8/5} = 25$ s avbildet med 20X objektiv.



Figur 4.1.3: Mikrostruktur av ensykel sveisesimulert stål med $\Delta\tau_{8/5} = 30$ s avbildet med 20X objektiv.

Tabell 4.1.2: *Hardhetsmålinger i Vickers hardhet [HV].*

Prøve	Vickers hardhet [HV]	
	Ved skåret	Ved bruddet
5A	293	300
5C	280	278
22A	221	247
22C	214	230

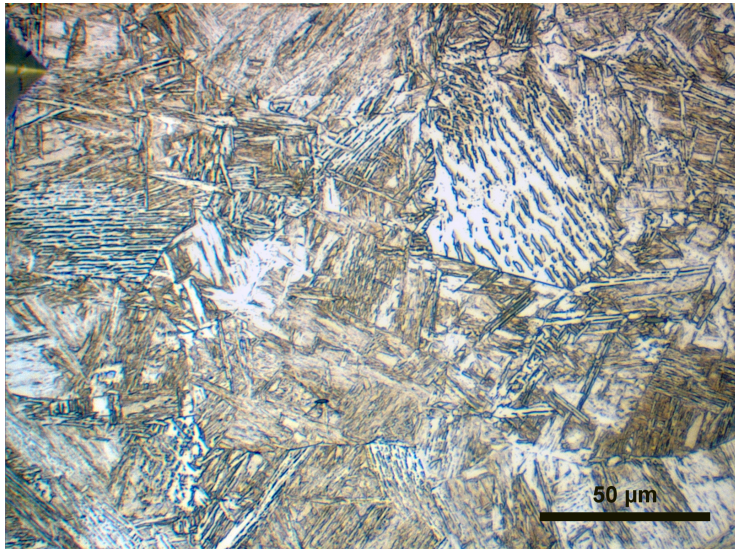
som er lyst i lysmikroskop blir mørkt i SEM, og det som er brunt og mørkt i lysmikroskop blir lyst i SEM. Disse bildene ble først og fremst tatt for å ha som referanse for de etsa bruddflatene.

4.1.2 Fordeling av mikrostruktur langs bruddkant

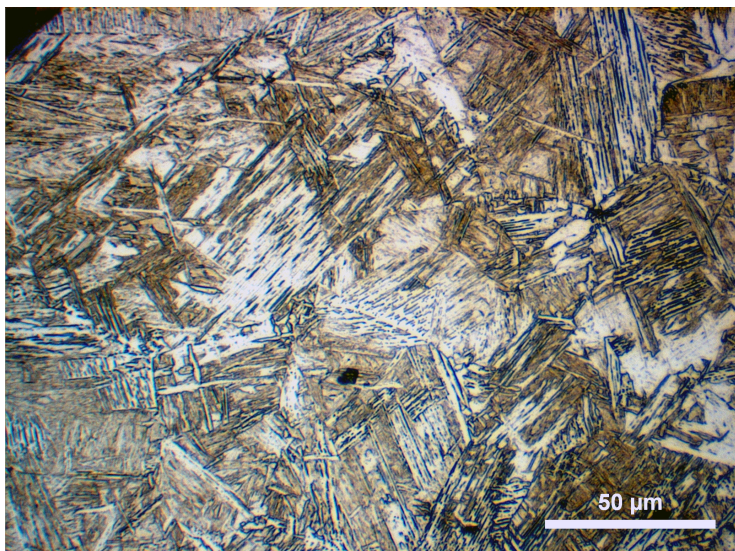
Det første slipesteget av prøvene 15A og 15C ble gjort manuelt, og det ble forsøkt å treffe starten på sprøbruddet, med andre ord slipe forbi hele utmattingsprekken. Underveis ble prøvenes tykkelse målt og det ble sett etter om slutten på utmattingsprekken var nådd. Men på grunn av problemer med prepareringen ble det første nivået ikke rett etter utmattingsprekken, men litt lengre inn i prøva, som vist i Tab. 3.3.1.

Andel bainitt og martensitt langs bruddkanten på de to prøvene med avkjølingsforløp på 15 s er vist i Tab. 4.1.3 i prosent og med antall målepunkt i parentes. Estimeringene er gjort på den ene halvdelen av prøvene i tre nivå inn i prøva, bortsett fra ved første nivå der det er estimert fordelingen på begge halvdelene til prøve 15C.

I det første nivået ble det estimert mer bainitt i prøve 15A enn i prøve 15C. Ved de to andre nivåene ble det imidlertid estimert like andeler bainitt i de to prøvene. De estimerte andelene viser en liten økning av bainitt fra første til siste nivå i prøve 15C, mens i prøve 15A ble det estimert mest bainitt i det første nivået.

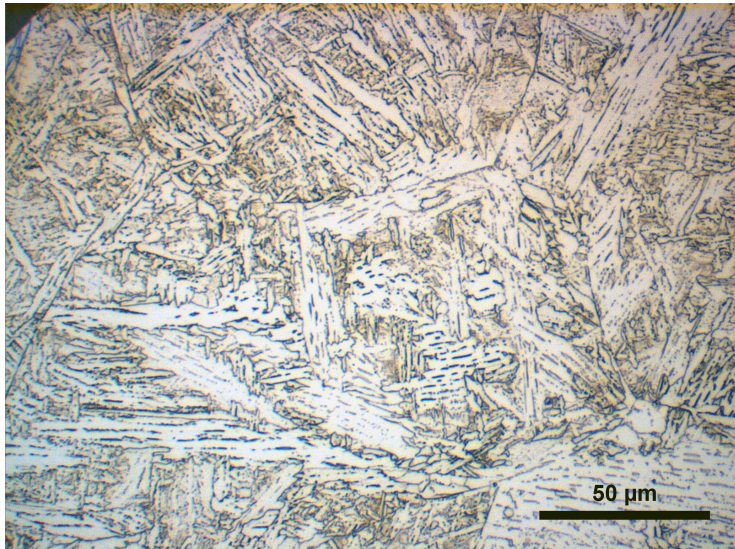


(a)

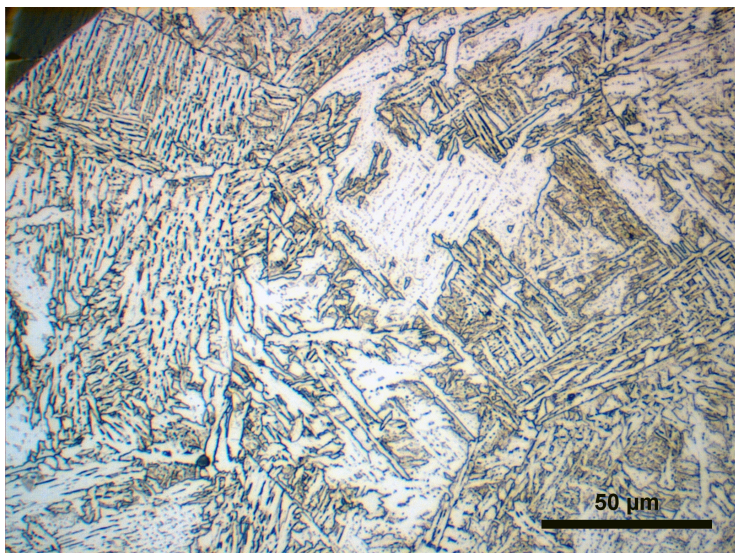


(b)

Figur 4.1.4: Mikrostrukturen til prøvene (a) 5A og (b) 5C avbildet med 50X objektiv. De sorte områdene øverst til venstre er hardhetsinntrykkene.

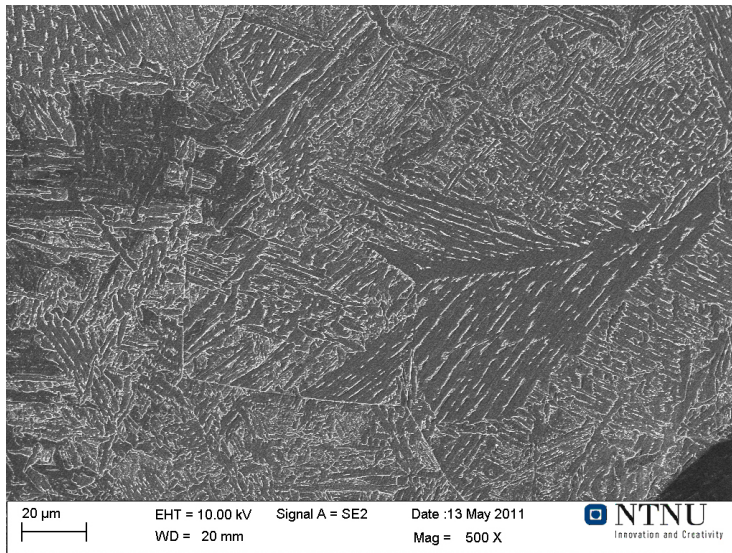


(a)

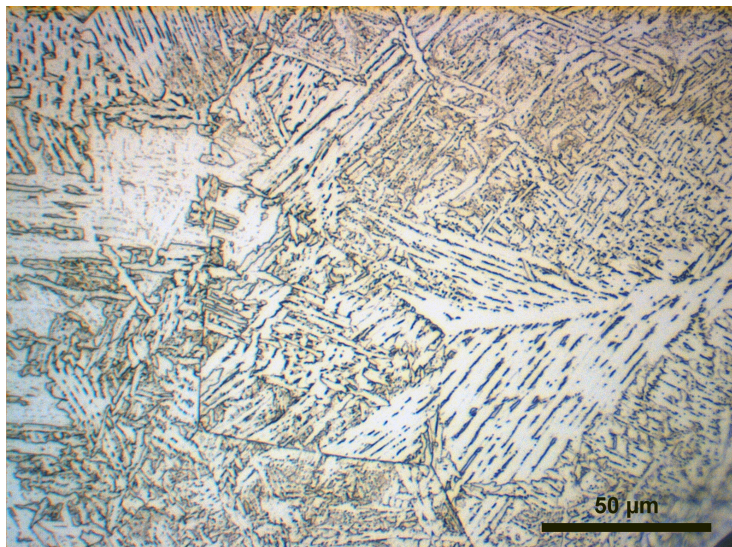


(b)

Figur 4.1.5: Mikrostrukturen til prøvene (a) 22A og (b) 22C avbildet med 50X objektiv. De sorte områdene øverst til venstre er hardhetsinntrykkene.

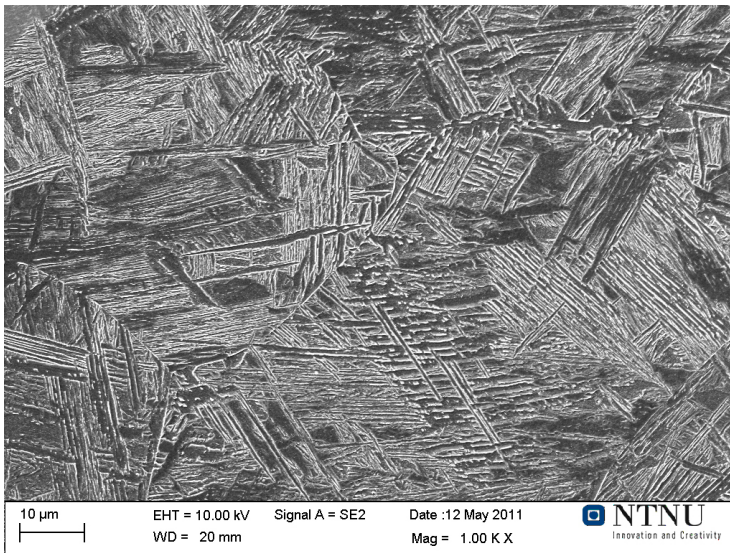


(a)

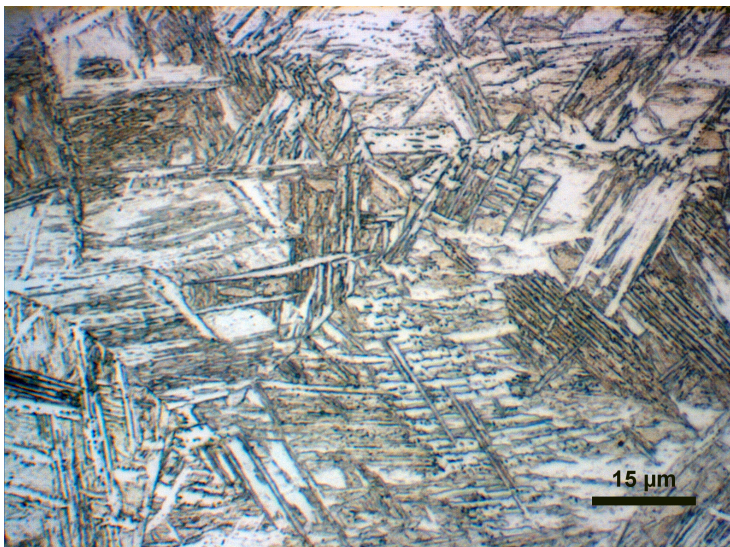


(b)

Figur 4.1.6: Mikrostrukturen til prøve 22A i (a) SEM og (b) lysmikroskop avbildet med 50X objektiv. Hardhetsinntrykket vises nederst til høyre.



(a)



(b)

Figur 4.1.7: Mikrostrukturen til prøve 5A i (a) SEM og (b) lysmikroskop avbildet med 100X objektiv. Hardhetsinntrykket vises øverst til venstre.

Tabell 4.1.3: *Prosentdel bainitt og martensitt langs bruddflata i tre dybde-nivå på prøve 15A og 15C [%]. I parentes er det oppgitt antall målepunkt.*

<i>Prøve</i>	<i>Bainitt</i>	<i>Martensitt</i>	<i>Totalt</i>
15A _{nivå 1}	65 % (1303)	35 % (707)	(2010)
15A _{nivå 2}	54 % (1065)	46 % (921)	(1986)
15A _{nivå 3}	57 % (473)	43 % (353)	(826)
15C _{nivå 1, side A}	53 % (1019)	47 % (910)	(1929)
15C _{nivå 1, side B}	53 % (1029)	47 % (921)	(1950)
15C _{nivå 2}	54 % (1055)	46 % (882)	(1937)
15C _{nivå 3}	58 % (467)	42 % (345)	(812)

4.2 Bruddflater

Bruddflatene til de andre prøvehalvdelenene av prøvene 5A, 5C, 22A og 255C, samt prøve 15A, ble undersøkt i SEM. Bruddflaten til prøve 15C var blitt undersøkt i løpet av tidligere prosjektarbeid [2]. Først ble samtlige undersøkt i uetsa tilstand. Deretter ble de fire hovedprøvene etsa og så undersøkt på nytt i SEM.

4.2.1 Undersøkelse av bruddflater

Initieringspunktene ble funnet ved å se på elvemønsteret på bruddflaten. Elvemønster peker tilbake på hvor bruddet kommer fra, som nevnt i avsnitt 2.3.1. Fra den ene sida av prøva til den andre ble det derfor studert hvordan elvemønsteret forløp. Det ble med andre ord fulgt elvemønsteret tilbake til mulige initieringspunkt. Etttersom hele området nærmest sprekkspiss ble studert, ble det også oppdaget mulige initieringspunkt som ga lite bruddvekst eller var låst av duktil sprekkvekst. Det var også her elvemønster som strålte utover, men i et svært begrenset område. Ved avbildning i SEM av bruddflatene var utmattingsprekken alltid på nedsida av bildet.

Tab. 4.2.1 viser totalt antall mulige initieringspunkt som ble funnet langs sprekkspissen på hver av bruddprøvene og fordelingen av punktenes belig-

genhet. Med ”sprekkspiss” menes der spissen på sprekken var etter ferdig utmattning da CTOD-testingen skulle gjøres. På bruddflatene fremstår sprekkspissen som en slags grenselinje mellom utmattingssprekken og sprøbruddet. Initieringspunktene beliggenhet er delt opp i tre kategorier; foran sprekkspissen, opp fra sprekkspissen og fra et duktilt område fra sprekkspiss. Foran sprekkspiss betyr at initieringen er skjedd i et punkt foran sprekkspiss og har gitt sprekkvekst i alle retninger fra dette punktet, som vist i Fig. 4.2.1. Dette gir dermed bruddvekst både lengre inn i prøva og tilbake mot utmattingssprekken. Initiering opp fra sprekkspissen gir vekst inn i prøva. Denne typen initiering kan minne om når vann bryter en demning, som vist i Fig. 4.2.2.

Fra sprekkspissen er det ofte duktil sprekkvekst før sprø sprekkvekst. Mengden duktil sprekkvekst øker vanligvis med økt CTOD-verdi. Disse duktile områdene vokser ikke nødvendigvis uniformt inn i prøva, men stikker forskjellige steder fram som tunger. Mange steder ble det observert bruddinitiering ifra disse duktile områdene. Noen av disse initieringspunktene gir også vekst tilbake mot utmattingssprekken, særlig fra tunger av duktil sprekkvekst, og dette antallet er angitt i parentes. Flere steder ble det funnet denne typen initieringspunkt veldig nær hverandre, som vist i Fig. 4.2.3 og 4.2.4. Fig. 4.2.3a er et tydelig eksempel på initiering fra duktilt område fra sprekkspiss der det også har gitt bruddvekst tilbake mot sprekkspissen. Sprekkspissen er helt nederst i dette bildet. På høyre side er det en tunge av duktil sprekkvekst med store og små dimpler. Initieringspunktene er markert med piler i midten av bildet, og den ene initieringen stoppet veksten fra den andre. Fra initieringen går det bruddvekst inn i prøva, mot venstre og tilbake mot sprekkspiss på venstre side av bildet. Det varierte hvor langt inn i prøva initiering foran sprekkspiss og initiering fra duktilt område fra sprekkspiss oppstod. Disse to typene kan oppstå både svært nær sprekkspiss og lengre inn i prøva.

Det ble funnet dobbelt så mange mulige initieringspunkt i prøvene med avkjølingstid lik 5 s enn de med avkjølingstid lik 15 og 22,5 s, hvorav minst halvparten initierte fra et duktilt område fra sprekkspiss, se Tab. 4.2.1. Også i prøve 15C var det mye initiering fra duktilt område fra sprekkspiss; kun ett av syv mulige initieringspunkt var foran sprekkspissen, mens alle de resterende var fra duktilt område fra sprekkspissen. Prøve 22C hadde i

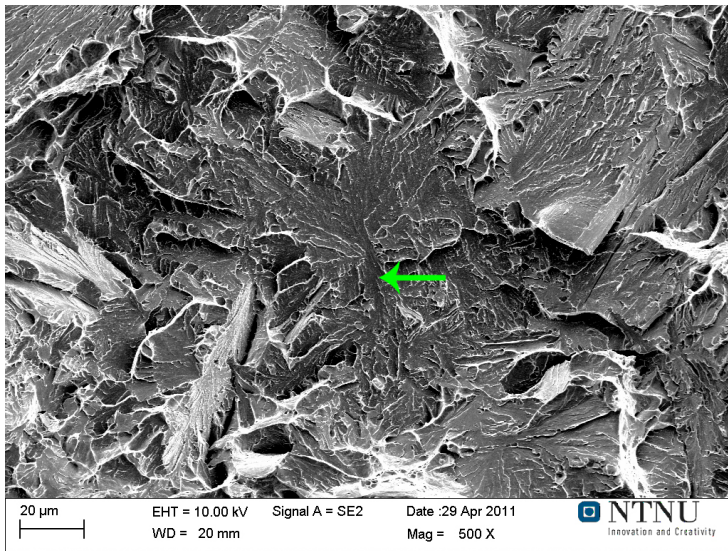
likhet med prøvene 5A og 5C relativt jevn fordeling mellom initiering foran sprekkspiss og initiering fra duktilt område fra denne, men mesteparten av de mulige initieringspunktene var foran sprekkspissen. Imidlertid var det kun prøvene 15A og 22A som hadde initiering opp fra sprekkspissen.

Tabell 4.2.1: *Antall mulige initieringspunkt som ble funnet på hver prøve.*

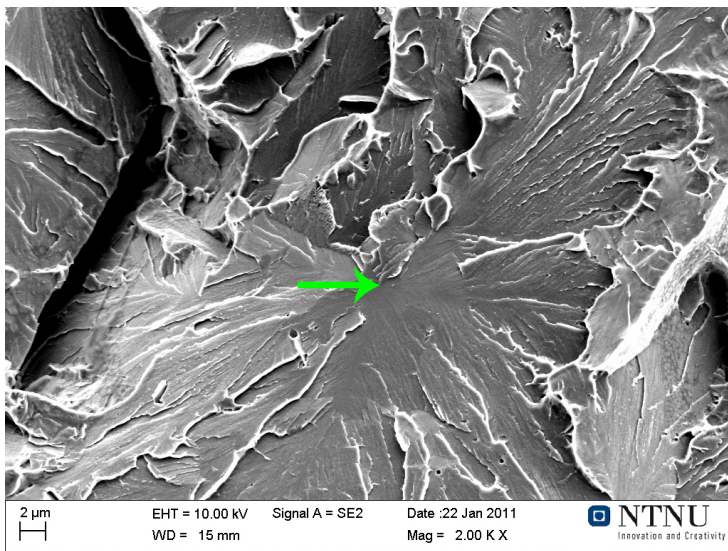
Prøve	Antall initieringspunkt [-]			
	Totalt	Foran sprekkspiss	Opp fra sprekkspiss	Fra duktilt område fra sprekkspiss (med vekst tilbake mot sprekkspiss)
5A	23	5	0	17 (8)
5C	21	10	0	11 (4)
15A	11	4	7	0 (0)
15C	7	1	0	6 (1)
22A	10	2	7	1 (1)
22C	12	7	0	5 (3)

4.2.2 Etsing av bruddflater

Etter etsing av bruddflatene ble samtlige av de mulige initieringspunktene undersøkt på nytt. Det ble spesielt sett etter hvorvidt det var små partikler i eller like ved initieringspunktene eller ikke. Det antas her at disse partiklene var karbider. Tab. 4.2.2 viser en oversikt over antall initieringspunkt der det ble observert karbider og fordelingen av disse punktenes beliggenhet. Det er også angitt i parentes hvor stor prosentdel den totale andelen initieringspunkt med karbider utgjør av alle de observerte initieringspunktene på den gitte prøva. På prøve 22A tok ikke alle områdene etsen like godt som de andre prøvene og det var vanskeligere å tyde hvor karbidene var. På prøve 22C var det imidlertid ett av punktene som ikke tok etsen i det hele tatt og det var derfor ikke mulig å se hvorvidt det var karbider der. Dette punktet er derfor ikke tatt med i prosentdelen.

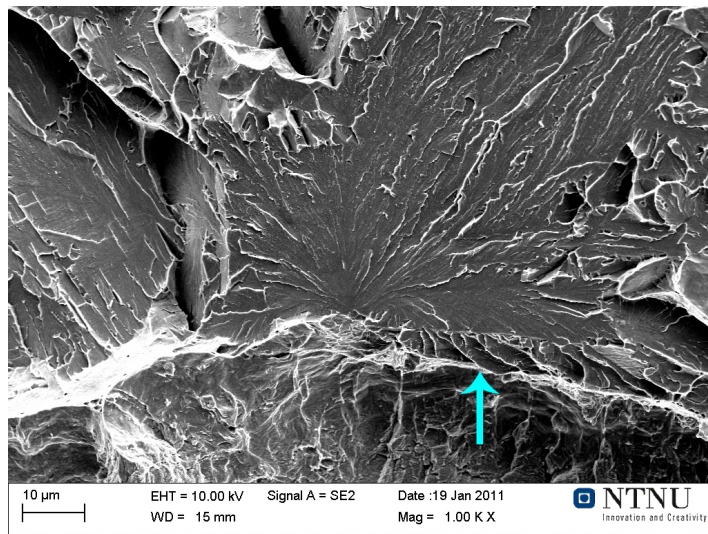
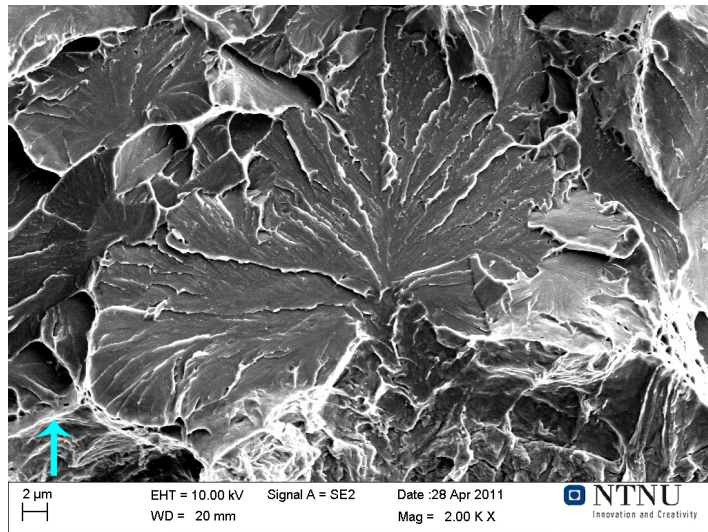


(a)

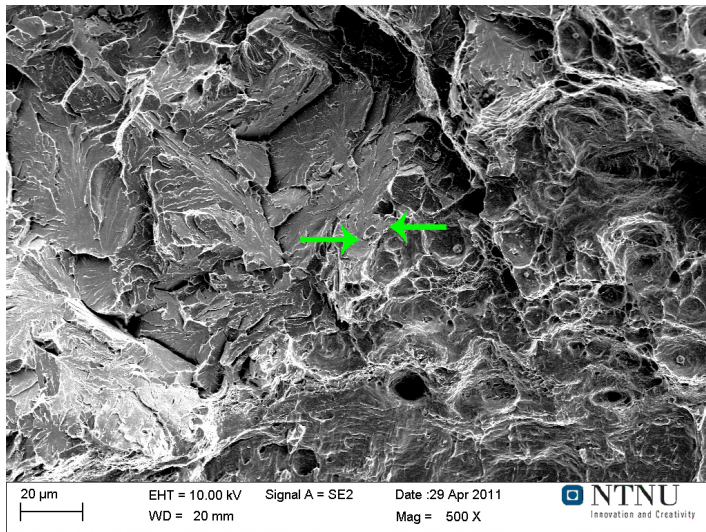


(b)

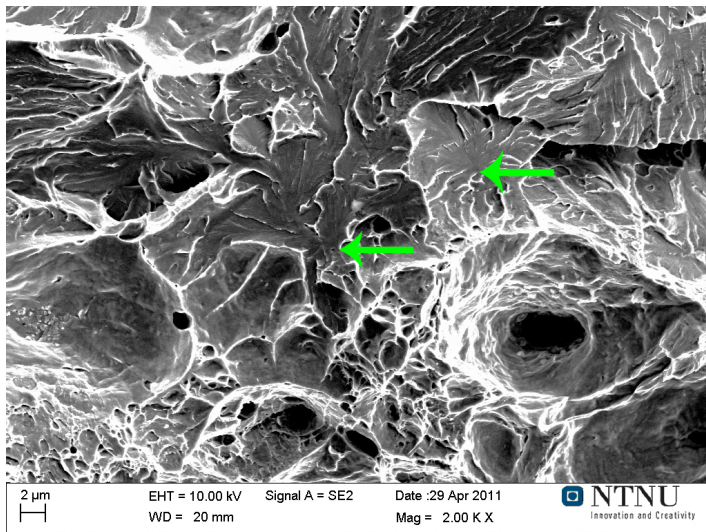
Figur 4.2.1: *Initieringspunkt foran sprekkspissen i prøvene (a) 5A og (b) 15A markert med grønne piler.*



Figur 4.2.2: *Initieringspunkt opp fra sprekkspissen i prøvene (a) 22A og (b) 15A. Sprekkspissen kan sees som en lys linje nedenfor fasettene og er markert med blå piler.*

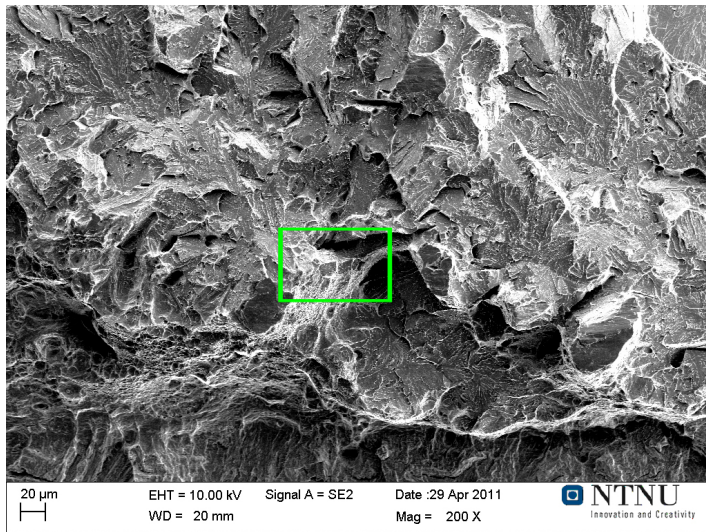


(a)

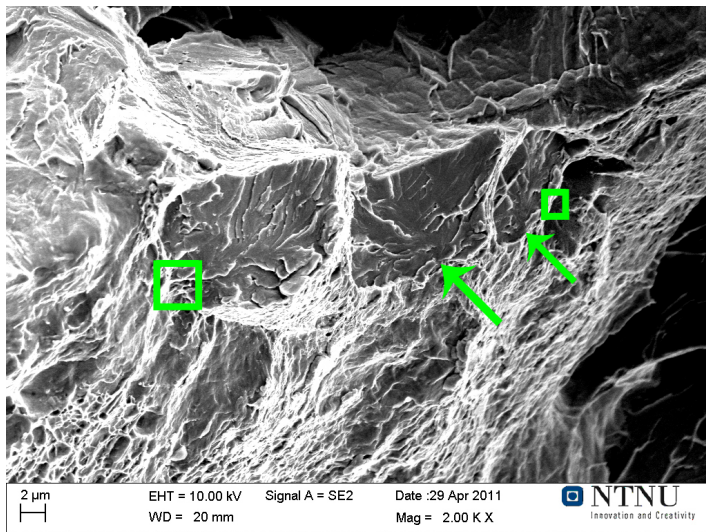


(b)

Figur 4.2.3: *Initieringspunkt fra duktilt område fra sprekkespissen i prøve 5A (a) med og (b) uten vekst tilbake mot sprekkespissen, alle markert med grønne piler. Sprekkespissen synes nederst i (a).*



(a)



(b)

Figur 4.2.4: (a) viser beliggenheten til fire initieringspunkt fra duktilt område fra sprekkspiss på prøve 5A, som er vist nærmere i (b). De fire initieringspunktene ligger tett i tett, markert med piler og firkanter i (b).

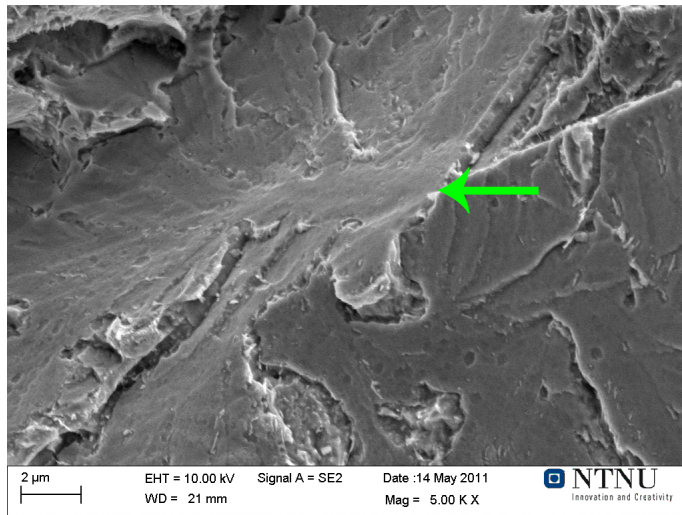
Det ble funnet karbider i eller rett ved størsteparten av alle de mulige initieringspunktene. Det ble oftere observert karbider i prøvene med avkjølingstid lik 22,5 s enn 5 s, til tross for at prøve 5A hadde karbider ved 70 % av initieringspunktene. Imidlertid var det kun 29 % av initieringspunktene i prøve 5C der det ble observert karbider.

Tabell 4.2.2: *Antall mulige initieringspunkt der det ble observert karbider etter etsing.*

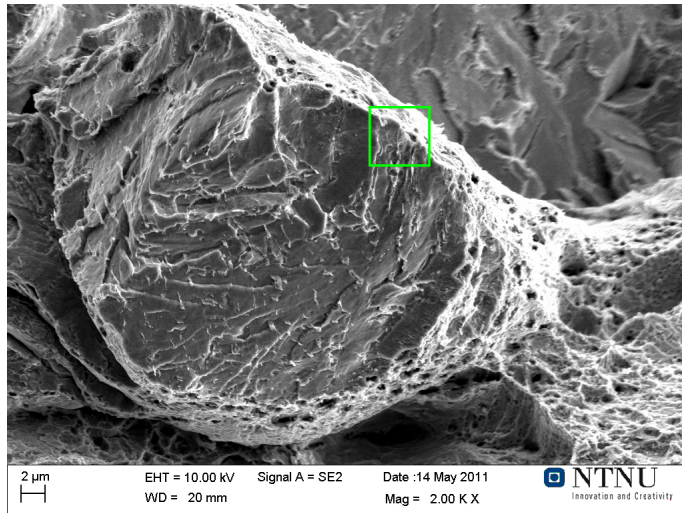
<i>Prøve</i>	<i>Antall initieringspunkt der karbider er observert [-]</i>			
	Totalt (Prosentdel av alle punktene)	Foran sprekkspiss	Opp fra sprekkspiss	Fra duktilt område fra sprekkspiss (med vekst tilbake mot sprekkspiss)
5A	16 (70 %)	2	0	14 (5)
5C	6 (29 %)	6	0	0 (0)
22A	8 (80 %)	1	7	0 (0)
22C	10 (91 %)	6	0	4 (2)

Fig. 4.2.5 og 4.2.6 viser eksempler på initieringspunkt med ulike beliggenheter der karbider har blitt synlig etter etsing. Initieringspunktet i Fig. 4.2.5a ligger foran sprekkspiss. Bruddinitiering fra duktilt område fra sprekkspiss er vist i Fig. 4.2.5b og 4.2.6, der førstnevnte har gitt vekst tilbake mot sprekkspissen.

Det ble observert initiering med forskjellige orienteringer i forhold til karbidene; langs og på tvers av avlange karbider og ved små karbider i form av klumper. Ettersom ikke alle initieringspunkt var like jevnt etsa, var det ikke alltid like tydelig å se for eksempel om det var klumpete eller avlange karbider. Initiering langs avlange karbider er tydelig vist i Fig. 4.2.6b, mens initieringspunkt med karbider i form av klumper vises i Fig. 4.2.5a.

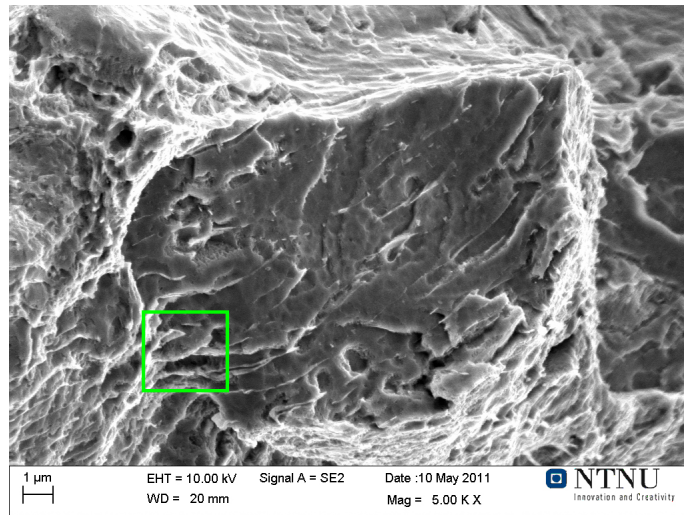


(a)

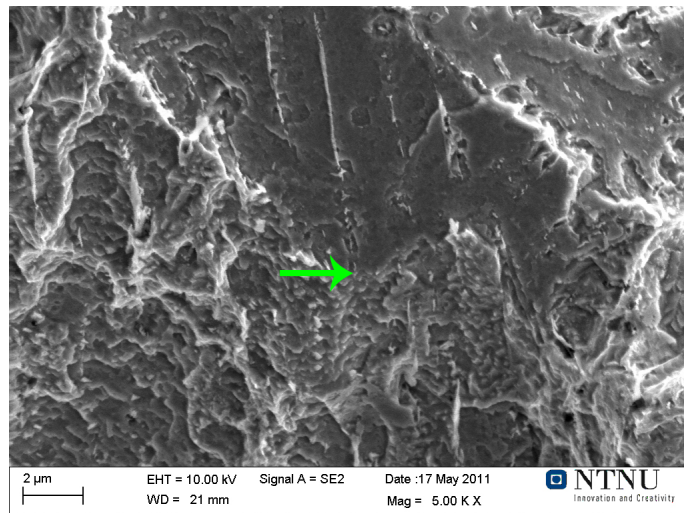


(b)

Figur 4.2.5: *Initieringspunkt i prøve 22C etter ets; (a) foran sprekkspissen og (b) fra duktilt område fra sprekkspissen med vekst tilbake mot sprekkspissen markert med henholdsvis pil og firkant. Karbidene vises som tynne, lyse streker eller klumper som står igjen i prøva etter etsen.*



(a)



(b)

Figur 4.2.6: *Initieringspunkt fra duktilt område fra sprekkspissen i prøvene (a) 5A og (b) 22C etter ets, markert med henholdsvis firkant og pil. Karbidene vises som tynne, lyse streker eller klumper som står igjen i prøva etter etsen.*

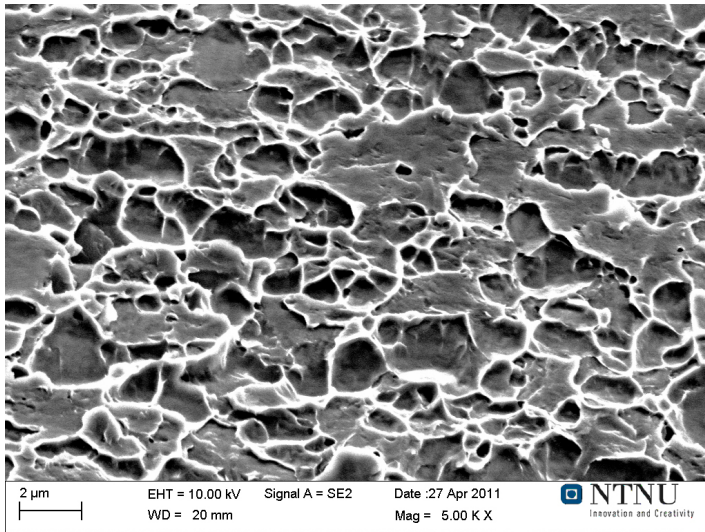
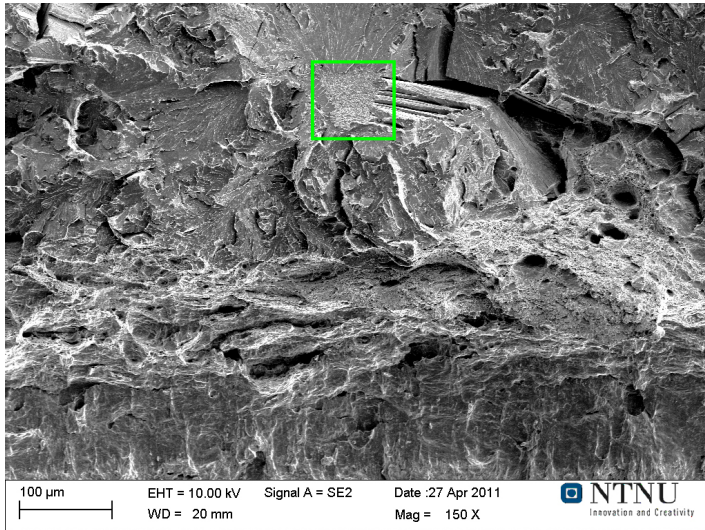
4.2.3 Uvanlig initieringsområde

Ved undersøkelse av prøve 22C ble det oppdaget et uvanlig initieringspunkt, eller rettere sagt -område. Dette området lå foran sprekkspissen og hadde initiert bruddvekst i alle retninger, som vist i Fig. 4.2.7 og 4.2.8. Overflaten inne i området lignet dimpler, men så delvis flatere ut. For å finne ut mer om det uvanlige initieringsområdet ble det utført EDS-undersøkelser. Etersom EDS-undersøkelser er ment for plane, homogene områder, er ikke bruddflater ideelle og analyseresultatene er heller veiledende. Dersom det er en tydelig endring i kjemisk sammensetning, forventes det likevel å komme fram. Måleverdiene bør derfor vurderes mot hverandre og ikke se på selve verdiene alene. Det ble utført EDS-analyse i fire punkt innen det uvanlige initieringsområdet og fire punkt i matriks. Beliggenheten til målingspunktene er vist i Fig. 4.2.8a og måleverdiene er vist i Tab. 4.2.3. Måleverdiene i matriks varierte lite og det er derfor vist gjennomsnittsverdier med standardavvik for matriks. Verdiene for legeringselementene varierte, men det var ingen tydelig forskjell på målingene av det uvanlige området og matriks.

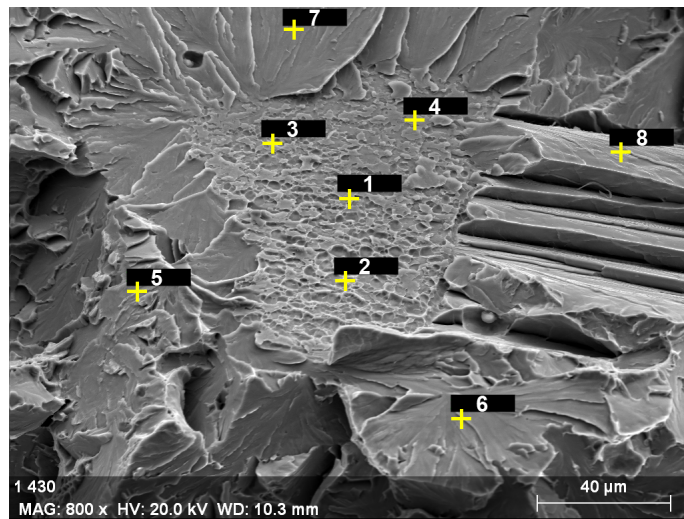
Tabell 4.2.3: EDS-analyse av fire punkt innen det uvanlige området og gjennomsnittet av fire målinger i matriks der standardavviket er oppgitt i parentes [vekt%].

Målepunkt	Element [vekt%]					
	C	Fe	Si	Mn	Ni	Totalt
Posisjon 1	4,83	94,93	0,36	2,54	1,11	103,76
Posisjon 2	6,16	95,99	0,31	2,59	1,10	106,14
Posisjon 3	5,29	97,31	0,38	2,97	1,51	107,46
Posisjon 4	4,48	94,75	0,34	2,53	1,12	103,21
Matriks	4,66	93,35	0,30	2,35	0,98	101,64
(Standardavvik for matriks)	(1,71)	(1,74)	(0,08)	(0,19)	(0,16)	(3,73)

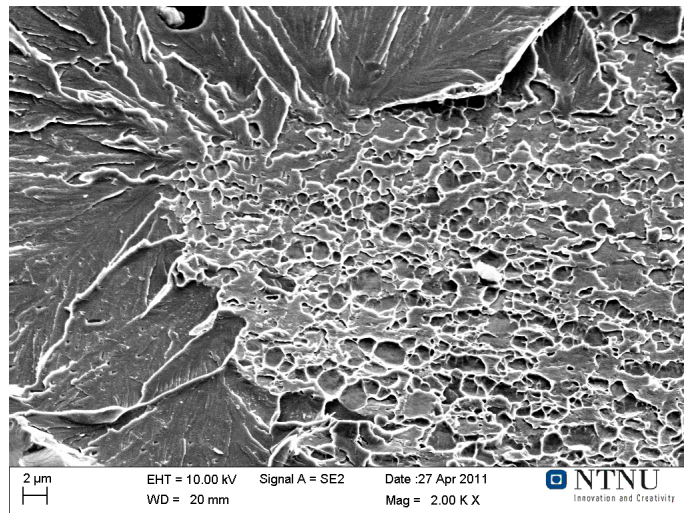
Det ble også laget 3D-avbildning av området for å danne profilanalyser av dette og et område med vanlige dimpler. Fig. 4.2.9 viser bildene fra



Figur 4.2.7: (a) Det uvanlige initieringsområdet på prøve 22C er markert med grønn firkant. Nederst på bildet vises utmattingsprekken og sprekkspissen med duktil sprekkvekst. (b) Nærbilde av midten av området.



(a)



(b)

Figur 4.2.8: Det uvanlige initieringsområdet på prøve 22C; (a) måleposisjonene for EDS-analyse, kryssene er merket med et tall som viser hvilken posisjon det er, og (b) nærbilde av kanten som viser initiering i ulike retninger

programmet MeX av initieringsområdet og vanlige dimpler med markering for profilanalyser. Bildene er rotert 90° , hvilket betyr at sprekkspissen er på høyre side av bildet i stedet for på nedsida.

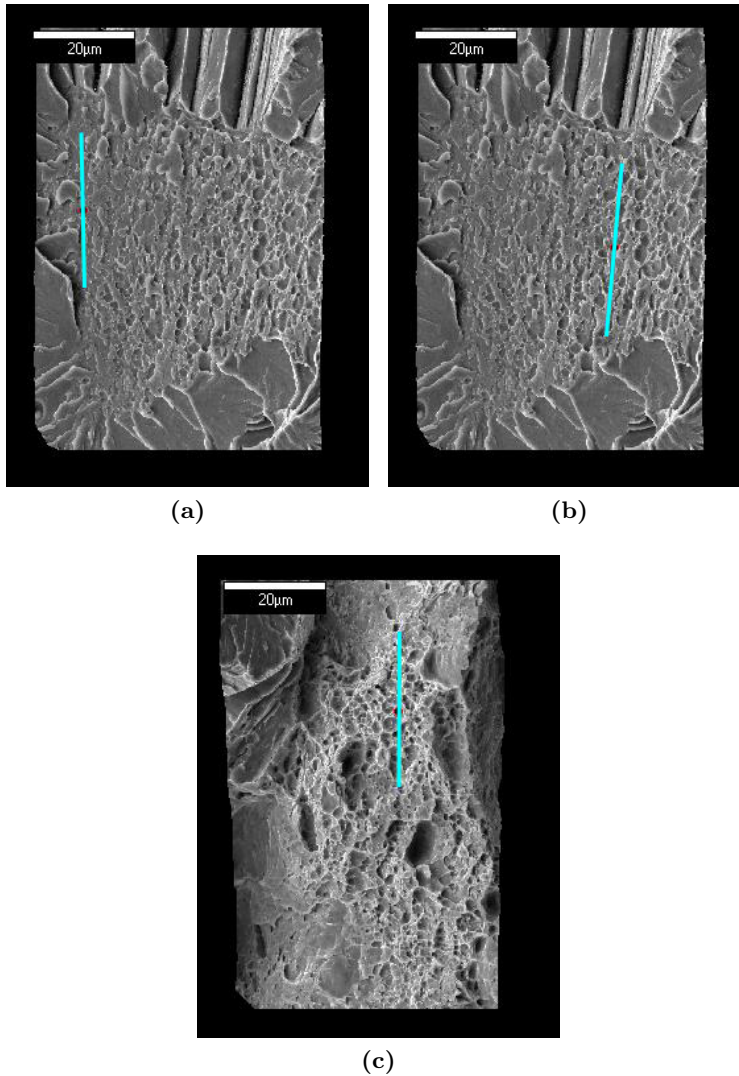
Trendene i profilene forteller bare formen og vinkelen på overflaten i forhold til avbildning, de mindre variasjonene viser topografien. Fig. 4.2.10a viser at topografien i den øverste delen av området, vist i Fig. 4.2.9a, har høydeforskjeller på $0,5 - 1 \mu\text{m}$. Fig. 4.2.10b og 4.2.10c viser at topografien i den nederste delen av området og vanlige dimpler, vist i Fig. 4.2.9b og 4.2.9c, har høydeforskjeller på $1 - 2 \mu\text{m}$.

4.3 Mulig MA-fase

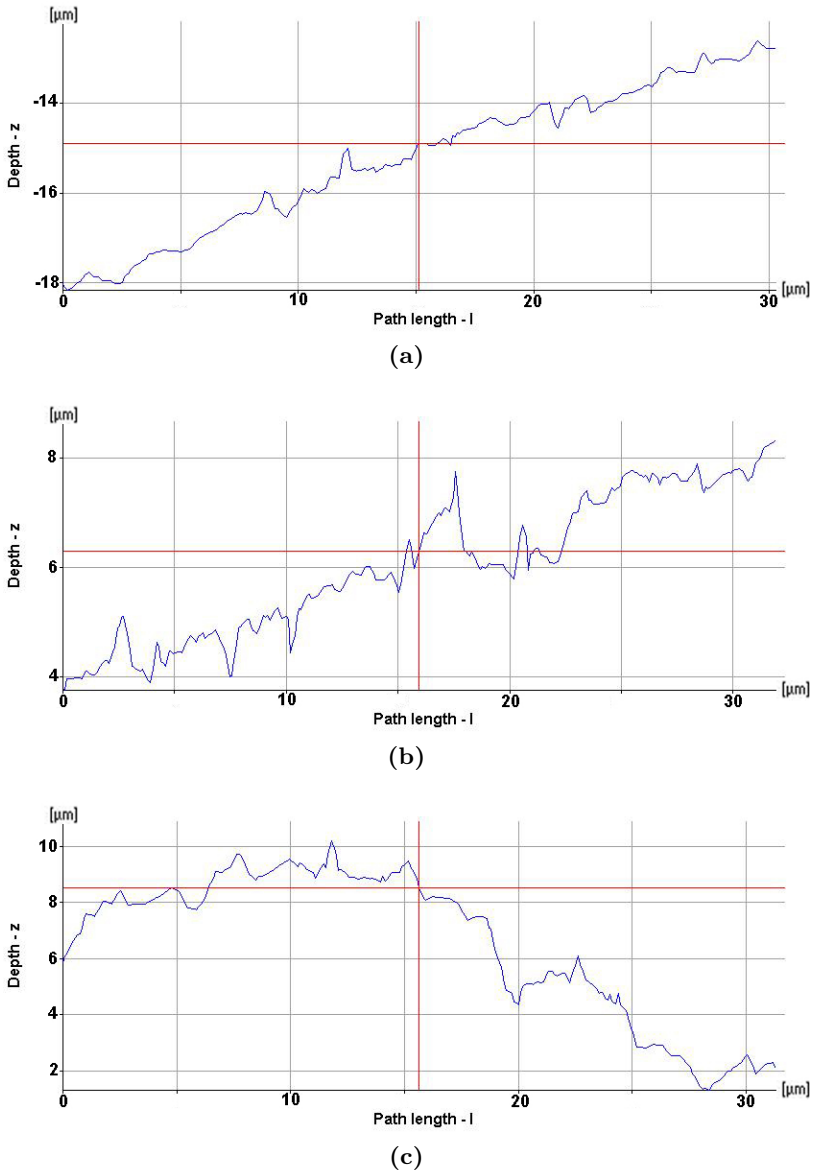
I løpet av arbeidet til prosjektoppgava til forfatteren ble det flere ganger observert forhøyninger og groper i eller rett ved initieringspunkt [2]. Det ble gjort videre undersøkelser av to av disse for å kunne vise om dette var MA-faser eller ikke.

Det var en forhøyning som det ble spesielt fokusert på i løpet av prosjektarbeidet ettersom den var stor og tydelig dratt ut av matriks ved brudd-initieringen, som vist i Fig. 2.4.2b [2]. For å prøve å få tydeligere svar på hvorvidt dette var en MA-fase, ble det gjort mikrosondeundersøkelser.

Det ble utført kjemisk analyse i flere punkt i matriks og den mulige MA-fasen, som vist i Fig. 4.3.1. Først ble det gjort analyser av alle de markerte punktene med normaliserte resultater, der karboninnholdet ble målt og resten satt som jern. Verdiene for C- og Fe-innholdet i matriks er gjennomsnitt av fem ulike punktanalyser tatt i punktene markert i blått, og har et standardavvik på $0,11$ vekt%. Den høyeste av målingene i matriks var karboninnhold på $0,87$ vekt%. Måleverdiene er gitt i Tab. 4.3.1. Karbonmålingene fikk her høyere verdier enn grunnmaterialets innhold på $0,09$ vekt%. Det skyldes trolig karbonforurensninger på overflaten på grunn av for eksempel kontaminasjon. Verdiene bør derfor vurderes i forhold til hverandre og ikke som faktisk innhold. Samtlige av målepunktene på forhøyningen ga høyere karboninnhold enn den høyeste måleverdien i matriks. Det ble ikke bygd opp karbon på prøva i løpet av analysene.



Figur 4.2.9: Bilder fra 3D-programmet MeX der det er merket i blått linjene det er gjort profilanalyse av; det uvanlige initieringsområdet med markert strek (a) lengst fra og (b) nærmest sprekkspiss, samt (c) et område med vanlige dimpler med markert strek oppe til høyre. Initieringsområdet er vist med 90° rotasjon i forhold til Fig. 4.2.7 og 4.2.8.



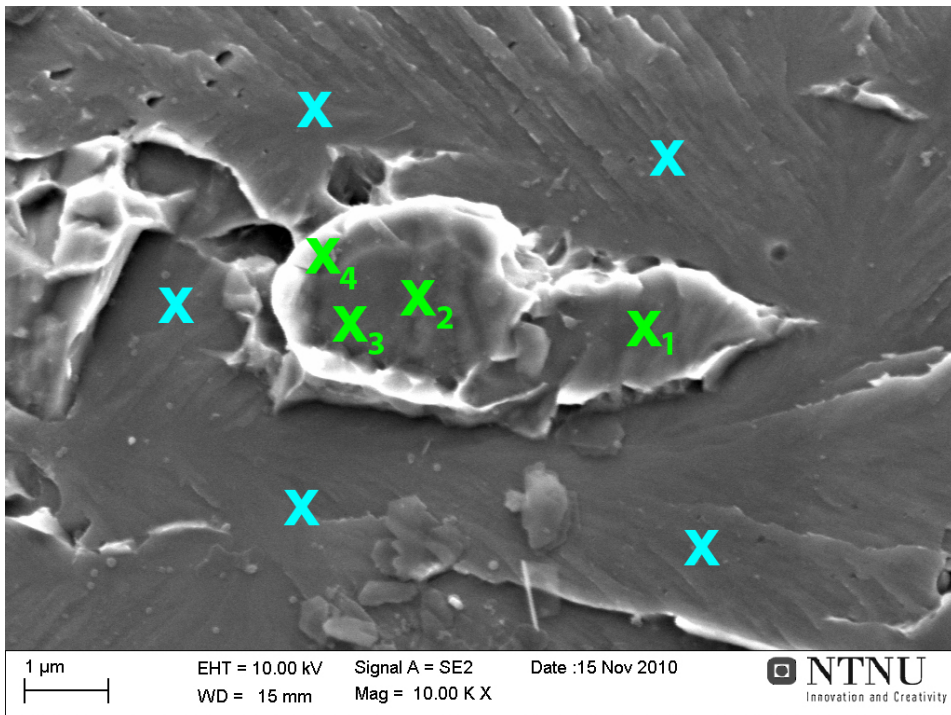
Figur 4.2.10: Profilanalyser av de markerte strekene i Fig. 4.2.9; i initieringsområdet (a) lengst fra og (b) nærmest sprekkspissen, og (c) på vanlige dimpler.

De siste analysene ble gjort med prøvas egen sammensetning som standard, først uten, deretter med, kjølefelle. Innholdet til alle de seks elementene ble målt og målingene ble dermed ikke normaliserte. Måleverdiene er gitt i Tab. 4.3.2. De tre øverste målingene er uten kjølefelle, mens de nederste er med kjølefelle. Karbonmålingene fikk her verdier nær basematerialets innhold ettersom standardmålingen førte til at det ikke ble utslag for eventuell kontaminasjon. Karboninnholdet ble dermed riktigere i disse målingene. Forskjellene i karbonmålingene var ikke like tydelige, men også her viste målingene høyere karboninnhold i forhøyningen. De store variasjonene i blant annet Fe-innhold skyldes trolig hvordan detektorene er plassert i forhold til topografien på prøva. Det blir ikke fokusert på de andre måleverdiene enn de for karboninnholdet.

En Monte Carlo-simulering som ble gjort ved bruk av programmet Electron Flight Simulator viser dybden karbonsignalet kommer fra i stål ved en akselerasjonsspenning på 7 kV, se Fig. 4.3.2. Dette ble gjort for å vite hvor dypt i prøva karboninnholdet ble målt, for å kunne anslå om målingene ble gjort kun av forhøyningen eller om også matriks under ble målt. Når elektronene sendes inn i prøveoverflaten genereres fotoner både der det er rødt og der det er grønt. Fotonene som genereres der det er grønt mister energi og kommer ikke ut av prøva. Det er kun fotonene som genereres der det er rødt som kommer ut av prøva og detekteres. Med andre ord kommer karbonsignalet fra der det er rødt, hvilket er maksimalt 140 nm inn i prøva.

Tabell 4.3.1: Normalisert kjemisk analyse av mulig MA-fase og matriks [vekt%].

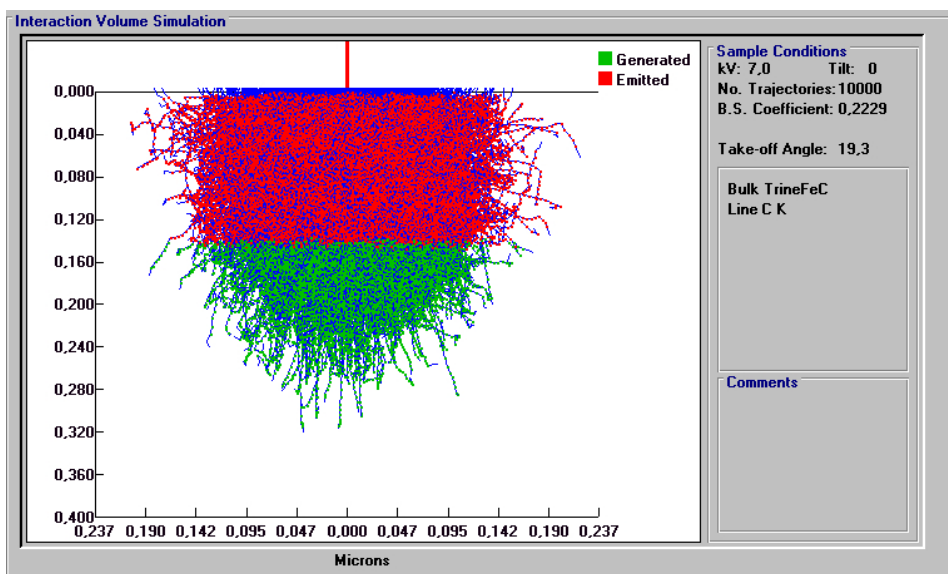
Målepunkt	Element [vekt%]	
	C	Fe
Posisjon 1	1,05	98,95
Posisjon 2	1,39	98,61
Posisjon 3	1,63	98,37
Posisjon 4	1,77	98,37
Gjennomsnitt matriks	0,76	99,24



Figur 4.3.1: Måleposisjonene for kjemisk analyse i mikrosonden; de grønne kryssene $X_1 - X_4$ viser henholdsvis måleposisjonene 1-4 i den mulige MA-fasen, mens de blå punktene viser ulike målepunkt i matriks.

Tabell 4.3.2: Standardisert kjemisk analyse av mulig MA-fase og matriks med og uten bruk av kjølefelle [vekt%].

Målepunkt	Element [vekt%]						Totalt
	C	Fe	Si	Cu	Ni	Mn	
Posisjon 1	0,11	96,92	0,23	0,25	0,80	1,32	99,62
Posisjon 2	0,13	98,14	0,17	0,28	0,67	0	99,40
Matriks	0,10	99,19	0,22	0,27	0,73	0,87	101,37
Posisjon 1	0,13	85,30	0,12	0,29	1,04	2,31	89,19
Posisjon 2	0,19	81,33	0,14	0,16	0,95	0	82,76
Matriks	0,09	90,84	0,15	0,39	0,78	3,34	95,58



Figur 4.3.2: Monte Carlo-simulering der det røde er området hvor karbon-signalet i stål kommer fra ved akselerasjonsspenning på 7 kV. Der det er grønt genereres det også fotoner, men disse kommer ikke ut av prøva [35].

Kapittel 5

Diskusjon

5.1 Undersøkelse av mikrostruktur

Denne seksjonen omhandler i hvilken grad andel av bainitt i mikrostrukturen kan forklare hvor sprø prøva er målt i CTOD-verdi. Prøvenes mikrostruktur deles som beskrevet i avsnitt 4.1 i bainitt og martensitt der også acikulær ferritt vanligvis betraktes som å falle inn under bainitt.

5.1.1 Rendyrking av bainitt- og martensittprøver

Det var ønskelig å oppnå rendyrkede prøver med martensittstruktur. Men mikrostrukturen til prøvene 5A og 5C viser tydelig at det oppstår en god del bainitt også ved avkjølingstid på 5 s, se Fig. 4.1.4. Det forventes at martensitten er noe selvanløst og dermed har bedre seighet, som nevnt i avsnitt 2.2.2. Det var derfor forventet at prøvene med avkjølingstid på 5 s ville ha de høyeste CTOD-verdiene av alle avkjølingstidene. Dette viser Tab. 4.1.1 ikke er tilfellet. Siden prøvene som nevnt inneholder noe bainitt, kan det være grunnen til at CTOD-verdiene er lavere enn forventet.

Prøvene 5A og 5C er blitt likt sveisesimulert og det forventes derfor at de har lik mikrostruktur. Det ser imidlertid ut til at det er litt mer tydelige områder med bainitt i prøve 5A enn i prøve 5C. Martensitt er hardere enn

bainitt og vil derfor ha en høyere hardhetsverdi. En større andel bainitt vil derfor føre til lavere hardhetsverdier. Hardhetsmålingene i Tab. 4.1.2 støtter imidlertid ikke observasjonen av mer bainitt i prøve 5A enn prøve 5C. Men hardhetsverdiene er ikke helt pålitelige fordi inntrykkene er avhengig av hvor de treffer i en blandingsstruktur og det er kun gjort to hardhetsinntrykk på hver prøve.

I prøve 22A og 22C er det ikke tydelig forskjell på mikrostrukturen, men CTOD-verdien til prøve 22C er ti ganger større enn den til 22A, som vist i Tab. 4.1.1. Begge har lyse, ferrittiske områder med lite karbider i, som vist i Fig. 4.1.5b og 4.1.6b, acikulær ferritt og bainitt. En mulighet er at prøve 22A har litt mer bainitt og mindre acikulær ferritt enn prøve 22C. Acikulær ferritt har høyere motstand mot kløvning enn bainitt siden bruddet blir hyppig bøyd av til en annen retning når det krysser de mange ulike orienteringene i mikrostrukturen [10]. Dette gir bedre mekaniske egenskaper, særskilt seighet. Det kan dermed forventes at økt andel acikulær ferritt vil gi økt CTOD-verdi. Dersom prøve 22C hadde hatt tydelig mer acikulær ferritt enn prøve 22A kunne dette ha vært noe av grunnen til den uvanlig høye CTOD-verdien. Imidlertid ble det ikke observert tydelig forskjell i mikrostruktur.

5.1.2 Fordeling av mikrostruktur langs bruddkant

I likhet med prøvene 5A og 5C så det ut til at også prøvene 15A og 15C hadde litt ulike andeler bainitt. Ved observasjon av mikrostrukturene til prøvene 15A og 15C i begynnelsen av utmattingssprekken, som vist i Fig. 4.1.1, virket det som at prøve 15A hadde mer bainitt enn prøve 15C. Som vist i Tab. 4.1.1 har med andre ord den sprøeste prøva av de to, prøve 15A, mest bainitt. Dette passer overens med forventningene om at martensittstrukturen er mer duktil enn bainittstrukturen og at økt andel bainitt gir lavere CTOD-verdi. Men det var ønskelig å se hvordan mikrostrukturfordelingen var langs bruddkantene i forhold til CTOD-verdi. Selv om fordelingen mellom bainitt og martensitt ikke er den samme på de to prøvene, vil ikke nødvendigvis området nærmest bruddkanten ha tilsvarende fordeling av mikrostruktur.

Selv om tellingen av andeler bainitt og martensitt ble utført med et fint

rutenett, var det også flere feilkilder:

- Tellingen var subjektiv i den forstand at forfatteren tolket hva slags mikrostruktur målepunktene traff.
- Visse områder var tydelig bainitt eller martensitt, mens andre områder som fikk en lysebrun farge var usikre. Tellingen ble da påvirket av fargebalansen og hvordan området rundt var i forhold til dette.
- Bildene i lysmikroskopet ble tatt ulike dager og fargebalansen kan derfor ha vært ulik. Samtidig ble også tellingen gjort over flere dager, hvilket også kan ha spilt inn på avgjørelsen av de vanskeligere områdene.

Kort sagt bør det ikke fokuseres på de eksakte prosentdelene av bainitt, men heller vurdere disse i forhold til hverandre.

I det første nivået ble det estimert andel bainitt og martensitt på begge prøvehalvdelen av prøve 15C. Det antas at denne andelen skal være lik ettersom det er estimering av mikrostrukturfordeling på begge sidene av ett brudd. De estimerte andelenene bainitt ga også likt resultat innenfor ett desimaltall, selv om det ble talt nærmere 2000 punkter på hver av halvdelene. Dette vitner om at tellingen ble gjort relativt konsistent.

Desverre ble ikke de første målingene gjort rett foran sprekkspissen. Dette ville gitt fordelingen av mikrostruktur langs bruddet rett ved initiering. Målingene ble istedet gjort fra omtrent en halv millimeter inn i sprøbruddene. I første nivå ble det estimert mer bainitt i prøve 15A enn i prøve 15C, som vist i Tab. 4.1.3, men i de to andre nivåene var det lik fordeling. Med andre ord er det ikke blitt vist noen markant forskjell i mikrostrukturen langs bruddkanten i forhold til høy eller lav CTOD-verdi. En viktig merknad er at ettersom acikulær ferritt og bainitt ble satt i samme bolke og talt som bainitt, er det ikke mulig å si noe om forholdet mellom disse mikrostrukturene langs bruddkantene. Det var ikke en så fremtredende forskjell i andel acikulær ferritt i de to prøvene at det ble lagt merke til i løpet av undersøkelsene. Det bør også nevnes at en slik detaljert estimering av fordeling av mikrostrukturer er veldig tidkrevende, det ble her talt til sammen 11450 punkter.

5.2 Bruddflater

Bruddflata langs sprekkspissen på hver av prøvene ble nøye studert for å identifisere alle mulige initieringspunkt. Antall initieringspunkt, beliggenheten deres og hvorvidt de har gitt mye bruddvekst ble studert for å undersøke hvorvidt det var noen sammenhenger mellom dette og prøvas sprøhet. Deretter ble de fire hovedprøvene etsa og initieringspunktene ble igjen undersøkt og avbildet. Dette ble gjort for å finne mer ut av hva slags mikrostruktur bruddinitieringene er skjedd i.

5.2.1 Undersøkelse av bruddflater

Det er ikke helt klart hvorvidt sprøbruddet er av typen kvasikløvning, kløvning eller eventuelt en blanding av begge. Bruddflatene har alle en blanding av fasetter og dimpler, men i ulik fordeling. Spesielt nær sprekkspissen er det mange områder og kanter med dimpler eller muligens avrivningskanter. Størsteparten av fasettene er kanskje mer veldefinerte enn forventet for kvasikløvning, men visse områder er ikke like tydelige. Ved noen av de mulige initieringspunktene er det ikke tydelig nok elvemønster til å fastslå eksakt det punktet der bruddet har initiert, men heller at det skjedde innenfor et lite, bestemt område.

Som vist i Tab. 4.2.1 ble det funnet omtrent dobbelt så mange mulige initieringspunkt i prøvene med avkjølingsforløp på 5 s som på de med avkjølingsforløp på 15 s og 22,5 s. I tidligere prosjektarbeid ble det funnet en dobling i antall initieringspunkt ved bøytemperatur på $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ i forhold til 0 og $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ i prøver med ICCG HAZ [2]. Dette ble tolket som en mulig endring fra duktilt til sprøtt materiale [2]. I denne masteroppgava ble alle prøvene bøytestet ved lik temperatur, men med ulik avkjølingsforløp og dermed ulik mikrostruktur. Forskjeller i mikrostruktur kan altså forklare endringen i antall initieringspunkt.

Det ble funnet over 20 mulige initieringspunkt på hver av prøvene 5A og 5C, men mange av disse lå svært nær hverandre. I tillegg var det mange initieringspunkt som var låst av duktil sprekkvekst. Fig. 4.2.4 viser tydelig fire initieringspunkt som ligger svært nær hverandre på prøve 5A, der de

fleste har gitt lite sprø bruddvekst ettersom de er låst av duktil sprekkvekst. I tillegg ga flere initieringspunkt svært begrenset vekst på grunn av sprø bruddvekst som var blitt initiert fra et annet punkt i nærheten. Det virker derfor som at disse mulige initieringspunktene på prøvene 5A og 5C ikke var avgjørende for initieringen av sprøbrudd. Det kan også tenkes at disse punktene er blitt dannet etter dannelsen av andre initieringspunkt og vekst fra disse. Bruddinitiering vil føre til endring i spenningsfordelingen og kan initiere brudd andre steder i prøva. En mulig forklaring på den store mengden initieringspunkt i prøvene 5A og 5C kan være at de første initieringene blir låst av duktil vekst ettersom disse prøvene har mye martensitt som er noe selvanløst. Når disse initieringspunktene ikke gir sprøbrudd, initieres brudd andre steder i prøvene. Dette fører dermed til totalt sett mange initieringspunkt.

Når det derimot gjelder prøvene 22A og 15A var disse de eneste prøvene med initiering opp fra sprekkspissen, hvilket er vist i Fig. 4.2.2. I tillegg var det denne beliggenheten flesteparten av disse prøvenes mulige initieringspunkter hadde. Denne typen initiering kan dermed være forbundet med sprøhet ettersom de eneste prøvene der dette ble observert har lave CTOD-verdier. Det kan diskuteres hvorvidt denne typen initiering og initiering fra duktilt område fra sprekkspiss er to sider av samme sak ettersom prøvene 15A og 22A har lave CTOD-verdier og dermed lite duktil sprekkvekst. Men de duktile områdene fra sprekkspiss varierte stort i størrelse og det var ikke en generelt jevn, duktil sprekkvekst inn i prøva. Det ble observert tunger av duktil bruddvekst fra sprekkspissen, særlig i prøvene 5A og 5C. Dette vises til høyre i Fig. 4.2.3a og i midten mot firkanten i Fig. 4.2.4a. I tillegg ble det ikke observert noen initiering opp fra sprekkspissen i prøve 5A til tross for at denne også har lav CTOD-verdi. Der det har vært en tunge av lokal duktil sprekkvekst inn i prøva som har gitt initieringspunkter lengre inne, og eventuelt med sprø sprekkvekst tilbake mot sprekkspiss, ligner det ikke så mye på initiering opp fra sprekkspiss. Men dersom det kun har vært litt eller jevn duktil sprekkvekst kan det eventuelt være lignende initiering opp fra sprekkspiss, men med større seighet. Det er med andre ord ikke helt tydelig hvor ulike disse initieringsbeliggenhetene er.

Videre kan det diskuteres hva betydningen av initiering foran sprekkspissen er i forhold til CTOD-verdi. I alle prøvene ble det observert initieringspunkt

foran sprekkspissen. Det ble observert mye sprø bruddvekst fra initieringspunkt med denne beliggenheten, hvilket tyder på at denne typen initiering kan ha store konsekvenser. Samtidig ble det funnet flest initieringspunkt av denne typen på prøvene 5C og 22C, som begge hadde en markant større andel av slike initieringspunkt enn prøvene 5A og 22A. Dette tyder derimot på at til tross for mye vekst når initieringen skjer foran sprekkspissen, er dette trolig ikke den typen initiering som oppstår med en gang. Imidlertid viser ikke andelene initieringspunkt foran sprekkspissen i prøvene 15A og 15C den samme trenden. Men ingen av disse har mange av denne typen initieringspunkt.

Det er ikke enkelt å fastslå hvilke initieringspunkt som har vært "hovedpunkt". Det som er mulig er derimot å vurdere hvorvidt et initieringspunkt har gitt mye eller lite sprekkvekst. Omkring halvparten av initieringspunktene på hver prøve ga bruddvekst, mens den andre halvparten av initieringspunktene ga lite vekst eller var låst. Prøvene 5A, 5C og 15C hadde litt i underkant av halvparten av initieringspunktene som ga vekst, mens prøvene 15A, 22A og 22C hadde litt i overkant av halvparten som ga vekst. Med andre ord hadde prøvene med tilsynelatende mest martensitt, prøvene 5A, 5C og 15C, færrest initieringspunkt som ga bruddvekst. På samme måte hadde prøvene med mest bainitt, prøvene 15A, 22A og 22C, flest initieringspunkt som ga bruddvekst. Det var som nevnt i avsnitt 5.1.2 ikke stor forskjell i mikrostruktur mellom prøvene 15A og 15C, men det så ut til å være noe mer bainitt i prøve 15A.

Av initieringspunktene som ga bruddvekst var det kun omtrent to eller tre som ga merkbart mye vekst i forhold til de andre på hver av prøvene. Det var ikke en entydig trend for beliggenheten til disse initieringspunktene. Det kan imidlertid nevnes at kun prøvene 5A og 22A hadde ikke initieringspunkt foran sprekkspissen som ga veldig mye vekst. I tillegg ble det observert at i prøvene 15A og 22A ga initiering opp fra sprekkspissen mye vekst, mens i prøvene 5A og 5B ga initiering fra duktilt område fra sprekkspissen mye vekst.

5.2.2 Etsing av bruddflater

Bruddflatene ble etsa for å finne mer ut om mikrostrukturen i initieringspunktene. Ved etsing kommer små partikler, som karbider, i mikrostrukturen til syne. Slike karbider tyder på bainittstruktur. Karbider som felles ut i martensitten i løpet av selvanløpingen vil trolig ha mye mindre størrelse. Noen av partiklene på bruddflatene som her er blitt antatt å være karbider kan i virkeligheten være små MA-faser. Skulle noen av dem derimot være MA-faser vil det ha relativt liten betydning for tolkningen av bruddets sprøhet. Alle de observerte karbidene var små; enten tynne og avlange eller små klumper. Ved bruk av nitalets vil hverken karbider eller MA-faser ta etsen like mye som ferritt og martensitt. De vil dermed komme til syne på overflaten og observeres som lyse partikler i SEM. Ettersom det var ensykel sveisesimulerte prøver som ble undersøkt, forventes de ikke å ha så mye og store MA-faser som i tosykel sveisesimulerte prøver. Alle disse partiklene antas i denne oppgava å være karbider.

Det ble observert karbider i 61 % av initieringspunktene, hvilket viser at initieringen kan være knyttet til disse. De klumpete karbidene kan også ha vært en del av lange karbider, men orienteringen deres kan få dem til å fremstå annerledes enn de avlange karbidene. Det er da heller ikke mulig å fastslå om karbidene stammer fra et område med bainitt eller acikulær ferritt. Det ble ikke tydelig observert initieringspunkt på grensa mellom to bainittpakker med ulik orientering, som vist i avsnitt 2.4.3, men det ble observert områder i nærheten av initieringspunkt med ulik orientering. Imidlertid var det tidvis vanskelig å tyde hvor karbidene var på grunn av ujevn ets.

Det ble oftere observert karbider i initieringspunkt i prøvene med avkjølingsforløp på 22,5 s enn 5 s. Det ble likevel observert karbider i 70 % av initieringspunktene til prøve 5A, mens for prøve 5C var den tilsvarende delen kun 29 %. Dette tyder på at selv om karbidene kan være knyttet til bruddinitiering, så er det ikke det eneste avgjørende. Men ettersom det ble observert karbider også i mange av initieringspunktene til prøvene 5A og 5C tyder dette på initiering i bainittstrukturen i disse prøvene. Disse funnene tyder på at bainittandelen i noen grad kan forklare sprøheten, men ikke i like stor grad som forventet utifra tolkningen av mikrostrukturen i

avsnitt 5.1.1.

I likhet med erfaring fra tidligere prosjektarbeid [2] etser ikke bruddflatene jevnt, men som vist i Fig. 2.4.3 kan nitalets likevel gi gode resultater. Det er viktig at bruddflata er så fersk som mulig slik at det ikke er blitt dannet så tykt oksidlag, men den vil fremdeles ikke være i nærheten av så fersk som nypolerte prøver er. Prøvene med avkjølingstider lik 5 s og 22,5 s ble bøytestet på samme tid, og ingen av dem hadde dermed ferskere bruddflate enn andre. Prøvene tok ikke etsen like jevnt; prøve 22A måtte etses litt lengre enn prøvene 5A og 5C til tross for at de var blitt etsa akkurat like mye de første rundene. Den siste prøva, prøve 22C, ble kun etsa i to omganger med litt lengre holdetid og var mye jevnere etsa. Det ble dermed mye enklere å studere den etsa bruddflata. Etsinga av den sistnevnte bruddprøva var klart mest vellykket av de fire.

Da det uvanlige initieringsområdet på prøve 22C som omtales i avsnitt 4.2.3 skulle avbildes etter etsing var det tydelig at det ikke hadde tatt etsen i det hele tatt. I fasettene ovenfor området ble det observert et klart skille; på oversida av dette skillet hadde etsen tydelig tatt, på nedsida hadde den ikke tatt noe. Annen erfaring med nitaletsing etter bruk av SEM har vist at kontaminasjonen fra bruk av SEM førte til at nitalets ikke fungerte [36]. For å kunne etse det studerte området måtte prøva plasmarenses før etsing. Disse erfaringene ble gjort i forbindelse med bruk av EBSD (Electron Back-Scatter Diffraction). Det ble også erfart at dersom det var utført ets uten plasmarens først, deretter plasmarens og så gjort et nytt etseforsøk, fungerte fremdeles ikke nitaletsen [36]. Det ble her tatt minst seks bilder i SEM av hvert mulige initieringspunkt før ets. Det er dermed sannsynlig at disse ville tatt etsen bedre og jevnere dersom det var blitt utført plasmarens først.

Ved bruk av nitalets på bruddflater bør det derfor brukes så ferske bruddflater som mulig og alltid brukes plasmarens før etsing dersom det er blitt brukt SEM. Det kan være lurt å se hvor lang tid en preparert prøva av samme stål bruker på å ta etsen, ettersom dette er avhengig av hvor ny etsen er. Bruddprøva bør derimot etses litt lengre enn den preparerte prøva før undersøkelse i SEM og eventuelt en ny etserunde.

5.2.3 Uvanlig initieringsområde

På prøve 22C ble det observert et uvanlig initieringsområde med en overflate som lignet på dimpler, men som også så flatere ut. EDS-undersøkelsene av fire punkt innenfor området og fire punkt i matriks rundt området viste ingen tydelig forskjell i kjemisk sammensetning, som vist i Tab. 4.2.3. Det er dermed trolig ikke oppsamling av legeringselement eller partikler i dette området.

Profilanalysene som ble gjort ved bruk av 3D-avbildning viste at delen av området som er lengst fra sprekspissen hadde en relativt jevn topografi. Delen av området nærmest sprekspissen hadde derimot lignende hakkete topografi som et område med vanlige dimpler. Dette viser at den delen av det uvanlige området som er nærmest sprekspissen, vist i Fig. 4.2.9b, har lignende profil som vanlige dimpler. Den delen av området som er lengst fra sprekspissen derimot har en flatere profil enn et område med vanlige dimpler.

Det er ikke klart hva slags mekanisme som har ført til et slikt område. Samtidig som området ser duktilt ut, har dette gått til brudd først og så initiert sprøbrudd i alle retninger fra området, som vist i Fig. 4.2.8.

5.3 Mulig MA-fase

I ICCG HAZ oppstår flere og større MA-faser enn i CG HAZ, og disse kan initiere til brudd, som forklart i avsnitt 2.2.3. I tidligere prosjektarbeid ble det flere ganger observert forhøyninger i initieringspunkt i prøver med ICCG HAZ [2]. Hypotesen var at dette var MA-faser og at en mulig initieringsmekanisme i dette sveisesimulerte stålet var dekohering av disse fra matriks. Det ble derimot ikke bevist at forhøyningene var MA-faser. Det ble utført EDS-undersøkelser av den største forhøyningen som ble funnet i et initieringspunkt. Prøva var sveisesimulert ICCG HAZ og var blitt trepunktsbøyd ved 0 °C. EDS-undersøkelsene viste ingen markant forskjell i kjemisk sammensetning i forhold til matriks, hvilket indikerte at det kunne være en MA-fase [2]. Det var dermed ønskelig å gjøre videre undersøkelser i denne masteroppgava. For å få en tydeligere kjemisk analyse, spesielt med tanke

på karboninnhold, ble forhøyningen undersøkt i mikrosonden. Bruddflater er ikke ideelt for mikrosonde heller på grunn av topografi, men det gir til en viss grad sammenligningsgrunnlag.

Som vist i Tab. 4.3.1 og 4.3.2 ga alle målingene som ble gjort på forhøyningen høyere karboninnhold enn i matriks. De første målingene viste en mer relativ forskjell i karboninnhold, mens de siste målingene viste mer mengdeforskjell ettersom analysene ble tatt med sammenligningsgrunnlag i basematerialet. Forskjellen i karboninnhold var imidlertid ikke så stor som forventet dersom forhøyningen var en MA-fase, men det var fremdeles konsekvent mer målt karbon i forhøyningen enn i matriks. Ettersom stålet var lavlegert var det veldig små mengder som skulle måles. Imidlertid ble det gjort mange analyser og alle viste relativt entydig at det var noe mer karbon i forhøyningen enn i matriks. Dette ga dermed fremdeles en indikasjon på at forhøyningen kunne være en MA-fase, men ikke en like sterk indikasjon som det kunne vært forventet å få.

En mulighet var at den eventuelle MA-fasen var så tynn at målingen ble gjort delvis i matriks under denne og dermed ikke oppnådde så stor forskjell i karboninnhold i forhold til matriks. Imidlertid viser Monte Carlo-simuleringen i Fig. 4.3.2 at røntgensignalet fra karbon kommer fra 140 nm dybde. Dette er så tynt at det er lite trolig av MA-fasen er tynnere enn det. I tillegg ble forhøyningen observert tydelig opp fra bruddflata, der den er blitt dratt ut av matriks ved brudd uten å falle av. Det antas derfor at hele forhøyningen er en mulig MA-fase, men dette er ikke bevist.

Etter mikrosondeundersøkelsene, ble forhøyningen forsøkt kuttet ut ved hjelp av FIB for å undersøke mikrostrukturen i TEM. Desverre var ikke prepareringen vellykket da prøvebiten ble mista da den skulle festes til en holder til TEM. Ettersom biten av prøva med forhøyningen er borte er det ikke mulig å bevise hvorvidt det faktisk var en MA-fase.

5.4 Videre arbeid

Ettersom det ikke er mulig å fastslå hvilke av de mulige initieringspunktene som er ”hovedpunkt”, kan det være smart å undersøke prøver som blir trepunktsbøyd et visst stykke, men stoppet etter AE-signal. Det var en slik

prøve som forfatteren undersøkte sommeren 2010 som ga bakgrunnen for prosjektoppgava og videre denne masteroppgava [2]. Slike prøver har et mye mindre område med sprøbrudd enn prøvene som ble studert her og det er dermed lettere å få en god oversikt og fastslå hvilke(t) initieringspunkt som har gitt den bruddveksten. Det vil også trolig være færre antall initieringspunkt totalt. Dette vil gi bedre kunnskap om de første initieringspunktene, og det kan være interessant å sammenligne det med resultatene i denne oppgava.

Det er blitt gjort flere erfaringer ved bruk av nitalets på bruddflater. Imidlertid viser ikke nitalets forskjell på MA-faser og karbider. Det kan derfor være av interesse å teste ut ulike etseteknikker. Dette kan være spesielt viktig på sveisesimulerte prøver med ICCG HAZ ettersom de forventes å få flere og større MA-faser enn prøver med CG HAZ.

Det har ikke vært mulig å fastslå hva som er årsaken til det uvanlige initieringsområdet som ble observert på prøve 22C. Det er ikke kjent om andre typer ets klarer å etse et kontaminert område. Dersom det blir funnet en ets som får fram strukturen til tross for kontaminasjonen, kan det gi videre informasjon om mikrostrukturen i dette området.

Det var utfordringer knyttet til å kutte ut mulige MA-faser ved bruk av FIB for å undersøke dem i TEM. Dette er imidlertid en teknikk som er verdt å forsøke videre, men vel vitende om mulighetene for at det ikke blir vellykket. Ettersom det siste forsøket som nevnt ikke ble ferdig i løpet av arbeidet med denne masteroppgava, bør dette fullføres. Dersom prepareringen er vellykket vil det være interessant å studere den mulige MA-fasen i TEM. I tillegg var det en tydelig forhøyning i initieringspunktet til den stoppede bøyeprovå forfatteren undersøkte sommeren 2010 som kan være interessant å kutte ut med FIB og undersøke i TEM [2].

Kapittel 6

Konklusjon

Denne diplomoppgava har studert initiering av sprøbrudd i sveisesimulert stål til arktiske applikasjoner. Det er blitt studert mikrostrukturen og bruddflatene til sveisesimulerte prøver med maksimaltemperatur $T_p = 1350$ °C og ulike avkjølingstider. I tillegg er det gjort videre undersøkelser av en mulig MA-fase funnet i et initieringspunkt i en prøve med ICCG HAZ. Følgende hovedkonklusjon kan trekkes:

- Det var i utgangspunktet forventet at andelen bainitt i prøva ville ha god forklarings effekt på graden av sprøbrudd. Det ble funnet at økt andel bainitt kan henge sammen med økt grad av sprøbrudd, men sammenhengen er ikke så klar som forventet og det var mange observasjoner som svekket styrken i sammenhengen.

Følgende delkonklusjoner kan trekkes:

- Det ble funnet dobbelt så mange initieringspunkt i prøvene med avkjølingstid $\Delta\tau_{8/5} = 5$ s enn ved $\Delta\tau_{8/5} = 15$ s og $\Delta\tau_{8/5} = 22,5$ s. Imidlertid lå mange av disse veldig nær hverandre og mange var låst av duktil bruddvekst.
- Det var ingen klar tendens til hva slags beliggenhet initieringspunktene hadde i forhold til prøvenes mikrostruktur eller CTOD-verdi. På alle prøvene ble det observert initiering foran sprekkspiss. Denne typen

initiering ga mest sprø bruddvekst, bortsett fra i prøvene med lav CTOD-verdi og avkjølingstider 5 og 22,5 s .

- Initiering rett opp fra sprekkspiss ble kun funnet i prøvene med lav CTOD-verdi og avkjølingstid lik 15 s og 22,5 s. Dette kan være samme mekanisme som der det er initiering fra duktilt område fra sprekkspissen, men at dette ikke fremkommer likt på grunn av lite duktil sprekkspiss.
- Det ble funnet karbider i eller rett ved 61 % av initieringspunktene, hvilket viser at initieringen kan være knyttet til disse partiklene. Det tyder videre på initiering i bainittstrukturen.
- Flere av initieringspunktene til prøvene med avkjølingstid lik 22,5 s enn ved avkjølingstid lik 5 s inneholdt karbider.
- Prøvene med avkjølingstid lik 5 s inneholdt ikke bare martensitt, men også en del bainitt. Det var forventet at disse prøvene skulle få høyest CTOD-verdier, men det var ikke tilfellet. Initiering i bainittstrukturen kan være grunnen til de lave CTOD-verdiene.
- Det ble ikke funnet noen markant forskjell i fordeling av mikrostruktur langs bruddkant i forhold til høy eller lav CTOD-verdi. Estimeringene ble gjort med 11450 målepunkter over tre nivå i to prøver med avkjølingstid 15 s, altså CG HAZ.
- Mikrosondeundersøkelser indikerte at forhøyningen som ble funnet i et initieringspunkt kunne være en MA-fase.

Bibliografi

- [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 Sorensen, Marilyn E. Tennyson, Zenon C. Valin og Craig J. Wandrey. Assessment of undiscovered oil and gas in the arctic. *Science (Washington, DC, U. S.)*, 324(Copyright (C) 2010 American Chemical Society (ACS). All Rights Reserved.):1175–1179, 2009. CAPLUS AN 2009:645114(Journal).
- [2] Trine Viveke Salvesen. *Initiering av kvasikløvningsbrudd i sveisesimulert arktisk stål*. Prosjektoppgave, 2010.
- [3] J.K. Solberg. *Teknologiske metaller og legeringer*. Institutt for materialteknologi, NTNU, 2008.
- [4] Donald R. Askeland. *The science and engineering of materials*. Thomson, Toronto, Ont., 2006. 1 CD-ROM (12 cm) i lomme 5th ed.
- [5] A. Lambert-Perlade, A. F. Gourgues, J. Besson, T. Sturel og A. Pineau. Mechanisms and Modeling of Cleavage Fracture in Simulated Heat-Affected Zone Microstructures of High-Strength Low Alloy Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35A(March):1039–1053, 2004.
- [6] K. Ohya, J. Kim, K. Yokoyama og M. Nagumo. Microstructures relevant to brittle fracture initiation at the heat-affected zone of weldment of a low carbon steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27A(September):2574–2582, 1996.

- [7] O.M. Akselsen, Ø. Grong og J.K. Solberg. Structure-property relationships in intercritical heat affected zone of low-carbon microalloyed steels. *Materials Science and Technology*, 3:649–655, 1987.
- [8] K. E. Easterling. *Introduction to the physical metallurgy of welding*. Butterworth-Heinemann, Oxford, 1992. 2nd ed.
- [9] H. Bhadeshia. Part IB Materials Science and Metallurgy, Course A: Metals and Alloys: AP3, Hardenability of Steel, 2000. Department of Materials Science & Metallurgy, University of Cambridge. Besøkt: 10.juni 2011, <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2000/practicals/AP3/AP3.html>.
- [10] S.R. Honeycombe og H.K.D.H. Bhadeshia. *Steels, Microstructure and Properties*. Elsevier Ltd., third edition utgave, 2006.
- [11] H. Ikawa, H. Oshige og T. Tanoue. Effect of Martensite-Austenite Constituent on HAZ Toughness of a High Strength Steel. *Transactions of Japan Welding Society*, 2(2):87–96, 1980.
- [12] E. Bonnevie, G. Ferriere, A. Ikhlef, D. Kaplan og J. M. Orain. Morphological aspects of martensite-austenite constituents in intercritical and coarse grain heat affected zones of structural steels. *Mater. Sci. Eng., A*, A385(Copyright (C) 2010 American Chemical Society (ACS). All Rights Reserved.):352–358, 2004. CAPLUS AN 2004:836288(Journal).
- [13] O.M. Akselsen, J.K. Solberg og Ø. Grong. Effects of martensite-austenite (M-A) islands on intercritical heat-affected zone toughness of low carbon microalloyed steels. *Scandinavian Journal of Metallurgy*, 17:194–200, 1988.
- [14] S. Moenifar, A. H. Kokabi og Hosseini H. R. Madaah. Influence of peak temperature during simulation and real thermal cycles on microstructure and fracture properties of the reheated zones. *Mater. Des.*, 31(Copyright (C) 2010 American Chemical Society (ACS). All Rights Reserved.):2948–2955, 2010. CAPLUS AN 2010:263317(Journal).
- [15] George E. Dieter og David Bacon. *Mechanical metallurgy*. McGraw-Hill, London, 1988. SI metric ed.

- [16] V. J. Colangelo og F. A. Heiser. *Analysis of metallurgical failures*. Wiley, New York, 1987. 2nd ed.
- [17] Victor Y. Milman, Nadia A. Stelmashenko og Raphael Blumenfeld. Fracture surfaces: A critical review of fractal studies and a novel morphological analysis of scanning tunneling microscopy measurements. *Progress in Materials Science*, 38:425–474, 1994.
- [18] American Society for Metals. *Metals Handbook*, bind 19 av *Fatigue and Fracture*. 10. utgave, 1996.
- [19] T. L. Anderson. *Fracture mechanics: fundamentals and applications*. Taylor Francis, Boca Raton, Fla., 2005. 1. utg. 1991 3rd ed.
- [20] Hani M . Tawancy, Anwar Ul-Hamid og Nureddin M . Abbas. Metallurgical aspects of fracture and fractography. I *Practical Engineering Failure Analysis*, Dekker Mechanical Engineering, side 397–412. CRC Press, 2004. doi:10.1201/9780203026298.ch10.
- [21] American Society for Metals. *Metals Handbook*, bind 8 av *Metallography, Structures and Phase Diagrams*. 8. utgave, 1973.
- [22] A. Abdollah-Zadeh, A. Salemi og H. Assadi. Mechanical behavior of CrMo steel with tempered martensite and ferrite-bainite-martensite microstructure. *Materials Science and Engineering: A*, 483-484:325–328, 2008.
- [23] A. Salemi, A. Abdollah-Zadeh, M. Mirzaei og H. Assadi. A study on fracture properties of multiphase microstructures of a CrMo steel. *Materials Science and Engineering: A*, 492(1-2):45–48, 2008.
- [24] P. Hausild, C. Berdin og P. Bompard. Prediction of cleavage fracture for a low-alloy steel in the ductile-to-brittle transition temperature range. *Materials Science and Engineering A*, 391(1-2):188–197, 2005.
- [25] American Society for Metals. *Metals Handbook*, bind 12 av *Fractography*. 9. utgave, 1978.
- [26] A. Venugopal Reddy. Fracture feature analysis. I *Investigation of Aeronautical and Engineering Component Failures*. CRC Press, 2004. doi:10.1201/9780203492093.ch3.

- [27] R. H. Dauskardt, F. Haubensak og R. O. Ritchie. On the interpretation of the fractal character of fracture surfaces. *Acta Metallurgica et Materialia*, 38(2):143–159, 1990.
- [28] C. Beachem. Orientation of cleavage facets in tempered martensite (quasi-cleavage) by single surface trace analysis. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 4(8):1999–2000, 1973.
- [29] American Society for Metals. *Metals Handbook*, bind 9 av *Fractography and atlas of fractographs*. 8. utgave, 1974.
- [30] G. R. Odette. On the ductile to brittle transition in martensitic stainless steels - mechanisms, models and structural implications. *Journal of Nuclear Materials*, (212-215):45–51, 1994.
- [31] W. Soboyejo. Mechanisms of fracture. I *Mechanical Properties of Engineered Materials*. CRC Press, 2002. doi:10.1201/9780203910399.ch12.
- [32] H. C. Burghard Jr. og N. S. Stoloff. Cleavage phenomena and topographic features. I *Electron Fractography*. American Society for Testing and Materials, 1968.
- [33] Gene Mathers. Job knowledge: CTOD testing, 2005. Besøkt: 11. desember 2010, <http://www.twi.co.uk/content/jk76.html>.
- [34] Nippon Steel. Inspection certificate. 7.11.2008.
- [35] M. Raanes. Monte Carlo-simulering. NTNU. Personlig kommunikasjon. Trondheim, 29.03.2011.
- [36] Olav Kigen Bjering. *In situ EBSD-karakterisering av sprekkvekst i et HSLA-stål ved -60 °C*. Masteroppgave, 2010.