



Kunnskap for en bedre verden

Mikrostrukturutvikling i superdupleks rustfritt stål og effekten av prøvepreparering på identifisering og kvantifisering av sigmafase gjennom EBSD-karakterisering

Jannicke Kleppen

Materialteknologi (MIMT)

Innlevert: juni 2018

Hovedveileder: Jarle Hjelen, IMA

Medveileder: Morten Karlsen, IMA
Ida Westermann, IMA

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Institutt for materialteknologi

Forord

Denne masteravhandlingen ble utarbeidet ved Institutt for materialteknologi ved Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet (NTNU) våren 2018. Avhandlingen er utført i henhold til reglementet for gjennomføring av masteroppgave ved NTNU.

Jeg ønsker å rette en stor takk til min hovedveileder Professor Jarle Hjelen for svært god veiledning, oppfølging og assistanse under prosjektperioden. Jeg ønsker også å rette en takk til min medveileder Professor II Morten Karlsen for upåklagelig engasjement og faglige innspill. Videre ønsker jeg å takke min medveileder Ida Westermann for assistanse i forbindelse med utforming av rapporten, samt gode råd og faglige innspill under prosjektperioden. For assistanse under det eksperimentelle arbeidet ønsker jeg å rette en takk til Yingda Yu, Sergey Khromov, Trygve Lindahl Schancke og Torill Krogstad.

6. juni 2018

Jannicke Kleppen

Sammenheng

Superdupleks rustfritt stål benyttes ofte i konstruksjoner lokalisert i korrosive miljø på grunn av høy mekanisk styrke og god korrosjonsmotstand. På grunn av et høyt innhold av legeringselementer er stålet utsatt for utfelling av intermetalliske faser under varmebehandling eller sveising. To faser som kan felles ut i superdupleks rustfritt stål er σ - og χ -fase. Førstnevnte regnes som den fasen som kan forårsake mest skade. Tilstedeværelsen av σ -fase fører til redusert korrosjonsmotstand og en kraftig reduksjon i materialets mekaniske styrke.

EBSD (Electron Backscatter Diffraction) er et effektivt verktøy for å identifisere og kvantifisere tilstedeværelse av σ -fase i superdupleks rustfritt stål. EBSD som analyseverktøy ble benyttet i denne oppgaven, i tillegg til avbildning med tilbakespredte elektroner i scanning elektronmikroskop og røntgenmikroanalyse. Avbildning med tilbakespredte elektroner og røntgenmikroanalyse ble også benyttet for å identifisere tilstedeværelsen av χ -fase. I tillegg til å studere stålets mikrostrukturutvikling ble det også kartlagt hvilken prøveprepareringsmetode som var best egnet for EBSD-karakterisering av superdupleks rustfritt stål.

Det ble dokumentert at vibrasjonspolering var den optimale prepareringsmetoden for EBSD-karakterisering av superdupleks rustfritt stål. Vibrasjonspolering sørget for tilfredsstillende CI- og IQ-parametre, samt en plan og deformasjonsfri overflate. Elektropolering førte til tilfredsstillende CI- og IQ-parametre, men forårsaket topografi på materialets overflate. Dette førte til at materialets faktiske faseidentitet ikke var representativ for elektropolerte prøver. EBSD-analysene bekreftet at utfelling av σ -fase i superdupleks rustfritt stål er et resultat av en eutektoid transformasjon hvor ferrittfasen erstattes av σ -fase og sekundær austenitt, og kimdannes på γ/α -korn grensene. Andelen sekundær austenitt så ut til å øke med økt varmebehandlingstemperatur. Til tross for at EBSD-analysene bekreftet tilstedeværelsen av σ -fase, ble det dokumentert at σ -fasen ble indeksert med lav pålitelighet. Det ble fastslått at σ -fasens morfologi varierte med varmebehandlingstemperatur. Morfologien kunne observeres som nettlignende og lamellær ved 750 °C og mer kompakt ved 900 °C. Ved forlenget varmebehandling ved 750 °C eller ved varmebehandling ved 800 °C kunne morfologien beskrives som nettlignende og lamellær med kompakte utspiring. Det ble dokumentert at χ -fase ble kimdannet langs korn grensene og innad i kornene, hvor de sannsynligvis har blitt kimdannet på heterogeniteter. Gjennom røntgenmikroanalyse ble det bekreftet at χ -fasen inneholdt mer Mo enn σ -fasen. Fra samme analyse kunne det også bekreftes at χ -fasen er mer termodynamisk ustabil sammenlignet med σ -fasen.

Abstract

Super duplex stainless steel is often used in constructions in corrosive environments due to its mechanical strength and corrosion resistance. Due to high concentration of alloying elements, the material is prone to precipitate intermetallic phases during heat treatment or welding. Two phases that can precipitate in super duplex stainless steels are σ - and χ -phase, and the former is considered to be the intermetallic phase that can cause most damage. The presence of σ -phase will lead to reduced mechanical strength and corrosion resistance.

Electron backscatter diffraction (EBSD) is a powerful tool when identifying and quantifying σ -phase in super duplex stainless steel. In this thesis, EBSD was applied to analyze the material. In addition to this, imaging with backscattered electrons in scanning electron microscope (SEM) and energy dispersive spectroscopy (EDS) was also applied. Backscattered electron imaging and EDS was also applied when identifying the χ -phase. In addition to the materials microstructural development, this thesis also studied the effect of sample preparation on EBSD characterization of super duplex stainless steel.

The thesis documented that vibratory polishing was the optimal sample preparation method for EBSD characterization of super duplex stainless steel. Vibratory polishing provided favorable CI- and IQ-parameters and a planar surface with no surface deformation. Electropolishing provided decent CI- and IQ-parameters, but caused surface topography. The topography caused problems with identifying the materials phase identity. The EBSD results confirmed that the precipitation of σ -phase is an eutectoid transformation where ferrite decomposes into σ and secondary austenite, and that the σ -phase preferably nucleated at the γ/α grain boundaries. The results implied that the amount of secondary austenite precipitated depended on the heat treatment temperature. Despite that EBSD identified the σ -phase, it was documented that the reliability of the indexing of the σ -phase was quite low. It was documented that the morphology of the σ -phase depended on heat treatment temperature. The morphology of the σ -phase was coral-like and lamellar at 750 °C, and more compact at 900 °C. Prolonged heat treatment at 750 °C or heat treatment at 800 °C caused a morphology that was both lamellar and compact. The χ -phase was observed to nucleate at the grain boundaries and within the grains. The nucleation within the grains may have happened due to heterogeneities in the material. EDS confirmed that χ -phase was richer in Mo than the σ -phase. In addition to this, EDS also implied that the χ -phase was thermodynamically unstable compared to the σ -phase.

Innhold

Forord	i
Sammendrag	iii
Abstract	v
Forkortelser	ix
Symboler	xi
1 Introduksjon	1
2 Teori	3
2.1 Superdupleks rustfritt stål	3
2.1.1 Mikrostruktur	4
2.1.2 Legeringselementer i superdupleks rustfritt stål	7
2.2 Varmebehandling av superdupleks rustfritt stål	9
2.2.1 σ -fase	10
2.2.2 χ -fase	13
2.3 Scanning elektronmikroskopi (SEM)	14
2.4 Electron backscatter diffraction (EBSD)	18
2.4.1 Indeksering	20
2.4.2 Prøvepreparering	22
3 Eksperimentelt arbeid	25
3.1 Material og prøvegeometrier	25
3.2 Varmebehandling og prøvepreparering	27
3.3 SEM	28
3.4 EBSD	30
4 Resultater	33
4.1 Prøvepreparering	34
4.1.1 Basematerial	34
4.1.2 Varmebehandling ved 700 °C	35
4.1.3 Varmebehandling ved 750 °C	38
4.1.4 Varmebehandling ved 800 °C	40

4.1.5	Varmebehandling ved 900 °C	41
4.2	Mikrostrukturutvikling og morfologi	42
4.2.1	Basematerial	42
4.2.2	Varmebehandling ved 700 °C	43
4.2.3	Varmebehandling ved 750 °C	46
4.2.4	Varmebehandling ved 800 °C	52
4.2.5	Varmebehandling ved 900 °C	55
4.3	Røntgenmikroanalyse	58
5	Diskusjon	59
5.1	Pålitelighet og prøvepreparering	59
5.1.1	Analysenes pålitelighet	59
5.1.2	Prøvepreparering	60
5.2	Mikrostrukturutvikling og morfologi	63
5.2.1	Materialets faseidentitet etter varmebehandling	63
5.2.2	Morfologi	67
5.3	Røntgenmikroanalyse av intermetalliske faser	70
6	Konklusjon	71
7	Videre arbeid	73
	Referanser	75
A	Interesseområder for EBSD-karakterisering	I
B	IQ-kart	III
C	Røntgenmikroanalyse	V
D	Manual for TSL OIM Analysis 7.2.0	XI
D.1	Last inn fil	XI
D.2	Kart	XIII
D.2.1	Justere målestav	XVIII
D.3	Legge til korngrenser	XIX
D.4	Polfigur	XXII
D.5	Diagram	XXIII

Forkortelser

Forkortelse	Betydning
Al ₂ O ₃	Alumina
BCC	Kubisk romsentrert struktur
BSE	Tilbakespredte elektroner
C	Karbon
CCD	Charge-coupled device
CI	Konfidensindeks
Cr	Krom
EDS	Røntgen mikroanalyse
EBSD	Electron backscatter diffraction
FCC	Kubisk flatesentrert struktur
FE-SEM	Feltemmisjon scanning elektronmikroskop
IQ	Bildekvalitet
IPF	Invers Polfigur
Mn	Mangan
Mo	Molybden
N	Nitrogen
Ni	Nikkel
fps	Bilder per sekund
PRE _N	Pitting resistance equivalent number
px	Piksler
ROI	Interesseområde
rpm	Omdreininger per minutt
SE	Sekundærelektroner
SEM	Scanning elektronmikroskopi
SiC	Silisiumkarbid
SiO ₂	Silika

Symboler

Symbol	Betydning
--------	-----------

α	Ferritt
γ	Austenitt
γ_2	Sekundær austenitt
δ	Andel sekundærelektroner
η	Andel tilbakespredte elektroner
θ	Punkt i Hough-rommet
θ_b	Braggvinkelen
γ	Primærelektronets bølgelengde
ρ	Punkt i Hough-rommet
σ	Sigmafase
χ	Chifase

1 Introduksjon

Superdupleks rustfritt stål er et metall som er spesielt utviklet til bruk i konstruksjoner på Nordsjøen. Superdupleks rustfritt stål kombinerer høy mekanisk styrke og svært god korrosjonsmotstand, og er et relativt kostnadseffektivt materiale sammenlignet med andre typer rustfrie stål. Materialets tofasestruktur fører til kornforfining. Dette forårsaker høy mekanisk styrke og fører til god utmattingsmotstand. Korrosjonsmotstanden er forårsaket av et høyt innhold av fordelaktige legeringselementer som danner for en stabil passivfilm som gjør korrosjonsraten nærmest neglisjerbar. På grunn av materialets gode egenskaper brukes superdupleks rustfritt stål i konstruksjoner der miljøet er svært korrosivt. Materialet brukes ofte i offshoreinstallasjoner, hvor det benyttes i trykkventiler, transportrør, bolter og varmevekslere [1, 2, 3].

Feilaktig varmebehandling med dårlig temperaturkontroll eller sveising av superdupleks rustfritt stål kan forårsake utfelling av intermetalliske faser, som σ - og χ -fase. Av alle intermetalliske faser som kan felles ut i superdupleks rustfritt stål regnes σ -fase å være den fasen som forårsaker mest skade. Tilstedeværelse av σ -fase i superdupleks rustfritt stål fører til en kraftig reduksjon i materialets mekaniske styrke, og kan i ytterste konsekvens føre til sprøbrudd. Korrosjonsmotstanden vil også svekkes som følge av utfelling av σ -fasen [2, 4]. I 2009 ble det dokumentert σ -fase i rørbender og fittings i UNS S32205 som skulle brukes i Equinor ASAs offshoreinstallasjoner. Utfellingen var forårsaket av feilaktig varmebehandling med dårlig temperaturkontroll [5].

Et effektivt verktøy for identifisering og kvantifisering av intermetalliske faser i superdupleks rustfritt stål er EBSD (Electron backscatter diffraction), en analysemetode som kan tas i bruk i et scanning elektronmikroskop (SEM). EBSD identifiserer blant annet materialets faseidentitet, tekstur og kornorientering. EBSD henter informasjonen fra materialets diffraksjonsmønstre, et mønster som genereres i et svært lite interaksjonsvolum nær prøveoverflaten [6]. Hensikten med denne oppgaven har vært å kartlegge mikrostrukturutviklingen i superdupleks rustfritt stål som funksjon av varmebehandling, samt å studere effekten av prøvepreparering på resultatene fra EBSD-undersøkelsene. Mikrostrukturutviklingen ble kartlagt ved å benytte EBSD, avbildning med tilbakespredte elektroner i SEM og røntgenmikroanalyse (Energy Dispersive spectroscopy - EDS). EBSD ble benyttet til å kartlegge tilstedeværelsen av σ -fase og avbildning i SEM og røntgenmikroanalyse ble tatt i bruk for å karakterisere både σ - og χ -fasen. Oppgaven er gjennomført i samarbeid med Equinor ASA.

2 Teori

Dette kapittelet vil innledningsvis presentere superdupleks rustfritt stål, materialets mikrostruktur og legeringselementenes effekt på materialet. Deretter vil kapittelet gi en innføring i intermetalliske faser som kan felles ut i superdupleks rustfritt stål, hvor hovedfokuset ligger på σ - og χ -fasenes kimdannelsesforløp og morfologi. Avslutningvis vil kapittelet presentere relevant teori for oppgavens eksperimentelle arbeid, der scanning elektronmikroskopi (SEM), EBSD (Electron backscatter diffraction) og prøvepreparering er av spesiell interesse.

2.1 Superdupleks rustfritt stål

Rustfrie stål defineres som jernlegeringer som inneholder mer enn 12 % Cr. Cr forårsaker formasjonen av en selvreparerende passivfilm på metallets overflate som øker stålets korrosjonsmotstand. Passivfilmen hindrer diffusjon, og vil derfor føre til at korrosjonsraten for rustfrie stål blir svært lav. Rustfrie stål kan klassifiseres med hensyn på mikrostruktur: martensitt, ferritt (α), austenitt (γ) og ferritt-austenittisk (α/γ). Sistnevnte struktur består av to ulike mikrostrukturer, og kalles derfor dupleksstål. Dupleksstålene inneholder minimum 22 % Cr og har god motstand mot uniform korrosjon, spenning- og korngrensekorrosjon. Høylegerte varianter av dupleksstålene kalles gjerne superdupleks rustfritt stål og inneholder vanligvis 25 % Cr, 6-8 % Ni, over 3,5 % Mo, under 0,03 % C og 0,2-0,3 % N. Superdupleks rustfritt stål har høy mekanisk styrke og svært god korrosjonsmotstand. Korrosjonsmotstanden til et Ni-holdig rustfritt stål kan tallfestes gjennom PRE_N (Pitting Resistance Equivalent Number), som vist i likning 2.1, der korrosjonsmotstanden vil øke med økende innhold av Cr, Mo og N [1, 3].

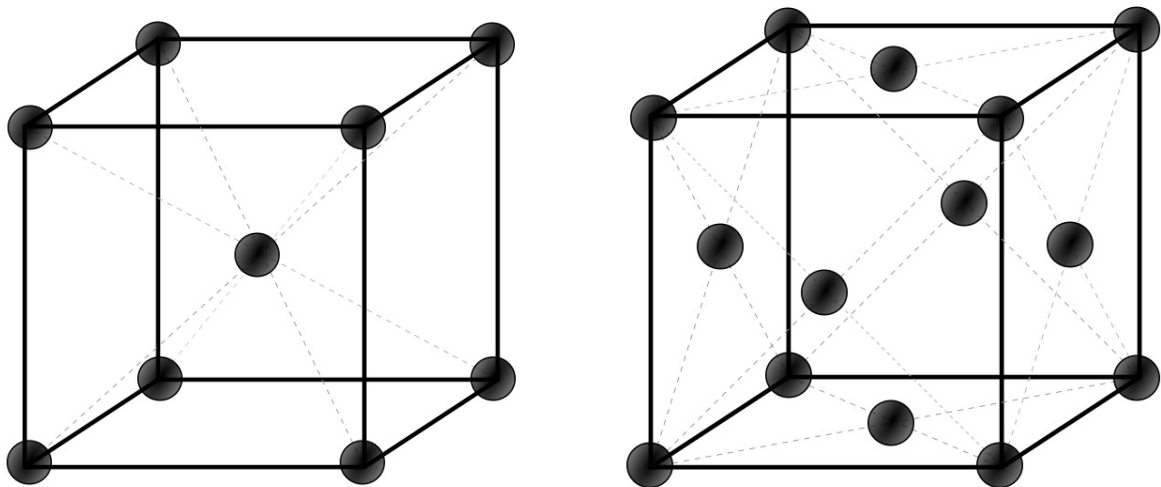
$$PRE_N = \%Cr + 3,3(\%Mo) + 16(\%N) \quad (2.1)$$

Dersom rustfrie stål skal være korrosjonsbestandige i sjøvann må stålets PRE_N overstige en verdi på 32. Superdupleks rustfritt stål, som vil ha PRE_N på over 40, vil derfor ha god korrosjonsmotstand i sjøvann. Superdupleks rustfritt stål vil også være korrosjonsbestandig i miljø som inneholder høye konsentrasjoner av CO_2 og H_2S . I tillegg til god motstand i korrosive miljø, vil superdupleks rustfritt stål ha god motstand mot utmatting. Dette er forårsaket av materialets tofasestruktur som gir kornforfining og økt mekanisk styrke [1, 3]. På grunn av god motstand mot utmatting, høy mekanisk styrke og god korrosjonsmotstand i korrosive miljø kan superdupleks rustfrie stål brukes i en rekke ulike industrier. Stålet brukes ofte i offshore-

industrien, hvor det brukes i bolter, hydrokarbonførende rør, varmevekslere og trykkventiler. Superdupleks rustfritt stål brukes også i kjemisk industri, hvor stålet brukes i transporttanker med høyt kloridinnhold, i fosforsyreproduksjon og i tanker som inneholder svovelsyre [1]. En av utfordringene å benytte superdupleks rustfritt stål er utfelling av intermetalliske faser under sveising eller feilaktig varmebehandling [7]. Intermetalliske faser vil bli nærmere presentert i kapittel 2.2.

2.1.1 Mikrostruktur

Superdupleks rustfritt stål består av en ferritt-austenittisk (α/γ) tofasestruktur. Fasefordelingen avhenger av varmebehandling og legeringsinnhold. Ferrittfasen (α) av stålet har kubisk romsentrert struktur (Body Centered Cubic - BCC) og gir stålet styrkebidrag og gjør det motstandsdyktig mot transkrySTALLinsk spenningskorrosjon. Austenittfasen (γ), som har kubisk flatesentrert struktur (Face Centered Cubic - FCC), sørger for tilstrekkelig duktilitet. Fasenes krystallstruktur er illustrert i figur 2.1 [2, 3].

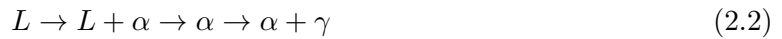


(a) Kubisk romsentrert struktur (BCC).

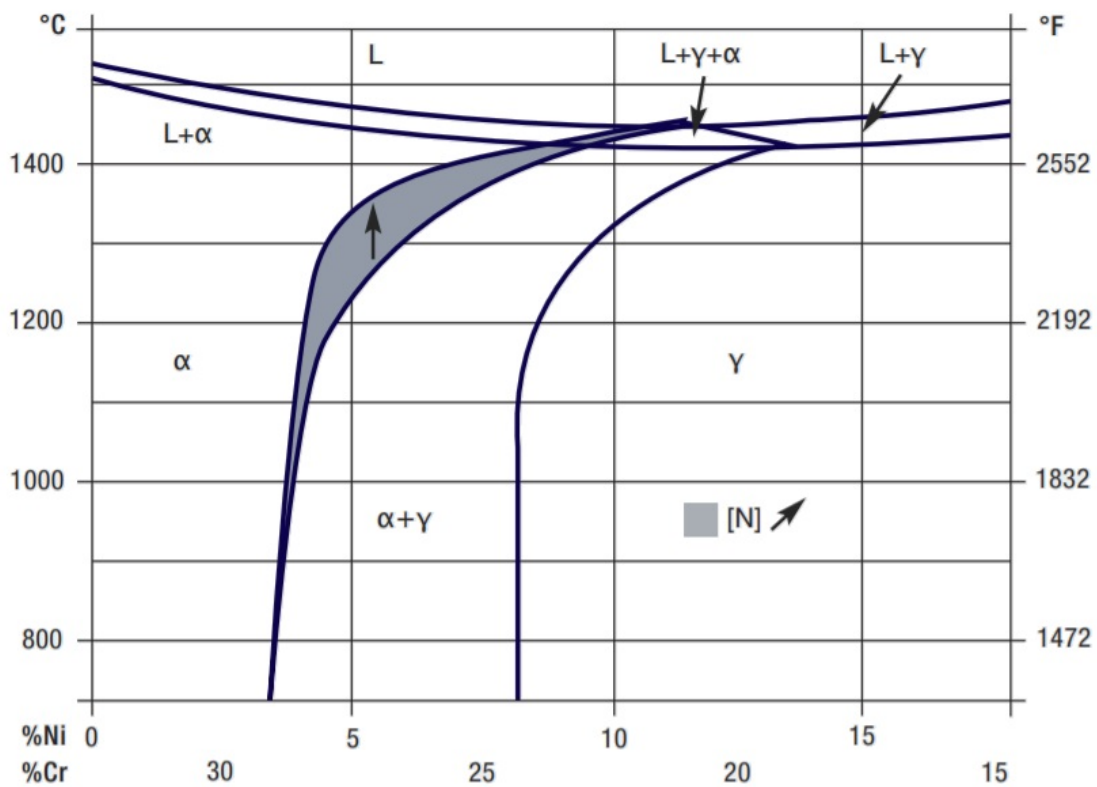
(b) Kubisk flatesentrert struktur (FCC).

Figur 2.1: Illustrasjon av krystallstrukturene i superdupleks rustfritt stål. (a) viser ferrittfasens (α) struktur og (b) viser strukturen til austenittfasen (γ) [2].

Fordelingen mellom austenitt- og ferrittfasen i superdupleks rustfritt stål kan variere fra 35-65 % austenitt i ferrittisk grunnmasse [3]. For å oppnå best mulig korrosjonsmotstand og mekanisk styrke, er det hensiktsmessig at stålet inneholder tilnærmet lik andel av hver fase (50 % austenitt og 50 % ferritt). Forløpet i mikrostrukturutviklingen i superdupleks rustfritt stål under avkjøling fra smelte kan beskrives ut i fra likning 2.2 [1, 2].



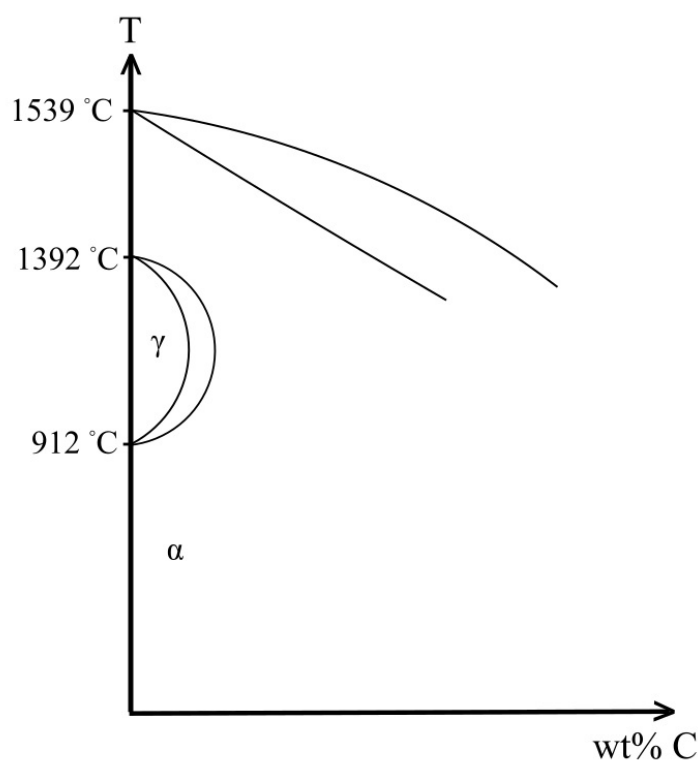
Det ternære systemet Fe-Cr-Ni gir en indikasjon på den metallurgiske oppførselen til superdupleks rustfritt stål. Figur 2.2 viser et utsnitt av Fe-Cr-Ni-systemet ved 68 % Fe. Det kan fra figuren sees at materialet vil være ferrittisk under størkning, men at austenittfasen kan kimdannes under avkjøling. Ved 1300 °C vil austenittfasen kimdannes på ferrittkornrensene, for deretter å vokse inn i ferrittkornene. Det kan observeres fra figuren at tilstedeværelsen av N vil utvide tofaseområdet i diagrammet, og vil derfor fremme dannelsen av tofasestrukturen. α/γ -transformasjonen avhenger av tid og stålets kjemiske sammensetning [2, 8].



Figur 2.2: Utsnitt av det ternære systemet Fe-Cr-Ni ved 68 % Fe. Området merket med $\alpha+\gamma$ viser hvor i systemet dupleksstrukturen kan oppnås [8].

Fra figur 2.2 kan det observeres at dupleksstrukturen oppnås ved å ha et Cr-innhold mellom 20-29 % og at innholdet av Ni ligger mellom 3,5-8,0 %. For å oppnå en fasefordeling som sørger for høy mekanisk styrke og korrosjonsmotstand (50 % austenitt og 50 % ferritt) må stålet glødes, etterfulgt av bråkjøling. Vanligvis er glødetemperaturen for dupleksstål mellom 1050-1150 °C [2, 8].

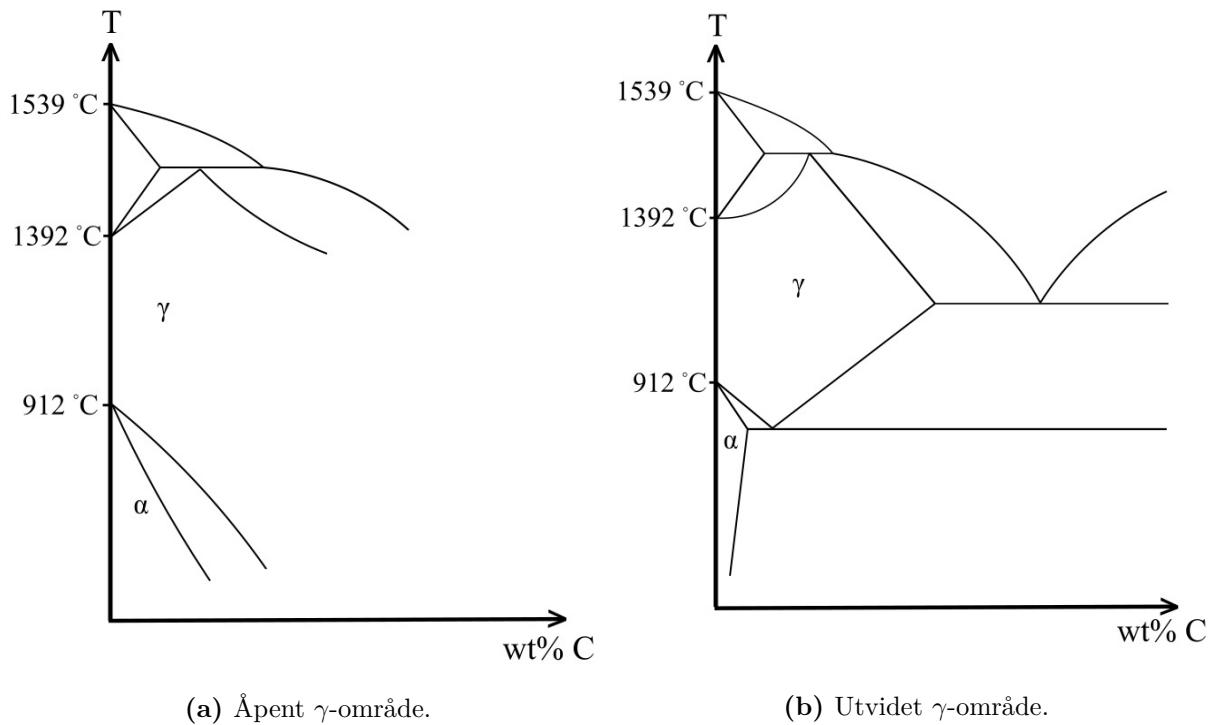
Legeringselementene som tilsettes i stålet vil stabilisere enten ferritt- eller austenittfasen. Små endringer i legeringsinnhold kan føre til en signifikant endring i materialets fasefordeling, og kan videre føre til at stålets egenskaper blir påvirket. Hovedlegeringselementene i superdupleks rustfritt stål er Cr, Mo, Ni og N, og fasebalansen bestemmes i hovedsak av disse fire legeringselementene [8]. Legeringselementenes effekt på fasestabiliseringen i superdupleks rustfritt stål kan sees fra Fe-C-systemet. Cr og Mo vil stabilisere ferrittfasen (α) i stålet og fører til at størrelsen på austenittområdet (γ) i Fe-C-systemet reduseres. Som en konsekvens av dette vil α -området vil bli større. Effekten av Cr og Mo på Fe-C-systemet er illustrert i figur 2.3 [9].



Figur 2.3: Effekten av Cr og Mo på Fe-C-systemet. Størrelsen på γ -området har blitt redusert, og ferrittfasen (α) stabiliseres [9].

For at superdupleks rustfritt stål skal være korrosjonsbestandig i sjøvann og andre korrosive miljøer, må konsentrasjonen av Cr og Mo være høy. Siden Cr og Mo stabiliserer ferrittfasen må det derfor tilsettes legeringselementer som fremmer austenittfasen. På denne måten kan fasefordelingen være i balanse, til tross for høy konsentrasjon av ferrittstabiliserende legeringselementer [2, 9]. Legeringselementer som stabiliserer austenittfasen er Ni og N. Ni vil åpne γ -området i Fe-C-systemet, slik at dannelsen av austenitt fremmes, som vist i figur 2.4 (a). N er en sterk austenittstabilisator og vil føre til en utvidelse av γ -området i Fe-C-systemet. Dette er illustrert

i figur 2.4 (b) [9].

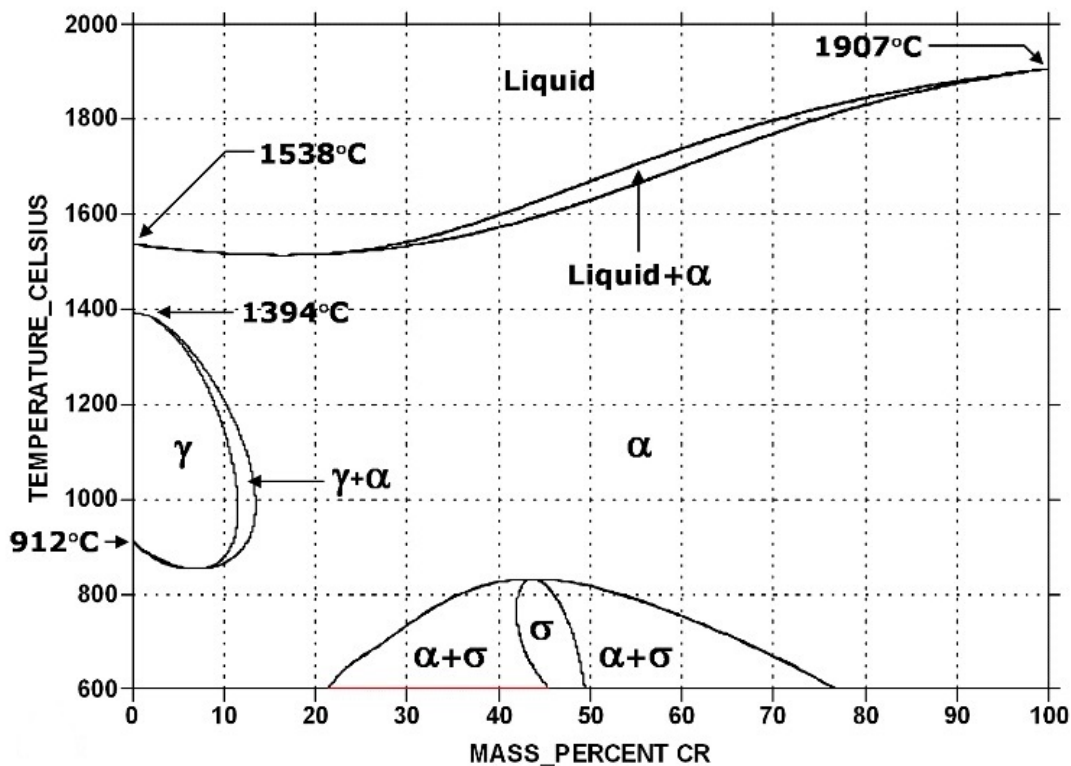


Figur 2.4: Effekten av austenittstabiliserende legeringselementer i superdupleks rustfritt stål. (a) viser et åpent γ -område forårsaket av Ni. (b) viser et utvidet γ -område forårsaket av N [9].

2.1.2 Legeringselementer i superdupleks rustfritt stål

Legeringselementene som tilsettes i superdupleks rustfritt stål vil i stor grad påvirke materialets fasebalanse. I tillegg til å påvirke stålets fasebalanse vil også legeringselementene påvirke stålets egenskaper, f.eks. korrosjonsmotstand, duktilitet og mekanisk styrke. Legeringselementene som har mest innvirkning på stålets egenskaper er Cr, Mo, Ni, Mn og N [2, 3].

Cr tilsettes i rustfrie stål for å oppnå generell korrosjonsbeskyttelse. Tilstedeværelsen av Cr fører til at det dannes en selvreparerende, diffusjonstett passivfilm på ståloverflaten som gjør materialet korrosjonsbestandig [3]. Korrosjonsmotstanden vil øke med økende Cr-innhold [10]. Konsekvensen av et høyt Cr-innhold kan være utfelling av intermetalliske faser som vil redusere materialets styrke og korrosjonsmotstand. Fra figur 2.5 kan det observeres at σ -fase kan utfelles i Fe-Cr-systemet dersom Cr-innholdet ligger mellom 22-76 % [10, 11].



Figur 2.5: Fe-Cr-systemet [11].

Mo tilsettes i rustfrie stål for å øke materialets korrosjonsmotstand, både mot uniform og lokal korrosjon. Mo øker stålets korrosjonsmotstand ved å gjøre passivfilmen mer stabil og hindrer at det beskyttende sjiktet brytes ned. Mo vil gjøre stålet spesielt motstandsdyktig mot punkt-korrosjon, og motstanden mot punkt-korrosjon vil øke med økende Mo-innhold [3, 10]. Mo vil, i likhet med Cr, fremme formasjonen av σ - og χ -fase, noe som fører til reduksjon i materialets styrke og korrosjonsmotstand [7]. σ - og χ -fase vil bli presentert i kapittel 2.2.

I hovedsak tilsettes Ni i superdupleks rustfritt stål for å fremme austenittisk (γ) mikrostruktur [9]. I tillegg til å stabilisere austenittisk mikrostruktur, vil Ni gi en økning i stålets duktilitet og vil øke stålets korrosjonsmotstand. Dersom stålets passivfilm skulle bli utsatt for mekanisk slitasje, vil tilstedeværelsen av Ni føre til at repassivering av filmen skjer hurtigere [3, 12]. Den største utfordringen ved å benytte Ni i superdupleks rustfritt stål er at det fører til økte materialkostnader. Det kan derfor være økonomisk fordelaktig å tilsette andre legeringselementer med samme effekt for å redusere kostnadene [3]. Mn er et austenittstabiliserende legeringselement som tilsettes i dupleks og superdupleks rustfritt stål, gjerne som en erstatning for Ni for å redusere kostnadene. I tillegg til å redusere materialkostnader, vil Mn føre til økt løselighet av N [3, 10]. Økt løselighet av N vil gi økt motstand mot punkt-korrosjon og korn grensekorrosjon,

samt øke materialets flytespenning gjennom interstitiell, fast løsningsherding [9, 12]. N kan i tillegg redusere utfellingen av intermetalliske faser. Effekten av Mn på dupleksstålets fasebalanse vil være avhengig av temperatur. Mn vil fungere som et austenittstabiliserende legeringselement ved lavere temperaturer, men vil stabilisere ferrittfasen ved høyere temperaturer [10]. Mn kan også øke herdbarheten til stålet og redusere forekomsten av jernsulfid (FeS) som fører til oppsprekking under varmvalsing [12].

2.2 Varmebehandling av superdupleks rustfritt stål

For å kunne optimalisere og forbedre materialets egenskaper kan stålet varmebehandles. Varmebehandling gir strukturelle forandringer i materialet gjennom diffusjon, noe som kan føre til endring i kornstørrelse og fasefordeling, samt forårsake utfellinger [13]. Strukturforandringene kan gi endringer i stålets hardhet, duktilitet, styrke og korrosjonsmotstand [1]. Mikrostrukturen i superdupleks rustfritt stål avhenger av varmebehandling og kjemisk sammensetning [9]. Flere strukturelle forandringer kan finne sted under varmebehandling av dupleksstål, og de fleste transformasjonene vil finne sted i ferrittfasen av stålet. Årsaken til at de strukturelle endringene finner sted i ferrittfasen er at legeringselementenes diffusjonsrate er større enn diffusjonsraten i austenittfasen. Ferrittfasens diffusjonshastighet skyldes fasens mikrostruktur: BCC vil være mindre kompakt enn FCC, noe som fører til at legeringselementene lettere vil kunne diffundere [2, 7].

Varmebehandling av dupleks og superdupleks rustfritt stål gjennomføres vanligvis for å modifisere fasefordelingen i materialet og for å utgløde eventuelle gitterspenninger. Varmebehandling og sveising av superdupleks rustfritt stål kan forårsake utfellinger som vil redusere stålets mekaniske styrke og korrosjonsmotstand [1, 2]. Intermetalliske faser kan kimdannes på korngrenser, heterogeniteter og dislokasjoner [2, 9]. Av alle intermetalliske faser som kan felles ut i superdupleks rustfritt stål, regnes σ -fasen som den fasen som kan forårsake mest skade. Fasen gir en kraftig reduksjon i stålets mekaniske styrke og vil redusere materialets korrosjonsmotstand [4]. I tillegg til σ -fasen kan det også utfelles en liten andel χ -fase. Denne fasen reduserer stålets korrosjonsmotstand og mekaniske styrke, men ikke i like stor grad som σ -fasen. Den største utfordringen ved tilstedeværelsen av χ -fasen er at den kan, over tid, utvikle seg til σ -fase som en konsekvens av diffusjon [7, 14].

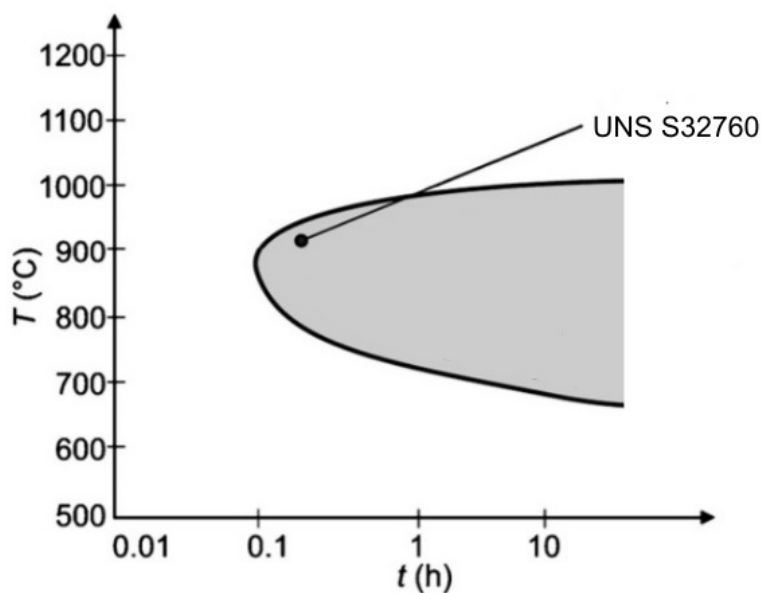
2.2.1 σ -fase

Varmebehandling av duplexstål i temperaturintervallet 600-1000 °C fremmer formasjonen av σ -fase, en hard, termodynamisk stabil fase rik på Cr og Mo. σ -fase kan også felles ut som en konsekvens av langsom avkjøling etter sveising [2, 14, 15]. σ -fasens utfellingshastighet vil øke med økende Cr- og Mo-innhold [7, 14]. Krystallografiske data for σ -fasen er gitt i tabell 2.1 [2, 15].

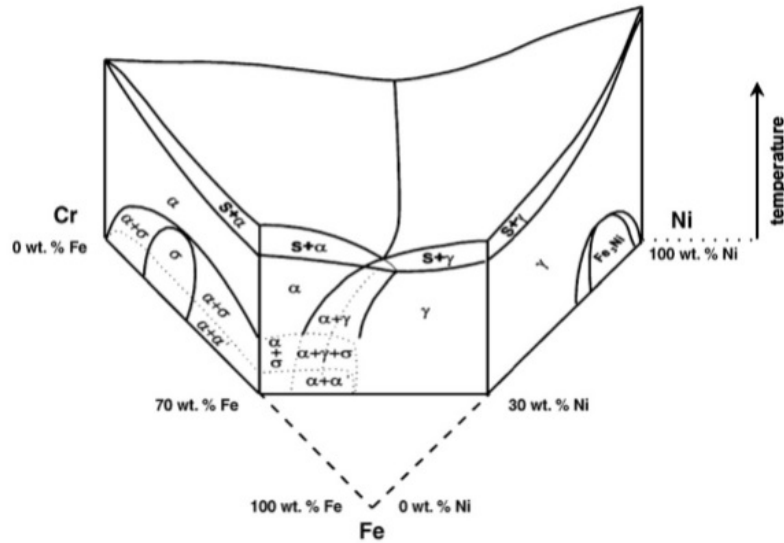
Tabell 2.1: Krystallografiske data for σ -fase [2, 15].

<i>Krystallstruktur</i>	Tetragonal
<i>Kjemisk formel</i>	Cr ₆ Fe ₇
<i>Gruppe</i>	136
<i>Gitterparameter (Å)</i>	a = 8,80 b = c = 4,56

σ -fasens kinetikk, kimdannelse og vekst avhenger av termodynamisk drivkraft og diffusjon av legeringselementer som stabiliserer fasen [16]. σ -fasen vil ha høyest utfellingshastighet i temperaturintervallet 850-900 °C, som illustrert i figur 2.6 [4, 14]. Det ternære Fe-Cr-Ni-systemet illustrert figur 2.7 viser at σ -fasen utfelles i den Cr-rike delen av systemet, noe som indikerer at Cr spiller en viktig rolle i utfellingen [7, 14].



Figur 2.6: Tid-, temperatur-, og transformasjonsdiagram for σ -fasen i UNS S32760 [14].



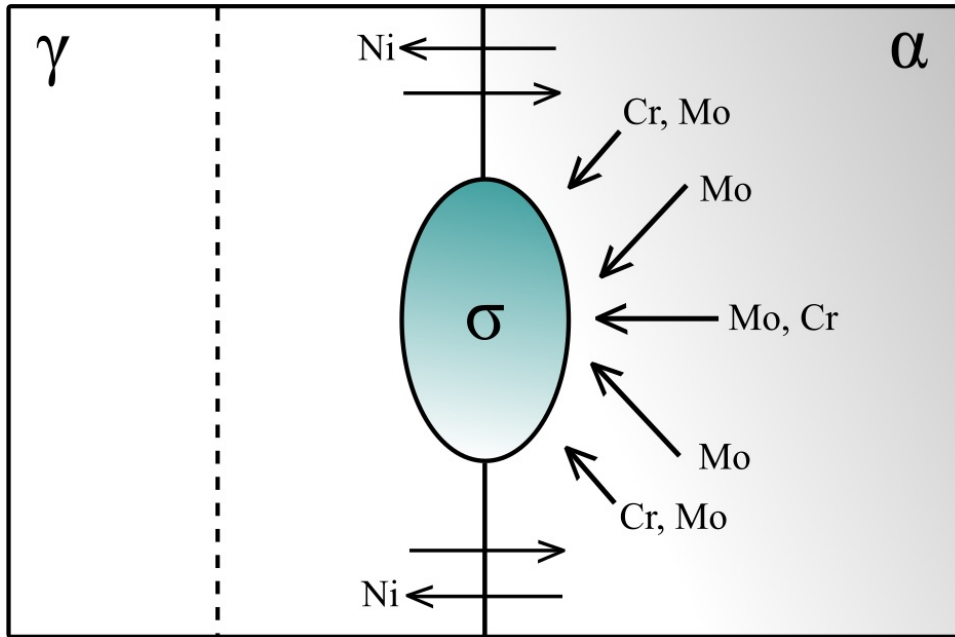
Figur 2.7: Fe-Cr-Ni-systemet [14].

Caluscio et al. påviste at σ -fasens aktiveringsenergi for kimdannelse var nær aktiveringsenergien for diffusjon av Mo i ferrittfasen. Dette indikerer at Mo kontrollerer kimdannelsen av σ -fasen i større grad enn Cr, og at utfellingen av σ -fasen finner sted i den ferrittiske mikrostrukturen av stålet [17]. Kimdannelsen av σ -fase forekommer i hovedsak på α/γ -korn grensene, men kan også forekomme på α/α -korn grensene. Ferrittfasens høye diffusivitet gjør legeringselementene svært mobile. Dette fører til at σ -fasen vokser innover i ferrittkornene [16, 18]. Kimdannelse og vekst av σ -fasen vil føre til at Cr og Mo vil diffundere fra ferrittfasen og inn i σ -fasen. Dette forårsaker at omkringliggende områder blir utarmet på Cr og Mo, men vil bli rikere på Ni. Dette er illustrert i figur 2.8 [16, 19, 20].

En foreslått mekanisme for utfelling av σ -fase i superdupleks rustfritt stål er en eutektoid transformasjon der stålets ferrittfase dekomponeres og danner σ -fase og sekundær austenitt (γ_2). Denne transformasjonen skjer vanligvis i temperaturintervallet 700-900 °C. Reaksjonen er vist i likning 2.3 [16, 20].

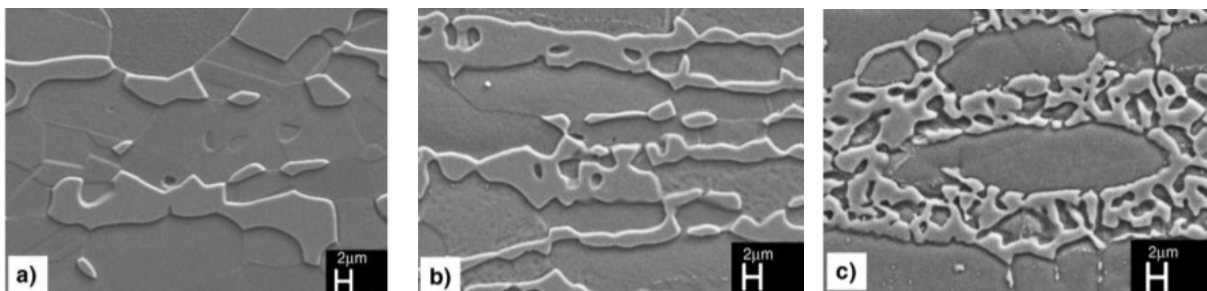


Det kan forekomme to varianter av sekundær austenitt: intergranulær sekundær austenitt og intragranulær sekundær austenitt. Intergranulær sekundær austenitt er et resultat av tidligere austenittkornvekst og kimdannes på α/γ -korn grensene. Intragranulær sekundær austenitt er en diffusjonskontrollert utfelling som kimdannes i ferrittfasen [21]. Utfellingen av sekundær austenitt vil redusere stålets korrosjonsmotstand, men vil øke materialets duktilitet. Dette er en konsekvens av lavt Cr- og høyt Ni-innhold [20, 21].



Figur 2.8: Kimdannelse av σ -fase på γ/α -korn grensene. Omkringliggende områder blir utarmet på Cr og Mo [7, 14, 16].

σ -fasens utfellings hastighet og morfologi vil variere med varmebehandlingstemperatur [14]. Ved 750 °C vil diffusjonshastigheten være forholdsvis lav, noe som forårsaker flere kimdannelsepunkter for σ -fasen. Dette fører til at σ -fasens morfologi får en nettlignende, lamellær struktur. Ved 950 °C vil σ -fasens morfologi være mer kompakt sammenlignet med lavere varmebehandlingstemperaturer. Årsaken til dette er at ved 950 °C vil diffusjonshastigheten være høy, noe som forårsaker færre punkter for kimdannelse og derav større og mer kompakte morfologier. Figur 2.9 viser ulike morfologier for σ -fasen ved 950 °C, 850 °C og 750 °C [7, 14]. σ -fasen kan også kimdannes på de nye grenseflatene som oppstår når det dannes sekundær austenitt. Resultatet blir en kompakt struktur som vokser langs den nye austenittgrenseflaten og inn i ferrittkornene [19].



(a) Morfologi ved 950 °C.

(b) Morfologi ved 850 °C.

(c) Morfologi ved 750 °C.

Figur 2.9: σ -fasens ulike morfologier ved ulike varmebehandlingstemperaturer [7].

Børvik et al. påviste gjennom Charpy-testing at tilstedeværelsen av 1% σ -fase vil forårsake en kraftig reduksjon stålets bruddforlengelse og duktilitet [5]. Årsaken til styrkereduksjonen skyldes σ -fasens evne til å motstå deformasjon [14]. σ -fasens morfologi vil være avgjørende for materialets styrkereduksjon. Pohl et al. påviste at desto lavere utfellingstemperatur, desto sprøere ble materialet. Selv ved små deformasjoner viste materialet tegn til sprøbrudd [14]. Reduksjon i mekanisk styrke regnes å være den største konsekvensen som følge av σ -fasens tilstedeværelse. I tillegg til å redusere materialets mekaniske egenskaper, vil σ -fasen forårsake redusert korrosjonsmotstand, siden ferrittfasen utarmes på Cr og Mo som et resultat av σ -utfellingen [5, 22]. Park et al. påviste, for superdupleks rustfritt stål, en økning i materialets kritiske pittingtemperatur som følge av σ -fasens tilstedeværelse. I samme studie ble det dokumentert at σ/γ - og σ/α -grensesjiktet fungerte som initieringspunkter for metastabile gropkorrosjonsangrep [23].

2.2.2 χ -fase

χ -fase vil forekomme i en langt mindre konsentrasjon enn σ -fase, og i motsetning til σ vil χ være termodynamisk ustabil når den felles ut i superdupleks rustfritt stål [14]. χ -fase vil kimdannes i temperaturintervallet 700-900 °C. I likhet med σ -fasen vil χ -fasen være rik på Cr, men χ vil ha et høyere innhold av Mo [1, 7, 14]. Krystallografiske data for χ -fasen er vist i tabell 2.2 [2, 15].

Tabell 2.2: Krystallografiske data for χ -fase [2, 15].

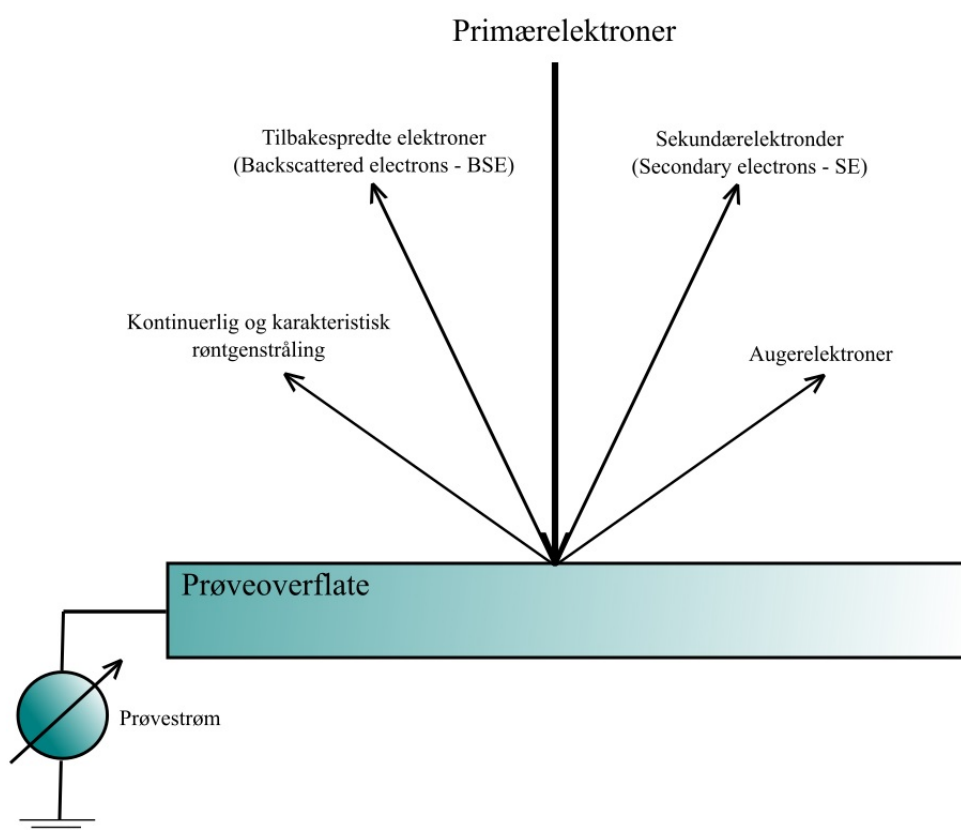
<i>Krystalstruktur</i>	Kubisk romsentrert
<i>Kjemisk formel</i>	Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀
<i>Gruppe</i>	217
<i>Gitterparameter (Å)</i>	a = b = c = 8,92

χ -fasen kimdannes på α/α -korn grensene etter bare noen minutter ved sin utfellingstemperatur, men ved forlenget varmebehandling kan χ -fasen også kimdannes på γ/α -korn grensene [24]. Forlenget varmebehandling kan også føre til at χ -fasen transformeres til σ -fase. I noen tilfeller kan gjenværende χ -fase observeres i σ -fasens morfologi [7, 14]. Årsaken til at utfellingen av χ forekommer før σ skyldes lav grenseflateenergi mellom ferritt- og χ -fasen. Forekomsten av både χ - og σ -fase vil forårsake utarming av omkringliggende områder, noe som gir en ustabil ferrittfase rik på Ni som etterhvert erstattes av sekundær austenitt (γ_2) [7, 14, 25]. χ -fase i superdupleks rustfritt stål fører til redusert styrke og korrosjonsmotstand [2, 7, 14].

2.3 Scanning elektronmikroskopi (SEM)

Scanning elektronmikroskop (SEM) er et mikroskop som benytter elektroner for å gi informasjon om materialet som undersøkes. Mikroskopet sørger for god oppløsning under store forstørrelser, noe som gjør det mulig å studere materialet på mikronivå. SEM kan derfor være et gunstig verktøy å ta i bruk dersom det er ønskelig å studere fasefordeling, topografi eller korn grenser. Materialet som undersøkes blir scannet av en elektronstråle som har sitt opphav fra en elektronkanon og ulike linser i elektronstrålens strålegang. Elektronkanonen genererer en stasjonær strøm av elektroner som passerer kondensorlinsen. Kondensorlinsen bestemmer den endelige elektronstrømmen som når prøveoverflaten. Videre vil elektronstrålen passere objektivlinsen som bestemmer den endelige størrelsen på strålens tverrsnitt [26].

Vekselvirkningen mellom prøve og elektronstråle vil gi oppgav til flere ulike signaler som kan benyttes til å karakterisere materialet. De ulike signalene som oppstår som følge av vekselvirkning mellom elektronstråle og prøveoverflate er i illustrert i figur 2.10. En andel av elektronene vil absorberes og ut i fra de absorberte elektronene kan prøvestrømmen bestemmes [26, 27].



Figur 2.10: Signaler i SEM: Sekundærelektroner, tilbakespredte elektroner, kontinuerlig og karakteristisk røntgenstråling og augerelektroner [26].

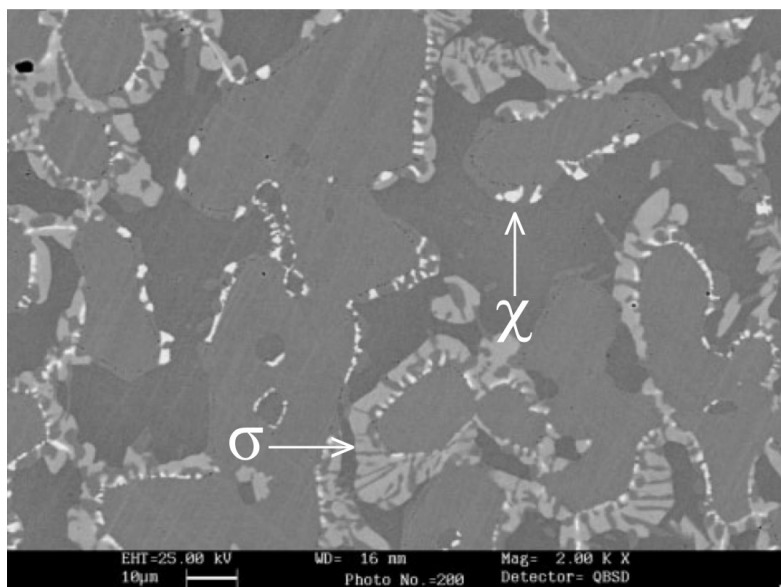
Store deler av elektronstrømmen som oppstår under vekselvirkning mellom primærelektroner og prøveoverflate skyldes emisjonen av sekundærelektroner. Elektroner med energier lavere enn 50 eV kan defineres som sekundærelektroner. Andel sekundærelektroner (δ) er gitt i likning 2.4, der n_{SE} er antall sekundærelektroner som genereres ved n_B elektroner i primærstrålen [26].

$$\delta = \frac{n_{SE}}{n_B} \quad (2.4)$$

Sekundærelektroner kommer fra et lite emisjonsvolum og signalet kan brukes til å studere prøveoverflatens topografi. Sekundærelektronene kan oppstå på to ulike måter: gjennom vekselvirkning mellom elektroner fra primærstrålen og prøveoverflate, eller så kan de genereres av tilbakespredte elektroner. Tilbakespredte elektroner er elektroner med høy energi som ved elastisk vekselvirkning vil spres tilbake fra emisjonsvolumet. Andelen tilbakespredte elektroner (η) kan bestemmes ut i fra likning 2.5, hvor n_{BS} er antall tilbakespredte elektroner og n_B er antall elektroner i primærstrålen [26].

$$\eta = \frac{n_{BS}}{n_B} \quad (2.5)$$

Andelen tilbakespredte elektroner avhenger i stor grad av prøvens atomnummer, og andelen vil øke med økende atomnummer. En stor andel tilbakespredte elektroner vil føre til en økning i tilbakespredingskoeffesienten, og faser med høyt atomnummer vil fremstå lysere enn faser med lavere atomnummer. Dette kalles atomnummerkontrast. Tilbakespredte elektroner er derfor et viktig verktøy for å identifisere materialets faseidentitet [26, 27]. Figur 2.11 viser atomnummerkontrast i UNS S32760 etter varmebehandling i 80 minutter ved 950 °C [28].



Figur 2.11: Atomnummerkontrast i UNS S32760, der χ -fasen kan observeres som den lyseste fasen og σ -fasen kan observeres som den nest lyseste fasen [28].

Gjennomsnittlig atomnummer for sammensatte faser er gitt i likning 2.6, der Z er atomnummer, C_i er vektfraksjonen av elementet og Z_i er elementets atomnummer [26].

$$Z = \sum_i C_i Z_i \quad (2.6)$$

I tillegg til atomnummerkontrast kan tilbakespredte elektroner forårsake en annen type kontrast. Dette kalles diffraksjonskontrast og er avhengig av materialets kornorientering, men uavhengig av fasens kjemiske sammensetning. Kontrasten oppstår når primærstrålen vekselvirker med de ulike kornorienteringene som finnes i materialet. Resultatet observeres i form av ulike gråtoner der kornorienteringen er ulik, til tross for at kornenes kjemiske sammensetning er den samme [26, 27].

Ut i fra mikroskopets probestrøm kan andelen sekundærelektroner og tilbakespredte elektroner bestemmes. Probestrømmen kan bestemmes fra likning 2.7, hvor δ og η henholdsvis er fraksjonen av sekundærelektroner og tilbakespredte elektroner, i_p er probestrøm og i_{AE} er prøvestrømmen (absorbert strøm) [26, 27].

$$i_p = \delta \cdot i_p + \eta \cdot i_p + i_{AE} \quad (2.7)$$

Fraksjonen av sekundærelektroner estimeres til å være lik 0,1, og andelen tilbakespredte elektroner ved en akselerasjonsspenning på 20 kV følger likning 2.8, der Z er prøvens gjennomsnittlige atomnummer [26].

$$\eta = -0,0254 + 0,26Z - 1,86 \cdot 10^{-4} Z^2 + 8,3 \cdot 10^{-7} Z^3 \quad (2.8)$$

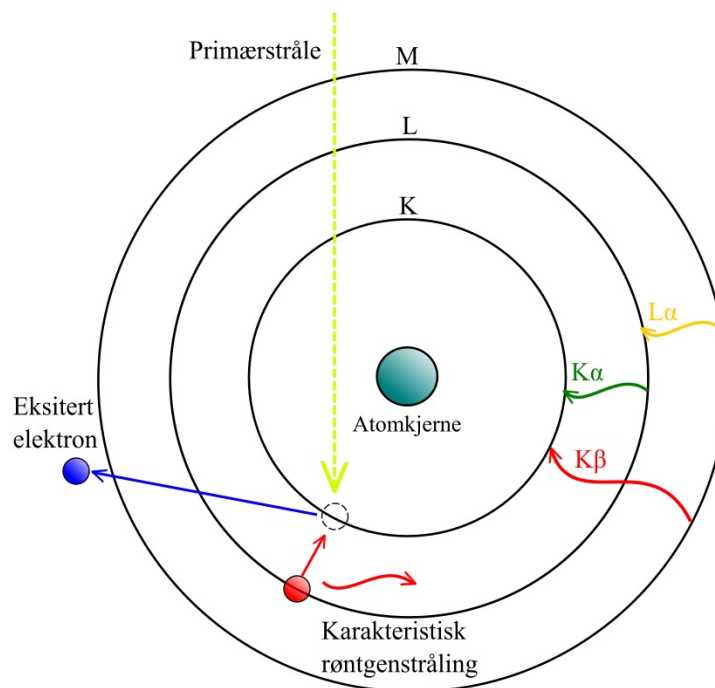
Ved å kombinere likning 2.7 og likning 2.8, og bruke det gjennomsnittlige atomnummeret til superdupleks rustfritt stål, kan likning 2.9 benyttes for å fastslå prøvestrømmen under analyseprosessen [26].

$$i_p = 0,1 \cdot i_{AE} + 0,26 \cdot i_{AE} + i_{AE} \quad (2.9)$$

I tillegg til å være avhengig av prøvens atomnummer, vil også tilbakespredte elektroner avhenge av strålens akselerasjonsspenning. Emisjonsvolumet vil øke med økende spenning, antall primærelektroner vil øke og følgende vil antall tilbakespredte elektroner øke slik at η holdes konstant. Prøvens vippevinkel vil også påvirke tilbakespredningen av elektronene. Dersom vippevinkelen økes, vil vinkelfordelingen bli asymmetrisk langs vippeaksen, og vil føre til at andelen tilbakespredte elektroner øker [26, 27].

Elektroner fra primærstrålen kan ionisere atomene i prøven. Dette skjer ved at elektroner i primærstrålen slår ut elektroner i K-, L- eller M-skallet. For at atomet skal kunne gå tilbake til

sin grunntilstand, må et av de resterende elektronene i skallene ta plassen til det eksiterte elektronet. Som en konsekvens av dette sendes det ut karakteristisk røntgenstråling med energi lik differansen mellom start- og sluttnivå i atomet. Dette er illustrert i figur 2.12. Energidifferansen som oppstår er unik for hvert element, og derfor kan elementene skilles fra hverandre basert på bølgelengden som emitteres. De karakteristiske røntgenstrålene som genereres som følge av vekselvirkning mellom primærstråle og prøve kan brukes for å bestemme materialets kjemiske sammensetning [26, 29].

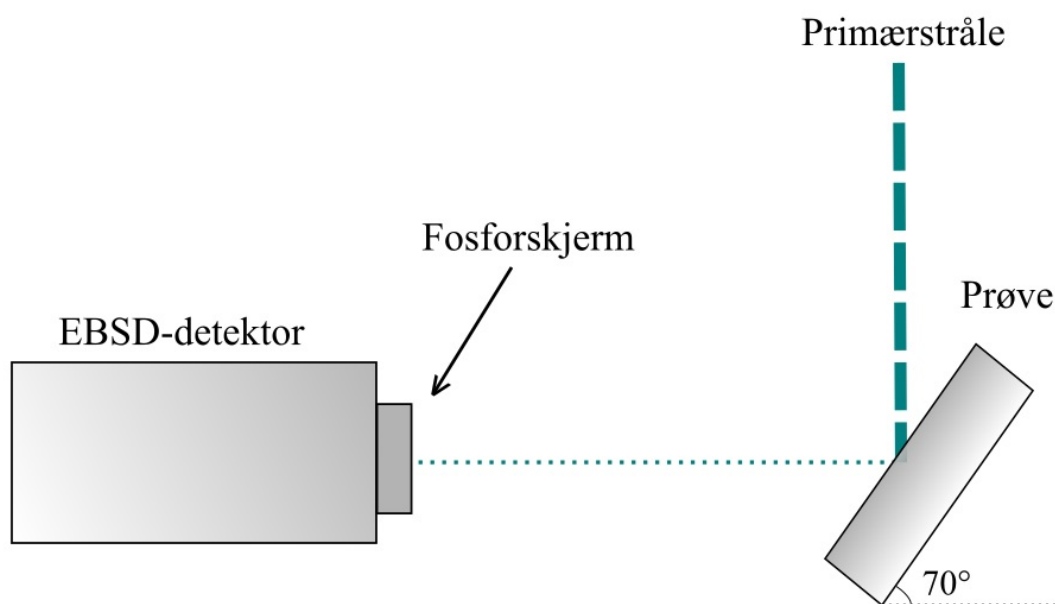


Figur 2.12: Prinsippskisse av karakteristisk røntgenstråling som benyttes i røntgenmikroanalyse [26, 27].

Dersom et elektron fra L-skallet erstatter et eksitert elektron fra K-skallet, kalles strålingen K_{α} . Dersom det eksiterte elektronet i K-skallet erstattes med et elektron fra M-skallet kalles strålingen K_{β} . Elektroner kan også bli eksitert fra L-skallet, og dersom det erstattes med et elektron fra M-skallet, kalles dette L_{α} -stråling [26]. Analysemetoden for identifisering av røntgenstråler kalles røntgenmikroanalyse (Energy Dispersive spectroscopy - EDS), og vil detektere de ulike strålingene som dannes når atomet oppnår sin grunntilstand etter ionisering. Detektoren som benyttes i røntgenmikroanalyse vil detektere de ulike karakteristiske røntgenstrålene som sendes ut fra prøven og vil fremstille resultatene i form av et spekter. Spektret viser prøvens kjemiske sammensetning [27, 26]. Røntgenmikroanalyse kan i enkelte tilfeller detektere et høyt karboninnhold i materialet, til tross for at materialets karboninnhold er lavt. Dette skyldes dannelsen av et hydrokarbonlag på materialet når prøven scannes av primærstrålen [29, 30].

2.4 Electron backscatter diffraction (EBSD)

Electron Backscatter Diffraction (EBSD) er en analysemetode som kan benyttes i et scanning elektronmikroskop (SEM). EBSD benytter signalene fra tilbakespredte elektroner i prøvens nærliggende områder til å kartlegge blant annet materialets faseidentitet, krystallorientering og kornrensere. En detektor med en fosforskjerm plasseres i området nær prøven, og de tilbakespredte elektronene vil danne et diffraksjonsmønster på fosforskjermen. Et CCD-kamera (Charge-coupled Device-kamera) i detektoren belyses av fosforskjermen, og dette fører til at diffraksjonsmønstrene kan detekteres [31]. Diffraksjonsmønstrene har sitt opphav fra et lite emisjonsvolum i prøven (20 nm), og kan indekseres for å karakterisere materialet. Indeksering blir nærmere presentert i kapittel 2.4.1. Figur 2.13 viser prinsippet bak EBSD [6].



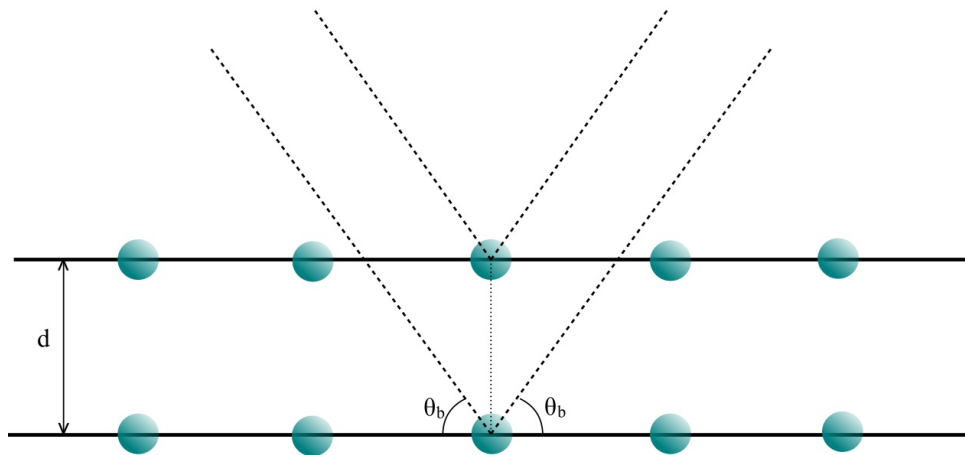
Figur 2.13: Prinsippskisse av EBSD [6].

Som illustrert i figur 2.13 gjennomføres EBSD ved å fokusere den stasjonære elektronstrålen i elektronmikroskopet på en krystallinsk prøve. Vanlige parametre som brukes i SEM under EBSD er en akselerasjonsspenning på 10-30 kV og en arbeidsavstand på 20-25mm. For å maksimere signalene fra tilbakespredte elektroner er den krystallinske prøven plassert 70° på horisontal retning, som vist i figur 2.13. Vippevinkelen sørger også for at vekselvirkningene skjer nær overflaten. Dersom prøvens vippevinkel er mindre enn 70°, vil andelen tilbakespredte elektroner avta og vekselvirkningen vil forekomme dypere i metallgitteret [6, 31].

Diffraksjonsmønstrene har sitt opphav fra elastisk spredde høyenergiske elektroner fra prøvens interaksjonsvolum. Over 95 % av elektronene som når fosforskjermen er uelastisk spredte elektroner, og vil forårsake støy i bildet [32]. Primærstrålens elektroner vil gjennomgå en høyvinkel tilbakespredning når de treffer prøvens krystallgitter, og vekselvirkningen vil forekomme på atomplanene i interaksjonsvolumet. På vei ut av interaksjonsvolumet diffraktes elektronene som treffer atomplanene med en vinkel som oppfyller Braggs lov. Braggs lov er gitt i likning 2.10 [6].

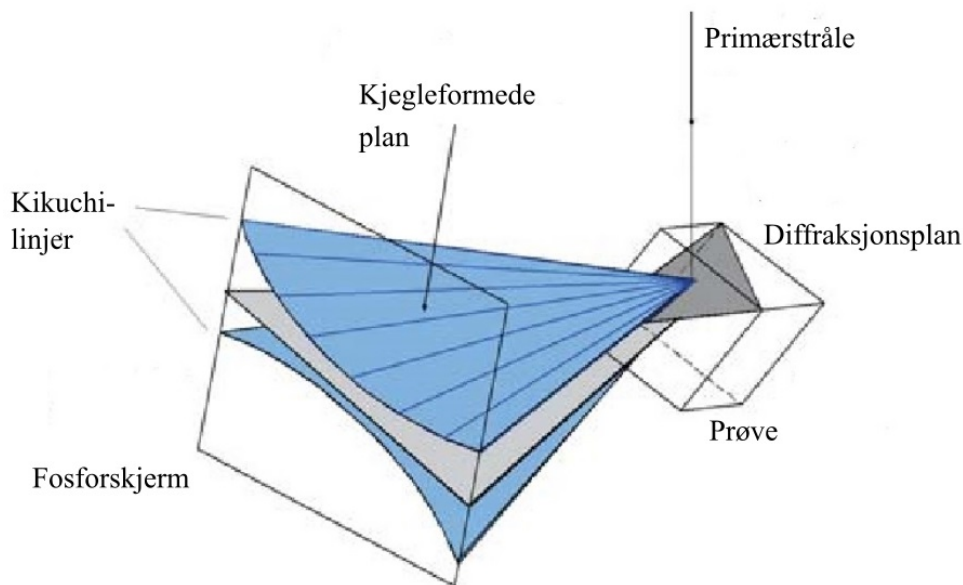
$$n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin(\theta_b) \quad (2.10)$$

I Braggs lov, som vist i likning 2.10, er n et heltall, λ er primærelektronenes bølglengde, d er avstanden mellom atomplanene og θ_b er Braggvinkelen. Figur 2.14 illustrerer Braggs lov [6, 26].



Figur 2.14: Prinsippskisse av Braggs lov [6].

Figur 2.15 illustrerer hvordan diffraksjonsmønstrene dannes på fosforskjermen. De diffrakterte elektronene vil forårsake formasjonen av et sett kjegleformede plan. Årsaken til at de kjegleformede planene opptrer i par, er at tilbakespredningen forekommer på hver side av atomplanet. Planene har en åpningsvinkel lik $180^\circ - 2\theta_b$. Braggvinkelen under EBSD vil være svært liten, og dette fører til at åpningsvinkelen mellom de kjegleformede planene blir stor. Når de avbildes på fosforskjermen vil de derfor fremkomme som to parallelle linjer med en avstand $2\theta_b$. Linjen mellom de kjegleformede planene korresponderer til plansettets imaginære senter [6, 27, 31]. Under EBSD vil de kjegleformede planene opptre som lyse linjer, og ikke to parallelle linjer som illustrert i figur 2.15. Årsaken til dette er at elektronintensiteten blir forsterket i området $[-\theta_b, \theta_b]$. Linjene kalles Kikuchilinjer. Ut i fra Kikuchilinjenes geometri kan diffraksjonsmønsteret indekseres og gi informasjon om materialets faseidentitet og orientering [6, 31].



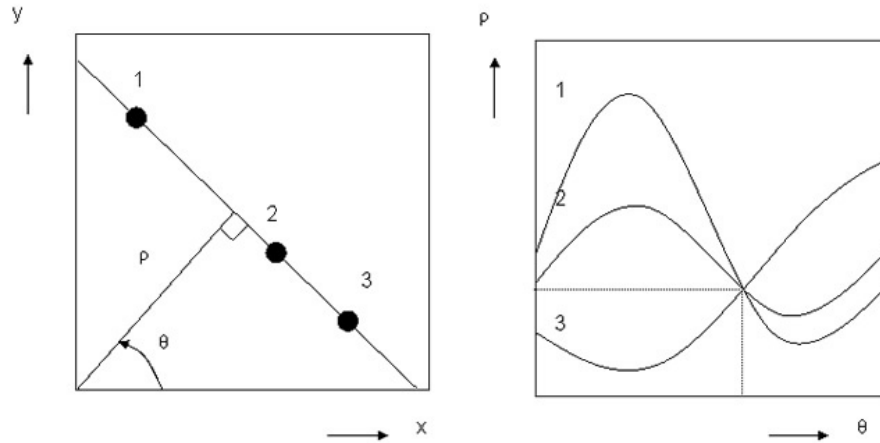
Figur 2.15: Prinsippskisse av elektrondiffraksjon i EBSD [6].

2.4.1 Indeksering

Kikuchilinjenes geometri vil være unik for hver krystallstruktur og orientering, og avstanden mellom linjene vil korrespondere til Braggvinkelen (θ_b). Basert på Kikuchilinjenes geometri og linjen mellom det kjegleformede plansettet kan vinklene mellom planene bestemmes. Ved indeksering av diffraksjonsmønsteret er det tilstrekkelig at posisjonen og bredden til et utvalg av Kikuchilinjer er kjent. Årsaken til dette er at linjenes krysningspunkter korresponderer til poler eller soneakser [6, 31]. Når diffraksjonsmønstrene indekseres er Hough-transformasjonen av stor betydning. Hough-transformasjonen muliggjør indeksering med Miller-indekser ved at diffraksjonsbildet representeres i Hough-rommet. Transformasjonen er gitt i likning 2.11, hvor ρ og θ er punkter i Hough-rommet og x og y er punkter i diffraksjonsmønsteret [6, 33].

$$\rho = x \cos(\theta) + y \sin(\theta) \quad (2.11)$$

Hough-transformasjonen kartlegger hver individuell piksel (x,y) fra diffraksjonsmønsteret over på en sinuskurve med konstant intensitet i Hough-rommet. Sinuskurvene som oppstår representerer alle mulige linjer gjennom pikselen. For kolineære piksler vil de tilhørende sinuskurvene ha felles krysningspunkt. Dette krysningspunktet vil vises som lyse punkter på en mørk bakgrunn, og vil ha en avstand ρ fra origo med en vinkel tilsvarende Braggvinkelen (θ_b). Krysningspunktene kan deretter transformeres tilbake til linjer i diffraksjonsmønsteret [6]. Hough-transformasjonens prinsipp er illustrert i figur 2.16 [33].



Figur 2.16: Prinsippet bak Hough-transformasjon. Linjer i materialets diffraksjonsmønster kan representeres som sinuskurver i Hough-rommet [33].

Konfidensindeks (Confidence Index - CI) er gitt i likning 2.12, og kan brukes for å tallfeste indekseringens pålitelighet. Det er ønskelig at CI-parameteren er over 0,25 [34, 35].

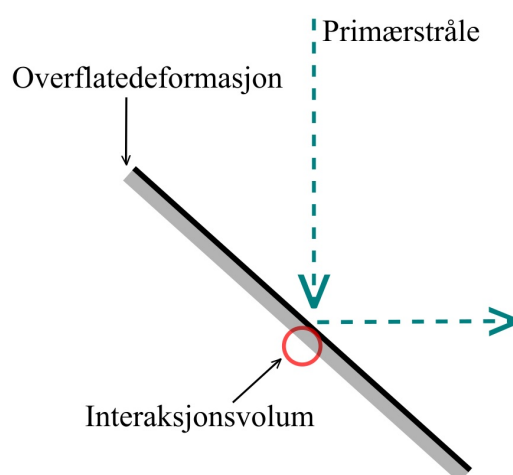
$$CI = \frac{V_1 - V_2}{V_{total}} \quad (2.12)$$

V_1 er den beste løsningen, V_2 er den nest beste løsningen og V_{total} er antall mulige løsninger. CI ha en verdi mellom 0 og 1, der økende verdi indikerer økende sannsynlighet for korrekt indeksert diffraksjonsmønster. Bildekvalitetsparameteren (Image Quality - IQ) defineres som gjennomsnittshøyden på intensitetstoppene i Hough-rommet, og bildekvaliteten øker med økende IQ-parameter. IQ presenteres i form av et gråtonekart, og vil gi en indikasjon på kvaliteten av det indekserte diffraksjonsmønsteret. Materialets IQ-parameter avhenger av selve materialet og dets overflatetilstand. Desto høyere IQ-parameteren er, desto lysere vil IQ-kartet være. Der- som det kan observeres mørke områder innad i IQ-kartene vil dette være områder med lavere IQ-parameter sammenlignet med omkringliggende områder [34, 35].

Monlevade et al. dokumenterte utfordringer ved indeksering av σ -fase utfelt ved 900 °C i UNS S32205. Kun et fåtall av de indekserte diffraksjonsmønstrene oppnådde tilfredsstillende CI, noe som førte til at EBSD-analysen var upålitelig. [36]. Det finnes dokumenterte tilfeller av upålitelig indeksering av tetragonale krystallstrukturer med pseudo-kubisk geometri (nær kubisk krystallstruktur). Som en konsekvens av krystallstrukturens pseudosymmetri vil det være utfordrende å indeksere fasen, siden den tetragonale strukturen vil være svært lik en kubisk struktur. Dette kan i stor grad observeres hos visse TiAl-strukturer, der gitterparameteren c kun vil være 2 % lengre enn gitterparameter a [37].

2.4.2 Prøvepreparering

Prøveprepareringen som gjøres i forkant av EBSD-undersøkelsen er avgjørende for kvaliteten på materialets diffraksjonsmønstre. På grunn av et lite interaksjonsvolum (20 nm) er det svært viktig å få fjernet deformasjonslaget fra materialoverflaten [6]. Figur 2.17 illustrerer hvordan overflatedeformasjon kan påvirke interaksjonsvolumet. Dersom overflatedeformasjoner er tilstede kan det bli utfordrende å oppnå diffraksjonsmønstre med tilfredsstillende kvalitet. Årsaken til dette er at deformasjonene vil skape forstyrrelser i tilbakespredningen og forårsake støy i bildene [6, 38].



Figur 2.17: Illustrasjon av overflatedeformasjonens påvirkning på interaksjonsvolumet [6].

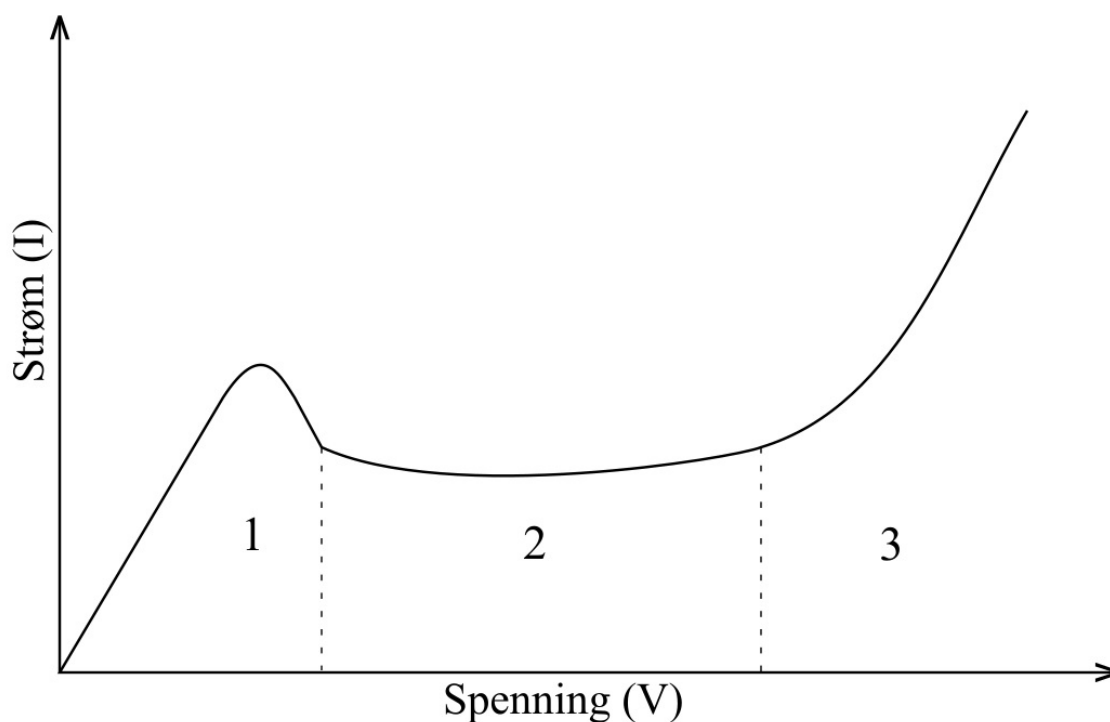
Sliping er vanligvis det første trinnet i prøvepreparering for EBSD. Dette gjennomføres for å fjerne grove overflatedeformasjoner og for å sørge for en plan overflate. Slipeprosedyren starter vanligvis på et roterende SiC-papir med en grovhet på 240. Andre abrasiver kan også brukes, men SiC foretrekkes på grunn av høy hardhet. Deretter fortsetter sliping med avtagende grovhet til store deler av overflatedeformasjonene er fjernet fra prøveoverflaten. Vann brukes vanligvis som lubrikant under sliping [39, 40].

Etter sliping må prøven poleres. Selv om store deler av overflatedeformasjonene har blitt fjernet under slipeprosessen er det nødvendig å polere prøven for å fjerne deformasjonene forårsaket av sliping. Polering gjennomføres ved å tilsette ønsket lubrikant og abrasiver i flytende form på en roterende duk. Det finnes flere ulike abrasiver som kan tas i bruk under polering. Dette kan være f.eks alumina- (Al_2O_3) eller diamantsuspensjon. Poleringen gjennomføres vanligvis i fem trinn, fra grovest til finest suspensjon. Det er vanlig at første poleringstrinn gjennomføres med $9,0 \mu\text{m}$ abrasiver og avsluttende poleringstrinn gjennomføres med $0,05 \mu\text{m}$ abrasiver [39].

For å oppnå diffraksjonsmønstre med god kvalitet er det hensiktsmessig å gjennomføre et avsluttende poleringstrinn som vil fjerne overflatedeformasjonene forårsaket av poleringen. Dette kan gjøres ved å polere prøven med alumina eller kolloidal silika (SiO_2). Ved å benytte kolloidal silika vil løsningen ha en pH mellom 8-11 og inneholder negativt ladde silikapartikler. I tillegg til at prøven poleres, vil løsningen også forårsake at prøven etses [39].

I stedet for vibrasjonspolering kan elektropolering benyttes som siste steg i poleringsprosessen. Elektropolering er en elektrokjemisk prosess hvor en elektrisk strøm passerer gjennom en elektrolytt, og prøven som elektropoleres fungerer som anode. Prøven senkes ned i ønsket elektrolytt, og strømforsyningen forårsaker en elektrisk strøm som går gjennom prøven. Resultatet er at materialet oksideres og at deformasjoner og eventuell kontaminering fjernes fra overflaten. Elektropoleringen avhenger av material, elektrolytt, temperatur og strømtetthet [41].

Figur 2.18 illustrerer strøm- og spenningskurven for prinsippet bak elektropolering. Punkt 1 og 3 viser i hvilke områder det forekommer gropkorrosjon, henholdsvis uten og med gassutvikling. Punkt 2 illustrerer hvor elektropoleringen finner sted. De optimale strøm- og spenningsverdiene under elektropolering vil ligge lengst til høyre innenfor punkt 2 [41, 42].



Figur 2.18: Prinsippskisse av strøm- og spenningskurve [41, 42].

I en studie gjennomført av Michalska et al. ble det dokumentert at vibrasjonspolering med kolloidal silika ga de beste diffraksjonsmønstrene sammenlignet med elektro- og vibrasjonspolering med alumina. I samme studie ble det også dokumentert at langvarig, kontinuerlig vibrasjonspolering i kolloidal silika gav best overflatekvalitet og mest leselige data, sammenlignet med andre poleringsmetoder [43].

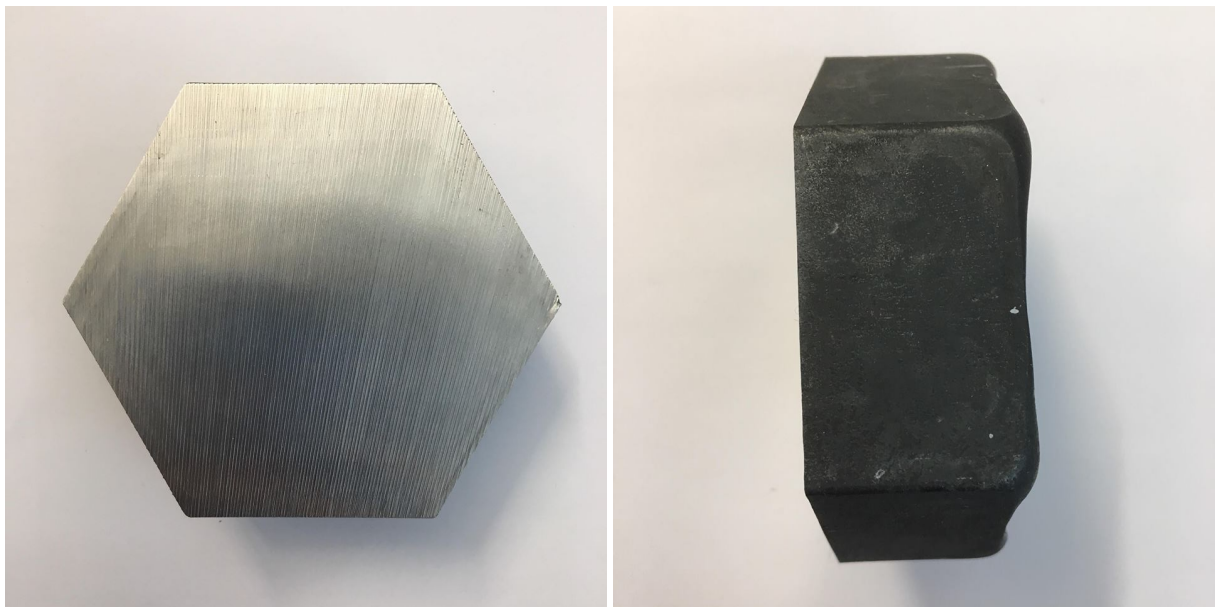
Etter gjennomført elektro- eller vibrasjonspolering må prøven rengjøres, siden overflatekontaminering kan påvirke diffraksjonsmønstrenes kvalitet. Dette kan gjøres i ultralydbad i enten aceton eller etanol i 5-10 minutter. Rengjøringsprosessen avsluttes vanligvis med plasmarengjøring [31, 39, 44]. For å unngå at prøven blir kontaminert eller at det oppstår nye overflatedeformasjoner kan det være hensiktsmessig å plassere prøven i en tett beholder [45].

3 Eksperimentelt arbeid

I dette kapitlet vil oppgavens eksperimentelle arbeid presenteres. Kapitlet vil først presentere det leverte materialet, dets kjemiske sammensetning og geometri, etterfulgt av varmebehandlingsprosedyre og prøvepreparering for EBSD-karakterisering (EBSD - Electron backscatter diffraction). Deretter vil parametre brukt i SEM (SEM - Scanning elektronmikroskop) presenteres, både ved EBSD, avbildning med tilbakespredte elektroner og ved røntgenmikroanalyse (Energy Dispersive spectroscopy). Avslutningsvis vil kalibrerings- og opptaksinnstillingene brukt i EBSD-programvaren presenteres, samt parametre for indeksering.

3.1 Material og prøvegeometrier

Materialet som skulle varmebehandles og karakteriseres ble levert av Equinor ASA i form av en bolt. Boltene er illustrert i figur 3.1.

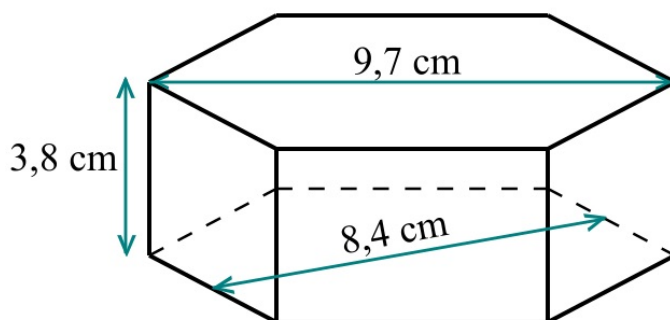


(a) Tverrsnitt av bolt.

(b) Bolt sett fra siden.

Figur 3.1: Bolt levert av Equinor ASA.

Boltens høyde ble målt til å være 3,8 cm, den største bredden ble målt til å være 9,7 cm og den smaleste bredden ble målt til å være 8,4 cm. Boltens geometri er illustrert i 3.2.



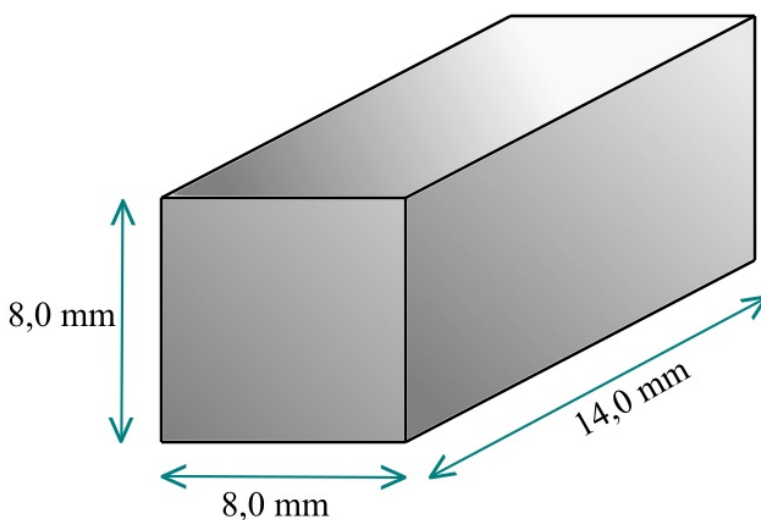
Figur 3.2: Geometrien til det leverte materialet.

Elstad et al. analyserte materialet ved å benytte optisk emisjonsspektrometri, og analyseresultatene er vist i tabell 3.1. Legeringens N-innhold ble ikke analysert, men det ble antatt at stålet inneholdt 0,2-0,3 % N. Analysen samsvarer med legeringsinnholdet i UNS S32760 [46].

Tabell 3.1: Stålets legeringsinnhold.

<i>Element</i>	Cr	Ni	Mo	Cu	Mn	W	Si	N	C	P	S
<i>Wt%</i>	25,55	8,28	3,46	0,72	0,52	0,52	0,42	0,2-0,3	0,018	0,017	0,001

Med Struers Labotom-5 ble det fra boltmaterialet kuttet opp åtte prøver. Bredden og høyden til prøvene var 8,0 mm og prøvenes lengde var 14,0 mm. Prøvegeometrien er illustrert i figur 3.3.



Figur 3.3: Prøvegeometri.

3.2 Varmebehandling og prøvepreparering

For å kunne studere materialets faseidentitet ved ulike temperaturer og holdetider ble sju av prøvene varmebehandlet. En av prøvene ble undersøkt uten varmebehandling for å fastslå materialets opprinnelige fasefordeling. Prøvene ble varmebehandlet i Nabertherm P300 muffelovn, etterfulgt av bråkjøling i romtemperert vann. Temperaturene og holdetidene for varmebehandlingene er gitt i tabell 3.2. Tabellen angir også avsluttende poleringstrinn for samtlige prøver.

Tabell 3.2: Oversikt over prøvenes varmebehandlingstemperaturer, holdetider og avsluttende poleringstrinn. Prøve 1 representerer basematerialet.

Prøve	Temperatur (°C)	Holdetid	Prepareringsmetode
1	-	-	Vibrasjonspolering
2	700	15 minutter	Elektropolering
3	700	1 time	Elektropolering og vibrasjonspolering
4	700	8 timer	Elektropolering
5	750	1 time og 30 minutter	Vibrasjonspolering
6	750	4 timer	Vibrasjonspolering
7	800	35 minutter	Vibrasjonspolering
8	900	10 minutter	Vibrasjonspolering

Samtlige prøver i dette forsøket ble manuelt preparert. For å fjerne de groveste overflatedeformasjonene ble prøvene slipt på ATM Saphir 330 ved 150 rpm med vann som lubrikant. Under slipingen ble det benyttet SiC-papir med gradvis avtagende grovhet (500, 800, 1200, 2000 og 4000). For å fjerne gjenværende overflatedeformasjoner forårsaket av slipingen, ble prøvene polert. Poleringen ble gjennomført på Struers DP-U3 ved 150 rpm med tilhørende poleringsduk, diamantsuspensjon (3,0 μm og 1,0 μm) og etanolbasert lubrikant. Etter poleringen ble prøvene rengjort med etanol, etterfulgt av tørking i varmluft. For å eliminere deformasjoner forårsaket av manuell polering ble både elektropolering og vibrasjonspolering benyttet. Struers LectroPol-5 ble benyttet til å gjennomføre elektropoleringen. Parametre for elektropoleringen er gitt i tabell 3.3. Flere ulike elektrolytter kan benyttes ved elektropolering. I dette forsøket ble Struers A3 elektrolytt benyttet. Elektrolyttens innhold er gitt i tabell 3.4. Etter gjennomført elektropolering ble prøvene umiddelbart rengjort i etanol for å unngå etsing av materialet.

Tabell 3.3: Parametre for elektropolering.

Parameter	Innstilling
<i>Areal</i>	1,0 cm ²
<i>Spennning</i>	27 V
<i>Strømningshastighet</i>	10
<i>Tid</i>	25 s

Tabell 3.4: Innhold i Struers A3 elektrolytt.

Innhold	Andel
<i>Perklorsyre</i>	60 mL
<i>Methanol</i>	600 mL
<i>2-Butoxyetanol</i>	360 mL

Vibrasjonspoleringen som ble gjennomført i forbindelse med denne oppgaven hadde en varighet på 24 timer for hver prøve. Vibrasjonsamplituden ble satt til 70 %. Under poleringen ble en vekt på 200 g plassert på prøveholderen for å sørge for tilstrekkelig kontakt mellom prøveoverflaten og poleringsduken. Etter gjennomført vibrasjonspolering ble prøvene rengjort med etanol. For å dokumentere forskjellene mellom vibrasjonspolering og elektropolering på samme faseidentitet ble prøve 2 preparert ved å benytte både elektro- og vibrasjonspolering.

For å fjerne eventuelle tørkeflekker, kontaminering og uønskede partikler fra prøveoverflaten ble prøvene rengjort. Først ble samtlige prøver rengjort i etanol i VWR ultralydbad i 10 minutter, etterfulgt av plasmarensing i 5 minutter i Fischione Model 1020.

3.3 SEM

For å studere materialet ble det benyttet to ulike mikroskop. Zeiss Gemini Ultra 55 feltemminisjon scanning elektronmikroskop (FE-SEM) ble benyttet for å gjennomføre EBSD-undersøkelsene og røntgenmikroanalysene. Dette mikroskopet ble også benyttet for avbildning med tilbakespredte elektroner av prøve 7 (varmebehandlet ved 800 °C i 35 minutter). For å avbilde de resterende prøvene med tilbakespredte elektroner ble Zeiss Supra 55 VP FE-SEM benyttet. Innstillingene for EBSD-undersøkelsene er gitt i tabell 3.5. Den absorberte strømmen ble målt, og ut i fra likning 2.7 ble probestrømmen bestemt.

Tabell 3.5: Parametre i SEM under EBSD.

Parameter	Verdi
<i>Akselerasjonsspenning</i>	20 kV
<i>Arbeidsavstand</i>	24-25 mm
<i>Forstørrelse</i>	300×
<i>Apertur</i>	300 μm
<i>Vinkel</i>	70°
<i>Probestrøm</i>	60 - 70 nA
<i>High current</i>	På
<i>Dynamisk fokus</i>	2-15 %

Avbildning med tilbakespredte elektroner krever lavere spenning, mindre arbeidsavstand og mindre apertur enn ved EBSD-undersøkelser. Innstillingene for avbildning er gitt i tabell 3.6. Røntgenmikroanalysen ble også foretatt med følgende parametre. Det ble foretatt 3 ulike målinger av det som ble antatt å være σ - og χ -fasen, med 5-10 punktanalyser i hver måling.

Tabell 3.6: Parametre i SEM for bilder med atomnummerkontrast.

Parameter	Verdi
<i>Akselerasjonsspenning</i>	10-15 kV
<i>Arbeidsavstand</i>	9-12 mm
<i>Apertur</i>	60 μm
<i>High current</i>	På

For å kunne tolke bildene tatt med tilbakespredte elektroner ble σ - og χ -fasens gjennomsnittlige atomnummer beregnet ut i fra likning 2.6. Gjennomsnittlig atomnummer (Z) for σ - og χ -fasen er gitt i tabell 3.7.

Tabell 3.7: Parametre i SEM for bilder med atomnummerkontrast.

Fase	Kjemisk formel	Z
σ	Cr_6Fe_7	25,11
χ	$\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$	29,92

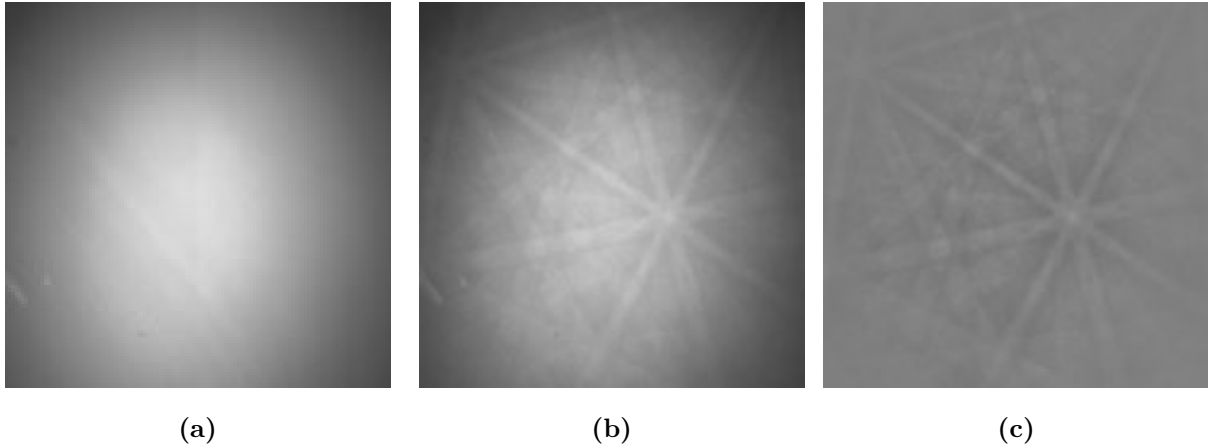
3.4 EBSD

For å karakterisere materialets faseidentitet ble EBSD benyttet som analysemetode. NORDIF 2.0.21 ble benyttet til å karakterisere basematerialet og NORDIF 3.0.40 ble benyttet til opptak av EBSD-data av samtlige varmebehandlede prøver. I EBSD-programvarene ble det valgt ønskede kalibrerings- og opptaksinnstillinger for undersøkelsen. Ved å justere kalibrerings- og opptaksinnstillingene kan diffraksjonsmønstrenes kvalitet optimaliseres. Hastigheten angir antall bilder per sekund, og kan økes dersom oppløsningen reduseres. Eksponeringstiden bestemmes av hastighet og oppløsning, og vil derfor bli automatisk satt til maksimal verdi. Dersom intensiteten i bildene er for lav, kan kameraforsterking benyttes. Diffraksjonsmønstrene for kalibrering ble tatt opp med høyere oppløsning og lengre eksponeringstid sammenlignet med opptaksbildene. Ved å benytte averaging i opptaksinnstillingene kan EBSD-dataene optimaliseres. Innstillingene som ble benyttet for opptak av EBSD-data er vist i tabell 3.8. I NORDIF 3.0.40 ble averaging 2 benyttet for å optimalisere resultatene.

Tabell 3.8: Innstillinger i NORDIF 2.0.21 og NORDIF 3.0.40.

Parameter	Opptaksinnstilling	Kalibreringsinnstilling
<i>Hastighet</i>	300 fps	150 fps
<i>Oppløsning</i>	120x120 px	160x160 px
<i>Eksponeringstid</i>	3283 μ s	6616 μ s
<i>Kameraforsterking</i>	3	1

For de fleste EBSD-undersøkelser ble det benyttet et areal på $250 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m}$. Unntaket var prøve 2 etter vibrasjonspolering, hvor det ble benyttet et areal på $200 \mu\text{m} \times 200 \mu\text{m}$. Samtlige scan ble gjennomført ved $300\times$ forstørrelse. Denne forstørrelsen ble benyttet for å sørge for en representativ fremstilling av σ -utfellingen og øke sjansene for at σ -fasen ble tatt opp i EBSD-undersøkelsen. Ved samtlige materialkarakteriseringer ble det benyttet en steglengde på $0,25 \mu\text{m}$. For å redusere skjevbelysning i diffraksjonsbildene ble det tatt bakgrunnsbilder før analysen. Dette gjøres ved at diffraksjonsbildet tas opp for et utvalg av punkter i prøven, for så å ta gjennomsnittet av punktene. Deretter blir bakgrunnsbildet subtrahert fra diffraksjonsbildene. Figur 3.4 viser bakgrunnsbilde og diffraksjonsbilder med og uten bakgrunnssubstraksjon.



Figur 3.4: (a) viser bakgrunnsbildet, (b) og (c) viser henholdsvis diffraksjonsmønstre uten og med bakgrunnssubstraksjon.

TCL OIM Data Collection 7.2.0 ble benyttet for indeksering av EBSD-dataene. I programvaren ble aktuelle faser og utfellinger lagt inn før indekseringen ble gjennomført (austenitt, ferritt og σ -fase). Deretter ble Hough-parametrene lagt inn i programvaren. Hough-innstillingene er vist i tabell 3.9.

Tabell 3.9: Innstillinger for Hough i TSL OIM Data Collection 7.2.0.

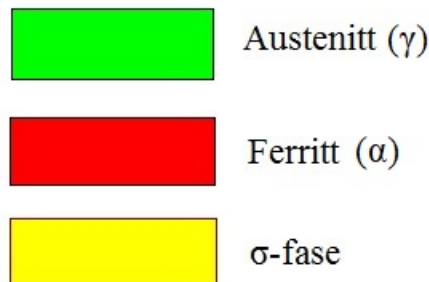
Parameter	Verdi
<i>Binned Pattern Size</i>	96
<i>Theta Step Size</i>	1°
<i>Rho fraction</i>	85 %
<i>Maximum Peak Count</i>	7
<i>Minimum Peak Count</i>	3
<i>Hough type</i>	Classic
<i>Hough Resolution</i>	Low
<i>Concolution Mask</i>	9x9 (Medium)
<i>Minimum Peak Magnitude</i>	5
<i>Minimum Peak Distance</i>	15
<i>Peak Symmetry</i>	0,5
<i>Vertical Bias</i>	0 %

Etter gjennomført indeksering ble TSL OIM Analysis 7.2.0 benyttet for å fremstille EBSD-dataene i form av fasekart og IQ-kart. Manual for programvaren er gitt i Appendix D.

4 Resultater

Dette kapitlet vil presentere resultatene fra det eksperimentelle arbeidet. Innledningsvis vil kapitlet presentere bildekvalitet og pålitelighet for samtlige EBSD-karakteriseringer (Electron Backscatter Diffraction). Konfidensindeks (Confidence Index - CI) og bildekvalitetsparametre (Image Quality - IQ) er oppgitt for materialet i sin helhet og for hver fase. EBSD-analysens bildekvalitet er også fremstilt i form av IQ-kart. Denne informasjonen kan brukes til å studere effekten av prøveprepareringsmetodene og materialets overflatekvalitet. Kapitlet vil deretter presentere materialets faseidentitet etter varmebehandling. Materialets faseidentitet vil presenteres i form av fasekart fra EBSD-undersøkelsene og bilder tatt med tilbakespredte elektroner i scanning elektronmikroskop (SEM). I fasekartene vil tilstedeværelsen av σ -fase være av spesiell interesse. Både σ - og χ -fasen vil identifiseres gjennom bilder tatt med tilbakespredte elektroner. Avslutningsvis vil kapitlet presentere resultatene fra røntgenmikroanalyse av σ - og χ -fasen.

For å kunne identifisere de ulike fasene i fasekartene fra EBSD-analysene vil hver fase ha en respektiv farge. Austenitt (γ) vil være grønn, ferritt (α) vil være rød og σ -fasen vil være gul. Dette er illustrert i figur 4.1. Materialoverflaten under samtlige EBSD-undersøkelser vil presenteres i Appendix, kapittel A.

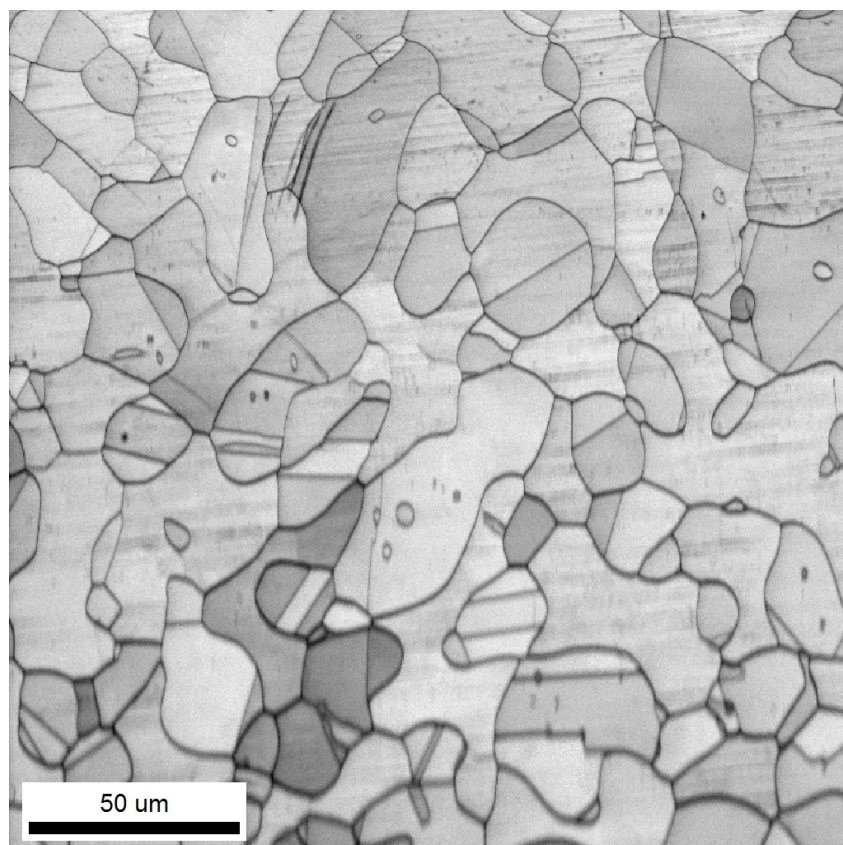


Figur 4.1: Fasenes respektive farger i fasekartene.

4.1 Prøvepreparering

4.1.1 Basematerial

Figur 4.2 viser IQ-kart av basematerialet. Prepareringsmetoden for basematerialet var vibrasjonspolering.



Figur 4.2: IQ-kart for basematerialet.

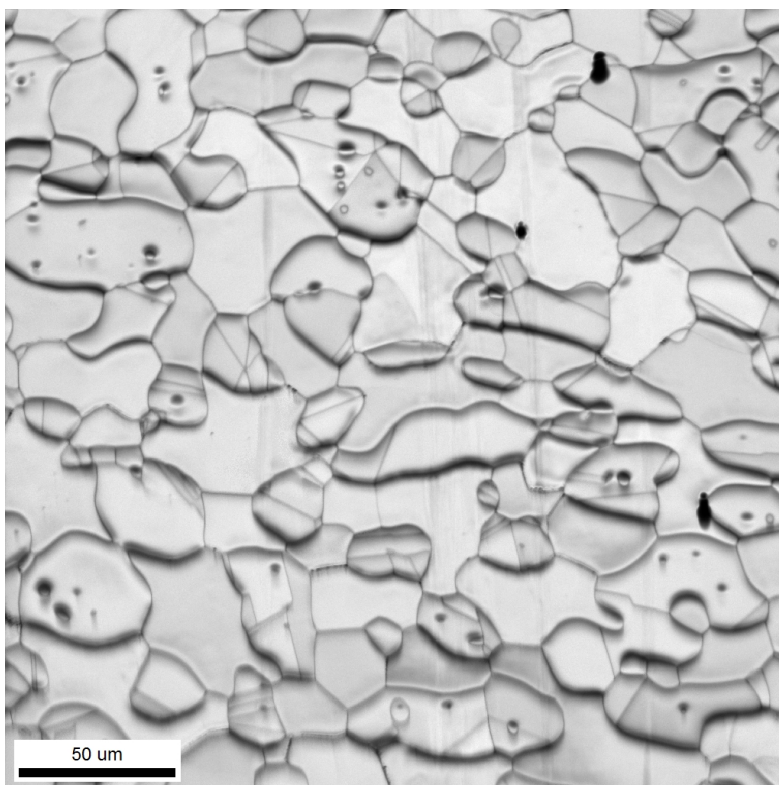
Fra figur 4.2 kan det observeres av IQ-kartet er lyst med tydelige korngrenser, og at overflaten er tilnærmet fri for kontamineringer. Det kan fra figuren sees at overflaten er fri for topografi. Tabell 4.1 viser CI- og IQ-parametre for EBSD-analysen av basematerialet. Størst CI-parameter kan observeres hos austenittfasen (γ) og størst IQ-parameter kan observeres hos ferrittfasen (α).

Tabell 4.1: CI- og IQ-parametre for basematerialet i sin helhet ($\gamma + \alpha$) og for hver fase.

Parameter	$\gamma + \alpha$	γ	α
CI	0,76	0,79	0,74
IQ	4251,70	4211,22	4292,42

4.1.2 Varmebehandling ved 700 °C

Figur 4.3 viser IQ-kart av materialet varmebehandlet i 15 minutter ved 700 °C. Prøven ble preparert med elektroplering.



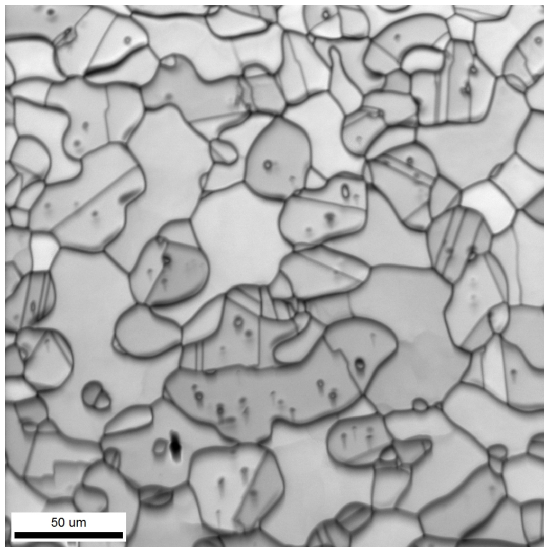
Figur 4.3: IQ-kart for materialet etter varmebehandling ved 700 °C i 15 minutter.

Fra IQ-kartet i figur 4.3 kan det observeres markant topografi. Det kan fra figuren sees at topografien skaper skygger på omkringliggende korn, og at enkelte korn inneholder porer. Topografien kan også observeres fra interesseområdet for EBSD-analysen. Dette er illustrert i figur A.2 i Appendix A. Tabell 4.2 viser CI- og IQ-parametre for materialet etter varmebehandling i 15 minutter ved 700 °C. Austenitt (γ)- og ferrittfasen (α) har lik CI-parameter, og den minste CI-verdien kan observeres for σ -fasen. Ferrittfasen vil ha størst IQ-parameter og σ -fasen har minst IQ-parameter.

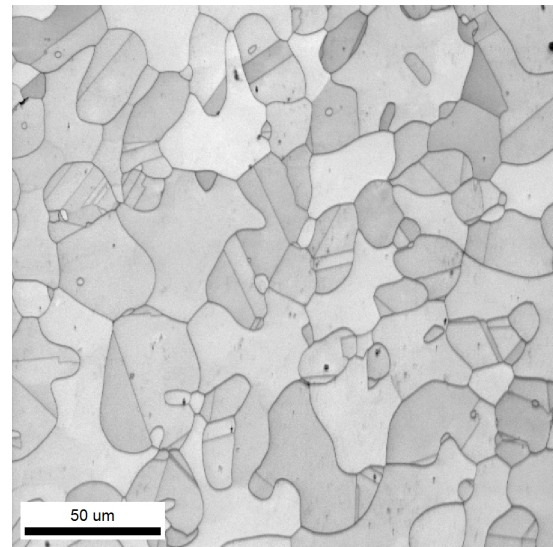
Tabell 4.2: CI- og IQ-parametre for materialet i sin helhet ($\gamma + \alpha + \sigma$) og for hver fase.

Parameter	$\gamma + \alpha + \sigma$	γ	α	σ
CI	0,63	0,65	0,65	0,04
IQ	4551,59	4434,62	4724,36	3058,83

Figur 4.4 viser IQ-kart for materialet varmebehandlet i en time ved 700 °C. Prøven ble først analysert etter elektroplering (a) og deretter etter vibrasjonspolering (b).



(a) IQ-kart for elektroplert materiale.



(b) IQ-kart for vibrasjonspolert materiale.

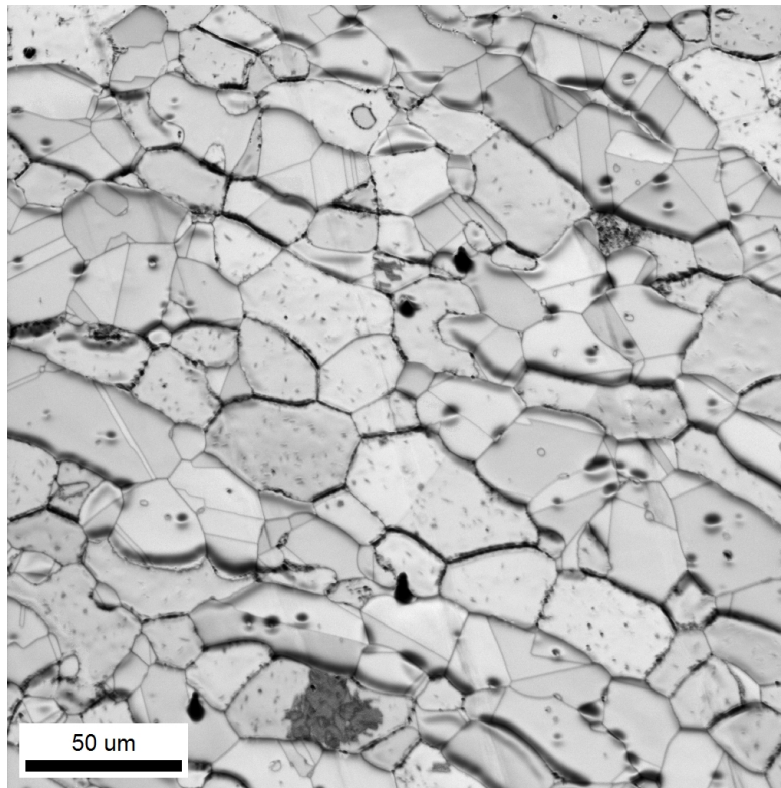
Figur 4.4: IQ-kart for materialet etter varmebehandling ved 700 °C i en time.

Fra IQ-kartet i figur 4.4 (a) kan det observeres topografi som forårsaker skygger på enkelte korn. Det kan fra figuren sees porer på overflaten. Dette kan også observeres fra EBSD-analysens interesseområde i figur A.3 i Appendix A. Fra figur 4.4 (b) kan det observeres et lyst IQ-kart med lite til ingen porer i materialet. Korngrænserne er tydelige og det kan observeres at prøveoverflaten er uten topografi. Den største forskjellen mellom figur 4.4 (a) og (b) er at førstnevnte er mørkere enn (b). I tillegg kan det observeres at overflaten i figur 4.4 (b) fremstår mer plan enn i (a). Tabell 4.3 viser CI- og IQ-parametre for de to prepareringsmetodene for materialet varmebehandlet ved 700 °C i en time. Størst CI- og IQ-parameter kan observeres for prøven preparert med vibrasjonspolering. σ -fasens pålitelighet er lav for begge prepareringsmetoder.

Tabell 4.3: CI- og IQ-parametre for materialet i sin helhet ($\gamma + \alpha + \sigma$) og for hver fase.

Fase	Elektroplering		Vibrasjonspolering	
	CI	IQ	CI	IQ
$\gamma + \alpha + \sigma$	0,62	2119,84	0,79	3905,85
γ	0,59	2064,94	0,81	3772,28
α	0,69	2228,05	0,77	4030,46
σ	0,05	1333,42	0,02	1739,84

Figur 4.5 viser IQ-kart for materialet varmebehandlet i åtte timer ved 700 °C. Elektropolering ble benyttet til å preparere prøven.



Figur 4.5: IQ-kart for materialet etter varmebehandling ved 700 °C i åtte timer.

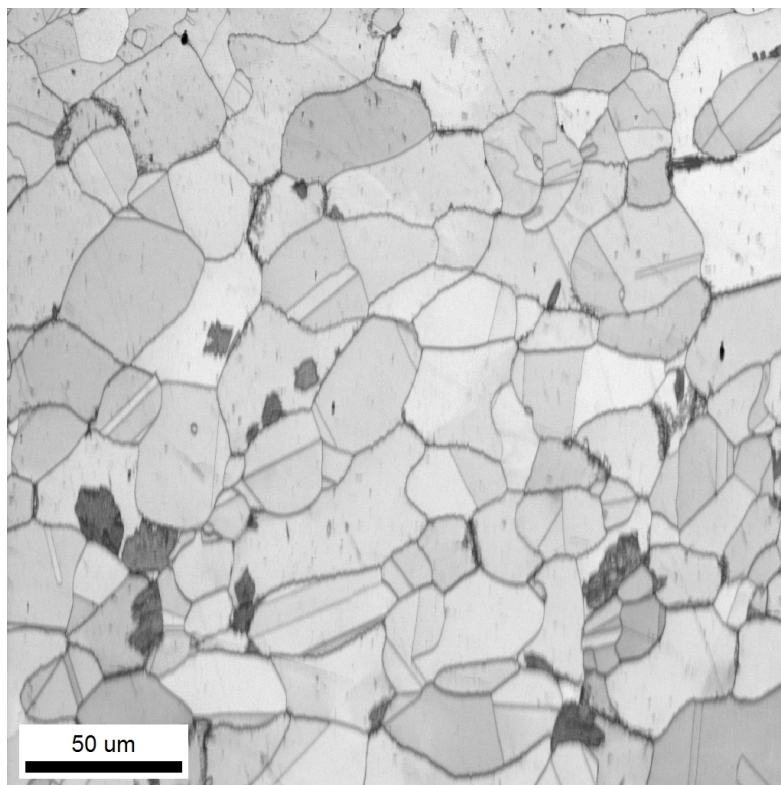
Fra IQ-kartet i figur 4.5 kan det observeres en markant topografi på materialets overflate. Det kan fra figuren sees at topografien forårsaker skygge på enkelte korn. Samme fenomen kan også observeres fra EBSD-analysens interesseområde i figur A.5 i Appendix A. Fra figur 4.13 kan det observeres kontaminering og porer i materialet. Tabell 4.4 viser CI- og IQ-parametre for EBSD-analysen for materialet varmebehandlet ved 700 °C i åtte timer. Samtlige IQ-parametre har svært høy verdi. Ferrittfasen (α) vil ha størst CI- og IQ-parameter og σ -fasen vil ha lavest CI- og IQ-parameter.

Tabell 4.4: CI- og IQ-parametre for materialet i sin helhet ($\gamma + \alpha + \sigma$) og for hver fase.

Parameter	$\gamma + \alpha + \sigma$	γ	α	σ
CI	0,64	0,63	0,69	0,07
IQ	619441,81	617611,94	638216,31	356936,12

4.1.3 Varmebehandling ved 750 °C

Figur 4.6 illustrerer IQ-kartet for materialet varmebehandlet i en time og 30 minutter ved 750 °C. Vibrasjonspolering ble benyttet til å preparere prøven.



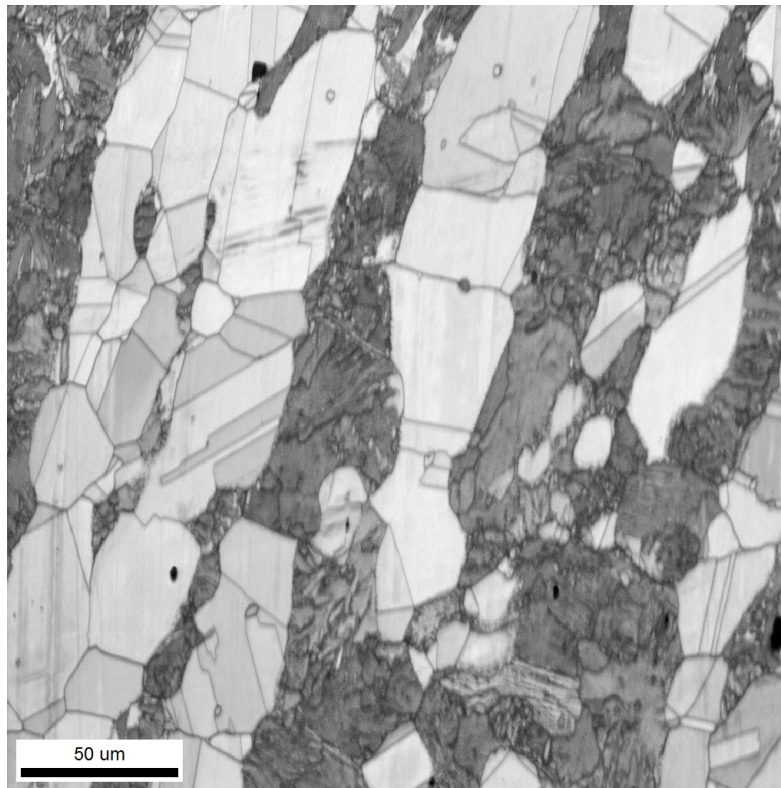
Figur 4.6: IQ-kart for materialet etter varmebehandling ved 750 °C i en time og 30 minutter.

Fra figur 4.6 kan det observeres et lyst IQ-kart med klare, tydelige korngrænser. Overflatedeformasjoner er nærmest fraværende og materialoverflaten ser ut til å være uten topografi. Mørke områder kan observeres innad i enkelte korn i IQ-kartet. Tabell 4.5 viser CI- og IQ-parametre for materialet. Ferrittfasen (α) vil ha størst CI-parameter, og σ -fasen har lavest CI-parameter. Størst og minst IQ-parameter kan henholdsvis observeres for ferritt- og σ -fasen.

Tabell 4.5: CI- og IQ-parametre for materialet i sin helhet ($\gamma + \alpha + \sigma$) og for hver fase.

Parameter	$\gamma + \alpha + \sigma$	γ	α	σ
CI	0,61	0,61	0,65	0,09
IQ	4418,30	4448,27	4536,90	2892,85

Figur 4.7 viser IQ-kartet for materialet varmebehandlet i fire timer ved 750 °C. Vibrasjonspolering ble benyttet til å preparere prøven.



Figur 4.7: IQ-kart for materialet etter varmebehandling ved 700 °C i 15 minutter

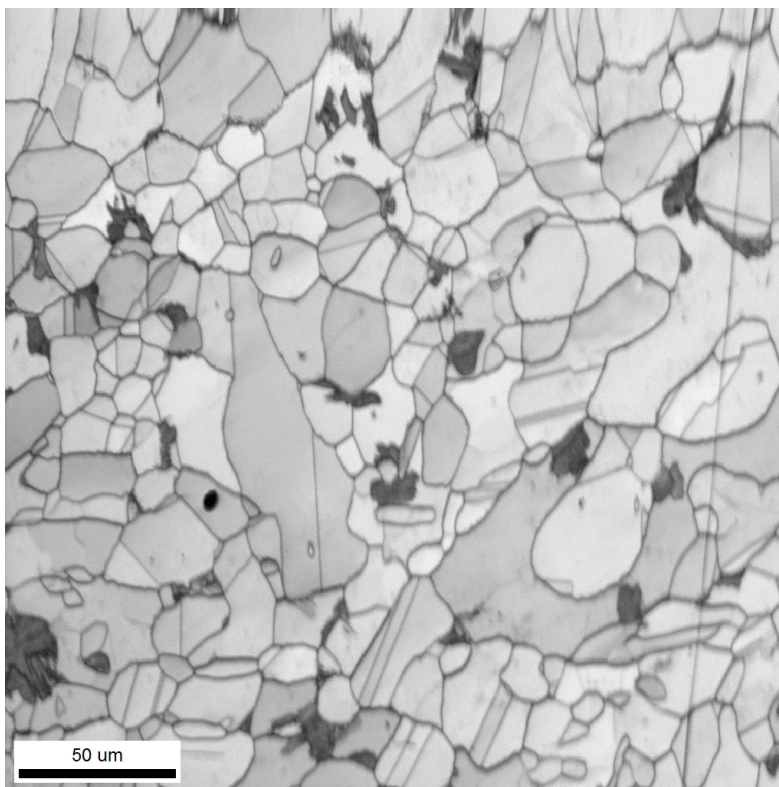
Fra figur 4.7 kan det observeres en plan materialoverflate, nærmest uten deformasjoner. Det kan fra figuren sees avlange, mørke områder i materialet. Innad i de mørke områdene kan det observeres korn med en nåleliknende, lamellær struktur. Innad i de mørke områdene kan forekomsten av lysere faser observeres. CI- og IQ-parametrene for materialet varmebehandlet ved 750 °C i fire timer er gitt i tabell 4.6. Austenittfasen (γ) har størst CI- og IQ-parameter. σ -fasen har minst CI- og IQ-parameter.

Tabell 4.6: CI- og IQ-parametre for materialet i sin helhet ($\gamma + \alpha + \sigma$) og for hver fase.

Parameter	$\gamma + \alpha + \sigma$	γ	α	σ
CI	0,41	0,61	0,39	0,12
IQ	3774,23	4495,53	4308,10	2739,50

4.1.4 Varmebehandling ved 800 °C

Figur 4.8 viser IQ-kart av materialet etter 35 minutter ved 800 °C. Vibrasjonspolering ble benyttet som prepareringsmetode.



Figur 4.8: IQ-kart for materialet etter varmebehandling ved 800 °C i 35 minutter.

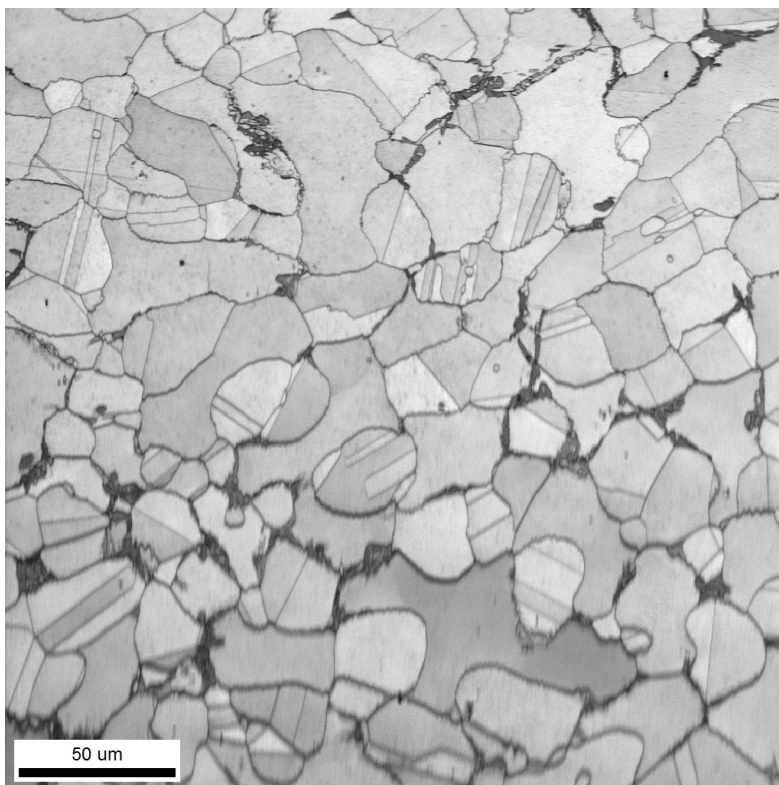
Fra figur 4.8 kan det observeres tendenser til riper på overflaten, men størstedelen av overflaten ser ut til å være uten deformasjoner og fri for topografi. Kartet er lyst med tydelige korngrænser. Mørkere områder innad i enkelte korn og rundt korngrænserne kan observeres i IQ-kartet. Tabell 4.7 viser CI- og IQ-parametre for materialet etter varmebehandling i 35 minutter ved 800 °C. Størst CI- og IQ-parameter kan observeres for fertittfasen (α). Minst CI- og IQ-parameter kan observeres for σ -fasen.

Tabell 4.7: CI- og IQ-parametre for materialet i sin helhet ($\gamma + \alpha + \sigma$) og for hver fase.

Parameter	$\gamma + \alpha + \sigma$	γ	α	σ
CI	0,56	0,57	0,63	0,08
IQ	4081,53	4178,23	4194,02	2592,68

4.1.5 Varmebehandling ved 900 °C

Figur 4.9 viser IQ-kart av materialet etter åtte minutter ved 900 °C. Vibrasjonspolering ble benyttet som prepareringsmetode.



Figur 4.9: IQ-kart for materialet etter varmebehandling ved 700 °C i 15 minutter

Fra figur 4.9 kan det observeres at prøveoverflaten er fri for topografi. Kartet er lyst med tydelige korngrenser. Det kan observeres mørke områder langs et utvalg av korngrensene og innad i enkelte korn. Tabell 4.8 viser CI- og IQ-parametre for materialet etter varmebehandling ved 900 °C. Ferrittfasen (α) har størst CI- og IQ-parameter og σ -fasen har minst CI- og IQ-parameter.

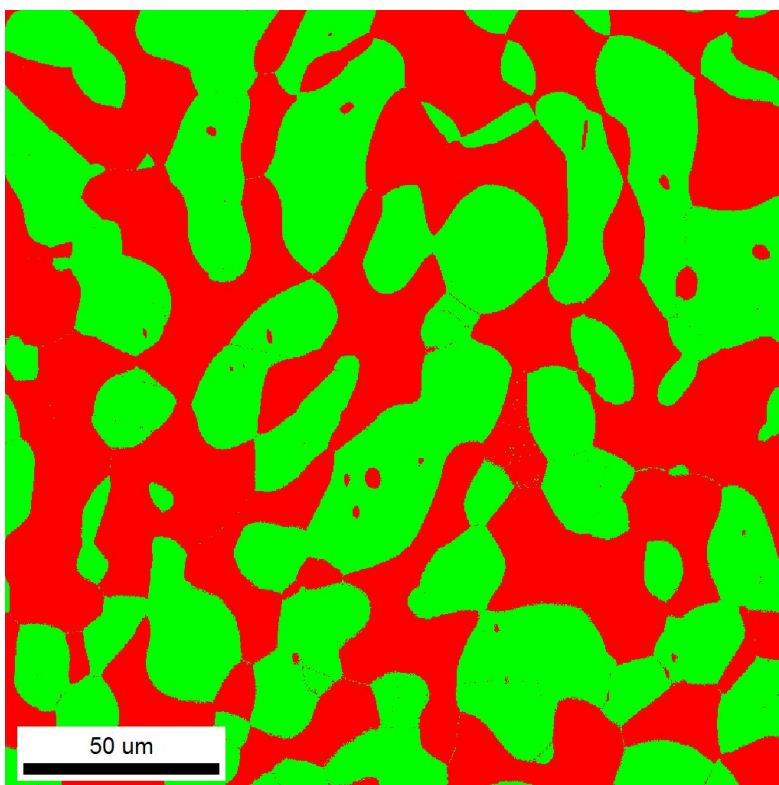
Tabell 4.8: CI- og IQ-parametre for materialet i sin helhet ($\gamma + \alpha + \sigma$) og for hver fase.

Parameter	$\gamma + \alpha + \sigma$	γ	α	σ
CI	0,57	0,55	0,62	0,08
IQ	4087,89	4166,78	4168,65	2741,87

4.2 Mikrostrukturutvikling og morfologi

4.2.1 Basematerial

For å kunne fastslå materialets opprinnelige fasefordeling før varmebehandling ble det gjennomført materialkarakterisering av basematerialet. Figur 4.10 viser basematerialets fasekart. Materialet er preparert med vibrasjonspolering.



Figur 4.10: Fasekart av basematerialet.

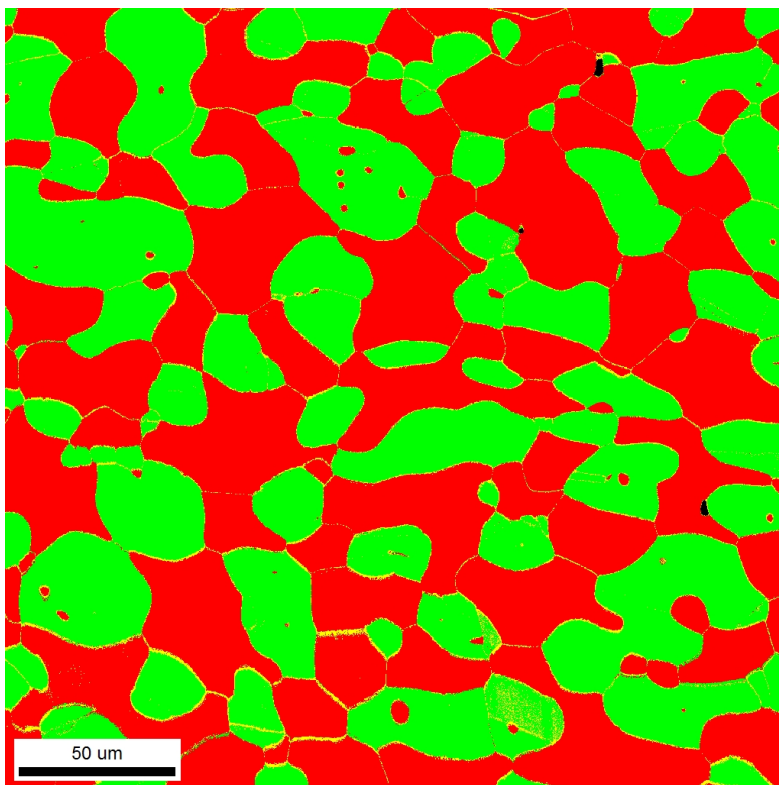
Fra figur 4.10 kan det observeres at fasefordelingen i basematerialet vil være relativt uniform og at stålet inneholder omtrent like stor andel austenitt (γ) og ferritt (α). Austenitt kan observeres som den grønne fasen og ferritt kan observeres som den røde fasen. Basematerialets fasefordeling er gitt i tabell 4.9.

Tabell 4.9: Fasefordeling i basematerialet.

Fase	Andel
γ	50,3 %
α	49,7 %

4.2.2 Varmebehandling ved 700 °C

Figur 4.11 viser fasekart for materialet etter 15 minutter ved 700 °C. Prøven ble preparert med elektroplering.



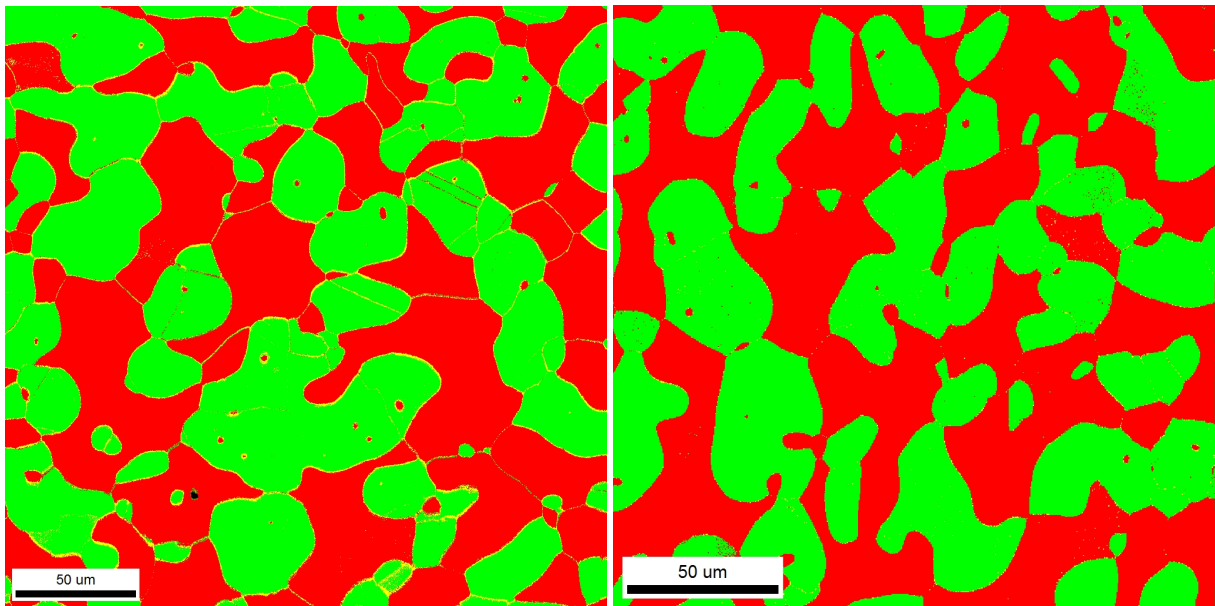
Figur 4.11: Fasekart av materialet varmebehandlet ved 700 °C i 15 minutter.

Fra fasekartet i figur 4.11 kan austenittfasen observeres som den grønne fasen og ferrittfasen kan observeres som den røde fasen. σ -fasen kan observeres som gule områder langs korngransene. Materialets fasefordeling er gitt i tabell 4.13.

Tabell 4.10: Fasefordeling i materialet etter varmebehandling i 15 minutter ved 700 °C.

Fase	Andel
γ	43,3 %
α	53,7 %
σ	2,8 %

Figur 4.12 viser fasekart etter varmebehandling i en time ved 700 °C. Figur 4.12 (a) viser prøven preparert med elektropolering og figur 4.12 (b) viser prøven preparert med vibrasjonspolering.



(a) Fasekart for elektropolert materiale.

(b) Fasekart for vibrasjonspolert materiale.

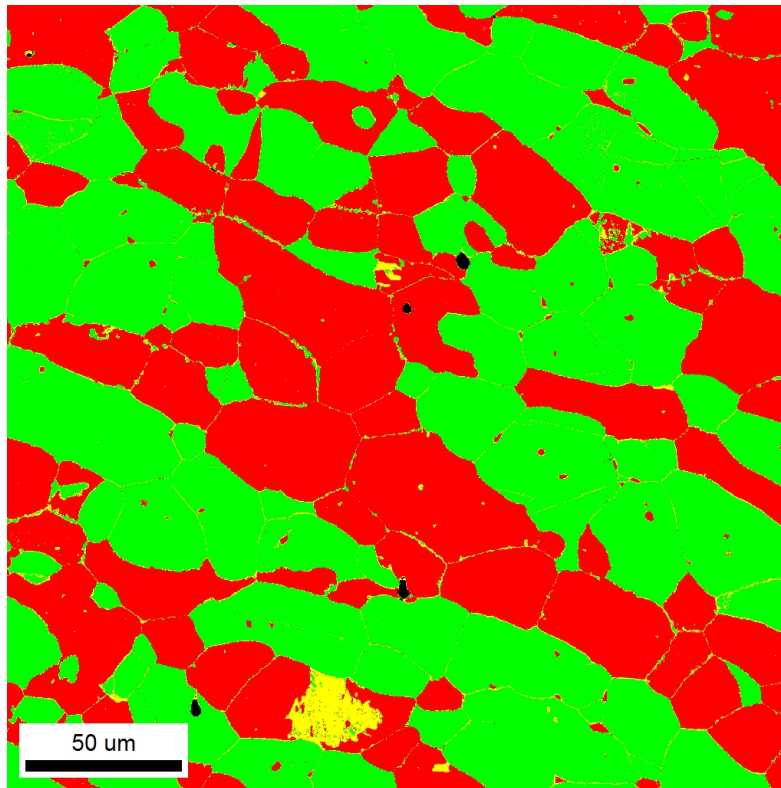
Figur 4.12: IQ-kart for materialet etter varmebehandling ved 700 °C i 1 time.

Fra fasekartene i figur 4.12 kan austenitt- og ferrittfasen henholdsvis observeres som den grønne og den røde fasen. σ -fasen kan observeres som gule områder langs korn grensene. Det kan observeres at andelen σ -fase er større i figur 4.12 (a) enn (b). Materialets fasefordeling etter varmebehandlingen er gitt i tabell 4.11. Andelen σ -fase ved elektropolering er 3,3 %, og reduseres til 0,5 % ved bruk av vibrasjonspolering.

Tabell 4.11: Fasefordeling i materialet etter varmebehandling ved 700 °C i en time.

Fase	Elektropolering	Vibrasjonspolering
	<i>Andel</i>	<i>Andel</i>
γ	48,4 %	49,7 %
α	48,3 %	49,8 %
σ	3,3 %	0,5 %

Figur 4.13 illustrerer fasekartet for materialet etter åtte timer ved 700 °C. Prøven ble preparert med elektroplering.



Figur 4.13: Fasekart av av materialet varmebehandlet ved 700 °C i åtte timer.

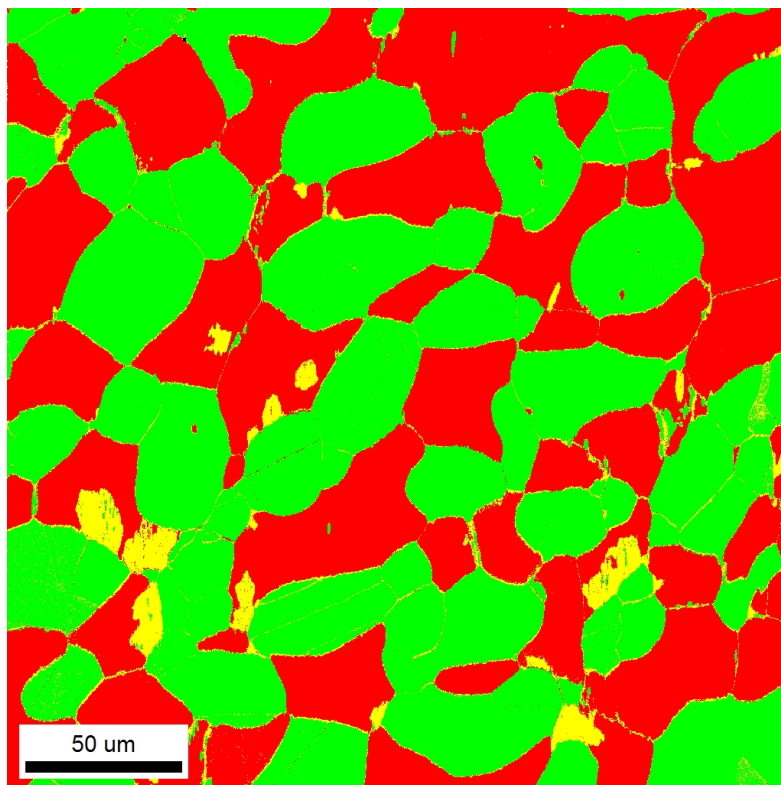
Fra fasekartet i figur 4.13 kan austenittfasen observeres som den grønne fasen og ferrittfasen som den røde fasen. σ -fasen kan observeres som gule områder langs korngransene og i form av utfellinger på grensesjiktene mellom austenitt- og ferrittfasen. Det kan observeres at σ -fasen som ligger langs korngransene finner sted på γ/α - og α/α -korngransene. Innad i σ -utfellingene kan det observeres små andeler av austenitt. Materialets fasefordeling etter varmebehandling i åtte timer ved 700 °C er gitt i tabell 4.12.

Tabell 4.12: Fasefordeling i materialet etter varmebehandling i åtte timer ved 700 °C.

Fase	Andel
γ	52,5 %
α	44,6 %
σ	2,8 %

4.2.3 Varmebehandling ved 750 °C

Figur 4.14 viser fasekartet for materialet etter en time og 30 minutter ved 750 °C. Prøven ble preparert ved å benytte vibrasjonspolering.



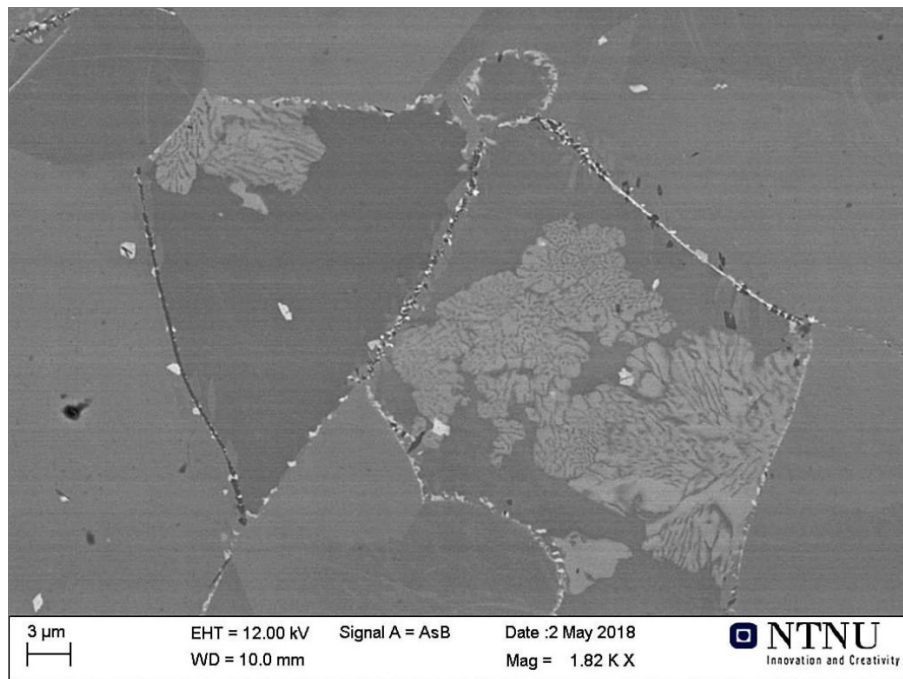
Figur 4.14: Fasekart av materialet varmebehandlet ved 750 °C i en time og 30 minutter.

Fra figur 4.14 kan austenittfasen observeres som den grønne fasen og ferrittfasen observeres som den røde fasen. σ -fasen kan observeres som den gule fasen som vokser fra γ/α -korngransene. Fra fasekartet kan det også observeres at σ -fasen i noen tilfeller finner sted midt i ferrittkornene. Det kan observeres områder av austenitt i de fleste σ -utfellingene. Materialets fasefordeling etter en time og 30 minutter ved 750 °C er gitt i tabell 4.13.

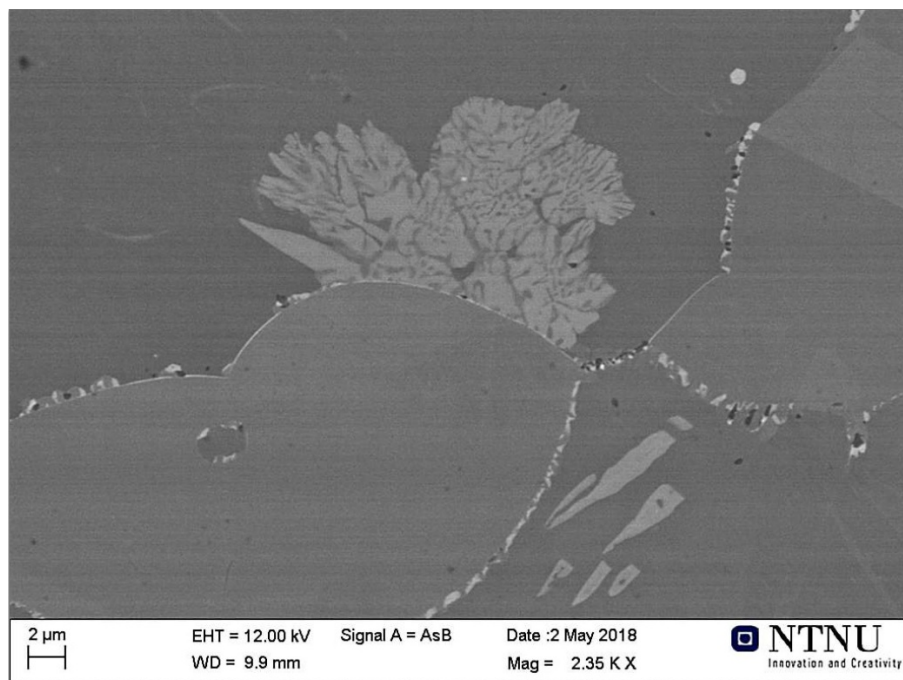
Tabell 4.13: Fasefordeling i materialet etter en time og 30 minutter ved 750 °C.

Fase	Andel
γ	48,7 %
α	46,7 %
σ	4,6 %

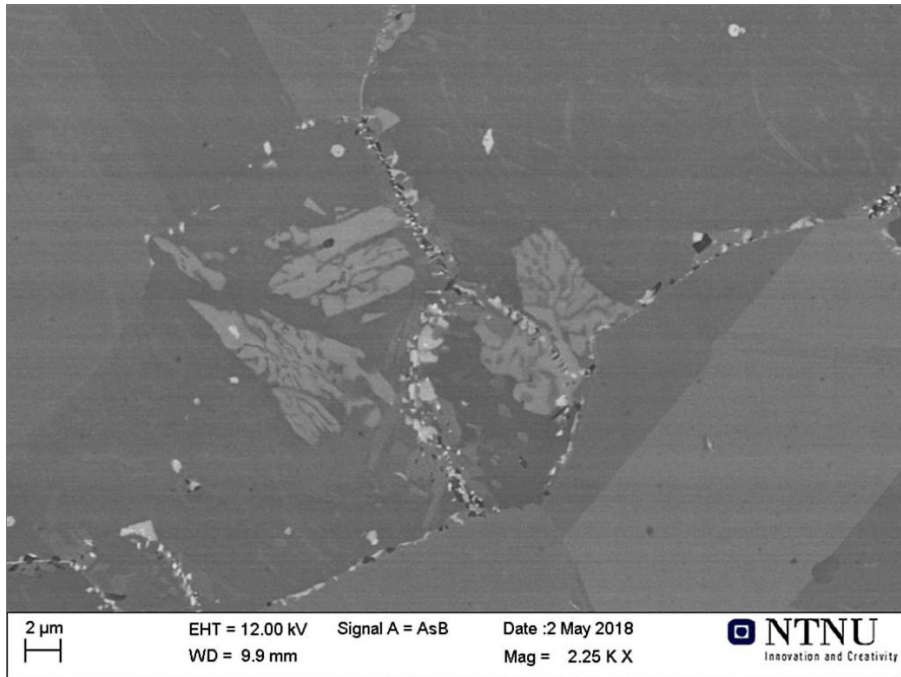
Figur 4.15-4.17 viser bilder av materialet tatt med tilbakespredte elektroner i SEM.



Figur 4.15: Materialet etter varmebehandling ved 750 °C i en time og 30 minutter. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.



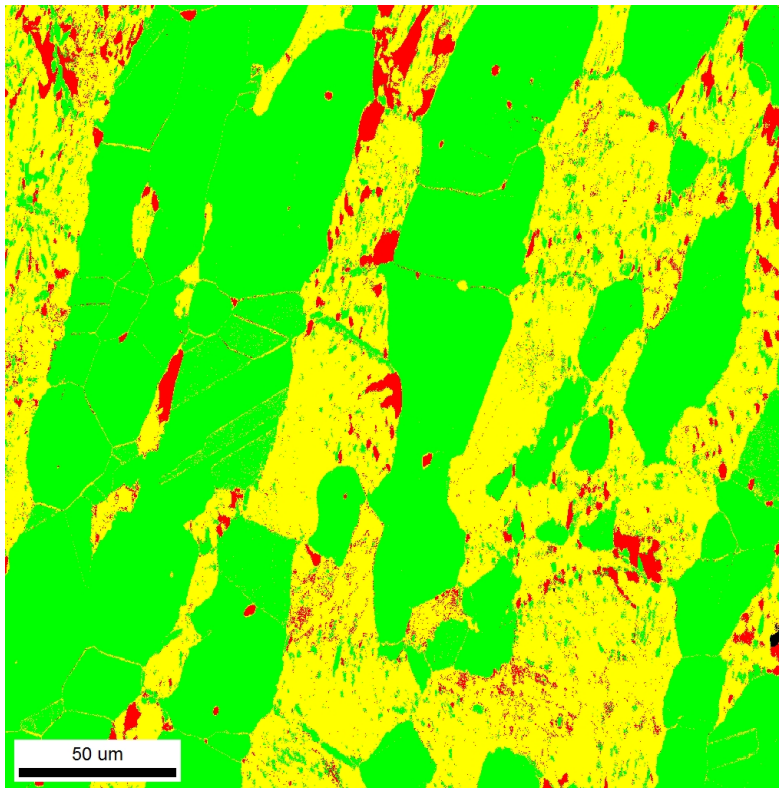
Figur 4.16: Materialet etter varmebehandling ved 750 °C i en time og 30 minutter. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.



Figur 4.17: Materialet etter varmebehandling ved 750 °C i en time og 30 minutter. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.

Fra figur 4.15-4.17 kan det observeres lyse faser langs korn grensene. Den lyse fasen kan også observeres innad i kornene. Morfologien til den lyseste fasen fremstår større innad i kornene sammenlignet med den samme fasen som kan observeres langs korn grensene. Ut i fra figur 4.15-4.17 kan det observeres en morfologi som vokser ut fra korn grensene og inn i kornene. Dette kan tydelig sees fra figur 4.15 og 4.16. I figur 4.15 kan morfologien beskrives som nettlignende og lammelær. I figur 4.16 kan samme morfologi observeres, i tillegg til en lys grå morfologi som ser ut til å ikke ha et opphav fra en korn grense. Samme fenomen kan også observeres i figur 4.17.

Figur 4.18 illustrerer fasekartet for materialet etter varmebehandling ved 750 °C i fire timer. Prøven ble preparert ved å benytte vibrasjonspolering.



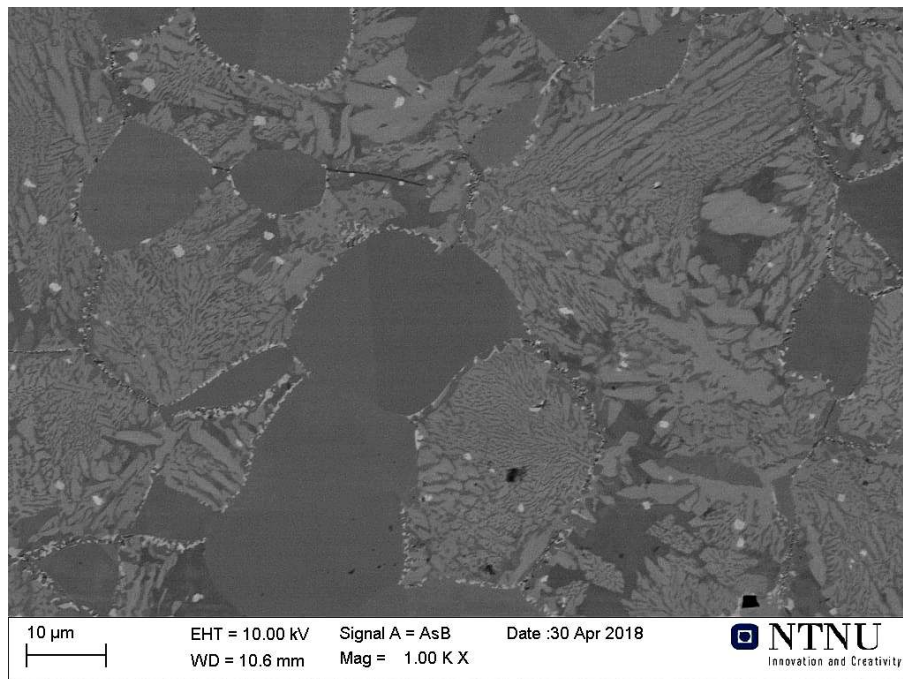
Figur 4.18: Fasekart av materialet etter varmebehandling ved 750 °C i fire timer.

Fra figur 4.18 kan austenittfasen observeres som den grønne fasen, ferrittfasen observeres som den røde fasen og σ -fasen observeres som den gule fasen. Fra figuren kan det observeres en svært lav ferrittandel, og at den opptrer innad, eller langs σ -fasen. Innad i σ -fasen kan det også observeres små områder av austenitt. Tabell 4.14 viser materialets fasefordeling etter varmebehandling ved 750 °C i fire timer. Det kan observeres at andelen σ -fase er betraktelig høyere enn andel ferritt.

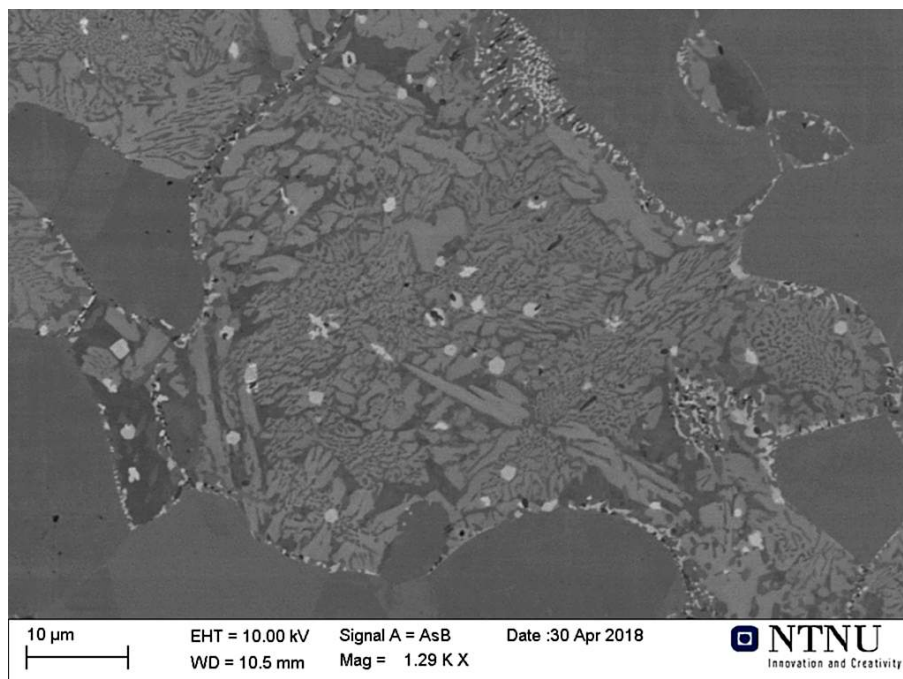
Tabell 4.14: Fasefordeling i materialet etter fire timer ved 750 °C.

Fase	Andel
γ	57,2 %
α	4,6 %
σ	38,2 %

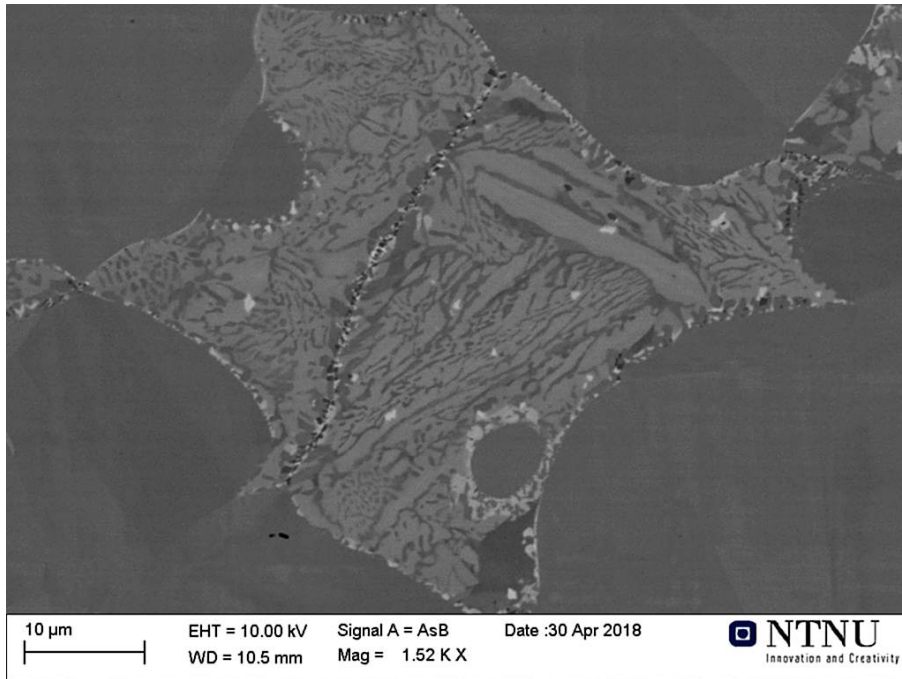
Figur 4.19-4.21 viser bilder av materialet etter varmebehandling i fire timer ved 750 °C. Bildene er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.



Figur 4.19: Materialet etter varmebehandling ved 750 °C i fire timer. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.



Figur 4.20: Materialet etter varmebehandling ved 750 °C i fire timer. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.

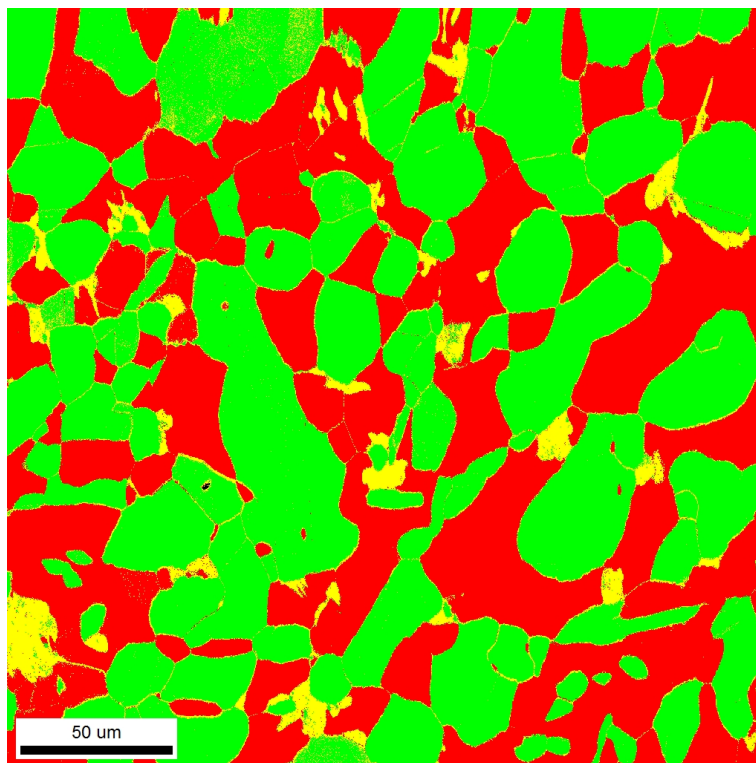


Figur 4.21: Materialet etter varmebehandling ved 750 °C i fire timer. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.

Figur 4.19-4.21 viser detaljert morfologi i materialet varmebehandlet i fire timer ved 750 °C. Det kan observeres at et utvalg av kornene viser lite eller ingen antydning til utfelling av intermetalliske faser. De lyseste partiklene kan observeres langs korn grensene og innad i kornene. Det kan observeres at morfologien til den lyseste fasen innad i kornene fremstår større enn morfologien til samme fase som observeres langs korn grensene. Det kan observeres en lys grå morfologi som ser ut til å ha erstattet store deler av opprinnelige korn. Morfologien til den lys grå fasen ser ut til å være sammensatt. I figur 4.19 kan det observeres kompakte morfologier som vokser ut i fra korn grensene. Det kan også observeres nettlignende og lamellære morfologier. Det samme kan observeres i figur 4.20 og 4.21. Til tross for tilstedeværelsen av kompakte morfologier, kan det se ut som at den nettlignende, lamellære strukturen opptrer i større grad.

4.2.4 Varmebehandling ved 800 °C

Figur 4.22 viser fasekartet for materialet etter varmebehandling ved 800 °C i 35 minutter. Prøven ble preparert ved å benytte vibrasjonspolering.



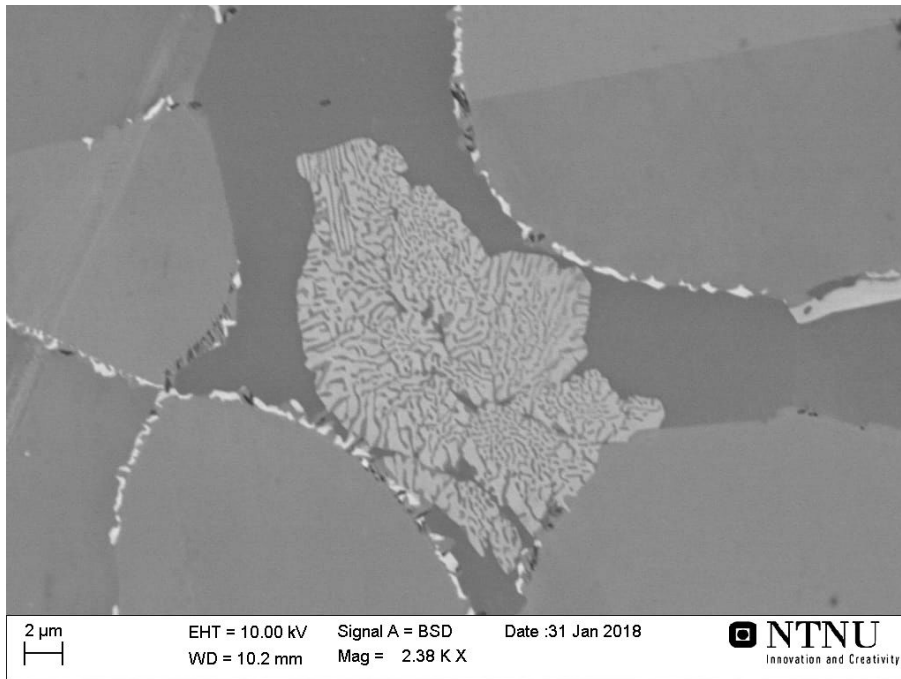
Figur 4.22: Fasekart av materialet etter varmebehandling ved 800 °C i 35 minutter.

Fra figur 4.22 kan austenitt observeres som den grønne fasen, ferritt som den røde fasen og σ -fasen som den gule fasen. Fra figuren kan det observeres σ -utfellinger på γ/α korn grensene som vokser inn i ferrittkornene. Innad i σ -fasen kan det observeres små andeler austenitt. Det kan fra figuren sees at noen av σ -utfellingene ikke vokser ut i fra en spesifikk korn grense, men finner sted midt i ferrittkornene. Enkelt punkter av σ -fase kan observeres i utvalgte austenittkorn. Tabell 4.15 viser materialets fasefordeling etter 35 minutter ved 800 °C.

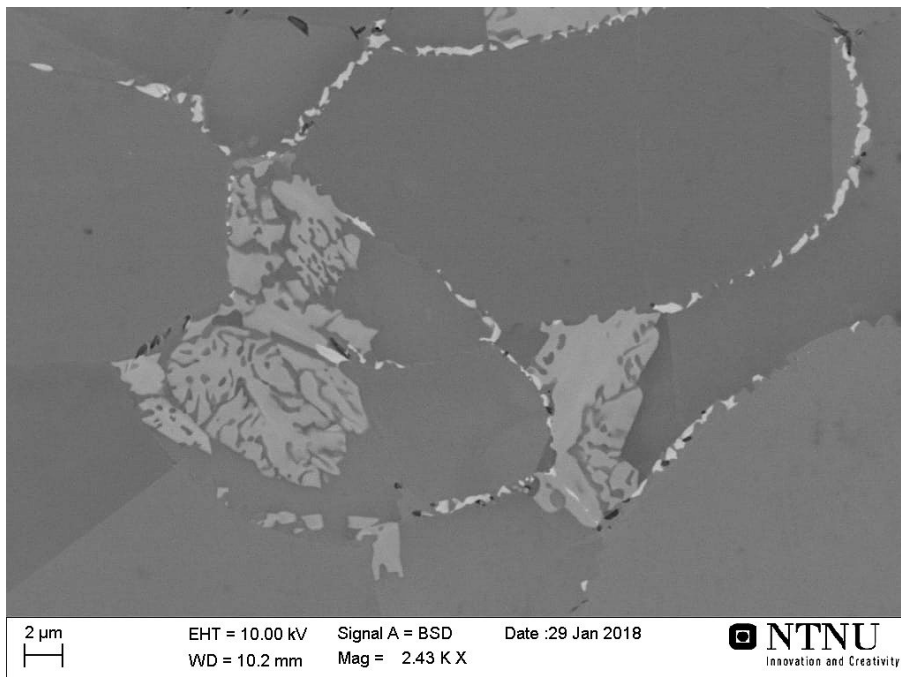
Tabell 4.15: Fasefordeling i materialet etter 35 minutter ved 800 °C.

Fase	Andel
γ	50,7 %
α	42,8 %
σ	6,5 %

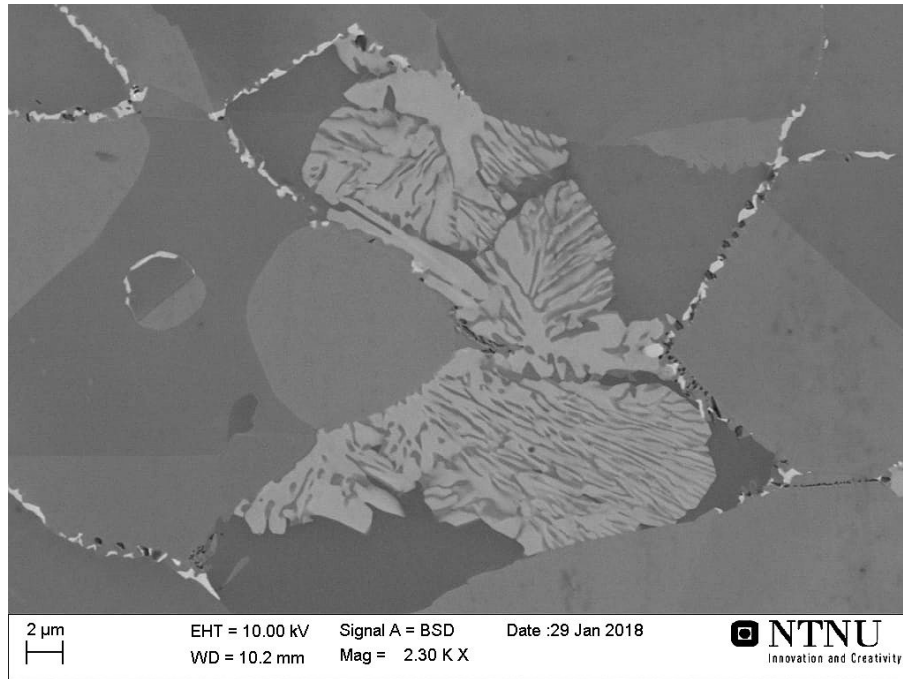
Figur 4.23-4.25 viser materialet etter 35 minutter ved 800 °C. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.



Figur 4.23: Materialet etter varmebehandling ved 800 °C i 35 minutter. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.



Figur 4.24: Materialet etter varmebehandling ved 800 °C i 35 minutter. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.

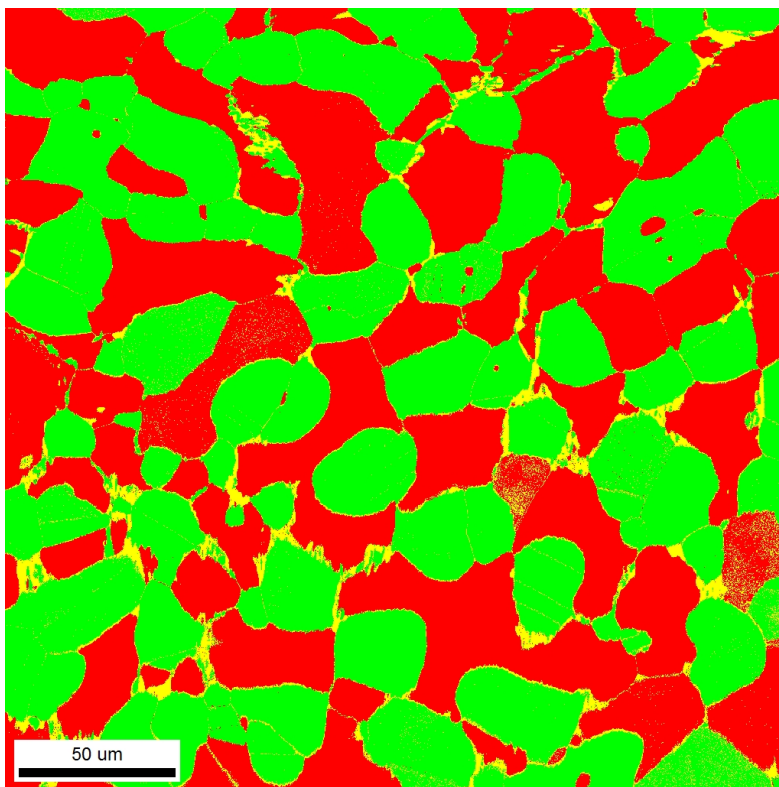


Figur 4.25: Materialet etter varmebehandling ved 800 °C i 35 minutter. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.

Fra figur 4.23-4.25 kan den lyseste fasen observeres langs korn grensene. Det kan observeres en fase med en lys gråtone som har vokst fra materialets korn grenser og innover i kornene. Fasens morfologi fremstår som sammensatt. Figur 4.23 viser en nettlignende, lamellær struktur. En nettlignende struktur kan også observeres i figur 4.24, men morfologien fremstår mer kompakt og uten lameller. I figur 4.25 vil den lamellære strukturen dominere, med tilfeller av kompakte utspring fra korn grensene.

4.2.5 Varmebehandling ved 900 °C

Figur 4.26 viser fasekartet for materialet etter varmebehandling ved 900 °C i åtte minutter. Prøven ble preparert ved å benytte vibrasjonspolering.



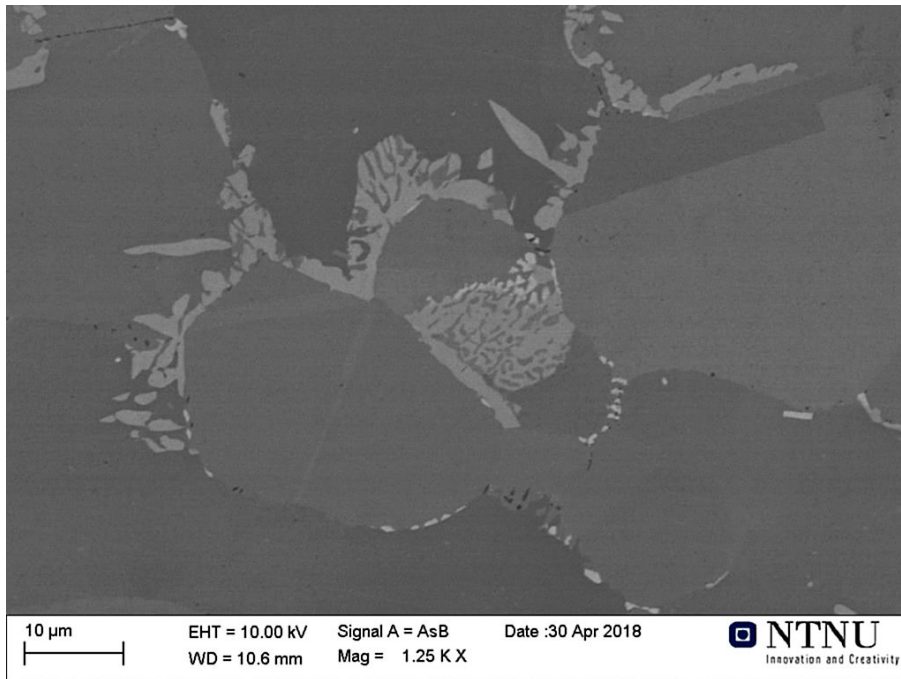
Figur 4.26: Fasekart av materialet etter varmebehandling ved 900 °C i åtte minutter.

Fra figur 4.26 kan austenitt observeres som den grønne fasen, ferritt som den røde fasen og σ -fasen som den gule fasen. σ -fasen kan observeres på γ/α -korngrensene. Innad i σ -fasen kan det observeres områder av austenitt. Enkeltpunkter av σ -fase kan observeres i utvalgte austenitt- og ferrittkorn. Tabell 4.16 viser materialets fasefordeling etter åtte minutter ved 900 °C.

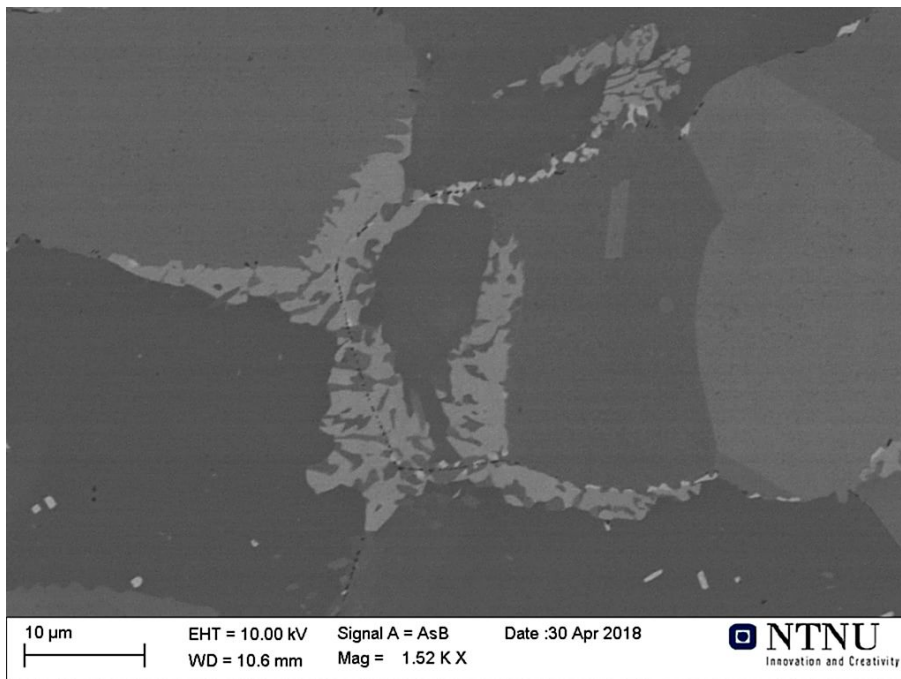
Tabell 4.16: Fasefordeling i materialet etter åtte minutter ved 900 °C.

Fase	Andel
γ	47,3 %
α	47,1 %
σ	5,6 %

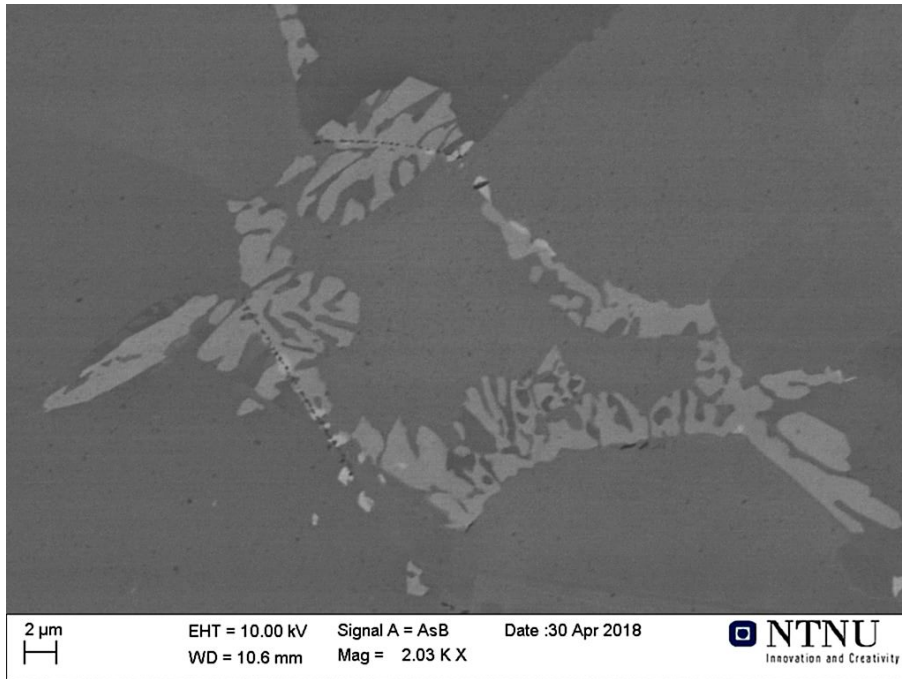
Figur 4.27-4.29 viser materialet etter åtte minutter ved 900 °C. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.



Figur 4.27: Materialet etter varmebehandling ved 900 °C i åtte minutter. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.



Figur 4.28: Materialet etter varmebehandling ved 900 °C i åtte minutter. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.



Figur 4.29: Materialet etter varmebehandling ved 900 °C i åtte minutter. Materialet er avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM.

Fra figur 4.27-4.29 kan det observeres en lys grå fase som vokser ut i fra korngrensene og innover i kornene. Fasen har en nettlignende, lamellær struktur med flere kompakte utspring. I figur 4.27 kan det observeres flere grånyanser innad i samme morfologi. I figur 4.28 kan den lyseste fasen observeres langs en av korngrensene.

4.3 Røntgenmikroanalyse

Det ble foretatt røntgenmikroanalyse av fasene som kan observeres i bildene tatt med tilbake-spredte elektroner i kapittel 4.2. Analysen ble foretatt på materialet varmebehandlet ved 800 °C i 35 minutter. Ved røntgenmikroanalyse av fasene ble det tatt tre ulike målinger for hver av fasene, med flere punktanalyser i hver måling. Bilder av analysepunktene og røntgenspektrene for målingene er gitt i Appendix C. Tabell 4.17 viser resultatene fra analysen av den hvite fasen langs korn grensene, og tabell 4.18 viser resultatene fra analysen av den lys grå fasen med nettlignende, lamellær struktur. Standardavviket (σ) for hvert element er oppgitt i tabellene. I tabellene er elementene med størst forekomst gjengitt. Den totale kjemiske sammensetningen for samtlige analysepunkter er gitt i Appendix C.

Tabell 4.17: Analyseresultater for den lyseste fasen.

<i>Måling</i>	Fe	Cr	Ni	Mo	C
1	49,25	29,06	3,96	9,55	3,19
2	52,21	24,47	5,01	10,20	3,77
3	47,70	34,07	4,23	6,11	3,03
σ	1,87	3,92	0,44	1,79	0,32

Tabell 4.18: Analyseresultater for den lys grå fasen med nettlignende, lamellær morfologi.

<i>Måling</i>	Fe	Cr	Ni	Mo	C
1	58,31	27,59	5,66	4,85	2,16
2	58,73	27,71	5,13	4,57	2,09
3	59,65	29,21	4,79	3,35	2,27
σ	0,55	0,73	0,36	0,65	0,074

Tabell 4.17 viser resultatene fra røntgenmikroanalysen av den lyseste fasen. Det kan observeres et forholdsvis høyt innhold av Fe, Cr og Mo. Et høyt innhold av Fe og Cr kan også observeres for den nest lyseste fasen med lamellær, nettlignende morfologi (tabell 4.18), men Mo-innholdet vil ikke være like høyt. Det fremkommer fra tabellene at standardavviket for samtlige elementene som er detektert i den lyseste fasen er større enn for elementene detektert i den lys grå fasen med lamellær, nettlignende struktur.

5 Diskusjon

Dette kapittelet vil presentere diskusjonen av oppgavens resultater. Resultatene vil sammenlignes med relevant litteratur og teori basert på liknende problemstillinger. Resultatene fra EBSD-karakteriseringen (Electron Backscatter Diffraction - EBSD) vil diskuteres først, hvor hovedfokuset ligger på prøvepreparering og materialets faseidentitet etter varmebehandling. Deretter vil bilder generert av tilbakespredte elektroner i scanning elektronmikroskop (SEM) diskuteres, hvor σ -fasens morfologi er av spesiell interesse. Avslutningsvis vil kapittelet presentere diskusjon av røntgenmikroanalyse av σ - og χ -fasen.

5.1 Pålitelighet og prøvepreparering

Dette delkapittelet vil presentere diskusjon av resultatene fra EBSD-karakteriseringen som har blitt gjennomført. Innledningsvis vil kapittelet gi en innføring i analysens pålitelighet, etterfulgt av diskusjon av EBSD-karakteriseringens resultater. Av spesiell interesse er prøvepreparering og diffraksjonsmønsterkvalitet, samt utvikling i stålets mikrostruktur og fasefordeling. I mikrostrukturutviklingen vil tilstedeværelsen av σ -fase være spesielt viktig.

5.1.1 Analysenes pålitelighet

EBSD-analysens pålitelighet kan tallfestes ved å benytte konfidensindeks (Confidence Index - CI), og det er ønskelig at analysens CI-parameter er så høy som mulig. Det er hensiktsmessig for analysens pålitelighet at CI-parameteren er over 0,25 [34, 35]. Det ble for samtlige EBSD-undersøkelser oppnådd en tilfredsstillende gjennomsnittlig CI for materialet ($\gamma + \alpha$ for basematerialet og $\gamma + \alpha + \sigma$ for varmebehandlet materiale). Dette kan observeres fra tabellene presentert i kapittel 4.1, hvor samtlige av analysenes CI- og IQ-parametre (Image Quality - IQ) er presentert. Basematerialets gjennomsnittlige CI-parameter var 0,76, noe som kan observeres fra tabell 4.1. Det kunne observeres at materialets gjennomsnittlige CI-verdi ble redusert ved tilstedeværelsen av σ -fase. Lavest gjennomsnittlige CI for materialet kan observeres for prøven der andelen σ -fase er størst. Det kan sees fra tabell 4.6 at CI-parameteren for materialet med størst andel σ -fase var 0,41. Det fremkommer fra samtlige tabeller i kapittel 4.1 at σ -fasens individuelle CI-parameter vil ligge mellom 0,02 og 0,12. Siden det er ønskelig med en CI-parameter over 0,25 kan dette være en tydelig indikasjon på at indekseringen av σ -fasen ikke er gjennomført med tilstrekkelig pålitelighet.

Det har blitt dokumentert at pseudokubiske, tetragonale strukturer kan være utfordrende å indeksere. Dette ble observert for TiAl-strukturer, der gitterparameter c var 2 % lengre enn gitterparameter a [37]. Monlevade et al. dokumenterte utfordringer ved å indeksere σ -fasen i EBSD-undersøkelser. Kun et fåtall av σ -fasens diffraksjonsmønstre oppnådde tilfredsstillende CI [36]. Gitterparameter a og c for σ -fasen vil henholdsvis være 8,80 Å og 4,56 Å [2, 15]. Dette indikerer at σ -fasens struktur ikke kan betraktes som en pseudokubisk geometri. Allikevel kan det sees at gitterparameter a er tilnærmet det dobbelte av gitterparameter c . Det kan derfor tenkes at det kan være en mulighet for at σ -fasens tetragonale struktur kan betraktes som to pseudokubiske strukturer, hvor gitterparameter a og c henholdsvis vil være 4,40 og 4,56 Å. Det kan derfor tenkes at CI-parametrene for σ -fasen er lave siden σ -fasens tetragonale krystallstruktur betraktes som to pseudokubiske strukturer. Konsekvensen av dette er diffraksjonsmønstre av dårlig kvalitet. Dette fører til at indeksering av diffraksjonsmønstrene blir utfordrende.

5.1.2 Prøvepreparering

For å kartlegge ulikhetene mellom elektropolering og vibrasjonspolering som prøveprepareringsmetode for EBSD-analyser, ble begge prepareringsmetodene benyttet i dette prosjektet. Elektropolering ble benyttet for samtlige prøver varmebehandlet ved 700 °C. Basematerialet og alle prøver varmebehandlet ved 750, 800 og 900 °C ble polert ved å benytte vibrasjonspolering. Det ble også benyttet vibrasjonspolering for en av prøvene ved 700 °C etter den hadde blitt karakterisert med elektropolering som prepareringsmetode. Dette ble gjort for å kunne sammenligne prepareringsmetodene på et material med samme faseidentitet. IQ-kart, CI- og IQ-parametre for for EBSD-analysene er presentert i kapittel 4.1.

Figur 4.3, 4.4 (a) og 4.5 illustrerer samtlige IQ-kart for de elektropolerte prøvene, og tabell 4.2-4.4 viser de elektropolerte prøvenes CI- og IQ-parametre. Det kan observeres fra tabellene at de elektropolerte prøvenes gjennomsnittlige CI- og IQ-parametre stort sett indikerer høy pålitelighet og gode diffraksjonsmønstre. Felles for alle elektropolerte prøver er at det fra IQ-kartene observeres en markant topografi, tilstedeværelse av porer og skygger langs korn grensene. Skyggene er trolig et resultat av lav IQ-parameter langs korn grensene, siden mørke områder i IQ-kart representerer diffraksjonsmønstre med lavere kvalitet [34, 35]. I EBSD-undersøkelser er det avgjørende at prøveoverflaten er plan for at resultatene skal være representative [6, 27]. Det kan derfor tenkes at prøvene som har blitt preparert ved elektropolering ikke gjenspeiler materialets faktiske faseidentitet, selv om CI- og IQ-parametre indikerer gode analyser.

CI- og IQ-parametrene for de elektropolerte prøvene indikerer høy diffraksjonsmønsterkvalitet og pålitelig indeksering til tross for topografi i overflaten. Den største konsekvensen av topografi som følge av elektropolering kan observeres i materialets fasefordeling. Ut i fra IQ-kartene for de elektropolerte prøvene i figur 4.3, 4.4 (a) og 4.5 og deres tilhørende fasekart i figur 4.11, 4.12 (a) og 4.13 er det utfordrende å fastslå hvilke faser som befinner seg på høye og lave punkter i overflates topografi. Dersom deler av ferrittfasen befinner seg på topografiens lavere områder, kan det tenkes at dette kan påvirke resultatene, siden deler av ferrittfasen kan bli overskygget. Siden utfellingen av σ -fasen finner sted i stålets ferrittiske mikrostruktur, kan det være en mulighet for at materialets reelle fasefordeling ikke blir identifisert [17]. For prøvene varmebehandlet ved 15 minutter og en time ved 700 °C kan det fra fasekartene i figur 4.11 og 4.12 (a) observeres forekomst av σ -fase langs korn grensene. I et tid, temperatur og transformasjonsdiagram presentert av Pohl et al., vist i figur 2.6, kan det observeres at utfellingen av σ -fasen ikke forekommer i stålet før etter syv timer ved 700 °C [14]. Dette gir en indikasjon på at fasefordelingen i elektropolerte prøver ikke vil være pålitelig. En mekanisme for utfelling av σ -fasen presentert av Liang et al. beskriver at ferrittfasen skal reduseres og austenittfasen skal øke som følge av utfelling av σ -fasen [16]. I basematerialet ble det påvist en austenitt- og ferrittandel på henholdsvis 50,3 % og 49,7 %. Det kan observeres fra fasefordelingen for de elektropolerte prøvene varmebehandlet ved 15 minutter (tabell 4.2) og en time ved 700 °C, (tabell 4.3 (a)) at austenittandelen har blitt redusert, når den er forventet å øke som følge av σ -utfellingen. For prøven varmebehandlet i 15 minutter kan det også observeres at ferrittandelen har økt. Dette kan være en indikasjon på at elektropolering forårsaker topografi som videre påvirker fasefordeling.

Materialet varmebehandlet ved 700 °C i en time ble først karakterisert etter elektropolering. Deretter ble materialet preparert på nytt med vibrasjonspolering etterfulgt av ny materialkarakterisering. I figur 4.4 kan IQ-kartet for begge prepareringsmetodene observeres. IQ-kartet for den elektropolerte prøven, illustrert i figur 4.4 (a), vil være betraktelig mye mørkere enn IQ-kartet for den vibrasjonspolerte prøven, vist i figur 4.4 (b). Dette indikerer at vibrasjonspolert prøve vil avgi bedre diffraksjonsmønstre enn elektropolert prøve [34, 35]. Samme observasjon ble dokumentert av Michalska et al. [43]. Fra tabell 4.3 kan det sees at gjennomsnittlig IQ-parameter for materialet etter vibrasjonspolering vil ligge på 4168,3, sammenlignet med det elektropolerte materialet som vil ha en IQ-parameter på 2119,84. Fra samme tabell kan det observeres at materialets gjennomsnittlige CI-parameter har økt fra 0,62 til 0,79 ved å bruke vibrasjonspolering fremfor elektropolering. Ulikhetene mellom elektropolering og vibrasjonspolering kan også observeres i fasekartene i figur 4.12, hvor den elektropolerte prøven er illustrert

i figur 4.12 (a) og den vibrasjonspolerte prøven er vist i figur 4.12 (b). I førstnevnte figur kan det observeres tilstedeværelse av σ -fase langs samtlige korngrenser. Fra tabell 4.11 fremkommer det at for den elektropolerte prøven vil andelen σ -fase ligge på 3,3 %. Ifølge tid, temperatur og transformasjonsdiagrammet i figur 2.6, skal ikke σ -utfellingene observeres i stålet før etter syv timer ved 700 °C [14]. Fra resultatene fremkommer det at prøven ikke gjenspeiler den forventede utfellingsmekanismen. En annen observasjon som kan indikere at resultatet ikke er representativt er andelen austenitt. Austenittandelen har blitt redusert fra 50,3 % til 48,4 %, når andelen austenitt er forventet å øke som følge av σ -utfellingen [16]. Det kan derfor tenkes at de dokumenterte σ -utfellingene skyldes feilindeksering som følge av topografi. I figur 4.12 (b) kan det observeres at tilstedeværelsen av σ -fasen er tilnærmet fraværende. Andelen σ -fase for den vibrasjonspolerte prøven ligger på 0,5 %. Austenittandelen for den vibrasjonspolerte prøven har også blitt redusert, men ikke i like stor grad som ved elektropolering. σ -fasen for den vibrasjonspolerte prøven forekommer i svært lave konsentrasjoner, og gjenspeiler i større grad den forventede mekanismen [16]. Selv om EBSD-analysen har identifisert σ -fase i den vibrasjonspolerte prøven, kan det antas at dette skyldes feilindeksering. σ -fasens lave CI-parameter (0,02) for analysen, vist i tabell 4.11, bekrefter dette.

For prøven varmebehandlet ved 700 °C i åtte timer kan det fra tabell 4.4 sees en svært høy IQ-verdi for samtlige faser i materialet. Siden IQ-parameteren bestemmes av gjennomsnittshøyden på intensitetstoppene i Hough-rommet, kan det tenkes at det har oppstått et problem i Hough-transformasjonen under indeksering av dataene. [34, 35]. Det kan derfor antas at analysen gjennomført for prøven varmebehandlet ved 700 °C i åtte timer ikke vil være fullstendig pålitelig, da de resterende dokumenterte IQ-parametrene i denne oppgaven vil ligge mellom 1000 og 5000. Tilstedeværelsen av σ -fase etter åtte timer ved 700 °C kan ikke utelukkes i følge diagrammet i figur 2.6 [14]. Fra fasekartet i figur 4.13 kan det observeres tydelige utfellinger av σ -fase. Som følge av σ -utfellingen kan det fra tabell 4.12 observeres at austenittandelen har økt og ferrittandelen har blitt redusert. Dette samsvarer med den eutektoide transformasjonen der ferritt erstattes av σ -fase og sekundær austenitt [14]. Det kan virke som at dette resultatet er mer pålitelig enn tidligere resultater fra elektropolerte prøver. Allikevel kan det observeres svært mye topografi i materialets IQ-kart (figur 4.5), noe som kan føre til at materialets reelle fasefordeling er ikke er identifisert.

Elektropolering som prepareringsmetode har vist seg å ha stor innvirkning på materialets fasefordeling, noe som i stor grad vil påvirke materialkarakteriseringen. Det fremkommer fra

forsøkene at topografien i materialoverflaten forårsaker at σ -fasen identifiseres på materialets korngrenser, til tross for at det ikke forventes at σ -utfellinger finner sted ved gitt temperatur og holdetid [14]. Dette gjør det utfordrende å kartlegge den faktiske mikrostrukturutviklingen i elektropolerte prøver. Vibrasjonspolering har, ifølge IQ-kartene, ført til en plan overflate, i tillegg til tilfredsstillende gjennomsnittlige CI- og IQ-parametre. I en studie gjennomført av Michalska et al. kunne samme fenomen for dupleksstål observeres. Samtlige prøver som ble vibrasjonspolert i kolloidal silika ga best diffraksjonsmønstre sammenlignet med andre prøveprepareringsmetoder [43]. Løsningen som brukes i vibrasjonspoleringen er svakt etsende, noe som kan føre til topografi mellom myke og harde faser [39]. Ved bruk av vibrasjonspolering kan topografi mellom harde, intermetalliske faser og omkringliggende austenitt og ferritt derfor ikke utelukkes fullstendig [7, 14]. Siden vibrasjonspolering har vist seg å gi de mest representative resultatene vil kun vibrasjonspolerte prøver tas i betraktning under materialkrarakterisering, kartlegging av morfologi og røntgenmikroanalyse. Dette gjelder følgende prøver:

- Basematerialet.
- 700 °C i en time.
- 750 °C i en time og 30 minutter.
- 750 °C i fire timer.
- 800 °C i 35 minutter.
- 900 °C i åtte minutter.

5.2 Mikrostrukturutvikling og morfologi

Dette delkapittelet vil presentere diskusjon av materialets faseidentitet, fasefordeling og morfologi etter varmebehandling ved ulike temperaturer og holdetider. Kapittelet vil innledningsvis diskutere resultatene fra EBSD-undersøkelsene presentert i form fasekart, hvor tilstedeværelsen av σ -fase er av spesiell interesse. Deretter vil kapittelet presentere diskusjon av σ - og χ -fasens morfologi etter varmebehandling.

5.2.1 Materialets faseidentitet etter varmebehandling

Basematerialets faseidentitet er presentert i kapittel 4.2. EBSD-analysen påviste at austenitt- og ferrittandelen var henholdsvis 50,3 % og 49,7 %. Den påviste fasefordelingen i basematerialet samsvarer godt med den teoretiske fasefordelingen i superdupleks rustfritt stål [1, 2]. Det kan

være grunn til å anta at basematerialets fasefordeling kan være avhengig av hvor på materialet EBSD-analysen gjennomføres. Til tross for at fasefordelingen kan variere avhengig av hvor materialkarakteriseringen finner sted, er det allikevel grunn til å tro at resultatet er representativt. Fra basematerialets fasekart illustrert i figur 4.10 kan det observeres at fordelingen av austenitt og ferritt fremstår uniform. Ut i fra dette kan det antas at materialets fasefordeling vil endres i liten grad dersom materialkarakteriseringen hadde blitt gjennomført andre steder på prøveoverflaten.

Fasekartet for prøven varmebehandlet ved 700 °C i en time er illustrert i figur 4.12, og materialets fasefordeling etter varmebehandlingen er illustrert i tabell 4.3. Det kan observeres tilnærmet lik andel av austenitt og ferritt, noe som også ble identifisert i basematerialet (se tabell 4.9). Andelen σ -fase i materialet etter en time ved 700 °C var 0,5 %. Fra faseagrammet i figur 2.6 kan det observeres at utfellingen av σ -fase ved 700 °C ikke forekommer før syv timer inn i varmebehandlingen [14]. Det kan derfor antas at σ -fasen som har blitt identifisert i denne prøven er feilindeksert. Dette kan også sees fra σ -fasens CI-parameter i tabell 4.3. CI-parameteren er svært lav (0,02), noe som indikerer lav pålitelighet. Det kan derfor tenkes at materialet varmebehandlet ved 700 °C i en time ikke inneholder σ -fase.

To prøver ble varmebehandlet ved 750 °C. En prøve ble varmebehandlet i en time og 30 minutter og en annen prøve i fire timer. Prøvenes fasekart er henholdsvis illustrert i figur 4.14 og 4.18. Prøvenes fasefordeling er henholdsvis fremstilt i tabell 4.13 og 4.14. For prøven varmebehandlet i en time og 30 minutter kan det observeres at σ -utfellingene stort sett finner sted på γ/α -korn grensene. Det kan i tillegg observeres at σ -fasen vokser inn i ferrittkornene. Dette samsvarer med tidligere studier [16, 18]. I samme fasekart kan det observeres at enkelte σ -utfellinger finner sted midt i ferrittkornene, og at de ikke har opphav fra korn grensene. Det kan være utfordrende å fastslå årsaken til at utfellingen ikke har sitt opphav fra materialets korn grenser. En årsak til dette kan være at σ -utfellingene har blitt kimdannet på en austenittkorn grense dypere ned i materialet. Innad i σ -utfellingene kan det observeres små områder av austenitt. Dette kan bekrefte at utfellingen av σ -fase ved 750 °C er et resultat av en eutektoid transformasjon der ferritt erstattes av σ -fase og sekundær austenitt [16, 18, 20, 21]. Allikevel kan det være vanskelig å si med sikkerhet at det er sekundær austenitt som observeres innad i σ -utfellingene, da EBSD-analysene ikke skiller mellom sekundær austenitt og tilstedeværende austenitt. Fra fasefordelingen i tabell 4.13 fremkommer det at både austenitt- og ferrittfasen har blitt redusert som følge av σ -utfellingen. Det er forventet at austenittandelen skal øke, som følge

av σ -utfellingen [16, 18]. En redusert austenittandel kan være avhengig av hvor materialkarakteriseringen har blitt gjennomført, og at det karakteriserte området allerede inneholdt mindre austenitt enn ferritt før utfellingen.

Prøven varmebehandlet i fire timer ved 750 °C er illustrert i figur 4.18, og dens fasefordeling er vist i tabell 4.14. Det kan i dette tilfellet være utfordrende å fastslå hvor utfellingene har blitt kimdannet. Det kan være naturlig å anta at deler av kimdannelsen har funnet sted på γ/α -korngrensene, siden dette ble påvist i den andre prøven ved samme varmebehandlingstemperatur. σ -fasen kan også kimdannes på α/α -korngrensene [20]. Ut i fra fasekartet i figur 4.18 kan det være utfordrende å identifisere eventuelle utfellinger som har blitt kimdannet på α/α -korngrensene, siden gjenværende ferrittandel er svært lav. Fra figuren kan det observeres at store deler av ferrittfasen har blitt erstattet av σ -fase, noe som samsvarer med presentert teori [16, 18]. Innad i σ -utfellingene kan det, i tillegg til ferritt, observeres mange små områder av austenitt. Som et resultat av eutektoid transformasjon fra ferritt til σ -fase og austenitt, kan austenittfeltene innad i σ -utfellingene være sekundær austenitt [16, 18, 20, 21]. I dette tilfellet vil det også være utfordrende å fastslå om de grønne områdene er tilstedeværende eller sekundær austenitt, siden materialkarakteriseringen ikke tar høyde for ulikhetene mellom dem. Fra tabell 4.14 kan det observeres at austenittandelen har økt fra 50,3 % til 57,2 %. Dette gjør at tilstedeværelsen av sekundær austenitt kan fastslås med større sikkerhet for denne prøven enn for prøven varmebehandlet i en time og 30 minutter.

Materialet varmebehandlet i 35 minutter ved 800 °C er fremstilt i form av et fasekart i figur 4.22. Materialets fasefordeling etter varmebehandlingen er vist i figur 4.15. Det kan observeres at austenittandelen har økt fra 50,3 % til 50,7 %, noe som kan gi en indikasjon på utfelling av sekundær austenitt [20, 21]. Tilstedeværelsen av austenitt innad i σ -utfellingene som kan observeres i figur 4.22 kan også bygge opp om denne antagelsen. I dette tilfellet kan det også sees fra fasefordelingen i tabell 4.15 at den eutektoide transformasjonen opptrer ved denne temperaturen og holdetiden. Ferrittandelen har blitt redusert fra 49,7 % til 42,8 %. Det kan observeres fra fasekartet at σ -utfellingene i hovedsak kimdannes på γ/α -korngrensene, noe som samsvarer med tidligere presentert teori [16, 18]. Enkelte utfellinger kan observeres midt i ferrittkornene. Dette kan være forårsaket av en kimdannelse mellom ferrittkornet og et austenittkorn dypere i materialet. Enkelt punkter av σ -fase kan observeres innad i et utvalg av austenittkornene. Siden σ -utfellingene forekommer i σ -fasen er det naturlig å anta at enkelt punktene som observeres i austenittfasen skyldes feilindeksering [17].

Fasekartet for materialet varmebehandlet i åtte minutter ved 900 °C er illustrert i figur 4.26, og materialets fasefordeling er fremstilt i tabell 4.16. Fra tabellen kan det observeres en austenittandel på 47,3 %, og det er forventet at austenittandelen skal øke etter varmebehandling som en konsekvens av σ -utfellingen [16, 18]. Dette er en nedgang fra den dokumenterte austenittandelen i basematerialet. Det er naturlig å anta at denne nedgangen skyldes varierende innhold av austenitt og ferritt innad i materialet. Ferrittandelen har blitt redusert fra 49,7 % til 47,1 %. Dette bekrefter at den eutektoide transformasjonen fra ferritt til σ -fase og sekundær austenitt kan være gyldig ved denne temperaturen og holdetiden [16, 18]. Tilstedeværelsen av σ -fase på γ/α -korn grensene kan observeres fra fasekartet i figur 4.26. Dette samsvarer med tidligere presentert teori [16, 18]. Det kan observeres enkeltpunkter av σ -fase innad i ferritt- og austenittkornene. Det er naturlig å anta at σ -fasen som er identifisert i austenittfasen skyldes feilindeksering, siden σ -fase felles ut i ferrittfasen [17]. Det er naturlig å anta at enkeltpunktene av σ -fase innad i ferrittkornene også skyldes feilindeksering, siden enkeltpunktene ikke har sitt opphav fra korn grensene. En årsak til at det har blitt identifisert enkeltpunkter av σ -fase i ferrittkornene kan være at det har forekommet kimdannelse på en korn grense dypere i materialet. Basert på enkeltpunktens hyppighet innad i kornene er det allikevel naturlig å anta at feilindeksering er hovedårsaken til enkeltpunktene av σ -fase. Den største forskjellen som kan observeres fra fasekartet for materialet varmebehandlet ved 900 °C sammenlignet med fasekartene ved 700, 750 og 800 °C er at det kan observeres større andel austenitt innad i σ -fasen. Dette kan være sekundær austenitt som kommer som en konsekvens av σ -utfellingen. Det kan være utfordrende å fastslå årsaken til dette. En årsak kan være høyere diffusjonshastighet ved høyere temperaturer, noe som vil akselerere den eutektoide transformasjonen [14].

σ -fasen kan identifiseres ut i fra IQ-kartene presentert i kapittel 4.1. For samtlige varmebehandlinger ved 750, 800 og 900 ° kan det observeres mørkere områder innad i kornene og langs korn grensene. Mørke områder i IQ-kartene er en indikasjon på lav IQ-parameter for gjeldende område [34, 35]. Siden det har blitt dokumentert at σ -fasen har lavest IQ-parameter for samtlige EBSD-undersøkelser, er det derfor naturlig å anta at de mørke utfellingene langs korn grensene og innad i korn grensene er σ -fase. Til tross for at IQ-kartene bekrefter tilstedeværelsen av σ -fase, vil IQ-kartet ikke gi informasjon om kimdannelsesforløp med hensyn på korn grenser og faser. Det er derfor hensiktsmessig å presentere resultatene i form av fasekart.

5.2.2 Morfologi

For å kunne tolke bildene avbildet med tilbakespredte elektroner i SEM, ble det gjennomsnittlige atomnummeret for både σ - og χ -fasen beregnet i kapittel 3. σ - og χ -fasens gjennomsnittlige atomnummer ble beregnet til å være henholdsvis 25,11 og 29,92. Basert på fasenes gjennomsnittlige atomnummer er det å forvente at χ -fasen vil fremstå lysere enn σ -fasen i bildene tatt med tilbakespredte elektroner [26]. Pohl et al. dokumenterte at σ -fasens morfologi varierer med temperatur. Ved temperaturer nær 750 °C er det forventet at σ -fasens morfologi er nettlignende og lamellær som et resultat av lav diffusjonshastighet. Ved temperaturer nær 950 °C vil diffusjonshastigheten være større. Som en konsekvens av økt diffusjonshastighet vil σ -fasens morfologi være mer kompakt [7].

Fasenes morfologi etter varmebehandling i en time og 30 minutter ved 750 °C kan observeres fra figur 4.15-4.17. Ved denne temperaturen kan det forventes tilstedeværelse av både σ - og χ -fase [7, 14]. Den lyseste fasen kan observeres langs korn grensene. Basert på fasenes atomnummer, er det naturlig å anta at dette er χ -fasen. Den lyseste fasen kan også observeres midt i utvalgte korn. Det er beskrevet at χ -fasen har sitt opphav langs korn grensene [7, 14]. Det kan derfor antas at den lyse fasen midt i kornene kan være χ -fase som har blitt kimdannet på heterogeniteter innad i kornene. Morfologien til χ -fasen kan bekrefte dette, da den kan fremstå større og likeakset sammenlignet med χ -fasen langs korn grensene [2]. Den nest lyseste fasen observeres som en nettlignende, lamellær morfologi som vokser innad i utvalgte korn. Siden σ -fasen har lavere gjennomsnittlig atomnummer enn χ , vil σ -fasen fremstå mørkere enn χ -fasen i bilder tatt med tilbakespredte elektroner. Til tross for dette vil σ -fasen fortsatt være lysere enn tilstedeværende austenitt og ferritt. Det er derfor naturlig å anta at den lys grå fasen med nettlignende, lamellær morfologi er σ -fasen. I tillegg til at den antatte σ -fasen kan observeres langs korn grensene, kan den også observeres innad i kornene, uten at den ser ut til å vokse fra noe korn grense. σ -fasen vokser ut fra γ/α - eller α/α -korn grensene [7, 14]. Det kan derfor tenkes at σ -fasen observert midt i kornene har sitt opphav fra en austenittkorn grense som finner sted dypere i materialet.

Bilder tatt med tilbakespredte elektroner av materialet etter varmebehandling ved 750 °C i fire timer er illustrert i figur 4.19-4.21. Fra samtlige figurer kan det observeres at den lyseste fasen, som tidligere har blitt antatt til å være χ -fasen, befinner seg langs korn grensene. Dette samsvarer med presentert teori [7, 14]. χ -fasen kan også observeres innad i kornene, hvor den

opptrer sammen med en lys grå fase. Basert på fasenes gjennomsnittlige atomnummer er det også i dette tilfellet naturlig å anta at den lys grå fasen er σ -fase. I dette tilfellet er det også naturlig å anta at χ -fasen som befinner seg midt i kornene og som sameksisterer med σ -fasen har blitt kimdannet på heterogeniteter i materialet. χ -fasens morfologi og størrelse kan bekrefte dette [2]. σ -fasens morfologi vil i dette tilfellet være dominert av en nettlignende, lamellær struktur. Allikevel kan det observeres at områder av σ -morfologien er kompakte. Ved 750 °C er det å forvente at morfologien er nettlignende og lamellær. Det kan være utfordrende å fastslå årsaken til kompakte utfellinger av σ -fasen ved lav diffusjonshastighet. Det kan tenkes at holdetiden kan ha påvirket σ -fasens morfologi, siden lengre holdetider gir mer tid for legeringslemter å diffundere [1, 2].

Figur 4.23-4.25 viser bilder tatt med tilbakespredte elektroner av materialet ved 800 °C i 35 minutter. Ved denne temperaturen og holdetiden er det forventet tilstedeværelse av både σ - og χ -fase [7, 14]. Den lyseste fasen, som basert på atomnummerkontrast antas å være χ -fasen, kan observeres langs korn grensene. Den nest lyseste fasen, som antas å være σ -fase, kan observeres som en nettlignende, lamellær struktur. Det kan allikevel observeres fra figur 4.24 at σ -fasens morfologi fremstår som mer kompakt enn morfologien avbildet i figur 4.23 og 4.25. Det kan derfor virke som at σ -fasens morfologi ved denne temperaturen og holdetiden vil være sammensatt. Morfologien vil i hovedsak være nettlignende og lamellær, men den kan opptre mer kompakt i noen tilfeller. Basert på observasjoner fra Pohl et al. skal nettlignende strukturer opptre ved 750 °C og mer kompakte strukturer opptre ved 950 °C [14]. Det kan derfor antas at morfologien ved 800 °C kan være sammensatt, siden temperaturen befinner seg mellom temperaturer for henholdsvis nettlignende og kompakt morfologi.

Morfologien til de intermetalliske fasene i materialet varmebehandlet ved 900 °C i åtte minutter er illustrert i figur 4.27-4.29. Det forventes at σ -fasen opptrer ved denne temperaturen. χ -fasen kan felles ut mellom 700-900 °C [7, 14]. Siden varmebehandlingstemperaturen befinner seg på et ytterpunkt i χ -fasens temperaturintervall for utfelling, er det en mulighet for at χ -fasen ikke kan observeres i like stor grad som ved tidligere varmebehandlinger. Fra figur 4.27 kan det observeres at den lyseste fasen sameksisterer med en annen lys grå fase. Basert på atomnummerkontrast og χ - og σ -fasens gjennomsnittlige atomnummer, er det naturlig å anta at den lyse fasen er χ -fasen og den nest lyseste fasen er σ -fasen. Det er påvist at gjenværende χ -fase kan observeres i σ -fasens morfologi [7, 14]. Dette fenomenet kan se ut til å ha funnet sted i figur 4.27, siden lysere partier kan observeres innad i σ -fasens morfologi. Basert på denne

observasjonen er det naturlig å anta at χ -fasen har vært tilstede tidligere i varmebehandlingen, men har i løpet av de åtte minuttene ved 900 °C allerede blitt konsumert av σ -fasen. σ -fasen ved 900 °C kan betraktes som mer kompakt enn morfologiene observert for varmebehandlinger ved 750 og 800 °C. Det kan observeres at morfologien ved 900 °C opptrer i lameller, men med mer kompakte lag. Det er sannsynlig at dette skyldes den store diffusjonshastigheten som opptrer ved denne varmebehandlingstemperaturen [7].

Morfologiens effekt på EBSD-karakterisering

Samtlige EBSD-karakteriseringer av σ -fasen i varmebehandlede prøver viste lav CI-parameter. Dette indikerer lite pålitelig indeksering av σ -fasens diffraksjonsmønstre. Samme observasjon ble dokumentert i et studie gjennomført av Monlevade et al. etter varmebehandling av UNS S32205. Innledningsvis i kapittel 4.1 ble det diskutert hvor vidt σ -fasens krystallstruktur kunne betraktes som en pseudokubisk geometri, siden det har blitt dokumentert at pseudokubiske geometrier kan være utfordrende å indeksere.

En annen årsak til at σ -fasen kan være utfordrende å indeksere er kombinasjonen av fasens morfologi og eventuell etsing fra vibrasjonspoleringen. I samtlige EBSD-undersøkelser ble det valgt en steglengde på 0,25 μm . For σ -fasens nettlignende, lammelære morfologier er det mulig at en steglengde på 0,25 μm er for lang, siden lamellene ofte er svært tynne. Dette, kombinert med eventuell etsing fra vibrasjonspoleringen som skaper høydeforskjell mellom σ -fasen og omkringliggende ferritt og austenitt kan gjøre det utfordrende å oppnå gode diffraksjonsmønstre [39]. Det kan observeres en mer kompakt struktur etter varmebehandling ved 900 °C. Lamellene og nettstrukturene i σ -fasen kan observeres å være tykkere. Under EBSD-karakteriseringen av samme prøve ble det observert en høyere andel av det som kan være sekundær austenitt. Årsaken til dette kan være at en steglengde på 0,25 μm for kompakte morfologier kan være tilstrekkelig for å kunne identifisere tilstedeværelsen av både σ -fasen og eventuell sekundær austenitt lokalisert mellom σ -fasens utspring. Allikevel kan det observeres for samme EBSD-undersøkelse at CI-parameteren ikke har økt sammenlignet med tidligere EBSD-analyser. Det er derfor naturlig å anta at det er en eventuell pseudosymmetri som i hovedsak forårsaker diffraksjonsmønstre med dårlig kvalitet. For å identifisere eventuell sekundær austenitt for morfologier med tynnere lameller er det naturlig å anta at en kortere steglengde kunne vært hensiktsmessig.

5.3 Røntgenmikroanalyse av intermetalliske faser

For å kunne fastslå den kjemiske sammensetningen til σ - og χ -fasen ble det foretatt røntgenmikroanalyse av fasene. Basert på atomnummerkontrast kan det forventes at χ -fasen vil ha større konsentrasjon av tyngre elementer sammenlignet med σ -fasen [7, 14, 26]. Analysen ble foretatt på materialet varmebehandlet ved 800 °C i 35 minutter.

Tabell 4.18 viser σ -fasens kjemiske sammensetning. Fra tabellen fremkommer det at σ -fasen er rik på Fe og Cr. Dette samsvarer fasens kjemiske formel (Cr_6Fe_7). Det kan fra tabellen observeres tilstedeværelse av Mo. Caluscio et al. påviste at Mo kontrollerte utfellingen av σ -fase i dupleksstål i større grad enn noen andre legeringselementer [17]. Det kan derfor tenkes at det er naturlig at Mo er tilstede i σ -fasen. Fra tabell 4.17 kan resultatene fra røntgenmikroanalyse av χ -fasen observeres. Det kan observeres at χ -fasen inneholder store deler Fe, Cr og Mo. Sammenlignet med analyseresultatene for σ -fasen i tabell 4.18, kan det observeres at det kjemiske innholdet i χ -fasen vil variere i større grad enn i analysen av σ -fasen. Dette kan også sees fra analysens standardavvik. Dette fenomenet fremkommer tydelig fra χ -fasens Cr- og Mo-innhold. Dette kan være en observasjon av ulikhetene i fasenes termodynamiske stabilitet. σ -fasen vil være termodynamisk stabil, mens χ -fasen vil være termodynamisk ustabil [7]. Dette kan være en årsak til at χ -fasens kjemiske sammensetning varierer i større grad enn for σ -fasen. Ved forlenget varmebehandling er det observert at χ -fasen transformeres til σ -fase [7, 14]. Variasjonen i χ -fasens kjemiske sammensetning, kan være et resultat av transformasjonen fra χ - til σ -fasen. Det kan derfor antas at χ -fasen med lavest Mo-innhold holder på å transformeres til σ -fase. Røntgenmikroanalysen kan bekrefte årsaken til at σ - og χ -fasen opptrer med sine respektive gråtoner i bildene avbildet med tilbakespredte elektroner. χ -fasen vil opptre som den lyseste fasen på grunn av et høyere innhold av Mo. σ -fasen vil opptre mørkere sammenlignet med χ -fasen, på grunn av et lavere Mo-innhold. Fra tabell 4.18 og 4.17 kan det observeres et høyt C-innhold. Dette skyldes trolig kontaminering fra prøveoverflaten, siden C-innholdet i superdupleks rustfritt stål er svært lavt (under 0,03 %) [1, 3, 26, 27].

6 Konklusjon

Oppgavens hensikt har vært å studere mikrostrukturutviklingen i superdupleks rustfritt stål og hvilken effekt prøvepreparering kunne ha på resultatene. Identifiseringsmetodene som ble benyttet var EBSD-karakterisering (Electron Backscatter Diffraction), avbildning i scanning elektronmikroskop (SEM) og røntgenmikroanalyse. På bakgrunn av oppgavens forsøk og analyser kan det trekkes følgende konklusjoner:

- Sammenlignet med basematerialets pålitelighet, ble de varmebehandlede prøvenes pålitelighet redusert som følge av utfelling av σ -fase under varmebehandling. Dette indikerer at σ -fasen er utfordrende å indeksere. En mulig årsak til at σ -fasens lave konfidensindeks kan være fordi fasens tetragonale struktur kan betraktes som to pseudokubiske strukturer.
- Elektropolering førte til at EBSD-analysene oppnådde tilfredsstillende CI- og IQ-parametre, men forårsaket topografi i materialets overflate. Topografien førte til at σ -fasen ble indeksert på korn grensene, til tross for at det ikke var forventet σ -utfelling ved gitt temperatur og holdetid. Dette førte til ukorrekt faseidentifisering. Elektropolering som prepareringsmetode for superdupleks rustfritt stål vil derfor ikke være tilstrekkelig.
- Vibrasjonspolering sørget for at EBSD-analysene oppnådde tilfredsstillende CI- og IQ-parametre og førte til lite eller ingen topografi i materialets overflate.
- For EBSD-karakterisering av superdupleks rustfritt stål vil vibrasjonspolering være den prepareringsmetoden som gir optimale CI- og IQ-parametre. Denne prepareringsmetoden vil i tillegg gjenspeile materialets faseidentitet i større grad enn elektropolering.
- Kimdannelsen av σ -fase kan beskrives som en eutektoid reaksjon hvor ferrittfasen erstattes av σ -fase og sekundær austenitt.
- σ -fasen vil i de fleste tilfellene kimdannes på γ/α -korn grensene.
- Andelen sekundær austenitt innad i σ -utfellingene ser ut til å øke med økt varmebehandlingstemperatur.
- σ -fasens morfologi vil variere med varmebehandlingstemperatur. Morfologien ved 750 °C vil være nettlignende og lamellær og ved 900 °C vil morfologien være mer kompakt.
- σ -fasen kan opptre både som nettlignende og lamellær innad i samme morfologi om temperaturen er mellom 750 og 900 °C. Morfologien kan også fremstå sammensatt ved 750 °C dersom holdetiden er lang nok.

- χ -fasen kunne observeres langs materialets korngrenser. Ved 750 °C kunne det identifiseres χ -fase innad i kornene, noe som mest sannsynlig er forårsaket av at fasen har blitt kimdannet på heterogeniteter i materialet.
- Gjennom røntgenmikroanalyse (Energy Dispersive spectroscopy - EDS) ble det bekreftet at χ -fasen hadde et høyere innhold av Mo enn σ -fasen.
- Ut i fra røntgenmikroanalyse av χ -fasen kunne det for hvert element observeres et større standardavvik enn for elementene detektert i σ -fasen. Dette kan bekrefte at χ -fasen er termodynamisk ustabil sammenlignet med σ -fasen.

7 Videre arbeid

I forbindelse med materialkarakterisering av superdupleks rustfritt stål, kan følgende punkter være forslag til videre arbeid:

- *In situ* varmebehandling i SEM (Scanning elektronmikroskop) av superdupleks rustfritt stål. Ved å benytte EBSD (Electron backscatter diffraction) som identifiseringsverktøy under *in situ* varmebehandling av materialet, kan materialets mikrostrukturutvikling kartlegges på et detaljert nivå.
- Foreta EBSD-karakterisering av σ -fasen ved større forstørrelser for å se om EBSD kan identifisere σ -fasens morfologi.
- Identifisere χ -fasen ved å benytte EBSD-karakterisering.
- Gjennomføre røntgenmikroanalyse (Energy Dispersive Spectroscopy - EDS) av σ - og χ -fase ved ulike temperaturer og holdetider for å studere om fasenes kjemiske sammensetning varierer med temperatur og holdetid.
- Undersøk muligheten for å benytte *Pseudosymmetry*-verktøyet i TSL OIM Data Collection 7.2.0 for å øke påliteligheten under indeksering av σ -fase.
- Videreutvikle manualen for TSL OIM Analysis 7.2.0 gitt i vedlegg D.

Referanser

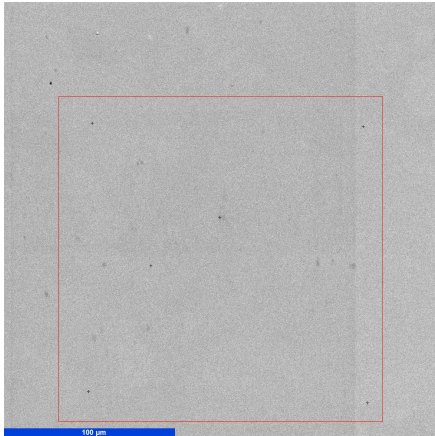
- [1] Duplex Stainless Steels '91. *Duplex Stainless Steels '91*. 1. utgave. Les éditions de physique, 1991.
- [2] J.R. Davis. *Stainless steels*. 3. utgave. Materials Park, Ohio: ASM International, 1994.
- [3] J.K. Solberg. *Teknologiske metaller og legeringer*. Trondheim: Institutt for materialteknologi, Norges Teknisk Naturvitenskapelige Universitet (NTNU), 2017.
- [4] D. Zou et al. “Sigma Phase Precipitation and Properties of Super-duplex Stainless Steel UNS S32750 Aged at the Nose Temperature”. I: *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.* (2011).
- [5] T. Børvik. “Influence of sigma-phase precipitation on the impact behaviour of duplex stainless steel pipe fittings”. I: *Ships and Offshore Structures* 11.1 (2014), s. 25–37.
- [6] A.J. Schwartz et al. *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. 2. utgave. Springer, 2009.
- [7] K.W Chan et al. “Effect of Secondary Phase Precipitation on the Corrosion Behaviour of Duplex Stainless Steels”. I: *Materials* 7 (2014), s. 5268–5304.
- [8] International Molybdenum Association. *Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steels*. International Molybdenum Association, 2009.
- [9] H. Badeshia et al. *Steels, Microstructure and properties*. 3. utgave. Elsevier Ltd., 2006.
- [10] Outokumpu. *Handbook of stainless steels*. Outokumpu., 2013.
- [11] Computational Thermodynamics. *Iron-Chromium (Fe-Cr) Phase Diagram*. 2011. URL: <http://www.calphad.com/iron-chromium.html>.
- [12] P.J. Cunnat. *Alloying Elements in Stainless Steel and Other Chromium-Containing Alloys*. 2004.
- [13] G.E. Totten et al. *Steel Heat Treatment Handbook*. 1. utgave. New York, USA: Marcel Dekker, 1997.
- [14] M. Pohl et al. “Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steels”. I: *Materials Characterization* 58 (2007), s. 65–71.
- [15] C. Örnek et al. “Correlative EBSD and SKPFM characterisation of microstructure development to assist determination of corrosion propensity in grade 2205 duplex stainless steel”. I: *Journal of Materials Science* 51.1 (2015), s. 1931–1948.
- [16] A. Sieurin et al. “Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205”. I: *Materials Science and Engineering* 444 (2007), s. 271–276.

- [17] D. Caluscio et al. “Kinetic Study to Predict Sigma Phase Formation in Duplex Stainless Steels”. I: *Metallurgical and Materials Transactions* 47A (2016), s. 1554–1565.
- [18] A.D. Warren et al. “Quantification of sigma-phase evolution in thermally aged 2205 duplex stainless steel”. I: *Journal of Materials Science* 51 (2015), s. 694–707.
- [19] T. Liang et al. “Microstructure Evolution of a Cold-rolled 25Cr-7Ni-3Mo-0.2M Duplex Stainless Steel during Two-step Aging Treatments”. I: *Acta Metallurgica Sinica* 26 (2013), s. 517–522.
- [20] J.O. Nilsson. “Super Duplex Stainless Steels”. I: *Materials Science and Technology* 8.8 (1992), s. 685–700.
- [21] A.J. Ramirez et al. “The Relationship between Chromium Nitride and Secondary Austenite Precipitation in Duplex Stainless Steels”. I: *Metallurgical and Materials Transactions A* 34A (2003), s. 1575–1597.
- [22] P. Podany et al. “Effect of ageing on phase evolution and precipitation behaviour of duplex steel”. I: *Materials Science and Engineering* 103 (2015).
- [23] C. J. Park et al. “Effects of Sigma Phase on the Initiation and Propagation of Pitting Corrosion of Duplex Stainless Steel”. I: *Acta Metallurgica Sinica* 61 (2005), s. 76–83.
- [24] Q. Sun et al. “Chi Phase After Short Term Aging and Corrosion Behaviour in 2205 Duplex Stainless Steel”. I: *Journal of Iron and Steel Research* 23 (2016), s. 1071–1079.
- [25] D. M. Escriba et al. “Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel”. I: *Materials Characterization* 60 (2009), s. 1214–1219.
- [26] J. Hjelen. *Scanning elektron-mikroskopi*. 1. utgave. Trondheim: SINTEF, Avdeling for metallurgi, Metallurgisk institutt, NTH, 1986.
- [27] D. Brandon et al. *Microstructural Characterization of Materials*. West Sussex, England: John Wiley og Sons Ltd., 2008.
- [28] I. Calliari et al. “Precipitation of secondary phases in super duplex stainless steel Zeron100 isothermally aged”. I: *Materials Science and Technology* 27.5 (2013), s. 928–932.
- [29] EDAX. *Energy Dispersive Spectroscopy*. 2. utgave. West Sussex, England: John Wiley og Sons, 2015.
- [30] P.W. Hawkes et al. *Science of Microscopy*. 1st, Volume 1. Springer, 2007.
- [31] T. Maitland et al. *Scanning Microscopy for Nanotechnology, Techniques and Applications*. 1st. Boston, USA: Springer, 2007. Kap. 2 Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples, s. 41–75.
- [32] D.P. Field et al. “Improving the Spatial Resolution of EBSD”. I: *Microscopy and microanalysis* 11 (2005), s. 52–53.

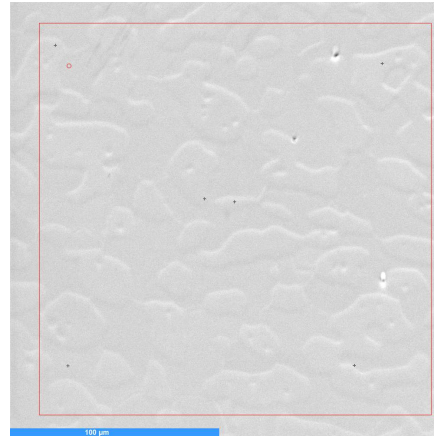
- [33] Oxford Instruments. *EBSD Explained*. 2004.
- [34] EDAX. *OIM Analysis Tutorials*. EDAX.
- [35] EDAX. *OIM DC 7.2 Manual*. EDAX, 2013.
- [36] E.F. Monlevade et al. “Orientation Relationships Associated with Austenite Formation from Ferrite in a Coarse-Grained Duplex Stainless Steel”. I: *Metallurgical and Materials Transactions* 37A (2006), s. 940–949.
- [37] Oxford Instruments. *EBSD analysis of TiAl alloys for texture and interphase boundary analysis*.
- [38] Computational Thermodynamics. *Sample preparation - Introduction*. 2016. URL: <http://www.ebsd.com/hints-tips-for-ebsd-data-collection/ebsd-sample-preparation/introduction#>.
- [39] EDAX. *Specimen Preparation for Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Analysis*. Utah, USA.
- [40] Oxford Instruments. *Grinding the sample*. 2016. URL: <http://www.ebsd.com/hints-tips-for-ebsd-data-collection/ebsd-sample-preparation/grinding-the-sample>.
- [41] G. Yang et al. “Electropolishing of surfaces: theory and applications”. I: *Surface Engineering* (2016).
- [42] G.L. Wynick et al. “Use of Electropolishing for Enhanced Metallic Specimen Preparation for Electron Backscatter Diraction Analysis”. I: *Materials Characterization* 55 (2005), s. 190–202.
- [43] J. Michalska et al. “Phase analysis in duplex stainless steel: comparison og EBSD and quanittative metallography metods”. I: *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 55 (2014).
- [44] T.C. Isabell et al. *Applications of plasma cleaning for electron microscopy of semiconducting materials*. 1998.
- [45] Oxford Instruments. *Sample Storage*. 2016. URL: <http://www.ebsd.com/hints-tips-for-ebsd-data-collection/ebsd-sample-preparation/sample-storage>.
- [46] K.R. Elstad et al. *In Situ Tensile Testing During Continuous EBSD Mapping of Super Duplex Stainless Steel Containing Sigma Phase*. 2016.

A Interesseområder for EBSD-karakterisering

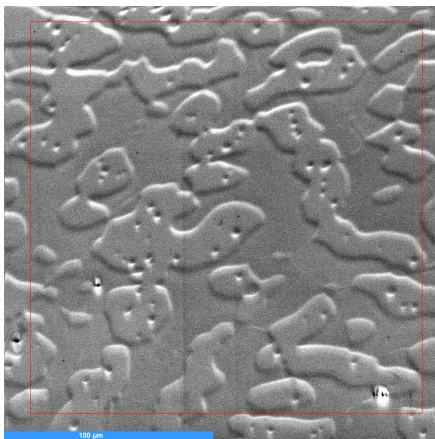
Figur A.1-A.9 illustrerer materialoverflatens tilstand under samtlige EBSD-undersøkelser. De røde kvadratene viser hvor EBSD-undersøkelsen har blitt gjennomført.



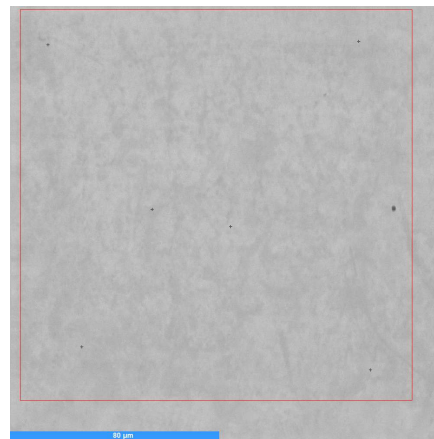
Figur A.1: Basematerial



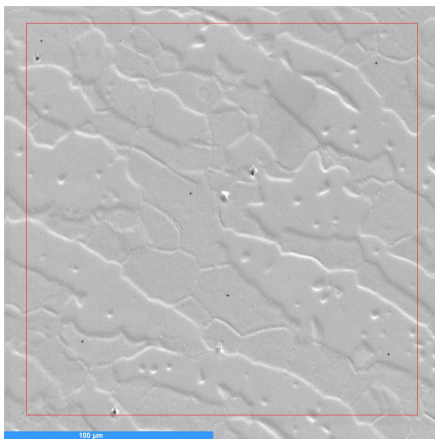
Figur A.2: 15 minutter ved 700 °C.



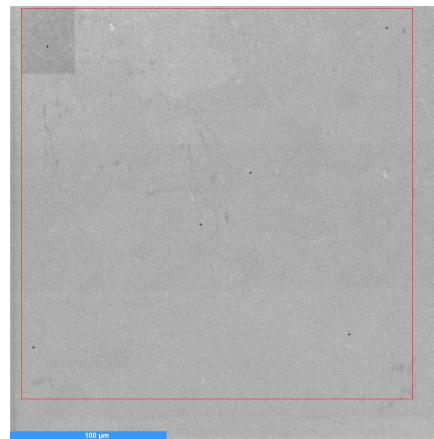
Figur A.3: En time ved 700 °C.



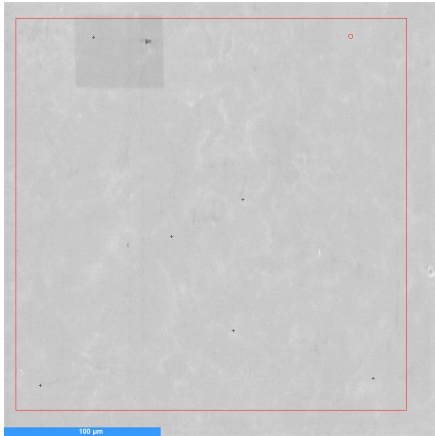
Figur A.4: En time ved 700 °C.



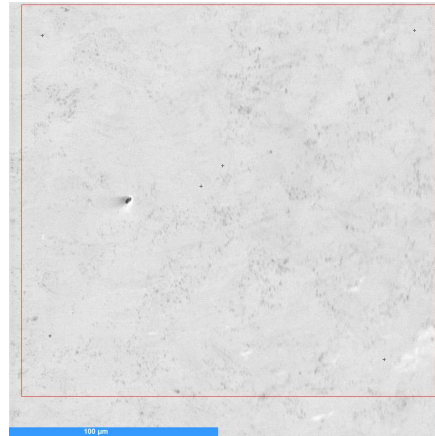
Figur A.5: Åtte timer ved 700 °C.



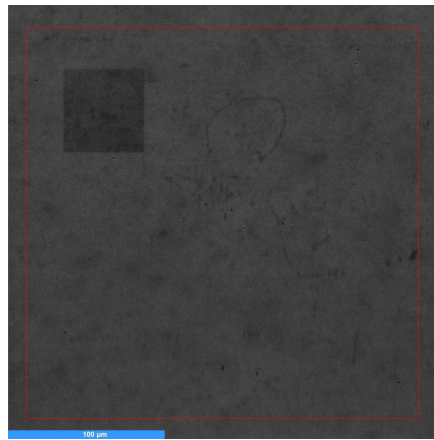
Figur A.6: En time og 30 minutter ved 750 °C.



Figur A.7: Fire timer ved 750 °C.



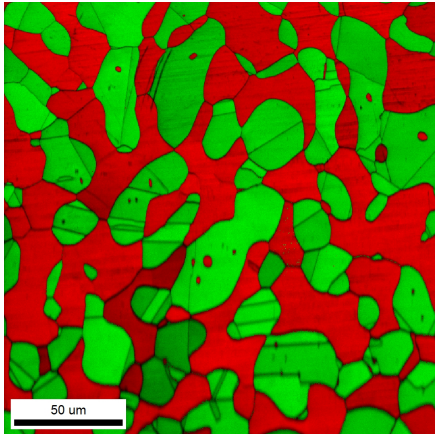
Figur A.8: 35 minutter ved 800 °C.



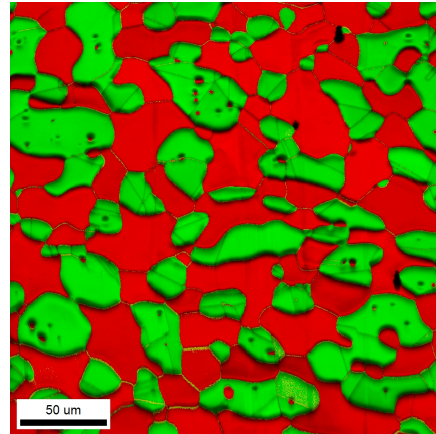
Figur A.9: Åtte minutter ved 900 °C.

B IQ-kart

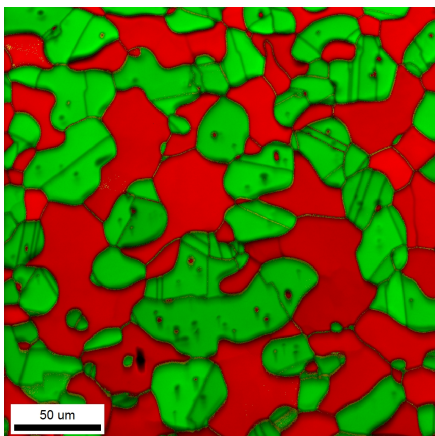
Figur B.1-B.9 viser samtlige IQ-kart med sine tilhørende fasekart. Den røde fasen representerer ferritt, den grønne fasen representerer austenitt og den gule fasen representerer σ -fasen.



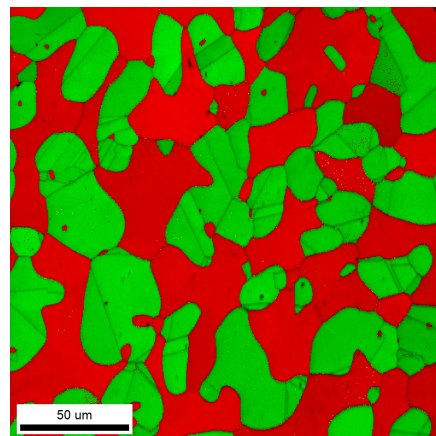
Figur B.1: Basematerial



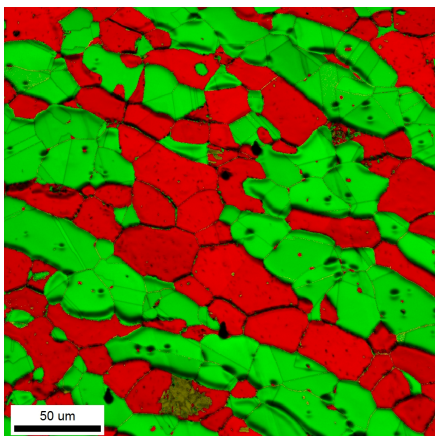
Figur B.2: 15 minutter ved 700 °C.



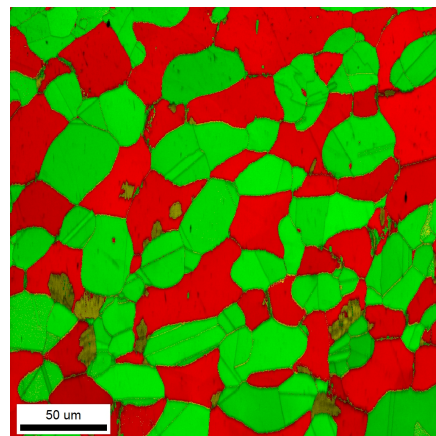
Figur B.3: En time ved 700 °C.



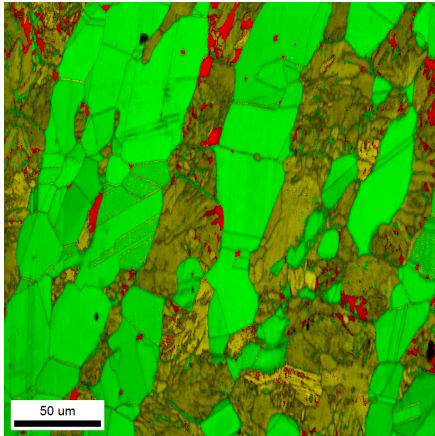
Figur B.4: En time ved 700 °C.



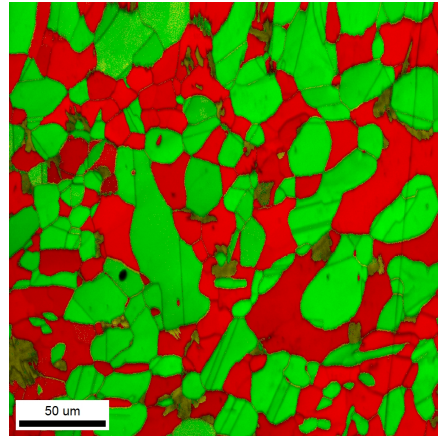
Figur B.5: Åtte timer ved 700 °C.



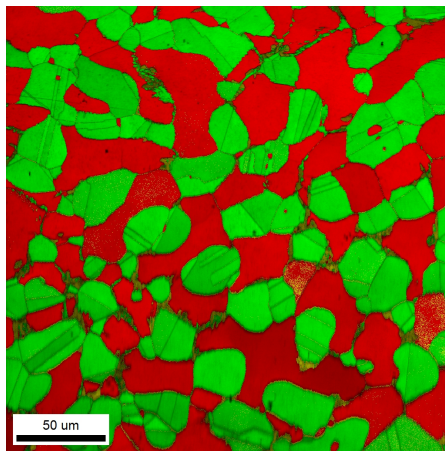
Figur B.6: En time og 30 minutter ved 750 °C.



Figur B.7: Fire timer ved 750 °C.



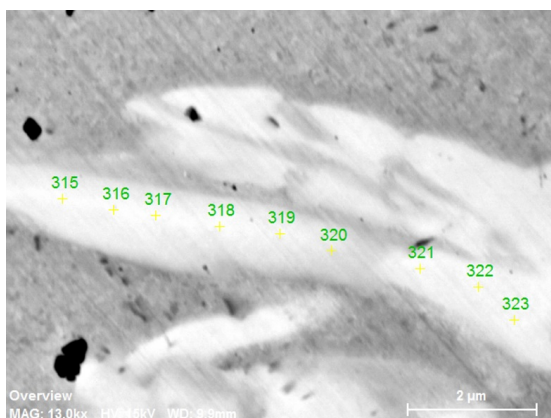
Figur B.8: 35 minutter ved 800 °C.



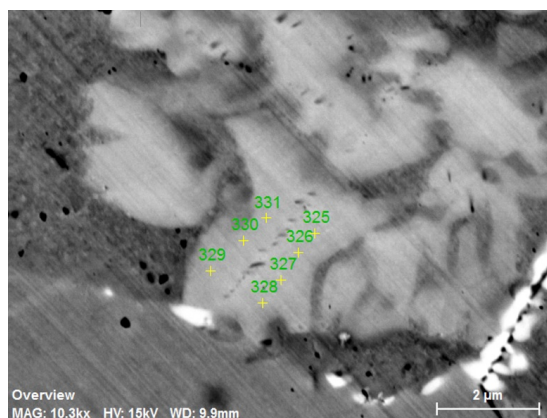
Figur B.9: Åtte minutter ved 900 °C.

C Røntgenmikroanalyse

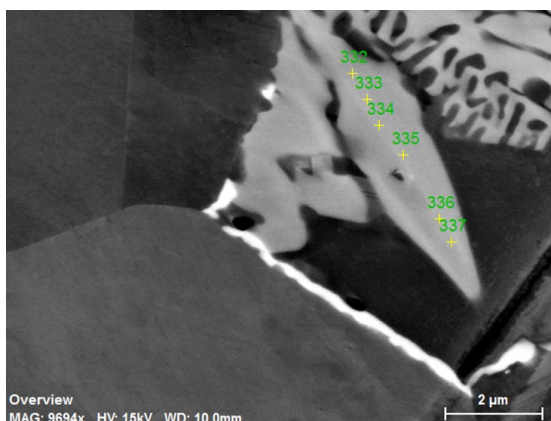
Dette vedlegget vil presentere data fra røntgenmikroanalysen foretatt på materialet etter 35 minutter ved 800 °C. Figur C.1-C.6 viser hvor analysene ble foretatt. Figur C.1, C.2 og C.3 viser analysepunkter for σ -fasen og figur C.4, C.5 og C.6 viser analysepunkter for χ -fasen.



Figur C.1: Analysepunkter i σ -fasen (måling 1).



Figur C.2: Analysepunkter i σ -fasen (måling 2).



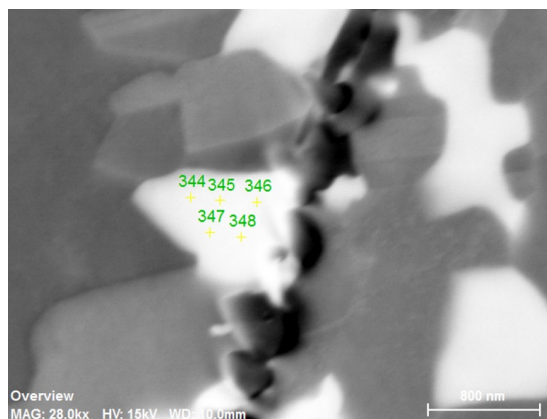
Figur C.3: Analysepunkter i σ -fasen (måling 3).



Figur C.4: Analysepunkter i χ -fasen (måling 1).

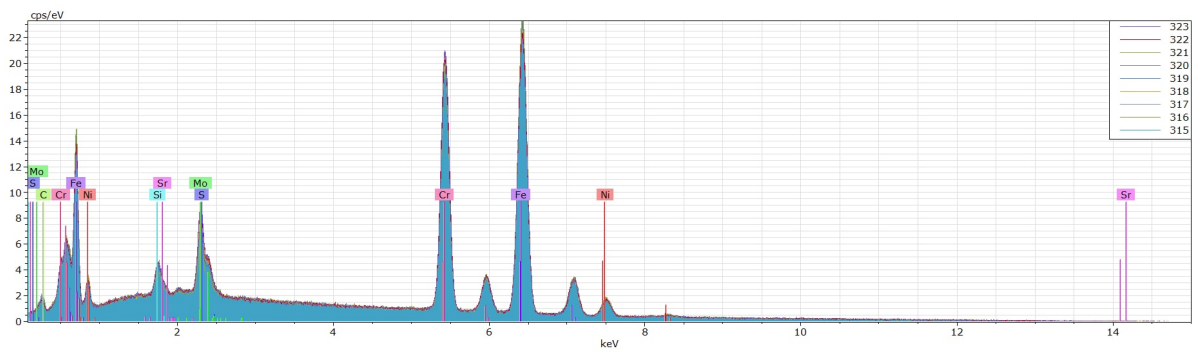


Figur C.5: Analysepunkter i χ -fasen (måling 2).

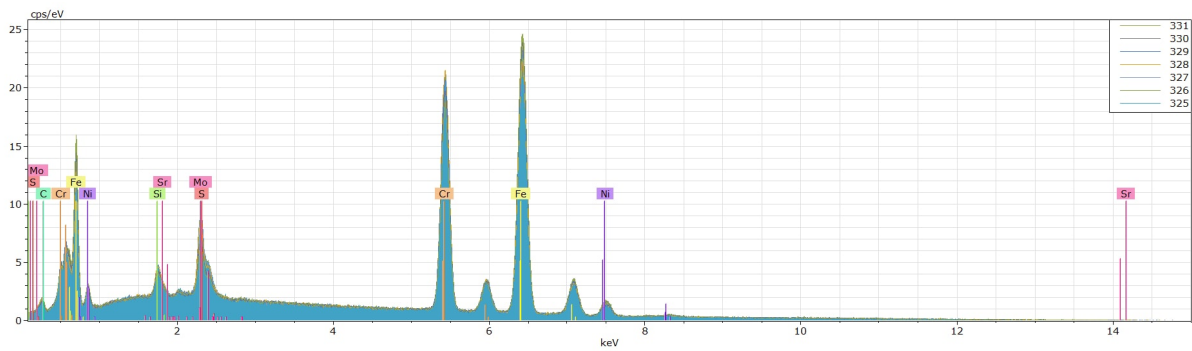


Figur C.6: Analysepunkter i χ -fasen (måling 3).

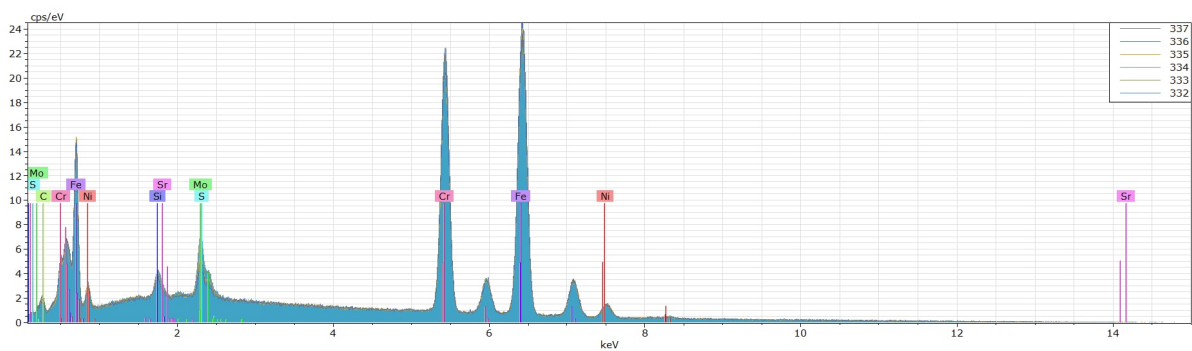
Figur C.7-C.12 illustrerer spektre fra røntgenmikroanalysen. Figurene viser spektre for samtlige analyser innad i hver fase fra figur C.1-C.6.



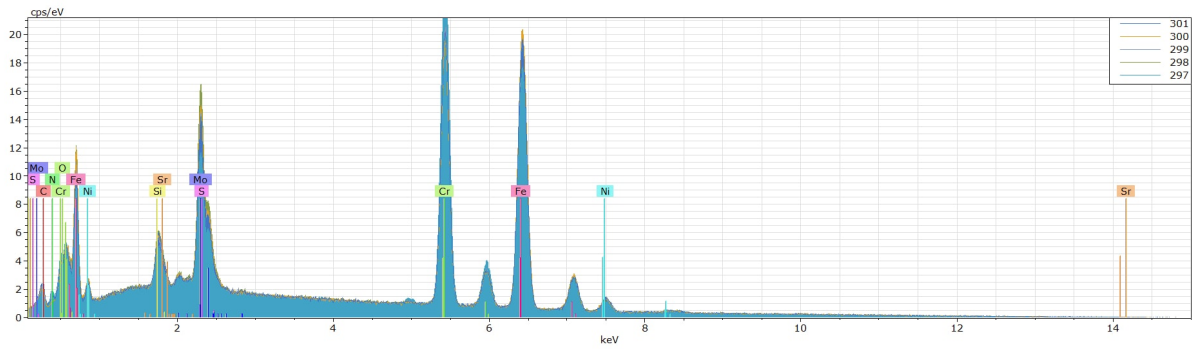
Figur C.7: Gjennomsnittlig spekter for samtlige analysepunkter innad i σ -fasen i figur C.1 (måling 1).



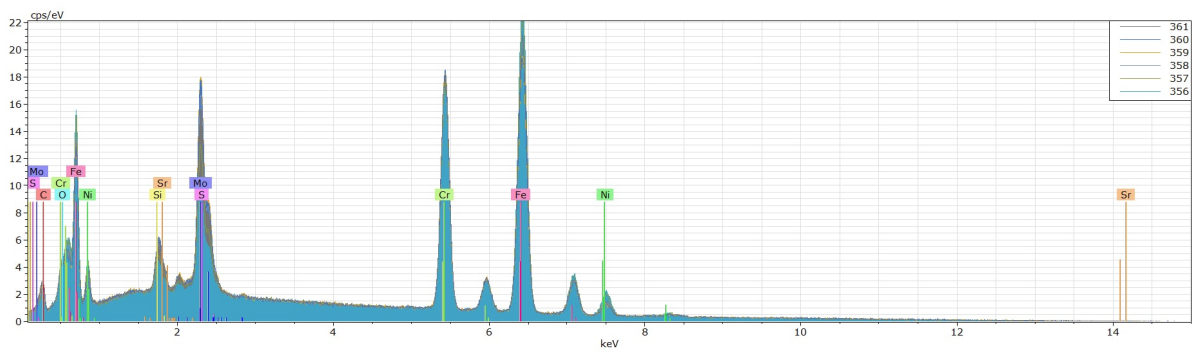
Figur C.8: Gjennomsnittlig spekter for samtlige analysepunkter innad i σ -fasen i figur C.2 (måling 2).



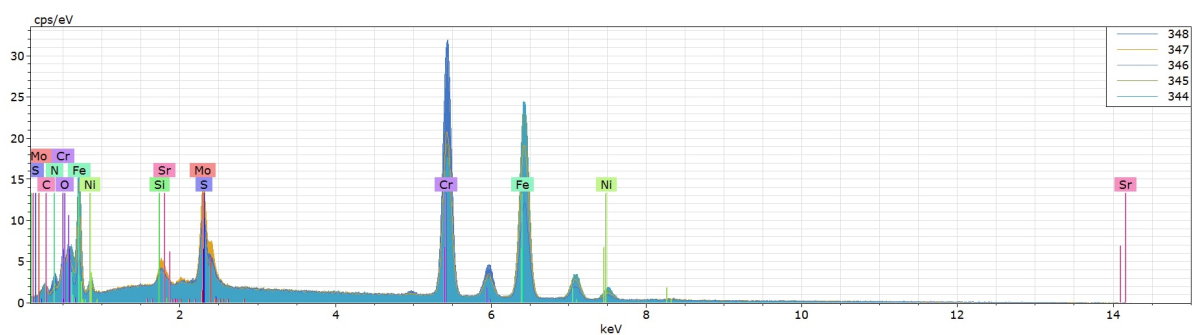
Figur C.9: Gjennomsnittlig spekter for samtlige analysepunkter innad i σ -fasen i figur C.3 (måling 3).



Figur C.10: Gjennomsnittlig spekter for samtlige analysepunkter innad i χ -fasen i figur C.4 (måling 1).



Figur C.11: Gjennomsnittlig spekter for samtlige analysepunkter innad i χ -fasen i figur C.5 (måling 2).



Figur C.12: Gjennomsnittlig spekter for samtlige analysepunkter innad i χ -fasen i figur C.6 (måling 3).

Tabell C.1-C.6 viser den kjemiske sammensetningen for hvert målepunkt i mikroanalysen. Tabell C.1-C.3 viser resultatene fra σ -fasens analysepunkter og tabell C.4-C.6 viser resultatene fra χ -fasens analysepunkter .

Tabell C.1: Kjemisk sammensetning for hvert målepunkt innad σ -fasen. Målepunktene er illustrert i figur C.1, og tilhørende spekter er illustrert i figur C.7.

Spekter	C	Si	S	Cr	Fe	Ni	Sr	Mo
<i>315</i>	2,01	0,80	0,94	28,31	56,89	5,40	0,96	4,70
<i>316</i>	2,50	0,81	3,17	28,45	58,63	5,37	1,06	-
<i>317</i>	2,77	1,01	0,73	27,71	57,51	5,34	-	4,94
<i>318</i>	2,00	0,76	0,80	27,82	57,78	5,36	0,99	4,48
<i>319</i>	2,08	0,72	-	25,87	59,72	6,10	0,99	4,53
<i>320</i>	2,02	0,76	-	26,02	59,76	6,25	0,94	4,24
<i>321</i>	1,96	0,77	1,92	27,40	61,44	6,50	-	-
<i>322</i>	1,99	0,82	0,71	27,57	56,85	5,57	1,11	5,38
<i>323</i>	2,15	1,01	0,76	29,13	56,18	5,09	-	5,68

Tabell C.2: Kjemisk sammensetning for hvert målepunkt innad σ -fasen. Målepunktene er illustrert i figur C.2, og tilhørende spekter er illustrert i figur C.8.

Spekter	C	Si	S	Cr	Fe	Ni	Sr	Mo
<i>325</i>	1,73	1,01	0,95	28,72	56,75	5,47	-	5,37
<i>326</i>	2,16	1,02	0,76	29,06	56,46	4,83	-	5,70
<i>327</i>	2,30	1,04	0,76	29,18	56,66	4,71	-	5,35
<i>328</i>	2,35	1,03	0,78	29,70	56,84	4,41	-	4,90
<i>329</i>	1,83	0,85	0,59	27,34	60,91	4,91	-	3,58
<i>330</i>	1,91	0,71	0,60	25,79	60,86	5,52	0,83	3,78
<i>331</i>	2,34	0,87	0,58	24,20	62,63	6,05	-	3,34

Tabell C.3: Kjemisk sammensetning for hvert målepunkt innad σ -fasen. Målepunktene er illustrert i figur C.3, og tilhørende spekter er illustrert i figur C.9.

Spekter	C	Si	S	Cr	Fe	Ni	Sr	Mo
332	1,99	0,64	0,59	30,12	56,97	4,79	0,84	4,06
333	1,87	0,75	0,52	30,52	58,14	4,60	-	3,61
334	2,62	0,87	0,56	30,43	56,91	4,54	-	4,07
335	2,43	0,68	-	26,93	62,02	5,22	-	2,73
336	1,94	0,59	1,08	28,05	63,58	4,76	-	-
337	2,76	0,64	-	29,21	60,28	4,83	-	2,27

Tabell C.4: Kjemisk sammensetning for hvert målepunkt innad χ -fasen. Målepunktene er illustrert i figur C.4, og tilhørende spekter er illustrert i figur C.10.

Spekter	C	N	O	Si	S	Cr	Fe	Ni	Sr	Mo
297	2,77	1,99-	-	0,90	1,06	35,98	44,69	3,29	1,53	7,80
298	2,96	-	-	1,14	1,61	22,11	49,86	3,	2,18	11,29
299	2,92	-	-	1,01	1,37	27,86	50,89	4,44	1,84	9,68
300	3,39	-	0,64	1,06	1,42	26,40	51,31	4,18	1,89	9,71
301	3,90	-	0,71	1,07	1,42	27,96	49,52	4,06	2,09	9,27

Tabell C.5: Kjemisk sammensetning for hvert målepunkt innad χ -fasen. Målepunktene er illustrert i figur C.5, og tilhørende spekter er illustrert i figur C.11.

Spekter	C	O	Si	S	Cr	Fe	Ni	Sr	Mo
356	2,70	0,62	0,64	0,93	22,60	57,39	7,48	1,05	6,58
357	2,79	-	0,81	1,27	23,54	55,12	6,53	1,44	8,50
358	3,41	0,86	1,30	1,54	24,88	52,09	4,78	-	11,15
359	4,22	-	1,05	1,70	25,35	49,28	3,71	2,13	12,56
360	4,66	0,78	1,06	1,80	25,54	48,84	3,49	2,03	11,80
361	4,,85	0,81	0,99	1,40	24,89	50,56	4,10	1,77	10,64

Tabell C.6: Kjemisk sammensetning for hvert målepunkt innad χ -fasen. Målepunktene er illustrert i figur C.6, og tilhørende spekter er illustrert i figur C.12.

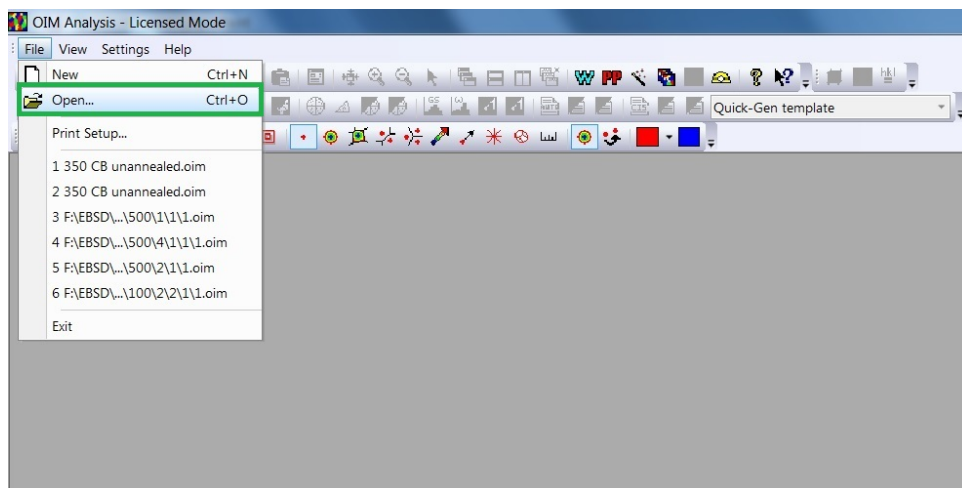
Spekter	C	N	O	Si	S	Cr	Fe	Ni	Sr	Mo
<i>344</i>	2,81	-	-	0,71	0,74	22,80	62,05	6,74	-	4,16
<i>345</i>	2,57	-	-	0,82	0,83	26,42	59,10	5,20	-	4,97
<i>346</i>	3,15	4,50	-	0,64	0,76	43,92	37,94	3,60	-	5,49
<i>347</i>	3,38	2,59	1,12	0,77	1,41	28,91	48,10	3,33	1,58	8,81
<i>348</i>	3,26	4,84	1,19	0,80	0,99	48,27	31,31	2,20	-	7,13

D Manual for TSL OIM Analysis 7.2.0

D.1 Last inn fil

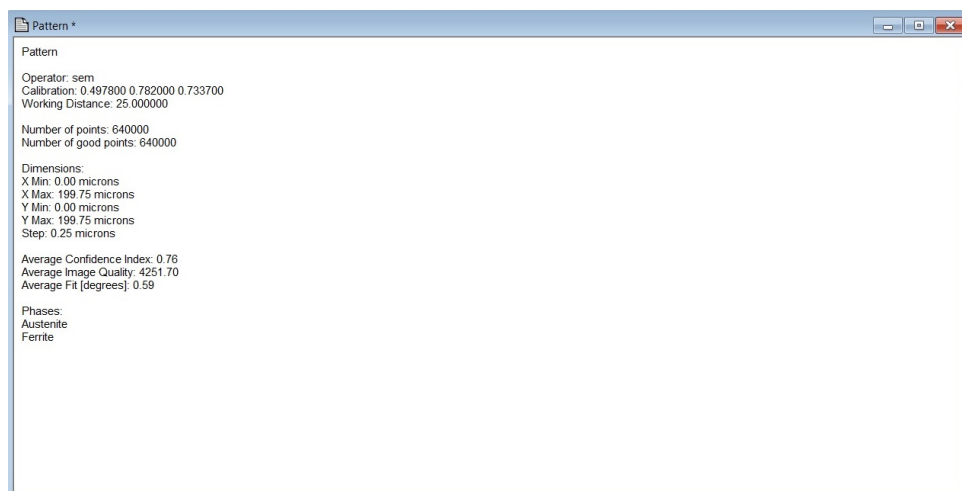
For å kunne bearbeide EBSD-data i TSL OIM Analysis må den ønskede filen lastes inn i programvaren. Superdupleks rustfritt stål benyttes for å illustrere eksemplene i denne manualen.

- Trykk *File* og etterfulgt av *Open*.
- Naviger til den ønskede filen på datamaskinen (Pattern.osc.). EBSD-dataene må være ferdig indeksert i TSL Data Collection før dataene kan bearbeides i TSL OIM Analysis.



Figur D.1: Åpne fil.

Etter filen er lastet inn vil følgende vindu åpnes:

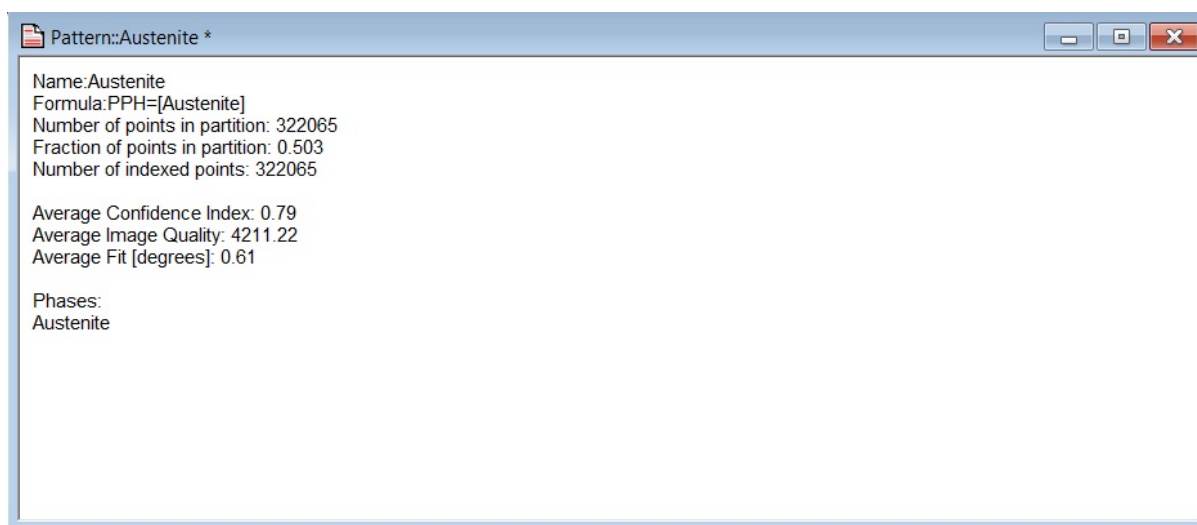


Figur D.2: Informasjon om EBSD-scannet.

- **Average Confidence Index (CI)** sier noe om påliteligheten til indekseringen. Det er ønskelig at denne verdien er over 0,25.
- **Average Image Quality (IQ)** gir informasjon om scannets bildekvalitet og diffraksjonsmønsterkvalitet. Desto høyere IQ-parameter, desto bedre er diffraksjonsmønsterkvaliteten.
- **Average fit [degrees]** sier noe om det gjennomsnittlige avviket i vinkel mellom de indekserte og teoretiske diffraksjonsmønstrene. Desto større fit-parameter, desto større er avviket mellom de teoretiske og de indekserte diffraksjonsmønstrene. Det er ønskelig at fit-parameteren er så lav som mulig.

Dersom det er ønskelig å få CI-, IQ- og fit-parametre for hver fase i materialet:

- Under *Project Tree*, høyreklikk på ønsket fase.
- Klikk deretter *Summary view*. Følgende vindu vil dukke opp:



Figur D.3: Informasjon om austenittfasen i materialet. Dette kan gjøres for alle indekserte faser.

D.2 Kart

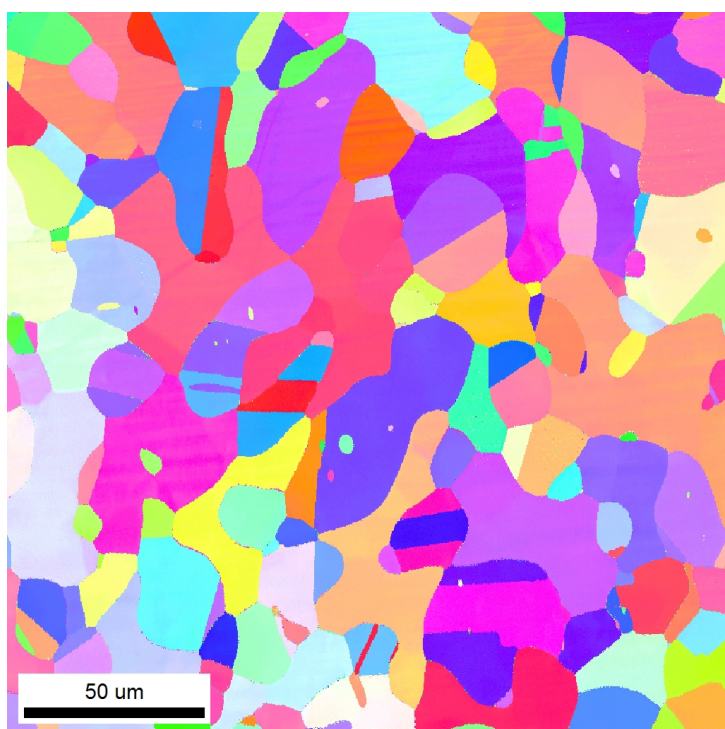
Invers polfigur-kart (IPF-kart)

Invers polfigur-kart kan fås ved å trykke på ikonet markert i grønt i figur D.4.

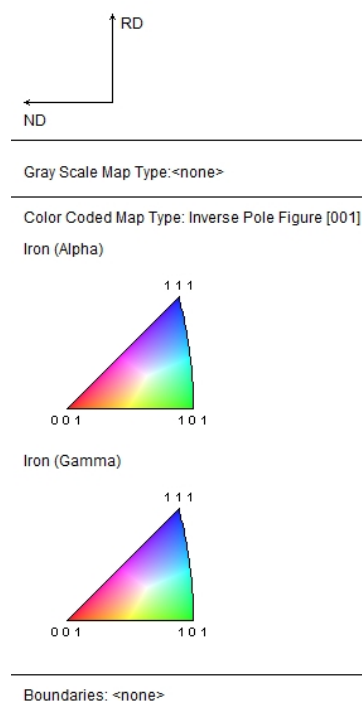


Figur D.4: Verktøylinje i OIM Analysis. Ikonet for IPF-kart er markert med grønt kvadrat.

Denne funksjonen vil presentere materialets kornorientering i form av et fargekodet kart, som illustrert i figur D.5 (a). For å kunne si noe om orienteringen i kartet, kan fargene i kartet relateres til en invers polfigur, som vist i figur D.5 (b).



(a) IPF-kart



(b) Polfigurer for hver fase.

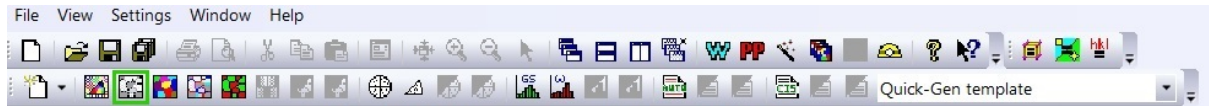
Figur D.5: Invers polfigur-kart for materialet (a) og invers polfigur for to ulike faser (b).

For å lagre bildet:

- Høyreklikk på bildet du ønsker å lagre
- Trykk *Image...* etterfulgt av *Save image...*

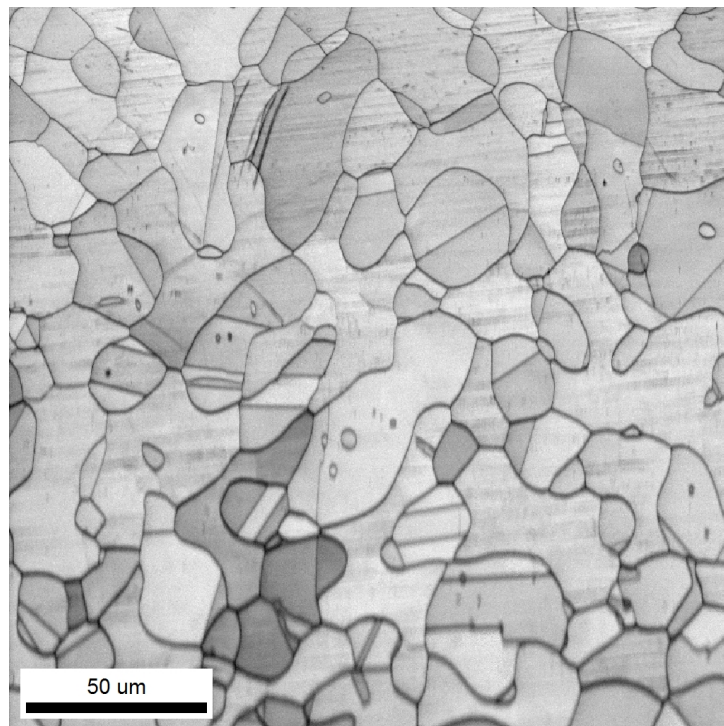
Image Quality-kart (IQ-kart)

Image quality-kart fås ved å trykke på ikonet markert i grønt i figur D.6, rett ved siden av ikonet for invers polfigur-kart.



Figur D.6: Verktøylinje i OIM Analysis. Ikonet for IQ-kart er markert med grønt kvadrat.

Image quality-kart er illustrert i figur D.7. Desto lysere bildet er, desto høyere er IQ-parameteren. Det er ønskelig at IQ-kartet er så lyst som mulig.



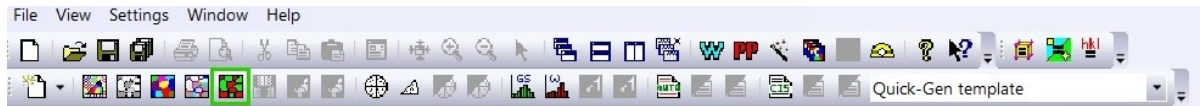
Figur D.7: IQ-kart for materialet.

For å lagre bildet:

- Høyreklikk på bildet du ønsker å lagre.
- Trykk *Image...* etterfulgt av *Save image...*

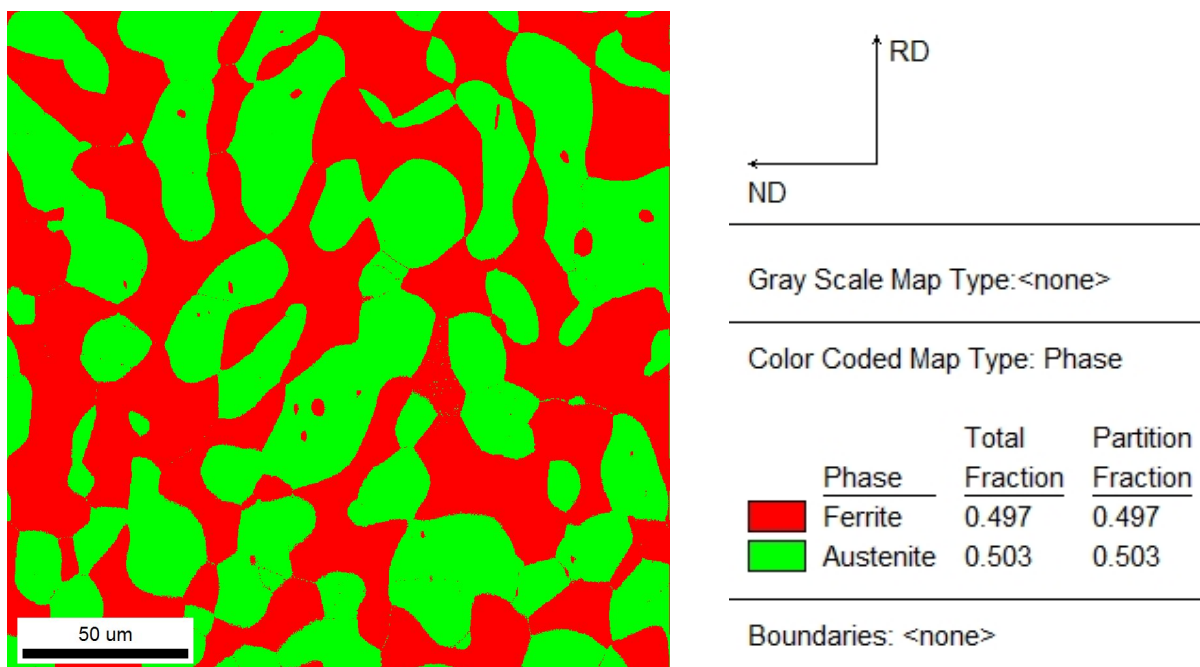
Fasekart

Fasekart kan fås ved å trykke på ikonet markert i grønt i figur D.8.



Figur D.8: Verktøylinje i OIM Analysis. Ikonet for fasekart er markert med grønt kvadrat.

Fasekartet er illustrert i figur D.9 (a), hvor ferrittfasen kan observeres som den røde fasen og austenittfasen som den grønne fasen. Figur D.9 (b) illustrerer fasenes respektive farger, samt fasefordelingen innad i EBSD-scannet.



(a) Fasekart.

(b) Fasenes farger og fordeling.

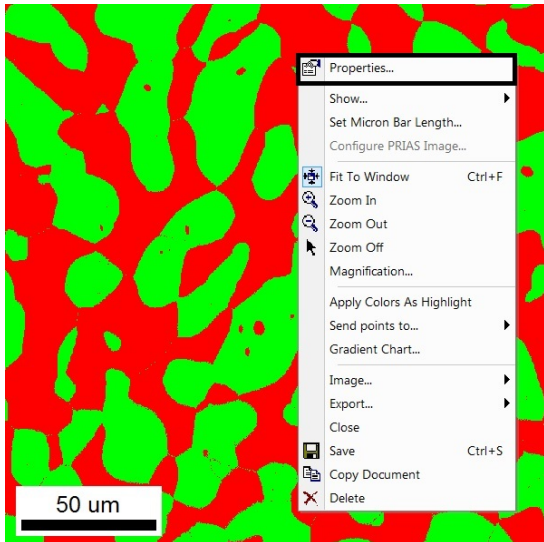
Figur D.9: Fasekart for materialet (a) og materialets fasefordeling (b).

For å lagre bildet:

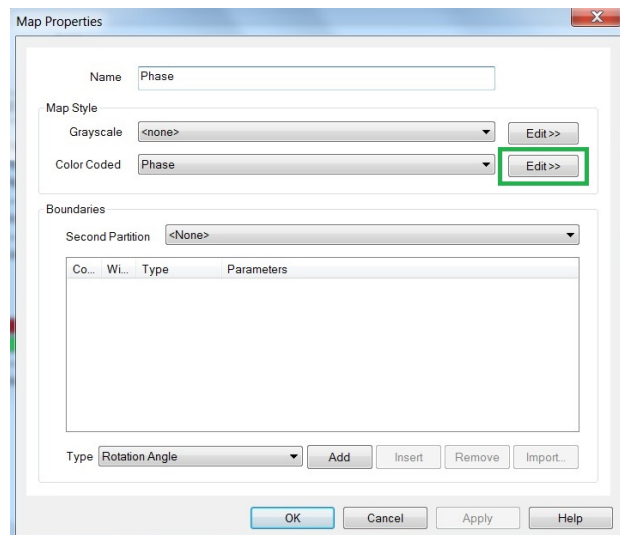
- Høyreklikk på bildet du ønsker å lagre.
- Trykk *Image...* etterfulgt av *Save image...*

For å endre fargene i fasekartet:

- Høyreklikk på fasekartet, trykk deretter *Properties...* som vist i figur D.10 (a).
- I vinduet som kommer opp, trykk *Edit»* under *Color Coded*. Pass på at *Phase* er valgt i rullgardinmenyen, som vist i figur D.10.



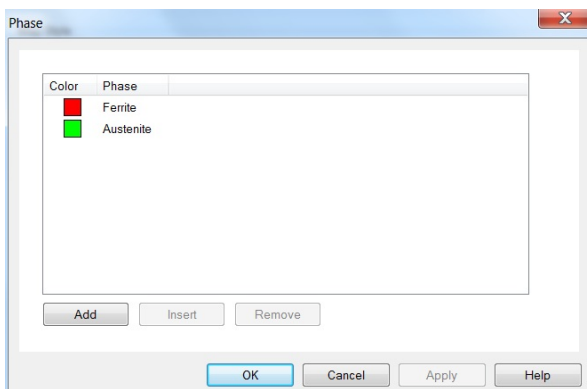
(a) Meny ved høyreklikk.



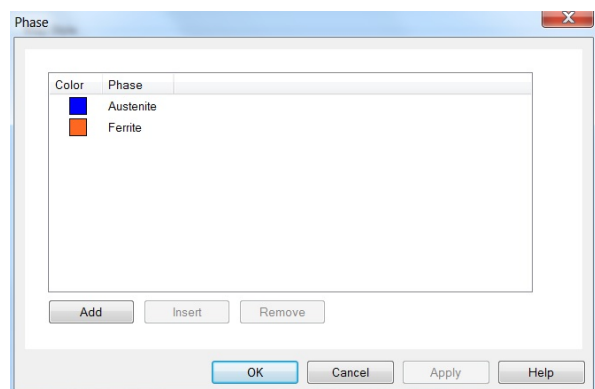
(b) Kartegenskaper.

Figur D.10: Endre farge i fasekart.

- Fjern og legg til ønskede farger for materialets faser som vist i figur D.11. Gamle farger fjernes ved å markere fasene, etterfulgt av *Remove*. Fasenes nye farger legges til ved å trykke *Add*. I vinduet som kommer opp velg ønsket farge på fasene.
- Trykk deretter *OK*.



(a) Fasekartets gamle farger.

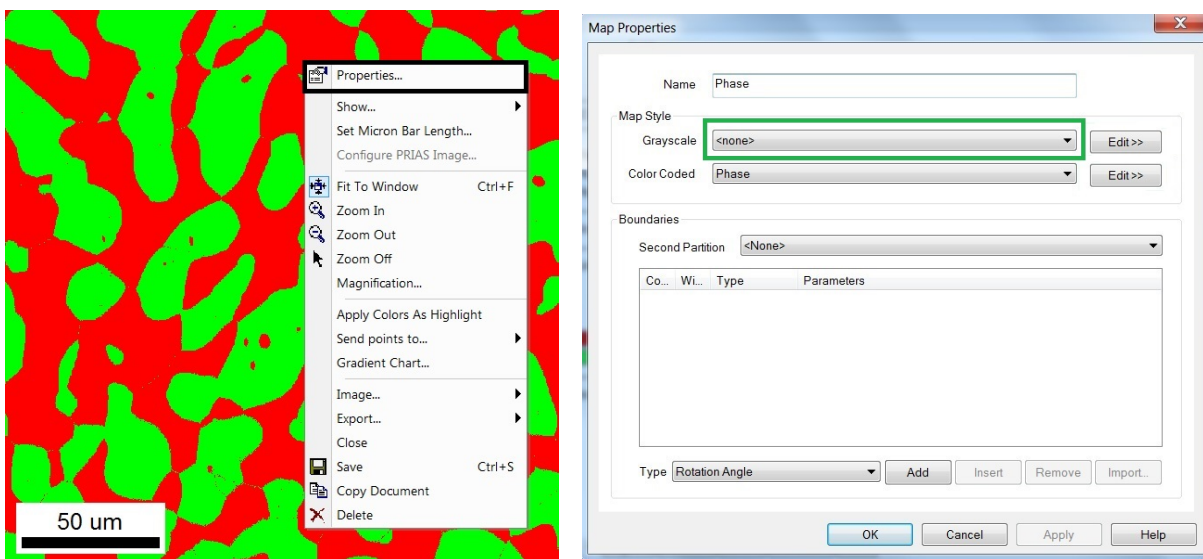


(b) Fasekartets nye farger.

Figur D.11: Endre farge i fasekart.

Det kan i noen tilfeller være hensiktsmessig at IQ-kartet overlapper med enten fasekartet eller IPF-kartet. Dette kan brukes som verktøy for å identifisere overflatedeformasjoner med hensyn på fase og kornorientering. For å få kartene til å overlappe:

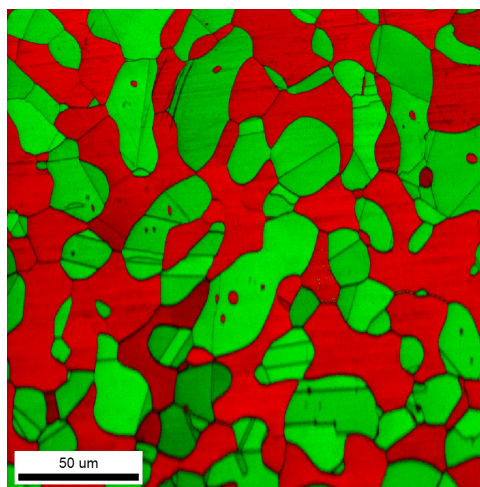
- Høyreklikk på fasekartet, trykk deretter *Properties...* som vist i figur D.12 (a).
- I vinduet som kommer opp, trykk på rullgardinmenyen under *Grayscale* der det står *<none>*. Velg *Image Quality*.
- Trykk *OK*. Resultatet er illustrert i figur D.13. Samme prosedyre kan også gjennomføres med IPF-kart.



(a) Meny ved høyreklikk.

(b) Kartegenskaper.

Figur D.12: Hvordan få overlappende fasekart og IQ-kart.

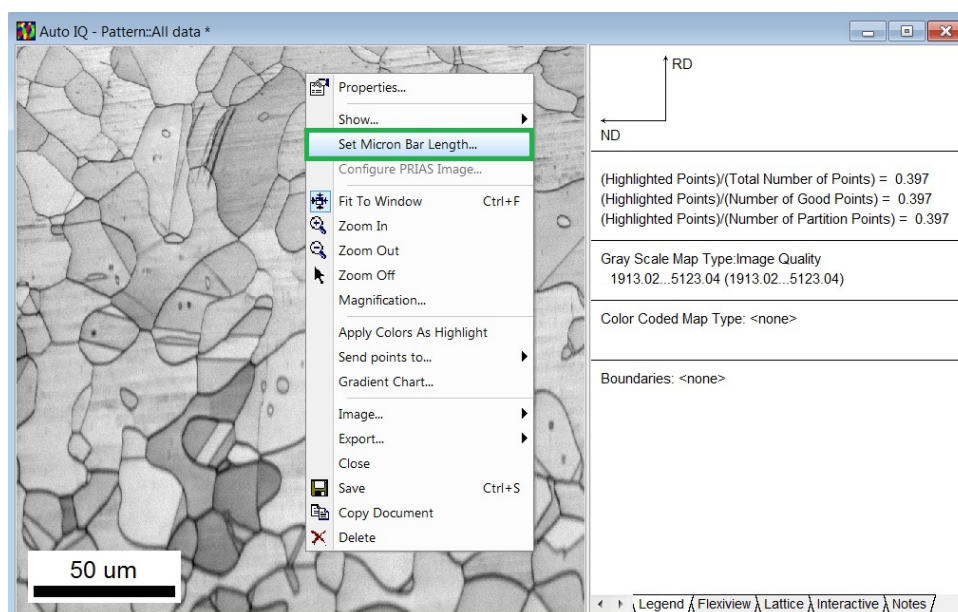


Figur D.13: Overlappende fasekart og IQ-kart.

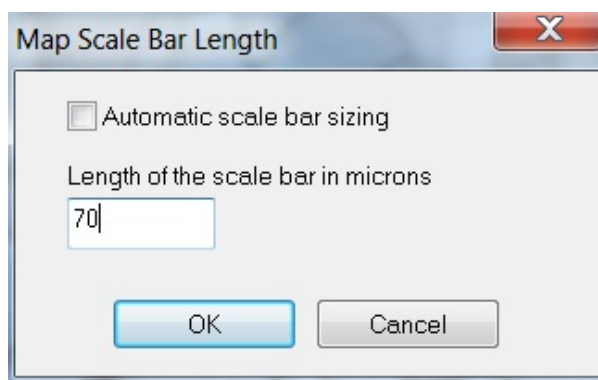
D.2.1 Justere målestav

Det er mulig å justere kartenes målestav. Dette er illustrert i figur D.14 og D.15. Dersom det er ønskelig å justere målestavens lengde i kartene:

- Høyreklikk på ønsket kart, etterfulgt av *Set Micron Bar Length...* som vist i figur D.14 (a).
- Skriv inn ønsket lengde på målestav, som vist i figur D.15.
- Trykk *OK*.



Figur D.14: Meny ved høyreklikk.

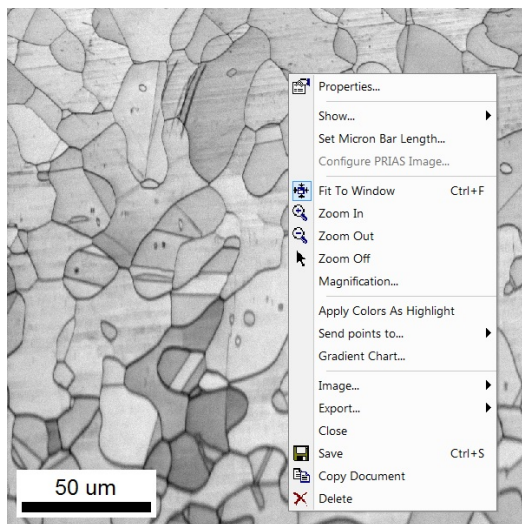


Figur D.15: Vindu for valg av lengde på målestav. Her er 70 μm valgt som et eksempel.

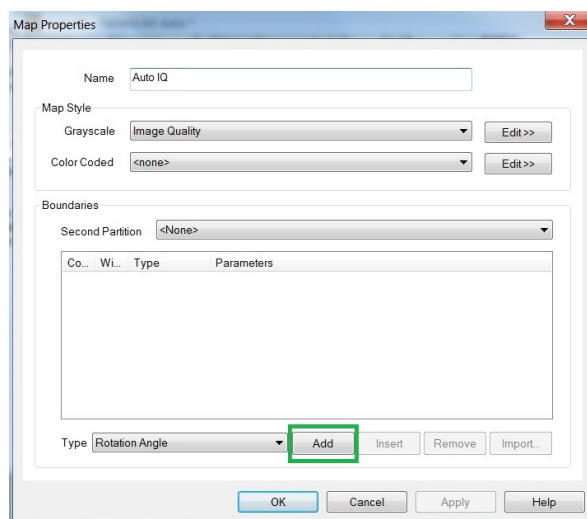
D.3 Legge til korngrenser

For å legge til korngrenser i et ønsket kart:

- Høyreklikk på ønsket kart, etterfulgt at *Properties...* som vist i figur D.16 (a).
- I vinduet som kommer opp, trykk *Add* som vist i figur D.16 (b).



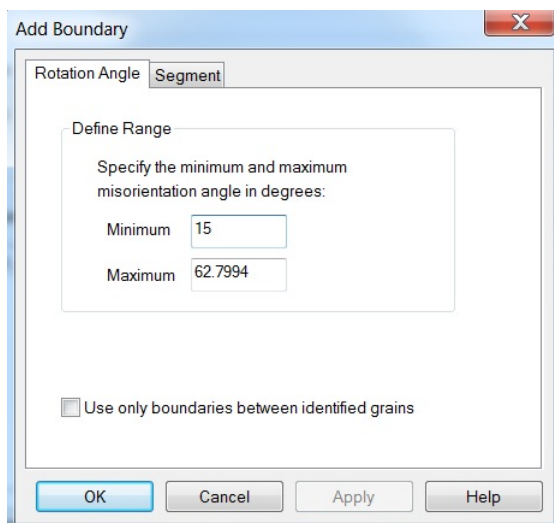
(a) Meny etter høyreklikking.



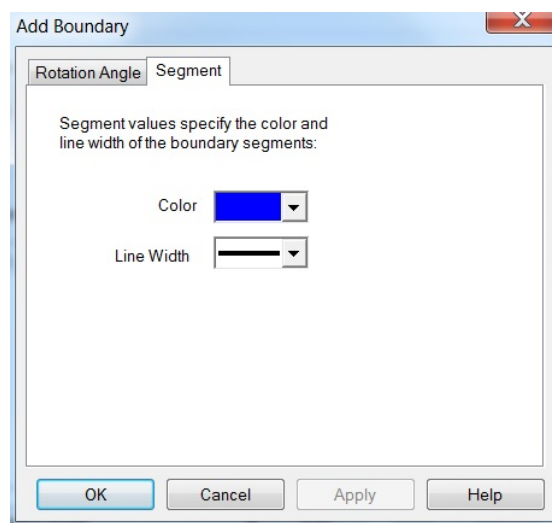
(b) Kartegenskaper.

Figur D.16: Legge til korngrenser i kart.

- Legg til ønsket korngrensevinkel som vist i figur D.17 (a).
- Hvis ønskelig, legg til farge og linjetykkelse som vist i figur D.17 (b).



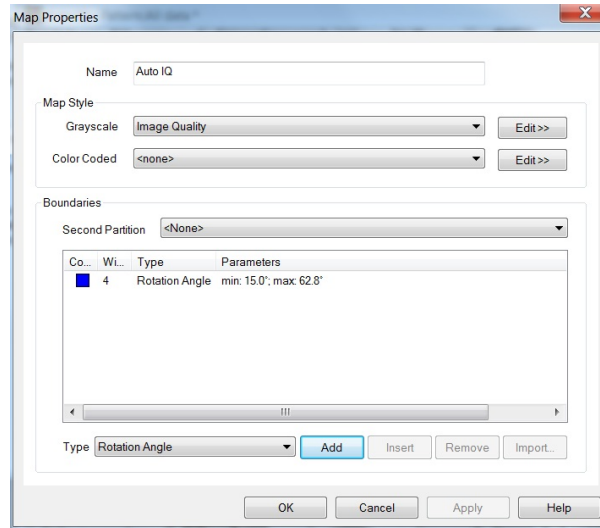
(a) Velg korngrensevinkel.



(b) Spesifiser linjesegment.

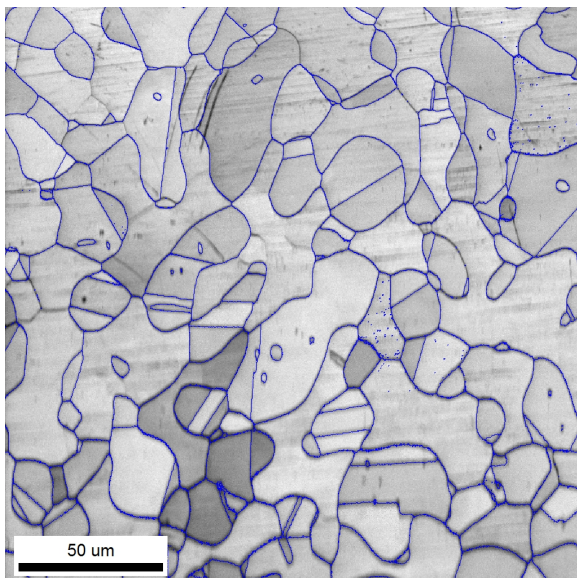
Figur D.17: Legg til korngrenser i kart.

Figur D.18 viser vinduet som dukker opp etter korn grensevinkel, linjesegment og linjefarge har blitt valgt. Her kan det også legges til nye korn grenser i samme kart med annen vinkel og annen farge, dersom det er ønskelig.

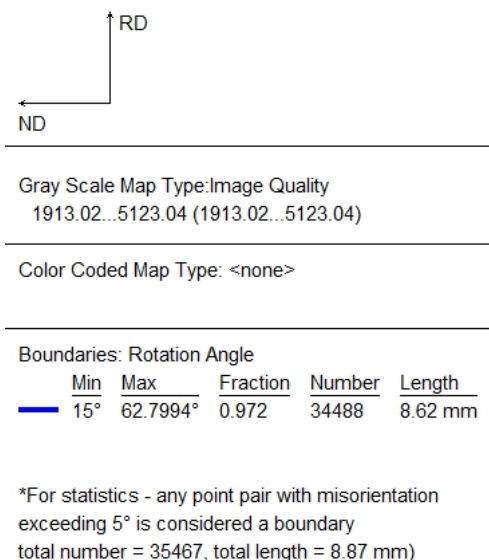


Figur D.18: Kartegenskaper med korn grense

For å få frem kartet med korn grenser, trykk *OK*. Figur D.19 (a) viser IQ-kart med korn grenser med korn grensevinkel fra 15 til 62,78 °. Figur D.19 (b) viser lengde, andel og fraksjon av gjeldende korn grense.



(a) IQ-kart med korn grenser.

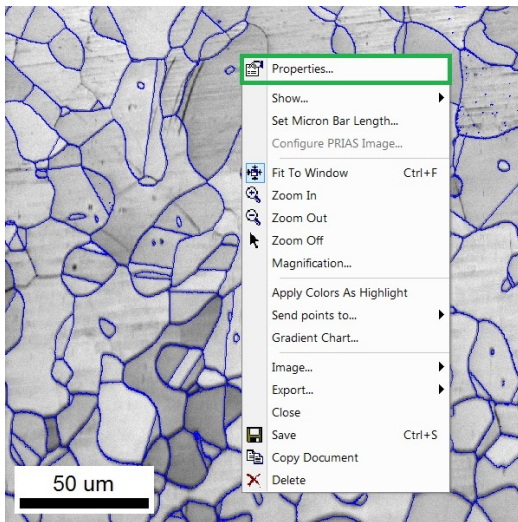


(b) Korn grenseinformasjon.

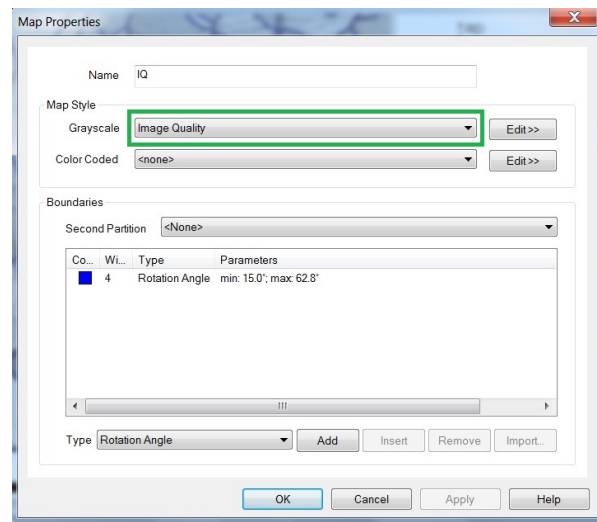
Figur D.19: Korn grenser på IQ-kart for superdupleks rustfritt stål.

For å få korngrensene på hvit bakgrunn:

- Høyreklikk på kartet med korngrenser som vist i figur D.20 (a).
- I vinduet som dukker opp, velg *<none>* i rullgardinmenyen under *Grayscale* i stedet for *Image Quality*.
- Trykk *OK*.



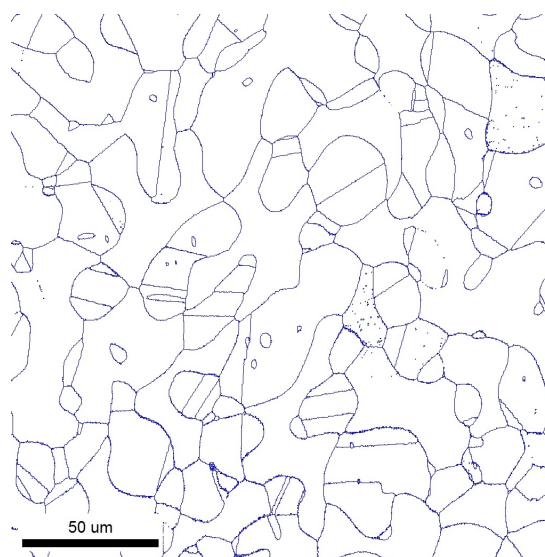
(a) Meny ved høyreklikk



(b) Kartegenskaper med korngrense.

Figur D.20: Korngrenser på IQ-kart for superdupleks rustfritt stål.

Figur D.20 viser materialets korngrenser på hvit bakgrunn.

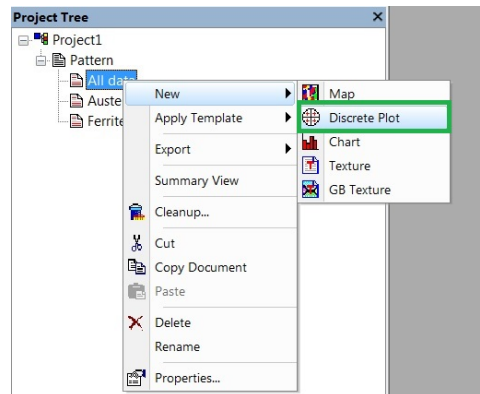


Figur D.21: Materialets korngrenser på hvit bakgrunn.

D.4 Polfigur

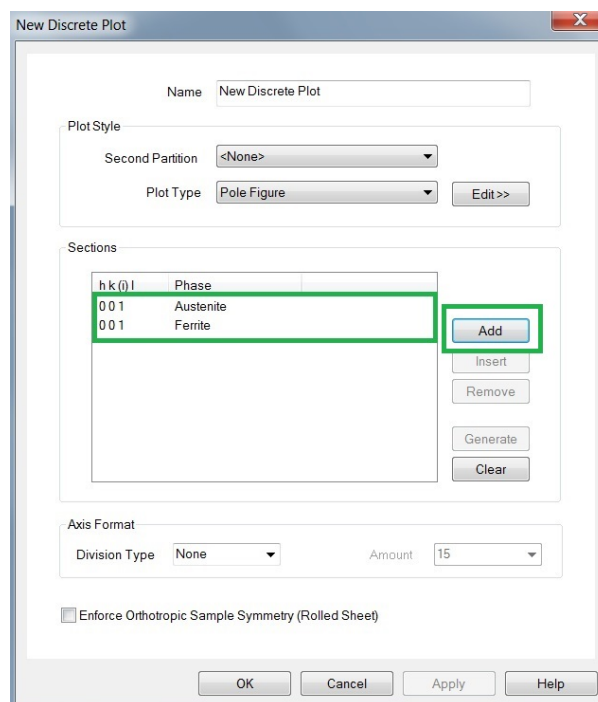
For å konstruere en polfigur for EBSD-scannet:

- Naviger til *Project Tree*, deretter høyreklikk på *All data*.
- Velg *New*, etterfulgt av *Discrete Plot*, som vist i figur D.22.



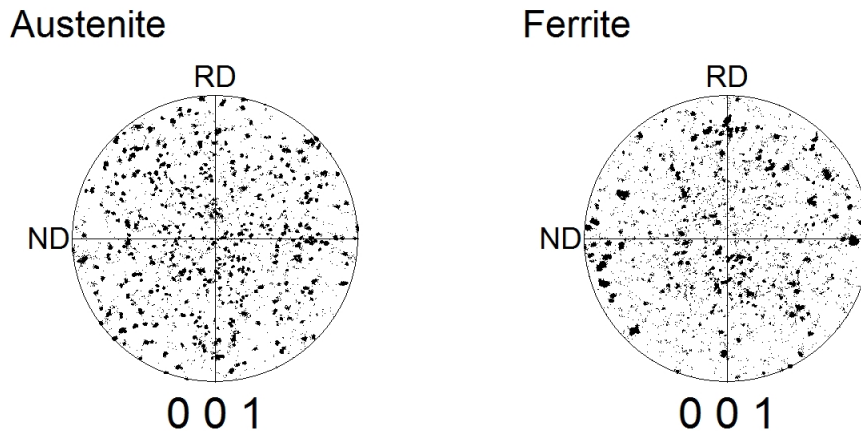
Figur D.22: Meny ved høyreklikk.

- Figur D.23 viser vinduet som kommer opp etter *Discrete plot* har blitt valgt. Legg til ønskede faser, plan og planets normalvektor ved å trykke *Add*.



Figur D.23: Alternativer for polfigur.

Under *Sections* kan fasene og deres tilhørende plan observeres. Når ønskede faser og plan er lagt inn under *Sections*, trykk *OK* for å få frem polfiguren. Figur D.24 viser (001) polfigur for austenitt- og ferrittfasen i stålet.

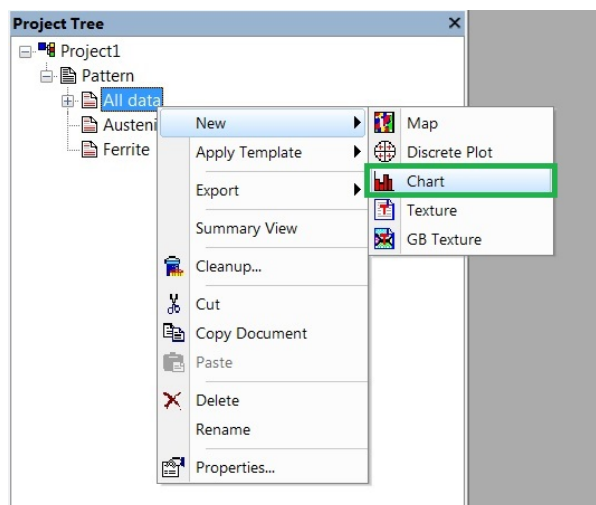


Figur D.24: Polfigur for austenitt- og ferrittfasen i materialet.

D.5 Diagram

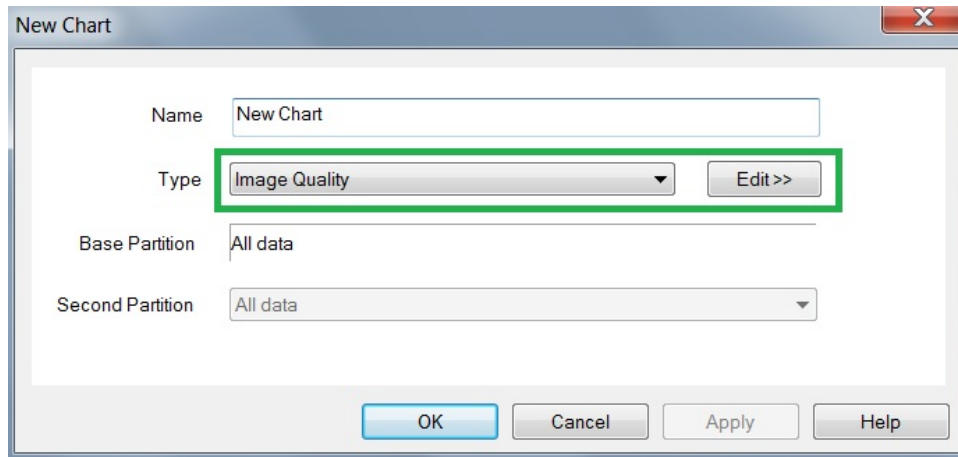
For å konstruere et diagram for EBSD-scannet:

- Naviger til *Project Tree*, deretter høyreklikk på *All data*.
- Velg *New*, etterfulgt av *Chart*, som vist i figur D.25.



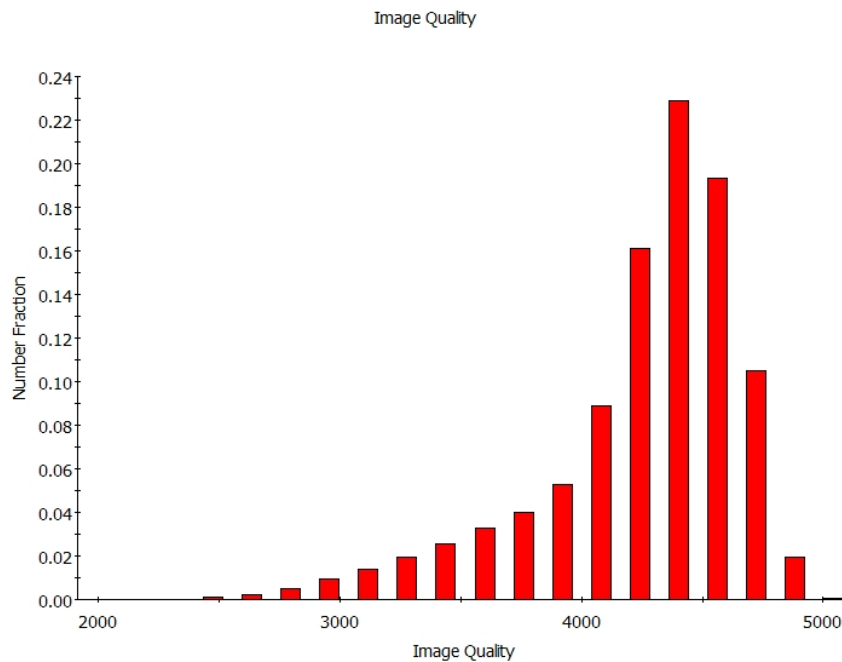
Figur D.25: Meny ved høyreklikk.

- Figur D.26 viser vinduet som kommer opp etter *Chart* har blitt valgt. Ved å benytte rulle-gardinmenyen under *Type*, kan type diagram velges. Ved å trykke på *Edit*», kan rekkevidde og parametre for diagrammet justeres.
- Etter diagramtype, rekkevidde og parametre har blitt valgt, trykk *OK*.



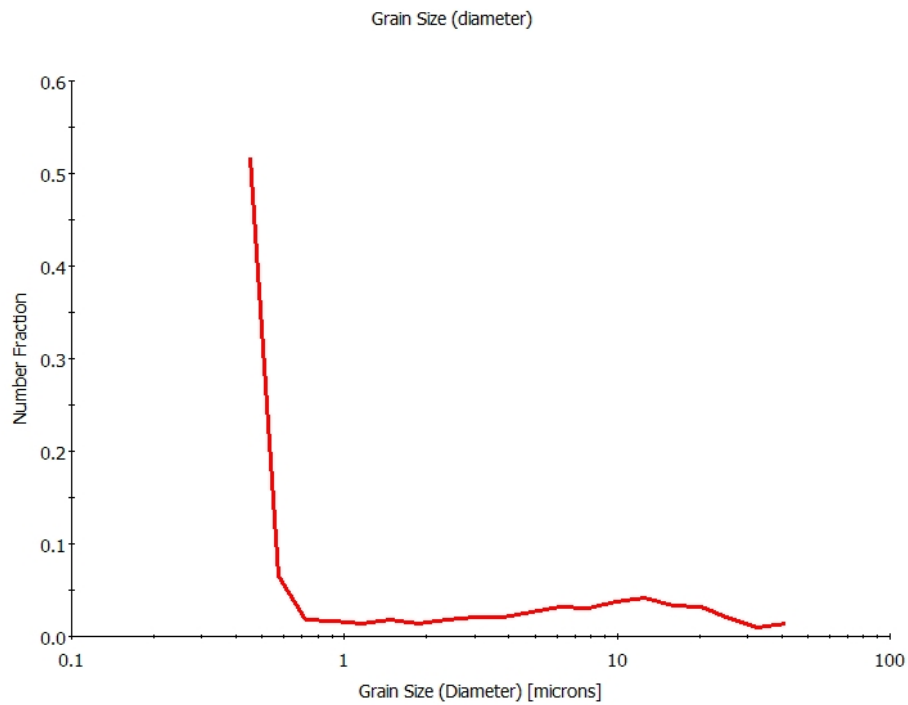
Figur D.26: Alternativer for diagram.

Figur D.27 viser et diagram over EBSD-scannets IQ-parametre. Diagrammet viser hvor stor fraksjon av punktene i analysen som har en spesifikk IQ-verdi. Flest punkter har IQ på 4500.



Figur D.27: Diagram over IQ-parametre.

Figur D.28 viser et diagram over kornstørrelsesfordeling innad i materialet. Dette diagrammet ble konstruert ved å velge *Grain Size (diameter)* i rullegardinmenyen illustrert i figur D.26, samt velge *Number fraction* under *Parameters*.



Figur D.28: Diagram over kornstørrelse innad i materialet.