

Kimdanning av sprøbrudd i simulert grovkornet HAZ i et arktisk stål

Kristin Roberta Brandt

Industriell kjemi og bioteknologi

Innlevert: Juli 2012

Hovedveileder: Jan Ketil Solberg, IMTE

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Institutt for materialteknologi

Forord

Denne masteroppgaven ble utført ved Institutt for materialteknologi ved Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet, NTNU, og er et resultat av faget TMT4900 - Materialkjemi og energiteknologi, masteroppgave, våren 2012. Oppgaven ble utarbeidet sammen med professor Jan Ketil Solberg, professor Odd Magne Akselsen og seniorforsker Erling Østby.

Det er flere som har bidratt med hjelp til denne oppgaven. Jeg vil derfor takke veilederen min professor Jan Ketil Solberg for faglig hjelp og konstruktive råd om utformingen av oppgaven. Jeg vil også takke professor Odd Magne Akselsen og seniorforsker Erling Østby for gode faglige innspill. Tilslutt vil jeg takke Tore Andre Kristensen for å ha preparert prøvene, og Tone Anzjøn og Peyman Mohseni for hjelp med LaPera-etsing.

Sammendrag

Det har blitt estimert at 30 % av verdens uoppdagede gassreserver og 13 % av verdens uoppdagede oljereserver ligger i de polare områdene i nord. Man trenger derfor materialer som tåler lave temperaturer for å hente opp denne oljen og gassen. HSLA-stål har generelt lav omslagstemperatur, men dette kan endres under sveising. Sveisevarmen gjør at mikrostrukturen endres i den varme-påvirkede sonen (HAZ). Dette kan gjøre stålet sprøere. Den grovkornede varmepåvirkede sonen (CG HAZ) er den sprøeste sonen ved avkjøling fra austenittområdet.

Målet med denne oppgaven er å undersøke forskjeller i mikrostrukturen og forskjeller i initieringsmekanismen til kløvningsfasetter i CG HAZ med to forskjellige avkjølingstider. Det blir også sett på hva som kan ha innvirkning på initieringen av fasettområdene.

Prøver av et 420 MPa HSLA-stål fra Nippon Steel har blitt sveisesimulert for å oppnå mikrostrukturen til CG HAZ. Halvparten av prøvene hadde en avkjølingstid fra 800 til 500 °C ($\Delta\tau_{8/5}$) på 5 sekunder, og andre halvparten $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder. Prøvene undergikk avbrutt CTOD-testing. Det foregikk ved at prøvene ble bøyd ved -30 °C til det ble avgitt et akustisk emisjons-signal (AE-signal), for så å bli avlastet. Etter avlastning ble prøven utmattet videre til endelig brudd. Hensikten med avlastning og utmatting av prøvene er at man får et tydelig definert fasettområde, slik at det blir lettere å identifisere det i scanning elektronmikroskopet (SEM).

Mikrostrukturen til prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder hadde en høyere andel martensitt i bainittstrukturen enn prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder. Det ble også funnet partikler i de to mikrostrukturene. I prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder ble det funnet massive partikler inne i noen av bainittområdene. De ble antatt å være MA-partikler. Det ble i tillegg funnet runde partikler på noen av de tidligere austenittkorn grensene som ble antatt å være korn grenseferritt. I prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder ble det funnet liknende massive partikler. Det ble i

tillegg funnet avlange partikler inne i noen av bainittpakkene. De ble antatt å være MA-fase.

De fleste prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder hadde fasett-områder med partikler i nærheten av initieringspunktet. Disse partiklene hadde omtrent samme sammensetning som stålmatris, men det ble i noen tilfeller funnet forhøyede verdier av silisium. Partiklene ble antatt å være MA-partikler. To av prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder hadde en partikkel i initieringspunktet som hadde omtrent lik sammensetning som stålmatris, og disse ble også antatt å være MA-partikler.

Arealet av alle fasettene i alle prøvene ble målt og sammenlignet med størrelsen på AE-signalet. Av dette ser man en sammenheng der størrelsen på AE-signalet øker med størrelsen på fasettene for prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder. For prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder er det flere som skiller seg ut fra denne sammenheng. Dette forklares ved at disse fasettene oppstod under utmatting. Lengden fra sprekkspissen til initieringspunktet ble også målt og sammenlignet med CMOD-verdien. Det ser ut til å være en tilnærmet lineær sammenheng der økende CMOD-verdi gir bruddinitiering lengre bort fra sprekkspissen.

Hovedforskjellen mellom de to avkjølingstidene er at fasettene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder ligger mye nærmere sprekkspissen og er mer topografiske enn prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder. Når det gjelder kimdanningsmekanisme ser det ut til at de fleste av fasettene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder initieres ved hjelp av spenninger fra partikler som ligger i nærheten av initieringsområdet. Det ble ikke bevist at partiklene er MA-partikler, og man kan derfor ikke si noe sikkert om MA-partiklenes innvirkning på bruddet. Det er vanskelig å si hva kimdanningsmekanismen er for prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder ettersom initieringspunktene er svært forskjellige.

Abstract

It has been estimated that 30 % of the world's undiscovered gas reserves and 13 % of the world's undiscovered oil reserves lie in the polar areas in the north. Materials that endure low temperatures are therefore needed to retrieve this oil and gas. HSLA steels have in general a low transition temperature, but this can change during welding. The heat from the welding can change the microstructure in the heat affected zone (HAZ). This can make the steel more brittle. The coarse grained heat affected zone (CG HAZ) is the most brittle when cooling from the austenite area.

The aim of this master thesis is to investigate differences in the microstructures and different initiation mechanisms for the cleavage facets in GC HAZ for two different cooling times. It will also be investigated what influences cleavage initiation.

Samples from a 420 MPa HSLA steel from Nippon Steel have been weld simulated to achieve the CG HAZ microstructure. Half of the samples are simulated with a cooling time from 800 to 500 °C ($\Delta\tau_{8/5}$) of 5 seconds, and the other half have simulated $\Delta\tau_{8/5}$ of 15 seconds. The samples underwent abrupt CTOD-testing. This was done by cooling down the samples to -30 °C and bending them until an acoustic emission signal (AE-signal) was recorded. Thereafter the samples were unloaded. After unloading the samples were subjected to fatigue until final fracture. The reason for unloading and subjecting the samples to fatigue is to obtain a clearly defined facet area so it will be easier to identify it in a scanning electron microscope (SEM).

The microstructure of the samples with simulated $\Delta\tau_{8/5}$ of 5 seconds had a higher amount of martensite in in the bainite structure than the samples with simulated $\Delta\tau_{8/5}$ of 15 seconds. Particles were also found in the two microstructures. In the samples with simulated $\Delta\tau_{8/5}$ of 5 seconds massive particles were found inside some of the bainite areas. They were assumed to be MA-particles. Round particles on some of the prior austenite grain boundaries were also found, and assumed to be grain boundary ferrite. In the samples with $\Delta\tau_{8/5}$ of 15 seconds similar massive particles were

found. In addition elongated particles were found inside some of the grains. They were also assumed to be MA-particles.

Most of the samples with simulated $\Delta\tau_{8/5}$ of 5 seconds had facets with particles close to the initiation point. These particles had about the same composition as the steel matrix, but in some cases enhanced values of silicon were found. The particles were assumed to be MA-particles. Two of the samples with simulated $\Delta\tau_{8/5}$ of 15 seconds had a particle in the initiation point which had about the same composition as the steel matrix. These particles were also assumed to be MA-particles.

The area of all the facets in all the samples was measured and compared to the size of the AE-signal. From this it was clear that there was a coherence where the size of the AE-signal increases with the size of the facet areas for the samples with simulated $\Delta\tau_{8/5}$ of 5 seconds. For the samples with simulated $\Delta\tau_{8/5}$ of 15 seconds some of the facets stand out from this coherence. This is explained by the assumption that these facets were obtained during fatigue. The length from the crack tip to the initiation point was also measured and compared to the CMOD value. There seems to be an almost linear coherence where increasing CMOD value gives fracture initiation further away from the crack tip.

The main difference between the two cooling times seems to be that the facets in the samples with simulated $\Delta\tau_{8/5}$ of 5 seconds are found closer to the crack tip and are more topographic than the facets in the samples with simulated $\Delta\tau_{8/5}$ of 15 seconds.

With regard to the fracture initiation mechanisms it seems that most of the facets in the samples with simulated $\Delta\tau_{8/5}$ of 5 seconds initiate from stresses from the particles close to the initiation point. No particles were positively identified as MA-particles, and therefore any indisputable conclusions of the MA-particles influence of the fracture cannot be drawn. It is difficult to say what the fracture initiation mechanism is for the samples with simulated $\Delta\tau_{8/5}$ of 15 seconds since the initiation points are very different from one another.

Innhold

Forord	i
Sammendrag	ii
Abstract	iv
Forkortelser	vi
1 Innledning	1
2 Teori	3
2.1 Avkjøling fra austenittområdet	3
2.1.1 Bainitt	3
2.1.2 Martensitt	6
2.2 Sveising	8
2.2.1 Mikrostrukturen i den varmepåvirkede sonen	9
2.3 Martensitt-austenittpartikler (MA-partikler)	10
2.3.1 Dannelse av MA-partikler	10
2.3.2 MA-partiklens beliggenhet og størrelse	12
2.3.3 Avkjølingstidens påvirkning på MA-partiklens morfologi i CG HAZ	12
2.3.4 Forskjeller på MA-partikler i CG HAZ og ICCG HAZ	15
2.4 Brudd	15
2.4.1 Sprøbrudd som følge av bainittstrukturen	17
2.4.2 Brudd i stål som følge av inneslutninger	19
2.4.3 Brudd i stål som følge av MA-partikler	20
2.4.4 Beliggenheten til initieringspunktet	23
2.5 Tidligere arbeid	24
2.5.1 Bakgrunn for masteroppgaven	25
3 Eksperimentelt	29
3.1 Sveisesimulering	29
3.2 CTOD-bøying av prøvene	29
3.3 Forsøk for å få til en oversiktlig bruddoverflate	31
3.3.1 Anløpningsfarging	34
3.3.2 Lavere spenningsintensitetsfaktor	34

3.4	Lysmikroskopi	35
3.4.1	Preparering av prøvene	35
3.4.2	Etsing med Nital	36
3.4.3	Etsing med LePera	36
3.5	Scanning elektronmikroskop (SEM)	37
4	Resultater	39
4.1	Sveisbarhet	39
4.2	Mikrostruktur	39
4.2.1	Nital ets	39
4.2.2	LePera ets	40
4.3	Anløpningsfarging	41
4.4	Lavere spenningsintensitetsverdi ved utmatting . . .	41
4.5	Bruddflater	51
4.6	Kjemisk analyse av initieringsområdet	65
4.6.1	Titan og silisium i initieringsområdet	65
4.7	Areal av fasetter og avstand mellom initieringspunkt og sprekkspiss	71
5	Diskusjon	74
5.1	Mikrostruktur	74
5.2	Kløvningsfasetter	76
5.2.1	Fasettenes beliggenhet	76
5.2.2	Duktilt område	79
5.2.3	Partikler i og ved siden av initieringspunktet	80
5.2.4	Sammensetningen av partikler og stålet i initieringsområdet	81
5.3	Forskjeller i sprekkspissen	84
5.4	Sammenligning av AE-signal og fasettstørrelse . . .	84
5.5	Videre arbeid	86
6	Konklusjon	88
	Referanser	90

Forkortelser

<i>Forkortelse</i>	<i>Engelsk betydning</i>	<i>Norsk betydning</i>
A _{c1}	The temperature for eutectoid transformation from austenite to ferrite in the steel phase diagram	Temperaturen for eutektoid transformasjon fra austenitt til ferritt i fasediagrammet for stål
A _{c3}	The line between austenite area and ferrite-austenite two-phase area in the steel phase diagram	Linjen mellom austenitt-området og tofaseområdet med ferritt og austenitt i fasediagrammet for stål
AE	Acoustic Emission	Akustisk emisjon
BCC	Body-Centered Cubic	Kubisk romsentrert krystallstruktur med et atom i midten av strukturen
CCT	Continuous Cooling Transformation	Kontinuerlig avkjølingstransformasjon
CE	Carbon Equivalent	Karbon ekvivalenten
CG HAZ	Coarse Grained Heat Affected Zone	Grovkornet varmpåvirket sone
CMOD	Crack Mouth Opening Displacement	Forflytningen av sprekåpningen
CTOD	Crack Tip Opening Displacement	Åpningen til sprekkspissen
EDS	Energy-Dispersive Spectroscopy	Energidispersiv spektroskopi
FCC	Face-Centered Cubic	Kubisk romsentrert krystallstruktur med et atom i midten av hver side i strukturen
FIB	Focused Ion Beam	Fokusert ionstråle
HAZ	Heat Affected Zone	Varmepåvirket sone
HSLA	High Strength Low Alloy	Lavlegert konstruksjonstål med høy styrke
ICCG HAZ	Intercritically Reheated Coarse Grained Heat Affected Zone	Interkritisk oppvarmet grovkornet varmpåvirket sone
K	Stressintensityfactor	Spenningsintensitetsfaktoren
LBZ	Local Brittle Zones	Lokale sprø soner
MA	Martensite-Austenite	Martensitt-austenitt
M _f	Martensite finish temperature	Slutttemperaturen for martensitttransformasjon
M _s	Martensite start temperature	Starttemperaturen for martensitttransformasjon

<i>Forkortelse</i>	<i>Engelsk betydning</i>	<i>Norsk betydning</i>
SEM	Scanning Electron Microscope	Scanning elektronmikroskop
TEM	Transmission Electron Microscope	Transmisjonselektronmikroskop
$\Delta\tau_{8/5}$	Cooling time from 800 to 500 °C	Avkjølingstid fra 800 til 500 °C

1 Innledning

Som følge av økende vekst i verdens befolkning, og økende levestandard i land som India og Kina, er det naturlig at forbruket av olje og gass vil øke [1]. Dette har gitt interesse for å utvinne olje og gass i nye områder, deriblant arktiske strøk. United States Geological Survey gjorde i 2009 en analyse av de polare områdene i nord ved hjelp av en geologisk sannsynlighetsmodell. Det ble estimert at 30% av verdens uoppdagede gassreserver og 13% av verdens uoppdagede oljereserver finnes der. Disse ligger for det meste mindre enn 500 m under havoverflaten [2]. Man trenger derfor utstyr som tåler lave temperaturer for å hente opp oljen og gassen.

Denne masteroppgaven er en del av forskningsprosjektet Arctic Materials som NTNU og SINTEF har sammen med industrien. Formålet med forskningsprosjektet er å forbedre teknologiske løsninger for trygg og kostnadseffektiv bruk av materialer i arktiske strøk. Stål som skal brukes i arktiske strøk må tåle svært lave temperaturer uten for mye endring i seighet. Det betyr at de arktiske stålene må ha en omslagstemperatur på under -60 °C for at stålstrukturene skal være trygge [3]. Omslagstemperatur er den temperaturen der stålet går fra sprøtt til duktilt brudd, og innebærer en brå endring i stålets seighet [4].

HSLA-stål er sterke, lavlegerte konstruksjonsstål, og kan brukes i arktiske strøk på grunn av lav omslagstemperatur. De oppnår høy styrke ved hjelp av kontrollert valsing og mikrolegeringselementer som hindrer kornvekst eller brukes til partikkelherding. Selv om stålene opprinnelig har lav omslagstemperatur, kan det oppstå problemer når de skal sveises. Sveisevarmen gjør at mikrostrukturen i HAZ endrer seg. Dette kan føre til forandring i stålets egenskaper, for eksempel at omslagstemperaturen blir lavere [5].

Denne masteroppgaven er en fortsettelse av prosjektoppgaven gjort av forfatteren høsten 2011 [6]. I prosjektet ble det undersøkt bruddflater av én-syklus og to-syklus sveisesimulerte prøver som tilsvarende CG HAZ og ICCG HAZ. Hensikten var å finne kimdanningsmekanismene for sprøbrudd i de to HAZ-sonene. I flere av initieringspunktene i prøvene med CG HAZ mikrostruktur ble det fun-

net slaggpartikler av legeringselementene. Ettersom utmattingsområdet i disse prøvene var svært uoversiktlige var det vanskelig å si om fasettene som ble funnet tilhørte AE-signalet eller om de var et resultat av utmattingen. Det vil i denne masteroppgaven undersøkes om resultatet fra prosjektoppgaven kan verifiseres ved å anløpsfarge prøvene etter bøyning for å definere fasettområdet. Det blir også brukt lavere spenningsintensitetsverdi under utmatting for å oppnå et finere utmattingsområde slik at man lettere kan skille fasettområdet og utmattingsområdet. I tillegg til dette blir det sett på forskjeller i mikrostrukturen og i kimdanningsmekanisme for sprøbrudd mellom CG HAZ med simulert $\Delta\tau_{8/5} = 5$ sekunder og simulert $\Delta\tau_{8/5} = 15$ sekunder.

2 Teori

2.1 Avkjøling fra austenittområdet

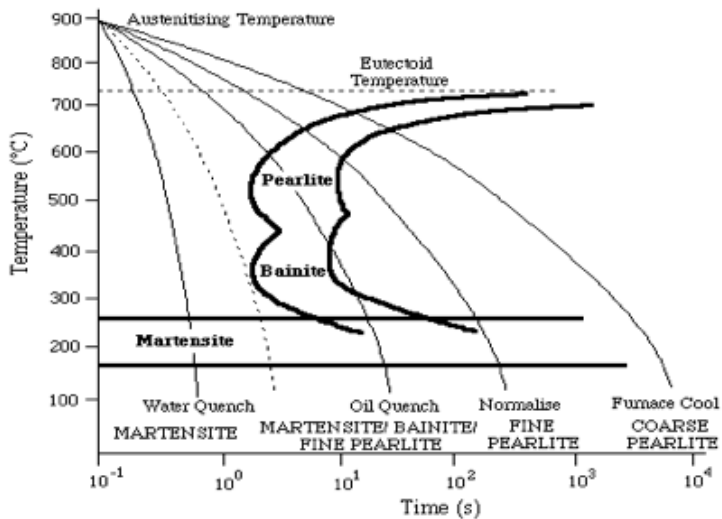
Austenitt har mye høyere karbonløselighet enn ferritt. Dette er på grunn av større interstitielle hulrom i FCC strukturen enn i BCC strukturen [7]. Austenitt har FCC struktur og ferritt har BCC struktur. Karbonløseligheten til austenitt kan nå 9-10 atomprosent, mens den er kun 0,1 atomprosent i ferritt. Dette er av stor betydning for varmebehandlingen av stål [8].

Ved avkjøling fra austenittområdet kan man få forskjellige mikrostrukturer etter hvor stor underkjølingen er. Ved små underkjølinger litt under A_{c3} vil korngrænseferritt, også kalt allotriomorfsk ferritt, kimdannes på korngrænsene. Ved større underkjølinger vil ferrittomvandlingen skje som Widmanstattenferritt. Denne ferritten vokser som plater ut i fra austenittkorngrænsene i motsetning til korngrænseferritten som vokser som massive klumper på austenittkorngrænsene. Platene til Widmanstattenferritten blir tynnere med økende underkjøling. Ferritt kan også kimdannes inne i kornene, og da helst på inneslutninger og dislokasjoner [9].

Når austenitten avkjøles under A_{c1} vil en eutektoid reaksjon skje, der austenitt formes som både ferritt og sementitt. Produktet kalles perlitt og vokser som plater med ferritt og sementitt ut fra korngrænsen. Ved større underkjølinger vil bainitt dannes i stedet for perlitt, og martensitt dannes dersom stålet bråkjøles [9]. Dette vises skjematisk i CCT diagrammet for et eutektoid stål i figur 2.1. Stål med forskjellige typer legeringselementer vil få forskjellige CCT-diagram. For eksempel vil bor og molybden skyve ferrittnesen i diagrammet bakover og fremme bainittvekst når stålet avkjøles [4].

2.1.1 Bainitt

Bainitt dannes i temperaturområdet mellom ferritt og martensitt, og vokser som lange ferrittplater ut fra austenittkorngrænsene. Ettersom ferritten har lav karbonløselighet vil den gjenværende



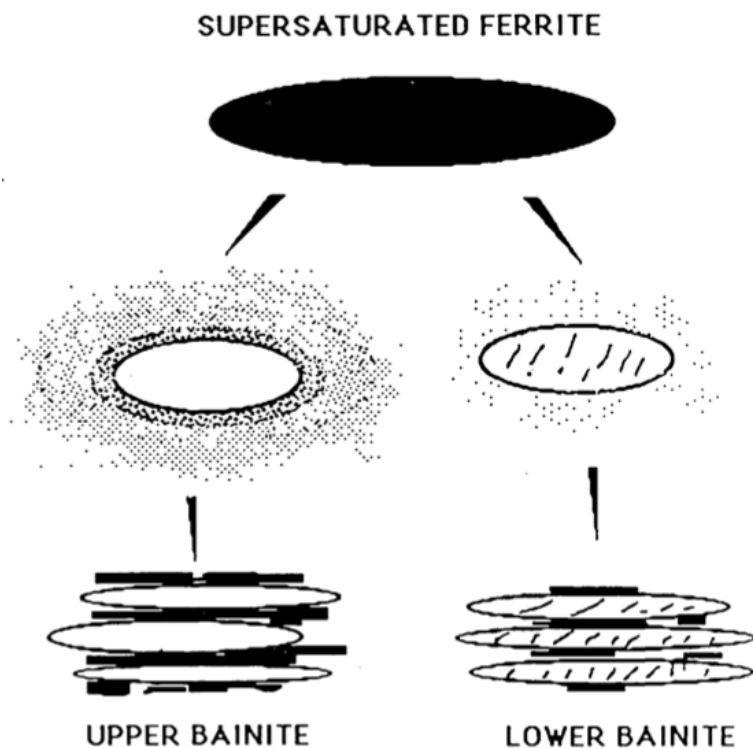
Figur 2.1: CCT diagram for et eutektoid stål [10].

austenitten bli beriket med karbon når stålet avkjøles. Til slutt vil sementitt dannes fra austenitten mellom ferrittplatene [8, 11].

Det finnes to morfologier av bainitt. Disse er øvre bainitt og nedre bainitt. Øvre bainitt dannes ved høyere temperaturer enn nedre bainitt, men både nedre og øvre bainitt kan observeres i samme mikrostruktur. Begge morfologiene dannes som pakker av ferrittplater. Forskjellen er at karbider også felles ut inne i ferrittplatene i nedre bainitt, i tillegg til i de karbonberikede områdene mellom ferrittplatene. For øvre bainitt skjer karbiddannelse kun mellom ferrittplatene [8, 11].

Nedre bainitt inneholder plateliknende karbider fordelt inne i ferrittplatene i tillegg til karbider mellom platene. Dannelse av nedre og øvre bainitt vises skjematisk i figur 2.2. Karbidene inne i platene i nedre bainitt er bare noen nanometer tykke og omtrent 500 nm lange. Ettersom en del av karbidene er fordelt i ferrit-

ten gjør dette at mindre karbon beriker restaustenitten slik at det blir færre og tynnere karbider mellom ferrittplatene. Resultatet av dette er at nedre bainitt er mye hardere og seigere enn øvre bainitt siden de grove sementittpartiklene har lettere for å initiere kløvning. Nedre bainitt vil dannes når tiden som kreves for at det overflødig karbonet skal diffundere fra ferrittfasen til restaustenitten er større enn tiden som kreves for at sementittpartiklene skal felles ut inne i den bainittiske ferritten [8, 11].

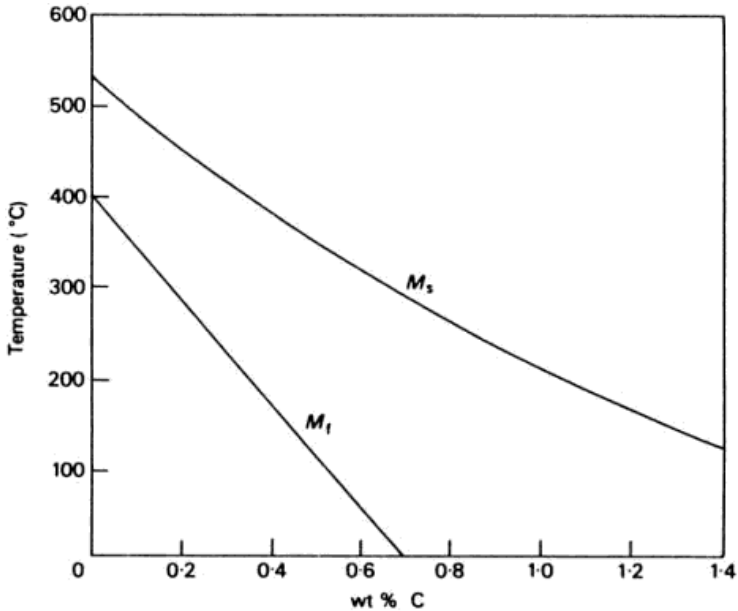


Figur 2.2: Dannelse av øvre og nedre bainitt fra ferritt som er overmettet på karbon [11].

2.1.2 Martensitt

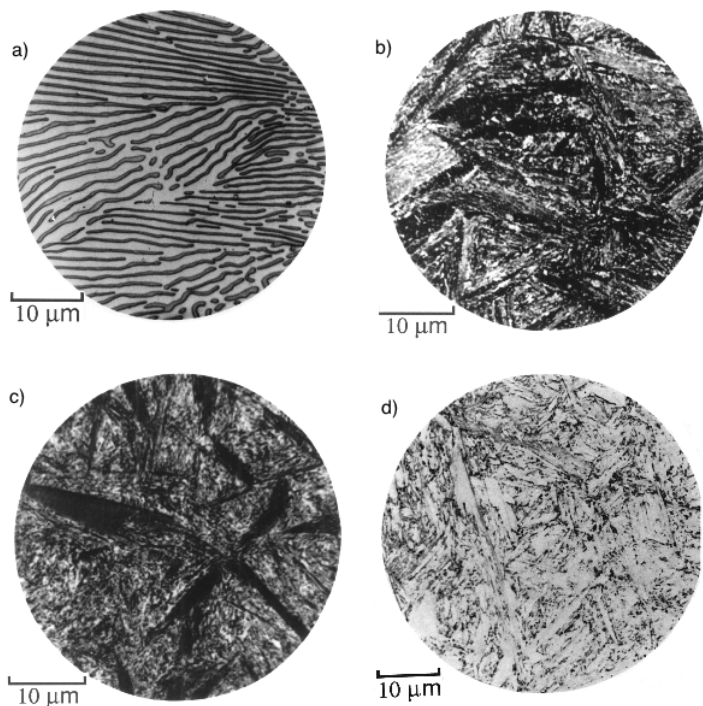
Martensitt dannes ved bråkjøling av stålet fra austenittområdet. Andelen martensitt som dannes avhenger av underkjølingen nedenfor starttemperaturen for martensittdannelse (M_s). Det finnes ingen slutttemperatur (M_f) for martensittdannelse, men av praktiske årsaker er den satt til temperaturen der martensittandelen har nådd 95%. Dette betyr at noe av austenitten vil forbli utransformert [8].

Mengden karbon i stålet vil påvirke (M_s) og (M_f). Av figur 2.3 kan det sees at (M_f) temperaturen er 0 °C ved 0,7 wt% karbon. Det vil da kreves isvann for at all austenitten skal omvandles til martensitt. Uten isvann vil strukturen bestå av martensitt og restaustenitt.



Figur 2.3: Starttemperaturen (M_s) og slutttemperaturen (M_f) for martensittdannelse som funksjon av karboninnholdet [8].

I motsetning til ferritt og perlitt dannes martensitt ved deformering av gitteret til austenitten uten at karbonatomene diffunderer. På grunn av at karbonet blir tvangsløst vil det være mer karbon i martensitten enn i ferritten. Martensitt er derfor en meget hard fase[8]. I figur 2.4 sammenlignes strukturen til perlitt, øvre og nedre bainitt, og martensitt.



Figur 2.4: Fire mikrostrukturer i et eutektoid stål. a) Perlitt dannet ved 720°C . b) Bainitt dannet ved isotermisk transformasjon ved 290°C . c) Bainitt dannet isotermisk transformasjon ved 180°C . d) Martensitt [12].

I arbeid gjort av Zhang et al. på et HSLA stål ble det funnet at bruddseigheten til selvanløpt martensitt er større enn bruddseigheten til bainitt. Dersom mikrostrukturen er en blanding av bainitt og selvanløpt martensitt vil bruddseigheten ligge mellom de

to mikrostrukturene. Det viste seg også at spredningen i bruddseighet for blandingsstrukturen var størst der austenittiseringen hadde foregått ved en høyere temperatur, som hadde ført til mer kornvekst. Der austenittiseringen hadde foregått lavere i austenittområdet lå bruddseigheten til blandingsstrukturen nærmere bruddseigheten til bainitt [13].

Bruddseigheten til ren bainitt ble også påvirket av endring i austenittiseringstemperatur ved at den øker når temperaturen er mindre. Bruddseigheten til ren martensitt blir ikke påvirket av denne endringen. Forklaringen kan være at karbidtykkelsen, som heller ikke påvirkes av austenittiseringstemperaturen, kontrollerer bruddseigheten i selvanløpt martensitt [13].

2.2 Sveising

For at et stål skal regnes som sveisbart bør det ha en karbon-ekvivalent (CE) på under 0,4%. Denne verdien kommer av hvordan legeringselementene i stålet påvirker mikrostrukturen i den varmpåvirkede sonen (HAZ) etter avkjøling, og skal gi en indikasjon på om martensitt kan dannes. Økende CE viser altså økende herdbarhet, men sier ikke noe om styrken til en bestemt ståltype. Det finnes flere formler for å regne ut CE. Formelen i ligning (2.1) kommer fra International Institute of Welding (IIW) og brukes for stål med karboninnhold over 0,18wt% [5].

$$CE = C + \frac{Mn + Si}{6} + \frac{Cr + Mo + V}{5} + \frac{Cu + Ni}{15} \quad (2.1)$$

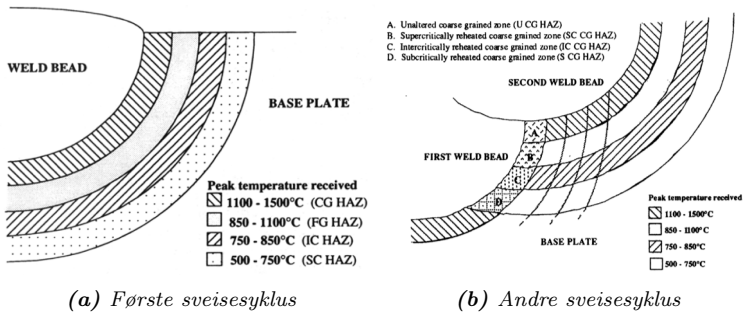
For stål under 0,18wt% kan man bruke formelen i ligning (2.2) siden formelen fra IIW legger for stor vekt på andre legeringselementer enn karbon. Ved lave konsentrasjoner av karbon vil transformasjonen fra austenitt gå så raskt at økte mengder legeringselementer ikke vil påvirke herdbarheten betydelig [5].

$$CE = C + \frac{Si}{30} + \frac{Cr + Mn + Cu}{20} + \frac{Ni}{60} + \frac{Mo}{15} + \frac{V}{10} + 5B \quad (2.2)$$

2.2.1 Mikrostrukturen i den varmpåvirkede sonen

Under sveising vil stålets mikrostruktur forandre seg i HAZ og det kan føre til ugunstige mikrostrukturer som gjør stålet sprøere. Ved sveising i flere sykluser vil deler av HAZ bli varmet opp flere ganger. Ytterligere endringer i mikrostrukturen vil skje, og det kan oppstå lokale sprø soner (LBZ) [14].

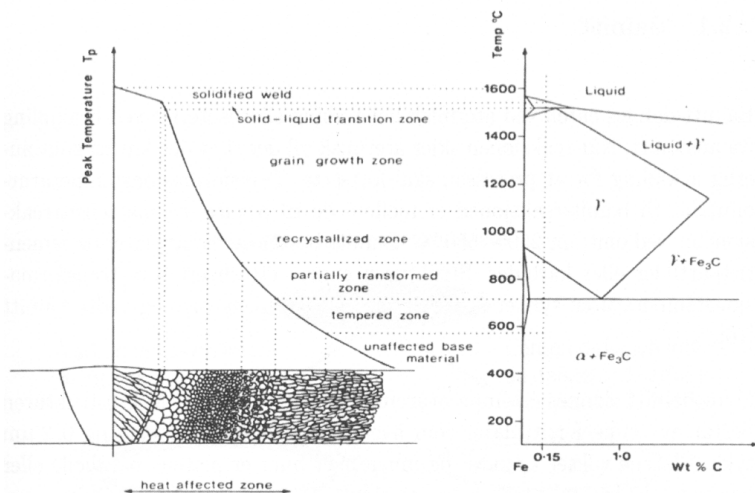
For HSLA stål er det påvist at det er i den grovkornede varmpåvirkede sonen (CG HAZ) og i den interkritisk oppvarmet grovkornede varmpåvirkede sonen (ICCG HAZ) man finner de dårligste seighetsmålingene [15], og derav ICCG HAZ som har den dårligste [14, 16]. I figur 2.5 er de forskjellige sonene ved sveising i én og to sykluser vist. CG HAZ er sonen nærmest sveisemetallet i figur 2.5(a), og ICCG HAZ er sonen merket C i figur 2.5(b).



Figur 2.5: Skjematiske diagram over HAZ ved sveising i en og to sykluser [17].

I figur 2.6 vises mikrostrukturens forandringer i forhold til sveisevarmen i HAZ ved sveising i en syklus, og man ser hvor de forskjellige underzonene finnes på fasediagrammet til Fe-C. Dersom stålet sveises flere ganger vil sveisevarmen påvirke de tidligere HAZene ytterligere. Den opprinnelige CG HAZ som ble til ved å varme stålet opp til svært høye temperaturer i austenittområdet i fasediagrammet, blir i senere sveisesykluser varmet opp til lavere temperaturer. Det vil skje en re-transformasjon når en tidligere CGHAZ blir

varmet til mellom temperaturene A_{c1} og A_{c3} . Dette området kalles ICCG HAZ. Her vil det skje en delvis transformasjon til austenitt i noen lokale deler av området [16].



Figur 2.6: Diagram som viser hvor på fasediagrammet til stål de forskjellige underzonene i HAZ er. Dette gjelder for et 0,15 wt% karbon stål som er sveiset en gang [5].

2.3 Martensitt-austenittpartikler (MA-partikler)

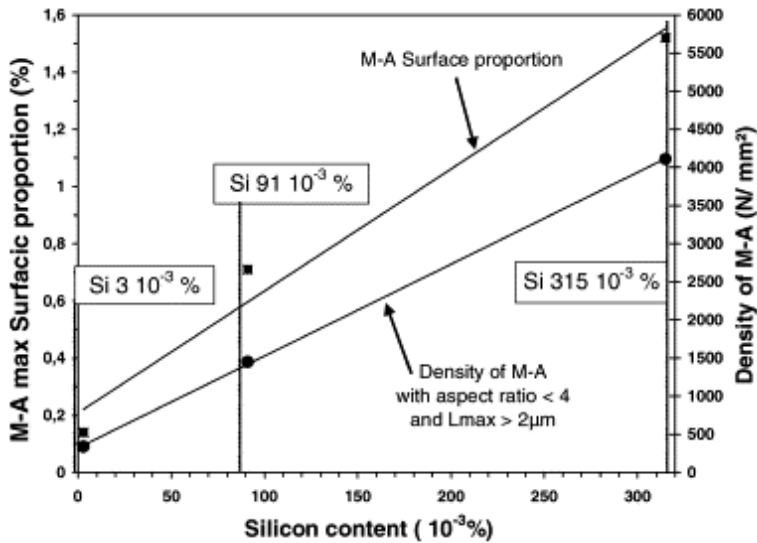
MA-partikler består av martensitt og austenitt. Det er vist at det er en sammenheng mellom MA-partikler i stålet og stålets sprøhet. Økende volumfraksjonen av MA-partikler øker sprøheten i stålet [18, 19].

2.3.1 Dannelse av MA-partikler

MA-partikler dannes ved kontinuerlig avkjøling av stålet. Den uttransformerte austenitten blir beriket med karbon når mer og mer

austenitt går over til bainitt. Ved videre avkjøling av stålet blir den karbonrike austenitten transformert til MA-partikler, som da består av uttransformerte austenittflak og tvillingmartensittplater med forskjellige størrelser og orienteringer [20]. Dersom M_s er under romtemperatur vil noe av austenitten forbli uttransformert [16].

I likhet med karbon, vil silisium også fremme dannelsen av MA-partikler. Løseligheten av silisium i sementitt er svært lav, og det fører til at silisium hindrer sementittvekst ved å legge seg i området mellom sementitt og den gjenværende austenitten. Dette stabiliserer austenitten og fører til dannelsen av MA-partikler [16]. Av figur 2.7 ser man at både overflatefraksjonen og tettheten av den sprøeste typen MA-partikler øker med silisiumkonsentrasjonen.



Figur 2.7: Silisiumkonsentrasjonens påvirkning på overflatefraksjonen og tettheten til den sprøeste typen MA-partikler [16].

2.3.2 MA-partiklenes beliggenhet og størrelse

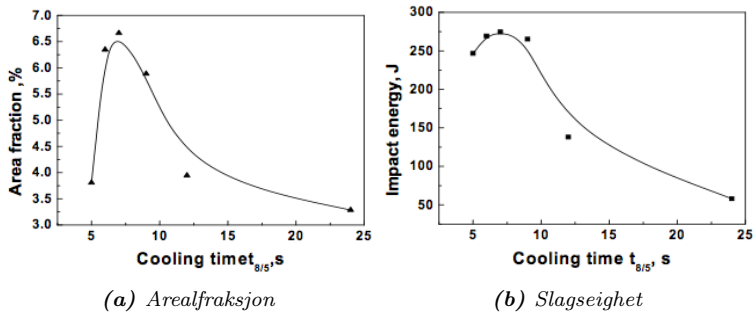
MA-partiklenes størrelse, morfologi, og mengde partikler påvirkes av avkjølingsraten. Ved økende avkjølingsrate vil størrelsen på partiklene minke. De vil gå fra å være avlange partikler til å bli massive, og de vil dannes på korn grensen til aciculær ferritt i stedet for på korn grensene til irregulær massiv ferritt [20].

I følge Davis et al. [17] finnes MA-partiklene i to forskjellige morfologier. Disse er massive MA-partikler og avlange MA-partikler. De massive MA-partiklene er på omtrent 3 til 5 μm i diameter og dannes i på de tidligere austenittkorn grensene i ICCG HAZ. De avlange MA-partiklene er på 0,2 til 1 μm i tykkelse og dannes i lagene mellom bainitt og martensitt.

2.3.3 Avkjølingstidens påvirkning på MA-partiklenes morfologi i CG HAZ

Undersøkelser av CG HAZ i et HSLA stål viser at mengden MA-partikler endrer seg ved forskjellige avkjølingstider. Det finnes som nevnt tidligere to morfologier av MA-partikler. De er avlange partikler, som dannes mellom to ferrittlag, og massive partikler som dannes i møtet mellom tre eller flere ferrittlag i CG HAZ. Dersom avkjølingstiden øker blir lagene med ferritt kontinuerlige som gir en økning i mengden av de avlange MA-partiklene. [21]

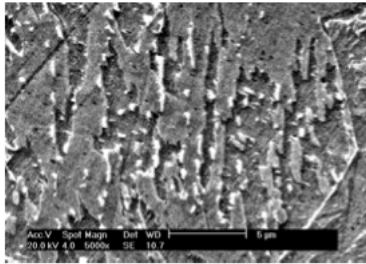
I figur 2.8 ser man at arealfraksjonen av MA-partiklene og slagseigheten øker til avkjølingstiden er 7 sekunder for så å avta. Bilder av de forskjellige strukturene for hver avkjølingstid er vist i figur 2.9. Løseligheten for karbon er som nevnt tidligere dårligere i ferritt enn i austenitt. Derfor vil karbon strømme ut av ferritten til austenitten ved avkjøling. Karbonkonsentrasjonen vil av den grunn øke i austenitten foran den voksende ferrittgrensen. Ved rask avkjølingsrate vil ikke karbonet rekke å diffundere langt nok inn i austenitten, noe som gjør at karbider vil felles ut i grensen mellom austenitt og ferritt.



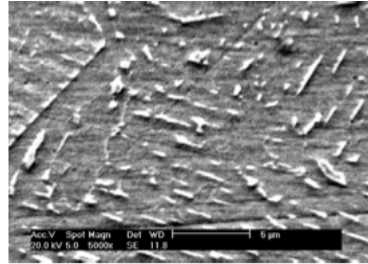
Figur 2.8: Arealfraksjonen av MA-partikler og slagseighet endres med økende avkjølingstid [21].

Dersom avkjølingstiden er mindre vil den karbonberikede austenitten transformeres til MA-partikler siden karbonet rekker å diffundere lengre inn i austenittfasen. Ved enda lavere avkjølingshastigheter vil MA-partiklene som dannes dekomponeres til ferritt og sementitt. Dette er grunnen til at MA-konsentrasjonen øker for så å avta igjen ved økende avkjølingstid [21].

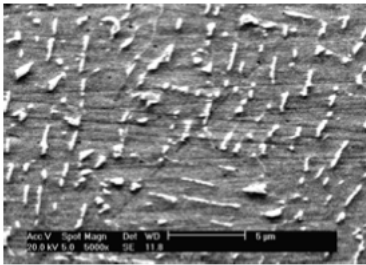
Figur 2.8(b) viser at slagseigheten er størst for stålet med høyest andel MA-partikler. Dette går i mot mye annen forskning. Etter som MA-partiklene er svært sprø er det tydelig at de ikke påvirker slagseigheten i dette stålet. Forklaringen er at prosentandelen ligger på det meste kun på 6,67%, og gjennomsnittsbredden for partiklene er på $0,5 \mu\text{m}$. Den lille størrelsen lave prosentandelen gjør de lite egnet til å initiere sprøbrudd siden de ikke effektivt kan hindre dislokasjonsbevegelser. Liten størrelse og runde partikler sammen med en uniform fordeling av partiklene kan bidra til høy seighet i stålet. MA-partikler kan også redusere stress i sprekspissen og oppta noe av ekspansjonsenergien [21].



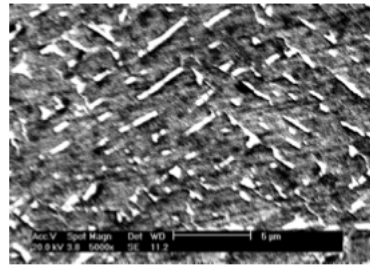
(a) $t_{8/5}=5s$



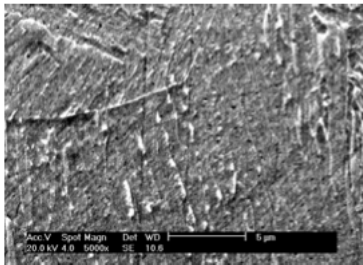
(b) $t_{8/5}=6s$



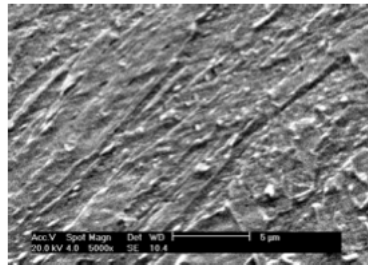
(c) $t_{8/5}=7s$



(d) $t_{8/5}=9s$



(e) $t_{8/5}=12s$

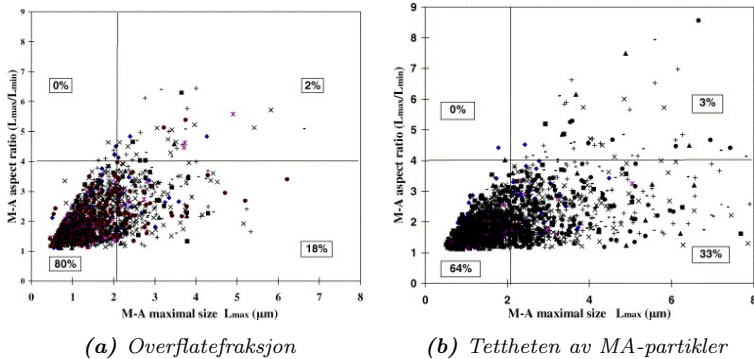


(f) $t_{8/5}=24s$

Figur 2.9: Morfologi for MA-partikler i CG HAZ ved forskjellige avkjølingstider. MA-partiklene er hvite [21].

2.3.4 Forskjeller på MA-partikler i CG HAZ og ICCG HAZ

I sammenligningen i figur 2.10 ser man at forskjellen på MA-partikler i CG HAZ og ICCG HAZ er at det er flere store MA-partikler i ICCG HAZ, mens det er liten forskjell på mengde tynne partikler. Her er store MA-partikler definert som maks lengde av partikkel (L_{max}) større enn $2 \mu\text{m}$, og tynne partikler definert som L_{max} delt på minste lengde av partikkel (L_{min}) større enn 4. Man får også en del svært store MA-partikler med maks lengde på $5 \mu\text{m}$ til $8 \mu\text{m}$ i ICCG HAZ. Dette ser man lite til i CG HAZ. Dette er en mulig grunn til at ICCG HAZ er sprøere enn CG HAZ [16].

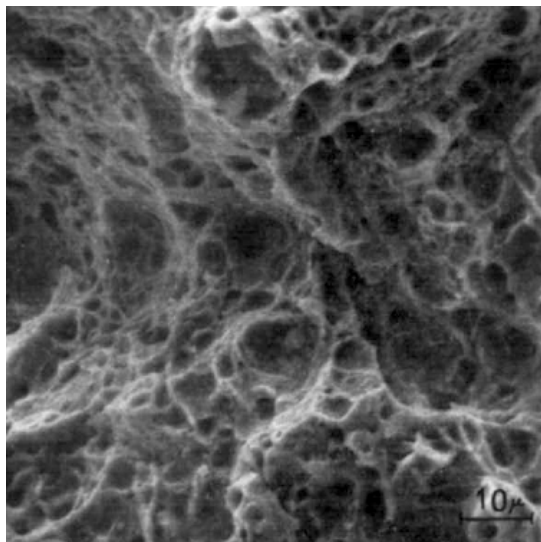


Figur 2.10: Forskjell på MA-partikler i CG HAZ og ICCG HAZ [16].

2.4 Brudd

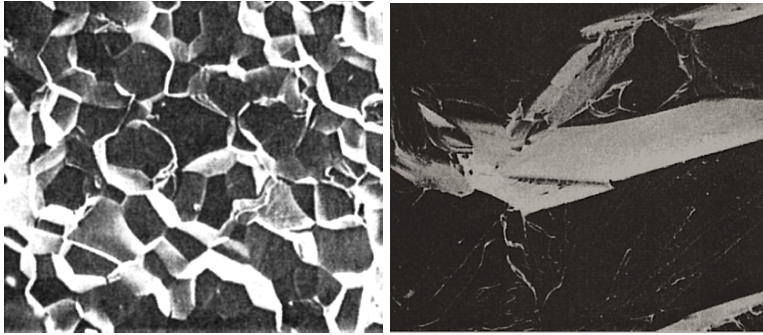
Brudd i stål er enten duktile eller sprø. For et gitt stål skjer et duktilt brudd ved høyere temperaturer enn et sprøtt brudd. Duktil sprekkvekst skjer ved en deformering av strukturen, og trenger mye mer energi enn sprøbrudd for at sprekken skal vokse. Deformasjonen er en sakte prosess, og initialiseres enten ved oppsprekking av en hard partikkel eller avrivning mellom en hard partikkel og matriks. Resultatet blir en bruddflate med dimpler, der hvert hulrom

er forårsaket av en partikkel [8]. Et eksempel på en duktil bruddflate er vist i figur 2.11.



Figur 2.11: Duktil bruddflate i stål [22].

Sprøbrudd er enten intergranulære, der bruddet går langs korn-grensene, eller transgranulære, der bruddet går gjennom kornene. Intergranulære brudd skjer som regel langs de tidligere austenitt-korn-grensene. Dette er et resultat av blant annet partikler av andre faser som legger seg langs korn-grensene og kan kimdanne brudd, og segregering av atomer i fast løsning mot korn-grensen som gjør korn-grense-energien lavere. Transgranulære brudd skjer i det planet med høyest atomtetthet, som for ferrittisk jern er (100). Siden kløvningen går langs et atomplan vil overflaten se svært glatt ut i mikroskopet [8]. Eksempel på et intergranulært og et transgranulært brudd er vist i figur 2.12.



(a) Intergranulært brudd

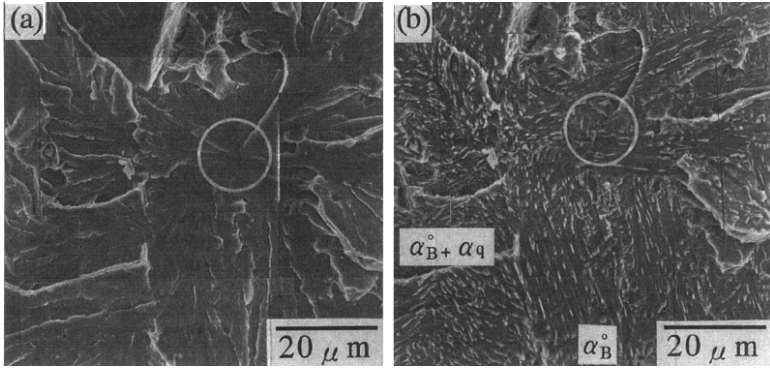
(b) Transgranulært brudd

Figur 2.12: To eksempler på sprøbrudd [8].

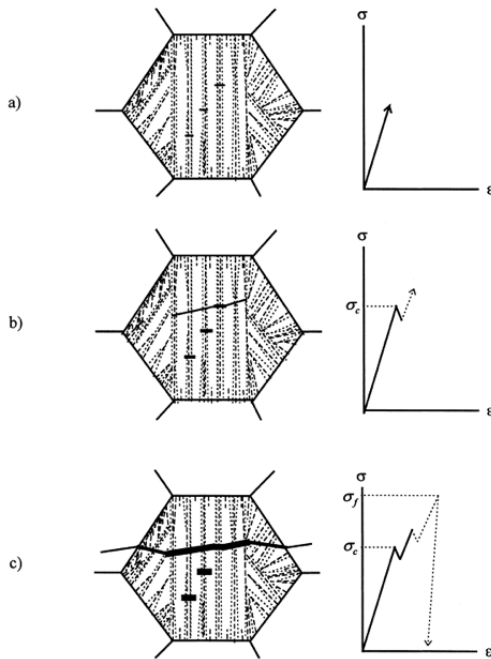
2.4.1 Sprøbrudd som følge av bainittstrukturen

Studier har vist at initiering av sprøbruddet kan skje i skjæringspunktet mellom bainittpakker av forskjellige orienteringer [23, 24, 25]. Elvemønstrene på overflaten av bruddet viser også at store områder med bainittisk ferritt letter sprekkeveksten, og antyder at denne mikrostrukturen kan ha negativ påvirkning på seigheten. I figur 2.13 ser man et initieringspunkt der flere bainittpakker møtes. Her er det sannsynlig at initieringen av bruddet har oppstått på grunn av skjæringspunkter mellom bainittiske ferrittpakker [23].

Karbidkoloniene mellom platene i øvre bainitt kan også ha innvirkning på sprøheten. Figur 2.14 viser bruddinitiering i bainitt som følge av karbider. Ved belastning av stålet kan karbidene sprekke og danne mikrosprekker i stålet. Denne mikrosprekken kan forplante seg først videre gjennom bainittpakken, og så videre gjennom stålet. Lastfallene på grafen i bilde b og c i figur 2.14 kommer av at sprekken blir stoppet av bainittpakker med forskjellig orientering. Det trengs høyere belastning for at bruddet skal fortsette [13]. Det har blitt vist at størrelsen på fasettene i bainitt tilsvarer størrelsen på bainittpakkene [26].



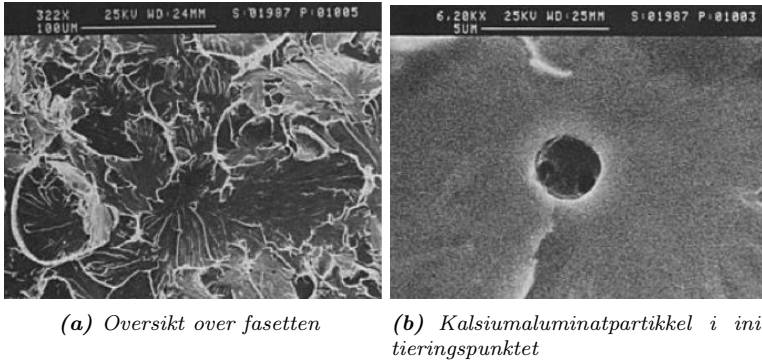
Figur 2.13: Brudd mellom bainittpakker. a) uetset, b) etset [23].



Figur 2.14: Kløvningsprosessen i bainitt [13].

2.4.2 Brudd i stål som følge av inneslutninger

Det er vist at sprøbrudd også kan skje som følge av inneslutninger i stålet. I figur 2.15 vises et eksempel på en kløvningfasett med en kalsiumaluminatpartikkel i initieringspunktet. Kløvningen skjedde i ICCG HAZ til et stål [27].

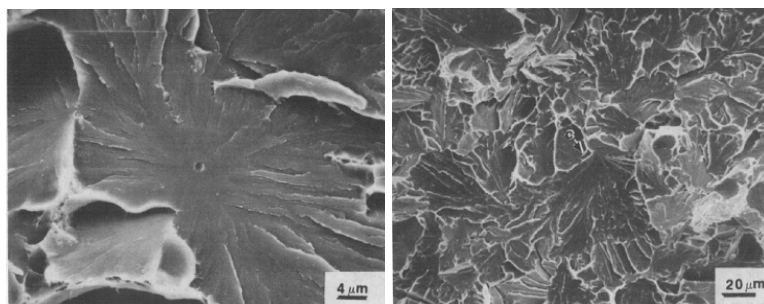


Figur 2.15: Eksempel på sprøbrudd som følge av en inneslutning [27].

Det er også funnet partikler av titannitrid initieringspunktet til bruddet i et mikrolegert stål. Disse partiklene er sprø og sterkt bundet til stålmatriks. Når de befinner seg i den plastiske sonen ved sprekkespissen gjør den sterke bindingen mellom stålet og partikkelen at stresset som er påført matriks overføres til partikkelen. Dette gjør at partikkelen lettere kan sprekke opp. Når en slik partikkel har sprukket opp vil bruddet lett kunne forplante seg videre i stålet på grunn av den sterke bindingen mellom stålmatriks og partikkel [28].

En modell for kløvning i et C-Mn sveisemetall ble foreslått av Tweed et al. Plastisiteten ved små deformasjoner er i hovedsak begrenset til korn grense ferritt. Denne plastisiteten gjør at noen inneslutninger i stålet sprekker. Inneslutninger med diameter på over $1 \mu\text{m}$ kan initiere kløvningbrudd, og bruddet fortsetter i hovedsak gjennom korn grense ferritten [29].

I en studie gjort av Rosenfield et al. på et TSE-6 stål ble det funnet mangansulfider på omtrent $1\ \mu\text{m}$ i alle bruddinitieringer som hadde skjedd inne i et korn. Kjemisk analyse av initieringspunktet viste høye konsentrasjoner av mangan og svovel selv om partikkelen hadde falt ut. Der bruddet hadde initiert på korn grensen ble det antatt at bruddet hadde blitt utløst av en karbidpartikkel selv om ingen slike partikler ble observert. I figur 2.16 vises eksempel på initiering i et mangansulfid (a) og et karbid (b) [30]. Teorien om at mangansulfid kan initiere brudd støttes blant annet av Hausild et al. som sier at ved lave temperaturer initieres bruddene av mangansulfid, mens ved temperaturer nær omslagstemperaturen ble bruddene initiert av en duktil bruddprosess [31].



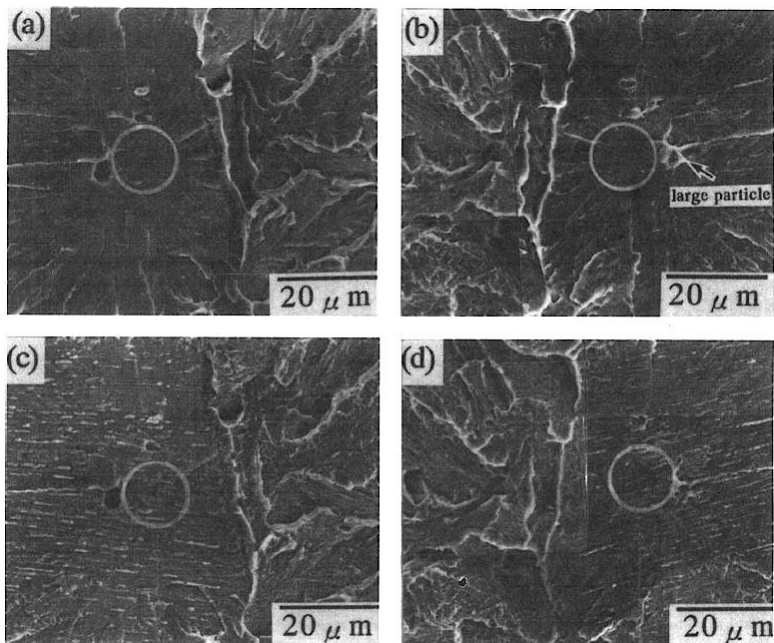
(a) *Initiering i MnS*

(b) *Initiering i et karbid*

Figur 2.16: *To eksempler på sprøbrudd som følge av inneslutninger [30].*

2.4.3 Brudd i stål som følge av MA-partikler

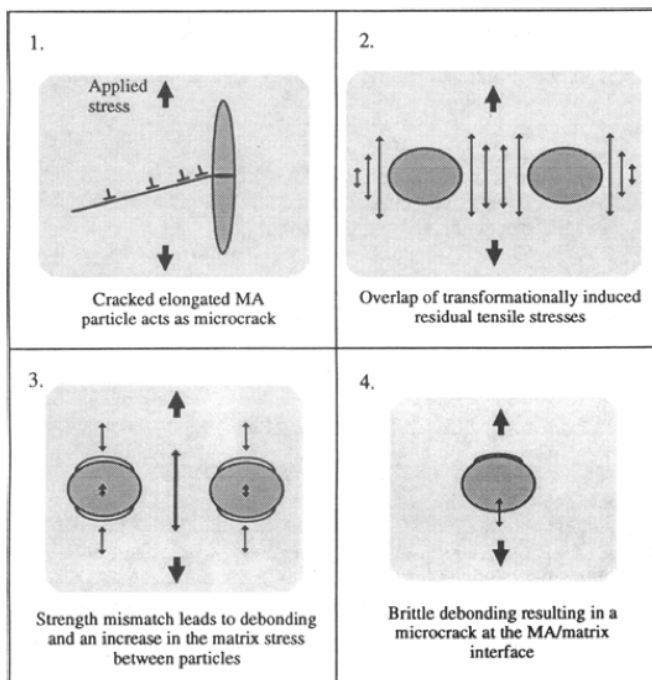
I figur 2.17 ser man et initieringspunkt ved siden av en partikkel, som antas å være en MA-partikkel. Selv om partikkelen ikke ligger i initieringspunktet kan den likevel være opphavet til bruddet ved å være en hindring for slip-forplantningen, og på den måten hindre deformasjon [23].



Figur 2.17: Begge sider av en kløvningsfasett med mulig MA-partikkel ved siden av initieringspunktet. a) og b) uetset, c) og d) etset. [23].

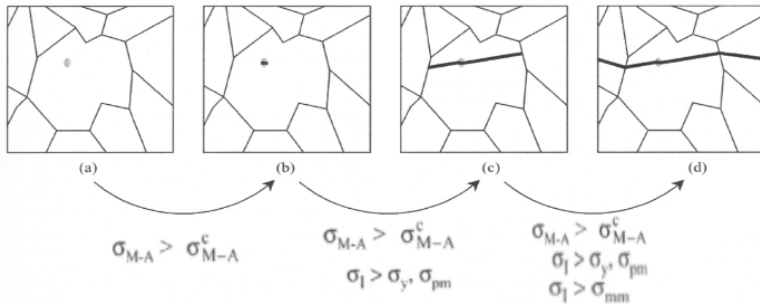
Det er generelt akseptert at MA-partikler i stålet er en viktig faktor som reduserer seigheten i stålet [14]. MA-partikler er mye sprøere enn bainittstrukturen, og mange studier viser at MA-partikler kan være en grunn til at sprøbrudd forekommer [15, 17, 19, 32]. Det ble blant annet observert at en sprøbruddinitialisering har skjedd mellom to nært plasserte MA-partikler. Mekanismen til bruddet ble først antatt å være en kombinasjon av at MA-partiklene er så nære hverandre at spenningen de påfører matriks overlapper hverandre, og spenningen som kommer av at bindingen mellom partikkel og matriks brytes. Dette vises i punkt 2 og 3 i figur 2.18. Grunnen til at det er spenninger mellom MA-partiklene og matriks er at MA-partiklene øker i volum når den dannes, slik at den ikke passer inn i matriks [17]. Tester viste senere at mekanismen til bruddet

var brudd i MA-partikkelen som forplantet seg gjennom materialet, vist i punkt 1 i figur 2.18. Grunnen til at det denne mekanismen ble bestemt er at det ikke var nok tid til at spenningsnivået kunne stige tilstrekkelig til at bruddinitiering kunne forekomme på de andre måtene [15].



Figur 2.18: Fire mulige initieringsmekanismer der MA-partikler er involvert. Pilene viser den makroskopiske belastningsaksen. 1. Sprukket MA-partikkel oppfører seg som en mikrosprekk. 2. Overlapp av transformasjonsspenninger mellom to MA-partikler. 3. Ulikheter i styrke mellom MA-partikler og stålet gjør at bindingen brytes mellom dem. Dette øker stresset i matriks mellom partiklene. 4. Bindingen mellom matriks og stålet brytes og lager en mikrosprekk [17].

Metallografiske analyser av MA-partiklene viser at de sprøeste partiklene er de som er forlenget langs den makroskopiske belastningsaksen. I figur 2.19 ser man skjematisk hvordan en MA-partikkel i et korn kan føre til brudd. Først brister MA-partikkelen ved at spenningen påført partikkelen blir større enn den kritiske spenningen til partikkelen. Sprekken forplanter seg videre i kornet dersom spenningen er større enn den kritiske spenningen til grensen mellom partikkel og matriks, og videre til neste korn om spenningen blir større enn den kritiske spenningen mellom de to kornene. Kritisk spenning er spenningen som må oppnås for at bruddet skal fortsette [32].

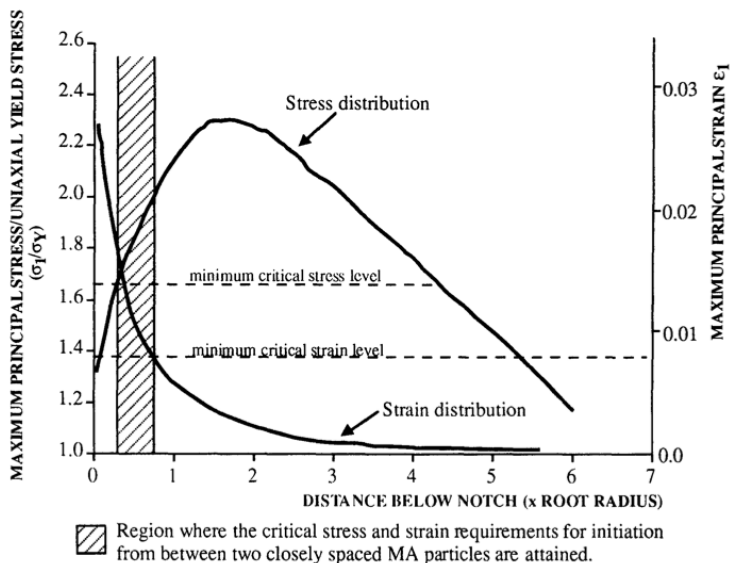


Figur 2.19: Mekanismen til hvordan en avlang MA-partikkel i et korn kan føre til brudd vist skjematisk [32].

For at bruddet skal initieres mellom to MA-partikler må det ligge innenfor området for kritisk spenning og tøyning. Tøyningen blir mindre desto lenger vekk fra sprekkspissen man kommer, og spenningen øker til et punkt litt bortenfor sprekkspissen, for så å minke igjen. Kritisk spenning og tøyning er i det området som ligger over både minimum spenning og minimum tøyning for brudd. Figur 2.20 viser at dette er et område litt bortenfor sprekkspissen.

2.4.4 Beliggenheten til initieringspunktet

Undersøkelser viser at beliggenheten til den maksimale strekkspenningen tilsvarer forholdet mellom avstanden



Figur 2.20: Skjematisk diagram som viser området for kritisk spenning og tøyning mellom to MA-partikler [15].

fra utmattingsprekken og CTOD-verdien på omtrent 2,5. Likevel ble mange av initieringspunktene funnet i et område mye nærmere sprekspissen enn dette i et forsøk gjort av Ohya et al. Det kan tyde på at også tøyninger og triaksialt stress har innvirkning på hvor bruddet oppstår [23].

2.5 Tidligere arbeid

I arbeidet gjort av Salvesen [33] ble det blant annet sett på seks prøver av et 420 MPa stål som var sveisesimulert i én syklus med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sek, 15 sek og 22,5 sek. Det ble sett på to prøver av hver avkjølingshastighet der en hadde høy og den andre lav CTOD-verdi. Prøvene fikk navn 5A, 5C, 15A, 15C, 22A og 22C der tallet tilsvarte avkjølingstiden, A lav CTOD-verdi og C høy CTOD-verdi.

Det ble funnet at flere av initieringspunktene i prøve 5A og 5C hadde resultert i fasetter som var låst av duktil sprekkvekst. Det ble antatt at disse fasettene ikke var avgjørende for det endelige sprøbruddet. Likevel kan de ha medvirket til brudd andre steder i prøven på grunn av endringen i spenningsfordelingen som følger med når det initieres brudd. Grunnen til den duktile sprekkveksten ble antatt å være selvanløpt martensitt som er mer duktil enn bainitten.

I prøve 15A og 22A ble det funnet at de fleste bruddinitieringene hadde skjedd opp fra sprekkspissen. Lav CTOD verdi tyder på sprøhet i stålet. Det ble derfor antatt at initiering i sprekkspissen kan være forbundet med sprøhet.

I alle prøvene det ble sett på ble det observert initieringspunkter foran sprekkspissen. Fra disse initieringspunktene hadde det skjedd mye bruddvekst. Det ble funnet flest slike initieringspunkt i prøve 5C og 22C, og det var betydelig færre i 5A og 22A. Dette tyder på at bruddet ikke skjer med en gang siden prøver med høy CTOD-verdi bøyes lengre enn prøver med lav CTOD-verdi. Verken prøve 15A eller prøve 15C har mange av denne typen initieringspunkter.

2.5.1 Bakgrunn for masteroppgaven

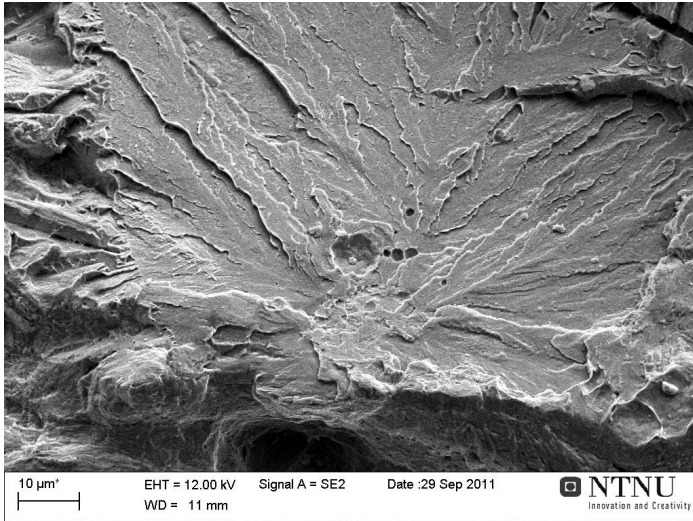
Denne masteroppgaven er en fortsettelse på prosjektoppgaven som ble gjort av forfatteren for SINTEF høsten 2011 gjennom forskningsprosjektet Arctic Materials [6]. Bruddflater av 4 prøver som er sveisesimulert i én syklus for å simulere CG HAZ, og 8 prøver som er sveisesimulert i to sykluser for å simulere ICCG HAZ, ble undersøkt. I de fleste én-syklus sveisesimulerte prøvene ble det funnet partikler, eller hull etter partikler, i nærmest alle initieringspunktene til fasettene. Disse partiklene bestod av oksider eller sulfider av legeringselementene. Eksempler på dette vises i figur 2.21.

På grunn av at utmattingsområdet til prøvene med den simulerte CG HAZ ble grovt og uoversiktlig var det vanskelig å finne fasettene. Det var også i noen tilfeller tvil om fasettene som ble fun-

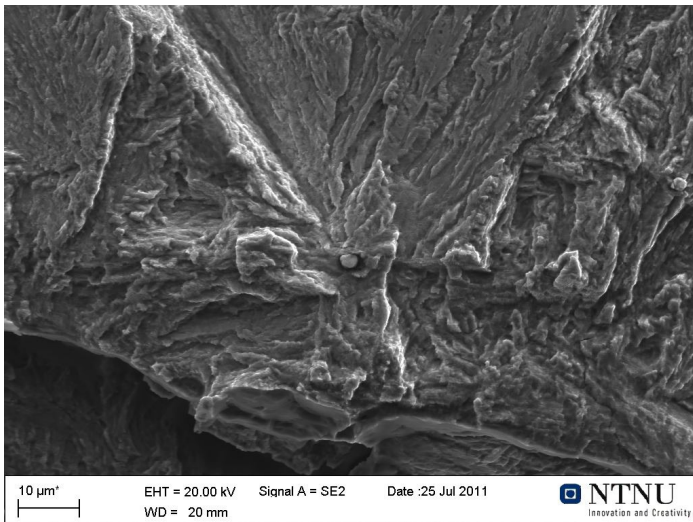
net var kløvninger som hadde gitt opphav til AE-signalet, eller kun et resultat av utmattingen. Noen av fasettene hadde en trekantet form som lignet bainittpakke i mikrostrukturen, og det ble funnet områder med en trekantet struktur i utmattingsområdet i noen prøver. Dette kan tyde på at fasettene med trekantet form oppstod under utmattingen. I figur 2.21(b) vises et eksempel på en slik fasett.

I de to-syklus sveisesimulerte prøvene ble det kun funnet én kløvningsfasett med partikkel i initieringspunktet, men EDS-undersøkelse av denne partikkelen viste samme sammensetning som stålmatrisen. Undersøkelse av hullet viste at det inneholdt silisium og oksygen, og det ble antatt at det lå en partikkel av silisiumoksid i hullet. Noen prøver hadde en partikkel ved siden av initieringspunktet, men de fleste hadde initieringspunktet i sprekkspissen, eller i stålmatrisen. Eksempler på dette vises i figur 2.22.

Det ble også funnet en sammenheng mellom størrelsen på AE-signalet og størrelsen på fasettområdene. Fasettområdenes størrelse øker gradvis med størrelsen på AE-signalet til omtrent 105 db for deretter og øke raskere, og går til metning rundt 110 db.

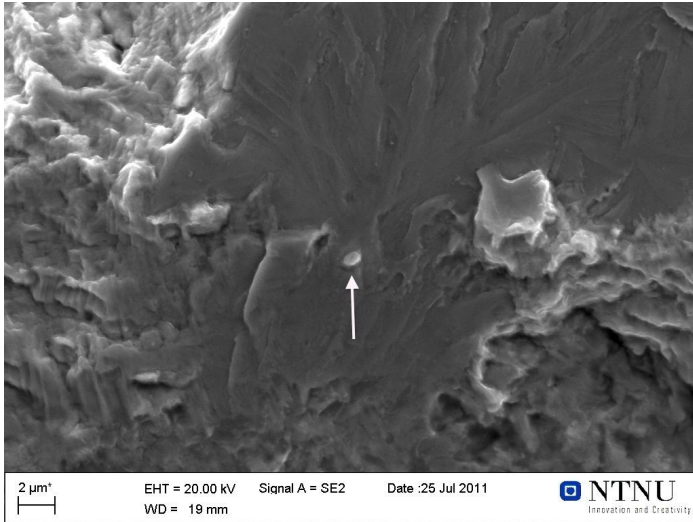


(a) *Initiering fra hull med rester av partikkel. Restene består i hovedsak av svovel, oksygen, kobber og aluminium.*

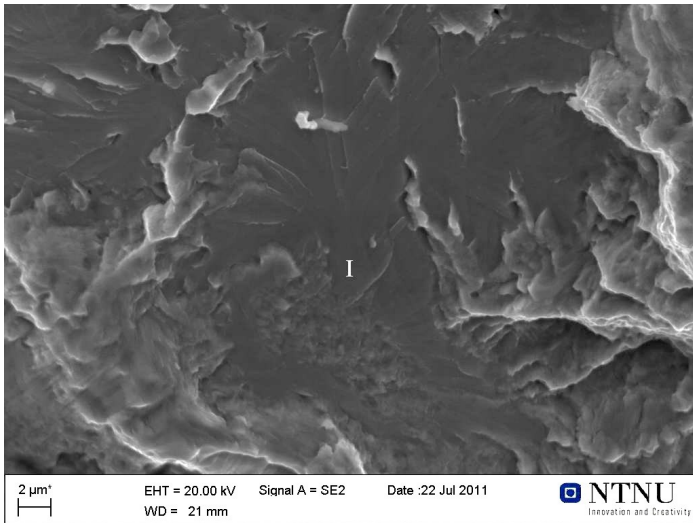


(b) *Trekantet fasett med initiering i partikkel som består for det meste av svovel, kobber og mangan*

Figur 2.21: *To eksempler på initieringspunkter i CG HAZ. [6].*



(a) *Initiering i partikkel merket med pil.*



(b) *Initiering i matriks. Initieringspunktet er merket med I.*

Figur 2.22: *To eksempler på initieringspunkt i ICCG HAZ [6].*

3 Eksperimentelt

Materialet som undersøkes i denne masteroppgaven, er et 420 MPa stål fra Nippon Steel. Stålets sammensetning er vist i tabell 3.1, og er hentet fra et inspeksjonssertifikat fra Nippon Steel.

Tabell 3.1: Kjemisk sammensetning av stålet.

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

3.1 Sveisesimulering

Sveisesimulering gjøres for å oppnå mikrostrukturen til CG HAZ i et større område. I ekte sveisesoner er dette området så lite at det er vanskelig å preparere prøver fra det. Sveisesimulering er derfor mer praktisk, i tillegg til å være reproducerbar.

Prøvenes lengde var på 100 mm og hadde et tverrsnittsareal på $10 \times 10 \text{ mm}^2$. De ble sveisesimulert med en sveisesimulator av typen Smitweld TCS modell 1405, og ble varmet opp til en makstemperatur på $1350 \text{ }^\circ\text{C}$. Halvparten av prøvene ble avkjølt med en hastighet, $\Delta\tau_{8/5}$, på 5 sekunder, og andre halvparten 15 sekunder.

3.2 CTOD-bøying av prøvene

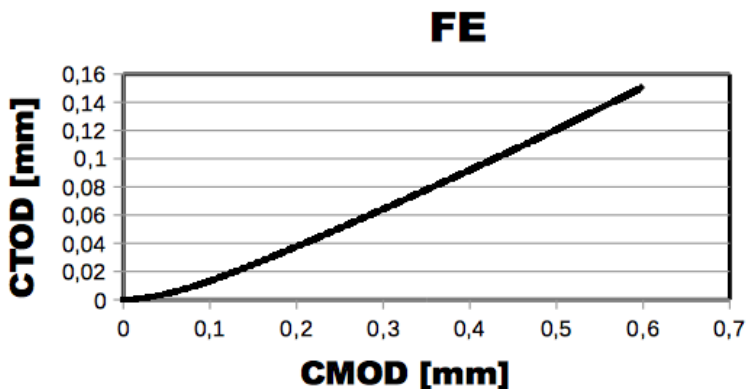
Etter sveisesimulering ble det laget et gnisterodert skår i prøvene. Etter det ble de utmattet et stykke fra skåret ved romtemperatur slik at forholdet mellom lengden av skåret pluss utmattingen og lengden av prøven var 0,5. CTOD-bøyingen foregikk ved en temperatur på $-30 \text{ }^\circ\text{C}$, og ble stoppet etter et AE-signal (akustisk emisjon) på mellom 50 db og 114 db. De ble deretter utmattet til endelig brudd for å lage utmattingsstriasjoner. Dette gjør at kløvningen som forårsaket AE-signalet kan skilles fra resten av bruddflaten.

Akustisk emisjon (AE) er lydbølger som oppstår når et materiale sprekker, og kommer av rask frigjøring av energi som gir en elastisk bølgeforplantning [34]. Ved CTOD-bøying av prøvene ble AE-teknikken benyttet. Det vil si at det blir lyttet etter AE-signaler under bøying ved å bruke utstyr fra PAC (Physical Acoustics Limited). Etter at signalet er registrert blir prøvene avlastet. Signaler under 50 db og over 114 db ble sett bort i fra, siden signaler under 50 db er for små til å kunne si sikkert at det er et signal og ikke bare bakgrunnsstøy. Over 114 db er det pop-in som vil si at man får et lastfall på kurven. Disse prøvene vil få svært store fasettområder, og er derfor å regne som makroskopiske brudd som ikke har hatt lokal arrest av sprekken. Dette vil gjøre det vanskelig å finne et initieringspunkt som er starten på hele bruddet.

I tabell 3.2 vises en oversikt over prøvenes avkjølingstid ($\Delta\tau_{8/5}$), AE-signal, CMOD-verdi (Crack Mouth Opening Displacement) og om prøvene er anløpningsfarget eller ikke. CMOD-verdien er forflytningen av sprekke spissen. Det er en tilnærmet lineær sammenheng mellom CTOD- og CMOD-verdier for CMOD-verdier over 0,1 mm. Dette er vist i figur 3.1.

Tabell 3.2: Oversikt over prøvene med tilhørende avkjølingstid ($\Delta\tau_{8/5}$), AE-signal, CMOD-verdi og om de er anløpningsfarget eller ikke.

Prøve	$\Delta\tau_{8/5}$ [s]	AE-signal [db]	CMOD [mm]	Anløpningsfarget
1.5	5	113	0,22	Ja
2.5	5	77/(56)	0,17	Nei
3.5	5	94/(61)	0,17	Ja
4.5	5	113	0,19	Nei
5.5	5	113	0,24	Nei
6.5	5	110/(53)	0,24	Nei
7.5	5	90	0,22	Nei
1.15	15	113	0,17	Ja
2.15	15	86	0,21	Nei
3.15	15	63	0,95	Nei
4.15	15	75	0,24	Ja
5.15	15	72	0,91	Nei
6.15	15	90	1,40	Nei
7.15	15	72/(57)	0,80	Nei

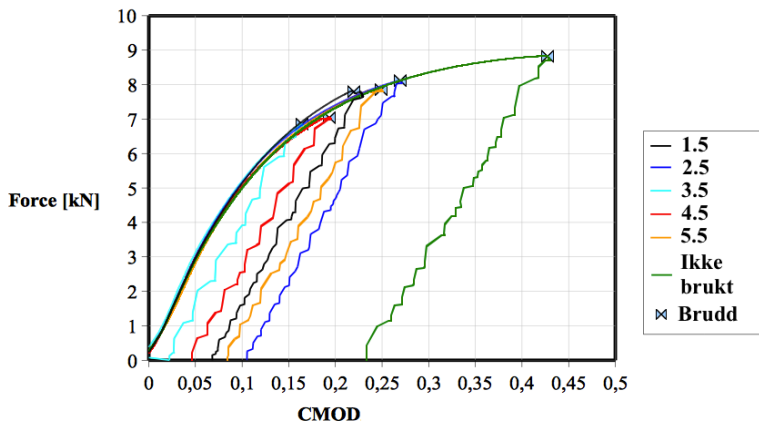


Figur 3.1: CMOD som funksjon av CTOD.

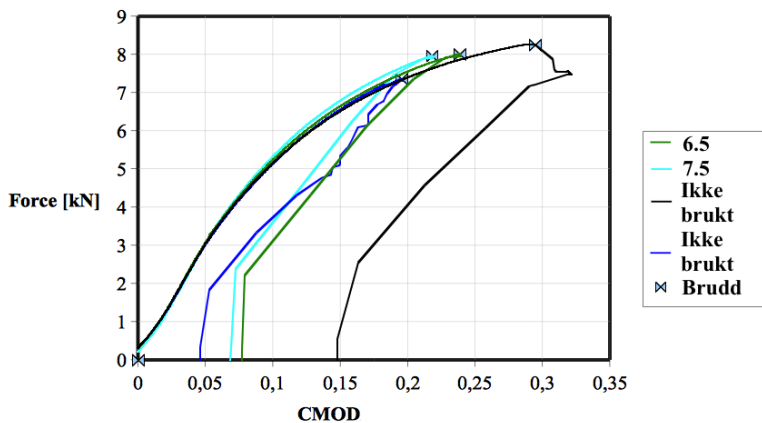
Under bøyning ble bruddet initiert tidlig i det plastiske bruddforløpet for de fleste av prøvene med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder. Det vil si at CMOD-verdien for disse prøvene er lav. I figur 3.2 vises CMOD-verdien som funksjon av kraften. Bruddet som stammer fra AE-signalet er merket av på kurven. I noen av prøvene med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder ble også bruddet initiert tidlig i den plastiske sonen. I de andre prøvene ble bruddet initiert lengre inn i den plastiske sonen, slik at disse prøvene fikk mer plastisk deformasjon før de gikk til brudd. Dette vist i figur 3.2 på samme måte som for prøvene med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder.

3.3 Forsøk for å få til en oversiktlig bruddoverflate

Bruddflaten til prøvene sveisesimulert til CG HAZ i prosjektarbeidet gjort av forfatteren høsten 2011 [6] var svært uoversiktlig, og det var vanskelig å si om fasettene som ble funnet hører til AE-signalet [6]. Det ble derfor prøvd ut to metoder, anløpningsfarging og lavere spenningsintensitetsfaktor (K) ved utmatting for å se om man med større sikkerhet kunne finne riktig fasett.

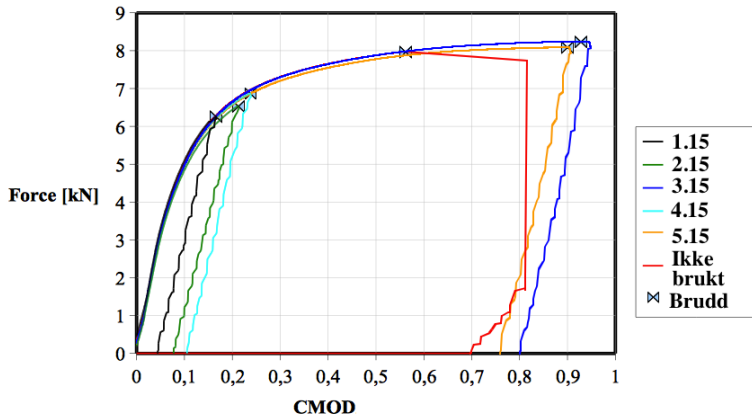


(a) CMOD-verdien for prøve 1.5 til 5.5.

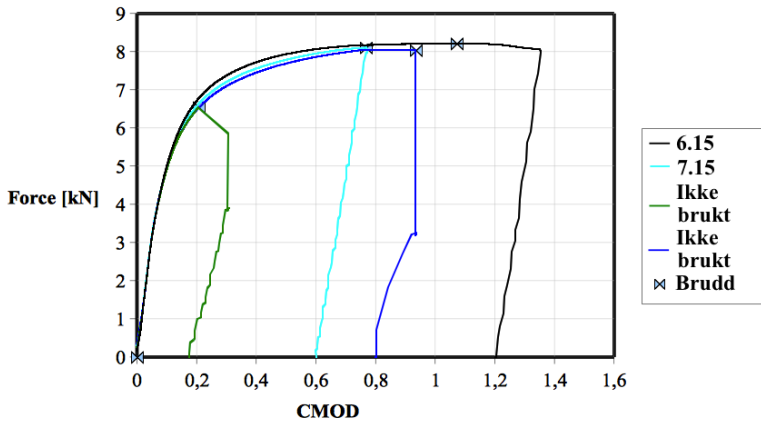


(b) CMOD-verdien for prøve 6.5 og 7.5.

Figur 3.2: CMOD-verdier ved bruddet i prøvene med simulert $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder.



(a) CMOD-verdien for prøve 1.15 til 5.15.



(b) CMOD-verdien for prøve 6.15 og 7.15.

Figur 3.3: CMOD-verdier ved bruddet i prøvene med simulert $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder.

3.3.1 Anløpningsfarging

Anløpningsfarging foregår ved at et metall varmes ved relativt lave temperaturer slik at det dannes et oksidlag på overflaten. Når tykkelsen på oksidlaget blir omtrent 30 nm, blir det mulig å se fargene som kommer av interferensen mellom lysstrålene som reflekteres fra overflaten av oksidlaget og lysstrålene som reflekteres fra overflaten av metallet [35].

For å finne ut ved hvilken temperatur prøvene kunne anløpningsfarges uten å ødelegge strukturen på bruddflaten ble 4 prøver varmet opp til henholdsvis 200 °C, 300 °C, 400 °C og 500 °C i 10 min. Det viste seg at 300 °C ga best resultat siden stålet ble farget, uten at bruddflaten ble ødelagt. 4 nye prøver ble derfor anløpningsfarget ved denne temperaturen i 10 min før utmatting for å lage et oksidlag på bruddfasetten som tilhører AE-signalet. Teorien var at dette kunne hjelpe til med å skille den fra utmatningsstrukturen.

Det anløpningsfargede området var ikke synlig i SEM (Scanning elektronmikroskopet) og anløpningsfargingen var derfor til liten nytte. Det var likevel mulig å se området i makroskopet. Dette ga en indikasjon på hvor man burde lete i SEM, men ettersom fasettområdet ikke skilte seg klart nok ut fra utmatningsområdet var det ikke mulig å si noe om hvor fasettområdet sluttet, eller hvor initieringspunktet var.

3.3.2 Lavere spenningsintensitetsfaktor

Ettersom anløpningsfargingen var til liten nytte ble det i stedet brukt en lavere spenningsintensitetsfaktor (K) under utmattingen som ble gjort etter bøyning enn under utmattingen som ble gjort før bøyning. Dette viste seg å være svært effektivt, og det ble dannet en mye mer oversiktlig bruddflate.

Stålet blir arbeidsherdet når det bøyes i den plastiske sonen på grunn av dislokasjonsbevegelser i krystallstrukturen. På grunn av at stålet blir hardere etter bøyning trengs det i noen tilfeller høyere last under utmatting for at sprekken skal vokse. K-verdien er et mål

for spenningsintensiteten foran sprekspissen, og vil være mindre for et stål som er arbeidsherdet selv om lasten som er påført stålet er like stor.

3.4 Lysmikroskopi

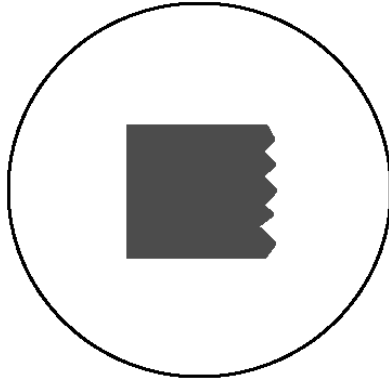
Mikrostrukturen til de polerte og etsede prøvene ble studert i lysmikroskopene Zeiss Axiovert 25 og Leica MEF4M, og bildene ble tatt med kameraer av typen Leica DFC 450 og ProgRes C10 plus. Bildebehandlingsprogrammene som ble brukt til å ta bildene er Leica Application Suite og Image Access Easy Lab og. Bildene ble tatt med bruddkanten til høyre i bildet.

De anløpningsfargede fasettene ble avbildet i makroskopet Wild Photomakroskop M400 med et kamera av typen Leica DC 300. Fasettene ble avbildet med sprekspissen nederst i bildet i bildebehandlingsprogrammet Photoshop Elements Editor.

3.4.1 Preparering av prøvene

For å se på mikrostrukturen til prøvene etter sveisesimulering ble en prøve med avkjølingstid på 5 sekunder og en prøve med avkjølingstid på 15 sekunder plukket ut. Prøven ble støpt inn i Struers ClaroCit Epoksy med siden nedenfor bruddflaten eksponert, som vist i figur 3.4. Deretter ble prøven mekanisk slipt og polert i følgende steg:

1. Våtsliping med Struers SiC-papir:
 - (a) 800 mesh
 - (b) 1000 mesh
 - (c) 2400 mesh
2. Polering med Struers MOL poleringsduk 9 μm
3. Polering med Struers MOL poleringsduk 6 μm
4. Polering med Struers MOL poleringsduk 3 μm
5. Polering med Struers NAP poleringsduk 1 μm



Figur 3.4: Prøveflaten som mikrostrukturen ble observert på.

3.4.2 Etsing med Nital

Etter polering ble prøvene etset med 2 % nital får å fremheve mikrostrukturen. Etsing ble gjort rett etter polering for å unngå at et oksidlag ble dannet på overflaten. Dette ville hindret etsen i å komme i kontakt med metallet. Nital gir martensitten en brunlig farge og gjør de tidligere austenittkorn grensene synlige. Flere forsøk ble gjort for å finne ut av hvor lenge prøvene bør etses for å får best resultat. Resultatet så ut til å bli best etter etsing 15 sekunder, og deretter to ganger til i 5 sekunder. Etter hver etsing ble prøvene skylt grundig med vann og etanol, og deretter tørket.

3.4.3 Etsing med LePera

For at eventuelle MA-partikler i mikrostrukturen skulle synes bedre ble en prøve av hver avkjølingstid etset med LePera-teknikken etter samme slipesteg og poleringssteg som før etsingen med Nital. LePera-ets lages på følgende måte:

1. 50 % av 4 % pikrinsyre i etanol
2. 50 % av 1 gram natriumtiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) i 100 mL destillert vann

Hver prøve ble etset i 30 sekunder før de ble skylt grundig i vann og etanol og deretter tørket. Etsingen ble utført ved SINTEFs laboratorium i Bergbygget.

Denne etseteknikken gjør MA-partiklene lyse slik at de skiller seg ut fra ferritten som blir farget blå og oransje. LePera etser karbider på en lignende måte som martensitt. Dersom det er store karbider tilstede i stålet kan de forveksles med martensittkornene [36].

3.5 Scanning elektronmikroskop (SEM)

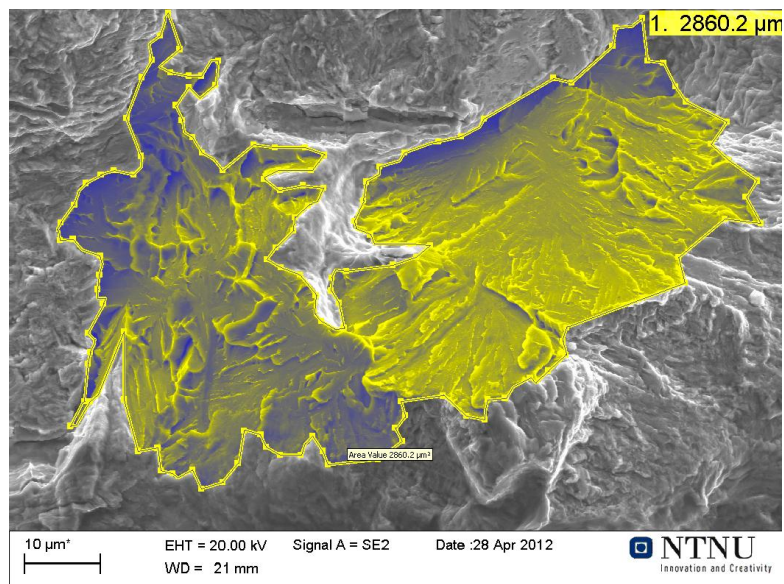
Før prøvene ble studert i SEM ble de satt 10 minutter i aceton i ultralydbad. Etter det ble de skylt med etanol og tørket med hårføner. Etter rensing ble prøvene lagt i separerte plastlommer i bokser for å beskytte bruddflatene mot å støte bort i hverandre og mot urenheter i lufta.

Scanning elektronmikroskopet som ble brukt, er Zeiss Gemini Supra 55VP LVFESEM. Prøvene ble undersøkt med sekundærelektronavbildning med 20kV akselerasjonsspennning, 30 μm aperturdiameter og arbeidsavstand mellom 18 og 22 mm. Leting etter kløvningsfasetter på bruddflatene ble gjort på det fineste utmattingsområdet på prøven. Det ligger mellom sprekkspissen og det groveste utmattingsområdet på bruddflaten. Alle bilder ble tatt med sprekkspissen nederst i bildet.

Det ble også utført røntgenspektroskopi-undersøkelser (EDS) av initieringspunktet til alle fasettene ved hjelp av detektoren EDAX Sapphire Detector. Dette ble gjort med 15 kV akselerasjonsspennning, 30 μm aperturdiameter og en arbeidsavstand på 10 mm.

Areal av kløvningsfasettene og lengde fra initieringspunkt til sprekkspiss ble målt på bildene tatt i SEM ved hjelp av bildeanalyseprogrammet Image Access easy lab. Arealet av fasettene

ble målt to ganger, og gjennomsnittet av målingene ble brukt. Der-
som feilen mellom de to målingene var mer enn 5 % ble det gjort
en tredje måling. Et eksempel på en slik måling er vist i figur
3.5.



Figur 3.5: Eksempel på måling av areal gjort på et fasettområde,
der det målte området er merket gult.

4 Resultater

4.1 Sveisbarhet

Ved å sette mengden av legeringselementer i stålet brukt i denne oppgaven inn i ligning (2.2) får man en karbonekvivalent på 0,2 som vist i ligning (4.1). Dette stålet regnes altså som sveisbart.

$$CE = 0,09 + \frac{0,19}{30} + \frac{0,02 + 1,54 + 0,28}{20} + \frac{0,72}{60} = 0,2 \quad (4.1)$$

4.2 Mikrostruktur

Mikrostrukturen til stålprøvene ble undersøkt ved å bruke både nital-ets og LePera-ets. Nital-ets ble brukt for å få tydelig frem mikrostrukturen, og LePera-ets ble brukt for å fremheve eventuelle MA-partikler.

4.2.1 Nital ets

Ved å undersøke prøvene som ble etset med nital ser det ut til å være en blanding av martensitt og bainitt i mikrostrukturen til både prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder og prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder. I figur 4.1 er det vist en sammenligning av de to mikrostrukturene ved lav forstørrelse. Martensitt blir farget brun av nitaletsen og blir derfor mørkere enn bainitten i lysmikroskopet. Det ser ut til å være flere mørke områder, og derfor mer martensitt i mikrostrukturen til prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder. I figur 4.2 er mikrostrukturen sammenlignet ved å bruke en høyere forstørrelse. Det ser ut til at områdene med martensitt er mindre og ligger mer spredt i prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder enn i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder.

I prøven med avkjølingstid $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder ble det oppdaget runde partikler på de tidligere austenittkorn grensene på omtrent

5 til 8 μm . Eksempler på dette er vist i figur 4.3(a). Brune partikler på omtrent 3 μm ble også oppdaget i utkanten av noen av bainittområdene. Et eksempel på dette er vist i figur 4.3(b).

Det ble også funnet brune partikler inne i både bainittstrukturen og martensittstrukturen i prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5} = 15$ sekunder. Disse er merket med pil i figur 4.4. Avlange brune partikler ble også funnet. En av dem ser ut til å gå på tvers av en bainittpakke og er merket med pil i figur 4.4(b). Rett nedenfor og litt til høyre for denne partikkelen ser det også ut til å ligge brune avlange partikler mellom ferrittplatene i bainittpakken.

4.2.2 LePera ets

En prøve av hver avkjølingstid ble også etset med LePera. Det ble funnet flere hvite flekker på prøvene, men ikke alle var partikler. Dette sees i figur 4.5. Flekkene ser ut til å være større enn partiklene i de fleste tilfeller, og overlapper også noen av partiklene. I figur 4.5(a) ser partiklene ut til å være mer gulaktig enn flekkene. Partiklene skiller seg også tydeligere fra mikrostrukturen siden de har en kontur rundt seg. Et eksempel på en flekk og en partikkel er merket F og P i figur 4.5(a).

I figur 4.5(b) ser de fleste partiklene ut til å være overlappet av flekker, og de ser ikke ut til å være gulaktige. Et eksempel på en flekk, en partikkel og en partikkel dekket av en flekk er merket F og P og FP i figur 4.5(b). Det ble funnet flekker på hele prøveoverflaten, også i den andre enden av prøven der grunnstrukturen til stålet er. Partiklene ble kun funnet i området nedenfor bruddet.

I prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder ble det funnet flere massive partikler på omtrent 3 μm . Eksempler på disse partiklene er vist i figur 4.6. Partiklene ser ut til å ligge i grensen mellom to bainittpakker eller på tidligere austenittkorngrenser. I noen tilfeller ligger de også inne i en bainittpakke.

I prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder ble det funnet avlange partikler med en lengde på mellom 5 og 10 μm . Eksempler på disse

partiklene er vist i figur 4.7, og de ser i hovedsak ut til å ligge mellom bainittplater og bainittpakker.

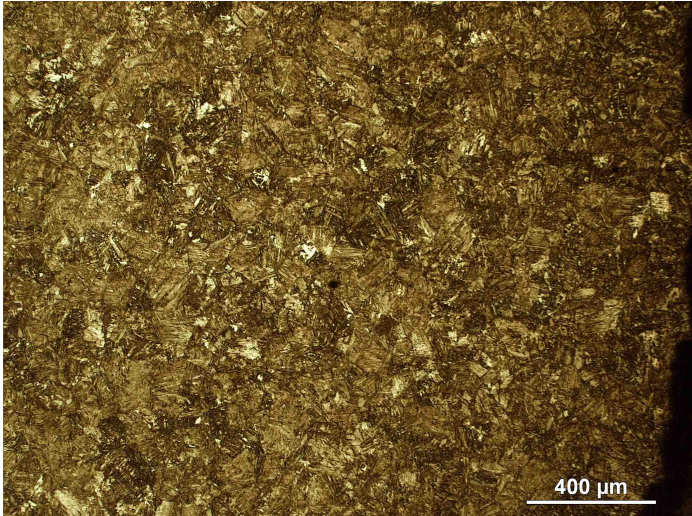
Det ble også observert massive partikler i den samme prøven, men disse var mindre enn partiklene i prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder. Dette kan sees i figur 4.5(b).

4.3 Anløpningsfarging

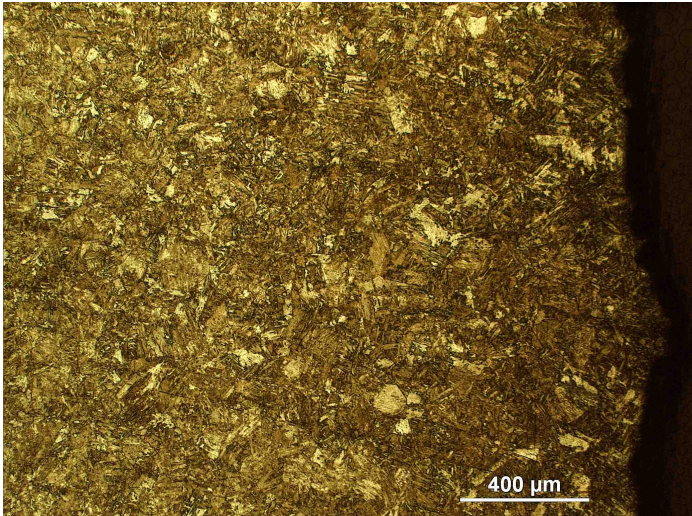
De mørke fasettområdene fra anløpningsfargingen var ikke mulig å observere i SEM. Ved undersøkelse i makroskopet kunne man likevel se hvor på prøven bruddet hadde skjedd. I figur 4.8 er det vist en oversikt over de anløpningsfargede områdene. Anløpningsfargingen gjør stålet mørkt frem til sprekkspissen og eventuelle bruddfasetter ved sprekkspissen ble også mørke. I figur 4.8 ligger sprekkspissen omtrent midt i bildene, der skillet mellom det mørke og det lyse området er. De anløpningsfargede fasettene er det mørke området ovenfor. Prøve 1.5 og 1.15 har svært store fasettområder som strekker seg over 1 mm, mens prøve 3.5 har et mindre fasettområde. Det ble ikke funnet et fasettområde i prøve 4.15.

4.4 Lavere spenningsintensitetsverdi ved utmatting

Ved å bruke lavere spenningsintensitetsverdi ved utmatting etter bøyning ble det lettere å finne fasettområdet som tilhører AE-signalet i prøvene. Dette ser man i figur 4.9 der utmattingsområdet med høy spenningsintensitetsverdi er nærmest dekket av fasetter som skyldes sprøbrudd under utmatting. Utmattingsområdet med lavere spenningsintensitetsverdi er mer oversiktlig mye mindre topografisk. Ved høyere forstørrelse av dette utmattingsområdet er det også mulig å se striasjoner. Figur 4.10 viser et eksempel på striasjoner fra et område midt i bildet i figur 4.9(b).

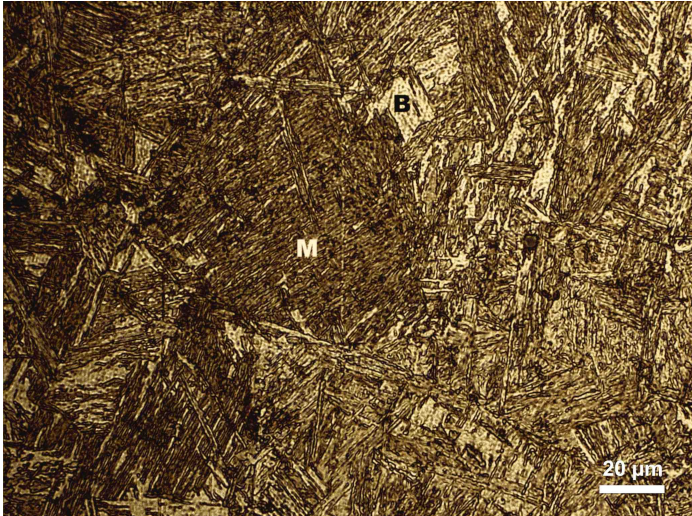


(a) $\Delta\tau_{8/5} = 15$ sekunder.

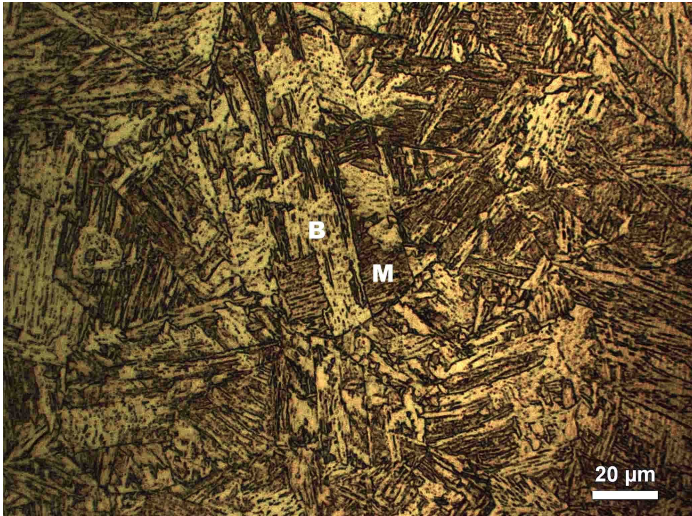


(b) $\Delta\tau_{8/5} = 15$ sekunder.

Figur 4.1: Sammenligning av de to mikrostrukturene. Det mørke området til høyre i prøven er bruddkanten. Prøvene er etset med nital.

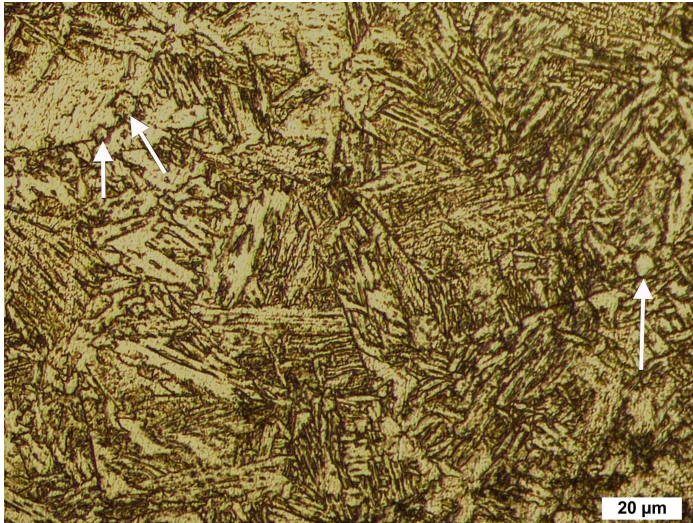


(a) $\Delta\tau_{8/5} = 5$ sekunder.

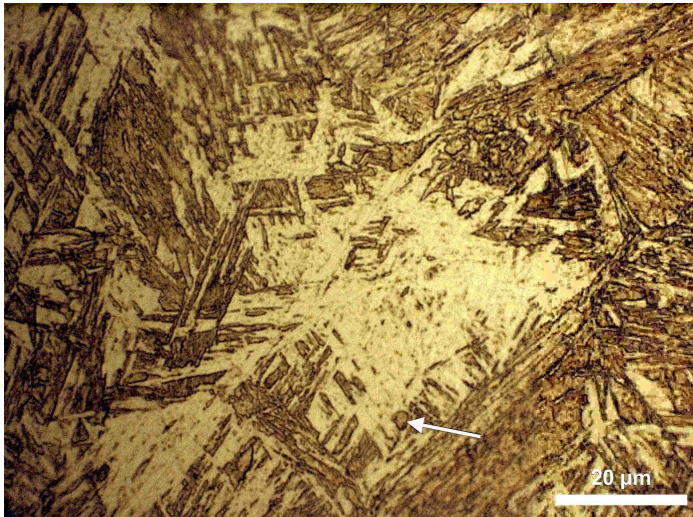


(b) $\Delta\tau_{8/5} = 15$ sekunder.

Figur 4.2: Områder med både martensitt (M) og bainitt (B). Prøvene er etset med nital.

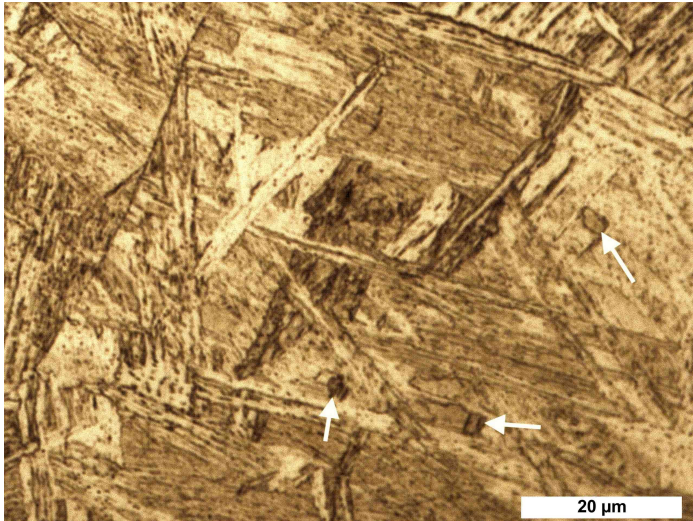


(a) Runde partikler på korn grensene er merket med piler.

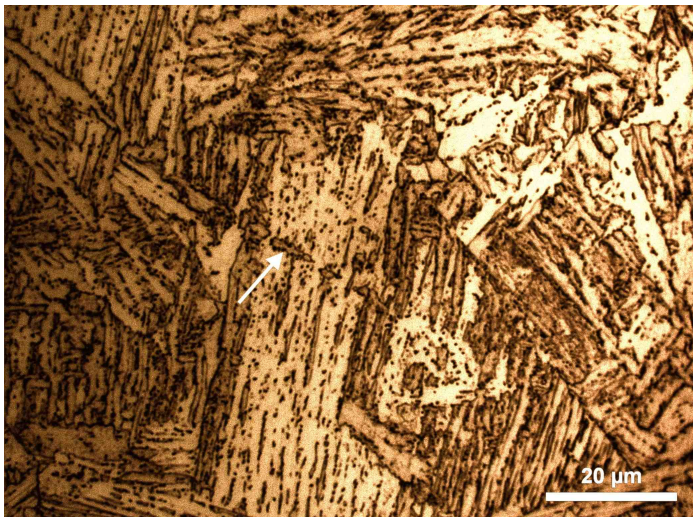


(b) Brun partikkel merket med pil i utkanten av et bainittområde.

Figur 4.3: Partikler i mikrostrukturen til en prøve simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder. Prøven er etset med nital.

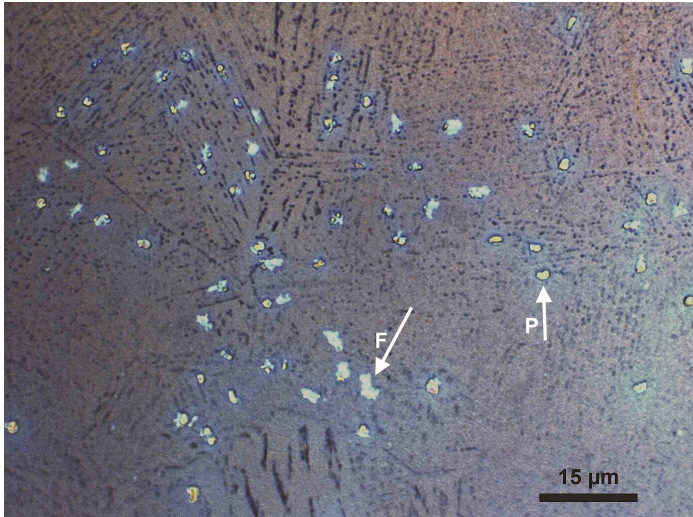


(a) Partikler inne i bainittstrukturen og martensittstrukturen er merket med piler.

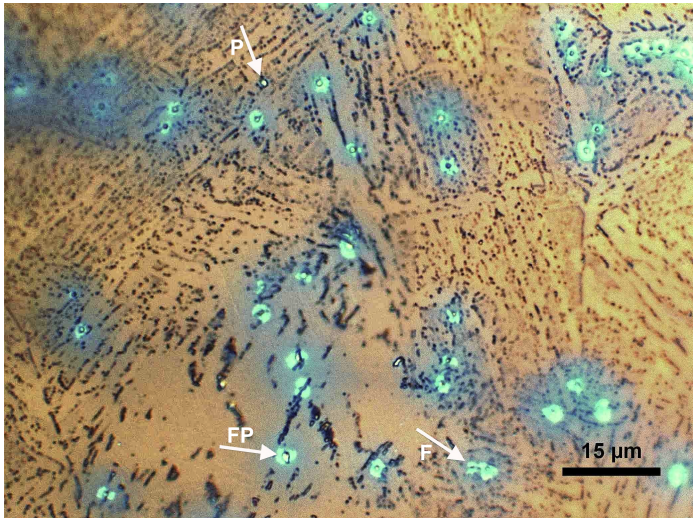


(b) Brun avlang partikkel i et bainittområde er merket med pil

Figur 4.4: Partikler i mikrostrukturen til en prøve simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder. Prøven er etset med nital.

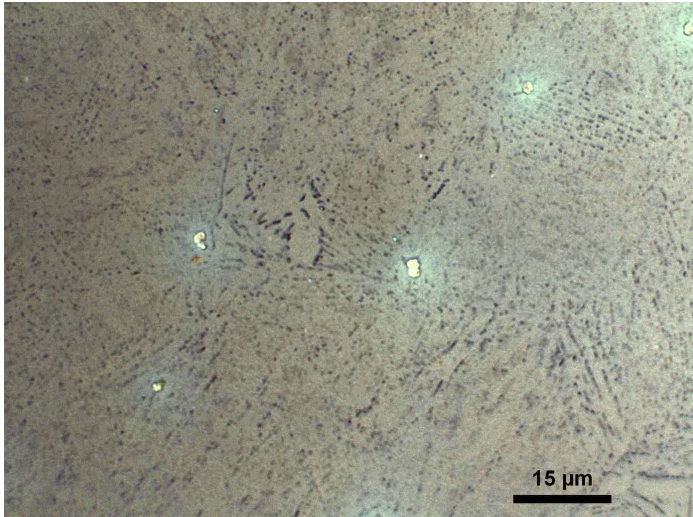


(a) $\Delta\tau_{8/5} = 5$ sekunder. Et eksempel på en flekk og en partikkel er merket F og P.

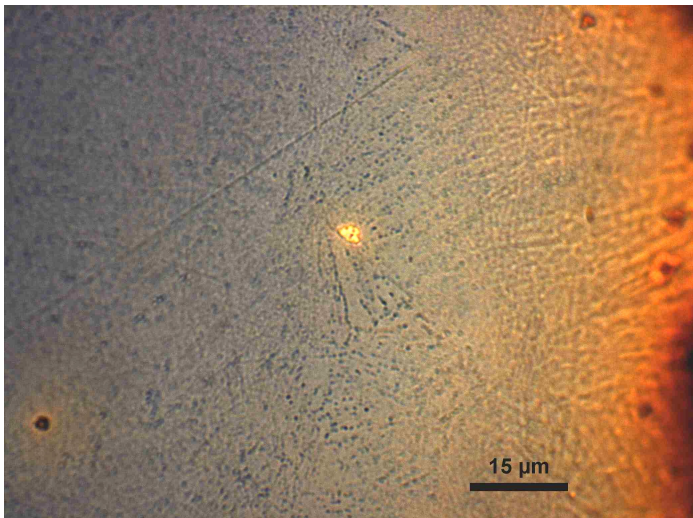


(b) $\Delta\tau_{8/5} = 15$ sekunder. Et eksempel på en flekk, en partikkel og en partikkel dekket av en flekk er merket F og P og FP

Figur 4.5: Hvide partikler og flekker på prøveoverflaten. Prøvene er etset med LePera.

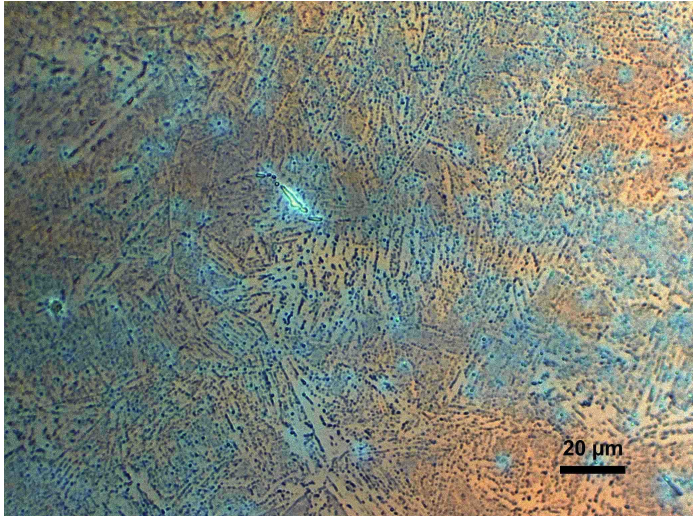


(a) Område med flere partikler

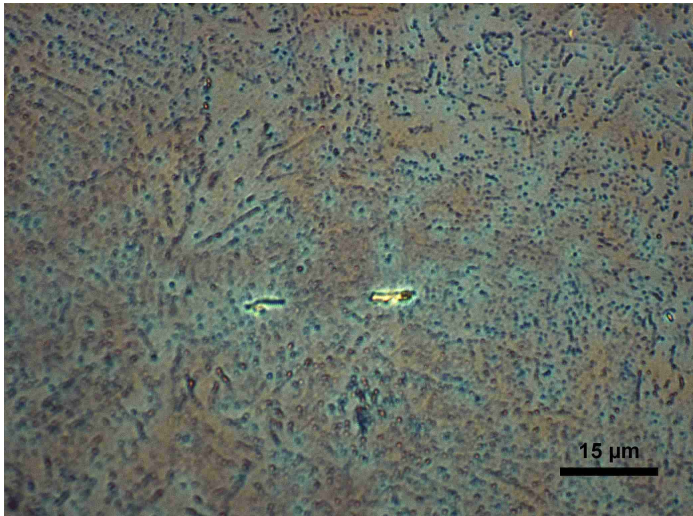


(b) Partikkel nær brudd siden som kan sees til høyre i bildet.

Figur 4.6: Massive partikler på omtrent $3\ \mu\text{m}$ i en prøve simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder. Prøven er etsset med LePera.

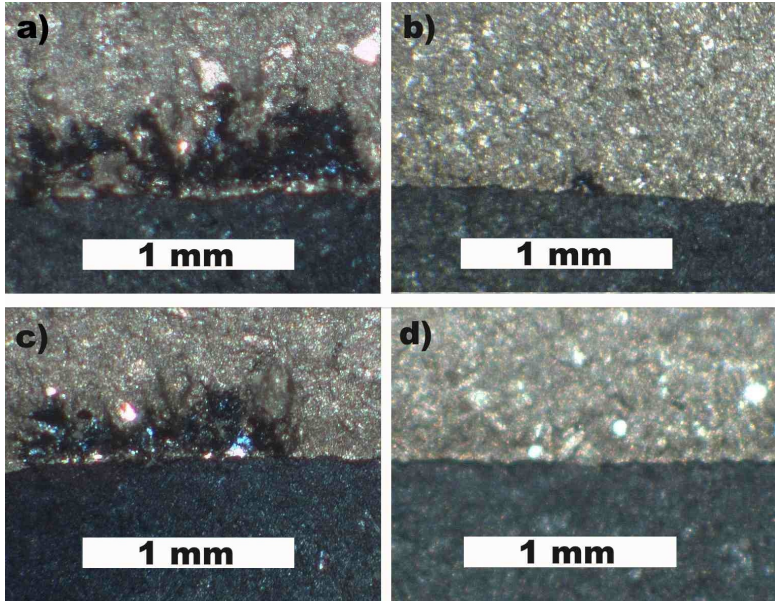


(a) Lang partikkel på omtrent 10 μm .

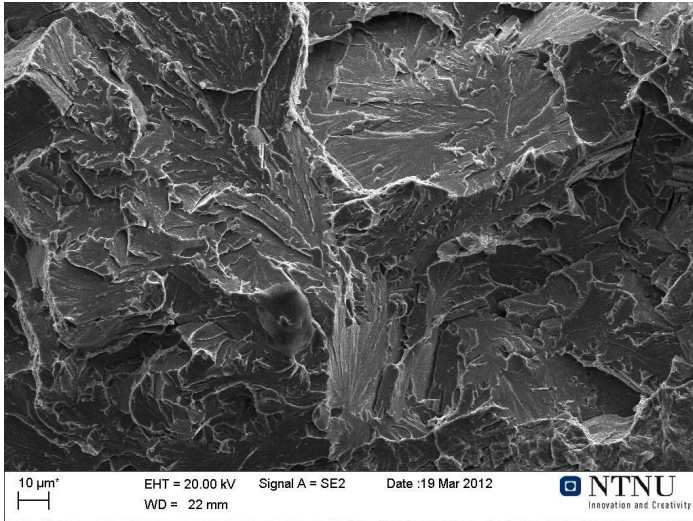


(b) Lang partikkel på omtrent 5 μm .

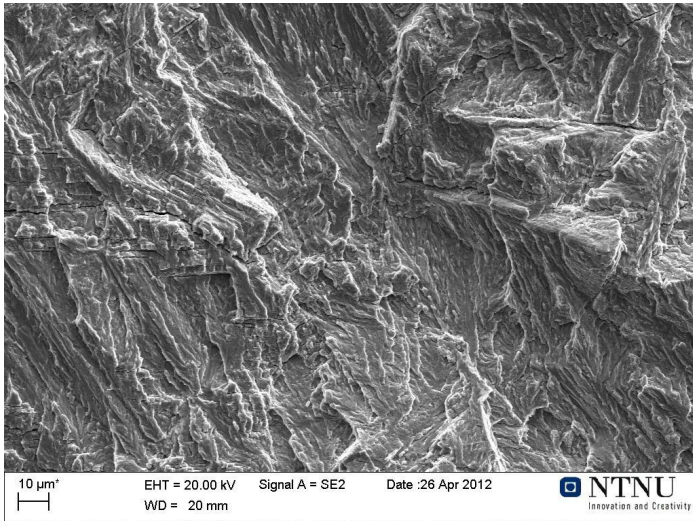
Figur 4.7: Lange partikler i en prøve simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder. Prøven er etset med LePera.



Figur 4.8: Oversikt over de anløpningsfargede fasettene. Bildene er tatt i makroskopet. a) Prøve 1.5 b) Prøve 3.5 c) Prøve 1.15 d) I prøve 4.15 ble det ikke funnet noe fasettområde ved sprekkespissen.

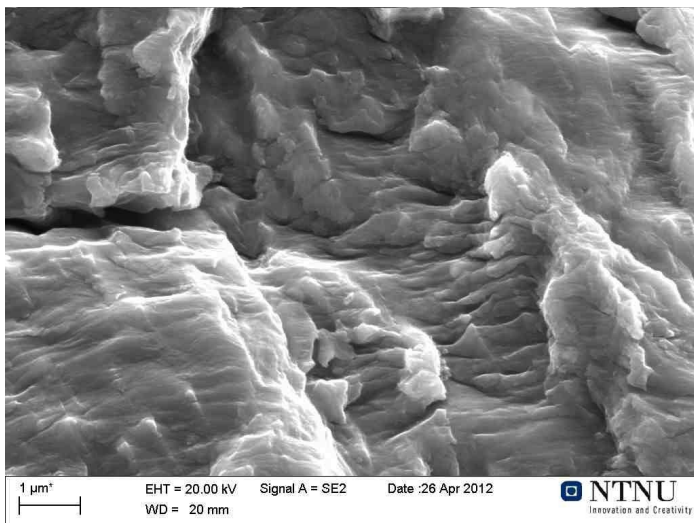


(a) Høy spenningsintensitetsverdi



(b) Lav spenningsintensitetsverdi

Figur 4.9: Forskjell mellom høy og lav spenningsintensitetsverdi.



Figur 4.10: Eksempel på utmattingsstriasjoner fra et område midt i bildet i figur 4.9(b).

4.5 Bruddflater

I prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder er fasettområdene topografiske og uoversiktlige, og i noen tilfeller er det vanskelig å peke ut et nøyaktig initieringspunkt. I figur 4.11(a) er vist et område der det var vanskelig å finne initieringspunktet på grunn av topografien og ettersom det var svært små fasetter. Ved høy forstørrelse ser det ut til at elvemønsteret peker tilbake til et område merket I i figur 4.11(b).

Det ble også funnet en stor partikkel i et av initieringspunktene i en prøve. Dette er vist i figur 4.12. Partikkelen merket P i figur 4.12(a) har en rund form og ser ut til å ligge i initieringspunktet selv om det også i dette tilfellet er vanskelig å si hvor bruddet startet. Det var ingen antydning til hull etter partikkelen på motsatt side av bruddflaten som er vist i 4.12(b).

Det er også vanskelig å utpeke et nøyaktig initieringspunkt i prøve

7.5, men det ser ut til å ligge en avlang partikkel på omtrent $1 \mu\text{m}$ i det som antas å være initieringspunktet. Den er merket med pil i figur 4.13(a). På andre siden av bruddflaten, vist i figur 4.13(b), kan man se partikler på omtrent $3 \mu\text{m}$ til venstre for initieringspunktet. Hullet etter den lille partikkelen i initieringspunktet er merket med pil.

Prøve 4.5 har et stort fasettområde og bruddinitiering svært nær sprekkspissen. Fasettområdet er vist i figur 4.14(a) der initieringspunktet er merket med pil. Det ligger en partikkel omtrent $20 \mu\text{m}$ fra initieringspunktet. Denne partikkelen ligger ikke like nært initieringspunktet som mange andre partikler. Initieringspunktet og partikkelen er vist i 4.14(b) og merket I og P.

Fasetten i prøve 2.5 er omringet av et duktilt område, og skiller seg derfor ut fra de andre fasettområdene. Dette er vist i figur 4.15. Det er vanskelig å si om initieringspunktet ligger i midten av fasetten, ved siden av et par partikler, eller om det ligger til høyre på oversiden av en dimpel. Det ser mest ut til at elvemønsteret beveger seg utover fra området ovenfor dimpelen. Derfor blir dette området antatt å være initieringspunktet. Fasetten med antatt initieringspunkt, som er merket I, er vist i figur 4.15(b). Retningen på elvemønsteret fra initieringspunktet er forsøkt vist med piler.

I prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder er fasettområdene flate og oversiktlige. De fleste fasettområdene ble funnet et stykke foran sprekkspissen. Initieringspunktene ble i hovedsak funnet langt nede i fasettene. Bruddene ser ut til å vokse bort fra sprekkspissen, og beveger seg i liten grad tilbake mot den igjen. Et eksempel på det er vist i figur 4.16. Her ser det også ut til at initieringen, merket I, har skjedd rett ved siden av en partikkel til venstre for initieringspunktet.

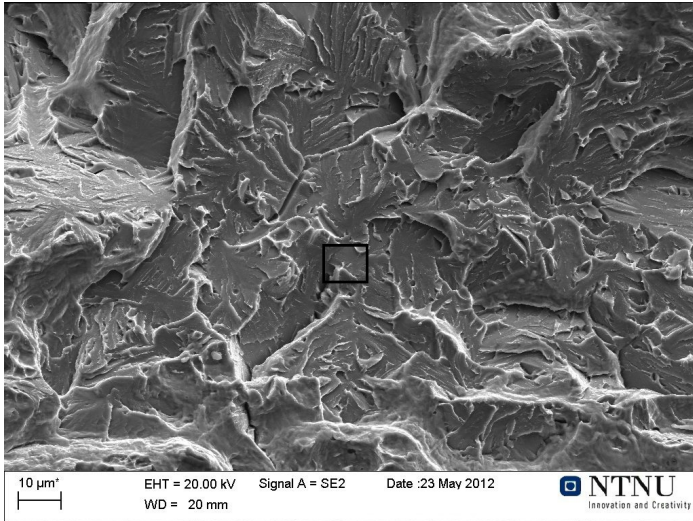
Også i prøve 7.15 ser initieringen ut til å ha skjedd ved siden av en partikkel. Oversikt over fasetten og initieringspunktet er vist i figur 4.17. Ved nærmere forstørrelse av initieringspunktet ser elvemønsteret ut til å stråle ut ifra en partikkel. Initieringspunktet er merket med piler i figur 4.18. Det ser også ut til å være en mindre partikkel i hullet i figur 4.18(b), som man ser hullet av i partik-

kelen i figur 4.18(a). Det ser ikke ut til at den største partikkelen stikker opp av fasettflaten selv om det er et hull etter den på andre siden.

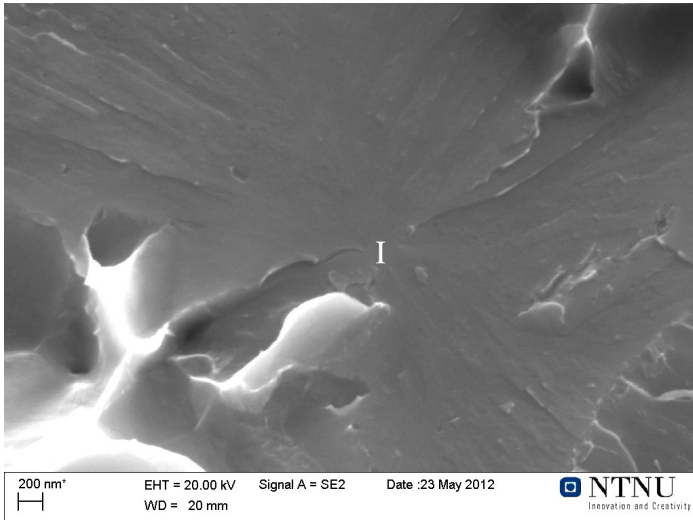
I prøve 2.15 ble det funnet to fasettområder. Det største fasettområdet ble funnet ca 0,7 mm over sprekkspissen, og er vist i figur 4.19, og det ser ut til å vokse direkte ut av utmattingsområdet. Den minste fasetten ligger rett over sprekkspissen, og er vist i figur 4.20. Det er vanskelig å si nøyaktig hvor den lille fasetten har initiert, men det ser ut til å være en tunge som leder opp fra sprekkspissen til det endelige bruddet.

Fasetten i prøve 6.15 ligger ca 1,5 mm over sprekkspissen og ble funnet svært nært det grove utmattingsområdet. Dette er vist i figur 4.21, der man kan se det grove utmattingsområdet øverst i figur 4.21(a). Det ser også i dette tilfellet ut til å være en tunge som leder opp til det endelige bruddet, men denne tungen har et tydelig initieringspunkt. Bruddet ser ut til å ha startet i punktet merket I i figur 4.21(b) for så å vokse et stykke oppover før en større fasett blir initiert ca 8 μm ovenfor.

Det ble også observert mye duktil sprekkvekst i sprekkspissen til noen av prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder. Prøve 3.15 er et eksempel på dette. I figur 4.22. vises det fine utmattingsområdet til prøve 3.15 der sprekkspissen vises nederst i bildet. Det er dimpler fra duktil sprekkvekst til høyre langs sprekkspissen. Avstanden mellom sprekkspissen og det grove utmattingsområdet er omtrent 0,7 mm.

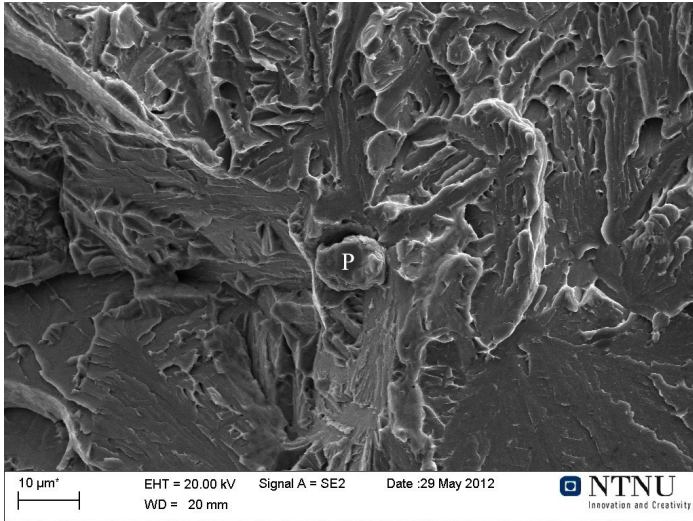


(a) Antatt initieringspunkt i firkant

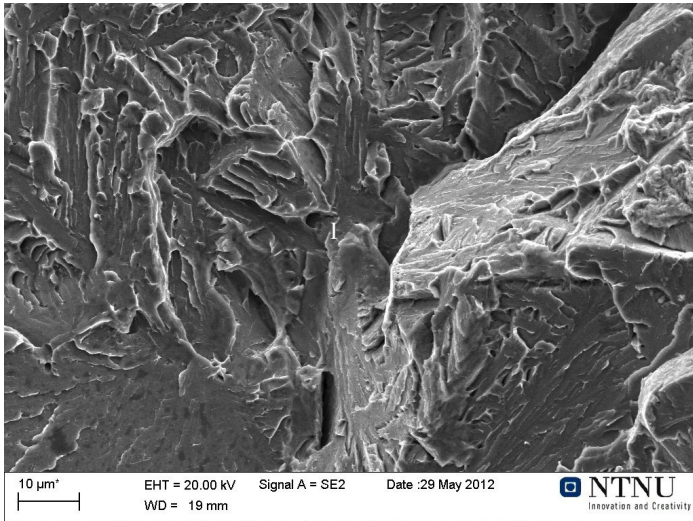


(b) Antatt initieringspunkt merket I

Figur 4.11: Uoversiktlig initieringsområde i prøve 5.5.

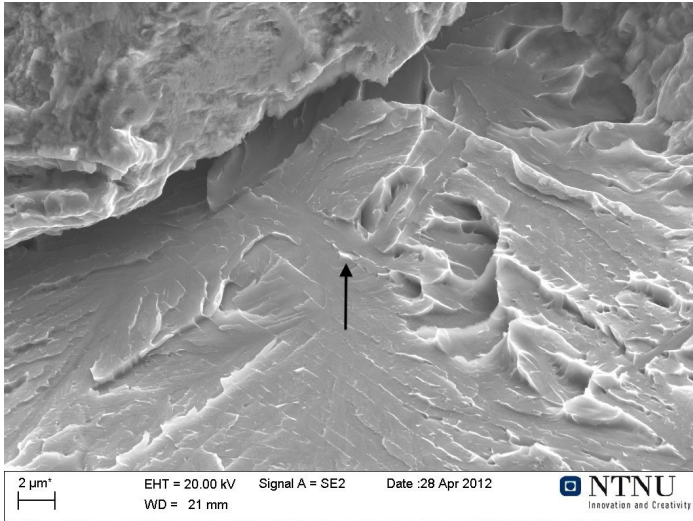


(a) Side a: Initiering i partikkel merket P

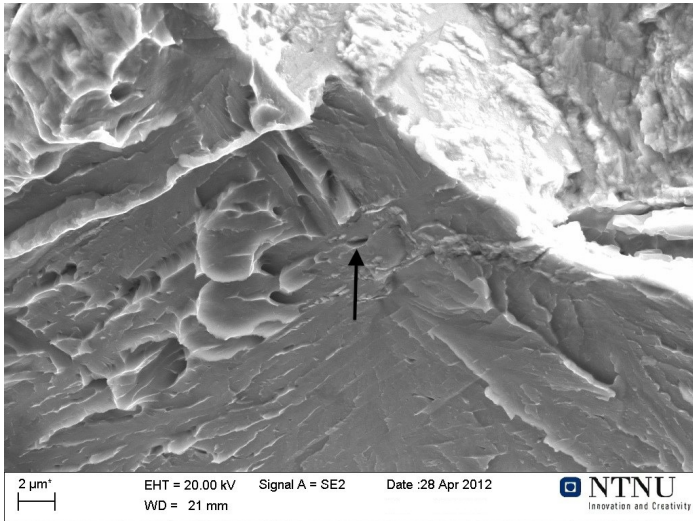


(b) Side b: Initiering merket I. Ingen antydning til hull etter partikkelen.

Figur 4.12: Motstående sider av initieringspunktet i prøve 6.5.

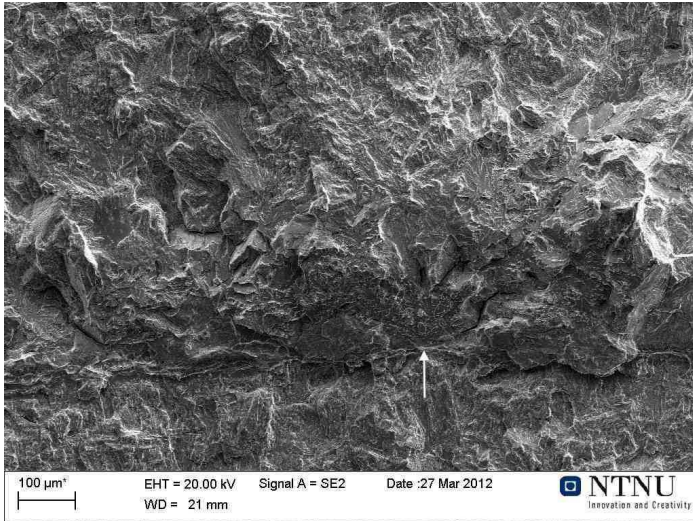


(a) Side a: Partikkelgroper nær initieringspunktet

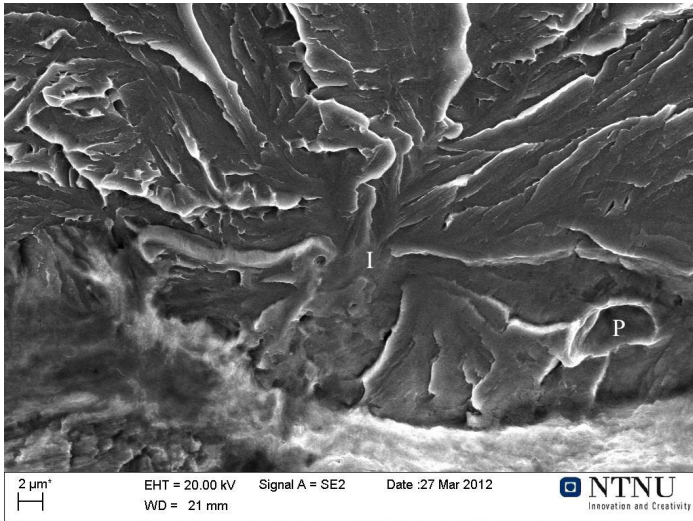


(b) Side b: Partikler nær initieringspunktet

Figur 4.13: Motstående bruddflater i prøve 7.5. Initieringspunktet er angitt med pil.

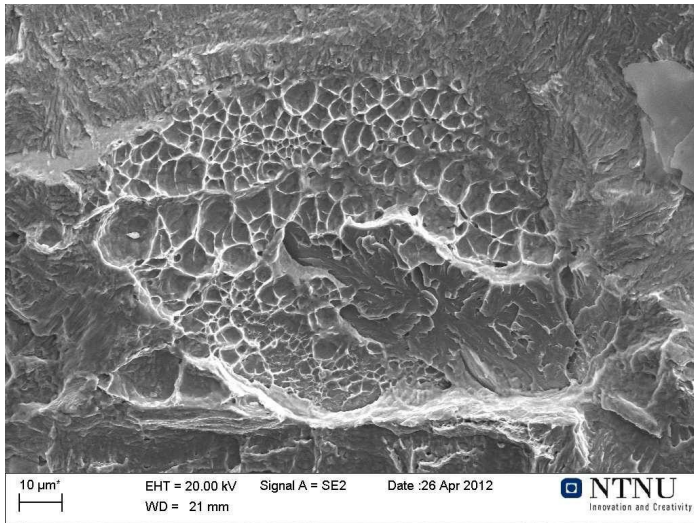


(a) Oversiktsbilde der initieringspunktet er angitt med pil

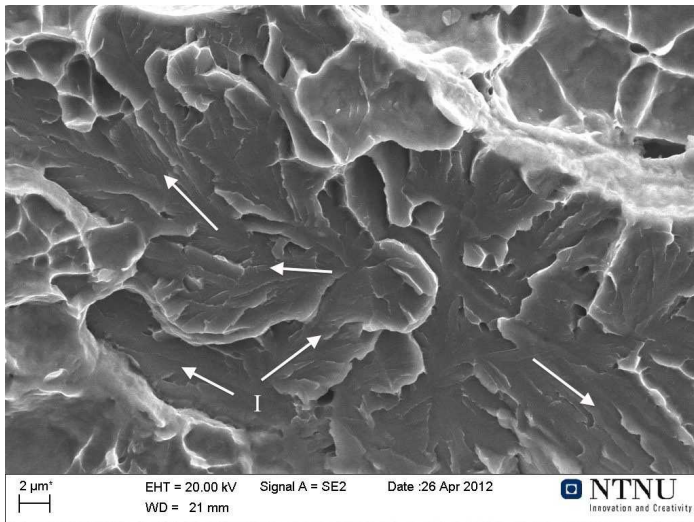


(b) Initieringspunkt merket I og partikkel merket P

Figur 4.14: Fasettområde i prøve 4.5 med initiering ved siden av en partikkel.

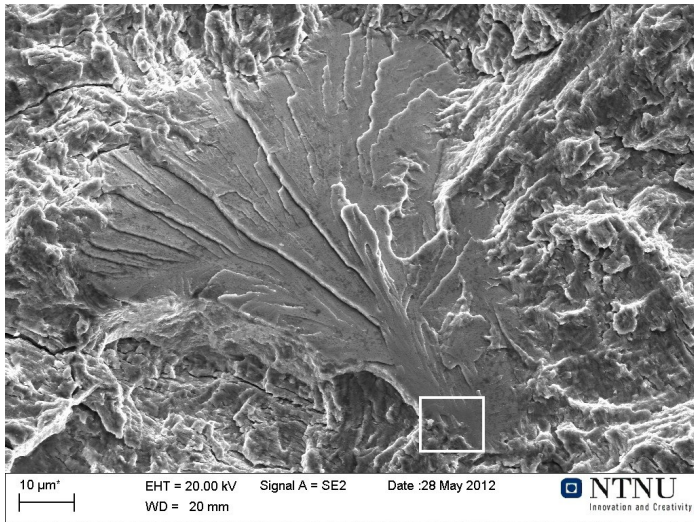


(a) Kløvningsfasett omringet av et duktilt område

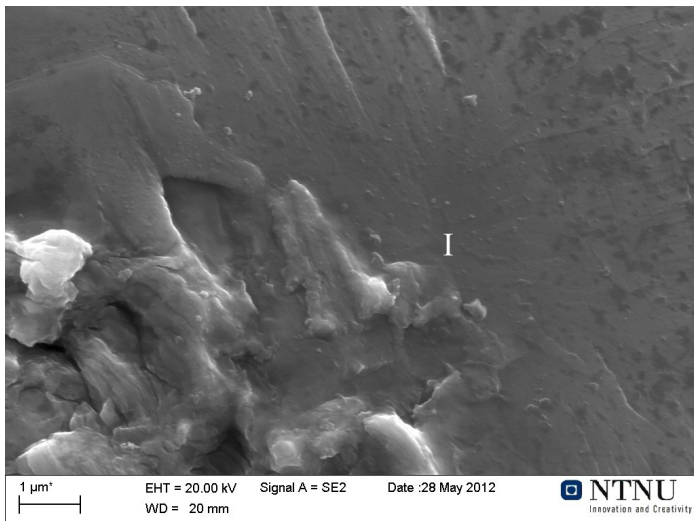


(b) Mulig initieringspunkt er merket I, og retningen på elvemønsteret er forsøkt vist med piler.

Figur 4.15: Fasetten i prøve 2.5.

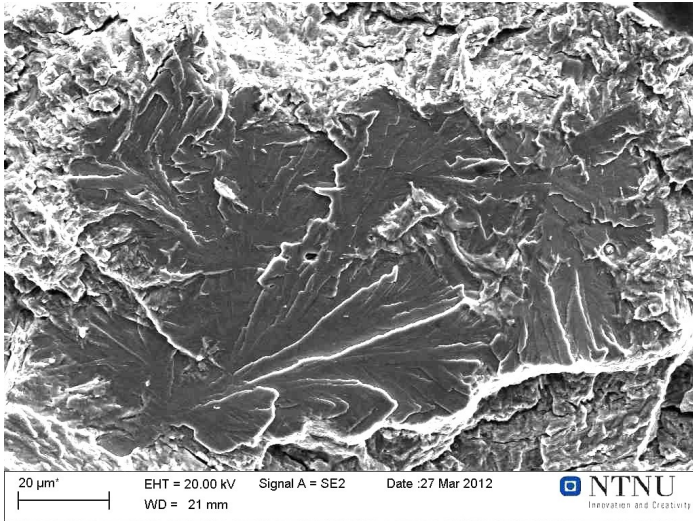


(a) Oversikt over fasettområde der initieringsområdet er merket med firkant.

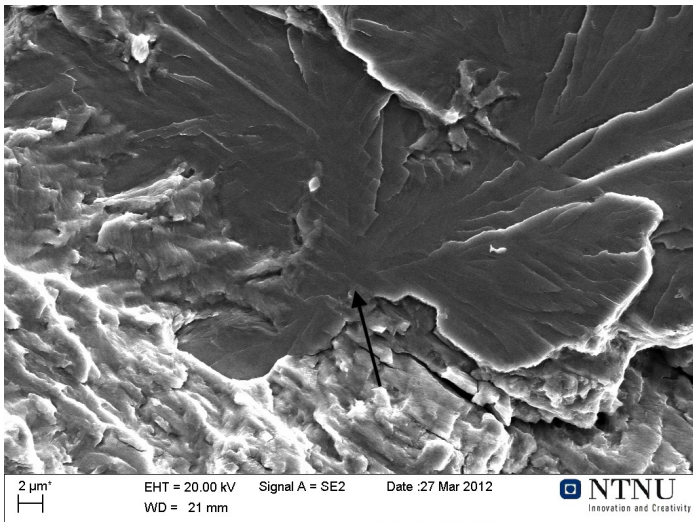


(b) Initieringspunktet merket I

Figur 4.16: Fasettområdet i prøve 5.15.

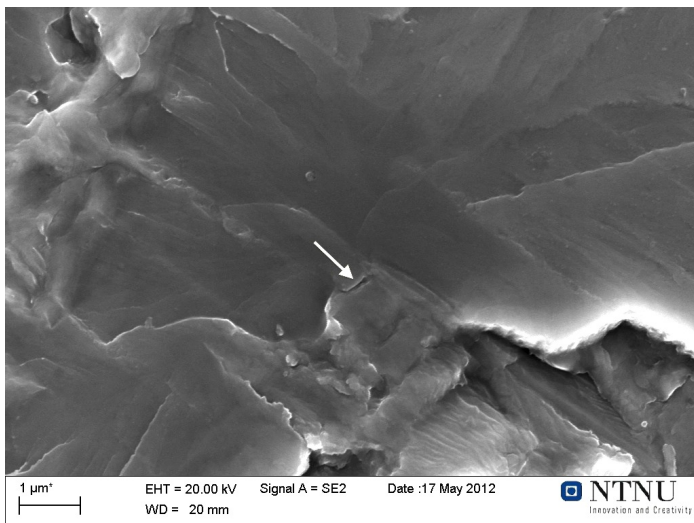


(a) Oversiktsbilde

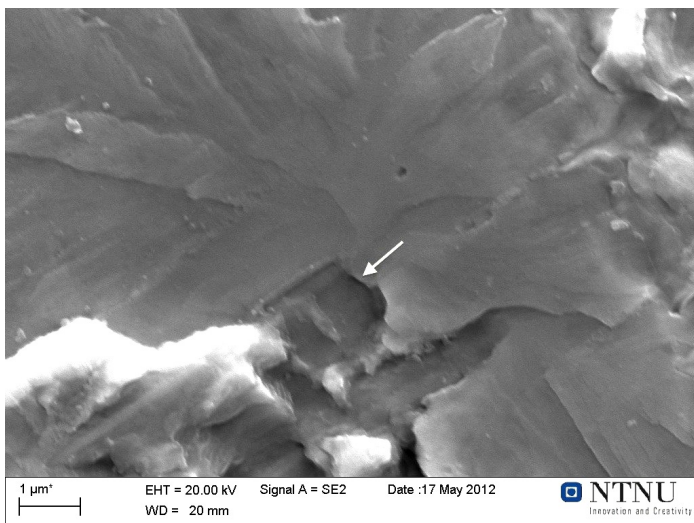


(b) Initieringspunktet er merket med pil

Figur 4.17: Fasett ca 0,5 mm ovenfor sprekkspissen i prøve 7.15.

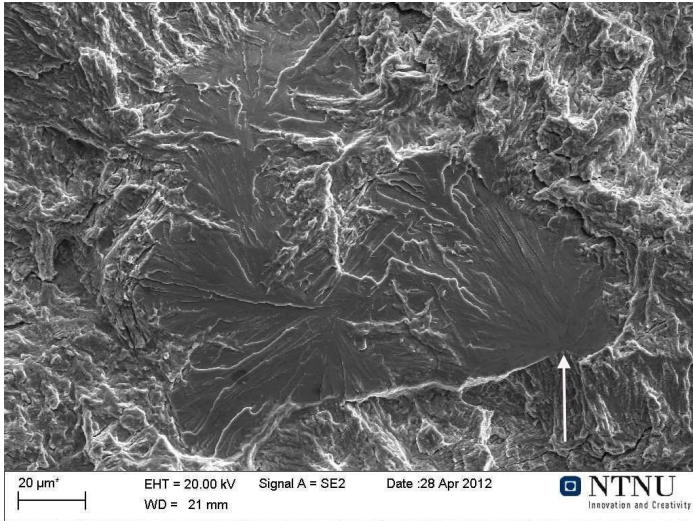


(a) Initieringspunkt rett over partikkel

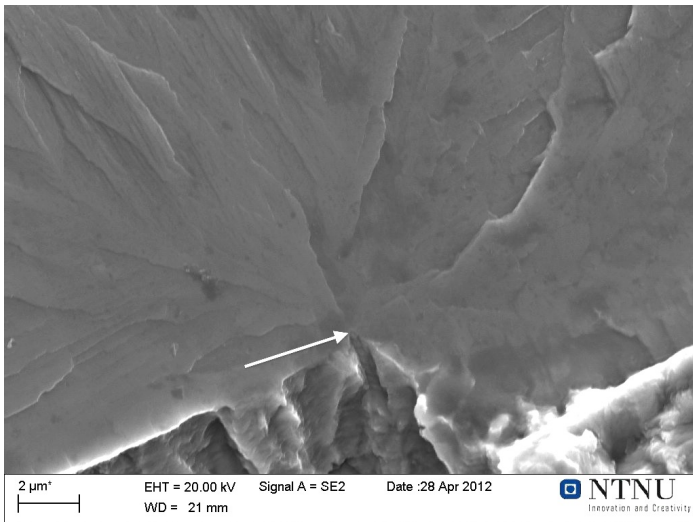


(b) Initieringspunkt rett over utrevet partikkel

Figur 4.18: Begge sider av initieringspunktet merket med pil i prøve 7.15.

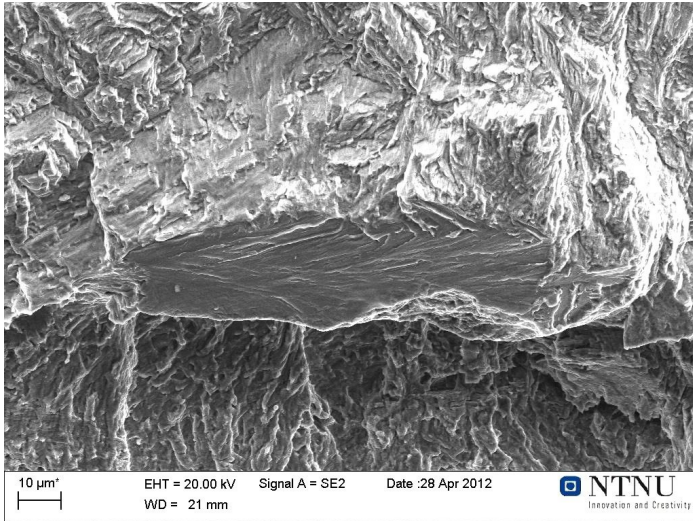


(a) Oversikt over fasettområde der initieringspunktet er merket med pil.

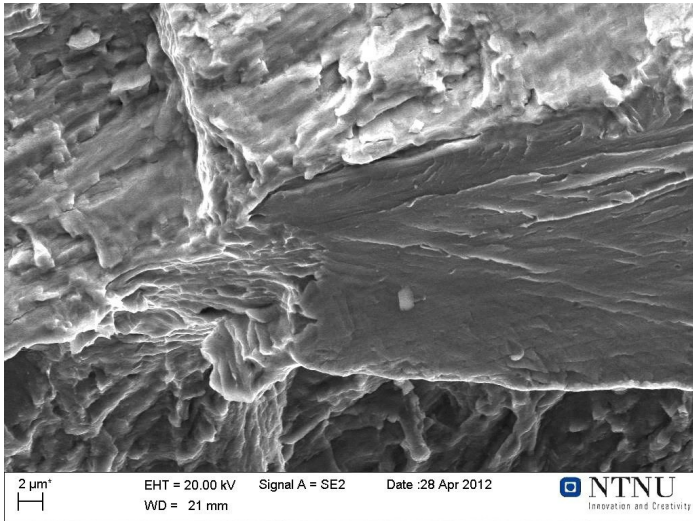


(b) Initieringspunktet merket med pil

Figur 4.19: Største fasettområde i prøve 2.15 er ca 0,6 mm over sprekkeispissen.

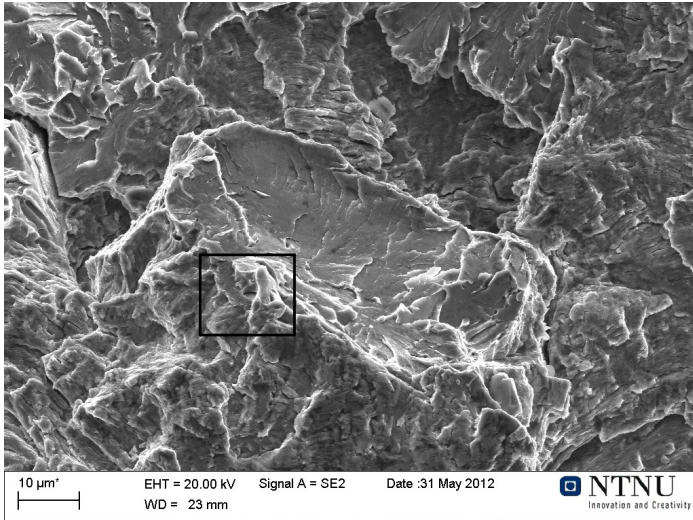


(a) Oversikt over kløvningsfasett.

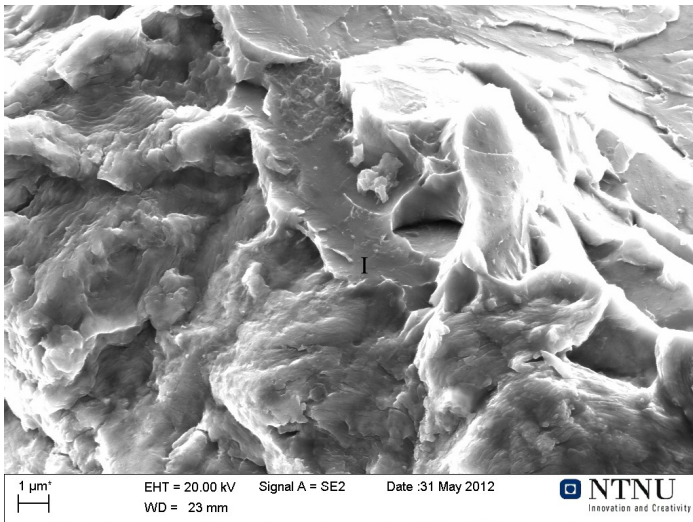


(b) Initieringspunktet

Figur 4.20: Minste fasettområde i prøve 2.15.

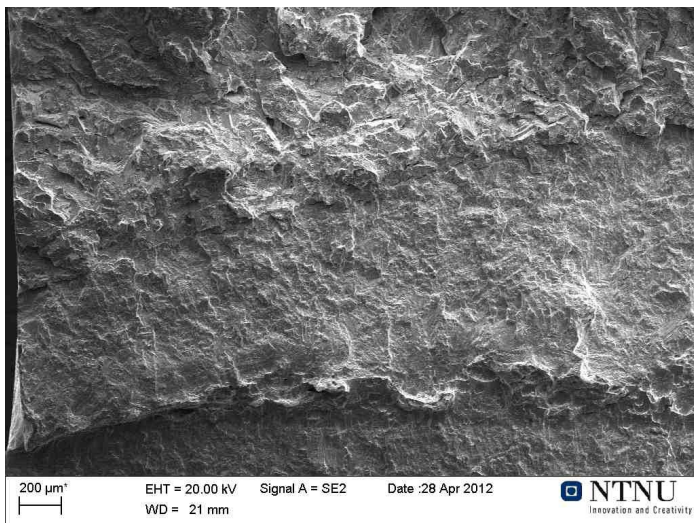


(a) Oversikt over kløvningsfasetten der initieringsområdet er merket med en firkant.



(b) Initieringspunktet merket I

Figur 4.21: Fasetten i prøve 6.15.



Figur 4.22: Det fine utmattingsområdet i prøve 3.15 med sprekkspissen nederst i bildet. Det er tydelig duktil sprekkvekst i sprekkspissen.

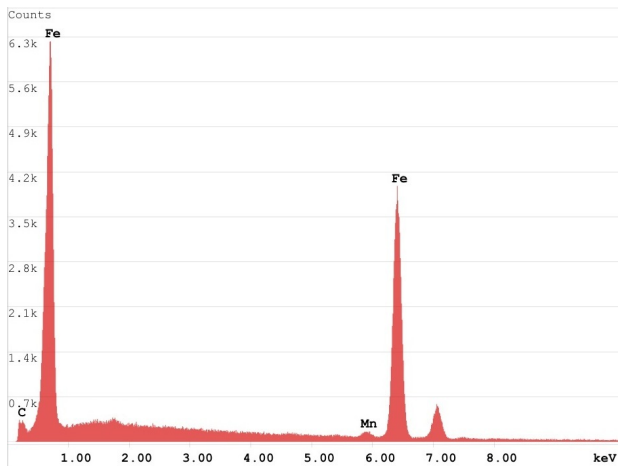
4.6 Kjemisk analyse av initieringsområdet

Det ble gjort EDS-analyse fra alle fasettene som ble funnet i SEM. I de fleste tilfellene viste analysen stålets sammensetning som vist i figur 4.23. Dette spekteret er fra et tilfeldig punkt i utmattingsområdet til en prøve med avkjølingshastighet på 5 sekunder.

4.6.1 Titan og silisium i initieringsområdet

I noen av prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder ble det funnet silisium i initieringsområdet. Den største mengden silisium ble funnet i prøve 4.5, 5.5 og 7.5.

I hullet etter den lille partikkelen i prøve 7.5 ble det funnet titan. Hullet er merket 1 i figur 4.24, og EDS-spekteret er vist i figur 4.25. Det ser også ut til å være små mengder silisium og svovel i hullet.



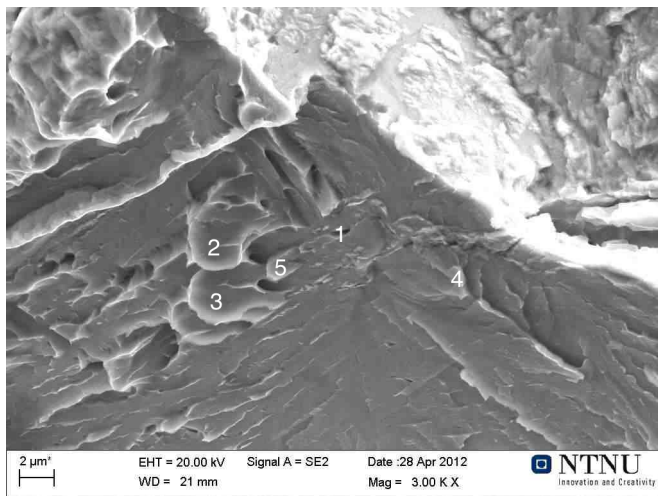
Figur 4.23: EDS-spektrum fra tilfeldig punkt i utmattingsområdet til en prøve med avkjølingstid på 5 sek.

Den største mengden silisium i denne prøven ble funnet i partiklene merket 2, 3 4 og 5 i figur 4.24. Resultatet av analysen i punkt 5 er vist i figur 4.26, og mengde silisium er omtrent den samme i alle partiklene.

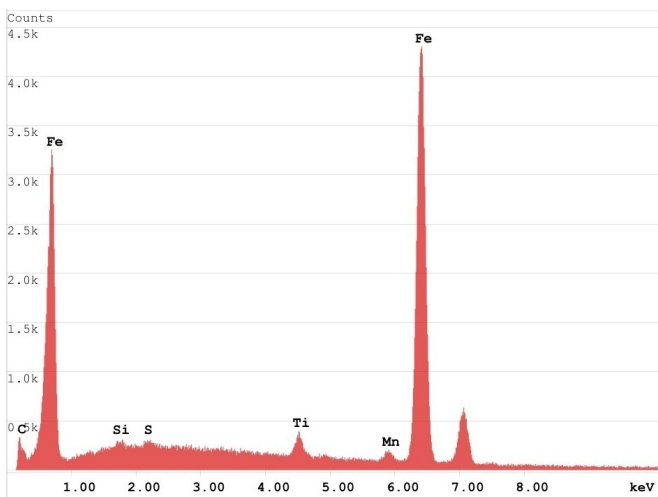
I prøve 4.5 ble det funnet silisium i et område nedenfor initieringspunktet i punktene 1 og 2 i figur 4.27. EDS-spektrene fra disse punktene var så og si identiske, og spekteret fra punkt 1 er vist i figur 4.28. Initieringspunktet og partikkelen som ligger henholdsvis i punkt 3 og 4, har mindre silisium. EDS-spekteret fra partikkelen er vist i figur 4.29 og tilsvarer spekteret for initieringspunktet.

Spektrene fra prøve 4.5 og 7.5 har også en karbontopp som er noe høyere enn karbontoppen fra det tilfeldige punktet i utmattingsområdet. Dette kan sees dersom man sammenligner karbontoppen i figur 4.25, 4.26, 4.28 og 4.29 med karbontoppen i figur 4.23.

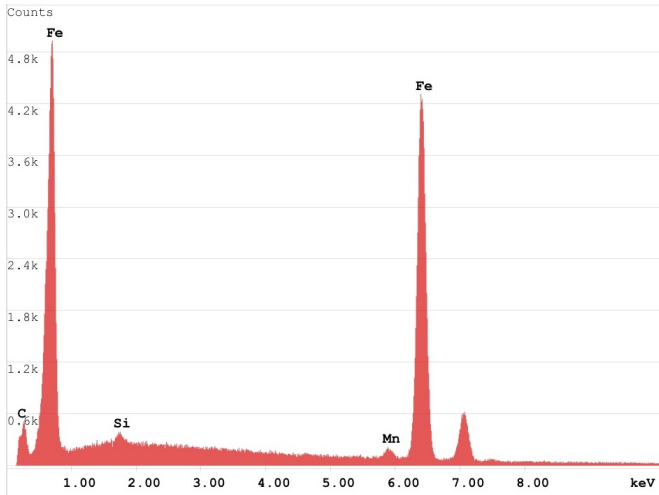
Den største mengden silisium ble funnet på siden av det som ser ut som en partikkel i prøve 5.5. Området er merket 1 i figur 4.30, og EDS-spekteret er vist i figur 4.31.



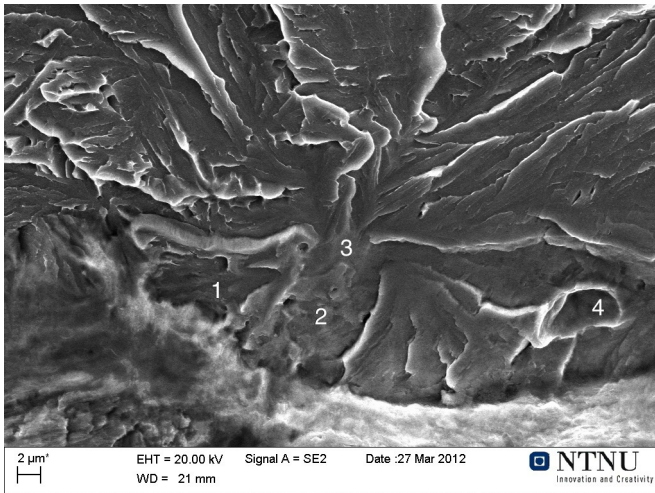
Figur 4.24: Fem punkter det ble utført EDS på i prøve 7.5.



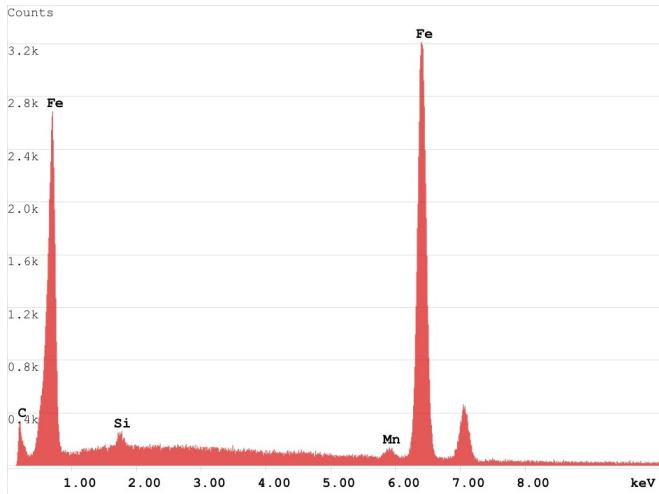
Figur 4.25: EDS-spektrum fra punkt 1 i prøve 7.5.



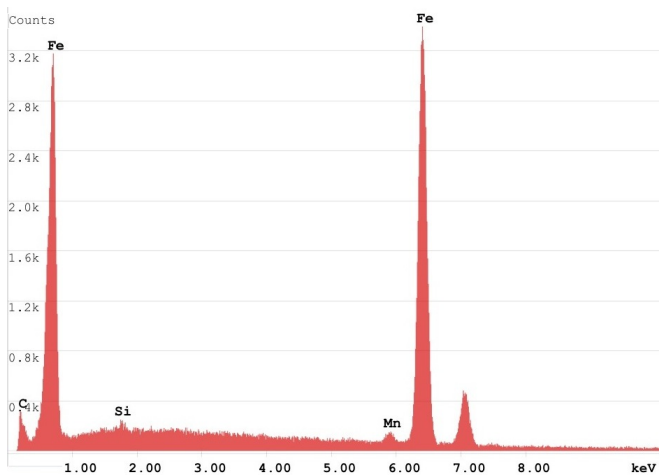
Figur 4.26: EDS-spektrum fra punkt 5 i prøve 7.5 tilsvarer også punkt 2, 3 og 4.



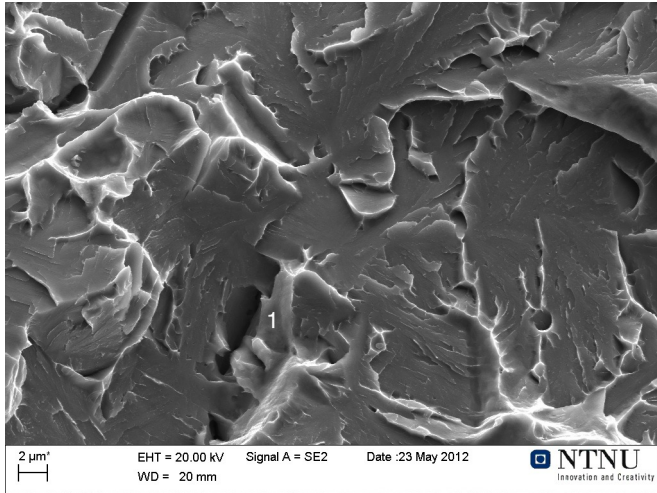
Figur 4.27: Fire punkter det ble utført EDS på i prøve 4.5.



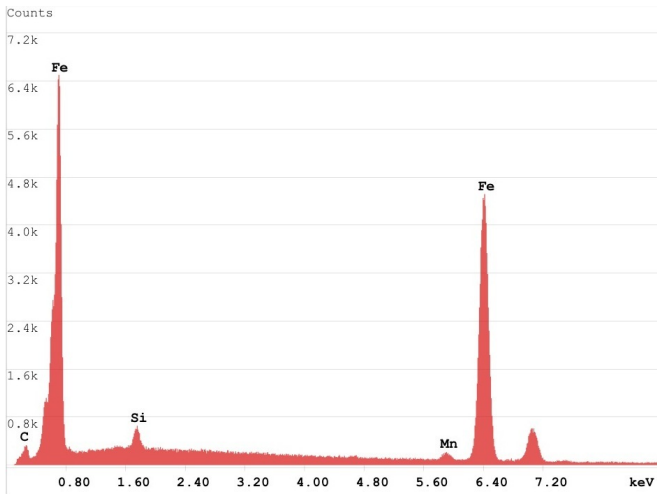
Figur 4.28: EDS-spektrum fra punkt 1 i prøve 4.5 tilsvarer også punkt 2.



Figur 4.29: EDS-spektrum fra punkt 4 i prøve 4.5 tilsvarer også punkt 3.



Figur 4.30: Punkt med størst mengde Si merket 1 i prøve 5.5.



Figur 4.31: EDS-spektrum fra punkt 1 i prøve 5.5.

4.7 Areal av fasetter og avstand mellom initieringspunkt og sprekkspiss

Arealet av fasettområdene og avstanden mellom initieringspunktet og sprekkspissen i alle prøvene ble målt fra bilder tatt i SEM. Resultatet av dette er vist i tabell 4.1. Ettersom det ikke var mulig å se initieringspunktet til de anløpningsfargede fasettområdene var det ikke mulig å måle lengden fra initieringspunktet på disse prøvene. Resultatene fra tabell 4.1 er fremstilt grafisk i figur 4.32, 4.33 og 4.34.

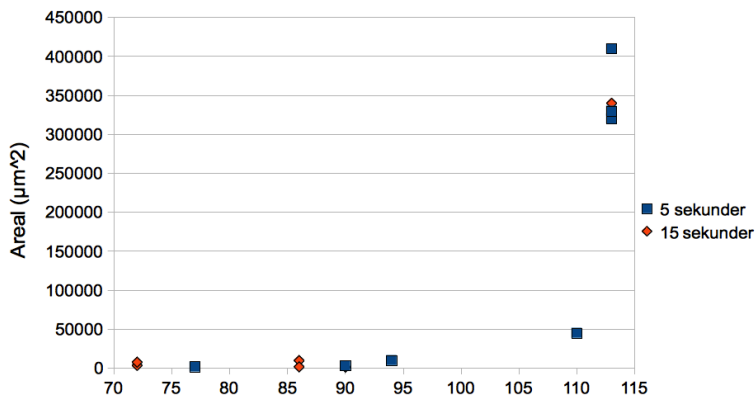
I figur 4.32 er arealet av fasettene plottet mot det største AE-signalet i hver prøve. Ved første øyekast ser det ut til at arealet øker gradvis med AE-signalet, og går til en metning når AE-signalet blir høyere enn 110 db. Det er altså en sammenheng mellom fasettarealet og AE-signal.

Dersom man ser nærmere på prøvene med AE-signal under 100 db ser denne sammenhengen noe annerledes ut. Dette er vist i figur 4.33. Prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder ser ut til å følge sammenhengen, men noen av fasettene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder skiller seg ut. Arealet av fasetten i prøve 5.15 og prøve 7.15 er noe større enn forventet. I prøve 2.15 ble det funnet to fasetter. Begge fasettene er plottet i figur 4.33. Arealet av den minste fasetten som ligger rett ved sprekkspissen, ser ut til å passe best inn i grafen.

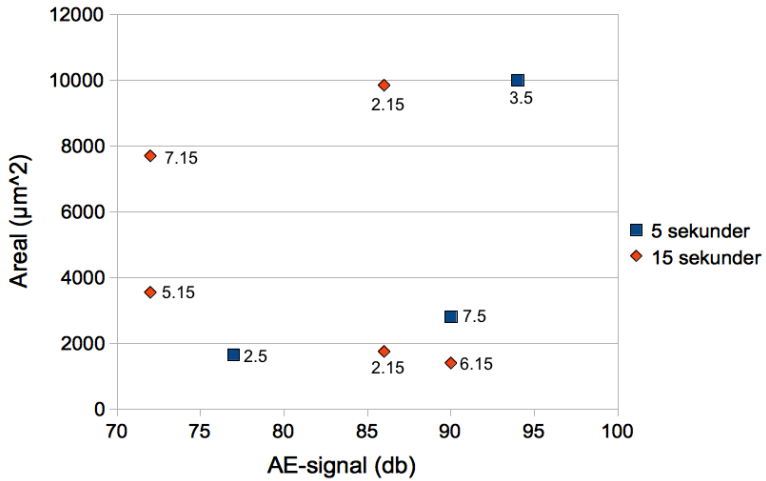
Ved å plote avstanden mellom fasettenes initieringspunkt og sprekkspissen mot CMOD ser det ut til å være en tilnærmet lineær sammenheng. Igjen ser det ut til at den minste fasetten i prøve 2.15 passer best inn i grafen. Dette er vist i figur 4.34.

Tabell 4.1: Oversikt over prøvene med tilhørende AE-signal, CMOD-verdi, CTOD-verdi, antall fasettområder, fasettstørrelse og avstand mellom sprekkspiss og initieringspunkt.

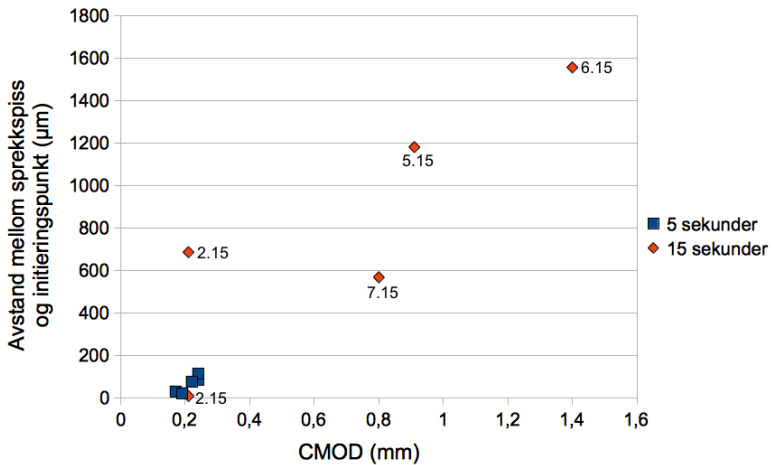
Prøve	AE-signal [db]	CMOD [mm]	CTOD [μm]	Antall fasett- områder	Areal av fasett [μm^2]	Lengde fra sprekk- spiss [μm]
1.5	133	0,22	50	1	410000	-
2.5	77/(56)	0,17	35	1	1650	31
3.5	94/861)	0,17	35	1	10000	-
4.5	113	0,19	43	1	320000	23
5.5	113	0,24	58	1	330000	85
6.5	110/(53)	0,24	58	1	45000	115
7.5	90	0,22	50	1	2800	77
1.15	113	0,17	35	1	340000	-
2.15	86	0,21	50	2	9850	687
					1750	10
3.15	63	0,95	263	0	-	-
4.15	75	0,24	58	0	-	-
5.15	72	0,91	251	1	3550	1182
6.15	90	1,4	368	1	1400	1557
7.15	72/(57)	0,8	228	1	7700	569



Figur 4.32: Areal av største fasett plottet mot største AE-signal i hver prøve.



Figur 4.33: Areal av alle fasetter i hver prøve plottet mot AE-signal under 100 db.



Figur 4.34: Lengde mellom fasettens initieringspunkt til sprekspissen plottet mot CMOD.

5 Diskusjon

5.1 Mikrostruktur

Det ser ut til å være mer martensitt i prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder enn i prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder. Dette er sannsynlig siden den ble avkjølt raskere fra austenitt-området. I figur 2.1 ser man av CCT diagrammet at stål med lavest avkjølingstid vil få dannet mest martensitt. Prøven med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder vil treffe lengre inn på bainittnesen og dermed få dannet mer bainitt.

Det ble også funnet partikler i mikrostrukturen. I prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder ble det funnet runde partikler på de tidligere austenittkorngrensene, som kan sees i figur 4.3(a). Disse partiklene har en størrelse på mellom 5 og 8 μm , og har samme lyse farge som bainittstrukturen. Det er vanskelig å si hva disse partiklene kan være. Ettersom martensitt blir farget brun av nitaletsen er det lite sannsynlig at disse partiklene inneholder mye martensitt og er derfor trolig ikke MA-partikler. På grunn av plasseringen og den lyse fargen er en mulighet at det kan være korngrenseferritt.

Mindre brune og massive partikler ble også funnet i mikrostrukturen. Disse partiklene er på omtrent 3 μm og kan sees i figur 4.3(b). Ettersom de er farget brune under etsingen med nital er det sannsynlig at de inneholder mye martensitt, og en mulighet er derfor at de er MA-partikler.

Ettersom stålet kun ble sveisesimulert i en syklus for å danne CG HAZ vil ikke MA-partikler dannes i like stor grad som hvis stålet hadde blitt sveisesimulert i to sykluser for å danne ICCG HAZ. I følge Bonnevie et. al. [16] vil det dannes flere store MA-partikler på over 5 μm i ICCG HAZ. Dette ser man mindre av i CG HAZ, og dette er en av grunnene til at MA-partikler er mer forbundet med bruddinitiering i ICCG HAZ enn i CG HAZ.

I prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder ble det funnet noen forlengede partikler, i tillegg til massive partikler. Begge typene partikler ser ut til å være farget brune av nital-etsen. Den tynne partikkelen som er merket med pil i figur 4.4(b) ser ut til å ligge på

tvers av en bainittblokk. Dersom dette er en MA-partikkel vil den ha en annen beliggenhet enn det som er beskrevet av Davis et al. [17] og Cuixin et. al. [21] som sier at de forlengede MA-partiklene ligger i lagene mellom bainitten og martensitten. Dersom man ser rett nedenfor og litt over og til høyre for partikkelen merket med pil kan det se ut som det ligger forlengede brune partikler mellom bainittlagene. Disse er på samme størrelse som partikkelen merket med pil og har en plassering som stemmer med Davis et al. [17] og Cuixin et. al. [21] dersom dette er MA-partikler.

Cuixin et. al. [21] viste også at formen på MA-partiklene i CG HAZ varierer med avkjølingshastigheten. Ved økende avkjølingstid vil man få en økende mengde forlengede MA-partikler. Dette stemmer med denne forfatterens observasjoner ettersom det ikke ble funnet forlengede brune partikler i prøven med lavest avkjølingstid. I denne oppgaven ble det brukt en annen ståltipe, som blant annet inneholder mer karbon og silisium, enn ståltypen som ble brukt av Cuixin et al. [21]. Dette kan forklare hvorfor partiklene i denne oppgaven er større enn de som ble funnet i arbeidet til Cuixin et al. [21], siden både karbon og silisium fremmer vekst av MA-partikler.

For å undersøke ytterligere om stålprøvene inneholder MA-partikler ble en prøve av hver avkjølingstid etset med LePera. Det vil gjøre eventuelle MA-partikler lyse og resten av stålet blå og oransje. Flere lyse partikler ble funnet i samme størrelsesorden som de brune nital-etsede partiklene. Også i dette tilfellet ble det kun funnet lange partikler i prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder. Dette støtter teorien om at de brune partiklene i de nital-etsede prøvene er MA-partikler. En feilkilde med LePera-etsing er at det fremhever store karbider på samme måte som martensitt. Derfor kan det tenkes at noen av de minste lyse partiklene i figur 4.5 er karbider og ikke MA-partikler. Det ble ikke funnet runde partikler på korn grensene. Dette støtter teorien om at disse partiklene ikke er MA-partikler.

Flekkene som ble funnet på begge prøvene som ble etset med LePera er sannsynligvis artefakter som har oppstått under etsing. Ettersom det ble funnet flekker på hele prøveoverflaten, også i grunnmaterialet, er det usannsynlig at det er MA-partikler. Flekkene er

også i de fleste tilfeller for store til å være karbider.

5.2 Kløvningsfasetter

Kløvningsfasettene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder var i hovedsak mer topografiske og uoversiktlige enn kløvningsfasettene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder. Fasettområdene hadde også flere fasetter og var generelt sett større enn fasettområdene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder. Likevel var størrelsen på fasettene i hvert fasettområde i disse prøvene mindre. Grunnen til det er sannsynligvis at de tidligere austenittkornene er større i prøvene som ble avkjølt saktere, ettersom disse prøvene oppholdt seg over lengre tid i austenittområdet. Dette fører til større bainittpakker inne i kornene. I følge Johnson et al. [26] er det en sammenheng mellom pakkestørrelsen og størrelsen på kløvningsfasettene slik at større bainittpakker vil gi større fasetter.

5.2.1 Fasettenes beliggenhet

De største fasettområdene som ble funnet hadde initiering ved sprekkspissen. Prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder hadde flest av de store fasettområdene. Dette stemmer bra med arbeidet til Salvesen [33] der det ble funnet færre store fasettområder i prøve 15A og 15C som ble simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder, enn i prøve 5A som ble simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder.

Fasettområdene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder ligger som regel mye lengre vekk fra sprekkspissen enn fasettområdene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder. I de fleste tilfeller ligger de mer enn en halv millimeter fra sprekkspissen. Unntakene er det anløpningsfargede fasettområdet i prøve 1.15 som er svært stort, og den lille fasetten i prøve 2.15 som begge ligger ved sprekkspissen.

Ettersom et av fasettområdene i prøve 2.15 ligger langt forbi sprekkspissen selv om CMOD-verdien er forholdsvis lav, kan det settes spørsmålstegn ved at dette fasettområdet ble dannet under bøyning. I figur 4.34 ser det ut til at det er et tilnærmet lineært

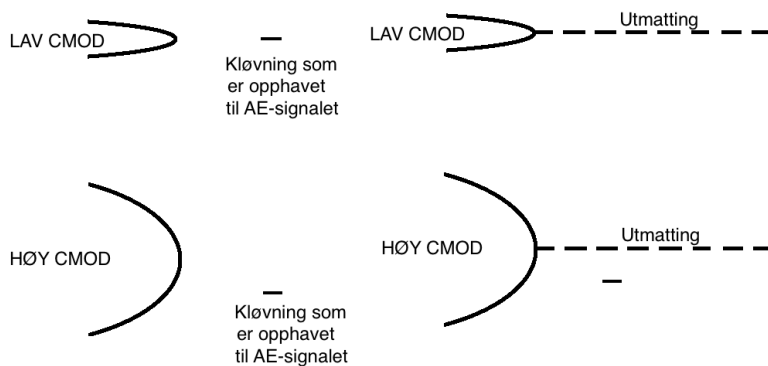
forhold mellom CMOD-verdien og lengden mellom initieringspunktet og sprekkspissen. Den ene fasetten i prøve 2.15 skiller seg imidlertid ut. CMOD-verdien for denne prøven er på størrelse med CMOD-verdiene for prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder. Det vil derfor forventes å finne fasettområdet som gav opphav til AE-signalet nær sprekkspissen. Denne prøven har to fasettområder. Det blir derfor det minste fasettområdet, som ligger nærmest sprekkspissen, som blir antatt å være opphavet til AE-signalet. Den største fasetten kan være et resultat av utmattingen. Ved å se nærmere på figur 4.19 ser det ut til at det er utmattingsstriasjoner hele veien frem til initieringspunktet. Dette styrker antagelsen om at fasettområdet har oppstått under utmatting.

I prøve 3.15 og 4.15 ble det ikke funnet noe fasettområde. Prøve 4.15 er en av de anløpningsfargede prøvene. Et fasettområde i denne prøven ville ikke blitt oppdaget dersom det ikke var i kontakt med sprekkspissen under oppvarming og derfor ikke blitt farget. Flere av fasettområdene i de andre prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder ligger langt over sprekkspissen, men disse prøvene har også en høy CMOD-verdi. Prøve 4.15 har en CMOD-verdi som tilsier at et eventuelt fasettområde burde ligge i nærheten av sprekkspissen. Dette betyr likevel ikke at fasettområdet må være i kontakt med den.

Prøve 3.15 har en forholdsvis høy CMOD-verdi på 0,95 mm. Ved å sammenligne med prøve 5.15 som har en CMOD-verdi på 0,91 og et fasettområde med initiering som ligger mer enn 1 mm over sprekkspissen kan man anta at også denne prøven ville ha en fasett i en liknende avstand fra sprekkspissen. Den minste avstanden som ble målt mellom sprekkspissen og det grove utmattingsområdet var omtrent 0,7 mm i prøve 3.15. Det er derfor en mulighet for at et eventuelt fasettområde kan ligge gjemt i det grove utmattingsområdet.

Ettersom prøve 3.15 har det laveste AE-signalet av alle prøvene på 65 db er det mulig dette er kun bakgrunnsstøy. Dette vil også forklare hvorfor det ikke ble funnet et fasettområde i denne prøven. En annen mulighet er at ettersom CMOD-verdien er stor vil det være mindre sannsynlig å treffe fasettområdet som oppstod under

bøyningen når prøven utmattes. Mekanismen for dette er forsøkt vist i figur 5.1. Når CMOD-verdien er lav er sprekken spissere og det gir et mindre område for å starte utmattingen. Når CMOD-verdien er høy blir sprekken rundere og det gjør det mulig for utmattingen å starte litt over eller under kløvningen slik at utmattingssprekken ikke treffer den.



Figur 5.1: Ved lav CMOD-verdi er det større sannsynlighet for at utmattingen treffer kløvningen som har gitt opphav til AE-signalet.

Ved bøyning av prøvene ligger den maksimale strekkspenningen i følge Ohya et al. [23] i en avstand fra sprekkespissen lik omtrent 2,5 ganger CTOD-verdien. Initieringspunktene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder ble funnet mye nærmere sprekkespissen enn dette. Dette stemmer bra med arbeidet til Ohya et al. [23] som sier at initieringspunktene ligger i hovedsak nærmere sprekkespissen enn der maksimal strekkspenning er. Dette tyder på at tøyning kombinert med triaksial spenning også kan forårsake brudd-initiering.

Prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder skiller seg i midlertid ut. Det eneste fasettområdet som ligger nærmere sprekkespissen enn 2,5 ganger CTOD-verdien, er det minste fasettområdet i prøve 2.15. Det største fasettområdet i prøve 2.15 ligger hele 13,7 ganger CTOD-verdien fra sprekkespissen. Dette vil si at det har vært lave

spenninger i dette området under bøyning, og det er derfor usannsynlig at det ville forekomme sprøbrudd der. Dette styrker antakelsen om at denne fasetten ikke gav opphavet til AE-signalet, men oppstod i stedet under utmatting.

5.2.2 Duktilt område

Fasettområdet i prøve 2.5 skiller seg ut fra de andre ved at det er delvis omringet av et duktilt område. Dette er vist i figur 4.15. I arbeidet til Salvesen [33] ble det også funnet flere fasetter som har blitt etterfulgt av duktil sprekkvekst i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder. Det ble ikke funnet slike områder i prøver med andre avkjølingstider i Salvesens eller dette arbeidet. I følge Salvesen er grunnen til slik sprekkvekst selvanløpt martensitt som er mer duktil en bainitten. Fasetten blir låst av det duktile området og ikke vil forplante seg videre i stålet. Likevel kan en slik sprekk medvirke til brudd andre steder i prøven som følge av en endring i spenningsfordelingen som man får rundt bruddet, dersom prøven blir bøyd videre.

Det var også vanskelig å si hvor bruddfasetten ble initiert i prøve 2.5. Ved første øyekast ser det ut til at initieringen startet omtrent midt i fasetten, til venstre for det som ser ut som en rund partikkel. Ved å se nærmere på prøven er det tydelig at initieringen oppstod lengre nede i fasetten ovenfor en dimpel. Initieringen er merket I i figur 4.15. Det ser ut til at elvemønstrene går utover fra dette området og opp til det som ser ut som en partikkel, for så å gå utover derifra igjen. Det er vanskelig å si hva som er grunnen til at bruddet initierte der det gjorde. Dett kan kanskje ha vært spenninger i stålet i initieringspunktet på grunn av partiklene like ovenfor. Partiklene er på størrelse med partiklene funnet i mikrostrukturen og kan derfor antas å være MA-partikler Den duktile bruddveksten ble antatt å ha startet etter sprøbruddet ble initiert og har derfor ikke påvirket bruddinitieringen.

5.2.3 Partikler i og ved siden av initieringspunktet

De fleste prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder har partikler ved siden av initieringspunktet. Det beste eksemplet på det er prøve 7.5. Der ser man tydelig partikler på rundt 3 μm ved siden av initieringspunktet i figur 4.13. Disse partiklene er på størrelse med den brune partiklene som ble funnet i utkanten av et bainittområde i den nital-etsede mikrostrukturen vist i figur 4.3(b), og de lyse partiklene fra den LePera-etsede mikrostrukturen er vist i figur 4.6. Det er derfor sannsynlig at dette er samme type partikler. På grunn av den brunlige fargen de fikk av nital-etsingen og den lyse fargen av LePera-etsingen er det derfor sannsynlig at de inneholder mye martensitt, Det kan derfor være MA-partikler.

En partikkel med en størrelse på omtrent 6 μm ble også funnet i fasetten i prøve 4.5. Den ligger omtrent 20 μm fra initieringspunktet, noe som er for langt unna til at det er sannsynlig at den har bidratt til bruddet på grunn av spenninger rundt den. Det er mulig bruddet har oppstått i skjæringspunktet mellom noen bainittpakker som beskrevet av Ohya et al. [23].

Prøve 6.5 skiller seg ut fra de andre prøvene siden den har en rund partikkel på omtrent 8 μm i initieringspunktet. Partikkelen kan sees i figur 4.12(b). Det ble også funnet runde partikler i samme størrelsesorden i de tidligere austenittkorgrensene i mikrostrukturen som ble etset med nital. Dette kan sees i figur 4.3(a). Disse partiklene har samme farge som bainittstrukturen, og er derfor sannsynligvis ikke MA-partikler. Det ble heller ikke funnet like store lyse partikler i den LePera-etsede mikrostrukturen, noe som styrker denne antakelsen. Det er vanskelig å si hva disse partiklene er. En mulighet kan som nevnt være korgrenseferritt.

Prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder er flatere og man ser ikke like mange partikler i fasettoverflaten. I prøve 5.15 og 7.15 ser det ut til å være en partikkel på henholdsvis 2 og 1 μm rett nedenfor initieringspunktet. Partikkelen i prøve 5.15 ser ut til å ha blitt revet ut av stålmatris. Den er på størrelse med de brune massive partiklene som ble funnet i mikrostrukturen, og det kan derfor tenkes at den er en MA-partikkel. Ettersom den ligger rett ved siden av initieringspunktet er det mulig det ble laget en mikrosprekk mel-

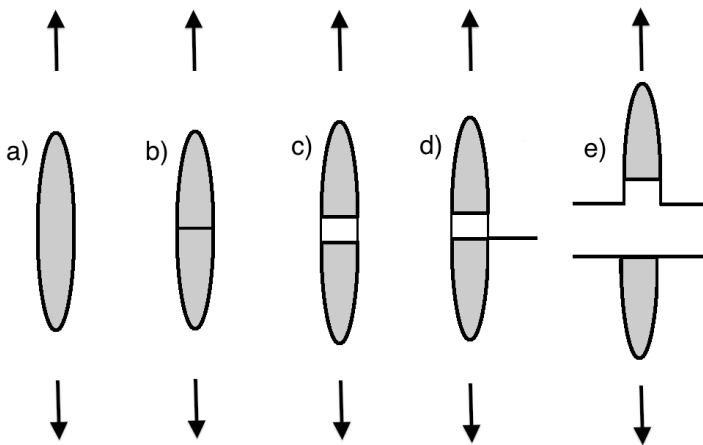
lom partikkel og matriks som skapte spenninger i stålet rundt den. Dette kan ha ført til brudd. Denne mekanismen er beskrevet av Davis et al. [17] i bilde 4 i figur 2.18.

I prøve 7.15 ser elvemønsteret ut til å stråle ut ifra en partikkel. Dette kan sees i figur 4.18. På side b kan man se en mindre avlang partikkel inne i hullet fra den opprinnelige partikkelen. Ved å se nærmere på side a kan man finne gropen av samme avlange partikkel som ligger i hullet på side b. Dette tyder på at partikkelen ikke har falt ut av hullet og ligger i stedet inne i stålet på side a. Ettersom partikkelen er på kun $1 \mu\text{m}$ i diameter er det lite trolig at den kan ha forårsaket bruddet dersom det er en massiv partikkel. Hvis man tenker seg at partikkelen er enden på en avlang partikkel og fortsetter nedover i stålet blir det mer sannsynlig at den kan ha ført til bruddet. Det ble funnet avlange partikler i mikrostrukturen både ved etsing med nital og LePera. Dette gjør det mer trolig at det er enden på en avlang MA-partikkel.

Avlange MA-partikler fører til brudd i stålet ved først å sprekke opp på tvers slik at man får en mikrosprekk. Denne sprekken forplanter seg videre i stålet. Dette er beskrevet av Davis et al. [17] i bilde 1 i figur 2.18, og Lambert et al. [32] i figur 2.19. Ettersom det er et hull på den ene siden av bruddet og partikkelen ikke ser ut til å stikke opp av stålet på den andre siden, kan det antas at sprekken i partikkelen åpnet seg i strekkretningen en stund før bruddet forplantet seg til stålet. Dette er forsøkt vist i figur 5.2.

5.2.4 Sammensetningen av partikler og stålet i initieringsområdet

I prosjektoppgaven utført av forfatteren høsten 2011 [6] ble det funnet slagpartikler i mange av initieringspunktene til prøvene som ble sveisesimulert for å oppnå mikrostrukturen til CG HAZ. Disse prøvene ble preparert på samme måte som prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder. I denne oppgaven ble det ikke funnet slike partikler. Grunnen til det kan være at fasettene som ble funnet høsten 2011 er et resultat av utmattingen og ikke AE-signalet. Det var i mange tilfeller vanskelig å skille utmattingsområdet fra faset-



Figur 5.2: Brudd i tynn partikkel. Pilene viser strekkretningen. a) Tynn MA-partikkel. b) Brudd i partikkelen vinkelrett på strekkretningen. c) En mikrosprekk blir dannet mellom de to delene av partikkelen. d) Bruddet forplanter seg i stålet fra kanten av den ene partikkeldelen. e) Motstående bruddsider. Den ene siden har et hull som følge av mikrosprekken og den andre siden er tilnærmet flat.

tene på grunn av den grove utmattingsstrukturen. Siden det ble brukt lavere spenningsintensitetsverdi under utmattning av prøvene i denne oppgaven fikk prøvene en finere utmattingsstruktur og samme problem oppstod ikke. Derfor kan man med stor sikkerhet si at fasettområdene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder er opphavet til AE-signalet.

En annen grunn til at det ikke ble funnet slagpartikler i initieringspunktene kan være at det disse partiklene kun finnes i lokale områder i prøven. Dersom et slikt område ikke finnes foran sprekkspissen vil ikke bruddet kunne oppstå i en slagpartikkel.

Selv om det ikke ble funnet slagpartikler, ble det påvist titan i et av initieringspunktene. Initieringen i prøve 7.5 ser ut til å ha startet

i en smal partikkel med lengde på omtrent $1 \mu\text{m}$. Partikkelen har samme sammensetning som stålmatriks, men i hullet er det titan og små mengder silisium og svovel. Hullet, merket 1 i figuren, og EDS-spekteret kan sees i henholdsvis figur 4.24 og figur 4.25. Det kan tenkes at det ligger et titannitrid i hullet. Ifølge Fairchild et al. [28] blir partikler av titannitrid ofte funnet i initieringspunktet til brudd i stål som følge av at partikkelen sprekker opp, og fører til brudd som forplanter seg i stålmatriks. Dette ser ikke ut til å være tilfellet i denne prøven. Det ser i stedet ut til å ha skjedd et brudd mellom nitriden og den lille partikkelen under bøyning som følge av spenninger påført området fra de massive partiklene i nærheten.

Det ble ikke påvist noe nitrogen i hullet, men ettersom nitrogen er et lett element er det mulig det har blitt absorbert av stålet under EDS-analysen. Ettersom det også ble påvist små mengder svovel i tillegg til mangan, er det mulig det ligger en partikkel av mangansulfid i hullet. Både Rosenfield et al. [30] og Hausild et al. [31] har påvist at brudd kan initieres fra mangansulfider. Likevel er det for lite svovel, og mangantoppen i spekteret skiller seg for lite fra mangantoppen i stålmatriks, til å kunne si dette med sikkerhet.

Det ble påvist silisium rundt flere av initieringspunktene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder. I prøve 7.5 ble det funnet silisium i de fleste av partiklene ved siden av initieringspunktet. I følge Bonnevie et al. [16] fremmer silisium dannelse av MA-partikler ved å legge seg i området mellom sementtitten og den gjenværende austenitten, og på den måten stabilisere austenitten. Dette styrker antagelsen om at partiklene i prøve 7.5 er MA-partikler.

I enkelte partikler i prøve 7.5 ble det også målt noe høyere karboninnhold enn ellers. MA-partikler har høyere innhold av karbon enn stålmatriksen på grunn av at de dannes fra austenittøyer med høyere karboninnhold enn ferritten. Siden EDS blir mest nøyaktig på plane flater er det ikke mulig å si om EDS-analysen gjort på bruddflatene er nøyaktig. På grunn av topografien til bruddprøven kan områder skygges for slik at røntgenstrålene som sendes ut av prøven blir absorbert igjen, og vil ikke nå detektoren. Ved EDS-analyse av partikler som stikker opp av stålmatriks vil ikke rønt-

genstrålene bli absorbert i like stor grad som ved EDS-analyse av proper eller plane flater. Grunnen til dette er at strålene har en kortere vei ut av partikkelen og har derfor mindre sannsynlighet for å bli absorbert. I tillegg er også EDS-målinger av lette elementer alltid usikre siden de absorberes i større grad enn de tyngre elementene. Det er derfor vanskelig å avgjøre om små forskjeller i resultatene kommer av forskjellig sammensetning eller topografien til overflaten, og man kan derfor ikke si med sikkerhet om karbon-toppen er forhøyet på grunn av at det er en MA-partikkel.

5.3 Forskjeller i sprekkspissen

I enkelte av prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder hadde sprekkspissen mye duktil sprekkvekst. Dette kan sees i prøve 3.15 i figur 4.22. Prøvene med duktil sprekkvekst hadde også høy CMOD-verdi, og man kan derfor si at det er en sammenheng mellom duktil sprekkvekst og CMOD-verdien. Kun prøve 2.5 hadde lav CMOD-verdi og merkbar duktil sprekkvekst. Etttersom denne duktile sprekkveksten ble antatt å ha skjedd etter AE-signalet ville den ikke ha innvirkning på CMOD-verdien.

5.4 Sammenligning av AE-signal og fasettstørrelse

Det ser ut til at sammenhengen mellom AE-signal og fasettstørrelse er at arealet øker gradvis med AE-signalet og går til en metning når AE-signalet overstiger 110 db. Dette stemmer bra med resultatet av prosjektarbeidet forfatteren utførte høsten 2011 der fasettstørrelsen også økte med AE-signalet på samme måte.

Dersom man ser nærmere på prøvene med AE-signal under 100 db er ikke denne sammenhengen like tydelig. Prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder passer bra inn, og stiger med stigende AE-signal. For prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder er det ingen tydelig sammenheng mellom AE-signalet og fasettstørrelsen.

Prøve 2.15 har to fasettområder selv om kun et AE-signal ble registrert. Dette tyder på at et av fasettområdene ble dannet under utmattingen. Av figur 4.33 ser man at det minste fasettområdet passer best inn med de andre prøvene. Denne fasetten ligger ved sprekkspissen, og den største fasetten ligger omtrent 0,7 mm fra sprekkspissen.

Det lille fasettområdet i prøve 2.15 og fasettområdet i prøve 6.15 er de som passer best inn for prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder. I begge tilfellene ser det ut til at det går en tunge på omtrent $8 \mu\text{m}$. frem til det endelige bruddet. I prøve 6.15 ser denne tungen ut til å være en del av sprøbruddet, med initieringspunkt nederst i tungen. Det er vanskeligere å si om tungen i prøve 2.5 er en del av sprøbruddet siden den ikke har et tydelig initieringspunkt. En mulighet kan være at den ble dannet under utmattingen før bøyning, og på den måten fremmet brudd i dette området under bøyning.

Fasettene i prøve 5.15 og 7.15 passer dårlig inn med de andre prøvene. AE- signalet fra disse prøvene var lavere enn de andre. Likevel ble størrelsen på fasettområdene større enn i flere av prøvene med lavere AE-signal. Disse to prøvene er også de eneste prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder der bruddet ble initiert fra en partikkel. Dette kan tyde på at bruddet i bindingen mellom partikkel og matriks og bruddet i den avlange partikkelen skjedde under utmatting og førte til fasettområdene.

Når man ser på sammenhengen mellom CMOD-verdien og avstanden fra sprekkspissen til initieringspunktet i hver prøve ser den ut til å være lineær. Her passer også prøve 5.15 og 7.15 godt inn selv om fasettene i disse prøvene ble antatt å ha oppstått under utmatting. Grunnen til det kan være at selv om den kritiske bruddspenningen til partikkelen ble oversteget under bøyning er det ikke sikkert at kritisk bruddspenning mellom partikkel og matriks ble oversteget. Derfor kan partikkelen ha sprukket under bøyning uten at bruddet forplantet seg videre i stålet. Denne mekanismen er beskrevet av Lambert et al [32] i figur 2.19. Under utmatting ble partikkelen og matriks igjen påført spenninger som ble større jo nærmere utmattingen beveget seg mot partikkelen. Dette kan ha gjort at kritisk spenning mellom partikkel og matriks ble oversteget

slik at bruddet i partikkelen forplantet seg videre i stålet. Grunnen til at det ikke ble funnet andre fasettområder som tilhører AE-signalet kan være av samme grunn som beskrevet i figur 5.1 siden prøvene hadde høy CMOD-verdi.

Også når det gjelder CMOD-verdi og avstand fra sprekkspiss ser det ut til at den største fasetten i prøve 2.15 passer dårlig inn i sammenhengen. Alle prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder har en lav CMOD-verdi på rundt 0,2 mm. En lav CMOD-verdi tyder på sprøhet i stålet. Det vil forventes brudd tidlig i det plastiske bruddforløpet under bøyning. Derfor er bruddinitiering nær sprekkspissen mest sannsynlig siden spenningene fra bøyningen ikke vil nå langt nok inn i stålet til å forårsake brudd ved lav CMOD-verdi. Dette forsterker teorien om at den største fasetten i prøve 2.15 oppstod under utmatting.

Bortsett fra den lille fasetten i prøve 2.15, vist i figur 4.20, og fasetten i prøve 6.15, vist i figur 4.21, ser fasettene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder ut til å vokse bort fra sprekkspissen, og veldig lite tilbake igjen. Et eksempel på det er prøve 7.15 som er vist i figur 4.17. Dette er sannsynlig dersom disse fasettene oppstod under utmatting. Siden utmattingsretningen er tilnærmet parallell med sprekkspissen vil det ikke være mulig for bruddet å vokse tilbake igjen siden dette området allerede er utmattet. Den lille fasetten i prøve 2.15 og prøve 6.15 antas derfor å være opphavet til AE-signalet.

5.5 Videre arbeid

Ettersom det ikke var mulig å si med sikkerhet hvilken fase partikkelen som ble funnet i mikrostrukturen og i bruddflaten bestod av er det behov for videre undersøkelser for å finne ut av dette. For å finne ut av om det er MA-partikler kan man bruke mikrosonde for å få et mer nøyaktig mål på partikkelens karboninnhold. En annen mulighet er å bruke FIB (focused ion beam) for å skjære ut partikkelen fra prøven og studere den i TEM (transmisjon elektronmikroskop). Dette gjør det mulig å undersøke mikrostrukturen for å se om det er martensitt og austenitt tilstede.

Det er også usikkert om partikkelen i prøve 7.15 er en avlang partikkel. Dette kan undersøkes ved å kutte stålprøven i to litt på siden av initieringspunktet med en diamantsag, for deretter å slipe prøven ned til området med partikkelen. På den måten kan mikrostrukturen under initieringspunktet undersøkes.

Det ble foreslått at initieringspunktet i prøve 4.5 ligger i skjæringspunktet mellom noen bainittpakker. Dette bør derfor undersøkes nærmere ved å etse bruddflaten slik at man kan se karbidene. På den måten kan man se om bainittpakkene møtes i initieringspunktet.

Det er også behov for bedre statistikk på sammenhengen mellom AE-signal og fasettstørrelse, og å undersøke nærmere om slagpartikler kan være med på å initiere sprøbrudd. Derfor bør flere prøver undersøkes.

6 Konklusjon

I denne masteroppgaven har det blitt sett på forskjellen i kimdanningsmekaniser mellom to forskjellige avkjølingstider etter sveisesimulering for å oppnå CG HAZ i et arktisk 420 MPa HSLA stål. EDS-analyse av initieringspunktene ble utført i alle fasettene, og mikrostrukturen ble studert ved å etse med både nital og LePera. Arealet av kløvningsfasettene som ble funnet i bruddflatene, ble målt og sammenlignet med AE-signalet, og avstanden mellom initieringspunktet og sprekkspissen ble sammenlignet med CMOD-verdien. Av dette kan følgende konklusjoner trekkes:

- Det er mer martensitt i prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder enn i prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder.
- Det ble funnet partikler i mikrostrukturen for begge avkjølingstidene. I mikrostrukturen til prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder var partiklene massive, og i prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder ble det i tillegg til massive partikler, funnet avlange partikler. Disse partiklene ble antatt å være MA-partikler.
- Det ble funnet runde partikler på korn grensene i mikrostrukturen til prøven simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder som ble antatt å være korn grenseferritt.
- Fasettområdene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder ligger nær sprekkspissen. De var topografiske og i noen tilfeller svært uoversiktlige.
- Fasettområdene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder ligger i hovedsak mellom 0,5 og 1,5 mm sprekkspissen. De var flate og oversiktlige.
- De fleste fasettområdene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder har partikler på omtrent $3 \mu\text{m}$ ved siden av initieringspunktet. Disse partiklene ble antatt å være MA-partikler.
- En prøve simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder har et fasettområde som har en rund partikkel i initieringspunktet. Partikkelen ble antatt å være korn grenseferritt.

- To av prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder hadde en partikkel i initieringspunktet. De ble antatt å være MA-partikler.
- Det ble ikke funnet tydelige slagpartikler i noen initieringspunkter. Det ble likevel antatt at en partikkel av MnS eller TiN kan finnes i hullet av en mindre partikkel som ligger i et av initieringspunktene.
- De største fasettområdene ligger ved sprekkspissen.
- Det er en sammenheng mellom arealet av fasettene det tilhørende AE-signalet. Størrelsen på fasettene øker med økende AE-signal for prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder. Flere av fasettene i prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder skiller seg ut fra denne sammenhengen.
- Det er en tilnærmet lineær sammenheng mellom CMOD-verdien og avstanden mellom initieringspunktet og sprekkspissen.
- Initieringspunktet ligger nærmere sprekkspissen enn posisjonen for maksimal spenning for prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 5 sekunder. I prøvene simulert med $\Delta\tau_{8/5}$ på 15 sekunder ligger initieringspunktene i hovedsak lengre vekk fra sprekkspissen enn posisjonen for maksimal spenning.

Referanser

- [1] O. A. George. Beyond oil and gas: The methanol economy. *Angewandte Chemie International Edition*, 44(18):2636–2639, 2005.
- [2] D. L. Gautier, K. J. Bird, R. R. Charpentier, A. Grantz, D. W. Houseknecht, T. R. Klett, T. E. Moore, J. K. Pitman, C. J. Schenk, J. H. Schuenemeyer, K. Sørensen, M. E. Tennyson, Z. C. Valin og C. J. Wandrey. Assessment of undiscovered oil and gas in the arctic. *Science*, 324:1175–1179, 2009.
- [3] SINTEF Materialer og kjemi. Arctic Materials. <http://www.sintef.no/projectweb/arctic-materials/materials>.
- [4] J. K. Solberg. Teknologiske metaller og legeringer, kompendium, IMT, NTNU 2010.
- [5] K. Easterling. *Introduction to the physical metallurgy og welding*. Butterworth-Heinemann, 2. utgave, 1992.
- [6] K. Brandt. Kimdanning av sprøbrudd etter sveising i et arktisk stål, Prosjektoppgave, IMT, NTNU, desember 2011.
- [7] W. D. Callister. *Materials science and engineering; An introduction*. John Wiley and Sons, Inc, 7. utgave, 2007.
- [8] H. K. D. H. Bhadeshia og R. W. K. Honeycombe. *Steels: microstructure and properties*. Metallurgy and Materials Science Series. Butterworth-Heinemann, 2006.
- [9] D. A. Porter, K. E. Easterling og M. Y. Sherif. *Phase transformation in metal and alloys*. CRC Press, 3. utgave, 2008.
- [10] H. K. D. H. Bhadeshia. Part IB Materials Science, Metallurgy Course A: Metals, Alloys Part IB Materials Science, Course A: Metals Metallurgy og Hardenability of Steel Alloys AP3. <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2000/practicals/ap3/ap3.html>.
- [11] M. Takahashi og H. K. D. H. Bhadeshia. Model for transition from upper to lower bainite. *Materials Science and Technology*, 6, 1990.

- [12] H. K. D. H. Bhadeshia. *Bainite in Steels*. Institute of materials, minerals and mining, 2. utgave, 2001.
- [13] X. Z. Zhang og J. F. Knott. Cleavage fracture in bainitic and martensitic microstructures. *Acta materiala*, 47(12):3483 – 3495, 1999.
- [14] S. Moeinifar, A.H. Kokabi og H.R.M. Hosseini. Influence of peak temperature during simulation and real thermal cycles on microstructure and fracture properties of the reheated zones. *Materials and Design*, 31:2948 – 2955, 2010.
- [15] C. L. Davis og J. E. King. Cleavage initiation in the intercritically reheated coarse-grained zone: Part ii. failure criteria and statistical effects. *Metallurgical og Materials Transactions A*, 27A:1996 – 3019, 1996.
- [16] E. Bonnevie, G. Ferrière, A. Ikhlef, D. Kaplan og J. M. Orain. Morphological aspects of martensite–austenite constituents in intercritical and coarse grain heat affected zones of structural steels. *Materials Science and Engineering A*, 385:352 – 358, 2004.
- [17] C. L. Davis og J. L. King. Cleavage initiation in the intercritically reheated coarse-grained zone: Part 1. fractographic evidence. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 25A:563 – 573, Mars 1994.
- [18] O. M. Akselsen, J. K. Solberg og Ø. Grong. Effect of martensite-austenite (m-a) islands on intercritical heataffected zone toughness of low carbon microalloyed steels. *Scandinavian Journal of Metallurgy*, 17:194 – 200, 1988.
- [19] A. Lambert-Perlade, X. Garat, T. Sturel, A.F. Gourgues og A. Gingell. Application of acoustic emission to the study of cleavage fracture mechanism in a hsla steel. *Scripta Materiala*, 43(2):161 – 166, 2000.
- [20] C. Wang, X. Wu, J. Liu og N. Xu. Transmission electron microscopy of martensite/austenite islands in pipeline steel x70. *Materials Science and Engineering A*, 438 - 440:267 – 271, 2006.

- [21] C. Cuixin, L. Wushen og P. Huifen. Investigation on m-a constituent in weld cghaz of high-strength microalloyed steel. *Materials Science Forum*, side 690–695, 2008.
- [22] R. O. Ritchie og J. F. Knott. Mechanisms of fatigue crack growth in low alloy steel. *Acta Metallurgica*, 21(5):639 – 648, 1973.
- [23] K. Ohya, J. Kim, K. Yokoyama og M. Nagumoi. Microstructures relevant to brittle fracture initiation at the heat-affected zone of weldment of a low carbon steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27A:2574 – 2582, 1996.
- [24] H. Qiu, H. Mori, M. Enoki og T. Kishi. Fracture mechanism and toughness of the welding heat-affected zone in structural steel under static and dynamic loading. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31A:2000 – 2785, 2000.
- [25] K. Yokoyama og M. Nagumo. Brittle fracture initiation associated with the strain localization in a heat-affected zone of a low carbon steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 29A:551 – 558, Februar 1998.
- [26] D.R. Johnson og W.T Becker. Toughness of tempered upper and lower bainitic microstructures in a 4150 steel. *ASM International*, 2:255–265, 1993.
- [27] P.L. Harrison, D.J. Abson, A.R. Jones og D.J. Sparkes. Fractographic and metallographic study of the initiation of brittle fracture in weldments. *ASTM International*, side 102–122, 1990.
- [28] D. P. Fairchild, D. G. Howden og W. A. T. Clark. The mechanism of brittle fracture in a microalloyed steel: Part i. inclusion-induced cleavage. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31A, 2000.
- [29] J. H. Tweed og J. F. Knott. Micromechanisms of failure in c-mn weld metal. *Acta metall.*, 35(7):1401–1414, 1987.
- [30] A. R. Rosenfield, D. K. Shetty og A. J. Skidmore. Fractographic observations of cleavage initiation in the ductile-brittle

- transition region of a reactor-pressure-vessel steel. *Metallurgical Transactions A*, 14a:1934–1937, 1983.
- [31] P. Haušild, C. Berdin og P. Bompard. Prediction of cleavage fracture for a low-alloy steel in the ductile-to-brittle transition temperature range. *Materials Science and Engineering A*, 391:188 – 197, 2005.
- [32] A. Lambert-Perlade, A.F. Gourgues, J. Besson, T. Sturel og A. Pineau. Mechanisms and modeling of cleavage fracture in simulated heat-affected zone microstructures of a high-strength low alloy steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35A:1039 – 1053, Mars 2004.
- [33] T. V. Salvesen. Kimdanning av sprøbrudd i et 420 mpa arktisk stål. Hovedfagsoppgave, IMT, NTNU, juni 2011.
- [34] M. Fregonese, H. Idrissi, H. Mazille, L. Renaud og Y. Centre. Initiation and propagation steps in pitting corrosion of austenitic stainless steels: monitoring by acoustic emission. *Corrosion Science*, 43:627 – 641, 2001.
- [35] George F. V. Voort. *Metallography: principles and practice*. McGraw-Hill, New York, 1984.
- [36] F. S. Lepera. Improved etching technique for the determination of percent martensite in high-strength dual-phase steels. *Metallography*, 12:263–268, 1979.