

EBSD undersøkelser og in situ strektesting av stål i SEM

Line Kathinka Fjellstad Rølvåg

Industriell kjemi og bioteknologi

Innlevert: Juli 2012

Hovedveileder: Jarle Hjelen, IMTE

Medveileder: Morten Karlsen, Statoil ASA

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Institutt for materialteknologi

Forord

Denne masteroppgaven er utført ved Institutt for materialteknologi ved Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet, NTNU, våren 2012. Oppgaven er utført selvstendig og i henhold til reglement for gjennomføring av sivilingeniøreksamen.

Jeg vil rette en stor takk til mine veiledere Professor Jarle Hjelen og Professor II Morten Karlsen for god veiledning og inspirasjon underveis i arbeidet med oppgaven. Videre vil jeg takke Professor II Odd Magne Akselsen ved SINTEF for hjelp med å skaffe materialer, samt innspill underveis i arbeidet med oppgaven. Jeg vil også takke Solveig Kirknes ved SINTEF for hjelp med sveisesimuleringen og Arne Gellein ved SINTEF for hjelp med uttak og bearbeiding av materialer. En takk også til Pål Ulseth ved NTNU og Tone Anzjøn ved SINTEF for god hjelp og innspill under arbeidet med prøveprepareringen.

Til slutt vil jeg takke alle på EM-laben ved Institutt for materialteknologi, samt mine medstudenter for gode diskusjoner og støtte.

Trondheim, juli 2012

Line Kathinka Rølvåg

Sammendrag

Denne masteroppgaven har tatt for seg undersøkelser av stål designet for lavtemperaturapplikasjoner ved bruk av elektronmikroskop 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 materialene ved lave temperaturer. To ulike stål ble undersøkt; et smidd finkornet strukturelt stål (F70) og et varmvalset supermartensittisk rustfritt stål (Supermartensitic Stainless Steel - SMSS).

F70-stålet ble sveisesimulert for å oppnå en mikrostruktur tilsvarende interkritisk grovkornet HAZ (Heat Affected Zone). Dette ble gjort ved en tosykel sveisesimulering. Prøvestaver av materialet ble varmet opp med en ønsket makstempertur på $T_{p1} = 1350^{\circ}\text{C}$ og $T_{p2} = 780^{\circ}\text{C}$. For å undersøke effekten av ulike avkjølingshastigheter ble halvparten av prøvestavene avkjølt med $\Delta t_{8/5} = 5$ sekund, og den andre halvparten med $\Delta t_{8/5} = 15$ sekund. Ved sveising av stål kan det dannes lokale sprø soner som martensitt/austenitt-faser (MA-faser). Bilder tatt i lysmikroskop viser at strukturen til sveisesimulert F70-stål består av martensitt og noe bainitt. MA-faser er lokalisert langs korn grensene.

EBSD-teknikken krever at materialet på forhånd gjennomgår en tilfredsstillende prøvepreparering for å gi gode resultater. Det var tidligere etablert en tilfredsstillende prepareringsteknikk for SMSS. I denne oppgaven ble to ulike prepareringsmetoder testet på sveisesimulerte prøver av F70-stål, som er et forholdsvis nytt materiale. Metodene som ble testet var ionesputtering og elektroplering. Preparerte prøver ble undersøkt med EBSD for å analysere kvaliteten på prepareringen. Det viste seg at MA-fasene reagerte annerledes på prepareringen enn resten av strukturen, og det var derfor vanskelig å få disse fram på EBSD-skann. De to prepareringsmetodene ga også forskjellige utfall for andel austenitt (γ -fase) i stålet. Da det i hovedsak er MA-fasene som er interessante ved in situ undersøkelser ble det besluttet å ikke gjennomføre disse på F70-stålet, da en tilfredsstillende preparering må etableres først.

Ved bruk av EBSD-teknikken kan orienteringsdataene som lagres behandles i programvaren TSL OIM Analysis 5.32, som tilbyr ulike renseoperasjoner. *Grain CI Standardization* gir alle punktene i et korn, innenfor en gitt vinkeltoleranse, samme CI-verdi som den maksimale CI-verdien funnet blant punktene i dette kornet. Det er også mulig å legge på et CI-filter som fjerner alle punkter med en $CI \leq 0,05$, og erstatter disse med svarte eller grå piksler. Effekten av disse to operasjonene ble undersøkt på et EBSD-skann av SMSS tatt ved romtemperatur, uten noe form for deformasjon. Renseoperasjonene førte til at 8,1 % av alle punkter ble fjernet. 3,8 % av disse var av γ -fasen, som utgjør kun 17,3 % av skannet før renseoperasjonene ble benyttet. Punkter som fjernes ligger i hovedsak i forbindelse med korn grenser eller øyer av restaustenitt.

For SMSS som inneholder rundt 20 vol.% restaustenitt i opprinnelig (dvs. interkristisk glødet) tilstand, ble det gjennomført undersøkelser av deformasjonsindusert faseformasjon ved bruk av in situ strekktesting med påfølgende EBSD karakterisering. Undersøkelsene ble utført ved romtemperatur og -80°C . Et spesiallaget strekkbord ble montert på SEM (Scanning Electron Microscope) stagen med prøven fastmontert, og en kaldfinger ble brukt for å kjøle ned prøven. EBSD karakteriseringen ble foretatt uten deformasjon og ved 1, 2, 3 og 4 % forlengelse. En sammenligning av resultatene ved romtemperatur og -80°C ble deretter utført. Det ble konkludert med at øyer av restaustenitt transformeres til martensitt som følge av plastisk deformasjon i større grad ved -80°C , som følge av høyere termodynamiske drivkrefter for reaksjonen. Ved romtemperatur var det mulig å verifisere at martensitten som ble dannet oppfyller Kurdjumov-Sachs kriteriet som beviser at den er korrekt indisert. Dette var vanskelig å verifisere for lavtemperatursforsøkene, da skannene har en mye lavere kvalitet.

Abstract

The present master thesis is concerned with electron backscatter diffraction (EBSD) based investigations of the steels designed for low temperature applications. The main objective was to use the EBSD-technique in combination with in situ deformation and a specially designed cold finger to study the materials at low temperatures. Two different steels have been investigated; a forged fine-grained structural steel (F70) and a hot rolled Supermartensitic Stainless Steel (SMSS).

The F70-steel was heath treated to obtain a microstructure similar to intercritical coarse-grained HAZ (Heat Affected Zone). This was achieved by a double cycle weld simulation. Sample rods of the material was heated with a desired maximum temperature of $T_{p1} = 1350^{\circ}\text{C}$ and $T_{p2} = 780^{\circ}\text{C}$. To investigate the effects different cooling rates has on the structure, half of the sample rods was cooled with $\Delta t_{8/5} = 5$ seconds, and the other half with $\Delta t_{8/5} = 15$ seconds. Welding can cause local brittle zones like martensite / austenite-phases (MA-phases) to form. Pictures taken with a light microscope show that the structure of heath treated F70-steel consist mainly of martensite and some bainite. MA-phases are located along grain boundaries.

The EBSD-technique requires that the material beforehand undergoes a satisfactory sample preparation to yield good results. For SMSS, a satisfactory preparation technique was already established. During the work with the thesis two different preparation techniques was tested on heath treated F70-steel, which is relatively new material. The preparation techniques tested were ion beam sputtering and electro-polishing. Prepared samples were examined with the EBSD technique to determine the quality of the preparation. The study showed that the MA-phases on the grain boundaries reacted differently to the preparation than the rest of the steel, and it therefore proved difficult to detect these with the EBSD-technique. The two preparation methods also gave different results when it came to fraction austenite (γ -phase) detected in the steel. Since the behavior of the MA-phases is what is most interesting during in situ investigations for this material, it was decided not to carry out these investigations, as a satisfactory preparation technique must be established first.

When using the EBSD-technique the orientation data stored can be processed in the software TSL OIM Analysis 5.32, which offers several clean-up algorithms. *Grain CI Standardization* give all the points in a single grain within a given angle tolerance the same CI value as the maximum CI-value found among the points in this grain. It is also possible to add on a CI-filter that removes all points with $\text{CI} \leq 0.05$, and replaces them with black or gray pixels. The effects of these two operations were examined using an EBSD-scan of SMSS, taken at room temperature without any deformation. The operations led to 8,1 % of all points being removed. 3,8 % of these were of the γ -phase, which only accounts for 17,3 % of the scan before the cleaning operations. Points removed are mainly associated with grain boundaries or islands of retained austenite.

For SMSS containing about 20 vol. % retained austenite in the as-received (i.e intercritically annealed) condition, studies of deformation-induced phase transformation was carried out using in situ tensile testing in combination with EBSD characterization. The investigation was carried out at room temperature and -80°C . A specially designed deformation devise was mounted on top of the SEM (Scanning Electron Microscope) stage with the sample fixed, and a cold finger was used to cool the sample. The EBSD characterization was carried out without deformation and at 1, 2, 3 and 4 % elongation. The results from room temperature and -80°C were compared. It was confirmed that the transformation of retained austenite to martensite due to plastic deformation is more likely to occur -80°C due to higher thermodynamic driving force for the reaction. At room temperature it was possible to verify that the martensite formed satisfies the Kurdjomov-Sachs criteria, which proves it is correctly indexed. This was difficult to verify for the low temperature investigation, as the quality of the scans are much lower.

Innhold

1	Innledning	1
2	Teori.....	3
2.1	Stålmetsallurgi	3
2.1.1	Stål for arktiske applikasjoner.....	4
2.1.2	Supermartensittisk rustfritt stål	4
2.1.3	Finkornet strukturelt stål (F70)	5
2.2	Sveising	6
2.3	MA-faser	7
2.4	Fasetransformasjon.....	9
2.5	Prøvepreparering	10
2.5.1	Ionesputtering med Hitachi IM-3000 Flat Milling System	11
2.5.2	Elektropolering	12
2.6	EBSD-teknikken.....	12
2.7	Operasjonsparametere i SEM.....	15
2.8	EBSD-Programvaren.....	17
2.8.1	TSL OIM Data collection.....	17
2.8.2	TSL OIM Analysis	19
3	Eksperimentelt.....	22
3.1	Stålkvalitet.....	22
3.2	Sveisesimulering av F70-stål	22
3.3	Preparering av stål for EBSD undersøkelser	23
3.3.1	Mekanisk preparering.....	24
3.3.2	Elektropolering	24
3.3.3	Ionesputtering.....	25
3.3.4	Preparering av F70-stål	25
3.3.5	Preparering av SMSS	27
3.4	Lysmikroskop.....	28
3.5	Mikrosonde (EPMA).....	28
3.6	SEM.....	28
3.7	Opptak av EBSD data	28
3.7.1	NORDIF 1.4.0	29
3.7.2	EDAX/TSL OIM Data Collection 5.31.....	31
3.8	Analyse av EBSD data	32
3.9	In situ eksperimenter	32
3.9.1	Strekkbord og prøvegeometri.....	32
3.9.2	Kaldfinger.....	33
4	Resultater	36
4.1	Sveisesimulering av F70	36

4.2	Preparering av stål for EBSD undersøkelser	37
4.2.1	Preparering av F70	37
4.2.2	EPMA av tosykel sveisesimulert materiale.....	48
4.3	Effekt av renseoperasjoner	48
4.4	In situ strekkforsøk på SMSS.....	51
4.4.1	In situ EBSD undersøkelser ved romtemperatur.....	52
4.5	In situ undersøkelser ved -80°C	54
4.6	Grafisk framstilling av data for strekkforsøk	57
4.7	Kurdjmov-Sachs orienteringssammenheng.....	58
5	Diskusjon.....	60
5.1	Preparering av stål for EBSD undersøkelser.....	60
5.2	Effekt av renseoperasjoner	61
5.3	Strekkforsøk	62
6	Konklusjon.....	68
7	Forslag til videre arbeid.....	70
	Referanser	72
	Vedlegg A Resultater	B
A.1	EBSD undersøkelser ved romtemperatur	C
A.2	EBSD undersøkelser ved -80°C	F

1 Innledning

I den senere tid har olje og gassproduksjon i arktiske områder blitt et mål for oljeselskaper verden rundt. Det er estimert at så mye som 25 % av verdens uoppdagede forekomster av olje og gass befinner seg i områdene nord for polarsirkelen. Produksjon i disse områdene må takle ekstreme klimatiske forhold, hvor is, snø og temperaturer ned mot -60°C er noen av utfordringene [1]. I denne sammenheng har det derfor blitt stadig større fokus på utvikling av materialer som innehar de egenskapene som stilles til styrke, seighet og duktilitet ved lave temperaturer. [2, 3]. Det er flere ulike typer stål som kan være gode kandidater i denne sammenheng.

Smidde stål er mye brukt i offshore applikasjoner og som strukturelle komponenter innen olje- og gassutvinning [4]. Selv om grunnmaterialet har en fin balanse mellom styrke og seighet ved lave temperaturer, kan det oppstå problemer som følge av sveising. Sprø faser av martensitt og austenitt (MA-faser) kan utvikles, og potensielt føre til sprøbrudd ved lave temperaturer [5]. Det er derfor av stor interesse å skaffe mer informasjon om hvordan sveising påvirker dette materialet.

Martensittiske rustfrie stål er ofte brukt i applikasjoner som skal operere ved lave temperaturer. For bruk i rørledninger i forbindelse med olje- og gassproduksjon i arktiske områder er supermartensittisk rustfritt stål (SMSS) spesielt ansett som en god kandidat, da dette blant annet har et lavere karboninnhold og dermed økt sveisbarhet [6, 7]. Det er derfor av interesse å undersøke hvordan denne type materiale vil oppføre seg ved lave temperaturer, spesielt med tanke på deformasjonsindusert fasetransformasjon av restaustenitt som finnes i strukturen.

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 korn grenser [8]. 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. Resultatene kan deretter sammenlignes med samme undersøkelser gjort ved romtemperatur.

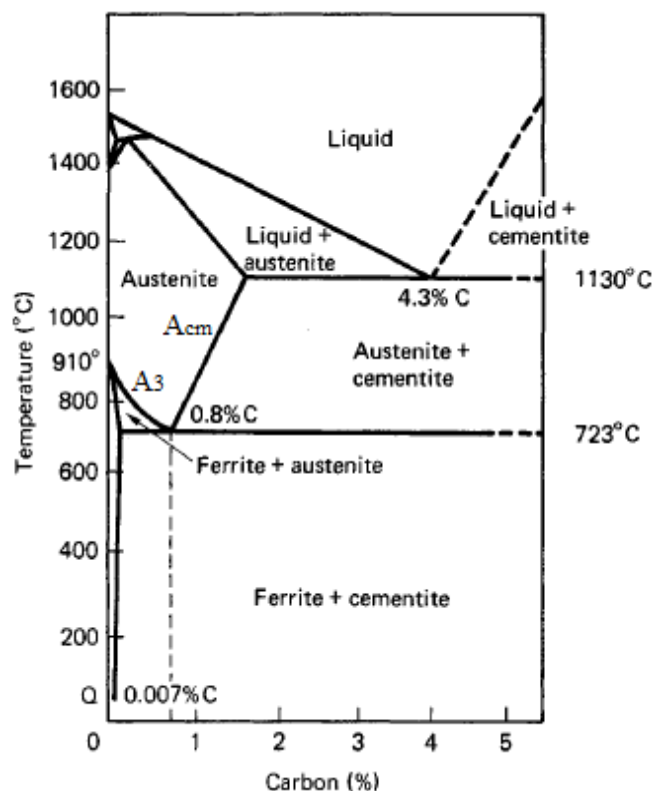
Materialene undersøkt i denne oppgaven er et varmvalset supermartensittisk rustfritt stål (SMSS) og et smidd finkornet strukturelt stål (F70). F70-stålet sveisesimuleres for å oppnå en mikrostruktur tilsvarende den som finnes i den varmepåvirkede sonen i en sveis. Hovedfokus for F70-stålet vil først være å finne en prepareringsteknikk som muliggjør EBSD-undersøkelser, spesielt med hensyn på MA-faser. For SMSS er det tidligere utviklet en egnet prepareringsteknikk for EBSD undersøkelser [9]. Hovedfokus for dette stålet vil være in situ deformasjon i kombinasjon med EBSD karakterisering både ved romtemperatur og -80°C .

Oppgaven er en del av det SINTEF-ledede prosjektet Arctic Materials som har som hensikt å etablere kriterier og løsninger for sikker og kostnadseffektiv bruk av materialer for olje- og gassutvikling i arktiske områder.

2 Teori

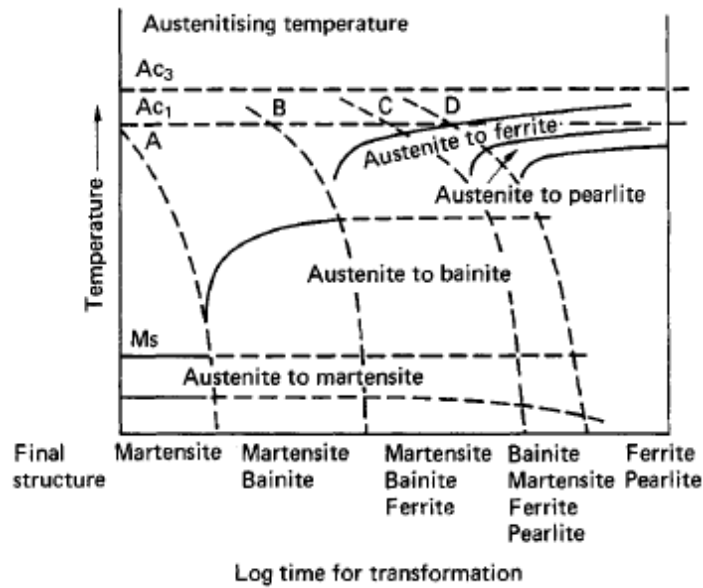
2.1 Stålmetsallurgi

Figur 1 viser fasediagrammet for jern og karbon, hvor den delen av fasediagrammet som gjelder for stål er lavkarbondelen opp til 2 % karbon. Diagrammet viser de stabile fasene som kan oppnås dersom holdetiden i disse områdene er lang nok til at en likevekt kan innstilles [2].



Figur 1: Jern - Karbon fasediagram. Modifisert fra [10].

Ved å variere avkjølingsbetingelsene for stål glødet til austenittområdet kan man oppnå ulike mikrostrukturer eller ulikevekts faser som ikke framkommer av fasediagrammet. Dette kan være faser som perlitt, bainitt og martensitt. Faseovergangen som skjer under slike forhold kan framstilles i et CCT-diagram. Av Figur 2 kan man se at CCT-diagrammet har en nese for hver av omvandlingene til ferritt, perlitt og bainitt, markert med heltrukne linjer. De stiplede linjene viser hvordan ulike avkjølingsforløp påvirker strukturen. Med økende avkjølingshastighet vil hardheten stige. Dette skyldes at mikrostrukturen blir dannet ved større underkjøling, noe som fører til en mer finfordelt og hardere struktur [2].



Figur 2: CCT-diagram for stål [10].

2.1.1 Stål for arktiske applikasjoner

I takt med at olje- og gassindustrien beveger seg til nye områder med et mer ekstremt klima, må nye materialer utvikles for å oppnå en sikker og kostnadseffektiv produksjon [3]. Det har den siste tiden vært mye fokus på leting i arktiske områder. Dette fører til nye utfordringer både med tanke på de svært lave temperaturer, og problematikken med snø, is og vind [1]. Utviklingen av materialer med egenskaper som ivaretar de store kravene som stilles til styrke, seighet og duktilitet ved lave temperaturer blir derfor stadig viktigere [2, 3].

For å oppnå god sveisbarhet, formbarhet og seighet ved lave temperaturen er det flere kriterier som må oppfylles. Stålet må ha en finkornet struktur, karboninnholdet kan ikke være for høyt og urenheter som svovel og fosfor må fjernes. Disse restriksjonen kan føre til at lavere styrke, noe som kan forhindres ved herding. Det er viktig at herdeprosessen ikke ødelegger ønskede egenskapene som allerede er oppnådd under framstillingen av stålet [4]. Materialene som er undersøkt i denne oppgaven er et varmvalset supermartensittisk rustfritt stål og et smidd finkornet strukturelt stål.

2.1.2 Supermartensittisk rustfritt stål

Martensittisk rustfritt stål er ofte brukt i applikasjoner som skal operere ved lave temperaturer. For bruk i rørledninger i forbindelse med olje- og gassproduksjon i arktiske områder er supermartensittisk rustfritt stål (Supermartensitiv Stainless steel - SMSS) spesielt ansett som en god kandidat, da dette blant annet har et lavere karboninnhold og dermed økt sveisbarhet [6, 7]. Sammenlignet med tradisjonelle duplex stål vil SMSS også være et svært kostnadseffektivt alternativ [7].

SMSS kan deles inn i tre grupper; lavlegert (11Cr-2Ni), medium legert (12Cr-4.5Ni- 1.5Mo) og høylegert (12Cr-6Ni-2.5Mo). I alle tre gradene er restaustenitt en viktig komponent i

mikrostrukturen. Som tidligere nevnt vil det lave innholdet av karbon (C) i SMSS gi materialet økt sveisbarhet, noe som har vært en utfordring i forhold til martensittiske rustfrie stål med et høyere karboninnhold [7]. Et balanserte innhold av andre legeringselementene som krom (Cr), nikkel (Ni) og molybdenum (Mo) sørger for økt korrosjonsmotstand og opprettholder fasebalansen i mikrostrukturen [7, 9]. Spesielt Cr fører til at det i nærvær av oksygen dannes en diffusjonstett, selvreparerende passivfilm på ståloverflaten som beskytter mot korrosjon [2].

Supermartensittisk rustfritt stål framstilles ved varmvalsing. Under valsingen plasseres stålet mellom to valser som roterer i motsatt retning. Stålet komprimeres, reduseres i tykkelse og endrer form. Stålet passerer valsene flere ganger inntil ønsket tykkelse er oppnådd [2].

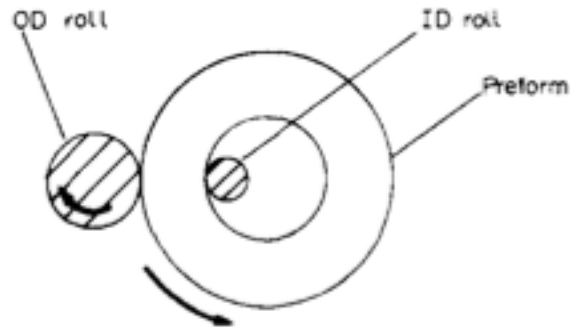
Varmvalsing forgår over rekrytalliserings temperaturen til materialet. Dersom stålet vales i austenittområdet og etterfølges av bråkjøling til romtemperatur vil dette gi en fullstendig martensittisk struktur [11]. Etterbehandling av stålet kan skje ved hjelp av gløding og bråkjøling. Materialet i denne oppgaven har gjennomgått interkristisk gløding, dette fører til en delvis austenittisering og stabilisering av austenitten. Bråkjøling til romtemperatur gir en struktur av homogent fordelte øyer av restaustenitt i en matriks av martensitt [9, 11].

2.1.3 Finkornet strukturelt stål (F70)

Smidde stål blir mye brukt i offshore applikasjoner som rørkomponenter eller strukturelle deler i olje- og gassutvinning. Det smidde stålet som er undersøkt i denne oppgaven er et finkornet strukturelt stål hvor legeringselementer som karbon (C), mangan (Mn) og vanadium (V) er redusert, mens det er en økt forekomst av elementer som krom (Cr), nikkel (Ni), molybdenum (Mo), kobber (Cu) og niobium (Nb).

Et lavt karboninnhold øker som tidligere nevnt sveisbarheten, men gir en også en uønsket reduksjonen i hardheten noe som kompenseres for ved å legere med Cu som fører til herding ved presipitering. Innholdet av Cr øker hardheten, mens Ni øker flytespenningen og duktiliteten. Innholdet av Mo øker dannelsen av fine korn, men fører også til en reduksjon i styrke og duktilitet. Dette motvirkes ved å holde innholdet av V lavt noe som minker dannelsen av karbider og fører til økt duktiliteten. Innholdet av Nb fører til en mer finkornet struktur og påvirker også duktiliteten positivt [4].

Smidde stål produseres ved plastisk deformasjon ved hjelp av hamring eller pressing [2]. Prosessen kan produserer et stort spekter ulike komponenter. I denne oppgaven er materialet en smidd ring. Denne formen produseres ved at en metallet først blir kuttet til en form som er mulig å behandle, stuket for å øke tverrsnittet og gjennomhullet i midten. Deretter blir materialet varmet til over rekrytalliserings temperaturen, før det blir plassert over en indre rull med mindre diameter enn hullet i materialet og utsatt for press av en ytre rull samtidig som ringen roterer, se Figur 3. Tverrsnittet til ringen reduseres da ved at både den ytre og indre diameteren utvides. Dette produserer sømløse ringer med en homogen, circumferential kornorientering. Materialet blir ofte forbehandlet for å lettere oppnå ønsket struktur før de blir smidd. Dette produserer materialer med høy styrke og duktilitet [12, 13].



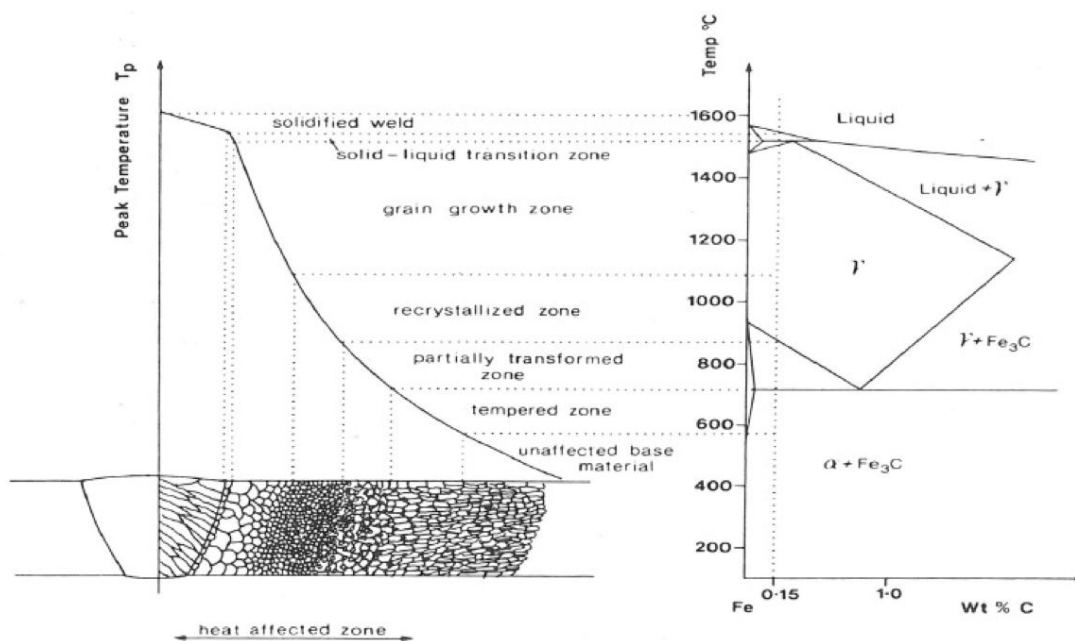
Figur 3: Viser hvordan ringer blir presset til riktig form [12].

Stålet kan varmebehandles i etterkant dersom ønsket struktur ikke er oppnådd. Det finnes flere ulike måter å gjøre dette på. Stålet undersøkt i denne oppgaven er normalisert og QT (Quenched and Tempered). Ved normalisering glødes stålet i austenittområdet, etterfulgt av luftkjøling. Dette virker kornforfinende på stål som har oppnådd en grovkornet struktur gjennom tilvirkningen. Stålet bringes da tilbake til en mer normal ferritt/perlitt- eller sementitt/perlitt-struktur, og kornforfiningen oppstår fordi det dannes flere austenittkorn fra hver perlittkoloni når omvandlingstemperaturen overskrides. Etter avkjølingen vil det dannes flere ferrittkorn på hvert austenittkorn, noen som gir en finkornet sluttstruktur.

Stål med ekstra høy fasthet blir produsert gjennom QT-prosesser. Prosessen baserer seg på å bråkjøle stålet etter varmebehandling for å oppnå økt gjennomherdbarhet slik at mikrostrukturen blir mest mulig martensittisk. Etter herdingen blir stålet anløpt ved høy temperatur slik at man oppnår en seigherdet martensitt. Store godstykker (50-80 mm) blir ikke fullstendig gjennomherdet under bråkjølingen, og mikrostrukturen vil inneholde en stadig økende andel av bainitt, og ferritt/perlitt innover i godset [2].

2.2 Sveising

Ved sveising av stål blir metallene som skal sveises sammen varmet opp til smeltepunktet, og deretter raskt avkjølt. Området rundt selve sveisesonen vil også påvirkes av varmen, noe som kan føre til at mikrostrukturen i stålet endres. Den varmepåvirkede sonen utenfor smeltesonen kalles HAZ (Heat Affected Zone). Den kjemiske sammensetningen i HAZ vil være uendret, mens de mekaniske egenskapene vil kunne endres som følge av en endring i mikrostrukturen. HAZ deles opp i soner som vil ha forskjellig mikrostruktur og egenskaper avhengig av avstand fra sveisen [14]. En skjematisk oversikt over de forskjellige sonene er vist i Figur 4.



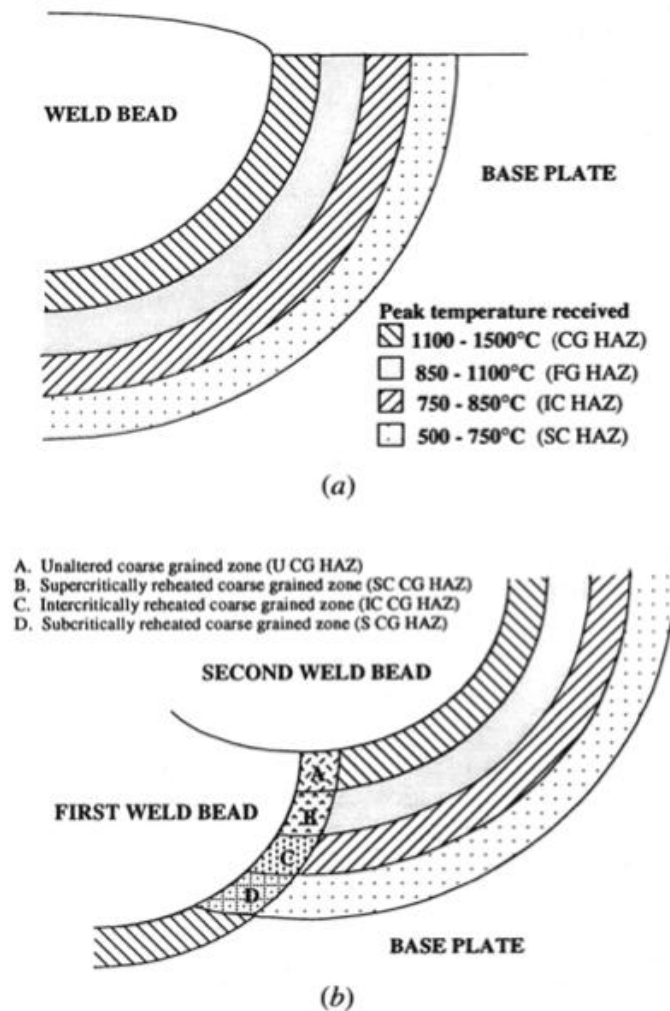
Figur 4: Viser sammenhengen mellom den varmpåvirkede sonen rundt en sveis og fasediagrammet for stål [14].

Tempered zone kjennetegnes ved at strukturen forblir uforandret da temperaturen ikke er høy nok til at ferritten kan omdannes til austenitt. I dette området vil det derfor kun skje en anløping av materialet. I partially transformed zone vil det skje en delvis omdannelse fra ferritt til perlitt og austenitt, avhengig av avkjølingshastigheten. I sonene som ligger nærmest sveisen, recrystallized zone og grain growth zone, vil alt materialet være fullstendig austenittisert. Nærmest sveisen vil strukturen være grovkornet og ha høy herdeevne som følge av liten overflate og stort volum. Under avkjøling vil det da dannes ulikevekts faser som martensitt og bainitt. Lengst unna sveisen vil strukturen være finkornet, og omdannes til en finkornet ferrittisk struktur under avkjøling. Det vil kunne oppstå ulikevekts faser også her avhengig av avkjølingshastigheten [2].

2.3 MA-faser

Ved flersyklusveising kan balansen mellom styrke og seighet i materialet påvirkes ved at det dannes lokale sprø soner. Disse sonene er ofte martensitt/austenitt-faser (MA-faser). HAZ fra en ensykel sveising består av fire distinkte soner, vist i Figur 5 (a). Når materialet blir utsatt for flersyklusveising vil mikrostrukturen fra den første sveisesyklusen endres, som vist i Figur 5 (b). Den grovkornede strukturen fra den første sveisesyklusen gjenoppvarmes da til tofaseområdet, og austenitten vil dannes langs tidligere austenittkorn grenser eller mellom bainittstaver. Karbonet vil ikke få tid til å diffundere og austenitten vil derfor være anriket på

karbon. På grunn av dette høye karboninnholdet vil austenitten bare delvis transformeres etter avkjøling, og strukturen vil derfor bestå av en blanding martensitt og restaustenitt [5].



Figur 5: Skjematiske diagram over HAZ til a) singel sykel sveise og b) flersykel sveis [5].

Martensitt er en metastabil fase som kun dannes dersom avkjølingshastigheten fra austenittområdet er hurtig nok til å unngå dannelsen av andre faser. Avkjølingen vil da ikke gi tid til den karbondiffusjonen som er nødvendig for dannelsen av ferritt og karbid. Når underkjølingen er stor nok dannes det plater eller staver av martensitt på tidligere austenittkornrensene. Martensittdannelsen begynner ved en starttemperatur, M_s , og transformasjonen avsluttes når materialet når en sluttemperatur, M_f . Hvis underkjølingen ikke er stor nok til at sluttemperaturen nås, vil strukturen bestå av en blanding av tidligere nevnte restaustenitt og martensitt [2]. For lavkarbonstål er det spesielt i interkritisk grovkornet HAZ (ICCG HAZ – Inter Critical Coarse Grained HAZ) disse MA-fasene vil oppstå [5].

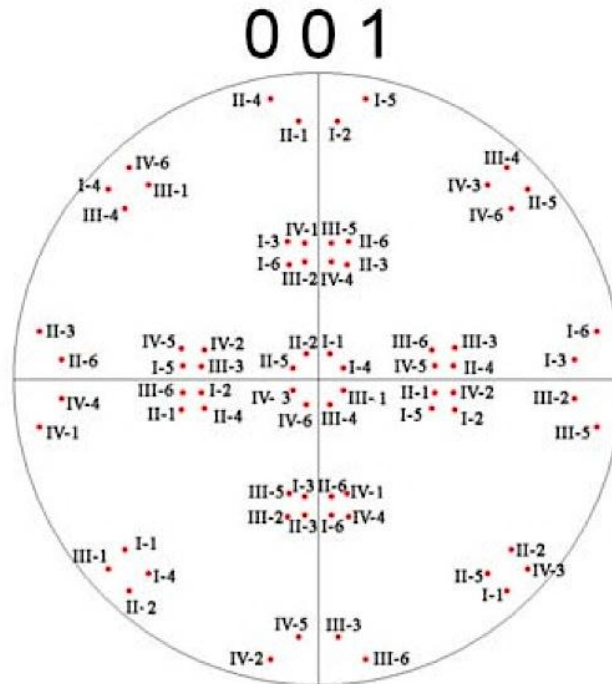
Morfologien til MA-fasene varierer med avkjølingshastigheten. Ved kort avkjølingshastighet vil MA-fasen dannes som forlengede staver som blir tykkere med økende avkjølingshastighet. Mengden dannet MA-fase vil øke med økende avkjølingshastighet til den når et toppunkt, og vil deretter synke. Andelen MA-fase vil derfor minke ved lang avkjølingshastighet.

Selv små forekomster av MA-faser er uønsket, da de har stor innvirkning på seigheten til et materiale. Ved kort avkjølingshastighet skyldes den negative innvirkningen på seighet i hovedsak økt mengde MA-fase. Dette er fordi rask avkjøling og høyt karboninnhold gjør disse fasene sprø. Ved en lengere avkjølingshastighet vil ikke MA-fasene være like skadelige, da andelen vil være mindre, samt at den er mindre sprø og har lavere karboninnhold. Når andelen MA-fase øker vil også omslagstemperaturen øke [15]. Dette er spesielt viktig å unngå for materialer for arktiske applikasjoner, da temperaturen i disse områdene kan bli svært lav.

2.4 Fasetransformasjon

For å kunne uttrykke orienteringssammenhengen mellom fasetransformasjonen av austenitt (FCC-orientering) til martensitt, ferritt og bainitt (BCC-orientering) i stål brukes ofte orienteringssammenhengen Kurdjumov-Sachs (K-S). Denne teorien sier at det fra en tidligere FCC-orientering kan oppstå 24 ekvivalente BCC-orienteringer. BCC-orienteringene som kan oppstå vokser fra fire tettpakkede $\{111\}_\gamma$ plan, hvorav seks varianter kan dannes fra hvert austenittplan. Det skal i teorien være lik sannsynlighet for dannelsen av alle de 24 BCC-orienteringene som stammer fra den opprinnelige FCC-orienteringen, men det har vist seg at enkelte variasjoner favoriseres under transformasjonen [16].

De teoretiske BCC-orienteringene kan plottes i en standard $\{100\}$ -polfigur som vist i Figur 6. I figuren er BCC-orienteringene nummerert i forhold til hvilket tettpakkede austenittplan de er parallelle til. De fire planene er nummerert med romertallene I-IV. De seks variantene som tilhører samme austenittplan er i tillegg nummerert med tallene 1-6. Ved å bruke denne teorien kan BCC-orienteringer fra eksperimentelle data sammenlignes med den teoretiske polfiguren, og den kan dermed brukes til å bekrefte orienteringssammenhenger [16].



Figur 6: Standard $\{100\}$ -polfigur av de 24 mulige Kurdjomov-Sachs martensittvariantene dannet fra austenittorienteringen $(100)[100][9]$.

2.5 Prøvepreparering

For å oppnå gode resultater ved EBSD (Electron Backscatter Diffraction) undersøkelser er det svært viktig å finne en egnet prepareringsmetode for materialet som skal undersøkes. Kravet til prøveprepareringen for overflateundersøkelser med SEM (Scanning Electron Microscop) og EBSD er at de øverste 100 nm av prøven er krystallinsk og fri for store plastiske deformasjoner [8]. Prøven bør være helt plan noe som oppnås ved mekanisk sliping. Både kutting og mekanisk sliping av prøven vil etterlate slipestriper og deformasjoner som kan forstyrre resultatet, og må derfor fjernes i etterkant. Det er i hovedsak tre ulike prepareringer som kan benyttes for EBSD [17];

- Elektropolering
- Kjemisk polering
- Ionesputtering

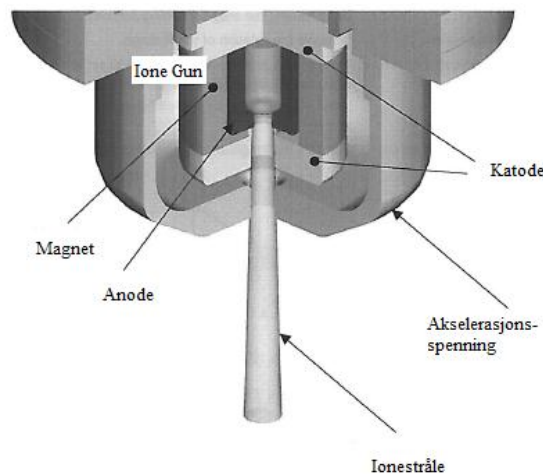
Ved bruk av kjemisk polering bør prøven støpes inn. Rester fra innstøping kan føre til oppladning i mikroskopet, selv etter at rensetrinn er implementert. I denne oppgaven er kun elektropolering og ionesputtering benyttet, metodene blir nærmere forklart under.

2.5.1 Ionesputtering med Hitachi IM-3000 Flat Milling System

Hitachi IM-300 Flat Milling System er en prepareringsmetode spesielt egnet for overflateanalyser som EBSD og SEM undersøkelser [18]. Teknikken kan brukes på omentrent alle typer materialer [19]. Prosessen baserer seg på å fjerne det øverste laget av prøven ved ionsputtering. Systemet bruker argon gass til dette formålet. Når prøveoverflaten bestråles med en energi- og retningstilpasset stråle bestående av akselererte Ar^+ - ioner, vil atomene på prøveoverflaten dopes med energi fra Ar^+ -ionen og dermed slås løs. Det er dette som kalles sputtering fenomenet. Hvis energien til ionestrålen tilpasset slik at den ikke er for høy, vil kun det øverste laget av prøven påvirkes. Det underliggende laget av prøven vil være upåvirket av behandlingen og dermed gi et reelt bilde av prøvematerialet ved videre analyse [20].

Prinsipp for metode

IM-3000 systemet baserer seg på Penning systemet vist i Figur 7, hvor en magnet er inkorporert i elektrodeblokken for å øke discharge effektiviteten [20].



Figur 7: Ione Gun IM-3000 [20]

Systemet påsetter en 1,5 kV discharge spenning mellom anode og katode som genererer plasma. Ioner ekstraheres fra plasmaen ved å påføre en 0 til 6 kV negativ spenning (akselerasjonsspenning) til området mellom katoden og akselerasjonselektroden for å akselerere ionene [20]. Ionemøllen produserer på denne måten bred stråle Ar^+ -ioner som bestråler overflaten til prøven med en energi opp til 6 keV, den tidligere nevnte akselerasjonsspenningen [18].

Operasjonsparametere

De viktigste innstillingene som kan endres er akselerasjonsspenningen, vinkel mellom prøven og ionestrålen, rotasjon og fart på stagen og eksentrisiteten. Akselerasjonsspenningen må ikke settes for høyt, da man vil unngå deformasjon av prøveoverflaten som skal analyseres.

Prepareringen vil være mer effektiv hvis energien til ionestrålen er høy, men dette må tilpasses hardheten og spesifikasjonene til hvert enkelt materiale [20]. Vinkelen mellom prøven og ionestrålen bestemmer naturen på overflaten som oppnås [18]. Vinkelen kan varieres mellom 0 og 90° [20]. Ved å bruke en liten vinkel mellom prøven og argonstrålen vil prøveoverflaten bli flat med speilkvaliteter, noe som egner seg svært godt til EBSD analyser. Ved å bruke en større vinkel vil man derimot fremheve struktur og topografi i prøveoverflaten, noe som egner seg til bedre til SEM bilder [18].

Dersom ionestrålens senter er identisk med rotasjonssenteret vil det føre til at prøveoverflaten får et dypere senter hvor prepareringen er mer intensiv, avhengig av hvor høy strålespenningen er. Ionstrålen kan flyttes slik at dens senter ikke sammenfaller med rotasjonssenteret, og dette avviket kalles eksentrisiteten [20].

2.5.2 Elektropolering

Elektropolering gir en deformasjonsfri overflate og er velegnet for homogene materialer. Teknikken baserer seg på en kontrollert oppløsning av metall fra overflaten til prøven [21].

Hovedkomponentene i elektropolering benyttet for laboratoriearbeid er poleringskammeret med katode, 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 [22].

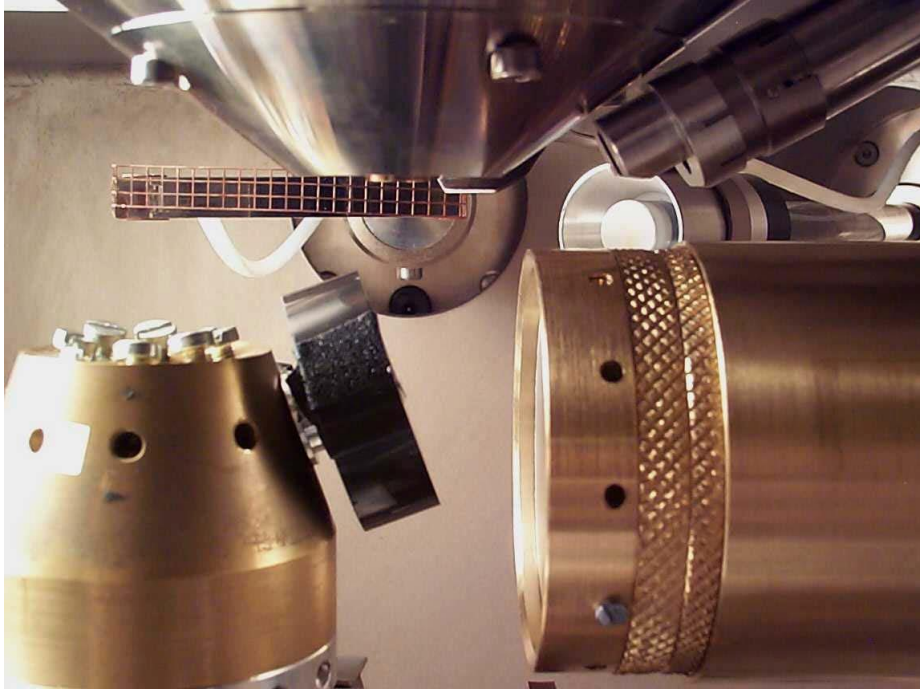
Prøven plasseres med overflaten som skal poleres ned mot masken, som har hull av varierende størrelse. Vanlig areal er fra 0,5 – 5,0 cm². Dette skaper kontakten mellom elektrolytten og prøven. Katoden av rustfritt stål er plassert i bunnen av kammeret. Ved polering sirkulerer elektrolytten i en laminær strøm ved hjelp av pumpen. Denne er ofte er drevet av en magnet for å unngå å ha deler av metall som kan korrodere. Strømmen kan justeres etter behov. Kjølespolen kan benyttes dersom det er behov for å kjøle elektrolytten under forsøk, denne kan inneholde vann eller et kjølemedie. Beholderen for elektrolytten kan byttes ut og lagres med elektrolytten når den ikke benyttes. Dette for å unngå mer kontaminering av elektrolytten [22].

2.6 EBSD-teknikken

Electron backscatter diffraction brukes som en ekstra karakteriseringsteknikk i forbindelse med scanning electron microscope (SEM) undersøkelser. EBSD gir blant annet informasjon om individuelle kornorienteringer og korn grenser, lokal tekstur, korrelasjon mellom punkt-til-punkt orienteringer og identifikasjon av faser og distribusjon [23]. Teknikken egner seg derfor godt til kvantitativt karakterisering av mikrostrukturen til polykrySTALLINSKE materialer.

Figur 8 viser et typisk oppsett for EBSD i SEM. Prøven er typisk vippet 70° fra horisontal posisjon for å øke tilbakespredningsgraden [17]. Høyenergiske elektroner fra elektronkanonen øverst i bildet treffer den vippede prøven til venstre i bilde. EBSD-mønsteret dannes ved at høyenergiske elektronene blir elastisk spredt i de øverste nanometerne av prøven før de treffer

fosforskjermen til høyre i bildet. Rundt 95 % av elektronene som treffer fosforskjermen vil i midlertidig være uelastisk spredt og føre til støy i bildet [24].



Figur 8: Oppsett for EBSD i SEM hvor fosforskjermen er til høyre på bildet [8].

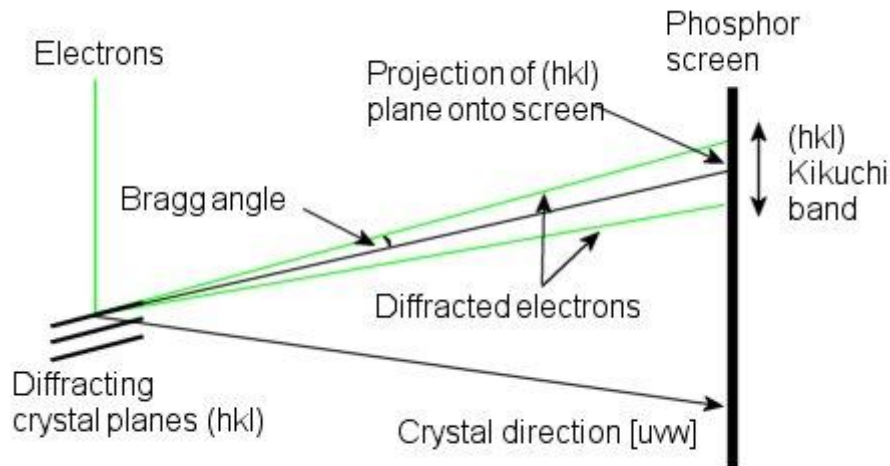
Det er kun primærelektroner som gjennomgår en høyvinkel tilbakespredning som vil kunne komme ut av prøven. På vei ut diffrakteres de elektronene som treffer atomplan med en vinkel som oppfyller Bragg's lov ;

$$2d_{hkl} \sin \theta_B = n\lambda$$

hvor d_{hkl} er avstanden mellom de diffrakterte atomplanene, θ_B er Braggvinkelen, n er et heltall og λ er bølgelengden til elektronene i den innkommende elektronstrålen. Ved bruk av EBSD settes n lik 1, som tilsvarer 1.ordens diffraksjon [17, 25]. De diffrakterte elektronene danner parvis høyvinkelkjegler med åpningsvinkel $180^\circ - 2\theta_B$ for hvert diffrakterte plan [26], men vil bli avbildet som to tilnærmet parallelle linjer med avstand $2\theta_B$ på fosforskjermen [23]. Det vil i midlertid i praksis bli observert lyse Kikuchi-bånd og ikke parvis linjer på fosforskjermen [17]. En utdypende forklaring på effekten finnes i litteraturen ([23] [27]).

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 [23]. Figur 9 viser hvordan Kikuchi-båndet er relatert til det diffrakterte krystallplanet.



Figur 9: Bildet viser hvordan Kikuchi båndene er relatert til det diffrakterte krystallplanet [25].

Da de innkommende elektronene vil diffrakteres fra flere atomplan, vil det dannes flere bånd på fosforskjermen kalt et diffraksjonsmønster. Skjæringspunktet mellom midtlinjer som stammer fra to ulike atomplan svarer derfor til en krystallretning i materialet, kalt soneaksen [23].

Når tilbakespredte elektroner treffer fosforskjermen vil treffpunktet fluoresceres og dermed lyse opp [25]. For å kunne bruke EBSD til å identifisere krystallografiske orienteringer og faser i et materiale må diffraksjonsmønsteret holde en høy kvalitet. Dette oppnås ved bruk av et lyssensitivt CCD (Charge Coupled Device) digitalkamera og et styringssystem for elektronstrålen. Området som skal undersøkes skannes ved at elektronstrålen flyttes fra punkt til punkt på prøven med innstilt steglengde og hastighet. For hvert punkt på prøven som blir undersøkt tar CCD kameraet bilde av diffraksjonsmønsteret som dannes av de tilbakespredte elektronene på fosforskjermen [28]. Bildene fra CCD kameraet kalles Electron Backscatter Pattern (EBSP) og prosesseres videre i EBSD-programvaren [8]. Diffraksjonsmønsteret kan enten lagres (offline-indisering) eller indiseres direkte (online-indisering). Hastigheten på CCD-brikkene til digitalkameraer for online-EBSD-systemer er større enn hastigheten på maskin- og programvaren som foretar etterbehandling og indisering av diffraksjonsmønstrene. Dermed vil hastigheten til disse systemene være begrenset av hvor raskt indiseringen kan foretas. Ved offline-indisering lagres diffraksjonsmønstrene fortløpende til en harddisk og det vil dermed være hastigheten på CCD-brikken, samt prøve og mikroskopinnstillinger, som begrenser hastigheten. Denne metoden er mye raskere enn online-indisering, og ble benyttet under in situ forsøkene i denne oppgaven [29].

2.7 Operasjonsparametere i SEM

For å oppnå gode resultater ved bruk av SEM og EBSD, er det viktig at parameterne er optimalt innstilt. De viktigste parameterne i SEM er vippevinkel, akselerasjonsspenning og strålestrøm. Arbeidsavstand og steglengde er i tillegg svært viktige parametere ved EBSD. For in in-situ forsøk med mye nytt utstyr som monteres i SEM vil også vakuum være en viktig parameter.

Akselerasjonsspenning og vippevinkel

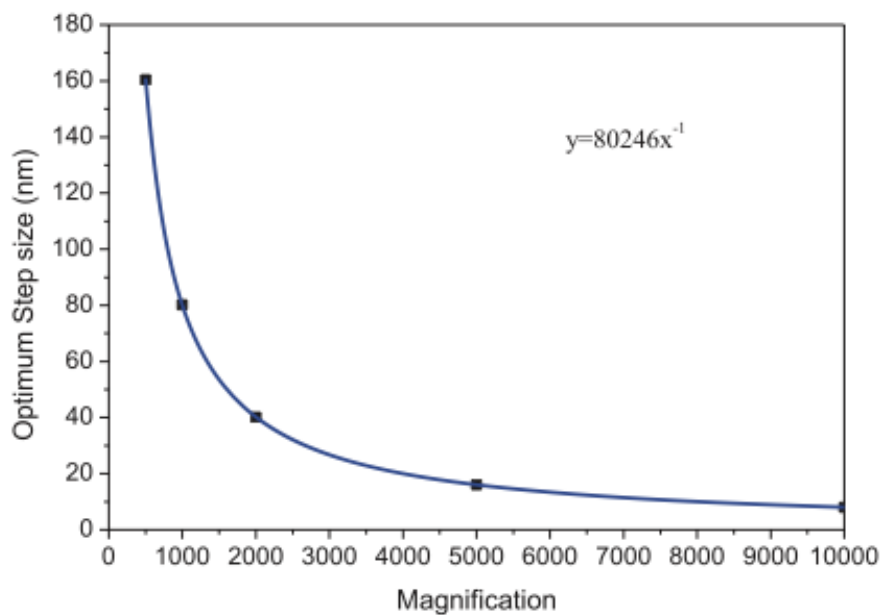
Akselerasjonsspenning og vippevinkel kan kombineres på ulike måter. Forsøk har vist at en vippevinkel på 70° i kombinasjon med en akselerasjonsspenning på 20 kV gir best kvalitet på EBSD-mønstret [8]. Ved å øke akselerasjonsspenningen vil bredden på Kikuchi-båndene reduseres, da en økning i spenningen vil føre til en reduksjon i bølgelengden til elektronene [25]. Ulempen med for høy akselerasjonsspenning er at elektronene trenger dypere inn i prøven, og diffraksjonsmønstret blir derfor generert fra et større emisjonsvolum noe som forringer den romlige oppløsningen [23].

Strålestrøm

Ved å øke strålestrømmen vil flere elektroner medvirke til å danne diffraksjonsmønstret, og integrasjonstiden til kameraet reduseres. Det er ønskelig med høyest mulig signal/støy-forhold [25]. For å øke dette forholdet kan enten eksponeringstiden eller strålestrømmen økes. Ved å øke eksponeringstiden vil skannetid bli lengere, det vil derfor oftest være ønskelig å øke strålestrømmen. Ulempe med dette er at det fører til at elektronstrålen blir bredere slik at oppløsningen blir dårligere [30].

Steglengde og arbeidsavstand

Andre viktige parametere er steglengde og arbeidsavstand. Den optimale steglengden ved bruk av EBSD-teknikken er avhengig av forstørrelsen, hvor optimal steglengden avtar med økende forstørrelse [30]. Figur 10 viser optimal steglengde som funksjon av den forstørrelsen skannet er tatt ved. Ved 500x forstørrelse er optimal steglengde rundt 200 nm.

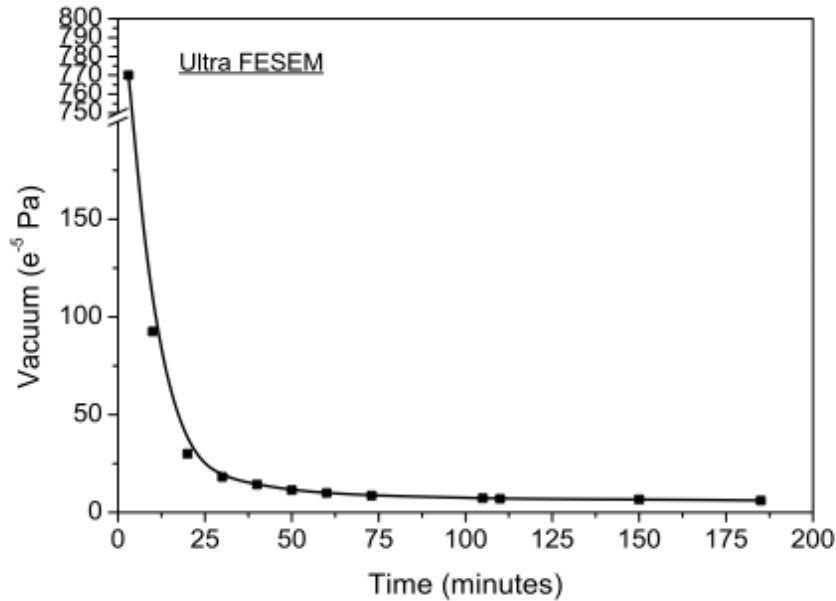


Figur 10: Optimal steglengde som funksjon av forstørrelse [30].

Arbeidsavstanden har vist seg å være optimal ved rundt 20 mm [8].

Vakuum

Ved in-situ forsøk må 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. Ved å pumpe vakuum i et tomt prøvekammer tar det rundt 50 minutter å pumpe et vakuum tilsvarende $2,5 \times 10^{-6}$ mBar. Det har vist seg at kontaminasjon som følge av elektronstrålen ikke er et problem dersom vakuomet er bedre enn $6,13 \times 10^{-6}$ mBar [30]. Figur 11 viser hvordan vakuum utvikler seg i et tomt prøvekammer for Zeiss Ultra 55 FESEM



Figur 11: Vakuutvikling over tid for tomt prøvekammer [30].

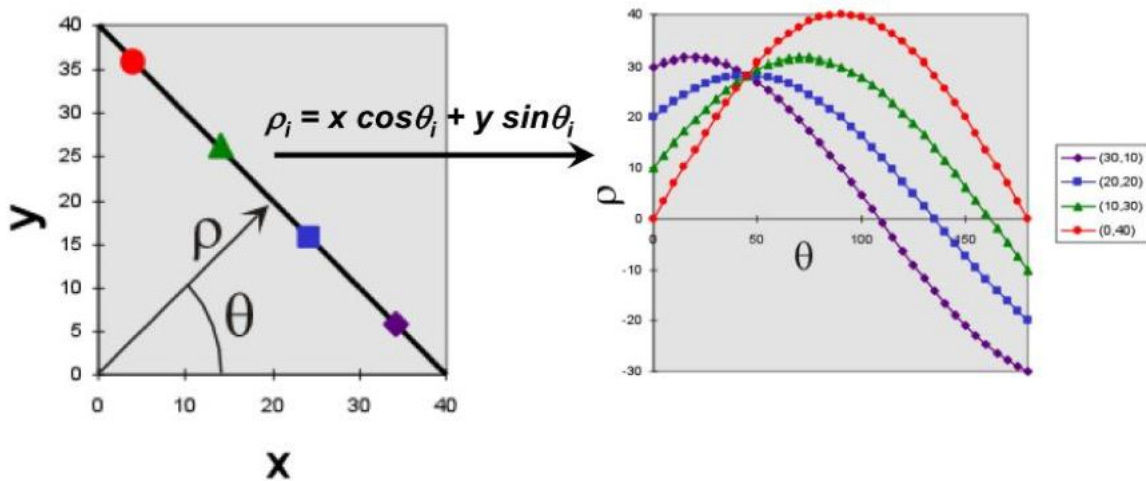
2.8 EBSD-Programvaren

2.8.1 TSL OIM Data collection

Programvaren TSL OIM Data Collection 5.32 benyttes til å indisere diffraksjonsmønstrene. Den krystallografiske orienteringen blir beregnet ut fra posisjonen til Kikuchi-båndene [25]. Posisjonen til Kikuchi-båndene bli lokalisert ved hjelp av Hough-transformasjonen [8]. Selve transformasjonen baserer seg på å overføre koordinatene til diffraksjonsmønsteret (x,y) til koordinater i Hough-rommet (ρ, θ) [25]. Deretter blir diffraksjonsmønstrene indisert ved å bruke geometrien til båndene til å finne den korresponderende orienteringen. Når alle punktene er indisert blir de satt sammen, og vil på denne måten gjengi overflaten til materialet som er undersøkt. Hough-transformasjonen fungerer ved at den betrakter piksler langs linjene som Kikuchi-båndene utgjør. For hver piksler på linjen blir en ρ -verdi regnet ut for θ -verdier mellom 0° og 180° ved hjelp av formelen:

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

Formelen produserer sinuskurver som krysser hverandre i samme punkt, med koordinatene ρ, θ 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 [31]. Figur 12 viser omregningen i praksis.



Figur 12: Viser omregningen av Hough-transformasjonen i praksis.

For at programmet skal indisere diffraksjonsmønstrene korrekt må Patter Center (PC) være korrekt kalibrert. PC er definert som punktet på fosforskjermen som har kortest normalavstand til fokuspunktet på prøven og bestemmes av tre koordinater, x , y og z . x og y angir posisjonen til PC på fosforskjermen, og z som er avstanden fra fosforskjermen til fokuspunktet på prøven [31]. Posisjonen til PC blir funnet ved en iterasjonsprosess, der brukeren foreslår en posisjon til PC og datamaskinen bruker dette utgangspunktet for å finne den beste løsningen [23, 31].

Kvalitet på skannet

Fra de indiserte orienteringene kan programvaren fortelle hvor stor sannsynligheten er for at punktet er korrekt indisert. Dette blir gjort ved hjelp av tre parametere; konfidensindeks (CI - Confidence Index), Fit og bildekvalitet (IQ - Image Quality). Disse verdiene blir beregnet for alle diffraksjonsbildene [31].

CI angir hvor stor grad av sikkerhet det er for at beregningen av krystallorienteringen er korrekt. For ett gitt diffraksjonsmønster kan det være flere mulige løsningen som tilfredstiller båndene som blir detektert. CI beregnes ved hjelp av et system der de mulige løsningen blir gitt og rangert for hvor sannsynlige de er. Differansen mellom de to krystallorientering som har flest stemmer blir deretter delt på det totale antall båndtripletter etter ligningen:

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

V_1 og V_2 er antall stemmer for henholdsvis første og andre løsning. V_{Ideal} er totalt antall båndtripletter. CI variere mellom 0 og 1, det nærmere 1 verdien er desto større sikkerhet er det

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 [31].

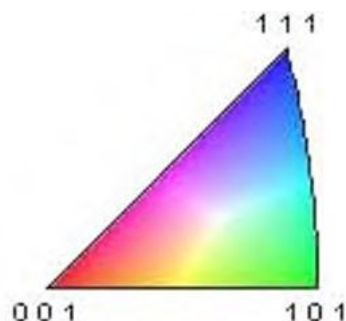
Fit parameteren blir bestemt som en del av indiseringsprosessen, og beregnes ut fra hvilken plassering båndet skulle hatt basert på orienteringen som er bestemt. Fit er dermed gjennomsnittlig vinkelavvik mellom de detekterte båndene og de beregnede båndene. Det er ønskelig med en lav Fit-verdi da dette tyder på en god overenstemmelse mellom bånd i mønsteret og valgt orientering [31].

IQ-parameteren beskriver kvaliteten på diffraksjonsmønsteret og er summen av de detekterte toppene i Hough-transformasjonen. Høy IQ-verdi tyder på høy kvalitet på indiseringen, og vises som lyse områder på gråtonebilde som utgjør IQ-kartet. Områder i materialet med lav kvalitet på diffraksjonsmønstrene vil derfor bli mørke [31]. Ved EBSD undersøkelser av stål er det to strukturer som blir undersøkt; α -fase (BCC) og γ -fase (FCC). α -fase består av austenitt, mens γ -fase kan bestå av ulike faser som ferritt, martensitt og bainitt. Det er derfor ikke mulig å skille disse fasene ved å se på fasekartet for området. Ulik dislokasjonstetthet og andre gitterfeil kan imidlertid gjøre at fasene gir forskjellig utslag i IQ-verdiene. Ferritt som har lav dislokasjonstetthet vil gi høye IQ-verdier, mens disse vil være avtakende for bainitt og enda lavere for martensitt. Disse verdiene kan derfor brukes til å kvantifisere andelen MA-faser [32].

2.8.2 TSL OIM Analysis

Etter indisering bli orienteringsdataene analysert i programvaren TSL OIM Analysis 6.0. Ved å bruke denne programvaren kan mye informasjon om materialet hentes ut. Ved bruk av polfigurer og ulike kart kan informasjonen fra EBSD-skannet visualiseres. De tre vanligste kartene er orienteringskart (IPF-kart), fasekart og IQ-kart [33].

Orienteringskart eller invers polfigurkart er et fargekart hvor de ulike fargene representerer ulike kornorienteringer i forhold til den inverse polfigurer vist i Figur 13. Orienteringene er vanligvis rettet normalt i forhold til prøveoverflaten [33].



Figur 13: Invers polfigur hvor fargene representere ulike kornorienteringer orientert normalt i forhold til prøveoverflaten [33].

Fasekart er også et fargekart hvor ulike faser avbildes med forskjellig farger, og dermed forteller hvilke faser som er tilstede i materialet. IQ-kart er som tidligere nevnt et gråtonekart hvor områder med god kvalitet vil bli lyse [33]. Områder med spenninger, korngrenser og eventuelle slipestriper eller partikler vil dermed bli mørke .

Programvaren tilbyr flere renseoperasjoner av orienteringsdataene. I denne oppgaven ble rensemetoden *Grain CI Standarization* benyttet på noen av dataene. Denne rensemetoden gir alle punktene i ett korn innenfor en gitt vinkeltoleranse samme CI verdi som den maksimale CI verdien funnet blant punktene i dette kornet. Ved å bruke denne metoden vil man kunne skille mellom punkter som har lav CI, men mest sannsynlig er korrekt indisert da de har samme orientering som nabopunktene, og punkter med lav CI som ikke har noen orienteringssammenheng med nabopunktene og dermed mest sannsynlig er feilindisert. Det er også mulig å legge på et CI-filter som fjerner punkter med CI-verdier under en valgt verdi, og erstatter disse punktene med grå eller svarte punkter. Dette gir muligheten til å fjerne punkter med lav CI som mest sannsynlig er feilindisert og ikke endres ved bruk av *Grain CI Standardization* [33].

3 Eksperimentelt

3.1 Stålkvalitet

Stålene undersøkt i denne oppgaven var et smidd F70-stål fra Brück og et supermartensittisk rustfritt stål levert av Statoil. F70-stålet kommer fra en smidd ring som i etterkant er normalisert og har gjennomgått en QT-prosess. SMSS prøvene kommer fra en rørledning, hvor stålet er varmvalset og deretter interkristisk glødet. Innholdet av legeringselementer for F70 og SMSS er vist i henholdsvis Tabell 1 og Tabell 2 nedenfor.

Tabell 1: Kjemisk sammensetning for F70-stål oppgitt i wt %

<i>Element</i>	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Cu	Al	Nb	N
%	0,07	0,25	0,6	0,007	0,002	0,79	0,85	0,19	0,003	1,19	0,030	0,037	0,004

Tabell 2: Kjemisk sammensetning for SMSS oppgitt i wt. %

<i>Element</i>	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Ti
%	0,006	0,67	0,1	0,015	0,02	12	5,4	2,1	0,01

3.2 Sveisesimulering av F70-stål

For å gjenspeile mikrostrukturen som oppstår ved sveising ble prøvene av F70-stålet sveisesimulert. Sveisesimuleringen ble utført av SINTEF med en sveisesimulator av typen SMITWELD TCS 1405 som baserer seg på motstandsoppvarming. For å kontrollere temperaturen ble det påsveiset et termoelement midt på prøvestaven. Hver prøvestav ble sveisesimulert i to sykluser, med en ønsket makstempertur på henholdsvis $T_{p1} = 1350^\circ$ og $T_{p2} = 780^\circ$. Totalt tolv prøvestaver gjennomgikk sveisesimulering, hvor halvparten hadde en ønsket avkjølingshastighet, $\Delta t_{8/5}$, på 5 sekund og den andre halvparten på 15 sekund. Topsykel sveisesimulering vil gi en mikrostruktur tilsvarende interkristisk grovkornet HAZ. Operasjonsparametrene som ble benyttet er vist i Tabell 3.

Tabell 3: Operasjonsparametere for Smithweld TCS 1405

Parametere	Førstesyklus	Andresyklus
<i>Prøvetype</i>	Thick sample	Thick sample
<i>Bakkeavstand, 5 s avkjølingshastighet</i>	8,5 mm	8,5 mm
<i>Bakkeavstand, 15 s avkjølingshastighet</i>	20 mm	20 mm
<i>Forvarmingstemperatur</i>	50 °C	50 °C
<i>Maks temp., T_p</i>	1350 °C	780 °C
<i>Øverste $\Delta temp$</i>	800 °C	600 °C
<i>Nederste $\Delta temp$</i>	500 °C	400 °C
<i>Kjølingstid, 5 s avkjølingshastighet</i>	5 s	6,7 s
<i>Kjølingstid, 15 s avkjølingshastighet</i>	15 s	13,9 s
<i>Oppvarmingshastighet</i>	100 °C/s	100 °C/s

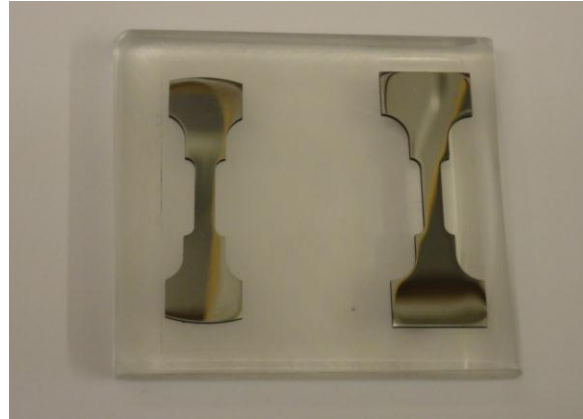
3.3 Preparering av stål for EBSD undersøkelser

Da det tidligere var funnet en egnet metode for elektroplering av SMSS [9], ble denne benyttet videre i denne oppgaven. F70-stålet er forholdsvis nytt, og det ble derfor jobbet mye med å finne en egnet metode for å preparere dette materialet. I denne oppgaven ble det fokusert på to typer prøvepreparering; elektroplering og ionesputtering. Begge metodene tar utgangspunkt i mekanisk sliping og polering først, for å skape en plan overflate.

Da prøvene som skulle prepareres hadde en spesiell geometri og kun 1 millimeter tykkelse, måtte metodene som benyttes for mekanisk sliping/polering og elektroplering tilpasses for å oppnå en tilfredsstillende preparering. Ved bruk av ionesputtering måtte selve geometrien på prøvene endres for å tilpasses utstyret for denne prepareringen.

3.3.1 Mekanisk preparering

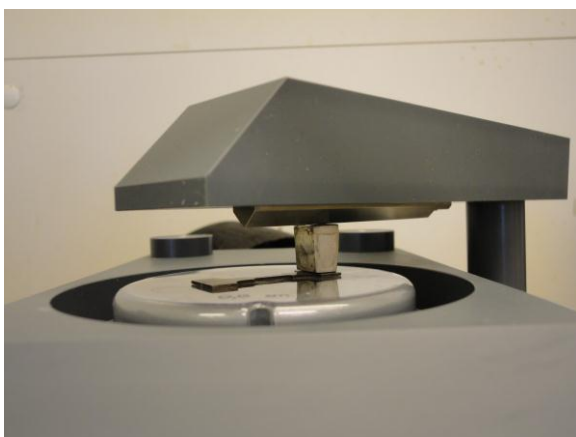
Figur 14 viser to strekkstaver som er festet til et pleksiglass med dobbeltsidig teip. Dette for å muliggjøre mekanisk sliping og polering, da det er vanskelig å få et stabilt grep på små prøver.



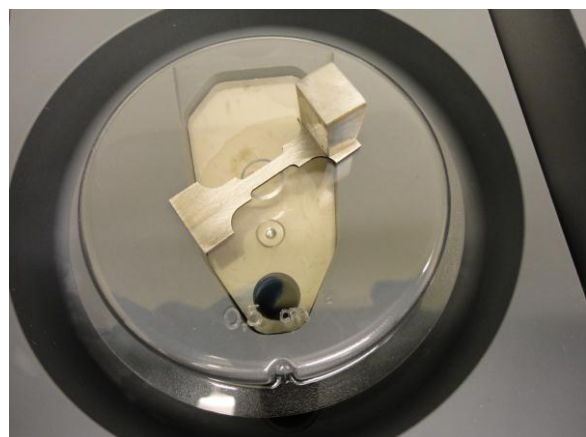
Figur 14: Viser strekkprøver festet til pleksiglass med dobbeltsidig teip før mekanisk preparering. Strekkstav av F70 med ny geometri tilpasset ionespattering til venstre, strekkstav av SMSS med opprinnelig geometri til høyre.

3.3.2 Elektropolering

Figur 15 a) og b) viser oppsettet for elektropolering av strekkstaver, hvor en ledende metallkloss plasseres mellom strekkstaven og anodearmen. Dette for å unngå at elektrolytten kommer i direkte kontakt med anodearmen, noen som ikke er mulig å unngå dersom anodearmen settes direkte på strekkstaven



a)

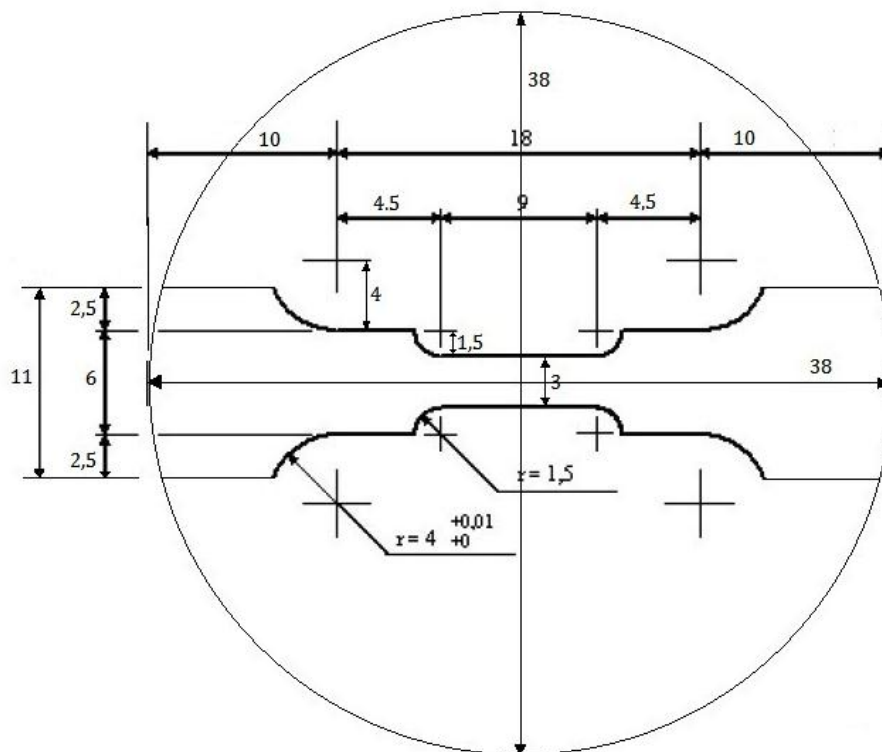


b)

Figur 15: Viser a) strekkprøve med ledende metallkloss mellom prøve og anodearm, b) nærbilde av strekkprøve med metallkloss plassert på enden av strekkstaven.

3.3.3 Ionesputtering

For å kunne benytte ionemøllen måtte den opprinnelige geometrien til strekkstavene modifiseres. Den største prøveholderen for Hitachi IM-3000 Flat Milling System som tillater en innfallsvinkel for ionestrålen på 5° er sirkuler med en diameter på 38 mm. Lengden på strekkstavene ble derfor redusert med 2 millimeter og bredden redusert med 3 millimeter. Strekkstavene ble også avrundet i kantene som vist i Figur 16 under. Strekkstavene ble produsert ved hjelp av gnistkutting utført av Nomek.



Figur 16: Modifisert strekkstav tilpasset prøveholder for Hitachi IM-3000 Flat Milling System, mål i millimeter. Modifisert fra [9].

3.3.4 Preparering av F70-stål

Prepareringssteg ved bruk av elektroplering:

1. Våtsliping på papir med økende grad av finhet (80, 320, 500, 800 og 1200).
2. Elektroplering med A2 elektrolytt
3. Skylling i etanol/acetone og tørking i varmluft
4. Rensing i acetone med ultralyd i fem minutter
5. Plasmarens under vakuum i fem minutter

Ved elektropoleringen av F70 ble det benyttet en Struers Polelectrol. Innstillinger for elektropoleringen er gitt i Tabell 4. Plasmarensen ble utført på en Fischione 1020 Plasma Cleaner. Rensetrinnene ble utført kort tid før prøven skulle analyseres.

Tabell 4: Innstillinger for Struers Polelectrol

<i>Elektrolytt</i>	Struers A2
<i>Spenning</i>	30 - 40 V
<i>Flow rate</i>	15
<i>Tid</i>	10 - 15 s
<i>Temp.</i>	Romtemperatur
<i>Areal</i>	0,5 - 1 cm ²

Prepareringssteg ved bruk av ionespattering:

1. Våtsliping på papir med økende grad av finhet (80, 320, 500, 800 og 1200)
2. Skylling i etanol og tørking i varmluft
3. Våtsliping med etanol som lubrikant på Struers DP-U3 med egnet poleringsskive tilpasset materialtypen med økende grad av finhet (6 mikron, 3 mikron, 1 mikron)
4. Skylling i etanol og tørking i varmluft
5. Rensing i aceton med ultralyd i fem minutter
6. Ionespattering
7. Plasmarens under vakuum i fem minutter

Ved ionespatteringen ble Hitachi IM-3000 Flat Milling System benyttet. Innstillinger og de ulike kjøreparameterne som ble brukt er oppgitt i Tabell 5 nedenfor. Plasmarensen ble utført på en Fischione 1020 Plasma Cleaner. Rensetrinnene ble utført kort tid før prøven ble analysert.

Tabell 5: Innstillinger for Hitachi IM-3000 Flat Milling System

<i>Akselerasjonsspenning</i>	4 kV
<i>Gass strøm</i>	0,08 cm ³ /min
<i>Infallsvinkel for ionestråle</i>	5°
<i>Tid</i>	60 min
<i>Eksentrisitet</i>	2,5 - 5 mm
<i>Prøveholder</i>	38 mm

3.3.5 Preparering av SMSS

Prepareringssteg ved bruk av elektropolering:

1. Våtsliping på papir med økende grad av finhet (80, 320, 500, 800 og 1200).
2. Elektropolering med A3 elektrolytt
3. Skylling i etanol/acetone og tørking i varmluft
4. Rensing i acetone med ultralyd i fem minutter
5. Plasmarens under vakuum i fem minutter

Ved elektropoleringen av SMSS ble det benyttet en Struers LectroPol-5. Innstillinger for elektropoleringen er gitt i Tabell 6. Plasmarensen ble utført på en Fischione 1020 Plasma Cleaner. Rensetrinnene ble utført kort tid før prøven skulle analyseres.

Tabell 6: Innstillinger for Struers LectroPol-5

<i>Elektrolytt</i>	Struers A3
<i>Spennning</i>	30 V
<i>Flow rate</i>	13
<i>Tid</i>	25 s
<i>Temp.</i>	Romtemp.
<i>Areal</i>	0,5 cm ²

3.4 Lysmikroskop

Det ble brukt et lysmikroskop av typen Leiva ME4M for å undersøke strukturen til F70-stålet. Prøvene ble først polert ned til 1 mikron og etset med 2% nital før de ble undersøkt.

3.5 Mikrosonde (EPMA)

Det ble brukt en JEOL JXA-8500F Electron Probe Micro Analyzer (EPMA) for å ta en kjemisk analyse av F70-stålet. Analysen ble utført av NTNU.

3.6 SEM

Mikroskopet som ble benyttet er av typen Zeiss Geminin Ultra 55 Limited Edition, som er et Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM) med største apertur på 300 μm . Dette skal teoretisk gi en strålestrøm på 100 nA. Innstillingene som ble benyttet er vist i Tabell 7. Strømmen ble målt under bruk av mikroskopet for prøven ble vippt og beregnet fra [17].

Tabell 7: Innstillinger for SEM

<i>Akselerasjonsspenning</i>	20 kV
<i>Arbeidsavstand</i>	20-24 mm
<i>Forstørrelse</i>	500 X
<i>Strålestrøm</i>	Ca. 80 nA
<i>Aperturdiameter</i>	300 μm
<i>Strålestrøm</i>	High Current Mode
<i>Vippevinkel</i>	70°
<i>Dynamisk fokus</i>	5-6 %

3.7 Opptak av EBSD data

EBSD-detektoren som ble benyttet i forsøkene var av typen NORDIF UF-1000 EBSD detektor koblet opp mot programvaren NORDIF 1.4.0. Programvaren styrer elektronstrålen og lagrer diffraksjonsbildene. Systemet er et offline system som lagrer alle diffraksjonsbildene på en harddisk for senere å bli indiserer ved hjelp av programvaren EDAX/TSL OIM Data Collection 5.32.

3.7.1 NORDIF 1.4.0

Etter prøven er vippet, arbeidsavstanden og fokus er stilt inn og detektoren satt inn, må forstørrelse, vippevinkel, arbeidsavstand og akselerasjonsspenning skrives inn i NORDIF 1.4.0 programvaren. Programmet tar deretter ett sekundærbilde av overflaten, og fokus kan ytterligere fininnstilles. Innstillinger for *Acquisition* og *Calibration* med parametere *frame rate* (hastighet), *resolution* (oppløsning) og *gain* (elektronisk kameraforsterkning) må optimaliseres for å oppnå gode diffraksjonsbilder. Innstillinger som ble benyttet i NORDIF 1.4.0 er gjengitt i Tabell 8 for F70 og i Tabell 9 for SMSS.

Tabell 8: Acquisition og Calibration innstillinger i NORDIF 1.4.0 for F70

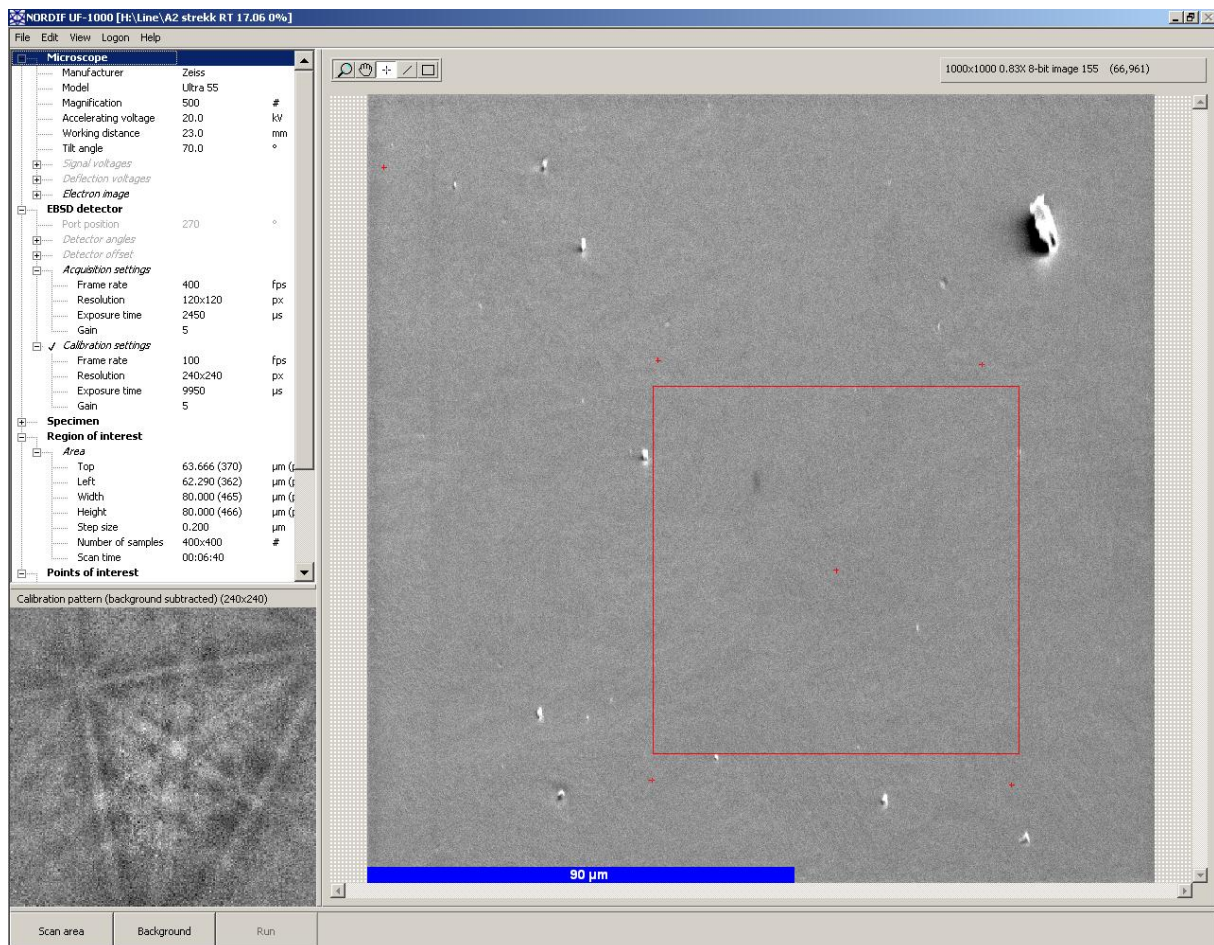
Acquisition innstillinger	
<i>Hastighet</i>	240 – 400
<i>Oppløsning</i>	120x120
<i>Forsterkning</i>	0 – 8
Calibration innstillinger	
<i>Hastighet</i>	100
<i>Oppløsning</i>	160x160
<i>Forsterkning</i>	0 – 1

Det ble benyttet ulike innstillinger når prepareringen av F70 ble undersøkt, for å finne de mest optimale innstillingene for dette materiale.

Tabell 9: Acquisition og Calibration innstillinger i NORDIF 1.4.0 for SMSS

Acquisition innstillinger	
<i>Hastighet</i>	350 og 400
<i>Oppløsning</i>	120x120
<i>Forsterkning</i>	3
Calibration innstillinger	
<i>Hastighet</i>	350 og 400
<i>Oppløsning</i>	240x240
<i>Forsterkning</i>	3

Før skanet kjøres blir det tatt opp et bakgrunnsbilde for å fjerne skjevbelysning. Bakgrunnsbildet blir dannet ved å ta opp diffraksjonsbilder fra en rekke punkt på prøven og deretter ta gjennomsnittet av disse. Dette bildet blir så trukket fra diffraksjonsbildene. Det må også lagres flere kalibreringsbilder. Vanligvis tas det opp ett i hvert hjørne på området som skal skannes, samt ett i midten. Det er viktig at diffraksjonsmønsteret på kalibreringsbildene er av høy kvalitet. Figur 17 viser et skjermbilde av NORDIF programvaren hvor interesseområdet er merket med en rød firkant, og kalibreringsbildene som er tatt opp vises som røde punkter



Figur 17: Skjermbilde av NORDIF programvaren hvor interesseområdet er merket med en rød firkant.

3.7.2 EDAX/TSL OIM Data Collection 5.31

Innstillingene benyttet under analyseringen i EDAX/TSL OIM Data Collection 5.32 er gitt i Tabell 10 for både F70 og SMSS. Det var forventet å finne FCC- og BCC-strukturer i begge materialene, det ble derfor lagt inn α - og γ -jern i programmet.

Tabell 10: Hough innstillinger

Materiale	F70	SMSS
<i>Hough type</i>	Classic	Classic
<i>Hough resolution</i>	Low	High
<i>Convolution mask</i>	Medium 9x9	Large 13x13
<i>Min peak magnitude</i>	5	5
<i>Min peak distance</i>	15	15
<i>Peak symmetry</i>	0,50 – 0,60	0,50 – 0,60
<i>Binned pattern size</i>	120	120
<i>Theta step size</i>	1°	1°
<i>Phi fraction</i>	87 - 90 %	87 - 90 %
<i>Max peak count</i>	7	7
<i>Min peak count</i>	3	3

For indisering av skannene fra in-situ forsøkene av SMSS ble det benyttet High Hough resolution og Large Convolution mask. Dette tar lengre tid, men gir bedre resultater for dette materialet. For å sjekke prepareringen av F70 ble det benyttet Low Hough resolution og Medium Convolution mask. Dette gir raskere indisering av skannene.

3.8 Analyse av EBSD data

Programmet TSL OIM Analysis 5.32 ble benyttet til å analysere mikrostrukturen i materialet. Programvaren tilbyr flere ulike rensoperasjoner av dataene. I denne oppgaven ble *Grain CI Standardization* benyttet på alle dataene fra in situ forsøkene av SMSS. I tillegg ble det benyttet et CI-filter hvor punkter med $CI \leq 0,05$ ble fjernet. Ved bruk av *Grain CI Standardization* ble Grain Tolerance Angle satt til 5 og Minimum Grain Size ble satt til 7.

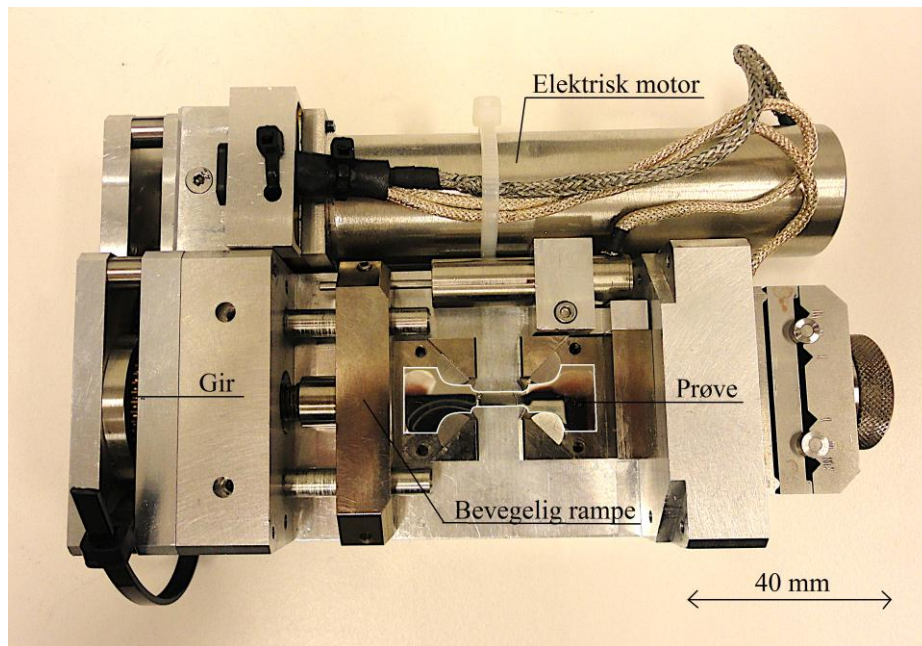
Kartene som ble benyttet var i hovedsak invers polfigurkart (IPF-kart), IQ-kart og fasekart. Fasekartene viser hvilke faser som er til stede i materialet. I denne oppgaven vises FCC (γ -fase) med grønn farge og BCC (α -fase) med rød farge.

3.9 In situ eksperimenter

For å gjennomføre in situ eksperimentene på SMSS ble det benyttet et spesialbygd strekkbord som monteres inne i elektronmikroskopet. Dette gjør det mulig å undersøke samme område av mikrostrukturen ved økende grad av forlengelse under ett strekkforsøk uten å ta prøven ut av mikroskopet. Dermed minimeres kontaminasjonen og det er mulig å opprettholde et høyt vakuum gjennom hele forsøket. Det er også mulig å montere en kaldfinger i forbindelse med en beholder som fylles med flytende nitrogen for å kjøle ned prøven.

3.9.1 Strekkbord og prøvegeometri

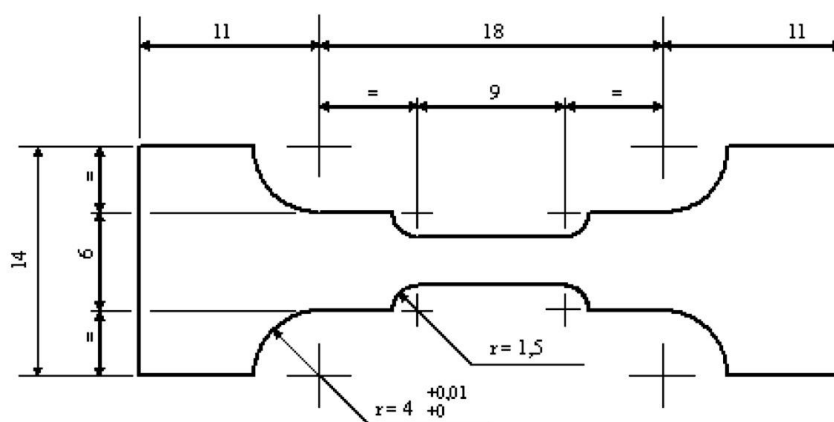
Figur 18 viser strekkbordet benyttet i denne oppgaven. Prøvegeometrien som ble benyttet i strekkmaskinen er vist i Figur 19.



Figur 18: Bilde av strekkbord med forklaring av ulike deler. Prøven er markert med hvite linjer.

Tabell 11: Om In-situ strekkbord [9].

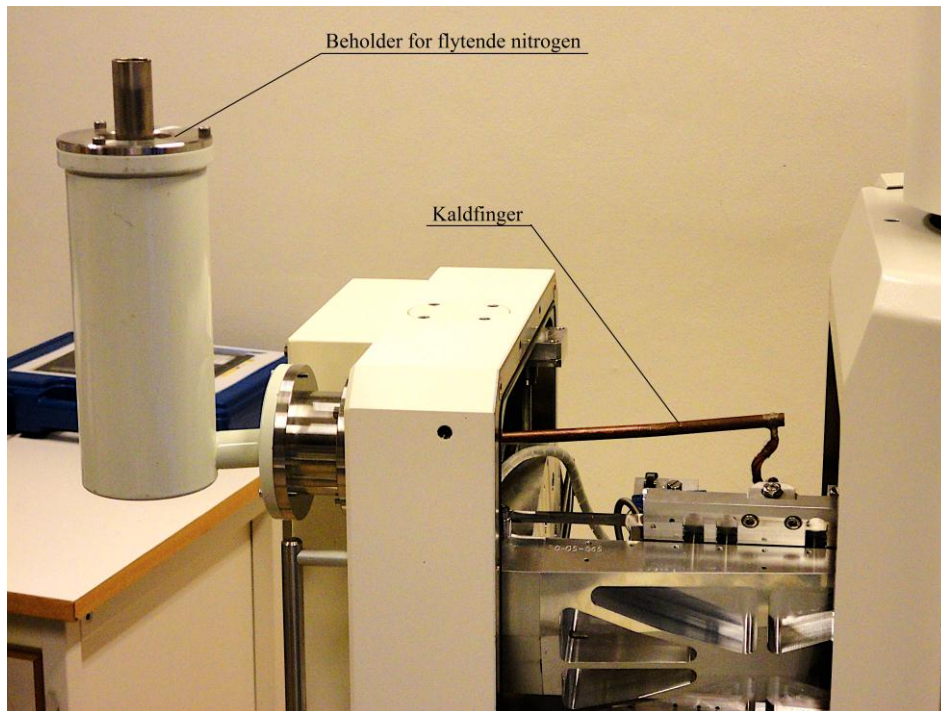
<i>Ytre diameter</i>	155 x 95 x 45 mm ³
<i>Vekt</i>	1,6 kg
<i>Belastningsområde</i>	0 – 5000 N
<i>Krysshodehastighet</i>	0,01 – 20 µm/s
<i>Maksimal temperatur</i>	500 °C



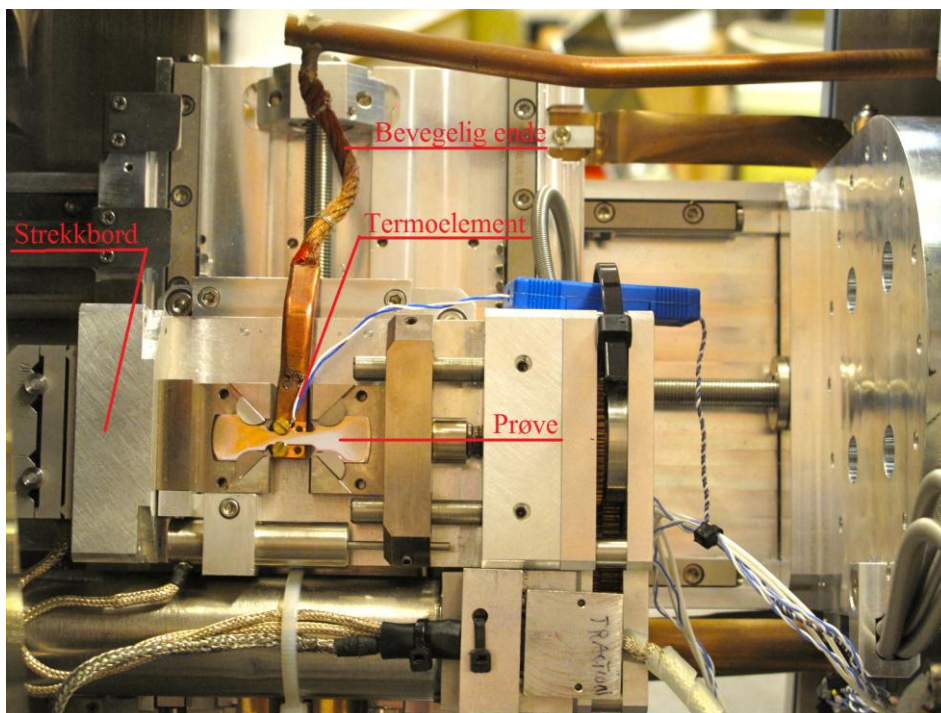
Figur 19: Prøvegeometri for strekkbord [mm] [9].

3.9.2 Kaldfinger

Under enkelte av strekkforsøkene ble prøvene kjølt ned til -80° . For å oppnå dette ble det benyttet en kaldfinger og en beholder fylt med flytende nitrogen. Kaldfingeren er utviklet av sivilingeniør Mario Kokolakis Søfferud i samarbeid med avdelingsingeniør Tor Nilsen ved EM-lab, NTNU [11]. Systemet fungerer ved at en beholder monteres på utsiden av mikroskopdøren før en massiv kobberstang skrues inn i beholderen fra innsiden av mikroskopdøren. Den enden av kobberstangen som ikke er festet i beholderen består av en bevegelig del og festes til prøven ved hjelp av et skruefeste med to skruer. Den bevegelige delen av kobberstangen gjør det mulig å stille inn rett arbeidsavstand og finne rett område på prøven som skal undersøkes. Beholderen på utsiden av mikroskopdøren fylles med flytende nitrogen etter tilstrekkelig høyt vakuum er oppnådd. Figur 20 viser kaldfinger og nitrogenbeholder montert. Temperaturen ble målt med et termoelement av typen K, som ble festet mellom den ene festeskruen og prøven. For å kunne spenne fast prøven ble det benyttet fire klosser med halvmåneform i titan.



a)



b)

Figur 20: Viser a) nitrogenbeholder monteret på mikroskopdøren og b) termoelement og kaldfinger monteret på prøven.

Før strekktesting av prøvene ble det utført et skann ved romtemperatur for å lokalisere et interessant område. Dette skannet ble indisert før strekkforsøket ble satt i gang for å ha muligheten til å flytte til et annet område dersom det første ikke var tilfredsstillende. Ved forsøk utført ved romtemperatur ble dette skannet brukt videre og prøven strukket direkte etterpå når et interessant område var funnet. Ved forsøk utført ved -80°C ble prøven først kjølt ned, før et nytt skann ble tatt opp av samme område når temperaturen var stabil, og strekkforsøket ble deretter startet. Det ble utført to strekkforsøk ved romtemperatur og to ved -80°C . Det ble tatt en pause i strekkforløpet ved 1, 2, 3 og 4 % for å gjennomføre skannene. Størrelsen på skannene ved det første strekkforsøket både ved romtemperatur og -80°C var på $100 \times 100 \mu\text{m}$. Ved det andre strekkforsøket ble størrelsen på skannene redusert til $80 \times 80 \mu\text{m}$ for begge temperaturene, og hastigheten på skannene ble økt. Skannene på $100 \times 100 \mu\text{m}$ tok 10 min og 25 sekund å gjennomføre, skannene på $80 \times 80 \mu\text{m}$ tok 6 minutter og 40 sekund å gjennomføre. Indiseringen tok rundt 1 – 1,5 time, avhengig av størrelsen på skannet og hvor mange skann som ble indisert på samtidig.

4 Resultater

4.1 Sveisesimulering av F70

Sveisesimulatoren gir små avvik i temperatur og avkjølingshastighet i forhold til det som er ønsket. Tabell 12 nedenfor sammenligner ønskede verdier med faktiske oppnådde verdier for de tre prøvestavene undersøkt i denne oppgaven. $\Delta t_{8/5} = 5\text{ s}$ tilsvarer tosykel sveisesimulert materiale med 5 sekunder nedkjølingshastighet, prøvene som ble undersøkt kom fra to ulike prøvestaver. $\Delta t_{8/5} = 15\text{ s}$ tilsvarer tosykel sveisesimulert materiale med 15 sekunder avkjølingshastighet.

Tabell 12: Sammenligner ønskede verdier med faktiske oppnådde verdiene for sveisesimuleringen som ble gjennomført i oppgaven.

$\Delta t_{8/5} = 5\text{ s}$	Ønskede verdier	Oppnådde verdier
T_{p1}	1350 °C	1349 og 1347 °C
$\Delta t_{8/5}$	5 s	5,7 og 5,4 s
T_{p2}	780 °C	776 og 777 °C
$\Delta t_{6/4}$	6,7	6,5 og 6,6
$\Delta t_{8/5} = 15\text{ s}$		
T_{p1}	1350 °C	1353 °C
$\Delta t_{8/5}$	15 s	14,2 s
T_{p2}	780 °C	783 °C
$\Delta t_{6/4}$	13,9 s	14,9 s

4.2 Preparering av stål for EBSD undersøkelser

Denne delen av resultatene vil fokusere på F70. Dette stålet er forholdsvis nytt, det ble derfor jobbet mye med å finne en egnet metode for å preparere materialet for videre EBSD undersøkelser. For SMSS var det allerede etablert en egnet prepareringsmetode, dette materiale blir derfor nærmere presentert under avsnittet 4.4 In situ strekkforsøk på SMSS.

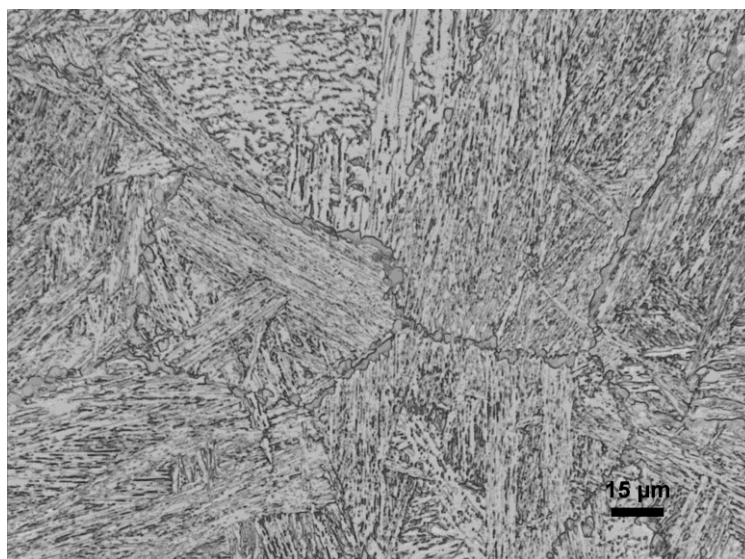
4.2.1 Preparering av F70

To ulike prepareringsmetoder ble testet, elektroplering og ionesputtering. Ved begge metodene planslipes prøven først. Før elektropleringen våtslipes prøven med økende finhet ned til 1200. Ved ionesputtering poleres prøven i tillegg ned til 1 μm etter våtsliping. De ulike prepareringene ble testet på strekkstaver av materialet. Områdene som ble undersøkt var på 80x80 μm for prøver preparert med ionesputtering og 100x100 μm for prøver preparert med elektroplering. Det ble brukt en steglende på 0,2 μm og en forstørrelse på 500x på alle skann.

Det er valgt å vise lysmikroskopibilder for begge avkjølingshastighetene, samt fasekart, IQ-kart og IPF-kart for begge prepareringsmetodene for hver av de to avkjølingshastighetene. IQ-kart gir en god indikasjon på hvor vellykket prøveprepareringen har vært ved å angi en gråtoneverdi for kvaliteten på diffraksjonsmønsteret. Det er ikke benyttet noen renseoperasjoner på skannene.

Tosykel sveisesimulert materiale, 5 sekund avkjølingshastighet

Lysmikroskopibildet av stålet er vist i Figur 21. Det observeres at strukturen inneholder martensitt og mulig bainitt. Legg merke til områdene rundt korn grensene, hvor MA-faser tydelig kan observeres.



Figur 21: Lysmikroskopibilde av tosykel sveisesimulert F70-stål med 5 sekund avkjølingshastighet

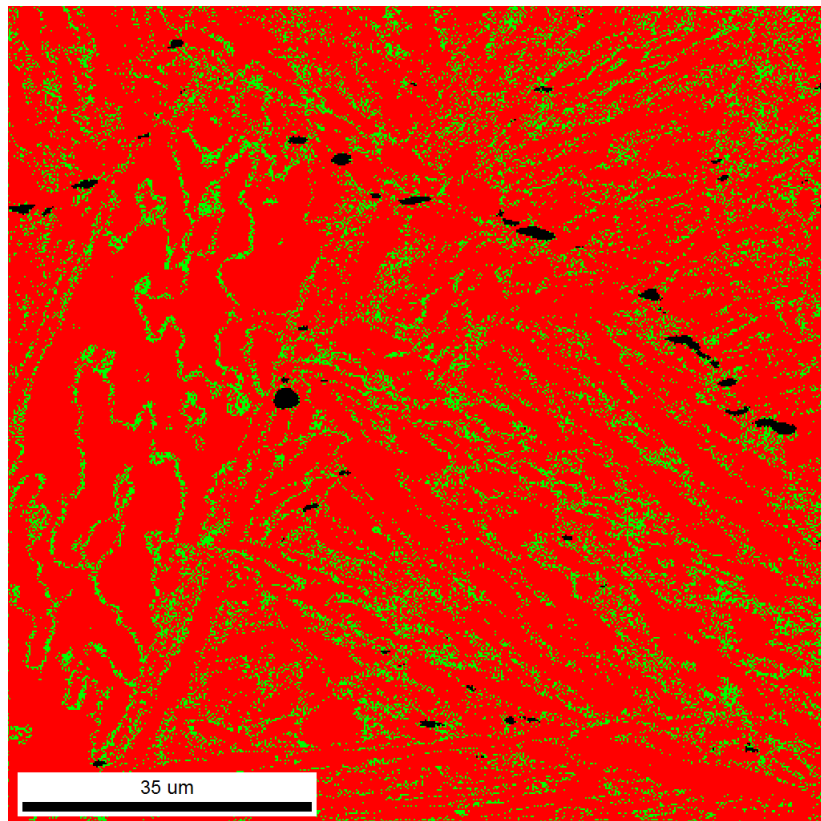
Tabell 13 viser gjennomsnittlig CI-, IQ- og Fit-verdier, samt fraksjon punkter med $CI \geq 0,05$. I tillegg er fraksjon γ -fase, CI for γ -fase og fraksjon γ med $CI \geq 0,05$ tatt med. Tabellen viser verdier for begge prepareringsmetodene. For å finne fraksjon punkter med $CI \geq 0,05$ og fraksjon γ -fase med $CI \geq 0,05$ er rensemetoden *Grain CI Standardization* og et filter som fjerner alle punkter med $CI \leq 0,05$ benyttet. Ellers er alle verdier og skann basert på rådata.

Legg merke til at de to prepareringsmetodene gir veldig forskjellig utslag når det gjelder fraksjon γ -fase. Ionesputtering er den metoden som gir minst fraksjon γ -fase. Den metoden gir samtidig en større fraksjon punkter med en $CI \geq 0,05$. Det observeres at CI verdiene for γ -fasen er svært lav for begge metodene, og at fraksjon γ synker betydelig når punkter med en $CI \leq 0,05$ fjernes fra dataene.

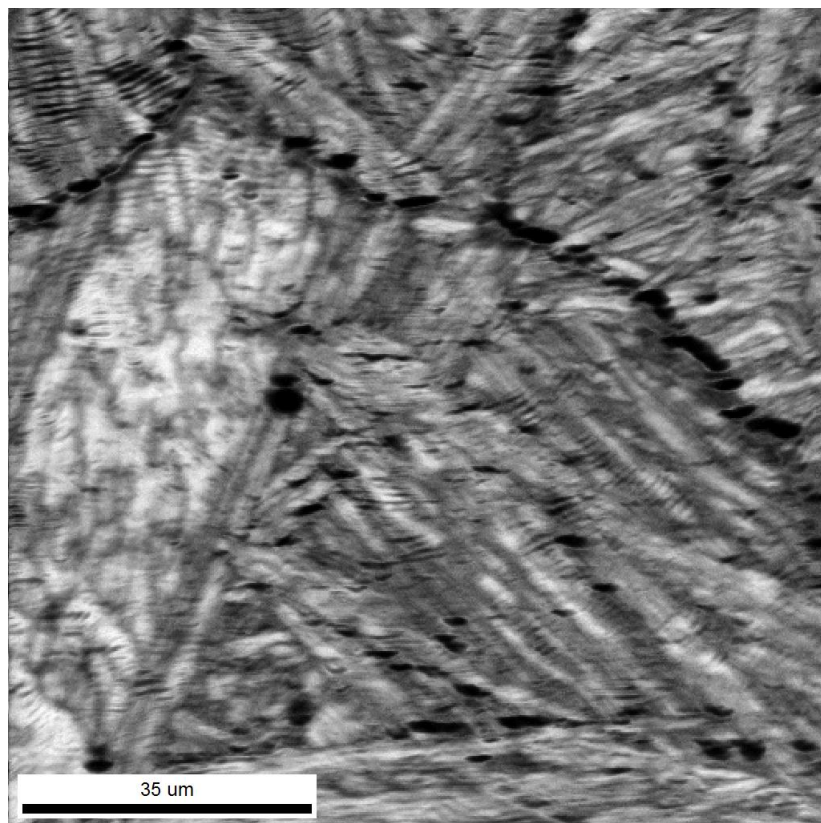
Tabell 13: Data for begge prepareringsmetodene utført på tosykel sveisesimulert materiale med en avkjølingshastighet på 5 sekund.

Metode	Størrelse på skann	CI	IQ	Fit	Fraksjon punkter, $CI \geq 0,05$ [%]	Fraksjon γ [%]	CI γ	Fraksjon γ, $CI \geq 0,05$ [%]
<i>Ionesputtering</i>	80x80 μm	0,53	307,32	1,04	95,4	2,5	0,02	0,5
<i>Elektropolering</i>	100x100 μm	0,27	139,32	1,36	81,3	13,5	0,03	5,8

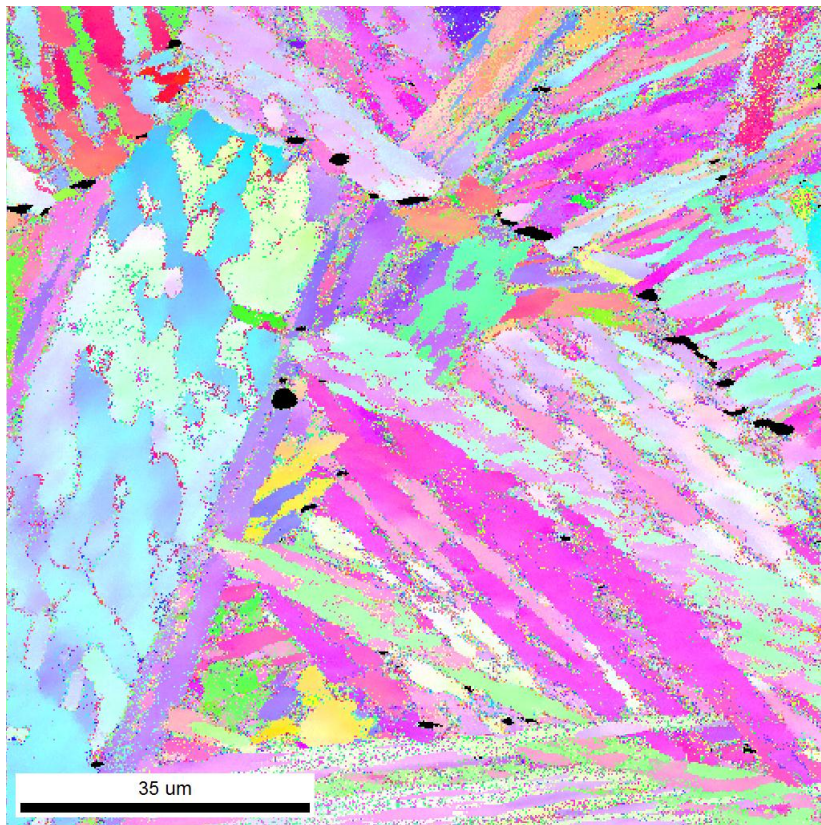
Figur 22, Figur 23 og Figur 24 viser henholdsvis fasekart, IQ-kart og IPF-kart for en prøve som ble elektropolert. Fasekartet viser at γ -fasen ofte opptrer samlet og opptrer enkelte ganger som små øyer. Legg merke til de svarte områdene på fasekartet som indikerer punkter som ikke er mulig indisere. På IQ-kartet observeres det tydelige mørke områder i prøven, spesielt langs korngrenser. Disse områder korresponderer med de svarte områdene som opptrer i fasekartet. Legg også merke til de bølgeformede linjene som vises i IQ-kartet. Disse antas å være en artefakt som følge av prepareringen. Det observeres at fokus under skannet ikke har vært optimalt. Orienteringskartet viser, som IQ-kartet, at de svarte områdene i hovedsak befinner seg på korngrenser.



Figur 22: Fasekart for elektroplert tosykel sveisesimulert F70-stål med 5 sekund avkjølingshastighet. BCC (α -fase) vises med rød farge og FCC (γ -fase) med grønn farge.

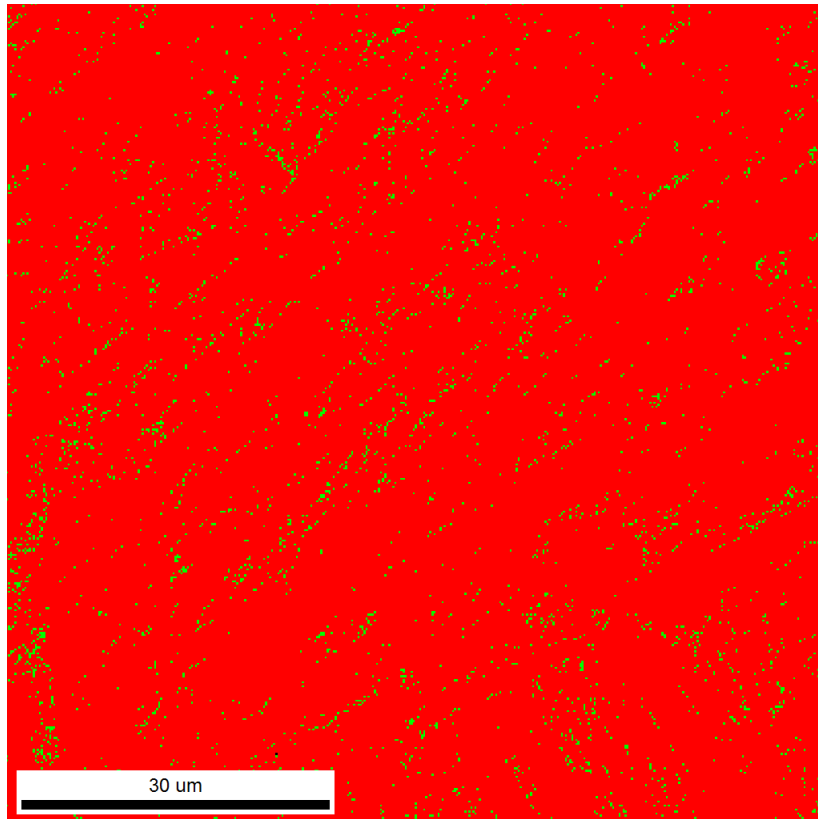


Figur 23: IQ-kart for elektroplert tosykel sveisesimulert F70-stål med 5 sekund avkjølingshastighet.

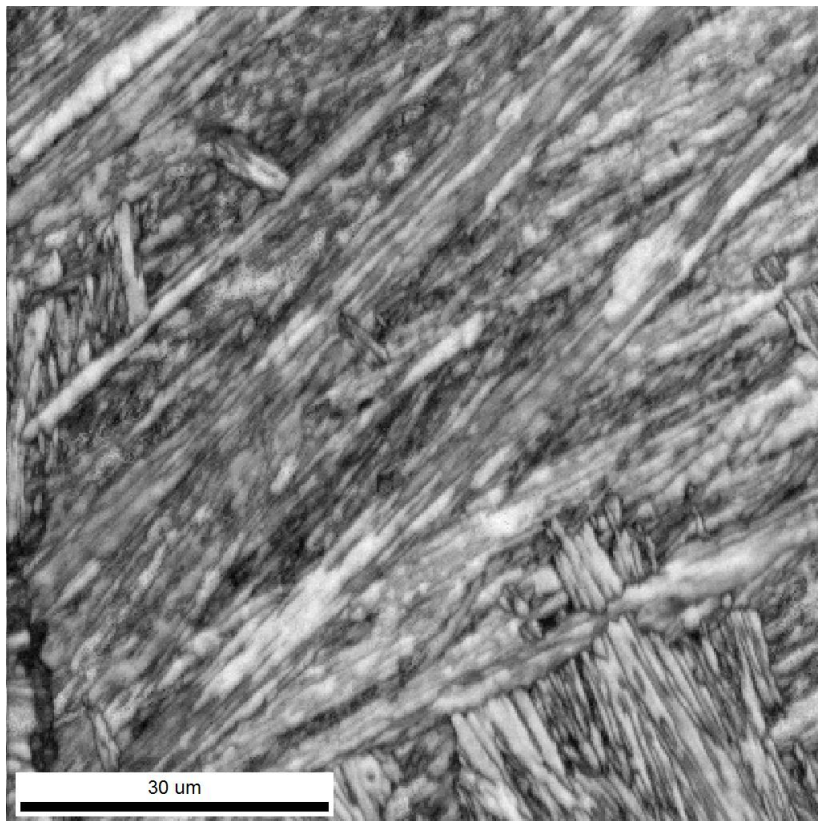


Figur 24: IPF-kart for elektropolert tosykel sveisesimulert F70-stål med 5 sekund avkjølingshastighet

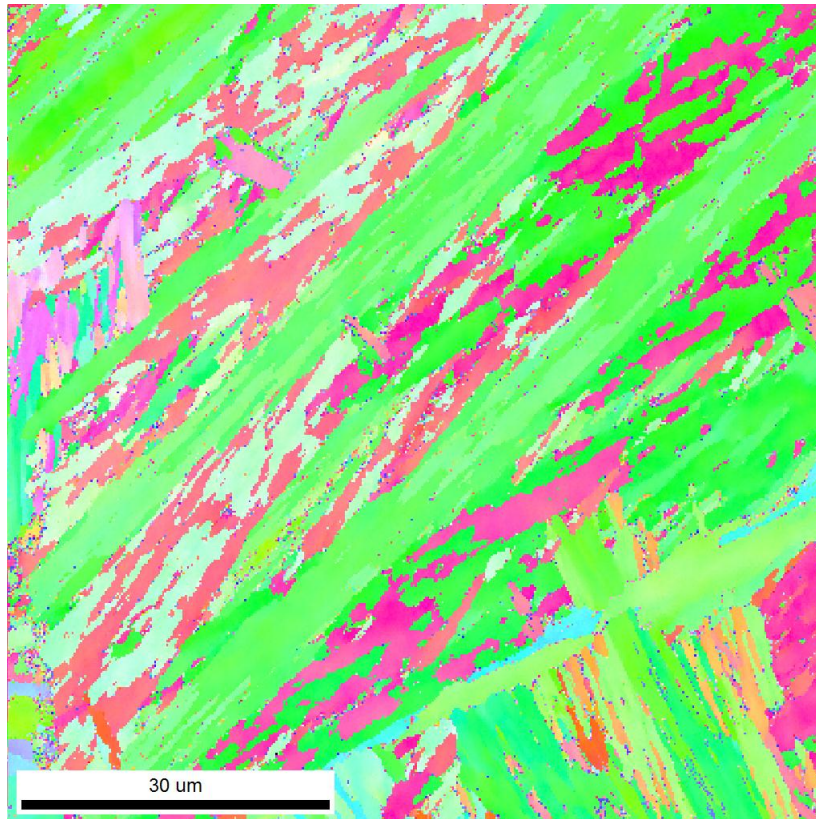
Figur 25, Figur 26 og Figur 27 viser henholdsvis fasekart, IQ-kart og IPF-kart for en prøve som ble ionesputtret. Fasekartet viser at γ -fasen i hovedsak opptrer som enkeltpixels eller som svært små øyer. Det observeres at IQ-kartet har noe mørke områder, legg spesielt merke til en mørk linje nede til venstre på kartet. Legg også merke til at fokus under skannet ikke har vært optimalt. De mørke områdene på IQ-kartet korresponderer med de områdene i fasekartet hvor det er mest γ -fase. Legg merke til at fraksjon γ -fase er betydelig redusert i forhold til fasekartet for den elektropolerte prøven.



Figur 25: Fasekart for ionesputtret tosykel sveisesimulert F70-stål med 5 sekund avkjølingshastighet. BCC (α -fase) vises med rød farge og FCC (γ -fase) med grønn farge.



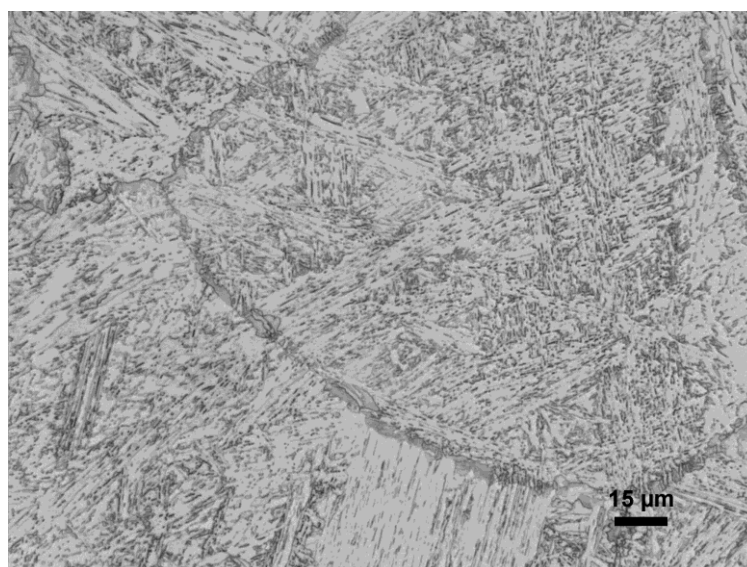
Figur 26: IQ-kart for ionesputtret tosykel sveisesimulert F70-stål med 5 sekund avkjølingshastighet.



Figur 27: IPF-kart for ionesputtret tosykel sveisesimulert F70-stål med 5 sekund avkjølingshastighet.

Tosykel sveisesimulert materiale, 15 sekund avkjølingshastighet

Lysmikroskopibildet av stålet er vist i Figur 28 nedenfor. Det observeres at strukturen inneholder martensitt og mulig bainitt. Legg merke til områdene rundt korngrænsene, hvor MA-faser tydelig kan observeres.



Figur 28: Lysmikroskopibilde av tosykel sveisesimulert F70-stål med 15 sekund avkjølingshastighet.

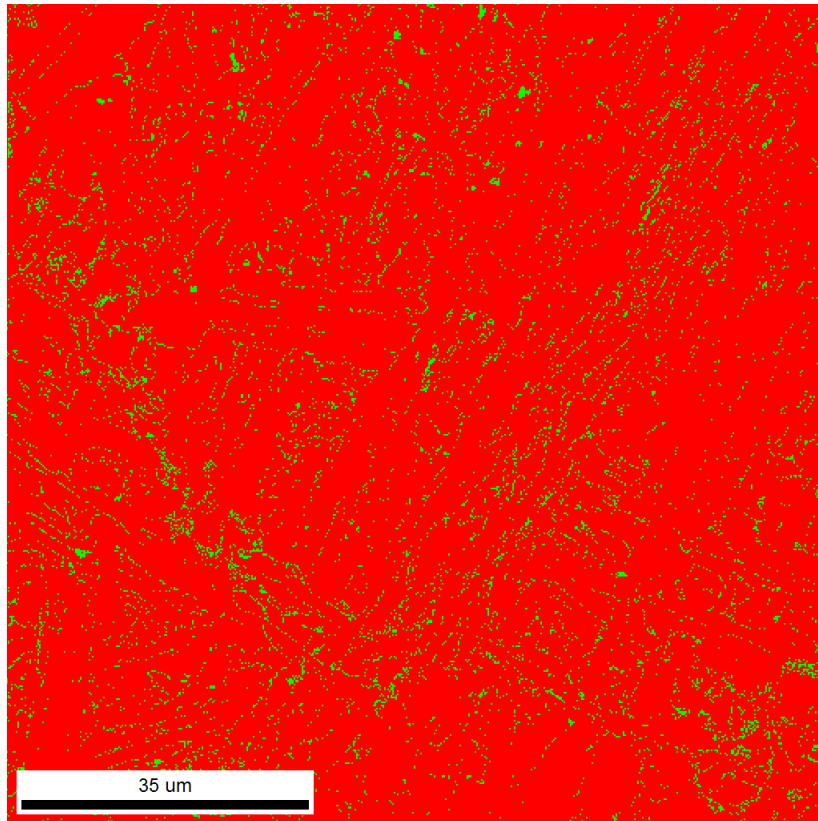
Tabell 14 viser gjennomsnittlig CI-, IQ- og Fit-verdier, samt fraksjon punkter med $CI \geq 0,05$. I tillegg er fraksjon γ -fase, CI for γ -fase og fraksjon γ med $CI \geq 0,05$ tatt med. Tabellen viser verdier for begge prepareringsmetodene. For å finne fraksjon punkter med $CI \geq 0,05$ og fraksjon γ -fase med $CI \geq 0,05$ er rensemetoden Grain CI Standardization og et filter som fjerner alle punkter med $CI \leq 0,05$ benyttet. Ellers er alle verdier basert på rådata.

Legg merke til at de to prepareringsmetodene gir forskjellige utslag når det gjelder fraksjon γ -fase. Ionesputtering er den metoden som gir minst fraksjon γ -fase. Den metoden gir samtidig en større fraksjon punkter med en $CI \geq 0,05$. Det observeres at CI verdiene for γ -fasen er svært lav for begge metodene, og at fraksjon γ synker betydelig når punkter med en $CI \leq 0,05$ fjernes fra dataene.

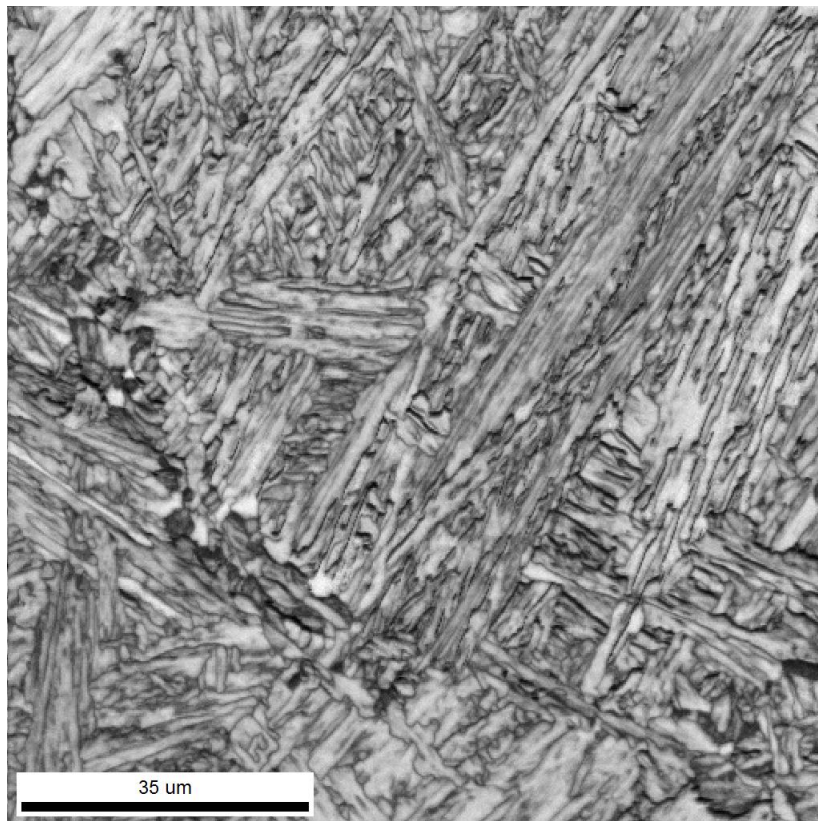
Tabell 14: Data for begge prepareringsmetodene utført på tosykel sveisesimulert prøve med en avkjølingshastighet på 15 sekund.

Metode	Størrelse på skann	CI	IQ	Fit	Fraksjon CI > 0,05 [%]	Fraksjon γ [%]	CI γ	Fraksjon γ , CI > 0,05 [%]
Ionesputtering	80x80 μm	0,62	332,29	0,88	97,3	1,7	0,02	0,4
Elektropolering	100x100 μm	0,46	169,91	0,98	92,2	4,6	0,04	1,4

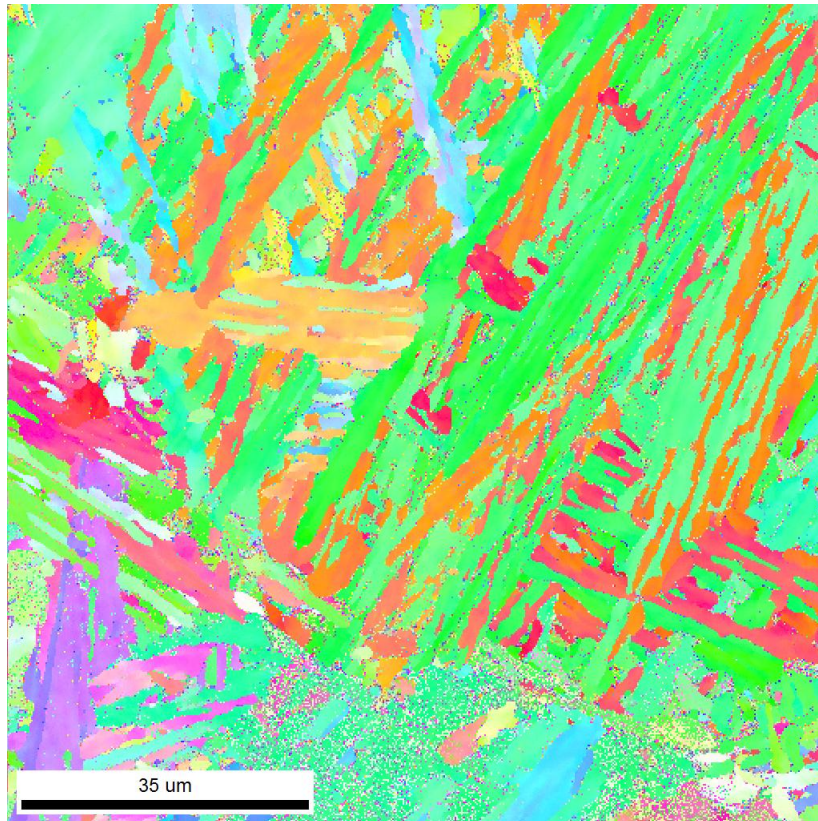
Figur 29, Figur 30 og Figur 31 viser henholdsvis fasekart, IQ-kart og IPF-kart for en prøve som ble elektropolert. På IQ-kartet observeres det enkelte litt mørkere områder i prøven. Legg spesielt merke til område som danner en linje diagonalt over kartet i venstre hjørne. Som er mørkere enn resten av kartet. De mørke områdene i IQ-kartet korresponderer med områdene i fasekartet hvor det er mest γ -fase. Det observeres også at γ -fasen ofte opptrer samlet og enkelte ganger som små øyer.



Figur 29: Fasekart for elektropolert tosykel sveisesimulert F70-stål med 15 sekund avkjølingshastighet. BCC (α -fase) vises med rød farge og FCC (γ -fase) med grønn farge.

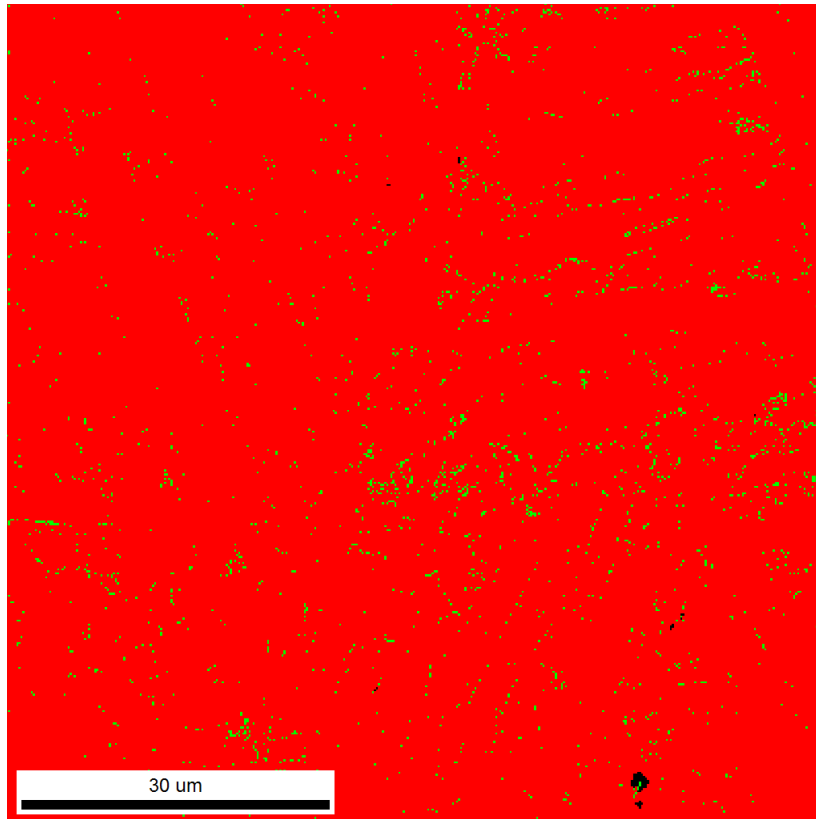


Figur 30: IQ-kart for elektropolert tosykel sveisesimulert F70-stål med 15 sekund avkjølingshastighet.

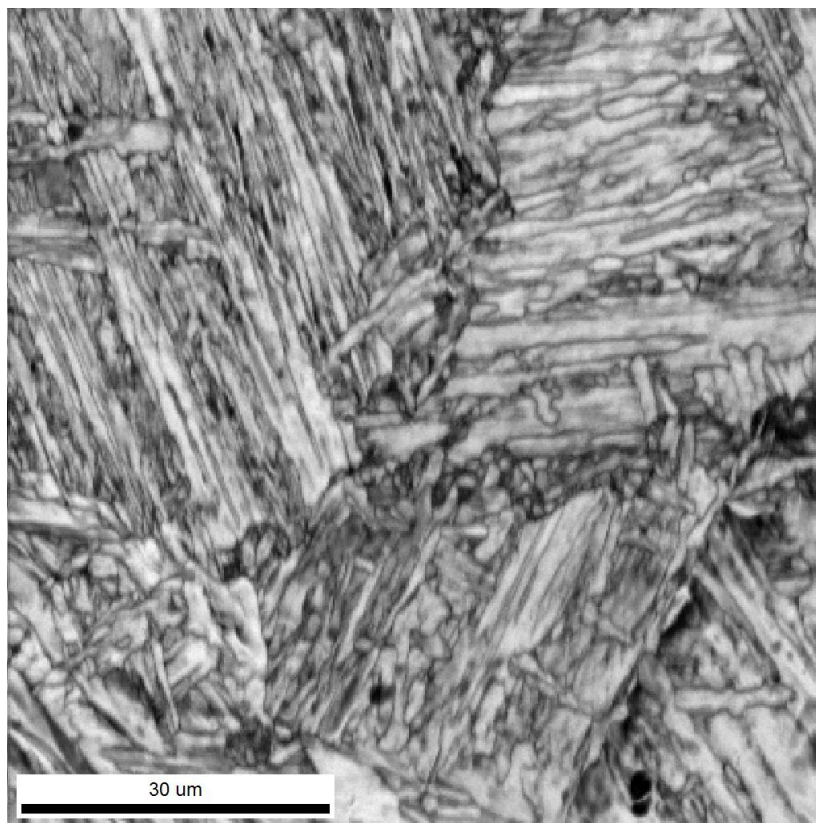


Figur 31: IPF-kart for elektropolert tosykel sveisesimulert F70-stål med 15 sekund avkjølingshastighet.

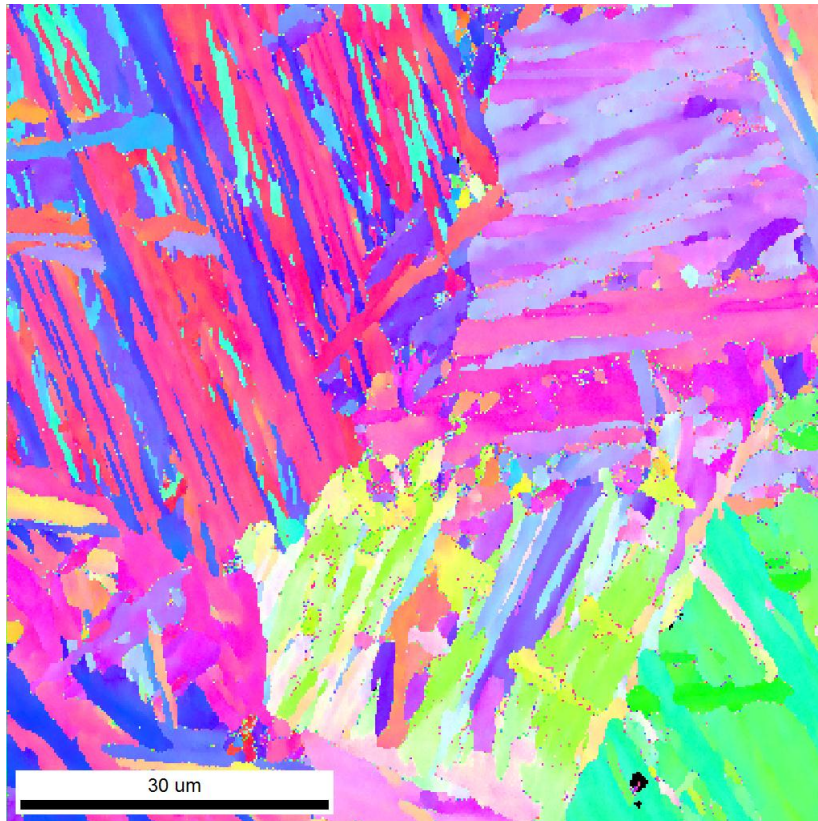
Figur 32, Figur 33 og Figur 34 viser henholdsvis fasekart, IQ-kart og IPF-kart for en prøve som ble ionesputtret. Fasekartet viser at γ -fasen i hovedsak opptrer som enkeltpikslar eller svært små øyer. Det observeres også at det er enkelte små svarte områder på fasekartet. På IQ-kartet observeres det mørke områder, spesielt på høyre side. Legg merke til at IQ-kartet er noe ufokusert. Orienteringskartet viser at de mørke områdene i IQ-kartet korresponderer med korngrenser. Legg merke til at fraksjon γ -fase for den ionesputtrede prøven er betydelig redusert i forhold til fasekartet for den elektropolerte prøven.



Figur 32: Fasekart for ionesputtret tosykel sveisesimulert F70-stål med 15 sekund avkjølingshastighet.
BCC (α -fase) vises med rød farge og FCC (γ -fase) med grønn farge.



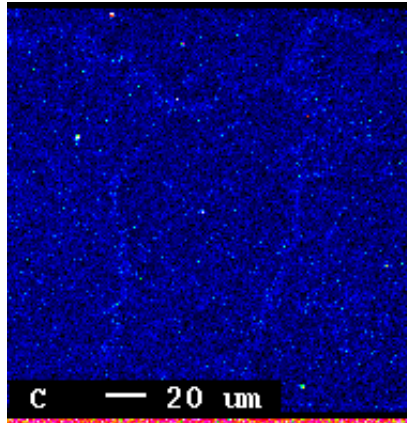
Figur 33: IQ-kart for ionesputtret tosykel sveisesimulert F70-stål med 15 sekund avkjølingshastighet.



Figur 34: IPF-kart for ionesputtret tosykel sveisesimulert F70-stål med 15 sekund avkjølingshastighet.

4.2.2 EPMA av tosykel sveisesimulert materiale

Figur 35 viser resultatet av en EPMA undersøkelsen av tosykel sveisesimulert F70 med 5 sekund avkjølingshastighet med hensyn på karbon. Undersøkelsen gir ingen kvantitative mål, men viser om det er lokale opphopninger av enkelte elementer i materialet. Det observeres at det er opphopninger av karbon langs korngrenser. Undersøkelser gir ikke utslag på andre elementer som kobber, krom og nikkel.



Figur 35: EPMS av tosykel sveisesimulert materiale med 5 sekund avkjølingshastighet med hensyn på karbon.

4.3 Effekt av renseoperasjoner

Dette avsnittet tar for seg effekten av renseoperasjonen *Grain CI Standarization* og et CI-filter hvor punkter med $CI \leq 0,05$ blir fjernet fra dataene og erstattet med svarte punkter.

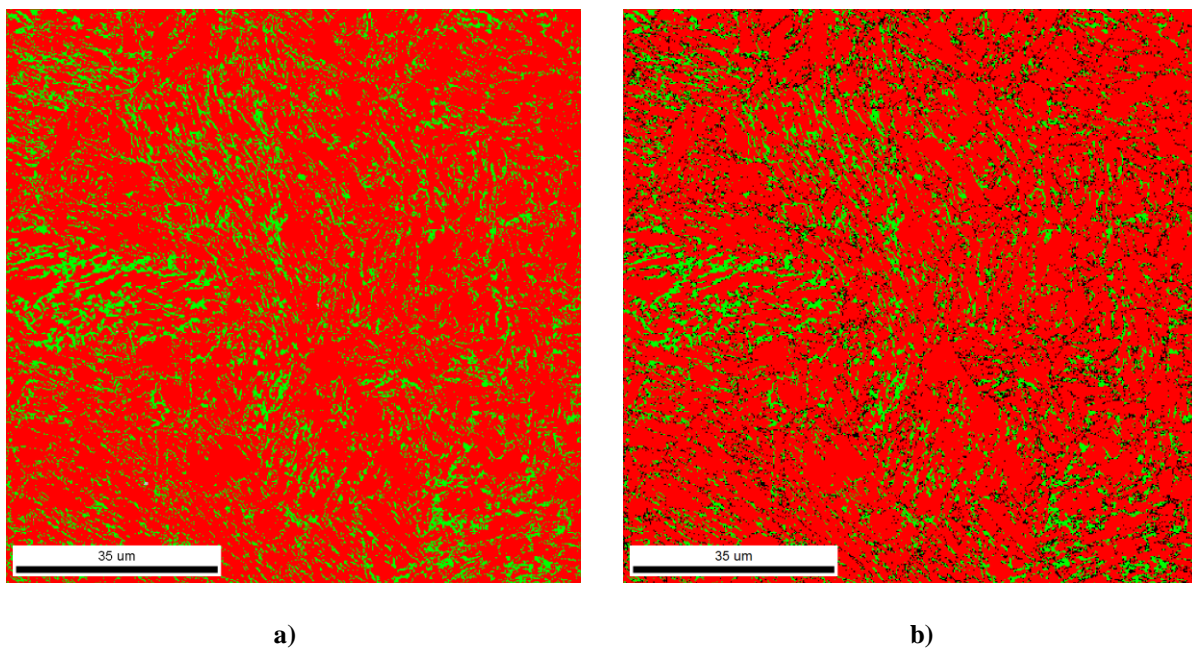
Operasjonene ble brukt på alle skann fra in situ forsøkene, samt enkelte data presentert i tabeller for prepareringen av F70-stålet. Skannet som blir vist i dette avsnittet er av SMSS og utført ved romtemperatur, uten noe form for deformasjon.

Tabell 15 viser fraksjon punkter før og etter renseoperasjonene. Det er også tatt med gjennomsnittlig CI-, IQ- og Fit-verdier for hele skannet, fraksjon γ og gjennomsnittlig CI-, IQ- og Fit-verdier for γ -fasen før og etter renseoperasjonene. Det observeres at 8,1 % av punktene i skannet hadde en $CI \leq 0,05$ etter Grain CI Standarization var utført. 3,8 % av disse punktene var opprinnelig indisert som γ -fase. Legg merke til at kun 17,3 % av skannet opprinnelig var indisert som γ -fase. Det observeres også at den generelle CI verdien på skannet øker betraktelig etter renseoperasjonene er utført, det samme gjelder CI verdien for γ -fasen.

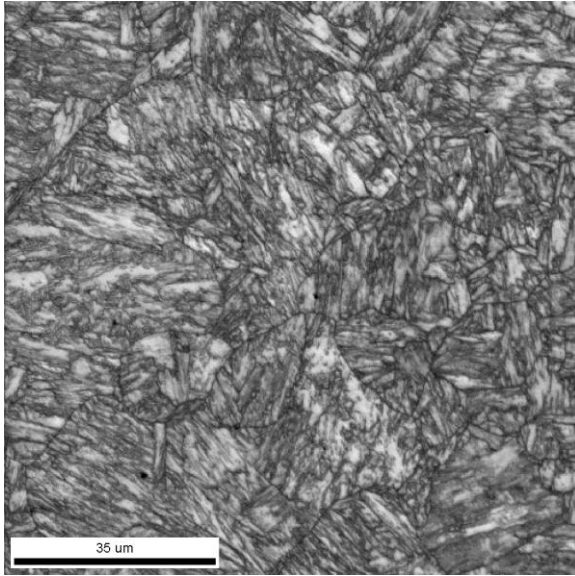
Figur 36, Figur 37 og Figur 38 viser henholdsvis fasekart, IQ-kart og IPF-kart for skannet, før og etter renseoperasjonene er utført. Punktene med en CI-verdi $\leq 0,05$ vises som svarte piksler i fasekartet vist i Figur 36 b), IQ-kartet vist i Figur 37 b) og orienteringskartet vist Figur 38 b). Fasekartet viser at punkter med en $CI \leq 0,05$ i stor grad opptrer i forbindelse med γ -fasen, og da spesielt i forbindelse med de mindre øyene. På IQ-kartet og orienteringskartet observeres det at punkter med en $CI \leq 0,05$ også opptrer i forbindelse med korngrenser.

Tabell 15: Viser effekten av rensemetoden Grain CI Standarization og et CI-filter som fjerner punkter med en CI-verdi $\leq 0,05$.

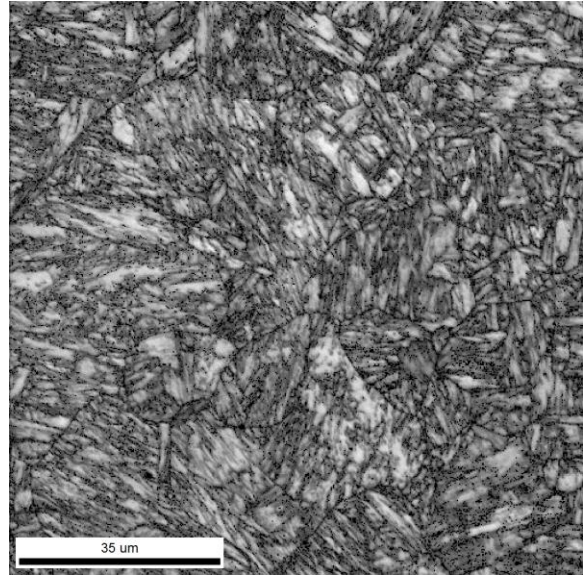
	Fraksjon punkter [%]	CI	IQ	Fit	Fraksjon γ [%]	CI γ	IQ γ	Fit γ
<i>Før</i>	100	0,46	254,88	1,14	17,3	0,21	213,59	1,57
<i>Etter</i>	91,9	0,84	259,86	1,07	13,5	0,57	216,99	1,46



Figur 36: Fasekart for SMSS ved romtemperatur før deformasjon. Viser a) fasekartet uten bruk av rensoperasjoner, b) samme fasekart hvor Grain CI Standarization og et CI-filter som fjerner punkter med en $CI \leq 0,05$ er benyttet. BCC (α -fase) vises med rød farge og FCC (γ -fase) med grønn farge.

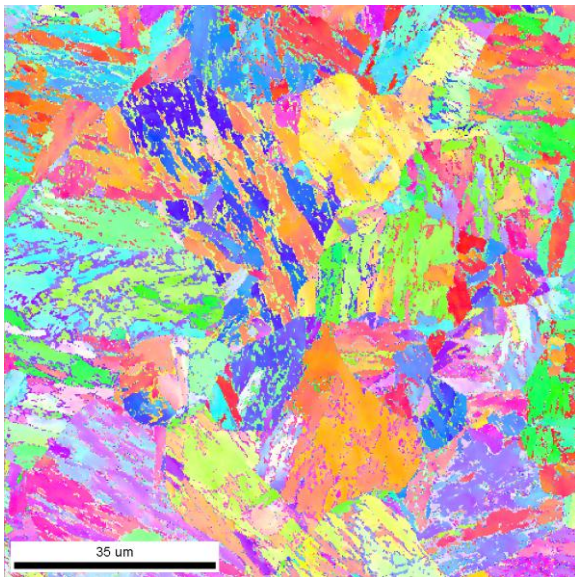


a)

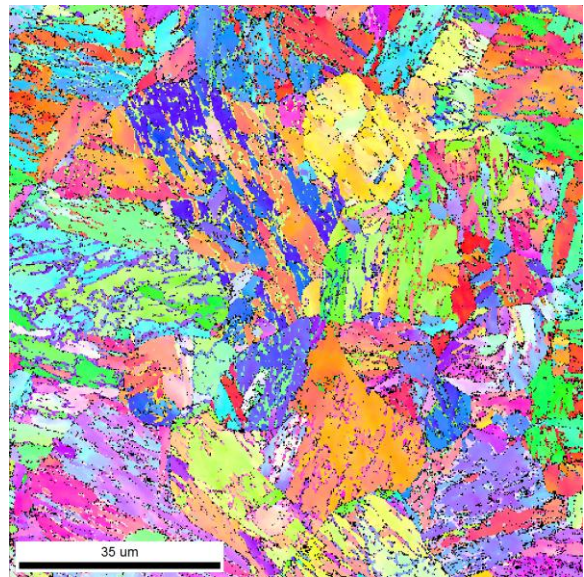


b)

Figur 37: IQ-kart for SMSS ved romtemperatur før prøven er utsatt for strekk. Viser a) IQ-kartet uten bruk av renseoperasjoner, b) samme IQ-kart hvor Grain CI Standardization og et CI-filter som fjerner punkter med en $CI \leq 0,05$ er benyttet.



a)



b)

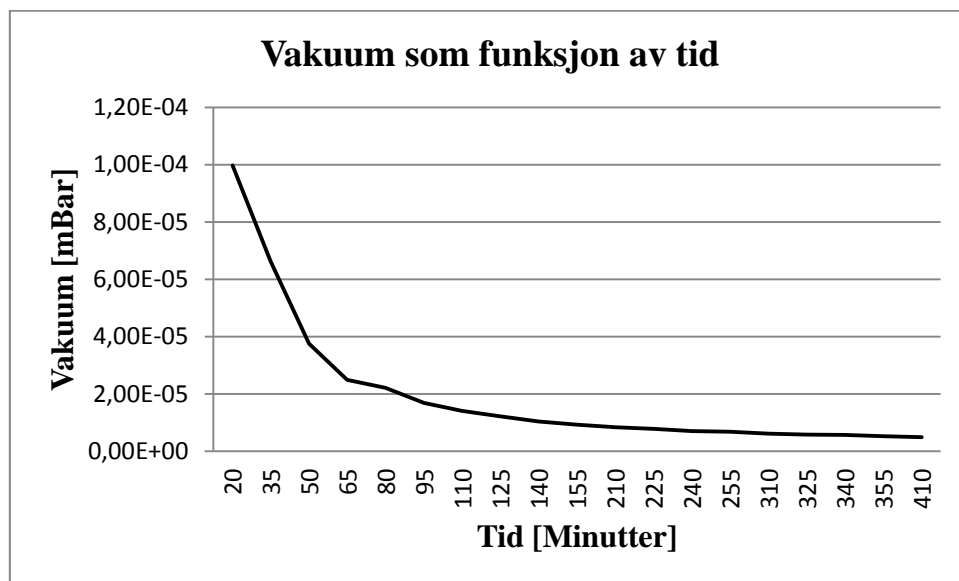
Figur 38: Orienteringskart for SMSS ved romtemperatur før prøven er utsatt for strekk. Viser a) orienteringskartet uten bruk av renseoperasjoner, b) samme orienteringskartkart hvor Grain CI Standardization og et CI-filter som fjerner punkter med en $CI \leq 0,05$ er benyttet.

4.4 In situ strekkforsøk på SMSS

Det ble gjennomført to strekkforsøk ved romtemperatur og to strekkforsøk ved -80°C . Det er valgt å vise fasekart fra et forsøk ved romtemperatur og et ved -80°C . Det er lagt ved IQ-kart fra alle forsøkene, samt fasekart fra de forsøkene som ikke er vist her i Vedlegg A. Det ble benyttet Grain CI Standarization og ett filter for å fjerne alle punkter med en $\text{CI} \leq 0,05$ på alle fasekart og IQ-kart. Alle data oppgitt i tabeller under dette avsnittet er hentet ut etter renseoperasjonene er utført.

Vakuuum

Figur 39 viser hvordan vakuuet i mikroskopet endrer seg som funksjon av tid med strekkbord og kaldfinger montert. Grafen gjelder kun for Zeiss Gemini Ultra 55 FESEM hvor alle undersøkelsene i denne oppgaven er foretatt. Strekkbordet har vært oppbevart i eksikkator før det ble montert i mikroskopet.



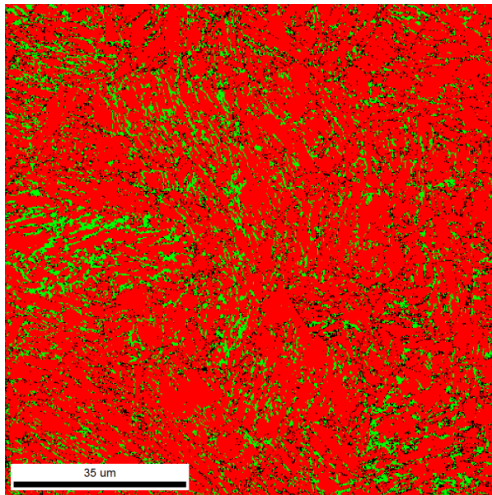
Figur 39: Viser graf over hvordan vakuuet i mikroskopet utvikler seg over tid med strekkbord og kaldfinger montert

4.4.1 In situ EBSD undersøkelser ved romtemperatur

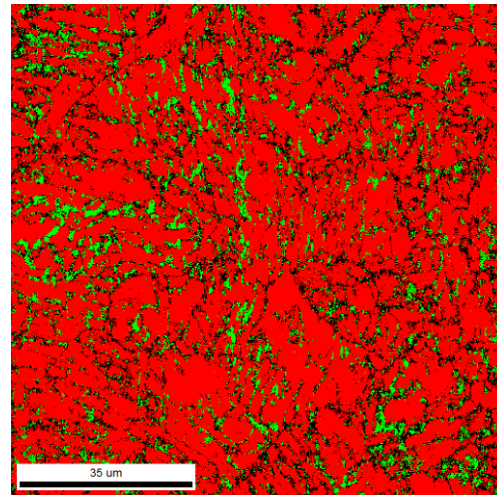
Figur 40 viser fasekart for et av de to strekkforsøkene gjennomført ved romtemperatur. Skannene ble tatt ved 500x forstørrelse, og er 100x100 μm i størrelse. Det går frem av figuren at øyer av restaustenitt, vist med grønn farge, minker noe ved økende forlengelse av materialet. Tabell 16 viser tilhørende data for fasekartene. Legg merke til at CI verdien for γ -fasen holder seg forholdsvis høy.

Tabell 16: Viser fraksjon punkter med en $CI \geq 0,05$, samt gjennomsnittlig CI, IQ og Fit for forsøk nummer 1 ved romtemperatur. Tabellen viser også fraksjon γ med en $CI \geq 0,05$, samt gjennomsnittlig CI for γ -fasen.

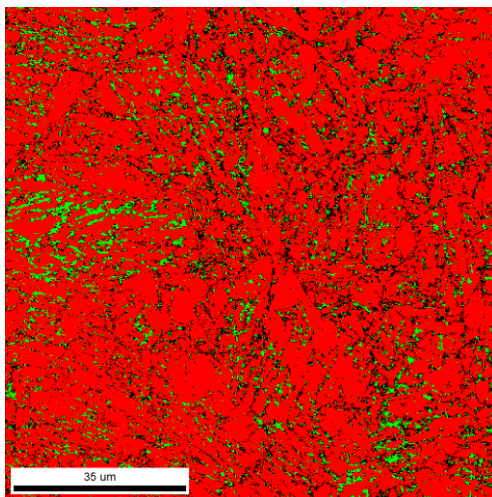
Forlengelse [%]	Fraksjon punkter, $CI \geq 0,05$ [%]	CI	IQ	Fit	Fraksjon γ , $CI \geq 0,05$ [%]	CI γ
0	91,9	0,84	259,86	1,07	13,5	0,57
1	83,7	0,80	229,36	1,22	9,0	0,40
2	86,3	0,82	236,81	1,35	7,7	0,38
3	87,7	0,84	223,75	1,16	6,1	0,38
4	87,7	0,84	219,92	1,15	6,6	0,38



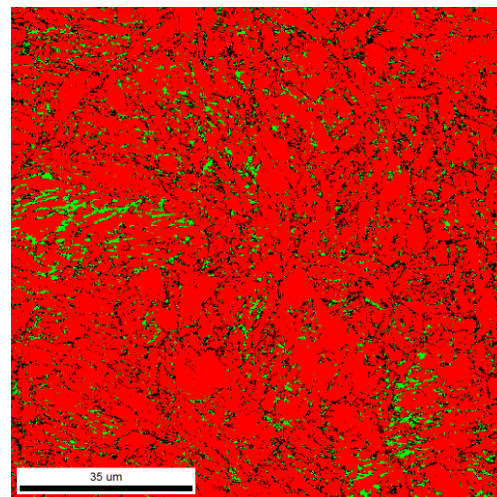
a) 0 % forlengelse



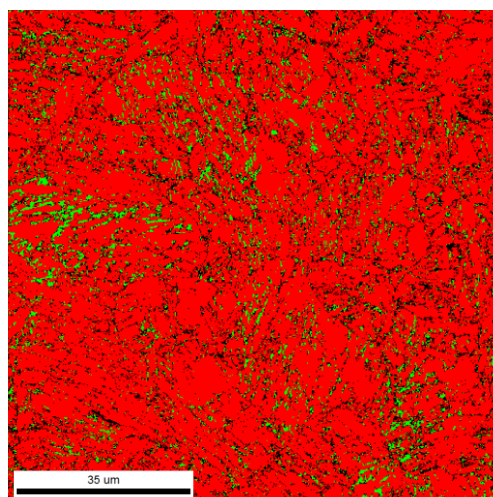
b) 1 % forlengelse



c) 2 % forlengelse



d) 3 % forlengelse



e) 4 % forlengelse

Figur 40: Fasekart for forsøk nummer 1 ved romtemperatur. BCC (α -fase) vises med rød farge og FCC (γ -fase) med grønn farge. Tilhørende IQ-kart kan ses i Vedlegg A.

Tabell 17 viser data for strekkforsøk nummer 2 ved romtemperatur. Tilhørende fasekart og IQ-kart kan ses i Vedlegg A.

Tabell 17: Viser fraksjon punkter med en $CI \geq 0,05$, samt gjennomsnittlig CI, IQ og Fit for forsøk nummer 2 ved romtemperatur. Tabellen viser også fraksjon γ med en $CI \geq 0,05$, samt gjennomsnittlig CI for γ -fasen.

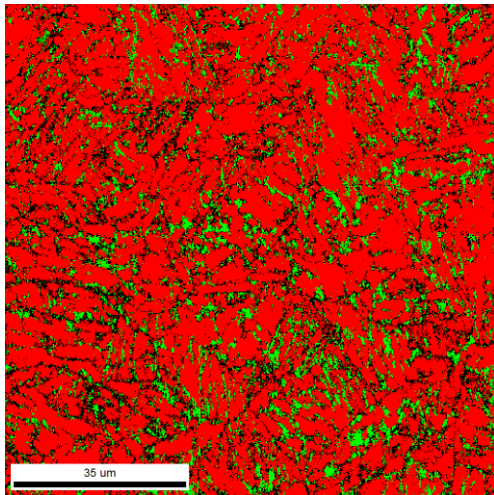
Forlengelse [%]	Fraksjon punkter, $CI \geq 0,05$ [%]	CI	IQ	Fit	Fraksjon γ , $CI \geq 0,05$ [%]	CI γ
0	87,6	0,82	247,66	1,14	9,6	0,48
1	91,6	0,83	250,64	1,08	12,2	0,54
2	87,6	0,82	225,26	1,13	7,1	0,40
3	88,9	0,84	219,05	1,13	5,5	0,37
4	88,4	0,84	207,86	1,21	04,3	0,32

4.5 In situ undersøkelser ved -80°C

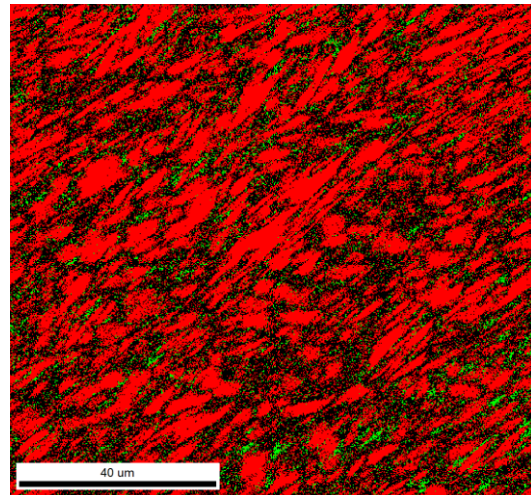
Figur 41 viser fasekart for et av de to strekkforsøkene gjennomført ved -80°C . Tilhørende IQ-kart kan ses i Vedlegg A. Skannene ble tatt ved 500x forstørrelse, og er $100 \times 100 \mu\text{m}$ i størrelse. Det går frem av figuren at øyer av restaustenitt, vist med grønn farge, i stor grad forsvinner ved forlengelse av materialet. Det observeres også av γ -fase som forsvinner i stor grad erstattes av svarte områder som indikerer punkter som ikke kan indiserer eller som har en $CI \leq 0,05$. Legg også merke til skannet for 1 % forlengelse hvor fasekartet virker dratt, og forstørrelsen avviker fra resten av skannene. Tabell 18 viser tilhørende data for fasekartene.. Legg merke til at CI-verdien på gjenværende γ -fase er svært lav og at fraksjon punkter med en $CI \geq 0,05$ synker raskt ved økende forlengelse.

Tabell 18: Viser fraksjon punkter med en $CI \geq 0,05$, samt gjennomsnittlig CI, IQ og Fit for forsøk nummer 1 ved -80°C . Viser også fraksjon γ med en $CI \geq 0,05$, samt gjennomsnittlig CI for γ .

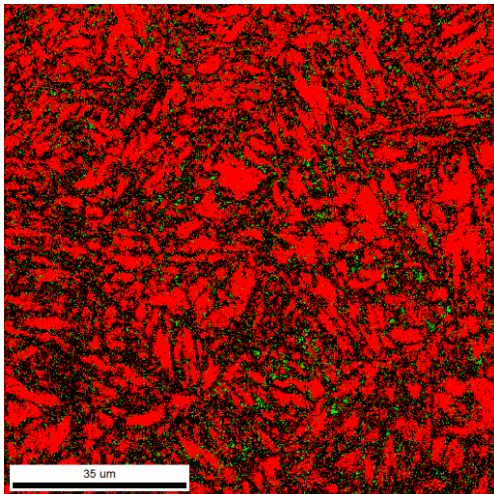
Forlengelse [%]	Fraksjon punkter, $CI \geq 0,05$ [%]	CI	IQ	Fit	Fraksjon γ , $CI \geq 0,05$ [%]	CI γ
0	82,5	0,77	29,43	1,30	11,1	0,41
1	57,7	0,60	25,65	1,57	5,5	0,12
2	55,9	0,59	21,00	1,64	4,4	0,09
3	58,9	0,60	20,88	1,65	4,0	0,09
4	47,3	0,47	17,55	1,76	4,2	0,08



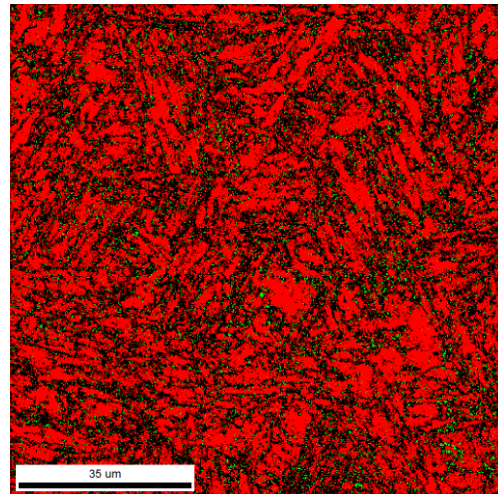
a) 0 % forlengelse



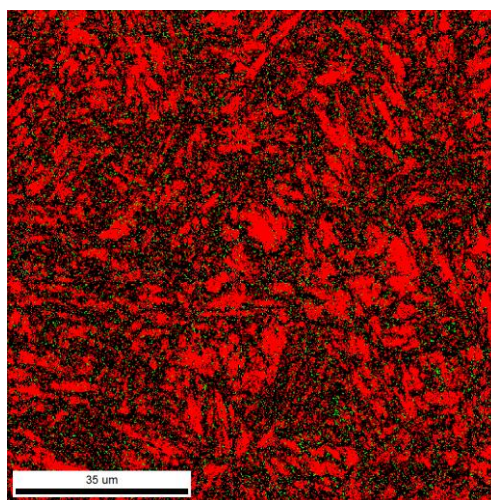
b) 1 % forlengelse



c) 2 % forlengelse



d) 3 % forlengelse



e) 4 % forlengelse

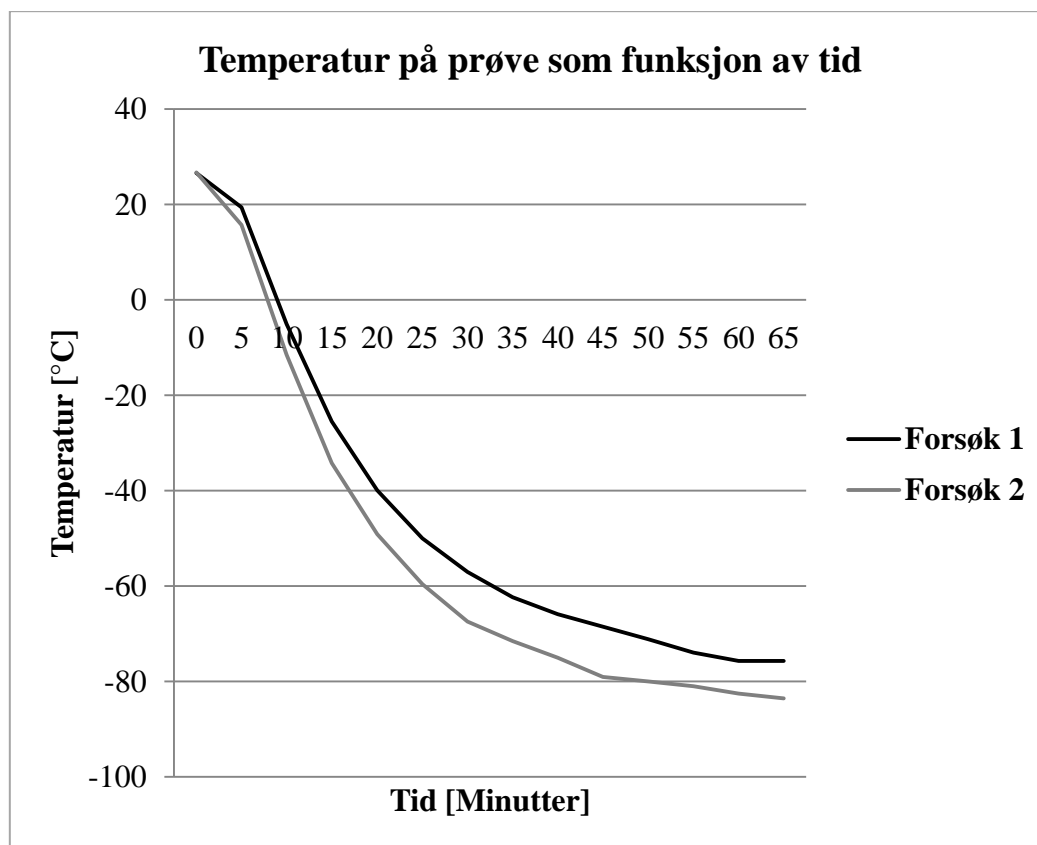
Figur 41: Fasekart for forsøk nummer 1 ved -80°C . BCC (α -fase) vises med rød farge og FCC (γ -fase) med grønn farge. Tilhørende IQ-kart kan ses i Vedlegg A.

Tabell 19: Viser fraksjon punkter med en $CI \geq 0,05$, samt gjennomsnittlig CI , IQ og Fit for forsøk nummer 2 ved $-80^{\circ}C$. Tabellen viser også fraksjon γ med en $CI \geq 0,05$, samt gjennomsnittlig CI for γ .

Forlengelse [%]	Fraksjon punkter, $CI \geq 0,05$ [%]	CI	IQ	Fit	Fraksjon γ , $CI \geq 0,05$ [%]	CI γ
0	79,9	0,76	30,93	1,31	10,3	0,44
1	65,2	0,65	26,20	1,57	6,2	0,20
2	53,5	0,57	22,06	1,62	3,5	0,09
3	63,6	0,70	21,68	1,55	2,9	0,08
4	56,6	0,62	19,41	1,61	2,8	0,08

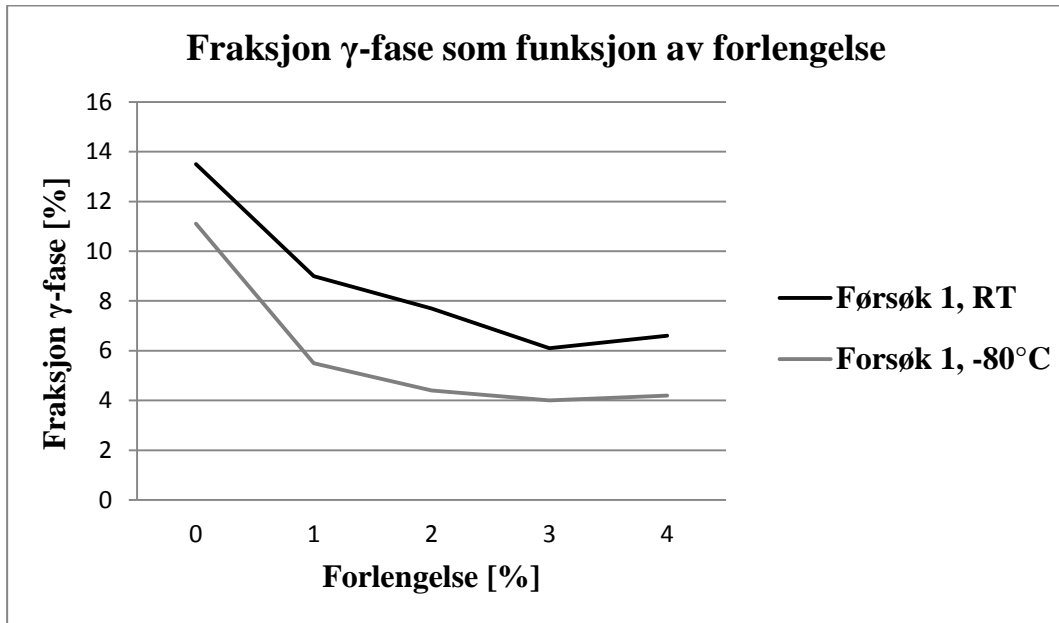
Kjølingsforløp

Tiden det tok å kjøle prøven varierte litt for de to lavtemperatur forsøkene. Temperaturen stabiliserte seg på henholdsvis $-75,7^{\circ}C$ og $-83,5^{\circ}C$. Figur 42 viser hvordan temperaturen på prøvene forandret seg under nedkjøling før forsøkene startet.

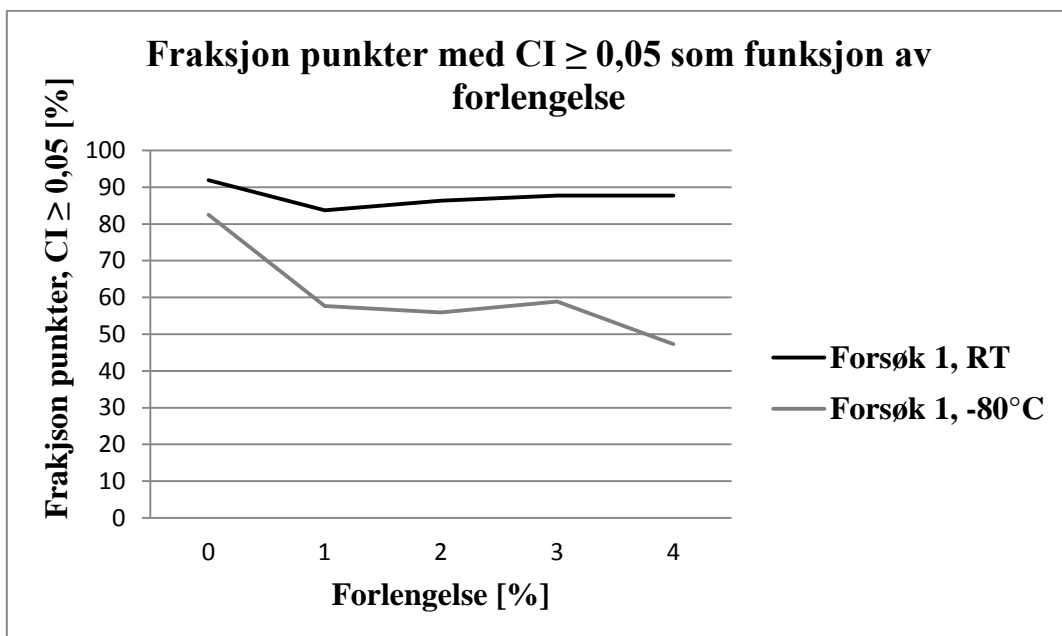


Figur 42: Temperatur målt på prøvene som funksjon av tid for forsøk nummer 1 og 2

4.6 Grafisk framstilling av data for strekkforsøk



Figur 43: Graf som viser fraksjon γ -fase som funksjon av forlengelse for forsøk nummer 1 ved både romtemperatur (RT) og -80°C

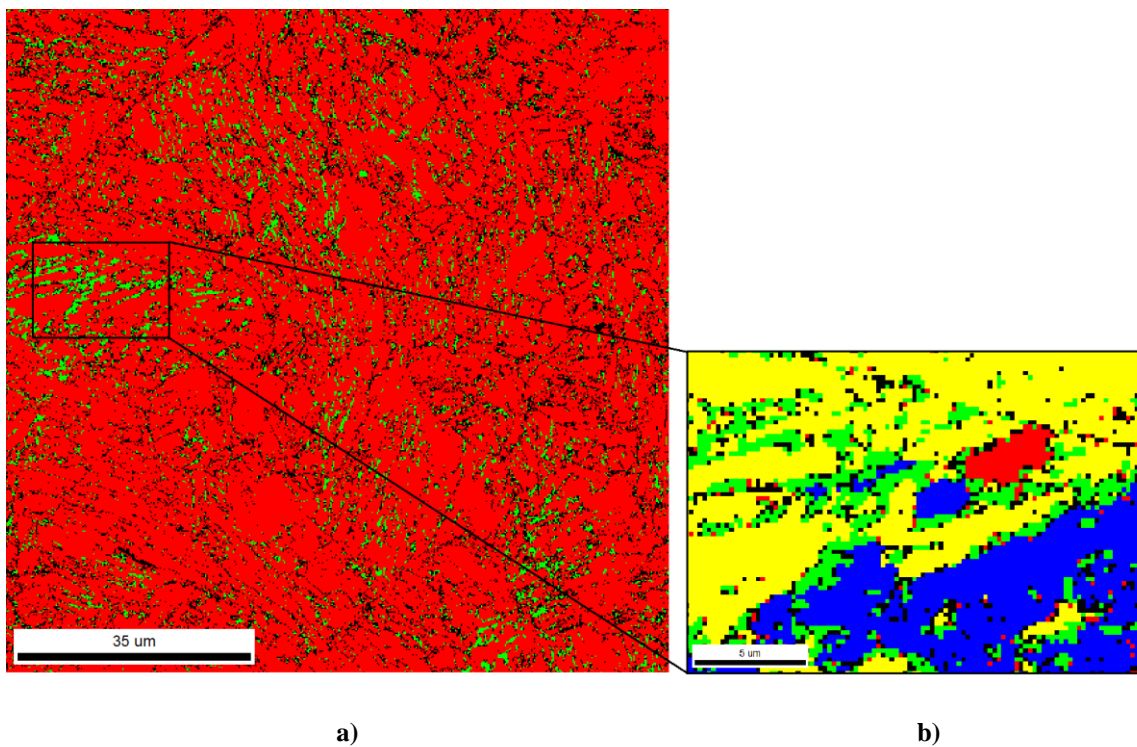


Figur 44: Graf som viser fraksjon punkter med $CI \geq 0,05$ som funksjon av forlengelse for forsøk nummer 1 ved både romtemperatur (RT) og -80°C

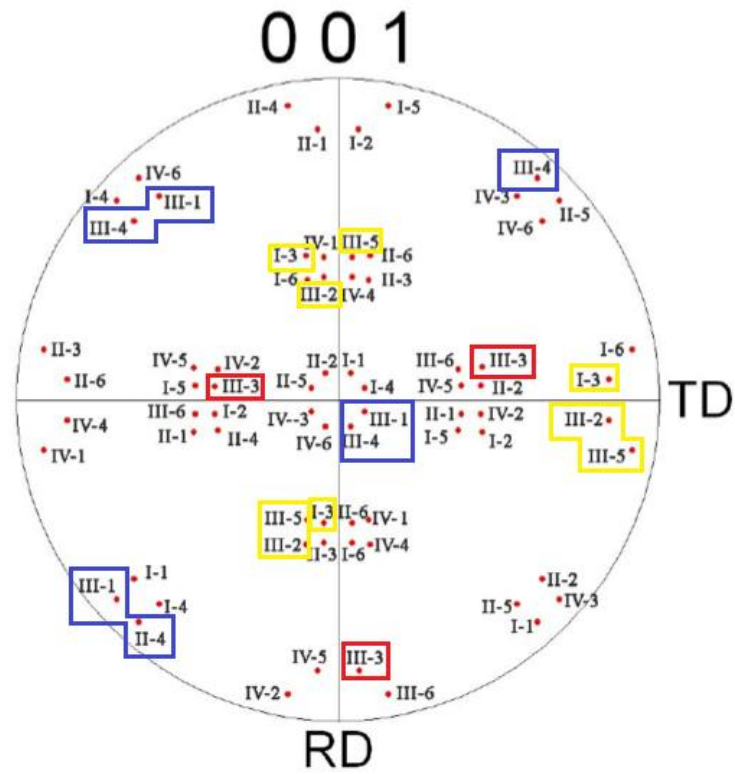
4.7 Kurdjumov-Sachs orienteringsammenheng

Orienteringsdataene til et område av EBSD skannet fra in situ forsøk 1 ved romtemperatur og 4 % forlengelse ble rotert til en kubeorientering i programvaren TSL OIM Analysis 5.32. Området som ble undersøkt er markert i fasekartet i Figur 45 a). Rotasjonen ble gjort ved hjelp av polfiguren til γ -fasen. Når EBSD dataene har en kubeorientering vil polfiguren for BCC dataene sammenfalle med K-S orienteringene. Polfiguren til BCC orienteringene er vist i Figur 46 b). De ulike BCC variantene er markert med ulike farger i polfiguren. I Figur 45 b) er BCC områder som har disse orienteringene markert med samme farge som i polfiguren. Austenitten er markert med grønn farge.

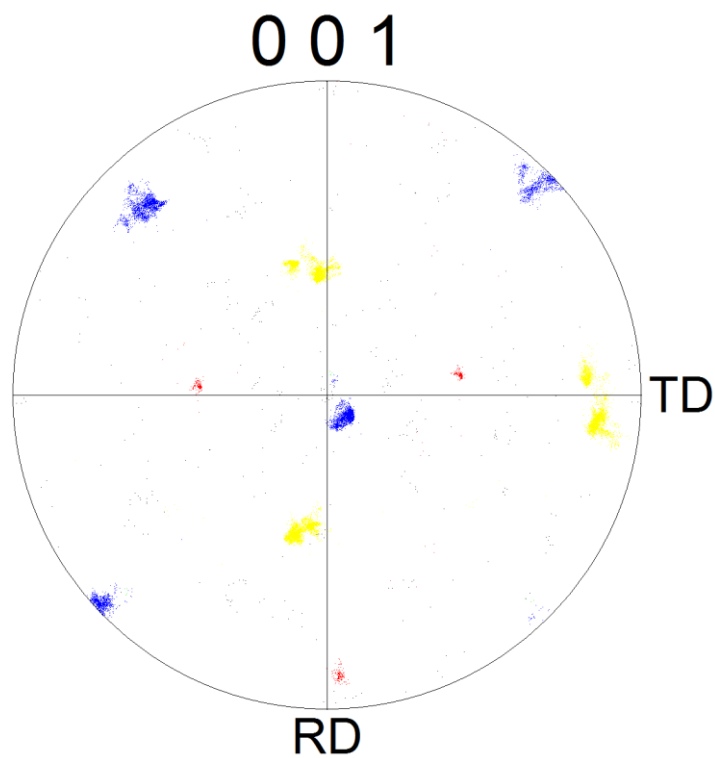
En sammenligning av polfiguren for BCC varianten til de roterte orienteringsdataene med polfiguren til den teoretiske fordelingen i henhold til K-S, viser at selv om det er litt spredning fra de ideelle orienteringene, samsvarer de eksperimentelle orienteringene bra med de teoretiske.



Figur 45: Fasekart for a) hele skannet og b) for det utvalgte område hvor orienteringsdataene ble rotert. BCC områder med samme orientering er markert med samme farge (austenitt er vist med grønn), disse fargen samsvarer med orienteringene vist i polfiguren i Figur 46 b).



a)



b)

Figur 46: Standard $\{100\}$ polfigurer for a) de 24 teoretiske mulige BCC variantene og b) rotert datasett for skannet fra forsøk 1 ved romtemperatur ved 4 % forlengelse

5 Diskusjon

5.1 Preparering av stål for EBSD undersøkelser

Grunnmaterialet til F70-stålet består av ferritt, perlitt og øvre bainitt [4]. Bildene av de sveisesimulerte prøvene tatt i lysmikroskop viser ulikevektstrukturer av martensitt og mulig bainitt for begge avkjølingshastigheter. Bildene viser også tydelige MA-faser på korn grensene. Teorien sier at austenitt vil dannes langs tidligere austenittkorn grenser eller mellom bainittstaver når MA-faser dannes [5], noe som stemmer med disse observasjonene. EPMA undersøkelser viser at det er en opphopning av karbon langs korn grensene, noe som kan ha en sammenheng med dannelsen av martensitt.

Det har vist seg å være vanskelig å få like tydelige observasjoner av MA-fasene ved EBSD undersøkelser. Dette kan skyldes flere ting. Ulike faser i materialet og grad av deformasjon i prøven vil kunne påvirke resultatet av prepareringen. Forskjellige faser kan også reagere ulikt på samme preparering, og deformasjoner i materialet kan føre til vanskeligheter når det kommer til indisering av dataene [34].

Gjennomføringen av forsøkene med prepareringen tok svært lang tid, da det var flere problemer med utstyret underveis. Ved bruk av ionemøllen viste det seg at innfallsvinkelen til argonstrålen endrer seg underveis i kjøringen, noe som førte til dårlige resultater. Det ble kjørt flere forsøk med denne prepareringen før problemet ble oppdaget. Dette ble forbedret, men under forsøkene som ble kjørt i etterkant var det likevel en liten endring i vinkelen, noe som kan ha påvirket resultatene. For å undersøke om ionesputtering gir tilfredsstillende resultater må prøvene undersøkes med EBSD, som er tidkrevende. Da området som blir preparert er lite og vanskelig å se når prøven er satt inn i elektronmikroskopet, er det også en utfordring å treffe på riktig område. Ved bruk av elektroplering var det også her problemer med utstyret. Dette ble løst ved at en eldre versjon av elektropleringsmaskinen som egentlig skulle brukes ble benyttet. Når forsøkene ble satt i gang gikk mye av tiden med på å optimalisere parameterne. Det er mulig å bruke lysmikroskop for å få et visst inntrykk av om prepareringen var vellykket, men for å sjekke om prepareringen gir tilfredsstillende diffraksjonsmønstre må prøven undersøkes med EBSD.

Både elektroplering og ionesputtering skal i teorien kunne fjerne det øverste laget på prøven uten noen form for mekanisk påvirkning. Det ble i denne oppgaven utført flere forsøk på preparering av F70-stål, både med elektroplering og ionesputtering, hvor parameterne ble variert noe for å se om dette ga utslag på resultat. Det ble valgt å vise ett skann for hver av prepareringsmetodene, for hver av avkjølingshastighetene, i resultatdelen da variasjonene ga omentrent samme resultat.

Tabell 13 og Tabell 14 viser data for begge prepareringsmetodene på tosykel sveisesimulert materiale med en avkjølingshastighet på henholdsvis 5 og 15 sekund. Forskjellen mellom de to prepareringene viser seg på flere måter. Alle verdier som sier noe om kvaliteten på skannene, CI, Fit og IQ, er høyere for prøvene som er preparert med ionesputtering. Fraksjon punkter med CI verdi $\geq 0,05$ er også noe høyere for prøvene preparert med ionesputtering.

Denne metoden gir dermed flere punkter som er korrekt indisert. Dataene viser også at fraksjon γ -fase varierer for de ulike prepareringsmetodene, og er høyere for prøvene som ble elektrolyt. Da prøvepreparering kun skal gi et godt grunnlag for videre undersøkelser og ikke føre til endringen i strukturen, er dette svært interessant.

IQ-kartene viser flere mørke områder, spesielt for prøver preparert med elektrolyt. Det oppstår også enkelte svarte områder som kommer av punkter som ikke kan indiseres for begge prepareringer, men i større grad for elektrolytete prøver. Ved å sammenligne fasekartet og IQ-kartet for prøven med 5 sekund avkjølingshastighet preparert med elektrolyt, vist i Figur 22 og Figur 23, viser de at de svarte områdene i fasekartet ligger langs kornrensene. Ved å studere IQ-kartet kan det virke som elektrolyteringen har gravd seg ned i materialet langs kornrensene. Formen på de svarte områdene kan stemme overens med formen på MA-fasene observert på lysmikroskopbildene. Martensitt vil ofte vise seg som mørke områder da det er mye spenninger i strukturen, men den burde være mulig å indisere og det ville også være forventet å se noe γ -fase i tillegg dersom den er grunnen til de svarte områdene.

På flere av IQ-kartene kan det se ut som det er topografieffekter, spesielt i områder med lave IQ-verdier som ofte oppstår langs kornrensene. Et eksempel på dette framkommer av IQ-kartet for den elektrolytete prøven med 15 sekund avkjølingshastighet, vist i Figur 30. Dette styrker teorien om at det forkommer utgravninger, og at dette kan være grunnen til at MA-fasene er vanskelig å få frem. Grunnen til områder med lave IQ-verdiene kan også skyldes flere ting, blant annet kontaminasjon eller at innstillingene under skannet ikke har vært optimale. Enkelte av IQ-kartene viser også at det er problemer med å oppnå godt fokus. Dette kan påvirke resultatet og føre til at en kvantitativ sammenligning av dataene for de ulike skannene ikke vil bli helt korrekt.

Ingen av skannene viser tegn til de utpregede MA-fasene som finnes på bildene tatt i lysmikroskop. Da det er MA-fasene som i stor grad er grunnen til at in situ forsøk vil være interessante, er det avgjørende å få fram disse ved EBSD undersøkelser før slike forsøk kan gjøres.

Prepareringen av SMSS ble utført med en ny maskin av typen Struers LectroPol-5, som er samme apparat som opprinnelig skulle benyttes på F70. Denne var ikke tilgjengelig før sent i perioden da de eksperimentelle forsøkene pågikk, det var derfor ikke tid til å begynne nye prepareringsforsøk på F70 med dette apparatet.

5.2 Effekt av renseoperasjoner

Programvaren TSL OIM Analysis 5.32 tilbyr flere renseoperasjoner for orienteringsdataene. Det er svært viktig å være kritisk til hvilke som benyttes og parametere som settes i tilknytning til disse. Dette for å sørge for at rådata ikke manipuleres i så stor grad at resultatene ikke lenger er gyldige. Renseoperasjonene bør kun finjustere resultatene som faktisk er oppnådd eller forenkler framstillingen av disse.

I denne oppgaven ble det benyttet to rensoperasjoner. *Grain CI Standarization* gir alle punktene i ett korn innenfor en gitt vinkeltoleranse samme CI-verdi som den maksimale CI-verdien funnet blant punktene i dette kornet. Denne operasjonen gjøres først, før et CI-filter som fjerner punkter med CI-verdier under en valgt verdi ble benyttet. Punktene som fjernes erstattes med svarte piksler i alle kart. *Grain CI Standarization* sørger for at punkter som har lav CI, men mest sannsynlig er korrekt indisert, gis en høyere CI verdi og dermed ikke risikerer å bli fjernet av CI filteret. Punkter med lav CI som ikke har noen orienteringssammenheng med nabopunktene og dermed mest sannsynlig er feilindisert, vil ikke bli gitt en høyere CI verdi, og kan dermed risikere å bli fjernet av CI filteret [33]. For *Grain CI Standarization* ble to parametere satt. *Grain Tolerance Angle* ble satt til 5, det vi si at nabopunkter kan ha en misorientering på 5° og fortsatt bli gitt samme CI verdi. *Minimum Grain Size* ble satt til 7. For CI-filteret ble en CI-verdi på 0,05 satt som nedre grense for hvilke punkter som skulle aksepteres. Dersom CI-verdien er under dette er det høy sannsynlighet for at punktet er feilindisert. Figur 36, Figur 37 og Figur 38 viser henholdsvis fasekart, IQ-kart og orienteringskart før og etter rensoperasjonene er utført. De fleste punkter som fjernes ligger rundt korngrenser eller langs øyer av restaustenitt. Dersom fasekartet studeres viser det seg at punktene som fjernes ligger langs de mindre øyene av restaustenitt, de største øyene påvirkes ikke i samme grad av svarte områder. IQ-kartet og orienteringskartet viser at korngrensene tydelig preges av svarte punkter etter rens metodene er utført.

Tabell 15 viser data for skannet før og etter rensoperasjonen er utført. Den generelle CI-verdien for skannet øker betraktelig etter rensoperasjonene er utført. Dette gjelder også for CI-verdien kun for γ -fasen, selv om denne er lavere enn den generelle CI-verdien. γ -fasen utgjør 17,3 % av skannet før rensoperasjonen er utført. Fraksjon γ -fase etter rensoperasjonen går ned med 3,8 %. Dette vi si at 3,8 % av punktene som opprinnelig er indisert som γ -fase har en CI-verdi $\leq 0,05$, selv etter *Grain CI Standarization* er utført. Dette er mye, når det tas med i vurderingen at det kun er 8,1 % av hele skannet som har en CI-verdi $\leq 0,05$. Da γ -fasen er den som er mest interessant i forbindelse med in situ forsøkene, er det viktig at den er korrekt indisert og mulig å få frem ved EBSD undersøkelser. Stålet skal i teorien inneholde rundt 20 % restaustenitt [9], fraksjon γ -fase ligger dermed lavere enn forventet.

5.3 Strekkforsøk

In situ EBSD undersøkelser ved romtemperatur

Fasekartene for strekkforsøk nummer 1 ved romtemperatur, vist i Figur 40, viser at større øyer av γ -fase i mindre grad forsvinner ved økende forlengelse av materialet. Det er likevel tydelig at de grønne områdene (γ -fase) minker. Grafen som viser endringer i fraksjon γ -fase som funksjon av forlengelse, Figur 43, viser også at fraksjon γ -fase minker ved økende forlengelse. Ved å studere hvordan øyer av γ -fase utvikler seg, viser det seg at formen og plasseringen av

de største øyene i stor grad holder seg stabil ved økende forlengelse. De største endringene skjer når mindre øyer og enkeltpiksler forsvinner og erstattes av svarte piksler. Svarte områder indikerer punkter som ikke kan indiseres eller punkter som er fjernet av CI-fileret. IQ-kartene viser at det i hovedsak er områdene på og rundt korn grensene, samt enkeltpiksler som erstattes av svarte punkter. Fasekartene viser også at størrelsen på de større γ -øyene minker noe. γ -fasen (grønn) som forsvinner erstattes i disse tilfellene i stor grad av α -fase (rød), men også her observeres det at noen områder rundt utkanten av øyene erstattes av svarte piksler. Det samme er gjeldene for forsøk nummer 2 ved romtemperatur, men her er det enda tydeligere at større øyer av γ -fase minker i størrelse. Det viser seg også her at γ -fase som forsvinner erstattes av α -fase, samt enkelte svarte piksler.

Den gjennomsnittlige CI-verdien for begge forsøk ved romtemperatur er jevnt over god, mens CI-verdien kun for γ -fasen synker noe ved økende forlengelse. Ved å se på IQ-kartene er det tydelig at det stadig blir mer topografi ved økende forlengelse, dette vil også føre til at det blir vanskelig å få gode skann. IQ-kartene er likevel forholdsvis lyse, og de mørke områdene oppstår rundt områder med mye topografi som forventet.

Grafen i Figur 44 viser at fraksjon punkter med en $CI \geq 0,05$ for forsøk 1 ved romtemperatur synker ved økende forlengelse. Dette kan tyde på at noe av grunnen til at fraksjon γ -fase synker skyldes at den generelle kvaliteten på skannet synker ved økende forlengelse. Dataene for forsøk nummer 2 viser det samme. Variasjonen i fraksjon γ -fase kan også skyldes variasjoner av fokus under skannene. Ved å se på IQ-kartene for forsøkene er det mulig å se litt variasjoner i hvor tydelig kartene er. Variasjoner i CI og fraksjon punkter med $CI \geq 0,05$ for de to forsøkene ved romtemperatur kan også skyldes variasjoner i prøveprepareringen og vakuu. Dårligere vakuu vil som tidligere nevnt føre til økt kontaminasjon.

In situ EBSD undersøkelser ved -80°C

Fasekartene for strekkforsøk nummer 1 ved -80°C viser at øyer av γ -fase i stor grad forsvinner ved forlengelse. Ved å studere det første skannet etter nedkjøling, før strekkforsøket ble startet, kan øyer av γ -fase tydelig observeres. Ved økende forlengelse forsvinner disse øyene, og blir i hovedsak erstattet av svarte punkter, samt enkeltpiksler av γ -fase med svært lav CI-verdi. Det er også tydelig for begge forsøkene utført ved -80°C at fraksjon punkter med en $CI \geq 0,05$ synker forholdsvis raskt ved økende forlengelse. Fasekartene tatt før strekkforsøket startet, rett etter nedkjøling, viser at fraksjon punkter med en $CI \geq 0,05$ allerede da er noe lav., noe som bekreftes av grafen i Figur 44, samt data for forsøk nummer 2. Dette viser hvordan den lave temperaturen fører til problemer med å få gode EBSD skann. Skannet for 1 % forlengelse for forsøk nummer 1 ved -80°C er tydelig dratt, det kan derfor virke som det er drift i bildet som ødelegger for skannet. Forstørrelsen stemmer heller ikke overens med resten av skannene. Dataene for skannet korresponderer bra med resten av skannene, og IQ-kartet viser at bildet er i fokus.

Den gjennomsnittlige CI-verdien for begge forsøk ved -80°C er synkende ved økende forlengelse, men holder seg forholdsvis høy. CI-verdien for γ -fasen synker raskt allerede ved 1 % forlengelse, og holder seg deretter svært lav. Lav CI-verdi indikerer at det er liten sannsynlighet for at det er korrekt indisert. Ved å se på IQ-kartene er det tydelig at det stadig blir mer topografi ved økende forlengelse, og det oppstår flere mørke områder ved økende forlengelse. IQ-kartene for 4 % forlengelse har generelt svært mange mørke områder over hele kartet.

Sammenligning av forsøkene

En sammenligning av de to tilfellene viser at øyer med γ -fase i stor grad forsvinner fra fasekartet i forsøkene gjort ved -80°C , og blir erstattet av svarte punkter og enkeltpiksler av γ -fase med svært lav CI. Dette er i mindre grad tilfelle ved romtemperatur hvor øyene med γ -fase opprettholdes. Ved romtemperatur er det også tilfelle at den grønne γ -fasen som forsvinner i mye større grad erstattes av rød α -fase, og ikke bare av svarte punkter. Da kvaliteten på skannene synker merkbart både ved nedkjøling og økende grad av forlengelse, er det vanskelig å få gode skann av materialet ved -80°C . Dersom man sammenligner CI-verdien på γ -fasen ved romtemperatur og -80°C er det tydelig at sistnevnte har en mye lavere gjennomsnittlig CI-verdi selv før strekkforsøket er startet. Generelt viser også grafen i Figur 44 at andel punkter med en CI verdi $\geq 0,05$ er lavere for forsøkene utført etter nedkjøling.

Når det gjelder IQ-kartet kan det være mulig å bruke dette til å bestemme hvilke områder som er martensitt. Ved å studere gråtonene er det mulig å se hvilke områder som består av martensitt, ettersom martensitt har stor disslokasjonstetthet noe som vil føre til lave IQ-verdier [32]. Svakheter ved denne teknikken er at også korngrenser og andre kontaminasjoner vil gi lav IQ-verdi, den kan derfor ikke brukes kvantitativt. Da γ -fasen som forsvinner i forsøkene ved romtemperatur i stor grad blir erstattet av α -fase, er det sannsynlig at dette skjer i økende grad med γ -fasen i forsøkene ved -80°C . Dette er også observert i tidligere forsøk med supermartensittisk rutfritt stål [9]. Dersom martensitten som dannes har høy disslokasjonstetthet kan den være vanskeligere å indisere, spesielt ved lave temperaturer og deformasjon.

Grunnen til at austenittøyene forsvinner fra fasekartet er sannsynligvis fasetransformasjon som følge av plastisk deformasjon. Dette stemmer overens med tidligere observasjoner gjort ved lignede forsøk på ett annet supermartensittisk rutfritt stål [11, 16]. Samme observasjoner er også gjort i andre legeringsystemer [35]. Grunnen til at denne transformasjonen skjer i større grad ved lave temperaturer kan skyldes høyere termodynamiske drivkrefter for reaksjonen. Dette er også i henhold til tidligere observasjoner [11]. Det er svært vanskelig å si noe kvantitativt om i hvor stor grad restaustenitten transformeres lettere ved lave temperaturer. Dette fordi kvaliteten på skannene blir veldig mye dårligere ved lave temperaturer slik at det er vanskelig å sammenligne forsøkene. Det er også vanskelig å vite om området som er skannet er representativt for hele prøven. Da det vil være ulik mengde

restaustenitt i områdene som skannes for de ulike forsøkene, vil dette nødvendigvis også påvirke dataene fra forsøkene.

Det kan være vanskelig å oppnå samme fokus på alle skann. Ved in situ forsøk med kaldfinger og strekkbord montert, kan disse skygge for sekundærelektroner. Det kan også være vanskelig å finne igjen nøyaktig det samme området da prøven nødvendigvis vil bevege seg under strekkforsøkene.

Et lite område fra forsøk nummer 1 ved romtemperatur ved 4 % forlengelse ble rotert til kubeorientering. Dette området besto av flere forholdsvis store øyer av restaustenitt som tydelig hadde minket i størrelse ved økende forlengelse. Ved å se på K-S sammenhengen vist i Figur 46 ses det at martensitten som dannes har en orienteringssammenheng til austenitten som tilfredsstillende K-S fordelingen. Dette bekrefter at martensitten som dannes er korrekt indisert, da det ellers ikke ville vært mulig å få en fordeling av BCC variantene i henhold til K-S fordelingen.

Mål av forlengelse

En feilkilde som kan oppstå i forbindelse med strekkforsøkene er korrekt registrering av forlengelsen. Det har tidligere vært problemer med å registrere korrekt forlengelse på strekkbordet. Dersom sensoren som registrer forlengelsen ikke er riktig kalibrert under forsøkene, vil dette kunne føre til at grad av forlengelse ikke blir korrekt i forhold til innstilt grad av forlengelse. Dersom dette er tilfelle, vil alle forsøkene bli påvirket på samme måte og kan derfor sammenlignes. Usikkerheten vil da være størst i forhold til når faseformasjonen skjer i materialet.

Temperatur

Temperaturen på prøven ble målt på overflaten til prøven med et termoelement av typen K. Termoelementet ble festet mellom prøven og hodet på en av messingskruene til kaldfingeren. Det er derfor usikkerhet knyttet til nøyaktig hvor temperaturen blir målt, og om temperaturen til skruen kan bidra til at målt temperatur ikke nødvendigvis er korrekt temperatur for selve prøveoverflaten. Ved tidligere forsøk på lignende materiale med samme utstyr har temperaturen kommet ned i maksimum -60°C [11], mens det ble oppnådd en temperatur på rundt -80°C . Den lave temperaturen kan også ha sammenheng med at vakuemet i mikroskopet stadig forbedres, i sammenheng med at nytt og bedre utstyr blir tatt i bruk.

Vakuum

Ved å pumpe vakuum i et tomt elektronmikroskop av typen Zeiss Ultra 55 FESEM tar det rundt 50 minutter å oppnå et vakuum på $2,5 \times 10^{-6}$ mBar [30]. Dette er samme mikroskopet som ble brukt på alle undersøkelser i forbindelse med denne oppgaven. Med strekkbord og

kaldfinger montert tar det rundt 300 minutter å oppnå tilsvarende 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 skannes flere ganger blir det derfor ekstra viktig å minimere kontaminasjonen fra elektronstråler. Lave temperaturer på området som skannes vil også bidra til økt kontaminasjon, og vakuomet blir derfor en svært viktig faktor når kaldstrek skal gjennomføres. Ved bruk av strekkbord og kaldfinger anbefales det derfor å pumpe vakuum over natten, både for å oppnå ett tilfredsstillende vakuum og for å unngå at verdifull arbeidstid på mikroskopet går tapt på dagtid.

6 Konklusjon

Denne oppgaven har tatt for seg to ulike stål designet for arktiske applikasjoner. For det smidde F70-stålet har hovedfokus vært å etablere en egnet prøvepreparering for videre EBSD undersøkelser. For det supermartensittiske rustfrie stålet (SMSS) har hovedfokus vært på in situ deformasjon ved lave temperaturer. På bakgrunn av resultater fra eksperimentene gjennomført i forbindelse med denne masteroppgaven kan det trekkes følgende konklusjoner:

Eksperimenter utført på F70-stål:

- Tocykel sveisesimulert F70-stål består i hovedsak av martensitt, og noe bainitt. Dette gjelder både for 5 og 15 sekund avkjølingshastighet. MA-faser er lokalisert langs korn grensene. EPMA undersøkelser viser en opphopning av karbon langs korn grensene.
- Preparering av F70-stål for EBSD undersøkelser har vist seg vanskelig. Dette skyldes i hovedsak MA-fasene som ikke reagerer på prepareringen på samme måte som resten av strukturen, og i liten grad kommer fram ved EBSD undersøkelser.
- De to prepareringsmetodene som ble testet, ionesputtering og elektropløring, gir ulik fraksjon γ -fase ved EBSD undersøkelser.

Eksperimenter utført på SMSS.

- Renseoperasjoner for orienteringsdata må brukes forsiktig for ikke å manipulere rådata. *Grain CI Standardization* og et CI-filter som fjerner alle punkter med en $CI \leq 0,05$ ble testet på et skann av SMSS ved romtemperatur, uten noen form for deformasjon. 8,1 % av alle punkter ble fjernet som følge av operasjonene. 3,8 % av disse var av γ -fasen, som utgjør 17,3 % av skannet før renseoperasjonene. Punkter som fjernes ligger i hovedsak i forbindelse med korn grenser og mindre øyer av restaustenitt.
- Forsøkene viser at in situ i kombinasjon med EBSD teknikken og nedkjøling kan gi verdifull informasjon om lavtemperaturoppførsel under deformasjon av SMSS.
- Øyer av restaustenitt transformeres raskere til martensitt som følge av plastisk deformasjon ved -80°C enn ved romtemperatur. Grunnen til dette er høyere termodynamiske drivkrefter for reaksjonen.
- Martensitten som dannes ved romtemperatur oppfyller K-S kriteriet som beviser at den er korrekt indisert. Dette er vanskelig å verifisere for lavtemperatursforsøk, da skannene har mye lavere kvalitet.

7 Forslag til videre arbeid

Med bakgrunn i det som er gjort i denne oppgaven blir følgende forslag til videre arbeid foreslått:

- Fortsette arbeidet med å utvikle en egnet prepareringsmetode for F70-stål. Spesielt kan videre arbeid med ionesputtering være interessant. Ved å kjøre ionemøllen med lavere spenning og lengere tid kan problemer med utgravninger unngås.
- Gjøre forbedringer på kaldfingeren slik at det er mulig å kontrollere temperaturen. Dette vil gjøre det mulig å utføre strekkforsøk ved utvalgte temperaturer.
- Dersom en egnet prepareringsmetode etableres, vil situ strekktesting av F70-stålet for å undersøke hvordan MA-faser reagerer på deformasjon ved lave temperaturer være svært interessant.

Referanser

1. SINTEF, *Arctic Materials*. Available from: <http://www.sintef.no>. [cited 2011 07.12.11]
2. J.K. Solberg, *Teknologiske metaller og legeringer*, 2011.
3. S.Meimeth, F.Grimpe, H.Meuser, H.Siegel, C.Stallybrass, C.J.Heckmann, "Development, state of the art and future trends in design and production of heavy plates in x80 steel grades in Steel rolling 2006", 9th International & 4th European Conference, 2006. Paris, France.
4. M.T.Welsch, D.Bruch, E.Østby "Forgings for Low Temperature Applications – Influences of the Alloying Concept and Advanced Forging Procedures on Impact Strength and Fracture Toughness", in *International Offshore and Polar Engineering Conference*, 2011. Maui, Hawaii, USA.
5. C.I.Davis, J.King, "Cleavage initiation in the intercritically reheated coarse-grained heat-affected zone: Part I. Fractographic Evidence Metallurgical and materials Transactions A", 1994. Vol. 25, no. 3, p. 563-573.
6. J.C.Lippold, D.J.Kotecki, "Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels" 2005. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons.
7. O.M.Akselsen, G.Rørvik, P.E.Kvaal, C.Van Der Eijk, "Microstructure-Property Relationships in HAZ of New 13% Cr Martensitic Stainless Steels", *Welding Journal*, May 2004. p. 160-167.
8. J.Hjelen, *Forelesningsnotater*. TMT4505 EBDS.
9. M.Karlsen, *EBSD based in-situ observations of polycrystalline materials in the SEM*, 2009. Doktoravhandling ved NTNU, Institutt for materialteknologi.
10. E.H.Smith, *Mechanical engineer`s reference book*, 12 ed, 1998. Boston: Butterworth Heinemann.
11. M.Karlsen, Ø.Grong, M.Søfferud, J.Hjelen, G.Rørvik, R.Chiron, "Scanning electron microscopy/electron backscatter diffraction-based observations of martensite variant and slip plan activity in supermartensitic stainless steel during plastic deformation at elevated, ambient, and subzero temperatures, . Metallurgical and materials Transactions, 2009. Vol. 40A, p. 310-320.
12. E.Eruç, R.Shivpuri, "A summary of ring rolling technology-I. Recent trends in machines, processes and production line, . International Journal of Machine Tools and Manufacture, 1992. Vol. 32, no. 3, p. 379-398.
13. Forging Industry Association, *How are forgings produced*. Available from: <http://www.forgings.org>. [cited 2011 14.12.11]

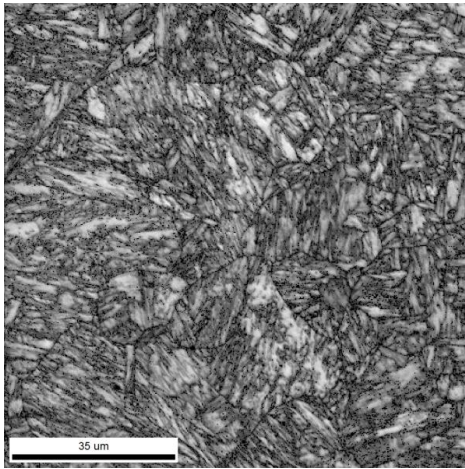
14. K.E.Easterling, *Introduction to the Physical metallurgy of welding*. 2nd ed., 1992. Oxford: Butterworth-Heinemann.
15. H.Ikawa, H.Oshige, T.Tanoue, " *Effect of Martensite-Austenite Constituent on HAZ Toughness of a High Strength Steel*", Transactions of the Japan Welding Society, 1980. Vol. 11, no. 2, p. 3-12.
16. M.Karlsen, J.Hjelen, Ø.Grong, G.Rørvik, R.Chiron, U.Schubert, E.Nilsen, " *SEM/EBSD based in situ studies of deformation induced phase transformations in supermartensitic stainless steels*", Material Science and Technology, 2008. Vol. 24, no. 1, p. 64-72.
17. J. Hjelen, *Scanning elektron-mikroskopi*, 1989. Trondheim: Metallurgisk institutt, NTH.
18. Hitachi Higg-Technologies Europe GmbH, *Flat Ion Milling System IM-3000, Fine Sample Surface Ion Polishing System for EBSD, EDS, SEM analysis*. Available from: <http://www.hht-eu.com/cms/18431.html>. [cited 2011 26.07]
19. Z.K. Sallom, " *Proof of concept SEP/ Preparation of EBSD specimens*", 2011. SINTEF materialer og kjemi.
20. *IM-3000 Flat Milling System Instruction Manual (Operation and Maintenance Section)*.
21. Struers, *About Electrolytical Preparation*, Available from: <http://www.struers.com>. [cited 2011 06.12.11].
22. 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.
23. A.J. Schwartz, M.Kumar, B.L. Adams, D.P. Field, " *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*", 2000. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers.
24. D.P. Field, " *Improving the spatial resolution of EBSD. Microscopy and Microanalysis*", 2005. Vol. 11, p. 52-53.
25. Oxford Instruments Analytical, *Electron Backscattered Diffraction Explained*. Available from: <http://www.ebsd.com>. [cited 2011 19.11].
26. 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.
27. 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.
28. F.J.Humphreys, " *Review Grain and Subgrain characterisation by electron backscatter diffraction*", Journal of materials science, 2001. Vol. 36, no. 16, p. 3833-3854.

29. R.A. Schwarzer, J.Hjelen, "*High-speed orientation microscopy with online solving sequences of ebsd patterns*", 2010. Vol. 160, p. 295-300.
30. 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.
31. *OIM Data Collection 6.0 User Manual.*
32. S.Astad, O.Bjering, M.Karlsen, J.Solberg, J.Hjelen, "*Ebsd measurments combined with optical microscopy to quantify complex microstructures in steels*", 2010.
33. *OIM Analysis 6.0 User Manual.*
34. Oxford Instruments Analytical, *Evolution of EBSD Patterns during Sample Preparation*. Available from: <http://www.ebsd.com>. [cited 2012 10.07].
35. P.C.Maxwell, A. Goldberg, J.C. Shyne, "*Stress-assisted and strain-induced martensites in fe-ni-c alloys*", Metallurgical Transactions, 1974. Vol. 5, p. 1305-1318.

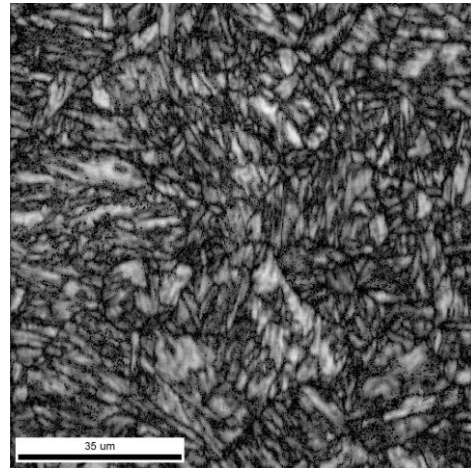
Vedlegg A Resultater

A.1 EBSD undersøkelser ved romtemperatur

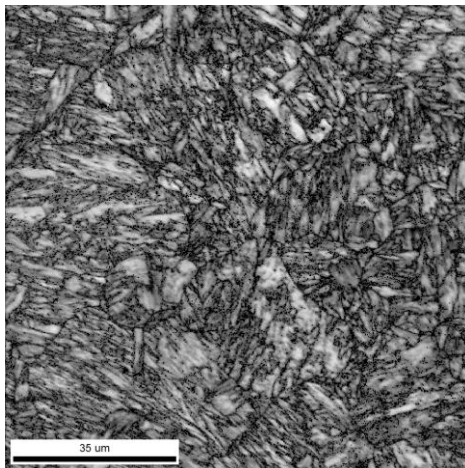
Forsøk nummer 1



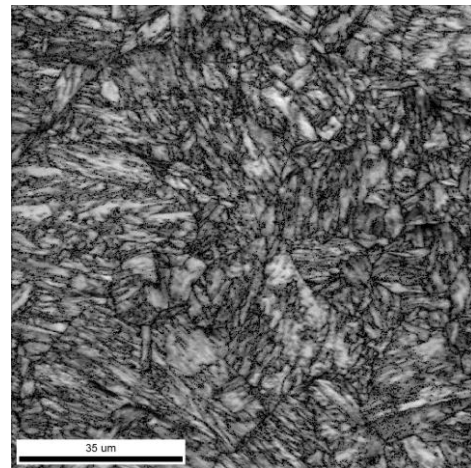
a) 0 % forlengelse



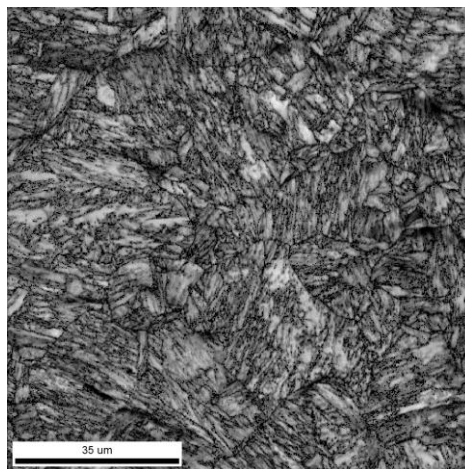
b) 1 % forlengelse



c) 2 % forlengelse



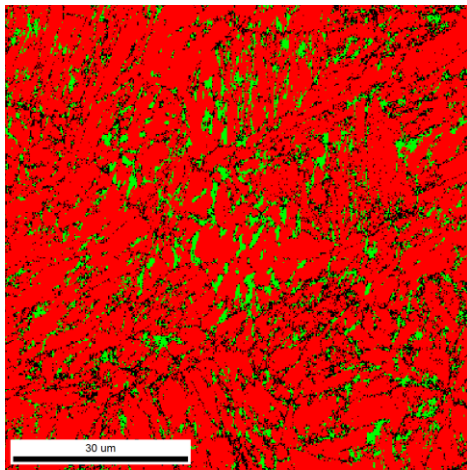
d) 3 % forlengelse



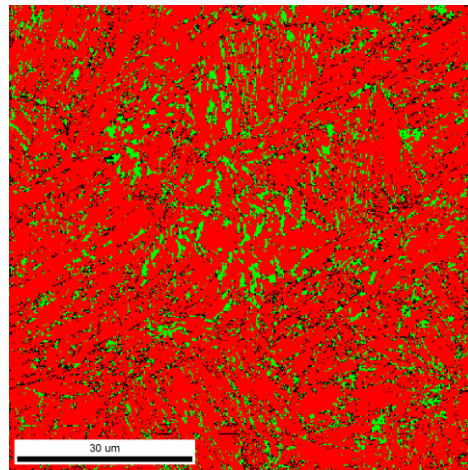
e) 4 % forlengelse

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

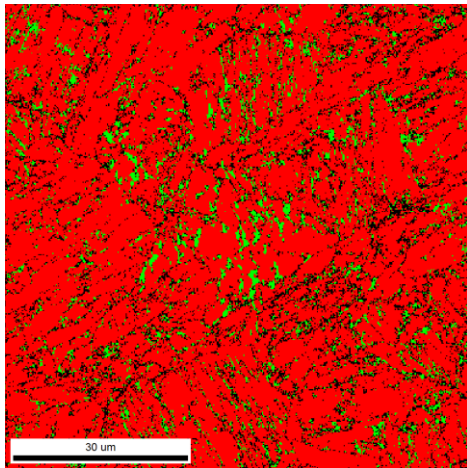
Forsøk nummer 2



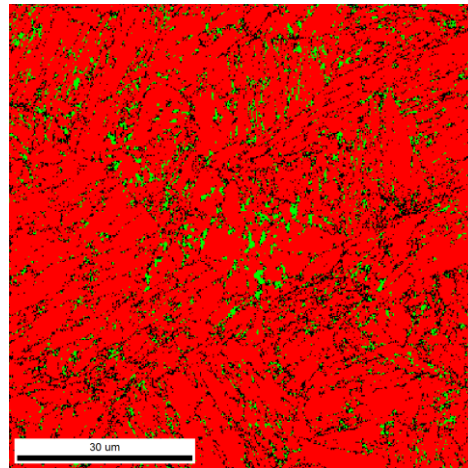
a) 0 % forlengelse



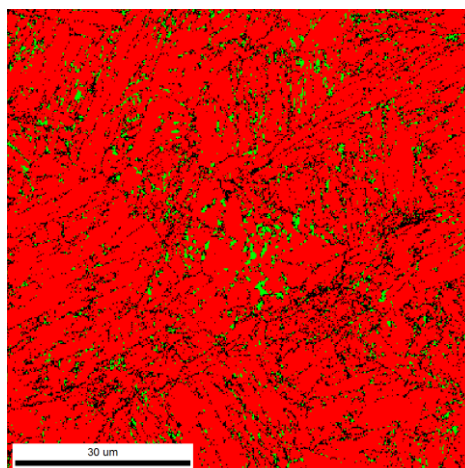
b) 1 % forlengelse



c) 2 % forlengelse

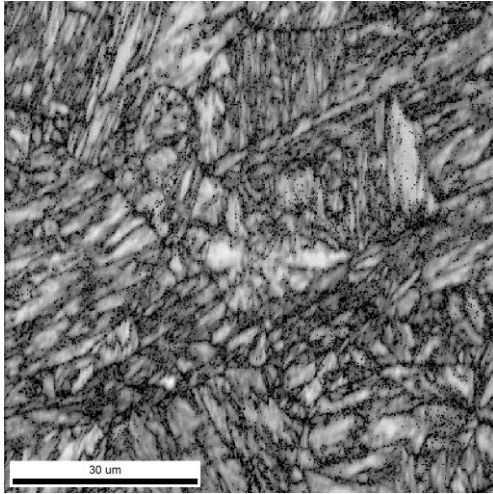


d) 3 % forlengelse

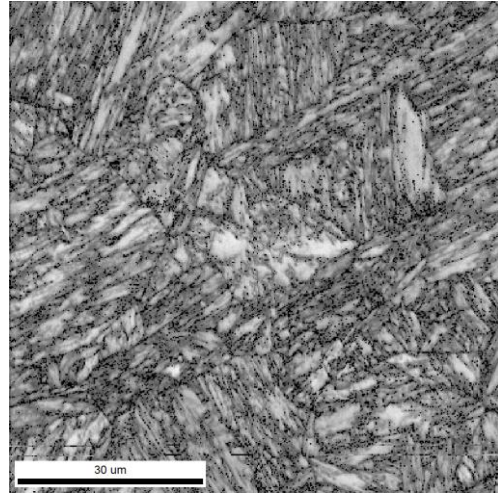


e) 4 % forlengelse

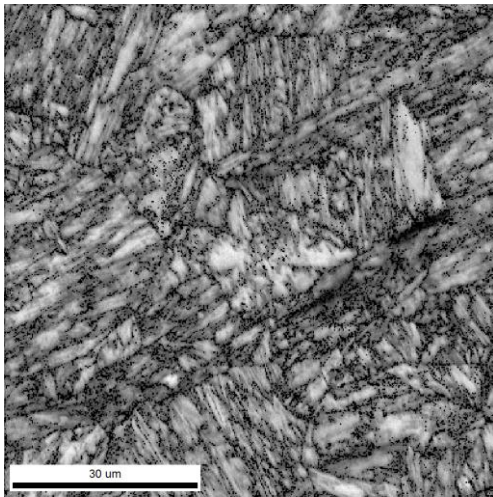
Figur A-1-2: Fasekart for forsøk nummer 2 ved romtemperatur. BCC (α -fase) vises med rød farge og FCC (γ -fase) med grønn farge.



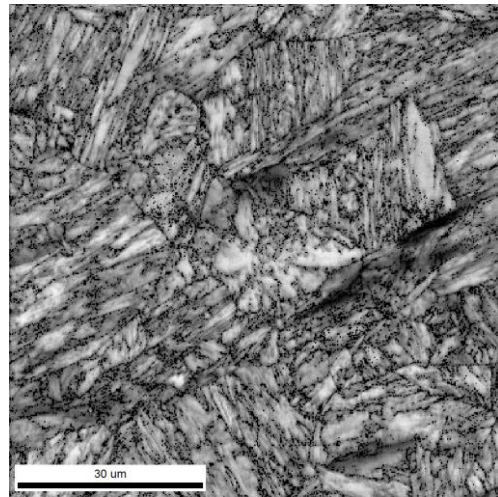
a) 0 % forlengelse



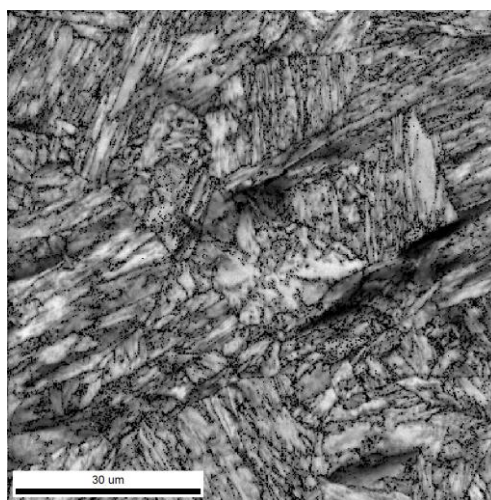
b) 1 % forlengelse



c) 2 % forlengelse



d) 3 % forlengelse

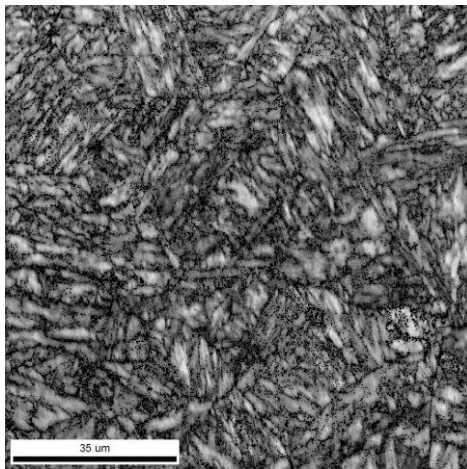


e) 4 % forlengelse

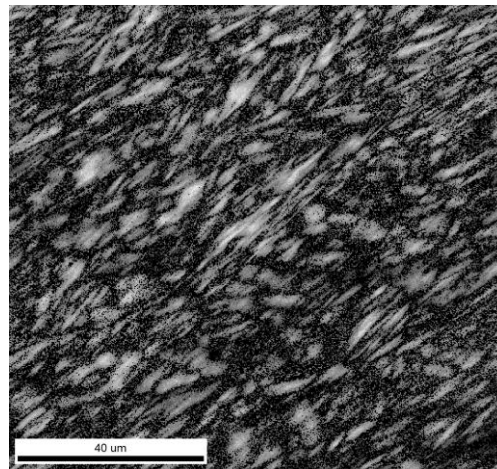
Figur A-1-3: IQ-kart for forsøk nummer 2 ved romtemperatur.

A.2 EBSD undersøkelser ved -80°C

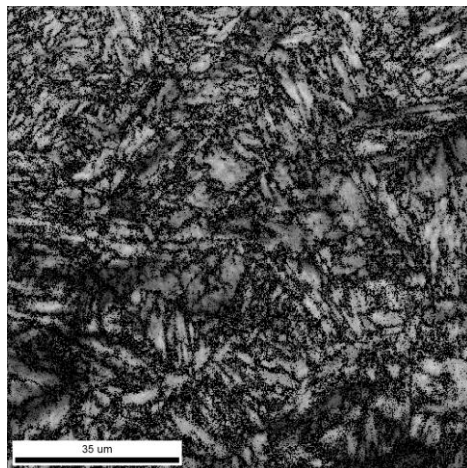
Forsøk 1



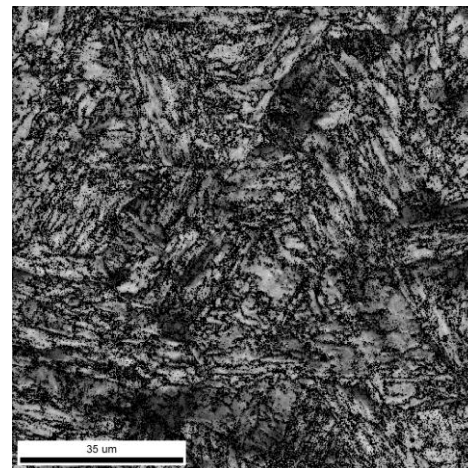
a) 0 % forlengelse



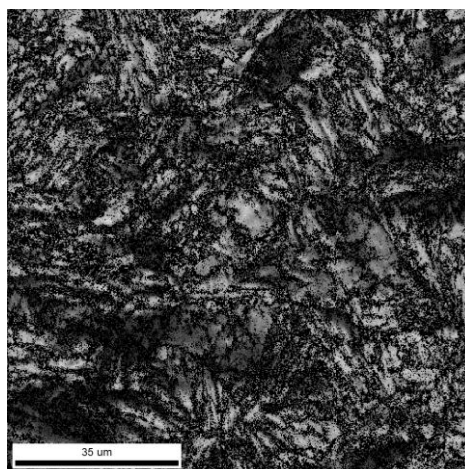
b) 1 % forlengelse



c) 2 % forlengelse



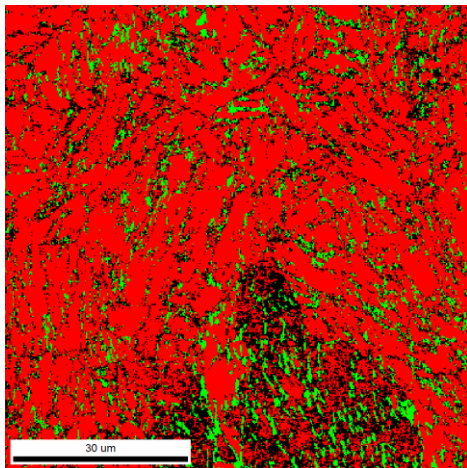
d) 3 % forlengelse



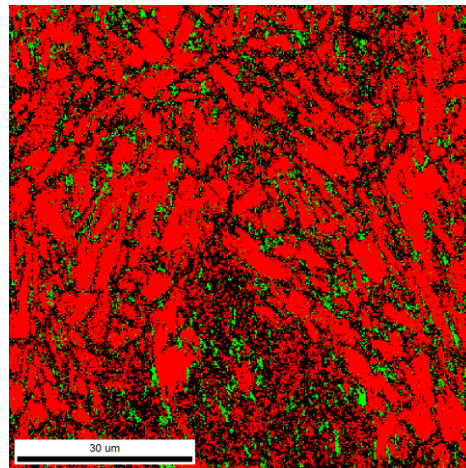
e) 4 % forlengelse

Figur A-2-1: IQ-kart for forsøk nummer 1 ved -80°C.

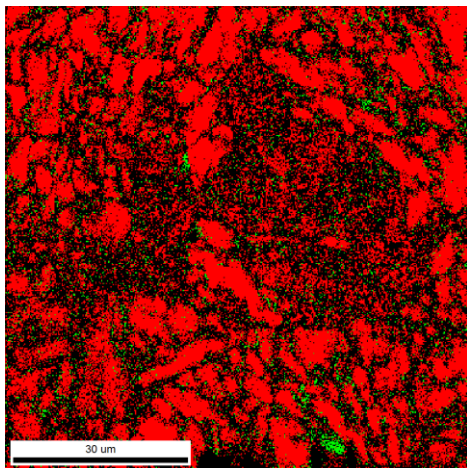
Forsøk nummer 2



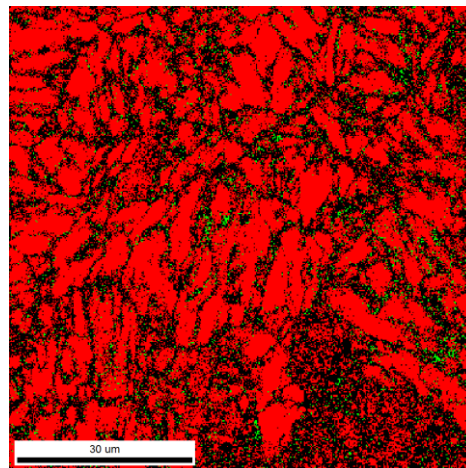
a) 0 % forlengelse



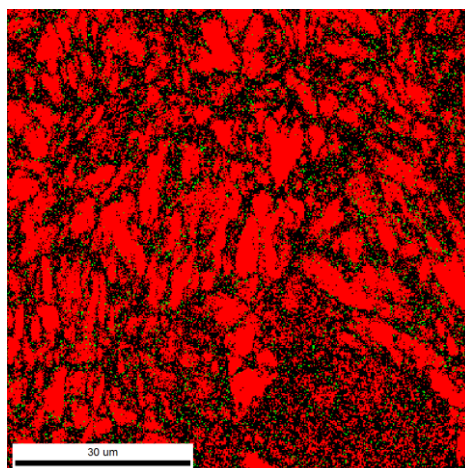
b) 1 % forlengelse



c) 2 % forlengelse

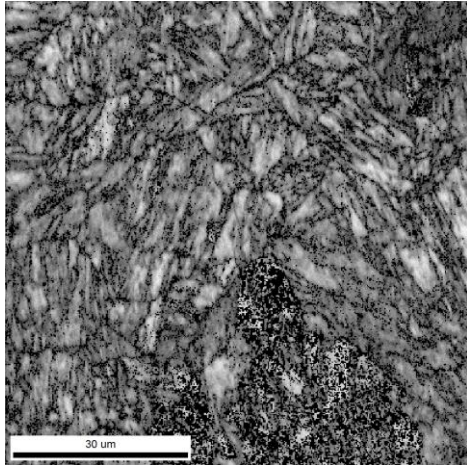


d) 3 % forlengelse

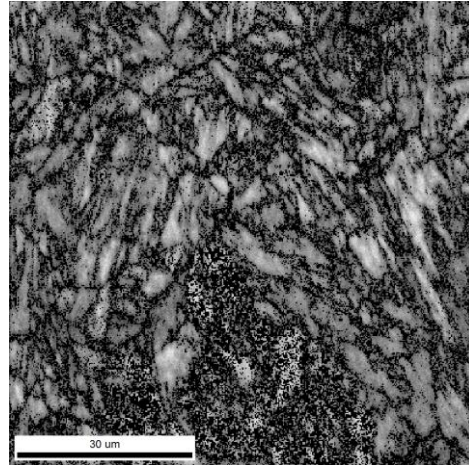


e) 4 % forlengelse

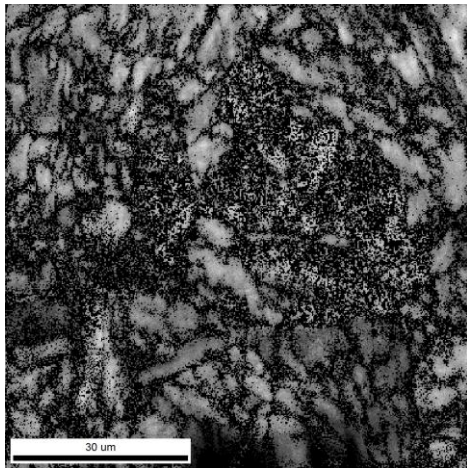
Figur A-2-2: Fasekart for forsøk nummer 2 ved -80°C. BCC (α -fase) vises med rød farge og FCC (γ -fase) med grønn farge.



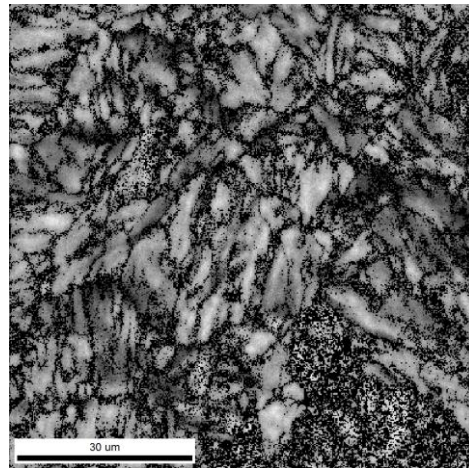
a) 0 % forlengelse



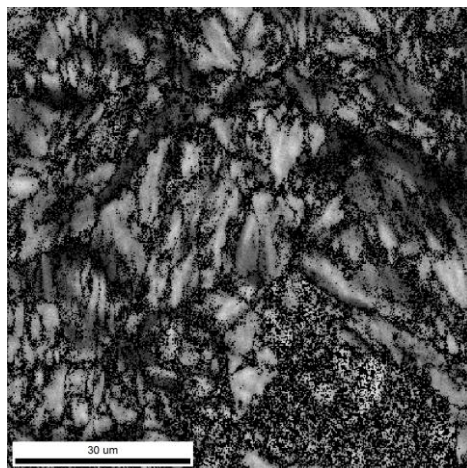
b) 1 % forlengelse



c) 2 % forlengelse



d) 3 % forlengelse



e) 4 % forlengelse

Figur A-2-3: IQ-kart for forsøk nummer 2 ved -80°C.