

Studie av andel deltaferritt og austenitt
som funksjon av anløpingstemperatur
med in-situ HT-XRD i S165M
martensittisk rustfritt stål

Bjarte Åstveit Nygård

Materialteknologi

Innlevert: juli 2015

Hovedveileder: Ida Westermann, IMTE

Medveileder: Håkon Trygve Strøm Jørgensen, Scana Steel Stavanger AS

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Institutt for materialteknologi

Forord

Denne masteroppgaven er utført ved Institutt for Materialteknologi ved NTNU våren 2015 og er et resultat av emnet TMT4905 Materialteknologi. Oppgaven er utformet i samarbeid mellom førsteamanuensis Ida Westermann og Hakon Trygve Strøm Jørgensen ved NOMAC AS på Jørpeland.

Det er mange som har hjulpet meg med denne oppgaven, men en stor takk må rettes til veilederne mine, Ida Westermann og Håkon Trygve Strøm Jørgensen, dere har alltid vært tilgjengelig og gitt meg både faglig og moralsk støtte gjennom denne våren

Tilslutt må jeg takke min kjære samboer Cecilie Horvei for at du alltid støtter meg og motiverte meg til å fullføre denne oppgaven.

Bjarte Åstveit Nygård

Juli 2015

Sammendrag

Denne oppgaven har som formål å avgjøre om bruk av in-situ høytemperatur røntgendiffraksjon kan brukes til å analysere utviklingen av austenitt og δ -ferritt i det martensittiske rustfrie stålet S165M, omtrent 16% krom, 5 % nikkel og 1% molybden, under anløpning ved 520°C, 560°C og 600°C. Videre har det vært nødvendig å utvikle et testoppsett for in-situ høytemperatur røntgendiffraksjon for stål. Ved bruk av hurtige skann har det vært mulig å se på utviklingen av fasene i stålet gjennom anløpningen, dette kan være av interesse for å se hvor lang tid det tar før materialet stabiliserer seg. Bestemmelse av δ -ferrittandelen i materialet viste seg å ikke være mulig da den har en gitterparameter som samsvarer med martensitt. Det har blitt påvist en økning i austenittandelen i S165M med økende anløpingstemperatur fra 520°C til 560°C, men en reduksjon for prøven anløpt ved 600°C. Årsaken til denne utviklingen antas å ha med feil i temperaturkontrollen under forsøket noe som har medført en for høy anløpingstemperatur.

Det har blitt brukt dilatometer for å bestemme faseomvandlingstemperaturen fra martensitt til austenitt under oppvarming og starttemperaturen for martensittdannelse under avkjøling for S165M.

Videre er det gjort mekanisk testing av prøver anløpt ved 520°C, 560°C og 600°C. Det har blitt gjort strekktesting, skårslagstesting og hardhetsmåling i henhold til ASTM A370 standarden. De mekaniske egenskapen til S165M viser at ved økende anløpingstemperatur reduseres styrken til materialet.

Det er gjort lysmikroskopi av prøvene fra høytemperatur røntgendiffraksjon og prøvene fra mekanisk testing, dette for å kunne sammenlikne mikrostrukturen mellom disse. Det viste seg at det er tydelig forskjell i mikrostrukturen, noe som forsterker antakelsene om at temperaturkontrollen i høytemperatur røntgenforsøkene ikke har vært korrekt.

Å analysere faseomvandlingen fra martensitt til austenitt under anløpning av S165M ved bruk av høytemperatur røntgendiffraksjon er mulig, men det er nødvendig med en bedre styring av temperatur under forsøket for å gi reproducerbare resultater.

Abstract

The purpose of this thesis has been to determine if it is possible to use in-situ HT-XRD to analyze δ -ferrite and austenite development through annealing of the martensitic stainless steel S165M at 520°C, 560°C and 600°C. It has been necessary to develop a test rig for in-situ HT-XRD for steel. Short scanning times was used to see the transformations during annealing. It was not possible to analyze the δ -ferrite with XRD due to the similar lattice parameter with martensite. An increase of austenite in S165M was observed with the increase of annealing temperature from 520°C to 560°C. For the sample annealed at 600°C, only a small increase in austenite content was observed. This is probably due to then temperature controller; the temperature was most likely above 600°C

Dilatometry was used to determine the transformation temperature from martensite to austenite during heating. During cooling the start temperature for martensite transformation was determined for S165M.

Mechanical testing has been done according to ASTM A370, with hardness testing, tensile testing and Charpy-V notch testing. The mechanical testing was done on samples annealed at 520°C, 560°C and 600°C

The structure in all of the samples was analyzed with optical light microscopy. The samples from mechanical testing and HT-XRD was compered and found that there is a difference between them. This further confirmed that the temperature control in the HT-XRD experiments was not calibrated.

To analyze the annealing process of S165M, and the formation of austenite during annealing, using HT-XRD is shown to be possible but needs further work with temperature control to achieve data which are reproduceable.

Innholdsfortegnelse

Forord	II
Sammendrag	IV
Abstract	VI
1 Innledning	1
2 Teori	2
2.1 Martensittiske rustfrie stål	2
2.2 Legeringselementer i martensittiske rustfrie stål	2
2.2.1 Krom	3
2.2.2 Molybden	4
2.2.3 Nikkel	5
2.3 Mikrostruktur i martensittisk rustfritt stål	6
2.4 Dannelsen av martensitt	9
2.5 Varmebehandling av S165M	10
2.6 In-situ røntgendiffraksjon	10
3 Eksperimentelt	11
3.1 Materialspesifikasjoner	11
3.2 Maskinering og prøvepreparering og mekanisk testing	11
3.3 Varmebehandling	13
3.4 HT-XRD prøvepreparering	14
3.5 Oppsett for HT-XRD forsøk	14
3.6 Mikrostrukturanalyse med lysmikroskop	16
3.7 Dilatometer	17
4 Resultater	18
4.1 HT-XRD analyser	18
4.1.1 Analyse ved 520°C	18
4.1.2 Analyse ved 560°C	20
4.1.3 Analyse ved 600°C	21
4.2 Hardhetsmålinger	23
4.2.1 Brinell hardhet HBW30	23
4.3 Vickers mikrohardhetsmåling	24
4.3.1 HV 50 gf målinger	24
4.3.2 HV 100gf målinger	25
4.4 Strekkprøving	26
4.5 Mikrostrukturanalyser	29
4.5.1 Mikrofotografier av utgangsmaterialet	29

4.5.2	Mikrofotografi tatt med 100X forstørrelse	30
4.5.3	Mikrofotografi tatt med 200X forstørrelse	31
4.5.4	Mikrofotografi tatt med 500X forstørrelse	32
4.5.5	Mikrofotografi tatt med 1000X forstørrelse	33
4.6	Dilatometeranalyse av S165M	34
5	Diskusjon	36
5.1	Bruk av HT-XRD til fasebestemmelse i S165 M	36
5.1.1	Utfordringer med bruk av HT-XRD	36
5.1.2	Faser tilstede før og etter anløpning	37
5.1.3	Utvikling av nye faser under anløpning og etter avkjøling til romtemperatur	37
5.2	Dilatometertest	38
5.3	Sammenlikning av HT-XRD prøver og anløpte prøver	38
5.4	Sammenlikning av utgangsmaterial og prøve varmebehandlet ved 560°C	41
5.5	Mekaniske tester	43
6	Konklusjon	44
	Referanser	45

1 Innledning

S165M er et martensittisk rustfritt stål brukt til tubinblader, propellakslinger og liknende. Dette stålet brukes i herdet og anløpt tilstand hvor anløpingstemperaturen er viktig for de mekaniske egenskapene til stålet. S165M har en normal kjemisk sammensetning på omtrent 16 vekt% krom, 5 vekt% nikkel, 1 vekt% molybden og er levert av NOMAC AS på Jørpeland utenfor Stavanger.

Hoveddelen av arbeidet med denne masteroppgaven har tatt for seg hvordan tilpasse, kalibrere og gjennomføre in-situ høytemperatur røntgendiffraksjon for å undersøke utviklingen av austenitt og δ -ferritt gjennom anløpning ved 520°C, 560°C og 600°C. Mikrostrukturen til prøvene fra HT-XRD forsøkene ble sammenliknet med prøver herdet og anløpt for mekanisk testing, dette ble gjort for å se om de forskjellige prøveoppsettene gav tilsvarende mikrostruktur.

Mekanisk testing ble gjort for å gi et bilde av hvordan de mekaniske egenskapene påvirkes av økende anløpingstemperatur. Mikrohardhetsmålinger ble tatt i martensitt og δ -ferritt for å se utviklingen i disse fasene som funksjon av anløpingstemperatur.

Hovedmålet med denne oppgaven har vært å se om det er mulig å bestemme austenitt og δ -ferritt andel i S165M under anløpning med in-situ høytemperatur røntgendiffraksjon. Videre har det vært et mål å se om det er mulig å beskrive endringene i struktur under anløpning til de mekaniske egenskapene funnet i oppgaven.

2 Teori

2.1 Martensittiske rustfrie stål

Martensittiske rustfrie stål brukes i dag i komponenter hvor høy stryke og moderat korrosjonsmotstand er ønsket. Eksempler på bruksområder er oljerørledninger, propellakslinger, turbinskovler og lignende.[1] S165M som er sett på i denne oppgaven er et martensittisk rustfritt stål med sammensetningen som vist i Tabell 2-1, tabellen viser også grenseverdiene for den kjemiske sammensetningen av dette stålet. S165M produseres både som smidde emner og støpte komponenter, men det vil i denne oppgaven kun bli sett på den smidde utgaven.

Tabell 2-1 Kjemisk sammensetning til S165M brukt i denne oppgaven, i høyre kolonne er grenseverdiene for dette martensittiske rustfrie stålet

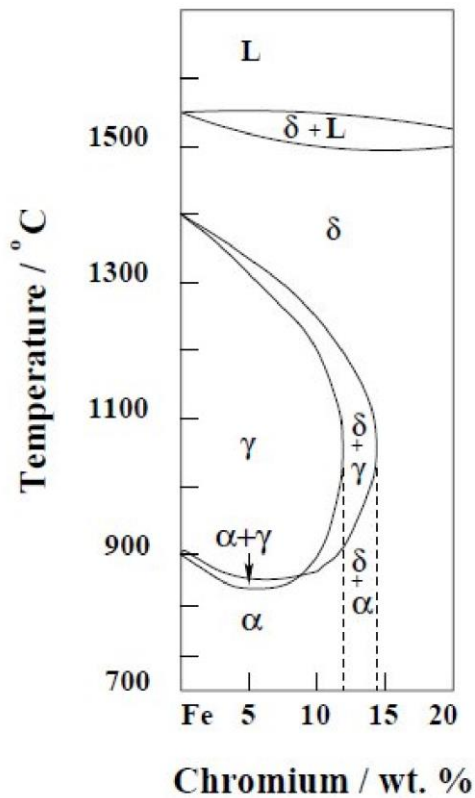
Element	Sammensetningen til prøvene i vekt%	Grenseverdier for S165M (min-max) i vekt%
C	0,037	0 – 0,05
Si	0,40	0 – 1,00
Mn	0,60	0 – 1,50
S	0,001	0 – 0,025
P	0,024	0 – 0,035
Cr	16,11	15 – 17
Ni	4,94	4,50 – 6,00
Mo	0,97	0,80 – 1,50
Cu	0,17	
Al	0,005	
Ti	0,001	
N	0,033	

2.2 Legeringselementer i martensittiske rustfrie stål

For S165M martensittisk rustfritt stål er hovedlegeringselementene krom, nikkel og molybden. Hvor krom og molybden er ferrittdannere og nikkel er en austenittdanner. De forskjellige legeringselementene gir forskjellig bidrag til stålet i form av egenskaper som styrke, seighet, korrosjonsmotstand med mer.

2.2.1 Krom

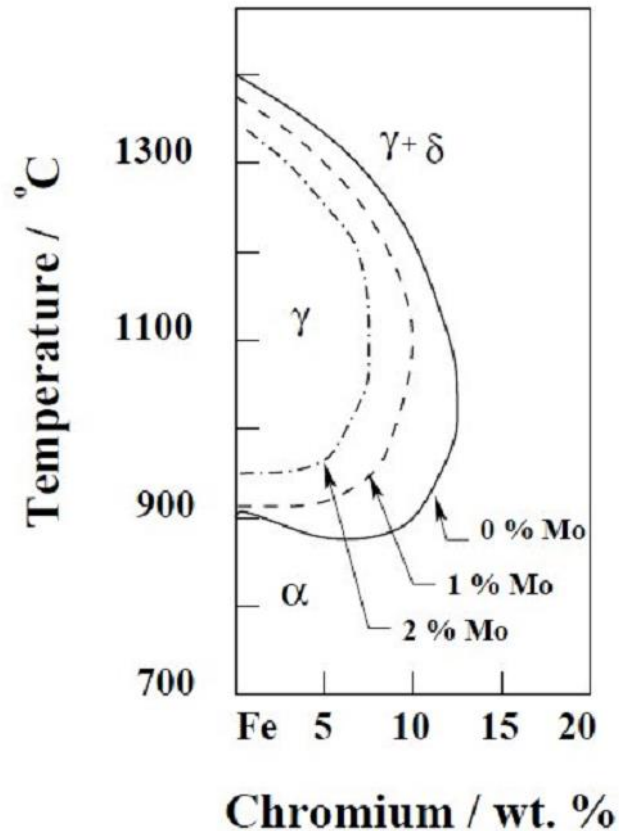
Krom er en ferrittdanner og er hovedlegeringselementet som gjør stål motstandsdyktig mot korrosjon. Ved en tilsats på minimum 10,5 vekt% krom vil denne danne en stabil kromoksidhinne på ståloverflaten som hindrer korrosjon, men for mer korrosive miljøer kan det være nødvendig å øke kromandelen i tillegg til å legerer stålet med molybden for å gi det en økt korrosjonsmotstand. Siden krom er en ferrittdanner vil den som vist i Figur 2.2-1 redusere området hvor austenitt er stabilt. Og ved en kromandel på over 15 vekt% vil stålet størkne fullferrittisk og ikke ha en faseomvandling. Dette medfører at et stål kun levert med krom ikke vil kunne herdes dersom det har en kromandel på over 15 vekt%. [2]



Figur 2.2-1 Utsnitt av jern – krom fasesdiagram hvor man kan se at det ved omtrent 15 vekt% krom vil stålet være fullferrittisk i fast fase uavhengig av temperatur.

2.2.2 Molybden

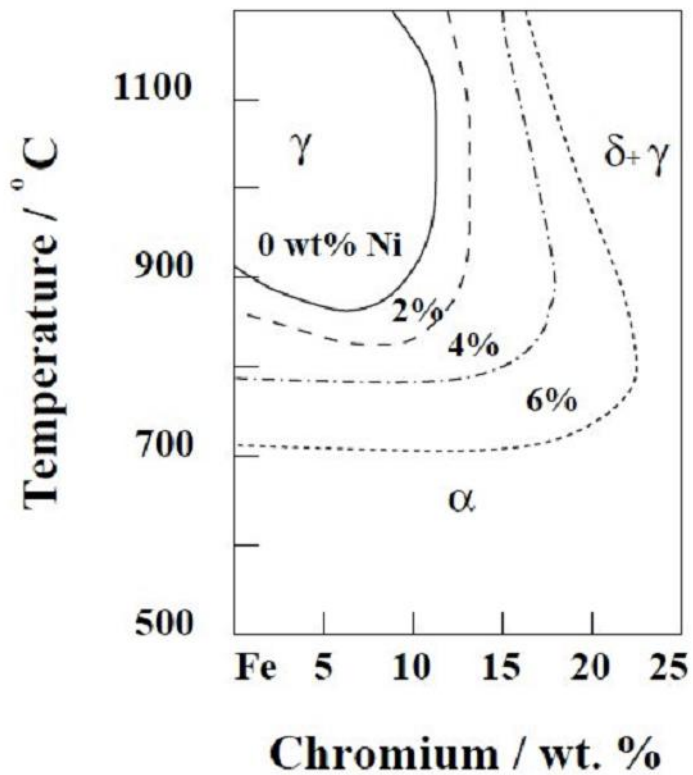
Molybden er en ferrittdanner som ytterligere stabiliserer oksidfilmen på ståloverflaten for å gi en høyere korrosjonsmotstand i for eksempel sure miljøer. Derfor er molybden et viktig legeringselement i syrefaste stål. Videre bidrar molybden til bedre mekaniske egenskaper ved høyere temperatur da molybden kan danne karbider som øker hardheten til materialet. Molybden er en kraftigere ferrittdanner enn krom, og som vist i Figur 2.2-2 vil austenittområdet reduseres betydelig når stålet legeres med opptil 2 vekt% molybden. Legert med 2 vekt% molybden kan ikke stålet inneholde mer enn 6-7 vekt% krom før stålet er fullferrittisk i fast fase uansett temperatur.[3]



Figur 2.2-2 Jern – krom fasediagram som viser hvordan austenittområdet innskrenkes betydelig når stålet legeres opp med opptil 2 vekt% molybden.

2.2.3 Nikkel

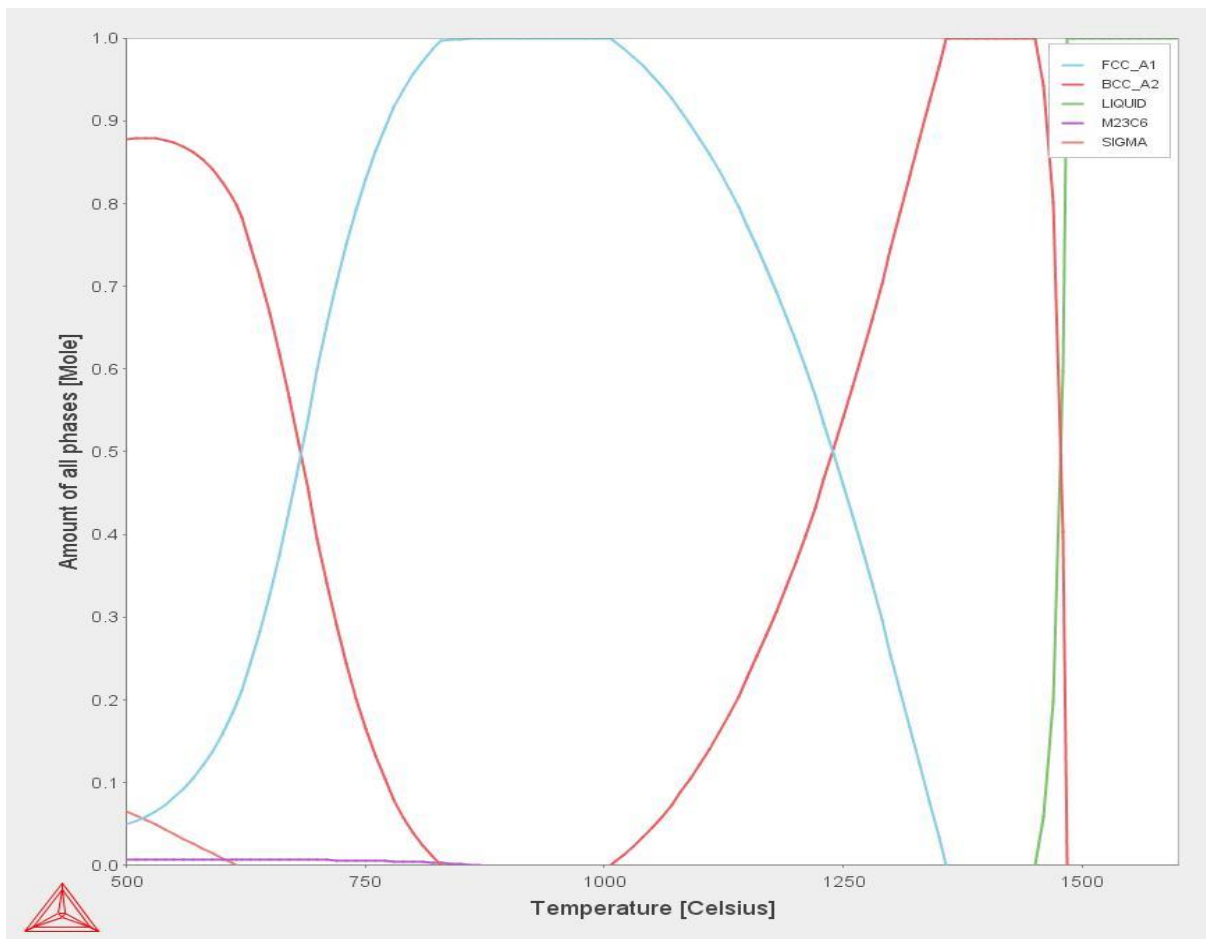
Nikkel er en viktig austenittdanner i stål, det vil si at et stål levert med nikkel vil få et større stabilt austenittområde. Med å levere stålet med nikkel vil det ha et tofaseområde som strekker seg over et større område som sett i Figur 2.2-3. Nikkel er den viktigste austenittdanneren i rustfrie stål, i tillegg til å utvide det stabile austenittområdet og gjøre den stabil ved lavere temperaturer vil tilsats av nikkel øke duktiliteten i stålet.



Figur 2.2-3 Jern – krom fasediagram som viser hvordan tilsats av nikkel utvider det stabile austenittområdet

2.3 Mikrostruktur i martensittisk rustfritt stål

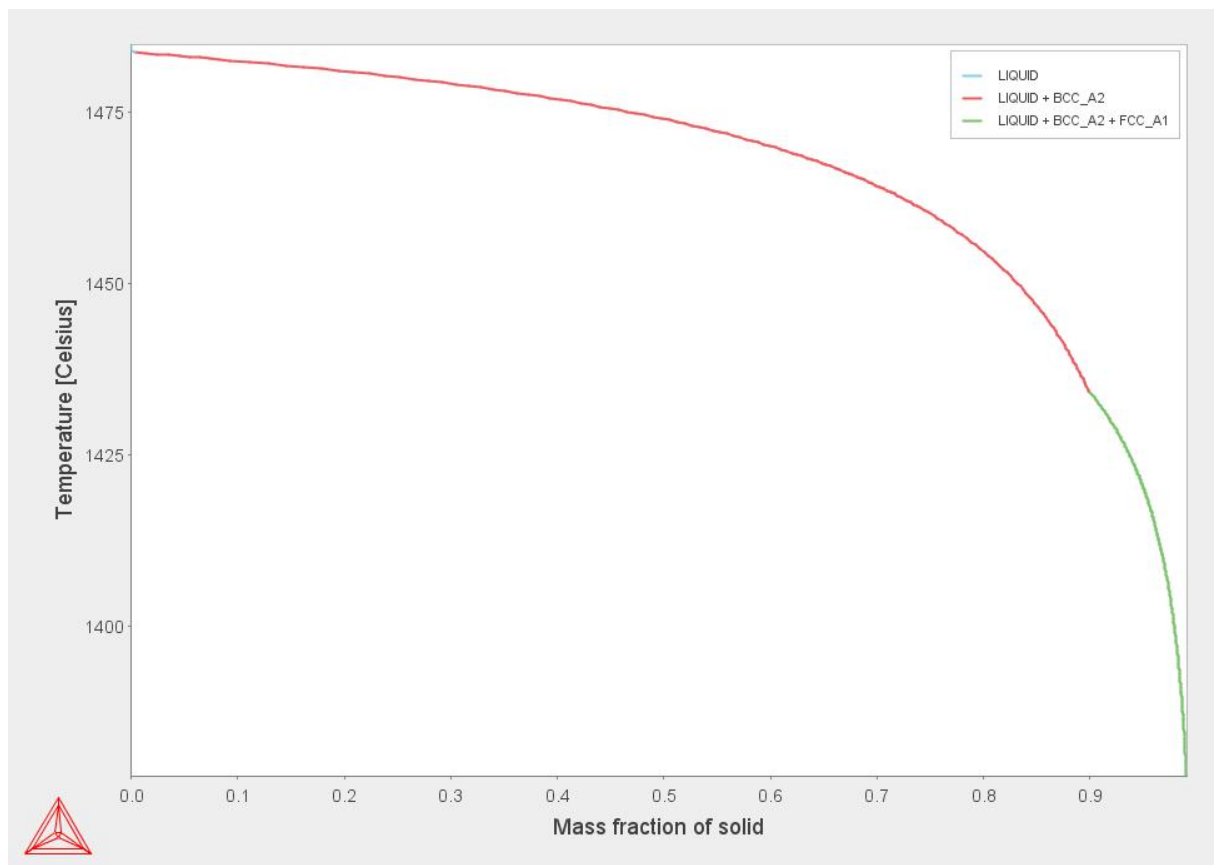
Ved å bruke fasediagrammer kan det være mulig å avgjøre fasene i et stål ved termodynamisk likevekt. For å oppnå termodynamisk likevekt for et stål medfører at avkjølingshastigheten fra flytende fase må være svært lang, og noen ganger nesten umulig å oppnå. Et fasediagram vil allikevel være nyttig da det kan gi informasjon om hvilke faser som er stabile ved forskjellige temperaturer og kan danne et grunnlag for hvilke temperaturer et stål bør herdes og anløpes på for å oppnå ønskede egenskaper. Fasediagrammet til S165M er vist i Figur 2.3-1 under, dette fasediagrammet viser forholdet mellom austenitt og ferritt mellom 500°C og 1500°C. Ut fra fasediagrammet vil S165M størkne som δ -ferritt frem til det skjer en faseomvandling fra δ -ferritt til austenitt i temperaturområdet 1350°C til omtrent 1000°C hvor materialet blir helaustenittisk. Ved omtrent 800°C omdannes noe av austenitten til α -ferritt og ved 500°C vil det ved termodynamisk likevekt være omtrent 88% α -ferritt, 5% austenitt og 7% sigmafase. Sigmafasen vil ikke bli videre diskutert i denne oppgaven.



Figur 2.3-1 Fasediagram for S165M, fasediagrammet viser forholdet mellom austenitt og ferritt i mol i forhold til temperatur.

I tillegg til fasediagrammet kan det være nødvendig å bruke andre metoder for å bestemme den endelige strukturen til et stål. For beregne fasene i et stål under størkning kan Scheil-Gulliver likningen anvendes. Ved å presentere Scheil-Gulliver likningen grafisk gjennom størkningsintervallet av stålet vil dette gi en bedre forståelse av fasene tilstede etter størkning. Figur 2.3-2 under viser fasene dannet under størkning i S165M, den viser at omtrent 90% størkner som δ -ferritt mens de siste 10% størkner som en blanding av δ -ferritt og austenitt. Dette viser at selv ved høye temperaturer er ikke stålet i termodynamisk likevekt. Siden S165M er et martensittisk stål kan det allikevel antas at det etter ved

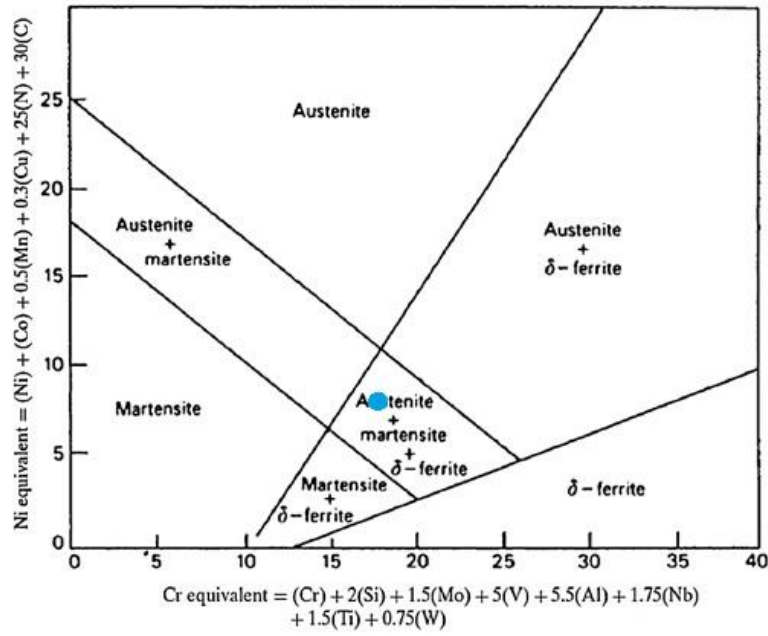
lavere temperaturer vil være en faseomvandling til austenitt, som senere vil være utgangspunktet til martensitttransformasjonen i stålet når det når M_s temperaturen under avkjøling.



Figur 2.3-2 Scheilmodellering av S165M under størkning, av denne modelleringen kan man se at omtrent 90% størkner som ren δ -ferritt, mens de siste 10% er en blanding av δ -ferritt og austenitt.

Når stålet videre avkjøles vil det komme inn i det fullaustenittiske området vist i fasediagrammet i Figur 2.3-1, stålet vil da være hovedsakelig austenittisk. Ved in-situ anløpningsforsøk og dilatometri er det vist at et 13Cr6Ni2Mo stål oppnår fullaustenittisk struktur ved 896°C, dette er et stål med tilsvarende sammensetning som S165M og det kan derfor antas at det ved varmebehandling av S165M ved 1000°C er fullaustenittisk.[1]

For å bestemme fasesammensetningen til et bråkjølt stål er det mulig å anvende et Schaeffler-diagram. Det tar utgangspunkt i å summere opp austenittdannerene og ferrittdannerene i et stål for å få en nikkekvivalent og en kromekvivalent som kan plottes i diagrammet og derfra anslå strukturene i stålet. Denne metoden ble i utgangspunktet utviklet for å anslå strukturen i sveiser, men kan også brukes for å anslå strukturen i bråkjølte materialer. I Figur 2.3-3 under er S165M avmerket med en blå sirkel i et austenitt + martensitt + δ -ferrittområde. Undersøkelser i røntgendiffraksjon vil i denne oppgave vil se på andelen av austenitt i S165M for å kunne sammenlikne med Schaefflerdiagrammet.[4]

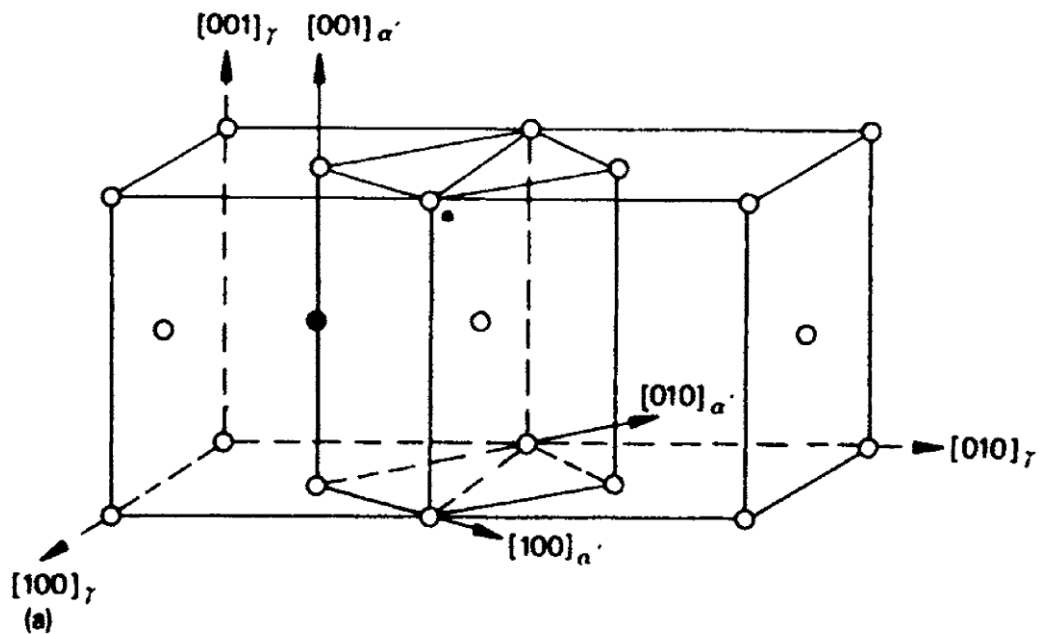


Figur 2.3-3 Schaefflerdiagram for bestemmelse av fasesammensetning til et stål basert på Ni-ekvivalenter og Cr-ekvivalenter. S165M er avmerket med blått i austenitt+martensitt+ δ -ferritt området i dette diagrammet.[5]

2.4 Dannelsen av martensitt

Martensitt dannes når avkjølingshastigheten til et stål er for hurtig til at austenitten kan omdannes til ferritt. Omdanningen fra austenitt til martensitt er en transformasjonsreaksjon hvor det er en krystallografisk sammenheng mellom den opprinnelige austenitten og den nydannede martensitten. Martensitttransformasjonen er en atermisk fasetransformasjon, det vil si at for å danne martensitt i et materiale må stålet videre avkjøles etter at det har nådd M_S (starttemperatur for martensittdannelse) temperaturen for at det skal dannes mer martensitt. Et materialet er definert som helmartensittisk når strukturen er 95% martensittisk. Temperaturen dette skjer ved er definert som M_F (martensitttransformasjon ferdig). [4]

Transformasjonen fra austenitt til martensitt er en skjærdeformasjon hvor den tetragonale martensitten dannes mellom to tilstøtende austenittenhetsceller, som vist i Figur 2.4-1 under.



Figur 2.4-1 Når fasetransformasjonen fra austenitt med en FCC struktur til martensitt med en BCT struktur skjer vil grunnflaten til martensitten ha en atomavstand lik ferritt, mens $[001]$ retningen vil være lengre. Den indre tetragonale figuren i bildet vil være martensitten dannet fra to tilstøtende austenittenhetsceller.

2.5 Varmebehandling av S165M

For martensittiske rustfrie stål er det viktig med anløpning av fullherdet materiale for å oppnå de ønskede mekaniske egenskapene. Varmebehandlingsløpet for stålet velges ut fra de ønskede egenskapene, på generelt basis er alle martensittiske rustfrie stål herdet og anløpt. Innherdingen av materialet skjer i øvre del av det helaustenitiske området, for S165M er dette mellom 1000°C og 1050°C. Holdetiden på denne temperaturen avhenger av dimensjonene på materialet, for S165M er det normalt med en holdetid på 2 timer etter at hele prøven er ved den ønskede temperaturen. Stålet bråkjøles så i vann for å få en fullherdet struktur. Denne martensittstrukturen er svært hard, og kan være sprø. For å oppnå de ønskede egenskapene er det nødvendig med anløpning for å fjerne restspenninger i martensitten. Anløpningen av S165M gjøres normalt i temperaturområdet 520°C – 625°C. I fasediagrammet i Figur 2.3-1 kan man se at det i dette område øker austenittandelen i materialet fort, dette medfører at noe av martensitten vil omdannes til austenitt som har høyere konsentrasjoner av austenittdannere. Dette medfører at denne austenitten er mer stabil ved lavere temperaturer og ikke omdannes til martensitt når prøven avkjøles etter anløpningen. Denne austenitten kalles reversert austenitt og bidrar til økt duktilitet i martensittiske rustfrie stål. Anløpes prøven på temperaturer over 600°C – 625°C omdannes mer martensitt til austenitt, den nydannede austenitten ved denne temperaturen inneholder mindre austenittdannere som kan føre til at den omdannes til martensitt under avkjølingen.[6]

2.6 In-situ røntgendiffraksjon

Forsøk med røntgendiffraksjon baserer seg på Bragg's lov om konstruktiv interferens hvor røntgenstrålen har en gitt bølgelengde λ mens innfallsvinkelen θ endres. n er en heltallsfaktor og d er atomavstanden i materialet. Bragg's lov kan sees under.

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

Ved konstruktiv interferens vil det kunne måles en intensitetstopp ved en gitt vinkel. Når dette gjøres over et gitt vinkelområde er det mulig å lage et diffraksjonsmønster. Ved bruk av databaser kan man finne fasene i et materiale.

Under høytemperatur in-situ røntgendiffraksjon som har vært brukt i denne oppgaven er det nødvendig å gjøre hvert skann så hurtig som mulig, årsaken til dette er at materialet er på anløpingstemperaturen og faseomvandlinger kan skje under et skann. [7]

3 Eksperimentelt

3.1 Materialspesifikasjoner

Stålet i denne oppgaven er et martensittisk rustfritt stål med typebetegnelsen S165M. I Tabell 3-1 under står sammensetningen på det stålet som har vært brukt i oppgaven, videre står også grenseverdiene for legeringselementene til dette stålet.

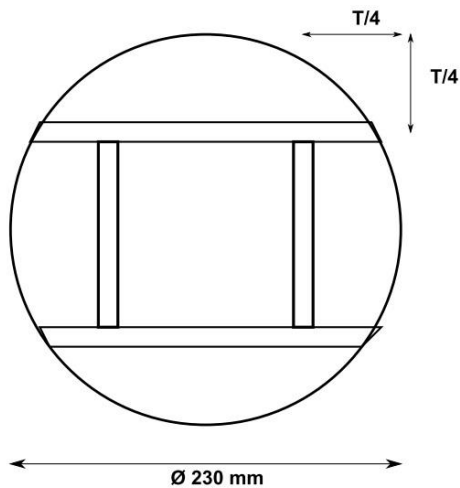
Tabell 3-1 Oversikt over den kjemiske sammensetningen til stålet brukt i denne oppgaven og grenseverdiene for S165M.

Element	Sammensetningen til prøvene i vekt%	Grenseverdier for S165M (min-max) i vekt%
C	0,037	0 – 0,05
Si	0,40	0 – 1,00
Mn	0,60	0 – 1,50
S	0,001	0 – 0,025
P	0,024	0 – 0,035
Cr	16,11	15 – 17
Ni	4,94	4,50 – 6,00
Mo	0,97	0,80 – 1,50
Cu	0,17	
Al	0,005	
Ti	0,001	
N	0,033	

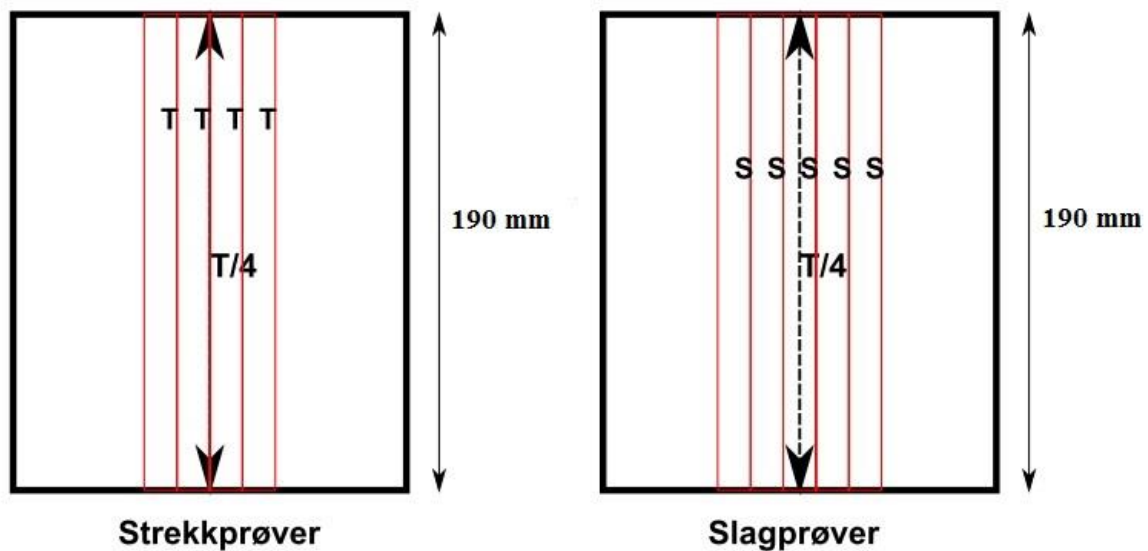
Den smidde bolten som var utgangsmaterialet hadde en reduksjonsgrad på 5, 90:1, som vil si at tverrsnittet til bolten er redusert til omtrent 17 % av sin opprinnelige tykkelse.

3.2 Maskinering og prøvepreparering og mekanisk testing

Stålet i denne oppgaven kommer fra avkappet av en leveranse fra Scana Steel Stavanger AS på Jørpeland utenfor Stavanger. Utgangspunktet var en smidd stang på totalvekt 518 kg. Den smidde komponenten hadde en reduksjon av tverrsnittet på 5, 90:1. Total diameter på ferdig produkt var 230mm. Uttaket av prøver er gjort på 3/4 tykkelse, altså 1/4 inn i materialet, se Figur 3.2-1. Videre er prøvene tatt ut i langsgående retning av den smidde bolten.

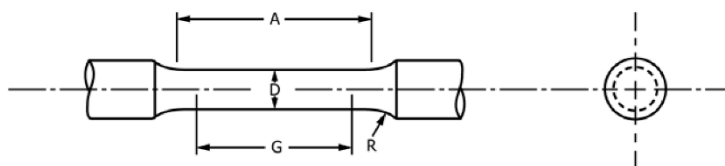


Figur 3.2-1 Dimensjoner på smidd bolt med innlagt prøveuttaksområder.



Figur 3.2-2 Skisse for uttak av prøver til strekkprøving og skårslagsprøving. Pilene på illustrasjonene indikerer at de er i langsretningen i materialet. Strekkprøvene var ca 2 x 2 cm og skårslagsprøvene ca 1,3 x 1,3 cm.

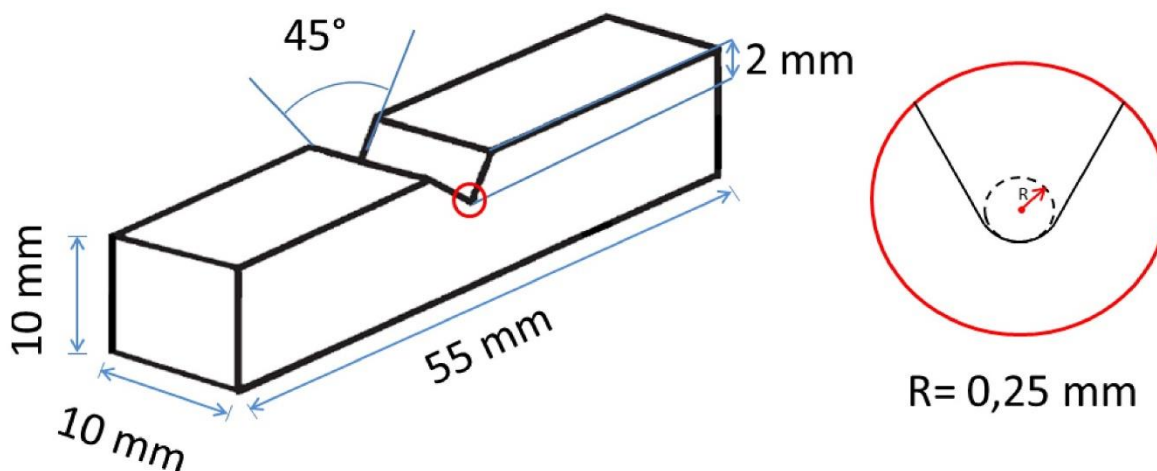
Prøvene ble levert ferdig grovmaskinert i emner til skårslagstesting og strekktesting. Dimensjonene var for skårslagsprøveemnene omtrentlig 1 x 1 x 19 cm og for strekkprøveemnene var de omtrentlig 2 x 2 x 19 cm. Uttaket av prøvene ble gjort som vist i Figur 3.2-2 over. Av skårslagsemner ble prøvene for HT-XRD, dilatometer, hardhet og lysmikroskopering tatt ut etter ferdig varmebehandling. Prøvene til HT-XRD og dilatometer ble tatt ut av herdete prøver. Maskinering av strekkstaver og skårslagsprøver ble gjort av NOMAC AS på Jørpeland utenfor Stavanger. Standarden for strekkprøvene var ASTM A370, se Figur 3.2-3, med runde strekkprøver med diameter i innsnevret område på 12,5mm.



Nominal Diameter	DIMENSIONS									
	Standard Specimen				Small-Size Specimens Proportional to Standard					
	in.	mm	in.	mm	in.	mm	in.	mm	in.	mm
	0.500	12.5	0.350	8.75	0.250	6.25	0.160	4.00	0.113	2.50
G—Gauge length	2.00± 0.005	50.0 ± 0.10	1.400± 0.005	35.0 ± 0.10	1.000± 0.005	25.0 ± 0.10	0.640± 0.005	16.0 ± 0.10	0.450± 0.005	10.0 ± 0.10
D—Diameter (Note 1)	0.500± 0.010	12.5± 0.25	0.350± 0.007	8.75 ± 0.18	0.250± 0.005	6.25 ± 0.12	0.160± 0.003	4.00 ± 0.08	0.113± 0.002	2.50 ± 0.05
R—Radius of fillet, min	3/8	10	1/4	6	3/16	5	5/32	4	3/32	2
A—Length of reduced section, min (Note 2)	2 1/4	60	1 3/4	45	1 1/4	32	3/4	20	5/8	16

Figur 3.2-3 ASTM A370-14 standard for rund strekkstav. I denne oppgaven er det brukt standard prøve med nominell diameter på 12,5 mm.

Prøvene til skårslagstesten ble maskinert og testet av NOMAC AS på Jørpeland. Det ble produsert parallell med 3 prøveemner for hver testtemperatur. Prøvegeometrien er vist i Figur 3.2-4 under.



Figur 3.2-4 Skårslagsprøve (Charpy-V notch) prøvegeometri. Målene følger ASTM A370 standarden.

3.3 Varmebehandling

All varmebehandling av prøvene ble utført med en Nabertherm C290 ovn. Ovnene ble varmet opp til ønsket temperatur og prøvene satt inn på et stativ slik at det skulle være en jevn varmfordeling over hele prøven. Alle prøvene ble herdet på 1000°C i 2 timer, med 30 minutters oppvarming, som gir en total tid i ovnen på 2 timer og 30 minutter. Alle prøvene ble bråkjølt i vann for å oppnå et fullherdet materiale.

Prøvene til HT-XRD forsøkene ble også herdet før videre bearbeiding. Dette for å gi likt utgangspunkt for analysene og å kunne sammenlikne disse mot prøvene anløpt i Naberthermovnen.

Anløpningen av prøvene ble utført i den samme ovnen, alle prøvene til hver parallell ble varmebehandlet samtidig. 3 strekkprøveemner og 3 skårslagsemner ble anløpt på hver temperatur. Av skårslagsemnene er det mulig å ta ut 3 skårslagprøver av hver. Anløpingstemperaturene valgt i denne oppgaven var 520°C, 560°C og 600°C. Prøvene ble satt inn i varm ovn på den ønskede temperaturen.

Anløpningstid ble satt til 8 timer med 30 minutters oppvarmingstid, det vil si en total tid i ovnen på 8 timer og 30 minutter. Etter at anløpningen var ferdig ble prøvene luftavkjølt til romtemperatur.

3.4 HT-XRD prøvepreparering

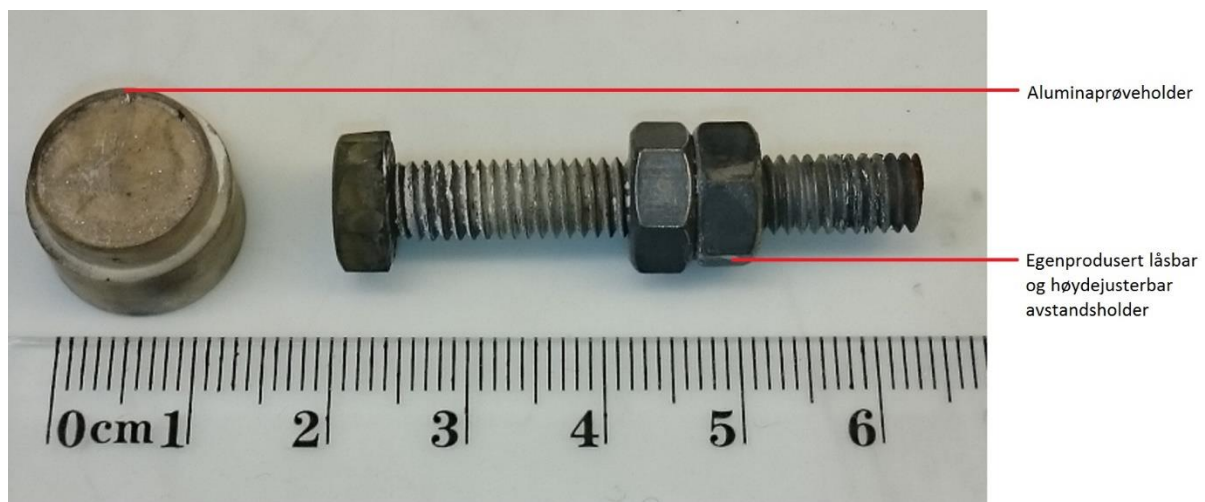
Prøvene til HT-XRD ble kuttet på til prøveemner på 10 x 10 x 1-1,5mm videre pusset til runde prøver slik at de passet i aluminaholderen til røntgendiffraktometeret med en diameter på 10mm. Prøvene ble slipt ned til en diameter på omtrent 9 mm for å sikre at de ikke ødelegger aluminaholderen på grunn av den termiske utvidelsen under oppvarmingen av prøvene. Prøvene ble montert på hver for seg på plexiglassholdere og manuelt slipt og polert. Prøvene ble ikke innstøpt da det er vanskelig å fjerne disse fra innstøpingsmassen. Normalt kan prøven legges i flytende nitrogen, dette gjør innstøpningsmassen sprø slik at den kan knuses. Dette kunne ikke utføres fordi det var en fare for at restaustenitt i materialet kunne omdannes til martensitt og gjøre videre analyser feil. Prøvene ble elektropolert etter polering. Elektropolering fjerner overflaten på prøven uten deformasjon og er nyttig for å hindre at restaustenitten i prøven skal omdannes til martensitt og gi feilkilder ved XRD-analysene.

Det ble produsert 8 prøver, 3 til selve forsøkene og 5 prøver til kalibrering av røntgendiffraktometeret.

Analysene ble gjort i en Buker D8 Advance med påmontert varmerigg i vakuum/gasskammer for å kunne kjøre forsøket i en kontrollert nitrogenatmosfære.

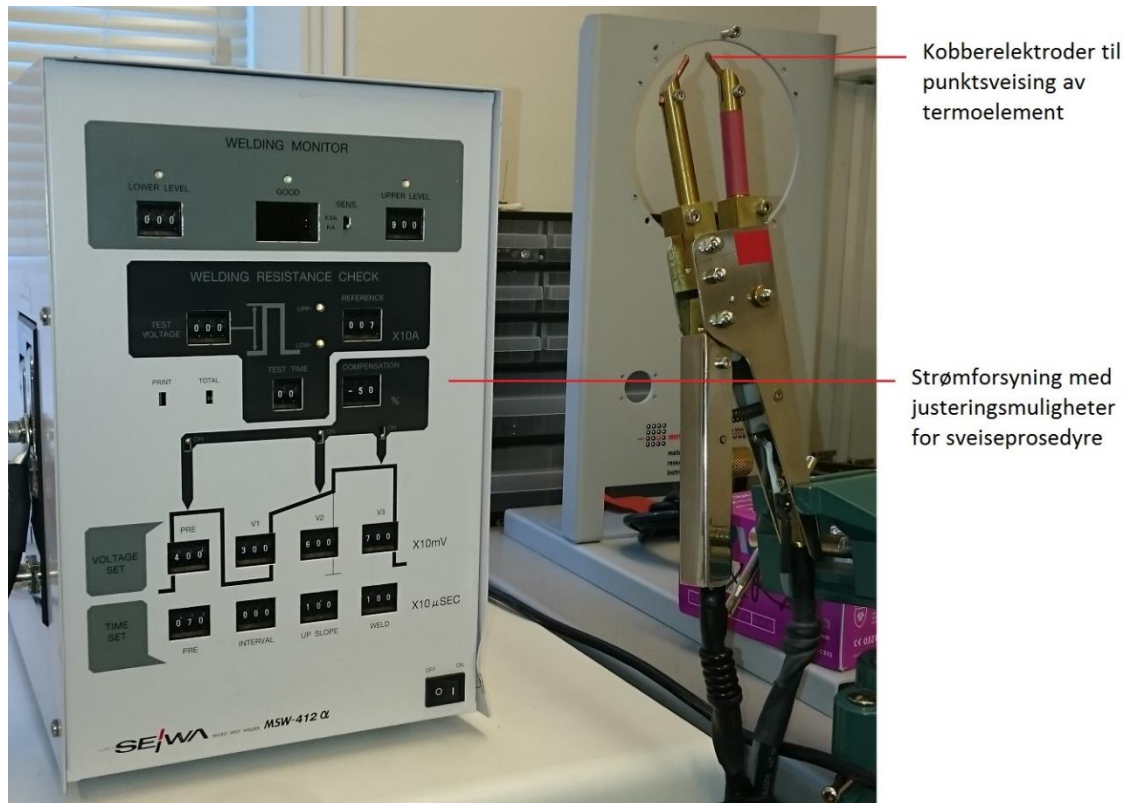
3.5 Oppsett for HT-XRD forsøk

For å kunne gjøre høytemperaturforsøk i røntgendiffraktometeret måtte det bygges en prøverigg i varmekammeret. Det originale oppsettet begrenset muligheten for skann på høyere 2 θ -vinkler større enn 75°. I dette forsøket var det ønsket å kunne foreta skann med 2 θ -vinkel opp mot 90°. For å få dette til måtte prøveholderen senkes i forhold til den opprinnelige plasseringen. Da den originale avstandsholderen var i alumina og ikke kunne kappes til ønsket lengde ble det tilpasset en sekskantet maskinskrue med to muttere som ble kappet og slipt slik at prøven kunne monteres lavere i varmekammeret. Bruk av to muttere som skrur mot hverandre gjør at de oppfører seg som en låsemutter og forhindrer at høyden på prøven ikke endres utilsiktet. Den sekskantede toppen på skruen måtte slipes ned slik at den passet inn i aluminaholderen, begge kan sees i Figur 3.5-1.

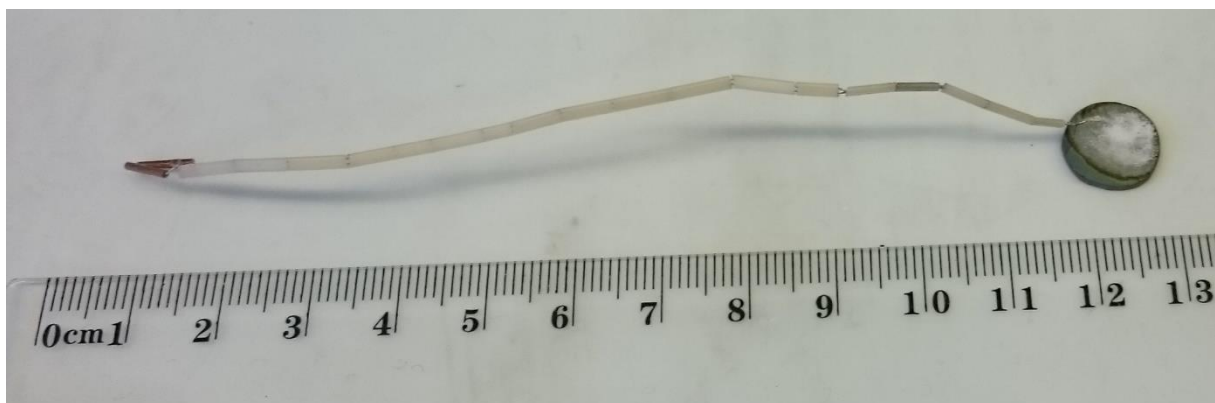


Figur 3.5-1 T.v. alumina prøveholder hvor stålprøven legges i på toppen med påsveiset termoelement T.h. kan den justerbare avstandsholderen sees. Ved å skru de to mutrene mot hverandre låses høyden på avstandsholderen.

For å kontrollere temperaturen på prøvene under forsøket ble et S-type termoelement punktsveist på prøven. Punktssveiseapparatet brukt i klargjøringen av prøvene kan sees i Figur 3.5-2. Et ferdig prøveoppsett kan sees i Figur 3.5-3.



Figur 3.5-2 Punktssveisingssapparat brukt til festing av termoelement på stålprøven for kontroll av temperatur under XRD-forsøk. Kobberelektrodenes presses sammen og en spenning settes opp mellom dem. Ved å plassere stålprøven med termoelementet mellom kobberelektrodenes sveises disse sammen.



Figur 3.5-3 Testoppsett fra HT-XRD. Aluminiumbelagt stålprøve med påsveist S-type termoelement. Aluminiumpulveret ble blandet med etanol og overført til prøven med en pipette. Pålegging av alumina ble brukt for å justere høyden til prøven i røntgendiffraktometeret.

Som vist i Figur 3.5-3 er det punktssveist et S-type termoelement på stålprøven. Dette ble gjort for å kontrollere temperaturen på prøven gjennom hele forsøket. Det hvite pulveret på prøven er aluminiumpulver som er lagt på for å justere høyden på prøven i ovnen før forsøket starter. Dette var nødvendig siden det originale prøveoppsettet ikke kunne kjøre skann over det ønskede vinkelområdet.

Styringssystemet for røntgendiffraktometeret var ikke kalibrert for termoelementet brukt i denne oppgaven. Derfor ble det kjørt et temperaturforsøk med en aluminiumbelagt prøve hvor prøven ble

varmet opp i intervaller på 50°C til 700°C. For hvert 50°C steg ble det gjort et skann som gjorde det mulig å se den termiske utvidelsen til aluminapartiklene på stålprøven. Alumina har en kjent utvidelseskoeffisient og ved å beregne økningen i atomavstanden på bakgrunn av forskyvningen av intensitetstoppene for hver 50°C var det mulig å beregne den reelle temperaturen på prøven. Beregningene ble utført ved hjelp av Excel og kurvetilpassing av den beregnede gitterparameteren mot den kjente termiske utvidelsen til materialet. I Tabell 3-2 under kan de beregnede temperaturene for anløpningen av stålet i dette forsøket.

Tabell 3-2 Anløpingstemperatur og beregnet temperatur for å oppnå anløpingstemperatur på prøven. Tidene baserer seg på temperaturdifferansen fra 30°C og den beregnede temperaturen for forsøket. Det er den temperaturen som styrer oppvarmingshastigheten i forsøket.

Anløpingstemperatur [°C]	Beregnet temperatur for forsøk [°C]	Beregnet oppvarmingstid fra 30°C til anløpingstemperatur
520°C	588°C	98 min
560 °C	632°C	105 min
600°C	675°C	113 min

For høydejustering og tilpassing i røntgendiffraktometeret ble aluminatoppen på 35,127° valgt, da den gir en skarp intensitetstopp som er lett å justere etter. Det kan være utfordrende å treffe nøyaktig på toppen, en med et spenn fra 35,125° - 35,129° er det relativt enkelt å justere prøven.

For å hindre oksidering av prøven og redusere slitasjen på oppvarmingsutstyret ble det brukt ren nitrogen som dekk-gass. Nitrogen ble valgt fordi det er en gass som ikke påvirker intensitetstoppene nevneverdig. Ved bruk av for eksempel argon ville intensiteten falt betraktelig og små topper hadde vært vanskelig å detektere.

Oppvarmingen av prøvene foregikk med den raskeste hastigheten mulig. Den var 0,1°C/s = 6°C/min. Det gir en lengre oppvarmingstid enn den valgt for prøvene til den mekaniske testingen, men var den raskeste oppvarmingen mulig i dette prøveoppsettet. Beregnet oppvarmingstid kan sees i Tabell 3-2.

Prøvene ble varmet opp til anløpingstemperaturen og holdt der i 8 timer, lik som for prøvene anløpt til mekaniske tester. Dette for å kunne sammenlikne prøvene i lysmikroskop senere.

To skannoppsett for testingen ble valgt, et lengre skann over 2θ-vinklene 24-90° som ble kjørt før og etter varmeforsøket og et kort skann på 8 minutter over 2θ-vinklene 40-90° som ble kjørt før og etter varmeforsøket og kontinuerlig under hele anløpningstiden. Årsaken til at det ble valgt et kort skann under anløpningen var for å gi et bilde av hva som skjer under anløpningen av materialet, og for å redusere sjansen for at det foregikk store faseomvandlinger i materialet mens det ble foretatt et skann.

3.6 Mikrostrukturanalyse med lysmikroskop

Til mikrostrukturanalyser ble det tatt ut en prøve fra hver varmebehandlingstemperatur inkludert en herdet prøve. Fra utgangsmaterialet ble det tatt ut en prøve for å vite den originale mikrostrukturen. Videre ble alle HT-XRD prøvene preparert til mikrostrukturanalyser etter HT-XRD forsøkene, disse ble kun polert, da de allerede var slipt, polert og elektrolyt polert før HT-XRD forsøkene.

Alle prøvene ble slipt med SiC-papir med partikkeltetthet fra P320 til P4000 og vann ble brukt som smøremiddel. Polering av prøvene ble gjort med Struers Mol med 6µm og 3µm diamanter og tilslutt polert med Struers Nap 1µm diamanter.

Prøvene ble så elektrolyttert på en Struers LectoPol-5 i 120 sekunder med Struers elektrolytt A3 spenning satt til 20V ved 25°C. Arealet ble satt til 1cm² for elektrolyseringen.

For å få frem mikrostrukturen i stålet ble prøvene etsset i Marble's ets bestående av 4g CuSO₄, 20ml 37% HCl og 20ml H₂O i 30 sekunder med påfølgende vask med etanol.

Lysmikroskopet brukt til mikrostrukturanalysene var et Leica MeF4m med en Jenoptik Laser Optic System ProgRes C10 Plus digitalt kamera. Bildene ble tatt med 100X, 200X, 500X og 1000X total forstørrelse.

3.7 Dilatometer

En prøve i dimensjonen 2x2x30mm ble kuttet opp fra en fullherdet prøve til dilatometertesting. En dilatometertest gir den termiske utvidelsen til materialet og dimensjonsendringer på grunn av faseomvandlinger i materialet. Prøvene ble varmet opp til 1400°C med en hastighet på 2°C/min og avkjølt til romtemperatur igjen med samme hastighet. Testen ble utført ved Institutt for materialteknologi ved NTNU. Nitrogen ble brukt som dekk-gass for å hindre oksidering av materialet.

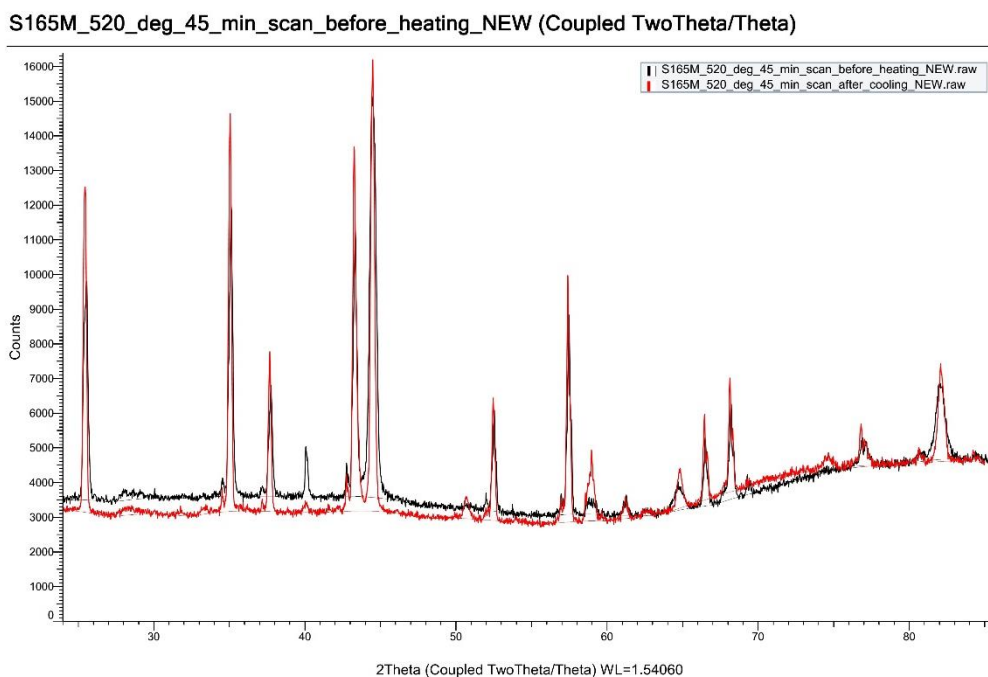
4 Resultater

4.1 HT-XRD analyser

To oppsett ble valgt for HT-XRD analysene. Et oppsett skannoppsett på 45 minutter over 2θ -vinklene $24-90^\circ$ ble kjørt før og etter høytemperaturforsøkene for å se forskjeller i materialet med høyere oppløsning. For skann under høytemperaturdelen var skanntiden 8 minutter og over 2θ -vinklene $40-90^\circ$ for å få med vesentlige toppene for materialet. Kort skanntid ble valgt for å kunne se utviklingen gjennom varmebehandlingen på den gitte temperaturen.

Alle analysene vil ha intensitetstopper fra aluminabelegget, da dette brukes for å bestemme nøyaktig temperatur og høydetilpassing av prøven i røntgendiffraktometeret.

4.1.1 Analyse ved 520°C

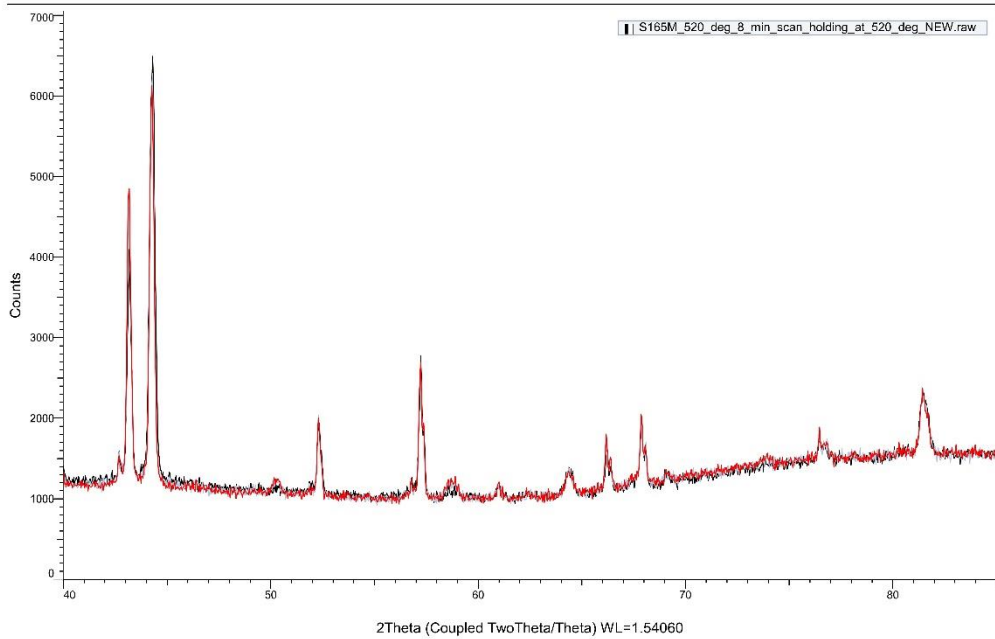


Figur 4.1-1 Svart graf viser til skannet før oppvarming og rød graf viser til skannet etter at prøven har blitt avkjølt til romtemperatur igjen. Tydelige endringer i intensitetstopper ved 2θ -vinklene sees ved 40° , 50° og 59° .

Figur 4.1-1 viser forandringen i intensitetstopper før og etter varmebehandling ved 520°C i 8 timer. De interessante toppene er de med tydelig endret intensitet.

Toppene av interesse ved HT-XRD forsøket ved 520°C er på 2θ -vinklene 40° , 50° og 59° . For toppen ved 40° er det en reduksjon av intensiteten, som indikerer at andelen av fasen er redusert etter varmebehandlingen. Ved 2θ -vinkel 50° har det etter varmebehandling blitt dannet en ny fase som antas å være austenitt. Grunnen til at det kan antas at det er dannet en ny fase er at det kun er på analysen gjort etter varmebehandlingen det er en intensitetstopp. Intensitetstoppen ved 2θ -vinkel 59° har en høyere intensitet etter varmebehandling, noe som indikerer at den tilhørende fasen har økt i andel.

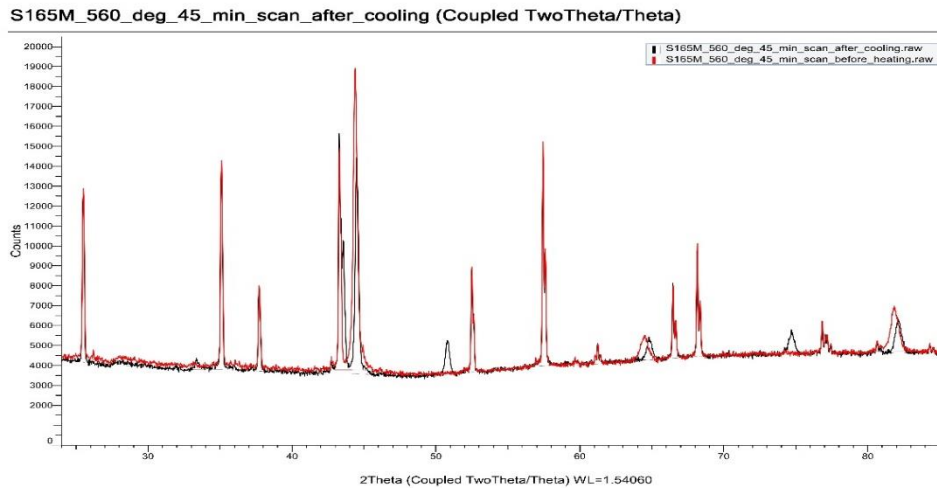
S165M_520_deg_8_min_scan_holding_at_520_deg_NEW (Coupled TwoTheta/Theta)



Figur 4.1-2 Viser tre 8 minutters analyser av materialet hhv ved start av varmebehandling, etter 4 timer og etter 8 timer rett før avkjøling

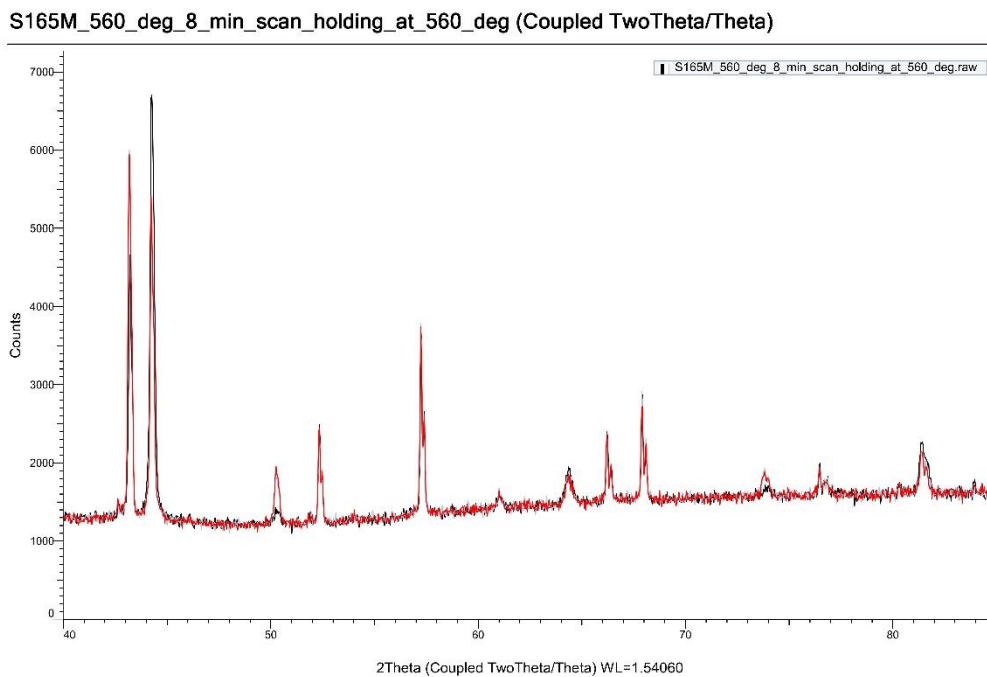
Som Figur 4.1-2 viser er det ikke like tydelige endringer i materialet under varmebehandlingen. Den svarte linjen representerer startanalysen og den rød viser analysen etter 8 timer. Det kan sees en liten endring ved 2θ -vinklene 50° og 59° som i forrige avsnitt, men grunnet kortere skannetid og høyere steglengde er de ikke like fremtredende. Begge viser en økning av faseandelen av austenitt da intensitetstoppene øker.

4.1.2 Analyse ved 560°C



Figur 4.1-3 Rød graf viser 45 minutter analyse før varmebehandling og svart graf viser analyse etter varmebehandling. Interessante 2θ -vinkler er 50° , 65° , 75° og 83° .

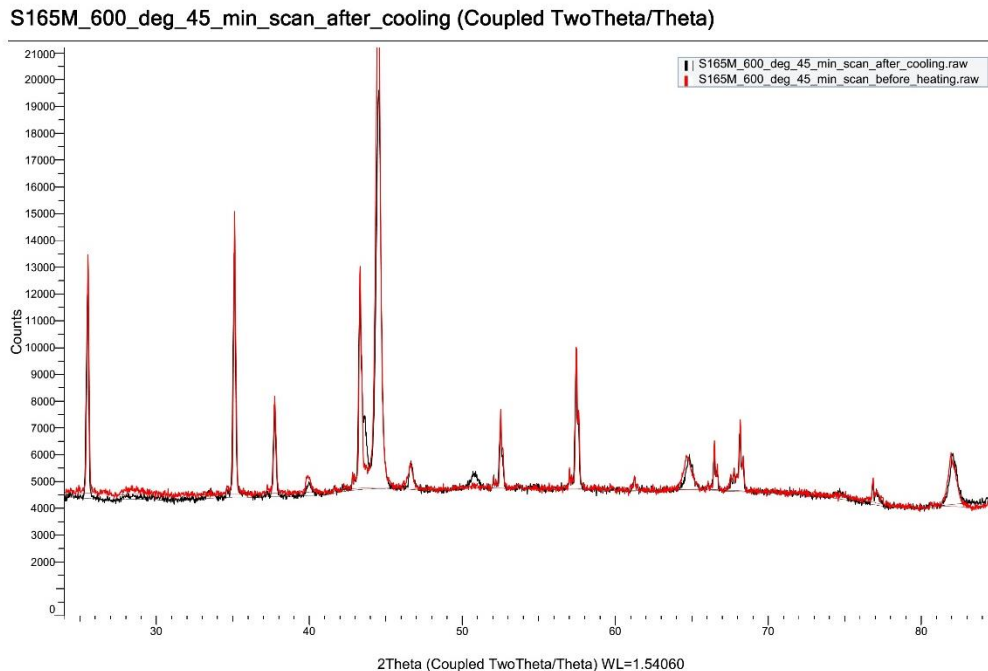
Analysene i Figur 4.1-3 gjort med 45 minutter skannetid viser to nye intensitetstopper ved 2θ -vinklene 50° og 75° . Det er nydannede faser som er dannet under varmebehandlingen. 2θ -vinklene 65° og 83° har flyttet seg mot høyre etter varmebehandlingen og indikerer at gitterparameterne til fasen er endret.



Figur 4.1-4 Analyser under varmebehandling på 560°C . Svart graf er første skann, lyseblå er etter 4 timer og rød er siste skann etter 8 timer før avkjøling. Forskjellen på lyseblå og rød graf er nesten ikke synlig. 2θ -vinklene med endring er 50° og 74° .

Endring av fasesammensetning gjennom varmebehandlingen ved 560°C er synlig på 2θ-vinklene 50° og 74° i Figur 4.1-4. I begge tilfellene er intensiteten høyere ved siste analyse, som indikerer en økning i faseandelen.

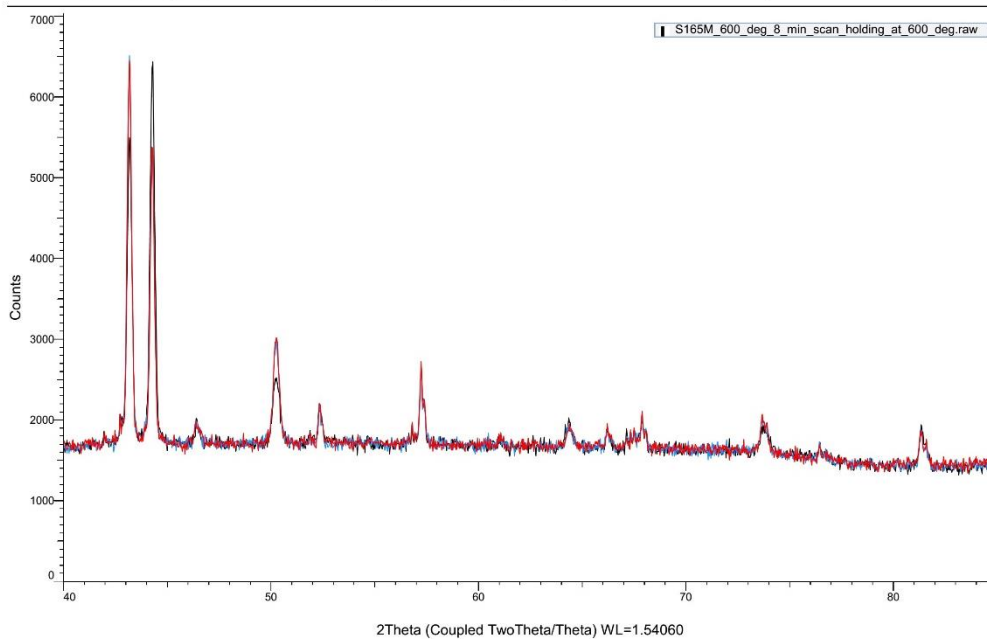
4.1.3 Analyse ved 600°C



Figur 4.1-5 Rød graf viser skann før anløpning og svart graf viser skann etter anløpning. Ikke nevneverdig endring av intensitetstopper før og etter skann. Dette tyder på at strukturen er relativt lik før og etter. En liten austenittopp synlig etter anløpning ved 2θ-vinkel 50°. Ingen synlig austenittopp ved 2θ-vinkel 74°.

For prøven anløpt ved 600°C er det kun ved 2θ-vinkel 50° det er en liten synlig austenittopp etter anløpning dette kan sees i Figur 4.1-5. Dette tyder på at strukturen i materialet er hovedsakelig martensittisk. Denne prøven har en lavere austenittandel enn prøvene anløpt på lavere temperaturer.

S165M_600_deg_8_min_scan_holding_at_600_deg (Coupled TwoTheta/Theta)



Figur 4.1-6 Skann gjort under varmebehandling ved 600°C. Sort linje er første skann etter at prøven har blitt 600°C, austenittoppene ved 2 θ -vinklene 50° og 74° er allerede synlig. Noe økning i intensiteten ved 2 θ -vinkel 50° for måling gjort etter 4 timer. Ingen videre endring gjennom anløpningen er synlig.

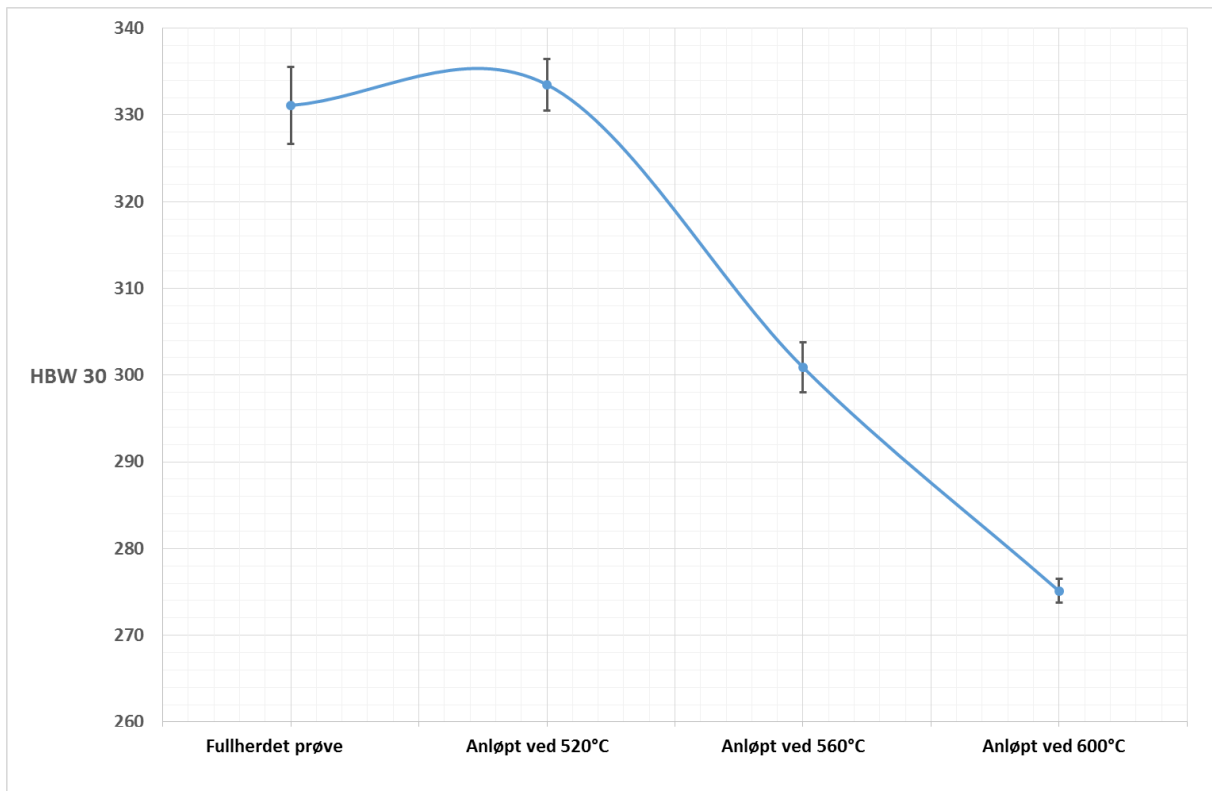
Under anløpning på 600°C er det tydelige austenittopper på 2 θ -vinklene 50° og 74°, disse toppene er synlige alt fra første måling, noe som tyder på at noe av martensitten ble omdannet til austenitt før prøven oppnådde anløpingstemperaturen. Det er lite endring av intensitetstoppene gjennom anløpningstiden, kun 2 θ -vinkel 50° viser en utvikling fra første måling til målingen gjort etter 4 timer.

4.2 Hardhetsmålinger

Bulkhårdhetsmålingene i denne oppgaven er gjort i Brinellhardhet HBW 30 med en wolframkarbidkule med diameter 2,5 mm og en last på 187,5 kgf, dette tilsvarer testmetoden i ASTM A370 standarden. Vickers mikrohårdhetsmålinger med last på 50 gf og 100 gf er brukt for å bestemme hardheten i martensitten og δ -ferritten.

4.2.1 Brinell hardhet HBW30

Hardhetsinntrykkene i stålet ble gjort med 10 inntrykk i hver prøve.



Figur 4.2-1 Brinell hardhet HB30 for S165M. Ingen endring i hardhet observert mellom fullherdet prøve og prøve anløpt ved 520°C. Gjennomsnittlig hardhet på henholdsvis 331,1 HB30 og 333,5 HB30. Redusert hardhet i prøver anløpt ved 560°C, gjennomsnitt 300,9 HB30, og 600°C med gjennomsnittlig hardhet på 275,1 HB30.

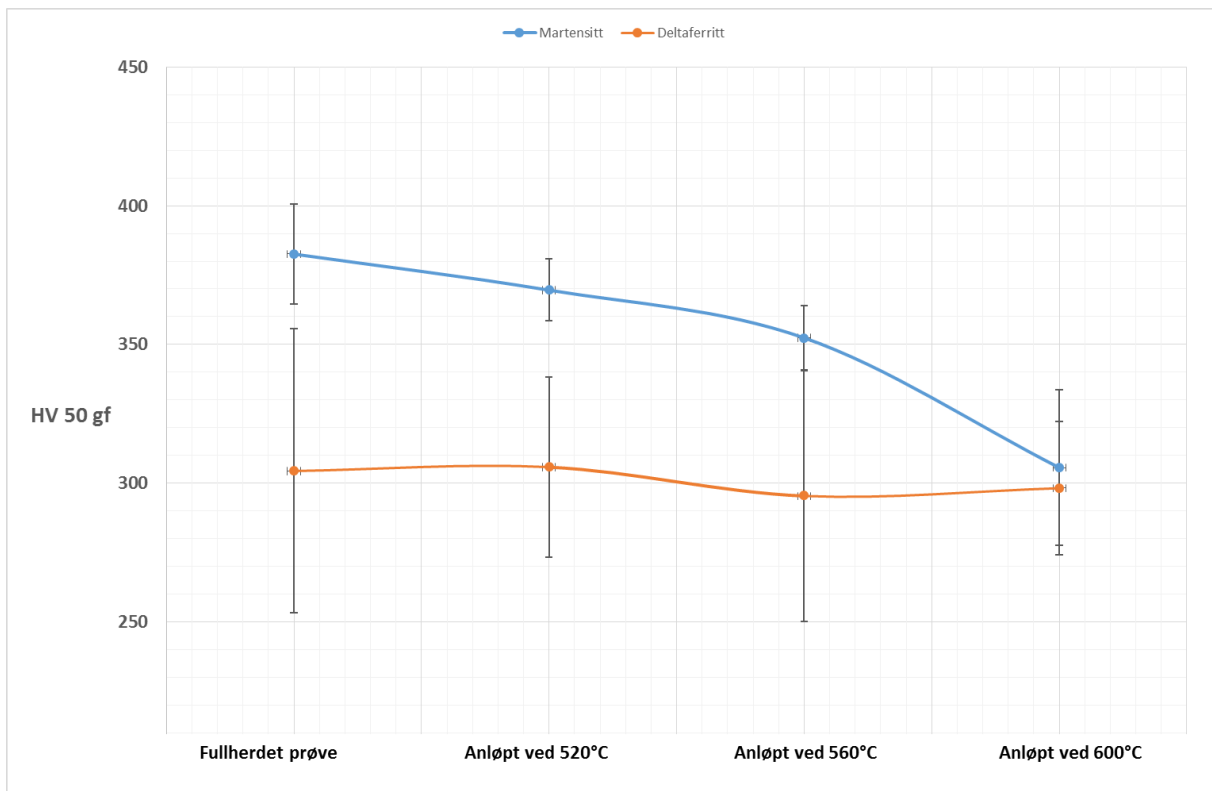
Hardhetsmålingene i viser ingen reduksjon i hardhet fra fullherdet prøve til prøve anløpt ved 520°C i 8 timer. Her er gjennomsnittlig hardhet 331,1 HBW30 for fullherdet prøve og 333,5 HWB30 for prøve anløpt ved 520°C i 8 timer. For prøven anløpt ved 560°C er gjennomsnittlig hardhet 300,9 HBW30 og for prøven anløpt ved 600°C er den 275,1 HBW30. Det er en tydelig reduksjon i hardhet som funksjon av anløpingstemperatur.

4.3 Vickers mikrohardhetsmåling

I denne oppgaven er det brukt mikrohardhetsmåling for å bestemme hardheten til de forskjellige fasene i materialet. 50gf last og 100gf last er brukt for å måle de spesifikke fasenes hardhet. Det er gjort målinger i martensitt og i δ -ferritt. Det ble gjort 5 inntrykk i hver fase i hver av prøvene, dvs. 5 inntrykk i martensitt og 5 inntrykk i δ -ferritten.

4.3.1 HV 50 gf målinger

Vickers mikrohardhetsmålinger med en last på 50 g gjorde det mulig å sette inntrykk i små faser i materialet for å se på forskjeller mellom små og store δ -ferrittområder i stålet.

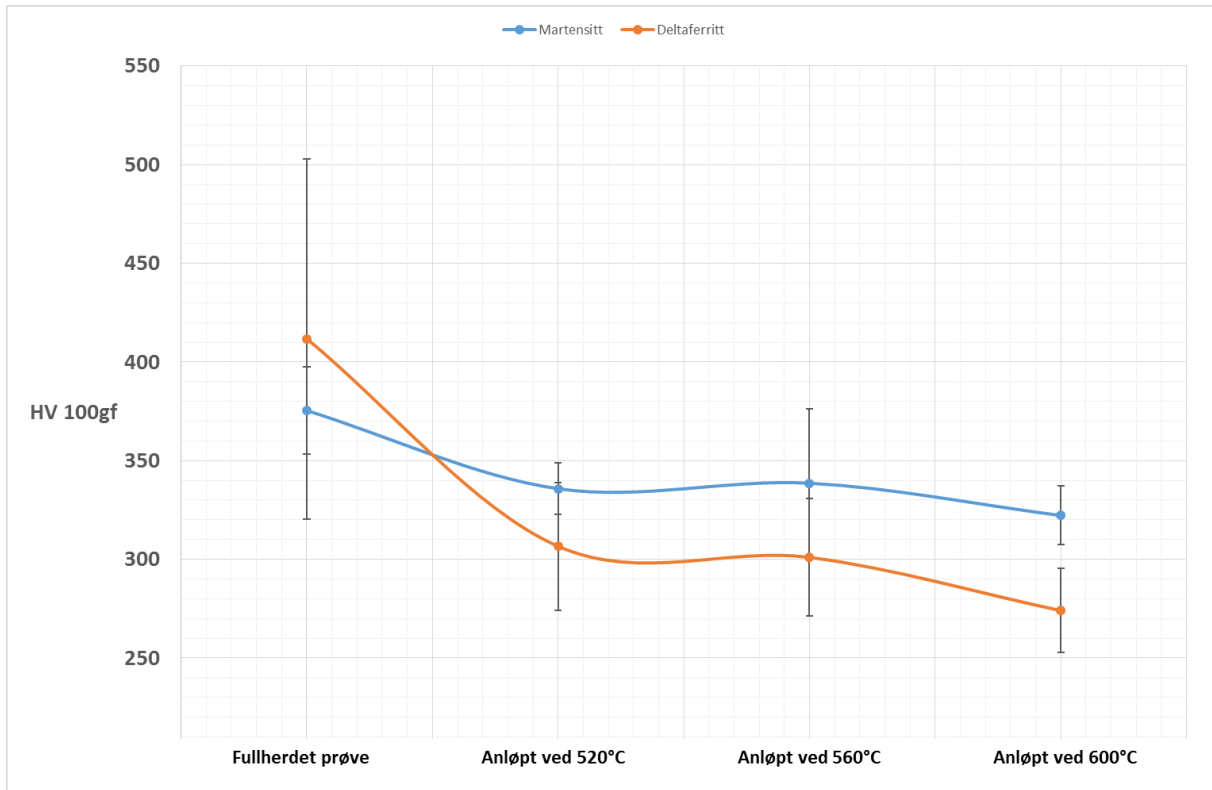


Figur 4.3-1 Hardhetsmålingene ved 50 gram last viser en reduksjon i hardhet i martensitten på omtrent 70 HV 50gf, dette viser at hardheten i martensitten går ned med økende anløpingstemperatur. δ -ferritten viser ingen tegn til endring i hardhet som funksjon av anløpingstemperatur.

I Figur 4.3-1 over viser martensitten en jevn reduksjon i hardhet fra fullherdet prøve med en hardhet på 380 HV 50gf til prøven anløpt ved 600°C med en hardhet på omtrent 305 HV 50gf. δ -ferritten har en gjennomsnittlig hardhet på omtrent 300 HV 50gf i alle prøvene. δ -ferrittmålingene er gjort i områder hvor δ -ferritten er så stor at inntrykket kun settes i denne fasen.

4.3.2 HV 100gf målinger

Vickers mikrohardhetsmåling med en 100gf last ble også utført. Dette for å måle hardhet i større δ -ferrittområder og se om det var forskjeller i målte hardheter med økende last i martensitten. Inntrykkene ble gjort over hele prøveflaten for å gi et bilde av bulkhardheten til materialet, da inntrykkene er små og lokale variasjoner i hardhet kan forekomme.



Figur 4.3-2 Hardhetsmålingene utført med 100 grams last viser stor spredning med veldig store standardavvik med et standardavvik for δ -ferritt i fullherdet prøve på 91,3. For martensitten viser ikke denne like stor reduksjon i hardhet som for målingene gjort med 50 gram last, hardeste prøve var den fullherdede, mens prøven anløpt ved 520°C har en lavere hardhet enn prøven anløpt ved 560°C.

Som Figur 4.3-2 over viser er det ikke en like tydelig trend i utviklingen av hardheten med 100 grams last. Martensitten viser en reduksjon fra fullherdet prøve til prøven anløpt ved 520°C, men en liten økning i hardheten for prøven anløpt ved 560°C. Videre er det en reduksjon i hardhet for prøven anløpt ved 600°C. For δ -ferritten har den en svært høy hardhet i den fullherdede prøven med en gjennomsnittlig hardhet på 410 HV 100gf, mens den er i området 300-310 HV 100gf for prøvene anløpt ved 520°C og 560°C for så å reduseres til 275 HV 100gf for prøven anløpt ved 600°C.

4.4 Strekkprøving

All strekkprøving i denne oppgaven er gjort av NOMAC AS på Jørpeland. To strekkforsøk ble gjort ved hver temperatur, men for en prøve ved 520°C forsvant rådatafilen fra deres system. For denne har det bare blitt med dataene oversendt rett etter forsøket ble gjennomført.

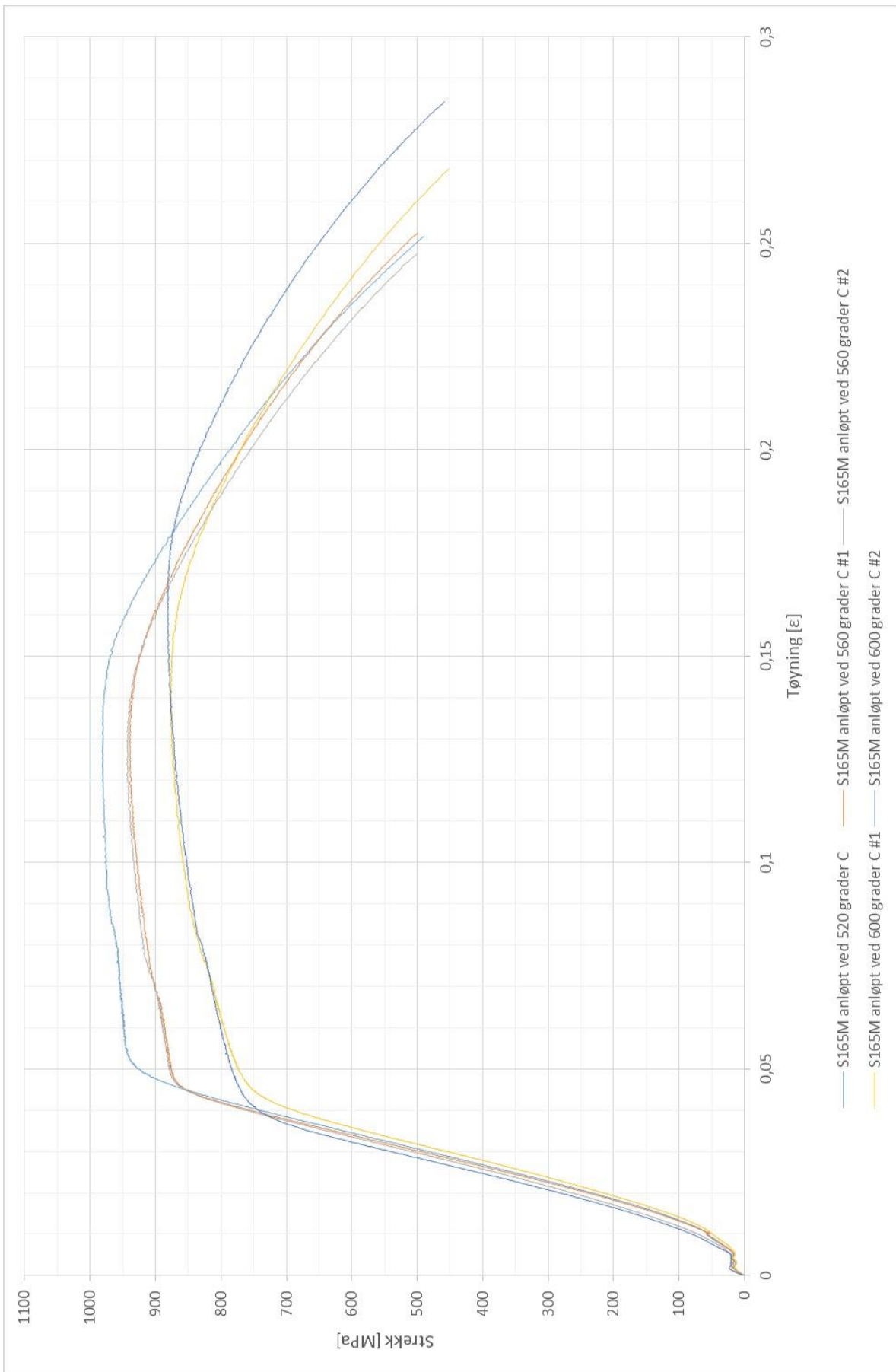
Tabell 4-1 Oversikt over strekkforsøkene i oppgaven.

Temperatur [°C]	Flytegrense [MPa]	Flytegrense gjennomsnitt [MPa]	Strekkfasthet [MPa]	Strekkfasthet gjennomsnitt [MPa]	Forlengelse [%]
520°C	935	938	982	992	22
520°C	941		1002		20
560°C	861	860,5	941	942,5	22
560°C	860		944		21
600°C	744	747	877	879,5	23
600°C	750		882		22
1000°C	667	667	1142	1142,5	16
1000°C	667		1143		15

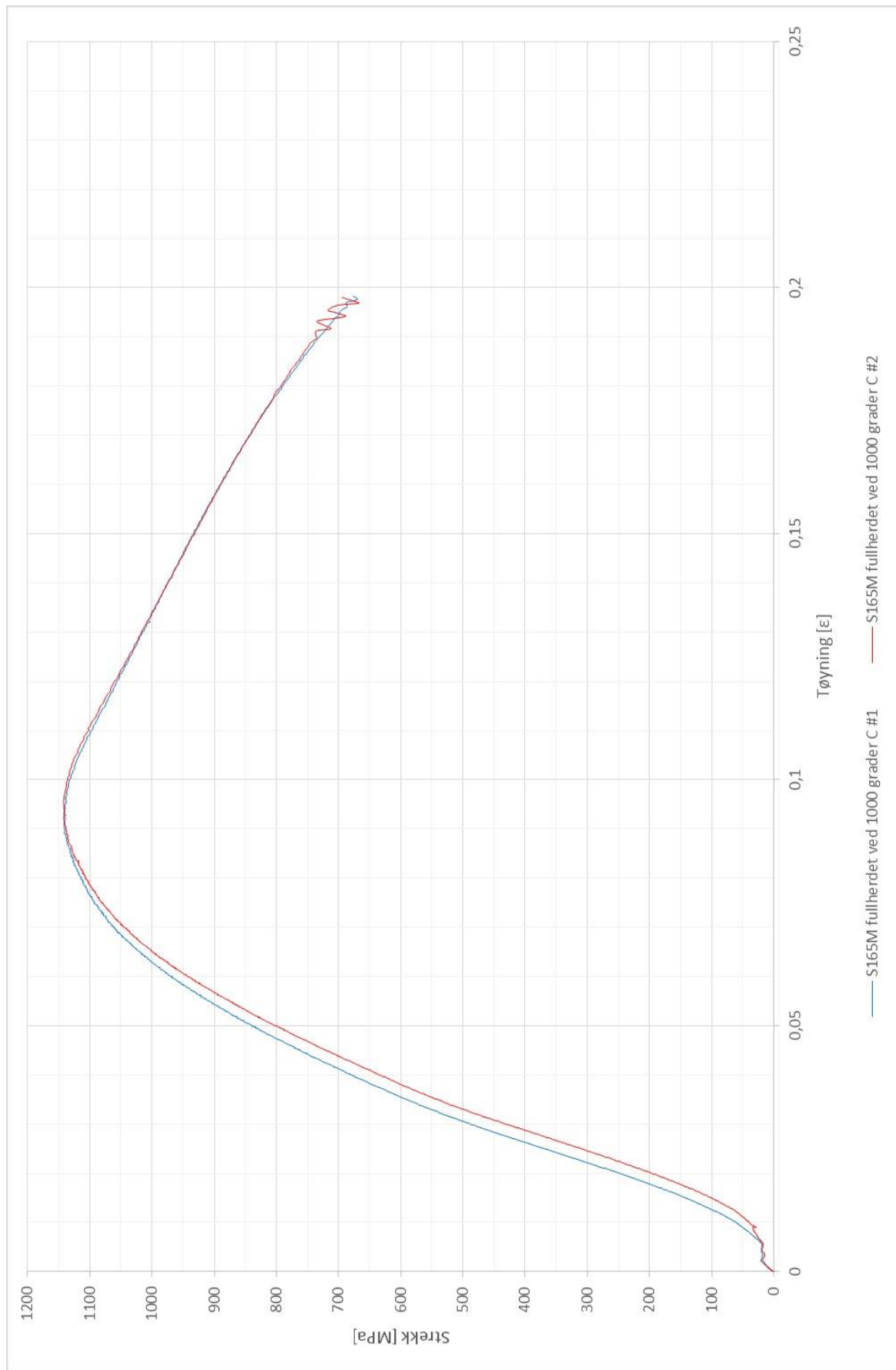
Tabell 4-1 over viser resultatet fra strekkforsøkene. Den fullherdede prøven har en meget lav flytegrense, men har den høyeste strekkfastheten. De anløpte prøvene får en redusert flytegrense og strekkfasthet med økende anløpingstemperatur. En interessant observasjon er flytegrensen til den fullherdede prøven. Den har en tydelig lavere flytegrense enn de anløpte prøvene med flytegrense på 667 MPa, men den har den høyeste strekkfastheten på 1142,5 MPa. Alle de anløpte prøvene har en forlengelse før brudd på 20% – 23%, mens den for den fullherdede prøven har en forlengelse før brudd på 15% - 16%. Det indikerer at de anløpte prøvene har en høyere duktilitet enn den fullherdede. Dette er til tross for at det er et kortere spenn mellom flytegrensen og strekkfastheten til de anløpte prøvene enn for de fullherdede prøvene.

Spenning-tøyningskurvene til de anløpte prøvene kan ses i Figur 4.4-1 på neste side og for de fullherdede prøvene i Figur 4.4-2 på den påfølgende siden. For de anløpte prøvene viser kurvene at flytespenningen og strekkfastheten reduseres med økende anløpingstemperatur. Videre er det en skarp overgang fra elastisk deformasjon til plastisk deformasjon.

For de fullherdede prøvene observeres det i Figur 4.4-2 at materialet har to områder med lineær forlengelse. Endringen skjer ved omtrent 600MPa og er årsaken til at materialet har fått en flytespenning på 667 MPa. Videre har det fullherdede materialet en tydelig topp som gir strekkfastheten etter en mye lavere tøyning enn for de anløpte prøvene. Fullherdet prøve når strekkfastheten etter en tøyning på omtrent 0,095 mens for de anløpte er tøyningen 0,15 – 0,18. Dette viser at de anløpte prøvene har en høyere duktilitet enn de fullherdede.



Figur 4.4-1 Strekkurver for de anløpte prøvene. For en prøve ved 520°C mangler rådatafilen, så det var ikke mulig å lage en strekkurve. Dette er ingeniør spenning-tøyningskurver hvor det ikke har blitt tatt hensyn til arealendringen i det innsnevrede området på prøven. Kurvene viser en relativt høy last må påføres før materialet får en tydelig plastisk deformasjon.



Figur 4.4-2 Strekkurver for fullherdet materiale. I fullherdet versjon har materialet en uvanlig oppførsel hvor det er en plastisk deformasjonsdel i det som normalt omtales som den elastiske delen av spenning-tøyningskurven. Derfor er flytespenningen satt så lavt som 667MPa, mens flytespenningen er 1142-1143 MPa.

4.5 Mikrostrukturanalyser

Til å studere mikrostrukturen til S165M stålet i denne oppgaven er det brukt lysmikroskop. Dette gir et bilde av hvordan strukturen til materialet er og kan brukes til fasebestemmelse, kornstørrelsemålinger og struktur i materialet.

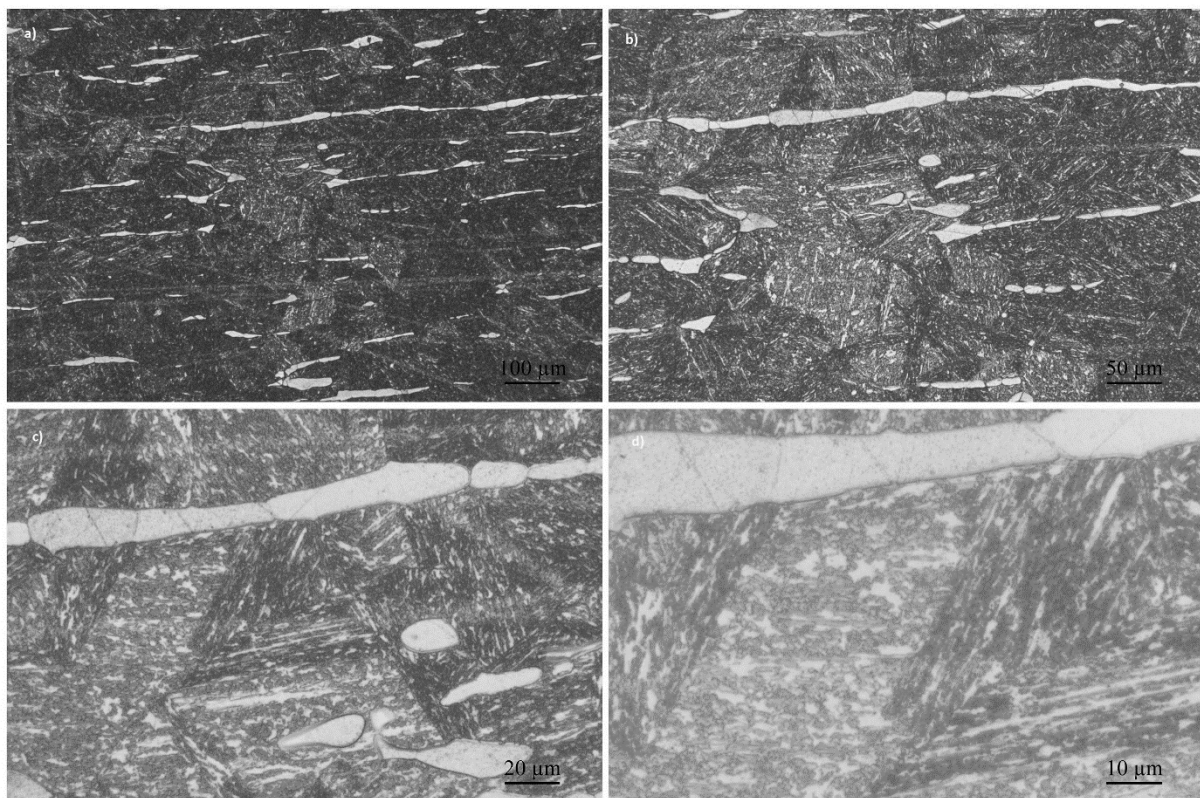
Både HT-XRD prøvene og prøvene til mekanisk testing er analysert for å se på forskjeller og likheter mellom dem. Mikrostrukturbildene er tatt med 100X, 200X, 500X og 1000X forstørrelse. Områdene som er fotografert er valgt for å gjenspeile hvordan materialet er over hele overflaten.

For mikrostrukturanalysene ble det brukt den del av et skårslagsprøveemne på 5 cm. Dette er de samme prøvene som ble brukt til all hardhetsmåling av materialet.

Sammenligningen mellom prøvene er gjort ved å se på alle prøvene ved hver av forstørrelsene og se etter likheter og ulikheter.

4.5.1 Mikrofotografier av utgangsmaterialet

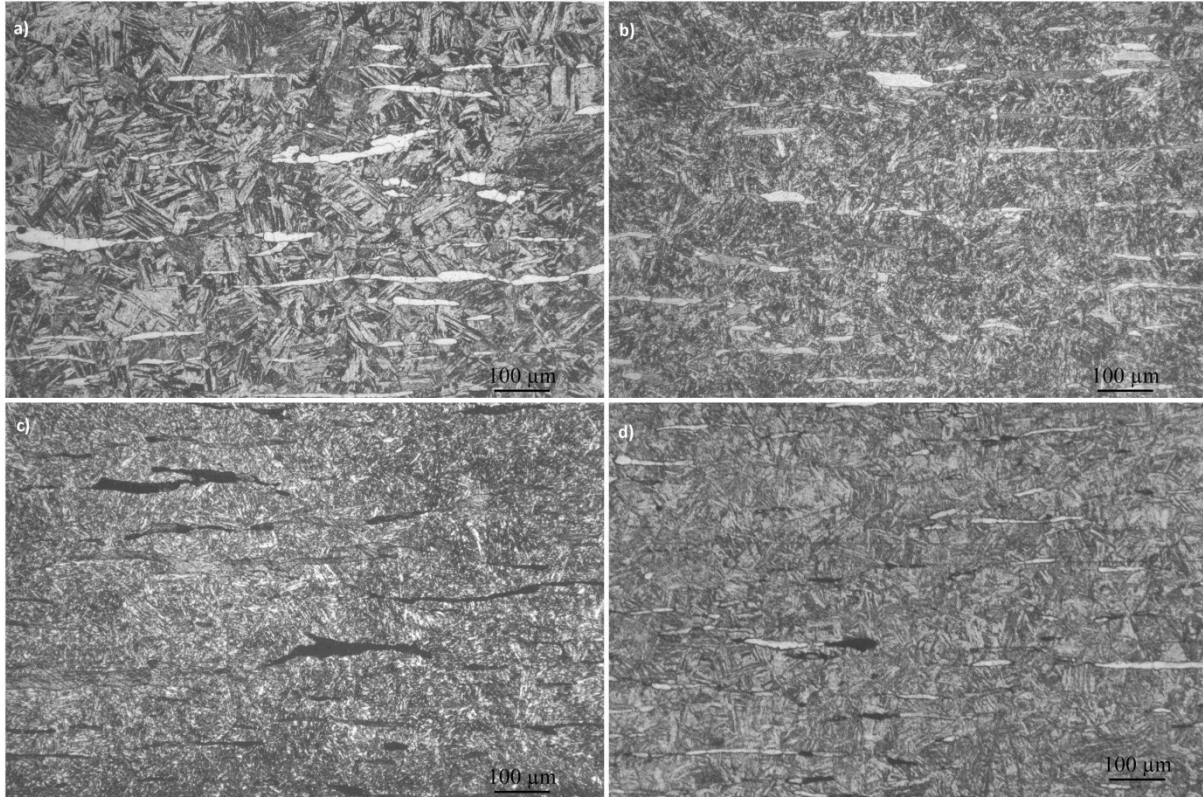
Stålet levert av Scana Steel Stavanger AS var herdet ved 1000°C og anløpt ved 560°C i 8 timer, dette er likt som den ene parallellen gjort i denne oppgaven. Mikrofotografier av utgangsmaterialet ble tatt for å kunne sammenlikne strukturen mellom utgangsmaterialet og parallellen med lik varmebehandling i denne oppgaven. Figur 4.5-1 viser utgangsmaterialet, prøven viser tydelig δ -ferritten og martensittstrukturen er tydelig anløpt.



Figur 4.5-1 Bilder av utgangsmaterialet tatt med hhv 100X, 200X, 500X og 1000X forstørrelse. δ -ferritten er synlig som hvite striper i materialet. De opprinnelige austenittkorn grensene er synlige i alle bildene som skarpe linjer som skiller martensitten fra hverandre. Utgangsmaterialet har en tydelig anløpt martensittstruktur.

4.5.2 Mikrofotografi tatt med 100X forstørrelse

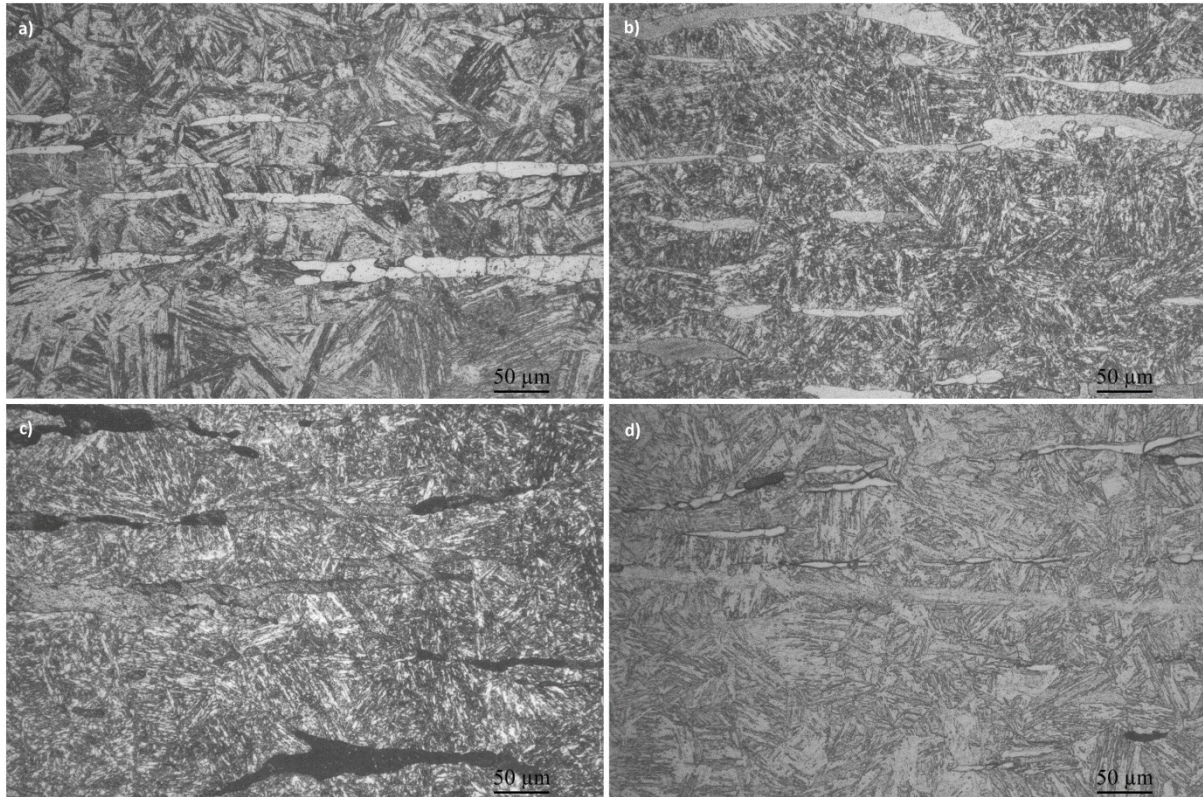
Bildene i Figur 4.5-2 viser et overblikk ved 100X forstørrelse, i hovedsak er det ved denne forstørrelsen bare mulig å se store strukturelle forskjeller. Det er bilde a) anløpt ved 520°C som har den største synlige forskjellen ved denne forstørrelsen. Den er tydelig mindre anløpt enn de andre. Bilde d) er for den fullherdede prøven og gir et bilde av den opprinnelige strukturen før anløpning. Sorte områder i bilde c) og d) i Figur 4.5-2 er δ -ferritt som har løsnet fra resten av prøven, dette har mest trolig skjedd under polering av prøven og viser at δ -ferritten ikke har en god binding til resten av materialet.



Figur 4.5-2 Bilde av alle prøvene ved 100X forstørrelse. a) Anløpt ved 520°C, b) Anløpt ved 560°C, c) Anløpt ved 600°C og d) fullherdet ved 1000°C. Fra a-c kan det se ut som mikrostrukturen får en mørkere og tettere martensittstruktur. Det ser ut til å være omtrent like andeler av δ -ferritt i alle prøvene. d) er den fullherdede prøven hvor prøven antas å være fullmartensittisk.

4.5.3 Mikrofotografi tatt med 200X forstørrelse

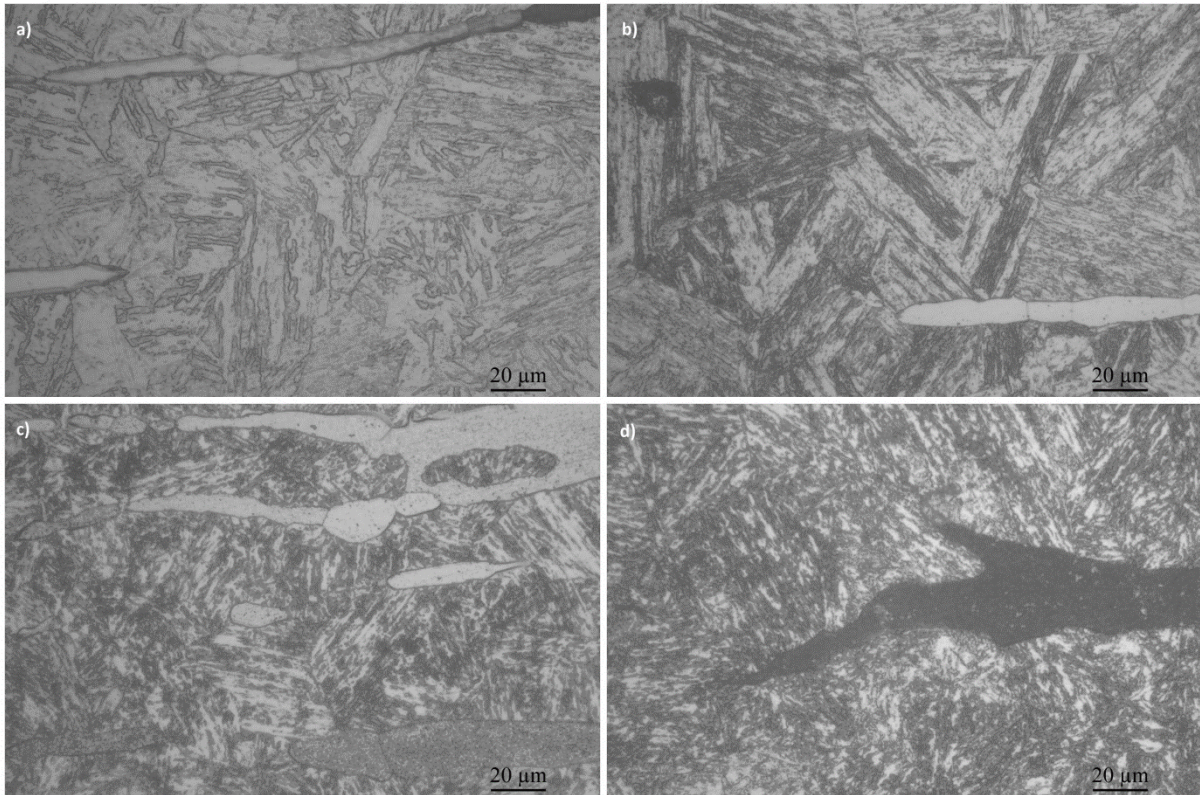
Ved 200X forstørrelse er det lettere å se forskjeller i strukturen mellom prøvene den fullherdede prøven er her og tatt med for å gi et bilde av hvordan materialet var før anløpning. Figur 4.5-3 under viser at det er størst forskjell mellom prøven anløpt ved 520°C (a) og resten. Strukturen ser grovere ut og det er lettere å se retningen på martensitten i materialet enn for de to andre anløpte prøvene.



Figur 4.5-3 Bilde av alle prøvene ved 200X forstørrelse. a) Anløpt ved 520°C, b) Anløpt ved 560°C, c) Anløpt ved 600°C og d) fullherdet ved 1000°C. I a) anløpt ved 520°C ser martensitten grovere ut med bredere nålestruktur enn i b) og c) hhv, 560°C og 600°C anløpingstemperatur. d) Fullherdet prøve gir et inntrykk av opprinnelig struktur i materialet før anløpning.

4.5.4 Mikrofotografi tatt med 500X forstørrelse

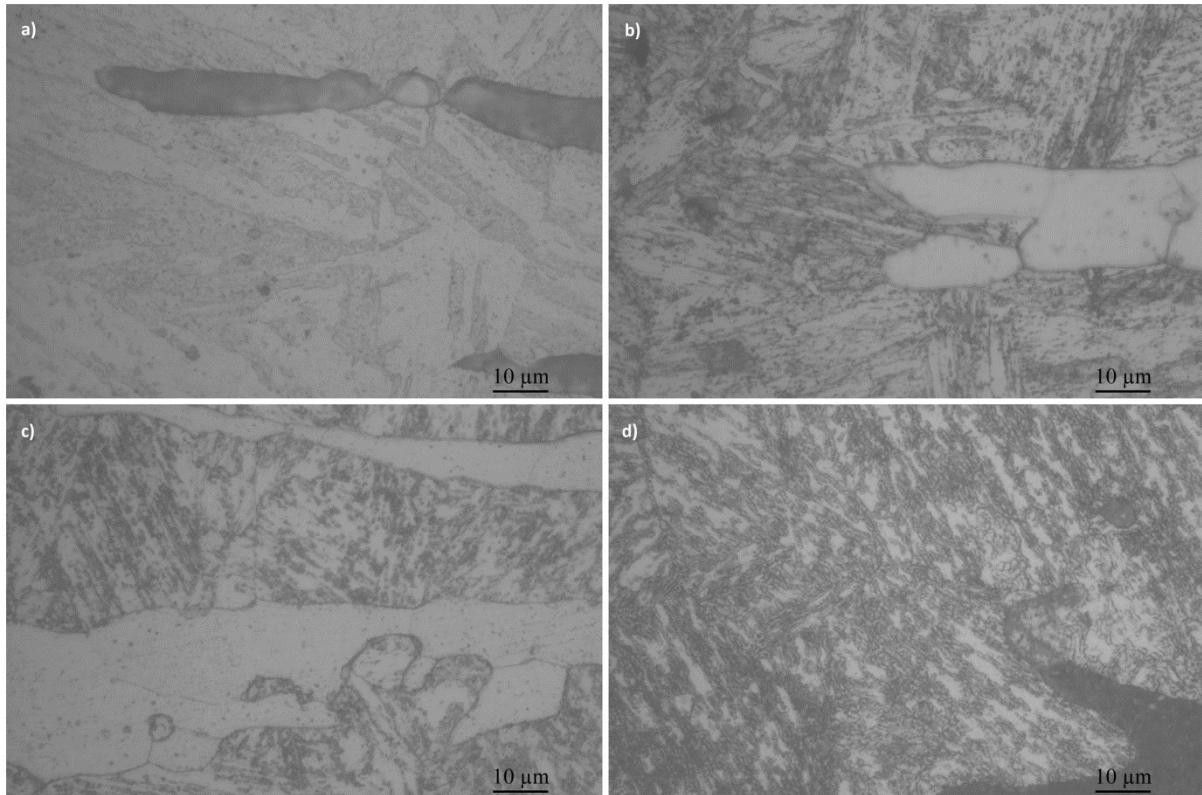
Ved 500X forstørrelse som vist i Figur 4.5-4 under viser at graden av anløpt martensitt øker med økende anløpingstemperatur og det blir vanskeligere å skille ut de opprinnelige austenittkornene med økende temperatur. Videre observeres det at martensitten ser tettere og finere ut, noe som antyder at den har blitt mer anløpt. δ -ferritten ser ikke ut til å være påvirket av varmebehandlingen. Det sorte feltet i bilde d) i Figur 4.5-4 er fra δ -ferritt som har løsnet under prøveprepareringen. Dette var ikke kameraet godt nok til å fange opp, men synlig gjennom okularet på mikroskopet.



Figur 4.5-4 a) Fullherdet prøve, b) Anløpt ved 520°C, c) Anløpt ved 560°C, d) Anløpt ved 600°C. Prøven anløpt ved 520°C ser ut til å ha en grovere struktur med tydelige retningsendringer for martensitten ved gamle austenittkorn grenser. Disse er ikke like tydelige i prøvene anløpt ved 560°C og 600°C. Disse ser ut til å ha en finere og mer anløpt struktur.

4.5.5 Mikrofotografi tatt med 1000X forstørrelse

Ved 1000X forstørrelse er det prøven anløpt ved 600°C, bilde d) i Figur 4.5-5, som skiller seg mest ut av de anløpte prøvene. Her er martensitten endret utseende og fremstår ikke som skarpe nåler som i de to andre anløpte prøvene. Den ser ut til å ha fått en mer avrundet form som følge av den høyere anløpingstemperaturen.

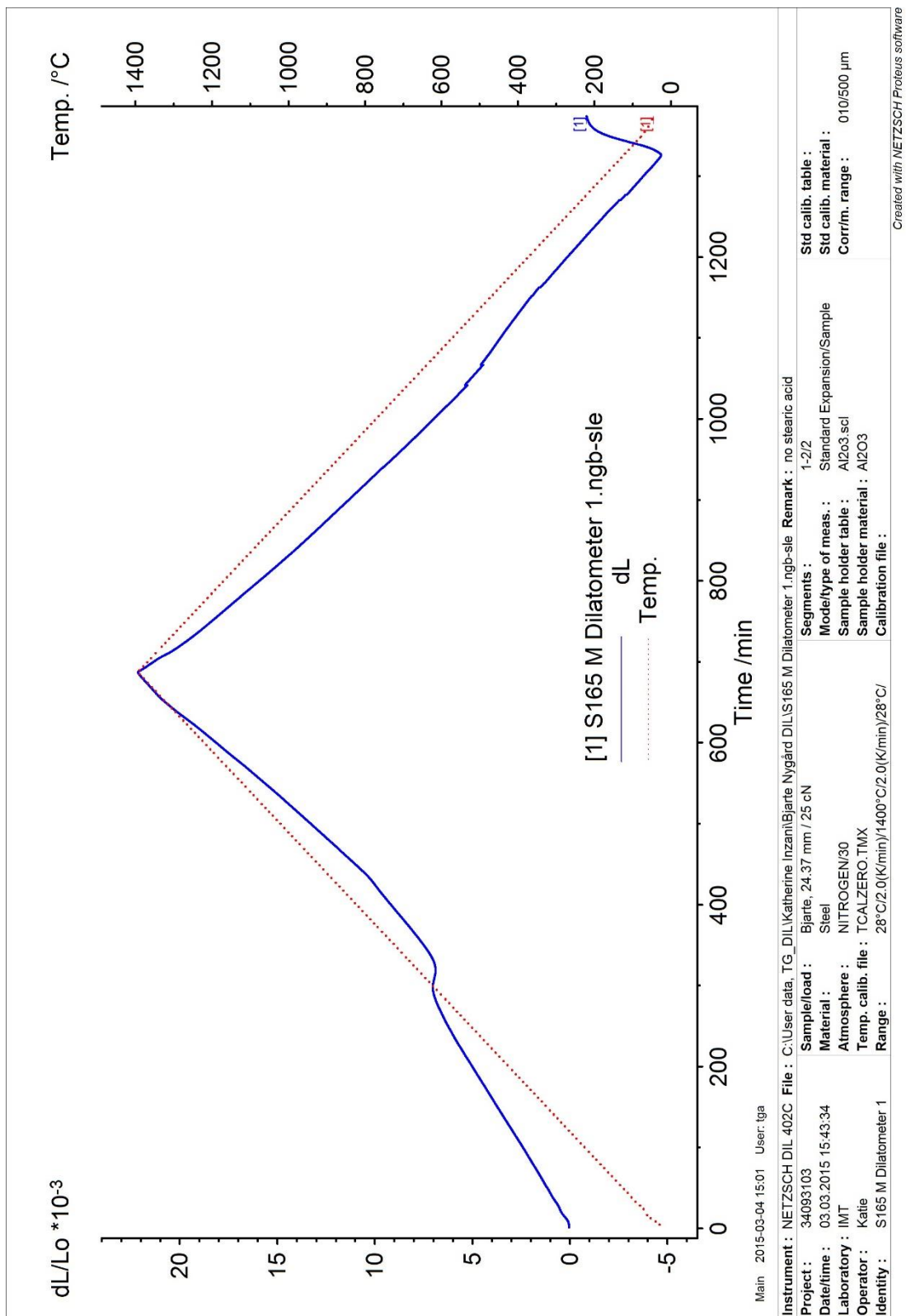


Figur 4.5-5 a) Fullherdet prøve, b) Anløpt ved 520°C, c) Anløpt ved 560°C, d) Anløpt ved 600°C. Ved 1000X forstørrelse er den økte graden av anløpning og finere martensittstrukturen enda tydeligere. Prøve d) anløpt ved 600°C er den som skiller seg ut ved at det ikke er like lett å bestemme retningen på martensitten.

4.6 Dilatometeranalyse av S165M

For å bestemme faseomvandlingstemperaturen til stålet ble det gjennomført en dilatometeranalyse som måler utvidelsen til materialet under oppvarming og kontraksjonene under avkjøling. Det ble utført målinger både under oppvarming og avkjøling. Forsøket er gjort til 1400°C med en oppvarmings- og avkjølingshastighet på 2°C/minutt. For å hindre at stålet oksiderte under testen, og være grunnlag for en usikkerhetskilde ble det brukt nitrogen som dekk-gass under hele forsøket.

I Figur 4.6-1 på neste side er faseomvandlingen fra martensitt/ferritt til austenitt tydelig ved omtrent 610°C under oppvarmingen. I dette område har materialet en negativ termisk utvidelse en periode på grunn av faseomvandlingen. Etter faseomvandlingen er den termiske utvidelsen mer lineær i oppførselen frem til 1400°C. Under avkjølingen er det en tydelig endring ved omtrent 125°C, her utvider prøven seg betydelig, noe som kan indikere en endring i strukturen



Figur 4.6-1 Graf fra dilatometeranalysen. Under oppvarmingsdelen av analysen skjer det en faseomvandling rett over 600°C. Dette er faseomvandlingstemperaturen for S165M. her går materialet over til å bli austenittisk. Den samme overgangen er ikke å se under avkjølingen. Dette kan ha årsak i at den drivende kraften for faseovergangen ikke er stor nok når prøven ikke utsettes for en kraftig nok underkjøling.

5 Diskusjon

Forsøkene i denne oppgaven har i stor grad vært todelt. Den første delen utgangspunkt i å undersøke muligheten for å gjøre in-situ høytemperatur røntgendiffraksjon på det martensittiske rustfrie stålet S165M under anløpning ved 520°C, 560°C og 600°C i 8 timer. Under anløpningen ble det gjort kontinuerlige XRD-skann i 2 θ -vinkelområdet 40-90°. Tiden på skannet ble satt til 8 minutter, ved å velge en kort skanntid vil oppløsningen bli redusert men det reduserer sjansen for at prøven får en faseomvandling under skannet. Kort skanntid ble også valgt for å kunne bestemme når faseomvandlingen fra martensitt til austenitt startet og når faseomvandlingen var ferdig.

Andre del av oppgaven var å gjøre varmebehandlingsforsøk i ovn for strekkprøving, skårslagsprøving og hardhetsmålinger i Brinell hardhet og mikrohardhetsmålinger i Vickers. Det ble gjort målinger for fullherdet materiale, varmebehandlet i 2 timer ved 1000°C, og for anløpte prøver ved temperaturene 520°C, 560°C og 600°C. Fra disse 4 parallellene ble det tatt ut prøver til analyse i lysmikroskop. Det ble gjort for å se mikrostrukturendringene som funksjon av anløpingstemperatur og hvordan det kan være med å forklare endringen i de mekaniske egenskapene.

Først i denne diskusjonen vil HT-XRD forsøkene gjennomgås med resultater og utfordringer med oppsett og bruk av HT-XRD utstyret. Videre vil det være en sammenligning av mikrostrukturen fra HT-XRD materialet og materialet fra de mekaniske testene. Forskjellen i mikrostrukturen mellom disse prøvene kan være med å bestemme om anløpingstemperaturen har vært den samme i de parallelle forsøkene. I resultatene fra de mekaniske testene, viste det seg at skårslagsprøvene ga vesentlig høyere verdier enn utgangsmaterialet, med et gjennomsnitt på 194 J ved -20°C mot et gjennomsnitt i utgangsmaterialet på 115 J ved +20°C. Med et så stort avvik er det også gjort en sammenlikning av mikrostrukturen til utgangsmaterialet og prøven anløpt ved 560°C i denne oppgaven.

5.1 Bruk av HT-XRD til fasebestemmelse i S165 M

Røntgendiffraksjon er et effektivt verktøy for å bestemme faser og faseandeler i krystallinske materialer. Målet ved bruken av røntgendiffraksjon i denne oppgaven var å undersøke muligheten til å gjøre in-situ målinger under anløpning til å avgjøre hvilke faser som endret seg gjennom anløpningen. Fasene av interesse i denne oppgaven er δ -ferritt, martensitt og austenitt, hvor det viste seg at δ -ferritt og martensitt hadde en for lik gitterparameter og dermed ikke kunne skilles ved bruk av røntgendiffraksjon. Det ble valgt å gjøre analyser over et så stort område som mulig i prøveriggen for å få med så mange austenitt- og ferritt/martensitt-topper som mulig. Dette for å kunne danne en oversikt over hvilke vinkelområder som er interessante til senere analyser.

5.1.1 Utfordringer med bruk av HT-XRD

For å kunne gjøre skann over vinklene som var ønsket i denne oppgaven måtte det lages en my prøverigg som plasserte prøven lavere i oppvarmingskammeret. Med det originale oppsettet ville det ikke være mulig å måle høyere vinkler enn 74° før varmeskjoldet på oppvarmingsenheten ville blokkere for røntgenstrålene. Med det egenproduserte prøveoppsettet var det mulig å gjøre tester opp til omtrent 90° vinkel. Dette medførte at en austenittopp på 74°-75° og en martensittopp på 82° kunne analyseres også.

Det å bestemme hvilken temperatur målt av prøveoppsettet som samsvarte med de ønskede anløpingstemperaturene viste seg å være en utfordring da termoelementet ikke viste den korrekte temperaturen på prøven. Det ble utført et oppvarmingsforsøk på alumina til 700°C med temperatursteg på 50°C, hvor den reelle temperaturen i aluminaen ble beregnet på grunnlag av forskyvningen intensitetstoppene. Denne forskyvningen kommer av den termiske utvidelsen mellom

atomene i krystallstrukturen og ved å sammenlikne gitterparameterne fra HT-XRD forsøket mot data for termisk utvidelse for alumina var det mulig å bestemme den reelle temperaturen på prøven, og da korrelere disse mot den avleste temperaturen på utstyret. Det viste seg i ettertid at disse målingene har gitt for høye temperaturer for anløpningen av stålet og vil bli diskutert mer senere. Det at prøvene ble anløpt og analysert på en høyere temperatur medfører at det ikke er samsvar mellom prøvene anløpt til mekanisk testing og prøvene fra HT-XRD, men de kan gi en indikasjon på utviklingen ved forskjellige temperaturer.

Det har ikke blitt beregnet faseandeler av austenitt og martensitt i denne oppgaven, da det ikke ble holdt kurs i bruken av programvaren nødvendig for denne analysen dette semesteret. Men i grove trekk vil en økt faseandel gi en kraftigere intensitetstopp.

5.1.2 Faser tilstede før og etter anløpning

Før hvert anløpningsforsøk ble det gjort et lengre skann på 45 minutter over 2θ -vinkelområdet 24-85°. Det samme skannet ble så gjort igjen etter prøven var avkjølt til romtemperatur igjen for å kunne sammenlikne diffraktogrammene og se endringer i fasesammensetningen før og etter anløpning. For å se utviklingen av austenittandelen i stålet er det fokusert på intensitetstoppene ved 2θ -vinklene 50-51° og 74-75°. For utviklingen i martensitten er det fokusert på intensitetstoppene ved 2θ -vinklene 65° og 82°. Disse vinklene er valgt fordi det er klare intensitetstopper som gjør det enklere å se trender for faseomvandling i stålet.

For prøven anløpt ved den laveste temperaturen, med det menes den som skulle samsvare med prøven anløpt ved 520°C, viser diffraktogrammene fra skannet på 45 minutter at det før anløpning ikke er austenitt i materialet som fullherdet. Etter anløpning er det dannet noe austenitt, men i små mengder, det er dannet lave intensitetstopper på 2θ -vinklene til austenitt. Det samsvarer med både fasediagrammet og dilatometertesten at det ikke skal dannes store mengder austenitt ved anløpning på denne temperaturen. Disse resultatene kan støttes med å se på resultatene fra de mekaniske testene utført på stålet. De viser at prøvene anløpt ved 520°C har den høyeste hardheten, flytegrensen og strekkfastheten av de anløpte prøvene. Da det er den martensittiske strukturen som gir styrken og hardheten til stålet kan det antas at den har den høyeste andelen martensitt.

Andelen austenitt øker for prøven anløpt ved 560°C, denne har lavere hardhet, flytegrense og strekkfasthet enn prøven anløpt ved 520°C. Dette er i samsvar med teorien at økt andel austenitt gjør materialet mer duktilt.

5.1.3 Utvikling av nye faser under anløpning og etter avkjøling til romtemperatur

Under anløpningen av stålet ble det kjørt kontinuerlig skann på 8 minutter over 2θ -vinklene 40-85°, det gav 63 komplette skann som kunne brukes til å se på utviklingen av faseandelene gjennom anløpningen. Som forventet var det en økning i austenittandelen fra prøven forsøkt anløpt på 520°C til prøven anløpt ved 560°C, for disse prøvene ble det detektert noe austenitt i materialet etter avkjøling. For prøven anløpt ved 600°C er det svært lite austenitt i prøven etter anløpning, men under anløpning er det tydelige austenittopper. Dette tyder på at temperaturen på prøven har vært så høy at det har blitt dannet en austenitt som under avkjøling har transformert til martensitt.

På bakgrunn i faseomvandlingstemperaturen fra dilatometertesten, som gav en faseomvandlingstemperatur for S165M i området 630°C til 670°C ved denne temperaturen vil det begynne å dannes ny austenitt. Derfor er det mulig å anta at den reelle temperaturen under

anløpningen var over 600°C, men under 670°C hvor materialet hovedsakelig er austenittisk og ville ha hatt en reduksjon i intensitetstoppene til martensitten i materialet.

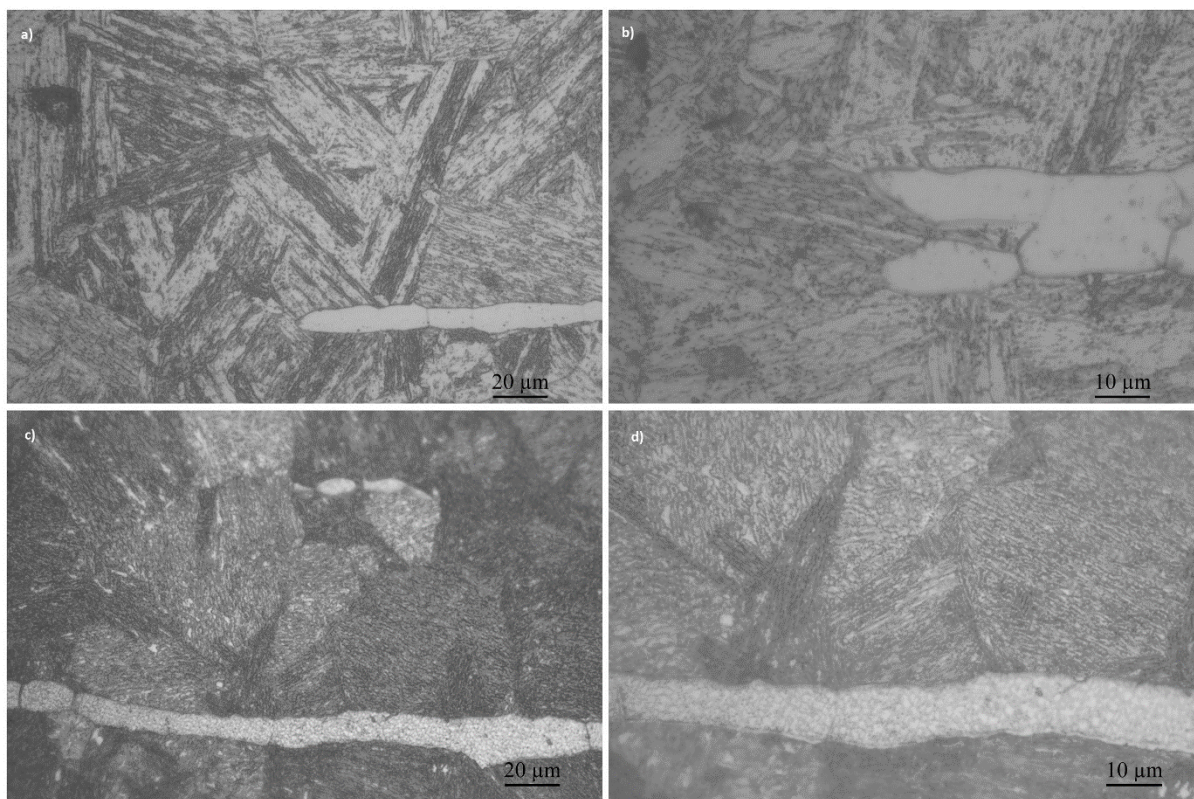
5.2 Dilatometertest

Målet med dilatometertesten var å definere temperaturområdet hvor martensitten transformeres til austenitt, den ble funnet til å være mellom 630°C og 670°C. Ved anløpning over denne temperaturen vil S165M få dannet ny austenitt som igjen danner uanløpt martensitt ved avkjøling igjen. Dette vil kunne påvirke de mekaniske egenskapene da uanløpt martensitt har store restspenninger og kan gjøre stålet sprøtt. Så for S165M er det ikke å anbefale varmebehandling over 630°C da dette kan gjøre de mekaniske egenskapene dårligere.

Under avkjølingen av dilatometerprøven er det en tydelig volumøkning i prøven fra omtrent 125°C. Dette er starttemperaturen for dannelsen av martensitt, og siden den har en mindre tettpakket gitterstruktur vil volumet av prøven øke med reduserende temperatur frem til stålet blir helmartensittisk.

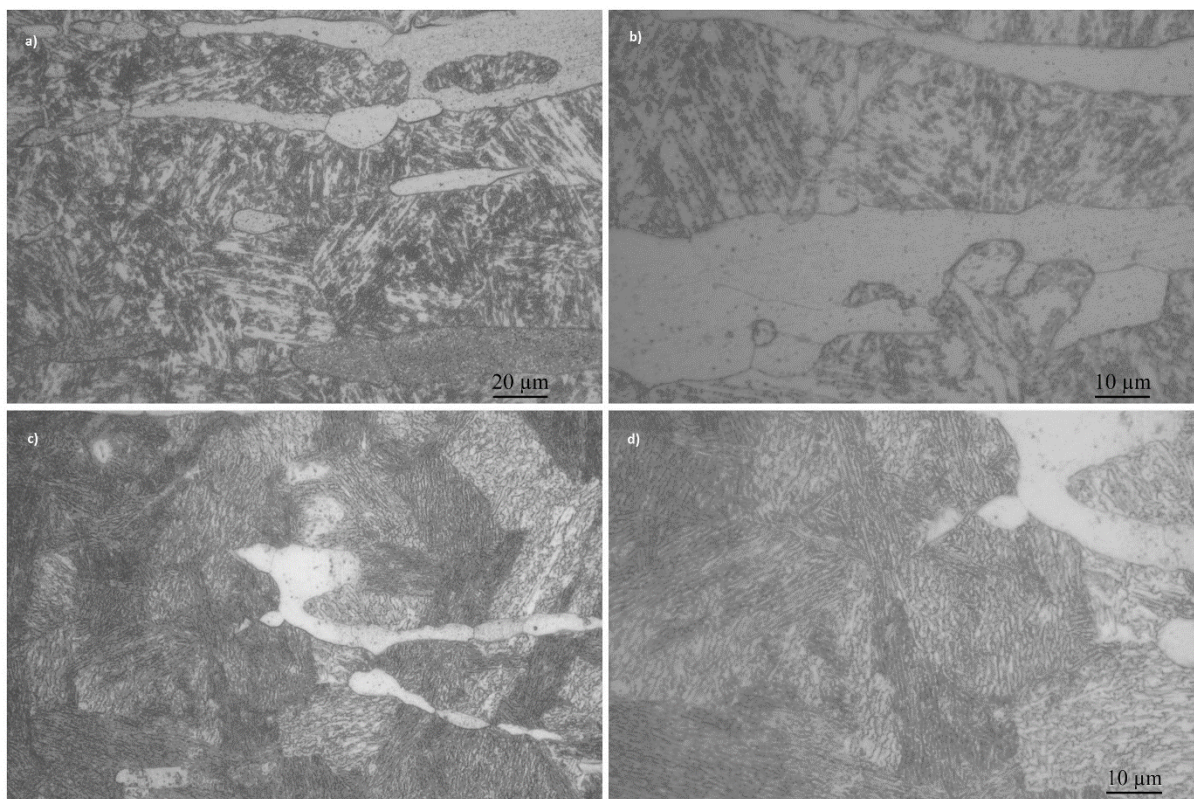
5.3 Sammenlikning av HT-XRD prøver og anløpte prøver

Ved å sammenlikne prøvene fra HT-XRD forsøkene og prøvene anløpt normalt til de mekaniske testene kan det være mulig å se om det er forskjeller i strukturen mellom dem. Det er med på å avgjøre om resultatene kan være sammenliknbare. Prøvene har vært mikroskopert og bilder har vært tatt ved 500X og 1000X forstørrelse. Generelt for alle prøvene ser det ut som at forsøkene i HT-XRD har gitt en mer anløpt martensitt enn for de anløpt for mekanisk testing. På alle figurene er bilde a) 500X forstørrelse og b) 1000X forstørrelse av anløpte prøver til mekanisk testing, c) 500X forstørrelse og d) 1000X forstørrelse av HT-XRD prøver.



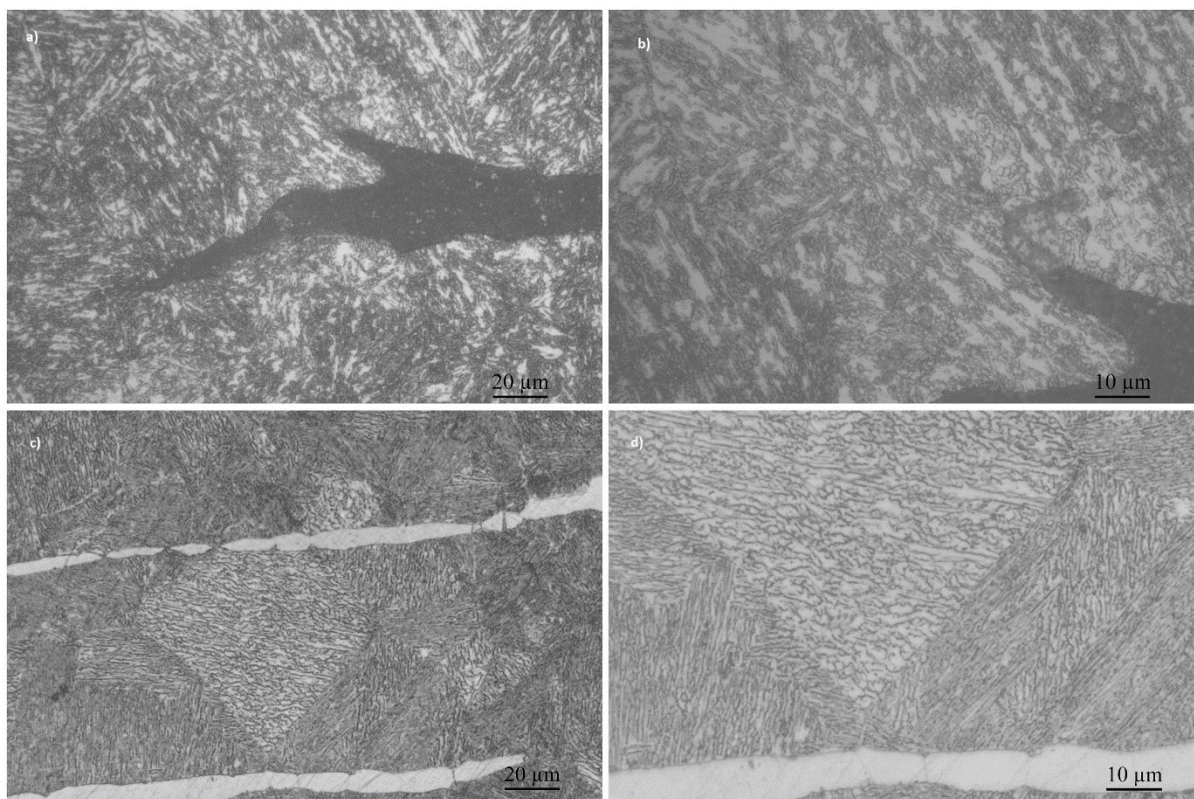
Figur 5.3-1 Prøver anløpt ved 520°C i ovn og HT-XRD. Martensitten ser tettere og mer anløpt ut i prøven fra HT-XRD, bilde c) og d). Strukturen er tettere enn for prøven anløpt ved 520°C i ovn og enkelte øyer av en ukjent fase kan sees i bilde c) og d).

For forsøkene gjort ved 520°C kan bildene av mikrostrukturen sees i Figur 5.3-1 over. Det er stor forskjell i strukturen på prøven anløpt ved 520°C i ovn, bilde a) og b), og prøven anløpt ved 520°C i HT-XRD forsøket, bilde c) og d). Prøven anløpt til mekanisk testing har en tydelig og grov martensittstruktur hvor martensitten ser ut som tykke flak. I prøven brukt i HT-XRD forsøkene er det en tettere og mer homogen martensittisk struktur. Dette kan tyde på at det har vært forskjell i temperaturene mellom disse forsøkene. δ -ferritten har lik utstrekning i begge prøvene, men i prøven fra HT-XRD har den muligens reagert under etsningen.



Figur 5.3-2 Prøver anløpt ved 560°C i ovn og HT-XRD. En tett martensittisk struktur i prøven fra HT-XRD, bilde c) og d). Den anløpte prøven for mekanisk testing, bilde a) og b), har en grovere martensitt enn prøven fra HT-XRD. δ -ferritten ser ikke ut til å ha blitt påvirket forskjellig i de to forsøkene.

I Figur 5.3-2 over sammenliknes prøven anløpt i ovn til mekanisk testing og prøven fra HT-XRD forsøket ved 560°C. Det er også her stor forskjell på strukturen, prøven anløpt i ovn til mekanisk testing har en grovere martensittisk struktur. Kornstørrelsen til opphavsustenitten og δ -ferritten ser ut til å være omtrent lik i begge prøvene. Prøven fra HT-XRD forsøket har en betydelig finere laminær struktur og ser mer anløpt ut. Årsaker til dette kan være både forskjellig temperatur ved anløpning og forskjell i oppvarming- og avkjølingshastighet på prøvene.



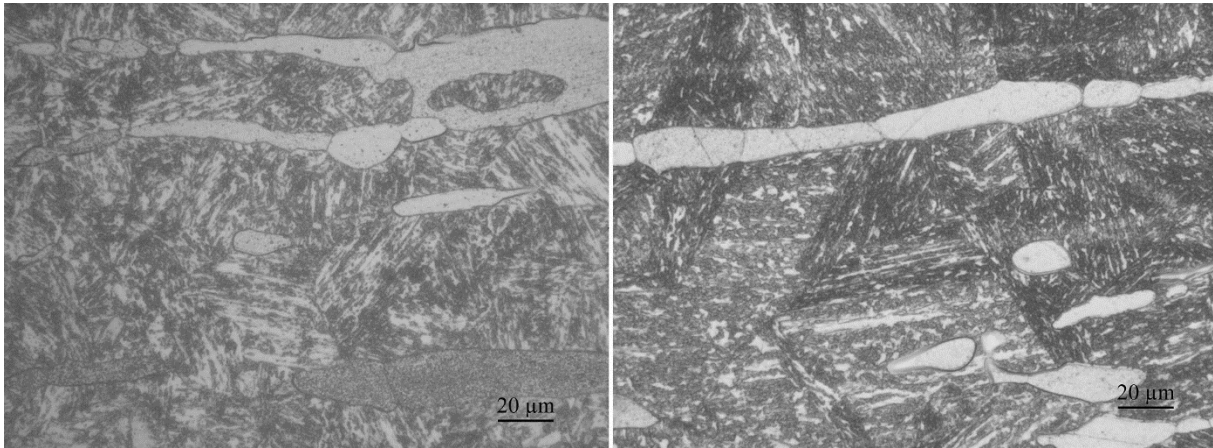
Figur 5.3-3 Prøver anløpt ved 600°C i ovn og HT-XRD. Bilde b) og d) er her relativt like, b) er fra prøven anløpt i ovn til mekanisk testing og d) er fra HT-XRD forsøkene begge med en forstørrelse på 1000X. De mørke feltene i bilde a) og b) er området hvor det har vært δ -ferritt men denne har falt ut under pussing eller polering av prøven.

I Figur 5.3-3 over er det en sammenligning av prøven anløpt i ovn ved 600°C og prøven fra HT-XRD forsøket på 600°C. Her er det flere likheter enn i sammenligningene i Figur 5.3-1 og Figur 5.3-2 på de foregående sidene. Formen på martensitten er relativt lik, men det kan se ut som om prøven fra HT-XRD forsøket ha en litt tettere laminær martensittstruktur enn prøven til de mekaniske testene.

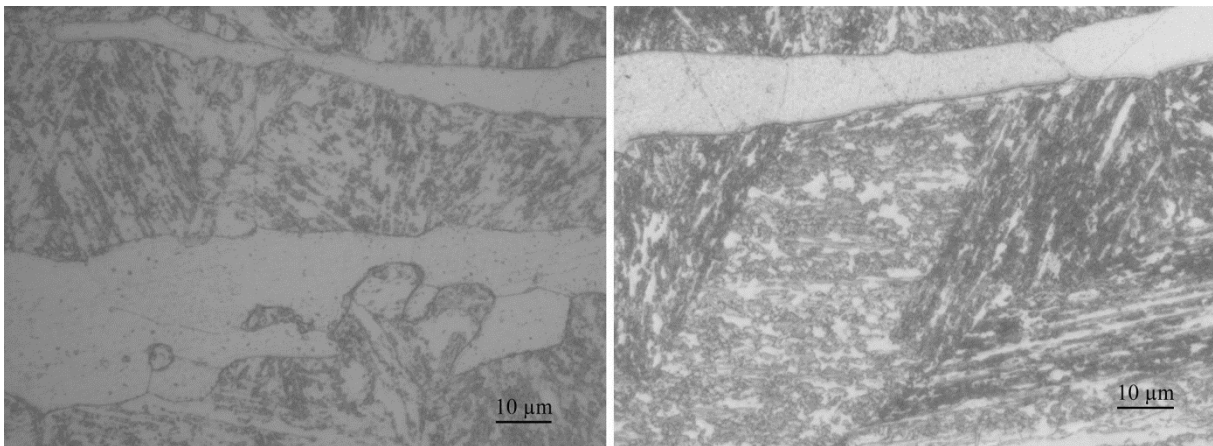
5.4 Sammenlikning av utgangsmaterial og prøve varmebehandlet ved 560°C

Utgangsmaterialet til forsøkene i denne oppgaven var et S165M stål som hadde hatt en innherding ved 1000°C og anløpning ved 560°C i 8 timer, likt som den ene prøveparallellen. Det er derfor interessant å sammenlikne mikrostrukturen til disse to for å se om det var noen endringer i strukturen som følge av en ny varmebehandlingssyklus. I Figur 5.4-1 er det lysmikroskopbilder ved 500X forstørrelse av utgangsmateriale og materialet som har blitt varmebehandlet på nytt til denne oppgaven. Figur 5.4-2 er bilder tatt ved 1000X forstørrelse og det er en tydelig forskjell på utseende. Det originale materialet ser ut til å ha en mer anløpt struktur og martensitten ser mer avrundet ut. δ -ferritten ser lik ut i begge prøvene. Den ser ikke ut til å ha endret seg som følge av den nye varmebehandlingen. På Figur 5.4-1 kan det se ut som at kornstørrelsen til opphavsustenitten har blitt

reduisert noe som følge av den nye varmebehandlingen, dette kan påvirke de mekaniske egenskapene til materialet.



Figur 5.4-1 S165M 500X forstørrelse, t.v. prøve varmebehandlet i denne oppgaven ved 560°C, t.h. utgangsmaterialet varmebehandlet ved 560°C av leverandør. Kornstørrelsen til opphavsustenitten ser ut til å ha redusert seg noe. Noe tydeligere martensitnåler i prøven til venstre. δ -ferritten har lik form og utstrekning i begge prøvene.



Figur 5.4-2 S165 M 1000X forstørrelse, t.v. prøve varmebehandlet i denne oppgaven ved 560°C, t.h. utgangsmaterialet varmebehandlet ved 560°C av leverandør. Strukturen til utgangsmaterialet ser mer anløpt ut og har en mørkere martensittisk struktur en materialet varmebehandlet i dette forsøket. δ -ferritten har lik form og ser ikke ut til å ha endret seg stort.

En mulig forklaring på hvorfor utgangsmaterialet har en mer anløpt martensittisk struktur er avkjølingshastigheten. Utgangsmaterialet er tatt fra et smidd emne på 518 kg, dette medfører en betydelig lavere avkjølingshastighet enn for prøvene brukt i denne oppgaven.

5.5 Mekaniske tester

De mekaniske testene i denne oppgaven har blitt utført for å kunne se utviklingen i egenskaper som funksjon av økende anløpingstemperatur. Det har i denne oppgaven blitt utført hardhetsmålinger i Brinell HBW30, mikrohardhet i Vickers hardhet med 50 og 100 grams last, strekkprøving og skårslagsprøving. For alle disse prøvene er det en reduksjon i flytegrense og strekkfasthet med økende anløpingstemperatur. Videre er det en reduksjon i hardhet med økende anløpingstemperatur. Alt dette stemmer med teorien at med økende anløpingstemperatur vil andelen austenitt økes og restspenningene i martensitten reduseres og medfører et mykere og mer duktilt materiale, trenden med økt austenittandel som en funksjon av høyere anløpingstemperatur støttes av røntgendiffraksjonsforsøkene gjort i denne oppgaven.

Mikrohardhetsmålingene utført med 50 grams last viste seg å gi de jevneste resultatene med minst standardavvik. Observasjonene viste her at martensitten hadde en reduksjon i hardheten som funksjon av anløpingstemperatur, for δ -ferritten var hardheten omtrent uendret som funksjon av anløpingstemperatur. Dette tyder på at δ -ferritten ikke er herdbar, noe som stemmer med teorien at denne ikke gjennomgår en transformasjon til austenitt, og dermed ikke kan herdes.

For skårslagsprøvene var det en trend at slagseigheten økte med økning i anløpingstemperatur, noe som også støtter den samme teorien.

6 Konklusjon

Målet med denne oppgaven var å utvikle og gjennomføre in-situ høytemperatur røntgendiffraksjon under anløpning av det martensittiske rustfrie stålet S165M for å se muligheten til å analysere austenitt og δ -ferrittandelene i materialet under anløpning på 520°C, 560°C og 600°C. Mekaniske tester av S165M er også utført for å kunne korrelere mekaniske egenskaper med andel austenitt og δ -ferritt målt med røntgendiffraksjon under anløpning.

- Det er ikke mulig å skille δ -ferritt fra martensitt ved hjelp av røntgendiffraksjon, strukturen til disse er for lik. Austenitt og martensitt har forskjellig struktur og er mulig å se utviklingen på under anløpning.
- Temperaturkontroll i in-situ høytemperatur røntgendiffraksjon er en utfordring, og i forsøkene i denne oppgaven har det vært for høy anløpingstemperatur, så en direkte sammenlikning mellom resultatene fra røntgendiffraksjonsforsøkene og de mekaniske testene er ikke mulig. Trendene viser at andelen austenitt øker med økende anløpingstemperatur for røntgendiffraksjonsforsøkene ved 520°C og 560°C. For forsøket ved 600°C har temperaturen vært så høy at den reverserte austenitten har transformert til nydannet austenitt. Dette medførte at austenitten omdannet seg til martensitt under avkjøling igjen.
- Dilatometertesten viste at omvandlingstemperaturen fra martensitt til austenitt inntraff i temperaturområdet 630°C – 670°C, og M_s temperaturen til S165M er omtrent 135°C.
- Strekkforsøkene viste en reduksjon i flytegrense fra 938 MPa ved 520°C til 747 MPa ved 600°C og en reduksjon i strekkfasthet fra 992 MPa til 880MPa. Forlengelsen til brudd var mellom 20% og 23% for alle de anløpte prøvene. For den fullherdede prøven hadde den en flytegrense på 667 MPa og en strekkfasthet på 1143 MPa med en forlengelse før brudd på 15% - 16%.
- Skårslagsprøvene viste en økning i slagseigheten fra 180J ved 520°C til 199J ved 600°C ved -20°C. For den fullherdede prøven var slagseigheten 186J.
- Brinell hardhetsmåling av prøvene viste ingen reduksjon i hardhet fra fullherdet prøve til prøve anløpt ved 520°C, for prøven anløpt ved 560°C og 600°C viste begge en tydelig reduksjon i hardhet.
- For mikrohardhetsmålingene viste det seg at de jevneste verdiene ble funnet med 50 grams last her viste martensitten en tydelig reduksjon i hardhet fra fullherdet prøve til prøven anløpt ved 520°C. Denne utviklingen fortsatte med økende anløpingstemperatur. For δ -ferritten viste denne ingen endring i hardhet som følge av anløpingstemperatur. Dette tyder på at δ -ferritt ikke er herdbar.
- Mikrostrukturanalysene av prøvene fra in-situ røntgendiffraksjonsforsøkene viste en tydelig mer anløpt struktur enn prøvene anløpt i ovnsforsøket, årsaken til dette kan være at temperaturen kan ha vært høyere, i tillegg til at oppvarmingshastighet og avkjølingshastigheten var lengre

Røntgendiffraksjon har vist seg å være en bra metode for å bestemme austenittandelen i S165M under anløpning, videre arbeid med denne teknikken er nødvendig for å få en tilfredsstillende temperaturkontroll under forsøkene.

Referanser

1. Bojack, A., et al., *In-situ determination of austenite and martensite formation in 13Cr6Ni2Mo supermartensitic stainless steel*. *Materials Characterization*, 2012. **71**(0): p. 77-86.
2. Ravi Kumar, B., et al., *Structure and microstructure evolution of a ternary Fe–Cr–Ni alloy akin to super martensitic stainless steel*. *Materials & Design*, 2013. **50**(0): p. 392-398.
3. Solberg, J.K., *Teknologiske metoder og legeringer*. 2014, NTNU: IMT.
4. Bhadeshia, H.K.D.H. and R.W.K. Honeycombe, *Steels: microstructure and properties*. 2006, Amsterdam: Elsevier, Butterworth-Heinemann. 1 online resource (xi, 344 s.) : ill.
5. Aunemo, J., *Effekt av anløpning på de mekaniske egenskapene til et martensittisk rustfritt stål*. 2013, Institutt for materialteknologi. p. 93.
6. Dawood, M.A., et al., *Thermal aging of 16Cr – 5Ni – 1Mo stainless steel Part 1 – Microstructural analysis*. *Materials Science and Technology*, 2004. **20**(3): p. 363-369.
7. West, A.R., *Basic solid state chemistry*. 1999, Chichester: Wiley. XVI, 480 s. : ill.