

# In situ strekktesting og karakterisering av et 9%Ni-stål

ved hjelp av EBSD

**Kristian Larsen**

Materialteknologi

Innlevert: Desember 2012

Hovedveileder: Jarle Hjelen, IMTE

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet  
Institutt for materialteknologi



# Forord

Denne oppgaven har blitt utført selvstendig, og i henhold til reglement for gjennomføring av sivilingeniøreksamen ved NTNU. Oppgaven er gjennomført ved Institutt for materialteknologi høsten 2012.

Jeg vil først og fremst rette en stor takk til veilederne mine Jarle Hjelen og Morten Karlsen for god veiledning og oppfølging i tiden jeg har jobbet, med både denne oppgaven, og forprosjektet. Dere har utvist stort engasjement i tilknytning til arbeidet mitt. Jeg vil gjerne også takke Wilhelm Dall som alltid har vært tilstede for spørsmål, og har vært utrolig behjelpelig med alle problemer som har dukket opp gjennom hele prosessen.

I tillegg kan jeg ikke glemme alle som på en eller annen måte har bidratt til å gjøre studietiden i Trondheim til en helt fantastisk tid, med et enormt antall uforglemmelige opplevelser og venner for livet.



## Sammendrag

Denne oppgaven har tatt for seg karakterisering av mikrostruktur og in-situ strekktesting for et 9%Ni-stål levert av JFE Steel.

Dette ble gjennomført ved hjelp av EBSD og et spesialprodusert strekkbord for bruk inne i SEM. Det ble også brukt en spesialprodusert kaldfinger for å kunne kjøre in-situ strekktesting ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Ved hjelp av dette var målet å se hvordan mikrostrukturen til dette 9%Ni-stålet utvikler seg med økende grad av forlengelse.

Først ble det lagt ned mye arbeid i å finne en prøvepreparering som ga reproduserbare resultater for EBSD-karakterisering. Deretter ble det gjort flere forsøk for å etablere et grunnlag for hvordan mikrostrukturen til et 9%Ni-stål faktisk ser ut. Deretter ble det gjennomført in-situ strekktesting hvor det ble tatt EBSD-skann av samme område ved 2%, 4%, 6% og 8% forlengelse. Deretter ble det gjennomført ett in-situ strekkforsøk ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , som siden det bare ble ett eksperiment ikke med sikkerhet kan sees på som representativt.

Det ble fastslått at mikrostrukturen til dette 9%Ni-stålet i all hovedsak er en seighetet martensittisk mikrostruktur. Ved strekkforsøkene ble det ikke funnet noen konkrete fenomener som med sikkerhet kan forklare hvorfor 9%Ni-stål har så gode lavtemperateregenskaper, og det ble ikke observert noen markant forskjell på strekktesting ved romtemperatur og  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Det ble også gjennomført et forsøk for å studere hvordan indiseringen av skann i OIM Data Collection 5.32 påvirkes av hvilke faser som er valgt. Og disse viser at sammenhengen mellom CI og sannsynligheten for at et punkt er korrekt indisert i stor grad kan være avhengig av materialet som studeres.



# Innhold

Forord	i
Sammendrag	iii
<b>1 Innledning</b>	<b>1</b>
<b>2 Teori</b>	<b>3</b>
2.1 Stålmetallurgi . . . . .	3
2.1.1 Typiske mekaniske egenskaper . . . . .	3
2.2 Prøvepreparering . . . . .	3
2.2.1 Elektropolering . . . . .	4
2.3 EBSD-teknikken . . . . .	4
2.3.1 Operasjonparametre for SEM og EBSD . . . . .	5
2.3.2 Indisering og analyse software for EBSD . . . . .	8
<b>3 Eksperimentelt</b>	<b>13</b>
3.1 Grunnmaterialet . . . . .	13
3.2 Prøvepreparering . . . . .	13
3.3 SEM . . . . .	14
3.4 EBSD . . . . .	15
3.4.1 NORDIF 1.4.0 . . . . .	15
3.4.2 EDAX/TSL OIM Data Collection 5.32 . . . . .	16
3.4.3 EDAX/TSL OIM Analysis 6.1 . . . . .	17
3.5 In-situ eksperimenter . . . . .	18
3.5.1 Strekkbord og prøvegeometri . . . . .	18
3.5.2 Kaldfinger . . . . .	19
<b>4 Resultater</b>	<b>21</b>
4.1 Presentasjonsinformasjon . . . . .	21
4.1.1 IPF-kart . . . . .	21
4.1.2 Fasekart . . . . .	21
4.1.3 IQ-kart . . . . .	22
4.2 Karakterisering av mikrostruktur . . . . .	22
4.3 In-situ strekkforsøk ved romtemperatur . . . . .	24
4.4 In-situ strekkforsøk ved -60 °C . . . . .	31
4.5 Valg av faser ved indisering i OIM Data Collection 5.32 . . . . .	36
<b>5 Diskusjon</b>	<b>39</b>
5.1 Karakterisering av mikrostruktur og faser i stålet . . . . .	39
5.2 In-situ strekkforsøk ved romtemperatur . . . . .	39

5.3	In-situ strekkforsøk ved -60 °C . . . . .	41
5.4	Sammenligning av strekkforsøkene ved romtemperatur og -60 °C . .	42
5.5	Valg av faser ved indisering i OIM Data Collection 5.32 . . . . .	43
<b>6</b>	<b>Konklusjon</b>	<b>45</b>
6.1	Forslag til videre arbeid . . . . .	45
	<b>Referanser</b>	<b>47</b>
<b>A</b>	<b>Vedlegg</b>	<b>49</b>
A.1	Karakterisering av mikrostrukturen . . . . .	49
A.2	In-situ strekkforsøk ved romtemperatur . . . . .	53
A.2.1	Forsøk 1 . . . . .	53
A.2.2	Forsøk 2 . . . . .	58

# 1 Innledning

De siste årene har fokus på utvinning av gass og olje i nordområdene økt betraktelig. På grunn av de tøffe klimatiske forholdene i disse områdene, med temperaturer ned mot  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , snø, is og vind som faktorer, har fokuset på materialer som egner seg for bruk under slike forhold økt drastisk.

9%Ni stål, som i dag hovedsaklig brukes til lagring av LNG ved kryogene temperaturer, bør egne seg godt takket være denne ståltypens ekstremt gode lavtemperatur-egenskaper. Det er derfor interessant å undersøke nærmere hvordan dette stålets mikrostruktur oppfører seg ved deformasjon ved lave temperaturer.

Denne oppgaven tar for mikrostrukturkarakterisering av et slikt 9%Ni-stål ved hjelp av Electron Backscatter Diffraction (EBSD) i et Scanning Elektron Mikroskop (SEM). I tillegg tar oppgaven for seg mikrostrukturutviklingen under deformasjon ved romtemperatur og  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  ved hjelp av in-situ strekktesting i SEM med EBSD. Oppgaven er en del av prosjektet Arcitec Materials, som gjennomføres under ledelse av SINTEF, hvor fokuset ligger å finne løsninger og kriterier for bruk av materialer for olje- og gassutvinning i arktiske områder.

Grunnet tidspress har det dessverre bare blitt gjennomført ett in-situ strekkforsøk ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , og det kan derfor ikke med sikkerhet sies om dette forsøket er representativt.



## 2 Teori

### 2.1 Stålmetsallurgi

Lav-karbon stål med 9% Nikkel ble i utgangspunktet utviklet for bruk i tanker som skal lagre flytende naturgass (LNG). Siden LNG holder en temperatur på  $-163^{\circ}\text{C}$  [1], har disse stålene gode egenskaper helt ned til kryogene temperaturer. Disse stålene bør derfor egne seg svært godt til bruk i arktisk klima. Fremstilling av stålene foregår ved varmvalsing før de bråkjøles med påfølgende anløpning ved  $525\text{-}550^{\circ}\text{C}$ . Dette gir en mikrostruktur som består av en matriks av seigherdet martensitt og restaustenitt som er særdeles stabil, og motstandsdyktig mot senere transformasjon til martensitt under deformasjon ved lave temperaturer. [2, 3, 4]

De siste årene har det blitt utviklet bedre metoder for å bråkjøle stålet, noe som har gitt stål med en mikrostruktur som består av nesten utelukkende seigherdet martensitt. [5]

#### 2.1.1 Typiske mekaniske egenskaper

I tabellen under er det oppgitt en del typiske verdier som fra mekanisk testing av 9%Ni-stål. Det er verdt å merke seg at det ikke finnes en spesifikk nedre grense for hva som er ansett som sprøtt ved Charpy slagseighetstest, men i en del standarder er det satt en nedre grense på mellom 25 J og 40 J.[6, 7, 8]

Tabell 2.1.1: Typiske verdier fra mekanisk testing

Flytespenning [MPa] ved romtemperatur	610 - 700
Flytespenning [MPa] ved $-196^{\circ}\text{C}$	1000 - 1070
Strekfasthet [MPa] ved romtemperatur	700 - 750
Strekfasthet [MPa] ved $-196^{\circ}\text{C}$	1050 - 1130
Bruddforlengelse [%] ved romtemperatur	28 - 31
Bruddforlengelse [%] ved $-196^{\circ}\text{C}$	28 - 31
Charpy slagseighet [J]	140 - 200

### 2.2 Prøvepreparering

For å oppnå gode resultater ved bruk av EBSD er det vesentlig å finne den prepareringsmetoden som er best egnet for det materialet som skal undersøkes. Ved SEM og EBSD undersøkelser er det de øverste 100 nm eller mindre som blir undersøkt,

og det er derfor vesentlig at et område som er minst 100 nm dypt er krystallinsk og fritt for større plastisk deformasjon. Prøveoverflaten skal helst også være plan, og for å oppnå dette brukes i all hovedsak mekanisk sliping. Da mekanisk sliping etterlater seg slipestriper, noe som kan gi dårlige eller ingen resultater ved EBSD-undersøkelser, må det i etterkant utføres videre preparering av prøveoverflaten. I hovedsak er det tre metoder som egner seg til dette; Elektropolering, kjemisk polering og ionesputtering.[9, 10]

### 2.2.1 Elektropolering

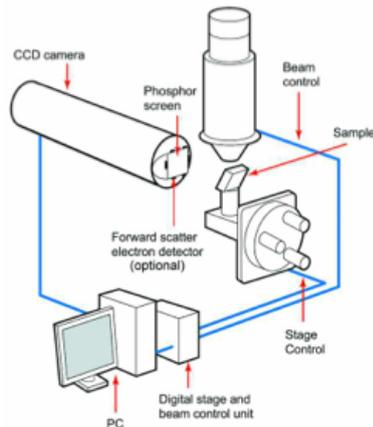
Elektropolering, eller elektrolytisk polering, er en prepareringsmetode som gir en deformasjonsfri overflate, og er velegnet for homogene materialer.

Metoden foregår ved at prøven som skal prepareres settes opp som anode i en passende elektrolytt, og materiale fjernes deretter kontrollert fra overflaten via kontrollert oppløsning av overflatematerialet på prøven.[11] Arealet som man fjerner materialet fra varierer fra 0,5 - 5,0 cm<sup>2</sup>, og på de fleste elektropoleringsmaskiner bytter man ut en topp som dekker elektrolytten utfra hvor stort areal som ønskes preparert. For å skape konveksjon i elektrolytten brukes ofte en roterende magnet eller lignende, da dette ikke skaper behov for flere metalliske komponenter i elektrolyttkammeret. Det kan også være et kjølesystem koblet til elektrolytten for å gi en stabil temperatur, dette åpner for å kunne elektropolere prøven lengre, da man unngår uønsket oppvarming av prøven.[12]

Tidligere masteroppgaver har påvist at forskjellige elektrolytter kan gi utslag i forskjellig mengde austenitt som oppdages ved bruk av EBSD-karakterisering.[13]

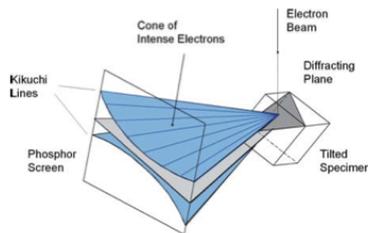
## 2.3 EBSD-teknikken

Electron Backscatter Diffraction (EBSD) er et viktig, og mye brukt hjelpemiddel for å hente ut krystallografisk informasjon fra prøver i et Scanning Electron Microscope (SEM). [14] Figur 2.3.1 viser hvordan et typisk EBSD system er satt opp. For at fosforskjermen skal fange opp størst mulig andel av de tilbakespredte elektronene. Når de tilbakespredte elektronene treffer fosforskjermen lyser de opp, og et CCD-kamera tar et bilde. Disse bildene inneholder diffraksjonsmønstre (Electron Backscatter Pattern, EBSP) som deretter må indiseres. Indiseringen skjer enten direkte ved hjelp av online system, eller blir lagret på en harddisk for indisering i et offline system ved en senere anledning. Takket være muligheten til å kjøre mye raskere scan og muligheten til å undersøke EBSD-mønstrene flere ganger vil offline indisering snart bli standard [15]



Figur 2.3.1: En skjematisk tegning som viser hvordan en typisk EBSD apparatur er satt opp. [14]

Diffraksjonsmønstre dannes som en følge av at elektronene vekselvirker med overflaten til prøven, før de blir diffraktert i henhold til Braggs lov. Dette gir lyse kikuchi bånd på EBSP-bildene. Figur 2.3.2 viser skjematisk hvordan diffraksjonsmønstrene dannes på fosforskjermen. Ut i fra hvert enkelt diffraksjonsbilde gjøres det en indisering, og fra dette fås informasjon om krystallografisk orientering.

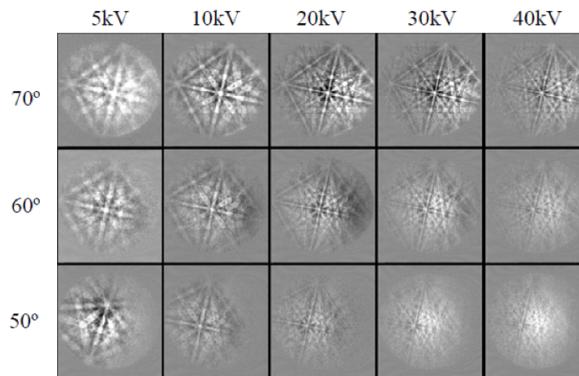


Figur 2.3.2: Figur som viser hvordan kikuchibåndene dannes på fosforskjermen [16]

### 2.3.1 Operasjonparametre for SEM og EBSD

For å oppnå så gode resultater som mulig med EBSD er det viktig at riktige operasjonparametre er valgt. De mest vesentlige parametrene er vippevinkel, akselerasjonsspenning og strålestrøm. I tillegg vil vakuu være viktig, spesielt ved in-situ forsøk. For at EBSD-scannene skal bli best mulig må også riktig steglengde være valgt i forhold til hvilken forstørrelse scannene blir gjort ved. [9, 17]

**Akselerasjonsspenning og vippevinkel** Det finnes mange mulige kombinasjoner av vippevinkel og akselerasjonsspenning, som kan gi veldig forskjellige resultater. Figur 2.3.3 viser utslaget sammenhengen mellom disse to parametrene har på diffraksjonsbildet. Fra denne figuren kan det leses at 20kV akselerasjonsspenning og 70° vippevinkel gir det beste diffraksjonsbildet.

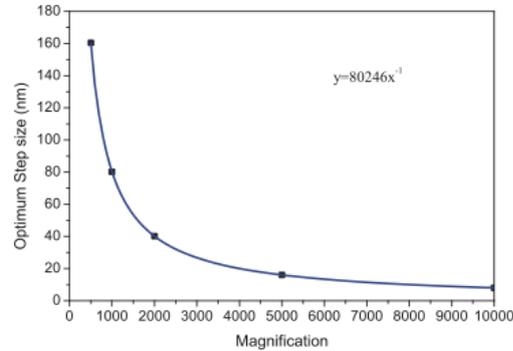


Figur 2.3.3: Matrise som viser effekten sammenhengen mellom akselerasjonsspenning og vippevinkel har på diffraksjonsbildet [9]

**Strålestrøm** Strålestrømmen er også en veldig viktig parameter ved kjøring av EBSD. Høy strålestrøm betyr at det er flere elektroner som bidrar til å danne diffraksjonsmønsteret på fosforskjermen, noe som medfører et bedre signal-støy forhold, og dermed blir kvaliteten på mønsteret bedre. I tillegg til dette er det også en sammenheng mellom strålestrømmen og den romlige oppløsningen ved kjøring av EBSD. Denne sammenhengen kan vi se i figur 2.3.4. I denne figuren kommer det også tydelig frem at FESEM har en langt bedre romlig oppløsning enn konvensjonell SEM.



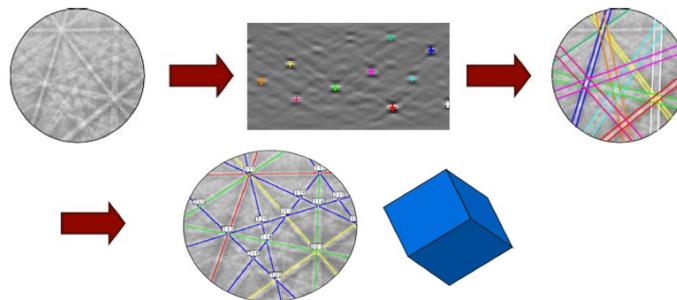
som funksjon av forstørrelsen. Ved 1000X forstørrelse er en steglengde på 80nm optimalt. [17]



Figur 2.3.6: Optimal steglengde som funksjon av forstørrelse [17]

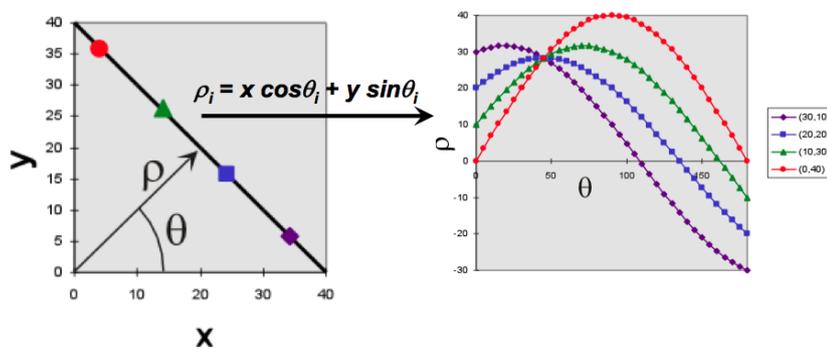
### 2.3.2 Indisering og analyse software for EBSD

**Indisering** Et EBSD-skann består av et stort antall EBSP-bilder, avhengig av størrelsen på skannet og den valgte steglengden. Indisering av diffraksjonsmønstrene skjer ved hjelp av en automatisk programvare. I kjente krystallstrukturer identifiseres diffraksjonsbåndene via en Hough-transformasjon. Etter at båndene har blitt identifisert indiseres EBSP-bildene ved hjelp av geometrien til diffraksjonsbåndene og den korresponderende orienteringen. Når alle EBSP-bildene har blitt indisert, settes de sammen, og gir et bilde som gjengir overflaten som ble skannet. Dette bildet viser forskjellige orienteringer i forskjellige farger, der en farge korresponderer til en gitt orientering. Prosessen fra diffraksjonsmønster til krystallografisk orientering er gjengitt skjematisk i figur 2.3.7.



Figur 2.3.7: Prosessen fra diffraksjonsmønster til krystallografisk orientering [9]

Identifiseringen av diffraksjonsbåndene ved hjelp av Hough-transformasjonen fungerer slik at det betraktes piksler langs en linje over et EBSP-bilde. Hvert enkelt piksel på denne linjen har en x- og y-verdi, som settes inn i ligningen  $\rho = x \cos \theta + y \sin \theta$ . Deretter regnes det ut en  $\rho$  for alle  $\theta$  verdier mellom  $0^\circ$  og  $180^\circ$ . Dette gir sinuskurver som vil krysse hverandre i samme punkt med koordinater  $\rho, \theta$  som er et uttrykk for vinkelen på linjen og dens posisjon relativt til utgangspunktet. Slik transformeres en linje på EBSP-bildet til et punkt i Hough-rommet. Denne omregningen er vist illustrativt i figur 2.3.8. Etter at utregningen av Hough-transformasjonen er gjort kan Kikuchi-båndene fra EBSP-bildet detekteres som lyse topper i Hough-rommet. [9] Tiden denne omregningen tar kan halveres ved å øke  $\theta$ -steglengden fra  $1^\circ$  til  $2^\circ$ . Men dette gir et vidt forskjellig resultat pga. at de minste kornene ikke blir detektert. [18]

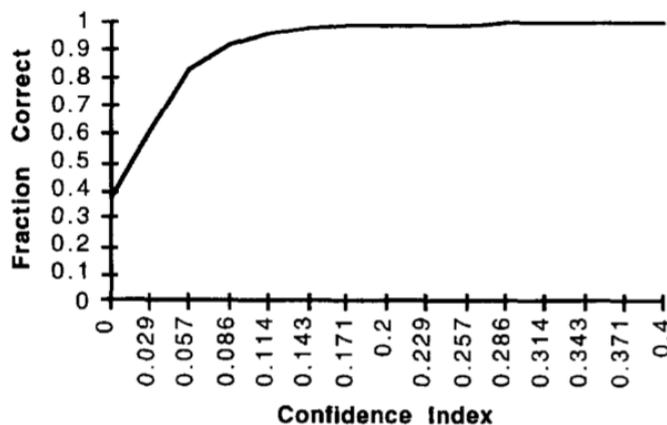


Figur 2.3.8: Illustrativt hvordan Hough-transformasjonen fungerer [9]

Programvaren TSL OIM tilegner hvert indiserte EBSP-bilde tre verdier; Confidence Index (CI), Fit og Image Quality (IQ). Disse verdiene kan si en del om indiseringen, blant annet hvor sannsynlig det er at indiseringen er korrekt. Alle verdiene vil i stor grad påvirkes av deformasjon og kontaminasjon av overflaten. Disse parametrene blir forklart mer i detalj nedenfor.

**Confidence Index (CI)** CI verdien sier hvor stor sannsynlighet det er for at den indiserte krystallorienteringen til et EBSP-bilde er riktig. CI angis med en tallverdi fra 0 til 1, men det er ikke en lineær sammenheng der hvor for eksempel 0,45 gir 45% sannsynlighet for riktig indisering. Figur 2.3.9 viser grafisk hvordan sannsynligheten kan settes opp i forhold til CI for et FCC-materiale. EBSP-bilder som ikke har blitt indisert får en CI verdi lik -1. CI verdier under 0,05 er ansett som tvilsomme.[19] Som det kan sees av figur 2.3.9 at man, for et FCC materiale, må ha en  $CI = 0,15$  for å være så sikker som mulig på at indiseringen er riktig. Dette

er gjeldende for diffraksjonsmønster hvor minst seks Kikuchi bånd er detektert. [20]



Figur 2.3.9: Sannsynlighet vs. CI for et FCC-materiale [20]

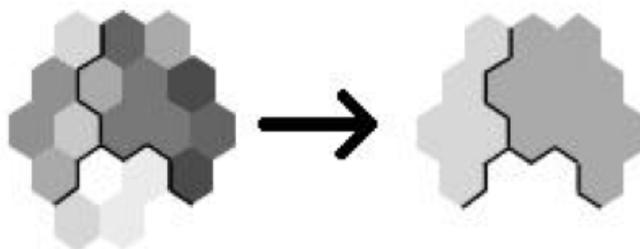
**Fit** Fit verdien angir hvor stor vinkelforskjell det er mellom den reelle krystallografiske retningen og den indiserte retningen som programvaren foreslår. Jo mindre vinkelforskjellen er, desto bedre. Helst bør vinkelforskjellen være under  $2^\circ$ . [18]

**Image Quality (IQ)** IQ verdien, kommer fra den gjennomsnittlige verdien av Hough-toppene multiplisert med 5 (av historiske årsaker). Denne verdien kan også sees på som et mål på kvaliteten til diffraksjonsmønsteret. Det er ikke nødvendigvis slik at det er bedre jo høyere IQ verdien er. IQ verdiene til et EBSD-skann kan presenteres i form av et gråtonekart (IQ kart), hvor lyse punkter har høy IQ verdi og høy kvalitet, mens mørke punkter har lav IQ verdi og dårligere kvalitet. Et IQ kart kan i stor grad minne om et lysmikroskopibilde. Korngrenser og kontaminasjoner vil gi lav IQ, og vil derfor vises som mørke områder på IQ kartet.

IQ kan være spesielt anvendelig ved EBSD undersøkelser av stål, hvor det finnes flere forskjellige faser med samme krystalstruktur men vidt forskjellige egenskaper. Fasekartene fra EBSD kan brukes til å skille mellom  $\alpha$ -fase (BCC) og  $\gamma$ -fase (FCC), men ikke mellom de forskjellige  $\alpha$ -fasene ferritt, bainitt og martensitt. Derimot kan de forskjellige  $\alpha$ -fasene gi ulike IQ verdier, pga ulike dislokasjonstettheter og gitterfeil. Ferritt, som inneholder lite dislokasjoner og gitterfeil, vil gi høye IQ verdier, og dermed vises som lyse på et IQ kart. Derimot vil martensitt, som er en fase som generelt har stor dislokasjonstetthet, gi lave IQ verdier og mørke områder

på IQ kart. Bainitt vil gi en middels IQ verdi. Slik kan IQ kart altså brukes til å skille mellom de ulike  $\alpha$ -fasene i stål. [21]

**CI standardisering** TSL OIM Analysis inneholder en mengde rensfunksjoner som kan benyttes på EBSD-skannene. En av disse er CI standardisering. Denne metoden brukes for å gi punkter innenfor samme korn som har samme orientering, men ulik CI, høyest mulig CI verdi. Dette kommer av at det er stor sannsynlighet for at også disse er riktig indisert, siden de omkringliggende punktene med høyere CI har lik orientering. I praksis gjøres dette ved at punkter som ligger ved siden av hverandre, som har en vinkelforskjell mindre enn en brukerdefinert verdi, blir gitt en CI lik den som tilhører det av punktene som har høyest CI. Figur 2.3.10 illustrerer hvordan CI standardisering fungerer, der gråtonene i figuren representerer CI verdier. [22]



Figur 2.3.10: CI standardisering [22]



## 3 Eksperimentelt

### 3.1 Grunnmaterialet

Stålet som er undersøkt i denne oppgaven er et 9%Ni stål levert av JFE Steel. Den kjemiske sammensetningen er vist i 3.1.1 under. Stålet har en flytespenning på 677 MPa, og en målt bruddforlengelse på 29 %.

Tabell 3.1.1: Den kjemiske sammensetningen til stålet undersøkt i denne oppgaven [23, 6]

Element	C	Si	Mn	P	S	Ni
wt%	0,06	0,25	0,61	0,002	0,001	9,22

### 3.2 Prøvepreparering

Prøvene som har blitt undersøkt i denne oppgaven har blitt preparert som beskrevet nedenfor. Mellom alle stegene har prøvene blitt skylt i vann, deretter etanol før tørking med føner, dette for å unngå at partikler fra forrige steg trekkes med videre i prepareringen.

1. Våtsliping på SiC papir for å gi en plan overflate på prøven. Gradvis finere mesh; 80, 320, 800 og til slutt 1200
2. Diamantpolering med gradvis finere størrelse;  $6\mu\text{m}$ ,  $3\mu\text{m}$  og  $1\mu\text{m}$ .
3. Elektropolering Struers Pollectrol. Parametrene for elektropoleringen kan sees i tabell 3.2.1.
4. Ultralydrensing i etanol
5. Plamserens under vakuum i 5 minutter med Fischione 1020

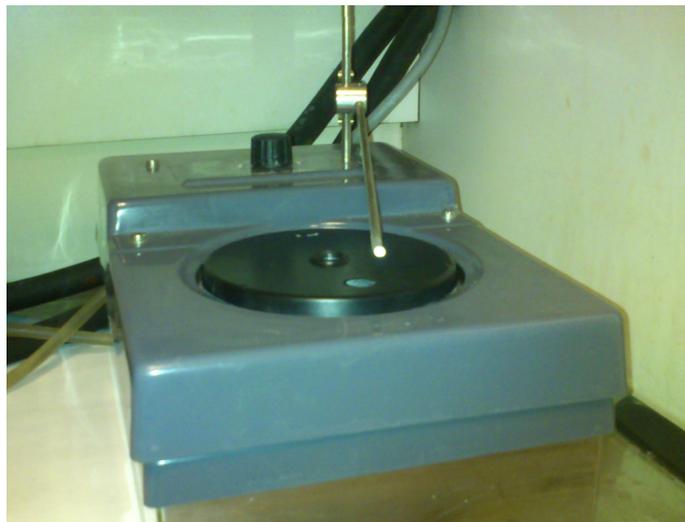
Det er vesentlig at de to siste stegene gjøres rett før prøven settes inn i SEM, dette for å best mulig unngå kontaminasjon av prøveoverflaten.

Tabell 3.2.1: Parametrene brukt på Struers Polectrol

Elektrolytt	Struers A2
Spenning	40V
Flow rate	8
Tid	8 sek
Areal	1 cm <sup>2</sup>
Temperatur	Romtemperatur / Ingen temperaturkontroll

Parametrene er valgt med bakgrunn i anbefalinger fra Struers, med en økning i flow rate fra anbefalingen for lavkarbon stål. Struers Polectrol systemet, figur 3.2.1, brukt her, på SINTEF Metallografi Lab, har ingen temperaturkontroll. Dette fører til at temperaturen blir lik romtemperatur, med en økning i temperaturen på prøveoverflaten under kjøring. Å finne de best mulig parametre for elektropolering skjer i stor grad ved prøving og feiling.

In-situ prøvene, som det kan sees figur 3.5.2, er svært tynne, og har derfor blitt limt fast til en planslipt epoxykloss ved hjelp av dobbeltsidig tape, ved steg 1 og 2 av prøveprepareringen.



Figur 3.2.1: Struers Polectrol som ble brukt til elektropolering

### 3.3 SEM

Scanning Elektron Mikroskopet som ble brukt i denne oppgaven er et Zeiss Gemini Ultra 55 Limited Edition. Dette er et feltemisjons scanning elektron mikroskop

(FESEM), med største apertur på  $300\mu\text{m}$ , som skal gi en teoretisk strålestrøm på  $100\text{nA}$ . Derimot er det i tiden som denne oppgaven har blitt gjennomført vært målt en strålestrøm på mellom  $25\text{ nA}$  og  $30\text{ nA}$ , eller 25-30% av den teoretiske maksveriden til mikroskopet. Dette kan være problematisk da det er ønskelig med størst mulig strålestrøm for å oppnå best mulig signal-støy forhold og raskest mulig hastighet på EBSD-skann. SEM-instillingene som ble brukt er gjengitt i tabell 3.3.1.

Tabell 3.3.1: Innstillingene brukt i SEM

Akselerasjonsspenning	20kV
Arbeidsavstand	20 - 22 mm
Vippevinkel	$70^\circ$
Apertur	$300\mu\text{m}$
Forstørrelse	750X

## 3.4 EBSD

EBSD-detektoren som ble brukt i denne oppgaven er en NORDIF UF-1000, denne er brukt med programvaren NORDIF 1.4.0. Programvaren tar seg av styring av elektronstrålen og lagring av diffraksjonsbildene. Da dette er et offline system lagres diffraksjonsbildene på harddisk for senere indisering på en annen datamaskin ved hjelp av EDAX/TSL OIM Data Collection 5.32. Etter indisering analyseres dataene i EDAX/TSL OIM Data Analysis 6.1.

### 3.4.1 NORDIF 1.4.0

Gangen i opptak av et EBSD-skann er satt opp punktvis nedenfor.

1. Prøven vippes, rett arbeidsavstand og passelig forstørrelse velges utifra størrelsen som ønskes på scannet (i dette tilfellet 750X). Deretter finner man fokus på prøven.
2. EBSD-detektoren settes inn og NORDIF 1.4.0 programvaren startes opp.
3. Forstørrelse, vippevinkel, akselerasjonsspenning og arbeidsavstand må skrives inn i programvaren.
4. Programvaren tar opp et sekundærelektronbilde av prøveoverflaten.
5. Acquisition og calibration innstillingene optimaliseres for å oppnå best mulig diffraksjonsbilder. Innstillingene som er brukt i et av scannene denne

oppgaven er gjengitt i tabell 3.4.1. Frame rate velges i utgangspunktet så høyt som mulig, da dette senker tiden scannet tar, men det er vesentlig at hvert bilde får nok eksponeringstid til å gi et godt diffraksjonsmønster. Gain kan også brukes til å kompensere noe for manglende eksponeringstid. Størrelsen på scannet ble valgt så stort som mulig med tiden som begrensende faktor.

## 6. Skannet startes i programvaren

Tabell 3.4.1: Eksempel på innstillinger brukt i NORDIF 1.4.0

Acquisition innstillinger	
Frame rate	150 fps
Resolution	96x96 px
Exposure time	6616 $\mu$ s
Gain	2 - 8
Calibration innstillinger	
Frame rate	70 fps
Resolution	120x120 px
Exposure time	14236 $\mu$ s
Gain	1 - 7

### 3.4.2 EDAX/TSL OIM Data Collection 5.32

Innstillingene som ble brukt under indiseringen i EDAX/TSL OIM Data Collection 5.32 er gitt i tabellen under. Fasene som ble valgt til indiseringen var  $\alpha$ -(ferritt) og  $\gamma$ -jern(austenitt), da det er disse man kan forvente å finne i de fleste 9% Ni-stål. Det ble også gjennomført et forsøk med å indisere samme datasett tre ganger, henholdsvis en gang med både ferritt og austenitt valgt, en gang med bare ferritt, og en gang med bare austenitt.

Tabell 3.4.2: Hough innstillinger

Hough type	Classic
Hough resolution	Low
Convolution mask	Medium 9x9
Min peak magnitude	5
Max peak magnitude	15
Peak symmetry	0,50 - 0,60
Binned pattern size	96
Theta step size	1°
Rho-fraction	87 - 90 %
Min peak count	3
Max peak count	7

### 3.4.3 EDAX/TSL OIM Analysis 6.1

Etter at dataene ble indisert i EDAX/TSL Data Collection 5.32, ble de analysert i EDAX/TSL OIM Analysis 6.1, en programvare som brukes for å analysere ferdig indiserte EBSD-skann. Denne programvaren har et stort utvalg av mulig analysefunksjoner. I denne oppgaven ble bare et fåtall av disse funksjonene brukt. Noen eksempler på spesifikke funksjoner som kan være nyttige er nevnt under.

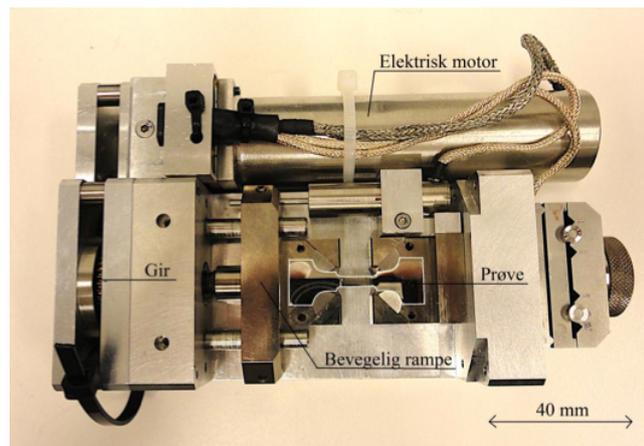
- Lage blant annet fasekart, orienteringskart (IPF kart), IQ kart og polfigurer.
- Legge på korn grenser med et definert spenn for vinkelen. Dette gir mulighet for å skille mellom høy- og lavvinkel korn grenser.
- Plotte misorienteringer mellom punkter langs egendefinerte linjer i skannet.
- Finne gjennomsnittlig kornstørrelse i skannet.
- Filtrering og fjerning av punkter med lav CI, som dermed trolig er feil indisert.
- Et antall rensefunksjoner for EBSD-dataene. I denne oppgaven er kun CI standardisering brukt.
- Plotte en graf som viser misorientering mellom punkter i skannet, definert ved å trekke en linje.

## 3.5 In-situ eksperimenter

For å gjennomføre in-situ strekkforsøkene ble det benyttet et spesialprodusert strekkbord som monteres inne i SEM. Dette gjør det mulig å undersøke samme område på prøven ved økende forlengelse. Det er også utviklet en kaldfinger til bruk på strekkbordet slik at prøven kan kjøles ned, og man kan slik se hvordan prøven vil reagere på deformasjon ved lave temperaturer. Alt utstyret er montert etter bruksanvisningen som ble laget av Jonas H. Pedersen.[18]

### 3.5.1 Strekkbord og prøvegeometri

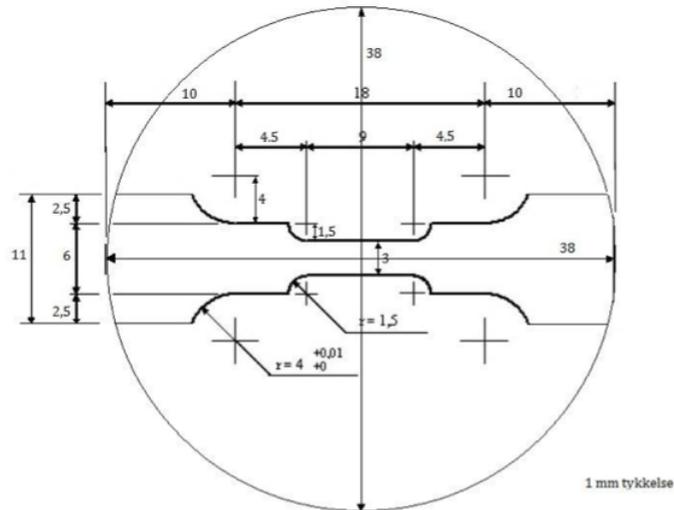
Figur 3.5.1 viser et bilde av strekkbordet som ble brukt til in-situ eksperimentene. Figur 3.5.2 viser geometrien til prøvene som har blitt undersøkt ved in-situ eksperimentene.



Figur 3.5.1: Strekkbordet som ble brukt til eksperimentene

Tabell 3.5.1: Spesifikasjoner for strekkbordet [24]

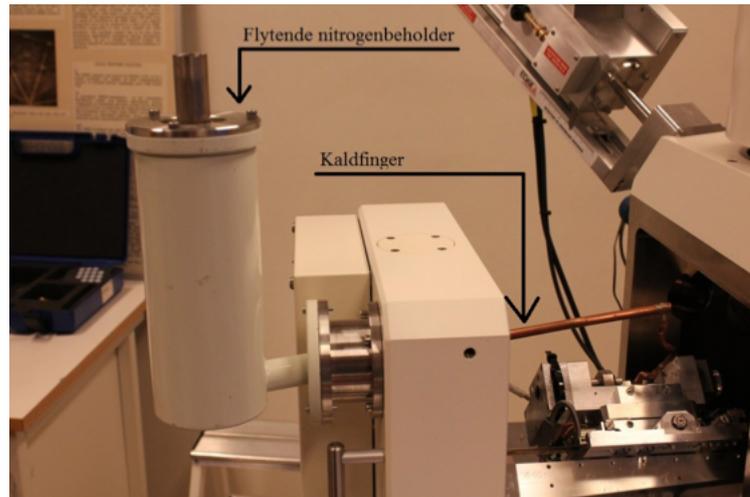
Ytre diameter	155 x 95 x 45 mm <sup>3</sup>
Vekt	1,6 kg
Belastningsområde	0 - 5000 N
Krysshodehastighet	0,01 - 20 $\mu\text{m/s}$
Maks temperatur	500 °C



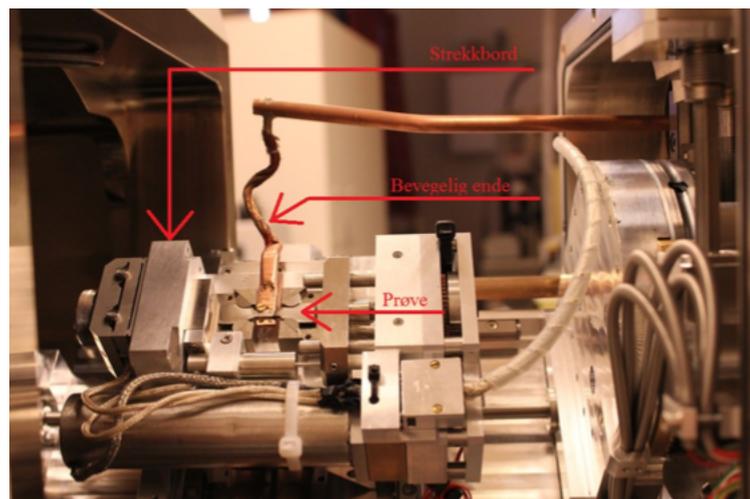
Figur 3.5.2: Prøvegeometri brukt til strekkbordet

### 3.5.2 Kaldfinger

For å kjøle ned prøven til  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  ble det benyttet en kaldfinger. Dette nedkjølings-systemet består av en beholder for flytende nitrogen, som monteres på utsiden av døren på mikroskopet, og ei massiv kobberstang som skrues inn i nitrogenbeholderen. Denne kobberstanga går så ned til prøven, og festes til prøven ved hjelp av en skrueanordning. Ved bruk av kaldfingeren benyttes det også andre klosser for å spenne fast prøven. I stedet for de vanlige klossene i stål, benyttes det klosser i titan, da titan har en mye lavere varmeledningsevne, noe som er svært vesentlig for å hindre at hele strekkbordet blir kjølt ned. Figur 3.5.3 og 3.5.4, viser hvordan systemet ser ut når det er montert i mikroskopet. Det er vesentlig å nevne at kaldfingeren setter begrensninger for hvor mye strekkbordet kan flyttes og tiltes inne, noe som gjør det mer krevende å utføre eksperimenter med dette ustyret montert.



Figur 3.5.3: Bilde som viser kaldfinger og nitrogenbeholder montert i mikroskopet.[18]



Figur 3.5.4: Bilde som viser hvordan kaldfingeren er festet til prøva.[18]

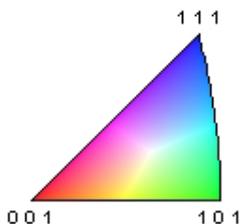
## 4 Resultater

### 4.1 Presentasjonsinformasjon

Under følger informasjon om de forskjellige kart- og figurer som presenteres i resultatene. Alle IPF-, fase- og IQ-kart som presenteres i resultatene er tatt ut etter CI-standardisering og fjerning av punkter med  $CI < 0,05$ . Punkter som er fjernet eller ikke er indisert vises som svarte punkter på alle kartene. Alle skann er  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  og er tatt opp med en steglengde på  $0,2 \mu\text{m}$ , noe som betyr at hvert skann består av 250 000 punkter.

#### 4.1.1 IPF-kart

I IPF-kart er hvert enkelt punkt tilegnet en farge utifra hvordan punktet er orientert. Figur 4.1.1 viser en invers polfigur som viser hvilken orientering som representeres av hvilke farger. Store forskjeller i farge representerer store forskjeller i orientering, og derfor forskjellige korn. Små forskjeller i farge representerer mindre forskjeller i orientering, og kan representere subkorn. I tilfeller der en stor mengde enkeltpunkter med forskjellig orientering befinner seg på samme område er dette ofte representativt for korn grenser eller dårlig eller feilindiserte punkter.



Figur 4.1.1: Invers polfigur med farger som representerer orienteringen i et IPF-kart

#### 4.1.2 Fasekart

I fasekart representerer en farge en fase. I disse resultatene er det kun skilt på to faser, ferritt ( $\alpha$ ) og austenitt ( $\gamma$ ). Det som vises som ferritt på fasekartet kan også være de andre BCC-fasene i stål (bainitt og martensitt), men pga. at det er veldig små forskjeller på gitterstrukturen til disse fasene er det vanskelig å skille mellom de forskjellige BCC-fasene i et fasekart. I fasekartet representerer rødt ferritt, mens grønt representerer austenitt.

### 4.1.3 IQ-kart

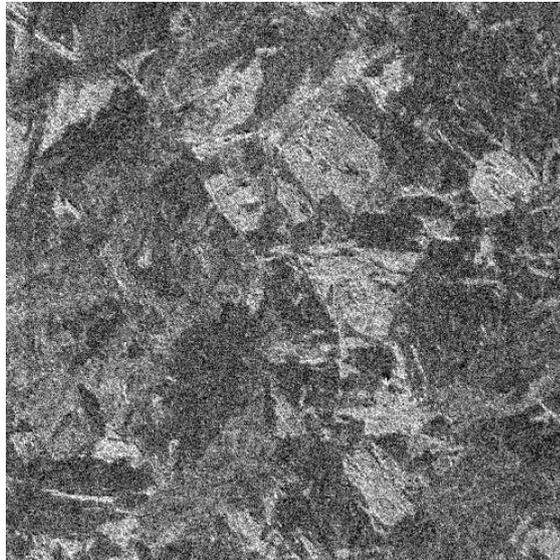
IQ-kart er kart som viser IQ-verdiene til punktene i skannet representert i gråtone skala. Lave IQ-verdier er mørke, mens høye IQ-verdier blir lyse.

## 4.2 Karakterisering av mikrostruktur

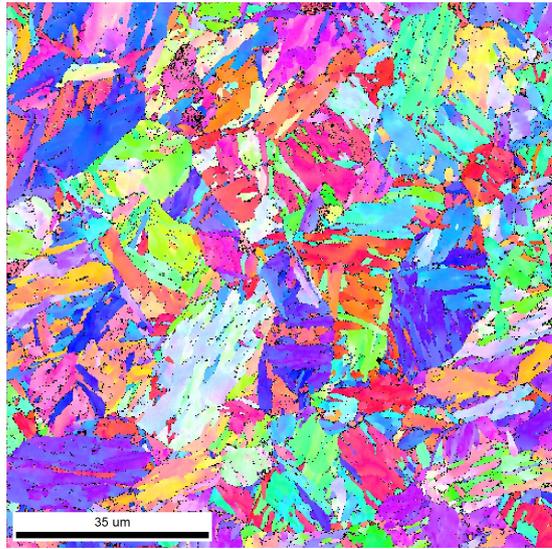
Denne inneholder resultatene fra ett representativt skann, resultatene fra flere skann finnes i vedleggene.

Tabell 4.2.1: Informasjon om skannet

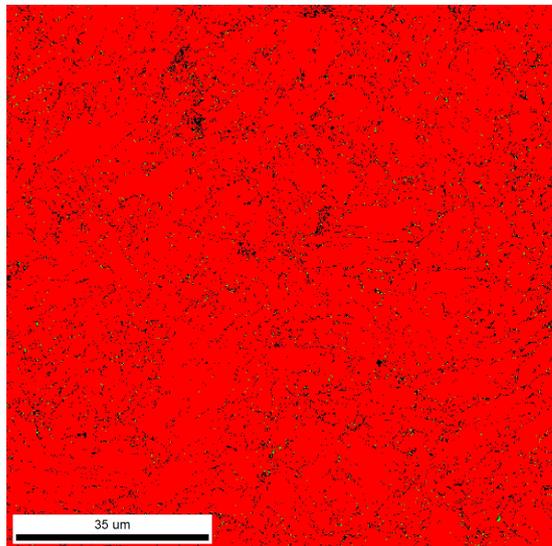
	Avg CI	Fit [°]	IQ	Fraksjon punkter, CI > 0,05	Fraksjon $\gamma$ , CI > 0,05
Skann 1	0,73	0,95	187,66	0,943	0,005



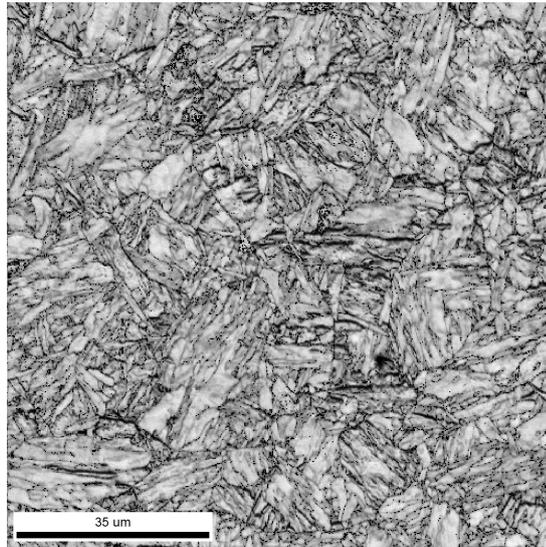
Figur 4.2.1: Sekunderbilde av skannet område



Figur 4.2.2: IPF-kart



Figur 4.2.3: Fasekart



Figur 4.2.4: IQ-kart

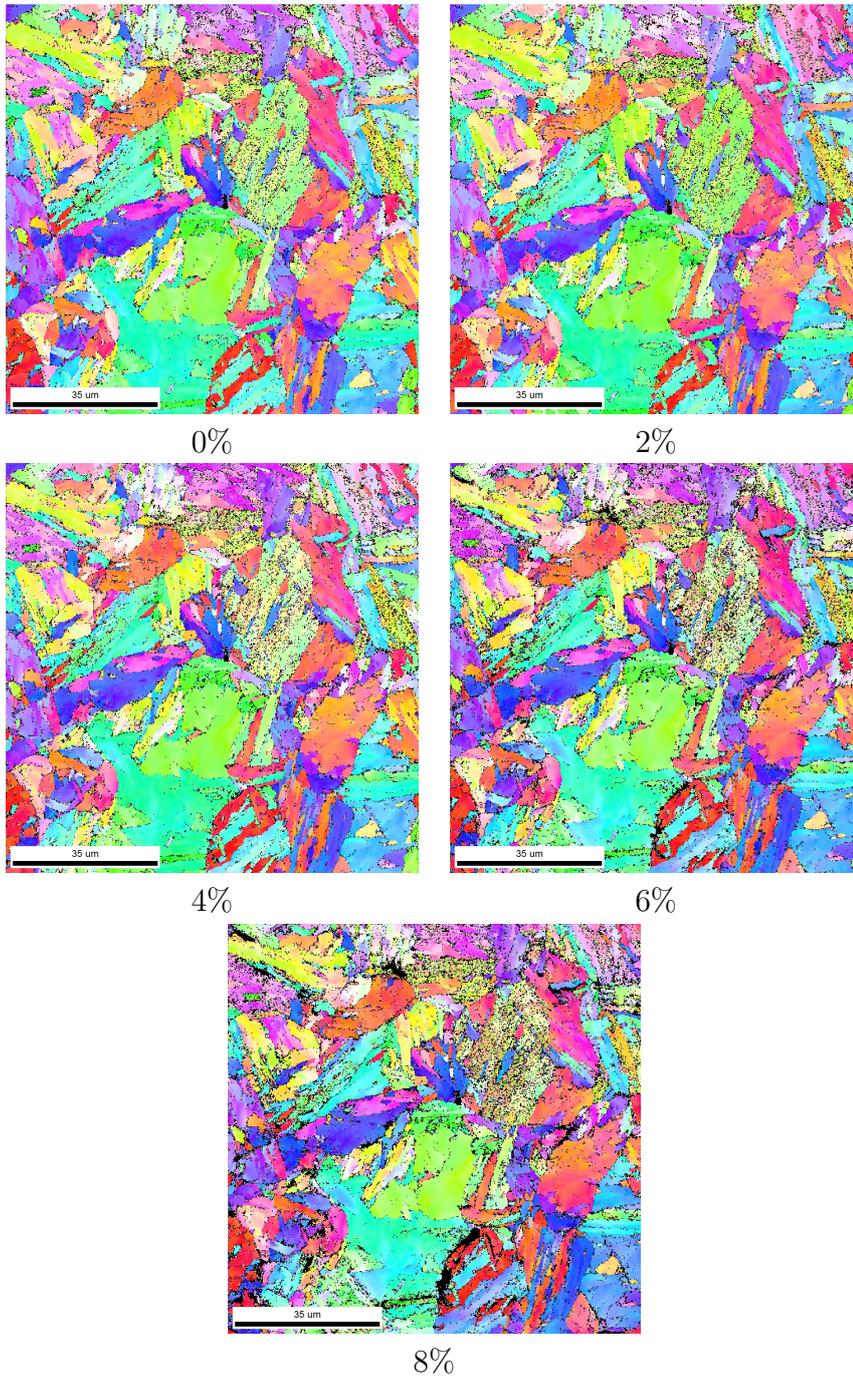
### 4.3 In-situ strekkforsøk ved romtemperatur

Her ligger IPF-kart, IQ-kart, fasekart og polfigurer til et representativt strekkforsøk utført ved romtemperatur. I tillegg er det også en tabell som viser noen verdier og hvordan verdiene utvikler seg i takt med at materialet strekkes. Verdiene i tabellen er hentet ut etter CI-standardisering og fjerning av punkter med CI under 0,05.

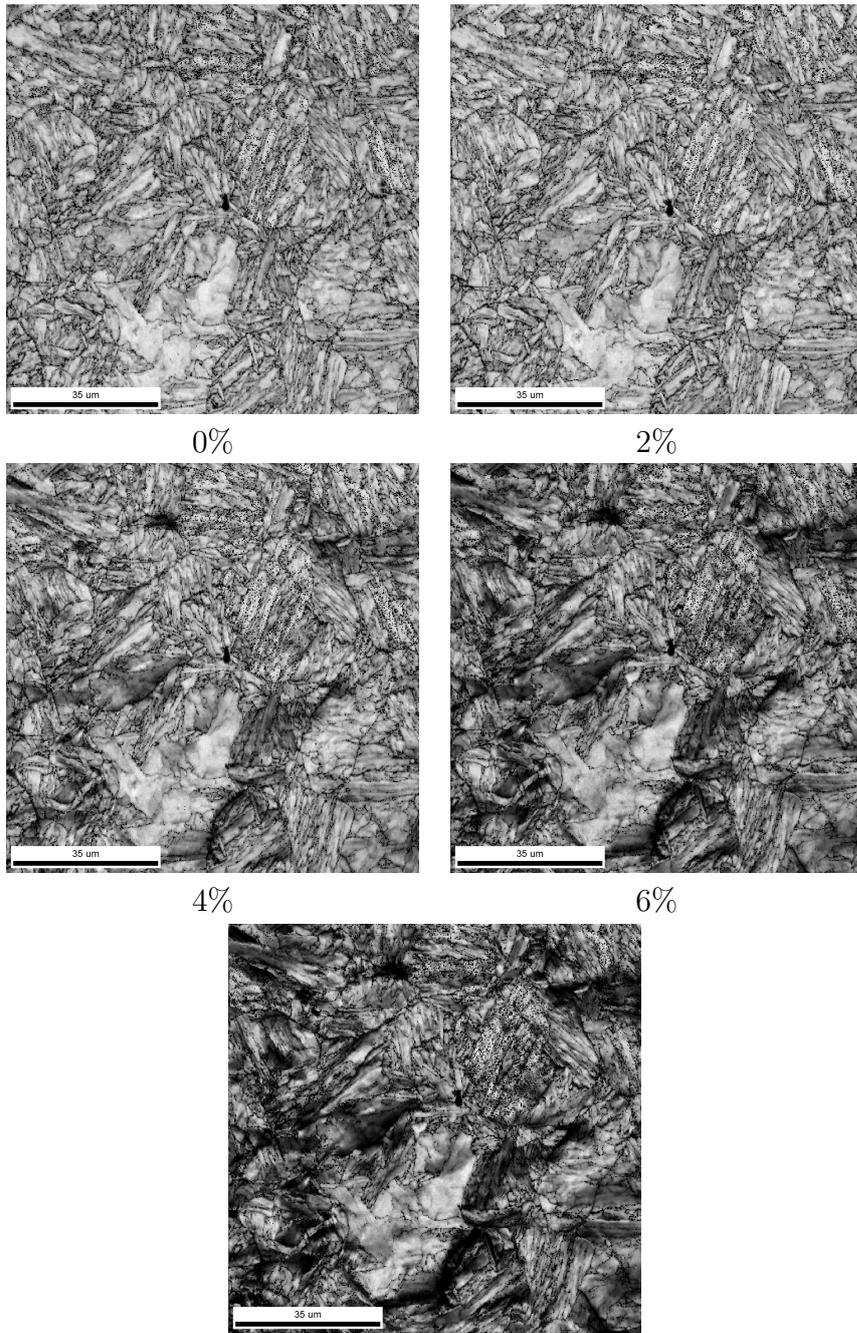
Det er også hentet ut 5 misorienteringsprofiler som er laget langs en linje trukket gjennom et valgt korn, fra høyre mot venstre langs rød strek i figur 4.3.5. Disse viser misorientering fra et punkt til neste langs linja, i grader. Det kan fra figur 4.3.6 observeres at det dukker opp flere misorienteringstopper mellom nabopunkter langs linja med økende strekkprosent. Legg merke til at skalaen på y-aksen er en helt annen på misorienteringsprofilene for 0% og 2% strekk.

Tabell 4.3.1: Data for in-situ strekkforsøk ved romtemperatur

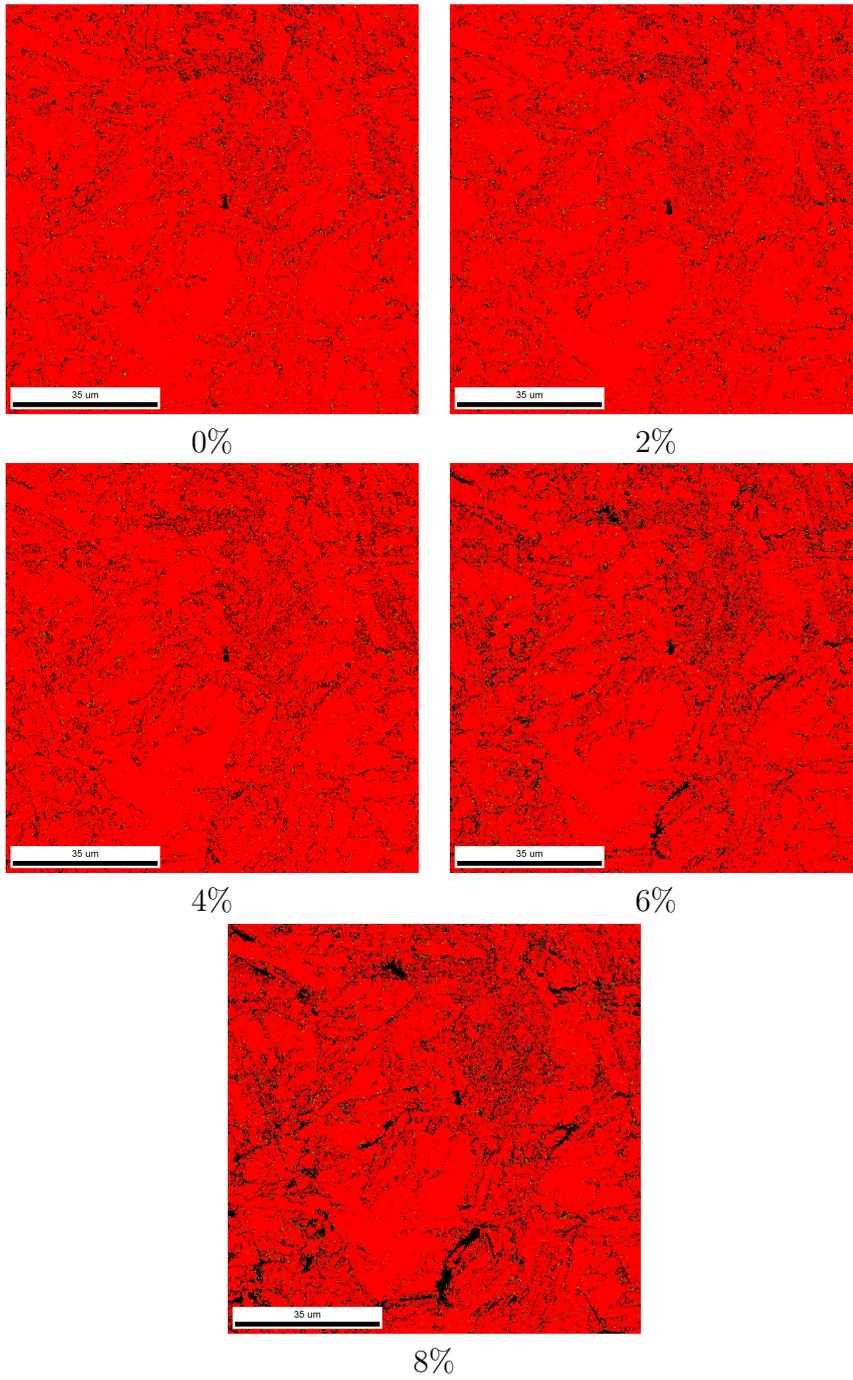
Strekk %	Avg CI	Fit [°]	IQ	Fraksjon punkter, CI > 0,05	Fraksjon $\gamma$ , CI > 0,05
0	0,86	0,95	170,32	0,931	0,008
2	0,86	1,02	167,77	0,930	0,008
4	0,85	1,01	144,35	0,919	0,008
6	0,84	1,09	126,25	0,889	0,010
8	0,82	1,15	111,50	0,858	0,012



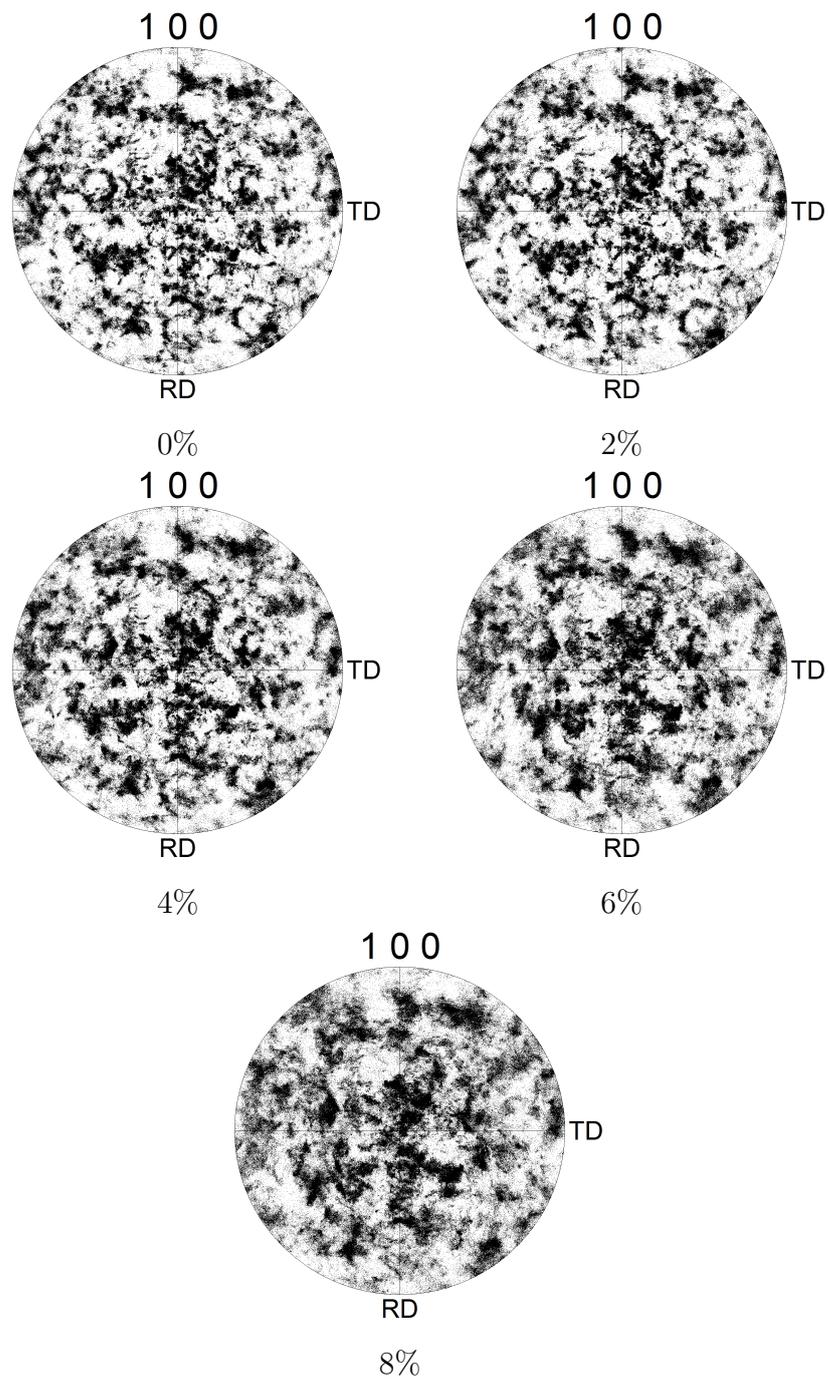
Figur 4.3.1: IPF-kart



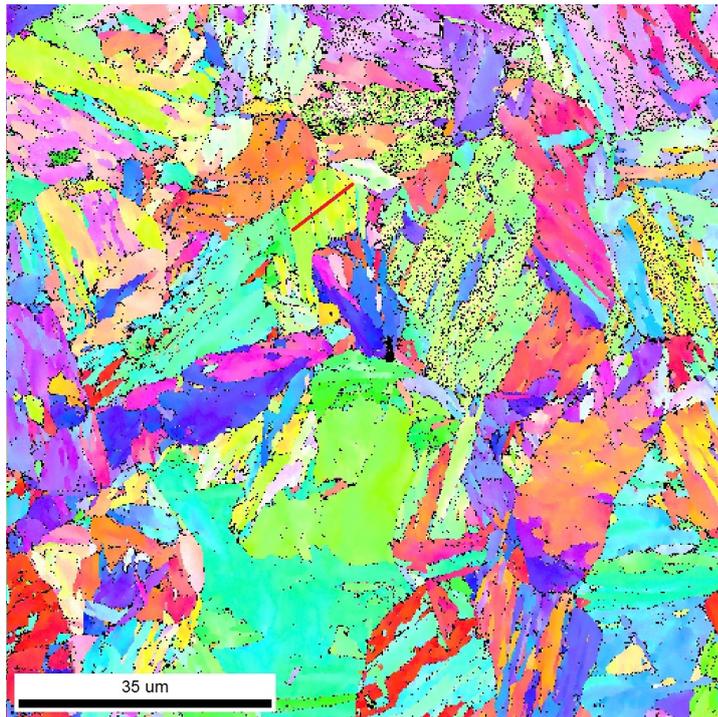
Figur 4.3.2: IQ-kart



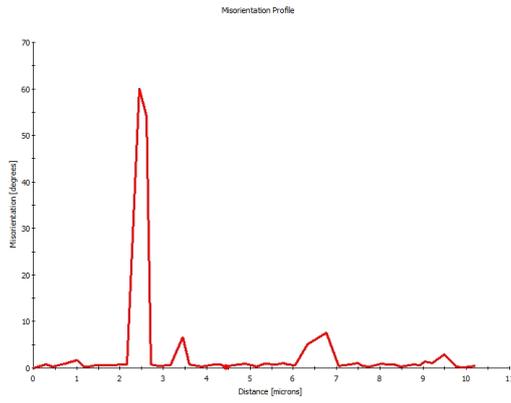
Figur 4.3.3: Fasekart



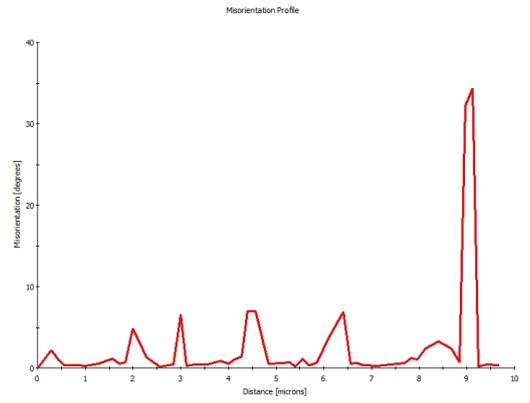
Figur 4.3.4: Polfigurer



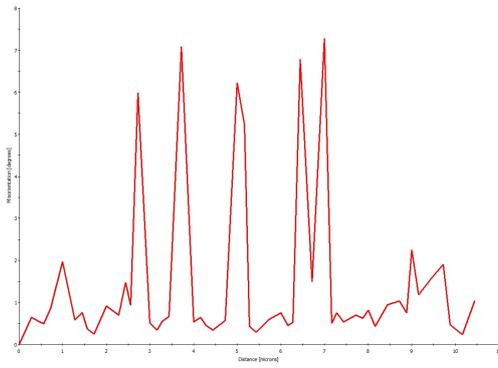
Figur 4.3.5: IPFkart med rød strek som viser hvor misorienteringsprofilene er hentet fra



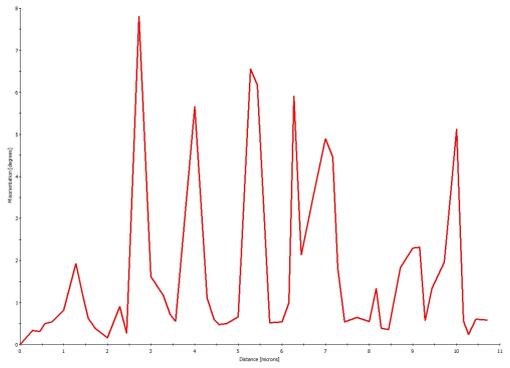
0%



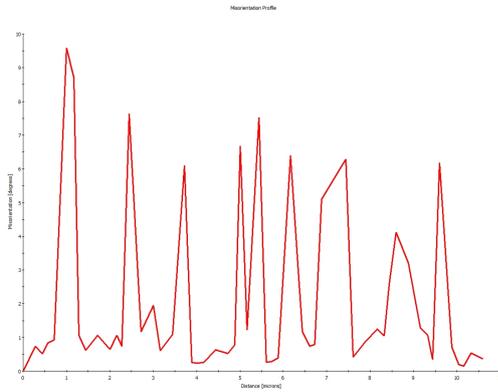
2%



4%



6%



8%

Figur 4.3.6: Misorienteringsprofiler

## 4.4 In-situ strekkforsøk ved -60 °C

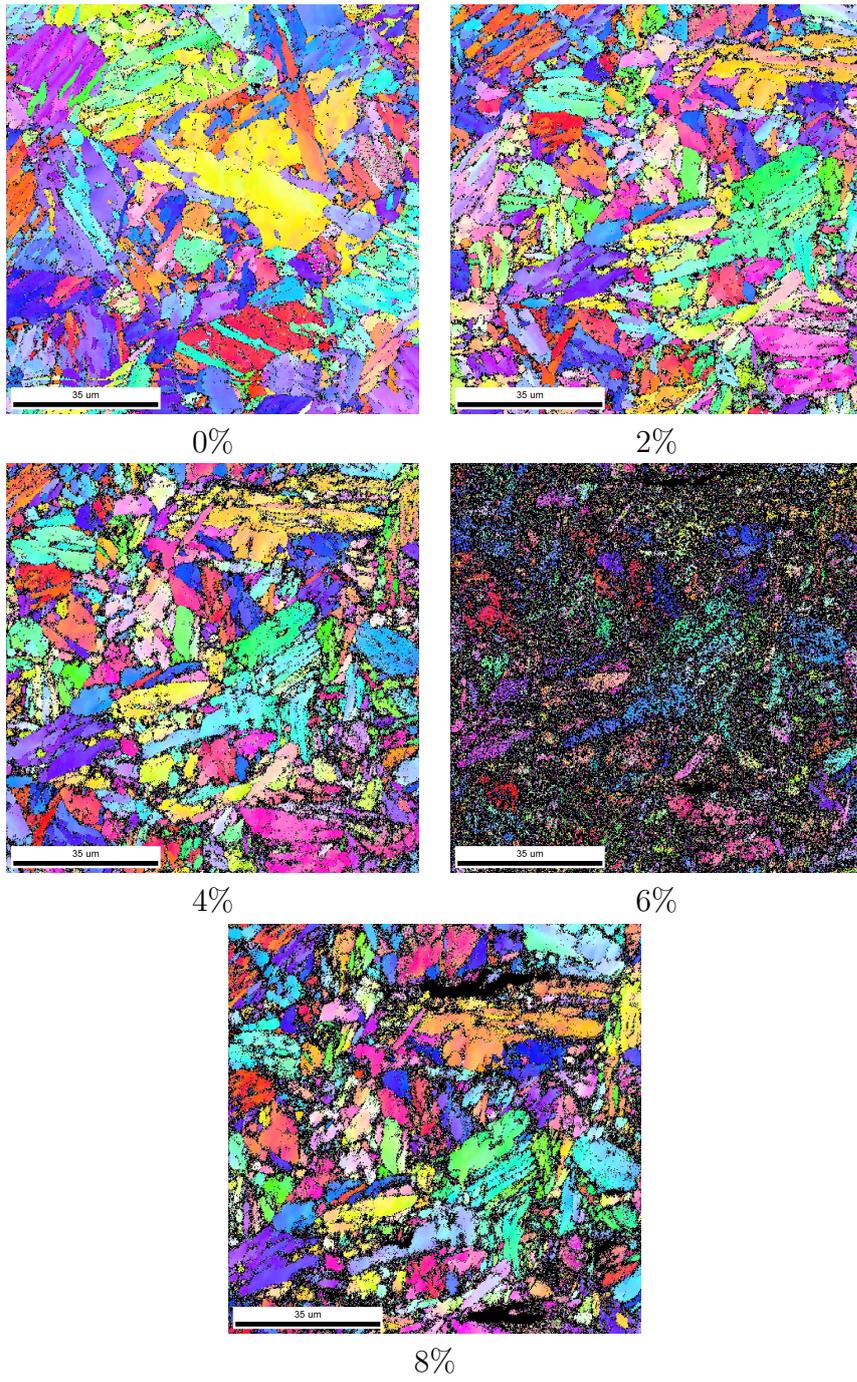
Som for strekkforsøkene ved romtemperatur er det her IPF-kart, IQ-kart, fasekart og polfigurer for økende strekkprosent. Det er også her en tabell med tilsvarende data som for forsøket ved romtemperatur. For dette forsøket er det derimot ikke blitt hentet ut misorienteringsprofiler.

Det kan fra tabell 4.4.1 og mer eller mindre alle kartene under, observeres at skannet gjennomført ved 6% strekk er svært dårlig, og inneholder en svært liten fraksjon med riktig indiserte punkter. Det kan også fra IPF-kartene i figur 4.4.1 observeres at skannet gjennomført ved 0% strekk, er gjennomført på et annet område enn de resterende skannene i forsøket.

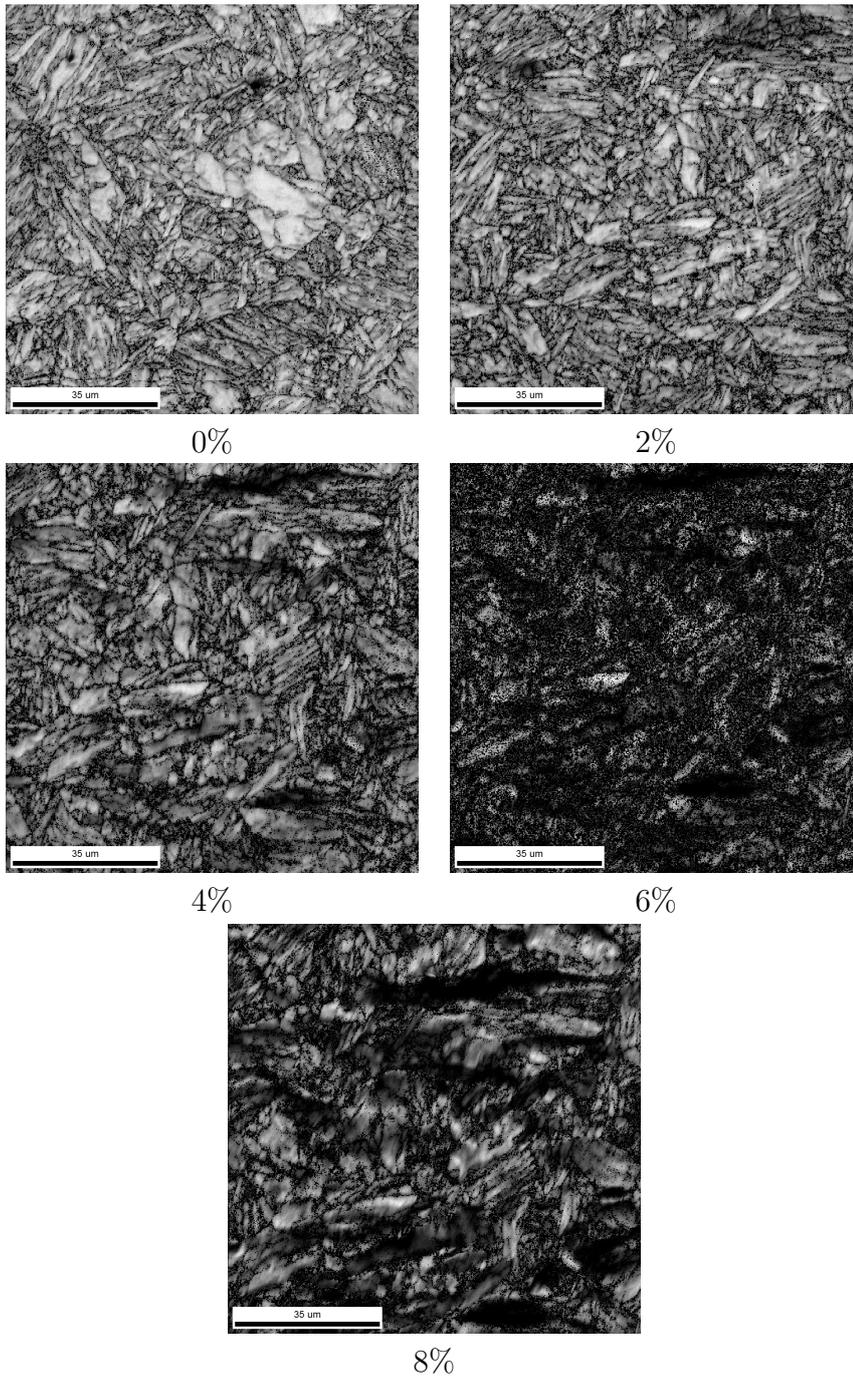
Det er også her vesentlig å bemerke at dette er det eneste strekkforsøket som ble gjennomført ved -60 °C, og resultatene fra dette forsøket kan dermed ikke nødvendigvis betraktes som representative.

Tabell 4.4.1: Data for in-situ strekkforsøk ved -60 °C

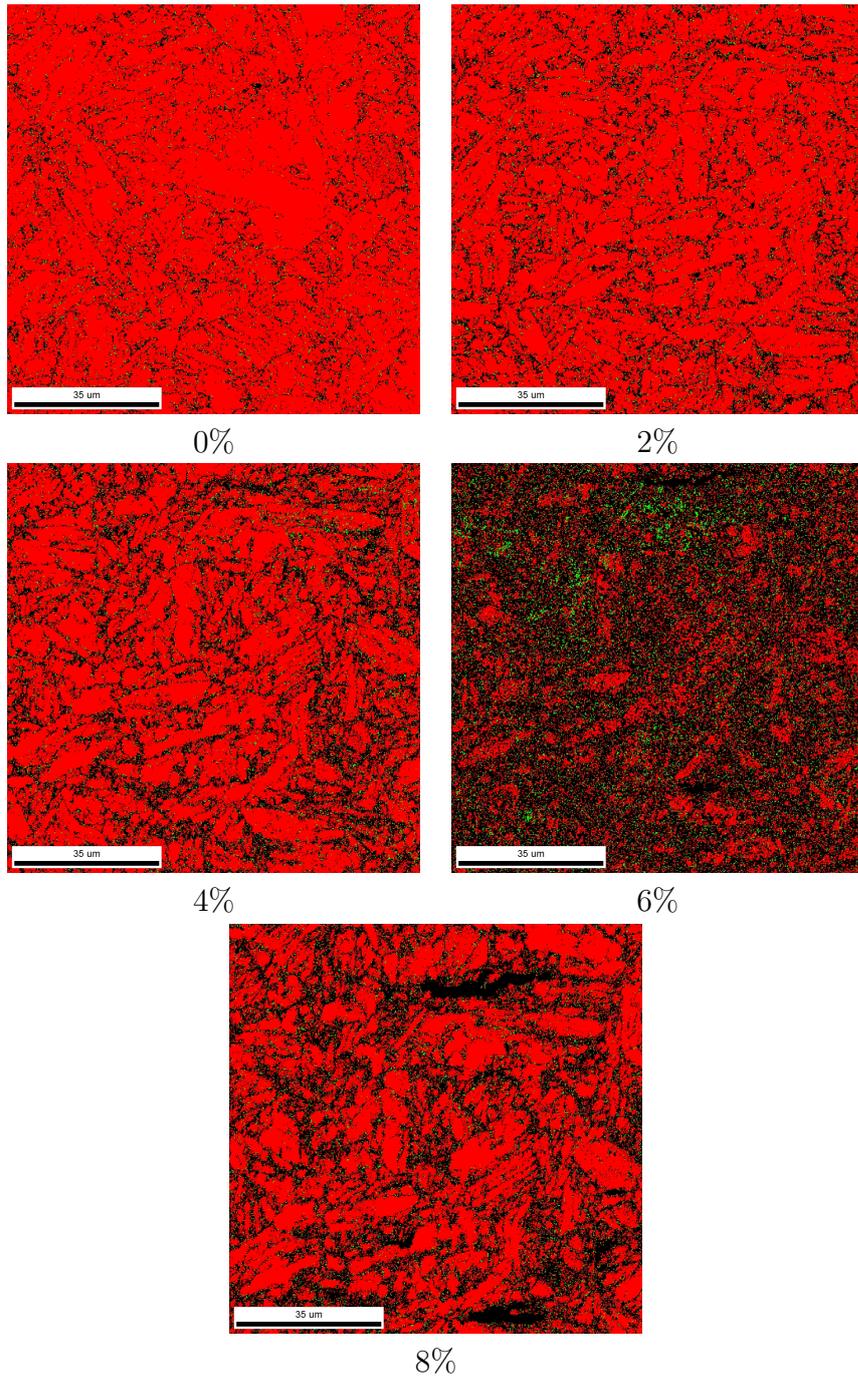
Strekk %	Avg CI	Fit [°]	IQ	Fraksjon punkter, CI > 0,05	Fraksjon $\gamma$ , CI > 0,05
0	0,85	1,16	158,22	0,895	0,013
2	0,82	1,22	143,28	0,837	0,018
4	0,73	1,49	116,97	0,733	0,028
6	0,12	1,88	98,20	0,357	0,060
8	0,71	1,45	87,91	0,639	0,028



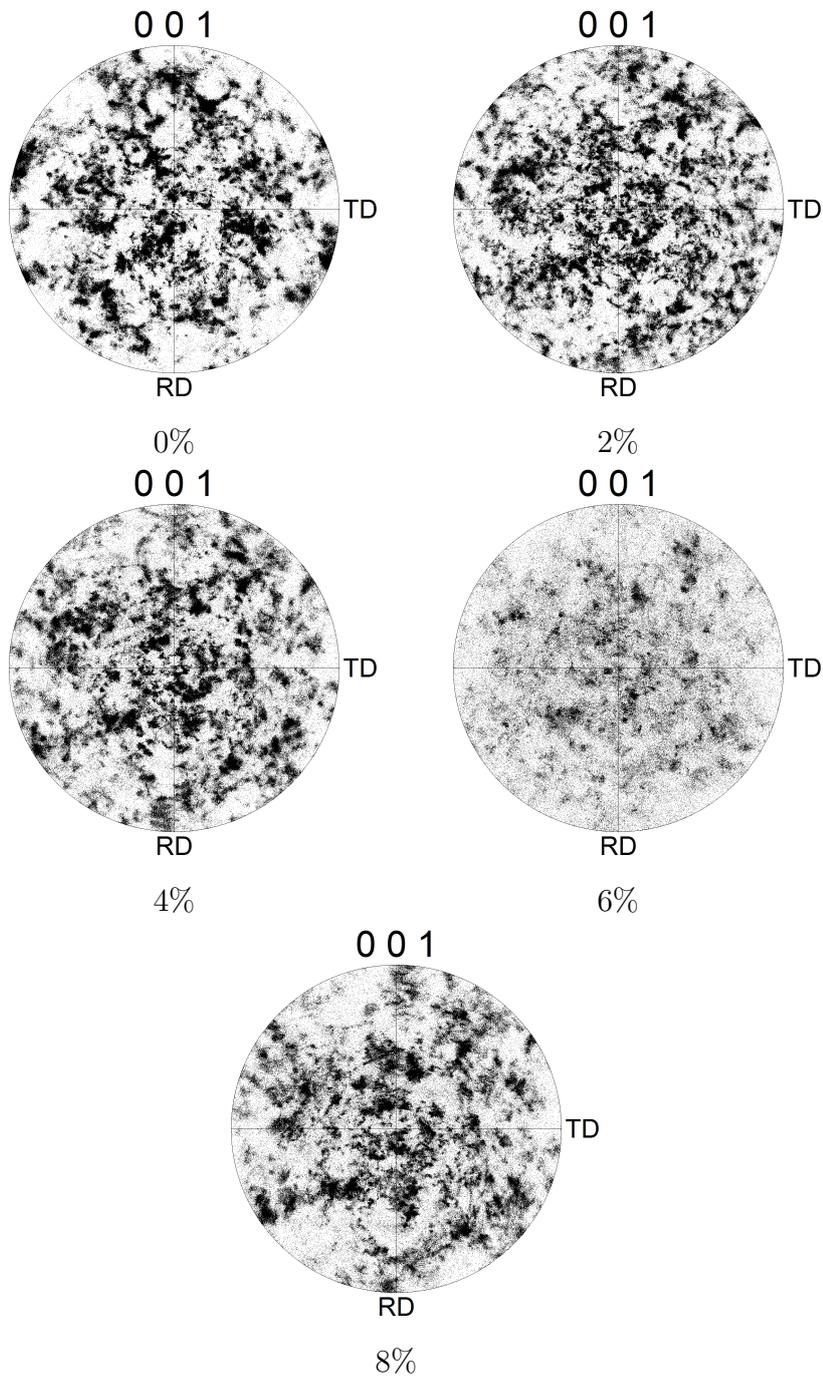
Figur 4.4.1: IPF-kart



Figur 4.4.2: IQ-kart



Figur 4.4.3: Fasekart



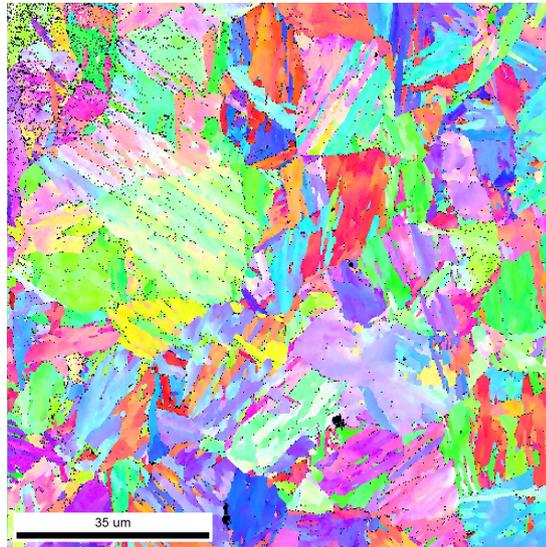
Figur 4.4.4: Polfigurer

## 4.5 Valg av faser ved indisering i OIM Data Collection 5.32

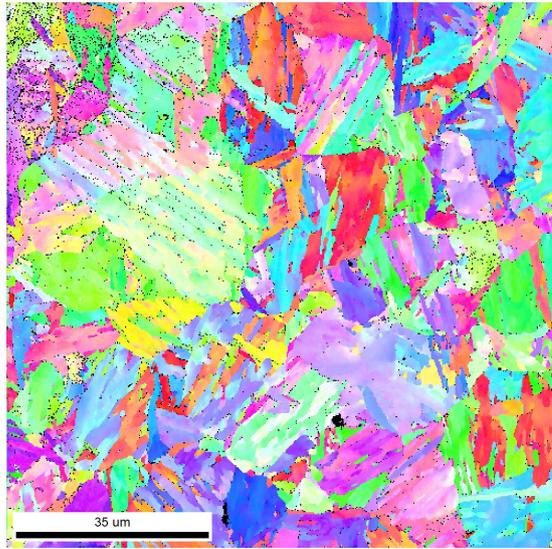
For å kontrollere effekten valg av faser har på indiseringen, og for å oppnå en enda bedre indikasjon på hvorvidt indiseringen forsøkene er korrekt, ble det gjennomført et forsøk med valg av ulike faser ved indisering av rådata fra et skann av grunnmaterialet. Dette ble gjort ved å først indisere på samme måte som for karakteriseringen av mikrostruktur i pkt. 4.1, altså med både ferritt og austenitt som faser i materialet. Deretter ble samme skann indisert med bare ferritt som fase i materialet, og med bare austenitt som fase. Data for dette er gjengitt i tabell 4.5.1. Alle data er gjengitt etter CI-standardisering og fjerning av alle punkter med CI lavere enn 0,05. I tillegg er det inkludert IPF-kart for de tre indiserte datasettene.

Tabell 4.5.1: Data for samme skann indisert med forskjellige faser valgt i materialet

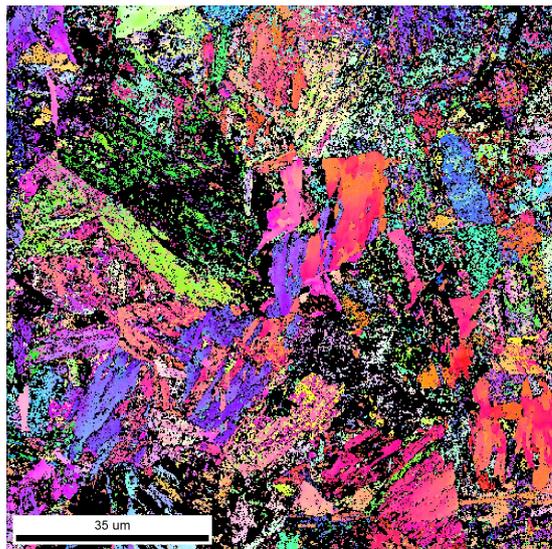
Inkluderte faser	CI	Fit [°]	IQ	Fraksjon punkter, CI > 0,05	CI, $\alpha$	CI, $\gamma$
Ferritt og austenitt	0,88	1,10	187,51	0,968	0,89	0,15
Ferritt	0,92	1,12	187,19	0,973	-	-
Austenitt	0,30	1,83	189,54	0,556	-	-



Figur 4.5.1: IPF-kart, indisering med både ferritt og austenitt som faser



Figur 4.5.2: IPF-kart, indisering med bare ferritt som fase



Figur 4.5.3: IPF-kart, indisering med bare austenitt som fase



## 5 Diskusjon

### 5.1 Karakterisering av mikrostruktur og faser i stålet

Som vi kan se av tabell 4.2.1 og fasekartet i figur 4.3.3 er det en svært liten andel austenitt i stålet. Det var ikke forventet at man skulle finne store mengder austenitt, da produsenten av stålet i hovedsak oppgir at det har en seigherdet martensittisk mikrostruktur.[5] Det er derimot slik at tidligere forskning på stålet tyder på at det er en deformasjonsstabil restaustenitt som gir 9% Ni-stål sine gode egenskaper ved svært lave temperaturer. [2, 3, 4] Det var derfor samtidig en forventning om at det skulle finnes en del restaustenitt, spesielt på gamle austenittkorngrenser. Derimot viser fasekartet her minimalt med austenitt. I tillegg kan det sees utifra IPF-kartet, figur 4.2.2, at punktene som er indisert som austenitt og ligger rundt korngrensene i liten grad har sammenfallende orientering med hverandre, noe som gjør at disse punktene trolig også er feilindisert.

Det er derimot slik at tidligere masterstudenter som har benyttet EBSD har vist at bruk av forskjellige elektrolytter ved elektropolering kan gi et utslag i mengden austenitt som oppdages i et EBSD-skann.[13] Dette kan dermed bety at prøveprepareringen som er brukt i dette tilfellet har ført til at vi ikke får fram de faktiske mengdene med restaustenitt som finnes i stålet. Som fremtidig arbeid med dette stålet kunne det derfor være anbefalt å finne en alternativ metode, som røntgenanalyse, for å sjekke hvorvidt det finnes restaustenitt, og eventuelt hvor mye som finnes av dette.

Fra IQ-kartet, figur 4.2.4, kan vi observere det som mer eller mindre ligner på et lysmikroskopibilde av mikrostrukturen. Her blir som kjent korngrenser og andre punkter hvor det er høy dislokasjonstetthet mørke, da disse punktene har dårlig kvalitet på diffraksjonsmønsteret. Det vi kan se på IQ-kartet tilsier at vi hovedsaklig har en seigherdet martensittisk mikrostruktur med forholdsvis stor grad av uorden. Det er ikke helt utenkelig at den uordna og forholdsvis tilfeldige mikrostrukturen, som kan motvirke vekst av mikrosprekker, bidrar til at 9% Ni-stål kan oppnå den store bruddforlengelsen.

### 5.2 In-situ strekkforsøk ved romtemperatur

Fra fasekartene i figur 4.3.3 kan det, også i skannene utført under strekkforsøkene, sees at det ikke er funnet noe særlig austenitt som er troverdig eller riktig indisert. Det er derfor vanskelig å si noe om hvordan restaustenitt på korngrenser påvirker stålet under deformasjon. Men grunnet muligheten for at prøveprepareringen fører

til at det ikke kan identifiseres noe særlig austenitt i prøvene, kan det på ingen måte utelukkes at eventuell restaustenitt vil ha en tydelig effekt på mikrostrukturens utvikling under deformasjon. Mangelen på indisert austenitt gjør det også vanskelig å slå fast om det er noe restaustenitt som blir omdannet til martensitt ved deformasjon.

Fra IPF-kartene, figur 4.3.1, kan det sees at flere korn og subkorn viser en endring i farge med økende grad av forlengelse, noe som er ensbetydende med at det forekommer en endring i orienteringen til krystallene. Det kan også observeres at enkelte områder får en større grad av dårlig indiserte punkter, punkter som blir fjernet grunnet lav CI, med økende forlengelse. Dette skyldes trolig at enkelte korn får en høyere dislokasjonstetthet, noe som igjen skjer som en følge av at disse kornene har en orientering som i større grad tillater vekst av dislokasjoner. Denne økningen i dislokasjonstetthet i enkelte korn kan også sees på IQ-kartene, figur 4.3.2, hvor enkelte områder blir betydelig mørkere, mens andre forblir nesten like ved 8% som ved 0% forlengelse. Mørkere områder representerer som kjent områder med dårligere kvalitet på diffraksjonsmønstrene, noe som ofte skyldes korngrenser eller høy dislokasjonstetthet. I vårt tilfelle er det ingen rekrystallisasjon, og den gradvis dårligere kvaliteten på diffraksjonsmønstrene i disse områdene skyldes dermed mest sannsynlig økt dislokasjonstetthet. En økt dislokasjonstetthet forekommer trolig i hovedsak i korn som ikke har mulighet til å endre orientering for å kompensere for at dislokasjonene forflytter seg gjennom krystallgitteret.

Utviklingen som kan sees med økende forlengelse i polfigurene, figur 4.3.4, er at spredningen av orienteringen til punktene blir noe mindre. Det er sannsynlig at dette i hovedsak skyldes at flere korn endrer seg til en orientering som er bedre på å ta opp dislokasjoner og dermed takler deformasjonen bedre. Det kan tenkes at også stålets evne til å gjøre dette bidrar til at det tåler en mye høyere bruddforlengelse enn hva som er vanlig for de fleste stål.

Det er derimot noen korn som ikke følger den helhetlige trenden i mikrostrukturen med å endre orientering til mer foretrukne orienteringer, noe som kan sees veldig godt i kornet vi har trukket opp misorienteringsprofilene på tvers av, figur 4.3.5. Her kan vi se at det oppstår en større grad av misorientering mellom subkorn med økende forlengelse. Det er verdt å merke seg at de to toppene i misorienteringsprofilene ved 0% og 2% forlengelse, figur 4.3.6, kan skyldes at det har vært vanskelig å trekke linja på nøyaktig samme sted i alle skannene eller at det er enkeltpunkter som trolig er feilindisert som har blitt inkludert i linja, og derfor gir de svært store utslagene i misorientering, henholdsvis cirka  $62^\circ$  og  $34^\circ$ . Denne endringen i orientering kan skyldes at den ene orienteringen som en del av subkornene ligger nærmere en annen, mer foretrukket orientering enn det ligger nært orienteringen til resten av subkornene.

## Måling av forlengelse på strekkbordet

Gjennom strekkforsøkene har det flere ganger vært problemer med måling av forlengelse på strekkbordet. Forlengelsen som oppgis i resultatene kan derfor ikke sees på som en helt sikker verdi. I tillegg til problemene strekkbordet og resten av utstyret knyttet til dette har hatt med å registrere korrekt forlengelse, så er det også det at strekkbordet i seg selv kan bli utsatt for elastisk forlengelse. Det kunne derfor vært meget interessant å gjort forsøk der man kontrollerer hvorvidt strekkbordet registrerer faktisk forlengelse, eller om det finnes et avvik som bør taes høyde for ved fremtidige forsøk. Slike forsøk kan enkelt utføres, enten utenfor mikroskopet, hvor man bruker hardhetsinntrykk og lysmikroskopi til å måle faktisk forlengelse. I dette tilfellet må det også korrigeres for elastisk forlengelse da prøven ikke står spent fast i strekkbordet når målingene av avstand mellom to hardhetsinntrykk utføres. Alternativt kan det gjennomføres i elektronmikroskopet, og her kan prøven fortsatt stå spent fast ved måling av ny avstand mellom hardhetsinntrykkene, og det er derfor ikke nødvendig å korrigere for elastisk forlengelse.

Derimot er det fortsatt mulig å sammenligne strekkforsøk ved forskjellige temperaturer med hverandre, gitt at flytespenning, strekkfasthet og andre tilsvarende verdier ikke er særlig temperaturavhengige.

### 5.3 In-situ strekkforsøk ved $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$

Dessverre er det bare ett strekkforsøk, som langt fra er optimalt, som ble gjennomført ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Skannet som ble utført ved 0% forlengelse er av et annet område, noe som skyldes at det var vanskelig å finne like godt fokus ved forsøkene med kaldfingeren montert, da denne krever at bordet er tiltet på forhånd, både da deler fra termoelementet må ligge stabilt og at det er begrensede muligheter til å bevege stagen med kaldfingeren montert på prøven. Grunnet dårligere fokus var det vanskelig å finne noen detaljer på sekundærbildet for å holde bildet på samme sted. I tillegg ble ikke området som ved bra fokus viste seg som tydelig mer kontaminert grunnet første skann synlig ved dette forsøket som det var på forsøkene i romtemperatur. Muligens kunne det vært ønskelig å prøve å videreutvikle kaldfingeren for å tillate mer bevegelse av strekkbordet, og få laget noe som holder termoelementet stabilt på plass ved større bevegelse og videre tilting av bordet.

Det er noe vanskeligere å slå fast hvorfor skannet utført ved 6% forlengelse er såpass dårlig. Trolig skyldes dette dårlig innstilte innstillinger ved opptak av skannet. Men det kan heller ikke utelukkes at det skyldes dårlig innsilt fokus for det enkelte skannet, da fokus ble rejustert for å være optimalt før hvert enkelt skann. Som nevnt er det svært vanskelig å finne noen holdepunkter å fokusere på under de

gitte betingelsene. På grunn av at både 0% og 6% skannene ikke gir noe særlig resultater som kan brukes er de fleste betraktningene rundt dette strekkforsøket gjort med utangspunkt i det som kan sees av skannene som er gjennomført ved 2%, 4% og 8% forlengelse.

Av IPF-kartene, figur 4.4.1, kan det observeres en gradvis fargeendring i flere korn, noe som betyr en endring i orientering. Denne orienteringen skyldes som nevnt tidligere at det er enkelte orienteringer som bedre kan oppta deformasjon. Denne trenden kan også tydelig sees av polfigurene, figur 4.4.4. Her vi ser at spredningen av ansamlingen av punkter forsvinner, og punktene blir mer samlet i færre klaser ettersom graden av forlengelse øker.

Av IQ-kartene, figur 4.4.2, kan vi se at det oppstår flere områder som er markant mørkere områder med økende forlengelse, disse områdene er altså områder som får økt dislokasjonstetthet med økende grad av forlengelse.

Som det kan sees av fasekartene, figur 4.4.3, er det heller ikke i dette forsøket funnet en relevant mengde av riktig indisert austenitt. I skannet som er tatt opp ved 6% forlengelse vises en tydelig mengde austenitt på fasekartet. Denne austenitten er derimot høyst sannsynlig feilindiserte punkter, noe som kan baseres på både de andre gode skannene ved de andre forlengelsene, og på det faktum at dette skannet er et svært dårlig skann. Det kan vi også se av verdiene i tabell 4.4.1.

## **Temperaturen på prøven**

Siden termoelementet festes mellom kobberskruen som fester kaldfingeren og prøven, er det ikke gitt at prøven og messingskruen holder samme temperatur. Gitt at skruen er kaldere enn prøven er det ikke sikkert at forsøket faktisk har blitt gjennomført ved en temperatur på  $-60\text{ °C}$ , siden termoelementet kan gi et feilaktig bilde av temperaturen.

## **5.4 Sammenligning av strekkforsøkene ved romtemperatur og $-60\text{ °C}$**

Ved sammenligning av mikrostrukturen og dens utvikling under deformasjon, kan det ikke observeres noen markant forskjell mellom romtemperatur og  $-60\text{ °C}$ . De mekaniske data [23, 6] som er gitt for stålet gir heller ingen grunn til å tro at det skulle være en markant forskjell mellom de to. Det kan kanskje observeres en liten forskjell i at IQ-kartene blir fortere mørke ved  $-60\text{ °C}$  enn ved romtemperatur, men det er nok mer sannsynlig at dette skyldes vanskeligere betingelser for å utføre

gode skan ved lave temperaturer, enn at det blir økt dislokasjonstetthet ved lavere temperaturer.

## 5.5 Valg av faser ved indisering i OIM Data Collection 5.32

Som det kan sees av tabell 4.5.1 oppnår indisering med begge fasene og indisering med bare ferritt som valgt fase ganske like, gode verdier for CI, Fit og fraksjon punkter med  $CI > 0,05$ . Derimot har indisering der bare austenitt ble valgt, dårligere verdier for CI og Fit, og en betydelig lavere fraksjon punkter med  $CI > 0,05$ . Dette kan tolkes som en videre bekreftelse på det som sees i karakteriseringen av mikrostrukturen, som tilser at det er svært lite indiserbar austenitt i prøvene med på prøvepreparering. Derimot er det verdt å merke seg at det fortsatt er en relativt stor andel punkter i austenitt-indiseringen som oppnår en  $CI > 0,05$ . Dette kan muligens bety at en nedre CI verdi på 0,05 er for lavt for å gi en korrekt indisering av dette materialet, og det i dette tilfellet trolig hadde vært mer korrekt å velge en høyere nedre grense for CI-verdier for å være sikker på at punktene kan ansees som korrekt indisert. Dette kan tolkes dit at sammenhengen som kan sees av figur 2.3.9 er materialavhengig.



## 6 Konklusjon

Med bakgrunn i de eksperimentelle resultatene fra forsøkene gjennomført i denne oppgaven, kan det trekkes følgende konklusjoner.

- Mikrostrukturen til 9%Ni-stålet undersøkt i denne oppgaven har en seighet det martensittisk struktur.
- EBSD-karakterisering av dette 9%Ni-stålet, hvor A2 er benyttet som elektrolytt under elektropolering, gir ikke indisierbar austenitt i mikrostrukturen.
- Ved sammenligning av hvordan mikrostrukturen utvikler seg under deformasjon ved romtemperatur og  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , ser det ikke ut til å være noen markant forskjell for dette 9%Ni-stålet.
- Det er betydelig mer krevende å gjennomføre strekkforsøkene med nedkjølt prøve og montert kaldfinger, enn det er å utføre strekkforsøk ved romtemperatur uten kaldfinger.
- En nedre grense for CI-verdier på 0,05 er ikke nødvendigvis lavt nok for å sikre korrekt indisering for alle materialer.

### 6.1 Forslag til videre arbeid

Basert på funnene i denne oppgaven foreslås følgende videre arbeid.

- Gjøre flere forsøk ved  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  for å finne ut hvorvidt resultatet fra det ene forsøket som her ble gjort er representativt eller ikke.
- Kontrollere hvorvidt den innebygde målingen til strekkbordet faktisk gir korrekte verdier for forlengelsen.
- Gjennomføre en røntgenanalyse eller lignende på dette stålet for å fastslå hvorvidt det finnes en vesentlig mengde restaustenitt.
- Gjennomføre EBSD-forsøk av dette stålet hvor elektropolering er utført med andre elektrolytter enn A2 for å se om dette gir andre resultater, spesielt med tanke på mengde austenitt som indiseres.
- Forbedre kaldfingeren slik at den tillater mer bevegelse i strekkbordet, og lage en festeanordning som holder termoelementet stabilt ved tilting av prøven med termoelementet montert.
- Videre undersøkelser av sammenhengen mellom CI og sannsynligheten for at et punkt er korrekt indisert.



## Referanser

- [1] ESAB, “Welding liquid natural gas tanks and vessels in 5% and 9% nickel steels.”
- [2] B. Fultz, J. I. Kim, Y. H. Kim, H. J. Kim, G. O. Fior, and J. W. Morris Jr., “The stability of precipitated austenite and the toughness of 9ni steel,” *Metallurgical Transactions A*, vol. 16A, December 1985.
- [3] T. Ooka, H. Mimura, S. Yano, K. Sugino, and T. Taoizumi, “The study on 9% nickel low carbon steels with special reference to the relation between the precipitation austenite and the toughness of a 0,1% c 9% nickel steel,” *Journal of the Japan Institute of Metals*, vol. 30, 1966.
- [4] T. Ooka and K. Sugino, “The study on 9% nickel low carbon steels. - the precipitation of austenite and the microstructure,” *Journal of the Japan Institute of Metals*, vol. 30, 1966.
- [5] J. Steel, “9% ni steel with high brittle crack arrestability,” 2008.
- [6] J. Steel, “9% ni steel plates produced by direct-quenching process.”
- [7] I. Plate, “9% nickel steel,” tech. rep., International Steel Group Inc., September 2003.
- [8] M. Hoshino, N. Saitoh, H. Muraoka, and O. Saeki, “Development of super-9%ni steel plates with superior low-temperature toughness for lng storage tanks,” tech. rep., Nippon Steel, July 2004.
- [9] J. Hjelen, “Forelesningsfoiler - tmt4505 ebsd.”
- [10] J. Hjelen, *Scanning elektron-mikroskopi*. Trondheim: Metallurgisk institutt, NTH, 1989.
- [11] Struers, “About electrolytic preparation.”
- [12] K. Geels, D. B. Fowler, W.-U. Kopp, and M. Rückert, *Metallographic and materialographic specimen preparation, light microscopy, image analysis and hardness testing*. ASTM International, 2007.
- [13] A.-J. Enstad, “Ebsd-karakterisering av et hsla-stål under in situ varmebehandling,” Master’s thesis, NTNU, 2011.
- [14] *Tutorial: Electron Backscatter Diffraction in the Scanning Electron Microscope*. Oxford Instruments Analytical, 2007.

- [15] R. Schwarzer and J. Hjelen, “High-speed orientation microscopy with offline solving sequences of ebsd patterns,” *Solid State Phenomena*, vol. 160, pp. 295–300, 2010.
- [16] A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, and D. P. Field, *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Springer, 2nd ed., 2009.
- [17] Y. Chen, J. Hjelen, S. Gireesh, and H. Roven, “Optimization of ebsd parameters for ultra-fast characterization,” *Journal of Microscopy*, 2011.
- [18] J. H. Pedersen, “In situ strekkforsøk med ebsd karakterisering av hsla-stål ved romtemperatur og -60°C,” Master’s thesis, NTNU, 2011.
- [19] R. Petrov, L. Kestens, A. Wasilkowska, and Y. Houbaert, “Microstructure and texture of a lightly deformed trip-assisted steel characterized by means of the ebsd technique,” *Materials Science and Engineering A*, 2007.
- [20] D. P. Field, “Recent advances in the application of orientation imaging,” *Ultramicroscopy*, 1997.
- [21] S. Astad, O. Bjering, M. Karlsen, J. Solberg, and J. Hjelen, “Ebsd measurements combined with optical microscopy to quantify complex microstructures in steel,” 2010.
- [22] E. TSL, *EDAX TSL OIM Analysis 5.2 Manual*, 2007.
- [23] J. Steel, “Properties of 9% ni sample plates,” Jan 2011.
- [24] M. Karlsen, *EBSD based in-situ observations of polycrystalline materials in the SEM*. PhD thesis, NTNU, 2009.

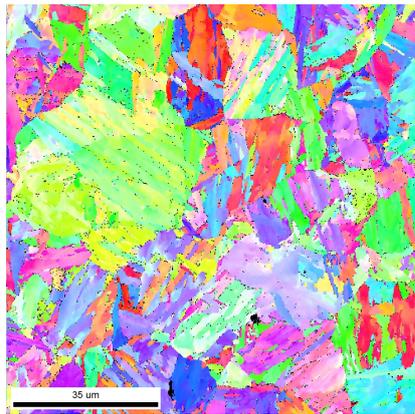
# A Vedlegg

## A.1 Karakterisering av mikrostrukturen

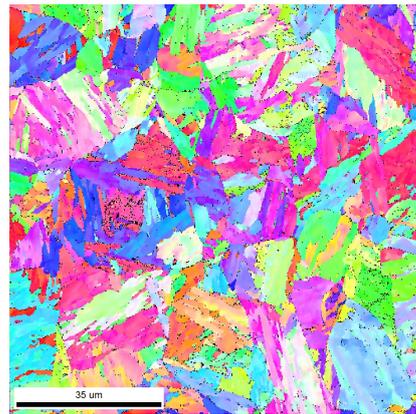
Her ligger et større utvalg av skannene som ble gjennomført på grunnmaterialet for å karakterisere mikrostrukturen til stålet.

Tabell A.1.1: Data fra skann brukt i mikrostrukturkarakterisering

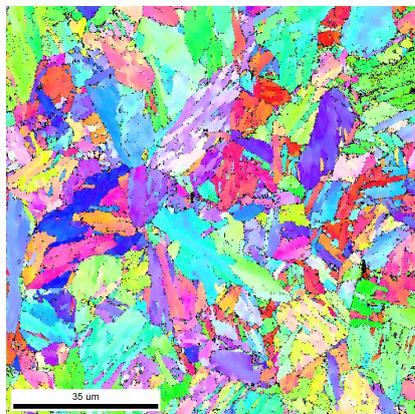
	Avg CI	Fit [°]	IQ	Fraksjon punkter, CI > 0,05	Fraksjon $\gamma$ , CI > 0,05
Skann 1	0,92	0,82	187,16	0,979	0,004
Skann 2	0,91	0,85	184,51	0,973	0,004
Skann 3	0,90	1,13	159,89	0,937	0,007
Skann 4	0,91	1,08	168,77	0,948	0,005
Skann 5	0,68	1,62	232,47	0,958	0,000



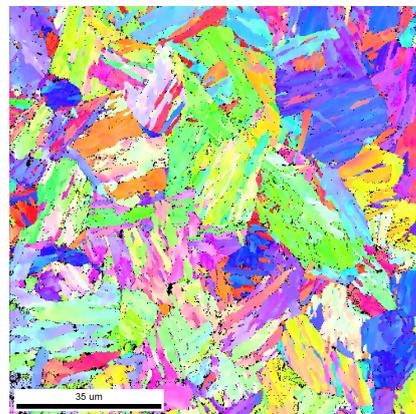
Skann 1



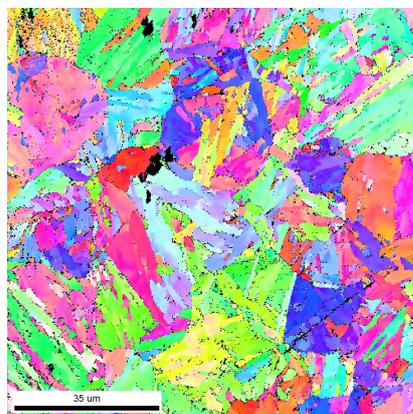
Skann 2



Skann 3

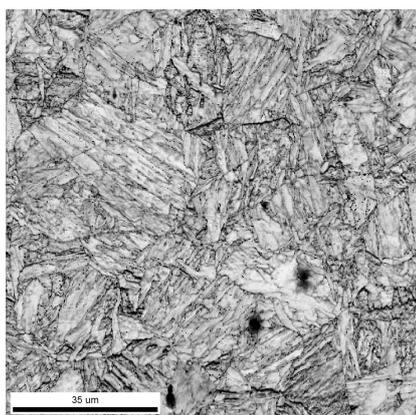


Skann 4

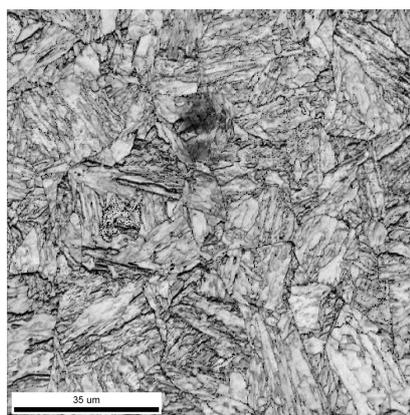


Skann 5

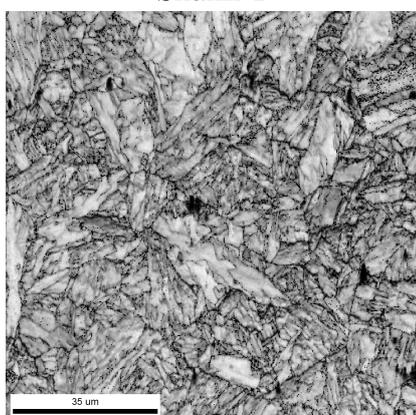
Figur A.1.1: IPF-kart



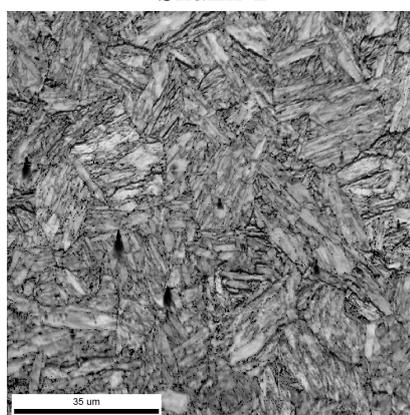
Skann 1



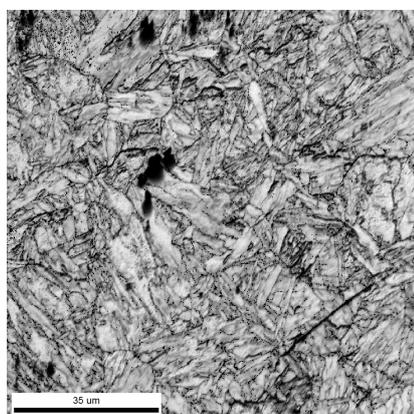
Skann 2



Skann 3

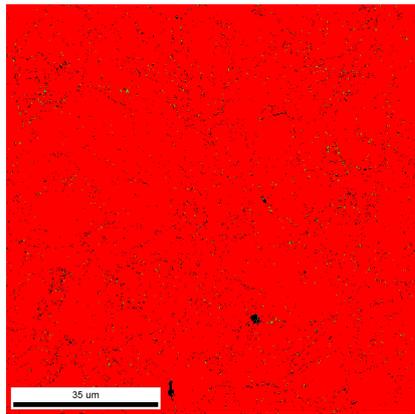


Skann 4

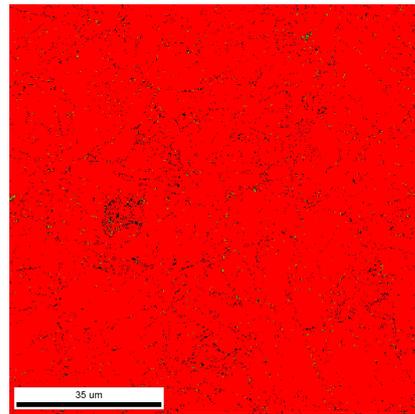


Skann 5

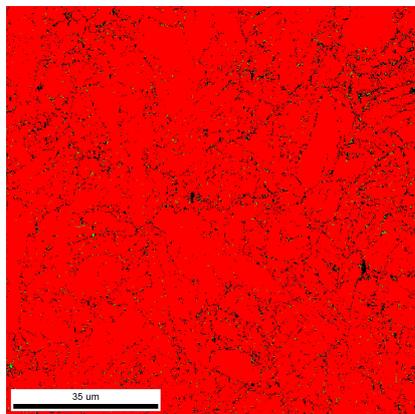
Figur A.1.2: IQ-kart



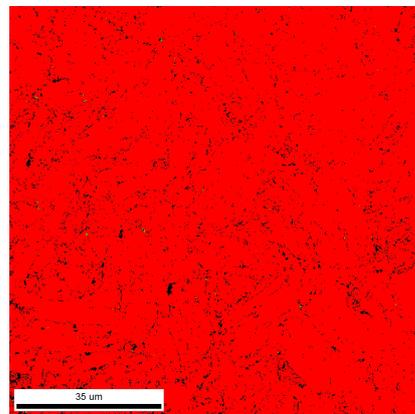
Skann 1



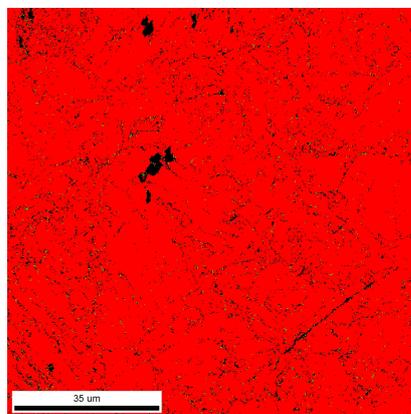
Skann 2



Skann 3



Skann 4



Skann 5

Figur A.1.3: Fasekart

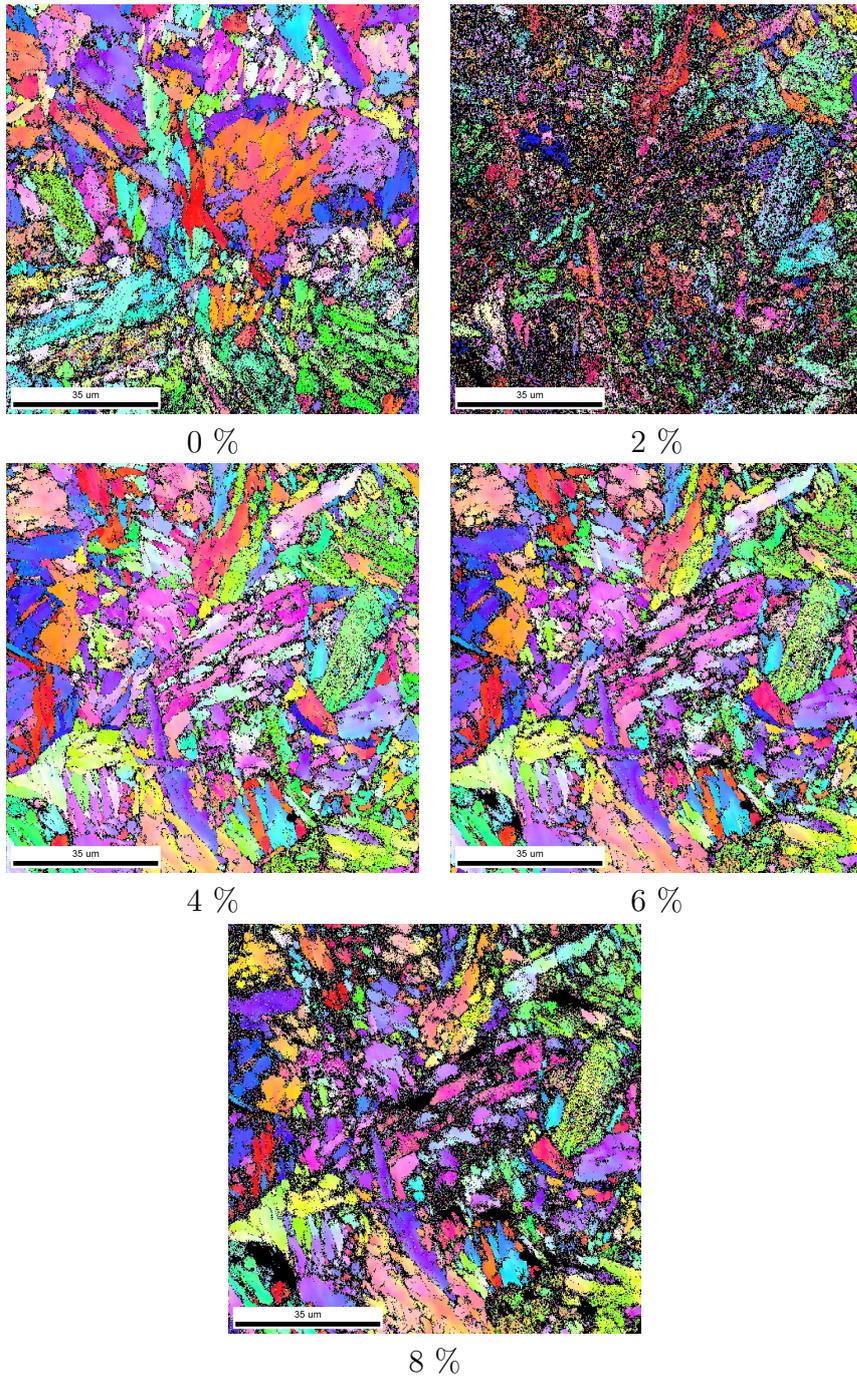
## A.2 In-situ strekkforsøk ved romtemperatur

Her ligger det flere resultater fra in-situstrekkforsøk utført ved romtemperatur

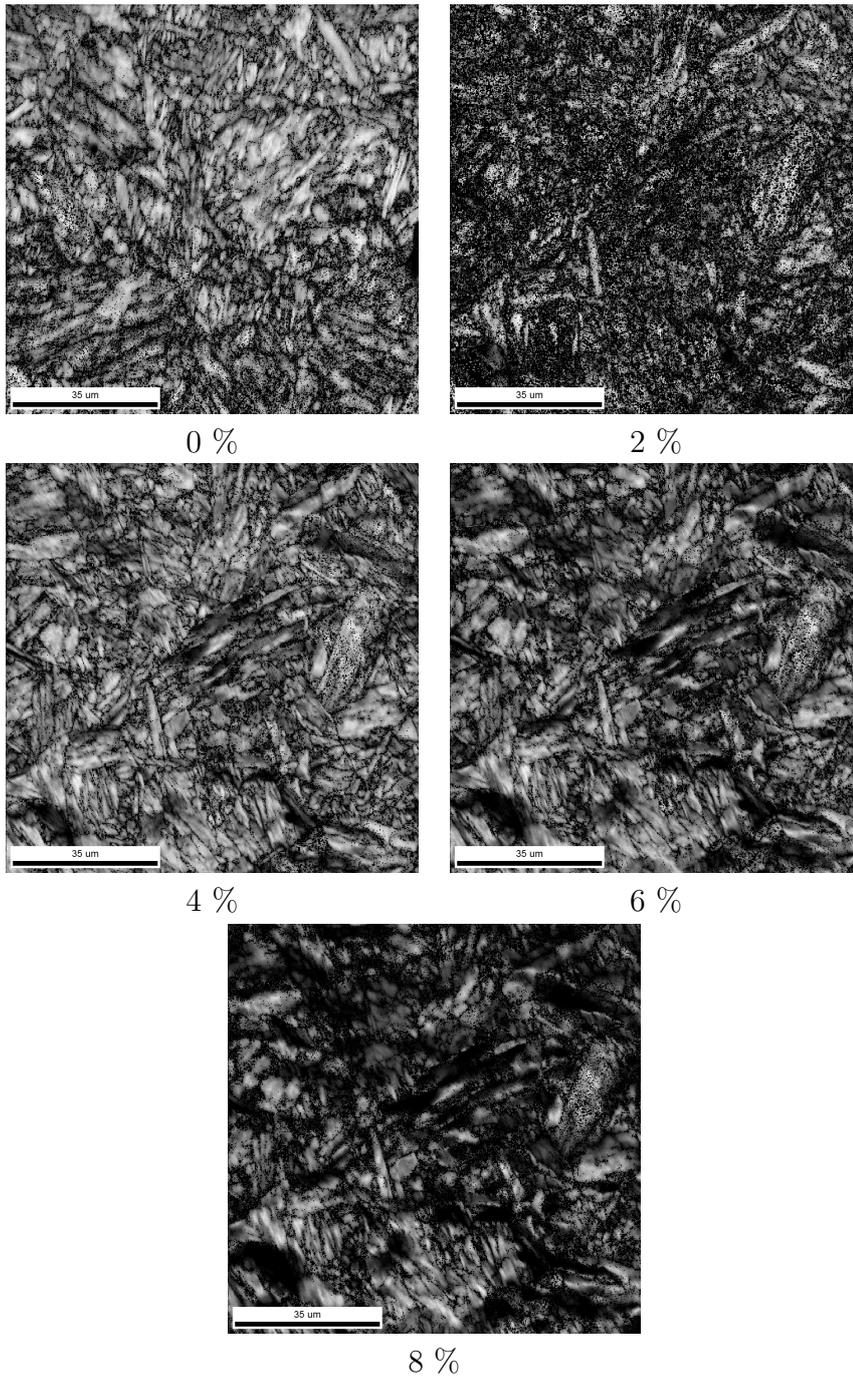
### A.2.1 Forsøk 1

Tabell A.2.1: Data fra skann i strekkforsøk 1 ved romtemperatur

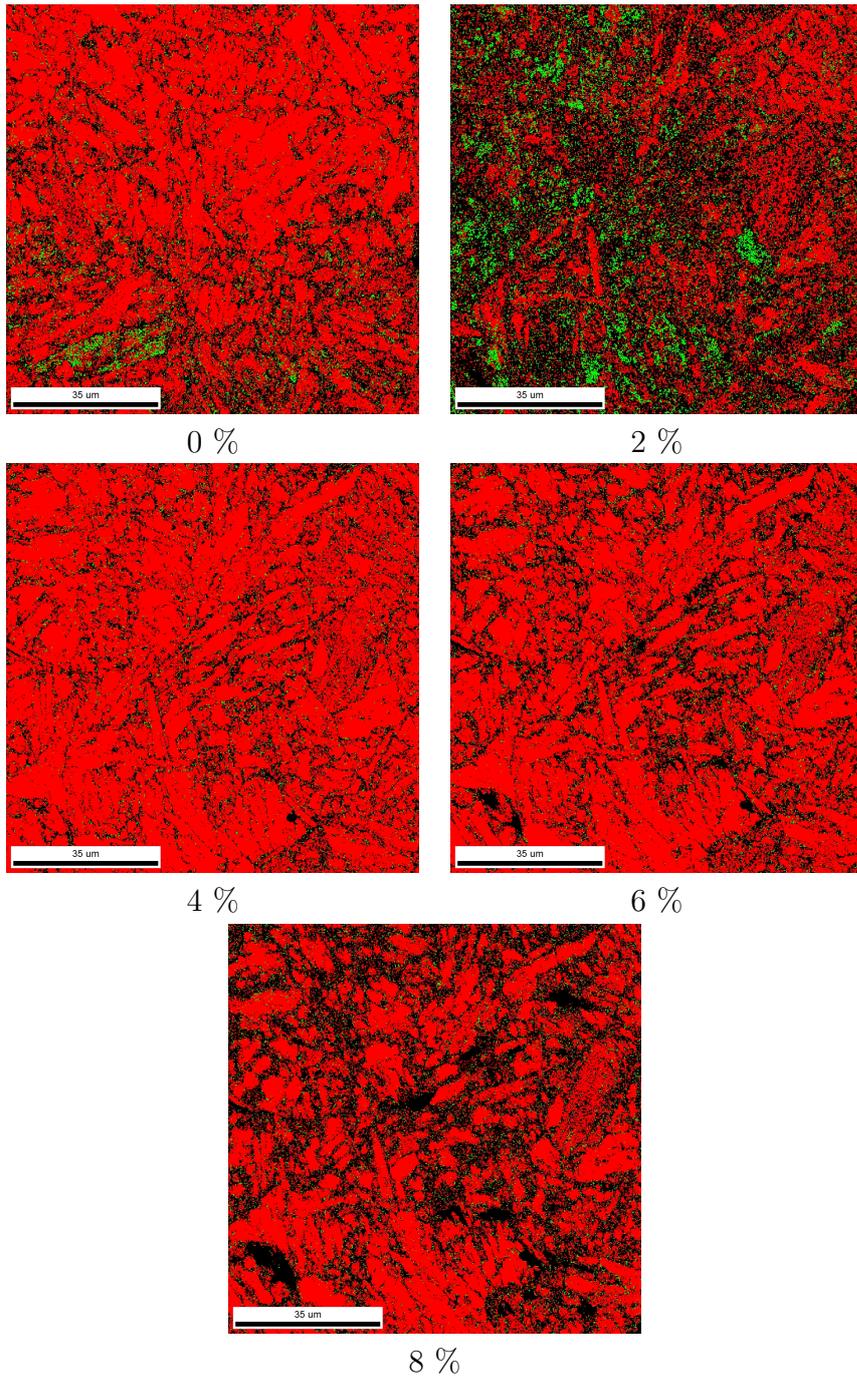
Strekk %	Avg CI	Fit [°]	IQ	Fraksjon punkter, CI > 0,05	Fraksjon $\gamma$ , CI > 0,05
0	0,67	1,55	148,21	0,750	0,039
2	0,16	1,84	145,16	0,451	0,092
4	0,79	1,29	125,90	0,818	0,019
6	0,75	1,30	105,08	0,754	0,023
8	0,66	1,49	80,11	0,609	0,030



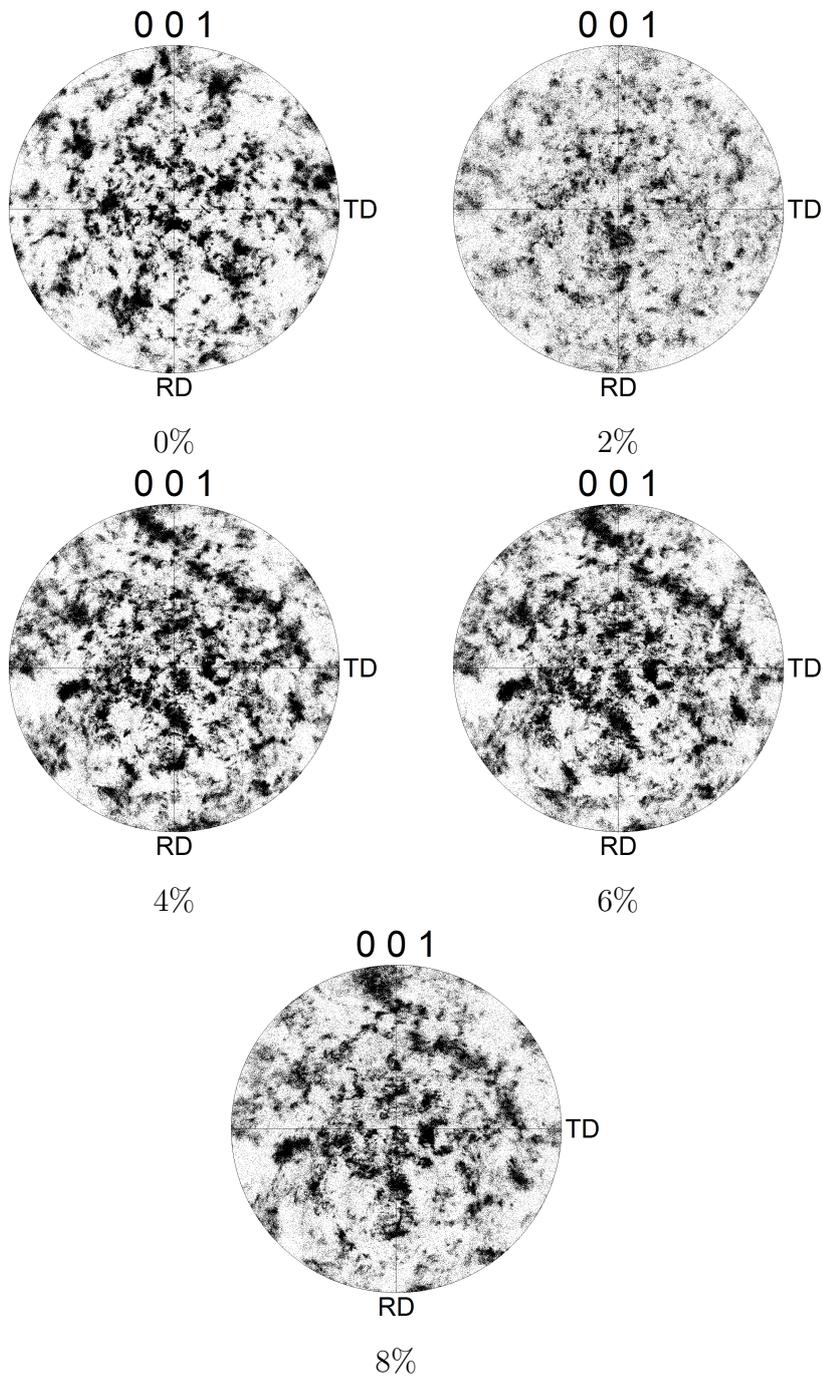
Figur A.2.1: IPF-kart



Figur A.2.2: IQ-kart



Figur A.2.3: Fasekart

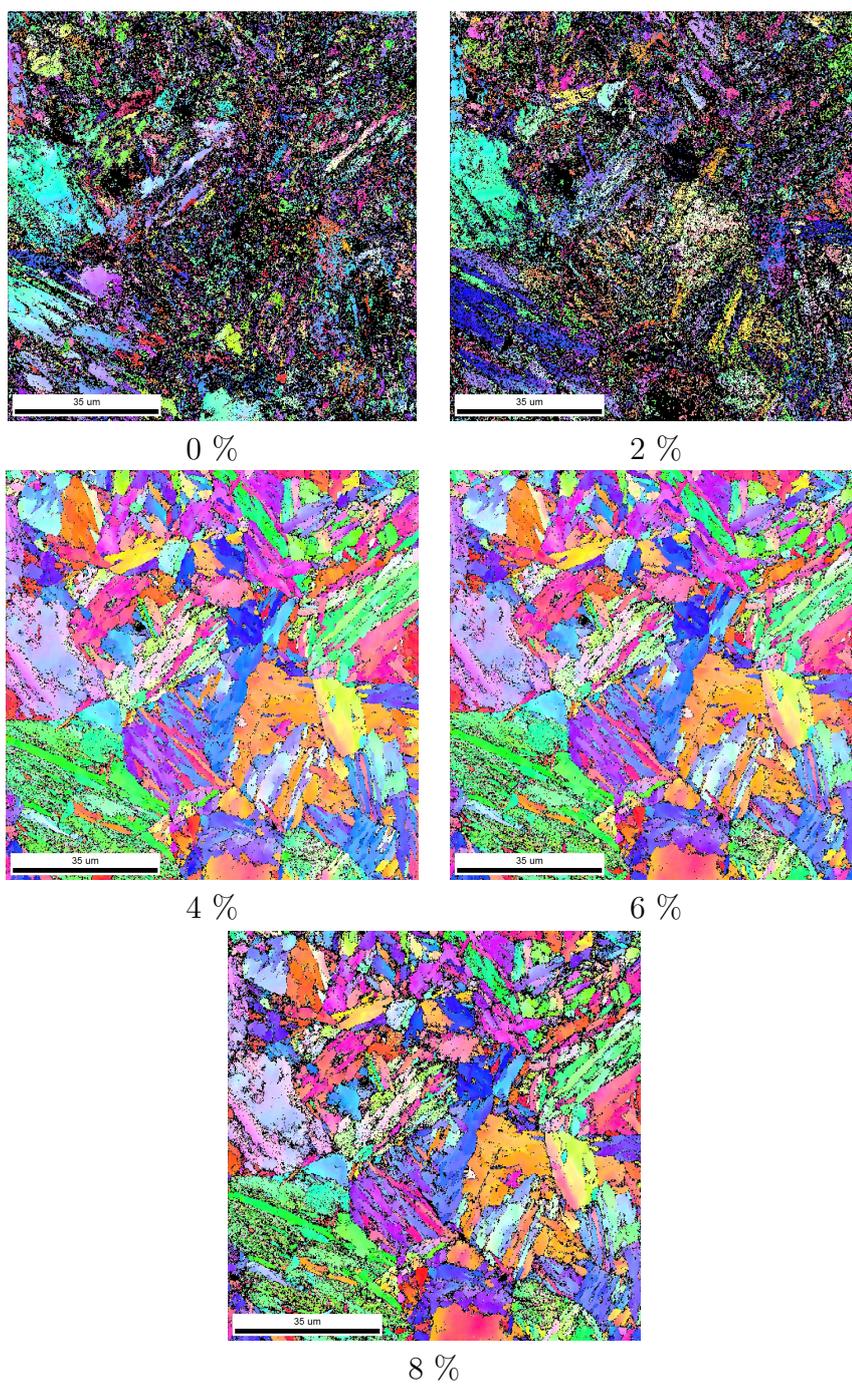


Figur A.2.4: Polfigurer

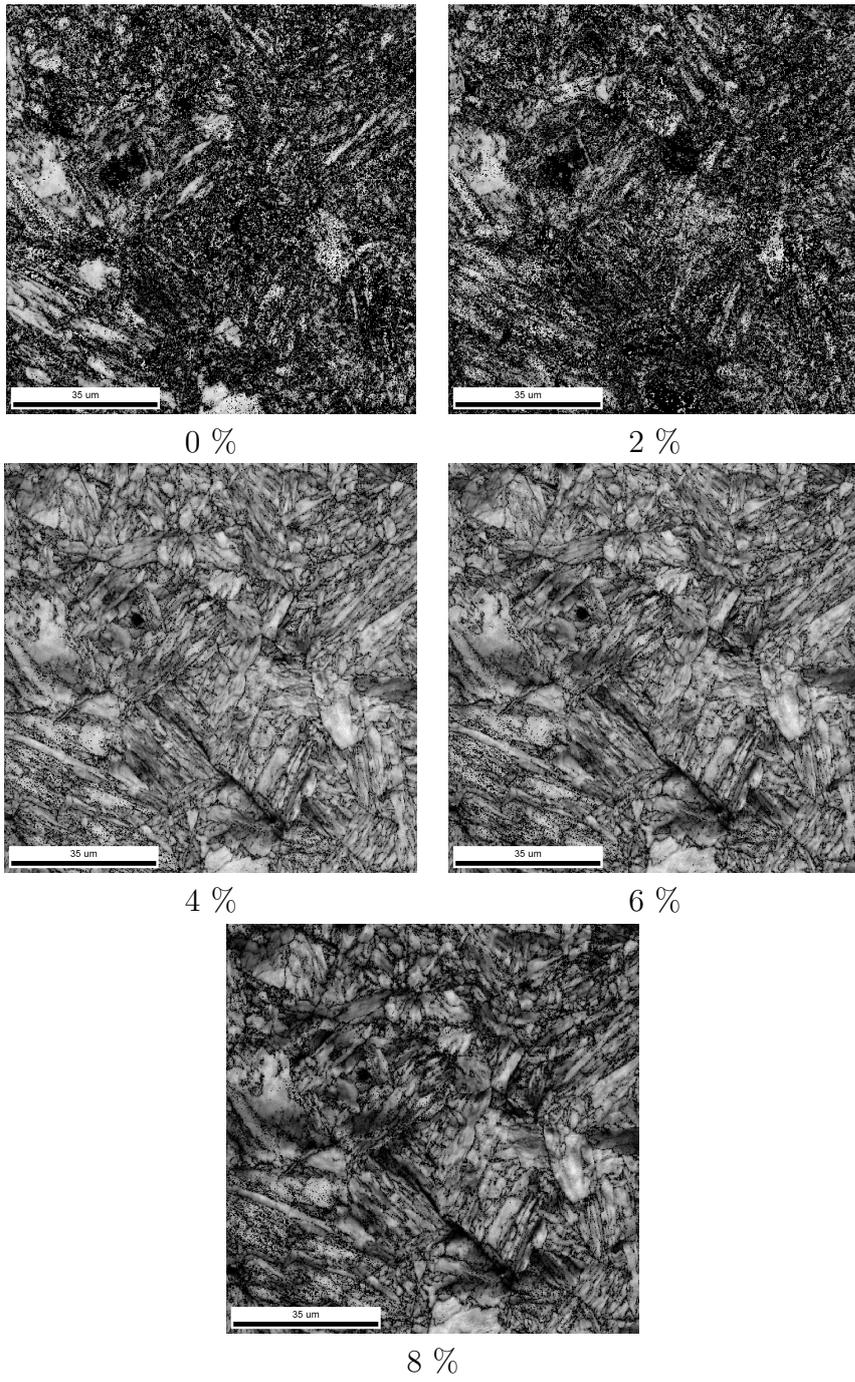
## A.2.2 Forsøk 2

Tabell A.2.2: Data fra skann i strekkforsøk 2 ved romtemperatur

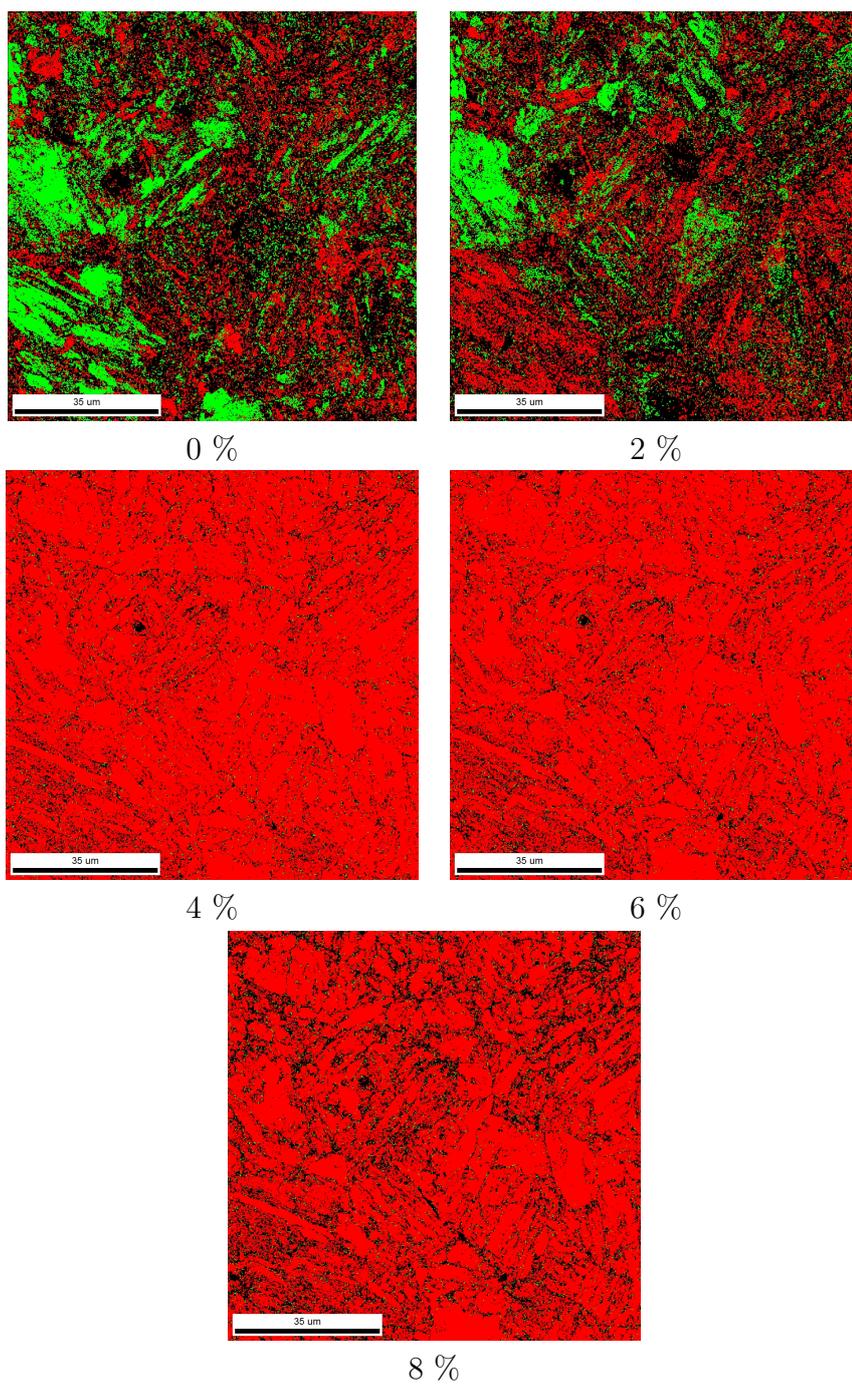
Strekk %	Avg CI	Fit [°]	IQ	Fraksjon punkter, CI > 0,05	Fraksjon $\gamma$ , CI > 0,05
0	0,24	1,88	164,82	0,459	0,217
2	0,17	1,83	157,71	0,442	0,148
4	0,83	1,08	136,50	0,897	0,010
6	0,83	1,10	128,12	0,889	0,011
8	0,78	1,28	110,97	0,793	0,018



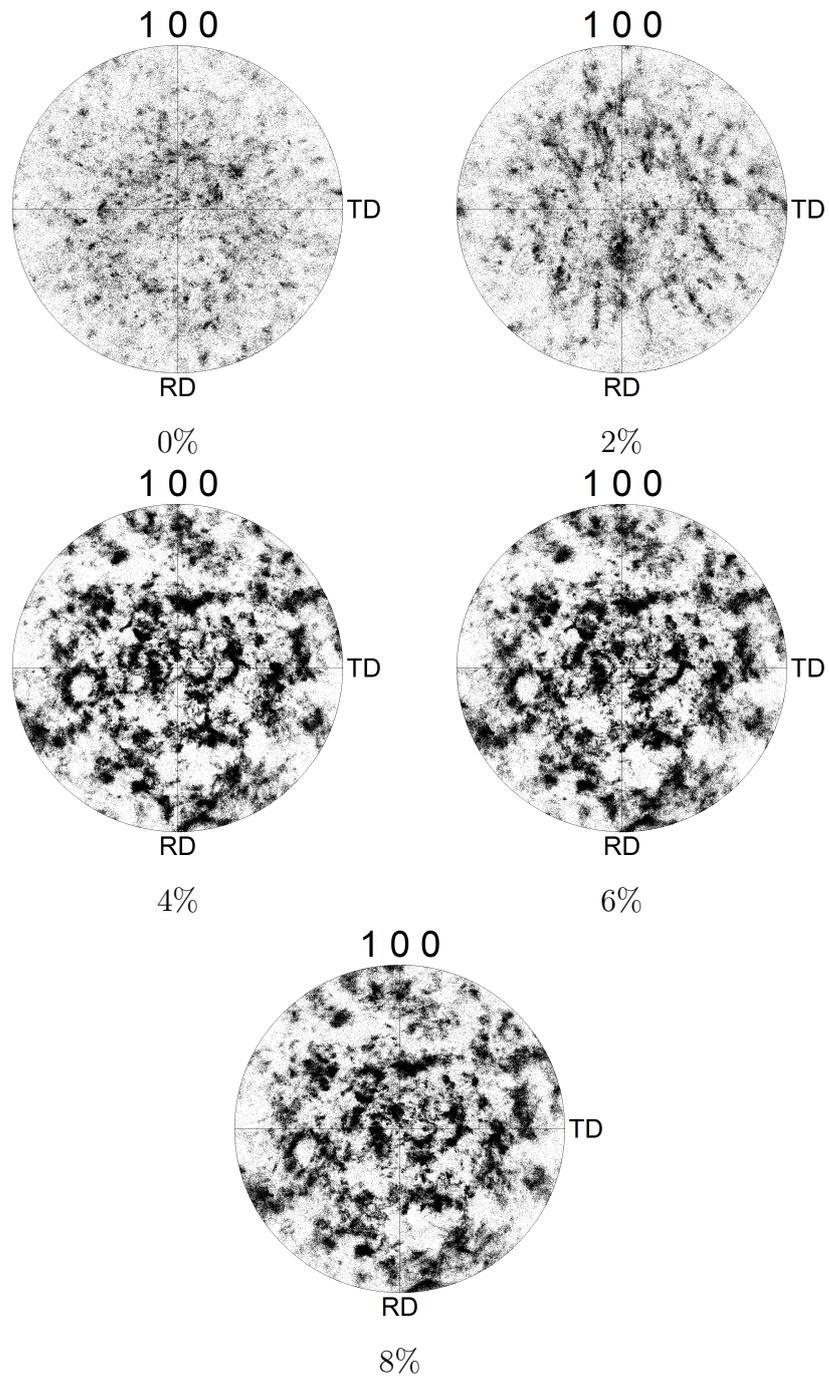
Figur A.2.5: IPF-kart



Figur A.2.6: IQ-kart



Figur A.2.7: Fasekart



Figur A.2.8: Polfigurer