

Utvikling av metode for bråkjøling i SEM og in situ EBSD-karakterisering av fasetransformasjoner i F 70 stål.

Truls Gruben Sætran

Materialteknologi

Innlevert: Juni 2012

Hovedveileder: Jarle Hjelen, IMTE

Medveileder: Morten Karlsen, Statiol ASA

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Institutt for materialteknologi

Forord

Denne masteroppgaven er utført ved Institutt for materialteknologi ved Norges teknisk naturvitenskapelige universitet. Arbeidet er utført selvstendig i henhold til reglementet for gjennomføring av sivilingeniøreksamen.

Jeg vil begynne med å takke mine veiledere Jarle Hjelen og Morten Karlsen som har vært svært motiverende og støttende gjennom prosjektet. De har vært til stor hjelp med faglig relaterte ting rundt EBSD og gode samtaler. Hjelen skal ha takk for å ha troen på prosjektet og for å tillate eksperiment som aldri tidligere er forsøkt gjort i SEM. Jeg vil takke Wilhelm Dall for hjelp med EBSD og god fasilitering for analyser av EBSD-data. Tor Nilsen har bidratt med tilrettelegging for utvikling av kjølesystemet og modifikasjon av elektronmikroskopet. Harald Holm har bidratt med hjelp med vedlikehold av utstyret og tilvirking av elektronikk for modifikasjon av elektronmikroskopet.

For øvrig vil jeg takke Jan Ketil Solberg og Odd Magne Akselsen for nyttige samtaler om stål og mikrostrukturer, en flott tur til Rhodos i forbindelse med ISOPE-konferansen og Akselsen spesielt for levering av materialet og gjennomføring av sveisesimulering.

Jeg vil takke alle på lesesalen min for et fint og artig studiemiljø.

Jeg vil takke familien min for støtte gjennom en fem år lang utdanning.

Helt til slutt vil jeg takke min medstudent Kristoffer Werner Hansen for et svært godt samarbeid under utvikling av kjølesystem. Mang en natt ble tilbragt sammen med han under in situ-forsøk med oppvarming og bråkjøling i SEM.

Truls Gruben Sætran

Sammendrag

Fasetransformasjoner som skjer ved sveising av F 70 arktisk stål fører til at ugunstige mikrostrukturer oppstår i den varmepåvirkede sonen av grunnmaterialet (HAZ). Ved gjentatt oppvarming av HAZ vil det kunne dannes områder med martensitt/austenitt-fase (MA-fase) langs tidligere austenittkorngrenser. For at den karakteristiske mikrostrukturen som er forbundet med sveising skal kunne oppstå kreves det en rask nedkjøling fra tofaseområdet for stål.

Teknikken med å skanne overflaten av en prøve for å ta opp diffraksjonsmønster fra tilbakesprettede elektroner (EBSD-teknikken) i SEM, er tidligere blitt brukt for å karakterisere framveksten av austenitt under oppvarming av stål til tofaseområdet. Da det er vakuum i SEM under kjøring vil prøver kjøles sakte ned. Det er aldri før blitt gjort in situ –forsøk på å bråkjøle stål fra tofaseområdet i SEM. Det har derfor ikke vært mulig å studere effektene bråkjøling har på dannelsen av mikrostrukturer som er avhengig av rask nedkjøling, deriblant dannelsen av MA-fase. For å EBSD-karakterisere dannelsen av MA-fase ble en metode for bråkjøling i SEM utviklet.

Ved bruk av metoden for bråkjøling i SEM ble det oppnådd en kjølehastighet på ca. 40 °C/s. Dette var tilstrekkelig rask kjøling til å danne MA-faser ved bråkjøling av F 70-stål. Under in situ-forsøkene ble prøver varmet til tofaseområdet for ferritt og austenitt og holdt ved en temperatur i tofaseområdet i 5 minutter før EBSD-skann ble gjort. Prøver som ble varmet for høyt opp i tofaseområdet fikk så store forandringer i mikrostrukturen at mikrostrukturen før oppvarming og etter bråkjøling ikke var sammenliknbar.

Da det viste seg vanskelig å måle en pålitelig temperaturen på varme prøver, var det vanskelig å finne en temperatur som gav en mengde austenitt som gjorde det mulig å sammenlikne in situ oppvarmede prøver med tosykel sveisesimulerte prøver. Målet for denne oppgaven var å utvikle et kjølesystem som gir tilstrekkelig rask kjøling for å oppnå sveisesimulering. Det var også viktig å oppnå en mikrostruktur som er lik den som oppstår ved sveisesimulering. En gunstig holdetemperatur måtte derfor finnes ved prøving og feiling.

Prøver som ble varmet like over A_1 –temperaturen for F 70-stål fikk MA-faser langs tidligere austenittkorngrenser etter bråkjøling. På grunn av holdetid i tofaseområdet ble framveksten av austenitt større ved in situ-forsøk enn ved sveisesimulering. Morfologien av MA-fasen som dannes fra in situ-forsøk ble derfor forskjellig fra de som observeres i tosykel sveisesimulerte prøver.

Austenitten som vokser fram i tofaseområdet oppfyller K-S-orienteringssammenheng med BCC-strukturen inne i tidligere austenittkorn. Austenitten er derfor riktig indisert og ikke en artifakt.

Ved oppvarming av prøver var det mulig å benyttes dobbelt så høy skannhastighet i forhold til før oppvarming. Dette gjør at større områder av oppvarmede prøver kunne skannes uten å bruke lang tid.

Abstract

The phase transformations that occur during welding of F 70 arctic steel lead to the formation of undesired microstructures in the heat affected zone of the base material (HAZ). During reheating of the HAZ a martensite/austenite-phase (MA-phase) can form along the former austenite grain boundaries. Formation of the characteristic microstructure that results from welding requires rapid cooling from the two phase region.

The technique of scanning the surface of a sample for acquisition of diffraction patterns from back scattered electrons (EBSD) in SEM have previously been used to characterize the formation and growth of austenite by heating steel into the two phase region. The vacuum in the SEM leads to a very low cooling rate after samples have been heated. In situ quenching of steel samples in SEM has never been attempted before. It has therefore not been possible to study the effect that quenching has on the formation of microstructures that require rapid cooling in order to form, i.e. MA-phase. A method for quenching inside a SEM was developed in order to characterize the formation of the MA-phase by EBSD.

A cooling rate of 40 °C/s was achieved by quenching inside the SEM. This rate was fast enough to form the MA-phase in F 70 steel. During the in situ experiments samples were heated to the two phase region and held at a given temperature for 5 minutes before the EBSD-scan were performed. The microstructure of samples that were heated to the high end of the two phase region was altered to the point that it was impossible to compare the microstructure before heating and after quenching.

The aim of this project was to develop a quenching method that made it possible to simulate weld samples inside the SEM. It was therefore important to get a microstructure that was comparable to simulated weld samples. It became clear that it was hard to get reliable temperature measurements on heated samples. This made it difficult to compare the microstructures of in situ heated and quenched samples with simulated weld samples. The samples heated in the SEM formed so much austenite that comparison between the microstructures was difficult. An appropriate holding temperature was to be found by trial and error.

Samples heated just over the A_1 –temperature for F 70 steel developed the MA-phase on former austenite grain boundaries after quenching. Due to the holdingtime in the two phase region the amount of austenite formed on the in situ heated and quenched samples was higher than the austenite formed during welding. The morphology of the MA-phase on heated end quenched samples deviated from the MA-phase on a weld simulated sample.

The austenite that formed during heating follows the K-S-orientation relationship with the BCC structure inside of a former austenite grain. The austenite is therefore correctly indexed and not an artifact.

It was possible to use twice as high scan speed on warm samples compared to the same sample before heating. This means that a larger area of the sample surface can be scanned in a short time.

Innholdsfortegnelse

Forord.....	I
Sammendrag	III
Abstract	V
Innholdsfortegnelse.....	VII
Liste over forkortelser.....	XI
1 Introduksjon	1
2 Teori.....	3
2.1 HSLA-stål:	3
2.1.1 F70- mikrolegeret smistål:.....	3
2.1.2 Faser i stål:	3
2.2 Sveising av stål:.....	6
2.3 Martensitt.	7
2.4 Kurdjomov-Sachs orienteringsammenheng mellom BCC og FCC:.....	9
2.5 EBSD-teknikken:	10
2.5.1 Parametre i SEM:.....	11
2.5.2 Opptak av diffraksjonsmønstre:.....	15
2.5.3 Indisering av diffraksjonsmønstre:	16
2.5.4 Behandling av indiserte data:.....	17
2.6 <i>In Situ</i> EBSD-karakterisering:.....	19
3 Eksperimentelt:	21
3.1 F70- mikrolegeret stål:	21
3.1.1 Sveisesimulering av stålet:.....	21
3.2 Prøvepreparering:	23
3.3 EBSD-undersøkelse og SEM-parametre:.....	25
3.3.1 Behandling av diffraksjonsmønstre:	28
3.4 Nedkjøling i vakuum:.....	28
3.5 <i>In situ</i> oppvarming og bråkjøling i SEM:.....	29
3.5.1 Oppsett for <i>in situ</i> oppvarming og kjøleforsøk:.....	29
3.5.2 Kalibrering av temperaturmålinger for <i>in situ</i> oppvarming og bråkjøling i SEM:	31
3.5.3 Gjennomføring av <i>in situ</i> EBSD undersøkelse ved oppvarming og bråkjøling:	33
3.6 Kjemiske målinger:	33
4 Resultat:	35
4.1 Utvikling av kjøleenhet for SEM:	35
4.1.1 Resultat fra utvikling av kjølesystem:.....	36
4.1.2 Bestemmelse av tofaseområdet:.....	37

4.1.3	Kalibrering av termoelementer i SEM:	39
4.2	<i>In situ</i> EBSD-skann under oppvarming og bråkjøling:	42
4.2.1	Drift under EBSD-skann på varme prøver:	42
4.2.2	Diffaksjonsmønster før oppvarming, på varm prøve og etter oppvarming:	42
4.2.3	Tosykel sveisesimulert prøve:.....	43
4.2.4	Prøve A:	45
4.2.5	Prøve B:	49
4.2.6	Prøve C:	51
4.2.7	Prøve D:	53
4.2.8	EPMA-røntgenanalyse av <i>in situ</i> -forsøk og sveisesimulering:.....	55
4.2.9	Artifakter fra kontaminasjon av prøveoverflate ved bråkjøling:	56
5	Diskusjon:	59
5.1	Utvikling av kjøleenhet for SEM:	59
5.1.1	Bestemmelse av tofaseområdet:.....	59
5.1.2	Kalibrering av termoelement:	60
5.2	<i>In situ</i> EBSD-skann under oppvarming og bråkjøling:	61
5.2.1	Drift under EBSD-skann på varme prøver:	61
5.2.2	Diffraksjonsmønster før oppvarming, på varm prøve og etter oppvarming:	61
5.2.3	Tosykel sveisesimulert prøve:.....	62
5.2.4	<i>In situ</i> oppvarmede og bråkjølte prøver:	62
5.2.5	EPMA-røntgen mikroanalyse av <i>in situ</i> -forsøk og sveisesimulering:	64
5.2.6	Sammenlikning av tosykel sveisesimulert prøve og <i>in situ</i> oppvarmet og bråkjølte prøver:	64
5.2.7	Artifakter fra kontaminasjon av prøveoverflate ved bråkjøling:	64
5.2.8	Oppsummering:.....	65
6	Konklusjon:.....	67
	Forslag til videre arbeid:.....	68
	Referanseliste:.....	I
	Vedlegg A:	I
	Assembly manual for <i>in situ</i> quenching device	I
	Required tools:	I
	Assembling of the <i>in situ</i> quenching device	V
	Helium container.....	V
	Dismounting of the EDS-detector.....	VI
	Mounting the gas inlet to the SEM	VII
	Mounting of the quenching rig inside the SEM.....	VIII

Use of the quenching device	IX
Quenching:	XI
Error with measurements; cause and solutions:	XI
Vedlegg B	XIII

Liste over forkortelser

- A_1 : Transformasjonstemperatur mellom ferritt til tofaseområdet ferritt og austenitt ved likevekt
- A_{c1} : Transformasjonstemperatur mellom ferritt og tofaseområdet ferritt og austenitt under rask oppvarming
- A_3 : Transformasjonstemperatur mellom tofaseområdet ferritt og austenitt til austenitt ved likevekt
- A_{c3} : Transformasjonstemperatur mellom tofaseområdet ferritt og austenitt til austenitt under rask oppvarming
- α : ferritt
- BCC: Body centered cubic
- BS-detektor: Backscatter-detektor
- BTC: Body centered tetragonal
- CI: Confidence index
- CG HAZ: Coarse grained heat affected zone
- d_{hkl} : Avstand mellom atomplan
- $\Delta t_{8/5}$: Hastigheten for nedkjøling fra 800 °C til 500 °C
- EBSD: Electron backscatter diffraction
- EDS-detektor: Energy dispersive spectrometer- detektor
- FCC: Face centered cubic
- fps: Frames per second
- γ : Austenitt
- HAZ: Heat affected zone
- HSLA-stål: High Strength Low Alloy-stål
- IC CG HAZ: Intercritically coarse grained heat affected zone
- IQ: Image quality
- i_p : Strøm fra elektronkanon
- ϵ : Materialavhengig tilbakespredningskoeffisient
- i_{abs} : Absorbert strøm
- K-S-orienteringssammenheng: Kurdjomov-Sachs Orienteringssammenheng
- λ : Bølgelengde
- MA-fase: Martensitt/Austenitt-fase

- M_f : Slutt martensittomvandling
- M_s : Start martensittomvandling
- PC: Pattern Center på fosforskjerm
- ROI: Region of interest
- SEM: Scanning electron microscope
- θ_B : Bragg-vinkelen

1 Introduksjon

Olje og gassvirksomhet i arktis blir stadig mer interessant ettersom nye petroleumsreserver oppdages i disse områdene[1]. For å utvinne olje og gass i svært kaldt klima kreves det materialer med høy styrke som tåler lave temperaturer, og til en overkommelig pris. Dette gjør at fokuset på stål med gode mekaniske egenskaper ved lav temperatur har økt. HSLA-stål er produsert på en måte som gir dem gode egenskaper i temperaturer ned til $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ [2]. Sammenføyningen som brukes er i hovedsak sveising. Dette gir en grovkornet varmpåvirket sone (CG HAZ) i grunnmateriale. Ved gjentatte oppvarming og bråkjøling vil det dannes en interkritisk grovkornet sone (IC CG HAZ). Sveising gir da negativ innvirkning på stålenes egenskaper ved lave temperaturer, da sprø soner av martensitt/austenitt-fase (MA-fase) dannes i IC CG HAZ. På grunn av dette er økt kunnskap om faseformasjoner i stål og dannelsen av slike faser viktig.

Diffraksjon av tilbakespredte elektroner (EBSD) i SEM er et verktøy for å karakterisere mikrostrukturen i krystalinske materialer. EBSD kan gi informasjon om mikrostruktur, korngrenser, krystallorientering og fasefordelingen i materialer[3]. EBSD-karakterisering av HSLA-stål kan derfor gi verdifull kunnskap om materialet. De fleste EBSD-undersøkelser er begrenset til å gi informasjon om mikrostruktur før og etter oppvarming. In situ-undersøkelser gjør det mulig å karakterisere endringene som oppstår under varmebehandling av stålet, og er derfor et viktig verktøy for å forstå disse endringene og hvordan de påvirker materialene.

Tidligere forsøk ved in situ oppvarming er blitt gjort for å studere faseformasjoner i stål.[4, 5] Disse har vist at EBSD-teknikken er godt egnet for å studere faseformasjonene som oppstår i stål ved oppvarming til tofaseområdet.

Nedkjøling i vakuum tar svært lang tid og derfor har det ikke vært mulig å studere faseformasjoner i stål ved bråkjøling i SEM. Mikrostrukturen som dannes ved sveising og sveisesimulering er avhengig av kjølehastigheten. Da denne kjølehastigheten er avgjørende for dannelsen av MA-faser vil det derfor være interessant å studere endringene som oppstår ved bråkjøling av stål fra tofaseområdet in situ. Dette vil kunne øke forståelsen av endring i mikrostrukturer ved sveising av stål.

For å se endringene som oppstår ved bråkjøling må det utvikles en metode som gjør det mulig å bråkjøle oppvarmede prøver inne i et SEM. På denne måten vil det være mulig å observere dannelsen av MA-faser i CG HAZ in situ.

2 Teori

2.1 HSLA-stål:

HSLA-stål er stål med høy styrke kombinert med lave konsentrasjoner av legeringselementer. Stålet har mindre enn 0,1 % C, og er tilsatt små mengder legeringselementer. Det lave karboninnholdet gir stålet god sveisbarhet. Ved termomekanisk behandling oppnås en finkornet struktur. Stålet deformeres kontrollert samtidig som temperaturen synker. Dette skjer i et temperaturområde hvor austenitt deformeres, og gjennomgår en rekryllisering mellom deformasjonen for å danne en stadig finere austenittstruktur. Den fine austenittstrukturen bevares av mikrolegeringselementene da de felles ut på korngrenser og hindrer kornvekst.[2]

2.1.1 F70- mikrolegert smistål:

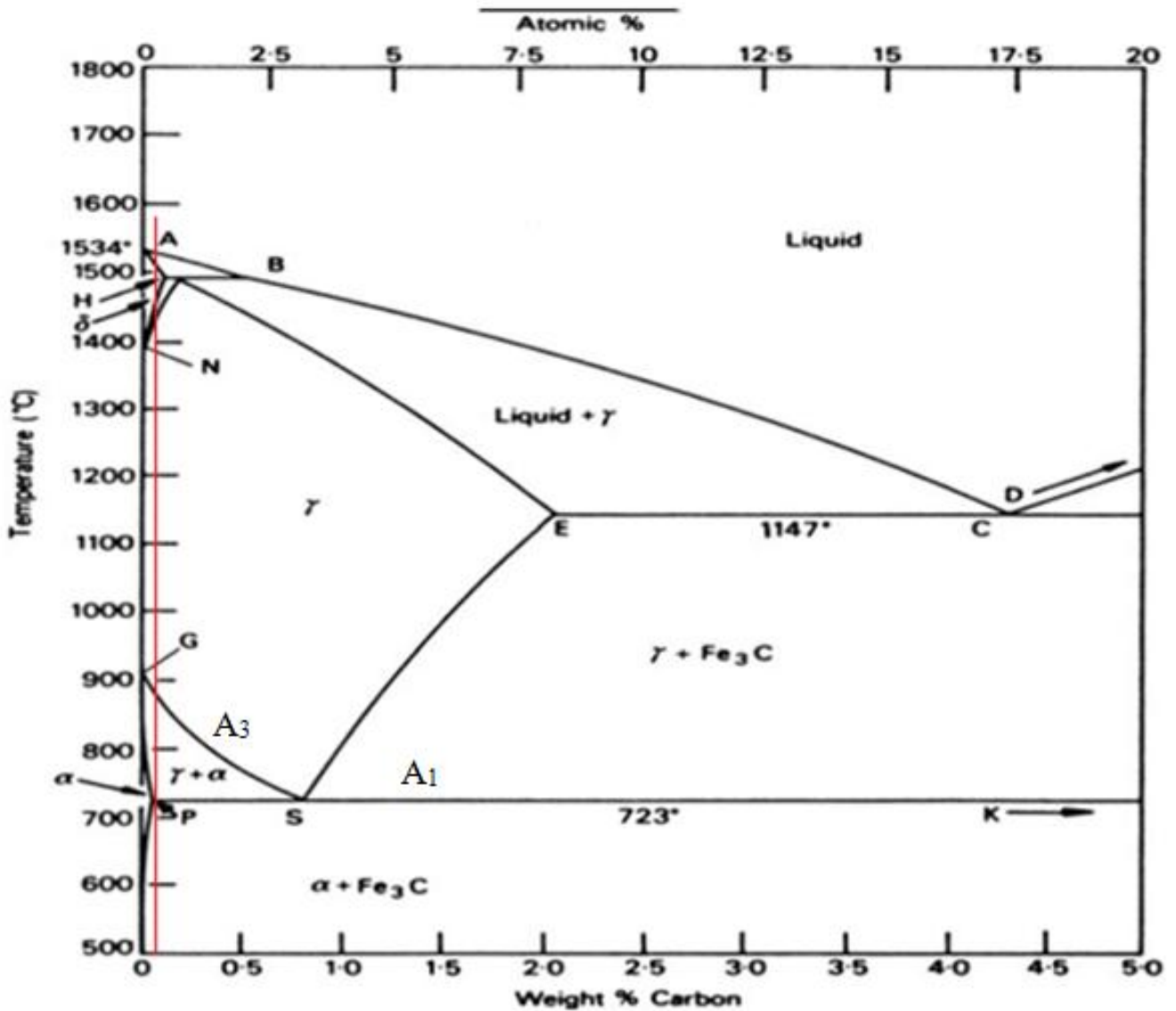
F 70 er et stål som er laget for å oppnå høy styrke sammen med høy seighet for å kunne brukes i spesielt kalde omgivelser. Da stålet benyttes i tykke gods er det samtidig laget for å gjennomherdes i størst mulig grad.[6] Smidde komponenter fremstilles ved at støpeblokker vales til en ønsket størrelse. Disse kan så formes ved en smiprosess. Hvordan smiprosess som velges, er avhengig av hvilken form den smidde komponenten skal ha. Under smiingen holdes komponenten ved en temperatur godt inne i austenittområdet. Dette er samme temperaturområde som brukes ved varmvalsing. Ved smiing på så høye temperaturer vil stålet rekrylliseres samtidig med deformasjon, og på denne måten unngås arbeidsharding. Det er ikke mulig å oppnå en like fin mikrostruktur ved smiing som ved valsing siden den mekaniske behandlingen må avsluttes ved høye temperaturer. Dette gjør at austenittkornene blir større.[7] Fordi austenittkornene er større, må kjølingen kontrolleres nøye slik at mikrostrukturen skal ha best mulige egenskaper. Dette kan gjøres ved bråkjøling med store mengder vann. I F 70 er Nb og Mo tilsatt da dette gir finere korn. Mo og tilsatt Ni gir samtidig større duktilitet og styrke. Stålet har lite V da dette gir bedre duktilitet ved lave temperaturer. Cu bidrar til presipitatherding av strukturen. Det kan være vanskelig å oppnå lik mikrostruktur gjennom tykke gods, og i F70-stålet brukes legeringselementer for å oppnå mest mulig lik mikrostruktur gjennom hele tykkelsen. Cr er tilsatt da dette fører til større herdbarhet og dermed likere mikrostruktur gjennom hele godstykkelsen.[6] For å oppnå ytterligere seighet etter bråkjølingen anløpes stålet. Store komponenter vil ikke oppnå samme mikrostruktur gjennom hele godstykkelsen og mikrostrukturen vil i økende grad bestå av bainitt, perlitt og ferritt lengre inn i stålet. Overflaten vil bestå av martensitt.[6]

2.1.2 Faser i stål:

Fasediagrammet for stål er gitt i Figur 1. Fra fasediagrammet kan andelen austenitt og ferritt ved en gitt temperatur i tofaseområdet leses av ved bruk av vektarmsregelen. Linjene for A_3 og A_1 er linjer for transformasjon fra henholdsvis γ til $\alpha + \gamma$ og derfra til α . [8] Likningen for vektstangregelen for austenitt er gitt i Likning 1 [9]:

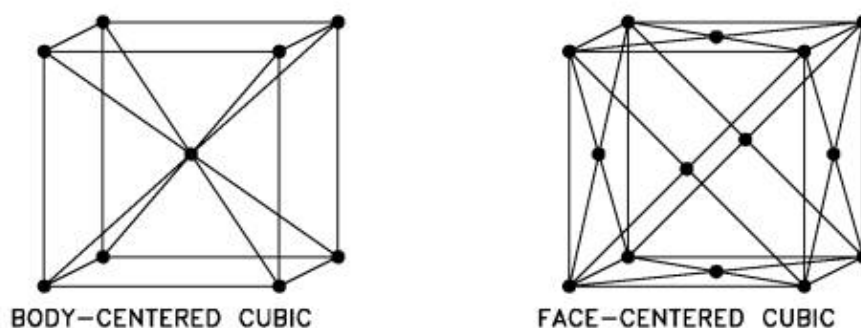
Likning 1

$$\% \gamma = \frac{\% C \text{ i stålet} - \% C \alpha}{\% C \gamma - \% C \alpha}$$



Figur 1: Fasediagram for stål. Her er karbonkonsentrasjonen i F 70 lagt inn som en rød strek. [8]

Austenitt har krystallstrukturen FCC, mens ferritt har strukturen BCC. Gitterstrukturene for austenitt og ferritt er gitt i Figur 2.

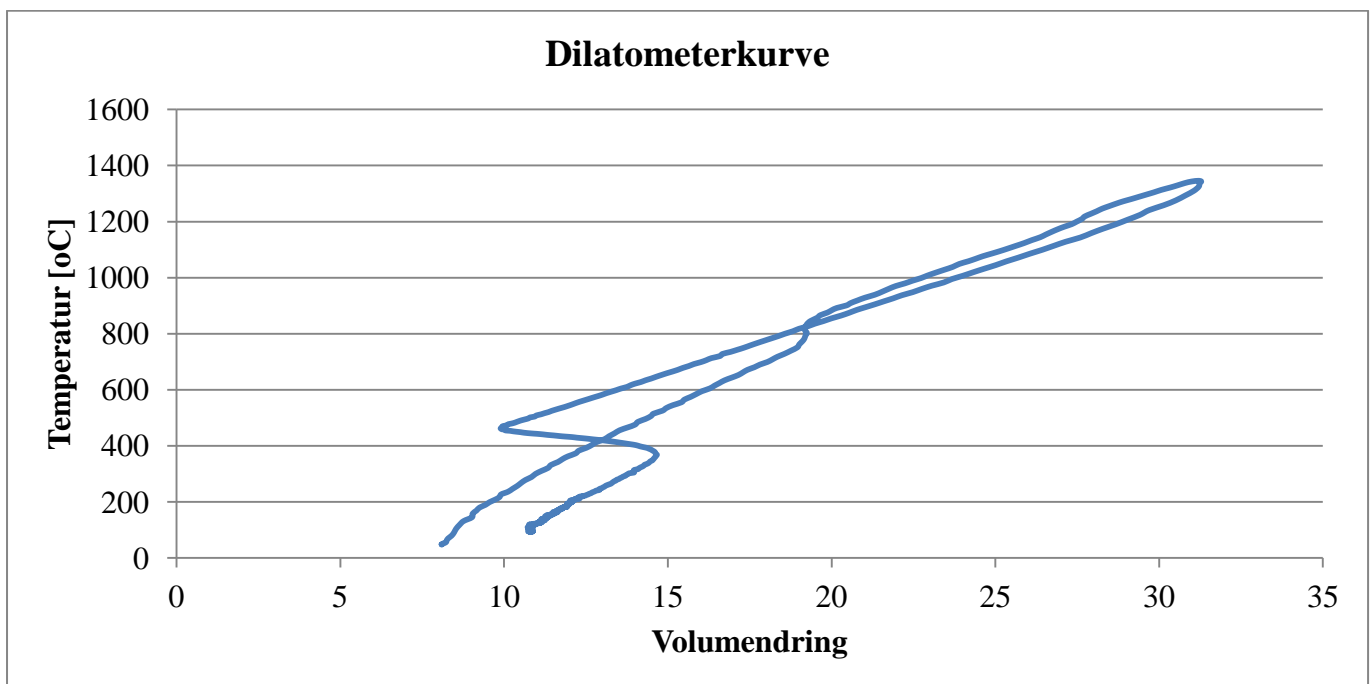


Figur 2: Figuren til venstre viser strukturen til ferritt (BCC), mens figuren til høyre viser austenitt (FCC)

Austenitten har en mer tettpakket struktur enn ferritten, og fase­transformasjonen mellom disse vil gi en volumendring ved transformasjonstemperaturer. Denne egenskapen kan brukes for å fastsette transformasjonstemperaturen i en prøve med kjent størrelse. Volumet i prøven øker lineært ved økende temperatur frem til fase­transformasjon. Ved fase­transformasjon til tofaseområdet vil tverrsnittet i prøven minke. Når alt stålet er transformert til austenitt, vil volumet fortsette å øke lineært. Ved å måle volumendringen og temperaturen med et dilatometer i en ferrittisk prøve når den varmes over A_1 og A_3 , kan temperaturen for fase­transformasjonene fastsettes.[10] Ved en sveisesimulering vil det kunne gjøres med et dilatometer som måler volumendringen under oppvarming og nedkjøling av prøven. Dette gir en dilatometerkurve som angir to fase­transformasjoner, én for tofaseområdet og én for fullstendig austenitt. Dette er vist i Figur 3.

Under sveisesimulering vil oppvarmingen være rask, og fase­transformasjonene vil ikke skje ved likevekt. Dette gjør at fase­transformasjonene skjer ved A_{c1} og A_{c3} , der c angir fase­transformasjonen som måles ved en temperatur som er avhengig av oppvarmingshastigheten. Dess raskere oppvarmingen er, jo høyere vil temperaturen for A_{c1} og A_{c3} avvike fra A_1 og A_3 . Den samme effekten gjelder ved nedkjøling. Her angis temperaturen for fase­transformasjoner som A_{r1} og A_{r3} . Ved rask nedkjøling kan fase­transformasjonene skje flere hundre grader under likevektstemperaturene for fase­transformasjonen.[11]

Når et stål varmes til tofaseområdet, vil det ta tid før transformasjon fra ferritt til austenitt starter og fullføres til likevekten for en gitt temperatur. Ved å varme til en høyere temperatur vil denne transformasjonen mot likevekt skje raskere for den gitte temperaturen. Dette gjør at holdetiden ved en gitt temperatur i tofaseområdet bestemmer hvorvidt mengden av austenitt har nådd likevektsmengden eller ikke. [12]

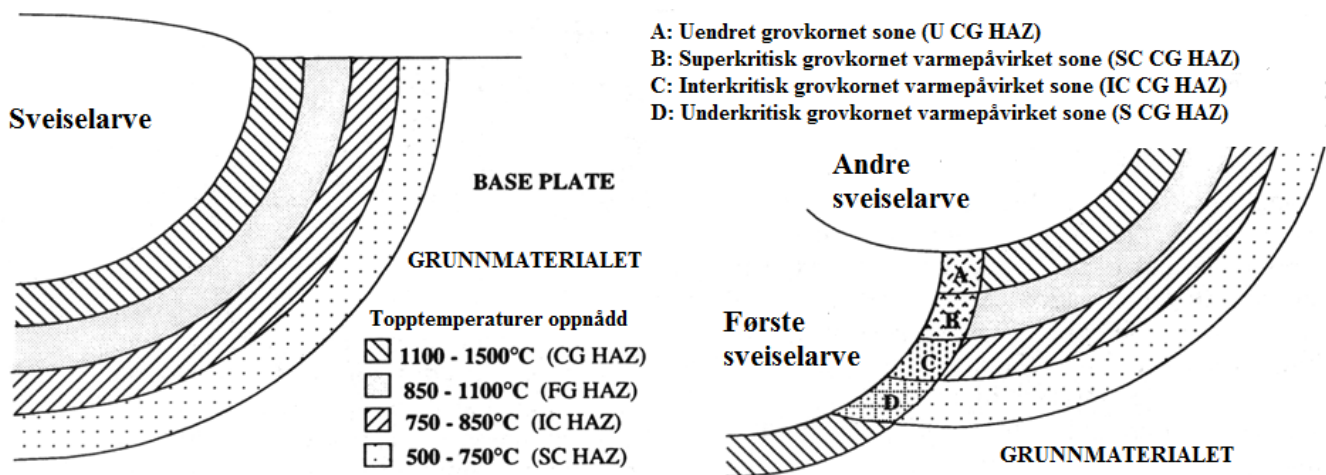


Figur 3: Ved fase­transformasjon vil volumet endres og punktet for volumendringen angir start for fase­transformasjon.

2.2 Sveising av stål:

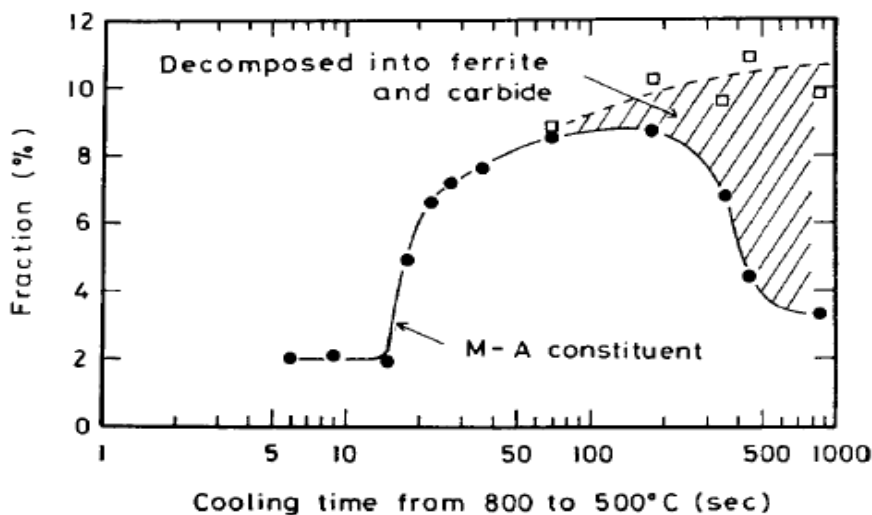
Under sveising vil stålet varmes opp til smeltepunktet. Mikrostrukturen i materialet vil da endre seg slik at de mekaniske egenskapene i den varmepåvirkede sonen (HAZ) forandres i forhold til det øvrige materialet. Etersom HSLA-stål er fremstilt ved kontrollerte termomekaniske prosesser, vil mikrostrukturen etter sveising være forskjellig fra det øvrige materialet. Innenfor HAZ vil flere forskjellige strukturer kunne dannes ettersom avstanden til smeltebadet blir lengre. For mikrolegerte stål er det i hovedsak den grovkornede HAZ (CG HAZ) at det er størst sjanse for sprøbrudd.[13] Figur 4 viser forskjellige soner i HAZ etter at en sveiselarve er lagt over en annen ved sveising av stål.

Ved flere sveisesykluser vil mikrostrukturene endres fra første syklus. Dette gjør at den opprinnelige CG HAZ blir delt opp i underområder som svarer til hvor høyt i temperatur de blir varmet opp. Blant disse sonene er interkritisk grovkornet varmepåvirket sone (IC CG HAZ). I denne sonen er CG HAZ varmet opp til tofaseområdet. Austenitt vokser frem på tidligere austenittkorn grenser eller mellom bainittstaver. Under nedkjølingen vil ikke karbonet få tid til å diffundere, og austenitten vil være rik på karbon. Ved rask avkjøling vil ikke austenitten transformeres helt, og resultatet blir en blanding av austenitt og martensitt (MA-fase).



Figur 4: Figuren viser dannelsen av de forskjellige grovkornede sveisestrukturene ved flere sveisesykluser. Interkritisk grovkornet varmepåvirket sone er der MA-faser dannes. [13]

MA-fasen er uønsket da den er svært sprø og påvirker slagseigheten til materialet i stor grad. Ved rask kjølehastighet er det i hovedsak MA-fase som gir lavere seighet. Hvor mye MA-fase som dannes og morfologien til denne, er avhengig av kjølehastigheten. Kort avkjølingstid gir tynnere staver. Ved lengre avkjølingstid vil stavene bli bredere. Hvis avkjølingstiden blir svært lang, vil mengden MA-fase øke frem til et punkt hvor den brytes ned til ferritt og cementitt. Dette gjør at mengden MA-fase blir lav ved liten kjølehastighet som illustrert i Figur 5.[14]



Figur 5: Ved lav kjøleghastighet vil mengde MA-fase øke frem til et punkt hvor den transformerer til ferritt og cementitt.[14]

Under sveisesimuleringen øker og faller temperaturen raskt, og materialet følger derfor ikke likevekt. Fasetransformasjonen betegnes derfor A_{c1} og A_{c3} for oppvarming. Temperaturen for fasetransformasjon kan beregnes basert på legeringsinnholdet. Beregning av fasetransformasjon ved A_{c1} og A_{c3} basert på legeringsinnhold er gitt i Likning 2 og Likning 3.[15]

Likning 2

$$A_{c1} = 723 - 10,7(\text{wt}\%Mn) - 16,9(\text{wt}\%Ni) + 29,1(\text{wt}\%Si) + 16,9(\text{wt}\%Cr) - 290(\text{wt}\%As) - 6,38(\text{wt}\%W)$$

Likning 3

$$A_{c3} = 910 - 230(\text{wt}\%C)^{0,5} - 16,9(\text{wt}\%Ni) + 44,7(\text{wt}\%Si) + 104(\text{wt}\%V) + 31,2(\text{wt}\%Mo) + 13,1(\text{wt}\%W)$$

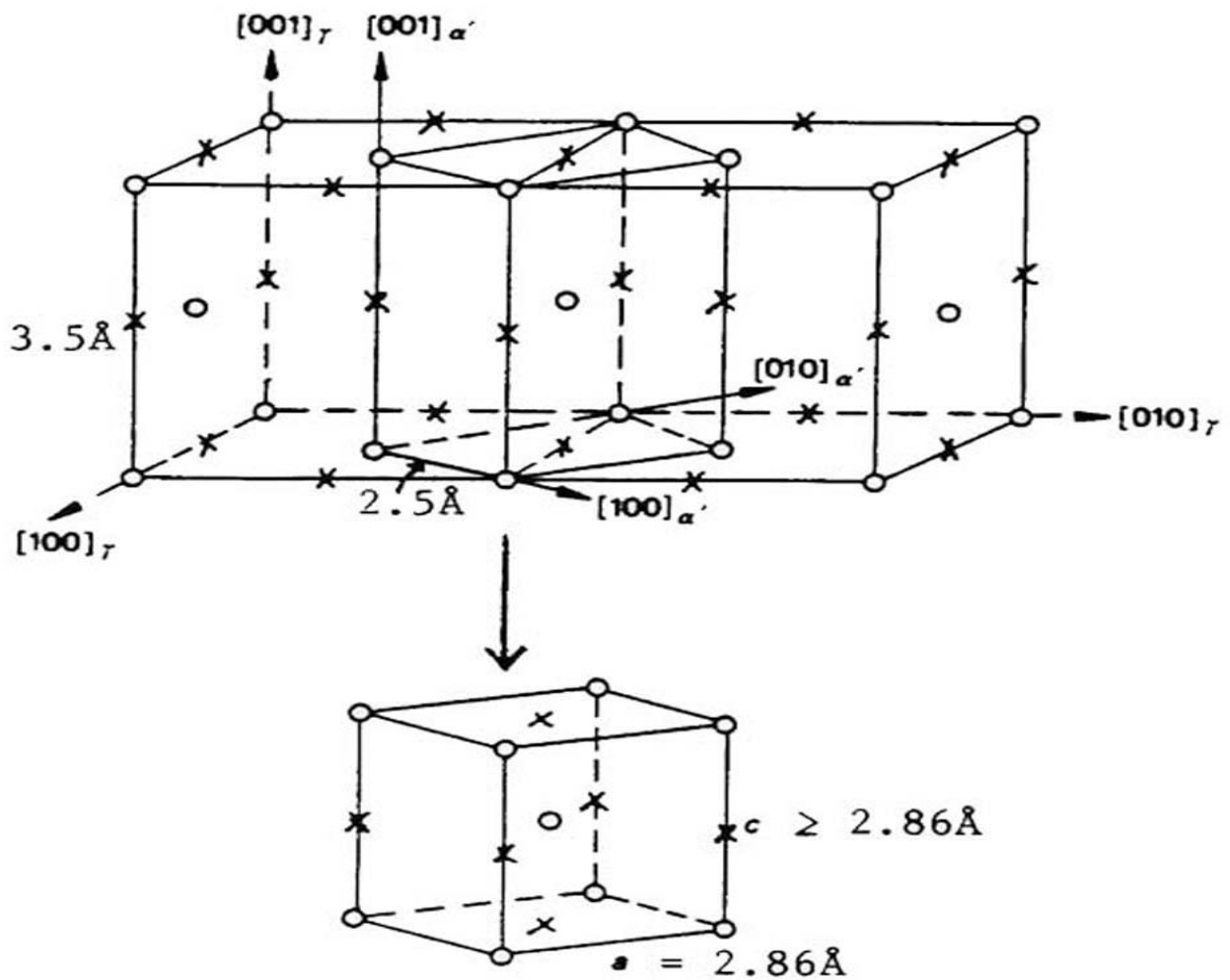
2.3 Martensitt.

Martensitt dannes fra bråkjølt austenitt. Dette er en metastabil fase som dannes fra austenittkornrensere. Mikrostrukturen kan fremstå forskjellig. Plater av martensitt kan vokse gjennom hele austenittkornet, og nye martensittplater kan kimdannes og vokse ut fra disse. Strukturen kan også bestå av staver eller tynne parallelle striper som ligger i pakker. Stripene ligger ofte parallelt med hverandre i blokker hvor de har samme orientering. Pakkene vokser ut fra austenittkornrensere og kan ha forskjellig orientering i austenittkornet.[16] For at martensitt skal dannes, må stålet kjøles raskt nok til at andre faser ikke dannes. Karbonet rekker ikke å diffundere ut av austenitten, og blir tvangsløst i martensitten. Temperaturen som angir start for martensittomvandling kalles M_s temperaturen, og martensitten dannes helt frem til sluttemperaturen M_f . Hvis temperaturen ikke når M_f vil dannelsen av martensitt ikke fullføres. Strukturen vil da bestå av martensitt og såkalt restaustenitt. Temperaturene for M_s kan beregnes utfra legeringsinnholdet og er gitt i Likning 4.[2]

Likning 4

$$M_s[C] = 539 - 423(\text{wt}\%C) - 30,5(\text{wt}\%Mn) - 17,7(\text{wt}\%Ni) - 12,1(\text{wt}\%Cr) - 7,5(\text{wt}\%Mo)$$

Mengden karbon i stålet er avgjørende for om det blir fullstendig omdanning til martensitt ved romtemperatur, eller om restaustenitt vil være tilstede i stålet. Figur 6 viser en BCT-celle tegnet inn i to enhetsceller for austenitt.[2]



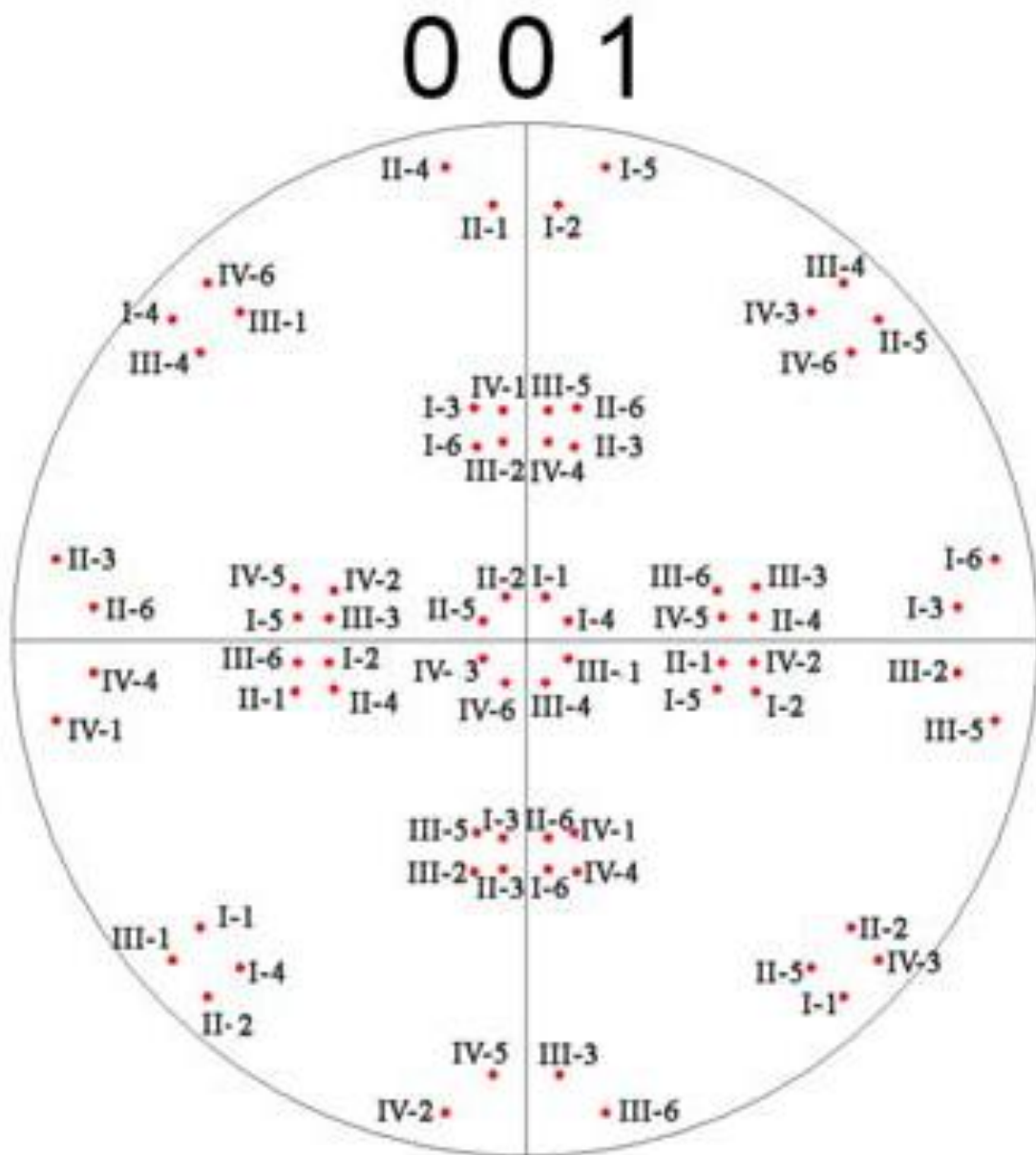
Figur 6: Martensitt dannes ved Bain-deformasjon av austenitt. [2]

Martensitten har en BCT-struktur heller enn BCC som i ferritt. Dette skjer fordi karbonet ikke rekker å diffundere ut av austenitten. Transformasjon til martensitt foregår dermed ved en deformasjon av austenittgitteret. A-retningen i gitteret forlenges, mens c-retningen i gitteret trykkes sammen. Dette kalles en Bain-deformasjon. Martensittgitteret blir derfor svakt tetragonalt. Forholdet mellom a og c i den tetragonale strukturen vil bestemmes av karboninnholdet i stålet.[8]

2.4 Kurdjomov-Sachs orienteringsammenheng mellom BCC og FCC:

Orienteringsammenhengen mellom forskjellige faser kan uttrykkes ved ulike teorier. En av de mest brukte er Kurdjomov-Sachs (K-S). Når FCC transformeres til BCC sier K-S at en orientering av FCC kan danne 24 ekvivalente BCC-orienteringer. Disse BCC-orienteringene kan dannes fra de fire tettpakkede $\{111\}_\gamma$ – planene. Det kan dannes seks forskjellige orienteringer av BCC for hver av disse austenittplanene.

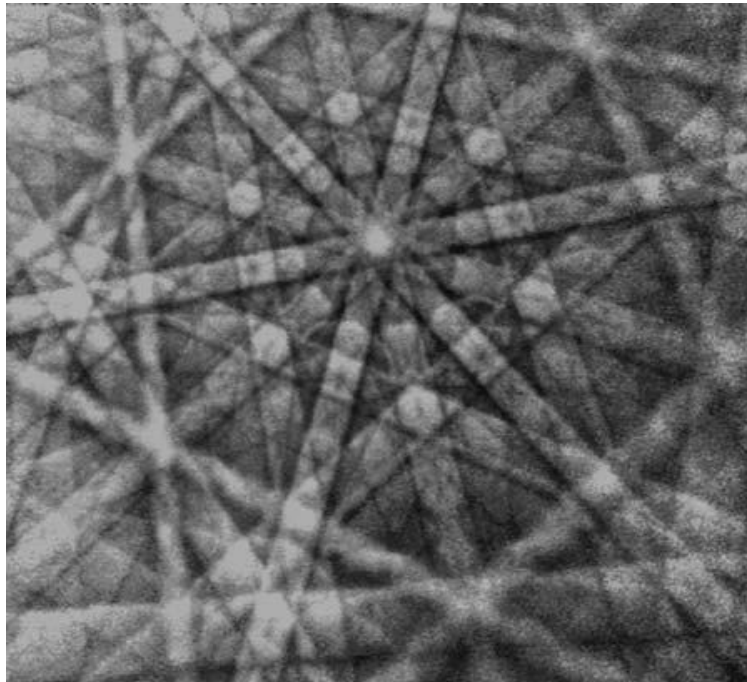
BCC-variantene som kan oppstå fra austenitten kan presenteres i en standard $\{100\}$ -polfigur. Her presenteres BCC-variantene med romertallene I – IV i forhold til hvilken av de tettpakkede austenittplanene de er parallelle med. BCC variantene er videre presentert med tallene 1 – 6 for hvert austenittplan de hører til. Sammenlikning av eksperimentelle BCC-orienteringer mot denne polfiguren kan dermed brukes for å bekrefte eller avkrefte orienteringssammenhengen mellom BCC og FCC. Standard $\{100\}$ -polfigur for de 24 mulige K-S BCC-variantene dannet fra austenitt med orientering $(001)[100]$. [17] De teoretiske orienteringsvariantene av BCC fra austenitt fra $(001)[100]$ er vist i Figur 7.



Figur 7: Standard $\{100\}$ -polfigur for de 24 mulige K-S BCC-variantene dannet fra austenitt med orientering $(001)[100]$. [17]

2.5 EBSD-teknikken:

Teknikken med å karakterisere krystalliske materialer ved hjelp av diffraksjon av tilbakespredte elektroner (Electron backscatter diffraction) er blitt mer og mer vanlig. EBSD gjort i SEM gjør at faser, kornorientering og korngrenser i slike materialer kan bestemmes. EBSD-mønstre dannes på en fosforskjerm fra en stasjonær stråle med høyenergetiske elektroner.[3] Disse blir elastisk spredt og diffraktert noen få nanometer under overflaten av prøven, og treffer den fluoriserende fosforskjermen. Bare 5 % av elektronene som treffer skjermen, er elastisk spredt og diffraktert. Resten av elektronene som ikke er elastisk spredt, vil bidra til støy i bildet. [18] Et diffraksjonsbilde fra SEM er illustrert i Figur 8.



Figur 8: Kikuchi-bånd fra tilbakespredte elektroner i en cadmiumprøve tatt ved 20keV.[3]

Diffraksjonsbildet som dannes, kommer av vekselvirkningen med atomplan øverst i prøveoverflaten. Elektroner gjennomgår en høyvinkel tilbakespredning, og noen av elektronene diffrakteres av atomplanene på tur ut av prøven slik at de oppfyller Braggs lov som er vist i Likning 5.

Likning 5

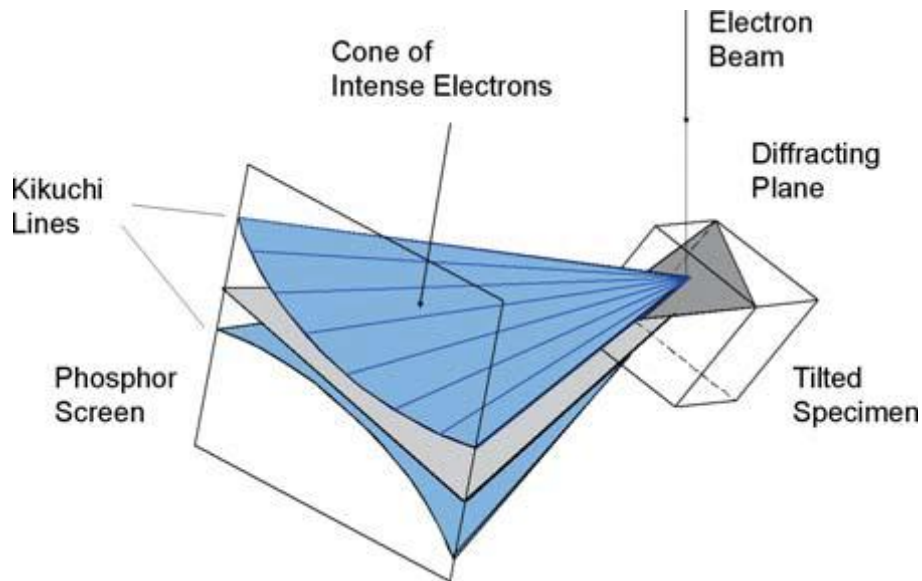
$$2d_{hkl}\sin\theta_B = n\lambda$$

Her er d_{hkl} avstanden mellom de diffrakterte atomplanene, θ_B er Bragg-vinkelen, n er et heltall og λ er bølgelengden til de innkommende elektronene. I EBSD er n lik 1 for 1. ordens diffraksjon da kun denne er synlig.[19]

De elektronene som oppfyller Braggs lov, danner parvise kjegler med elektroner for hvert atomplan som så treffer skjermen med vinkelen $90^\circ - \theta_B$ grader. Dette gir bånd på skjermen som følger retningen til atomplanene i gitteret som diffrakteres. Disse båndene kalles Kikuchi-bånd. Det dannes parvise kjegler fordi diffraksjon skjer på hver side av atomplanet. Fordi Bragg-vinkelen er svært stor i EBSD, vil kanten på båndene som dannes heller framstå som parallelle linjer, enn som kanten av kjegler.[20] Prinsippet for dette er illustrert i Figur 9.

Grunnen til at bånd dannes i stedet for parvise buer som oppfyller Braggs lov, er at elektronene diffrakteres fra hver side av et plan, og har høy elektronintensitet i hele området $[-\theta_B/\theta_B]$. Det er samtidig større sjanse

for at elektroner skal tilbakespres dersom innfallsvinkelen mot diffrakterte atomplan ligger mellom $[-\theta_B / \theta_B]$. Dette kalles Channeling-effekten.[21]



Figur 9: To kjegler diffrakteres. En for hver side av et atomplan, og danner Kikuchi-linjer.[3]

Fordi flere atomplan diffrakteres samtidig, vil det dannes flere bånd på fosforskjermen. Geometrien for diffraksjonsmønsteret som dannes, er unikt for krystallstrukturen og -retningen som danner mønsteret. Bredden er to ganger braggvinkelen, og midtlinjen av båndet korresponderer med kryssningen av gitterplanene som danner den. Der midtlinjen til Kikuchibåndene krysser hverandre, vises soneaksen i krystallen og dermed krystallens retning. Dette gjør at kornenes orientering kan fastsettes.[3]

For å oppnå godt signal tiltes prøven 70° mot EBSD-detektoren. Innfallsvinkelen til elektronstrålen er da 20° og flere elektroner forlater prøveoverflaten slik at signalet blir sterkere.[19] En negativ konsekvens av dette er en forlengelse av strålens projeksjon ned på prøven. Dette fører til dårligere romlig oppløsning normalt tiltaksen til prøven.[3]

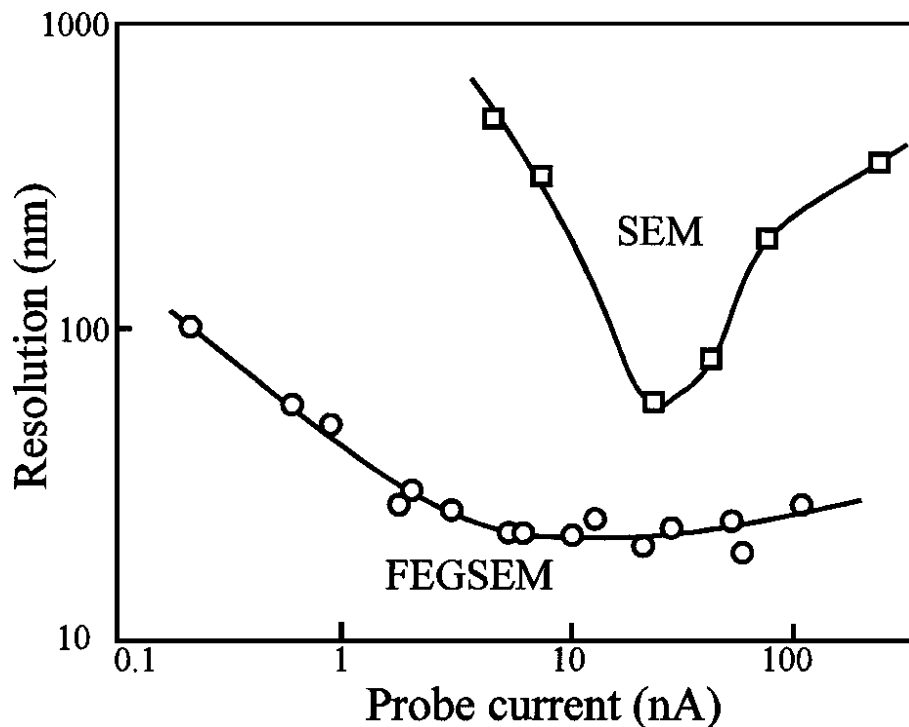
2.5.1 Parametre i SEM:

EBSD-systemet i SEM består av en fosforskjerm som er fluoriserende når elektroner treffer skjermen, et kamera med CCD for opptak av diffraksjonsmønster og bildeprosessering av diffraksjonsmønster. Elektronstrålen i SEMet blir flyttet fra punkt til punkt på prøven med en gitt steglengde og frekvens. Diffraksjonsmønstrene som dannes, tas opp av CCD-kameraet og kan videre indiseres. Siden dette mønsteret er lyssvakt, er det gunstig for CCD-kameraet å eksponere et punkt over lengre tid for å få et bedre signal til støyforhold. Dette gjør det lettere å indisere diffraksjonsmønstrene.[20]

Indisering kan gjøres direkte (kalt online indisering), eller bildene kan lagres og indiseres ved et senere tidspunkt (kalt offline indisering). Ved online indisering må programvaren indisere diffraksjonsmønstre mens de tas. Dette stiller krav til at kalibrering av diffraksjonsmønstre gjøres bra, og at alle faser er kjent på forhånd fordi bilder av diffraksjonsmønstre slettes rett etter indisering. Kalibrering kan derfor ikke gjøres på nytt uten å skanne prøven en gang til. Fordelen med offline indisering er at hastigheten på skanning av et område bare er begrenset av følsomheten i CCD-kameraet og tiden det tar å lagre diffraksjonsmønsteret på lagringsmediet. Dette gjør at skann kan gjøres raskere. Fordi rådata lagres, kan indisering gjøres flere ganger hvis det viser seg at første indisering var utilstrekkelig.

Det er flere forhold som må tas høyde for, for at resultatet av EBSD-skannet skal bli godt, blant annet strålestrøm og spenning.[22] Strålestrømmen i SEMet påvirker tiden et punkt på prøven må bestråles for å gi

et indiserbart bilde fra CCD-kameraet. Ved høyere strålestrøm økes antallet elektroner som danner diffraksjonsbildet. Derfor trenger ikke CCD-kameraet like lang eksponeringstid for å gi et indiserbart bilde. Et område kan da skannes raskere. Høyere strålestrøm oppnås ved å bruke større aperturåpning slik at flere elektroner treffer prøven. Dette fører også til at elektronstrålen blir bredere, og oppløsningen blir dårligere. [20] For FESEM er oppløsningen mindre berørt av en høy strålestrøm, og dermed kan raske skann kombineres med høy oppløsning. [23] Figur 10 viser hvordan oppløsningen varierer med strømstyrke for SEM og FESEM.



Figur 10: Figuren viser hvordan høy strøm ikke har nevneverdig innvirkning på oppløsningen i FESEM. [23]

Strømmen i SEMet kan måles. Gitt at jordingen er god, vil denne strømmen absorberes. Utfra denne målingen kan strømmen fra elektronkanonen bestemmes ved bruk av Likning 6. i_p er strømmen fra elektronkanonen. Her svarer $0,1 i_p$ til mengden tilbakespredte sekundælektroner, ϵi_p til mengden tilbakespredt strøm hvor ϵ avhenger av materialet, og i_{abs} er mengde absorbert strøm. [19]

Likning 6

$$i_p = 0,1i_p + \epsilon i_{bs} + i_{abs}$$

Akselerasjonsspenningen som benyttes, vil også påvirke kvaliteten på diffraksjonsmønstrene som dannes. En høyere spenning vil gi en kortere bølgelengde slik at bredden på Kikuchibåndene blir smalere, og midtlinjen i båndene kan lettere bestemmes. Sammenhengen mellom bølgelengde og akselerasjonsspenning er gitt i Likning 7. [19]

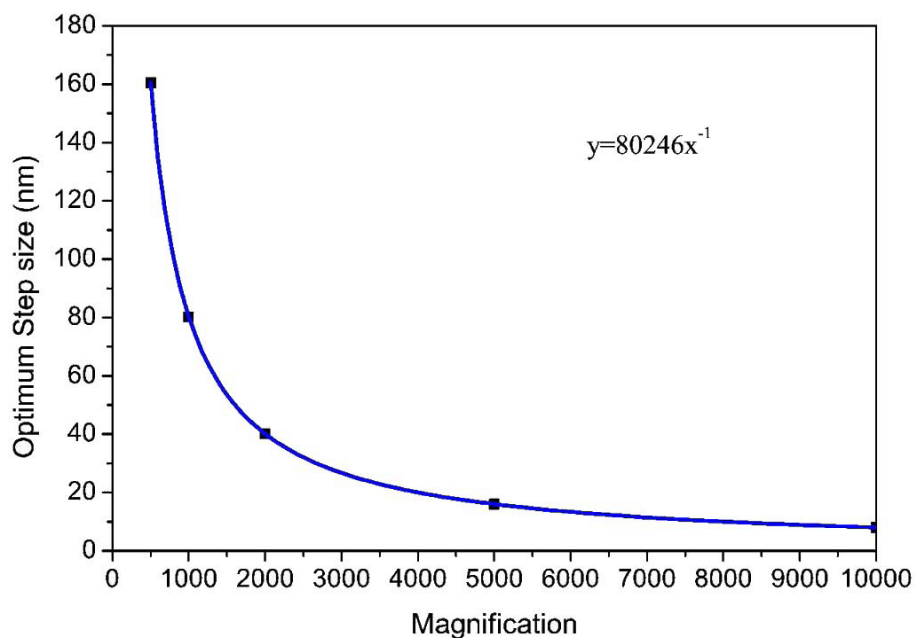
Likning 7

$$\lambda = \frac{1,224}{\sqrt{E_o}}$$

Her er λ bølgelengde i nm og E_o er spenningen i V. Høyere akselerasjonsspenning har den negative effekten at elektronstrålen trenger lengre ned i prøven. Dette gjør at diffraksjonsmønstrene kommer fra et større

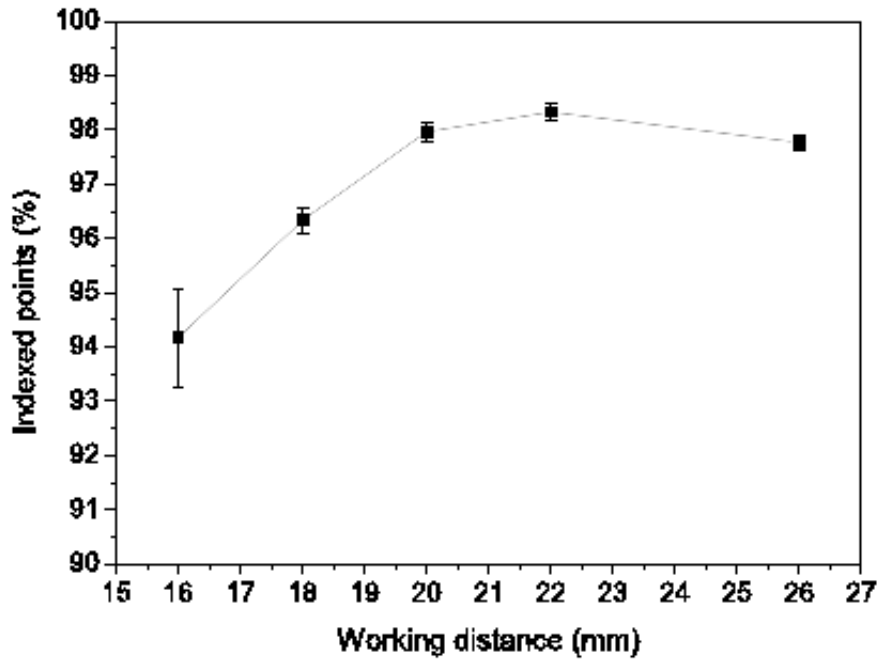
prøvevolum og den romlige oppløsningen blir dårligere. Lavere akselerasjonsspenning vil gi et dårligere signal slik at diffraksjonsmønstrene blir mindre tydelige. Derfor må spenningen avpasses slik at et akseptabelt kompromiss oppnås. [3]Hvor langt ned i prøven elektronene når, er også avhengig av atomnummeret i prøven.[19] For høyatomære prøver har 20kV vist seg å gi gode resultater.

Den optimale steglengden i et EBSD-skann er avhengig av forstørrelsen som velges. Dette er vist i Figur 11. Forstørrelsen må avpasses til et område som er stort nok til å være representativt for prøven. Dette fordi lokale variasjoner i prøven ikke skal påvirke resultatet av undersøkelsen. Steglengden som velges bør samsvare med funksjonen i Figur 11. En steglengde som er for kort i forhold til forstørrelsen, vil bestå av for få Data Acquisition (DAQ)-kortenheter som så vil gjøre at det oppstår elektronisk støy eller vibrasjonsproblemer. Dette skjer da DAQ-kortet har en oppløsning på 16 bit og bruker hele sitt dynamiske intervall for å skanne bredden i et bilde ved en gitt oppløsning. Dette gjør at steglengden ikke må bli for kort. En lengre steglengde vil ikke gi en like negativ effekt, og et område på en prøve kan skannes raskere ved en forholdsvis lengre steglengde enn den optimale da færre punkter på prøven skannes.[22]



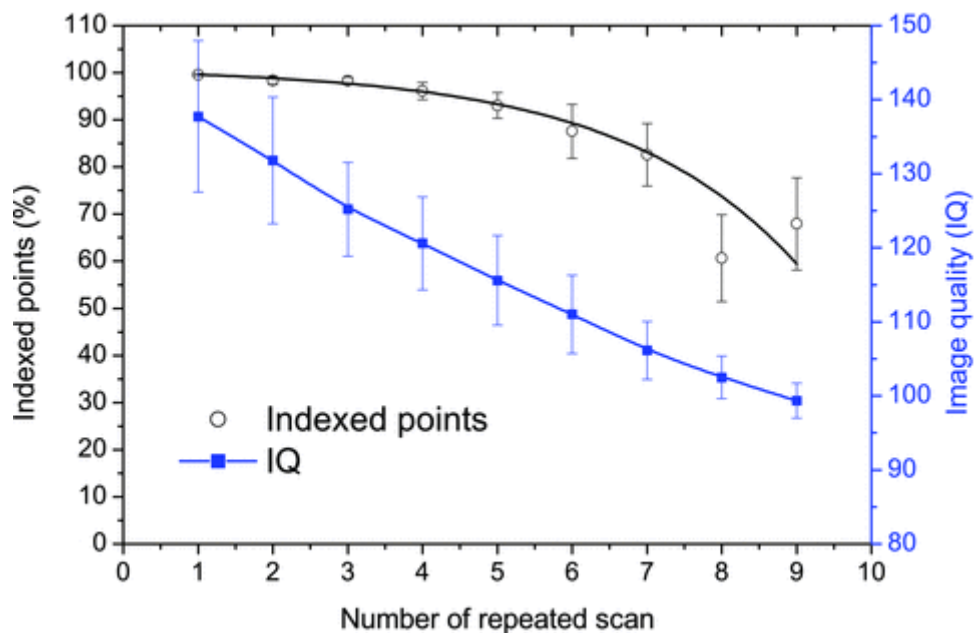
Figur 11: Den optimale steglengden er avhengig av forstørrelsen som velges. [22]

Antallet diffraksjonsmønstre som er godt indiserbare er avhengig av arbeidsavstanden. Ved å bruke mindre arbeidsavstand vil romlig oppløsning bli bedre, men diffraksjonsmønstret vil samtidig komme lengre opp på fosforskjermen. Dette gjør indisering av mønstret vanskeligere. Ved lengre enn optimal arbeidsavstand synker også andelen indiserbare punkter, men litt lang arbeidsavstand har mye mindre å si for indiseringsen enn for kort arbeidsavstand. For det aktuelle SEMet er den optimale arbeidsavstanden ca. 22 mm. Dette er vist i Figur 12.[22]



Figur 12: Figuren viser andel indiserbare punkter som funksjon av arbeidsavstand. [22]

Ved gjentatte skann på samme området på en prøve vil prøveoverflaten bli forurenset av et hydrokarbonlag. Dette fører til at båndkontrasten i diffraksjonsmønstrene blir lavere for hvert skann.[22] Når mange skann gjøres etter hverandre vil dette etter hvert bli vanskeligere å få diffraksjonsmønstre som kan indiseres. Under in situ-forsøk kan dette være problematisk da det må gjøres flere skann på samme område.



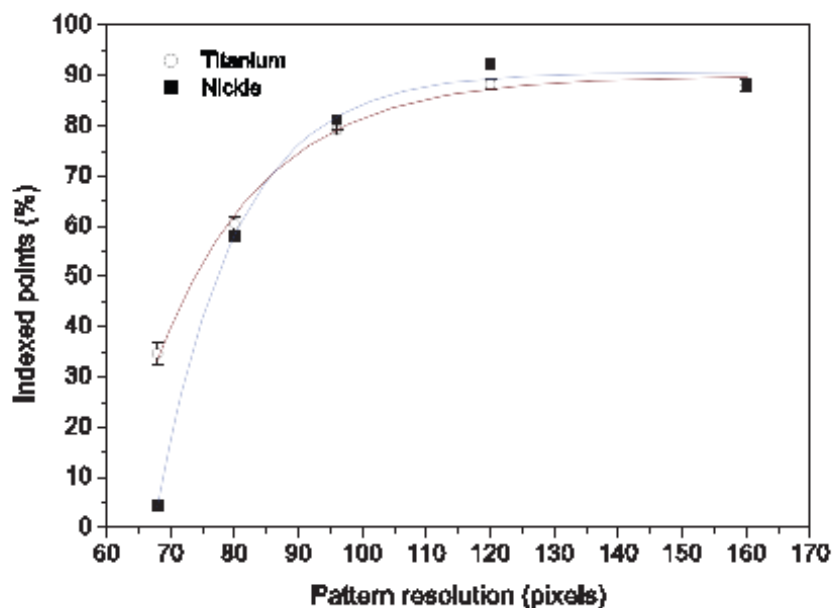
Figur 13: Figuren viser at gjentatte EBSD-skann på samme område fører til lavere båndkontrast i diffraksjonsmønstrene.[22]

Anne Jorunn Enstad observerte i sin master-oppgave at ved å varme opp prøver dampet dette hydrokarbonlaget av slik at båndkontrasten ikke ble lavere ved gjentatte skann.[5]

2.5.2 Opptak av diffraksjonsmønstre:

For opptak og lagring av diffraksjonsmønstre brukes programvaren NORDIF 1.4.0. I dette programmet legges arbeidsavstand, forstørrelse, spenning og tiltvinkelen på prøven i SEMet inn av brukeren. NORDIF henter ut et sekundærelektronbilde fra området som skal skannes. Et område av prøven innenfor sekundærelektronbildet velges ut for å skannes. Dette området blir referert til som "Region of interest" eller ROI. Med dette programmet stilles opptakshastighet av diffraksjonsmønster (Frame rate), eksponeringstid, binning og elektronisk signalforsterkning i kameraet (Gain). Disse stilles inn separat for diffraksjonsmønster som skal brukes for kalibrering og skanning av prøven. Med svakt signal kan programvaren kompensere ved å bruke elektronisk forsterkning i kameraet. Med for høy forsterkning vil det oppstå overmetning av kameraet og diffraksjonsmønstrene vil ikke være synlige. Dette skjer fordi det ikke oppnås kontrast mellom diffraksjonsmønsteret og støyen i bildet. Bildet vil da vises som en hvit flekk i CCD-kameraet.

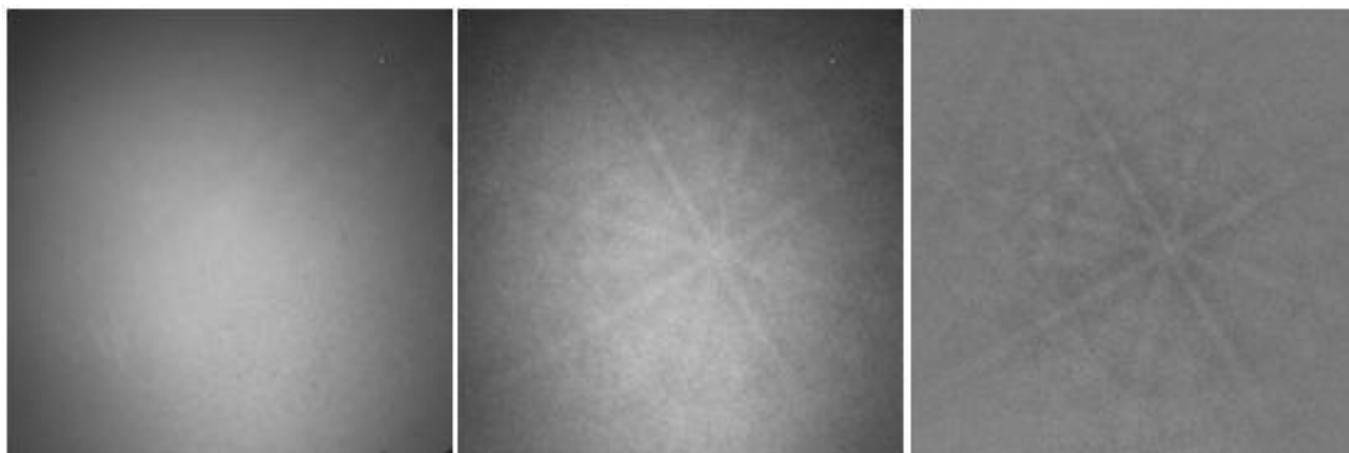
En annen måte å oppnå bedre og sterkere signal på, er å binne flere piksler til et piksel i CCD-brikken.[24] Disse pikslene trenger mindre eksponeringstid for å gi tilstrekkelig godt nok signal for senere å kunne indiseres. Siden oppløsningen i diffraksjonsmønsteret reduseres med økende binning, blir det vanskeligere å gjøre indisering. Andelen indiserbare punkter er stabilt høy med en oppløsning på diffraksjonsmønstre på 96 x 96 piksler. I CCD-kameraet brukt under forsøkene i denne oppgaven er det en VGA-chip hvis største oppløsning er 480 x 480 piksler. Med en binning på 5x5 øker lyssensitiviteten til hvert enkelt punkt med en faktor 25.[22] Sammenlikningen mellom andel indiserte diffraksjonsmønstre og oppløsning er vist i Figur 14.



Figur 14: Figuren viser andelen indiserte punkter som funksjon av oppløsning i CCD-brikken i kameraet i EBSD.[22]

Frame rate beskriver hvor mange bildepunkter på prøven som det tas opp diffraksjonsmønstre fra per sekund. Denne må avpasses eksponeringstiden som trengs for å gi best mulig diffraksjonsmønster. Programvaren stiller automatisk inn den høyeste eksponeringstiden en gitt Frame rate kan ha. Etter at disse parametrene er satt opp, gjøres en bakgrunnssubtraksjon. Dette gjøres ved at prøveområdet raskt skannes for å få diffraksjonsmønstre fra flere korn. Gjennomsnittet fra disse diffraksjonsmønstrene trekkes fra under opptak av diffraksjonsmønstrene som skal indiseres. Dette gir bedre diffraksjonsmønstre for senere indisering. Et eksempel på dette er vist i Figur 15. Tiden det tar å skanne ROI er avhengig av Frame rate,

størrelsen på ROI og steglengden mellom hvert punkt på prøveoverflaten som det fås et diffraksjonsmønster fra.



Figur 15: Bakgrunnsbilde er vist til venstre, mens bildet i midten viser et diffraksjonsmønster uten å trekke fra bakgrunnsbildet. Bilde til høyre viser diffraksjonsmønster med fratrekt bakgrunnsbilde.

2.5.3 Indisering av diffraksjonsmønster:

For å indisere diffraksjonsmønstrene brukes programmet TSL OIM Data Collection 5.32. Programmet omtales fra nå av som OIM DC. Denne programvaren kan beregne orienteringen til en kjent krystallstruktur. Kikuchi-båndene blir detektert ved bruk av Hough-transformasjonen, og blir lagt til et Hough-rom. Her vil midtlinjen i et Kikuchi-bånd uttrykkes som sinusodale kurver som møtes i et punkt i Hough-rommet. Ett punkt for hver linje som detekteres. Disse punktene danner topper i Hough-rommet som beskriver båndkontrasten i Kikuchibåndene. Mønsteret blir så indisert ved å bruke geometrien til båndene for å finne orienteringen.

For at orienteringen skal indiseres nøyaktig, må posisjonen til området som skannes være kjent relativt til posisjon av fosforskjermen. Dette gjøres ved en kalibreringsprosess. Fasen som skal indiseres, angis av brukeren og legges over diffraksjonsmønsteret. Hvis denne fasen stemmer godt overens med diffraksjonsmønsteret, er dette riktig fase. Hvis ikke må en annen fase legges over diffraksjonsmønsteret for kalibrering. Programvaren ser om denne fasen stemmer overens med mønsteret. Posisjonen i forhold til objektivlinsen er arbeidsavstanden. Punktet som gir den korteste normalavstanden mellom området på prøven som er i fokus og fosforskjermen, kalles Pattern Center (PC). Denne posisjonen er gitt av x og y som angir punktet på fosforskjermen, og z som angir avstanden mellom fosforskjermen og prøven. I programmet kan brukeren definere PC, og programmet kan forbedre Fit og CI ved en kalibreringsprosess. Etter denne kalibreringen vil brukeren se om Fit og CI er blitt forbedret. CI, IQ og Fit blir forklart nedenfor. Dette krever at brukeren velger et utgangspunkt hvor PC er bra plassert. [25]

Programvaren bruker tre parametre for å bestemme kvaliteten på diffraksjonsmønsteret. Disse er Confidence Index (CI), Fit og Image Quality (IQ). CI er programmets måte å beskrive hvor sikker beregningen av krystallorienteringen er. Programvaren beregner denne ved bruk av Likning 8

Likning 8

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

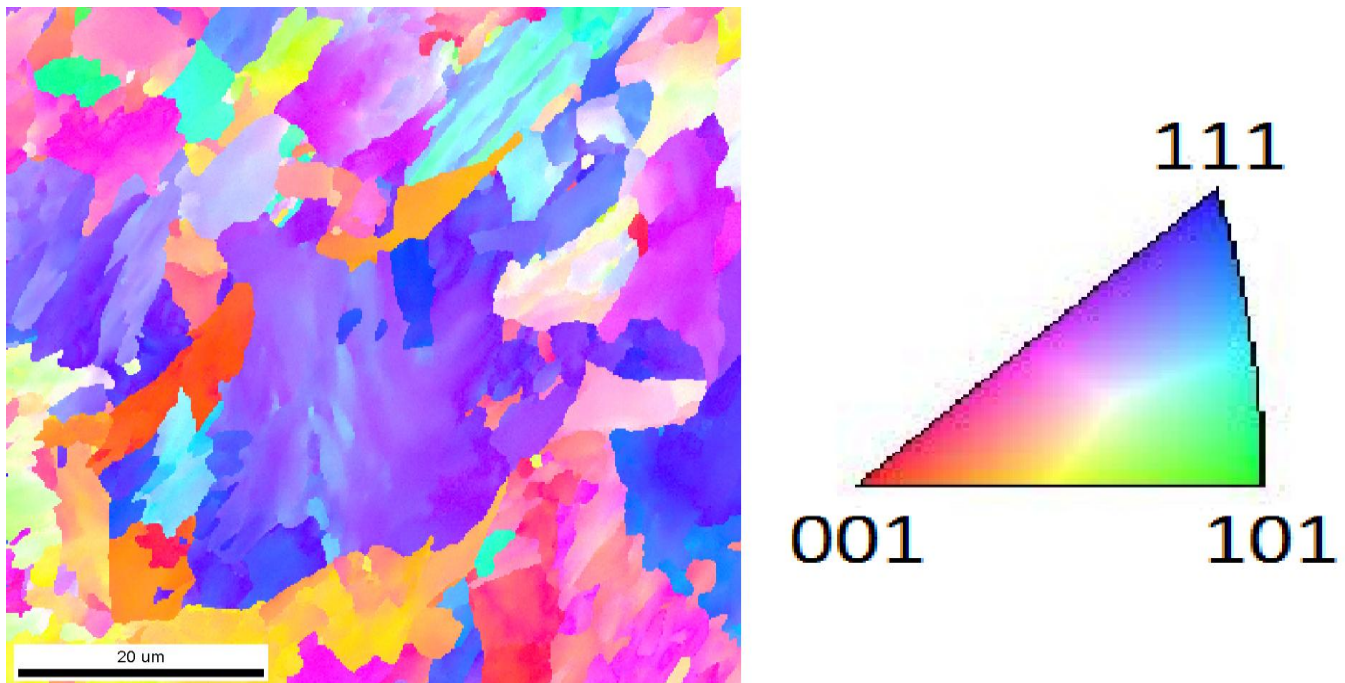
V_1 og V_2 beskriver den orienteringen som programvaren mener er henholdsvis mest og nest mest sannsynlig. Dette gjøres ved en stemmeprosess hvor V_1 mottar mest stemmer og V_2 mottar nest mest stemmer. V_{ideal} er

antall mulige stemmer for alle detekterte båndtripletter. CI vil variere mellom 0 og 1 hvor 1 angir svært høy sannsynlighet for at orienteringen er riktig. Hvis CI er -1 betyr dette at punktet ikke er indisert. Om CI er 0, vil dette bety at to orienteringer eller faser er like sannsynlige, altså at $V_1 = V_2$. Eksperimenter gjort med FCC-materialer har vist at ved en CI verdi større enn 0,1, vil indiseringen være rett i 95 % av tilfellene når minst seks Kikuchibånd har blitt indisert.[26] Under indiseringen vil også en Fit-verdi angis. Denne verdien er bestemt av vinkelavviket mellom de detekterte båndene og hvor båndene bør komme basert på stemmeprosessen for bestemmning av orientering. Denne verdien bør være minst mulig da dette betyr at avviket mellom beregnede bånd og detekterte bånd er lite.

Image quality er et mål på kvaliteten i diffraksjonsmønstrene. Den er definert som gjennomsnittlig høyde på detekterte topper i Hough-transformasjonen og er multiplisert med fem av historiske årsaker. Kvaliteten på diffraksjonsmønsteret er blant annet avhengig av tøyningen i diffraksjonsvolumet, hvilken fase det er i, kontaminasjon i overflaten og hvor godt prøveprepareringen fjerner deformasjoner i overflaten. Dette gir en god indikasjon på korn grenser, subkorn grenser og kvalitativ informasjon om tøyning i mikrostrukturen. Et IQ-kart viser dette i svart/hvitt ved at bildepunkter med høy IQ-verdi vises som lyse, mens bildepunkter med lav IQ-verdi vises som mørke. Urenheter, gitterdeformasjoner og korn grenser vises som mørkere da de gir lavere båndkontrast. Om det er tøyninger langs korn grensene, vil også disse vises som mørke i IQ-kartet.[27]

2.5.4 Behandling av indiserte data:

For analysering av indiserte data ble programmet TSL OIM Analysis 6.1 brukt. Dette programmet omtales fra nå av som OIM Analysis. Programmet kan blant annet brukes for å lage fasekart, lage invers polfigur og invers polfigurkart for orienteringen av punkter og korn, for å se på bildekvaliteten og å rense opp EBSD-skann da disse ikke alltid gir et helt presist bilde av prøven. Et eksempel på en invers polfigur og et invert polfigurkart (IPF-kart) i OIM Analysis er gitt i Figur 16.



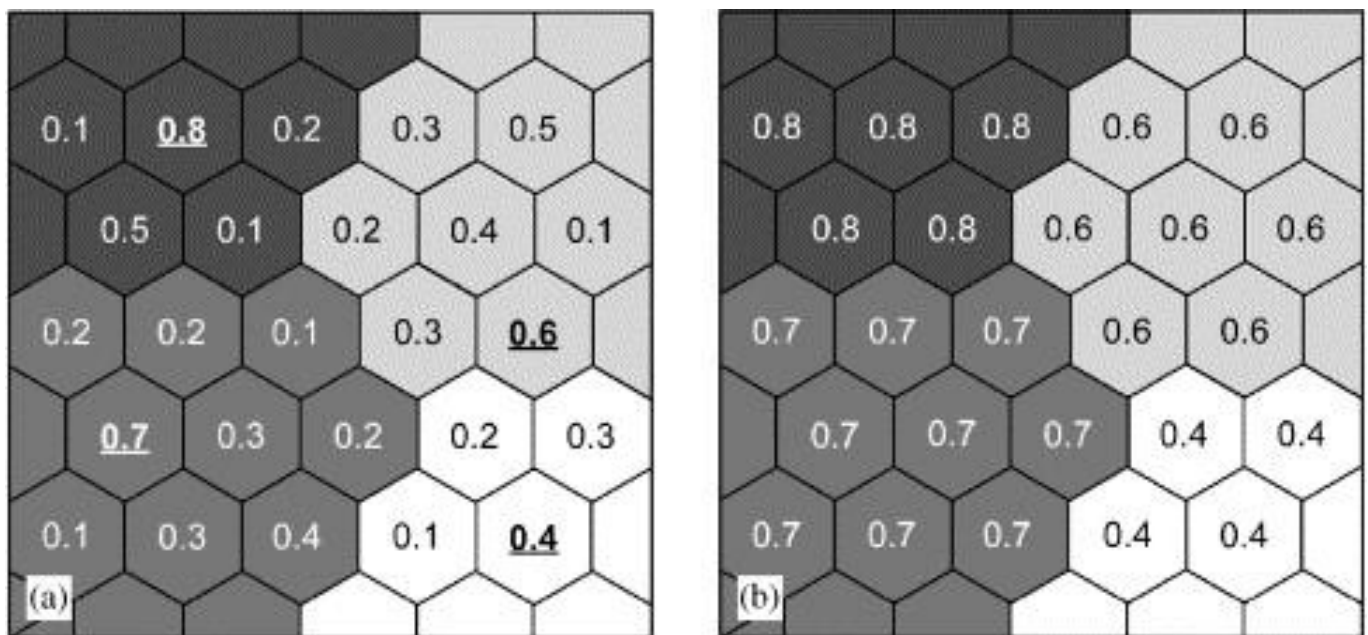
Figur 16: Figuren viser et eksempel på et invert polfigur- kart (IPF-kart) til venstre og en invers polfigur til høyre.

Feilindiseringen fører til at et bildepunkt indiseres som en orientering eller en fase som ikke stemmer overens med de øvrige bildepunktene i kornet eller martensitten. Dette kan sees som enkelte bildepunkter

som har en farge som avviker i fra nabobildepunktene. Dette er bildepunkter som sannsynligvis er feilindiserte. Programvaren for indisering av diffraksjonsmønstre kan få problemer med å indisere mønstre fra korngrenser. Andre effekter slik som topografi, kan også påvirke om indiseringen blir rett. Ved korngrensen er ofte diffraksjonsmønstret hentet fra hvert av kornene som ligger ved siden av hverandre i tillegg til korngrensen. Programvaren for indisering kan da komme fram til riktig eller feil indisering basert på begge kornene.

TSL OIM Analysis brukes blant annet for å renske indiserte rådata. Fordi dette endrer dataene, må det gjøres med omhu for ikke å gi feilkilder. Algoritmen for opprensningen fungerer best hvis kornstørrelsen er vesentlig større enn steglengden på skannet.

I denne oppgaven brukes Grain CI Standardization som gjør at CI til alle bildepunkter i et korn endres til den høyeste CI-verdien blant bildepunktene i kornet. Dette er illustrert i Figur 17.



Figur 17: Figuren illustrerer hvordan Grain CI Standardization fungerer. Figur a) viser et skann før standardisering, mens figur b) viser et skann etter at dette er gjort.[28]

Bildepunkter er sannsynligvis riktig indisert hvis vinkelen mellom et bildepunktpunkt og nærliggende bildepunkter avviker lite og fasen er den samme. For å gjøre dette må maksimumsverdien for vinkelavviket mellom punkter med høy CI og lavere CI spesifiseres. På denne måten kan det skilles mellom bildepunkter med lav CI og høy orienteringslikhet og mellom bildepunkter med både lav CI og ulik orientering. I denne oppgaven ble akseptabelt vinkelavvik satt til 5° . Bildepunkter med lav CI og stort vinkelavvik er sannsynligvis feilindiserte. Disse bildepunktene kan gjøres svarte ved å fjerne kvalitetsverdiene og orienteringen til disse bildepunktene. På denne måten vil ikke kvalitetsverdiene for disse bildepunktene tas med i beregningen av gjennomsnittlig kvalitetsvedi for EBSD-skannet. Dette vil bli referert til som at disse bildepunktene er tatt vekk. I denne oppgaven ble alle punkter med CI lavere enn 0,05 fjernet etter at Grain CI Standardization var gjennomført. [27]. I denne oppgaven vil gjennomføringen av Grain CI Standardization omtales som opprensning eller at skann er rensket opp.

2.6 *In Situ* EBSD-karakterisering:

In situ-forsøk med EBSD-karakterisering gjør det mulig å se endringen i mikrostrukturen i materialer direkte. Dette er derfor en viktig metode for å forstå hvordan endringene i materialet skjer. Denne teknikken brukes derfor for å se på endringer i mikrostruktur under oppvarming eller deformasjoner ved ulike temperaturer.

For å karakterisere endringer i mikrostrukturen til materialer ved EBSD er det viktig at opptakshastigheten av diffraksjonsmønstre er høy. Offline indisering hvor diffraksjonsbildene sendes til lagring uten å indiseres først, gjør det mulig å øke skannhastigheten. Dette gjør det også mulig å indisere dataene flere ganger slik at instillingene kan optimaliseres. Faser kan legges til i etterkant slik at disse ikke trenger å være kjent i forkant av skannet. Kombinasjonen av høy hastighet og fleksibilitet med hensyn til indisering gjør offlineindisering egnet til in situ-karakterisering av materialer.

Det er rapportert få in situ EBSD-undersøkelser ved oppvarming av stål. Dette kommer av at temperaturen som kreves for å oppnå fasetransformasjoner er høy, noe som gir enkelte utfordringer. Temperatursensitive komponenter i prøvebordet i SEMet må ikke utsettes for høy varme. Enkelte detektorer kommer svært nær den oppvarmede prøven og må tas vekk for ikke å eksponeres for varme.

Nakamichi *et al.* [4] har gjennomført en undersøkelse av rekrytallisasjon i et IF-stål (Interstitial Free). Resultatene deres viser at det ikke var noen forringelse av diffraksjonsmønstrene opp til 800 °C. Ved sammenlikning av mikrostrukturen i overflaten av prøven og inne i bulk ble det funnet at det var liten forskjell i rekrytallisasjonsprosessen og at teksturendringene var tilnærmet. EBSD-resultatene av overflaten kunne derfor sies å være representativ for bulkmaterialet i prøven. [4]

Anne-Jorunn Enstad gjennomførte in situ oppvarmingsforsøk på HSLA-stål i sin masteroppgave. Hun benyttet da offline indisering for å oppnå raskere skannhastighet.[5] Varmebordet og ovnen hun utviklet i sin prosjektoppgave, ble brukt for å varme opp prøver under forsøkene i denne oppgaven.

Det er så vidt forfatteren vet aldri blitt gjort bråkjølingsforsøk i SEM.

3 Eksperimentelt:

3.1 F70- mikrolegeret stål:

Stålet som ble karakterisert var et mikrolegeret smistål levert av Brück GmbH. Materialet har betegnelsen ASTM A694 F70 Q og kommer fra en sømløs smidd ring. Tabell 1 oppgir legeringsinnholdet i stålet.

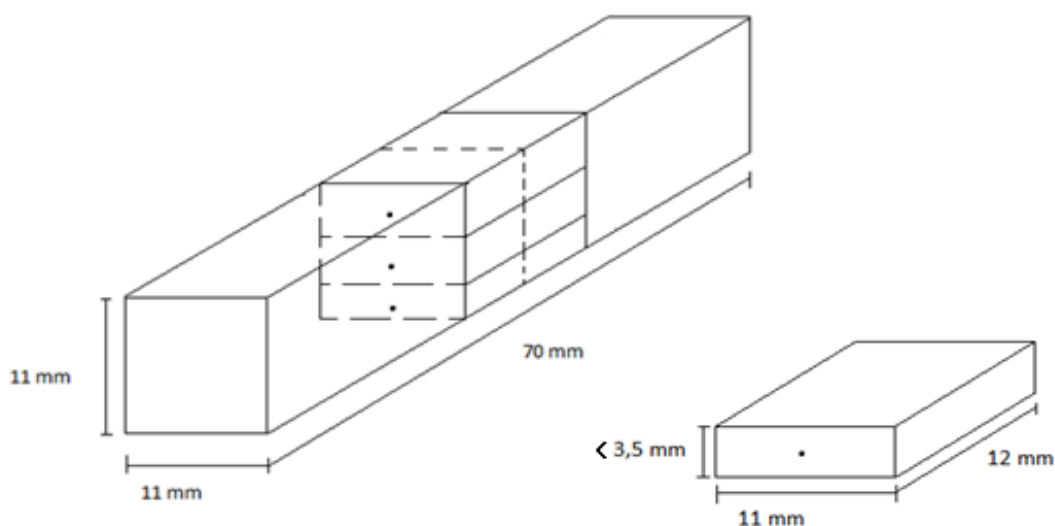
Tabell 1: Legeringsinnhold i F70 stål.

%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Ni	%Mo	%V	%Cu	%Al	%Nb	%N
0.07	0.25	0.6	0.007	0.002	0.79	0.85	0.19	0.003	1.19	0.030	0.037	0.004

3.1.1 Sveisesimulering av stålet:

Stålet ble sveisesimulert av Sintef. Prøvene ble lokalt varmet opp til en toppetemperatur på 1350 °C og deretter nedkjølt. Oppvarmingshastigheten var på 100 °C/ sekund. Avkjølingshastigheten fra 800 til 500 °C var 5 sekunder. Dette blir fra nå beskrevet som $\Delta t_{8/5} = 5$ sekunder. En prøve ble også sveisesimulert i to sykler for å sammenlikne mikrostrukturene fra sveisesimulering og oppvarming med bråkjøling inne i SEM. Under andre sveisesimuleringssykel ble materialet varmet opp til 780 °C og avkjølt med hastigheten $\Delta t_{8/5} = 5$ sekunder ved begge sykler.

Prøvestavene som ble sveisesimulert, hadde dimensjonen 11x11x70 mm. Alle prøvestavene ble kuttet i mindre biter for så å bli analysert i SEMet. Dette ble gjort for at prøvene skulle passe inn i et sete for et in situ varmebord som ble utviklet av Anne-Jorunn Enstad under hennes prosjektoppgave[5]. Figur 18 viser dimensjonene til stavene. Det var viktig at bredden på prøvene var temmelig nøyaktig 12 mm, mens høyden ikke måtte overstige 3,5 mm. Et hull for å sette termoelement i, ble lagd ved gnistkutting. Dette hullet var 0,52 mm i diameter for alle prøvene bortsett fra for tre prøver maskinert ved en senere anledning. Her var hullet laget 0,6 mm i diameter.



Figur 18: Figuren viser prøvestaven med dimensjoner og den lille prøven som ble tatt ut av prøvestaven etter sveisesimulering. Prikkene i prøven markerer hvor hullet for å sette termoelement i, ble laget.[29]

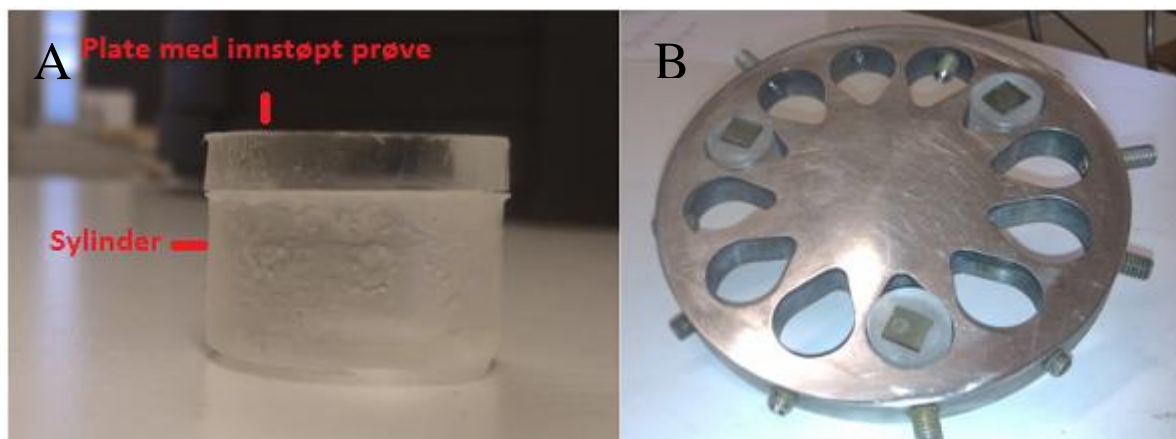
Det ble gjort dilatometermålinger av stålet, både ved sveisesimuleringen og ved egen maskin for dilatometeranalyse. Dilatometermålingene for sveisesimulering ble startet etter at prøvene ble forvarmet til 50 °C. En dilatometermåling ble gjort ved en saktere oppvarming og nedkjøling. Dette ble gjort med et Netzsch DIL 402 C dilatometer. Under dilatometermålingen ble stålet varmet opp til en makstemperatur på 950 °C. Her ble stålet varmet opp med 0,083 °C/sekund og nedkjølt like raskt. Det ble bare brukt én prøve for å gjøre dilatometeranalyse. Instrumentet for dilatometeranalysen er gitt i Figur 19. Dilatometermålingen gjort med dette instrumentet, vil fra nå av refereres til som dilatometeranalyse.



Figur 19: Figuren viser Netzsch DIL 402 C dilatometer.

3.2 Prøvepreparering:

For å oppnå diffraksjonsmønstre av god kvalitet som er indiserbare, må prøveoverflaten som undersøkes være fri for deformasjoner. For å få gode og reproducerbare resultater bør slipeprosessen gjøres automatisk [30]. Alle prøvene ble derfor satt i prøveholder og planslipt etter et program på en Struers RotoPol-31. Før prøvepreparering ble alle prøvene støpt inn i innstøpningsmassen ClaroCit. Prøvene ble støpt inn som en lav plate som så ble limt til en sylinder av ClaroCit. Den lave platen og sylindere ble hver for seg lett slipt på fint slipepapir for å få plane flater. En dråpe aceton ble satt på en av disse nyslipte overflatene, og de ble så presset sammen. Dette førte til at den lave platen med en prøve i, ble limt fast i sylindere. Deretter ble disse prøvene satt inn i en prøveholder og slipt i denne. Dette ble gjort for å få mest mulig planparallele prøver. Det gjør også at prøveprepareringen går raskere. Dette var den samme metoden som ble brukt i prosjektoppgaven [29]. Figur 20 viser prøven limt til en sylinder og prøveholderen. For å få jevnt trykk på prøvene ble de montert i prøveholderen med jevn avstand mellom seg.



Figur 20: Figur A viser en plate med prøven i, som så er limt på en sylinder. Både sylinder og platen er av ClaroCit. Figur B viser tre prøver satt inn i prøveholderen for å slipes automatisk.

Alle prøvene ble slipt med Struers slipepapir og økende finhet. Etter dette ble prøvene polert fra 9 til 3 til 1 μm i Struers TergaPol-31 poleringsmaskin. Tabell 2 viser slipetrinnene for alle prøvene ned til 1 μm .

Tabell 2: Tabellen viser prepareringstrinn for alle prøvene.

Slipeflate	Suspensjon	Tid og kraft på prøveholder
120	Vann	15 min. 90N
320	Vann	15 min. 90N
1200	Vann	15 min. 90N
MD Allegro	DiaP. All/Lar	10 min. 210N
MD Dap	DiaP. Dac	10 min. 300N
MD Nap	DiaP. Nap-B	10 min. 150N

Etter sliping og polering ble prøvene tatt ut av ClaroCit-en. Dette ble gjort ved å sette de innstøpte prøvene i en skrustikke og stramme denne helt til prøvene slapp innstøpningsmassen. Dette gav en smal sprekk hvor en tynn gjenstand kunne settes inn for å pirke prøven ut. De innstøpte prøvene ble ikke dyppfryst i flytende nitrogen da dette kunne føre til at eventuell restaustenitt i prøvene kunne transformere til martensitt. Prøvene ble så renses i aceton-bad i ultralyd i underkant av ett minutt. Det ble observert at den polerte prøveoverflaten oksyderte ved for lang tid i ultralydbadet, og prøvene måtte derfor ikke renses for lenge i aceton. Deretter ble prøvene satt i en ionemølle. Ionemøllen som ble brukt, var en Hitachi IM 3000. Denne er vist i Figur 21.



Figur 21: Figuren viser ionemøllen som ble brukt for å preparere prøvene før EBSD-undersøkelser.

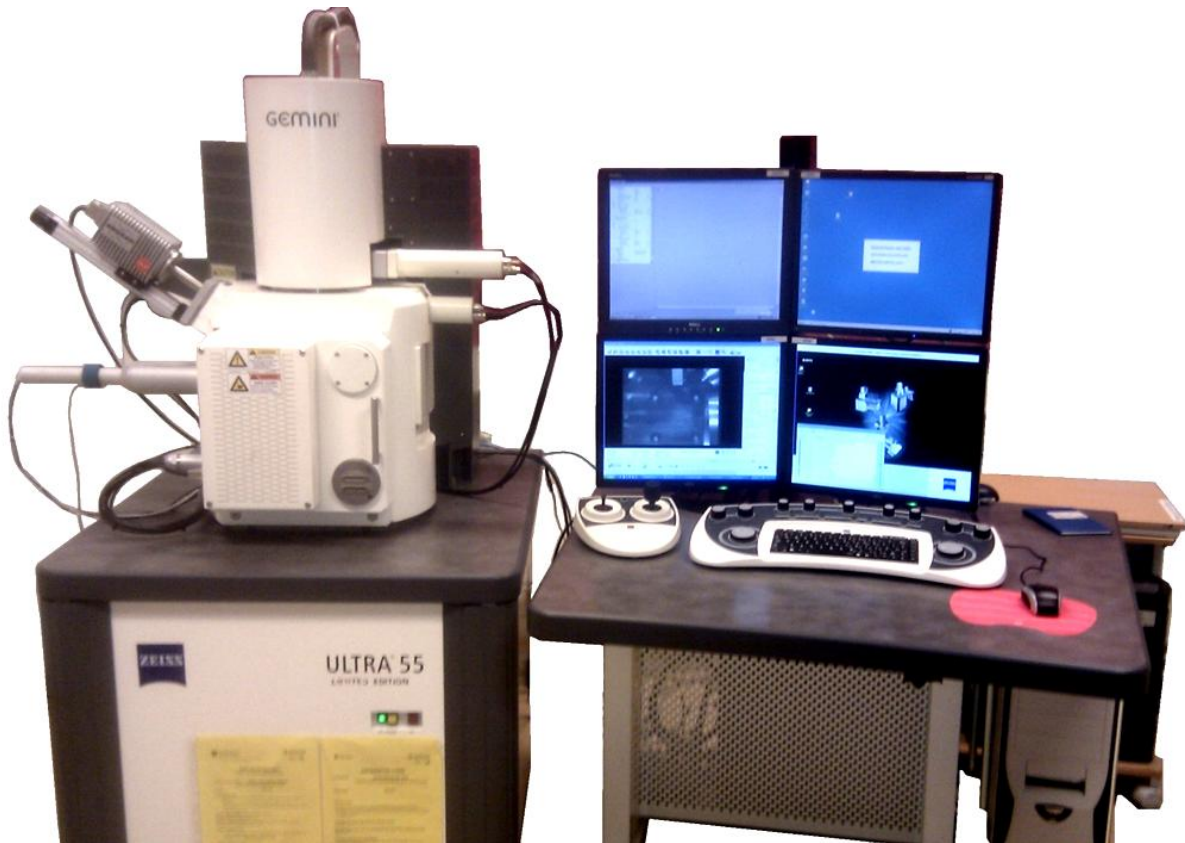
I denne møllen settes en prøve inn på et roterende prøvebord. Prøvebordet skyves inn i prøvekammeret og tiltes til en angitt vinkel. Under møllingen vil prøvebordet med prøven roteres for at et område på prøven skal bestråles av ionisert argongass. Innstillingene ble valgt på bakgrunn av anbefalte innstillinger i instruksjonsmanualen til Hitachi IM 3000. Tabell 3 viser parametrene som ble brukt under ionemøllingen av prøvene. Ionemøllen hadde muligheter for å stille inn eksentrisitet slik at et større område av prøveoverflaten ble møllet. Dette ble ikke brukt da det ikke var relevant å EBSD-skanne mer enn et lite område av prøveoverflaten. Det møllete området fikk da en diameter på 4 mm. Det var viktig å skanne i sentrum av dette området for å få diffraksjonsmønstrene fra en mest mulig deformasjonsfri overflate.

Tabell 3: Tabellen viser parametrene som ble brukt under ionemøllingen av prøvene.

Tid	Tiltvinkel	Spenning	Eksentrisitet
60 minutter	85 °	4 kV	0

3.3 EBSD-undersøkelse og SEM-parametre:

SEMet som ble brukt under forsøkene, var et Zeiss Ultra 55 feltemisjons-SEM. Dette mikroskopet er vist i Figur 22. I feltemisjons-SEM er ikke oppløsningen like avhengig av strålestrømmen. Derfor kunne høy strålestrøm benyttes uten å gi dårlig oppløsning. Diffraksjonsmønstrene ble tatt opp med en NORDIF UF-1000 EBSD-detektor som var koblet til NORDIF 1.4.0 programvare for innstilling av EBSD-parametre og lagring av data.



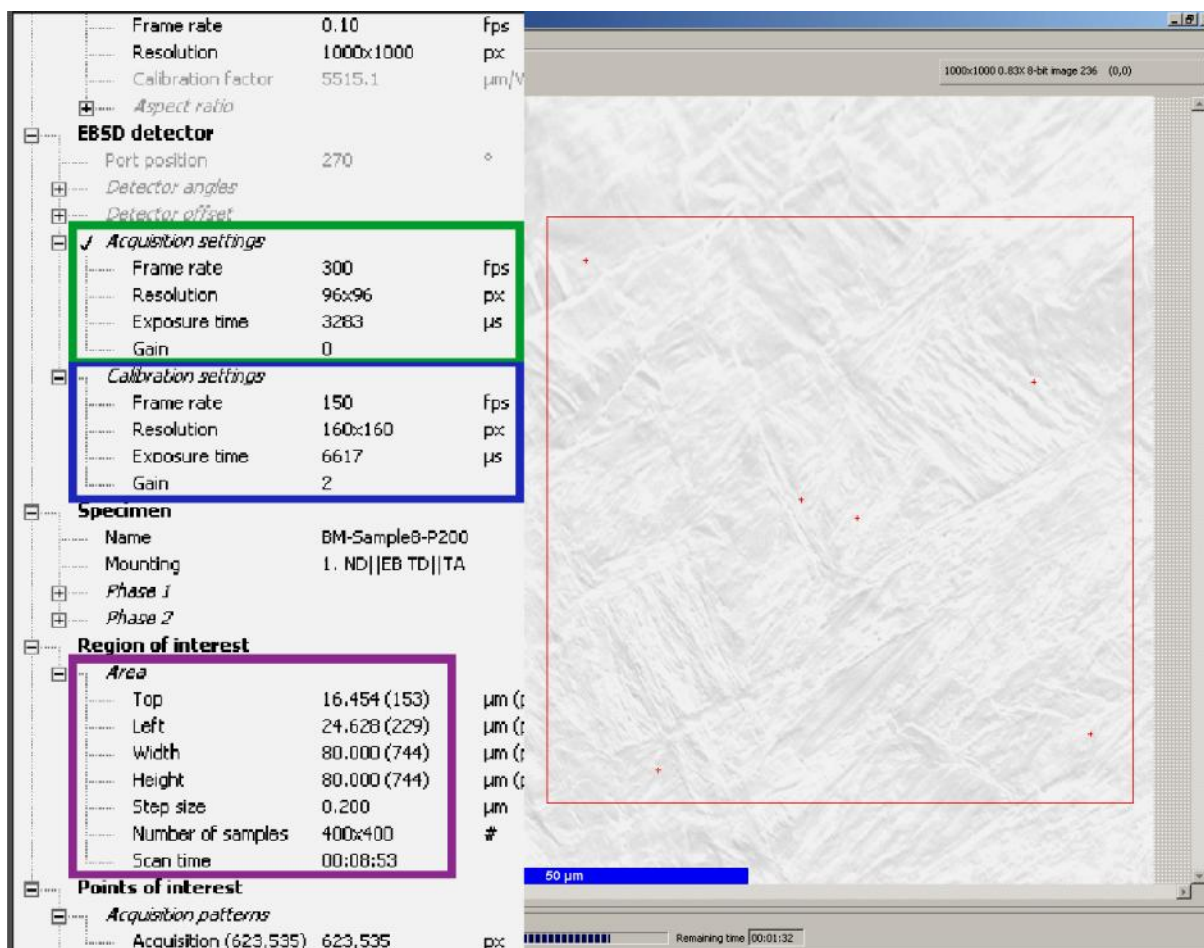
Figur 22: Figuren viser SEMet som ble brukt, et Zeiss Ultra 55. Her er ikke SEMet modifisert for in situ oppvarming og bråkjøling. Datamaskinen for opptak av diffraksjonsmønstre er plassert bak SEMet.

SEM-parametrene som ble brukt under opptak av diffraksjonsmønstre er gitt i Tabell 4. Det ble benyttet størst mulig apertur da dette gir mest strøm. Denne strømmen ble målt til å være 42,2 nA på prøvebordet i SEMet. Dette SEMet har et prøveholderfeste av messing og har derfor en tilbakespredningskoeffisient på 0,3.[19] Ved å bruke Likning 6 fra teorien gir dette en emitert strøm på 70,3nA.

Tabell 4: Tabellen viser parametrene som ble brukt i SEMet under EBSD-undersøkelsen.

Spenning	20kV
Emitert strøm	70,3nA
Vippevinkel	70°
Arbeidsavstand	21 mm
Forstørrelse	800x
Dynamisk fokus	2%

For opptak av diffraksjonsmønstre ble programvaren NORDIF 1.4.0 brukt. Arbeidsvinduet av denne programvaren er vist i Figur 23. Menyen for innstillingene for skannet er blåst opp til venste i figuren.



Figur 23: Arbeidsvinduet for NORDIF 1.4.0. Den røde firkanten som ligger over et sekundærelektronbilde, viser området på prøven som skal skannes under opptak av diffraksjonsmønster.

I menyen til venstre i Figur 23 ble riktig arbeidsavstand, forstørrelse, spenning og tiltvinkel på prøven, satt inn i programmet. Et sekundærelektronbilde av prøveoverflaten ble hentet fra SEMet og inn til NORDIF. Området som skulle skannes, ble tegnet inn på sekundærbildet. Det er dette området som er ROI. Dette er vist som en rød firkant i sekundærelektronbildet. Da det ble brukt høyest mulig strøm i mikroskopet, ble Frame rate og Gain tilpasset for å få best mulig diffraksjonsmønster. For å optimalisere skannet slik at høyest mulig skannhastighet kunne brukes, ble Gain tilpasset slik at diffraksjonsmønstrene var mest mulig synlig ved høyest mulig Frame rate. Dette ble gjort ved å sette Gain slik at diffraksjonsmønsteret akkurat unngikk å bli overmettet. Dette gjøres separat for diffraksjonsmønster til opptak og til kalibrering. Dette ble gjort under hhv. "Acquisition settings" og "Calibration settings", som i menyen til venstre i Figur 23 er vist som grønn og blå firkant. Størrelsen på skannet og steglengden som benyttes, bestemmes/settes inn under "Region of interest" i den lille firkanten i Figur 23.

Det ble i alt gjennomført 13 forsøk på in situ oppvarming og bråkjøling i SEM. Av disse ble 4 vellykket slik at mikrostrukturen før oppvarming, på prøve varmet til tofaseområdet $\alpha + \gamma$ og etter bråkjøling, kunne sammenliknes. Det var fire grunner til at de andre in situ- forsøkene ikke ble vellykket:

- Drift under skanningen av oppvarmede prøver gjorde at mikrostrukturen ikke kunne gjenkjennes fra før oppvarming og etter bråkjøling. Dette var tilfelle for én prøve.
- Prøver ble varmet opp slik at endringene i mikrostrukturen ble for store til å kunne sammenliknes før oppvarming, mens prøven var varm og etter bråkjøling. Dette var tilfelle for fem prøver.
- Prøver ble kontaminert under bråkjølingen slik at det oppsto feilindisering av hele det skannede området. Dette var tilfelle for to prøver
- Prøver ble ikke varmet høyt nok til å nå tofaseområdet og fikk derfor ikke fremvekst av austenitt. Dette var tilfelle for én prøve.

Enkelte av disse prøvene vil bli presentert i resultatdelen da de illustrere effekter ved feil behandling og svakheter med utstyret under eksperimentene. De to prøvene som ble kontaminert, vil bli presentert med kvalitetsdata for skannene da effekten av kontaminasjon gav interessante resultater.

Parametrene som ble brukt på de vellykkede skannene er gitt i Tabell 5:

Tabell 5: Tabellen oppgir innstillingene for opptak av diffraksjonsmønstre for prøvene før de ble varmet opp, da de var varmet til tofaseområdet $\alpha + \gamma$, og etter at de er bråkjølt.

	Prøve A	Prøve B	Prøve C	Prøve D
Forstørrelse	800	800	800	800
Arbeidsavstand	21	21	21	21
Dimensjon på hull for termoelement	0,52 mm	0,52 mm	0,60 mm	0,52 mm
Før oppvarming				
-Skannhastighet	200 fps	300 fps	250 fps	300 fps
-Oppløsning	96x96	96x96	120x120	96x96
-Gain	1	3	4	0
Størrelse ROI	80x80 μm^2	90x90 μm^2	80x80 μm^2	90x90 μm^2
Steglengde	0,200 μm	0,200 μm	0,200 μm	0,200 μm
Varm prøve ($\alpha + \gamma$)				
-Skannhastighet	400 fps	500 fps	600 fps	300 fps
-Oppløsning	96x96	96x96	120x120	96x96
-Gain	3	3	5	0
Størrelse ROI	50x50 μm^2	60x60 μm^2	45x45 μm^2	40x40 μm^2
Steglengde	0,200 μm	0,200 μm	0,200 μm	0,200 μm
Etter bråkjøling				
-Skannhastighet	400 fps	300 fps	300 fps	150 fps
-Oppløsning	96x96	96x96	120x120	120x120
-Gain	3	3	2	0
Størrelse ROI	80x80 μm^2	90x90 μm^2	80x80 μm^2	90x90 μm^2
Steglengde	0,200 μm	0,200 μm	0,200 μm	0,200 μm

3.3.1 Behandling av diffraksjonsmønstre:

Det ble gjort en sammenlikning av diffraksjonsmønstrene fra skann før en prøve ble varmet opp, mens den var varm, og etter at den var bråkjølt. Parametrene for indiseringen av diffraksjonsmønstre er gitt i Tabell 6.

Tabell 6: Parametre for indisering av diffraksjonsmønstre i OIM DC.

Parameter:	Innstilling:
Theta Step Size	1°
Rho Fraction	95%
Max Peak Count	7
Min Peak Count	3
Hough Type	Classic
Hough Resolution	Low
Convolution Mask	Medium (9 x 9)
Min Peak Magnitude	5
Min Peak Distance	15

Indiseringen av de lagrede dataene fra EBSD-skannet ble gjort i OIM DC. Her angis fasene som kan være aktuelle å bruke for kalibrering av diffraksjonsmønstrene. Fordi det er mulig at både FCC og BCC er til stede i materialet, ble både α - og γ - jern lagt inn for å kalibrere diffraksjonsmønstrene.

Etter indisering av EBSD-mønsteret i OIM DC, ble data hentet ut ved hjelp av OIM Analysis. Rådata om orientering, image quality og fasesammensetning ble hentet ut, og det ble gjennomført en opprensning med Grain CI Standardization. For opprensning med Grain CI Standardization ble akseptabelt vinkelavvik satt til 5°, mens minste akseptable størrelse for et korn, ble satt til 2 bildepunkter.

Etter opprensningen ble det gjort en filtrering av bildepunkter. Dette gjorde at kvalitetsdataene og orienteringen for alle bildepunkter med CI-verdi lavere enn 0,05 ble tatt bort. Dette førte til at disse bildepunktene ble svarte og dataene for disse inngikk ikke i beregningen for de gjennomsnittlige kvalitetsdataene for skannene. IPF-kart og fasekart fra skannene som ble gjort er gitt i resultatdelen i denne rapporten. I fasekartene er BCC angitt med rød farge, mens FCC er angitt med grønn farge. IQ-kart er brukt for å beskrive forhold hvor kvaliteten på diffraksjonsmønstrene var relevant.

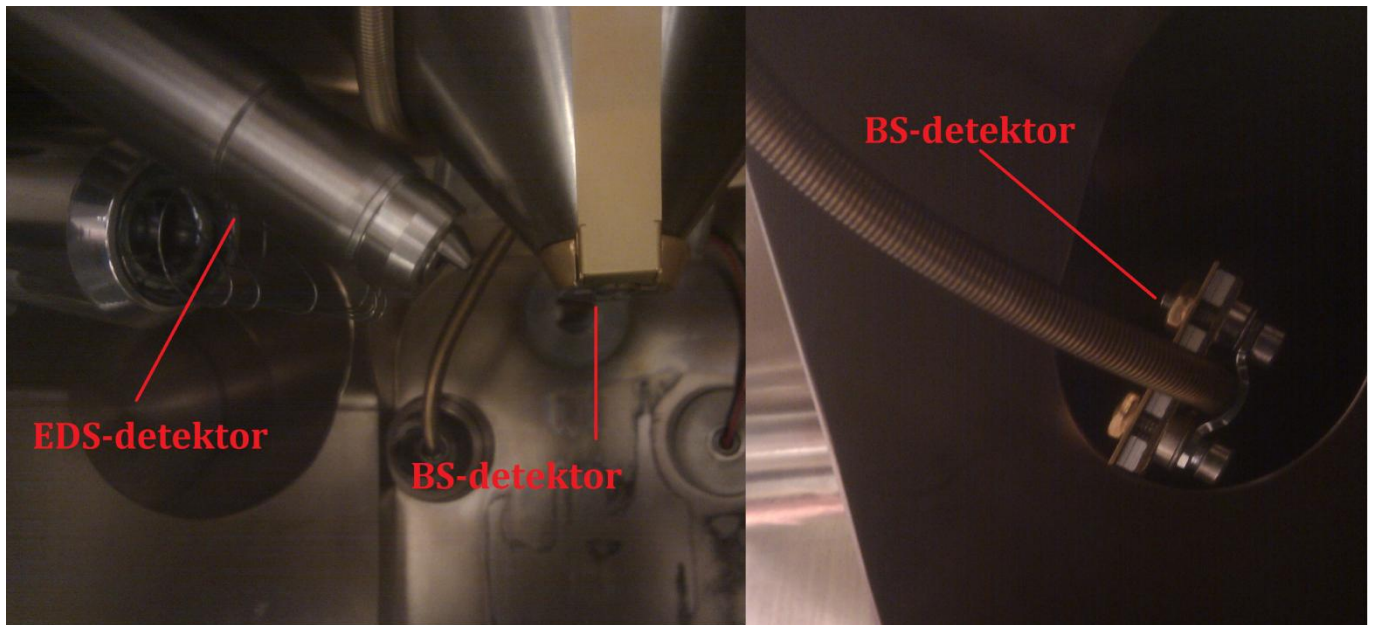
Polfigurer som viser BCC-variantene fra austenitt, ble brukt for å bekrefte at sammenhengen mellom austenitt som dannes og omkringliggende martensitt, stemte overens med K-S orienteringssammenheng.

3.4 Nedkjøling i vakuum:

En metode for å bråkjøle en oppvarmet prøve i SEM ble utviklet ved bruk av et vakuumkammer. Utviklingen av kjølemetoden er presentert i resultatdelen i denne oppgaven. For å kunne kjøle ned i SEM måtte enkelte komponenter utvikles for å kunne gjøre in situ oppvarming og bråkjølingsforsøk i Zeiss Ultra Disse var også kompatible med oppvarmingsutstyret som Anne Jorunn Enstad lagde i løpet av sin prosjektoppgave[5]. Disse delene besto av en modifisert gasstett kobling, en flens til den gasstette koblingen, stålrør for å spyle en prøve med gass inne i SEMet og en rigg for å feste stålrøret til prøvebordet. Rigger ble brukt for å sikte inn gassmunningen slik at kjøling kunne gjennomføres på en oppvarmet prøve i SEMet. Disse delene ble designet Kristoffer W. Hansen og forfatteren. Delene ble fabrikkert av fysikkverkstedet på NTNU. En bryter for å koble ut normal ventilering av mikroskopet ble også laget av Harald Holm. Disse delene og alle andre deler som inngår i systemet for bråkjøling i SEM, er presentert i instruksjonsmanualen for oppsett og bruk av kjøleenheten for SEM. Her er også arbeidstegningen til riggen presentert. Dette er gitt i Vedlegg A.

3.5 *In situ* oppvarming og bråkjøling i SEM:

SEMet som skulle brukes for å gjennomføre forsøkene med oppvarming og bråkjøling, ble først modifisert. Dette førte til at turbopumpen som opprettholder vakuum i prøvekammeret, ble slått av uten at prøvekammeret ble ventilert. Turbopumpen ville da ikke ta skade av trykkøkning i prøvekammeret. Dette måtte gjøres for at ventileringen av prøvekammeret skulle skje ved bruk av gasskjøling. Backscatter-detektoren (BS-detektoren) som var plassert under linsen, måtte tas av da den ikke tålte strålingsvarmen under oppvarming. Energy Dispersive Spectrometer-detektoren (EDS-detektoren) som var påmontert mikroskopet, måtte også tas av for ikke å ta skade av strålevarmen. Først ble EDS-detektoren tatt ut av mikroskopet. BS-detektoren ble tatt av og plassert inn i en av de åpne portene i prøvekammeret slik at den ikke ble utsatt for varme eller kom i veien for elektronstrålen eller kabler under forsøkene. EDS- og BS-detektoren i prøvekammeret i SEMet er vist i Figur 24.



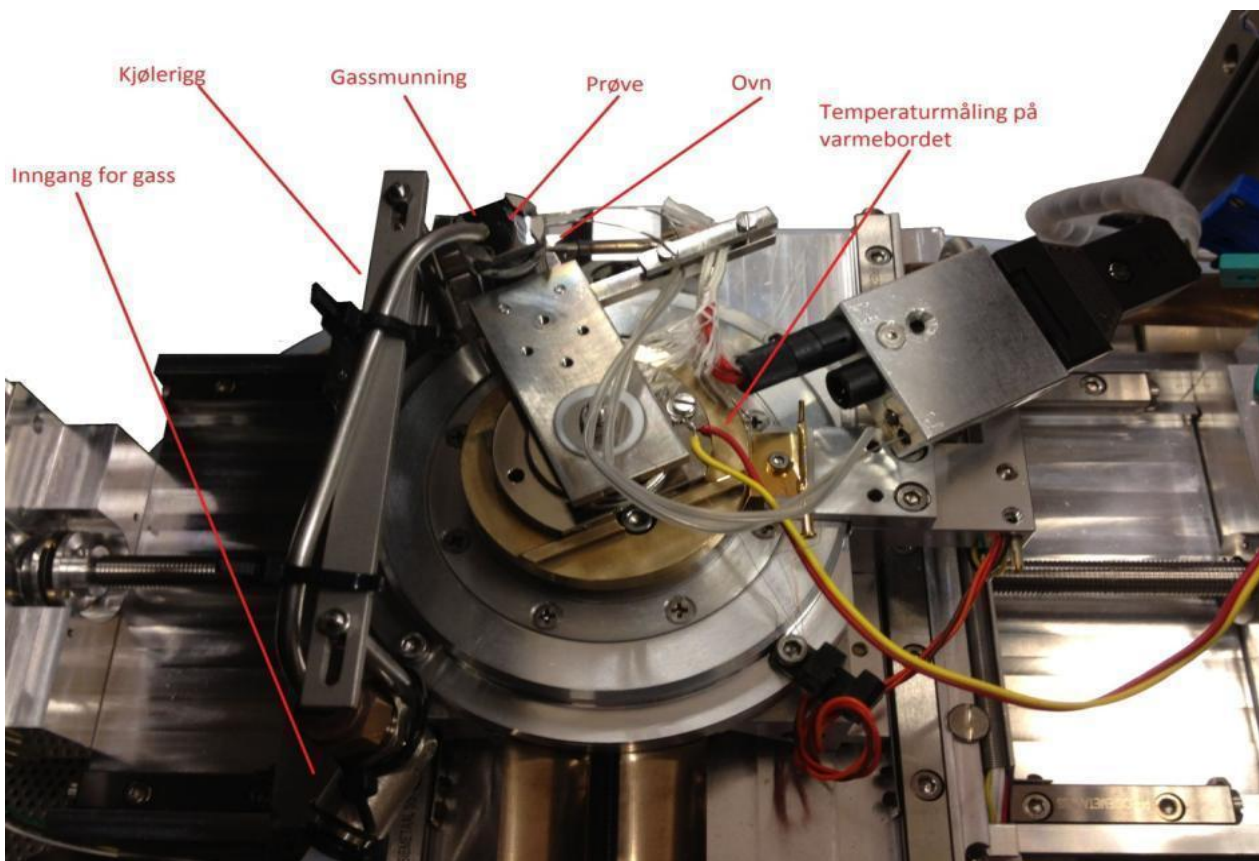
Figur 24: Til venstre i figuren viser EDS- og BS-detektoren der de vanligvis er plassert i SEMet. Til høyre er BS-detektoren satt inn i en av de åpne portene i mikroskopet.

3.5.1 Oppsett for *in situ* oppvarming og kjøleforsøk:

Før forsøkene med oppvarming og bråkjøling kunne gjøres, måtte prøven som skulle varmes opp limes fast til ovnen i varmebordet. Tidligere forsøk som ble gjort av Anne-Jorunn Enstad [5] under hennes masteroppgave, viste at en platinamaling måtte benyttes for å få god nok kontakt mellom ovnen og prøven. Dette var en vakuumkompatibel maling levert av SPI Supplies[31] spesielt egnet til *in situ* oppvarming i SEM. Uten denne platinamalingen ble temperaturdifferansen mellom prøven og ovnen over 85 °C, ifølge Anne-Jorunn Enstad.[5]. Denne malingen måtte stå i minst tre timer for å herdes. Dette fordi løsemidlet i malingen ikke skulle gasse inne i SEMet.

Forsøksoppsettet for gjennomføringen av oppvarming og bråkjøling i SEM er vist i Figur 25. Flensen for å føre gass inn til SEMet ble skrudd fast i SEMet. Slangen som går gjennom denne flensen for å føre gass inn i SEMet, ble koblet til stålrøret som sikter gassen inn mot overflaten av prøven. Stålrøret ble så festet til kjøleriggen med strips. Kjøleriggen ble skrudd fast i prøvebordet og varmebordet ble satt på prøvebordet. Ledningene for strømovertføring til varmebordet og måling av temperatur ble satt inn i koblingen for disse overføringene, og koblingen ble skrudd fast i mikroskopet. Ledningene ble så festet til varmebordet. En alternativ jording ble festet til termoelementet som var satt i prøven eller i ovnen. Dette besto av en tynn kobbertråd festet mellom prøvebordet og termoelementet.

Ovnen i varmebordet varmer opp prøven, mens gassen treffer prøveoverflaten for å kjøle den ned. Etter at varmebordet og kjøleriggen var satt inn, ble varmebordet rotert mot gassmunningen på kjøleriggen for å se til at det var tilstrekkelig klaring mellom titankappen rundt prøven og opp til munningen. Hvis denne avstanden blir for kort, vil munningen treffe titankappen, og varmebordet vil ikke kunne roteres slik at prøveoverflaten kan spyles med gass. Denne klaringen var i størrelsesorden 1 mm for hvert forsøk. Prøvebordet ble tiltet 70° før det ble satt inn i prøvekammeret. Dette ble gjort for å se at kabler og slanger ikke forflyttet seg til ugunstige posisjoner i prøvekammeret mens prøvebordet ble tiltet. En mer detaljert beskrivelse av oppsettet for in situ oppvarming og bråkjølingsforsøk er presentert i instruksjonsmanualene for in situ oppvarming og bråkjøling.



Figur 25: Figuren viser oppsettet for oppvarming ved bruk av varmebord og kjølerigg. Her er varmebordet rotert mot kjøleriggen slik at gassen kan kjøle ned overflaten på en oppvarmet prøve.

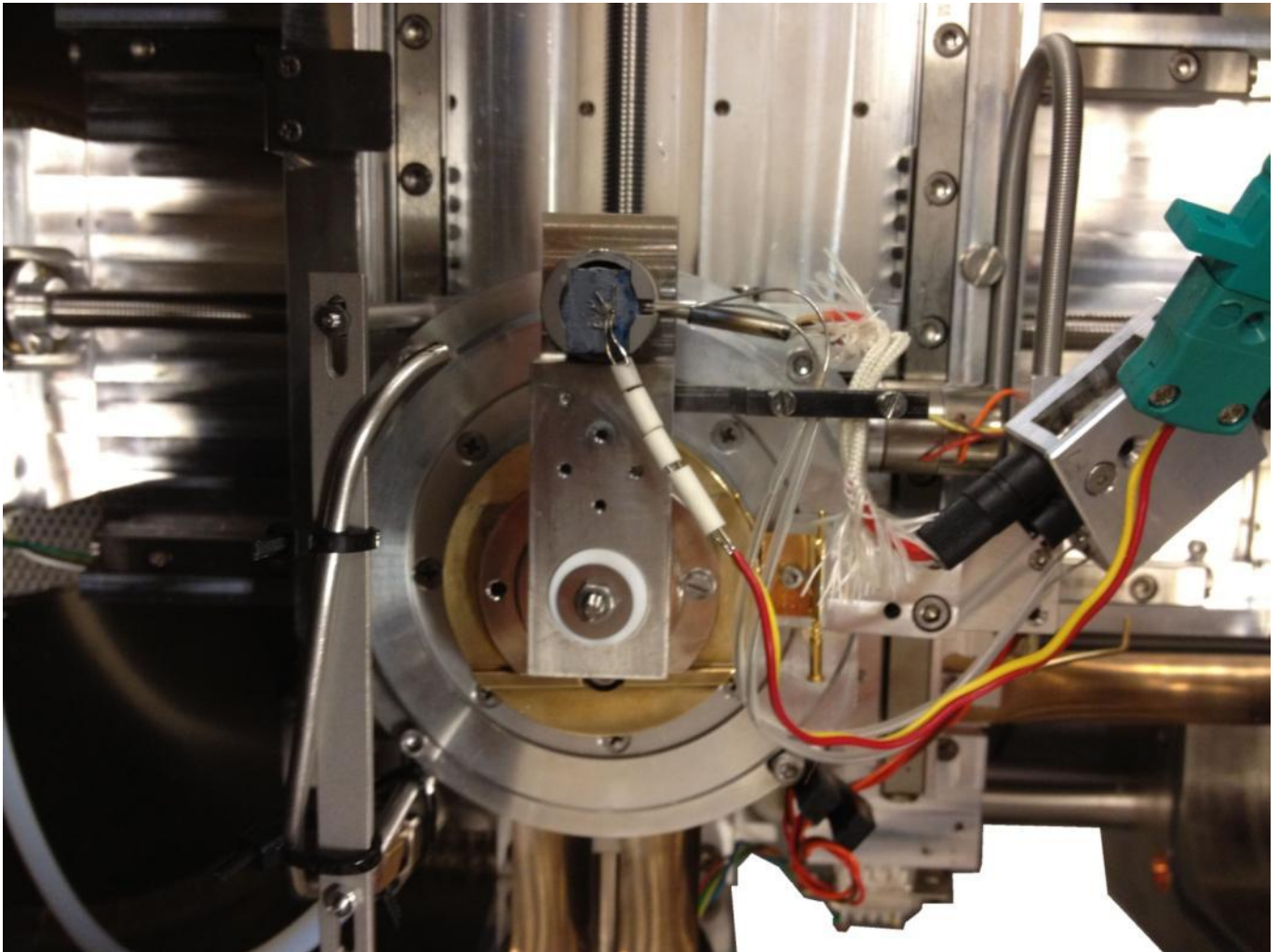
Ovnen i varmebordet ble varmet opp med egen strømforsyning og ble styrt ved bruk av en dedikert datamaskin tilknyttet in situ varmeutstyr. Her ble også temperaturen i ovnen og inne i prøven registrert. Temperaturen som ble målt i ovnen ble kalt T1, mens temperaturen som ble målt inne i prøven ble kalt T2. Dataprogrammet som registrerer temperaturen i ovnen, bruker denne temperaturen til å varme ovnen og prøven til ønsket temperatur og holder den der gjennom hele forsøket.

Det ble benyttet heliumgass med renhet 6.0 for å kjøle ned prøver i SEM. Denne ble valgt for å unngå at urenheter i gassen skulle reagere med prøveoverflaten under nedkjølingen.

Under forsøkene med in situ oppvarming og bråkjøling ble termoelementet i ovnen ikke tatt ut. Dette ble gjort for at kontakten mellom termoelementet og ovnen ikke skulle variere fra én gjennomføring til den neste.

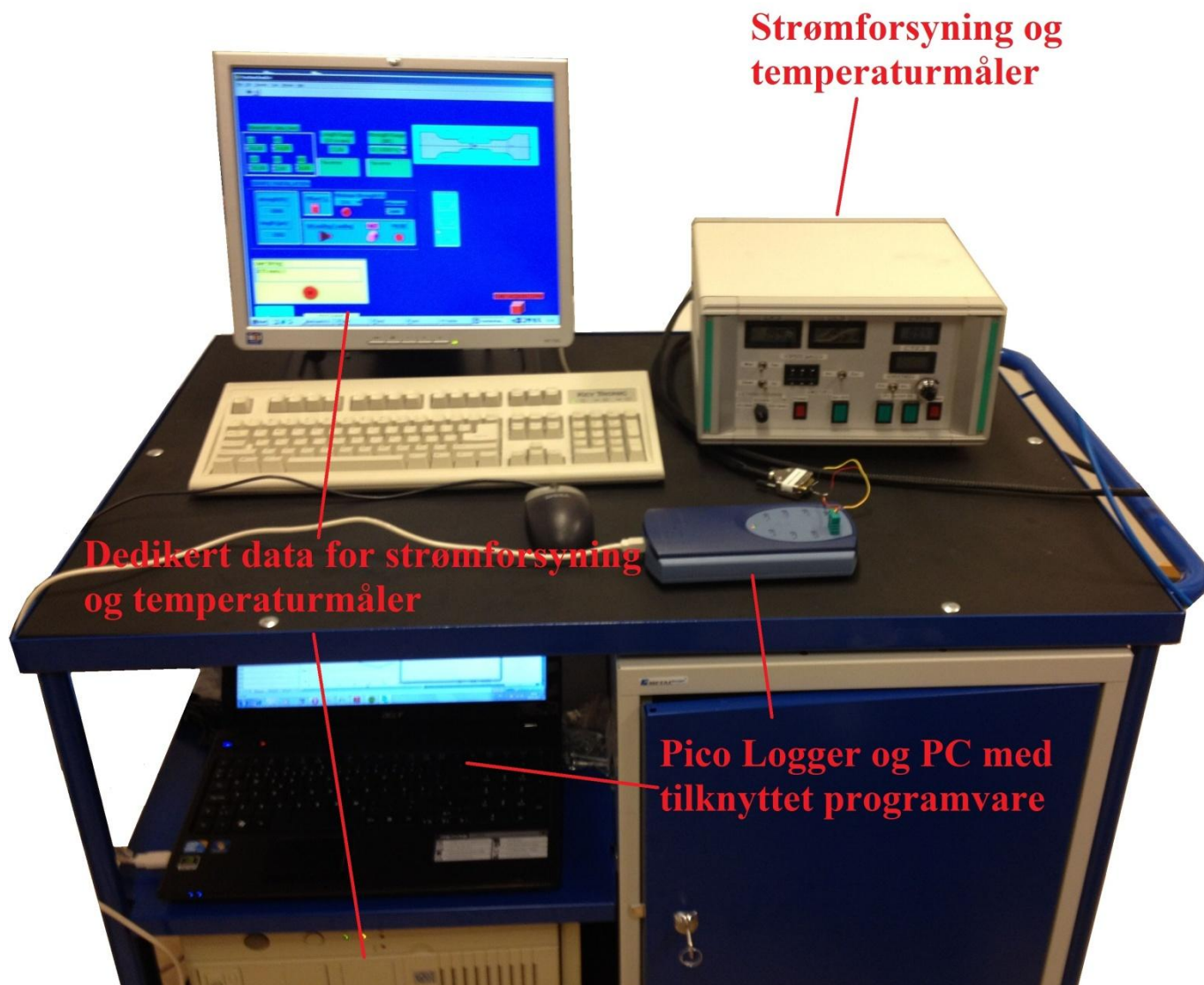
3.5.2 Kalibrering av temperaturmålinger for *in situ* oppvarming og bråkjøling i SEM:

For å teste oppsettet for *in situ* oppvarming og nedkjøling i SEM, ble det gjort tre forsøk på en prøve med et punktsveiset termoelement på overflaten som skulle spyles med gass. Under to av disse forsøkene ble en prøve med hull for termoelement med diameter 0,52 mm brukt. Ved ett av forsøkene ble en prøve med hull for termoelement med en diameter 0,6 mm brukt. Disse forsøkene ble gjort av to grunner; for å registrere temperaturen på overflaten av prøven da det ble antatt at temperaturen målt inne i prøven ikke var den samme som den faktiske temperaturen på overflaten av prøven, og for å se hvor raskt overflaten av prøven ble nedkjølt da den ble spylt med gass. Da termoelementet ble punktsveiset på plass, ville dette også gi en helt korrekt måling av temperaturen på overflaten. Figur 26 viser prøven med et termoelement punktsveiset på overflaten satt i varmebordet inne i SEMet.



Figur 26: Figuren viser en prøve med punktsveiset termoelement på overflaten satt i varmebordet. For å kjøle ned prøven, må den roteres mot munningen på gassrøret til venstre. Dermed kan overflaten spyles med gass og prøven kjøles ned.

Temperaturmålingene som ble gjort med det punktsveisete termoelementet ble logget med en Pico TC-08 Thermocouple Data Logger[32] og en PC med tilknyttet programvare, slik som forsøkene gjort i vakuumkammeret. Denne ble også brukt for å logge temperaturen på varmebordet da temperaturen her ikke måtte overstige 47 °C. Dette ble gjort fordi det var temperatursensitive komponenter i prøvebordet i SEMet. Oppsettet for temperaturloggingen i SEM er vist i Figur 27.



Figur 27: Figuren viser datamaskinen for å styre og logge temperatur i ovn og prøve med strømforsyning. Pico-loggeren og datamaskinen for å lagre temperaturloggen fra denne, er også vist.

Prøven ble varmet opp i vakuum i SEMet og temperaturen ble logget både i prøven, inne i ovnen og på prøveoverflaten. En systematisk feil ved målingen fra termoelementet i ovnen gjorde at dette termoelementet alltid viste en temperatur som var 50-70 °C for høy. Dette måtte det tas hensyn til da holdetemperaturen i tofaseområdet under forsøkene skulle bestemmes.

3.5.3 Gjennomføring av *in situ* EBSD undersøkelse ved oppvarming og bråkjøling:

Det ble gjort et skann på hver av de 13 prøvene før oppvarmingen ble gjort. Etter dette skannet ble EBSD-detektoren dratt ut og NORDIF-programmet ble slått av. Dette ble gjort fordi varnebordet med prøven ble svært varm og fosforskjermen på EBSD-detektoren var svært nær prøven. Under forsøkene ble prøvene varmet opp med en hastighet på 1 °C/s fram til fastsatt holdetemperatur.

Anne Jorunn Enstad rapporterte at prøver som ble varmet opp forflyttet seg [5]. Hun valgte derfor å vente i 10 minutter før første EBSD-skann ble gjort. På grunn av denne forflytningen var det derfor viktig å følge med området som tidligere hadde blitt skannet for å finne dette igjen slik at samme område kunne skannes på nytt da prøven var varm. Etter at prøven var varmet til tofaseområdet ble den holdt her i ca. 5 minutter før neste skann ble gjort. Dette ble gjort fordi prøven forflyttet seg noe også etter at temperaturen hadde stabilisert seg.

Etter at dette skannet var gjennomført kunne prøven kjøles ned. Dette ble gjort etter følgende oppskrift:

- Varnebordet ble rotert mot kjøleriggen slik at gassmunningen var rett over overflaten av prøven
- EBSD-detektoren ble dratt ut og programmet ble slått av.
- Høgspenningen ble slått av.
- Vakumkammeret ble gjort klar til ventilering ved å trykke "Exchange" på tastaturet til mikroskopet.
- Gass ble sprøytet mot overflaten av prøven. Dette ble gjort ved å vri om ventilen til åpen posisjon.

Etter at prøven var blitt kjølt ned til under 100 °C ble gassen stengt av og det ble pumpet vakuum i prøvekommeret. Prøven ble rotert tilbake til posisjonen den var i under EBSD-skannene. Samme område ble skannet etter bråkjøling som før oppvarming. [2]

3.6 Kjemiske målinger:

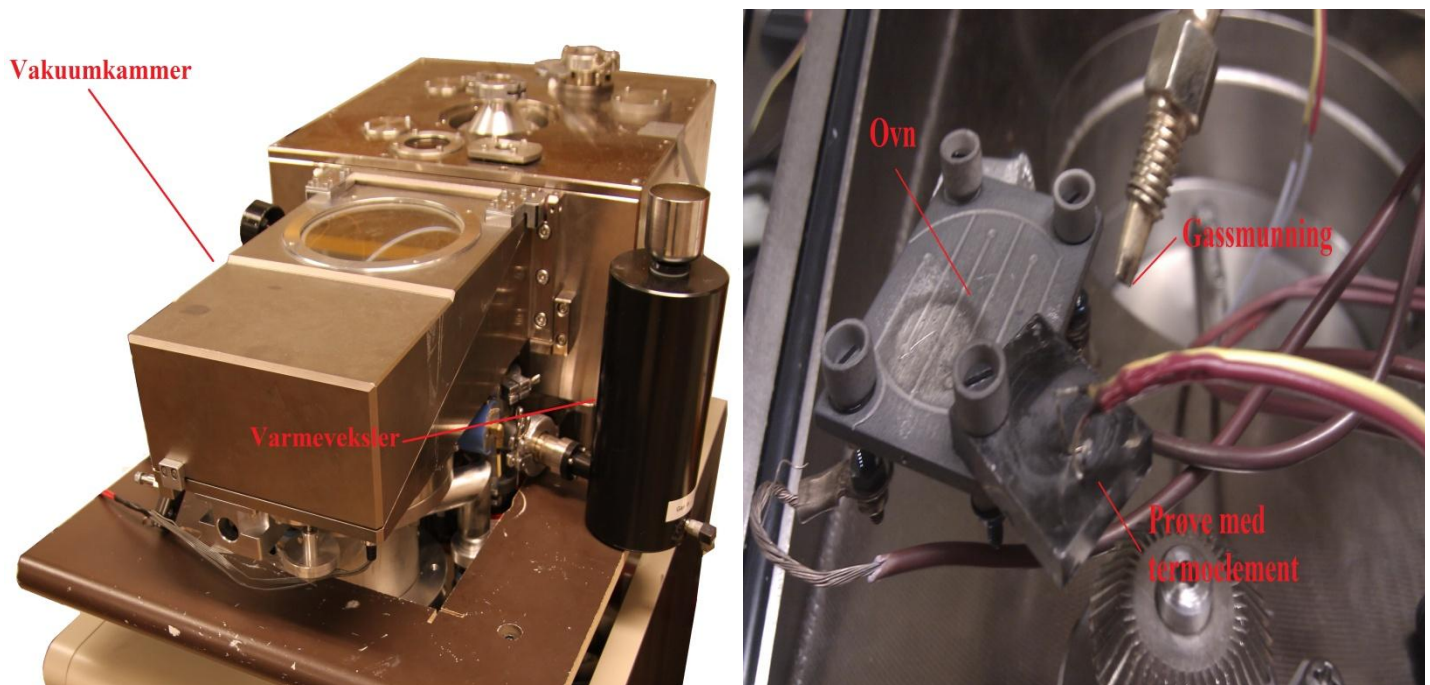
For å se hvordan sveisesimulering og *in situ* oppvarming og avkjøling påvirket lokale opphopninger av karbon og legeringselementer, ble det gjort EPMA-røntgen mikroanalyse på enkelte prøver. Disse ble ikke gjort på en måte som gjorde det mulig å kvantifisere konsentrasjoner av et grunnstoff. Skannene ble derfor brukt for å vise om enkelte områder innenfor skannet hadde høyere konsentrasjon av legeringselementer eller karbon enn andre områder.

Fire prøver ble skannet. Én ensykel sveisesimulert prøve, én tosykel sveisesimulert og to forskjellige prøver som var *in situ* oppvarmet og bråkjølt i SEM.

4 Resultat:

4.1 Utvikling av kjøleenhet for SEM:

Under utviklingen av kjølesystemet for bruk i SEM ble et dedikert vakuumkammer brukt. Dette ble gjort fordi vakuumkammeret hadde gode muligheter for å modifiseres, og ovn og prøve kunne lett festes i kammeret. Vakuumkammeret gav også rom for å utforske kjølemetoder uten å skade SEMet. En ovn var satt i vakuumkammeret, og en prøve med et punktsveiset termoelement på ble skrudd fast til ovnen. Denne ovnen ble varmet opp til 800 °C i vakuum, og prøven ble forsøkt kjølt ned ved å sprøyte argongass og heliumgass på overflaten av prøven. Ved forsøk under prosjektoppgaven ble prøven forsøkt kjølt ned ved kontakt med aluminium som var kjølt ned ved bruk av kald gass. Prøven ble da varmet opp til 400 °C. Nitrogengass ble kjølt ned ved bruk av flytende nitrogen i en varmeveksler tilknyttet vakuumkammeret. Gassen ble sendt gjennom varmeveksleren og kjølte ned kaldfingeren inne i vakuumkammeret. Aluminiumen ble da presset mot overflaten av prøven for å kjøle den ned. Resultatet av dette er lagt ved da det illustrerer vanskeligheten med å overføre varme mellom faste medier i vakuum. Figur 28 viser vakuumkammeret og varmeveksleren til venstre, mens prøven og gassmunningen for kjøling ved bruk av påsprøytet gass er vist til høyre.



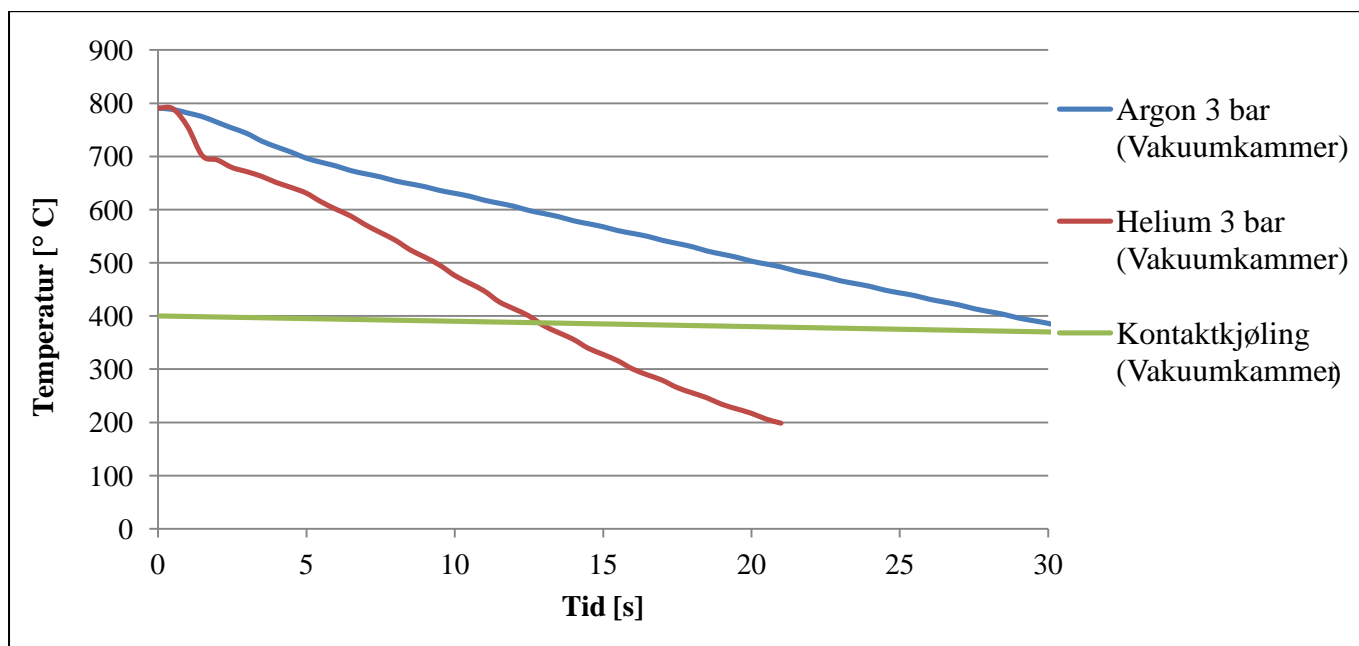
Figur 28: Figuren viser vakuumkammeret som ble brukt for testing av kjølemetoder til venstre, og prøven som er skrudd fast i ovnen til høyre. Et termoelement er punktsveiset til overflaten av prøven, og gassmunningen er siktet inn mot prøveoverflaten.

Det ble gjort forsøk på å kjøle ned argongass ved sende gassen gjennom varmeveksleren tilknyttet vakuumkammeret. Varmeveksleren ble fylt opp med flytende nitrogen, og argongassen ble slik kjølt ned før den ble sendt inn i vakuumkammeret. Dette ga samme kjøle hastighet som ved å bruke argongass ved romtemperatur. Resultatene av dette forsøket er derfor ikke presentert her.

Resultatene fra nedkjølingen inne i vakuumkammeret ble brukt for å utvikle metoden for bråkjøling i SEM. Kjølekurvene for bråkjøling av en oppvarmet prøve i vakuumkammeret ved bruk av kontaktkjøling, argon og helium er presentert i Figur 29. Resultatene for bråkjøling av prøver i SEM ved bruk av helium er gitt i Figur 30. Temperaturmålingene som ble gjort med det punktsveisete termoelementet ble logget med en Pico TC-08 Thermocouple Data Logger og en PC med tilknyttet programvare. Denne er vist sammen med oppsettet for temperaturmålinger og oppvarming i SEM i Figur 27 i kapittel 3.5.2 i denne oppgaven.

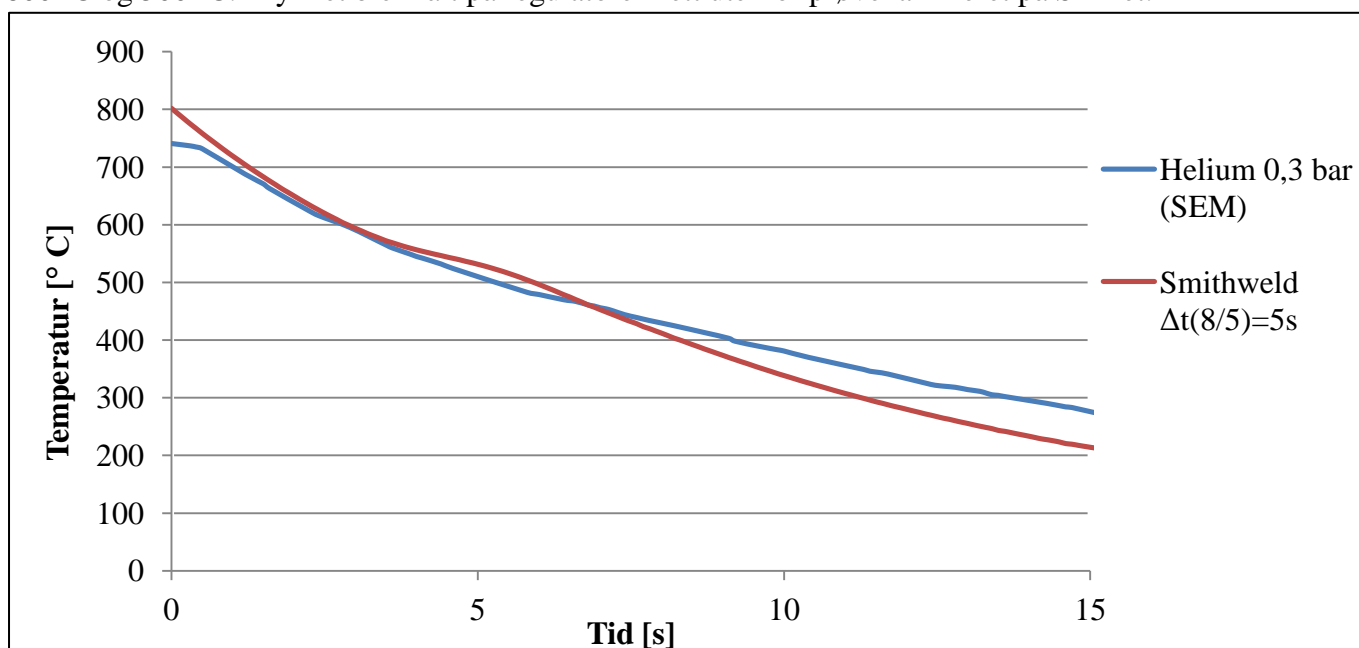
4.1.1 Resultat fra utvikling av kjølesystem:

Figur 29 viser kjølehastigheten som ble oppnådd ved å spyle overflaten av en prøve med argon, helium og ved kontaktkjøling. Resultatene viser at det oppnås en langt høyere kjølehastighet ved å spyle overflaten av en prøve med gass framfor å overføre varmen ved kontakt mellom den relativt varme prøven og det nedkjølte faste mediet. Helium gir en raskere avkjølingsrate enn argon.



Figur 29: Figuren viser kjølehastighetene som ble oppnådd i vakuumkammeret ved bruk av argon, helium og kontaktkjøling.

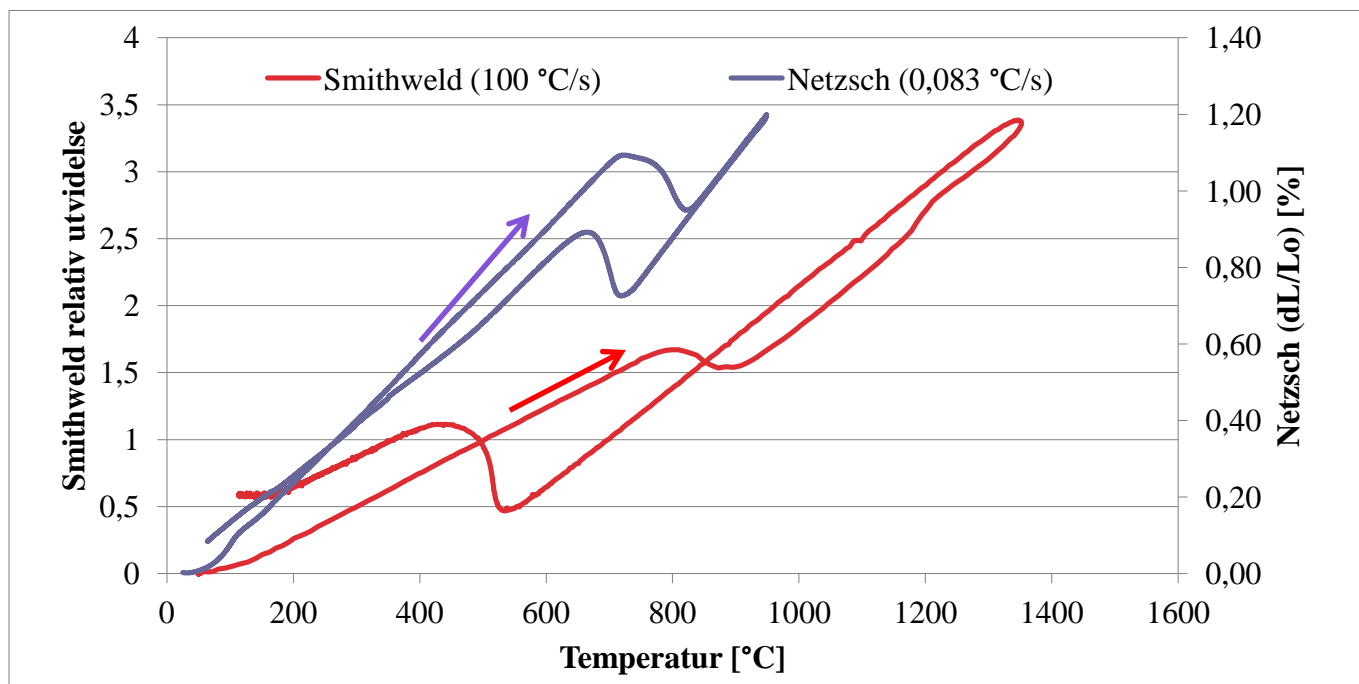
Prøven med det punktvisede termoelementet ble brukt for å bestemme kjølehastigheten på kjølesystemet i SEM. Kjølekurvene i Figur 30 viser at kjølehastigheten som oppnås med den utviklede kjølemetoden, stemmer godt overens med nedkjølingen under sveisesimulering i Smithweld i temperaturområdet mellom 800 °C og 500 °C. Trykket ble målt på regulatoren rett utenfor prøvekompartimentet på SEMet.



Figur 30: Figuren viser kjølehastigheten som ble oppnådd på overflaten av en oppvarmet prøve i SEM. Her er kjølekurven for nedkjøling av sveisesimulerte prøve lagt ved til sammenlikning.

4.1.2 Bestemmelse av tofaseområdet:

Dilatometermålingene som ble gjort på stålet, er presentert i Figur 31. Pilene i figuren viser kurvene for økende temperatur. Ved dilatometeranalysen ble stålet varmet opp med en hastighet på 0,083 °C/sekund og nedkjølt like raskt. Denne prøven ble varmet opp til 950 °C. Under sveisesimuleringen med Smithweld ble stålet varmet opp med en hastighet på 100 °C/ sekund. Makstemperaturen på denne prøven var 1350 °C. Nedkjølingshastigheten på sveisesimuleringen mellom 800 °C og 500 °C var på 5 sekunder.



Figur 31: Figuren viser dilatometerkurvene fra F70-stål når der er varmet og nedkjølt raskt (Smithweld) og sakte (ved Netzsch-dilatometeranalyse). I figuren oppgis også oppvarmingshastigheten ved sveisesimuleringen og dilatometeranalysen.

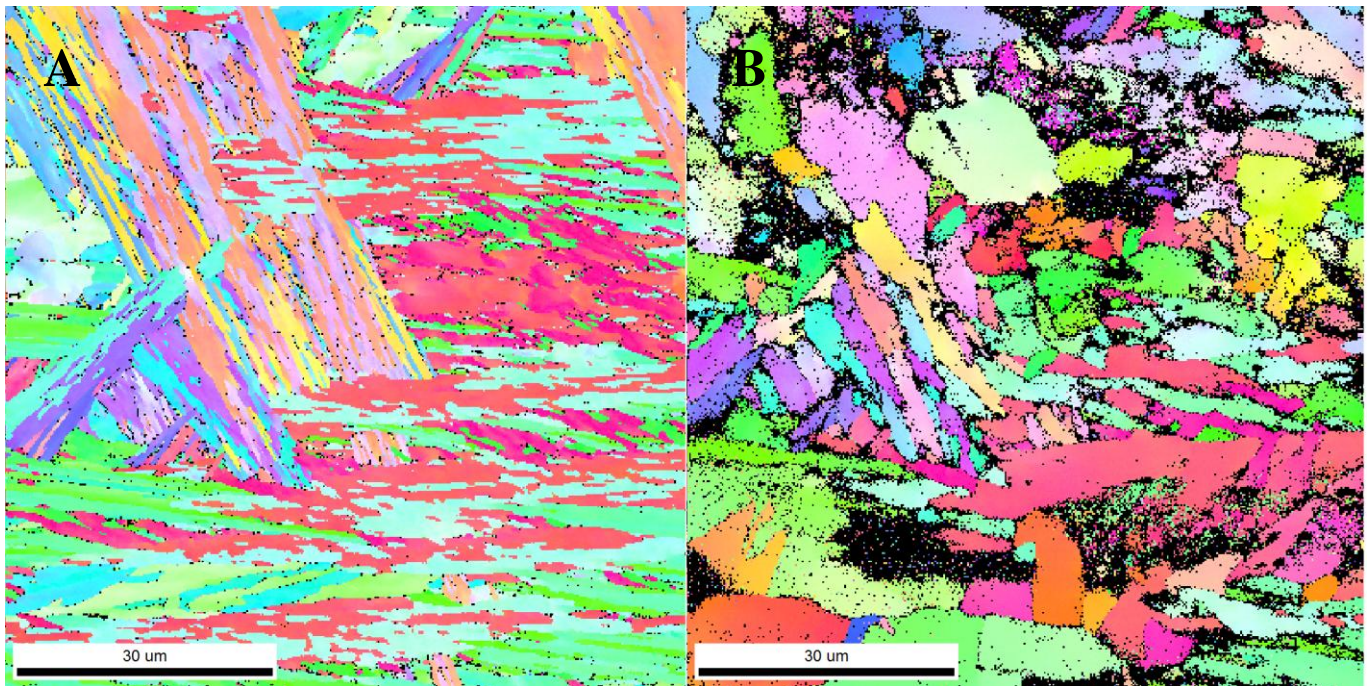
Fra Figur 31 kan A_1 og A_3 leses av. Dette er presentert i Tabell 7. Basert på Likning 2 og Likning 3 i teorien ble A_1 og A_3 beregnet til å være hhv. 723 °C og 861 °C

Tabell 7: Tabellen viser avlesningen av temperaturene hvor tofaseområdet inntreffer.

	Smitweld		Dilatometeranalyse	
Oppvarming	$A_{c1}= 800$ °C	$A_{c3}= 888$ °C	$A_{c1}= 726$ °C	$A_{c3}= 819$ °C
Nedkjøling	$A_{r1}= 433$ °C	$A_{r3}= 541$ °C	$A_{r1}= 659$ °C	$A_{r3}= 718$ °C

Resultatene viser at hastigheten på oppvarming og nedkjøling har stor innvirkning på hvor tofaseområdet registreres eksperimentelt. Det er også en betydelig forskjell på målingene som gjøres og hvor tofaseområdet beregnes til å være ved bruk av Likning 1 og Likning 2.

Ved å varme prøver høyt opp i austenittområdet ble mikrostrukturen endret fra før oppvarming til etter bråkjøling. Figur 32 viser IPF-kart fra samme område på en prøve før oppvarming og etter bråkjøling. Denne prøven ble varmet til en temperatur mellom 872 °C og 798 °C. Disse kartene er rensket opp og alle bildepunkter med CI lavere enn 0,05 er tatt vekk.

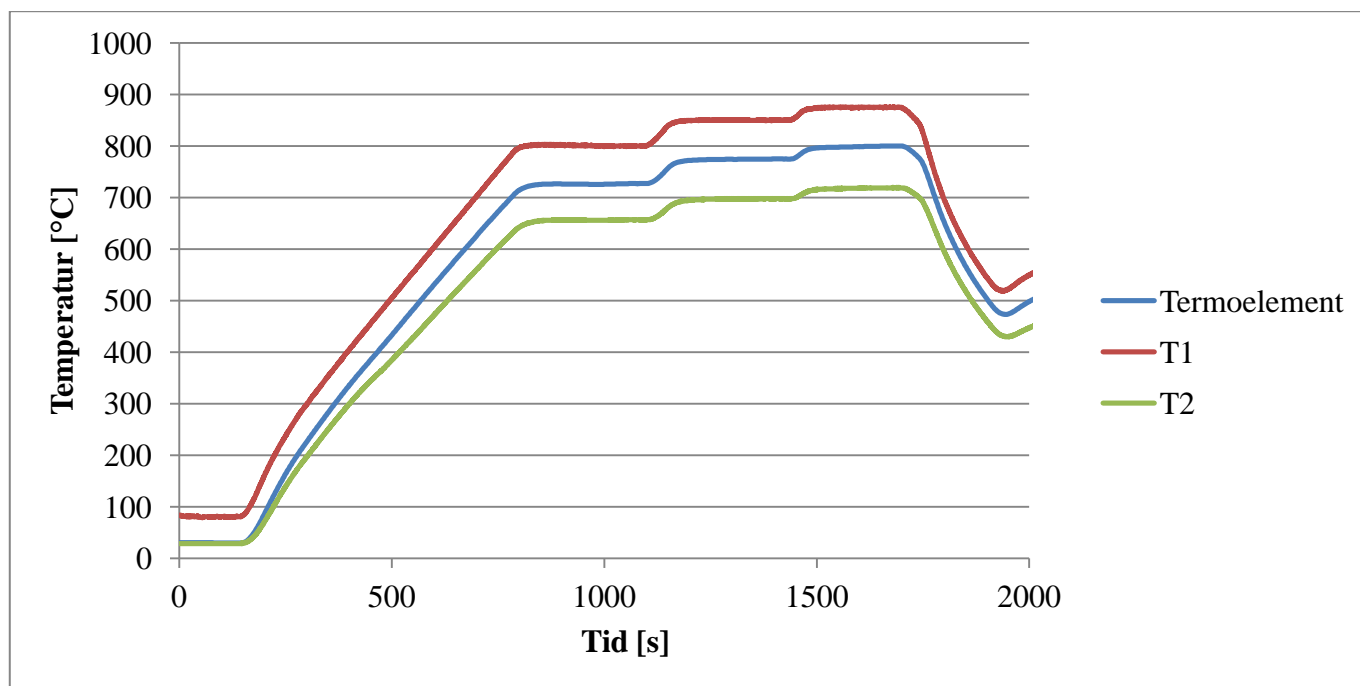


Figur 32: Figuren viser IPF-kartet av samme område på en prøve som ble varmet til langt opp i tofaseområdet; før oppvarming til venstre og etter bråkjøling til høyre.

IPF- kartene i Figur 32 viser tydelig en endring av struktur fra før oppvarming og etter nedkjøling. Da hele strukturen er endret, er det vanskelig å sammenlikne mikrostrukturen før oppvarming og etter bråkjøling. Store sammenhengende områder har en så lav CI etter opprensning at de ble fjernet etter at alle bildepunkter med CI lavere enn 0,05 ble tatt bort.

4.1.3 Kalibrering av termoelementer i SEM:

Forsøkene med oppvarming og kjøling viser at det er en forskjell i temperatur i ovn og prøve. T1 viser temperaturen som måles i ovnen og T2 viser temperaturen som måles inne i prøven. "Termoelement" viser til termoelementet som ble punktsveiset til overflaten av en prøve der temperaturen er logget med en Pico temperaturlogger som beskrevet i kapittel 3.5.2 i denne oppgaven. Grafen i Figur 33 viser at det måles en temperaturforskjell fra innsiden av prøven til overflaten av prøven. Det er ikke tatt høyde for den systematiske målefeilen som gjorde at temperaturen inne i ovnen til enhver tid viste 50 – 70 °C mer enn den reelle temperaturen.



Figur 33: Grafen viser temperaturen som måles er påvirket av hvor målingen gjøres. Temperaturen som måles inne i ovnen er høyere enn temperaturen på prøveoverflaten som igjen er høyere enn temperaturen som måles inne i prøven.

Grafen i Figur 33 viser at forskjellen i målt temperatur inne i prøven og på overflaten av prøven øker etter hvert som prøven blir varmere. Ved starten av forsøket er temperaturen målt inne i prøven den samme som overflaten av prøven. Likning 9, Likning 10 og Likning 11 viser at gjennomsnittstemperaturen fra inne i ovnen og i prøven er tilnærmet den samme som på det punktsveide termoelementet for de to høyeste temperaturene. Temperaturen som er vist i parentes til venstre i likningen, er målt på overflaten av prøven.

Likning 9

$$T (726 \text{ °C}) \neq \frac{(805 + 658) \text{ °C}}{2} = 731,5 \text{ °C}$$

Likning 10

$$T (774 \text{ °C}) = \frac{(850 + 698) \text{ °C}}{2} = 774 \text{ °C}$$

Likning 11

$$T (800 \text{ °C}) \approx \frac{(875 + 719) \text{ °C}}{2} = 797 \text{ °C}$$

Når temperaturen stabiliseres er avviket mellom T2 og temperaturen målt på overflaten av prøven mellom 68 °C ved den laveste holdetemperaturen og 81 °C for den høyeste holdetemperaturen.

Det andre forsøket med å varme opp prøven med punktveiset termoelement påviste at det var en noe større forskjell mellom temperaturen som ble målt inne i prøven og i ovnen til overflaten av prøven. Dette ble gjort da overflaten av prøven var på 506 °C, 780 °C og ved 883 °C. 883 °C var den høyeste målte temperaturen under in situ oppvarming og bråkjølingsforsøkene. Dette er vist i hhv. Likning 12, Likning 13 og Likning 14. Temperaturen som er vist i parentes til venstre er målt på overflaten av prøven.

Likning 12

$$T (506 \text{ °C}) \approx \frac{(531 + 486) \text{ °C}}{2} = 508,5 \text{ °C}$$

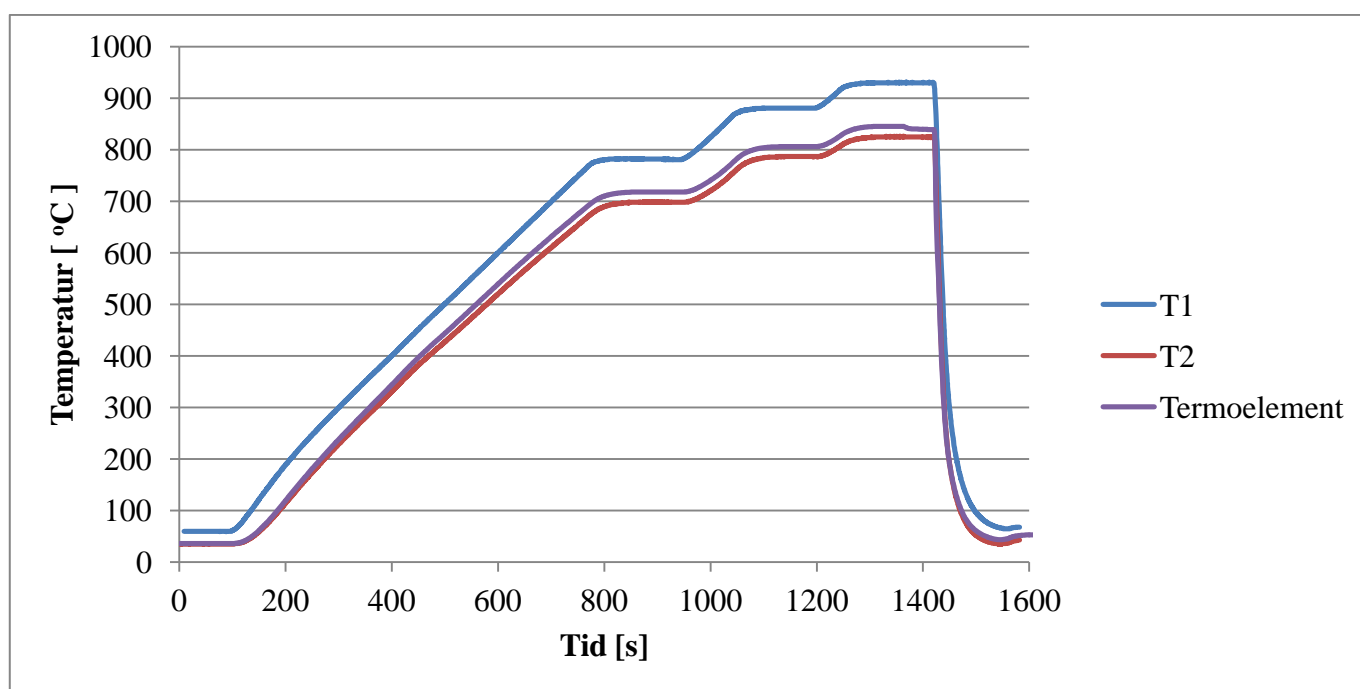
Likning 13

$$T (780 \text{ °C}) \neq \frac{(801 + 741) \text{ °C}}{2} = 771 \text{ °C}$$

Likning 14

$$T (883 \text{ °C}) \neq \frac{(902 + 833) \text{ °C}}{2} = 867,5 \text{ °C}$$

For prøven med et hull for termoelement på 0,6 mm ble resultatene forskjellige fra de to foregående temperaturmålingene. Grafen for logging av temperaturen på denne prøven er vist i Figur 34. Her kommer det fram at det er mindre forskjell mellom temperaturen som måles på overflaten av prøven og inne i prøven.



Figur 34: Logging av temperatur med nytt punktveiset termoelement. Grafen viser at hvor temperaturen måles, påvirker temperaturen som måles.

Likning 15

$$T (718 \text{ °C}) \neq \frac{(783 + 698) \text{ °C}}{2} = 740,5 \text{ °C}$$

Likning 16

$$T (807 \text{ °C}) \neq \frac{(881 + 787) \text{ °C}}{2} = 834 \text{ °C}$$

Likning 17

$$T (846 \text{ °C}) \neq \frac{(930 + 826) \text{ °C}}{2} = 878 \text{ °C}$$

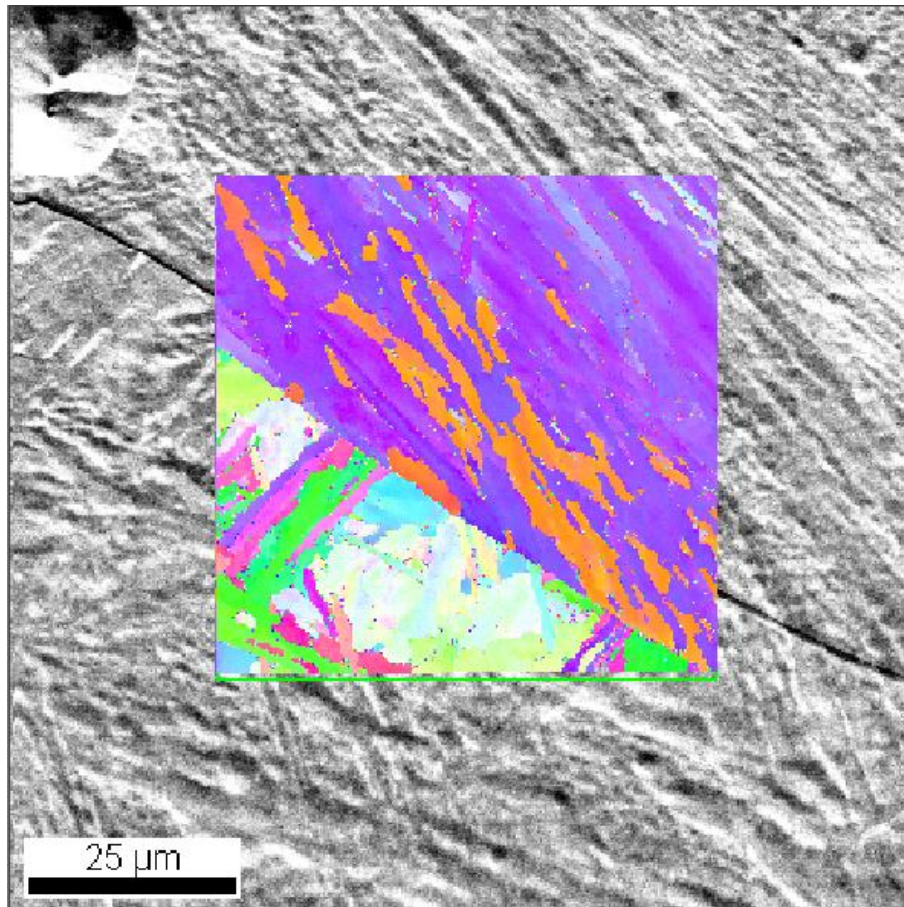
Likning 15, Likning 16 og Likning 17 viser at gjennomsnittstemperaturen av T1 og T2 ikke er tilnærmet lik temperaturen som måles på overflaten av prøven. Temperaturen som er vist i parentes til venstre er fra overflaten av prøven. Når holdetemperaturen stabiliseres er avviket mellom T2 og temperaturen som måles på overflaten av prøven er i alle tilfeller 20 °C

Avvikene mellom temperaturene som måles inne i ovnen, på prøveoverflaten og inne i prøven avviker mellom hvert av forsøkene. Dette viser at kontakten mellom prøve og ovn og mellom termoelementene er forskjellig fra hvert av forsøkene.

4.2 In situ EBSD-skann under oppvarming og bråkjøling:

4.2.1 Drift under EBSD-skann på varme prøver:

Ved oppvarming vil området på prøven som skannes kunne forskyves eller bli dratt ut i høyden. Et eksempel på dette er vist i Figur 35. Her er sekundærelektronbildet tatt opp og lagt inn i Nordif-programmet. ROI er lagt over sekundærelektronbildet for området hvor skannet skulle bli tatt opp. Under indiseringen i OIM DC vil IPF-kartet vises i ROI for området på prøven som skannes. IPF-kartet som er lagt over ROI viser at det er et misforhold mellom ROI og området som faktisk skannes. Dette gjør at IPF-kartet blir dratt ut i høyden.



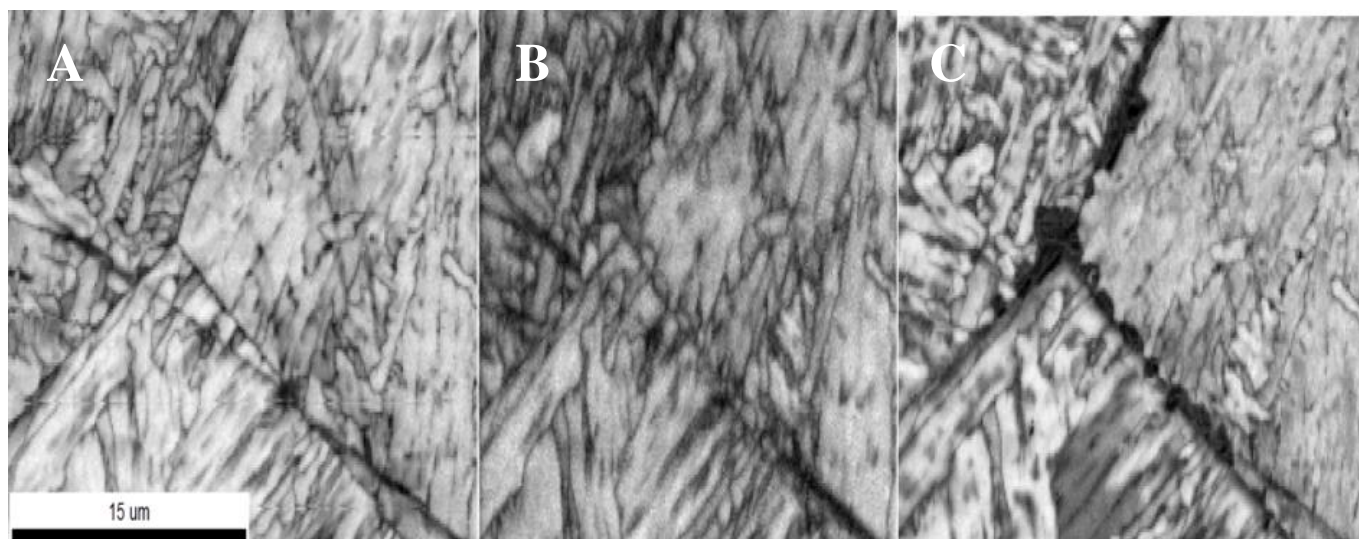
Figur 35: Figuren viser sekundærelektronbildet som er tatt opp av Nordif. "Region of interest" Under indiseringen av diffraksjonsmønsteret vil IPF-kartet vises. Det kommer fram at området som skannes, blir dratt ut i høyden. Derfor vil det faktiske området som skannes være mindre enn ROI skulle tilsi. Austenittkorngrensen som sees i sekundærelektronbildet, er forflyttet i IPF-kartet som ligger over.

Denne forflytningen gjør at når områder som er skannet før oppvarming og etter bråkjøling skal sammenliknes med skann tatt på varme prøver, vil skannet fra den varme prøven måtte være høyere for at samme område skal vises.

4.2.2 Diffraksjonsmønster før oppvarming, på varm prøve og etter oppvarming:

Figur 36 viser IQ-kartene som ble tatt opp på Prøve C før den ble varmet opp, mens den var varm og etter bråkjøling. Opptakshastigheten var på 250 fps før oppvarming og 300 etter bråkjøling, mens den var på 600 fps da prøven var varm. Disse verdiene er også oppgitt i Tabell 2 i kapittel 3.3 i denne oppgaven. Gjennomsnittlig IQ-verdi var 221,80 før oppvarming, 189,68 mens prøven var varm og 215,80 etter bråkjøling. Legg spesielt merke til IQ-kartet til høyre. Områder langs tidligere austenittkorngrenser er spesielt mørke. Dette kommer av store tøyninger i gitteret i disse områdene slik at diffraksjonsmønsteret her får dårlig kontrast. For IQ-kartene A og C ble fokus stilt inn på ca 2000x forstørrelse, mens for B ble fokus

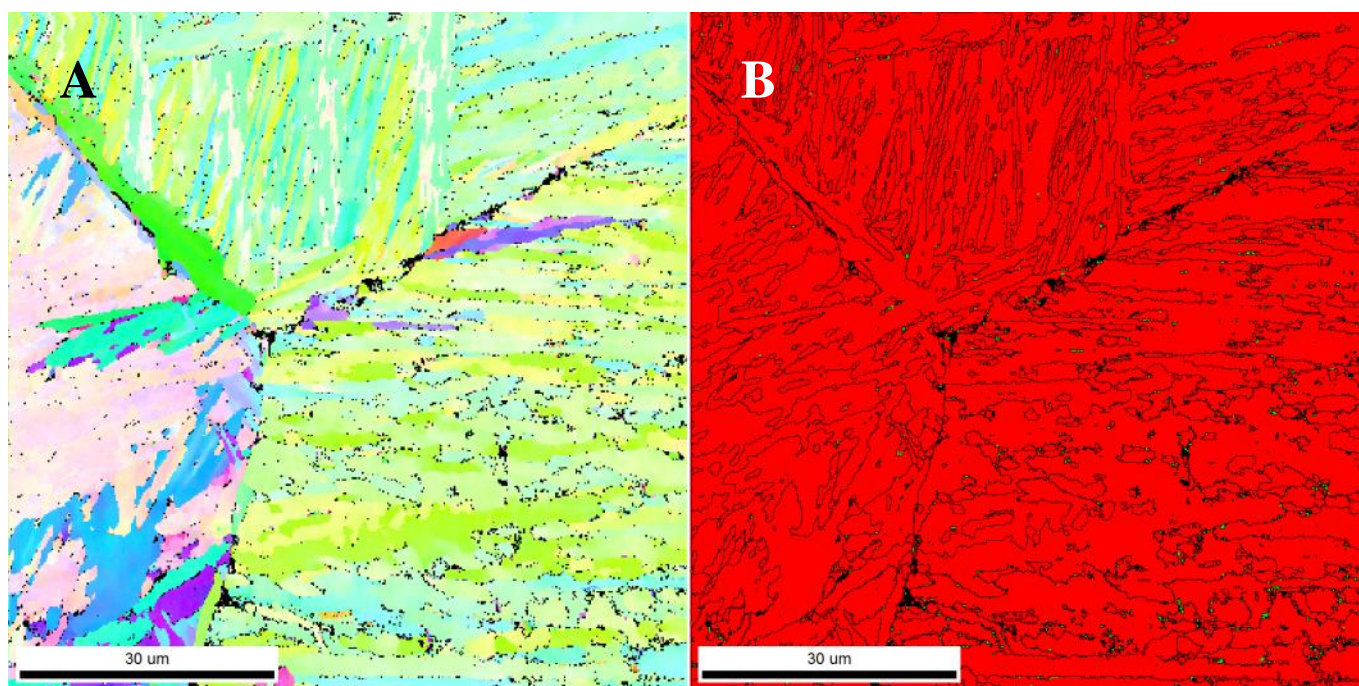
stilt inn på 800x forstørrelse. Effekten av dette er at fokus ikke er like bra for skannet B som for de to andre skannene.



Figur 36: Figuren viser IQ-kartet til en prøve før den er varmet opp (A), oppvarmet prøve (B) og etter at den er bråkjølt (C).

4.2.3 Tosykel sveisesimulert prøve:

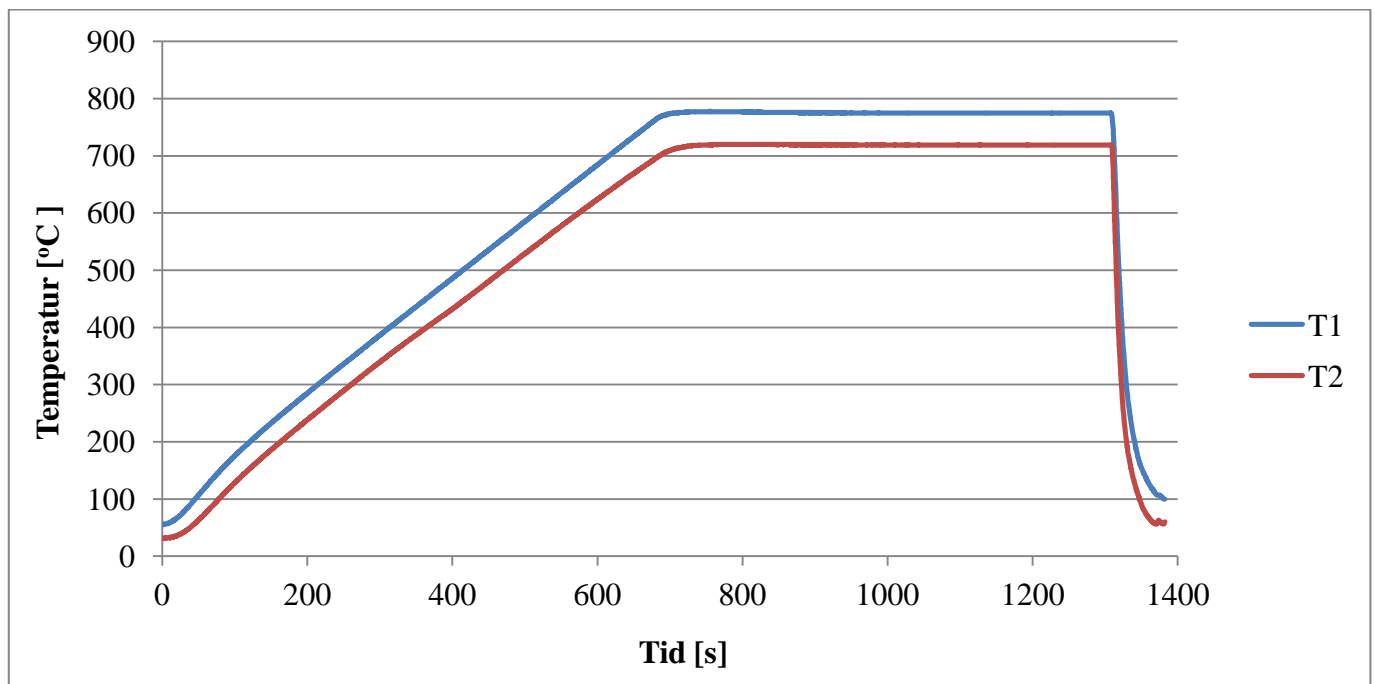
For å sammenlikne sveisesimulerte prøver mot in situ oppvarmede og bråkjølte prøver ble det gjort et EBSD-skann på en prøve som var sveisesimulert i to sykler med en kjølehastighet på $\Delta t_{8/5} = 5$ sekunder. IPF- og fasekart med overlagte korngrenser er vist i Figur 37. Begge kartene er rensket opp og alle bildepunkter med CI lavere enn 0,05 er tatt bort. Fraksjon austenitt er 0,06 og gjennomsnittlig CI for denne austenitten er 0,13. Kartene viser at sammenhengende områder ved tidligere austenittkorngrenser har en CI-verdi under 0,05. Dette er også tilfelle enkelte plasser inne i de tidligere austenittkornene. Den restaustenitten som er indiserbar, befinner seg inne i austenittkorn mens det ikke er restaustenitt på tidligere austenittkorngrenser.



Figur 37: Figuren viser IPF-kartet til en tosykel sveisesimulert prøven til venstre og fasekartet med overlagte korngrenser til høyre.

4.2.4 Prøve A:

Temperaturkurven for denne prøven er gitt i Figur 38. Temperaturen i T1 ble holdt på 775 °C og dette ga en temperatur på T2 på 719 °C. Avviket mellom T1 og T2 er 52 °C.



Figur 38: Figuren viser temperaturforløpet under oppvarming og bråkjøling av Prøve A.

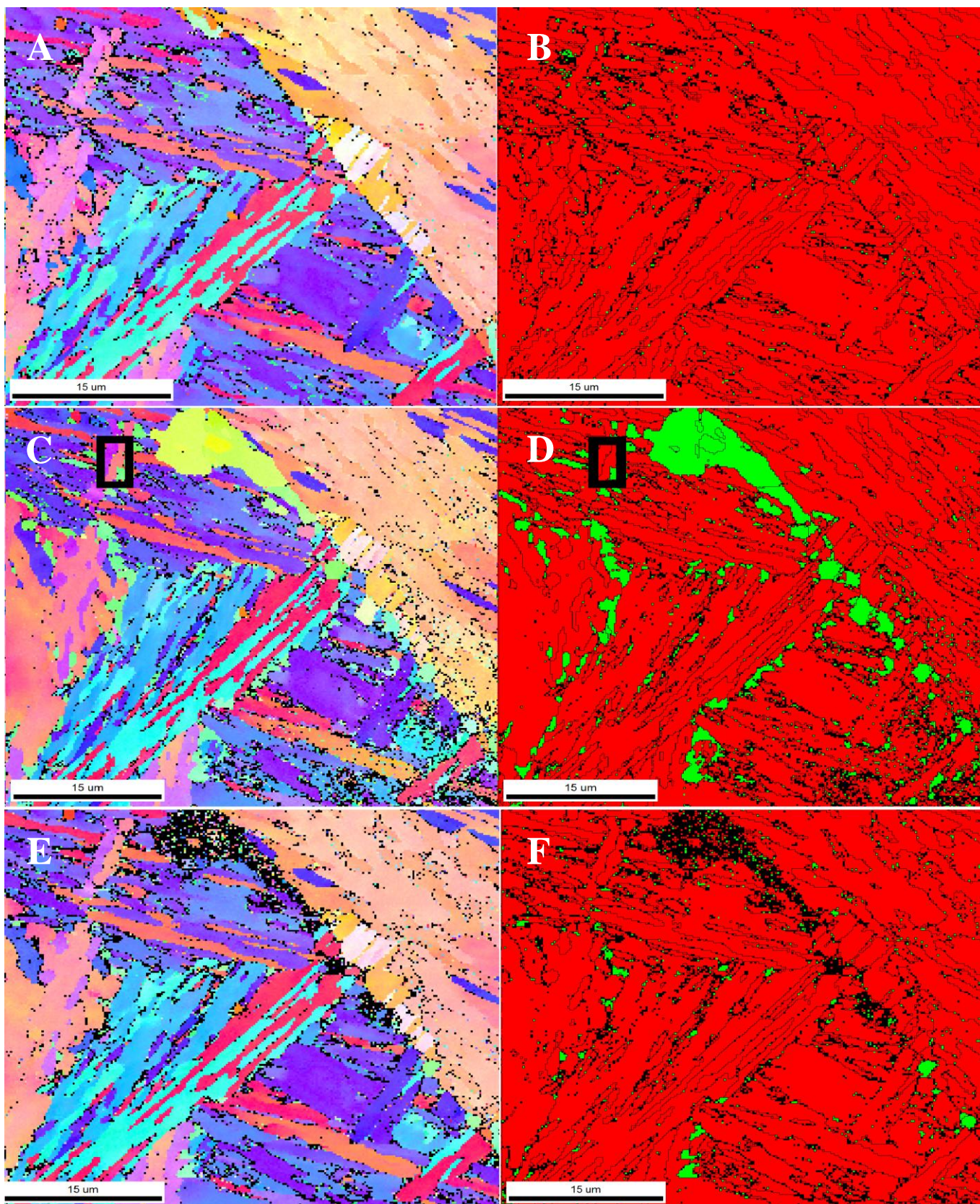
Tabell 8 viser kvalitetsverdier for IPF- og fasekartene som er vist i Figur 39. Verdiene er oppgitt etter opprensning og fjerning av alle bildepunkter med CI lavere enn 0,05.

Tabell 8: Kvalitetsverdier for skann gjort på prøve A.

	Før oppvarming	Varmet til $\alpha + \gamma$	Etter bråkjøling
	CI $\geq 0,05$	CI $\geq 0,05$	CI $\geq 0,05$
Fraksjon bildepunkter	0,936	0,915	0,888
Fraksjon γ -bildepunkter	0,007	0,111	0,025
CI	0,86	0,84	0,86
CI γ -fasen	0,08	0,73	0,33
IQ	48,91	52,72	47,01

IPF- og fasekartene til prøve A er vist i Figur 39. Kartene er rensket, og alle bildepunkter med CI lavere enn 0,05 er tatt bort. Høyvinkel korn grenser er lagt over fasekartene. De to øverste kartene i Figur 39 (A og B) viser IPF- og fasekart før oppvarming, og de to nederste kartene (E og F) viser samme område etter bråkjøling. Disse er tilpasset området som ble skannet på oppvarmet prøve (C og D). En svart firkant i IPF- og fasekartet til den oppvarmede prøven markerer et område som ble kroppet for å se at austenitten fulgte K-S-orienteringssammenheng med martensitten inne i austenittkornet. IPF- og fasekartet for den oppvarmede prøven viser at austenitten vokser fram på en tidligere austenittkorn grense og enkelte plasser inne mellom martensittstavene på høyvinkel korn grenser. I prøve A dannes neste all austenitt innenfor det samme austenittkornet. Etter bråkjøling kommer det fram at austenitten på den tidligere austenittkorn grensen ikke bevares som restaustenitt. Bildepunktene fra austenitten som ble dannet her, får etter bråkjøling så dårlige

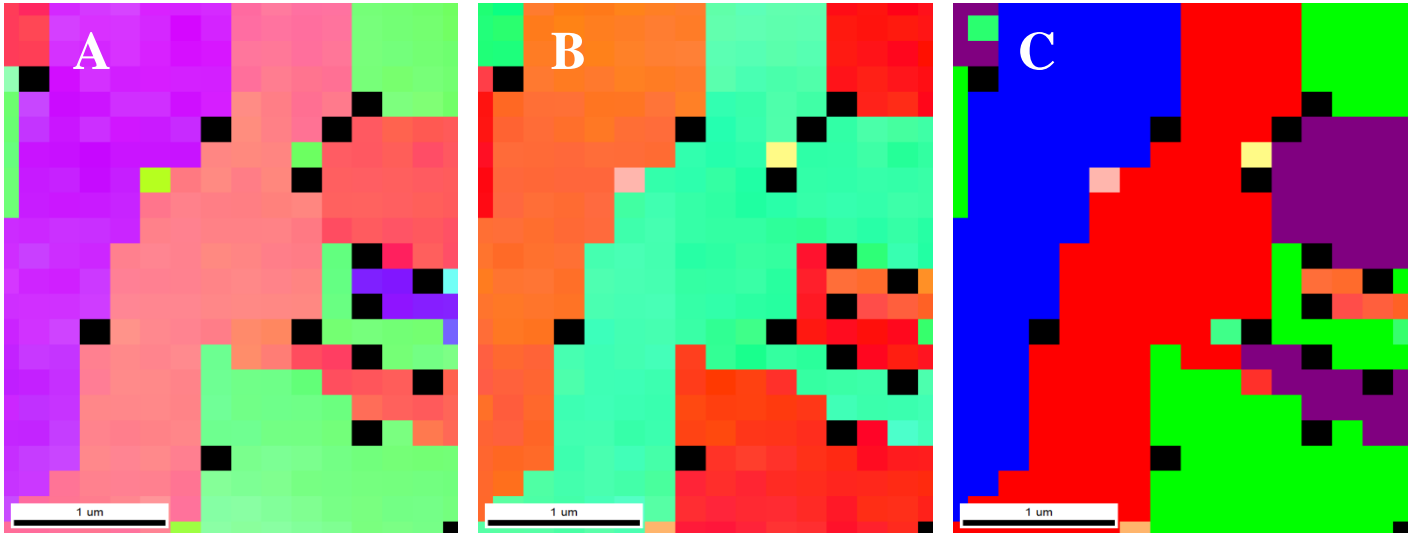
kvalitetsverdier at bildepunktene tas vekk etter opprensning. Den restaustenitten som er igjen etter bråkjølingen, befinner seg innenfor austenittkornene.



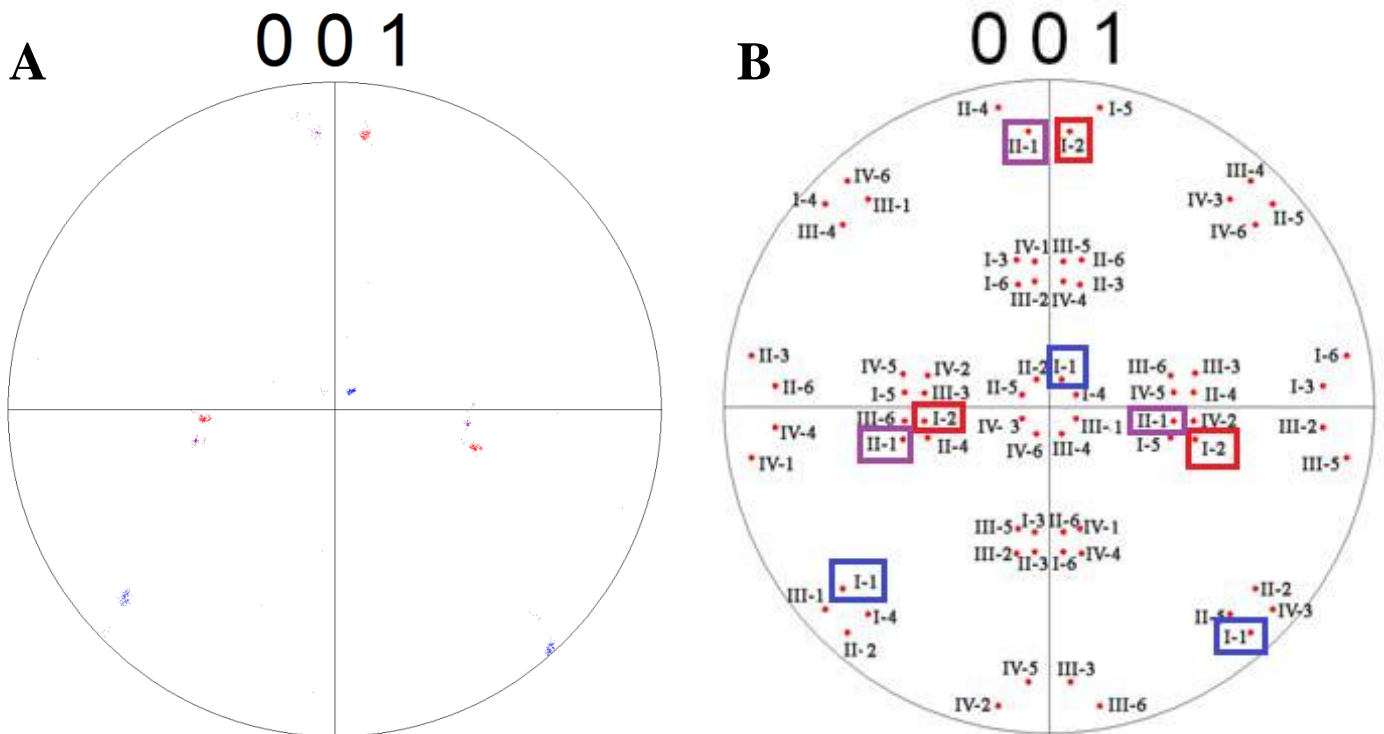
Figur 39: Figuren viser IPF-kartene og fasekartene til prøve A. Høyvinkel korngrenser er lagt over fasekartene. Øverst er skannet område vist før oppvarming, i midten er prøven varmet til tofaseområdet for $\alpha + \gamma$ og nederst etter bråkjøling.

Fraksjon høyvinkelkorngrenser innenfor de kroppede områdene øker fra 0,614 før oppvarming til prøven varmes opp hvor den er 0,624. Etter bråkjølingen faller denne andelen til 0,595.

IPF-kartet til det kroppede området i Figur 39 C er gitt i Figur 40 A. I Figur 40 B er dette området rotert slik at austenitten fikk (001)[100]-orientering. Hver av disse martensittvariantene er gitt en farge som samsvarer til en BCC-variant som vises i polfiguren for BCC i Figur 41 A. Hver av orienteringene for BCC ble da farget blå, rød eller lilla avhengig av hvilken orientering de hadde i polfiguren for BCC etter rotering. Austenitten er vist som grønn i Figur 40 C.



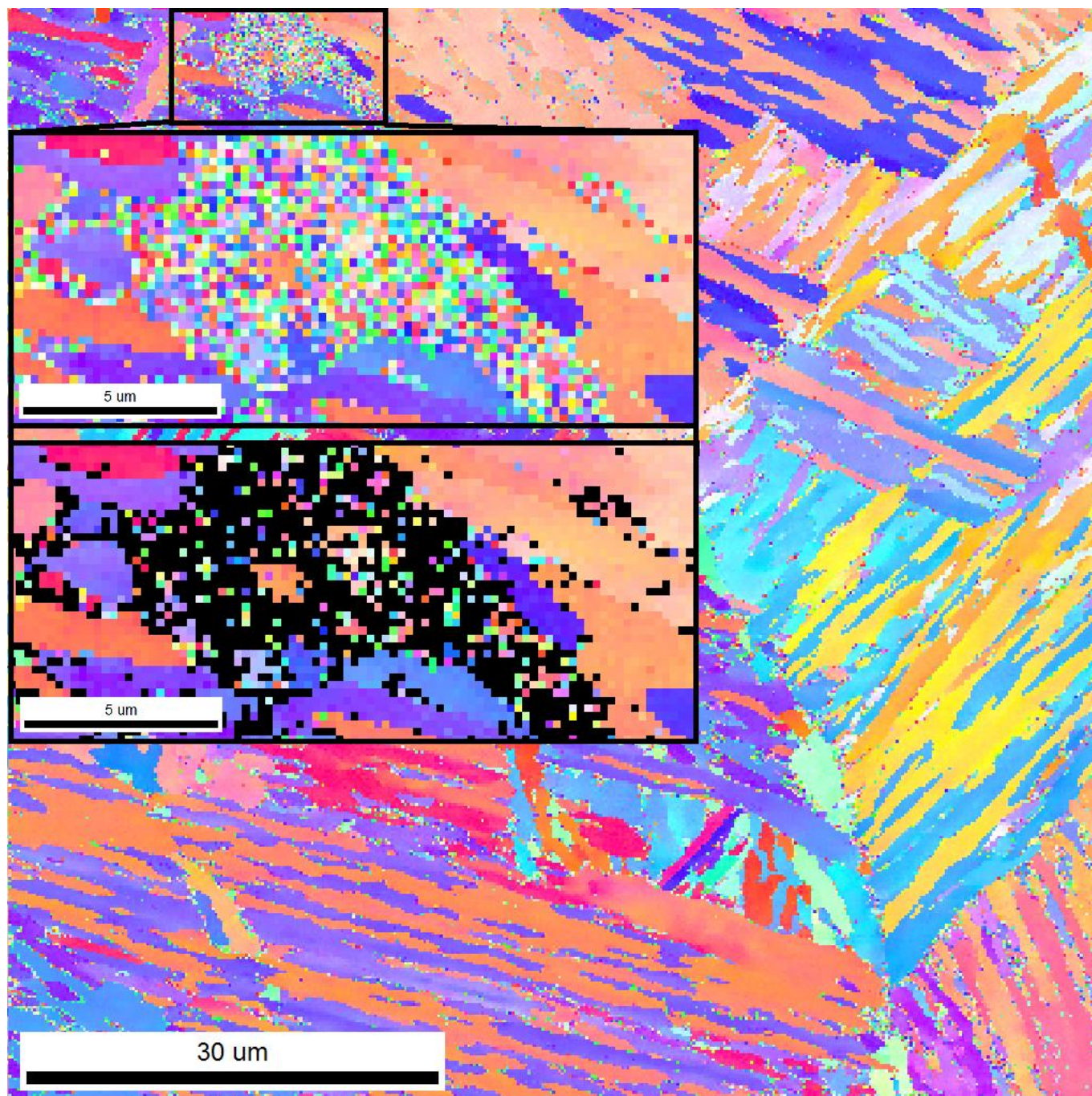
Figur 40: Figur A viser IPF-kartet til det kroppede området før rotering gjennomføres. I figur B er IPF-kartet rotert slik at austenitten har (001)[100]-orientering. Figur C viser forskjellige BCC-variantersom samsvarer med orienteringene som er vist i polfiguren i Figur 41 A. Her er hver variant av BCC gitt en farge.



Figur 41: Figur A viser BCC-variantene som er til stede i Figur 40. Figur B viser polfiguren for de 24 mulige K-S BCC-variantene dannet fra austenitt med orientering (001)[100]. Her er variantene som er til stede i Figur A er omringet med en firkant som svarer til fargen de er gitt.

Polfigurene i Figur 41 viser at martensitten oppfyller K-S-orienteringssammenheng mellom FCC og BCC.

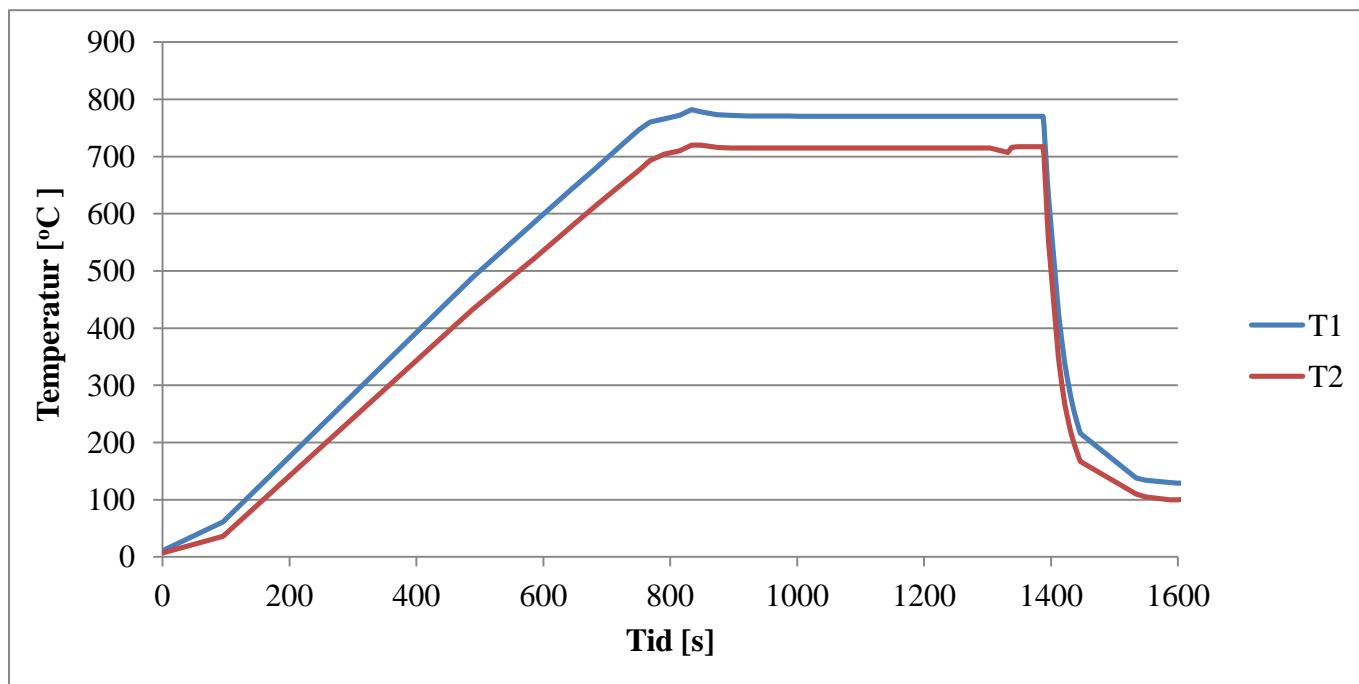
De svarte bildepunktene i IPF- og fasekartene er områder med lav CI-verdi. Disse vil kunne sees som bildepunkter hvor hvert enkelt bildepunkt har forskjellig farge fra nabopunktet. Under indiseringen i OIM DC vil ikke orienteringen fra disse områdene kunne bestemmes utfra diffraksjonsmønstrene. Dette er vist i Figur 42. Her er et område av prøve A kroppen ut av skannet og vist før det renskes opp og etter opprensning, og alle bildepunkter med CI lavere enn 0,05 er tatt bort. Dette fører til at bildepunktene på enkelte plasser blir svarte.



Figur 42: Figuren viser området av prøve A som ble skannet etter at prøven ble bråkjølt. Et område hvor mange bildepunkter viser forskjellig orientering er kroppet og vist før opprensning og fjerning av bildepunkter med CI lavere enn 0,05 og etter at dette er blitt gjort. Effekten av å fjerne bildepunkter som ikke fikk høyere CI ved opprensning, er at disse vises som svarte områder.

4.2.5 Prøve B:

Temperaturkurven for denne prøven er gitt i Figur 43. Temperaturen i T1 ble holdt på 770 °C, og dette ga en temperatur på T2 på 715 °C. Avviket mellom T1 og T2 er 55 °C. Denne prøven ble i en kort periode varmet over 770 °C før temperaturen stabiliserte seg, som vist i Figur 43.



Figur 43: Figuren viser temperaturforløpet under oppvarming og bråkjøling av Prøve B.

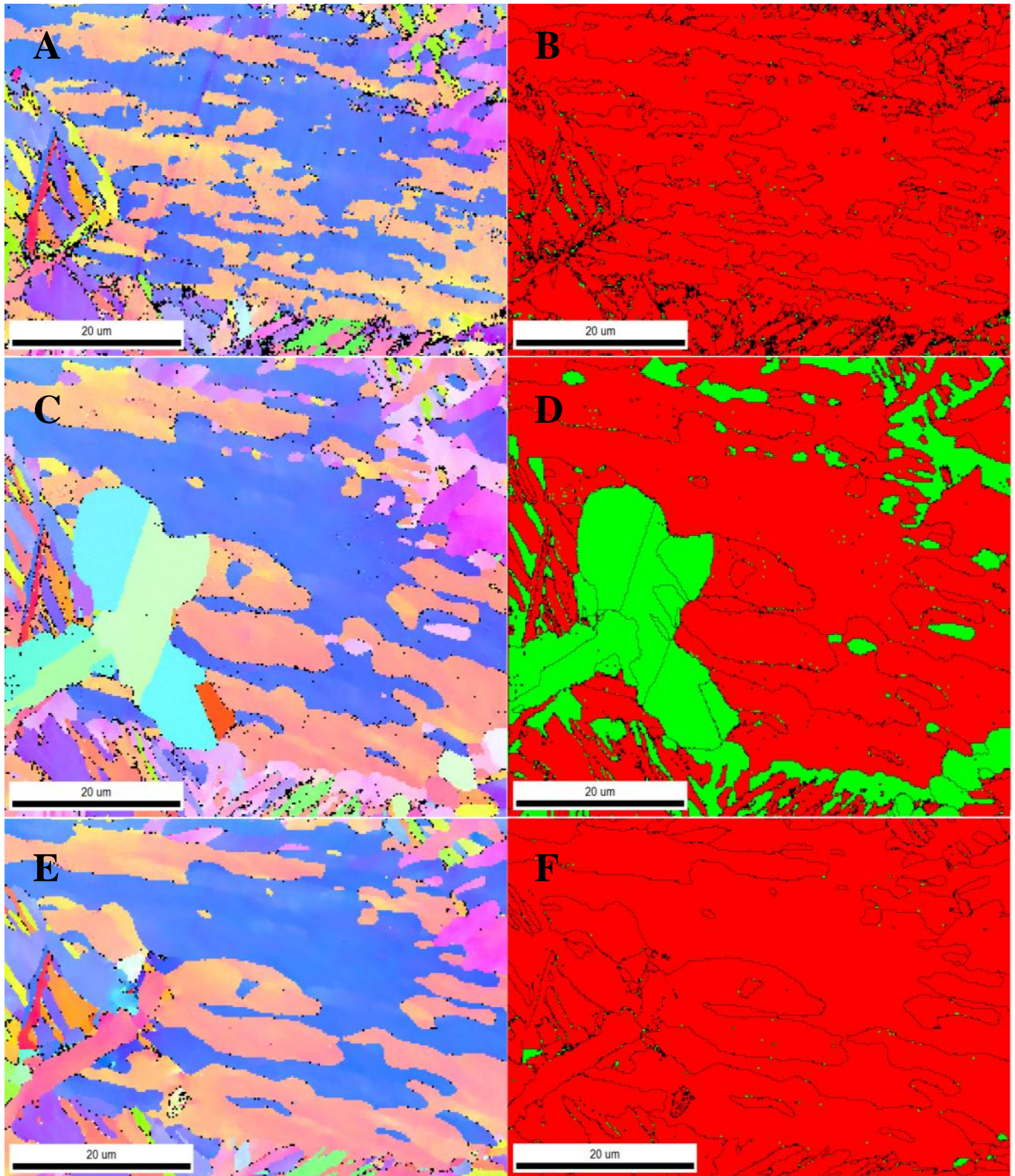
Kvalitetsverdiene for skannene er gitt i Tabell 9. Alle verdiene er gitt etter opprensning og fjerning av alle punkter med CI lavere enn 0,05.

Tabell 9: Tabellen viser kvalitetsverdiene for skannene gjort på prøve B.

	Før oppvarming	Varmet til $\alpha + \gamma$	Etter bråkjøling
	CI \geq 0,05	CI \geq 0,05	CI \geq 0,05
Fraksjon bildepunkter	0,949	0,977	0,988
Fraksjon γ -bildepunkter	0,009	0,268	0,005
CI	0,89	0,88	0,92
CI γ -fasen	0,10	0,89	0,40
IQ	204,58	259,85	280,66

IPF- og fasekartene til prøve B er vist i Figur 44. Høyvinkel korngrenser er lagt over fasekartene. Kartene er rensket og alle punkter med CI lavere enn 0,05 er tatt bort. De to øverste kartene i Figur 44 (A og B) viser et krosset område av IPF- og fasekart før oppvarming, og de to nederste kartene (E og F) viser samme område etter bråkjøling. På grunn av drift under skanningen av den varme prøven, er IPF- og fasekartet for denne prøven strekt ut i høyden (C og D). ROI for denne prøven var 60 x 60 μm . IPF- og fasekartet for den oppvarmede prøven viser at austenitten vokser fram på en tidligere austenittkorngrænse og enkelte plasser inne i matrisen på høyvinkel korngrenser. Bare en svært liten andel av austenitten som vokser fram i tofaseområdet blir bevart etter bråkjøling. Noe av martensitten endrer orientering fra før oppvarming til etter bråkjøling. Dette kan sees til venstre i IPF-kartene før oppvarming (A) og etter bråkjøling (E). Martensitten

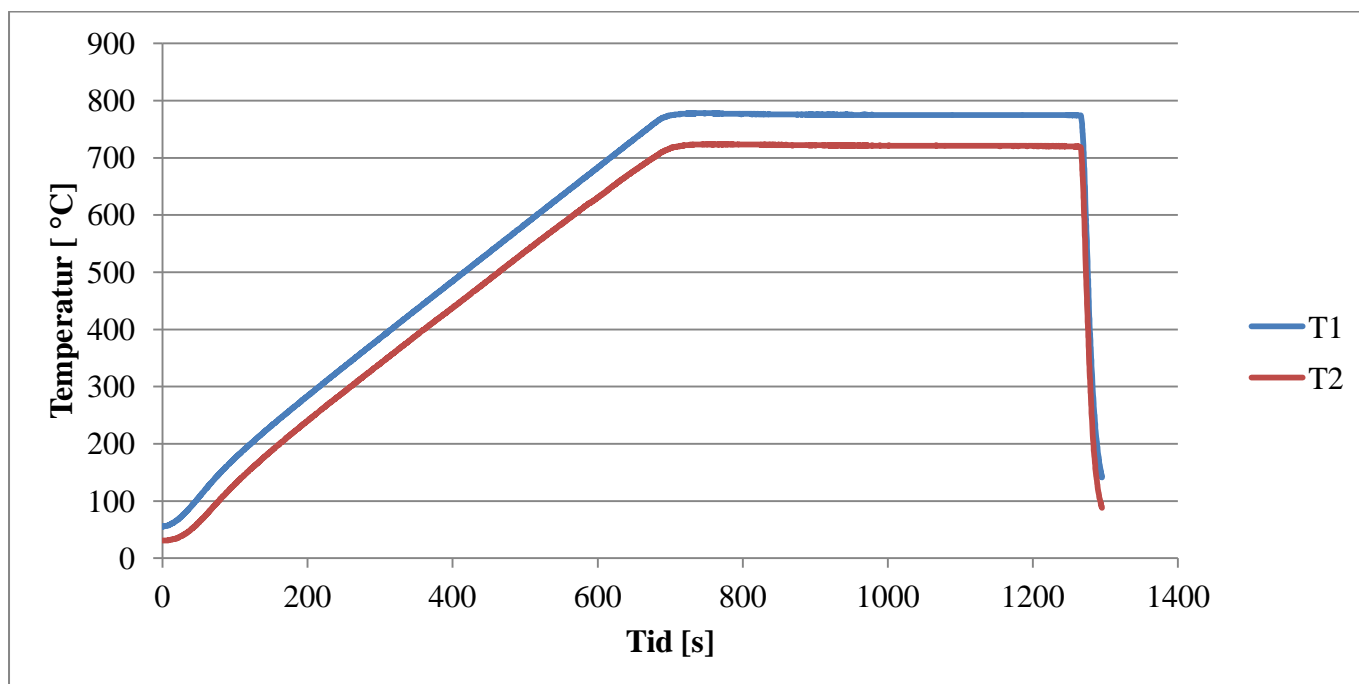
blir fullstendig omvandlet til austenitt og adopterer orienteringen til de nærliggende martensittstavene etter at den bråkjøles.



Figur 44: Figuren viser IPF- og fasekart med overlagte korgrenser for prøve B.

4.2.6 Prøve C:

Temperaturkurven for prøve C er gitt i Figur 45. Temperature i T1 ble holdt på 775 °C og dette gav en tempertaur på T2 på 720 °C. Avviket mellom T1 og T2 er 55 °C.



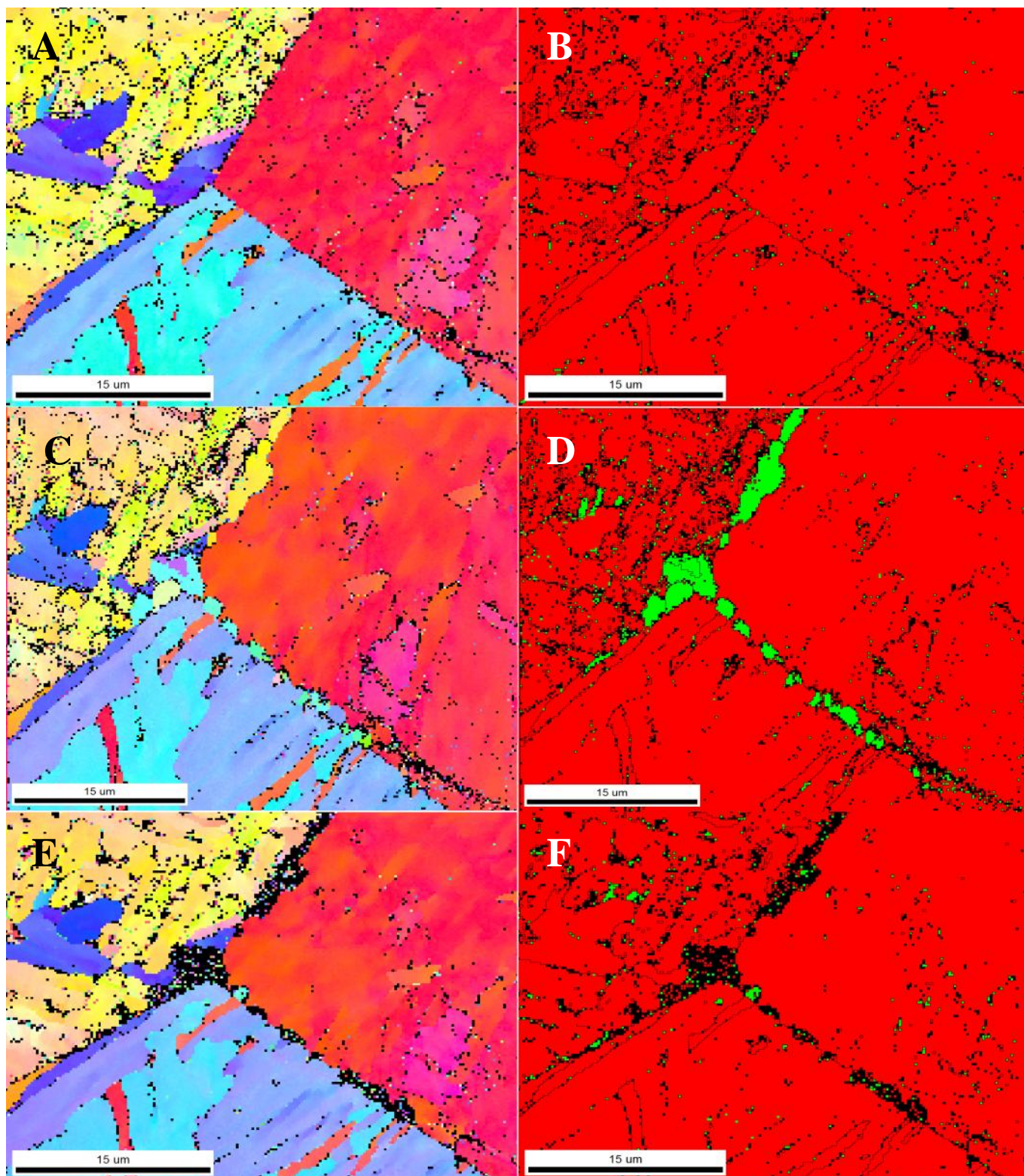
Figur 45: Figuren viser temperaturkurven for prøve C.

Kvalitetsverdiene for skann gjort på prøve C er gitt i Tabell 10. Alle verdiene er gitt etter opprensning og fjerning av alle punkter med CI lavere enn 0,05.

Tabell 10: Tabellen oppgir kvalitetsdataene for skann gjort på prøve C.

	Før oppvarming	Varmet til $\alpha + \gamma$	Etter bråkjøling
	CI $\geq 0,05$	CI $\geq 0,05$	CI $\geq 0,05$
Fraksjon bildepunkter	0,945	0,929	0,929
Fraksjon γ -bildepunkter	0,006	0,044	0,011
CI	0,84	0,85	0,86
CI γ -fasen	0,08	0,62	0,21
IQ	224,99	193,42	222,76

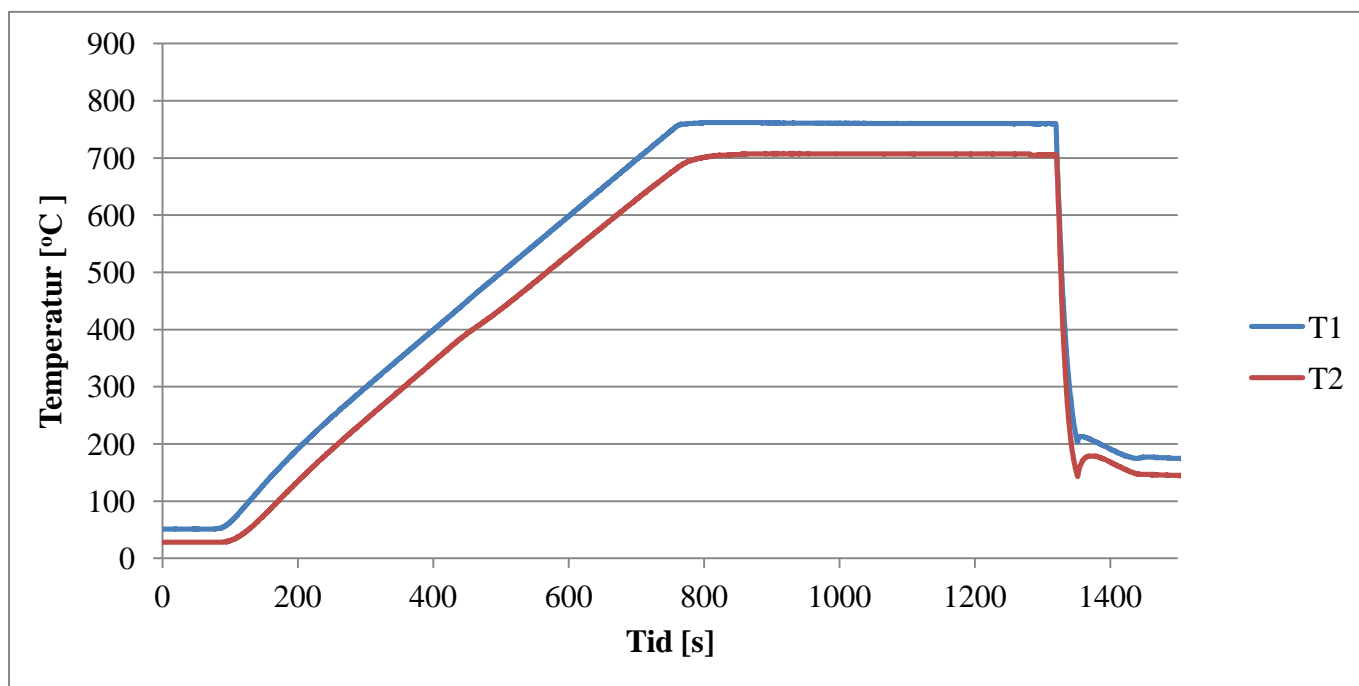
IPF- og fasekartene for prøve C er gitt i Figur 46. Høyvinkel korngrenser er lagt over fasekartene. Kartene er rensket, og alle punkter med CI lavere enn 0,05 er tatt bort. De to øverste kartene i Figur 46 viser et kroppet område av IPF- og fasekart før oppvarming (A og B) og de to nederste kartene viser samme område etter bråkjøling (E og F). IPF- og fasekartet for den oppvarmede prøven (C og D) viser at austenitten vokser fram på tidligere austenittkorngrenser. Det vokser også fram litt austenitt inne i et av de tre austenittkornene. Fra fasekartet etter bråkjøling kommer det fram at mesteparten av austenitten som dannes på tidligere austenittkorngrenser, ikke bevarer. Bildepunktene hvor austenitten ble dannet, har etter bråkjølingen så lav CI at de tas vekk.



Figur 46: Figuren viser IPF- og fasekartene til prøve C. Øverst er IPF-og fasekartet for prøven vist før oppvarming, i midten er kartene vist for oppvarmet prøve, og nederst er kartene vist etter bråkjøling.

4.2.7 Prøve D:

Temperaturkurven for denne prøven er gitt i Figur 47. Temperaturen i T1 ble holdt på 761 °C og dette ga en temperatur på T2 på 707 °C. Avviket mellom T1 og T2 er 54 °C.



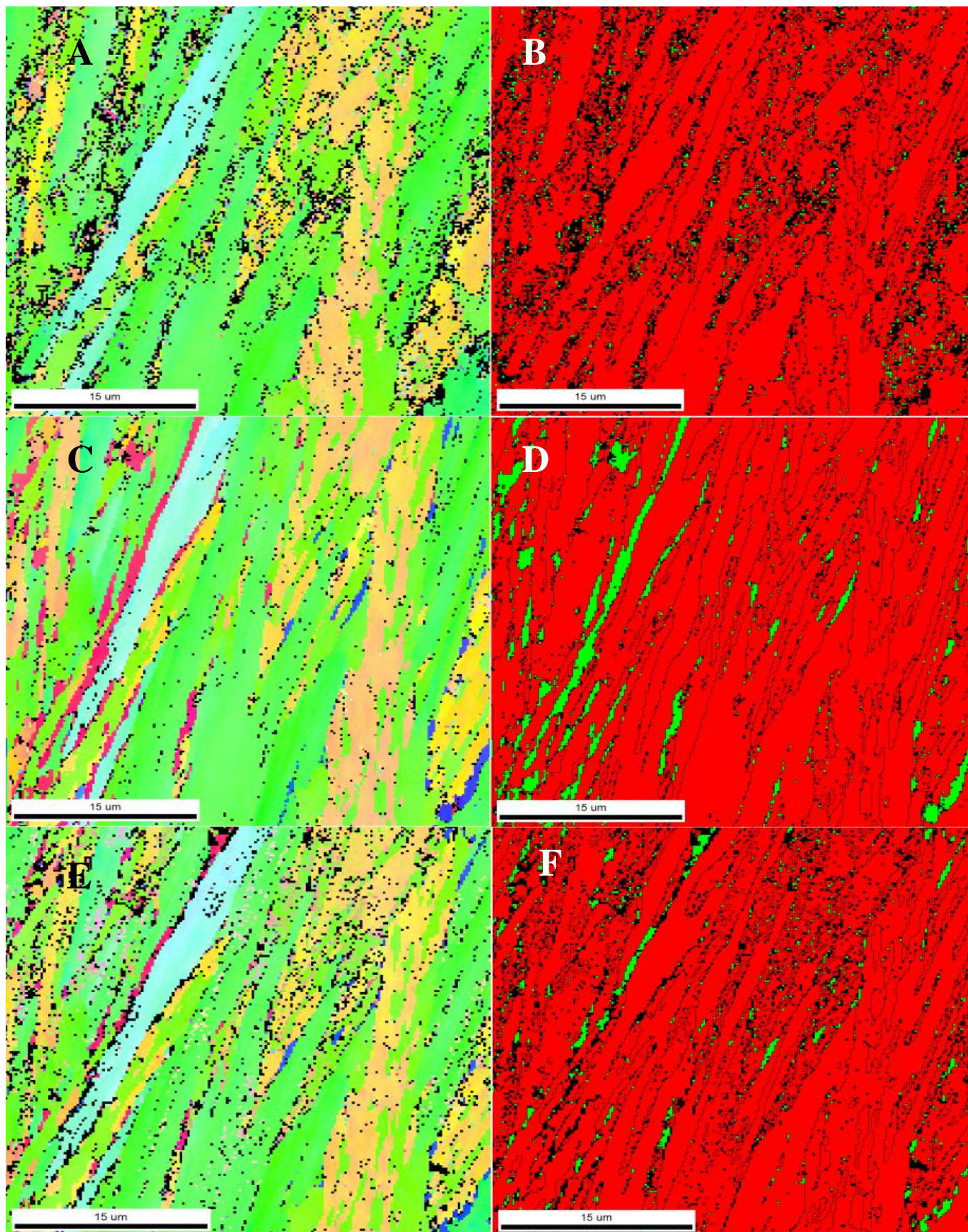
Figur 47: Figuren viser temperaturkurven for prøve D.

Kvalitetsverdiene for skann gjort på prøve D er gitt i Tabell 11. Alle verdiene er gitt etter opprensning og fjerning av alle punkter med CI lavere enn 0,05.

Tabell 11: Tabellen viser kvalitetsverdier for skann gjort på prøve D:

	Før oppvarming	Varmet til $\alpha + \gamma$	Etter bråkjøling
	CI $\geq 0,05$	CI $\geq 0,05$	CI $\geq 0,05$
Fraksjon bildepunkter	0,865	0,963	0,907
Fraksjon γ -bildepunkter	0,020	0,069	0,032
CI	0,79	0,86	0,79
CI γ -fasen	0,10	0,74	0,49
IQ	173,45	245,27	176,46

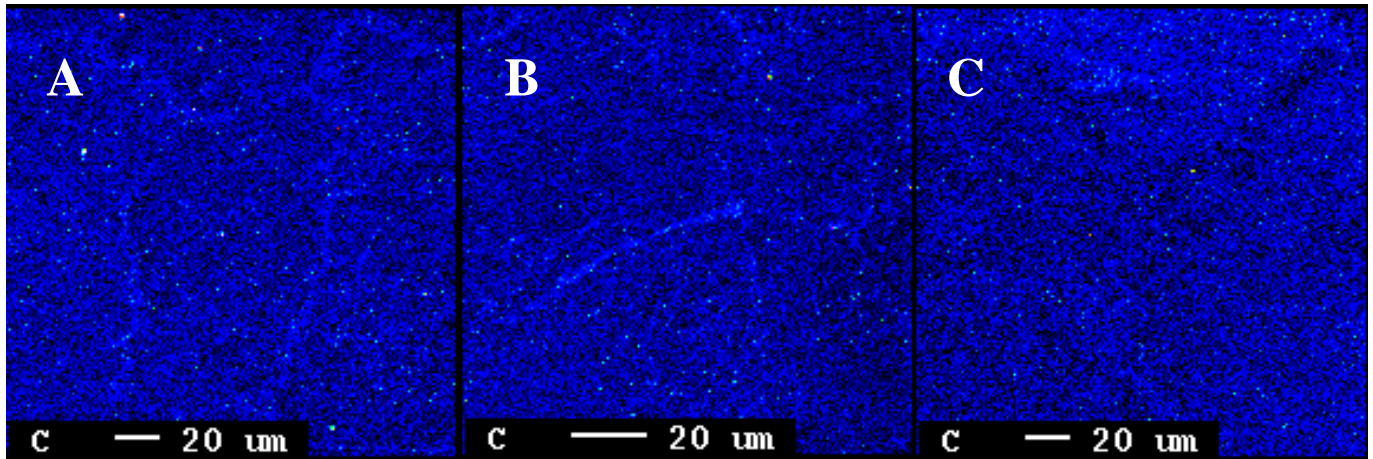
IPF- og fasekartene til prøve B er vist i Figur 48. Høyvinkel korngrenser er lagt over fasekartene. Kartene er rensket og alle punkter med CI lavere enn 0,05 er tatt bort. De to øverste kartene i Figur 48 viser et kroppet område av IPF- og fasekart før oppvarming (A og B) og de to nederste kartene viser samme område etter bråkjøling (E og F). I denne prøven vokser det fram to forskjellige orienteringer av austenitt i samme austenittkornet. Dette kan sees ved at den ene er rosa, mens den andre er blå. Austenitten vokser fram mellom martensittnålene på høyvinkel orienteringsavvik. Etter bråkjøling av prøve D bevares en relativt stor andel av austenitten som dannes under oppvarming.



Figur 48: Figuren viser IPF- og fasekartet til prøve D. A og B viser kartene før oppvarming, C og D viser kartene på oppvarmet prøve, og E og F viser området etter bråkjøling. Fra C kommer det fram at det er to forskjellige orienteringer av austenitt innenfor austenittkornet.

4.2.8 EPMA-røntgenanalyse av in situ-forsøk og sveisesimulering:

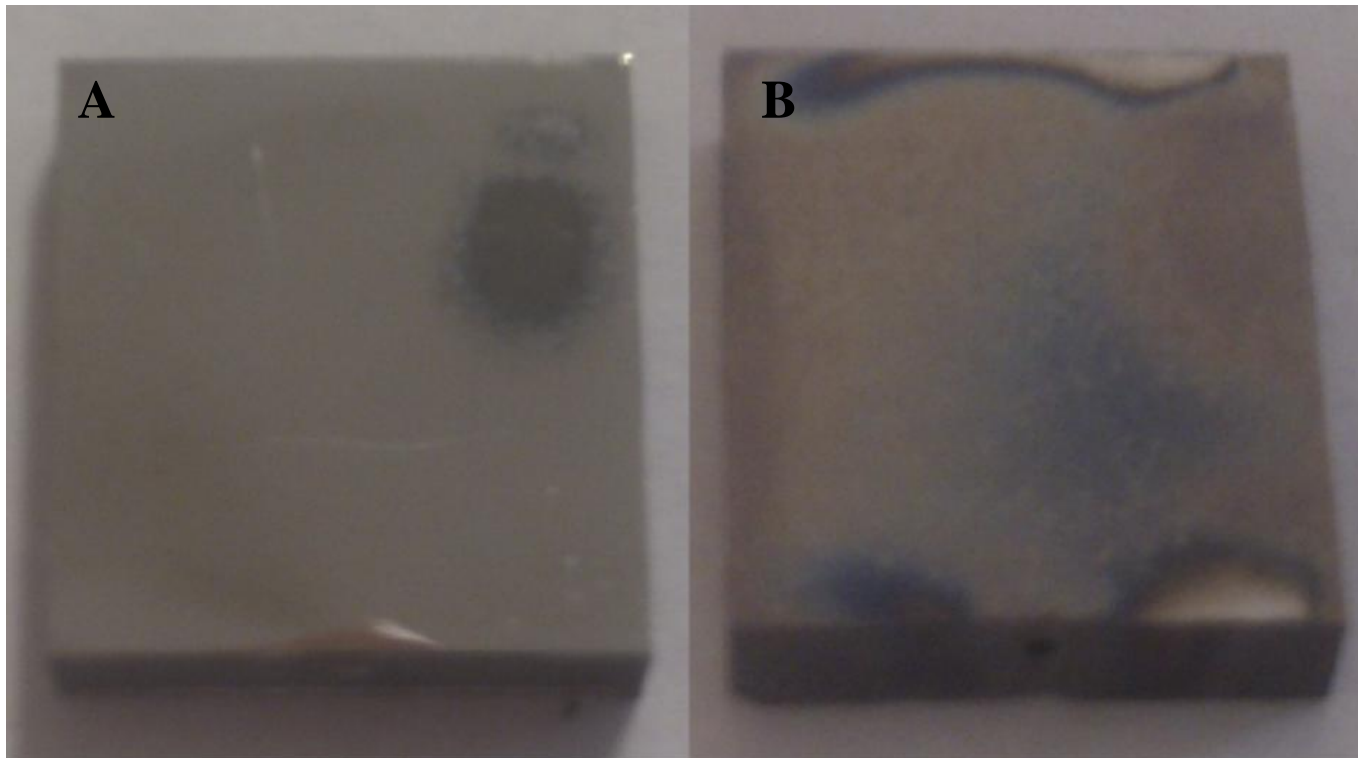
For å sammenlikne kjemien i prøver som ble in situ oppvarmet og bråkjølt med prøven som ble sveisesimulert i to sykler, ble det gjort en EPMA-røntgenanalyse. Dette ble også gjort på en prøve som var sveisesimulert i en sykel. Områder med litt lysere blåfarge har en noe høyere karbonkonsentrasjon enn bakgrunnen som er mørkere blå. Figur 49 viser at det er noe høyere konsentrasjon av karbon enkelte områder ved tosykel sveisesimulering (A) og ved in situ oppvarming og bråkjøling (B). Prøven som er varmet opp og bråkjølt i SEM (B) har ikke like sammenhengende områder med høyere karbonkonsentrasjon som den tosykel sveisesimulerte prøven. Ved ensykel sveisesimulering (C) dannes det ikke opphopninger av karbon.



Figur 49: Figur A viser karbonfordelingen i en prøve som er sveisesimulert i to sykler med Smithweld sveisesimuleringsmaskin. Lysere blåfarge oppstår ved høyere konsentrasjoner av karbon. I figur B er karbonfordelingen for en prøve som er sveisesimulert i en sykel og så varmet opp og bråkjølt i SEM vist. Figur C viser karbonfordeling i en prøve som er sveisesimulert i en sykel.

4.2.9 Artifakter fra kontaminasjon av prøveoverflate ved bråkjøling:

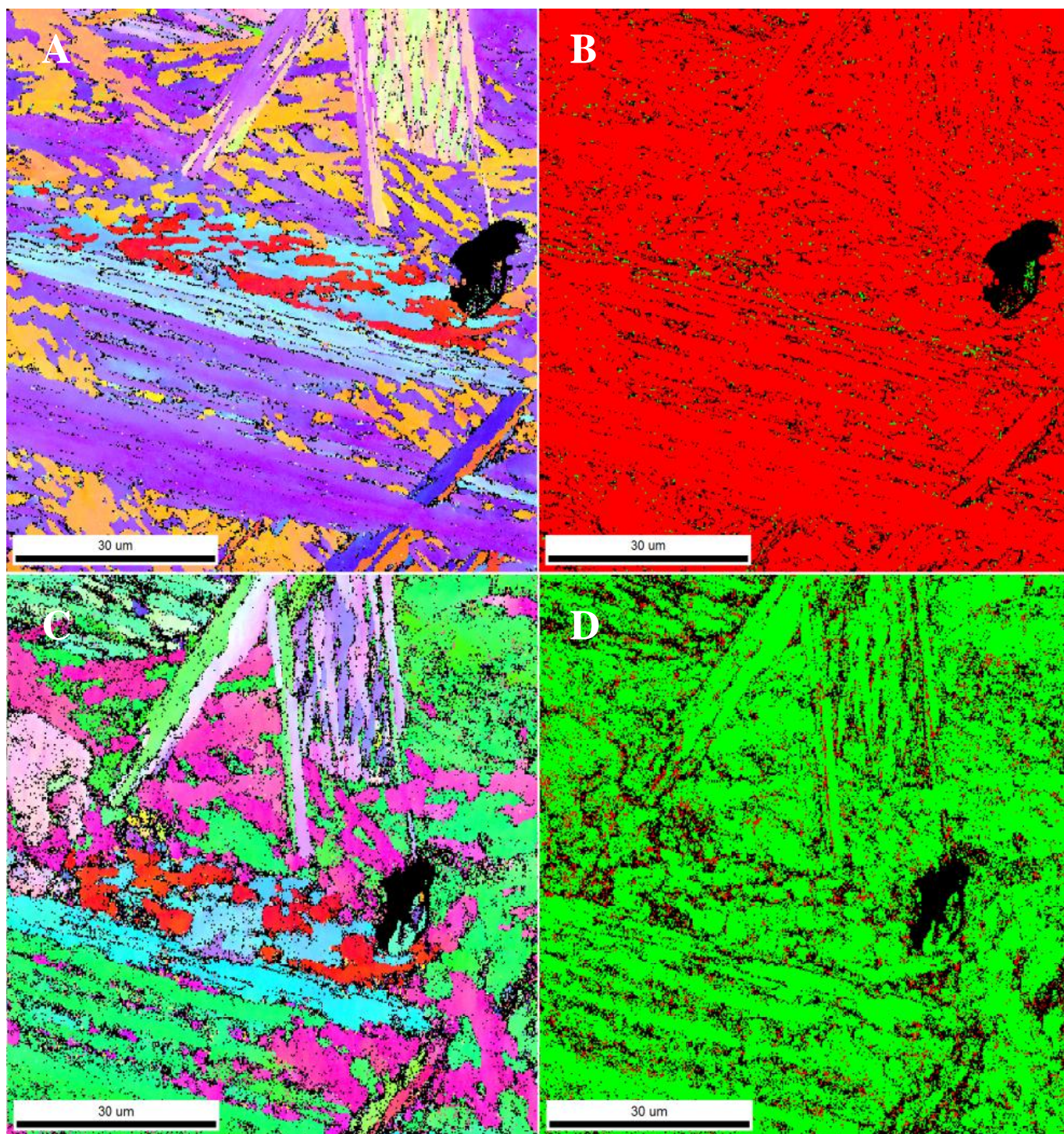
Ved bråkjøling i SEM ble det dannet et kontaminasjonsbelegg på overflaten av prøvene. I de fleste tilfellene ble bare området rett under gassmunningen kontaminert, mens i enkelte tilfeller ble hele overflaten kontaminert. Et eksempel av dette er vist i Figur 50. Prøven til venstre viser her det som oftest skjedde, hvor kontaminasjon er lokalisert til et enkelt område rett under gassmunningen. En prøve hvor hele overflaten er kontaminert er vist til høyre. Hele overflaten ble kontaminert i to tilfeller, og prøvene hvor dette skjedde blir her kalt prøve 1 og prøve 2.



Figur 50: Figuren viser to prøver som har blitt varmet opp og så bråkjølt inne i SEMet. Prøven til venstre (A) er bare kontaminert øverst til høyre, mens prøven til høyre (B) har et kontaminasjonsbelegg over hele overflaten.

Skannene ble gjort midt i prøven, og de fleste skannene var derfor tilsynelatende ikke påvirket av kontaminasjonslaget da dette ikke strakk seg til midten av prøven.

Indisering av skann som ble gjort på prøver etter bråkjøling hvor kontaminasjon dekte hele overflaten, gav dette en stor andel bildepunkter som ble indisert som FCC. IPF-kart og fasekart av prøve 1 er vist i Figur 51. Her er IPF- og fasekartet av et område på prøven vist før oppvarming øverst, mens de samme kartene er vist etter bråkjøling nederst. Rådataene for skannet gjort før oppvarming gav en gjennomsnittlig CI på 0,42. Etter opprensning og fjerning av alle bildepunkter med CI lavere enn 0,05 gav dette en gjennomsnittlig CI på 0,81. IQ-verdien for dette skannet var da 39,57. For skannet gjort etter bråkjøling gav rådataene en gjennomsnittlig CI på 0,25. Etter opprensning og fjerning av alle bildepunkter med CI lavere enn 0,05 ble gjennomsnittlig CI 0,75. IQ-verdien for dette skannet var da 187,50. Fraksjon bildepunkter som var igjen, var da 0,799 og fraksjon bildepunkter som da ble indisert som FCC, var 0,916. Fit- verdien var 1,46 for rådataene. Etter opprensning og fjerning av alle bildepunkter med CI lavere enn 0,05 var Fit-verdien 1,36.



Figur 51: Kartene øverst er IPF (A)- og fasekart (B) til prøve 1 før den varmes opp. De to kartene under er IPF (C)- og fasekart (D) av samme område etter bråkjøling hvor hele overflaten var dekt av et kontaminasjonslag. Disse kartene er rensket opp og alle bildepunkter med CI lavere enn 0,05 er tatt bort.

Fra IPF-kartene i Figur 51 kommer det fram at orienteringen til kontaminasjonslaget virker å ha en viss avhengighet av orienteringen til mikrostrukturen i prøveoverflaten før den ble varmet opp og bråkjølt. Martensittstaver og korngrenser er fortsatt synlige etter at kontaminasjonslaget har lagt seg over prøveoverflaten.

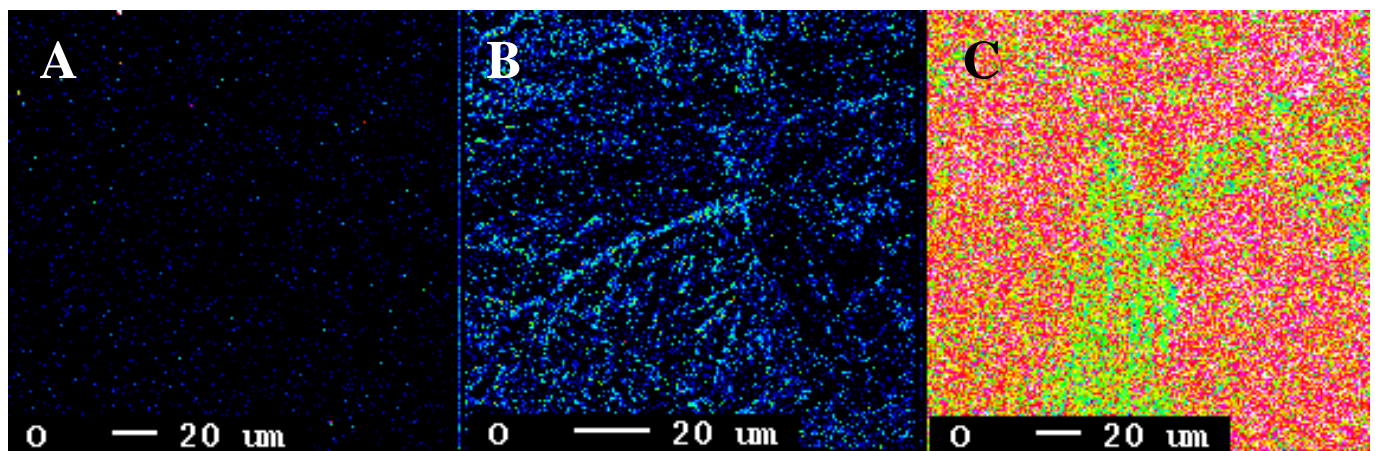
Dataene for prøve 2 er gitt i Tabell 12. Her er rådataene gitt i kolonnen til venstre, mens data som er rensket opp og hvor bildepunkter med CI-verdi lavere enn 0,05, er fjernet og gitt i kolonnen til høyre. Her kommer det også fram at en stor andel av bildepunktene indiseres som FCC etter at prøven er bråkjølt og et

kontaminasjonsbelegg er dannet. CI- verdien i skannet på den kontaminerte overflaten øker fra 0,16 før opprensning og fjerning av punkter med CI lavere enn 0,05 til 0,60 etter at skannet er rensket og de dårlige bildepunktene er tatt vekk.

Tabell 12: Tabellen oppgir dataene for prøve 2, før og etter den var varmet opp og bråkjølt.

	Før oppvarming		Etter bråkjøling	
	CI \geq 0,00	CI \geq 0,05	CI \geq 0,00	CI \geq 0,05
Fraksjon bildepunkter totalt	1	0,967	1	0,685
Fraksjon γ	0,025	0,007	0,683	0,828
IQ	225,28	227,52	148,20	163,63
CI	0,61	0,90	0,16	0,60
Fit	0,91	0,87	1,69	1,52

I EPMA-røntgenanalysen ble også oksygen tatt med. Dette er vist i Figur 52. Den viser kjemiske målinger gjort på overflaten av en prøve som er sveisesimulert i to sykler på Smithweld sveisesimuleringsmaskin til venstre, en prøve som er sveisesimulert i en sykel og så varmet opp og bråkjølt inne i SEM i midten og til høyre, hvor det er hhv lokal kontaminasjon på prøveoverflaten, og hele overflaten er dekt av kontaminasjonsbelegg. Skalaen for deteksjonsnivå er ikke den samme på disse skannene, og derfor kan de ikke direkte sammenliknen. Kvantitative analyser av konsentrasjonen av oksygen ble ikke foretatt, men det kommer tydelig fram at det er mer oksygen tilstede i overflaten som er fullstendig kontaminert. Det er langt mindre oksygen tilstede der prøveoverflaten bare er lokalt kontaminert. Det er ikke noe oksygen tilstede på overflaten av prøven som er sveisesimulert i to sykler med Smithweld sveisesimuleringsmaskin.



Figur 52: Figuren viser EPMA-skann for oksygen. Til venstre er en prøve som er sveisesimulert i to sykler med smithweld sveisesimuleringsmaskin, i midten er en prøve som er varmet opp i SEM og så bråkjølt. Til høyre er en prøve som er varmet opp i SEM og bråkjølt slik at hele prøveoverflaten ble kontaminert. Lysere områder med rød og gul viser områder med mer oksygen tilstede enn mørke områder i blå og svart.

5 Diskusjon:

5.1 Utvikling av kjøleenhet for SEM:

I vakuumkanteret som ble brukt for å teste metoder for bråkjøling av en oppvarmet prøve, ble det forsøkt tre forskjellige metoder. Selv med nedkjøling av argongass med flytende nitrogen lot det seg ikke gjøre å oppnå høy nok kjøle­hastighet til å være sammenliknbar med sveisesimulering. Dette kan være et resultat av at slangen og kaldfingeren gassen sendes gjennom, overfører varme til den kalde gassen før den når prøveoverflaten. Dermed vil ikke temperaturgradienten mellom gassen og overflaten av prøven øke ved å kjøle ned gassen. Kontaktkjøling viste seg å være svært lite effektivt. Da kontaktarealet består av enkelt­punkter mellom overflatene, vil det bare være et lite areal av aluminiumen som er i kontakt med overflaten på den varme prøven, noe som fører til lite effektiv nedkjøling.[29] For å oppnå rask nok kjøling til å kunne sammenlikne den med sveisesimulering, måtte det brukes heliumgass.

Kjøling ved kontakt mellom faste medier gjør at vaku­umet kan opprettholdes under kjølingen og ville vært å foretrekke da det ikke ville kreve modifikasjon av SEMet. Da gasskjøling viste seg å være den eneste måten å kjøle raskt nok på, var det nødvendig å modifisere SEMet. Det lyktes å modifisere vakuumsystemet i Zeiss Ultra slik at en oppvarmet prøve kunne bråkjøles med gass. Metoden for kjøling er ikke enkel da den krever en eksakt framgangsmåte for bråkjøling av oppvarmede prøver, som forklart i Vedlegg A under "Use of the quenching device". Den normale framgangsmåten med ventiler­ing av kammeret må kobles ut slik at vaku­umet opprettholdes i prøve­kammeret i SEMet. Før dette gjøres, må høgspenningen i SEMet slås av.

I det dedikerte vakuumkanteret ble gassen ført inn med et trykk på 3 bar på gassregulatoren. Til sammenlikning er det kun 0,3 bar som ble brukt i SEMet. Kjøle­hastigheten er fortsatt bedre i SEMet. Dette kan tilskrives at avstanden mellom prøven og gassmunningen er langt mindre i SEM enn i vakuumkanteret. I vakuumkanteret var denne avstanden ca. 20 mm, mens den var ca. 1-2 mm inne i SEMet. Dette kan føre til at mer av gassen treffer prøveoverflaten før den spres ut i det relativt gasstomme prøve­kammeret for å utjevne trykkforskjellen i kammeret. Da SEMet som ble brukt ikke kan ventileres med mer enn 0,3 bar, er det ikke realistisk å kunne kjøle prøver vesentlig raskere enn det som ble oppnådd under disse forsøkene.

Kjøle­hastigheten som oppnås inne i SEMet er 41 °C/s i intervallet 732 °C til 432 °C. Fra grafen i Figur 30 kommer det fram at dette er tilnærmet samme kjøle­hastighet som oppnås ved sveisesimulering. Dette gjør at kjøle­hastigheten ikke representerer en usikkerhetsfaktor i sammenlikningen av mikrostrukturer fra sveisesimulert prøve og de in situ oppvarmet og bråkjølte prøvene. I in situ-eksperimentene benyttes det en lavere oppvarmingsrate enn ved sveisesimulering. Prøver varmes opp til en temperatur i tofaseområdet og holdes her i 5 minutter før EBSD-skann blir gjort. Dette gjør at oppvarmingsraten, holdetid i tofaseområdet og holdetemperaturen kan gi forskjeller mellom mikrostrukturen i sveisesimulerte prøver og in situ oppvarmede og bråkjølte prøver.

5.1.1 Bestemmelse av tofaseområdet:

Dilatometeranalysen og dilatometermålingen fra sveisesimuleringen avviker svært mye ved oppvarming. Dette viser at fase­transformasjonene i materialet er svært avhengig av oppvarmings­hastigheten. Den beregnede fase­transformasjonen ved A_1 er tilnærmet lik den som observeres ved sakte oppvarming. Under in situ oppvarmings­forsøkene ble prøvene varmet opp med en hastighet på 1 °C/s inne i SEMet og holdt i 5 minutter. Selv om oppvarmings­hastigheten er raskere i SEM enn ved dilatometer­analysen kan det vokse fram austenitt i løpet av de 5 minuttene hvor prøvetemperaturen holdes konstant. Prøvene som varmes opp for in situ-forsøk, bør derfor varmes til en temperatur som er like over den målte A_1 -temperaturen fra dilatometer­analysen.

Dilatometeranalysen kan brukes for å komme fram til en temperatur som tillater framvekst av austenitt uten at det gir for store endringer i mikrostrukturen for øvrig. Da målet for denne oppgaven var å utvikle et kjølesystem som tillater tilstrekkelig rask kjøling for å oppnå sveisesimulering, vil det også være viktig å oppnå en mikrostruktur som er lik den som oppstår ved sveisesimulering.

Ved sakte nedkjølingshastighet oppstår tofaseområdet ved lavere temperaturer enn likevektstemperaturen skulle tilsi for Ar₃ og Ar₁. Da F 70 er et stål beregnet for smiing, vil det være ønskelig at det kreves betydelig underkjøling for å starte transformasjonen fra austenitt ved en rask avkjølingsrate. Dette gjør at en større andel av materialet kan oppnå en mikrostruktur bestående av martensitt og bainitt da dannelsen av ferritt og perlitt undertrykkes. Områder med lokalt høye konsentrasjoner av karbon vil kunne bevares som austenitt etter bråkjøling til romtemperatur da disse områdene kan ha en lavere M_f temperatur enn det øvrige materialet.

5.1.2 Kalibrering av termoelement:

Holdetemperaturen som ble brukt for prøve A, B, C og D ble funnet ved prøving og feiling. Etter flere forsøk ble det klart hvilken holdetemperatur som gjorde at bare litt austenitt vokste fram i tofaseområdet. Dilatometeranalysen viste at A₁ temperaturen var ved 726 °C. Det var derfor et mål å oppnå en holdetemperatur som var litt over 726 °C på oppvarmede prøver.

På grunn av varmetap og varierende termiskkontakt mellom termoelementene i prøve og ovn gjenspeilet ikke temperaturen i ovnen eller inne i prøven den reelle temperaturen på overflaten av prøvene som ble varmet opp inne i SEMet. Kalibreringen av termoelement viste at prøven hadde en temperatur som lå en plass mellom temperaturen målt i prøven og inne i ovnen. Avvikene i temperaturmålingene gjorde det vanskelig å anslå en eksakt temperatur på prøven. Det var heller ikke mulig å vite hvor var prøvene før prøvene ble før holdetemperaturen hadde stabilisert seg. Forsøkene viste også at avvikene i temperatur også kunne variere avhengig av hvor høy temperatur ovnen ble satt til å holde. Ved enkelte holdetemperaturer ble temperaturen på overflaten tilnærmet lik gjennomsnittet av temperaturen målt inne i ovnen og inne i prøven. Denne sammenhengen stemte da det var en systematisk feil som førte til at temperaturen i ovnen alltid viste mellom 50 og 70 °C for høy temperatur. Dette førte til at ovnen måtte stilles inn på en høyere temperatur for å kompensere for dette avviket, slik at ønsket holdetemperatur ble oppnådd.

Problemer med å måle eksakt temperatur førte til at flere prøver ble varmet så høyt opp i tofaseområdet at mikrostrukturen ble endret og dannet austenitt. I disse prøvene endret mikrostrukturen seg så mye at det ikke var mulig å sammenlikne mikrostrukturer før oppvarming og etter bråkjøling. Det var også to tilfeller der prøver ikke ble varmet høyt nok i temperatur til å danne austenitt. I prøvene som hadde hull for termoelement med dimensjon 0,6 mm var avviket mellom temperaturen målt på prøveoverflaten og inne i prøven mindre. Dermed var temperaturen målt inne i prøven mer representativ for den faktiske prøvetemperaturen

På oppvarmede prøver er fraksjon austenitt målt i prøve A større enn fraksjon austenitt målt i prøve C hhv 0,111 og 0,044. Temperaturene som ble målt i disse forsøkene var så å si helt like i ovn og prøve. Prøve C hadde et større hull for å sette termoelement inn i slik at det var lettere å få termoelementet godt plassert inn i prøven. Dette kan ha resultert i at forskjellen mellom den målte temperaturen inne i prøve C og den faktiske temperaturen på prøven var mindre enn avviket for den målte temperaturen inne i prøve A og overflaten på prøve A. Dette betyr at den reelle prøvetemperaturen på prøve C var lavere enn på prøve A slik at det ble dannet mindre austenitt ved oppvarming av prøve C.

Tidligere er det blitt rapportert at den høyeste temperaturen som var mulig å oppnå var 800 °C[5]. Forsøkene som ble gjort med kalibrering av termoelement viste at det var mulig å oppnå minst 883 °C på prøven.

5.2 *In situ* EBSD-skann under oppvarming og bråkjøling:

5.2.1 Drift under EBSD-skann på varme prøver:

Etter at holdetemperaturen ble oppnådd under oppvarming av prøver, ble prøven holdt ved denne temperaturen i 5 minutter for å hindre forflytning under EBSD-skanningen. Figur 35 i kapittel 4.2.1 viser at det er et misforhold mellom området som ble skannet og elektronmikroskopbildet som ble hentet ut av NORDIF før skannet ble gjort. Dette viser at selv med en holdetid på 5 minutter vil det ikke være nok til å stabilisere prøven under EBSD-skannet. Anne Jorunn Enstad valgte å holde sine prøver ved en gitt temperatur i 10 minutter før EBSD-skann ble gjort[5] mot 5 minutter som ble under disse forsøkene. Under disse forsøkene var det ønskelig å ha kortest mulig holdetid i tofaseområdet. Dette for å få en struktur som liknet mest mulig på en sveisestruktur.

Den termiske ekspansjonen fører til at skann gjort på varme prøver dras ut i høyden slik at disse skannene blir større enn tilsvarende områder skannet før oppvarming og etter bråkjøling. Dette er spesielt merkbart på prøve B. EBSD-skannet som ble gjort på denne prøven var ble tatt over et større område enn de tre andre prøvene. Dette skannet ble også strekt mest ut i høyden under skannet, og skannene gjort før oppvarming og etter bråkjøling måtte derfor kroppes til mindre kart for å vise det samme området, som vist i Figur 44. Dette viser at siden det tar lengre tid å skanne et relativt stort område, vil dette føre til at prøven rekker å forflytte seg mer under skanningen. Dette gjør at skannet gjort på denne oppvarmede prøven blir mer dratt enn på de andre skannene gjort på oppvarmede prøver.

5.2.2 Diffraksjonsmønster før oppvarming, på varm prøve og etter oppvarming:

Ved å skanne det samme området på en prøve flere ganger vil det dannes et hydrokarbonlag som fører til at båndkontrasten i diffraksjonsmønstrene fra hvert skann blir lavere[22]. Anne Jorunn Enstad observerte i sin masteroppgave at under oppvarming dampet dette laget av, og på denne måten ble båndkontrasten opprettholdt ved flere EBSD-skann på samme område[5].

Før EBSD-skann ble gjort på varme prøver ble de holdt ved en gitt temperatur i 5 minutter. Dette kan gjøre at spenninger og tøyninger i krystallgitteret i prøven glødes ut slik at diffraksjonsmønsterkvaliteten faktisk blir bedre. Dette gjør at skannhastigheten kan økes fra før prøven varmes opp til den varmes til tofaseområdet uten at diffraksjonsmønstrene blir for svake til å kunne indiseres.

På prøve D ble det brukt samme skannhastighet før oppvarming og på oppvarmet prøve. Her øker gjennomsnittlig IQ-verdi ved oppvarming. Før oppvarmingen er IQ-verdien 173,45, mens den øker til 245,27 ved oppvarming. Det ble derfor gjort forsøk på å øke skannhastigheten på oppvarmede prøver.

Selv om skannhastigheten ble økt når prøver varmes opp, var det fortsatt mulig å oppnå svært gode IQ-verdier. Gjennomsnittlig IQ-verdi på prøve C før oppvarming var 221,80 med en skannhastighet på 250 fps. Ved å øke denne skannhastigheten til 600 fps sank IQ-verdien til 189,68. Denne nedgangen i IQ-verdi er et resultat av at signalet blir svakere da færre elektroner danner bildet av diffraksjonsmønsteret ettersom skannhastigheten øker. Dette er fortsatt en høy IQ-verdi. Etter bråkjøling ble det oppnådd en litt lavere gjennomsnittlig IQ-verdi enn før oppvarming (215,80). Da ble det også benyttet høyere skannhastighet enn før oppvarming. Før oppvarming og etter bråkjøling ble fokus stilt inn ved ca. 2000x forstørrelse, mens fokus på den varme prøven ble stilt inn ved 800x forstørrelse. Fokuset på varme prøver kunne derfor bli noe dårligere. Det ble benyttet en lavere forstørrelse ved innstilling av fokus på varme prøver da det var viktigere å bruke holdetiden før EBSD-skannet ble gjort på å stille inn parametrene for EBSD-skannet.

Figur 36 C viser at sammenhengende områder på tidligere austenittkorngrenser har svært lav IQ-verdi. Dette kan komme av at områdene består av martensitt som er rik på karbon. Dette vil gjøre at martensitten får

store tøyninger som fører til svak båndkontrast i diffraksjonsmønstrene eller ikke indiserbare diffraksjonsmønstre. Dette vil senke den gjennomsnittlige IQ-verdien for skannet. Dette må tas i betraktning når IQ-verdien sammenliknes før oppvarming og etter bråkjøling. For alle disse skannene var oppløsningen i CCD-kameraet satt til 120 x 120 bildepunkter. Strømmen som ble benyttet ved disse EBSD-skannene var på 70,3nA. Dette er omentrent så høy strøm det kan forventes å oppnås. Derfor kan ikke skannhastigheten økes ved å bruke mer strøm i mikroskopet som ble brukt for disse forsøkene.

En lavere oppløsning vil føre til at hvert enkelt bildepunkt vil gi et sterkere signal. Da andelen riktig indiserte bildepunkter er jevnt høy ned til en oppløsning på 96 x 96 bildepunkter, er det mulig at enda raskere skannhastighet vil kunne benyttes uten å få signifikant dårligere kvalitet på diffraksjonsmønstrene. Dette gir derfor ikke svar på hvor rask skannhastighet som maksimalt kan benyttes uten at en stor andel diffraksjonsmønstre fra prøven blir for dårlig til å indiseres riktig med høy IQ- og CI-verdi. Tidligere forsøk med samme EBSD-system på Zeiss Ultra har vist at opp til 80 % av diffraksjonsmønstrene kan indiseres ved en skannhastighet på 896 fps og 65nA strøm[22].

Resultatene viser at det er mulig å bruke høy skannhastighet på oppvarmede prøver. Dette har flere fordeler. Oppvarmede prøver trenger ikke å holdes varme over lengre tid hvis høyere skannhastighet benyttes. Dermed vil det være mindre fare for at temperatursensitive komponenter i prøvebordet blir for varme. Høyere skannhastighet gjør at et større område av overflaten på en prøve kan skannes uten at det tar lang tid. Dette øker sjansen for å skanne et representativt område av prøven slik at lokale variasjoner får mindre å si for resultatet av skannet. Anne-Jorunn Enstad rapporterte at karbon dampet av prøven ettersom den ble holdt varm over lengre tid. Dette førte til at fraksjon austenitt ble mindre for hvert skann som ble gjort på oppvarmede prøver[5]. Ved å skanne raskt vil denne effekten bli mindre da prøven ikke holdes varm like lenge. Hvis det er drift i prøver vil raske skann gjøre at området på prøven som skal skannes forflytter seg mindre ved å skanne området raskt. Dette gjør det lettere å sammenlikne skann som gjøres før oppvarming, på varme prøver og etter nedkjøling.

5.2.3 Tosykel sveisesimulert prøve:

IPF- og fasekartet til den tosykel sveisesimulerte prøven viser at bånd langs tidligere austenittkorngrenser har mange bildepunkter som blir tatt bort etter at alle bildepunkter med CI lavere enn 0,05 blir tatt bort. Grunnen til at bildepunkter tas vekk fra tidligere austenittkorngrenser kan være at disse består av en karbonrik martensitt. Martensitten vil da ha store tøyninger slik at båndkontrasten i diffraksjonsmønstret blir lavt. Det dannes ikke restaustenitt på tidligere korngrenser. Den restaustenitten som er indisert i skannet ligger innenfor austenittkorn, men dette er svært lite. På grunn av den raske oppvarminga og bråkjølingshastigheten ved sveisesimuleringen er det begrenset hvor mye austenitt som rekker å vokse fram. Dette fører til at områdene med martensitt som dannes fra denne austenitten blir svært smale.

Det er lite restaustenitt igjen etter sveisesimuleringen, en fraksjon på 0,06. Denne restaustenitten har en gjennomsnittlig CI på 0,13 etter opprensning og fjerning av alle bildepunkter med CI lavere enn 0,05. Den lille restaustenitten som observeres befinner seg inne i austenittkorn og kan derfor være karbider som blir løst opp ved oppvarmingen under andre sveisesykel.

5.2.4 In situ oppvarmede og bråkjølte prøver:

Før oppvarming er det lite restaustenitt fra første sveisesykel i alle de fire prøvene som er presentert. Den restaustenitten som er til stede har lav CI-verdi, noe som tilsier at denne austenitten kan være feilindisert. Etter opprensning tas en liten andel av bildepunktene i skannet bort. Dette gjelder alle skannene som er presentert. Dette betyr at prøveprepareringen med ionemølle fungerer bra for dette materialet. IQ-verdiene i prøve A er for alle skann vesentlig lavere enn de er for prøve B, C og D. Dette kan komme av at EBSD-

skannet er blitt gjort utenfor sentrum av det ionemøllede området. Hvis diffraksjonsmønsteret hentes fra en posisjon på utenfor sentrum av det møllede området blir båndkontrasten lavere. Da området som mølles er 4 mm i diameter, er det derfor svært viktig å ikke skanne utenfor dette området.

Austenitt som dannes inne i austenittkorn ved oppvarming oppfyller K-S-orienteringssammenheng med BCC inne i det tidligere austenittkornet. Det kan derfor konkluderes med at austenitten som dannes er reell og ikke en artifakt.

Forsøkene med in situ oppvarming og bråkjøling viser hvor austenitt vokser fram. Dette skjer hovedsaklig på tidligere austenittkorngrenser og noe innenfor austenittkornene. For prøve A og C vil austenitten som dannes på tidligere austenittkorngrenser danne karbonrik martensitt etter bråkjølingen. Dette fører til at disse områdene ikke får gode CI-verdier slik at de tas vekk etter fjerning av alle bildepunkter med CI lavere enn 0,05. Austenitten som dannes inne i austenittkornene bevares i langt større grad. Dette viser at disse områdene har en høyere konsentrasjon av karbon og derfor kan bevares som restaustenitt. Områdene som danner austenitt ved oppvarming kan være karbider som ligger i bainitt fra første sveisesimuleringssykel. Disse karbidene kan løses opp ved oppvarming og danne områder med austenitt.

I prøve B dannes det mest austenitt under oppvarming, og det er minst restaustenitt i denne prøven etter bråkjøling. I motsetning til prøve A og C er det ikke sammenhengende områder langs tidligere austenittkorngrenser som får så dårlig CI-verdi etter bråkjøling at de tas vekk ved å fjerne bildepunkter med CI lavere enn 0,05. Martensitten som dannes i denne prøven etter bråkjøling, er ikke så rik på karbon at den blir vanskelig å indisere. Dette fører til at kvalitetsverdiene på skann gjort på oppvarmet prøve og etter bråkjøling er bedre enn før oppvarming. Færre bildepunkter tas vekk etter opprensning og fjerning av bildepunkter med CI lavere enn 0,05. Prøve D ble ikke skannet over en tidligere austenittkorngranse, og det er derfor ikke mulig å vite hvordan dannelsen av austenitt på tidligere austenittkorngrenser skjedde her. På denne prøven vokser austenitten fram mellom stavstrukturer. Etter bråkjøling vil noe av denne austenitten bevares som restaustenitt.

For prøve A, C og D kommer det fram at enkelte bildepunkter rundt restaustenitten får så lav CI at disse tas vekk når bildepunkter med CI lavere enn 0,05 fjernes. Dette kan være et resultat av to årsaker. Da diffraksjonsmønstrene dannes fra austenittkornet på den ene siden og fra martensitt på den andre siden, vil det kunne dannes overlappende diffraksjonsmønstre slik at det blir vanskelig for OIM DC å bestemme riktig fase og orientering. Dette gjør at kvalitetsverdiene for bildepunkter her kan bli så dårlig at de tas vekk ved fjerning av bildepunkter med CI lavere enn 0,05. Den andre årsaken er at disse områdene er martensitt som er så rik på karbon at den ikke vil kunne gi gode nok diffraksjonsmønstre til å kunne indiseres med gode kvalitetsverdier. Da områder som ellers ligger på høyvinkel korngrenser ikke konsekvent får så dårlige kvalitetsverdier at de fjernes, vil den siste av disse to mulige årsakene være den mest sannsynlige forklaringen.

Da det er svært lite restaustenitt i prøve B etter bråkjøling og ingen tegn til karbonrik martensitt, avviker denne fra de tre andre prøvene. Denne prøven får da en mikrostruktur etter bråkjøling som ikke likner den som oppstår ved tosykel sveisesimulering. Det dannes ingen sammenhengende områder hvor kvalitetsverdiene for bildepunkt blir så dårlige at de tas vekk. Denne prøven ble også varmet til en litt høyere temperatur i tofaseområdet i en kortere periode mens holdetemperaturen ble stabilisert. EBSD-skannet som ble gjort på denne prøven var gjort over et større område enn de tre andre prøvene. Dette skannet ble også strekt mest ut i høyden under skannet og skannene gjort før oppvarming og etter bråkjøling måtte derfor kroppes til mindre kart for å vise det samme området. Dette viser at siden det tar lengre tid å skanne relativt stort område vil dette føre til at prøven rekker å forflytte seg mer under skanningen.

5.2.5 EPMA-røntgen mikroanalyse av in situ-forsøk og sveisesimulering:

Røntgen mikroanalysen viser at det er opphopning av karbon på tidligere austenittkorn grenser både for den tosykel sveisesimulerte prøven og for den in situ oppvarmede og bråkjølte prøven. Etter sveisesimuleringen er det mer sammenhengende områder som har en høyere karbonkonsentrasjon enn ved den in situ oppvarmede og bråkjølte prøven. Dette kan komme av at karbonet diffunderer inn mot små austenittkorn som dannes langs austenittkorn grenser. Etter første sveisesimuleringssykel er det ingen tegn til opphopning av karbonkonsentrasjon innenfor området som ble skannet.

5.2.6 Sammenlikning av tosykel sveisesimulert prøve og in situ oppvarmet og bråkjøte prøver:

I prøve A, C og D er det lite endringer i mikrostrukturen fra før oppvarming til etter bråkjøling. Endringene består av at restaustenitt bevares etter bråkjølingen i SEM og at områder langs tidligere austenittkorn grenser danner karbonrik austenitt. Da det var vanskelig å komme fram til en temperatur som gav en svært liten andel austenitt ved en holdetid på 5 minutter disse områdene større og mer globalere enn ved tosykel sveisesimulering. Da det ikke er noen form for holdetid ved andre sykel oppvarming for sveisesimulering, vil det dannes langt mindre austenitt enn topp temperaturen under sveisesimulering skulle tilsi at det dannes. Framveksten av austenitt skjer over en svært kort periode,.

Før holdetemperaturen ble nådd i prøve B var topp temperaturen noen få grader høyere. Det er mulig at dette har hatt en innvirkning på hvorfor mikrostrukturen etter bråkjøling i denne prøven er forskjellig fra prøvene A, C og D. Hvis dette er årsaken vil det si at temperaturområdet prøvene må holdes i for å kunne sammenliknes med en tosykel sveisesimulert prøve er lite. Litt for høye temperaturer vil derfor kunne ha stor innvirkning på hvorvidt forsøket gir ønskede resultater. Da avvikene mellom temperaturen som måles i prøven og inne i ovnen er i størrelsesorden 50 °C vil det ikke være mulig å si noe om hvilken temperatur prøven i dette tilfellet faktisk var på.

5.2.7 Artifakter fra kontaminasjon av prøveoverflate ved bråkjøling:

Et område på prøven rett under gassmunningen ble kontaminert av gasstrålen ved bråkjøling. Dette var ikke et problem ved de fleste prøvene da EBSD-skannet ikke ble gjort innenfor dette området. Ved to tilfeller ble hele overflaten av prøven kontaminert. Dette førte til at et krystallinsk belegg ble dannet på overflaten. Dette belegget hadde et helt annet diffraksjonsmønster enn BCC-krystallen og fikk best kvalitetsverdier ved å bruke det teoretiske FCC-gitteret for å kalibrere diffraksjonsmønstrene. Derfor ble diffraksjonsmønstrene fra disse bråkjølte prøvene indisert som austenitt. Ved sammenlikning av prøvene før oppvarming og etter bråkjøling, viste dette at belegget hadde en orientering som til en viss grad var bestemt av orienteringen til mikrostrukturen den ble dannet på. Korn grenser og martensittstaver er godt synlig også med kontaminasjonsbelegget på overflaten av prøven.

Da det ble brukt svært ren heliumgass (renhet 6.0) for å bråkjøle prøvene, bør ikke dette være årsak til kontaminasjon av prøveoverflaten. Det var også varierende grad av kontaminasjon på prøver selv om samme gass ble brukt. EPMA-undersøkelsen viste at dette kontaminasjonslaget hadde en relativt høy konsentrasjon av oksygen i forhold til den tosykel sveisesimulerte prøven og de in situ oppvarmede og bråkjølte prøvene med mindre kontaminasjonsflekk. Det ble ikke gjort forsøk på å finne andre grunnstoff som også kunne bidra til kontaminasjonsjiktet. Kontaminasjon må derfor være et resultat av lekkasje i gasslangene en plass mellom helimflasken og SEMet. Da det er vakuum helt fram til ventilen utenfor prøve kammeret til SEMen, er det mulig at koblingen her ikke er vakuuttett. Dermed kan luft slippe inn i slangen for bråkjøling. Det er mulig at det må brukes andre koblinger og slanger av andre materialer enn teflon for å sikre at det ikke oppstår noen form for lekkasje.

5.2.8 Oppsummering:

Oppvarmingsraten har mye å si for hvilken temperatur fasestransformasjonen til tofaseområdet oppstår ved. Ved sakte oppvarming og holdetid til det være mulig å få en større framvekst av austenitt enn dilatometerkurven for sveisesimulering skulle tilsi. Derfor må det benyttes en metode med saktere oppvarming for å finne A_1 . Spredningene i temperaturmålingene viser at det er vanskelig å måle prøvetemperaturen nøyaktig. Dette gjør at en ønsket holdetemperatur må finnes ved prøving og feiling. Pålitelige målinger av temperaturen kan derfor ikke gjøres. Disse målingene må heller sees på som en indikasjon på prøvetemperaturen.

Oppvarming til tofaseområdet fører til at diffraksjonsmønsteret fra områder som skannes blir bedre. Derfor kan det benyttes en høyere skannhastighet på oppvarmede prøver. Dette gjør at prøvene er mindre påvirket av drift under skanningen og det vil kreves en kortere holdetid i tofaseområdet totalt sett.

Kjølesystemet som er utviklet klarer å kjøle prøver inne i SEM med en hastighet som er tilnærmet den som observeres ved sveisesimulering. Det dannes MA-fase på tidligere austenittkorngrenser etter bråkjøling i SEM. EPMA-røntgenanalyse viser at det oppstår en opphopning av karbon enkelte plasser i prøven som er sveisesimulert i to sykler og for de in situ oppvarmede og bråkjølte prøvene. Dette viser at kjølehastigheten i SEM er stor nok til å kunne danne mikrostrukturer som er sammenliknbare med tosykel sveisesimulerte prøver. Dette gjør at usikkerhet rundt kjøleraten forsvinner. Holdetiden i tofaseområdet og oppvarmingshastigheten vil derfor ha mer å si for hvorvidt mikrostrukturen i in situ oppvarmede og bråkjølte prøver er sammenliknbar med tosykel sveisesimulerte prøver.

Da prøvene ble kontaminert under bråkjølingen inne i SEM vil dette bety at det er en lekkasje i kjølesystemet. Disse lekkasjene gjør at de kommer luft på overflaten av prøver når de bråkjøles slik at det dannes et kontaminasjonslag på overflaten av prøver.

6 Konklusjon:

Oppgaven hadde som formål å vise hvordan en metode for bråkjøling av oppvarmede prøver i SEM ble utviklet. Sammen med utstyr for oppvarming i SEM ble denne metoden brukt for å observere faseformasjoner i F 70 arktisk stål. EBSD-karakterisering ble gjort ved in situ oppvarming og bråkjøling for å studere dannelsen av MA-fase i dette stålet.

- Det lyktes å utvikle en metode for å bråkjøle oppvarmede prøver inne i SEM. Den maksimale kjølehastigheten som oppnås ved bruk av denne metoden er ca 40 °C/s.
- Varmetap og varierende termisk kontakt med termoelementene førte til at den målte temperaturen ikke gjenspeilet prøvetemperaturen. Eksakt prøvetemperatur kunne derfor ikke bestemmes under disse forsøkene.
- Utstyret som ble brukt kunne ikke gi kvantitative målinger ved EBSD-karakterisering under in situ oppvarming og bråkjøling.
- Kjølehastigheten som måles inne i prøven og i ovnen er representativ for den som måles på overflaten av prøven.
- Det observeres drift under EBSD-skann på oppvarmede prøver. Bakgrunnen for denne driften er ikke forstått.
- Dobbelt så høy skannhastighet kan benyttes på oppvarmede prøver i forhold til før oppvarming uten vesentlig reduksjon i kvalitet på diffraksjonsmønstre. Denne effekten tilskrives avdampning av forurensning på overflaten av prøver og utgløding av spenninger og tøyninger i prøven ved å holde den varm.
- Langsom oppvarmingsrate og holdetid i tofaseområdet gjør at morfologien i MA-faser fra in situ oppvarming og bråkjøling i SEM er forskjellig fra den som observeres i tosykel sveisesimulerte prøver. Både tosykel sveisesimulert F 70-stål og in situ oppvarmede og bråkjølte prøver danner MA-faser på tidligere austenittkorngrenser og i tidligere austenittkorn.
- Både tosykel sveisesimulerte prøver og in situ oppvarmede og bråkjølte prøver får opphopning av karbon langs tidligere austenittkorngrenser.
- Austenitten som dannes ved in situ oppvarming og bråkjøling har K-S-orienteringssammenheng med BCC inne i tidligere austenittkorn.
- Lekasje i bråkjølingssystemet gir kontaminasjon av prøveoverflater under bråkjøling. Dette kan gi artefakter som gjør at diffraksjonsmønstre feilaktig indiseres som FCC

Forslag til videre arbeid:

- Finn en metode for pålitelige temperaturmålinger under in situ oppvarming og bråkjøling i SEM.
- Utvikle en metode for oppvarming i SEM som er like rask som ved sveisesimulering (100 °C/s).
- Bytte ut telfonslanger i oppsettet for kjølemetoden med rør av rustfritt stål. Det er mulig at dette kan hindre lekkasjer som fører til kontaminasjon av prøveoverflater ved bråkjøling i SEM.
- Finne et optimalt forhold mellom hvor raskt EBSD-skann kan gjøres på oppvarmede prøver og fortsatt på en akseptabel kvalitet på diffraksjonsmønstre.
- Forsøke å varme opp stålprøver til tofaseområdet og så bråkjøle uten å gjøre EBSD-skann. Det er mulig at dette kan si noe om innvirkningen holdetid har på framveksten av austenitt i tofaseområdet og mikrostrukturen etter bråkjøling.
- Da forsøkene viste at det var mulig å varme prøver opp til minst 883 °C bør det gjøres forsøk på å bråkjøle stål fra austenittområdet for å studere dannelsen av mikrostrukturer som skjer ved bråkjøling fra dette området.

Referanseliste:

1. Gautier, D.L., Bird, K.J., Charpentier, R.R., Grantz, A., Houseknecht, D.W., Klett, T.R., Moore, T.E., Pitman, J.K., Schenk, C.J., Schuenemeyer, J.H., Sørensen, K., Tennyson, M.T., Valin, Z.C., og Wandrey, C.J., *Assessment of Undiscovered Oil and Gas in the Arctic*. Science 2009. **329**(5931): s. 1175-1179.
2. Solberg, J.K., *Teknologiske metaller og legeringer* 2010, NTNU. s. 30-38, 97.
3. Schwartz, A.J., Kumar, M., Adams, B.L., og Field, D.P., *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. 2. ed 2009. s. 1-10.
4. Nakamichi, H., Humphreys, F.J., og Brough, I., *Recrystallization phenomena in an IF steel observed by in situ EBSD experiments*. Journal of Microscopy, 2008. **230**(3): s. 464-471.
5. Enstad, A.-J., *EBSD-karakterisering av et HSLA-stål under in situ varmebehandling*, in *Institutt for materialteknologi* 2011, NTNU.
6. Welsh, M.T., Bruch, D., og Østby, E., *Forging for Low Temperature Applications - Influences of the Alloying Concepts and Advanced Forging Procedures on Impact Strength and Fracture Toughness*, in *International Offshore and Polar Engineering Conference* 2011.
7. Krauss, G. *Vanadium Microalloyed Forging Steel*. in *Vanitec Symposium*. 2001.
8. Bhadeshia, H. og Honeycombe, R., *Steels: microstructure and properties*. 3rd ed 2006. s. 40,100-103.
9. Askeland, D.R. og Phulé, P.P., *The Science and Engineering of Materials* 2006: Thomson. s. 364.
10. Mohapatra, G. *Phase Transformation Kinetics; the Role of Stress*. 2006 05,06,2012]; Available from: http://elib.uni-stuttgart.de/opus/volltexte/2006/2883/pdf/Thesis_Final.pdf.
11. ASM-International, *Practical Heat Treating*. 2nd ed 2006. s. 22.
12. Thelning, K.-E., *STEEL AND ITS HEAT TREATMENT* 1984: Butterworths. s. 6 -13, 14 -19.
13. Davis, C.L. og King, J.E., *Cleavage Initiation in the Intercritically Reheated Coarse-Grained Heat-Affected Zone*. Metallurgical and Materials Transactions A, 1994. **25**(3): s. 563-573.
14. Ikawa, H., Oshige, H., og Tanoue, T., *Effect of Martensite-Austenite Constituent on HAZ Toughness of a High Strength Steel*, 1980: Japan Welding Society. s. 87-96.
15. Andrews, K.W., *Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures*. Journal of the Iron and Steel Institute, 1965. **203**: s. 721-727.
16. Lou, Z.-j., Shen, J.-c., og Su, H., *Effect of Substructure on Toughness of Lath Martensite/Bainite Mixed Structure in Low-Carbon Steels*. Journal of Iron and Steel Research, 2010. **17**: s. 40-48.
17. Karlsen, M., Hjelen, J., Grong, Ø., Rørvik, G., Chiron, R., Schubert, U., og Nilsen, E., *SEM/EBSD based in situ studies of deformation induced phase transformation in supermartensitic stainless steels*. Materials Science and Technology, 2008. **24**: s. 64-72.
18. Field, D.P., *Improving the Spatial Resolution of EBSD*. Microscopy and Microanalysis, 2005. **11**: s. 52-53.
19. Hjelen, J., *Scanning elektron-mikroskopi* 1989, NTH. s. 12, 24-30, 51-52, 63.
20. *EBSD explained*. 2005 31.10.2011]; Available from: <http://www.oxinst.com/ebstd-explained/ebstdexplained.htm>.
21. Joy, D.C., Newbury, D.E., og Davidson, D.L., *Electron channeling patterns in the scanning electron microscope*. Journal of Applied Physics, 1982. **53**(8): s. R81.
22. Chen, Y., Hjelen, J., Gireesh, S.S., og Roven, H.J., *Optimization of EBSD parameters for ultra-fast characterization*. Journal of Microscopy, 2011. **245**: s. 111-118.
23. Humphreys, F.J., *Review Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction*. Journal of materials science, 2001. **36**(16): s. 3833-3854.
24. Dall, W., T.G. Sætran, Editor 2011.
25. *OIM DC 6.0 Manual*.
26. Field, D.P., *Recent advances in the application of orientation imaging*. Ultramicroscopy, 1997. **67**: s. 1-9.
27. *OIM Analysis 6.0 Manual*.
28. Nowell, M.M. og Wright, S.I., *Orientation effects on indexing of electron backscatter diffraction patterns*. Ultramicroscopy, 2005. **103**(1): s. 41-58.

29. Sætran, T.G., *Prøvepreparering og EBSD-karakterisering av F-70 mikrolegert stål; bråkjøling i vakuum.*, in *Institutt for materialteknologi*2011, NTNU.
30. Van der Voort, G. *Metallographic Specimen Preparation for Electron Backscattered Diffraction.* 2009; Available from: <http://www.vacaero.com/Metallography-with-George-Vander-Voort/Metallography-with-George-Vander-Voort/metallographic-specimen-preparation-for-electron-backscattered-diffraction.html>.
31. *SPI Supplies. SPI-chem™ conductive platinum paint/suspension.* 12,05,12]; Available from: http://www.2spi.com/catalog/spec_prep/platinum-paint.php.
32. *Pico Technology.* 12,05,12]; Available from: <http://www.picotech.com/thermocouple.html>.

Vedlegg A:

Assembly manual for in situ quenching device

The following is the assembly manual for the quenching device made to be used in conjunction with the *in situ* hot stage. Use gloves during the whole installation. If you are inexperienced in working with this equipment or feel uncomfortable with assembling the quenching device, you should ask an experienced user for help. In SEMlab the contact person for this device is Tor A. Nilsen.

Required tools:

- 1 x 32 mm wrench for connecting the hose to the regulator on the gas bottle.
- 2 x monkey wrench.
- 1 x Phillips flat-head screwdriver for connecting the flange for the gas tight connection to the flange on the microscope.
- 1 x 3 mm Allan key for connecting the flange for the microscope to the microscope.



Figure 1: Required tools for installation of the quenching device.

Bill of materials

Most of the parts listed below are already connected together. If the Teflon tubes are not already connected to the regulators, valves, connections, etc. make sure that Teflon tape is used in order to ensure vacuum tight sealings.

Table 1: List of parts for the in situ quenching device.

Item	Quantity	Notes
Helium gas container	1	High purity helium 6.0
Gas regulator for helium container	1	Fully opened
Teflon tubes	3	
AGA gas regulator	1	Set to 0,3 bar
Gas valve	1	
Gas tight connection	1	
Flange	1	Connect to flange adapter
Flange adapter	1	Connect to SEM
Quenching tube (SS)	1	To be mounted on quenching rig
Quenching rig pins	2	
Quenching rig beam	1	
Port cover to SEM	1	Replaced with EDS detector
Ventilation switch	1	Disconnects the normal ventilation system
Metal lens ring	1	Replaced with Backscatter detector

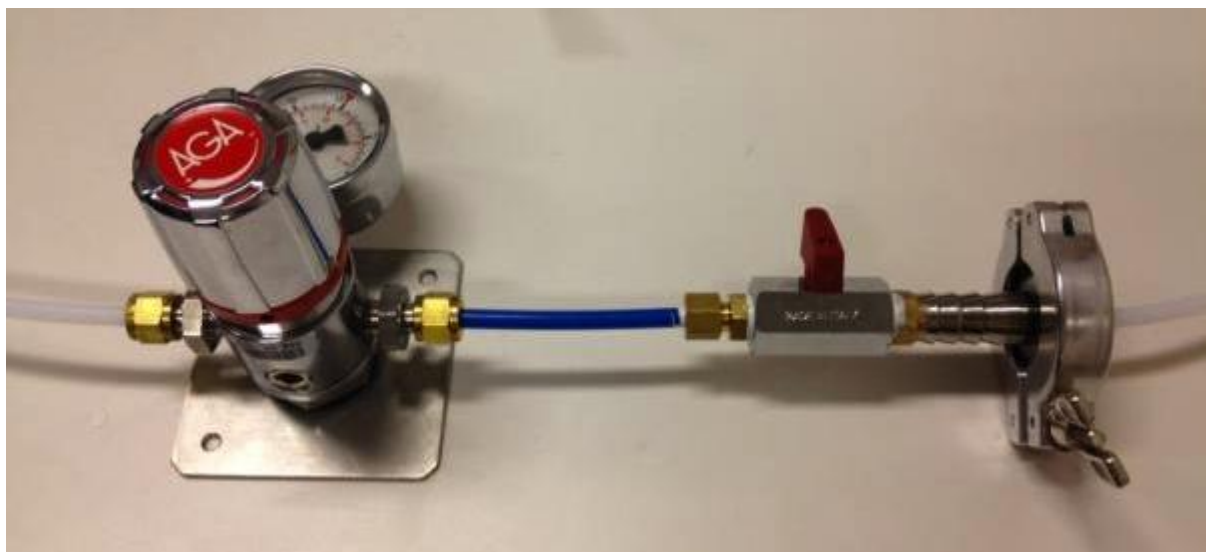


Figure 2: The AGA gas regulator in connection with the gas valve and the gas tight connection.



Figure 3: Flange



Figure 4: Flange adapter

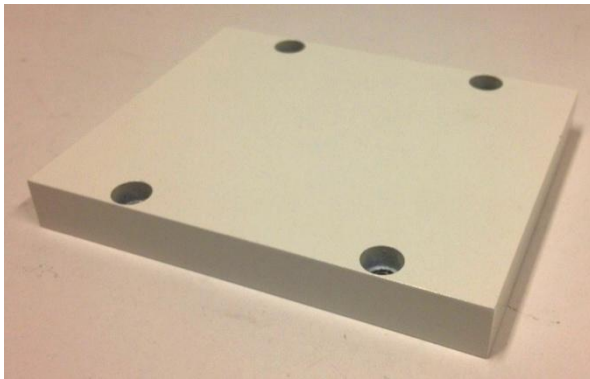


Figure 5: Port cover for EDS detector



Figure 6: Metal lens ring



Figure 7: Ventilation switch for disabling of the normal SEM ventilation system.



Figure 8: The stainless steel quenching tube fitted onto the quenching rig.

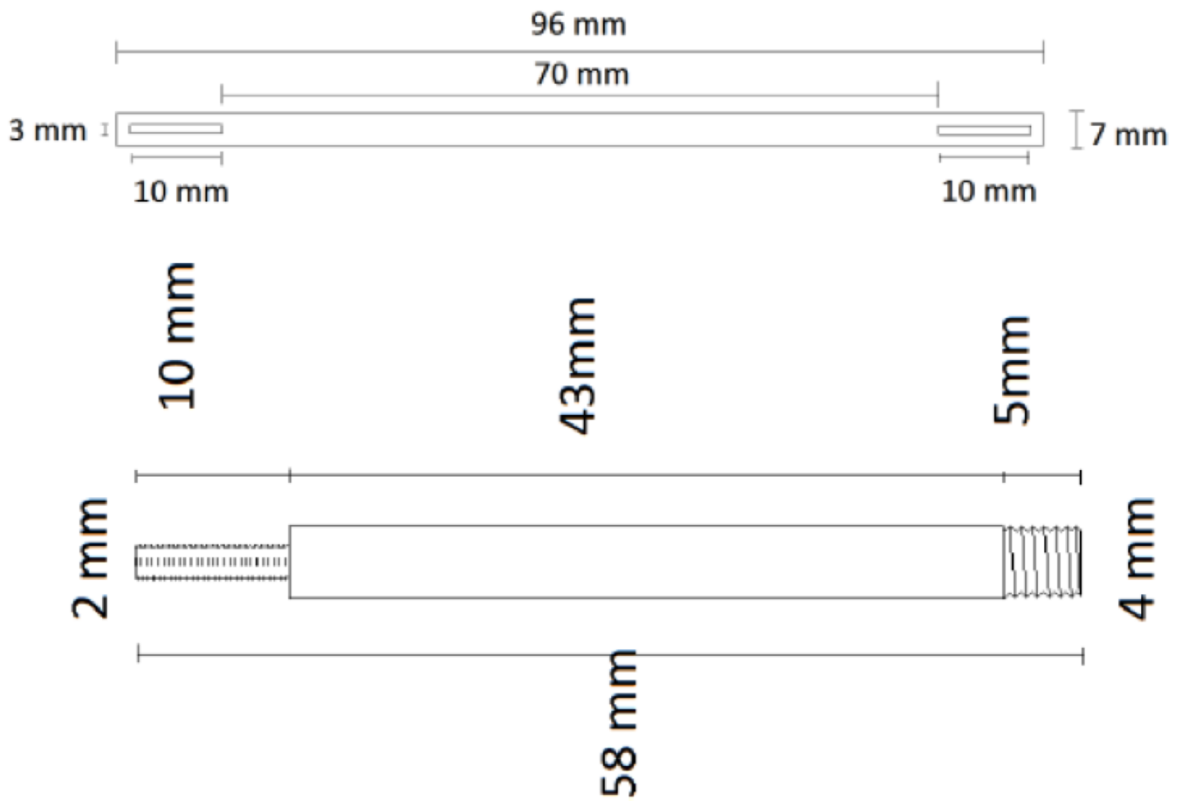


Figure 9: Working sketch of the quenching rig, showing beam and pin.

Assembling of the in situ quenching device

Helium container

First make sure that the helium container is secured with straps to avoid the container from tipping over. Then ensure that the gas regulator on the helium container is correctly installed. To attach the regulator a 32 mm wrench must be used. Then attach the gas tube for the quenching system to the regulator. This is done with a monkey wrench. Use Teflon tape to make sure there is no leak. The helium container and the regulator are shown in Figure 10.



Figure 10: The helium container and the regulator.

Dismounting of the EDS-detector

To avoid any risk of damaging the EDS-detector during in situ heating and quenching the detector should be removed. First turn off the power to the EDS-detector. Wait for *20 minutes* before removing the signal cable on the back of the EDS-detector (Figure 9). If not the electronics can be damaged.



Figure 11: Removal of the EDS signal cable.



Figure 12: The detector is screwed out.

The detector is then screwed out to outer position (Figure 12). Carefully replace the detector with the SEM port cover (Figure 13). *Take special care and avoid the detector from hitting the walls of the chamber when it is pulled out! This is a two-person job. Ask Tor A. Nilsen for help if you are an inexperienced user.*



Figure 13: Replacing the EDS-detector with the SEM port cover.

Mounting the gas inlet to the SEM

The lower port on the SEM door is used for the gas inlet. Replace the port cover with the flange adapter. Mount the small flange onto the flange adapter, before feeding the tube into the SEM (Figure 14). The gas tight connection is then tightened (Figure 15).

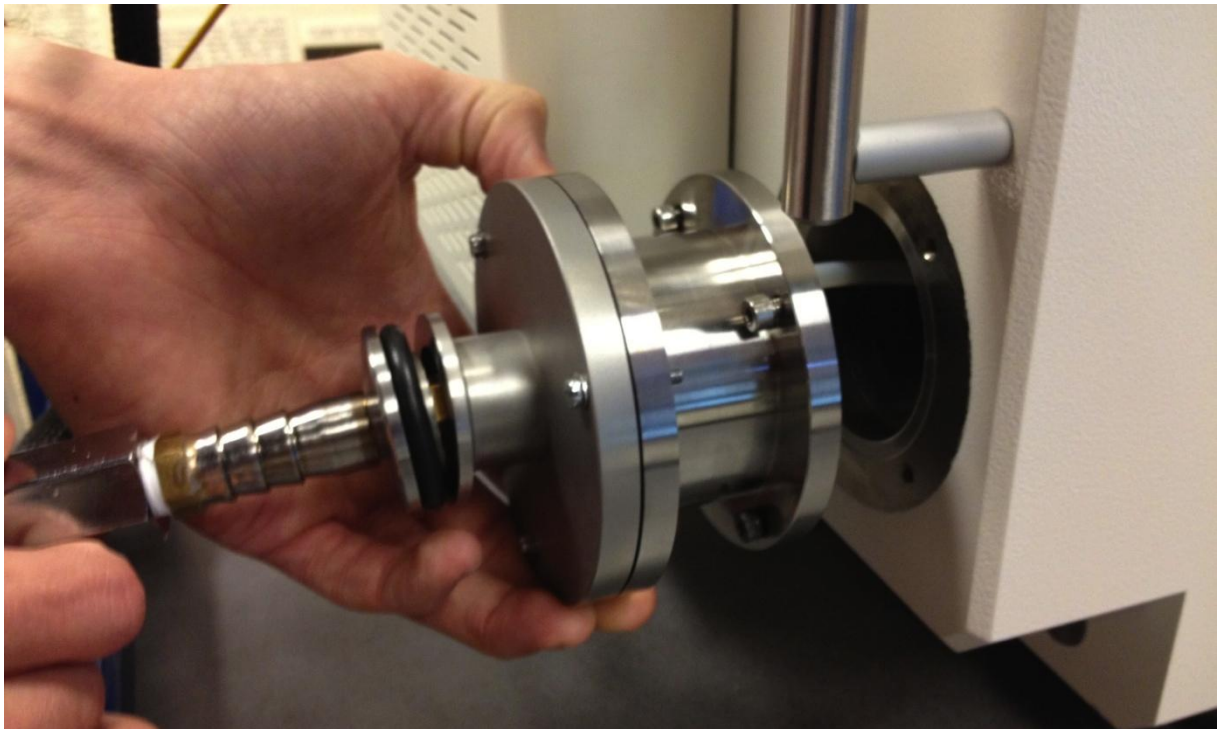


Figure 14: The flange adapter, followed by the small flange. The gas valve can be spotted on the left.

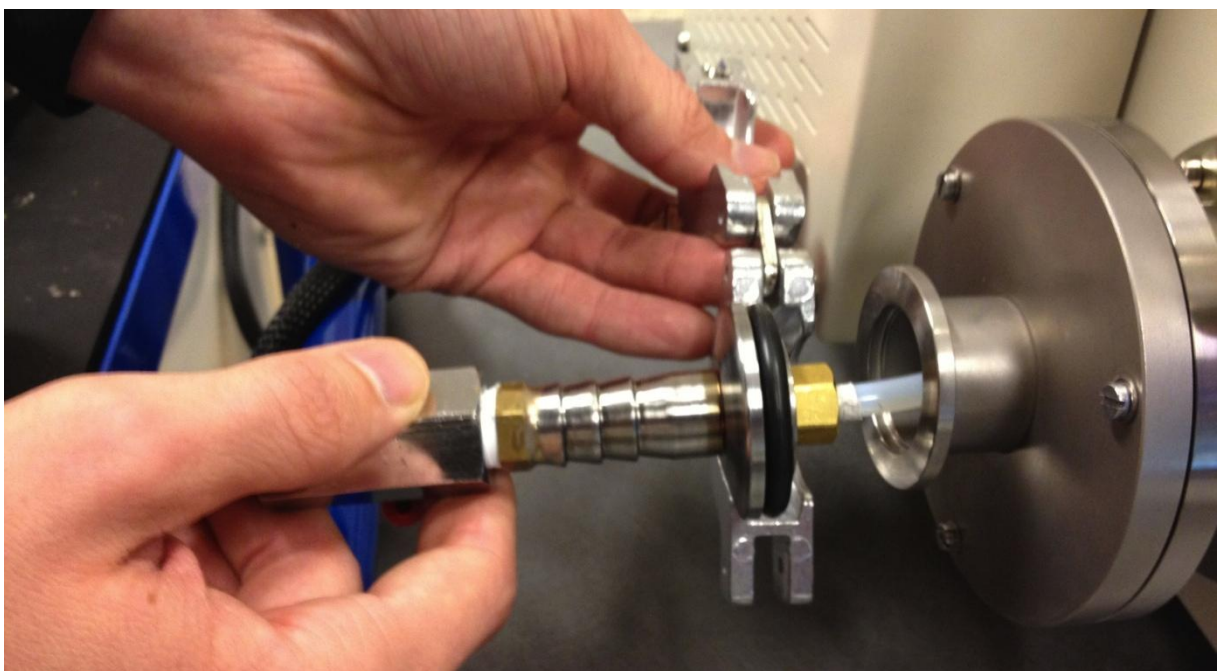


Figure 15: The gas tight connection.

At this point all the modifications on the outside of the SEM are made. Inside the SEM the Backscatter detector has to be removed from beneath the electron lens. The metal lens ring in Figure 6 is put in its place. Contact Tor A. Nilsen if you are an inexperienced user.

Mounting of the quenching rig inside the SEM

The mounting of the quenching can be done in two ways. The stainless steel gas tube can be fitted onto the quenching rig, using plastic strips, either before or after the rig is installed in the SEM. The easiest procedure is to fit the tube prior to the installation and then later adjust the gas outlet to the heating stage, as shown in Figure 16 and Figure 17. The in situ hot stage is now mounted onto the SEM stage and rotated. The stainless steel tube is adjusted so that the spacing between the gas outlet and the sample surface is minimized (Figure 18). Add or remove the fittings on the quenching stage in order to achieve the desired spacing.

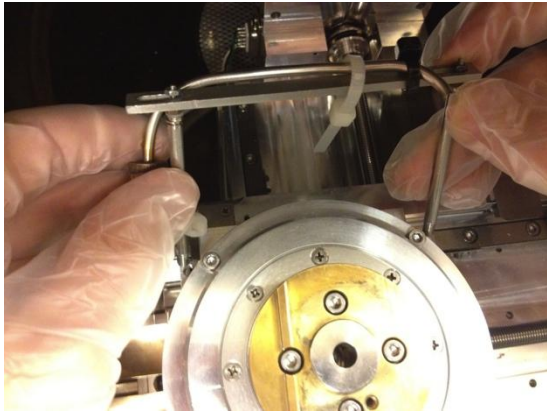


Figure 16: The stainless steel gas tube and quenching rig is installed inside the SEM

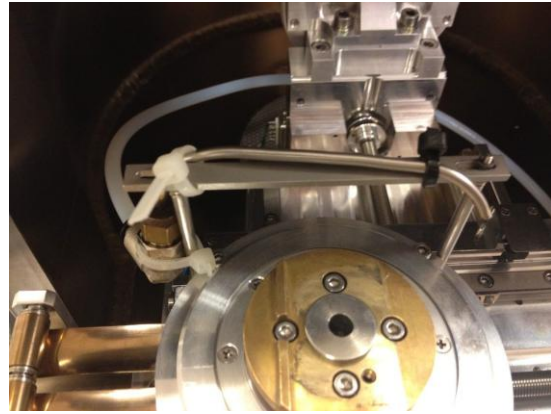


Figure 17: The quenching rig mounted on the SEM stage.



Figure 18: After the quenching rig has been installed inside the SEM the in situ hot stage may be mounted to the SEM stage. The stainless steel tube is adjusted and the distance between the gas outlet and the sample is minimized.

Use of the quenching device

After the hot stage has been mounted two positions have to be noted. A position in this chase refers to the rotation angle of the stage. The first position is where the EBSD scans will be performed once the stage is tilted to 70° and set to the correct height. This is seen in Figure 19. The second position is the position where the sample is quenched. This is found by rotating the sample in direction of the gas outlet, typically a rotation of 30° from the initial position. This is shown in Figure 20.

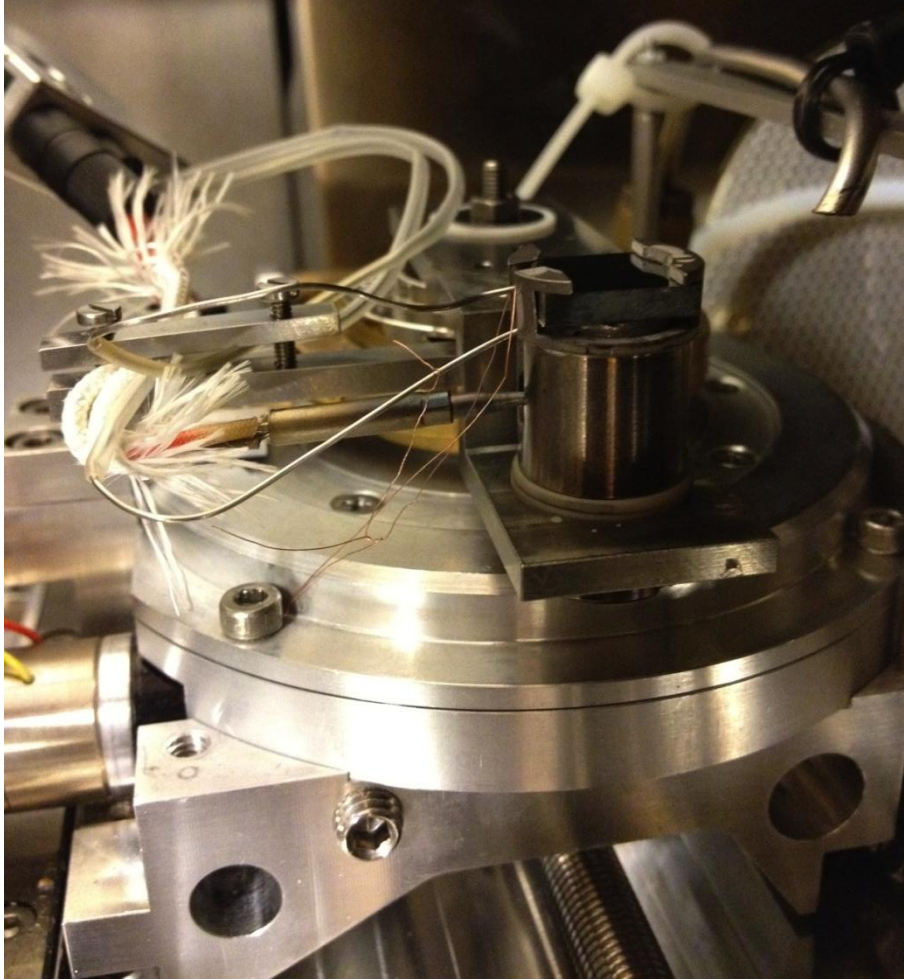


Figure 19: The figure shows the position where the EBSD scans can be performed.

At this point it will become clear if the spacing between the gas outlet and the titanium casing is big enough for the hot stage to pass during rotation. If a gap is not present it will not be possible to rotate the hot stage and quench the sample during an experiment. In this case the rig may have to be removed from the stage and more fittings must be placed on the pins to elevate the stainless steel gas tube. By doing this the gap between the sample surface and gas outlet increased.

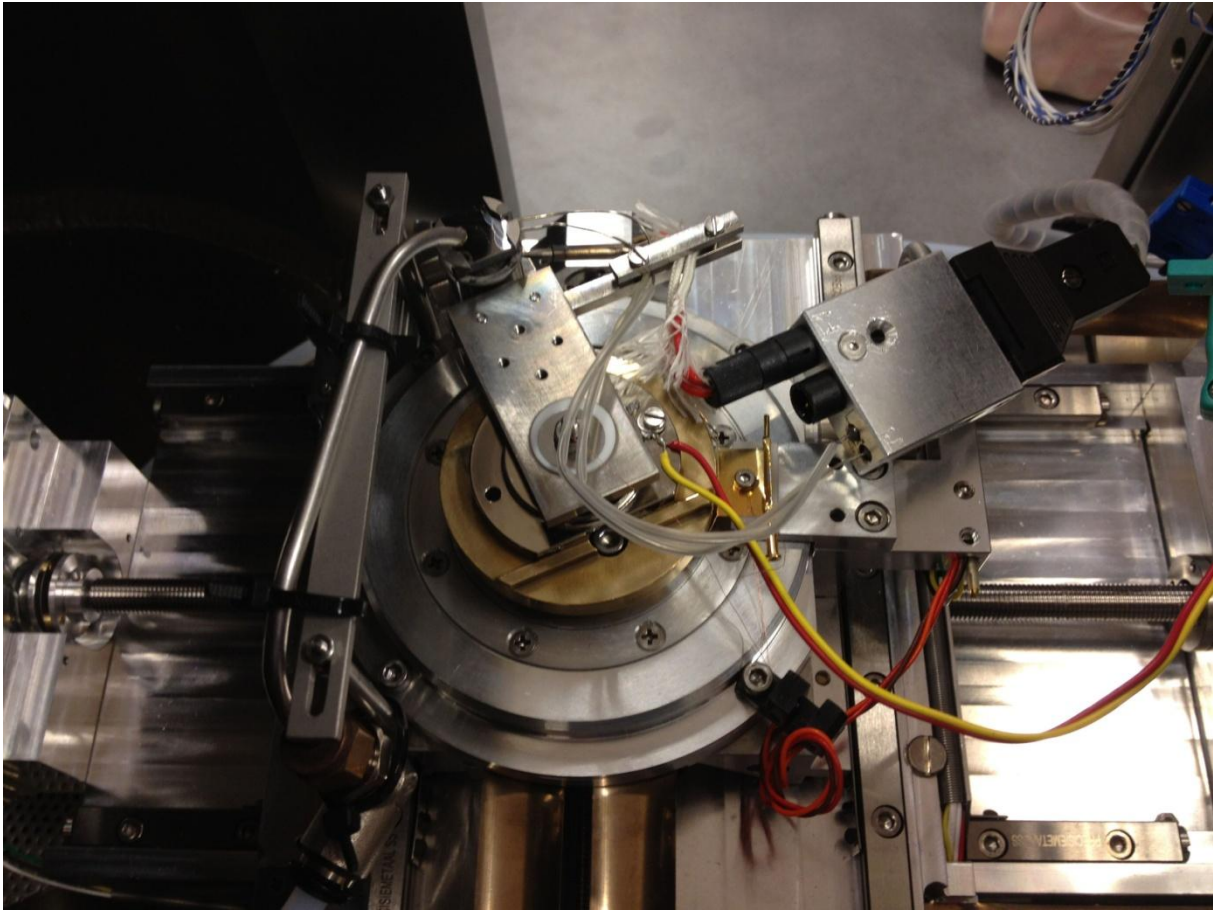


Figure 20: The position used during quenching.

Rotate the hot stage back to the initial position in order to do the EBSD scan. Tilt the SEM stage to 70° before closing the sample chamber. Choose a Y- and X-value about 103 mm and 63 mm, respectively. This is approximately the position in sample chamber where the middle of the sample is directly beneath the lens.

The quenching system should be flushed with helium immediately after vacuum pumping has started. This is done in order to get rid of any air or other pollutions that may be inside the gas tubes. After a minute the valve should be closed so that high vacuum may be established.

Quenching:

The following routine should be followed during sample quenching:

- The vacuum switch must be in outer position.
- Withdraw the EBSD detector to its outer position and close the NORDIF software.
- Turn off the high voltage.
- Rotate the sample to the quenching position.
- Press the “Exchange” button on the SEM keyboard.
- Wait for the column to be lowered (the flushing sound faints out).
- Turn off the furnace and open the gas valve. Stop flushing when the sample temperature (T2) reaches 80 °C.

Error with measurements; cause and solutions:

Sometimes the temperature measurements are obviously incorrect. This can come from the following reasons:

- Lack of contact between the interfaces and connections from inside the SEM and out to the power supply. T1 and T2 will show “980 °C” and “-Inf”, respectively. Ensure that all the connections are connected.
- A wire in the cable has fractured. This can happen in the sockets of the various cables. Some of these are very fragile and as the stage gets moved about in the sample chamber, some of the wires can get torn off (Figure 21). In the case of a fracture in the T1 or T2 thermocouple, the software will show a measurement of “980 °C” and “-Inf”, respectively. The solution is to solder the wire back on. Contact Harald Holm or Tor A. Nilsen for assistance regarding soldering.

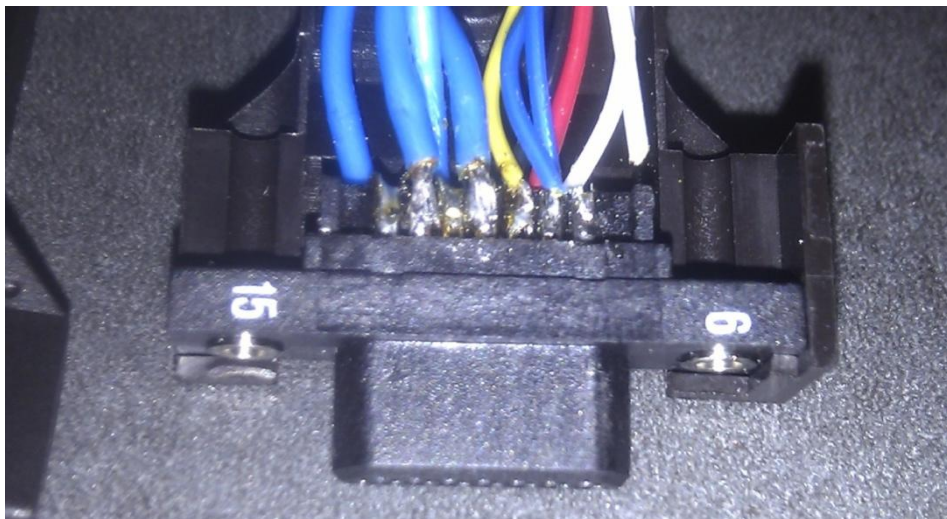


Figure 21: The blue and the white wire on the right have fractured inside a tiny fragile socket.

- A short circuit may be caused if the soldered wires come in contact with other wires or the exposed metal sockets. The effect is unknown due to absence of such events.

Phase Transformation Study of Arctic Steels by EBSD during In Situ Heating and Gas Quenching

K. W. Hansen¹, T. G. Sætran¹, M. Karlsen^{1,2}, T. A. Nilsen¹, W. Dall³ and J. Hjelen¹

¹Norwegian University of Science and Technology, ²Statoil ASA, ³SINTEF,
Trondheim, NORWAY

ABSTRACT

A gas quenching device was successfully developed and fitted into a field emission scanning electron microscope (FESEM) together with a purposely built hot stage. In situ heating and quenching were combined with electron backscatter diffraction (EBSD) measurements in order to study the development in the microstructure of arctic steel during a simulated second weld cycle. EBSD measurements were conducted on a one cycle weld simulated arctic steel sample before heating, at 800°C and after gas quenching. During quenching, islands of austenite (FCC) observed at elevated temperatures transformed into a BCC structure, assumed to be martensite. It was also found an increase in diffraction pattern quality during heating and after quenching, probably due to sample lattice stress relief or evaporation of the contamination layer.

KEY WORDS: Arctic steel; in situ heating; in situ quenching; EBSD; phase transformation.

INTRODUCTION

Due to the world's increasing energy demand the oil & gas companies are expanding their area of interest into new and unexplored regions. The findings of oil and gas deposits in the arctic region have created an interest of developing production sites in these extremely weather exposed areas. United States Geological Survey (USGS) estimates that approximately 30% of the remaining gas reserves and 13% of the remaining oil reserves may be located north of the polar circle (Gautier et al., 2009). The construction design in these areas has to be robust in order to ensure a long lifetime without needing excessive maintenance during production.

The rough climate in the arctic regions sets new requirements to the materials. Arctic steels, like the API X70 steel explored in this paper, are developed to withstand very low temperatures, with a ductile/brittle transition temperature below -60°C. However, during welding, brittle phases like martensite-austenite (M-A) islands may form in the heat affected zone (HAZ) (Chen et al., 1984; Akselsen et al., 1987 and 1988; Davis and King, 1994 and 1996), resulting in a lower strength and toughness, especially at low temperatures. Increased knowledge of how

these phases form, and their influence on the arctic steels during low temperature exposure, is of great importance.

The objective of this paper is to understand the changes in the steel microstructure during welding. This will be done by combining in situ heat treatment and quenching experiments inside a field emission scanning electron microscope (FESEM) with the use of electron backscattered diffraction (EBSD) in order to simulate a second weld cycle operation. By combining the EBSD measurements with the in situ experiments, characteristics of the M-A phases forming can be studied.

Earlier experiments performed by A-J. Enstad et al. (2011) showed in situ heat treatment of arctic steel inside the SEM to a temperature of 790°C, enough to reach the two-phase ferrite (α) and austenite (γ) region. However, the sample cooling rate was too low to simulate the cooling rate during real time welding. Therefore, the authors have developed a specially designed cooling device that can be applied in conjunction with the heating stage. This cooling device can quench the steel sample with a cooling rate of up to 60°C/sec, representing that of a real time welding procedure, by gas quenching. To the authors knowledge it is the first time combined in situ heating and quenching is performed inside the SEM.

The principles of the EBSD technique is to record electron diffraction patterns (EBSP) from a sample surface tilted 70° inside a scanning electron microscope (SEM). For a fully automated EBSD system the electron beam scans the sample surface and for each step a new diffraction pattern is collected on a phosphor screen and captured by a digital camera. The diffraction patterns contain information about both the lattice structure (distinguish between BCC and FCC) and the crystallographic orientation of the point from which they originate. The conventional EBSD system is an online system where the diffraction patterns are indexed directly during EBSP acquisition. The EBSD technique involves both the acquisition of patterns by the camera and the indexing of the patterns by computer software. The recent development of camera technology, however, has made pattern indexing to be the bottleneck in EBSD analysis. Increased EBSD acquisition speed has been obtained using EBSD offline systems, where patterns are streamed directly to the hard drive for later off-line indexing (Schwarzer and Hjelen, 2010). High scan speed is essential during in situ experiments. It shortens

the time of measurements and thus alleviates the difficulties with long-term stability of the SEM during in situ investigations (Schwarzer et al. 2009).

EXPERIMENTAL

In Situ Heating and Quenching

The investigation presented in this paper involves in situ heating of API X70 steel and subsequent rapid cooling inside the SEM.

In earlier studies performed by the authors (K. W. Hansen, 2011; T. G. Sætran, 2011) different vacuum cooling methods were tested. By putting a cold medium (-140°C) in contact with a hot steel sample (400°C) inside a vacuum chamber, the idea of contact cooling was tested. The results of 2°C/sec showed that heat transfer was extremely difficult to achieve in vacuum conditions, which led to a focus on gas quenching in the following pursuit of rapid cooling methods in vacuum.

Prior to the in situ experiments the potential of gas quenching was tested inside an external vacuum chamber, pictured in Fig. 1. High purity argon and helium gas was used to vent the chamber through a nozzle directly towards a steel sample surface.



Fig. 1. The external vacuum chamber used to design and test the potential of gas quenching.

The heating was done with a specially developed furnace (Chiron et al., 1996) that has been used in previous heating experiments of HSLA steel (Enstad, 2011). The cooling unit used in this experiment was designed and developed with respect to the existing furnace/hot stage. Rapid cooling was achieved by spraying helium gas at room temperature directly on the surface of the hot sample. The cooling system consisted of a rig that was mounted to the stage inside the SEM, a tube that was aimed towards the sample and a vacuum-tight gas connection for the SEM. These are seen in Fig. 2~3. All components were made from stainless steel. A Teflon® tube was used inside the SEM to connect the tube on the rig with the gas connection. To avoid damage on the turbo pump the SEM was modified for alternative venting by the cooling gas through the gas nozzle. To the authors

knowledge it is the first time combined in situ heating and quenching is performed inside the SEM.

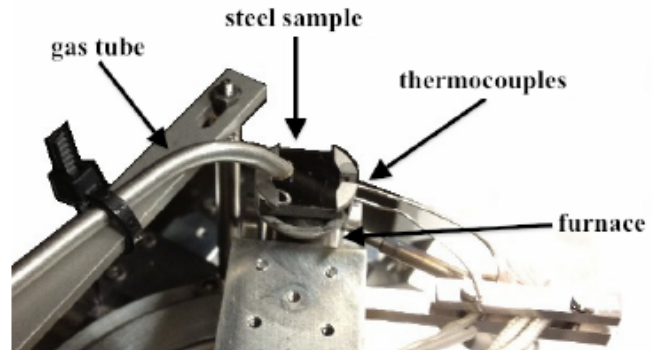


Fig. 2. The hot stage including the cooling rig for gas quenching.

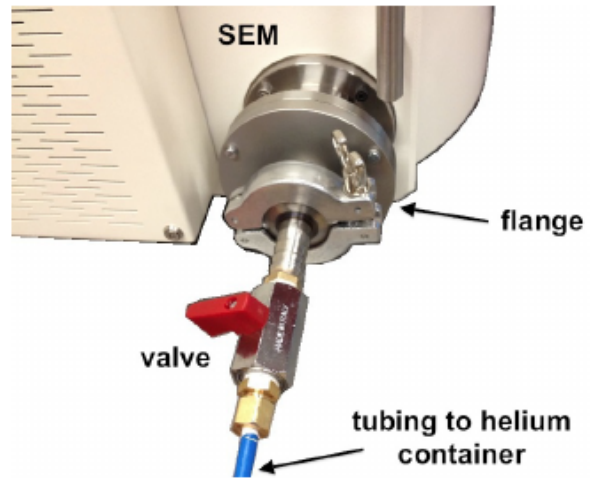


Fig. 3. The vacuum-tight gas connection to the SEM.

Material

API X70, the material studied in the presented work, is a HSLA steel developed for low temperature applications with a chemical compositions of 0.05C-0.10Si-1.74Mn-0.009P-0.001S-0.21Cu-0.06Cr-0.24Ni-0.05Mo-0.001V-0.035Al-0.027Nb-0.003N (wt%). Prior to the experiments the samples were subjected to a single cycle weld thermal simulation with a maximum temperature of 1350°C and a cooling time between 800°C and 500°C, $\Delta t_{8/5}$, of 5 seconds, equivalent to a mean cooling rate of 60°C/sec. This first cycle weld simulation was performed on a Smithweld TCS model 1405.

The X70 specimens for EBSD observation were prepared by chemical-mechanical polishing (Struers OP-S). All specimens went through a cleansing step in an ultrasonic bath of acetone and ethanol for 30 minutes and 5 minutes, respectively, before being purified in a Fishione 1020 Plasma Cleaner for 5 minutes.

SEM/EBSD parameters and testing conditions

The SEM used during the experiments was a Zeiss 55 Ultra FESEM with the Nordif UF-1000 EBSD detector for ultra fast pattern acquisition and later offline EBSD indexing. The EBSD investigation was done with an acceleration voltage of 20kV, a 70° tilt angle, an

aperture size of 300 μm in high current mode, giving about 50 nA current, and a working distance of 21 mm.

The EBSD mapping was done on an area of $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ at room temperature before the samples were heated and on an area of $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ once the samples reached the maximum temperature. The step size was 200 nm on all scans. The acquisition time for the EBSD maps was then 2 minutes and 13 seconds when the samples were at the maximum temperature. The heating rate was $1^\circ\text{C}/\text{s}$. To minimize the drifting effect of thermal expansion the EBSD mapping was carried out after the sample had reached a steady temperature of approximately 800°C for 10 minutes. After the EBSD scan the sample was quenched, followed by a new $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ scan. The cooling rate could somewhat be controlled by the pressure of the helium gas during cooling. All samples were cooled at a rate between 40 and $60^\circ\text{C}/\text{sec}$. The inlet pressure was 0.3 bar, similar to the maximum inlet pressure during standard venting, and the nozzle diameter was 2.0 mm, positioned a few millimetres from the sample surface.

EDAX/TSL OIM Data Collection 5.32 was used to index the NORDIF pattern files. EDAX/TSL OIM Analysis 6.1 EBSD software was applied for post processing of the diffraction data. The software offers several data cleaning methods, but no cleaning was used in the present study to avoid manipulation of the raw data. However, in order to give a representative distribution of α - and γ -phase, pixels with a CI-value below 0.05 was removed from the phase maps in Fig. 6–7.

RESULTS

Development of Cooling Unit

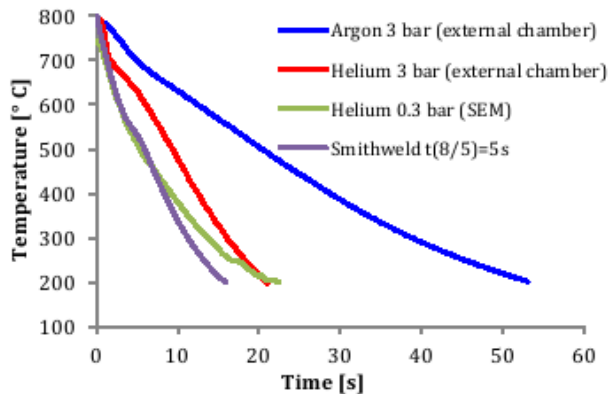


Fig. 4. Cooling curves recorded during gas quenching inside an external vacuum chamber and inside the SEM, in addition to a reference cooling curve from a weld simulation test.

The ventilation system of the Zeiss 55 Ultra FESEM was modified in order to vent the SEM with a noble gas through a nozzle directly on to the specimen surface. Fig. 4 shows the cooling curves obtained both in the external vacuum chamber (Fig. 1) and inside the SEM, in addition to a reference cooling curve recorded during the first weld cycle simulation test on the Smithweld TCS model 1405. The cooling rate recorded in the external vacuum chamber is lower than what was recorded inside the SEM in spite of having a higher helium gas pressure. This is due to the dissimilar testing conditions, including the sample size, the furnace size and the nozzle-to-sample distance.

Due to general thermal transition problems in vacuum the heat transfer between the thermocouple and the sample was poor and gave an

incorrect temperature measurement. In order to measure the correct sample temperature in the experiments it was considered to spot weld a thermocouple to each steel sample. However, the idea was rejected due to the danger of overheating the sample and thus affecting the microstructure. Therefore the error between the measured and real temperature had to be found. An additional thermocouple was spot welded to the surface of a reference sample, ensuring proper contact. The deviation between the measured temperature and the real temperature was found to be approximately 50°C with a sample temperature of 800°C . A measured temperature of 750°C corresponded to a correct temperature of 800°C , which had to be accounted for in the in situ experiments.

In situ EBSD scans

Fig. 5 shows the EBSD orientation maps of the same selected area before heating, at 800°C and after quenching. The different colours in the maps represent different crystal orientations and grains with the same colour have the same crystal orientation with respect to the specimen surface. Before heating the microstructure is clearly influenced by the first cycle weld simulation and consists of coarse-grained martensite and bainite.

Two selected cropped areas are given in Figs. 6–7. These images show EBSD orientation maps, phase maps and image quality maps of the two areas before heating, at 800°C and after rapid cooling. The martensite and the bainite both have BCC structures and appear red in the phase map. The austenite (FCC) is colour coded green.

Confidence index (CI) is the most important quality parameter in the TSL software. The CI-value is a number between 0 and 1 and represents the probability of the selected pattern solution to be correct compared to the second best solution (EDAX TSL, 2009). Pixels with a confidence index (CI-value) below 0.05 are improperly indexed. They are removed and appear white in the phase maps.

The IQ-maps (Image Quality) show the pattern quality and is dependent on factors like the strain in the diffraction volume, the presence of impurities, contamination and the phase of the material. A dark area represents low IQ-values and thus poor quality patterns. Table 1 shows the maximum and minimum IQ-values before heating, at 800°C and after quenching in crop 1 and 2, respectively.

Table 1: Maximum and minimum IQ-values.

	Before heating		At 800°C		After cooling	
	min	max	min	max	min	max
Crop 1	129	294	42	296	67	266
Crop 2	91	240	32	300	61	274

The orientation relationship in the FCC-BCC transformation can be expressed in terms of close-packed planes and directions in the two phases. The Kurdjumov-Sachs (K-S) relationship describes the four close-packed $\{111\}_\gamma$ -planes and the six BCC-variants that can form from each austenite plane, giving 24 preferred orientations of martensite from the parent austenite grain.

Fig. 9a shows the 24 theoretical BCC-variants of a cube oriented austenite crystal plotted in a standard $\{100\}$ pole projection figure (M. Karlsen et al., 2007). In Fig. 9b the scan at 800°C in Fig. 5 is rotated to the same cube orientation to be able to directly compare the BCC-variants observed. The austenite that forms at 800°C clearly have an orientation relationship with the surrounding martensite that corresponds to the K-S relationship.

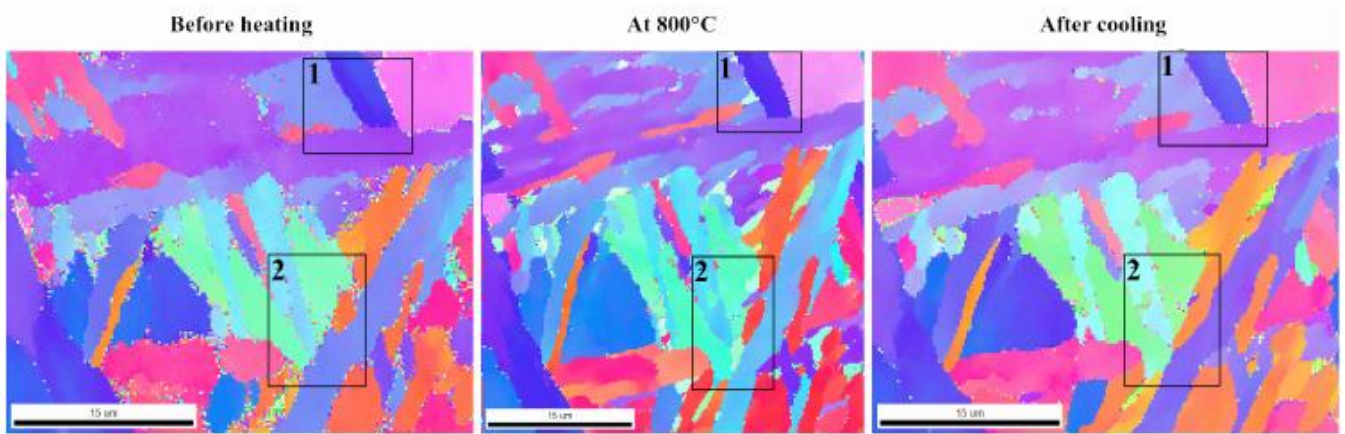


Fig. 5. EBSD orientation maps before heating, at 800°C and after cooling. Crop 1 and 2 are further analysed in Fig. 6 and Fig. 7, respectively.

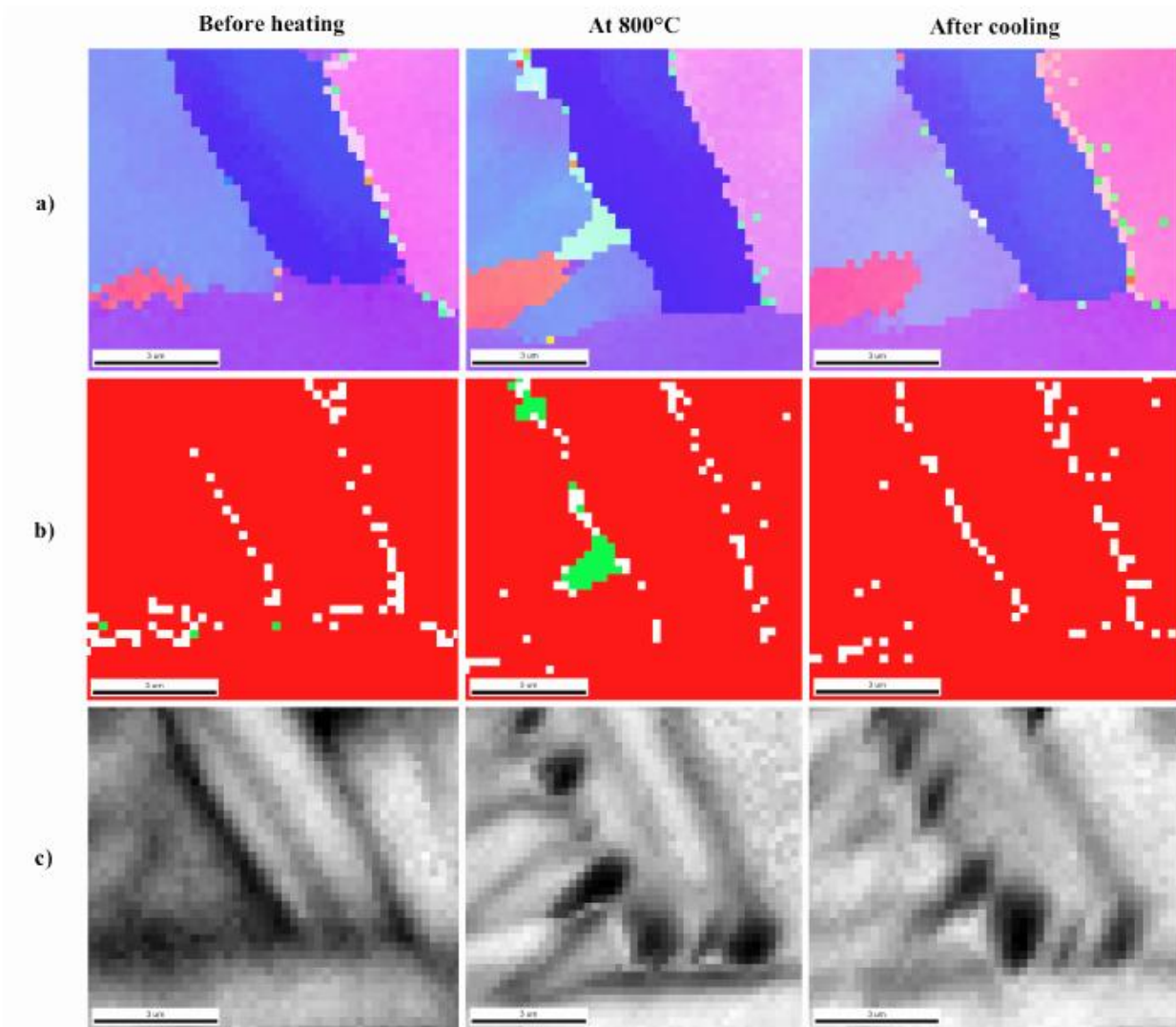


Fig. 6. EBSD scans of crop 1 in Fig. 5 before heating, at 800°C and after cooling, showing a) a IPF map, b) a phase map (red: BCC, green: FCC) and c) an IQ map (Image Quality).

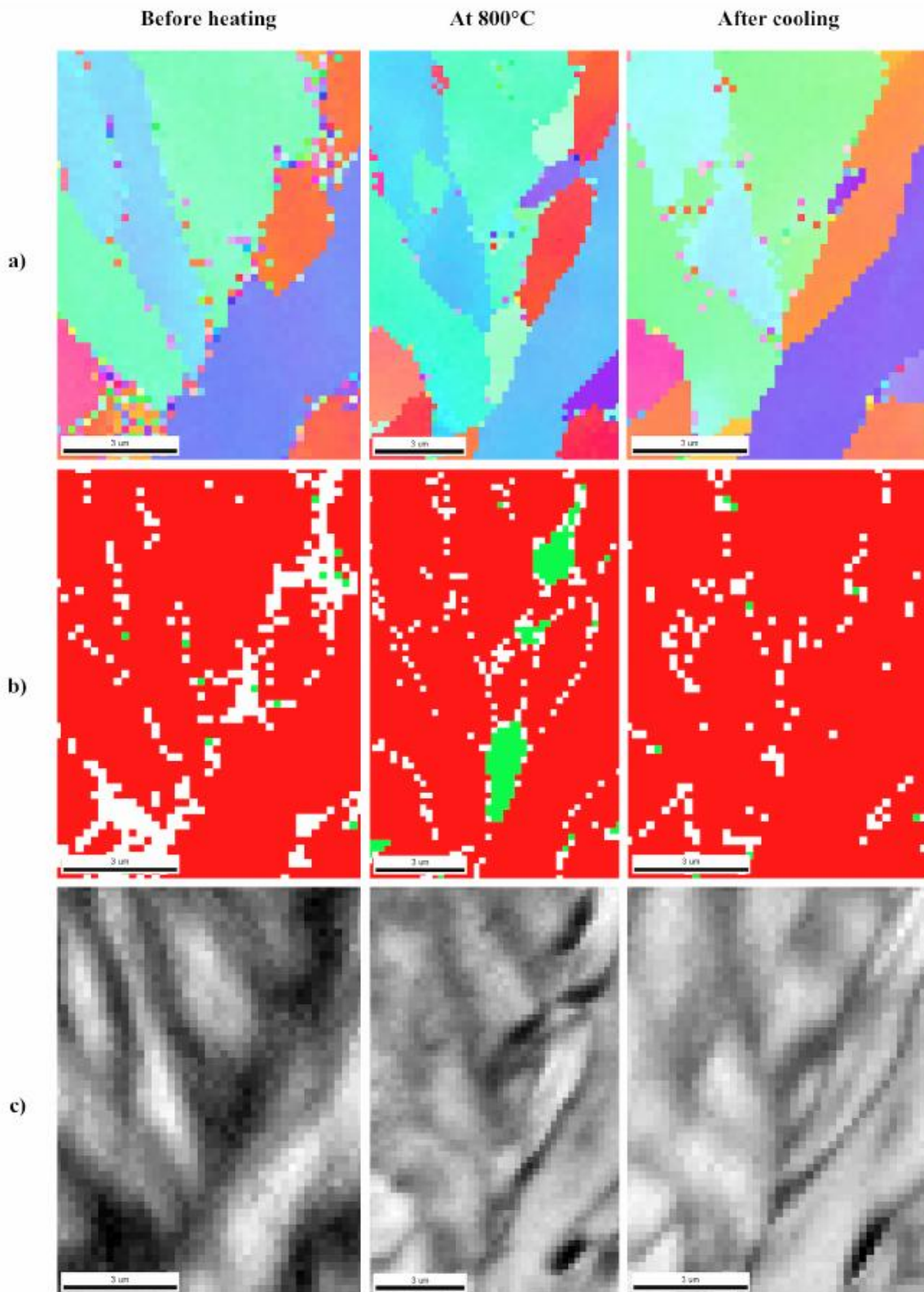
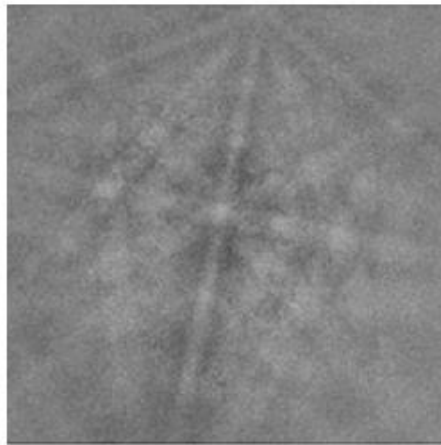
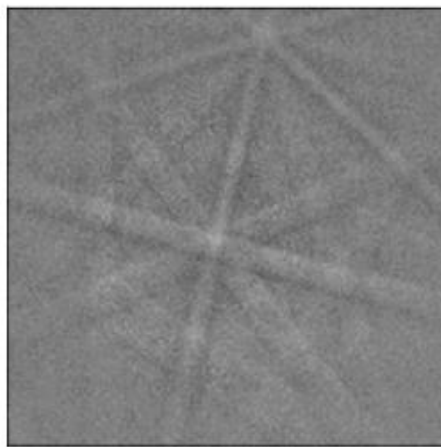


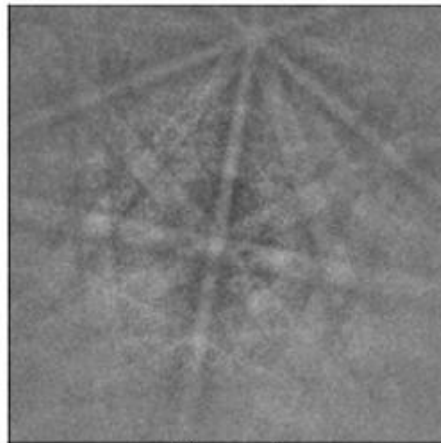
Fig. 7. EBSD scans of crop 2 in Fig. 5 before heating, at 800°C and after cooling, showing a) a IPF map, b) a phase map (red: BCC, green: FCC) and c) an IQ map (Image Quality).



a) Before heating



b) At 800°C



c) After cooling

Fig. 8. The diffraction patterns for the same surface area a) before heating, b) at 800°C and c) after cooling.

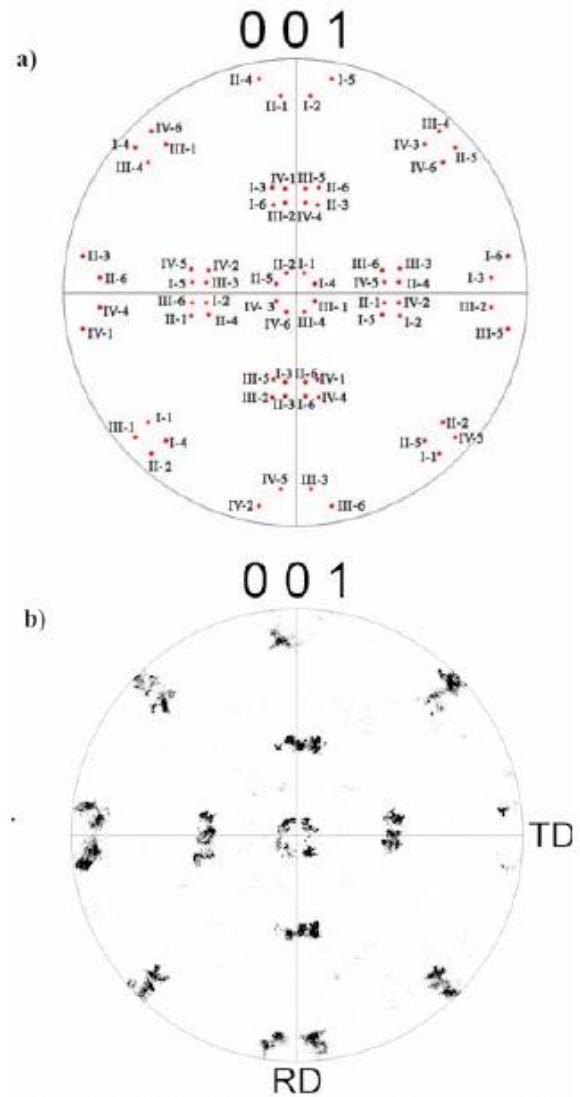


Fig. 9. Standard $\{100\}$ pole projections of a) the 24 possible K-S martensite variants originating from a single $(001)[100]$ austenite orientation (M. Karlsen et al., 2007) and b) a rotated data set of variants observed in Fig. 5 at 800°C.

DISCUSSION

In the present paper combined in-situ heating and quenching have successfully been applied in conjunction with EBSD measurements inside the SEM.

By using this combined technique it is possible to study the progressive microstructural development throughout a weld simulation test, such as the emergence of austenite during heating and the following formation of M-A phases after quenching.

The tests performed in the external vacuum chamber prior to the in situ experiments showed a great difference in the cooling ability of argon and helium. Helium has a 10 times higher heat capacity and an 8 times higher heat conductivity compared to argon, which can explain this significant improvement. A cooling curve similar to that of a real weld

simulation test can be achieved by jetting helium through a nozzle directly onto a steel sample surface. The curves in Fig. 3 prove that gas quenching is a suitable technique for obtaining small scale rapid cooling experiments inside a SEM.

Vacuum presented several challenges regarding heat transfer during these experiments. From the early experiments with a cold finger we learned that heat transfer only by conduction and radiation was insufficient to obtain the higher cooling rates. Measuring and controlling the sample temperature represented a likewise issue. To ensure a steady state temperature during heating the sample and keeping the temperature within the two-phase ($\alpha+\gamma$) region of the phase diagram, the experiments were dependent on a sufficient thermocouple contact with the sample.

From the IQ-maps in Fig. 6-7 it is evident that the pattern quality improves at high temperatures and after cooling. This may be explained by evaporation of surface contaminations. It is well known fact that during scans the focused electron beam renders the sample surface with a contamination layer. During heating this contamination layer may evaporate. This is confirmed by the fact that even after quenching in vacuum the pattern quality is much better than before heating. The diffraction patterns may also have been improved by sample structure relaxation during heating. Fig. 8 is an example of how the diffraction patterns improve after heating.

The majority of improperly indexed points (white pixels) in the phase maps of Fig. 6-7 are located next to or at the grain boundaries. This is likely due to the overlapping of two or more diffraction patterns in these regions. As a consequence the computer software faces trouble distinguishing between the patterns and thus give a correspondingly low CI-value.

The combination of in situ heating and in situ quenching described in this paper can be used to study the changes in microstructure during the second welding cycle simulation of arctic steel. Fig. 6 shows a cropped area where an austenite island emerges upon heating and transforms into BCC structure during quenching. Despite the high cooling rate it was not observed any residual austenite in the final scan. One explanation may be surface evaporation of carbon during the holding time at 800°C, as previously discovered by A.-J. Enstad et. al. (2011).

IPF maps show that the austenite emerges from the high angle grain boundaries having a different crystallographic orientation than the surrounding grains. IPF maps also show that the austenite islands emerging in crop 2 (Fig. 7) have the same crystallographic orientation as the austenite island in crop 1, which indicates that the characterized areas appear inside the same former austenite grain. The austenite orientation fulfils the K-S criteria indicating that the austenite is correctly indexed.

Crop 2 in Fig. 7 holds an area that changes crystallographic orientation heat treatment. The area with a crystal coloured blue transforms into austenite. During quenching this austenite transforms and adapts the orientation of the neighbouring grain coloured orange.

The IQ-map in Fig. 6c and 7c reveal dark areas along the grain boundaries before heating. At 800°C fresh dark spots have formed near triple points. The spots are maintained also after quenching. Table 1 shows a tendency of significantly lower IQ-minima at 800°C and after quenching compared to the scan acquired before heating. In general the IQ-value is a relative value and should only be compared within the same scan. However, the high differences in IQ-minima and the differences in spread of IQ make it easy to assume a lower pattern

quality within the dark spots. This may also lead to the interpretation that the dark spots have greater lattice strain (e.g. higher dislocation density). The nature of the formation of these dark spots during heating is unknown to the authors.

CONCLUSIONS

The following basic conclusions may be drawn from the present examination:

- To observe progressive microstructural development in the API X70 steel, combined in situ heating and quenching have successfully been applied in conjunction with EBSD measurements inside the SEM.
- Several cooling experiments inside a vacuum test chamber revealed that gas quenching would be the best technique for rapid sample cooling inside the SEM.
- The increased diffraction pattern quality observed during heating is probably caused by the evaporation of contaminations. The high pattern quality is maintained after quenching. Pattern quality improvement may also be due to sample lattice stress relief during heating.
- The different BCC and FCC phases have been readily identified and characterised at the defined temperatures. Islands of austenite were observed when the steel was heated to approximately 800°C inside the two-phase ferrite (α) and austenite (γ) region of the phase diagram. Examinations show that the orientation relationship between the fresh austenite and the surrounding martensite fulfils the K-S criteria, and suggests that the austenite is correctly indexed. Quenching of the steel led to a transformation of austenite islands from a FCC structure to a BCC structure, which is assumed to be martensite. Probably due to evaporation of carbon from the sample surface throughout the holding time at 800°C, no residual austenite was observed after quenching.
- Divergent transformation behaviour of the austenite islands was observed during quenching. One ended up with the same BCC orientation as before the heating, whereas the other adopted the orientation of the neighbouring grain.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors acknowledge the Norwegian University of Science and Technology (NTNU) and SINTEF for providing access to the equipment and materials used in the present investigation. The authors wish to thank department engineer Harald Holm for support in the field of electronics.

REFERENCES

- Akselsen, OM, Grong, Ø, Solberg, JK (1987). "Structure-Property Relationships in Intercritical Heat Affected Zone of Low Carbon Microalloyed Steels", *Mater. Sci. Technol.*, Vol. 3, pp 649-655.
- Akselsen, OM, Solberg, JK, Grong, Ø (1988). "Effects of Martensite-Austenite (M-A) Islands on Intercritical Heat-Affected Zone Toughness of Low Carbon Microalloyed Steels", *Scand. J. Met.*, Vol. 17, pp 194-200.

- Chen JH, Kikuta, Y, Araki, T, Yoneda, M, and Matsuda, Y (1984). "Micro-fracture Behaviour Induced by M-A Constituent (Island Martensite) in Simulated Welding Heat Affected Zone of HT80 High Strength Low Alloy Steel", *Acta Metall.*, Vol. 32, pp 1779-1788.
- Chiron, R, Fryet, J, and Lesegno, P (1996). "Device for SEM and EBSP In Situ Tensile Tests up to 800°C, in Local Strain and Temperature Measurements in Non-Uniform Fields at Elevated Temperatures", *Woodhead Publishing Limited, Cambridge UK*, pp 149-158.
- Davis, CL, and King, JE (1994). "Cleavage Initiation in the Intercritically Reheated Coarse-Grained Heat Affected Zone: Part I. Fractographic Evidence", *Metall. Mater. Trans.*, Vol. 25A, pp 563-573.
- Davis, CL, and King, JE (1996). "Cleavage Initiation in the Intercritically Reheated Coarse-Grained Heat Affected Zone: Part II. Failure Criteria and Statistical Effects", *Metall. Mater. Trans.*, Vol. 27A, pp 3019-3029.
- EDAX TSL (2009), "*OIM Data Collection 6.0 user manual*".
- Enstad, AJ, Karlsen, M, Astad, SP, Hjelen, J, Akselsen, OM, and Østby, E (2011). "EBSD Characterization of Arctic Steel During In Situ Heating", *ISOPE 2011*, pp 28-32.
- Gautier, DL, Bird, KJ, Charpentier, RR, Grantz, A, Houseknecht, DW, Klett, TR, Moore, TE, Pitman, JK, Schenk, CJ, Schuenemeyer, JH, Sorensen, K, Tennyson, ME, Valin, ZC, and Wandrey, JC (2009). "Assessment of Undiscovered Oil and Gas in the Arctic", *Science*, 324(5931):1175-1179.
- Hansen, KW (2011). "Sample Preparation and EBSD-characterization of API X70 Steel; Testing of Vacuum Quenching Methods". Specialization project, Norwegian University of Science and Technology.
- Karlsen, M, Hjelen, J, Grong, Ø, Rørvik, G, Opdahl, C, Chiron and Shubert, U (2007). "Deformation-Induced Phase Transformations in Supermartensitic Stainless Steels", *Stainless Steel World Conf. & Expo.*, Maastricht, The Netherlands, Nov. 6-8, 2007, paper no. 7017.
- Schwarzer, RA, Field, DP, Adams, BL, Kumar, M, and Schwartz, AJ (2009). "Present State of Electron Backscatter Diffraction and Prospective Developments", *Electron Backscatter Diffraction in Material Science*, pp 1-20.
- Schwarzer, RA, and Hjelen, J (2010). "High-Speed Orientation Microscopy with Offline Solving Sequences of EBSD patterns", *Solid State Phenomena*, Vol. 160, pp 295-300.
- Sætran, TG (2011). "Prøvepreparering og EBSD-karakterisering av F70 mikrolegert stål; bråkjøling i vakuum". Specialization project, Norwegian University of Science and Technology.