

# Effekt av sigma fase i super duplex rustfritt stål (SDSS) studert ved in situ kaldstrekning i SEM

**Runar Larsen Broks**

Materialteknologi

Innlevert: desember 2017

Hovedveileder: Jarle Hjelen, IMA

Medveileder: Ida Westermann, IMA  
Morten Karlsen, IMA  
Christian Oen Paulsen, IMA

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet  
Institutt for materialteknologi



**Runar Broks**

**Effekt av sigma fase i super duplex  
rustfritt stål (SDSS) studert ved in  
situ kaldstrekning i SEM**

Masteroppgave ved Fakultet for naturvitenskap

Trondheim, 22.12.2017

Hovedveileder: Jarle Hjelen, NTNU

Biveileder: Ida Westermann, NTNU

Biveileder: Morten Karlsen, NTNU/Statoil

Norges Teknisk-Naturvitenskapelige Universitet

Fakultet for naturvitenskap

Institutt for materialteknologi



**NTNU**

Norges teknisk-  
naturvitenskapelige  
universitet

# Sammendrag

Denne masteroppgaven har tatt for seg undersøkelser av super duplex rustfritt stål ved bruk av elektronmikroskopi i kombinasjon med diffraksjon av tilbakespredte elektroner (Electron Backscatter Diffraction – EBSD).

Målet med oppgaven var å bruke EBSD-teknikken i kombinasjon med in situ deformasjon og en spesiallaget kaldfinger for å kunne studere materialet og dets deformasjoner ved lave temperaturer. Det ble gjort undersøkelser in situ ved romtemperatur og ved  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Materialet som ble bruk var SDSS 2507 (UNS S32750).

Super duplex rustfritt stål er av spesiell interesse da dette er et metall med svært positive mekaniske egenskaper som god styrke og seighet, god korrosjonsmotstand og samtidig koster det relativt lite å produsere. SDSS er derfor utstrakt brukt i for eksempel olje og gass industrien, noe som gjør at forskning på hvordan dette materialet oppfører seg ved varmebehandling (for eksempel ved sveising) er av stor interesse.

Varmebehandling av materialet kan danne intermetalliske faser som for eksempel sigmafase. Denne oppgaven vil vise at slike sigmafaser vil redusere de gode mekaniske egenskapene til materialet og gjøre at dette både sprekker og bryter. Oppgaven tar også for seg hvordan slik sigmafase i SDSS påvirker materialet i ved henholdsvis romtemperatur og ved  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Det var forventet at de mekaniske egenskapene til materialet ville bli ytterligere forringet når utsatt for kulde, men forsøkene vil vise at dette bare er til dels tilfelle.

Slippbånd og sprekkdannelse er noe som forekommer ofte i sigmafasen. Flere slippbånd ble funnet i sigmafasen, men det ble også funnet slippbånd i ferritten av stålet. Sprekkdannelsen og sprekker ble undersøkt under in situ strekktesten og etter deformasjonen av prøven. Bruddene i stålet er av det sprø slaget og propagerer vinkelrett ved strekkretningen.

# Abstract

This master's thesis has examined experiments of super duplex stainless steel using electron microscopy in combination with Electron Backscatter Diffraction (EBSD).

The aim of the assignment was to use the EBSD technique in combination with in situ deformation and a custom made cold-finger to study the material and its deformations at low temperatures. In situ studies were carried out at room temperature and at  $-40^{\circ}\text{C}$ . The material used was SDSS 2507 (UNS S32750).

Super duplex stainless steel is of particular interest as this is a metal with very positive mechanical properties, like good strength and toughness, good corrosion resistance and at the same time it is very cost efficient. SDSS is therefore extensively used in, for example, the oil and gas industry, which dictates that research on how this material behaves in heat treatment (for example by welding) is of great interest.

Heat treatment of the material can form intermetallic phases such as sigma phase. This thesis will show that such sigma phases will reduce the positive mechanical properties of the material and make it both crack and break. The thesis also highlights how such sigma phase in SDSS affects the material at room temperature and at  $-40^{\circ}\text{C}$ , respectively. It was expected that the mechanical properties of the material would be further deteriorated when exposed to cold conditions, but the results from the experiments will show that this is only partly the case.

Slip and cracks are incidents that often occur in the sigma phase. Several slip lines were found in the sigma phase, but slips were also found in the ferrite of the steel. The crack formation and the cracks were examined during the in situ tensile test and after deformation of the sample. The fractures in the steel are brittle and propagate perpendicular to the tensile direction.

# Forord

Denne masteroppgaven tilhørende eksperiment er utført ved Institutt for Materialteknologi ved Norges teknisk – naturvitenskapelige universitet i Trondheim (NTNU). Oppgaven er skrevet ved fakultet for naturvitenskap og institutt for materialteknologi.

Masteroppgaven er et eksperiment og studie av effekten av mengde sigmafase på de mekaniske egenskapene til super duplex rustfritt stål ved romtemperatur og  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Forfatteren av denne oppgaven håper dette arbeidet kan bidra positivt innen faget materialteknologi.

I gjennomføringen av mitt arbeid har jeg nytt godt av hjelp fra flere hold. Først og fremst ønsker jeg å takke mine veiledere Jarle Hjelen, Ida Westermann og Morten Karlsen for et utstrakt samarbeid og for bestandig å ha vært tilgjengelige når jeg trengte nyttige innspill. Uten deres imøtekommenhet og veiledning hadde ikke denne oppgaven vært gjennomførbart.

Mange takk går også til Doktorgrad-kandidat Christian Oen Paulsen for godt samarbeid og god veiledning med in situ eksperimentene og in situ utstyret.

Trondheim, Desember 2017

Runar Broks

# Innholdsfortegnelse

<b>1</b>	<b>Innledning</b> .....	<b>8</b>
<b>2</b>	<b>Teori</b> .....	<b>9</b>
2.1	Super duplex stainless steel (SDSS) .....	9
2.2	Sigmafasen .....	11
2.3	Mekaniske egenskaper .....	12
2.4	Electron Backscatter Diffraction (EBSD).....	14
2.5	Scanning Electron Microscope (SEM) .....	17
2.6	Prøvepreparering .....	20
<b>3</b>	<b>Ekperimentelt</b> .....	<b>21</b>
3.1	Super duplex stainless steel .....	21
3.2	Prøvepreparering .....	21
3.3	SEM parametere .....	23
3.4	EBSD parametere .....	24
3.5	Strekkprøving.....	27
3.6	in situ eksperiment.....	28
3.7	Kaldfinger .....	30
<b>4</b>	<b>Resultater</b> .....	<b>32</b>
4.1	Strekkprøver .....	32
4.2	SEM og EBSD .....	33
4.3	Varmebehandling og materialet .....	44
<b>5</b>	<b>Diskusjon</b> .....	<b>45</b>
5.1	Varmebehandling.....	45
5.2	In situ strekktest .....	46
5.3	Feilkilder .....	48
<b>6</b>	<b>Konklusjon</b> .....	<b>50</b>
	<b>Kilder og litteratur</b> .....	<b>51</b>
	<b>Vedlegg A – Manual - NORDIF extraction software</b> .....	<b>54</b>

# Figurliste

Figur 1 – Temperatur-Tid-Transformasjon (TTT)-diagram for SDSS [6].....	10
Figur 2 - Formasjon av sigmafase ved fasegrensen mellom ferritt og austenitt [7].....	11
Figur 3 - Diffusjonsretningen til legeringselementer ved formasjon av sigmafase [7].....	12
Figur 4 – Eksempel på strekktest .....	12
Figur 5 - Kantdislokasjon med forflyttet dislokasjonsslinje i (b) og (c) [8] .....	13
Figur 6 – Skruedislokasjon [8] .....	13
Figur 7 - FCC krystallstruktur med {111} plan i (a) og mulige slip-system i (b).....	14
Figur 8 - Skjematisk oppsett av EBSD.....	15
Figur 9 – Hvordan Kikuchi-båndene er relatert til det diffrakterte krystallplanet .....	16
Figur 10 - Omregning av Hough-transformasjonen.....	18
Figur 11 – Prøvepreparering .....	20
Figur 12 - Strekkstav som ble brukt til forsøkene .....	22
Figur 13 - Zeiss Gemini Ultra .....	24
Figur 14 - Skjerm bilde av hvor interesseområdet er merket med rød firkant .....	26
Figur 15 - (a) Bakgrunnsbilde og diffraksjonsbilde (b) uten og (c) med bakgrunnskorreksjon (subtraksjon).....	26
Figur 16 - Strekktestmaskinen som ble brukt.....	27
Figur 17 - Bilde av en prøve som har blitt strukket .....	28
Figur 18 - Strekkbordet som ble brukt under in situ .....	29
Figur 19 - Termoelement og kaldfinger montert på prøven.....	30
Figur 20 - Nitrogenbeholder montert til mikroskopet.....	31
Figur 21 – Strekkurve for de ulike prøvene testet. Disse er hentet fra strekkmaskinen vist i Figur 16. ....	32
Figur 22 – IPF av mikrostruktur uten sigmafase tilstede. Strukket ved romtemperatur. ....	34
Figur 23 – IPF av mikrostruktur uten sigmafase tilstede. Strukket ved ca -40°C.....	34
Figur 24 – IPF av mikrostruktur med 5% sigmafase tilstede. Strukket ved romtemperatur...	35
Figur 25 – IPF av mikrostruktur med 5% sigmafase tilstede. Strukket ved ca -40°C. ....	36
Figur 26 – Misorienteringsprofilene til kornene merket i IPF-kartene. ....	36
Figur 27 – Misorienteringsprofilene ved romtemperatur og ca -40°C.....	37
Figur 28 - SEM bilde som viser slippbånd etter 6% strekk .....	38
Figur 29 – IQ + fase-kart ved romtemperatur. ....	39
Figur 30 – IQ+fase-kart ved -40°C. ....	39
Figur 31 – SEM-bilde og IQ + fasekart.....	40
Figur 32 - IQ bilde av mikrostrukturer med 5% sigma. Bilde til venstre er uten deformasjon. Bilde til høyre har blitt strukket 10%. ....	41
Figur 33 - Sprekkdannelse gjennom sigmafasen.....	41
Figur 34 – Bruddflater for prøver med 0% (a), 3% (b) og 5% (c) sigmafase tilstede.....	42
Figur 35 - Forstørret bilde til 5% sigma ved romtemperatur .....	43
Figur 36 - Forstørret bilde til 5% sigma ved -40°C.....	43
Figur 37 – Mikrostrukturene i forskjellige retninger i materiale .....	44



## Tabell-liste

Tabell 1 - Den kjemiske sammensetningen for SDSS 2507 .....	21
Tabell 2 - Oversikt over parameterne for elektropolering.....	22
Tabell 3 - Kjemikalier og mengder brukt i A2 elektrolytten.....	23
Tabell 4 - Oversikt over innstillinger i SEM undersøkelsen.....	23
Tabell 5 - Oversikt over innstillingene brukt under ESBD .....	25

## Lignings-liste

Ligning 1 - PREN ligningen.....	9
Ligning 2 – Strålestrøm.....	15
Ligning 3 - Bragg`s lov .....	15
Ligning 4 - $\rho$ -verdi formel.....	18
Ligning 5 – CI.....	19

# 1 Innledning

Super duplex rustfritt stål (SDSS) er et materiale som har en svært god sammensetning av mekaniske egenskaper, har god korrosjonsmotstand og samtidig koster relativt lite å produsere.

På grunn av disse egenskapene er dette materiale som skapt for bruk i harde miljøer. Dette materialet ble utviklet nettopp for å kunne brukes i miljøer som man finner i for eksempel Nordsjøen. SDSS har videre et vidt bruksspekter, og kan brukes i både subsea, rør, og arkitektur som trenger høy korrosjonsmotstand med god styrke [1].

Olje og gass-sektoren har utvidet sitt territorium de senere årene, og de arktiske områdene har blitt et populært mål for oljeselskaper verden over. For å kunne bedrive oljevirkosomhet i disse områdene så må materialene som brukes være godt herdet. Konstruksjonene som skal være der må tåle ekstreme klimatiske forhold hvor is, snø og temperaturer ned mot  $-60^{\circ}\text{C}$  er noen av utfordringene [2]. Det er estimert at så mye som 25% av verdens uoppdagede forekomster av olje og gass befinner seg i nettopp disse områdene.

SDSS er et materiale som kan operere ved lave temperaturer i et hardt miljø som Nordsjøen. Det er derfor av interesse å undersøke hvordan denne typen materiale vil oppføre seg ved lave temperaturer, spesielt med tanke på forskjellen det er på vanlig romtemperatur og kulde. Ved varmebehandling og sveising kan det produseres intermetalliske faser i materialet, som for eksempel sigmafase. Disse fasene endrer de mekaniske egenskapene og deformasjonsadferden til materialet, og det er nettopp disse fasene man ønsker å unngå.

Diffraksjon av tilbakespredte elektroner (EBSD) er ansett som et viktig verktøy for å undersøke mikrostrukturen til materialer. Teknikken gir blant annet informasjon om fasefordeling, krystallorientering og korngrenser [3]. I denne oppgaven blir EBSD-teknikken blant annet brukt i kombinasjon med in situ deformasjon og en spesiell kaldfinger for å kunne studere materialer ved lave temperaturer. Resultatet kan deretter sammenlignes med eksakt samme undersøkelser gjort ved romtemperatur.

Formålet med denne oppgaven er å karakterisere SDSS som inneholder sigmafase og se på materialets deformasjonsadferd. Hovedfokus er på in situ strekktester både med og uten kaldfinger for å studere effekten mengde sigmafase har på de mekaniske egenskapene til SDSS 2507 (UNS S32750).

## 2 Teori

I dette kapittelet vil relevant teori for oppgaven og resultatene bli belyst. Her vil blant annet super duplex stainless steel, sigmafase, materialets mekaniske egenskaper, Electron Backscatter Diffraction (EBSD), Scanning Electron Microscope (SEM) og prøvepreparering bli forklart i mer detalj.

### 2.1 Super duplex stainless steel (SDSS)

Duplex rustfritt stål (DSS) og super duplex rustfritt stål (SDSS) er høylegert stål utviklet for å kombinere høy korrosjonsmotstand, styrke og seighet. Disse materialeegenskapene kommer fra en mikrostruktur som inneholder tilnærmet like mengder austenitt( $\gamma$ ) og ferritt( $\alpha$ ). Ferritt gir materialet styrke, mens austenitt øker materialets duktilitet. Et resultat ved bruk av SDSS er reduksjon i mengde materiale, noe som bidrar til vekt og kostnadsreduksjoner. Egenskapene i SDSS fører dermed til at materialet er et godt valg når det kommer til olje – og gassindustrien [1], hvor reduksjon av vekt er et sentralt tema.

Videre er legeringselementene viktige i SDSS. Krom fremhever korrosjonsmotstanden til rustfritt stål, og for å forhindre atmosfærisk korrosjon er det nødvendig med minst 10,5 vekt% Cr. I SDSS er det krav om minimum 20 vekt% Cr. Krom endrer også fasebalansen i stålet ved å være en ferrittstabilisator som fremmer dannelsen av kubisk romsentrert (BCC) struktur. Videre, ved å tilsette nikkel i stålet blir det også en austenittstabilisator som danner kubisk flatesentrert FCC [1].

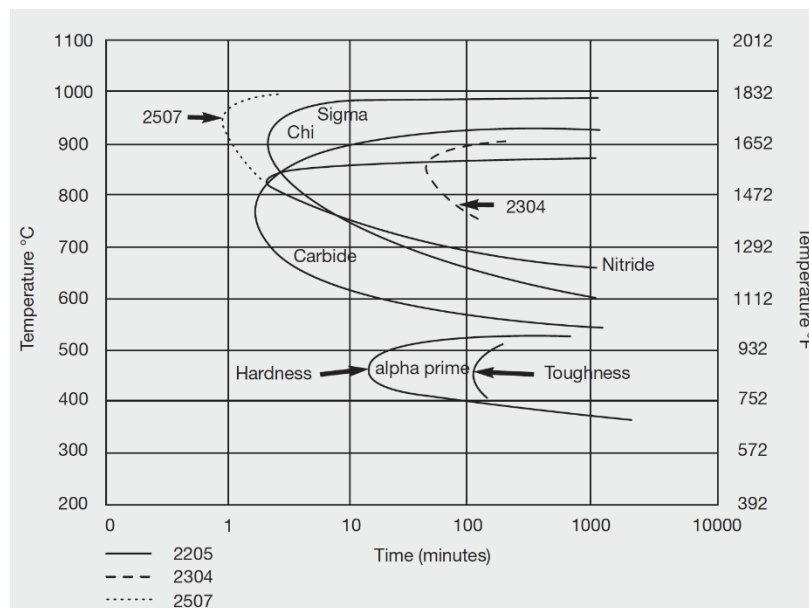
Pitting resistance equivalent number (PREN) er en målingsenhet for hvor motstandsdyktig stålet er for gropkorrosjon. Nedenfor er ligningen for PREN (Ligning 1). Ved høyere PREN nummer har stålet høyere motstand mot gropkorrosjon. Dersom det tilføres krom, blir det vanskeligere for stålet å korrodere. Ligningen viser at molybden er tre ganger så effektiv som krom for å beskytte stålet i høykloridmiljø. Molybden og krom er ferrittstabilisatorer som fremprovoserer ferritt i  $\gamma$ -området.

$$\text{PREN (Pitting Resistance Equivalent Number)} = \%Cr + 3.3\% \times Mo + 16\% \times N \text{ [4]}$$

*Ligning 1 - PREN ligningen*

Et billigere legeringselement er nitrogen, som promoterer austenitt ved å ekspandere  $\gamma$ -området. Derfor er ofte små mengder nitrogen tilført materialet. Som et resultat av dette forhindrer man grop – og spaltkorrosjon, og det er en av de mest effektive måtene å påvirke materialet på. Nikkel øker hardheten til materialet.

Den enkleste og hurtigste måten for å oppnå duplex strukturen til et materiale er ved termomekanisk kontrollert behandling (TCMP). TTT-diagrammet i Figur 1 under illustrerer ulike typer intermetalliske faser som dannes ved forskjellige temperaturer og tider. De intermetalliske fasene kan endre eller ødelegge de mekaniske egenskapene til et materiale og redusere korrosjonsmotstanden [5].

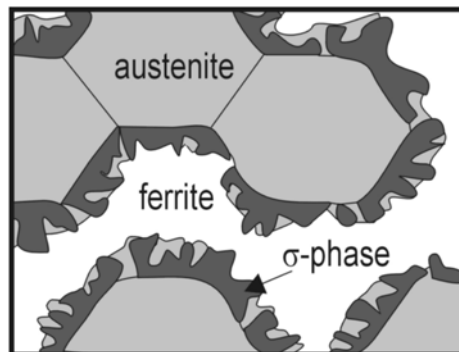


Figur 1 – Temperatur-Tid-Transformasjon (TTT)-diagram for SDSS [6]

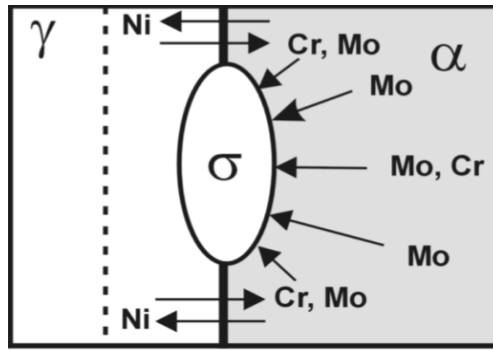
## 2.2 Sigmafasen

Varmebehandling i området mellom 600-900 °C skaper en formasjon av jern -, krom - og molybdenrike intermetalliske faser. Én av disse fasene er sigmafasen, som kan finnes igjen i Figur 1 over. Sigmafasen er en utfelling som fører til at egenskapene til materialet endres. Selve sigmafasen inneholder mye krom og molybden, men samtidig så reduseres mengden krom og molybden i nærliggende områder, noe som gjør at korrosjonsmotstanden til materialet totalt sett reduseres [1]. Som nevnt over gir krom generell korrosjonsbeskyttelse, og molybden gir beskyttelse mot lokal korrosjon. Når et område får redusert innhold av disse, blir det lettere utsatt for korrosjonsskader. Den intermetalliske fasen øker også hardheten til materialet, og dette fører samtidig til at materialet blir sprøtt og mindre seigt [1].

Dannelsen av sigmafase i mikrostrukturen er illustrert i Figur 2 under [6]. Sigmafasen dannes i korn grensen mellom ferritt og austenitt. Til å begynne med vokser formasjonen av sigmafasen fra områder i ferritten med høy Cr-konsentrasjon, og mens sigmafasen vokser seg videre inn i ferritten, etterlater den seg områder med redusert krom - og molybdeninnhold som vist i Figur 3 under [7].



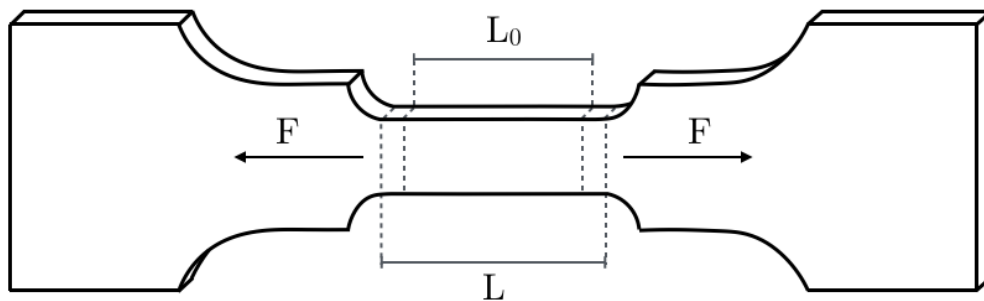
*Figur 2 - Formasjon av sigmafase ved fasegrensen mellom ferritt og austenitt [7]*



Figur 3 - Diffusjonsretningen til legeringselementer ved formasjon av sigmafase [7]

## 2.3 Mekaniske egenskaper

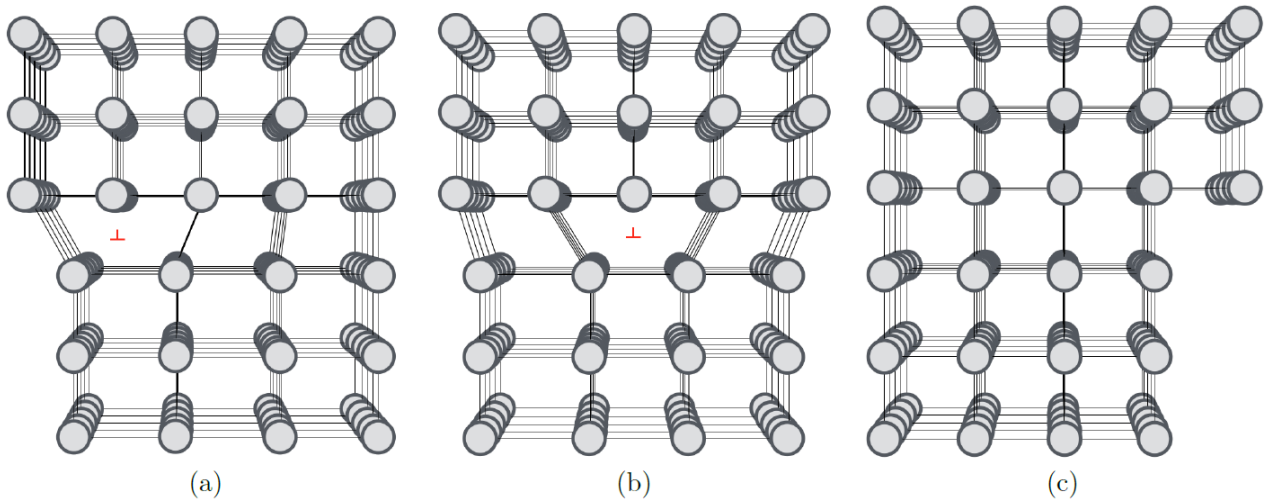
Stålets mekaniske egenskaper er veldig viktig når man skal velge stål til riktig bruk. Man kan avgjøre hvilke egenskaper stålet har ved å teste det i simulerte situasjoner, for eksempel ved bruk av en strekktest. En typisk strekktest påfører en lik strekkraft på hver side av en materialprøve helt til brudd – se Figur 4 under. En slik test kan avsløre mekaniske egenskaper som strekkkraft, forlengelse av brudd og reduksjon i areal [8].



Figur 4 – Eksempel på strekktest

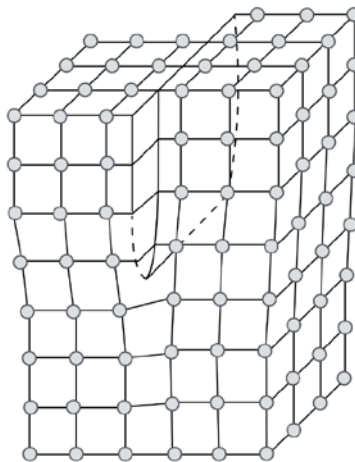
En viktig faktor som oppstår ved dislokasjon / strekking heter «slip», og leder til plastiske deformasjoner eller defekter på materialet. Vanligvis er det to typer dislokasjoner som oppstår, nemlig kant – og skruedislokasjoner. I Figur 5 og 6 under er dette illustrert.

Som illustrert i Figur 5 får kant-dislokasjoner et ekstra halv-plan i krystallet – disse er merket med  $\perp$  som viser posisjonen til dislokasjonslinjen. Når materialet utsettes for krefter vil dislokasjonslinjen flytte seg, og defekter i materialet vil oppstå [8].



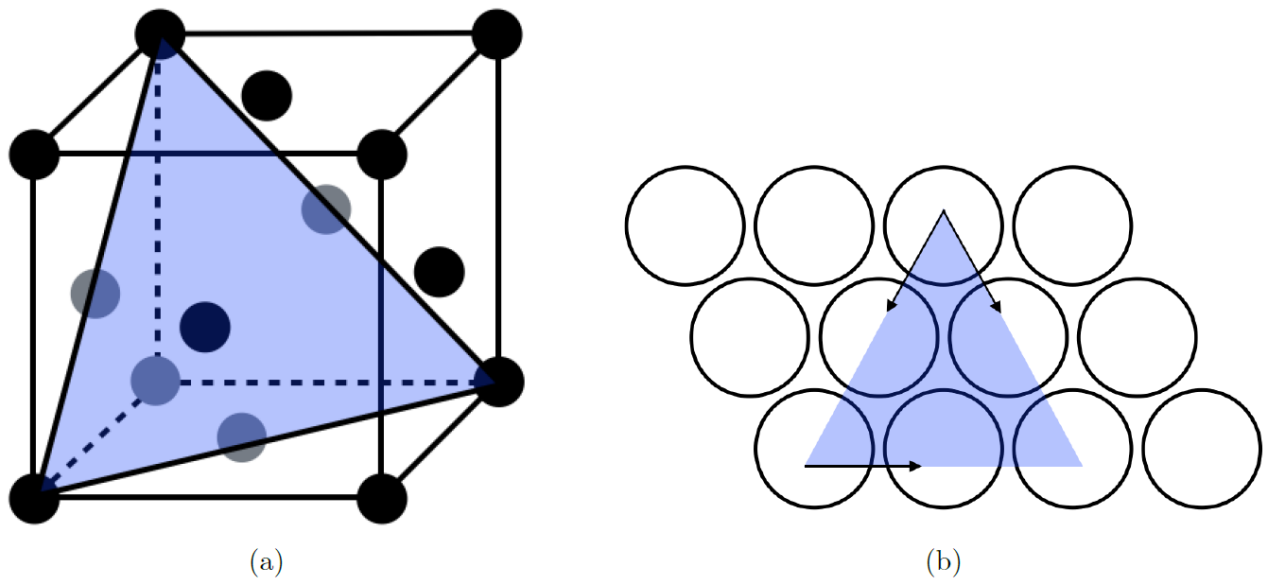
*Figur 5 - Kantdislokasjon med forflyttet dislokasjonslinje i (b) og (c) [8]*

Som illustrert i Figur 6 har skruedislokasjoner mange likhetstrekk med kantdislokasjoner, men for førstnevnte så vil dislokasjonslinjen forflytte seg vinkelrett på retningen til den påførte kraften. Ved kant-dislokasjoner forflytter dislokasjonslinjen seg i samme retning som kraften. I skru-dislokasjoner er forvrengningen en atomisk distanse i forhold til slip-planet [9].



*Figur 6 – Skruedislokasjon [8]*

Forskjellige krystallstrukturer har forskjellige slip-system inkludert slip-plan og slip-retninger. Et slip-plan er det planet hvor atomene er tettest samlet. Slip-retningen er retningen i slip-planet hvor atomene er tettest samlet. FCC kan ha slip i  $\{111\}$  planene og med  $\{110\}$  retningsgrupper som tilsvarer 12 slip-system som vist i Figur 7 under. BCC derimot har hele tre slip-plan –  $\{110\}$ ,  $\{211\}$  og  $\{321\}$  som tilsvarer 48 slip-system. Dette betyr at med en BCC krystallstruktur så vil noen av slip-systemene kun kunne brukes ved høye temperaturer [8].



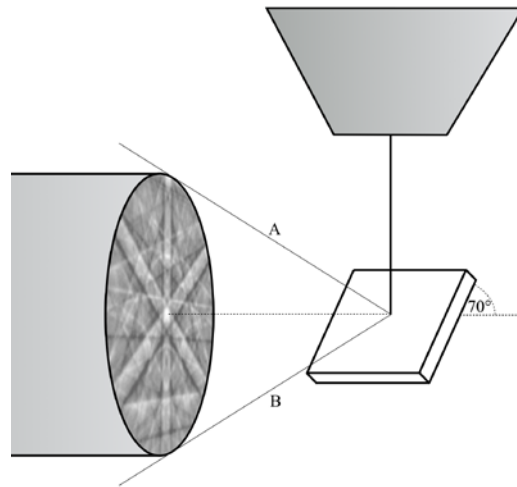
Figur 7 - FCC krystallstruktur med  $\{111\}$  plan i (a) og mulige slip-system i (b)

## 2.4 Electron Backscatter Diffraction (EBSD)

Electron Backscatter Diffraction (EBSD) er en metode som brukes for å bestemme krystallografisk orientering for et gitt materiale i et Scanning Electron Microscope (SEM). Som illustrert i Figur 8 under, emitteres en elektronstråle fra en elektronkanon og treffer en krystallinsk prøve. Når denne elektronstrålen treffer prøven går den ca. 20 nm under prøveoverflaten. Primærelektronene skifter retning, som er en følge av en elastisk spredning hvor dette energitapet er neglisjerbart. Prøven er



vippet 70° for at vekselvirkningen skal få bedre signal. Dersom innfallsvinkelen til elektronstrålen øker så vil den penetrere flere atomlag, og fraksjon av tilbakespredte elektroner vil reduseres [7].



*Figur 8 - Skjematisk oppsett av EBSD*

Strålestrøm er videre et elementært element som i stor grad bestemmer mengden sekundær – og tilbakespredte elektroner emittert. Det kan beregnes fra Ligning 2 under [10].

$$i_p = \delta \times i + \eta \times i + i_{AE}$$

*Ligning 2 – Strålestrøm*

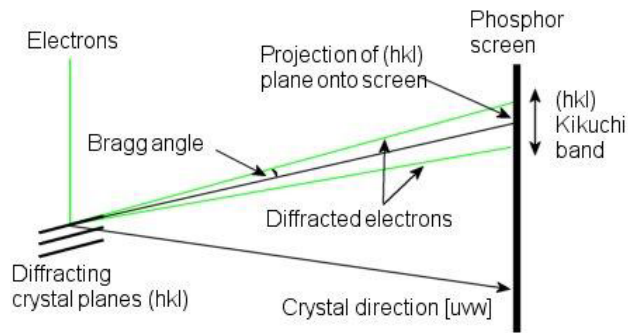
Hvor  $\delta$  og  $\eta$  er fraksjon av sekundær og tilbakespredte elektroner. Fraksjonen sekundærelektroner er relativt konstant lik 0,1, mens fraksjon tilbakespredte elektroner er avhengig av atomnummeret.

Det er kun primærelektroner som gjennomgår en høyvinkel tilbakespredning som vil kunne komme ut av prøven. På vei ut diffrakteres de elektronene som treffer atomplan med en vinkel som oppfyller Bragg's lov:

$$n \times \lambda = 2 \times d \times \sin(\theta_b)$$

*Ligning 3 - Bragg's lov*

I denne ligningen er  $d$  avstanden mellom de diffrakterte atomplanene,  $\theta_b$  er Braggvinkelen,  $n$  er et heltall og  $\lambda$  er bølglengden til elektronene i den innkommende elektronstrålen. Ved bruk av EBSD settes  $n$  lik 1, som tilsvarer 1.ordens diffraksjon [11, 12]. De diffrakterte elektronene danner parvis høyvinkelkjegler med åpningsvinkel  $180^\circ - 2\theta_B$  for hvert diffrakterte plan [13], men vil bli avbildet som to tilnærmet parallelle linjer med avstand  $2\theta_B$  på fosforskjermen [14]. Det vil i midlertid i praksis bli observert lyse Kikuchi-bånd og ikke parvis linjer på fosforskjermen [11] [14] [15]. Hvert Kikuchi-bånd har en bestemt geometri som korresponderer til et bestemt krystallplan. Båndene avspeiler atomplan hvor midtlinjen i et bånd representerer det diffrakterte krystallplanet [14]. Figur 9 under viser hvordan Kikuchi-båndene er relatert til det diffrakterte krystallplanet:



*Figur 9 – Hvordan Kikuchi-båndene er relatert til det diffrakterte krystallplanet*

Siden de innkommende elektronene vil diffrakteres fra flere atomplan, vil det dannes flere bånd på fosforskjermen. Disse båndene blir et diffraksjonsmønster. Skjæringspunktet mellom midtlinjer som stammer fra to ulike atomplan svarer derfor til en krystallretning i materialet, kalt soneaksen [14].

## 2.5 Scanning Electron Microscope (SEM)

For å oppnå gode resultater ved bruk av SEM og EBSD, er det avgjørende at parameterne er optimalt innstilt. De viktigste parameterne i SEM er strålestrøm, vippevinkel og akselerasjonsspenning. I tillegg er steglengde og arbeidsavstand svært sentrale parametere ved EBSD. For in situ forsøk med både kulde og romtemperatur er det mye ekstra utstyr som monteres i SEM, og derfor vil også vakuum være en viktig parameter. Under er disse parameterne beskrevet i mer detalj:

### 2.5.1 Strålestrøm

Ved å øke strålestrømmen vil flere elektroner medvirke til å danne diffraksjonsmønster, og integrasjonstiden til kameraet reduseres. For å få maksimalt signalforhold må enten strålestrømmen økes eller eksponeringstiden økes [12]. Ved å øke eksponeringen vil skannet ta lengre tid, og følgelig er det som oftest ønskelig å øke strømmen. Som et resultat av dette vil oppløsningen bli noe redusert, siden elektronstrålen blir et snev bredere.

### 2.5.2 Vippevinkel og akselerasjonsspenning

Forsøk har vist at en vippevinkel på  $70^\circ$  i kombinasjon med en akselerasjonsspenning på 20 kV gir best kvalitet på EBSD-mønsteret [16]. Ved å øke akselerasjonsspenningen vil bredden på Kikuchi – båndene reduseres, da en økning i spenningen vil føre til en reduksjon i bølgelengden til elektronene [12].

### 2.5.3 Steglengde og arbeidsavstand

Andre viktige parametere er steglengde og arbeidsavstand. Den optimale steglengden ved bruk av EBSD-teknikken avhenger av forstørrelsen, hvor optimal steglengden avtar med økende forstørrelse [17]. Mellom 22-27 mm er arbeidsavstanden den beste [16].

### 2.5.4 Vakuum

Ved in situ forsøk er det nødvendig at samme område på prøven skannes flere ganger. Det er derfor viktig at elektronstrålen ikke deponerer hydrokarboner på overflaten, da dette fører til kontaminering og dårligere EBSD skann. Når det pumpes vakuum i et kammer som har fått installert in situ utstyr, tar det omtrent 30-50 minutter før det er ferdig.

## 2.5.5 Indisering av diffraksjonsmønster

Programvaren TSL OIM Data Collection 5.31 benyttes til å indisere diffraksjonsmønstrene. Programmet regner ut krystallretninger ut fra posisjonene til Kikuchi-båndene [14, 22]. Disse posisjonene blir funnet ved hjelp av Hough – transformasjonen. Kikuchi-båndene blir dermed transformert til punkter i et Hough-rom, som er basert på koordinatene til diffraksjonsmønsteret (x,y). Deretter blir diffraksjonsmønstrene indisert ved å bruke geometrien til båndene, som vil finne den korresponderende orienteringen.

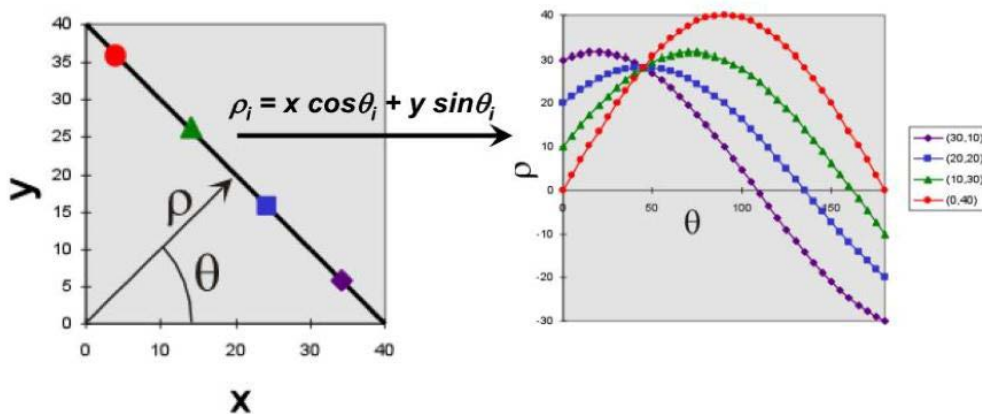
Hough-transformasjonen fungerer ved at den betrakter piksler langs linjene som Kikuchi-båndene utgjør. For hver piksel på linjen blir en  $\rho$ -verdi regnet ut for  $\theta$ -verdier mellom  $0^\circ$  og  $180^\circ$  ved hjelp av Ligning 4:

$$\rho = x \cos \theta + y \sin \theta$$

*Ligning 4 -  $\rho$ -verdi formel*

Formelen produserer sinuskurver som krysser hverandre i samme punkt med koordinatene  $\rho, \theta$ , som svarer til vinkelen på linjen og dens posisjon relativ til utgangspunktet. Denne omregningen fører til transformasjonen av en linje, til ett punkt, i Hough-rommet [18, 23]. Hough-transformasjon blir gjort for at en datamaskin skal klare å sammenlikne diffraksjonsmønstrene med databasen.

Figur 10 under viser omregningen av Hough-transformasjonen i praksis.



*Figur 10 - Omregning av Hough-transformasjonen*

Fra de indiserte orienteringene kan programvaren fortelle hvor stor sannsynlighet det er for korrekt indisert punkt. Dette blir utført ved hjelp av følgende tre parametere; konfidensindeks (CI - Confidence Index), Fit og bildekvalitet (IQ - Image Quality). Disse verdiene blir beregnet for alle diffraksjonsbildene [18].

CI er et mål på hvor godt indisert krystallorienteringen er, og beregnes ved bruk av et system der mulig løsning blir gitt og rangert etter størrelse på sannsynlighet. Økende verdier gir økende sjanser for at indiseringsen er korrekt. CI er definert ved Ligning 5 under:

$$CI = \frac{V_1 - V_2}{V_{ideal}}$$

*Ligning 5 – CI*

V1 og V2 er antall stemmer for henholdsvis første og andre løsning.  $V_{ideal}$  er totalt antall båndtripletter. CI varierer mellom 0 og 1, desto nærmere 1 verdien er desto større sikkerhet for at orienteringen er korrekt indisert. En CI verdi på null betyr at to løsninger er like sannsynlig, mens en CI verdi på -1 betyr at punktet ikke kunne indiseres [18].

IQ – parameteren beskriver kvaliteten på diffraksjonsmønsteret, og er summen av de detekterte toppene i Hough – transformasjonen. Høye IQ verdier indikerer høy kvalitet på indiseringsen. Det er ofte lyse områder på IQ-kartet som viser god kvalitet, mens mørke partier har lavere kvalitet [18].

Fit parameteren blir bestemt som en del av indiseringsprosessen, og beregnes ut fra hvilken plassering båndet burde ha basert på den bestemte orienteringen. Dermed er Fit gjennomsnittlig vinkelavvik mellom de detekterte båndene og de beregnede båndene. En lav Fit – verdi vil forklare et godt samarbeid mellom bånd i mønsteret og valg av orientering [18].

Etter indisering skal orienteringsdataene analyseres. Dersom det brukes forskjellige kart og polfigurer, kan informasjonen fra EBSD – skannet visualiseres og bli forstått. De tre vanligste kartene som blir brukt er fasekart, orienteringskart (IPF-kart) og IQ-kart.

Fasekart er et fargekart hvor ulike faser avbildes med ulike farger. Disse fargene forteller hvilke faser som er tilstede i materialet. Orienteringskart er òg et fargekart, hvor de ulike fargene representerer forskjellige kornorienteringer i forhold til en invers polfigur. IQ-kart er et gråtonekart hvor områder

med god kvalitet blir lyse, som nevnt tidligere. Områder som har skader i seg eller partikler vil dermed bli uklare [18].

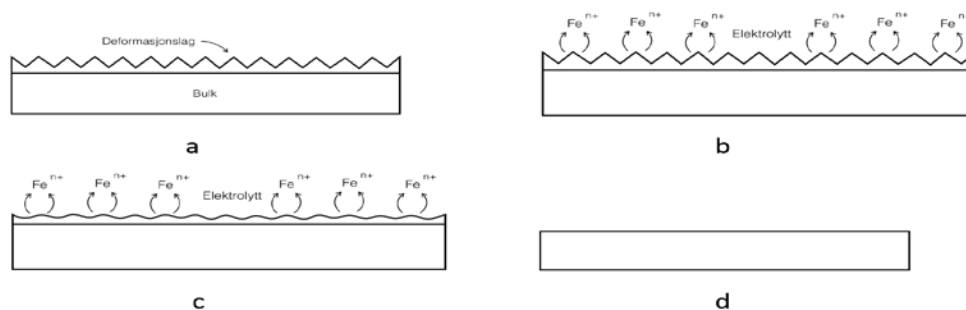
## 2.6 Prøvepreparering

En av de største og viktigste utfordringene med EBSD er prøvepreparering. Elektronene interagerer med et område så nær overflaten på materialet at enhver form for deformasjon og forurensning bidrar til forstyrrelser og uklarheter i krystallstrukturen [8]. Etter standard prøvepreparering, som består av sliping og polering, prepareres materialet ytterligere for EBSD. Det er vanlig å bruke enten elektropolering, kjemisk polering (CMP) eller ionesputtering [19].

Elektropolering gir en deformasjonsfri overflate og er velegnet for homogene materialer. Teknikken baserer seg på en kontrollert oppløsning av metall fra overflaten til prøven [20, 24]. Hovedkomponentene i elektropolering som blir benyttet for laboratoriearbeid er poleringskammeret med katode. Det er en maske som prøven plasseres på, og som bestemmer arealet som skal poleres, en beholder for elektrolytten med en pumpe for sirkulasjon, en avkjølingsspole og en enhet for anodisk kontakt med prøven [21, 25].

Prøven plasseres med overflaten som skal poleres ned mot masken. Dette skaper kontakten mellom elektrolytten og prøven. Katoden av rustfritt stål er plassert i bunnen av kammeret. Ved polering sirkulerer elektrolytten i en laminær strøm ved hjelp av pumpen. Den er ofte drevet av en magnet for å unngå deler av metall som kan korrodere.

Denne prosessen er illustrert i Figur 11 under. I (a) vises materialet med en deformert overflate, (b) og (c) viser elektrolytt med strøm som fjerner den deformerte overflaten og (d) viser resultatet – en deformasjonsfri overflate.



Figur 11 – Prøvepreparering

# 3 Eksperimentelt

## 3.1 Super duplex stainless steel

Materialet som er brukt i denne masteroppgaven er Super Duplex Stainless Steel (SDSS) med legering 2507 (UNS S32750). Ved bruk av *optical emission spectrometry* (OES) ble den den kjemiske sammensetningen til dette materialet bekreftet – dette er oppsummert i Tabell 1 under.

*Tabell 1 - Den kjemiske sammensetningen for SDSS 2507*

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo
≤0.030	≤0.8	≤1.2	≤0.025	≤0.015	25	7	4

## 3.2 Prøvepreparering

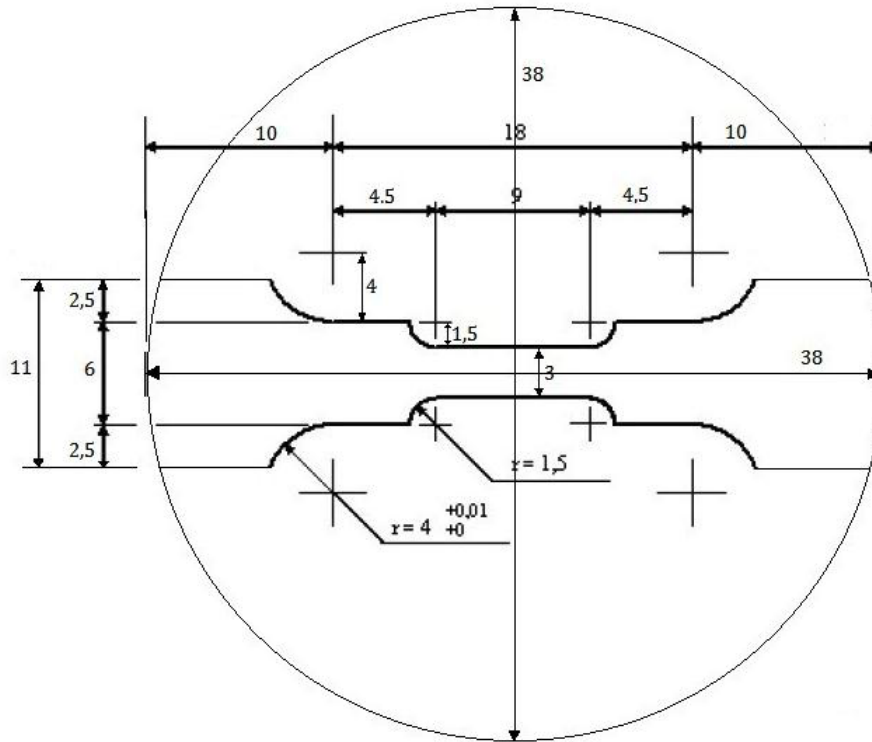
Riktig preparering av materialet er avgjørende for hvordan resultatet blir under EBSD analysen. Elektronene treffer prøveflaten av materialet og går ikke noe lengre ned i materialet enn cirka 20 nm (signalet kommer fra 20nm). I tidligere forsøk og masteroppgaver har det blitt brukt flere prepareringsmetoder og her er det brukt den som passer best til dette materialet. For å optimalisere in situ testingen har prepareringen blitt gjort på følgende måte [26]:

- Automatisk sliping med SiC og vann som smøremiddel og papir med minskende kornstørrelse: 500, 800, 1200, 2000 og 4000.
- Diamantpolering med etanolbasert smøremiddel: 3 µm og 1 µm.
- Elektropolering med A2 elektrolytt i en Struers Polelectrol maskin
- Acetonbad med ultralyd i fem minutter
- Plasmarensing i fem minutter i en Fischione Plasmacleaner Model 1020

Slipingen ble gjort for hånd på grunn av at det ikke er ønskelig med noe støpning i og med at prøvene skal inn i SEM og EBSD. Ved bytte til finere slipepapir endrer man retningen av prøvestaven slik at sliping skjer i to forskjellige retninger (perpendikulær). Etter sliping blir det gjort polering med

diamantspray. Dette for å gjøre overflaten enda renere og finere. Før elektropleringen ble Struers Polelectrol-maskinen rengjort kort tid før prøven skulle analyseres.

Figur 12 under viser hvilken strekkstav som ble brukt under forsøkene, og Tabell 2 og 3 viser parameterne for elektroplering og kjemikalier og mengder brukt i A2 elektrolytten:



Figur 12 - Strekkstav som ble brukt til forsøkene

Tabell 2 - Oversikt over parameterne for elektroplering

Elektrolytt	A2
Område	0.5 cm <sup>2</sup>
Spenning	20 V
Strømningshastighet	10
Tid	14 sek



Tabell 3 - Kjemikalier og mengder brukt i A2 elektrolytten

Innhold	Mengde
<i>Perklorsyre</i>	78 mL
<i>Destillert vann</i>	120 mL
<i>Etanol</i>	700 mL
<i>Butyl Cellosolve</i>	100 mL

### 3.3 SEM parametere

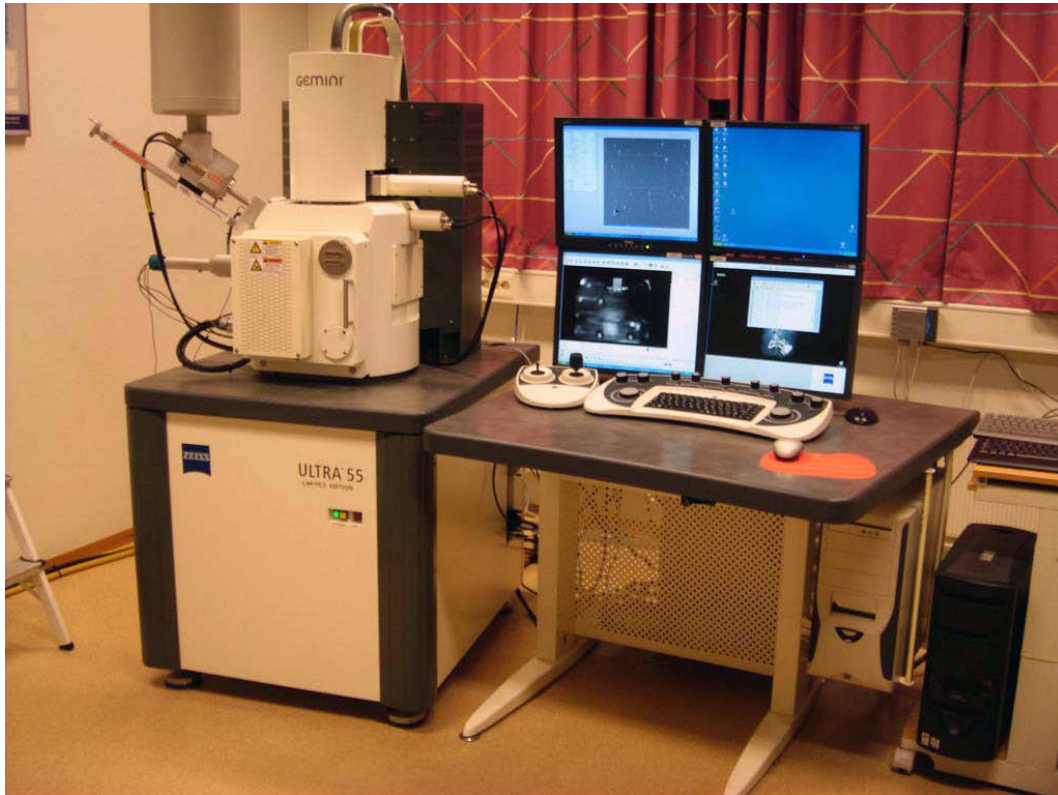
Mikroskopet som ble benyttet er av typen Zeiss Geminin Ultra 55 Limited Edition, som er et Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM). Parameterne som ble brukt er vist i Tabell 4 under:

Tabell 4 - Oversikt over innstillinger i SEM undersøkelsen

Akselerasjonsspenning	20 kV
Arbeidsavstand	23-27 mm
Strålestrøm	80 nA *
Aperturdiameter	300 $\mu$ m
Strålestrøm	High Current Mode
Vippevinkel	70 °

### 3.4 EBSD parametere

Elektronmikroskopet som ble brukt i oppgaven var et Zeiss Gemini Ultra 55 Limited Edition. Et bilde av mikroskopet og EBSD-detektoren er vist i Figur 13 under:



*Figur 13 - Zeiss Gemini Ultra*

EBSD detektoren som ble benyttet i forsøkene var av typen NORDIF UF-1100 EBSD detektor koblet opp mot programvaren NORDIF 2.0.21. Programvaren styrer elektronstrålen og lagrer diffraksjonsbildene. Systemet er et offline system som lagrer alle diffraksjonsbildene på en harddisk for senere å bli indisert ved hjelp av programvaren EDAX/TSL OIM Data Collection(versjon). Innstillinger for *Acquisition* og *Calibration* med parametere *frame rate* (hastighet), *resolution* (oppløsning) og *gain* (elektronisk kameraforsterkning) må optimaliseres for å oppnå gode diffraksjonsbilder.

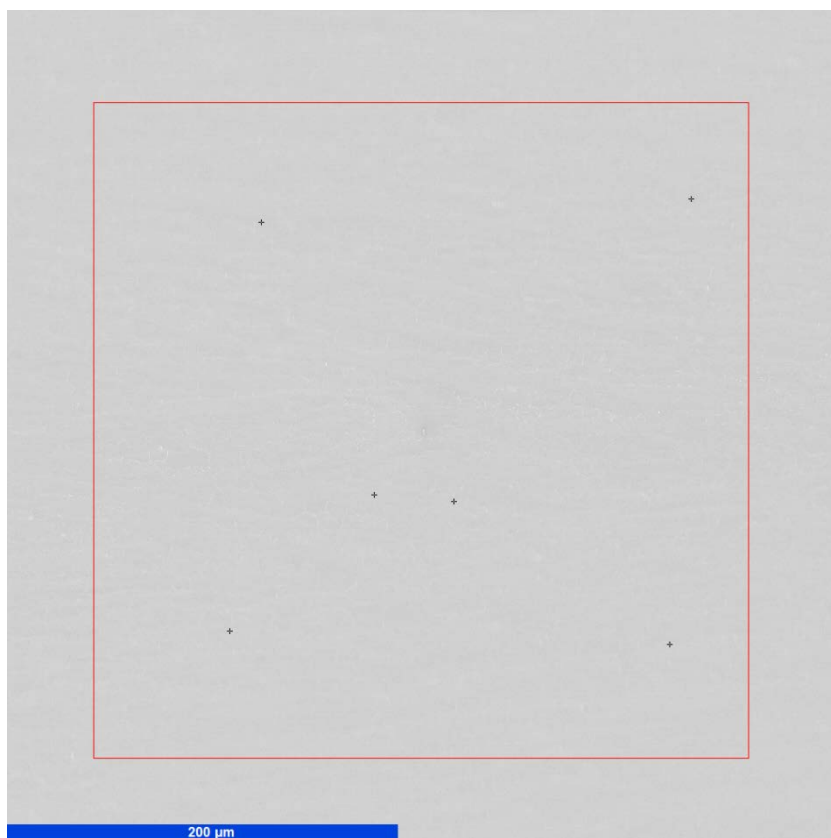
I Tabell 5 under vises innstillingene som ble brukt. *Calibration settings* hadde lavere hastighet (*frame rate*), høyere oppløsning og lengre eksponerings tid enn *acquisition settings*. Grunnen for dette er at

man vil ha bedre kvalitet på kalibreringen for å finne senteret for mønsteret (pattern center) slik at det er av best mulig kvalitet.

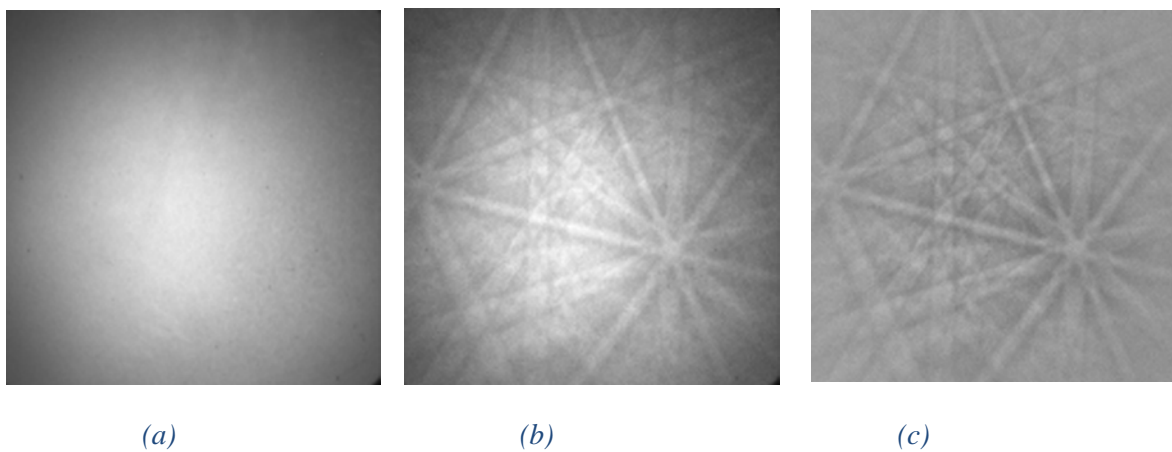
*Tabell 5 - Oversikt over innstillingene brukt under ESBD*

Parametere	Acquisition innstillinger	Calibration innstillinger
Hastighet	300 fps	80 fps
Oppløsning	120x120 px	240x240 px
Eksponeeringstid	2500 $\mu$ s	11500 $\mu$ s
Elektronisk kameraforsterkning	3	4

Før skannet blir gjort blir det tatt opp et bakgrunnsbilde for å fjerne skjevbelysningen som framkommer. Dette blir gjort med å ta opp diffraksjonsbilder fra en rekke korn på prøven og deretter ta gjennomsnittet av disse. Det er viktig at diffraksjonsmønsteret på kalibreringsbildene er av høy kvalitet slik at videre undersøkelser kan gjøres på best mulig måte. Figur 14 under viser et skjermbilde av NORDIF programvaren hvor interesseområdet er en rød firkant og kalibreringsbildene er tatt opp i punktene angitt med svarte kryss. Figur 15 viser i (a) et bakgrunnsbilde og diffraksjonsbilde, i (b) uten bakgrunnskorreksjon og i (c) med bakgrunnskorreksjon.



Figur 14 - Skjerm bilde av hvor interesseområdet er med merket med rød firkant



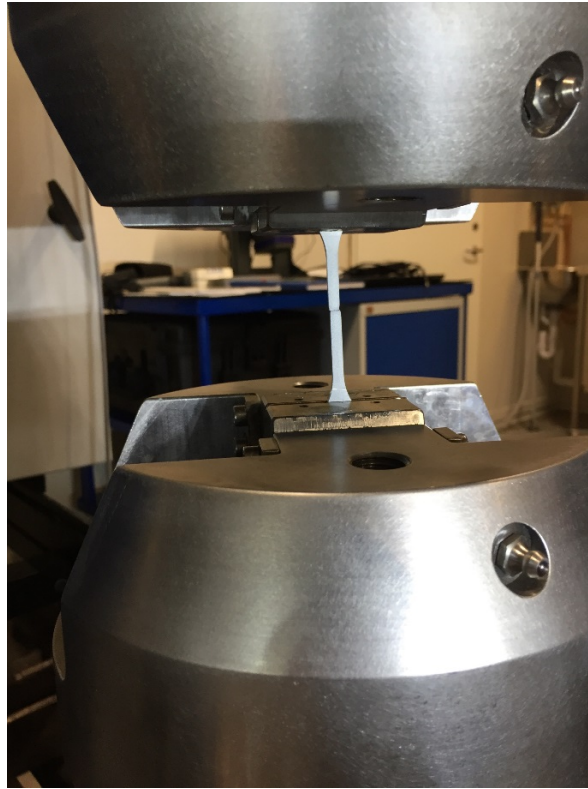
Figur 15 - (a) Bakgrunnsbilde og diffraksjonsbilde (b) uten og (c) med bakgrunnskorreksjon (subtraksjon)

## 3.5 Strekkprøving

Det ble utført konvensjonell strekkprøving av materialet, noe som også kan brukes som referanse for senere in situ strekking. Strekkprøven ble utført både med – og uten varmebehandling av prøven. Prøvene som ble brukt hadde henholdsvis 0% sigma, 3% sigma, 5% sigma, 10% sigma og 15% sigma. Ved bruk av en slik strekktest får man fram spenning – og tøyningsskurver som blant annet viser bruddforlengelsen. Maskinen som ble brukt var en Multipurpose Servohydraulic Universal Testing Machine Series LFV 100 kN (MTS810 100 kN). Figur 16 og 17 under viser hvordan maskinen ser ut og et nærbilde av hvordan en strekkstav ser ut når strekkprøven har blitt gjennomført.



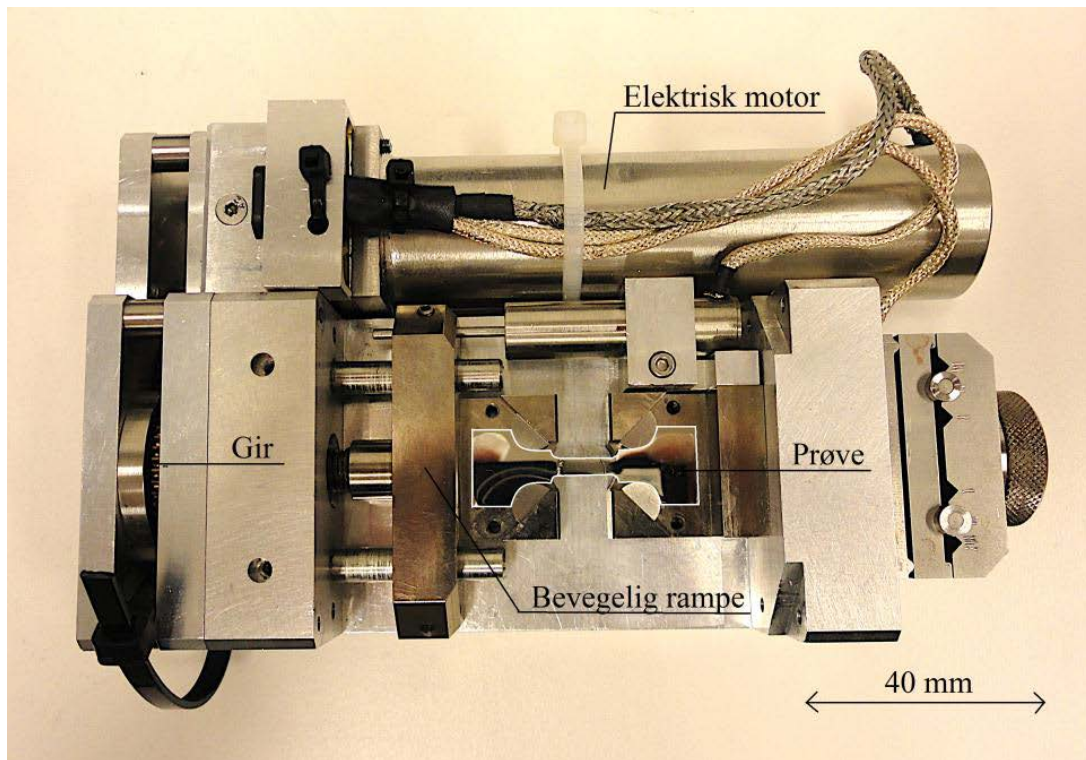
*Figur 16 - Strekktestmaskinen som ble brukt*



*Figur 17 - Bilde av en prøve som har blitt strukket*

### **3.6 in situ eksperiment**

For å gjennomføre in situ forsøkene ble det benyttet et spesialbygd strekkbord som monteres inne i elektronmikroskopet. Ved å bruke dette strekkbordet kan man undersøke mikrostrukturutviklingen in situ under deformasjonen og tøyning fra samme område på prøven. Dette gjøres inne i maskinen slik at man slipper å ta ut prøven for hver gang man skal undersøke mikrostrukturen. En av grunnene til at dette brukes er å forhindre kontaminasjon på prøvene og at vakuemet i mikroskopet skal holdes stabilt og høyt. Det ble montert en kaldfinger som kjøler ned prøven. Nedkjøling skjer med hjelp av flytende nitrogen fra en utvendig beholder. I Figur 18 under vises strekkbordet som ble brukt under in situ.

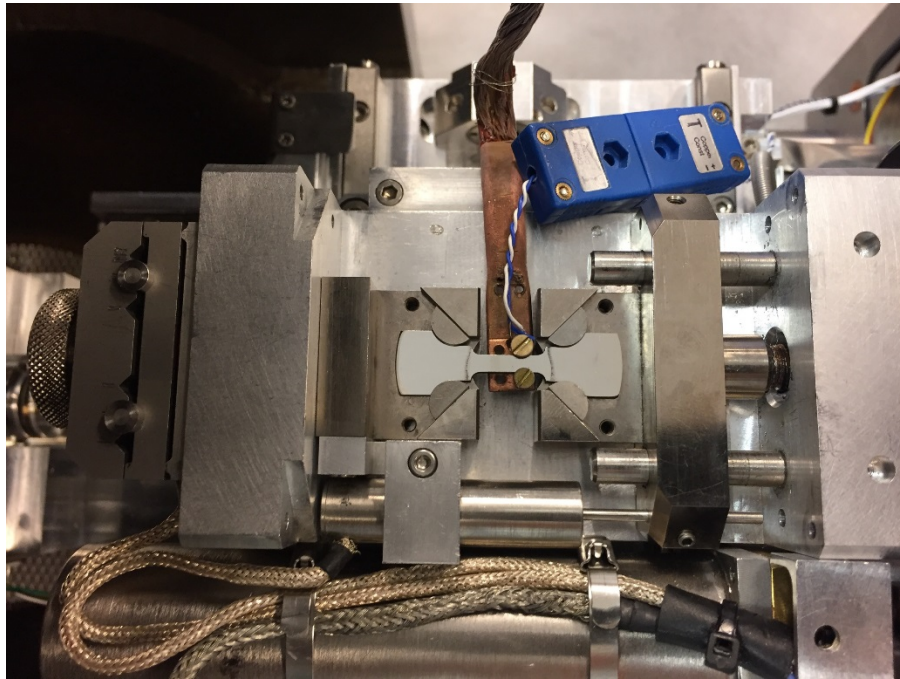


*Figur 18 - Strekkbordet som ble brukt under in situ*

Totalt fire forskjellige prøver ble strukket in situ. Prøvene ble varmet ved forskjellige tider på grunn av at man ønsker ulik mengde sigmafase. Før prøvene ble strekt in situ ble prøvene varmebehandlet slik at det er mulig å finne områdene i materialet der det oppstår sigmafase. Prøvene ble varmet i henholdsvis 850 °C i 12 og 15 minutter for å oppnå henholdsvis 3% sigma og 5% sigma. I forsøkene med prøvene som ble varmebehandlet i 12 minutter, ble det ikke observert noe sigmafase i overflaten. Dette gjør at vi ikke har noen resultater fra in situ forsøkene med 3% sigmafase. Imidlertid er strekkkurvene og bruddflatene tatt med i resultatene.

## 3.7 Kaldfinger

Under enkelte av forsøkene ble prøvene kjølt ned til temperaturer mellom  $-35\text{ }^{\circ}\text{C}$  og  $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$ . For at dette kunne utføres ble en kaldfinger og en beholder fylt med flytende nitrogen koblet til maskinen. Kaldfingeren er 99,99% Cu. Beholderen ble montert ved siden av mikroskopdøren før en kobberstand ble festet på innsiden av beholderen. Kaldfingeren ble så skrudd fast til prøvene slik at kulden kan lede direkte på prøven. I Figur 19 og 20 under vises termoelementet og kaldfinger montert på prøven, samt nitrogenbeholder montert til mikroskopet.



*Figur 19 - Termoelement og kaldfinger montert på prøven*





*Figur 20 - Nitrogenbeholder montert til mikroskopet*

Ved forsøkene på ca.  $-40^{\circ}\text{C}$  ble prøven først kjølt ned til temperaturen var blitt stabil. Når temperaturen var stabil kan skannene gjøres. Det ble tatt flere strekk av prøvene. Det ble tatt en pause i strekkforløpet ved 2, 3, 6% tøyning for alle prøvene. Prøven med 5% sigma, strukket ved  $-40^{\circ}\text{C}$ , gikk til brudd ved ca 10% tøyning, før EBSD-skan kunne gjennomføres. For prøven med 5% sigma, strukket ved romtemperatur ble det tatt et EBSD-skan ved 8 og 10% tøyning før den gikk til brudd ved ca 12%. Prøvene uten sigmafase tilstede, ble det tatt et skan ved 10 og 15% tøyning, i tillegg til 2, 3, 6%, før materialet ble for deformert for videre EBSD-analyse.

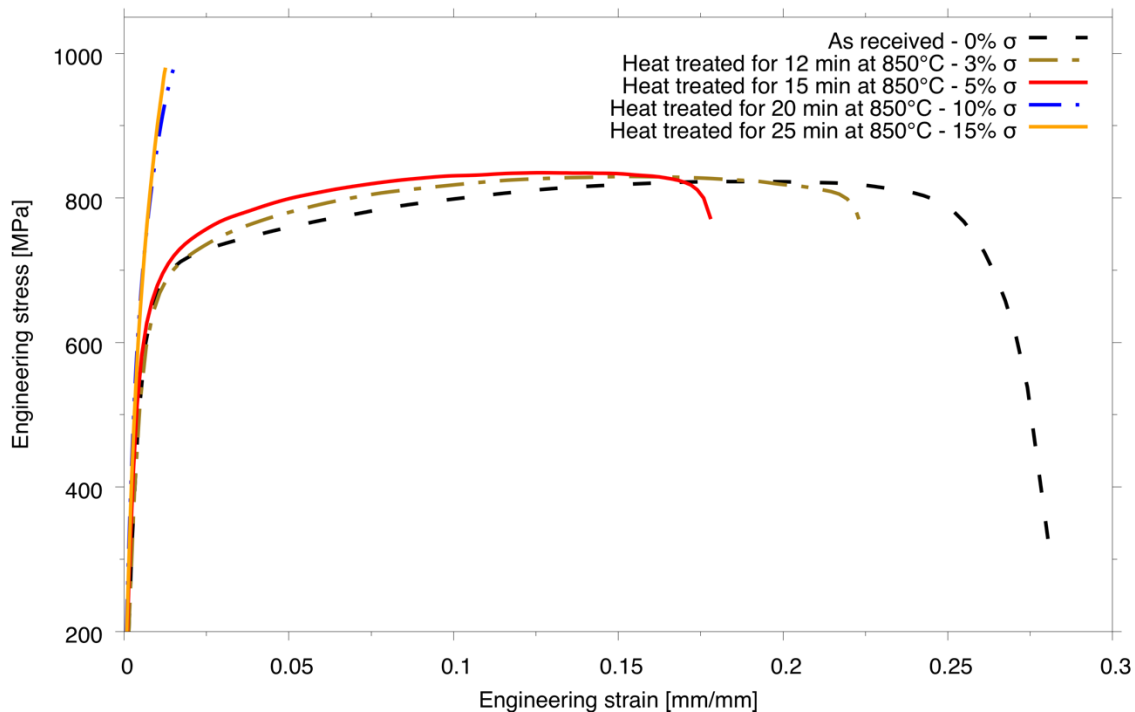
# 4 Resultater

I dette kapittelet vil resultatene fra eksperimentene legges fram. Hovedfokus vil være på resultatene fra de utførte strekkprøvene.

## 4.1 Strekkprøver

Resultatet av strekkforsøkene fra denne masteroppgaven er gitt i Figur 21. For å ha en referanse på hvordan stålet reagerer på strekning ble strekkprøvene utført før forsøkene ble gjort in situ. Strekkprøvene ble utført på en prøvestav både med og uten varmebehandling. Der varmebehandling ble tatt i bruk ble prøvene varmet ved 850°C i 12 min, 15 min, 20 min og 25 min slik at det var 3%, 5%, 10% og 15% sigma.

Strekkprøven viste at de prøvene med høy sigmafase sprakk veldig fort. På grunn av dette er det sett bort i fra slike høye sigmafaser i og med at materialet her blir alt for sprøtt og lite duktilt. Et materiale som oppnår slike høye sigma-målinger vil være lite egnet til bruk.



Figur 21 – Strekkurve for de ulike prøvene testet. Disse er hentet fra strekkmaskinen vist i Figur 16.

## 4.2 SEM og EBSD

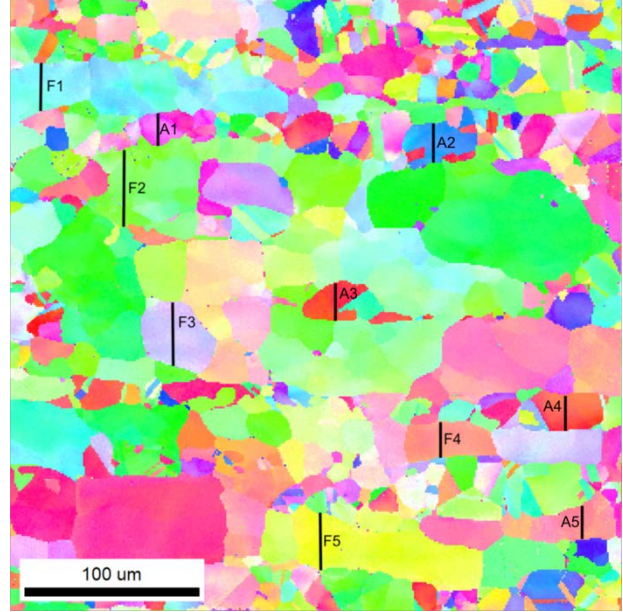
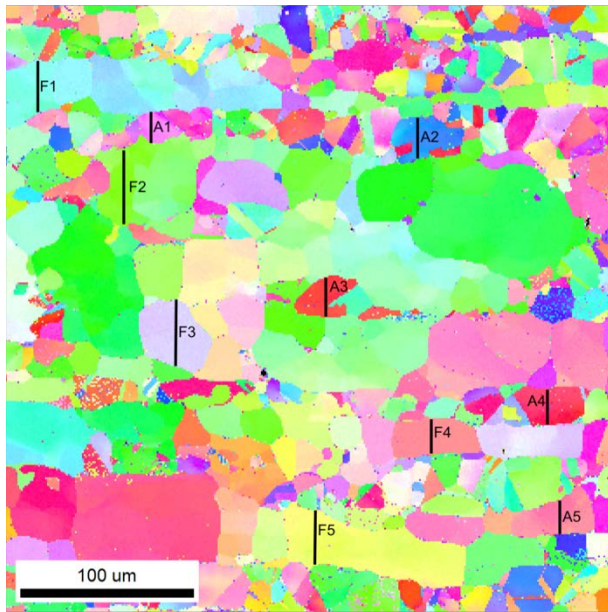
Det ble totalt kjørt seks forsøk ved bruk av SEM-maskinen. Ved to av disse forsøkene kan det se ut som om det har oppstått en feil under oppvarmingen av materialet, da disse forsøkene viser anormale verdier sammenliknet med forventningene og de andre forsøkene. I denne oppgaven er det valgt å se bort fra disse to forsøkene.

Av de resterende fire forsøkene ble to prøver gjort i romtemperatur og to ble gjort ved bruk av kaldfinger og en temperatur på  $-40^{\circ}\text{C}$ . I kapittel 4.4 og 4.5 under er disse forsøkene presentert nærmere ved bruk av utvalgte bilder fra IPF, IQ og fasekart.

### 4.2.1 Kornrotasjon og orienteringsgradient

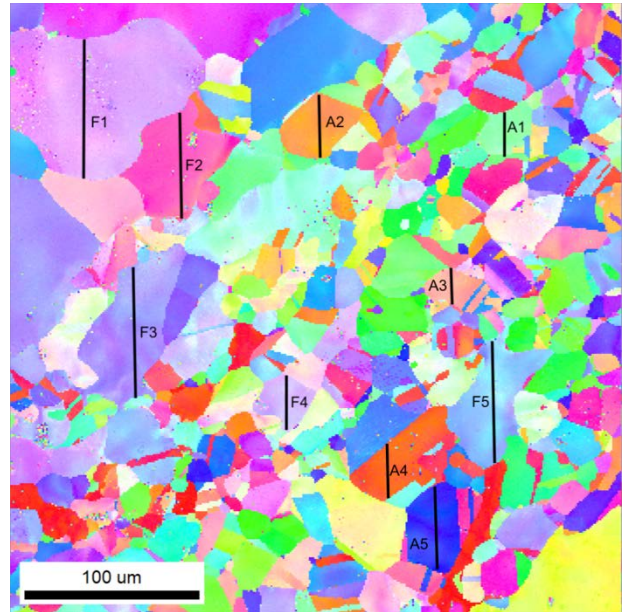
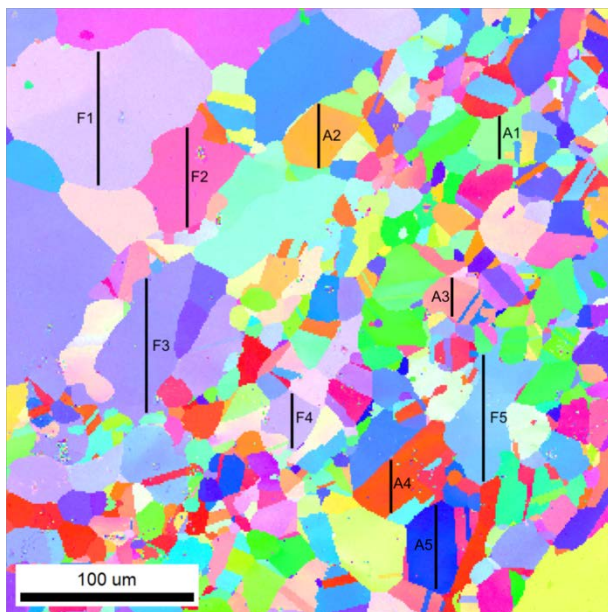
Figur 22 til Figur 25 viser IPF kart over mikrostrukturen til prøvene som har blitt strukket i SEM. Til venstre er den udeformerte mikrostrukturen og til høyre er den deformerte mikrostrukturen. I tillegg er figurene merket med hvor misorienteringsprofiler er hentet ut. Misorienteringsprofilene kan ses i Figur 26. Fra disse figurene er det mulig å se at det er flere korn der orienteringen har forandret seg innad i kornet etter strekking. Det er også mulig å se en forskjell mellom fasene. Austenitten ser ut til å være mer aktiv enn ferritt ved  $-40^{\circ}\text{C}$ . Dette er forventet siden BCC krystallstrukturen til ferritt har færre aktive slipsystemer ved lavere temperaturer. En annen observasjon er at noen korn roterer mer når sigmafasen er tilstede.

I Figur 22 under vises IPF av mikrostruktur uten sigmafase tilstede, strukket ved romtemperatur. Til venstre er udeformert mikrostruktur, til høyre er mikrostruktur etter ca 15% stekk. De svarte linjene viser hvor misorienteringsprofiler har blitt hentet fra. Merknaden F betyr at det er et ferrittkorn og merknaden A står for austenittkorn.



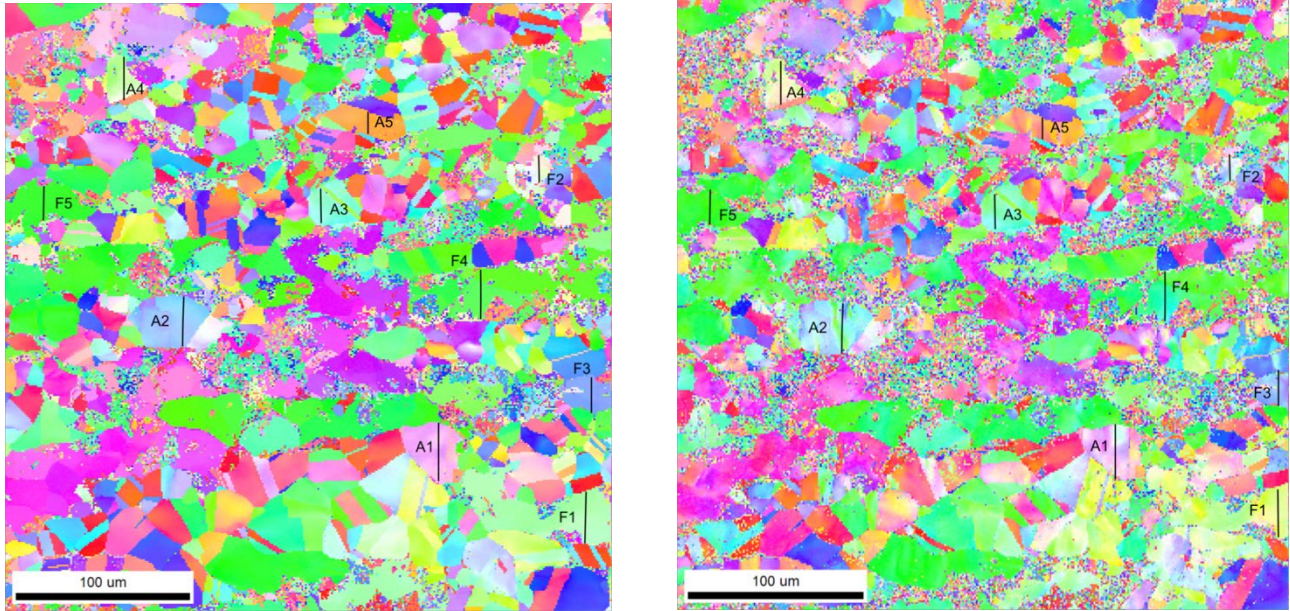
Figur 22 – IPF av mikrostruktur uten sigmafase tilstede. Strukket ved romtemperatur.

I Figur 23 under vises IPF av mikrostruktur uten sigmafase tilstede, denne gang strukket ved ca  $-40^{\circ}\text{C}$ . Til venstre er udeformert mikrostruktur, til høyre er mikrostruktur etter ca 15% stekk. De svarte linjene viser hvor misorienteringsprofiler har blitt hentet fra. Merknaden F betyr at det er et ferrittkorn og merknaden A står for austenittkorn.



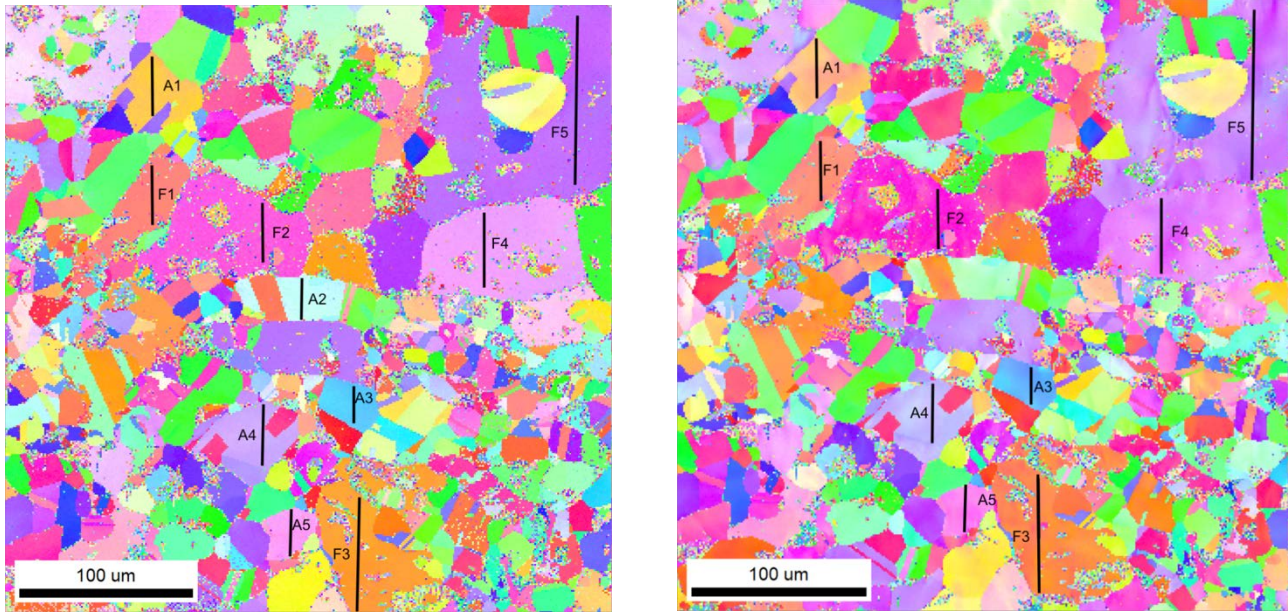
Figur 23 – IPF av mikrostruktur uten sigmafase tilstede. Strukket ved ca  $-40^{\circ}\text{C}$ .

I Figur 24 under vises IPF av mikrostruktur med 5% sigmafase tilstede, strukket ved romtemperatur. Til venstre er udeformert mikrostruktur, til høyre er mikrostruktur etter ca 8% stekk. De svarte linjene viser hvor misorienteringsprofiler har blitt hentet fra. Merknaden F betyr at det er et ferrittkorn og merknaden A står for austenittkorn.



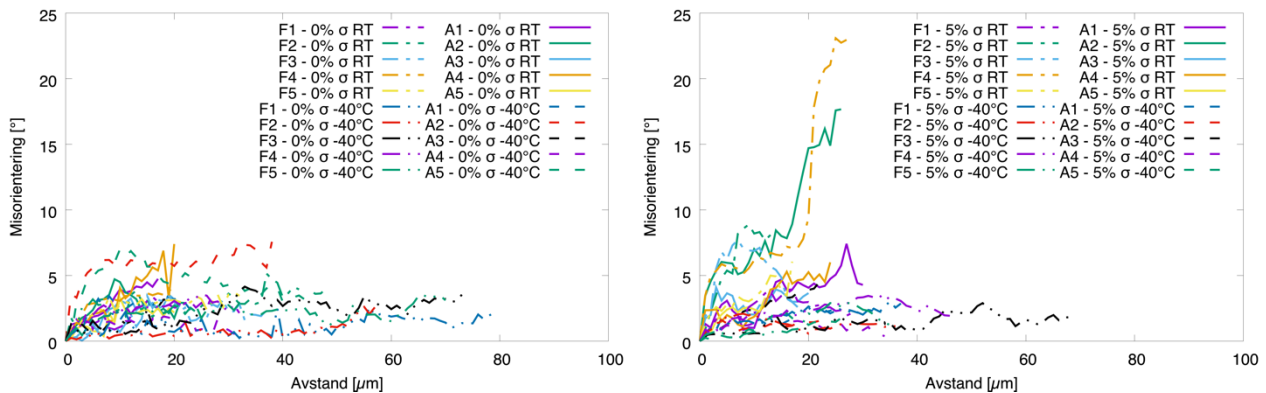
*Figur 24 – IPF av mikrostruktur med 5% sigmafase tilstede. Strukket ved romtemperatur.*

I Figur 25 under vises IPF av mikrostruktur med 5% sigmafase tilstede, strukket ved ca -40°C. Til venstre er udeformert mikrostruktur, til høyre er mikrostruktur etter ca 6% stekk. De svarte linjene viser hvor misorienteringsprofiler har blitt hentet fra. Merknaden F betyr at det er et ferrittkorn og merknaden A står for austenittkorn.



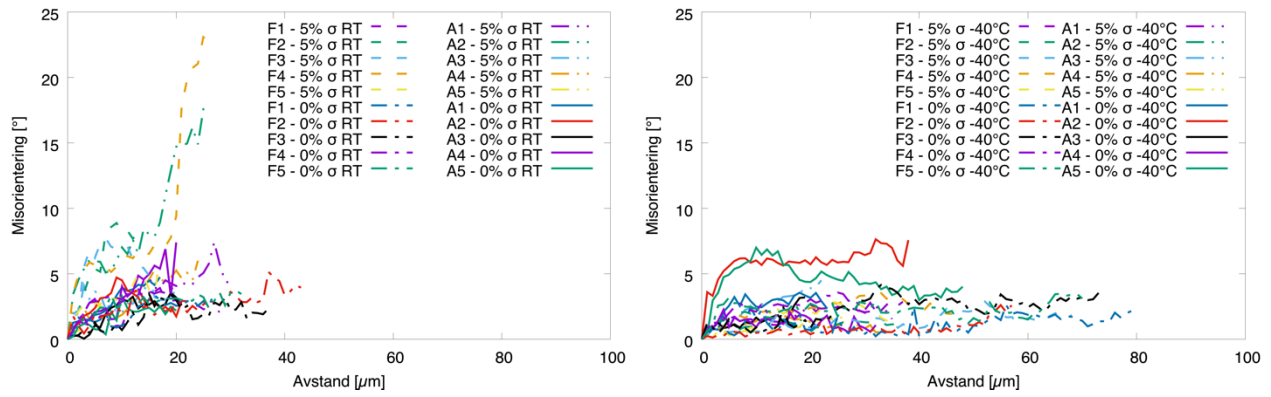
Figur 25 – IPF av mikrostruktur med 5% sigmafase tilstede. Strukket ved ca -40°C.

I Figur 26 under vises misorienteringsprofilene til kornene merket i IPF-kartene over. Til venstre er profilene til Figur 22 og Figur 23 (mikrostruktur uten sigmafase) og til høyre er profilene fra Figur 24 og Figur 25 (med 5% sigmafase).



Figur 26 – Misorienteringsprofilene til kornene merket i IPF-kartene.

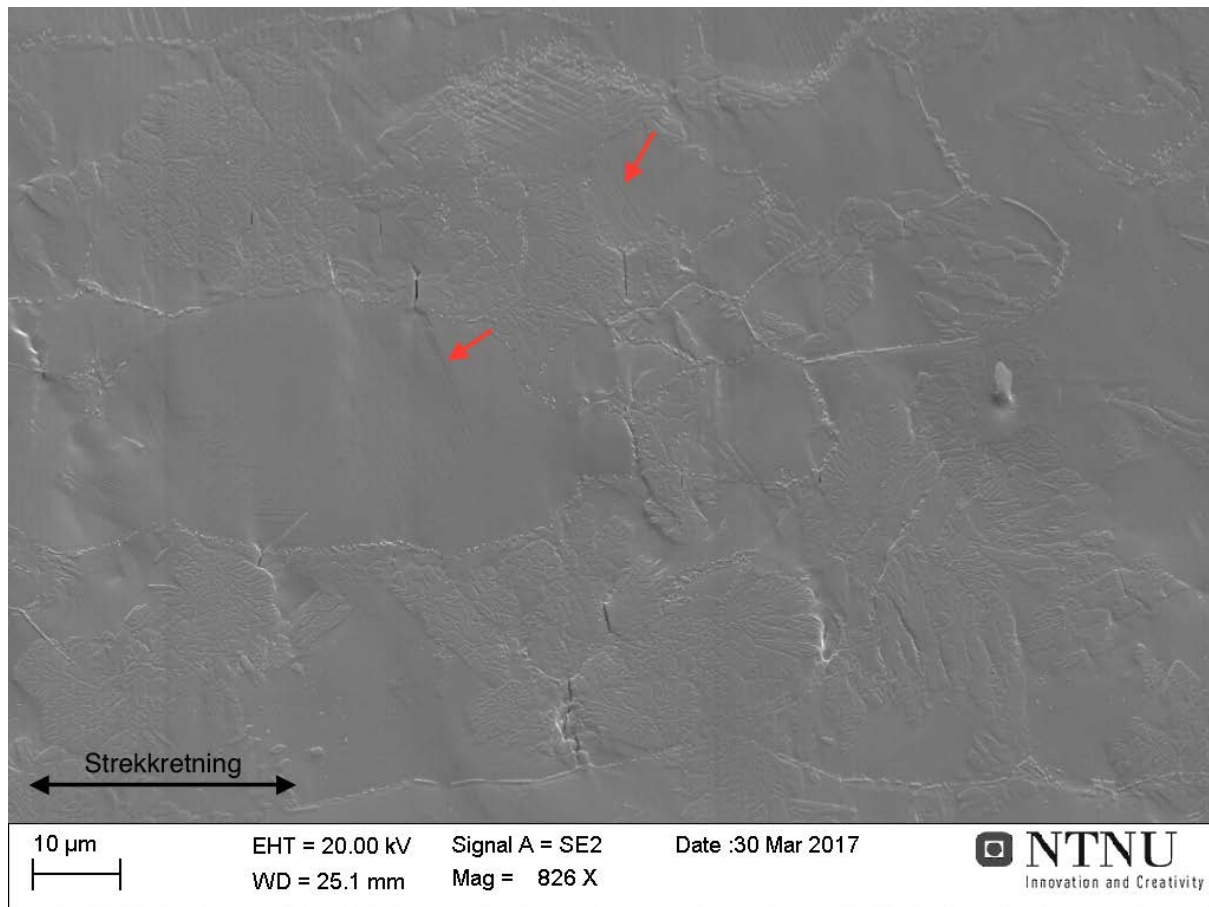
I Figur 27 under vises de samme misorienteringsprofilene som i Figur 26, men her er bilde til venstre tatt fra mikrostrukturen testet ved romtemperatur og til høyre er fra testene gjort ved ca -40°C.



Figur 27 – Misorienteringsprofilene ved romtemperatur og ca -40°C.

#### 4.2.2 Slippbånd og sprekkdannelse

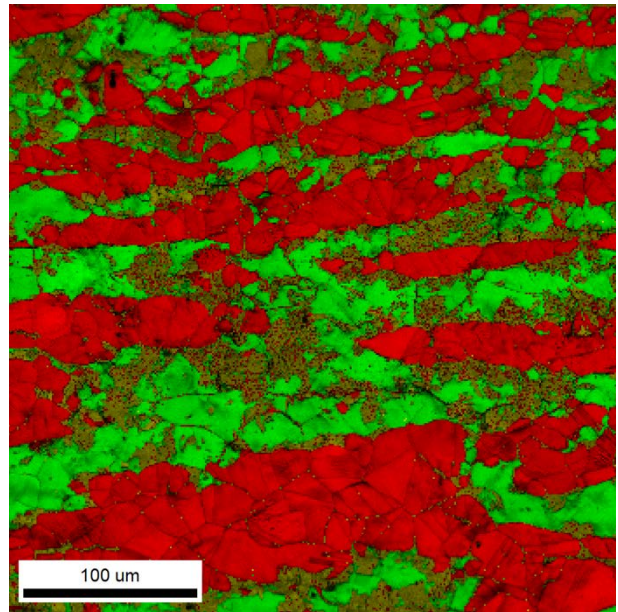
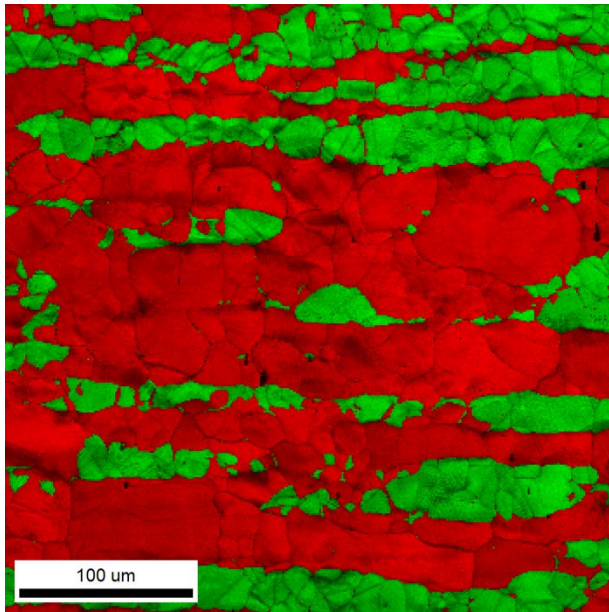
Figur 28 under viser et SEM bilde etter det er blitt gjort strekktest in situ ved 6% strekk av materialet. Bilde viser slippbånd og noen sprekker. Det er flere interessante slippbånd som kommer fram og noen av dem er merket med rød pil for å vise hvor det kommer fram. Slippbåndene som er merket er i ferritt-fasen av materialet og vil bli mer diskutert i diskusjonsdelen av oppgaven.



*Figur 28 - SEM bilde som viser slippbånd etter 6% strekk*

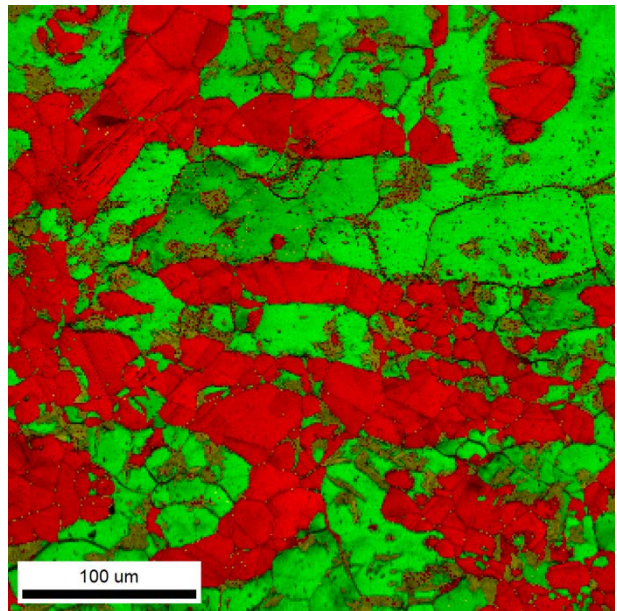
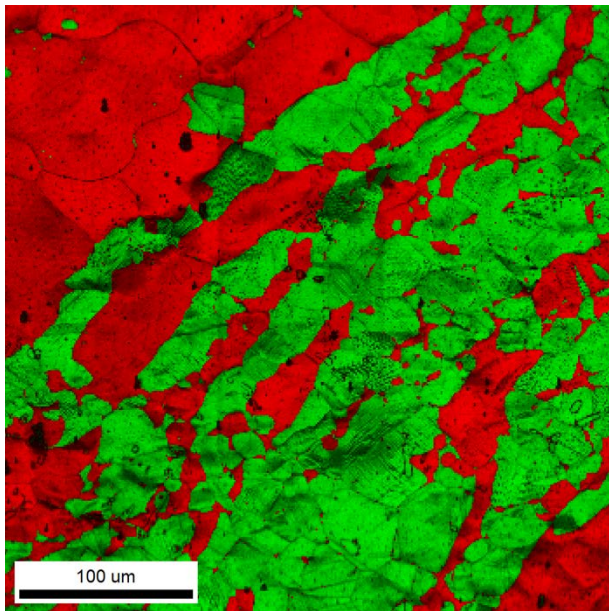
Videre er det mulig å studere IQ + fasekart fra EBSD. Alle kartene er tatt etter 6% strekk. I Figur 29 under vises IQ+fase-kart ved romtemperatur. Til venstre er prøven uten sigmafase, til høyre er prøven med sigmafase. Rød er austenitt, grønn er ferritt og gult er sigmafase.





*Figur 29 – IQ + fase-kart ved romtemperatur.*

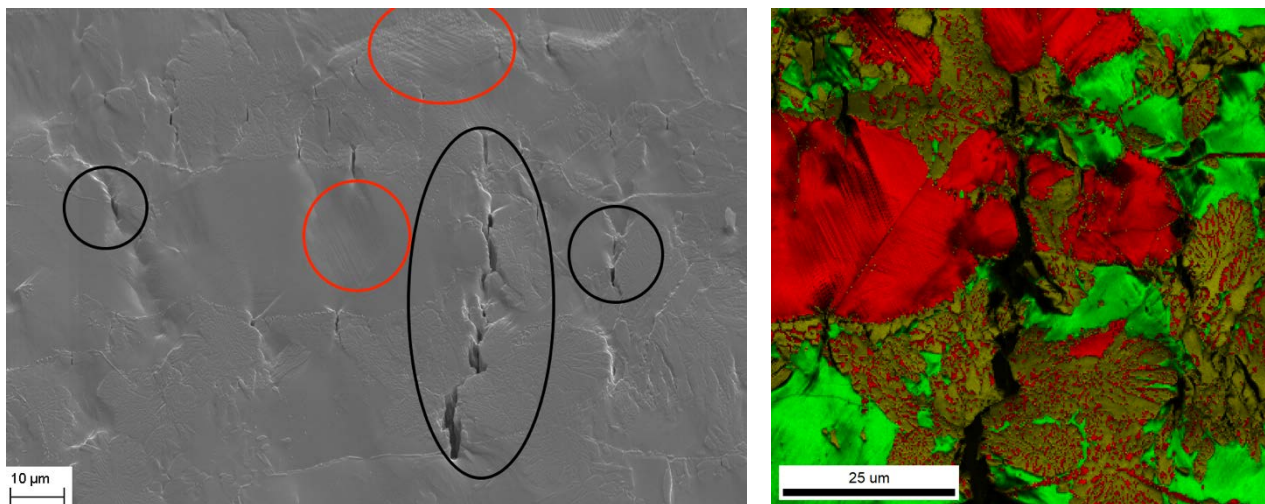
I Figur 30 under vises IQ + fase-kart ved  $-40^{\circ}\text{C}$ . Til venstre er prøven uten sigmafase, til høyre er prøven med sigmafase. Rødt er austenitt, grønt er ferritt og gult er sigmafase.



*Figur 30 – IQ+fase-kart ved  $-40^{\circ}\text{C}$ .*

Både med og uten sigmafase tilstede er det tydelig at det er slipaktivitet i materialet. Til venstre i Figur 31 er et SEM-bilde av mikrostrukturen til en prøve ved 10% strekk. Her kan man tydelig se at den sprekker opp i sigmafasen, markert ved de svarte sirklene. I tillegg er det tydelig slipaktivitet, markert ved de røde sirklene. Et mer detaljert bilde av sprekken i midten kan ses til høyre i Figur 31. Sprekken ble dannet i sigmafasen, men ved høyere spenninger begynte den å propagere gjennom prøven. Prøven gikk til brudd like etter dette bilde ble tatt, den ble bare strukket et par mikrometer lengre.

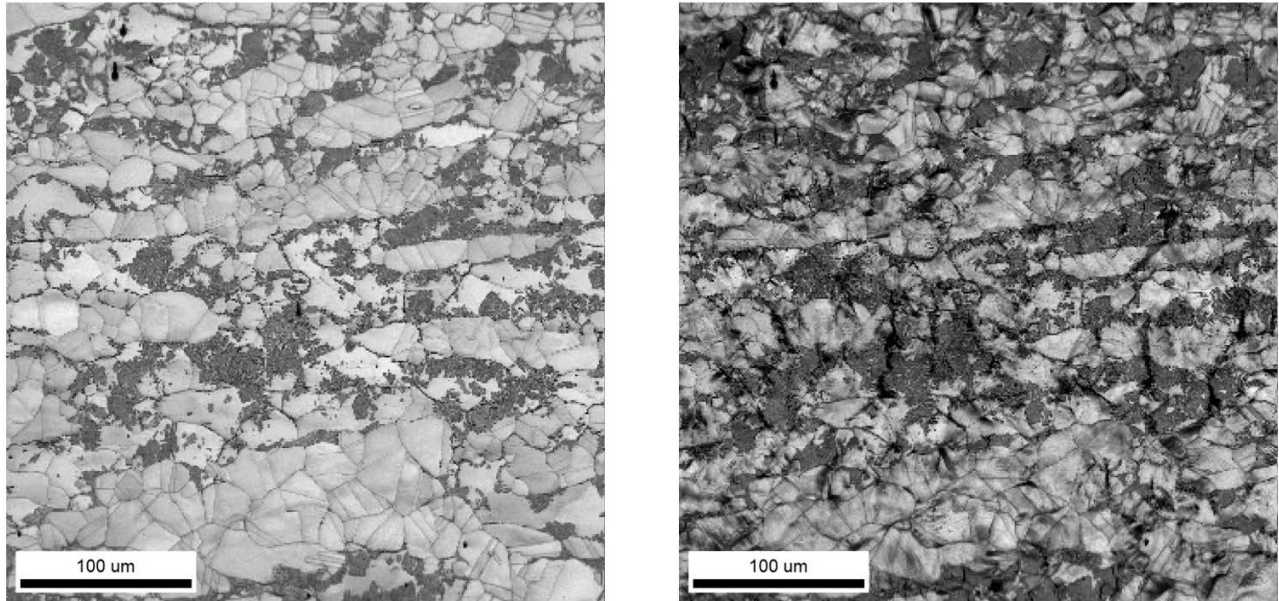
I Figur 31 under vises SEM-bilde av mikrostrukturen til en prøve med 5% sigmafase, strukket 6% (til venstre). De svarte sirklene viser sprekker, mens de røde viser slippbånd. Til høyre på figuren vises IQ + fasekart av sprekken som er siklet rundt i midten av bilde til venstre. Rødt er austenitt, grønt er ferritt og gult er sigmafase.



*Figur 31 – SEM-bilde og IQ + fasekart*

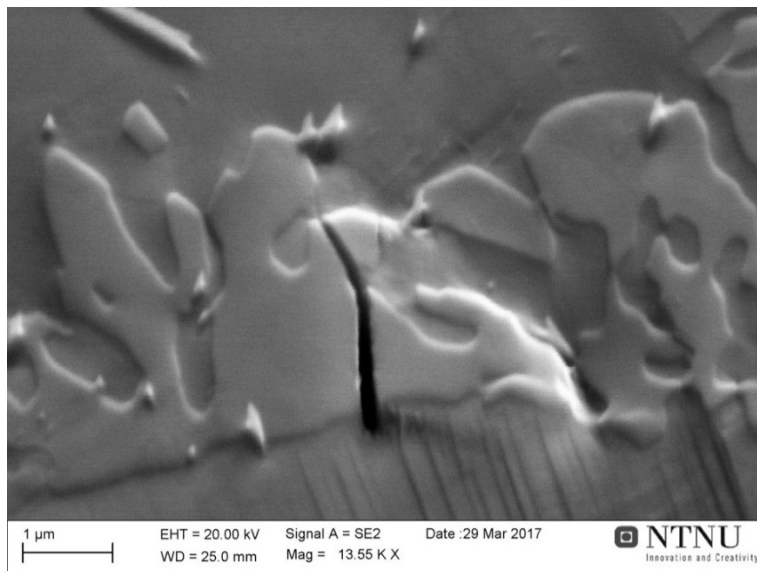
IQ bildene som er vist i Figur 32 under viser forskjellen på et udeformert bilde og et som er strukket. Bildet til venstre er et IQ bilde av mikrostrukturen til en prøve med 5% sigma uten strekk. Bildet til høyre er et IQ bilde av 5% sigma ved 10% strekk. Her ser vi klare forskjeller og hvor sprekken dannes. Her ser vi hvor i mikrostrukturen sprekken oppstår og hvor store de er. Bildet til høyre er

siste bildet før hele prøven gikk i brudd. Sigmafasen ligger i de mørkeste delene, og vi kan se at det er der hvor det oppstår mest sprekker.



*Figur 32 - IQ bilde av mikrostrukturer med 5% sigma. Bilde til venstre er uten deformasjon. Bilde til høyre har blitt strukket 10%.*

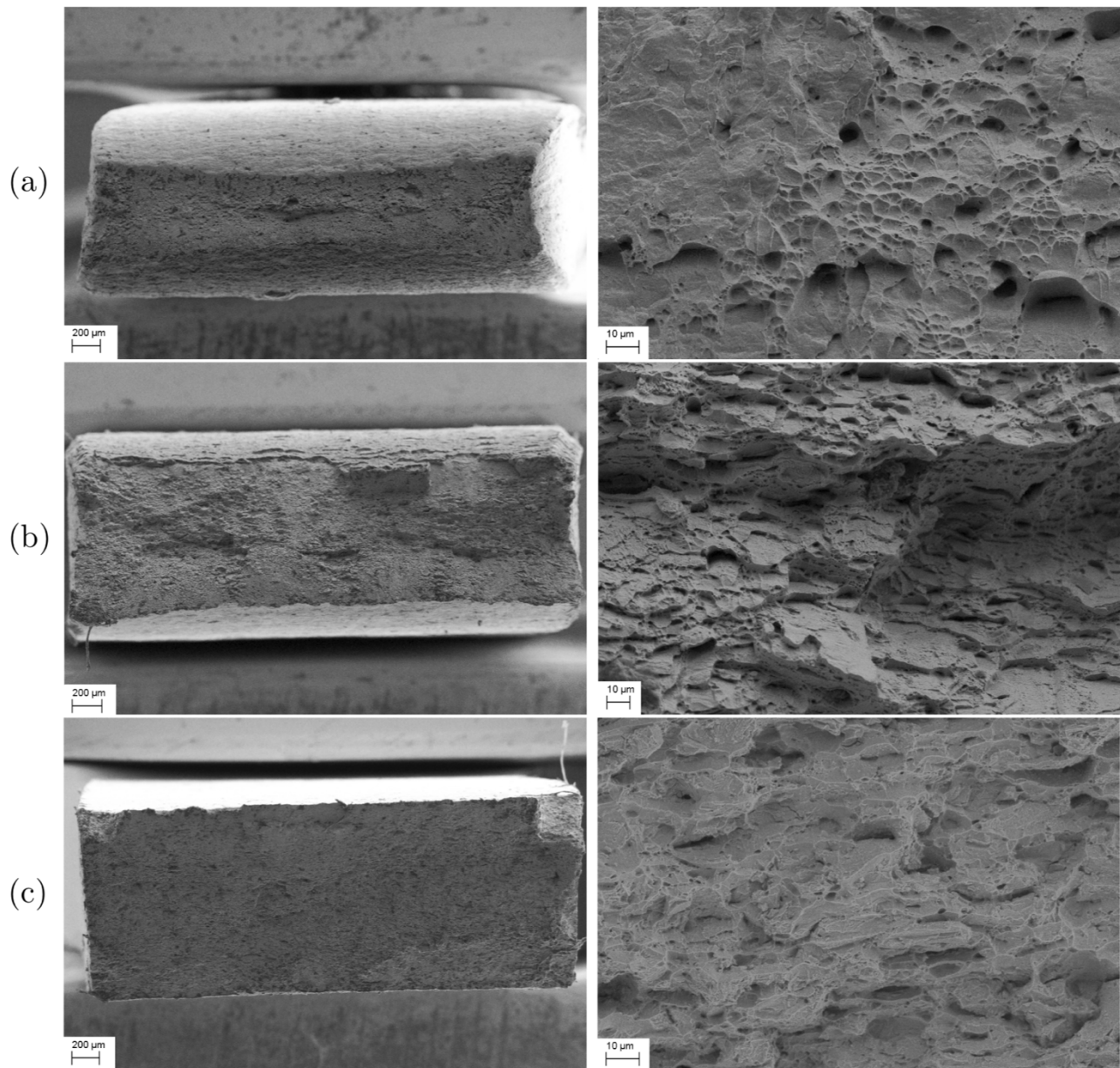
I Figur 33 under er sprekkdannelsen i sigmafasen vist på enda nærmere hold:



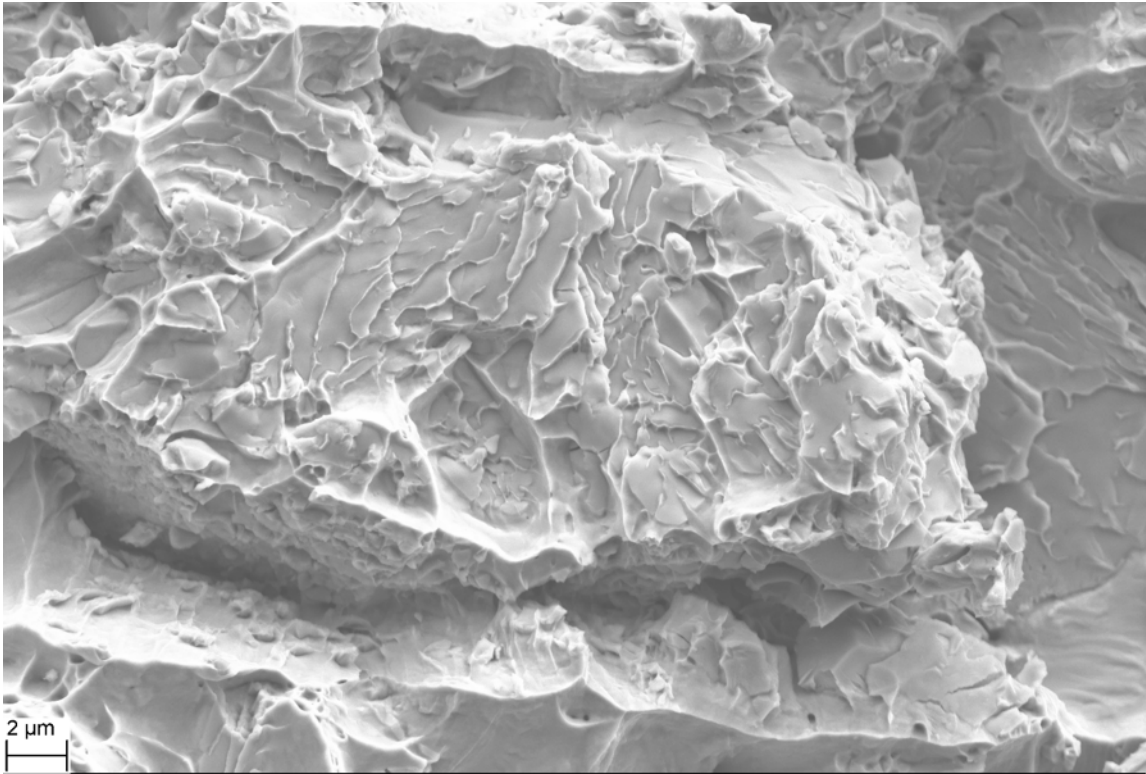
*Figur 33 - Sprekkdannelse gjennom sigmafasen*

### 4.2.3 Bruddoverflate

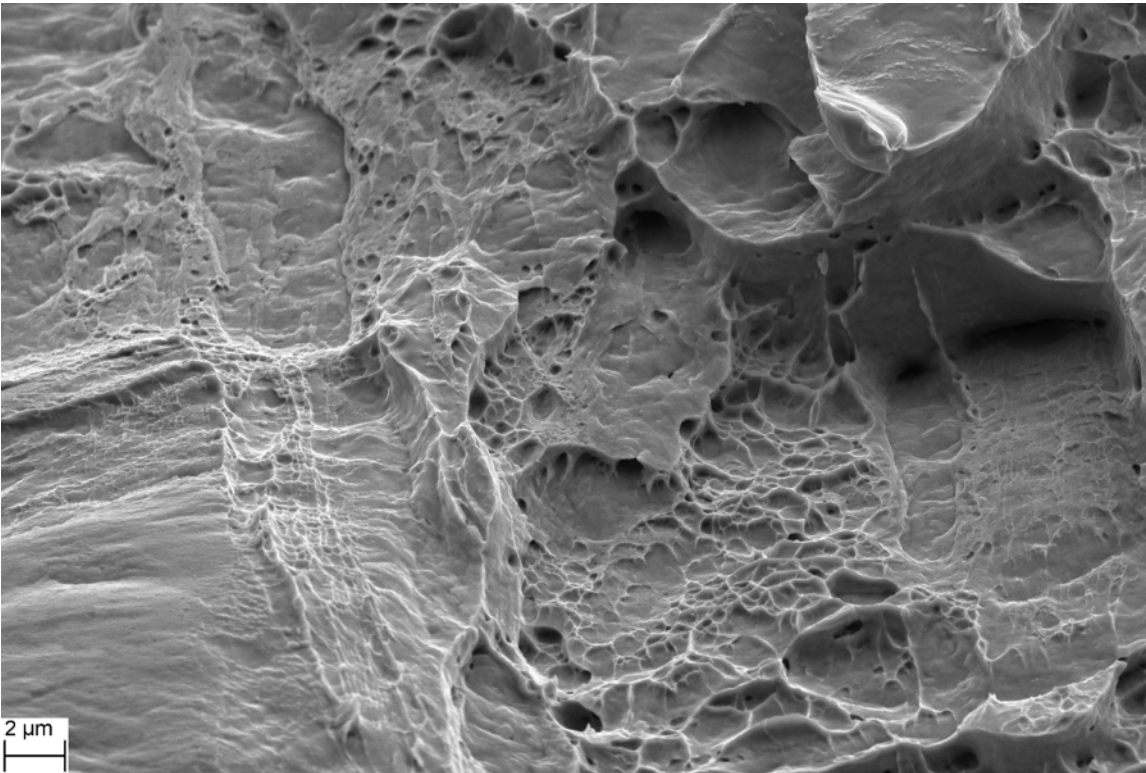
Prøvene som ble testet ved in situ strekktesting ble deformert helt til brudd under kontrollerte forhold. Figur 34 viser en oversikt over bruddflatene til de forskjellige prøvene i venstre kolonne og et nærbilde i høyre kolonne. Figur 35 og Figur 36 viser et forstørret bilde av dette for å se inn i mikrostrukturen til prøven. Her er det valgt å vise hvordan prøvene ser ut ved 5% sigma, strukket ved -40°C og romtemperatur, og hvordan det påvirker materialet.



*Figur 34 – Bruddflater for prøver med 0% (a), 3% (b) og 5% (c) sigmafase tilstede.*



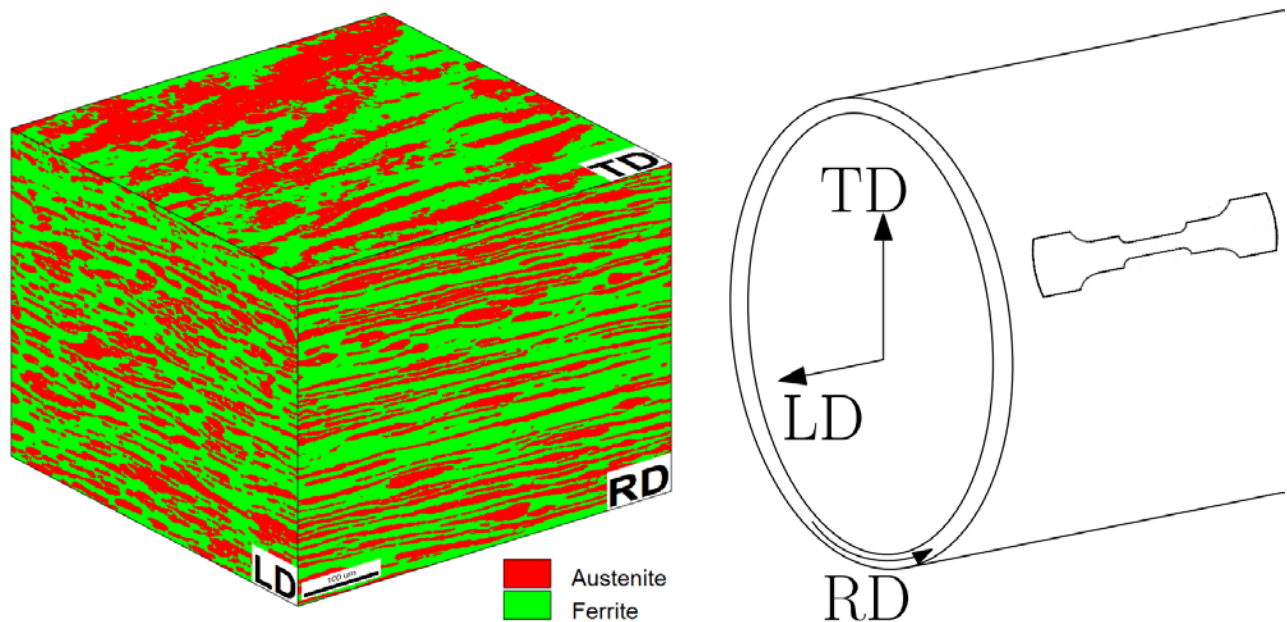
*Figur 35 - Forstørret bilde til 5% sigma ved romtemperatur*



*Figur 36 - Forstørret bilde til 5% sigma ved -40°C*

### 4.3 Varmebehandling og materialet

Fiskeforedlingen for både tverretningen og deformasjonsretningen er gitt i Figur 37 under, hvor grønn er austenitt og rød er ferritt. Fra figuren kan man se en mer langstrakt fasefordeling i deformasjonsretningen enn hva det er i den tverrgående retningen. Figuren er satt sammen av fasekart fra EBSD-skan i de forskjellige retningene som en illustrasjon på hvordan fasene fordeler seg i de ulike retningene. Alle in situ forsøk er gjort ved å observere TD-planet. Dette av rent praktiske årsaker, siden dette er den eneste retningen det er mulig å kutte ut en prøve fra. De ulike retningene er illustrert til høyre i figuren.



Figur 37 – Mikrostrukturene i forskjellige retninger i materiale

Oppvarmingen av prøvestavene ble gjort ved 850°C i 12 og 15 min. Det må legges til at ovnen som ble brukt ikke alltid holdt en stabil temperatur og kan derfor være noe forskjeller ved separate oppvarminger. Det tar også ca. 2 minutter fra prøven settes inn i ovnen til den har nådd 850°C.

# 5 Diskusjon

I denne delen av oppgaven vil resultatet bli diskutert og sammenlignet med relevant teori. Først vil varmebehandlingen og prepareringen av metallet bli diskutert, deretter vil in situ strekktesting med fokus på sprekkdannelse i materialet, slibebånd, orienteringsgradientene og kornrotasjon bli belyst. Resultatene fra både romtemperatur og kulde vil sammenlignes for å se om det er forskjeller i de mekaniske egenskapene til materialet basert på temperatur. Til slutt vil mulige feilkilder ved forsøkene bli kommentert.

## 5.1 Varmebehandling

Varmebehandlingen som ble gjort var for å få fram sigmafase til stålet før in situ forsøkene. Fra figurene og teorien om sigmafase er det vist at denne fasen vokser fram fra ferritt-austenitt området. Dette treffer bra i forhold til teorien som er presentert i og med at ferritten har mer Cr og Mo i seg, som vil si at ferritten blir stabilisatoren. Fra teori delen om sigma ser vi på Figur 2 og Figur 3 at områdene rundt vil bli tømt for Mo og Cr. Ved oppvarming tar austenitt fasen og sigmafase mer over. Grunnen til dette er at det blir sekundær austenitt under oppvarmingen av stålet. Dette kan oppstå fra direkte transformasjon fra ferritt til austenitt. Sekundæraustenitt inneholder som oftest lavere mengde Cr og er derfor mer mottakelig for korrosjon [10]. Som presentert tidligere i avsnitt 2.2 om sigmafase så er denne avhengig både av temperatur under oppvarming og tid. Oppvarmingen av materialet i denne masteroppgaven ble gjort på 850°C. Det som ble oppdaget her var at det var flere kjernepunkter hvor sigmafase vokste ut fra. Disse var koralformet slik som det har blitt vist ved andre undersøkelser og forsøk [26]. Ved å se på IQ bildene i Figur 29 – 32 ser man at sigmafase er de mørke partiene som det er lavere kvalitet av. Grunnen til lavere kvalitet på IQ bildene med sigmafase er mest sannsynlig på grunn av preparering av prøven. Det er veldig stor forskjell i mønsterkvaliteten.

Det er også verdt å merke seg at når sigmafase først felles ut, så skjer det ganske raskt. Få minutter gjør stor forskjell i mengde sigmafase tilstede. Dette får store konsekvenser for de mekaniske egenskapene til materialet. Dette kan man se fra Figur 21, hvis man går fra 15 til 20 minutter vil prøven gå fra å ha en del duktilitet til å være 100% sprøtt. Siden forandringen gikk såpass fort, hadde jeg problemer med å lage in situ prøver som hadde 3% sigma. Det ble ikke observert noe sigmafase i overflate på prøven, men fra bruddflate (Figur 34(b)) er det tydelig at det var noe sigmafase tilstede.

## 5.2 In situ strekktest

### 5.2.1 Slippbånd

Figur 28 og 31 viser SEM bilder og IQ bilder av materialet når det er 5% sigma i det og strukket 6%. Fra disse bildene ser man at slippbånd oppstår hovedsakelig i austenitten, men også noen starter i ferritten. Pilene i figur 28 viser slippbåndene som er i austenittfasen. Ved å kunne forstå slippbånd og ha muligheten til å oppdage dem kan man bruke denne informasjonen til å forstå deformasjonsforløpet i materialet. Plastisk deformasjon oppstår hovedsakelig ved slippbånd. Fra teorien vet vi at ferritt har mindre funksjonelle slippbåndssystem enn austenitt, noe som motvirker plastisk deformasjon. Sigmafasen vokser i nærheten av ferrittfasen og det er her det er mest sannsynlig at man får sprekker og deformasjoner. Ved store deformasjoner er det tenkelig at spenningen i ferritten er redusert. Når den er redusert så er ikke dislokasjonene som er dannet egnet nok til å forårsake plastisk deformasjon. Ved lav temperatur på materialet oppstår det litt mer slippbånd enn ved romtemperatur. Dette forekommer av at materialet blir sprøere ved kulde og har enklere for å skape mer dislokasjon i mikrostrukturen.

### 5.2.2 Sprekk og sprekkdannelse

Det ble utført undersøkelser på sprekker og sprekkdannelse i materialet etter in situ strekktest. Figur 31-33 viser eksempler over sprekkdannelse i stålet under in situ strekktest. Før in situ strekktesten ble gjennomført var det ikke noen sprekker eller sprekkdannelse å se i materialet. Etter strekktesten var utført oppstod sprekken på innsiden av ROI (region of interest). Det som er felles for alle sprekker uansett om det er ved romtemperatur eller ved minusgrader er at det oppstår ved eller i nærheten av sigmafasen i materialet. Dette er på grunn av sprøheten som sigmafasen består av, som tidligere nevnt i teoridelen av oppgaven. Figur 31 er et godt eksempel på hvordan en sprekkdannelse oppstår i materialet. Her ser man at sprekken framkommer midt i sigmafasen, som ligger mellom austenitten og ferritten. Når det er så mye som 5% sigma i materialet er det ikke mye deformasjon som skal til før sprekker begynner å vise seg fram. Allerede ved 3% elastisitet ser man det begynner å framkomme små sprekker i materialet. Selve sprekkdannelsen i materialet kommer veldig hurtig uansett om det er  $-40^{\circ}\text{C}$  eller romtemperatur. Ved kulde oppstår sprekken litt før enn ved romtemperaturen, dette er på grunn av at materialet blir sprøere når det er kaldt. En annen mulig



grunn til at det er så lite forskjell på disse to temperaturene er at legeringen på dette metallet er så høyt at temperatur ikke har så stor innvirkning.

### 5.2.3 Bruddoverflate

Etter at in situ strekktesten hadde blitt gjennomført gikk alle prøvene som ble testet i brudd. Disse bruddene ble gjort under kontrollerte forhold slik at både prøve og testmaskinen unngikk noen skader. I figur 34 er det tre forskjellige prøver med forskjellige mengder sigma i seg. Det er forholdsvis 0%, 3% og 5% sigma i prøvene. Som nevnt tidligere ble ikke prøven med 3% sigma tatt med i denne masteroppgaven. Dette var på grunn av enten feil med materialet eller feil under oppvarming av prøven. Dette er også et godt eksempel på hvor viktig det er med riktig oppvarming av materialet for å få ønsket mengde sigma.

Figur 34 viser bruddet for de tre prøvene. Bildene til venstre viser bruddoverflaten, mens bildene til høyre er et nærbilde av dette. Alle bruddene som har oppstått her er ganske så sprø. Ved 3% sigma kan man se at det enda er litt duktilitet igjen i materialet, men det er bare litt. Ved figur 35 og 36 er bildene veldig forstørret. Her ser man at det er et sprøtt brudd på grunn av høy sigmafase i materialet. Det er ingen fordypninger i bruddet, noe som tilsier at bruddet ikke skal være duktilt. Som oftest ved et sprøtt brudd vil det være en liten hump eller bul opp av materialet.

### 5.2.4 Kornrotasjon

I denne oppgaven har misorienteringsprofilene til prøvene som ble strukket in situ blitt analysert. Dette er prøver som inneholdt henholdsvis 0% og 5% sigmafase og disse ble strukket ved romtemperatur og ved ca  $-40^{\circ}\text{C}$ . Profilene ble hentet ut fra prøvene etter at de var strukket 8%, bortsett fra prøven med 5% sigma, strukket ved ca  $-40^{\circ}\text{C}$ , siden denne prøven gikk til brudd ved 6%. I hver prøve ble fem austenittkorn og fem ferrittkorn tilfeldig valgt ut, og disse kornene, sammen med misorienteringsprofilene, kan ses i Figur 22 til Figur 27. Ved å se på disse profilene er et mulig å få et mål på hvordan de ulike kornene absorberer deformasjonen i materialet. Aksene på kurvene i Figur 26 og Figur 27 er identiske. Ved å se helt overordnet på disse kurvene, kan en se at det er to korn med større misorienteringsgradienter når sigmafase er til stede og når prøvene er strukket ved romtemperatur. Ser man mer nøye på kurven strukket ved  $-40^{\circ}\text{C}$ , kan en se at det kun er austenittkorn som har relativt store misorienteringsgradienter. Dette følger det man vet fra teorien. BCC materialer som ferritt vil ha færre aktive slipplan ved lavere temperaturer og vil gå fra å oppføre seg sprøtt til

duktilt [4]. Videre så har de fleste kornene en lav misorienteringsgradient, unntaket er to korn med 5% sigmafase, strukket ved romtemperatur. I postprosessering av EBSD-data, blir en korn grense ofte definert ved at det punkt i analysen er orientert mer enn  $15^\circ$  fra punktet ved siden av. Et subkorn blir typisk definert ved at punktet er orientert mer enn  $5^\circ$  fra punktet ved siden av. Videre kan man se fra misorienteringsprofilene at de to kornene med 5% sigmafase, strukket ved romtemperatur, har en forskjell i orientering på over  $20^\circ$  innad i kornet. Man ser også at det er en ganske bratt stigning på kurven. Dette tyder på at subkorn dannes her, eller at det er en tvillinggrense. De fleste andre korn ligger rundt  $5^\circ$ , med slake kurver. Dette indikerer at disse kornene ikke har forandret seg særlig under testen. Det er også viktig å huske på at det er relativt få korn i disse plottene, noe som gir dårlig statistikk for disse resultatene.

## **5.3 Feilkilder**

### **5.3.1 Mål av forlengelse**

En feilkilde som kan oppstå i forbindelse med strekkforsøkene er korrekt registrering av forlengelsen. Maskinen som brukes er av den eldre sorten, og det har vært tidligere småproblemer med å registrere korrekt forlengelse på strykebordet. Dersom sensoren som registrerer forlengelsen ikke er riktig kalibrert under forsøkene, vil dette føre til at grad av forlengelsen ikke blir korrekt i forhold til innstilt grad av forlengelse. Dersom dette inntreffer vil alle forsøkene som er gjort bli påvirket på samme måte og kan derfor sammenlignes.

### **5.3.2 Temperatur**

Temperaturen på prøven blir målt på overflaten til prøven med et termoelement av typen K. Dette termoelementet ble festet mellom selve prøven og skruehodet på en av messingskruene til kaldfingeren. Dette ble gjort slik at termoelementet skulle holde seg så rolig og stabil som overhode mulig. Hvis termoelementet ikke holder seg helt rolig så er det usikkerhet knyttet til hvor nøyaktig temperaturen blir målt. Ved tidligere forsøk har det blitt målt forskjellige temperaturer for alle, derfor er det ikke mulig å fastslå en temperatur som passer til alle forsøk.

### 5.3.3 Vakuum

Ved å pumpe vakuum i et tomt elektronmikroskop av typen Zeiss Ultra 55 FESEM tar det opp mot 50 minutter å oppnå et vakuum på  $2,5 \times 10^{-6}$  mBar [27]. Det er dette mikroskopet som ble brukt under alle forsøkene. Med strekkbord og kaldfinger montert tar det mer eller mindre 300 minutter å oppnå ønskede vakuum. Ved in situ undersøkelser er det svært viktig med godt vakuum, da elektronstrålen brenner fast hydrokarboner på overflaten som blir undersøkt. Dette skjer i økende grad ved dårlig vakuum. Når området skal skannes flere ganger på samme plass er det ekstra viktig å minimere kontaminasjonen fra elektronstråler. Ved lavere temperatur på området som skal skannes vil det også bidra til økt kontaminasjon. Det optimale ved bruk av kaldfinger og strekkbord er å pumpe vakuomet over natten slik at det er tilfredsstillende vakuum og for å spare tid. For disse forsøkene som ble gjort her va dette ikke mulig i og med at det er mange personer som skal bruke samme elektronmikroskopet hver dag.

## 6 Konklusjon

Denne oppgaven har bestått av å undersøke effekten av sigmafasen til SDSS ved romtemperatur og ved  $-40^{\circ}\text{C}$ . Hovedmålet med oppgaven har vært å undersøke og forstå hvordan sigmafasen reagerer med og uten kulde og hvordan dette påvirker materialet. Det ble gjort in situ strekktesting med og uten kaldfinger. På bakgrunn av resultater fra eksperimentene gjennomført i forbindelse med denne masteroppgaven kan det trekkes følgende konklusjoner:

- Det ble funnet forskjellige deformasjoner i den austenittiske fasen og den ferrittiske fasen.
  - Austenitten er mest aktiv ved lave temperaturer.
- Ved misorienteringsprofilene ser man at det er størst spredning i profilene ved romtemperatur og med sigmafase. Ved  $-40^{\circ}\text{C}$  er det kun austenittkorn som roterer og det er et fåtall korn som absorberer deformasjonen når sigma er til stede.
  - Kornene har generelt forandret seg lite under testingen.
- Sprekker og sprekkdannelse ble undersøkt. Sprekkene oppstod overalt i sigmafasen. Sprekkene er vinkelrett på strekkretningen og utvikler seg først i sigmafasen før den propagerer videre og materialet går til slutt i brudd.
- Sigmafasen vokste frem flere plasser i materialet. Sigmafasen la seg ved korngrensene til materialet og utviklet seg videre derfra.
- Effekten av nedkjøling var ikke like stor som forventet. Sigmafasen er i utgangspunktet veldig sprø og påvirkes ikke signifikant mer av kulde enn ved romtemperatur. I tillegg hadde materialet som ble brukt en høyt leget legering, med både ferritt og austenitt. Austenitten er ikke påvirket av temperatur som ferritten og klarer å absorbere deformasjonen som kommer.
- Det er svært lite sigmafase som skal til for å gjøre materialet sprøtt. Det er derfor viktig med riktig varmebehandling av prøven.

# Kilder og litteratur

- [1] International Molybdenum Association. Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steels. Technical report, International Molybdenum Association, 2014.
- [2] SINTEF, Arctic Materials. Available from: <http://www.sintef.no>. [cited 2011 07.12.11]
- [3] J.Hjelen, Forelesningsnotater. TMT4505 EBDS.
- [4] Jun-Hyun Han, Kwang-Koo Jee, and Kyu Hwan Oh. Orientation Rotation Behavior During In Situ Tensile Deformation of Polycrystalline 1050 Aluminum Alloy. International Journal of Mechanical Sciences, 45(10):1613 { 1623, 2003. 6th Asia-Paci\_c Symposium on Advances in Engineering Plasticity and its Applications.
- [5] M. Rosso, I. Peter, and D. Suani. About Heat Treatment and Properties of Duplex Stainless Steels. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 50(1):26{36, July 2013.
- [6] Yoon-Jun Kim. Phase Transformations in Cast Duplex Stainless Steels. PhD thesis, Iowa State University, 2004.
- [7] Zbigniew Stradomski and Dariusz Dyja. Sigma Phase Precipitation in Duplex Phase Stainless Steels.
- [8] William D. Callister and David G. Rethwisch. Materials Science and Engineering. John Wiley & Sons Ltd, 2011.
- [9] Thomas H. Courtney. Mechanical Behavior of Materials. McGraw-Hill Science/Engineering/Math, 1999.
- [10] J-O Nilsson. Super Duplex Stainless Steels. Materials science and technology, 8(8):685{700, 1992.
- [11] J. Hjelen, Scanning elektron-mikroskopi, 1989. Trondheim: Metallurgisk institutt, NTH
- [12] Oxford Instruments Analytical, Electron Backscattered Diffraction Explained. Available from: <http://www.ebsd.com>. [cited 2011 19.11].

- [13] K.Z. Baba-Kishi, "Review - electron backscatter kikuchi diffraction in the scanning electron microscope for crystallographic analysis", Journal of materials science, 2002. Vol. 37, no. 9, p. 1715-1746.
- [14] A.J. Schwartz, M.Kumar, B.L. Adams, D.P. Field, "Electron Backscatter Diffraction in Materials Science", 2000. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers.
- [15] D. C. Joy, D.E.Newbury, D. L. Davidson, "Electron channeling patterns in the scanning electron microscope", Journal of Applied Physics, 1982. Vol. 53, no. 8, p. R81-R122.
- [16] Chih-Chun Hsieh and Weite Wu. Overview of Intermetallic Sigma ( $\sigma$ ) Phase Precipitation in Stainless Steels. International Scholarly Research Network ISRN Metallurgy, 2012.
- [17] Kim Ronny Elstad. E\_ekt av ionesputtering og kjemisk mekanisk polering p.a. kvanti\_sering av restaustenitt i SMSS ved EBSD og XRD. Specialization project, Department of Materials Science and Engineering, NTNU, December 2015.
- [18] G.L. Wynick and C.J. Boehlert. Use of Electropolishing for Enhanced Metallic Specimen Preparation for Electron Backscatter Di\_raction Analysis. Materials Characterization, 55(3):190 { 202, 2005.
- [19] M Schwind, J Kallqvist, J.-O Nilsson, J \_Agren, and H.-O Andr\_en. \_-Phase Precipitation in Stabilized Austenitic Stainless Steels. Acta Materialia, 48(10):2473 { 2481, 2000
- [20] Hans Bjerkaas. Characterisation and Plasticity in Extruded Al-Mg-Si Pro\_les engaging In-situ EBSD. PhD thesis, Norwegian University of Science and Technology (NTNU), June 2007.
- [21] R Sedl\_a\_cek, W Blum, J Kratochvil, and Samuel Forest. Subgrain Formation During Deformation: Physical Origin and Consequences. Metallurgical and Materials Transactions A, 33(2):319{327, 2002.
- [22] OIM data collection 5.3 user manual.
- [23] OIM Data Collection 6.0 User Manual
- [24] Struers, About Electrolytical Preparation, Available from: <http://www.struers.com>. [cited 2011 06.12.11].
- [25] K.Geels, D.B.Fowler, R-U.Kopp, M.Rückert," Metallographic and materialographic specimen preparation,light microscopy, image analysis and hardness testing", 2007. ASTM

International : West Conshohocken, Pa.

- [26] M.Karlsen, EBSD based in-situ observations of polycrystalline materials in the SEM, 2009. Doktoravhandling ved NTNU, Institutt for materialteknologi.
- [27] Y.Chen, J.Hjelen, S.S.Gireesh, H.J.Roven, "Optimization of EBSD parameters for ultra-fast characterization of ultrafine grained titanium", Journal of Microscopy, 2011. Vol. 245, p. 111-118.

# Vedlegg A – Manual - NORDIF extraction software

The NORDIF Extraction software is a new developed software with state of the art technology for supplement during characterisation and optimisation of EBSD scans. With NORDIF Extraction single patterns can be extracted, extract a new ROI or thin the fi which will increase the step size and decrease the Pattern.dat file size. The multiple functions of NORDIF Extraction is are given in the following sub sections where the common step for every function is the loading of the scan. In this manual the NORDIF Extraction software version 1.0.14 is used.

## A1 - Loading of the file

To load your file, click the file tab on the top left corner and choose "Open" and the following menu appears, see Figure A.1.

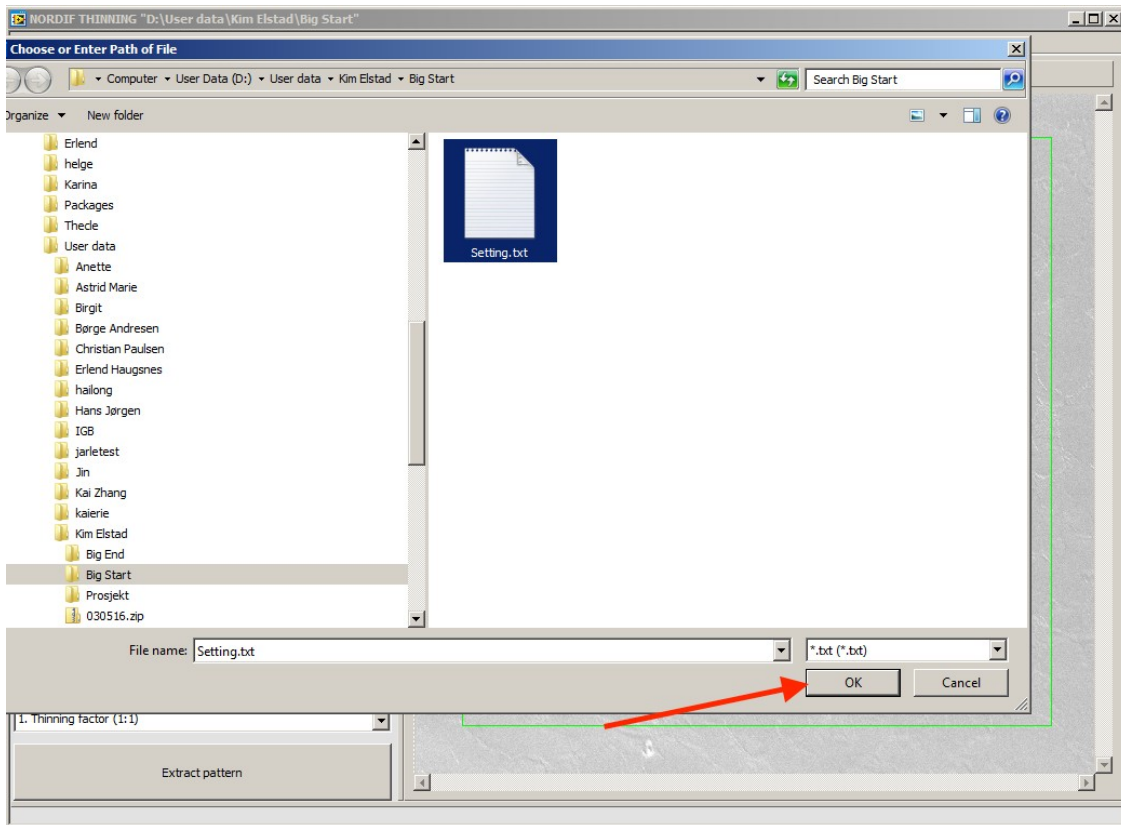


Figure A1 – Loading of file



Navigate to the folder of interest and choose the setting file, usually named Setting.txt. Then press "Ok" and the file is loaded to the program which will cause the following to appear.

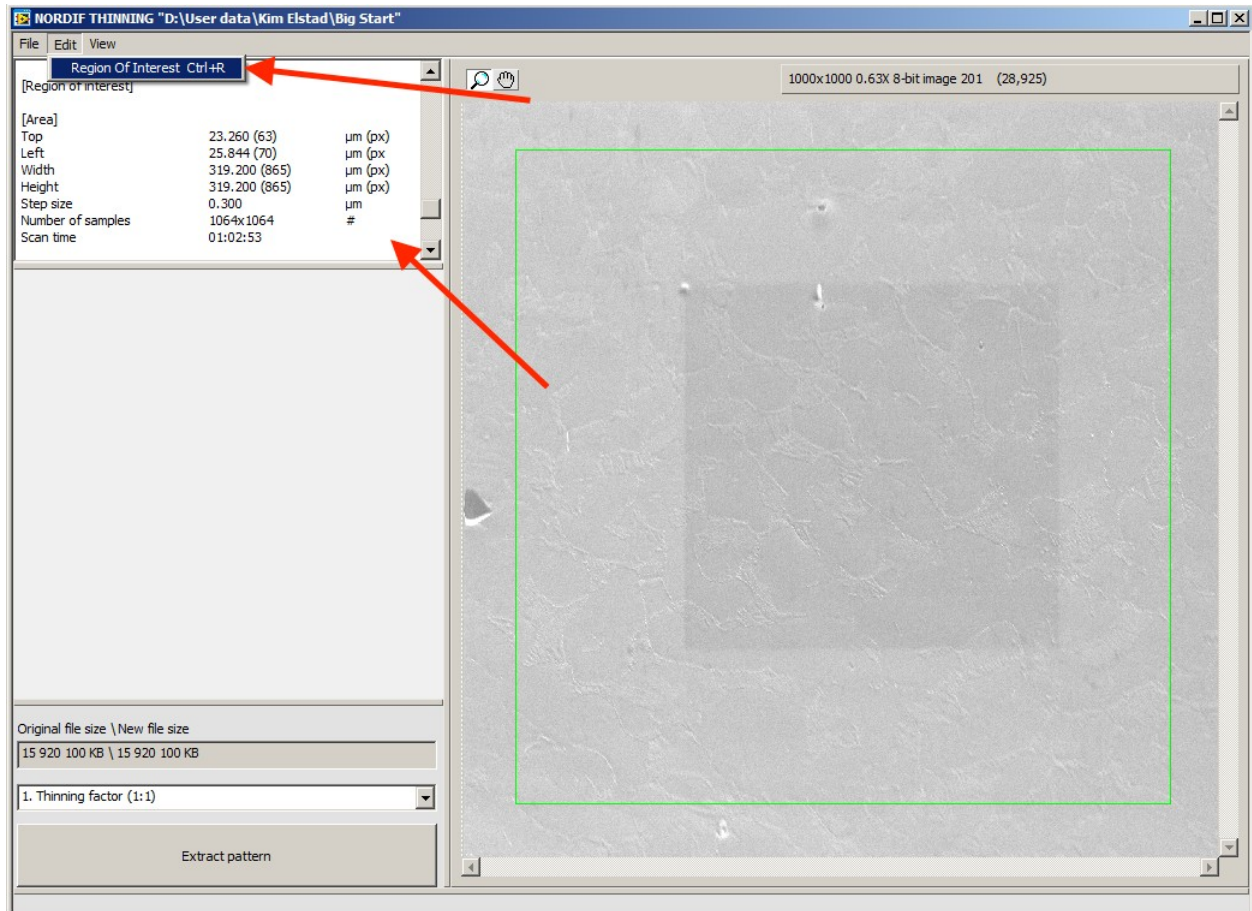


Figure A2: Loaded file showing setting and electron image.

Figure A2 shows the loaded file in the extraction software. On the left hand side, the information from the setting file is given. When pressing the edit tab, the "Region of Interest" button appears. Enabling this will show only the ROI and not the whole electron image. This allows more functions to be displayed, see Figure A3.

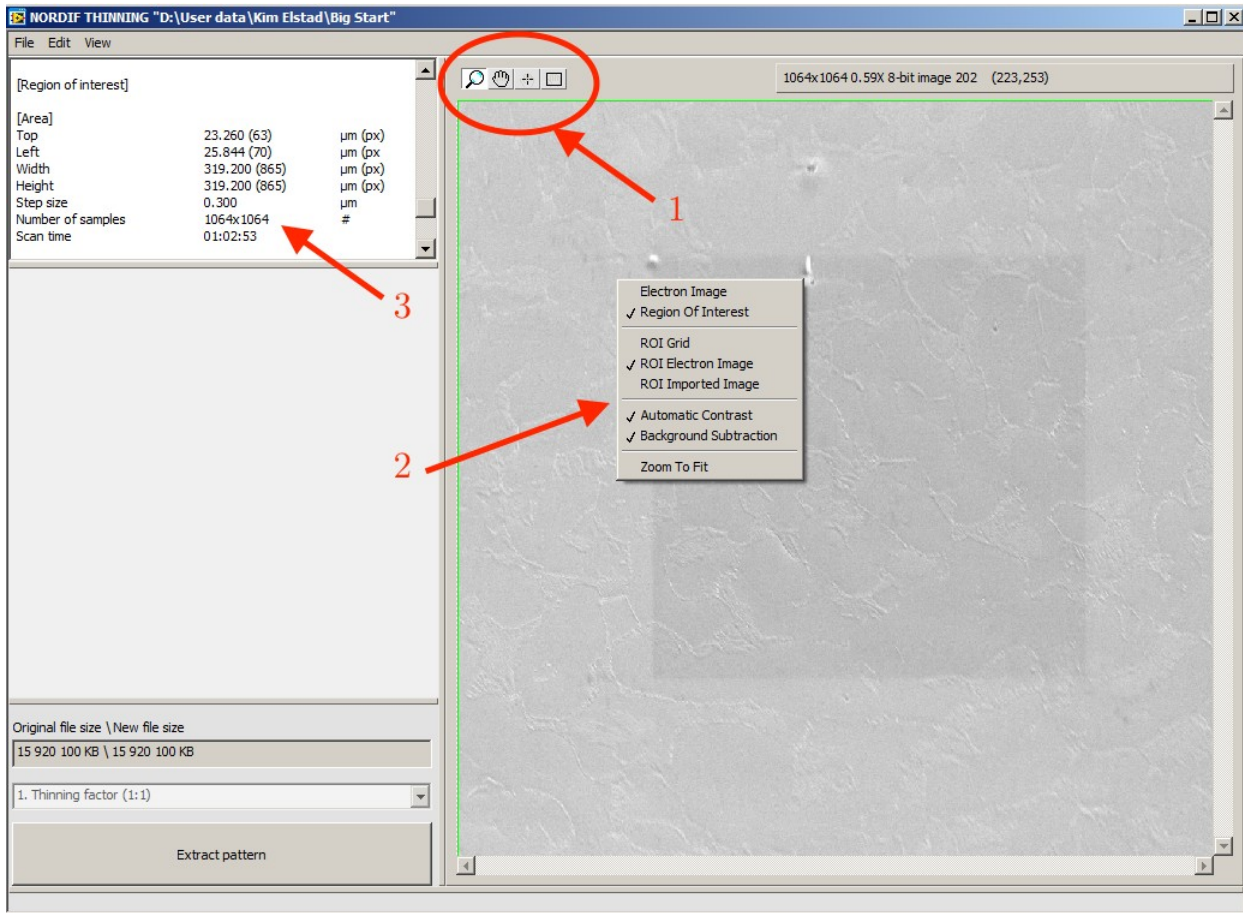


Figure A3: Showing ROI with the new functions.

Arrow 1 shows the new functions, which is recognised from the NORDIF EBSD acquisition software. The "+" open the possibility of investigating single patterns, see section C.3.3, and the rectangle open the possibility of extracting a sub ROI, see section C.3.4. When right clicking on the electron image, more options appear, see arrow 2. When choosing "ROI Imported Image", an EBSD map, i.e. phase map, image quality map, inverse pole fi map, etc. can be loaded. It is of great importance that the size of this map corresponds to the number of samples, see arrow 3.

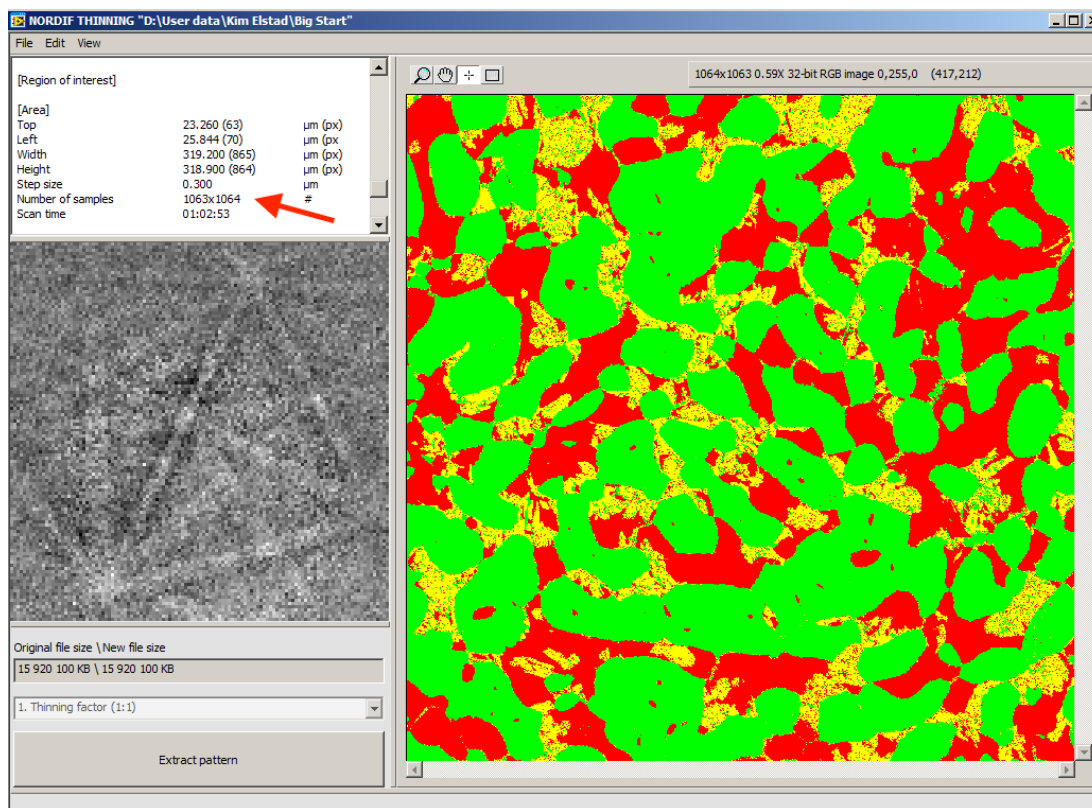


Figure A4: Loaded pattern instead of electron image.

In Figure A4 above a phase map is imported in to NORDIF Extraction. The red arrow show that there was need for an adjustment in the setting since the NORDIF Extraction and the TSL OIM Analysis does not calculate the pixels the same way. This will be fixed in the following versions of the software. Temporary it can be solved with the following steps:

- Open TSL OIM Analysis and choose the desired map. Further, right click and choose "Image" and "Save image".
- A menu with both "Width" and "Height" appear. These values must match with the number of samples in NORDIF Extraction. If these values don't match, the Setting.txt file needs to be changed. Therefore, these values must be written down. Open the Setting.txt file and scroll down to "Number of samples". Change the sequence of these numbers so they match the values from TSL OIM Analysis. **Note: The values must be written in the opposite order, e.g. if the values are 1064 x 1063, write 1063 x 1064 in the Setting.txt file and save.**

## A2 - Thin file

Thinning the EBSD file can be very useful to speed up indexing for testing of e.g. the Hough parameters. When thinning files it is important that the "Region of Interest" is not selected, but the entire electron image. Figure A5 shows the NORDIF Extraction window where the red arrow shows the multiple thinning factors. If choosing "3. Thinning factor (1:9)" the step size is increased by a factor 3, which in this case will be from  $0.3 \mu\text{m}$  to  $0.9 \mu\text{m}$ .

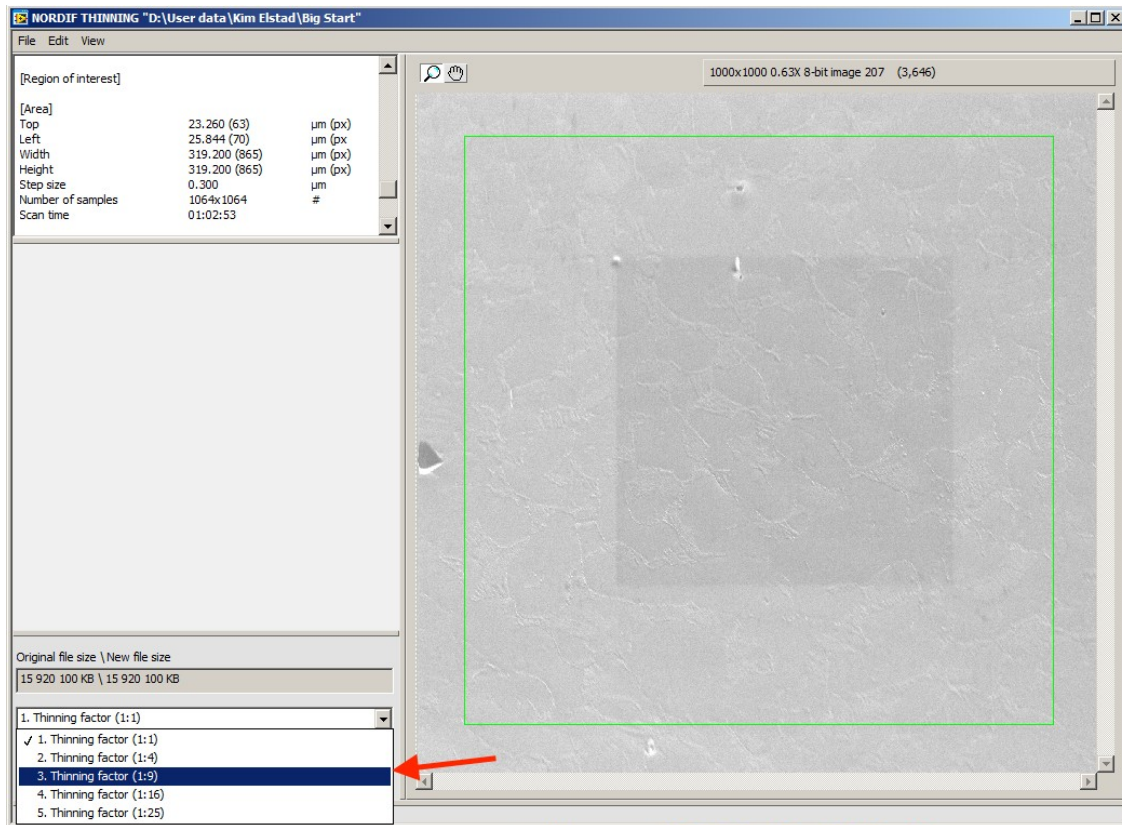


Figure A5: Showing the different thinning factors.

After pressing extract pattern, the following picture appears. A new sub project is created and can be found in the original folder. Arrow 1 show the new step size and arrow 2 and 3 show the original file size and new file size, respectively.

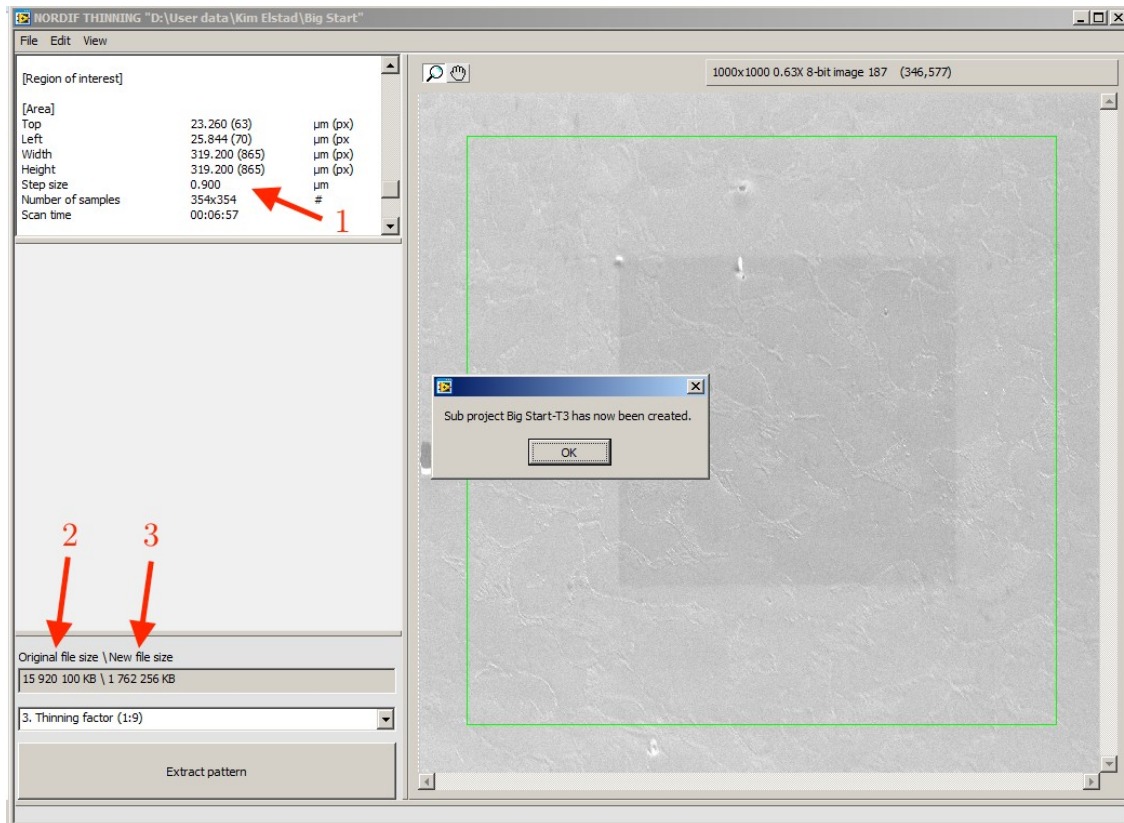


Figure A6: Thinned file with thin factor 3 which decreased the file size of a factor 9.

### A3 - Extract single pattern

With NORDIF Extraction it is also possible to extract single patterns for a more thorough investigation, e.g. during optimisation of the indexing parameters. To enable the pattern extraction functions press the "+" sign indicated by arrow 1, Figure A7. **Note: Enable automatic contrast and background subtraction by right clicking on the electron image.** When moving the cursor around on the electron image the acquisition patterns are shown (arrow 2).

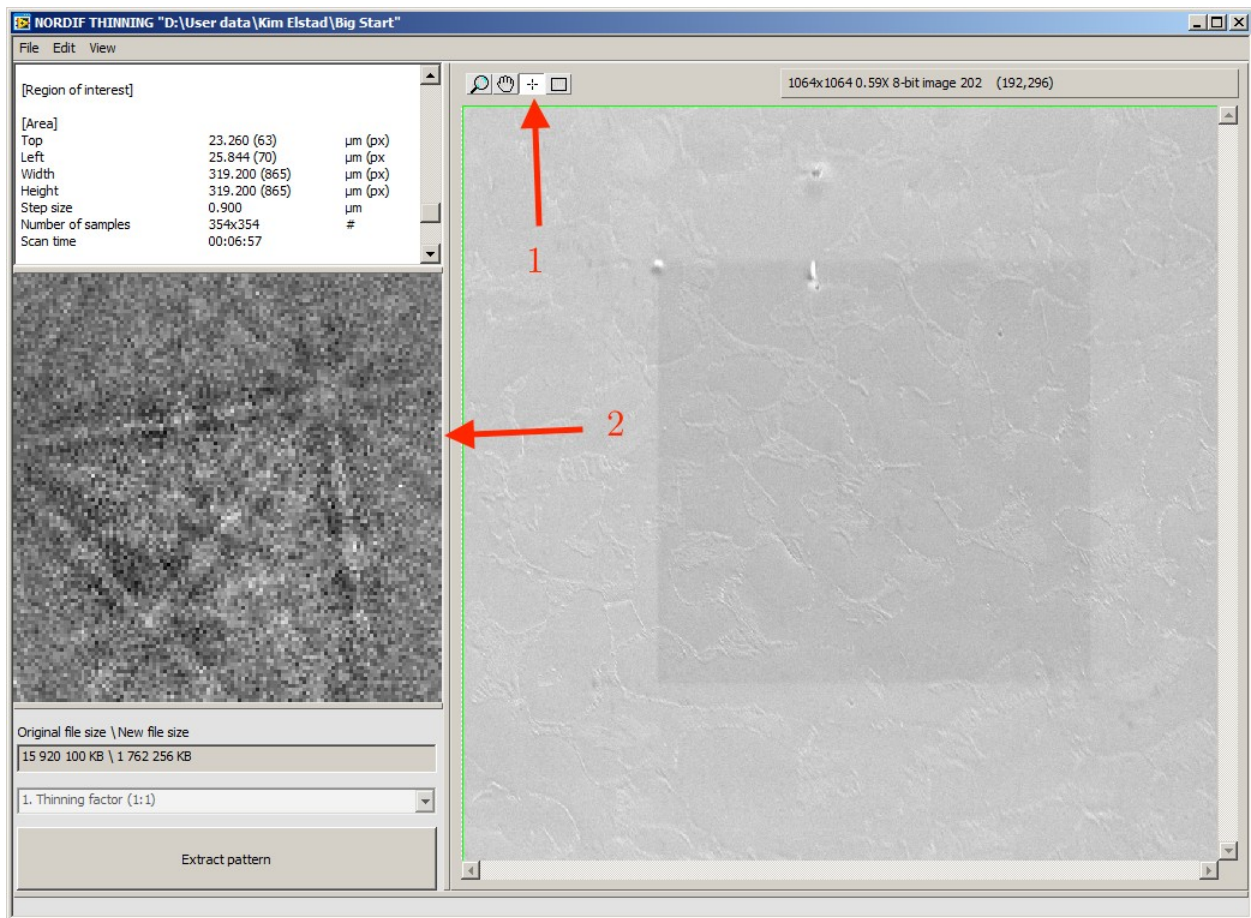


Figure A7: Showing the acquisition patterns which can be extracted.

When the desired pattern is found, left click to save the pattern. The following menu appears:

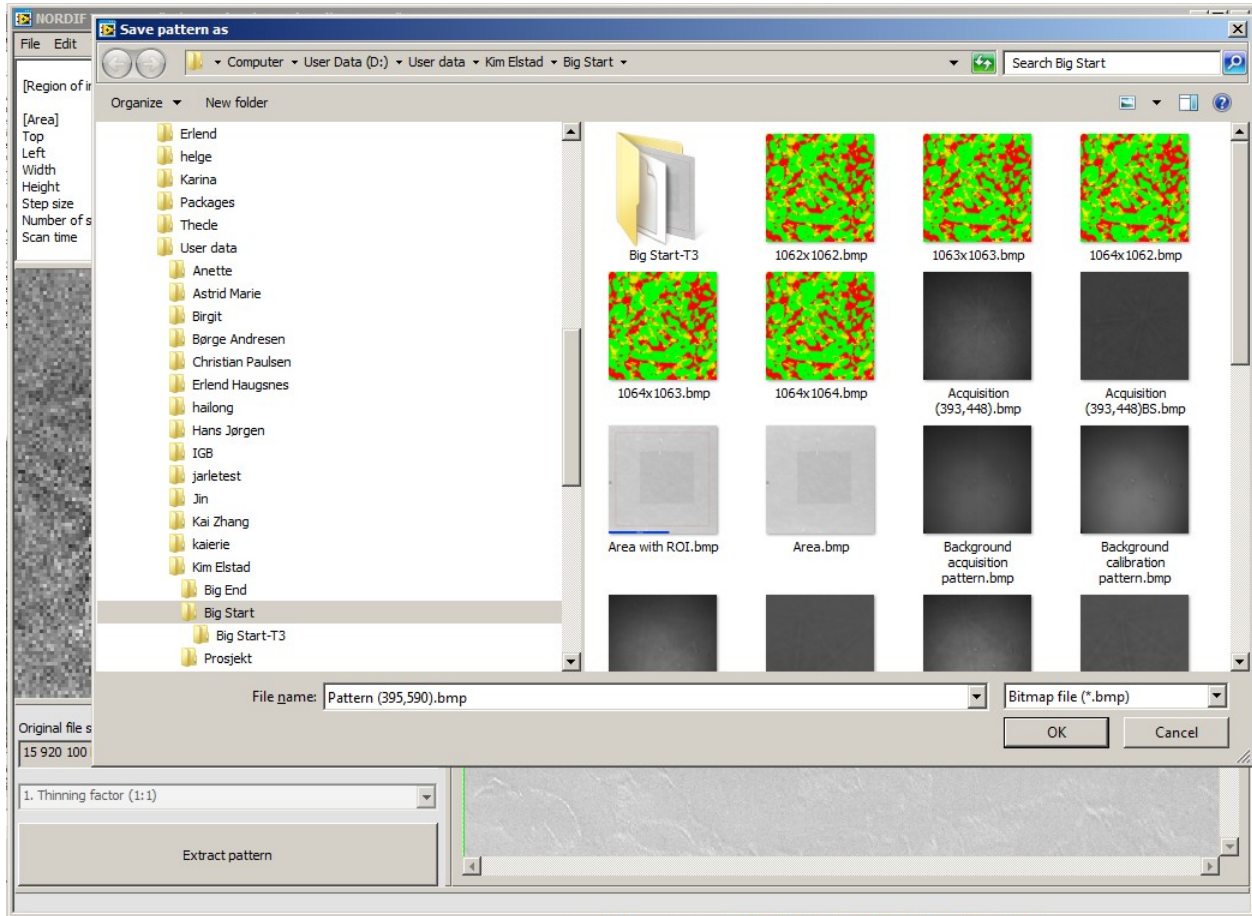


Figure A8: Saving the extracted pattern.

## A4 - Extract new ROI

With the NORDIF Extraction Software it is also possible to extract a new ROI. This is can be very helpful when you want to investigate a part of the scan, or during optimisation of parameters to check if the settings are successful. Start with a loaded fi and choose a rectangle of interest, see arrow 1 in Figure A9. The ROI is chosen the same way as in the NORDIF EBSD acquisition software (hold down left mouse button and choose the desired size).

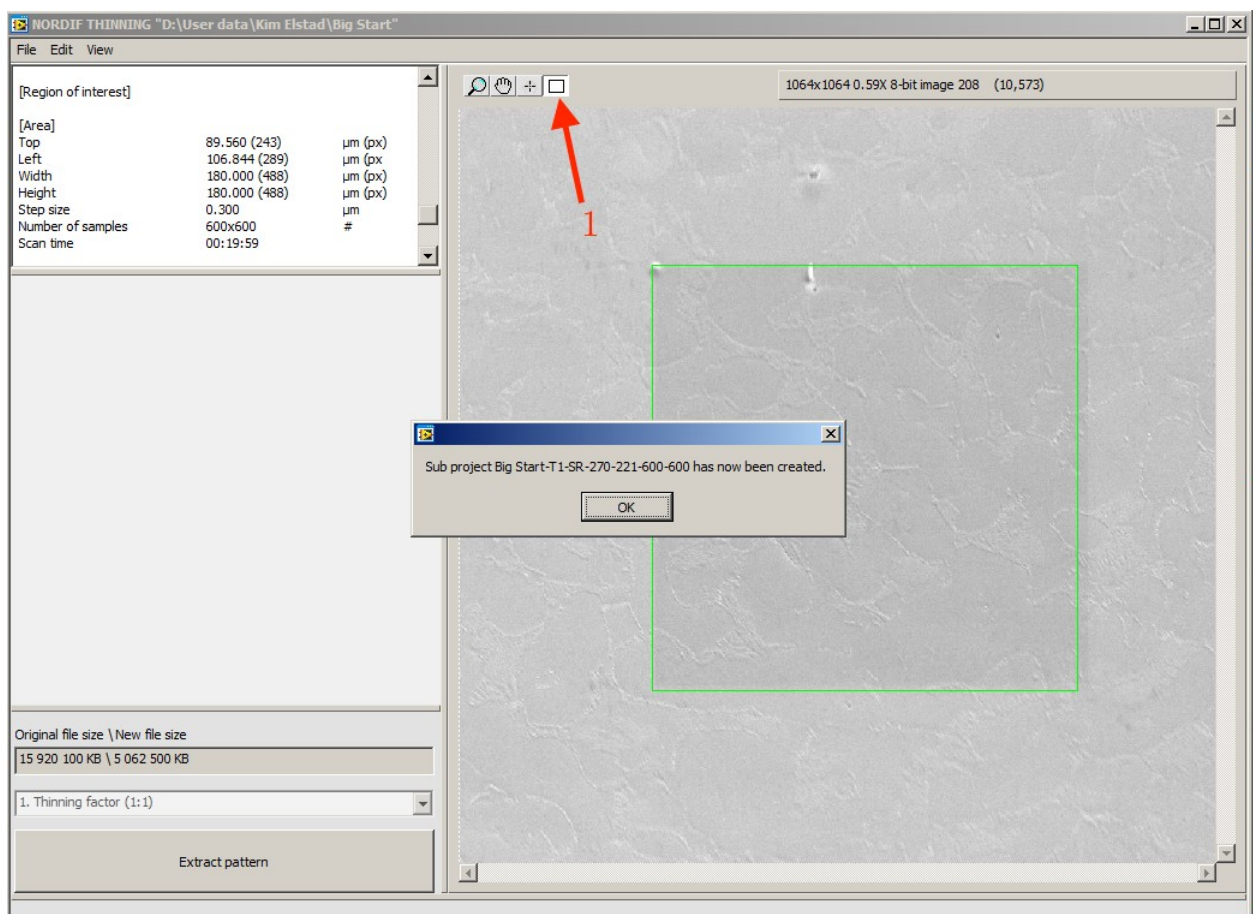


Figure A9: Creating a new ROI.

The message in Figure A9 appears and contains information on the new region of interest. The new folder is saved in the original folder and is named with <Original File Name- Thinning Factor-Sub ROI-Upper Left Coordinates-Width (pixels)-Height (pixels)>