

Effekt av anløpning på de mekaniske egenskapene til et martensittisk rustfritt stål

Jo Aunemo

Materialteknologi

Innlevert: juni 2013

Hovedveileder: Jan Ketil Solberg, IMTE

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Institutt for materialteknologi

FORORD

Denne masteroppgaven er et resultat av emnet TMT4905 Materialteknologi og ble utført ved Institutt for materialteknologi ved Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet (NTNU) våren 2013. Oppgaven ble utarbeidet av seniormetallurg Peter Lidegran¹ og sveiseingeniør Steinar Mathisen¹, begge fra Scana Steel Stavanger AS, i samarbeid med professor Jan Ketil Solberg².

Det er mange personer jeg vil takke for hjelp med oppgaven. Jeg vil rette en spesiell takk til Jan Ketil Solberg² for faglig hjelp og konstruktive innspill om utforming av rapporten. Jeg vil også takke Peter Lidegran¹, Steinar Mathisen¹, materialingeniør Silje Bøe¹ og ikke minst metallurg Håkon Jørgensen¹ for gode faglige diskusjoner som ble brukt som grunnlag til diskusjonen i denne rapporten. Jeg vil også takke onkelen min, Hans Aunemo, for faglige og praktiske innspill i løpet av våren.

Videre vil jeg rette en stor takk til ingeniør Robert Karlsen³ og ingeniør Morten Myhren³ for maskinering av prøvene. Jeg vil også takke senioringeniør Asle Hellesvik⁴, verkstedleder Arne Gellein⁴, seniortechniker Erling Gullteig⁴ for finmaskinering og testing av skårslagsprøvene, i tillegg til avdelingsingeniør Pål Christian Skaret² for utførelsen av strekktestingen. Videre vil jeg takke overingeniør Yingda Yu² for hjelp med SEM, overingeniør Erlend Fjøsne Nordstrand² og avdelingsingeniør Torild Krogstad² for hjelp til metallografi. Jeg vil til slutt rette en spesiell takk til senioringeniør Julian Tolchard² for hjelp til utførelsen av XRD-analysene.



Jo Aunemo, Trondheim 16. juni 2013

¹ Scana Steel Stavanger AS.

² NTNU, Institutt for materialteknologi.

³ NTNU, NT fakultetsadministrasjon.

⁴ SINTEF Materialet og Kjemi.

SAMMENDRAG

Martensittisk rustfritt stål er ansett som et velegnet materiale til propellblader, turbinskovler og flydeler. Stålet viser god sveisbarhet, styrke og seighet, samtidig som korrosjonsmotstanden betraktes som tilfredsstillende. Da de mekaniske egenskapene til et martensittisk rustfritt stål kan skreddersys ved anløpning, skiller ståltypen seg klart fra andre rustfrie stål. S165M er et martensittisk rustfritt stål som består av omtrent 16 % Cr, 5 % Ni og 1 % Mo, og er levert av Scana Steel Stavanger AS. Ved å anløpe stålet i temperaturintervallet 480 °C til 530 °C oppnås god styrke, men dette går på bekostning av seigheten.

I denne oppgaven er både enkel og dobbel anløpning utført på prøvematerialet, og samme temperatur ble brukt for begge anløpningene i tilfellet for dobbel anløpning. En tidligere studie viser at en dobbel anløpning medfører økt seighet på godset i forhold en enkel, da ved bruk av samme anløpningstemperatur for hvert anløpningstilfelle. For å betrakte endringen i styrke og seighet med anløpningstemperaturen er skårslagstesting og strekktesting blitt utført etter dobbel og enkel anløpning i det aktuelle temperaturintervallet. I tillegg har undersøkelser av mikrostrukturen med lys- og elektronmikroskop blitt utført, og sammenlignet med resultatene fra de mekaniske testene.

Resultatene, som er oversiktlig gitt i Figur 4.27 side 46 i denne rapporten, tilsier at høyest styrke oppnås etter anløpning ved 480 °C. Grunnen er trolig presipitering av harde og fint fordelte karbider av typene Mo_2C og Cr_7C_3 under anløpningen. Ved å øke anløpningstemperaturen reduseres styrken samtidig som seigheten øker. Grunnen til dette er oppmykningen av martensittmatriksen, der en reduksjon i dislokasjonstetthet mellom martensittnålene i tillegg til en reduksjon i indre spenninger trolig er gjeldende.

Størst seighet oppnås etter enkel og dobbel anløpning ved eller nærheten av 510 °C, og resultatene indikerer i dette tilfellet små forskjeller mellom enkel og dobbel anløpning. Resultatene antyder likevel at en større forskjell mellom enkel og dobbel anløpning med hensyn på seighet ved anløpningstemperaturer oppnås ved å anløpe materialet over 510 °C. Grunnen til høyest seighet etter anløpning ved 510 °C kan trolig tilskrives en kombinasjon av presipitering av myk, reversert austenitt og en ytterligere oppmykning av martensittmatriksen.

Tilfredsstillende kombinasjon av styrke og seighet fås etter enkel anløpning på 500 °C av S165M basert på resultatene i denne oppgaven.

ABSTRACT

Martensitic stainless steel is regarded as a suitable material in propeller shafts, turbine blades and aircraft components. Exhibiting good weldability, strength and toughness, the martensitic stainless steel also shows satisfactory corrosion resistance. As the mechanical properties of the martensitic stainless steel can be controlled by tempering, the martensitic stainless steel differs from other stainless steels. S165M is a martensitic stainless consisting of about 16 % Cr, 5 % Ni and 1 % Mo, and is provided by Scana Steel Stavanger AS. By tempering the S165M in the temperature range 480 °C - 530 °C, the good strength is maintained. However, higher strength results in lower toughness.

In this thesis, both single-stage and two-stage tempering of S165M have been performed. In case of two-stage tempering the same temperature was used in both tempering stages. A previous study on tempering using the same temperature reports that the two-stage tempering method resulted in better toughness than the single-stage tempering method. In this study, in order to clarify the significance of tempering temperature, in addition to the tempering method, charpy, tensile and hardness testing have been performed. The results from the mechanical tests have been compared with the microstructure by the use of scanning electron and optical microscope.

An overview of the results is seen in Figur 4.27 page 46. It clearly indicates that the highest strength is obtained after performing single-stage tempering at 480 °C. This is probably due to the precipitation of hard and nicely dispersed Mo_2C and Cr_7C_3 particles between the martensite laths during tempering. In addition, the results show that the strength decreases and the toughness increases with increasing tempering temperature. This is probably attributed to the decrease in dislocation density and the reduction of internal stresses between the martensite laths.

Greatest toughness is achieved after single-stage tempering at or near 510 °C, and small differences in toughness between single- and two-stage tempering at this temperature are observed. However, this difference is considered to increase by increasing the tempering temperature above 510 °C. The greatest toughness at the temperature mentioned is probably caused by the combination of precipitation of reversed austenite and the presence of tempered martensite in the structure.

Based on the results in this paper, a satisfactory combination of strength and toughness of S165M is obtained after one-stage tempering at 500 °C.

INNHOUDSLISTE

1	INNLEDNING	1
2	BAKGRUNNSTEORI	3
2.1	GENERELL BAKGRUNN OM RUSTFRIE STÅL.....	3
2.2	KJENNETEGN VED MARTENSITTISK RUSTFRITT STÅL	5
2.3	MIKROSTRUKTURER I MARTENSITTISK RUSTFRIE STÅL	6
2.3.1	<i>Martensitt</i>	6
2.3.2	<i>Austenitt</i>	7
2.3.3	<i>Ferritt</i>	8
2.4	VARMEBEHANDLING AV MARTENSITTISKE RUSTFRIE STÅL	9
2.4.1	<i>Normalisering og homogenisering</i>	10
2.4.2	<i>Enkel anløpning</i>	10
2.4.3	<i>Dobbel anløpning</i>	12
2.4.4	<i>Presipitering</i>	13
2.5	MEKANISKE EGENSKAPER TIL MARTENSITTISK RUSTFRIE STÅL	14
3	EKSPERIMENTELLE METODER	17
3.1	MATERIALSPESIFIKASJON	17
3.2	GROVMASKINERING.....	17
3.3	ANLØPNING	18
3.4	FINMASKINERING	19
3.5	MIKROSTRUKTURANALYSER.....	20
3.6	ELEKTROPOLERING	21
3.7	XRD-ANALYSE.....	22
3.8	HARDHET	23
3.9	STREKKTESTING	23
3.10	SKÅRSLAGSTESTING	23
3.11	BRUDDFLATEANALYSE	24
4	RESULTATER	25
4.1	MIKROSTRUKTURANALYSER.....	25
4.2	XRD-ANALYSE.....	32
4.3	HARDHET	33
4.4	STREKKTESTING	35
4.4.1	<i>Flytegrense</i>	35

4.4.2	<i>Strekfasthet</i>	37
4.4.3	<i>Bruddtøyning</i>	38
4.4.4	<i>Bruddflateanalyser av utvalgte strekkprøver</i>	40
4.5	SKÅRSLAGSTESTING	43
4.6	KORRELASJONEN MELLOM DE MEKANISKE EGENSKAPENE.....	44
5	DISKUSJON	47
5.1	ANLØPNING VED 480 °C OG VED 490 °C	47
5.2	ANLØPNING FRA 500 °C – 520 °C.....	50
5.3	ANLØPNING VED 530 °C OG OVER	51
5.4	KORRELASJONEN MELLOM DE MEKANISKE EGENSKAPENE.....	52
5.4.1	<i>Enkel anløpning</i>	53
5.4.2	<i>Dobbel anløpning</i>	53
5.5	VIDERE ARBEID	54
6	KONKLUSJON	55
	REFERANSER	57
	APPENDIKS	60

FIGURLISTE

FIGUR 2.1: FE-CR FASEDIAGRAM [16].	4
FIGUR 2.2: SCHAEFFLERDIAGRAM. S165M ER INDIKERT MED ET RØDT PUNKT. [14]	5
FIGUR 2.3: ILLUSTRASJON AV MIKROSTRUKTUREN TIL NÅLMARTENSITT. BASERT PÅ FIGUR AV CARROUGE. [18]	7
FIGUR 2.4: OPTISK MIKROGRAFIER AV A) MARTENSITT OG B) MARTENSITT MED FERRITT PÅ KORNGRENSENE. [9]	8
FIGUR 2.5: ENERGIOPPTAK VED SKÅRSLAGSTESTING SOM FUNKSJON AV FERRITTKONSENTRASJONEN I ET 13Cr-4Ni MARTENSITTISK RUSTFRITT STÅL, TESTET VED 0 °C [10].	9
FIGUR 2.6: PSEUDOBINÆRT FASEDIAGRAM FOR Fe-Cr-Ni. RØD STREK MARKERER TYPISK SAMMENSETNING FOR ET MARTENSITTISK RUSTFRITT STÅL [16].	10
FIGUR 2.7: OPTISKE MIKROGRAFIER AV 16Cr-5Ni-1Mo SOM ER A) BRÅKJØLT, B) ANLØPT VED 400 °C, C) ANLØPT VED 475 °C, D) ANLØPT VED 550 °C, E) ANLØPT VED 625 °C, F) ANLØPT VED 750 °C, ALLE I 4 TIMER. ETSEN FRY'S REAGENT ER BRUKT [6].	11
FIGUR 2.8: AUSTENITTANDEL SOM FUNKSJON AV ANLØPNINGSTEMPERATURER. A) VISER VARIASJONEN FOR PRØVER UTSATT FOR ENKEL ANLØPNING, MENS B) VISER FOR DOBBELT ANLØPTE PRØVER. INDEKSERINGEN AV B) VISER VED HVILKEN TEMPERATUR DEN FØRSTE ANLØPNINGEN HAR FUNNET STED. [11]	12
FIGUR 2.9: FASEDIAGRAM Fe-C MED 17 % Cr. $C_1 = M_{23}C_6$, $C_2 = M_7C_3$ [16].	13
FIGUR 2.10: A) HARDHET, B) AUSTENITTANDEL, C) SEIGHET OG D) FORSKJØVET FLYTESPENNING (0,2 % YS) OG STREKKFASTHET (U.T.S) SOM FUNKSJON AV ENKEL ANLØPNINGSTEMPERATUR FOR ET 16Cr-5Ni-1Mo MARTENSITTISK RUSTFRITT STÅL, ALLE FOR PRØVER ANLØPT I 4 TIMER.	15
FIGUR 2.11: A) FORLENGELSE OG B) AREALREDUKSJON SOM FUNKSJON AV ENKEL ANLØPNINGSTEMPERATUR FOR ET 16Cr-5Ni-1Mo MARTENSITTISK RUSTFRITT STÅL, BEGGE FOR PRØVER ANLØPT I 4 TIMER.	15
FIGUR 2.12: SEM-MIKROGRAFI AV 13Cr-1Ni-2Mo ANLØPT VED 540 °C. KARBIDENE ER Plassert langs KORNGRENSENE. [8]	16
FIGUR 3.1: DIMENSJONENE FOR GROVMASKINERTE PRØVENE, A) FOR STREKKTSTING (115 MM) OG SKÅRSLAGSTESTING (55 MM) OG B) FOR MIKROSTRUKTUR.	18
FIGUR 3.2: DIMENSJONENE PÅ STREKKPRØVENE. BASERT PÅ FIGUR AV [28]	19
FIGUR 3.3: DIMENSJONENE PÅ SKÅRSLAGPRØVENE. BASERT PÅ FIGUR AV LEI ET AL. [29]	19
FIGUR 3.4: INNSTØPT PRØVE MED CLAROCIT.	20
FIGUR 3.5: SKISSE AV ELEKTROPOLERINGSOMRÅDET.	22
FIGUR 3.6: SKISSE AV PRAKSIS FOR BRUDDTØYNINGSAVLESNING.	23
FIGUR 3.7: STREKKOPPSETT MED PÅMONTERT EKSTENSJONSMETER.	24
FIGUR 4.1: MIKROGRAFI AV UANLØPT MATERIALE VED 50X OBJEKTIVFORSTØRRELSE, SOM LEVERT AV SCANA STEEL STAVANGER AS.	26
FIGUR 4.2: MIKROGRAFIER AV ENKELT ANLØPTE PRØVER VED A) 480 °C, B) 490 °C OG C) 500 °C, ALLE I 6 TIMER OG 20 MINUTTER. DE ULIKE MIKROSTRUKTURENE ER INDIKERT I C). 50X OBJEKTIVFORSTØRRELSE.	26
FIGUR 4.3: MIKROGRAFIER AV DOBBELT ANLØPTE PRØVER VED A) 480 °C, B) 490 °C OG C) 500 °C, ALLE I TO PERIODER Å 6 TIMER OG 20 MINUTTER HVER. 50X OBJEKTIVFORSTØRRELSE.	27
FIGUR 4.4: MIKROGRAFIER AV ENKELT ANLØPTE PRØVER VED A) 510 °C, B) 520 °C OG C) 530 °C, ALLE I 6 TIMER OG 20 MINUTTER. 50X OBJEKTIVFORSTØRRELSE	28
FIGUR 4.5: MIKROGRAFIER AV DOBBELT ANLØPTE PRØVER VED A) 510 °C, B) 520 °C OG C) 530 °C, ALLE I TO PERIODER Å 6 TIMER OG 20 MINUTTER. 50X OBJEKTIVFORSTØRRELSE.	29
FIGUR 4.6: SEM-MIKROGRAFIER AV EN DOBBELT ANLØPT PRØVE VED 480 °C. MIKROGRAFIENE VISER KARAKTERISTIKA VED OMRÅDET MELLOM FERRITT- OG MARTENSITTFASEN, FRA ØVERST TIL VENSTRE MED LAV FORSTØRRELSE, TIL NEDERST MED HØY FORSTØRRELSE. BLÅ OMRÅDER VISER HVOR EDS-ANALYSE ER BLITT TATT. MÅLESTOKK FOR BILDET ØVERST TIL VENSTRE ER 50µM, MENS DET TIL HØYRE HAR MÅLESTOKK 10µM.	30
FIGUR 4.7: SEM-MIKROGRAFIER AV EN DOBBELT ANLØPT PRØVE VED 530 °C. FIGUREN VISER GRENSESJIKTET MELLOM FERRITT- OG MARTENSITTFASEN. FLERE OMRÅDER BLE UNDERSØKT MED SEM OG EDS, OG ER INDIKERT SOM BLÅ FIRKANTER. MÅLESTOKK FOR BILDET ØVERST TIL VENSTRE ER 50µM, MENS DET TIL HØYRE HAR MÅLESTOKK 10µM. ...	31
FIGUR 4.8: SEM-MIKROGRAFIER SOM VISER A) EN UANLØPT PRØVE OG B) EN ANLØPT PRØVE VED 530 °C. RUNDE, HVITE PARTIKKEL-LIGNENDE STRUKTUR I MATRIKS ER OBSERVERT BÅDE I A) OG I B), OG ER ANTATT Å VÆRE MARTENSITT SOM PEKER INNOVER I PAPIRPLANET.	32

FIGUR 4.9: HARDHET SOM FUNKSJON AV ENKEL ANLØPNINGSTEMPERATUR.	33
FIGUR 4.10: HARDHET SOM FUNKSJON AV DOBBEL ANLØPNINGSTEMPERATUR.	34
FIGUR 4.11: HARDHET SOM FUNKSJON AV ENKEL OG DOBBEL ANLØPNINGSTEMPERATUR.	34
FIGUR 4.12: FLYTEGRENSE SOM FUNKSJON AV ENKEL ANLØPNINGSTEMPERATUR.	35
FIGUR 4.13: FLYTEGRENSE SOM FUNKSJON AV DOBBEL ANLØPNINGSTEMPERATUR.	36
FIGUR 4.14: FLYTEGRENSE SOM FUNKSJON AV ENKEL OG DOBBEL ANLØPNINGSTEMPERATUR.	36
FIGUR 4.15: STREKKFASTHET SOM FUNKSJON AV ENKEL ANLØPNINGSTEMPERATUR.	37
FIGUR 4.16: STREKKFASTHET SOM FUNKSJON AV DOBBEL ANLØPNINGSTEMPERATUR.	37
FIGUR 4.17: STREKKFASTHET SOM FUNKSJON AV ENKEL OG DOBBEL ANLØPNINGSTEMPERATUR.	38
FIGUR 4.18: BRUDDTØYNING SOM FUNKSJON AV ENKEL ANLØPNINGSTEMPERATUR. RØDE PUNKT VED 510 °C INDIKERER BRUDDTØYNINGER FOR TRE NYE PARALLELLER.	39
FIGUR 4.19: BRUDDTØYNING SOM FUNKSJON AV DOBBEL ANLØPNINGSTEMPERATUR. SORTE PUNKT INDIKERER BRUDDTØYNINGEN FOR PARALLELLER SOM BLE MASKINERT SOM PLANLAGT, MENS RØDE KRYSS VISER BRUDDTØYNINGEN FOR PARALLELLER SOM MASKINERT TO GANGER. RØDT KRYSS 2) VISER ET GROVESTIMAT FOR BRUDDTØYNINGEN TIL EN PARALLELL, SOM BLE GJORT VED Å SAMMENLIGNE FORLENGELEN TIL EN PARALLELL MED EN GITT BRUDDTØYNING. DENNE PARALLELLEN ER VIST SOM RØDT KRYSS 1).....	39
FIGUR 4.20: BRUDDTØYNING SOM FUNKSJON AV ENKEL OG DOBBEL ANLØPNINGSTEMPERATUR.	40
FIGUR 4.21: MIKROGRAFIER AV BRUDDFLATER TATT I SEM AV A) UANLØPT STREKKPRØVE, B) EN STREKKPRØVE MED HØY STREKKFASTHET (ENKELT ANLØPT VED 480 °C) OG C) EN STREKKPRØVE MED HØY FORLENGELSE (ENKELT ANLØPT VED 510 °C).	41
FIGUR 4.22: BRUDDFLATE AV EN DOBBEL ANLØPT PARALLELL VED 520 °C, HVOR OMRÅDET INDIKERT AV DEN RØDE FIRKANTEN ER ANALYSERT MED EDS.....	42
FIGUR 4.23: SLAGSEIGHET SOM FUNKSJON AV ENKEL ANLØPNINGSTEMPERATUR VED TESTTEMPERATUR -20°C.	43
FIGUR 4.24: SLAGSEIGHET SOM FUNKSJON AV DOBBEL ANLØPNINGSTEMPERATUR VED TESTTEMPERATUR -20 °C.	43
FIGUR 4.25: SLAGSEIGHET SOM FUNKSJON AV ENKEL OG DOBBEL ANLØPNINGSTEMPERATUR VED TESTTEMPERATUR -20 °C.	44
FIGUR 4.26: KORRELASJON MELLOM HARDHET OG A) FLYTEGRENSE ETTER ENKEL ANLØPNING, B) FLYTEGRENSE ETTER DOBBEL, C) STREKKFASTHET ETTER ENKEL ANLØPNING, D) STREKKFASTHET ETTER DOBBEL ANLØPNING, E) BRUDDTØYNING ETTER ENKEL ANLØPNING, F) BRUDDTØYNING ETTER DOBBEL ANLØPNING, G) SLAGSEIGHET ENKEL ANLØPNING OG H) SLAGSEIGHET OG DOBBEL ANLØPNING.	45
FIGUR 4.27: A) HARDHET, B) FLYTEGRENSE, C) STREKKFASTHET, D) BRUDDTØYNING OG E) SLAGSEIGHET FOR S165M SOM UANLØPT OG SOM FUNKSJON AV ENKEL OG DOBBEL ANLØPNINGSTEMPERATUR.	46

TABELLISTE

TABELL 2-1: KJEMISK SAMMENSETNING TIL TYPER AV RUSTFRIE STÅL. TALL GITT I VEKT %. [13]	3
TABELL 2-2: OVERSIKT OVER FERRITT- OG AUSTENITTDANNERE. [14]	5
TABELL 3-1: KJEMISK SAMMENSETNING FOR S165M.....	17
TABELL 3-2: ANLØPNINGSPARAMETRE OG FORDELINGER AV STREKKPRØVER OG SKÅRSLAGPRØVER. ANLØPNINGSTID PÅ 6 TIMER OG 20 MIN BLE BRUKT.	18
TABELL 3-3: KJEMISK SAMMENSETNING AV STRUERS ELEKTROLYTT A3. [30]	21
TABELL 3-4: ELEKTROPOLERINGSPARAMETRE.....	21
TABELL 3-5: INPUTPARAMETERE I BRUKER TOPAS 4.2.	22
TABELL 3-6: STRUKTURPARAMETRE FOR KVANTITATIV RIETVELD-ANALYSE FOR MARTENSITT OG AUSTENITT.....	22
TABELL 4-1: MÅLT AUSTENITTANDEL FOR UANLØPT, ETTER ENKELT OG DOBBELT ANLØPT VED 530 °C.	32

APPENDIKSLISTE

APPENDIKS 1: HOMOGENISERING FOR PRØVENE, SOM LEVERT AV SCANA STEEL STAVANGER AS.	60
APPENDIKS 2: HERDING AV PRØVENE, SOM LEVERT AV SCANA STEEL STAVANGER AS.	61
APPENDIKS 3: MIKROGRAFIER AV ENKELT ANLØPTE PRØVER, 480 °C.....	62
APPENDIKS 4: MIKROGRAFIER AV DOBBELT ANLØPTE PRØVER, 480 °C.	63
APPENDIKS 5: MIKROGRAFIER AV ENKELT ANLØPTE PRØVER, 490 °C.....	64
APPENDIKS 6: MIKROGRAFIER AV DOBBELT ANLØPTE PRØVER, 490 °C.	65
APPENDIKS 7: MIKROGRAFIER AV ENKELT ANLØPTE PRØVER, 500 °C.....	66
APPENDIKS 8: MIKROGRAFIER AV DOBBELT ANLØPTE PRØVER, 500 °C.	67
APPENDIKS 9: MIKROGRAFIER AV ENKELT ANLØPTE PRØVER, 510 °C.....	68
APPENDIKS 10: MIKROGRAFIER AV DOBBELT ANLØPTE PRØVER, 510 °C.	69
APPENDIKS 11: MIKROGRAFIER AV ENKELT ANLØPTE PRØVER, 520 °C.....	70
APPENDIKS 12: MIKROGRAFIER AV DOBBELT ANLØPTE PRØVER, 520 °C.	71
APPENDIKS 13: MIKROGRAFIER AV ENKELT ANLØPTE PRØVER, 530 °C.	72
APPENDIKS 14: MIKROGRAFIER AV DOBBELT ANLØPTE PRØVER, 530 °C	73
APPENDIKS 15: SPENNING-TØYNINGSKURVER FOR PARALLELL 1 AV ENKELT ANLØPTE PRØVER.....	74
APPENDIKS 16: SPENNING-TØYNINGSKURVER FOR PARALLELL 2 AV ENKELT ANLØPTE PRØVER.....	74
APPENDIKS 17: SPENNING-TØYNINGSKURVER FOR PARALLELL 1 AV DOBBELT ANLØPTE PRØVER.....	75
APPENDIKS 18: SPENNING-TØYNINGSKURVER FOR PARALLELL 2 AV DOBBELT ANLØPTE PRØVER.....	75
APPENDIKS 19: KVANTITATIV RIETVELDANALYSE PÅ UANLØPT S165M	76
APPENDIKS 20: KVANTITATIV RIETVELDANALYSE PÅ S165M ENKELT ANLØPT VED 530 °C.....	77
APPENDIKS 21: KVANTITATIV RIETVELDANALYSE PÅ S165M DOBBELT ANLØPT VED 530 °C.....	78

OVERSIKT OVER FORKORTELSER

<i>FE SEM</i>	«Field Emission Scanning Electron Microscope», Feltemisjons skanning elektronmikroskop.
<i>TEM</i>	«Transmission Electron Microscope», Transmisjon elektron mikroskop.
<i>EDS</i>	«Energy Dispersive Spectroscopy», Energi-dispersiv spektroskopi.
<i>XRD</i>	«X-ray Diffraction» Røntgendiffraksjon.
<i>FCC</i>	«Face centered cubic» Flatesentrert kubisk krystallstruktur.
<i>BCC</i>	«Body centered cubic» Romsentrert kubisk krystallstruktur.
<i>BCT</i>	«Body centered tetragonal» Romsentrert tetragonal struktur.
M_s	Starttemperatur for martensittdannelsen.
M_f	Sluttemperatur for martensittdannelsen.
A_{c1}	Temperatur der austenitt dannes ved oppvarming av materialet.
A_{c3}	Temperatur der austenittdannelsen ved oppvarming er fullendt.
<i>MPa</i>	Megapascal, [N/mm ²].
<i>YS</i>	«Yield Strength», flytespenning.
<i>UTS</i>	«Ultimate tensile strength», strekfasthet.
<i>HV10</i>	«Hardness Vickers», vickers hardhet med 10 kg vekt.

1 INNLEDNING

Martensittisk rustfritt stål er et egnet materiale for kritiske komponenter som turbinskovler, skipspropeller, rørledninger og flydeler. Det som gjør materialet spesielt er kombinasjonen av høy styrke, relativt gode korrosjonsegenskaper, tilfredsstillende sveisbarhet og ikke minst lav pris i forhold til andre rustfrie stål. I tillegg kan egenskapene til martensittisk rustfrie stål modifiseres ved anløpning, noe som skiller seg klart fra de andre rustfrie ståltypene[1, 2].

Et eksempel på et martensittisk rustfritt stål er 16Cr-5Ni-1Mo, med kjemisk sammensetning på ca. 0,05 % C, 16 % Cr, 5 % Ni og 1 % Mo. Mikrostrukturen til dette materialet, før anløpning, består av en stor andel martensitt, samt uttransformert austenitt og delta-ferritt. Ved anløpning rundt temperaturer der hvor ny austenitt dannes kan karbider presipiteres. Andelen austenitt og karbider er med på å avgjøre hvilke egenskaper materialet får, og er derfor viktig å kontrollere.

Av Scana Steel Stavanger AS er materialet S165M gitt som prøvemateriale. Materialet har en kjemisk sammensetning som gjør at stålet ligger innenfor de internasjonale kjemikravene til ståltypen 16Cr-5Ni-1Mo. Scana Steel Stavanger AS leverer materialet i form av smidde akslinger, støpte propellblader og støpte løfteutstyr til offshoreindustrien. Kundene til Scana Steel Stavanger AS er blant annet Aker MH, Rolls-Royce, Karmøy Winch og Samsung Heavy Industries.

Undersøkelser av hvordan de mekaniske egenskapene varierer med anløpnings-temperaturen har tidligere blitt utført på lignende stål[2-10], og omhandler styrke, seighet, bruddtøyning og hardhet. Resultatet, og de foreslåtte forklaringene, er gitt i teorikapitlet i denne oppgaven.

I de nevnte artiklene er et bredt anløpningstemperaturintervall fra omtrent 200 °C til 800 °C brukt til å belyse variasjonen i de mekaniske egenskapene med anløpningstemperaturen. I denne oppgaven er et smalt temperaturintervall valgt; fra 480 °C til 530 °C, der både enkel og dobbel anløpning er utført. Ved dobbel anløpning er samme anløpningstemperatur valgt for begge anløpningene.

Hensikten med å anløpe S165M så lavt som i området fra 480 °C til 530 er for å oppnå høy styrke, men dette går på bekostning av seighet. Seigheten til materialet kan økes ved gå opp i anløpningstemperatur i tillegg til å utføre en dobbel anløpning på godset. Det er blitt dokumentert at austenittandelen øker med økende anløpningstemperatur, både etter enkel[6] og dobbel anløpning[11] av lignende martensittisk rustfrie stål, som følgelig medfører at stålet blir seigere.

Strekprøving, hardhetstesting og skårslagsprøving er gjort for hver tiende grad fra 480 °C til 530 i denne oppgaven. De oppnådde resultatene fra de mekaniske testene er blitt sammenlignet med bruddflater og mikrostruktur etter anløpning ved de gitte anløpningstemperaturene, både ved hjelp av lys- og elektronmikroskop. I tillegg er de mekaniske egenskapene og austenittandelen i materialet blitt sammenlignet, der austenittmålingene ble gjort ved hjelp av XRD-analyse.

2 BAKGRUNNSTEORI

2.1 Generell bakgrunn om rustfrie stål

Den viktigste egenskapen som skiller et rustfritt stål fra vanlige karbonstål er dannelsen av kromoksidlaget på overflaten til de rustfrie stålene. Denne selvreparerende filmen hindrer diffusjon av oksygen til ståloverflaten, slik at stålet da blir beskyttet mot korrosjon. Filmen forhindrer derimot ikke diffusjon av kloridioner, som gjør at stålet blir utsatt for korrosjon i klormiljø. [12]

De forskjellige typene av rustfrie stål er gitt Tabell 2-1.

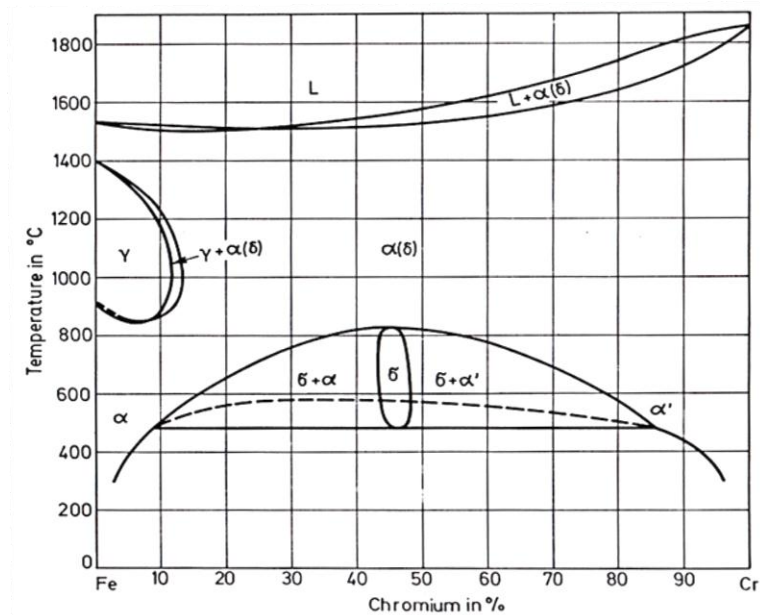
Tabell 2-1: Kjemisk sammensetning til typer av rustfrie stål. Tall gitt i vekt %. [13]

Elementer	C	Mn	Si	P	Cr	Ni	Mo	Andre
Martensittisk	0,10- 1,10	1,00- 1,25	0,50- 1,00	0,040- 0,060	11,00- 18,00	0,00- 2,50	0,00- 0,75	V, Cu, S, N
Austenittisk	0,030- 0,15	2,00- 19,00	1,00- 4,50	0,060- 0,20	16,00- 21,00	3,50- 38,00	0,00- 4,00	Cu, Nb, Ti, S, N
Ferrittisk	0,080- 0,20	1,00- 2,50	1,00	0,040- 0,060	10,50- 27,00	0,00- 1,00	0,00- 2,50	Al, Ti, Cu, Nb, N
Dupleks (austenitt og ferritt)	0,030- 0,20	1,00- 2,00	0,60- 1,00	0,030- 0,040	21,00- 29,00	4,50- 6,50	1,00- 4,00	Cu, N
Presipitat- herdbare	0,050- 0,11	0,20- 1,00	0,10- 1,00	0,010- 0,040	11,00- 18,00	3,50- 27,00	0,50- 3,25	Cu, Al, B, V, N

For å få dannet oksidlaget på ståloverflaten må stålet inneholde minst 10,5 % Cr. Ifølge Figur 2.1, som viser Fe-Cr-fasediagrammet, korresponderer dette med tofaseområdet $\alpha+\gamma$ omtrent ved 1000 °C. Hvis konsentrasjonen av krom overskrider ca. 12 % vil ferritt ha kontinuerlig eksistens i et vidt temperaturområde. [14]

Det er vanlig å introdusere austenittdannere for å balansere mengden av ferritt og austenitt. I sammenheng med rustfrie stål er nikkell en viktig austenittdanner. I tillegg til å fremme austenittdannelsen, øker duktiliteten med nikkellkonsentrasjonen. Videre vil materialet bli mer motstandsdyktig mot korrosjon i sure miljøer med økende nikkellinnhold. [15]

Karbon og nitrogen er de sterkeste austenittdannerne. Den intergranulære korrosjonsmotstanden minker med økt karboninnhold pga. karbiddannelse på korn grensene. Den mekaniske styrken øker med karbonkonsentrasjonen, men seigheten og sveisbarheten reduseres betraktelig, slik at lave konsentrasjoner av karbon er å foretrekke hvis materialet skal være motstandsdyktig mot sprøbrudd. En annen måte å forbedre duktilitet på er å tilsette mangan. [15]



Figur 2.1: Fe-Cr fasediagram [16].

Korrosjonsmotstanden, både mot uniform korrosjon og mot lokal korrosjon, øker med økende mengde molybden. Molybden er en typisk ferrittdanner, og forbedrer de mekaniske egenskapene spesielt ved høye temperaturer: på grunn av at molybden er en karbiddanner, vil hardheten på materialet øke ved høye temperaturer i martensittiske stål. Dette er også gjeldende ved tilsats av vanadium til materialet. [15]

Molybden tilsettes også for å gjøre materialet syrefast. I tillegg vil tilsats av molybden fremme dannelsen av intermetalliske faser, som for eksempel Chi, Sigma og Laves fase (Fe_2Mo) [16]. Dette går grundigere igjennom i kapittel 2.4.4.

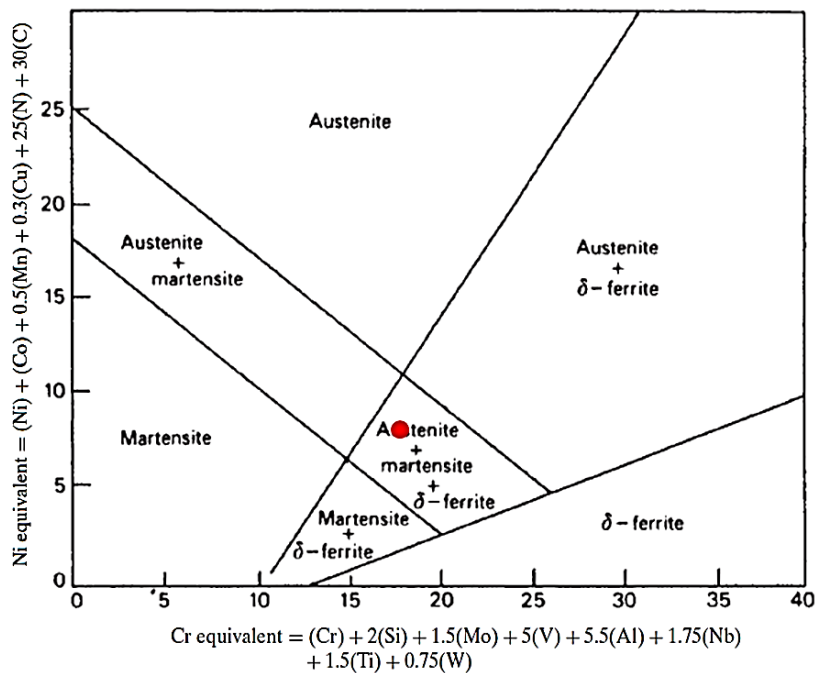
De nevnte intermetalliske fasene er sterkt avhengig av nitrogen- og karboninnholdet, hvor sistnevntes løsningssevne i de intermetalliske fasene er spesielt viktig å være klar over. Dette fordi løsningssevnen til nitrogen i austenitt øker med økende temperatur ved varmebehandling i austenittområdet, og ved rask avkjøling beholdes nitrogen i fast løsning. Karbon vil på sin side redusere presipiteringsevnen til Laves fase, da karbon har lav eller ingen løselighet i denne intermetalliske fasen. Nitrogen forhindrer all slags form for presipitering unntatt for karbidet M_6C , som løser opp nitrogen. [16]

Silisium blir tilsatt for å unngå at materialet blir porøst, da silisium bidrar til såkalt tettning av materialet («killing»). Silisium er i tillegg ferrittstabiliserende.

En oversikt over typiske ferritt- og austenittdannere er gitt i Tabell 2-2, fra sterkest til svakest dannelsesevne [14]. For å få oversikt over de forskjellige typene rustfrie stål kan et Schaeffler-diagram anvendes. Et slikt diagram er vist i Figur 2.2, med formler for krom- og nikkekvivalentene på henholdsvis x-aksen og y-aksen [14]. Det røde punktet i figuren indikerer i hvilket område i Schaeffler-diagrammet stålet analysert i denne oppgaven, S165M, hører til.

Tabell 2-2: Oversikt over ferritt- og austenittdannere. [14]

Ferritt- og austenittdannere, sterkest til svakest	
Ferrittdannere	Zr, Ti, Sn, P, V, Nb, W, Mo, Al, Be, Si, Cr
Austenittdannere	C, N, Mn, Ni, Cu, Zn



Figur 2.2: Schaefflerdiagram. S165M er indikert med et rødt punkt. [14]

2.2 Kjennetegn ved martensittisk rustfritt stål

Martensittiske stål er karakterisert ved høy styrke og relativt lav korrosjonsmotstand, og er brukt i herdet og anløpt tilstand. Et typisk martensittisk rustfritt stål inneholder over 13 % Cr og over 0,015 % C, som gjør stålet fullstendig martensittisk etter herding. En økning i karbonkonsentrasjonen vil øke stålets flytegrense og strekkfasthet, mens tilsats av Ni øker seigheten og korrosjonsmotstanden. Det siste blir gjort mye i industrien, og i tillegg er det vanlig å redusere karbonkonsentrasjonen for å forbedre sveisbarheten. Et typisk eksempel på martensittisk rustfritt stål er 13Cr-4Ni-1Mo. [15]

For økt korrosjonsmotstand tilsettes mer krom og nikkel til dette materialet, og et typisk eksempel på et slikt stål er 16Cr-5Ni-1Mo [3]. Den siste ståltypen blir i litteraturen omtalt som både martensittisk-ferrittisk og martensitt-austenittisk, da stålet inneholder både ferritt og austenitt etter herding og anløpning[15].

På grunnlag av Tabell 2-1 og Tabell 3-1 kan S165M i tillegg karakteriseres som et presipitaterdbart rustfritt stål. Det er likevel en viss uklarhet i litteraturen om hvorvidt 16Cr-5Ni-1Mo (f.eks. evaluert av Al Dawood *et al.* [6, 7]), er å regne som presipitaterdende eller ikke. Qin *et al.* [2] anser stålet som rent martensittisk, og Niederau[3] hevder at stålet ikke viser presipiteringsherding. Servant *et al.* [17] og Al Dawood *et al.* [6, 7] betrakter derimot materialet som et presipitaterdbart stål. Folkhard [16] hevder at et martensittisk rustfritt stål er regnet som presipitaterdbart når krominnholdet er over 14 %. For enkelthets skyld vil S165M i denne oppgaven kun bli omtalt som et martensittisk rustfritt stål.

Det som hindrer bruken av den martensittisk rustfrie ståltypen er dens egenskaper i sjøvann. Siden stålene er utsatt for grop- og spaltkorrosjon, må katodisk beskyttelse anvendes for å oppnå en tilstrekkelig korrosjonssikker konstruksjon i offshoresamenheng. Martensittiske stål brukes spesielt innenfor olje- og gasssektoren, kjemisk prosessindustri, turbinskovler og propellakslinger. [15]

2.3 Mikrostrukturer i martensittisk rustfrie stål

Mikrostrukturen bestemmer de mekaniske egenskapene til ethvert materiale. I sammenheng med martensittisk rustfrie stål er det tre relevante faser som må kontrolleres for å få de ønskede egenskapene til materialet: martensitt, austenitt og delta-ferritt.

2.3.1 Martensitt

Martensitt er en hard og sprø struktur som dannes fra austenitt ved høy avkjølingshastighet. Diffusjonshastigheten til karbon er for lav til å få dannet ferritt og karbider. Martensitt er orientert i enten nåler eller pakker som med utgangspunkt fra austenittkorngrensene. Dannelsen av martensitnåler eller martensittpakker er blant annet avhengig av karboninnholdet til materialet. [12]

Siden martensitten er overmettet med karbon i fast løsning, er karbonatomet tvinges inn i gitterstrukturen. Karbonatomet, som er mindre enn jernatomet, plasserer seg dermed interstitielt i strukturen ved transformasjonen fra austenitt (FCC) til martensitt (BCT).

En skjærdeformasjon som ikke endrer krystallstrukturen, men som innebærer en volumendring normalt på deleplanet («habit plane»), må finne sted for at martensitt skal dannes. Dette kan skje på to måter: ved dislokasjonsglidning og ved tvillingdannelse. Dislokasjonsglidning ses i nålmartensitt (lath martensite, også omtalt som stavmartensitt[12]) ved lavere karbonkonsentrasjoner enn 0,6 vekt %. Tvillingdannelse skjer ved høyere karbonkonsentrasjoner, ved dannelse av platemartensitt[12, 14]. Generelt sett kan ikke detaljer i nålmartensitten ses ved hjelp

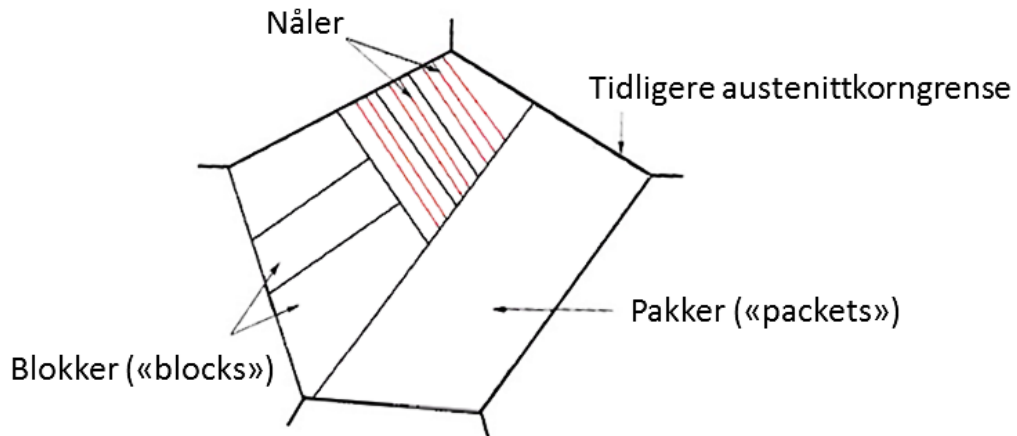
av optisk mikroskop, men gjennom elektronmikroskop ses detaljene som vist i Figur 2.3. Nålene er gruppert i større enheter, kalt blokker og pakker[18].

Martensittreaksjonen skjer atermisk. Det vil si at prøven må, etter at materialet har nådd starttemperaturen for martensittdannelse (M_s), avkjøles kontinuerlig til sluttemperaturen (M_f) for at austenitten skal omdannes fullstendig til martensitt. Hvis, derimot, temperaturen holdes konstant i dette temperatursjiktet, vil martensittdannelsen stoppe opp på grunn av opphopning av karbonatomer i nærheten av dislokasjoner. [12]

Det er flere formler for M_s som er blitt publisert. Ifølge Davis *et al.* kan M_s karakteriseres på følgende vis for martensittisk rustfrie stål [13];

$$M_s = 540 - (497 * \% C + 6,3 * \% Mn + 36,3 * \% Ni + 10,8 * \% Cr + 46,6 * \% Mo)$$

Hvor M_s er gitt °C og legeringselementer i vekt %.



Figur 2.3: Illustrasjon av mikrostrukturen til nålmartensitt. Basert på figur av Carrouge. [18]

2.3.2 Austenitt

I martensittisk rustfrie stål kan austenitt forefinnes på hovedsakelig to måter. Ved økende mengde legeringselementer vil M_s senkes, og følgelig vil martensitttransformasjonen være ufullstendig ved avkjøling fra austenittområdet. Martensitt vil dermed sameksistere sammen med såkalt restaustenitt og delta-ferritt. I litteraturen blir en annen form for austenitt betraktet. Dannelsen av reversert austenitt er blitt vurdert opp i mot de mekaniske egenskapene til martensittisk rustfrie stål[3, 10, 15]. Reversert austenitt forekommer ved under anløpning, og er nærmere beskrevet i kapittel 2.4.2.

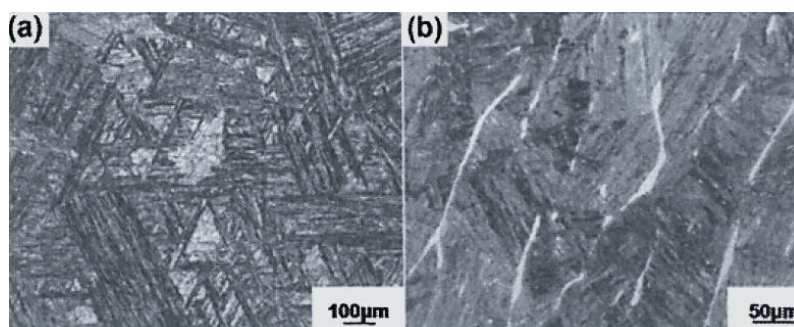
Seigheten til materialet øker med økende mengde austenitt. En teori bak dette er drøftet, og baserer seg på den såkalte "crack blunt"-modellen: når en sprekk propagerer vil den etter hvert stoppe når den treffer den duktile, stabile austenitt(FCC)-fasen. Dermed vil austenitten gå over til martensitt (BCT). Denne

overgangen vil dermed ta opp mye energi, slik at materialet blir mer motstandsdyktig mot brudd. [19]

2.3.3 Ferritt

I martensittisk rustfrie stål kan to typer ferritt være tilstede i mikrostrukturen. Alfa-ferritt (α og α' Figur 2.1) og Delta-Ferritt ($\alpha(\delta)$ i Figur 2.1). Det siste har en ødeleggende effekt på seighetsegenskapene til materialet. Siden den sprø delta-ferritten befinner seg på austenittkorn grensene, kan et materiale bestående av bare små mengder delta-ferritt være utsatt for interkristallinsk sprøbrudd grunnet seigringer i materialet. Delta-ferritt er den siste fasen i smelten som størkner, og dannes ved at lokale klynger av ferrittstabiliserende elementer, som krom og molybden, oppstår i en austenittmatriks. Under avkjøling transformeres delta-ferrittkristallene til austenittkristaller ved 1300 °C, og denne transformasjonen slutter ved 1200 °C [16]. Da delta-ferritten er rik på ferrittdannere, vil sprø karbider dannes mellom ferritt og martensittmatriks under anløpning. Dette skjer ved lange holdetider [10].

Mikrostrukturen til martensittisk rustfrie stål består av en stor andel martensitt og austenitt etter austenittisering og påfølgende luftkjøling til romtemperatur. I tillegg ses delta-ferritt på tidligere austenittkorn grenser, vist i Figur 2.4. For å få en ønsket mikrostruktur er det svært hensiktsmessig å kontrollere ferrittsammensetningen, som i stor grad er avhengig av den kjemiske sammensetningen. [9]

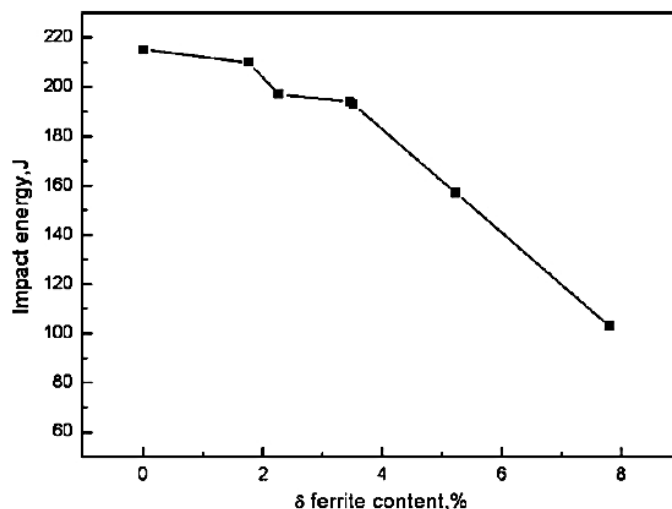


Figur 2.4: Optisk mikroskopier av a) martensitt og b) martensitt med ferritt på korn grensene. [9]

I litteraturen blir det lagt vekt på såkalt 475 °C-sprøhet i ferrittholdige rustfrie stål. Sprøheten gjør seg gjeldende rundt 475 °C, og innebærer spalting av delta-ferritt til to ferromagnetiske komponenter som er rik på jern (α) og krom (α'). Det er også rapportert om at sprøheten ved denne temperaturen kan være en kombinasjon av nevnte ferrittseigring, samtidig som karbonitrid og kromnitrid også bidrar til forsprøingen [20]. Den kromrike ferritten fører til økt hardhet, strekkfasthet og flytespenning, men minker samtidig seigheten til materialet. Det er verdt å merke seg at kimdanningen av denne ferritten er sterkt avhengig av krominnhold, se blandbarhetsluken i Figur 2.1. Det er hevdet at kimdanningen av den kromrike ferritten ikke begynne før ca. 150 timer for et 16Cr-6Ni rustfritt stål. [16]

Forskning på bruddprøver av martensittisk rustfrie stål med varierende mengde ferritt har blitt gjort av Wang *et al.* [10]. Resultatene viser at selv om ferritt er til stede i materialet (7,8 %), vil ikke øvre og nedre skårslagsverdier, dvs. energioptak ved

henholdsvis duktil og sprø tilstand på materialet, endre seg. Forandringer skjer derimot med omslagstemperaturen, som øker med mengden ferritt, noe som indikerer økt sprøbruddtendens. Forfatteren legger vekt på at grunnen til dette er forskjellene i duktilitet og styrke hos martensitt og ferritt, og at sprø karbider oppstår mellom disse. Følgelig vil en økende ferrittkonsentrasjon føre til en reduksjon i energioptak ved skårslagstesting, vist i Figur 2.5. [10]



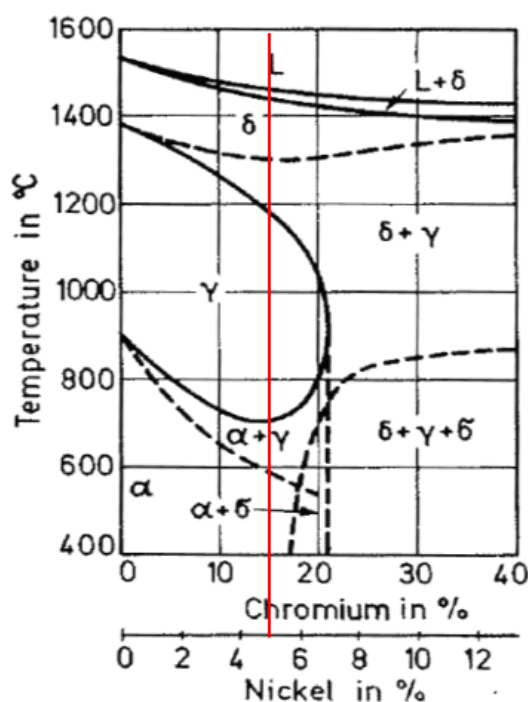
Figur 2.5: Energiopptak ved skårslagstesting som funksjon av ferrittkonsentrasjonen i et 13Cr-4Ni martensittisk rustfritt stål, testet ved 0 °C [10].

2.4 Varmebehandling av martensittiske rustfrie stål

Martensittiske stål er som sagt alltid brukt i herdet og anløpt tilstand. Anløpningen foregår i ferrittområdet (α). For martensittisk rustfrie stål med krom-nikkel-forhold på henholdsvis 3 til 1 er et typisk martensittisk rustfritt stål indikert med en rød linje i det pseudobinære fasediagrammet i Figur 2.6. [16]

Den røde streken i fasediagrammet viser sammensetningen til et typisk martensittisk rustfritt stål, i dette tilfellet 16Cr-5Ni-1Mo. Det er viktig å være klar over usikkerheten forbundet med slike fasediagram, da disse viser tilstanden til materialet ved fullstendig likevekt. De heltrukne linjene viser faseovergangene, mens de stiplede linjene er en indikasjon på faseovergangene. [16]

Feil som følge av ukorrekt varmebehandling er et problem for martensittisk rustfrie stål, og varmebehandlingen må derfor gjøres med varsomhet. Martensittiske rustfrie stål er spesielt utsatt for overflatekarburisering under varmebehandling hvis atmosfæren i ovnen ikke er tilstrekkelig kontrollert. [21]



Figur 2.6: Pseudobinært fasediagram for Fe-Cr-Ni. Rød strek markerer typisk sammensetning for et martensittisk rustfritt stål[16].

2.4.1 Normalisering og homogenisering

Hensikten med normalisering for martensittisk rustfrie stål er å forfine austenittkornene, løse opp karbider for tilslutt, etter luftkjøling, å få en fullstendig martensittisk mikrostruktur. Austenittkornstørrelsen øker nærmest eksponentielt med normaliseringstemperaturen[9]. Forskning har vist at normaliseringstemperaturen bør være på 1050 ± 10 °C i ca. 30 minutter. [12] [9]

I samme temperaturområde er det vanlig å homogenisere materialet, men hensikten er forskjellig fra normalisering. Når et martensittisk rustfritt stål homogeniseres, er formålet å fjerne seigringer, og å få en homogen austenittisk struktur.

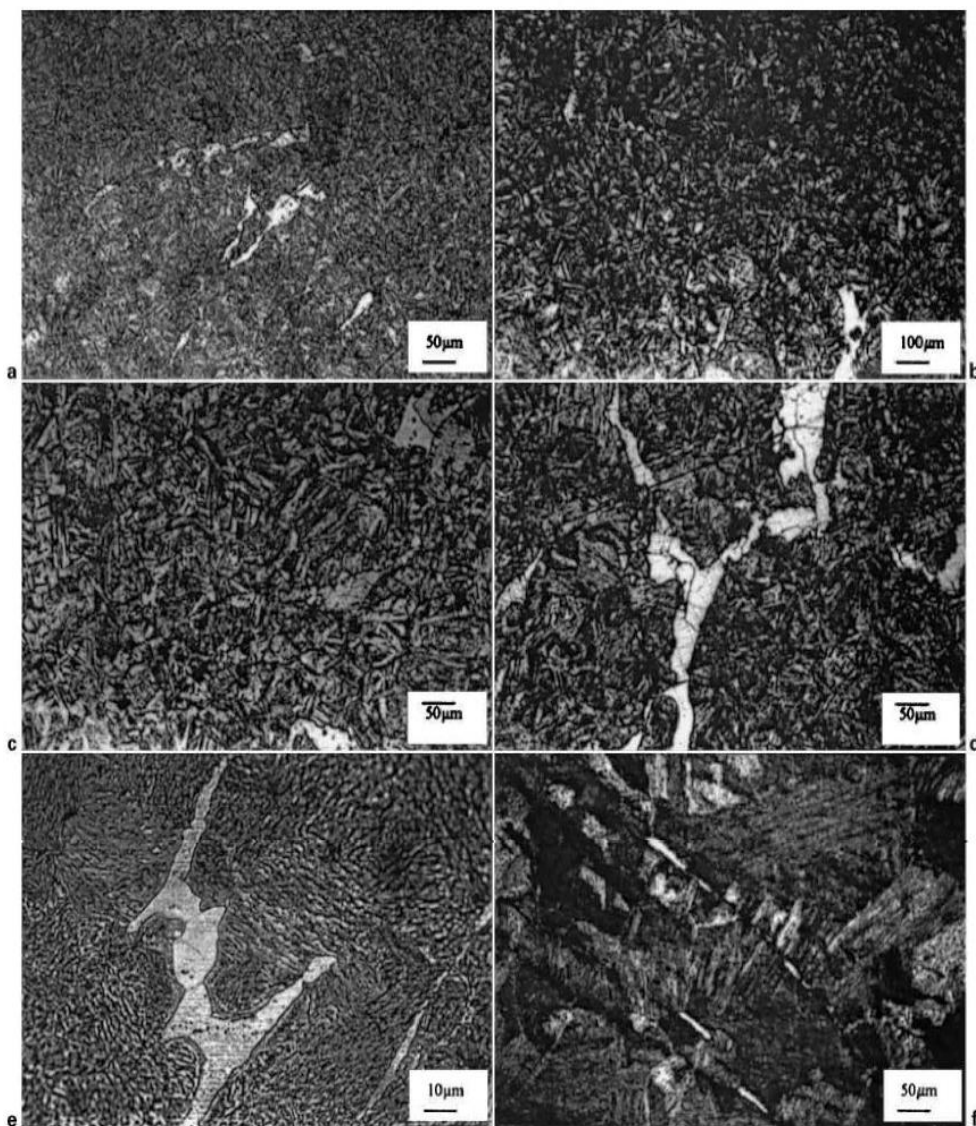
Martensittisk rustfrie stål er selvherdende, hvilket vil si at martensitt dannes selv ved lave avkjølingshastigheter.

2.4.2 Enkel anløpning

Hensikten med å anløpe materialet etter avkjølingen fra normalisert tilstand er å løse opp restspenninger, både termiske og mekaniske, samt det å øke duktiliteten til materialet. Ved å omdanne noe av den sprø martensittiske mikrostrukturen til en myk austenittisk struktur (reversert austenitt) vil materialet inneha tilfredsstillende egenskaper med hensyn på duktilitet og styrke [9]. Ifølge Song *et al.*[22] vil ikke den reverserte austenitten dannes før under anløpning ved 550 °C for et lignende martensittisk rustfritt stål. Gyldigheten av denne temperaturen er diskutert i kapittel 5.3

Ved lave temperaturer over omdanningstemperaturen til austenitt (A_{c1} , ca. 600 °C i Figur 2.6), vil den nye austenitten være rik på austenittstabiliserende elementer, som nikkel, karbon og nitrogen. Disse vil være med på å senke M_s , slik at austenitten er stabil ved avkjøling til romtemperatur. Ved høyere temperaturer over A_{c1} vil derimot større andel austenitt dannes, og den relative mengden av austenittstabiliserende elementer vil være mindre enn i det første tilfellet. Dermed vil austenitt omdannes fullstendig til martensitt når austenittandelen i det interkritiske temperaturområdet er tilstrekkelig stor. [18, 23]

Al Dawood *et al.* [6] har undersøkt mikrostrukturen ved forskjellige anløpnings-temperaturer, og resultatet er gitt i Figur 2.7. Figur 2.7a viser en bråkjølt prøve fra 1050 °C, og inneholder strenger av delta-ferritt og så og si ingen austenittstruktur. Ved økende anløpningstemperatur dekomponeres martensitt til austenitt, slik at austenittandelen i prøvene øker, og når sitt maksimum i Figur 2.7e ved 625 °C. Ved 750



Figur 2.7: Optiske mikrografier av 16Cr-5Ni-1Mo som er a) bråkjølt, b) anløpt ved 400 °C, c) anløpt ved 475 °C, d) anløpt ved 550 °C, e) anløpt ved 625 °C, f) anløpt ved 750 °C, alle i 4 timer. Etsen Fry's reagent er brukt [6].

°C består strukturen av martensitt og en mindre andel austenitt enn ved 625 °C. Det er verdt å merkes seg at delta-ferritt ses for alle de fem anløpningstemperaturene, noe som ble presisert i 2.3.3 som omhandlet ferritt. [6]

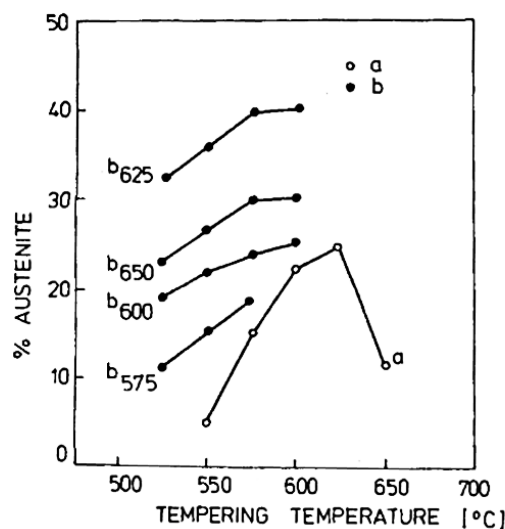
2.4.3 Dobbel anløpning

Hensikten med å anløpe materialet to ganger er for å fjerne restaustenitt, i tillegg til å øke andelen ny, seig austenitt i materialet (kalt reversert austenitt). Det er dokumentert at andelen reversert austenitt øker med anløpningstemperaturen etter dobbel anløpning sammenlignet med prøver utsatt for én anløpning. Begge anløpningsprosedyrene viser en reduksjon i austenittandel for temperaturer over ca. 600 °C. [9]

Et forslag på mekanismen som foregår er gitt: anløpt martensitt, reversert austenitt og nydannet martensitt etter den første anløpningen eksisterer etter bråkjøling. Disse strukturene opptrer som gunstige kimdanningspunkt for den nye, reverserte austenitten som dannes ved den andre anløpningen[9]. Wang *et al.* [24] har dokumentert en markant økning i austenittandel etter 620 °C - 660 °C som enkel anløpningstemperatur og 600 °C som dobbel, og argumenterer også for økt nukleeringspunkt for den nydannede reverserte austenitt som dannes under den andre anløpningen [24].

Hubáčková *et al.* har gjort undersøkelser av enkel og dobbel anløpning og austenittandelen for et 13Cr-6Ni-0,56Mo martensittisk rustfritt stål. Resultatet av XRD-undersøkelser er vist i Figur 2.8. a) viser til enkelt anløpte prøver, mens b) viser dobbelt anløpte prøver. Indekseringene av b) indikerer den første anløpningstemperaturen. [11]

Hvis en tar hensyn til at samme temperatur blir brukt for både enkel og dobbel anløpning, er det tydelig at under en dobbel anløpning øker austenittandelen sammenlignet med etter en enkel anløpning (575 °C og 600 °C). Det er i tillegg verdt å



Figur 2.8: Austenittandel som funksjon av anløpningstemperaturer. a) viser variasjonen for prøver utsatt for enkel anløpning, mens b) viser for dobbelt anløpte prøver. Indekseringen av b) viser ved hvilken temperatur den første anløpningen har funnet sted.[11]

merke seg at den største forskjellen i austenittandelen mellom enkel og dobbel anløpning ses ved 625 °C. Etter denne temperaturen synker austenittandelen igjen, som tidligere hevdet av Li *et al.* [9] Fra Figur 2.8 vises dette likevel kun for enkel anløpning (a). [11]

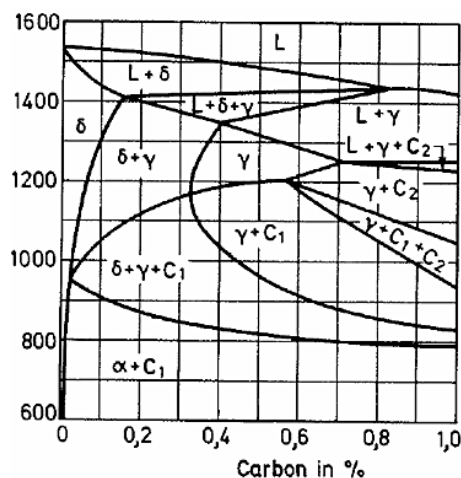
2.4.4 Presipitering

Grunnet lave karbonkonsentrasjoner i martensittisk rustfrie stål er karbidutfelling i disse ståltypene ikke så vanlig som i ferrittisk rustfrie stål. For lave karbonkonsentrasjoner vil karbonet være i fast løsning ved relativt lave temperaturer, noe som dermed hindrer karbidutfelling ved avkjøling. Ved påfølgende anløpning av materialet vil derimot en del grove karbider utfelles på korn grensene, mellom ferritt- og martensittfasen [13]. Her blir først fine karbider av typen $M_{23}C_6$ dannet, hvor M er en metallisk blanding av jern og krom. Karbidutfelling i tillegg til utfelling av karbonnitrid vil også skje i midten av kornene [16]. Det vektlegges i tillegg at karbider av typen M_3C , $M_2(C,N)$, M_7C_3 kan presipiteres under anløpning i lav-karbon martensittisk rustfrie stål. [25]

Et rent kromkarbid av typen $Cr_{23}C_6$ er uønsket, da den fører til kromutarming på korn grensene som gjør materialet utsatt for interkrystallinsk korrosjon. [12]

Utfelling av Sigma-faser skjer sjeldent i martensittisk rustfrie stål grunnet den lave kromkonsentrasjon. Likevel, ifølge Folkhard [16] kan presipitering av fasene Laves, Sigma og Chi skje ved lange holdetider for martensittisk rustfrie stål ved ca. 550 °C, men dette gjelder kun med legeringer som inneholder oppimot 17 % krom. Grunnet presipiteringseffekten rundt 480 °C, som virker inn på hardhet, er applikasjonsområdet til slike martensittisk rustfrie stål begrenset til lavere temperaturer. [16]

Som vist i Figur 2.9 kan $M_{23}C_6$ presipiteres ved temperaturer under 800 °C fra veldig små til store karbonkonsentrasjoner (0,01-1 %). Ved små mengder av molybden i materialet vil en større hardhet oppnås etter anløpning. Dette på grunn av dannelsen av harde molybdenkarbider (Mo_2C). [12]



Figur 2.9: Fasediagram Fe-C med 17 % Cr. $C_1 = M_{23}C_6$, $C_2 = M_7C_3$ [16].

2.5 Mekaniske egenskaper til martensittisk rustfrie stål

Det er gjort flere undersøkelser av den første anløpningstemperaturens innvirkning på de mekaniske egenskapene til martensittisk rustfrie stål [6, 7, 9, 15, 26]. Undersøkelsene omfatter hardhet, strekkfasthet, flytegrense, bruddforlengelse og skårslagseighet som funksjon av anløpningstemperatur.

Al Dawood *et al.* [6, 7] har gjennomført mekaniske testing på et 16Cr-5Ni-1Mo martensittisk rustfritt stål som funksjon av enkel anløpningstemperatur, og er grafisk vist i Figur 2.10. I a) og d) i denne figuren, hvor henholdsvis hardhet og strekkfasthet/flytegrense vises, ses et toppunkt ved ca. 475 °C. Austenittandelen i b) når et toppunkt ved 625 °C, og ved denne temperaturen oppnår materialet størst seighet, (c). Figur 2.11 viser a) bruddforlengelse og b) bruddkontraksjon for samme materiale. [6, 7]

Av de nevnte forfatterne er følgende teori gitt som forklaring på hva som ses i Figur 2.10 og Figur 2.11:

- **400 °C - 475 °C**

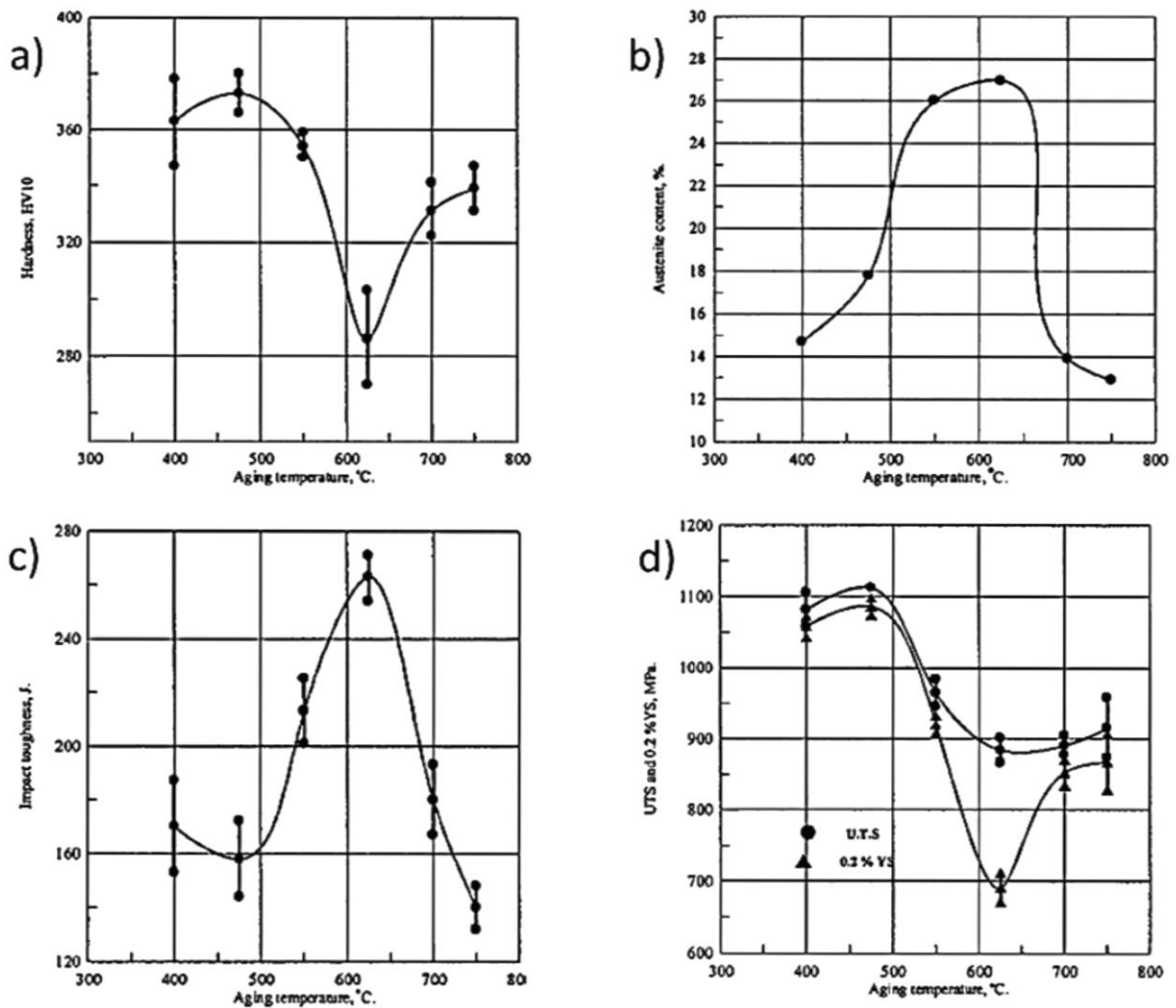
Ved 400 °C og over mykner martensittmatriksen, og indre spenninger løses opp mellom martensittnålene (se Figur 2.3). I tillegg øker andelen austenitt, men dets bidrag til seighet blir i dette temperaturområdet liten pga. presipitering av fine Mo₂C-partikler mellom martensittnålene. Det er grunn til å tro at disse karbidene bidrar til sekundærherding av materialet i dette temperaturområdet, vist i Figur 2.10 a) og d). Sekundærherdingen medfører en lav seighet (c) i dette området. Det vektlegges at ferritt her også kan være medvirkende til lav seighet og høy styrke og hardhet, der hvor ferritt foreligger som tråder i martensittmatriksen (Figur 2.4b). Ferritt kan føre til presipitering av sprø faser, spesielt synlig ved 475 °C, som tidligere nevnt i bakgrunnskapitlet. [7]

- **475 °C - 625 °C**

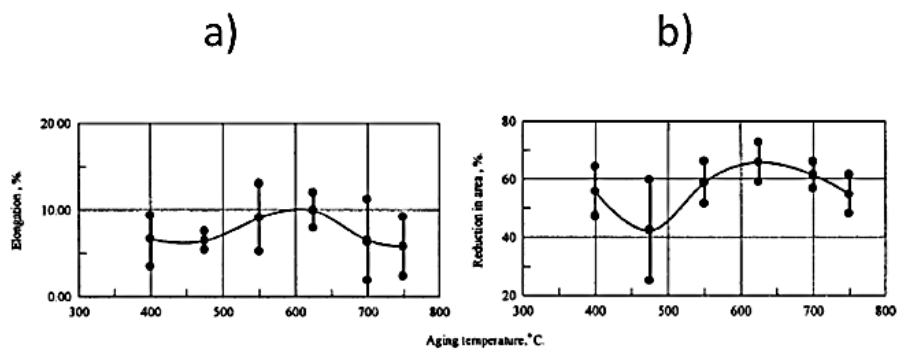
En reduksjon i både styrke og hardhet, samtidig som seigheten øker, er godt synlig i dette temperaturområdet. Det legges vekt på at oppløsningen av Mo-karbidene, og muligens Laves-fasen (Fe₂Mo) er skyld i dette. Igjen, materialet blir mykere, og dislokasjonstettheten reduseres og restspenninger mellom martensittnålene blir mindre. Dette må følgelig vurderes som et sterkt bidrag til forandringen i seighet, styrke og hardhet. I tillegg når austenittandelen et maksimum i temperaturområdet, og vil dermed være med på å øke seigheten til materialet. [7]

- **Over 625 °C**

Austenittenandelen blir mindre, og den gjenværende austenitten blir ustabil. Dette pga presipiteringen av M₂₃C₆, og muligens TiC. Karbidene presipiteres enten mellom martensittnålene, i delta-ferritten, eller mellom disse. Pga. ustabiliteten til austenitten, vil denne gå over til uanløpt martensitt. Dette er spesielt fremtredende ved 700-750 °C [7]. Song *et al.* påpeker at grunnen til ustabiliteten til



Figur 2.10: a) Hardhet, b) austenittandel, c) seighet og d) forskjøvet flytespenning (0,2 % YS) og strekkfasthet (U.T.S) som funksjon av enkel anløpningstemperatur for et 16Cr-5Ni-1Mo martensittisk rustfritt stål, alle for prøver anløpt i 4 timer.



Figur 2.11 : a) Forlengelse og b) arealreduksjon som funksjon av enkel anløpningstemperatur for et 16Cr-5Ni-1Mo martensittisk rustfritt stål, begge for prøver anløpt i 4 timer.

austenitt, i tillegg til karbonkonsentrasjonen, trolig er forårsaket av reduksjonen av nikkelskonsentrasjonen med økende anløpningstemperatur[22].

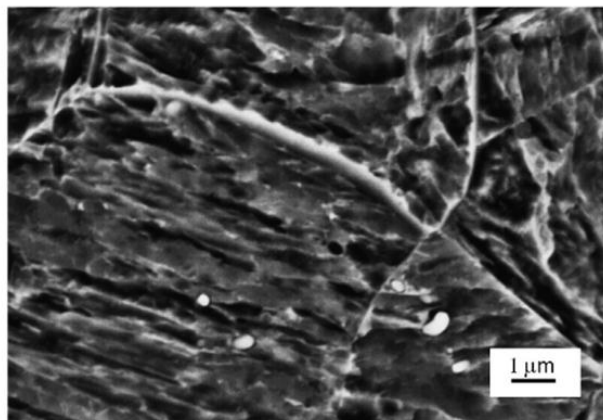
Lignende studie av Qin *et al.* [2] har blitt gjort på et materiale med omtrentlig lik kjemisk sammensetningen som materialet Al Dawood *et al.* [6, 7] har undersøkt, men et noe snevrere anløpningstemperaturintervall er valgt (fra 520 °C til 640 °C). I studiet av Qin *et al.* [2] er også seigheten størst ved ca. 600 °C. Forfatterne mener at dette skyldes den økende austenittandelen, som også ble hevdet av Al Dawood *et al.* [6, 7]. Det som derimot skiller disse studiene er temperaturen hvor sekundærherdingen inntreffer. Qin *et al.* [2] hevder det skjer ved 575 °C, med Al Dawood *et al.* [6, 7] antyder at sekundærherding ses ved 475 °C, jfr. Figur 2.10a og d.

Ifølge en studie av Isfahany *et al.* [27] gjort på et 13Cr-0.2Ni martensittisk rustfritt stål, skyldes økningen i hardhet i området 400-500 °C dannelsen av M_7C_3 mellom martensittnålene (se Figur 2.1). Trolig er det en kombinasjon av M_7C_3 og Mo_2C som bidrar til sekundærherdingen. [12]

Balan *et al.* [4] legger vekt på at den nevnte sekundærherdingseffekten i stor grad er relatert til austenittandelen ved anløpning. Under 500 °C løses metastabile karbider av typen M_3C opp, som produserer lokale klynger rik på karbon som fungerer som gunstige kimdanningspunkt for austenitt. Ved høyere temperaturer, ved 500-550 °C, vil austenitten danne mer stabile karbider av typen M_7C_3 og $M_{23}C_6$. Før karbidene bidrar til sekundærherdingen vil disse karbidene forgroves og materialet blir mykere. [4, 8]

En studie av Calliari *et al.* [8] har blitt gjort på et 13Cr-1Ni-2Mo martensittisk rustfritt stål. Sekundærherdingen er ikke så tydelig som tilfellet med 16Cr-5Ni-1Mo. Grunnen til dette er, ifølge samme forfattere, forskjellen i krominnhold hos disse stålene, da krom har et vesentlig herdebidrag i form av karbiddannelse [8].

Morfologien på karbidene har noe å si for styrken til materialet. Calliari *et al.* [8] påpeker at under 400 °C er karbidene fine og jevnt fordelte. Ved sekundærherding rundt 550 °C vil karbidene legge seg finfordelte på korn grensene, vist i Figur 2.12. Over 600 °C, derimot, er grove blokker av karbider observert på korn grensene. [4, 8]



Figur 2.12: SEM-mikrografi av 13Cr-1Ni-2Mo anløpt ved 540 °C. Karbidene er plassert langs korn grensene.[8]

3 EKSPERIMENTELLE METODER

3.1 Materialspesifikasjon

Prøvematerialer i denne oppgaven er av typen S165M gitt av Scana Steel Stavanger AS. Den kjemiske sammensetningen har blitt målt tre ganger på tre ulike charger etter normalisering ved 1050 °C i 6 timer og 45 minutter og herding ved 1000 °C 2 timer og 19 minutter. For varmebehandlingsforløp, se Appendiks 1 og Appendiks 2. Spredning i målt kjemisk sammensetning er vist i den midterste kolonnen i Tabell 3-1, og tatt fra målingene av blokker av charge A22711, A22685 og A22668. Underveis ble det behov for nye prøver, og disse ble tatt fra en blokk fra charge A22820 med kjemisk sammensetning vist til høyre i Tabell 3-1. Alle strekkprøvene og skårslagsprøvene ble tatt ut parallelt med langsiden så nære overflaten av godset som mulig. Den kjemiske sammensetning er målt med et spektrometer.

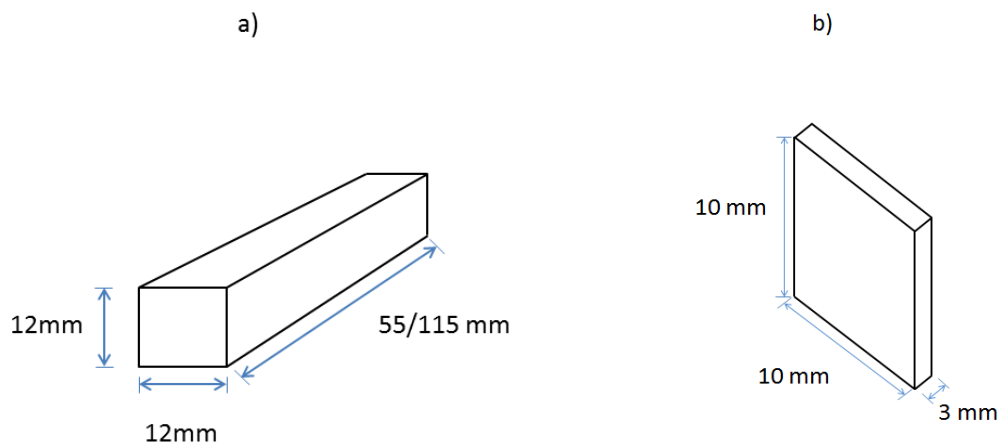
Tabell 3-1: Kjemisk sammensetning for S165M.

<i>Element</i>	<i>Konsentrasjon i utgangsmaterialet [vekt %]</i>	<i>Konsentrasjon i materialet brukt til nye strekkprøver [vekt %]</i>
C	0,031 - 0,033	0,033
Si	0,54 - 0,62	0,62
Mn	0,67 - 0,76	0,82
S	0,010	0,001
P	0,018 - 0,024	0,019
Cr	16,08 - 16,25	16,06
Ni	4,78 - 5,33	4,91
Mo	0,93 - 0,97	0,95
Cu	0,11 - 0,16	0,09
Al	0,0070 - 0,010	0,008
Ti	0,010	0,001
N	0,023 - 0,044	0,036
Co	0,060 - 0,080	0,05
Nb	0,050 - 0,070	0,007
V	0,040 - 0,050	0,04

3.2 Grovmaskinering

Materialet ble i utgangspunktet levert i tre blokker fra hver sin charge à ca. 5 kg hver. Strekkprøvene ble tatt ut parallelt med blokk lengden nær overflaten, mens skårslagsprøvene ble tatt ut på tvers av lengden. Det ble maskinert 36 skårslagsprøver med dimensjoner 12x12x55 mm fordelt på 12 anløpningsforløp (seks anløpninger for

både enke og dobbel anløpning). Det ble også maskinert 5 nye strekkprøver i tillegg til de andre 24, alle med dimensjoner 12x12x115 mm. Det ble dermed 65 prøver totalt. Oversikt over dimensjonene ses i Figur 3.1a). I tillegg ble 13 småprøver på ca. 10x10x3 mm laget for mikrostrukturundersøkelser(Figur 3.1b)). Disse ble tatt fra samme charge.



Figur 3.1: Dimensjonene for grovmaskinerte prøvene, a) for strekktesting (115 mm) og skårslagtesting (55 mm) og b) for mikrostruktur.

3.3 Anløpning

Anløpningsforløpet er vist i Tabell 3-2. Scana Steel Stavanger AS, som leverte prøvene, opererer med 6 timer som anløpningstid. I tillegg ble et anslag på 20 min brukt som tid for oppvarmingen.

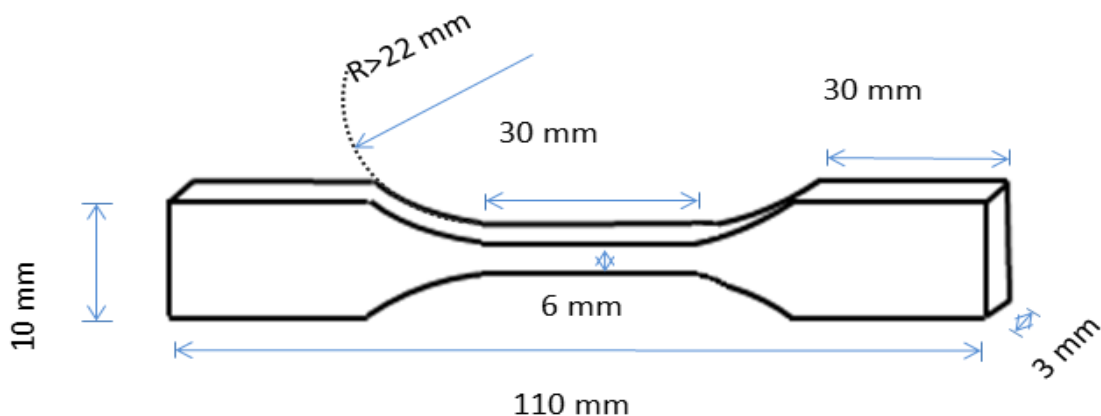
Anløpningen foregikk i en Nabertherm N17/HR C290 varmluftsovn. Temperaturen ble sikkerhetsmålt med et montert termoelement i ovnskammeret og en Fluke II Type K temperaturmåler, som viste den faktiske temperaturen i ovnen. Prøvene ble bråkjølt i vann etter hver anløpning.

Tabell 3-2: Anløpningsparametre og fordelinger av strekkprøver og skårslagprøver. Anløpningstid på 6 timer og 20 min ble brukt.

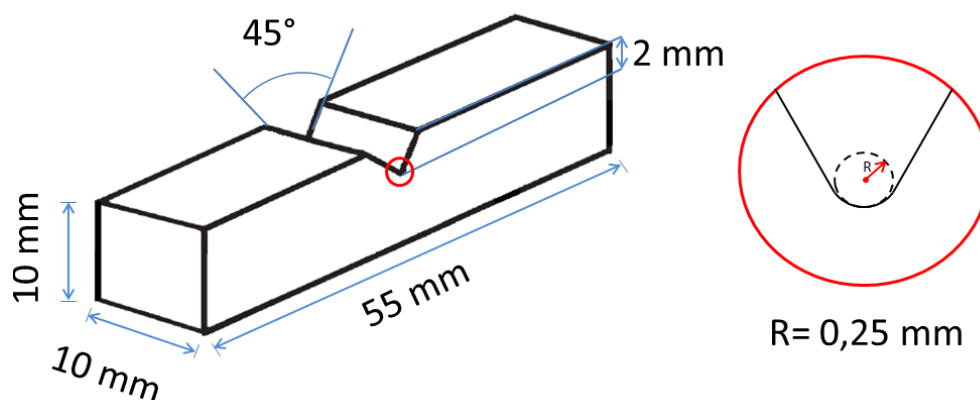
	Anløpningstemperatur [°C]	Antall strekkprøver	Antall skårslagsprøver
Enkel anløpning	480	2	3
"	490	"	"
"	500	"	"
"	510	"	"
"	520	"	"
"	530	"	"
Dobbel anløpning	480 + 480	"	"
"	490 + 490	"	"
"	500 + 500	"	"
"	510 + 510	"	"
"	520 + 520	"	"
"	530 + 530	"	"

3.4 Finmaskinering

Etter anløpning ble prøvene finmaskinert som vist i Figur 3.2 og Figur 3.3.



Figur 3.2: Dimensjonene på strekkprøvene. Basert på figur av [28]



Figur 3.3: Dimensjonene på skårslagprøvene. Basert på figur av Lei et al. [29]

Underveis ble det aktuelt å maskinere fem nye strekkstaver. Disse ble forsøkt maskinert som vist i Figur 3.2. Da det viste seg at de nye maskinerte strekkstavene ikke var tilfredsstillende maskinert, ble de etter-maskinert. Dimensjonene på de fem nye strekkstavene ble til slutt:

- 40 mm som innsnevringens lengde (30 mm i utgangspunktet).
- 5 mm som innsnevringens høyde (6 mm i utgangspunktet).
- 100 mm som total lengde (110 mm i utgangspunktet).
- 20 mm som skulderlengde (30 mm i utgangspunktet).

De øvrige dimensjonene ble som vist i Figur 3.2, dvs. en total tykkelse på 3 mm og en total høyde på 10 mm.

De nye strekkprøveparallelene ble kun brukt til videre bruddtøyningsanalyser.

3.5 Mikrostrukturanalyser

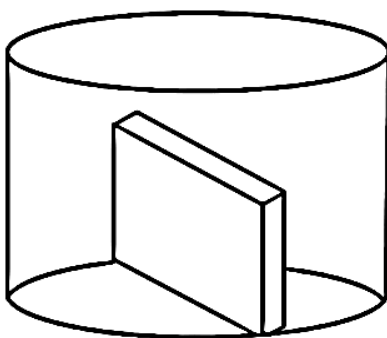
Prøvene for mikrostrukturundersøkelser ble, etter anløpning, støpt inn i ClaroCit epoxy levert av Struers. Mikrostrukturen ble sammenlignet med en uanløpt prøve.

Alle prøvene ble slipt med SiC-papir levert av Struers. En slipemaskin av typen Struers RotoPol-31, og påmontert Struers RotoForce-4 ble brukt. Rekkefølgen sliping ble gjort på var som følger (ca. 2 min på hver):

- 320 mesh
- 500 mesh
- 1000 mesh
- 2400 mesh
- 4200 mesh

For polering ble poleringsdukene Mol $3\mu\text{m}$ og Nap $1\mu\text{m}$ brukt på poleringsmaskinen Struers TegraForce-5 Deretter ble prøvene etset i Marbles ets i 30 sekunder. Etsen består av 4g CuSO_4 pulver, 20mL 67 % HCl og 20 mL H_2O [30].

Lysmikroskopet som ble brukt var av typen Leica MeF4m med digitalkamera Jenoptik Laser Optik Systeme camera type ProgRes C10 plus. Bildene ble tatt med 50x objektivforstørrelse.



Figur 3.4: Innstøpt prøve med ClaroCit.

I tillegg ble Hitachi SU-6600 FESEM (Field Emission Scanning Electron Microscope) brukt med sekundærelektron-detektor til å kartlegge karbiddannelsen. En arbeidsavstand på ca. 10 mm og en akselerasjonsspennning på 5-10kV ble brukt. Strålestrøm $32\mu\text{A}$ ble brukt.

EDS-detektoren er levert av Bruker. For EDS-analyse ble 4kV brukt som akselerasjonsspennning. Strålestrøm ble satt til $32\mu\text{A}$, og arbeidsavstanden til ca. 10mm. EDS-analyse ble foretatt på en dobbelt anløpt prøve ved $480\text{ }^\circ\text{C}$ og en prøve utsatt for dobbelt anløpning ved $530\text{ }^\circ\text{C}$. I førstnevnte tilfelle ble 10kV brukt som akselerasjonsspennning for å kartlegge hvorvidt molybden var tilstede på ferrittgrensene eller ikke.

3.6 Elektropolering

Elektropolering fjerner metall uten å deformere metallet: når strøm og spenning slås på vil metallionene fra anoden løses i elektrolytten, som dermed glatter metalloverflaten. Elektropolering er nødvendig å utføre før XRD-analyse. I denne oppgaven er XRD-analyse brukt for å kartlegge austenittandelen i prøvene.

Til elektropoleringa ble tre prøver valgt ut: en uanløpt, en anløpt ved 530 °C og en dobbelt anløpt ved 530 °C. Prøvene ble slipt og polert som vist i kapittel 3.5. Etter dette ble prøvene elektropolert ved bruk av Struers LectroPol-5.

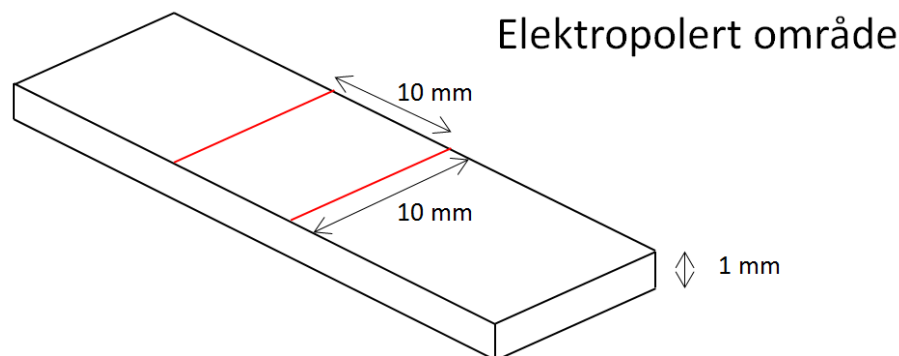
Elektrolytten som ble brukt var av typen A3. Dens sammensetning er gitt i Tabell 3-3. Temperaturen ble satt til romtemperatur (25 °C). En spenning på 20 V. Arealet på det elektropolerte arealet ble justert til å være ca. 1 cm². Poleringen foregikk i 120s. Prøvene ble til slutt rensset med zalo, vann og til slutt etanol. En oversikt over elektropoleringsparametre er gitt i Tabell 3-4. Figur 3.5 viser skissen av det elektropolerte området av strekkstaven.

Tabell 3-3: Kjemisk sammensetning av Struers elektrolytt A3. [30]

Struers Elektrolytt A3	
CH ₃ OH (methanol)	600 mL
Butylglycol	360 mL
Vogel's sparbeize	2 mL
HClO ₄	60 mL

Tabell 3-4: Elektropoleringsparametre.

Elektropoleringsparametre	
Spenning	20 V
Temperatur	25 °C
Elektrolytt	A3
Areal	1 cm ²
Poleringstid	120 s



Figur 3.5: Skisse av elektropoleringsområdet.

3.7 XRD-analyse

De elektropolerte prøvene ble montert i XRD-prøveholderen. Data ble samlet med CuK α -strålingen i området fra $30^\circ \leq 2\theta \leq 110^\circ$ med et stegintervall på $0,04^\circ$ og 0,8sek per steg. Instrumentet som ble brukt var Bruker D8 Focus med en LynxEye detector. Til å analysere resultatene med ble Bruker TOPAS v4.2 brukt med parametere gitt i Tabell 3-5. Den kvantitative Rietveld-metoden er en metode brukt for at de teoretiske data skal passe med de eksperimentelle. Dette ble gjort ved å ta hensyn til krystallstrukturen for hver fase, martensitt og austenitt. Strukturparametrene er gitt i Tabell 3-6.

Tabell 3-5: Inputparametere i Bruker TOPAS 4.2.

Inputparametere	
Emissjonsprofil	CuK α 2
Primær radius	200,5 mm
Sekundær radius	200,5 mm
Skaleringsintensitet	På
“Full axial convolution”	2,5°
“Secondary soilers”	2,5°

Tabell 3-6: Strukturparametre for kvantitativ Rietveld-analyse for martensitt og austenitt

Strukturparametere	
Enhetscelleprofil, austenitt	Fm-3m
Enhetscellelengde, austenitt (fcc)	3,59 Å
Enhetscelleprofil, martensitt	I4/mmm
Enhetscellelengde, martensitt (bct)	2,88 Å

3.8 Hardhet

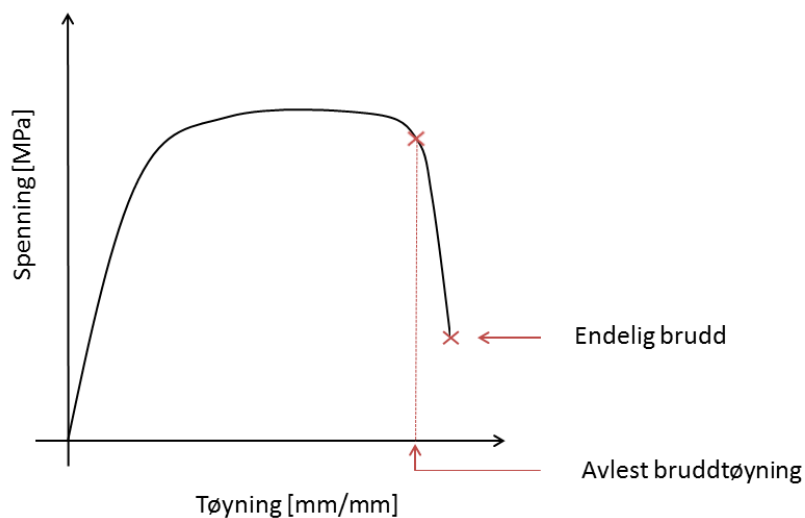
Hardheten ble målt på Struers Duramin-A2500 med 10 kg vekt og 15 sekunders belastningstid. Hardheten på prøvene ble målt 12 ganger etter hver anløpning, både for enkel og for dobbel anløpning. Til sammen ble det gjort 144 hardhetsmålinger.

3.9 Strekktesting

De 24 strekkprøvene ble testet med en MTS 810 100 kN strekkmasking med 25 mm ekstensiometer. 2mm/min som tøyningshastighet ble brukt. Testingen ble gjort ved romtemperatur. Se Figur 3.7 for oppsettet. Fra testingen ble det registrert bruddtøyning, strekkfasthet og 0,2 % flytegrense (Rp0.2) for to paralleller (videre i denne oppgaven blir 0,2 % flytegrense omtalt som flytegrense).

Fra de oppnådde strekkverdiene ble gjennomsnittet og den eksperimentelle spredningen (standardavvik) beregnet ved hjelp av Microsoft Excel 2011. Til slutt ble de forskjellige data plottet i programmet SigmaPlot v12.3.

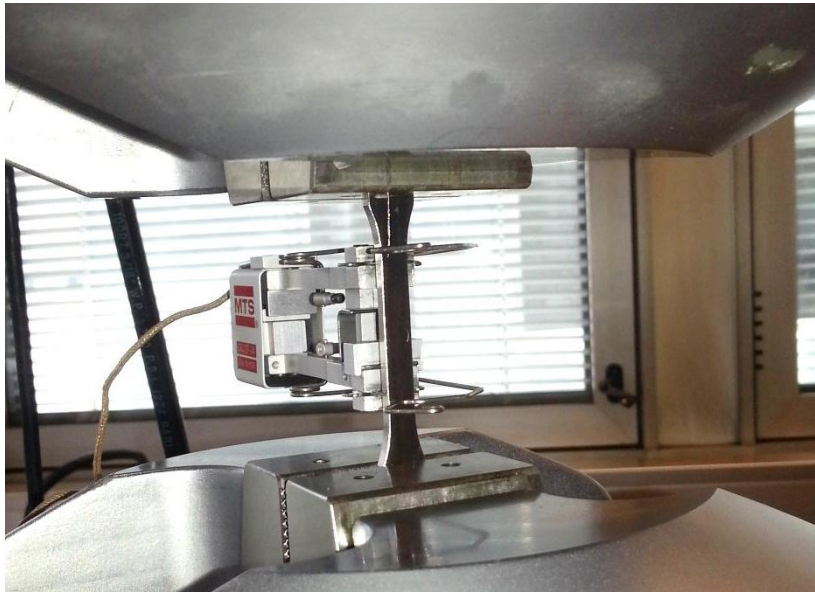
I tilfeller der strekkstavene gikk til endelig brudd etter kraftig innsnevring, ble bruddtøyninga målt som vist i Figur 3.6.



Figur 3.6: Skisse av praksis for bruddtøyningsavlesning.

3.10 Skårslagstesting

De 36 skårslagsprøvene ble testet i Zwick/Roell RKP 450-maskin ved SINTEF Materialer og Kjemi. Teoretisk svinghastighet var 5,235 m/s, total masse på loddet var 32,85 kg, og maksimal arbeidskapasitet var på 450,10 J. Prøvene ble, før testingen, lagt i et alkoholbad med temperatur -20 °C.



Figur 3.7: Strekkoppsett med påmontert ekstensiometer.

3.11 Bruddflateanalyse

Utvalgte strekkprøver ble kuttet, rensert og undersøkt i SEM. Kuttingen av strekkprøvene ble gjort med Struers Discotom-5, slik at bruddprøvene ble ca. 10 mm lange. Deretter ble prøvene rengjort og lagt i elektrolyttbad med aceton for rensing av bruddflatene.

Undersøkelsene av bruddflatene ble gjort i Hitachi SU-6600 FESEM med ca. 25 mm arbeidsavstand og 30 kV akselerasjonsspenning for å oppnå god dybdeskarphet. I tillegg ble det brukt $32\mu\text{A}$ som strålestrøm. For å få vist detaljer ble 10 kV og ca. 15 mm arbeidsavstand brukt. Videre, for EDS-analyse, 10 mm som arbeidsavstand og 4kV som akselerasjonsspenning.

4 RESULTATER

Ligningen side 5, i kombinasjon med Tabell 3-1, gir 105 °C som laveste og 130 °C som høyeste M_s for S165M. M_f blir antatt å være 100 °C under M_s [13].

4.1 Mikrostrukturanalyser

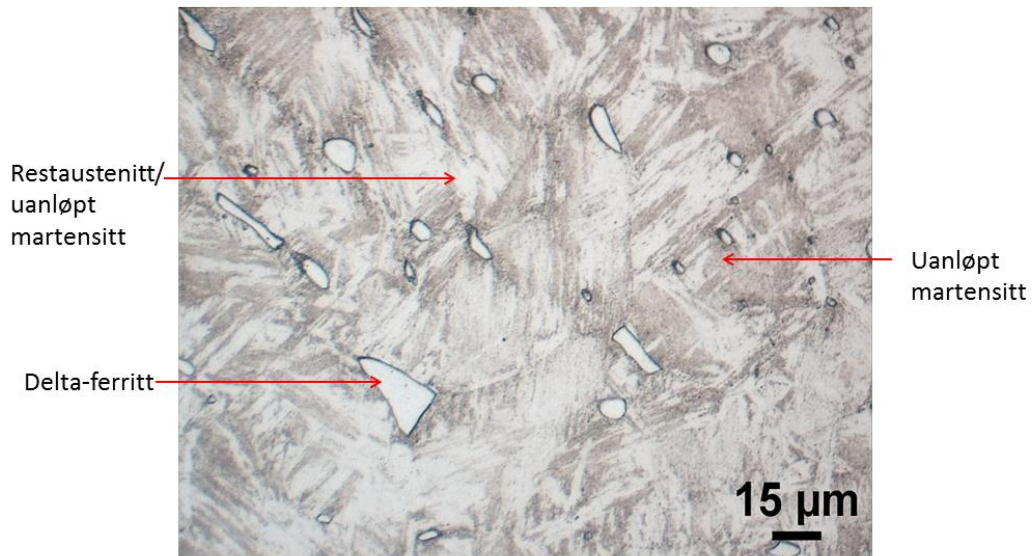
I Figur 4.1 ses mikrostrukturen til S165M etter homogenisering og herding. Nærmere detaljer for hvordan dette foregikk ses i Appendiks 1 og Appendiks 2. Både runde og avlange hvite partikler i matriks er observert. Dette er delta-ferritt. Disse partiklene ses på de tidligere austenittkorngrensene. I tillegg er brune nåler av martensitt observert. Mellom nålene ses hvite områder som ble først antatt å være restaustenitt. Det er forventet at restaustenitt er til stede i strukturen da M_f trolig ikke nås, men i og med at andelen hvitt i bildet er såpass stor er sannsynligheten liten for at dette kan være austenitt. Det hvite kan heller være martensitt, da med en annen orientering i forhold til den mørkere, og noe austenitt i mellom nålene som ikke er synlig i Figur 4.1.

Etter enkel anløpning av materialet, vist i Figur 4.2 og Figur 4.3, ses tydelig en mørkere mikrostruktur sammenlignet med den uanløpte prøven i Figur 4.1. Forskjellene mellom de ulike prøvene utsatt for enkel anløpning er små. De mørkest brune områdene er antatt å være anløpt martensitt, og de lysere brune områdene kan også her være martensitt med en annen orientering forhold til den mørkere. De helt hvite avlange områdene mellom martensittnålene er antatt å være restaustenitt.

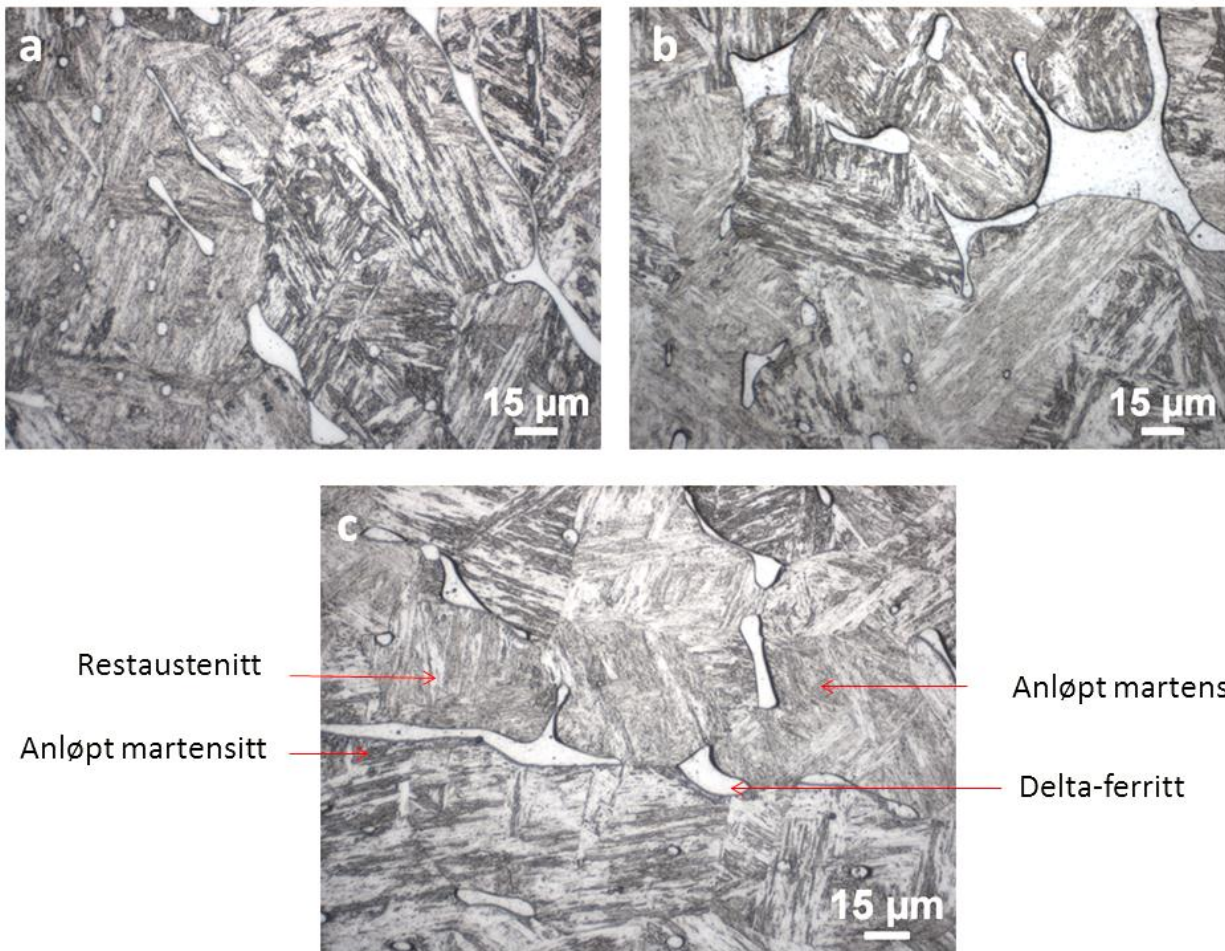
Ved dobbel anløpning, vist i Figur 4.3 og Figur 4.5, ses omtrent samme struktur som etter enkel anløpning. I tilfellet for dobbel anløpning ses også her en noe mørkere struktur ved høyere anløpningstemperaturer i det aktuelle temperaturintervallet (Figur 4.5 a), b) og c) mot tilsvarende i Figur 4.3). Dette kan være et tegn på at martensitten blir kraftigere anløpt ved høyere anløpningstemperaturer også for dobbel anløpning.

Mikrostrukturen for prøver etter dobbel anløpning ved 480 °C og 530 °C ble sett på i SEM. Da presipitering av karbider skjer først mellom ferrittpartiklene og martensitmatriks, ble ferrittgrensene undersøkt videre. EDS-analyse ble foretatt langs ferrittgrensene, og sammenlignet med martensitmatriksen og selve ferritten. SEM-mikrografiene etter dobbel anløpning ved 480 °C vises i Figur 4.6, med økende forstørrelse fra øverst til nederst. EDS-analysen ble foretatt på de blå områdene. EDS-analysen tilsa ingen nevneverdige forskjeller mellom ferritt og martensitt, og grensen mellom disse, med hensyn på relativ krom-, karbon- og molybdeninnhold.

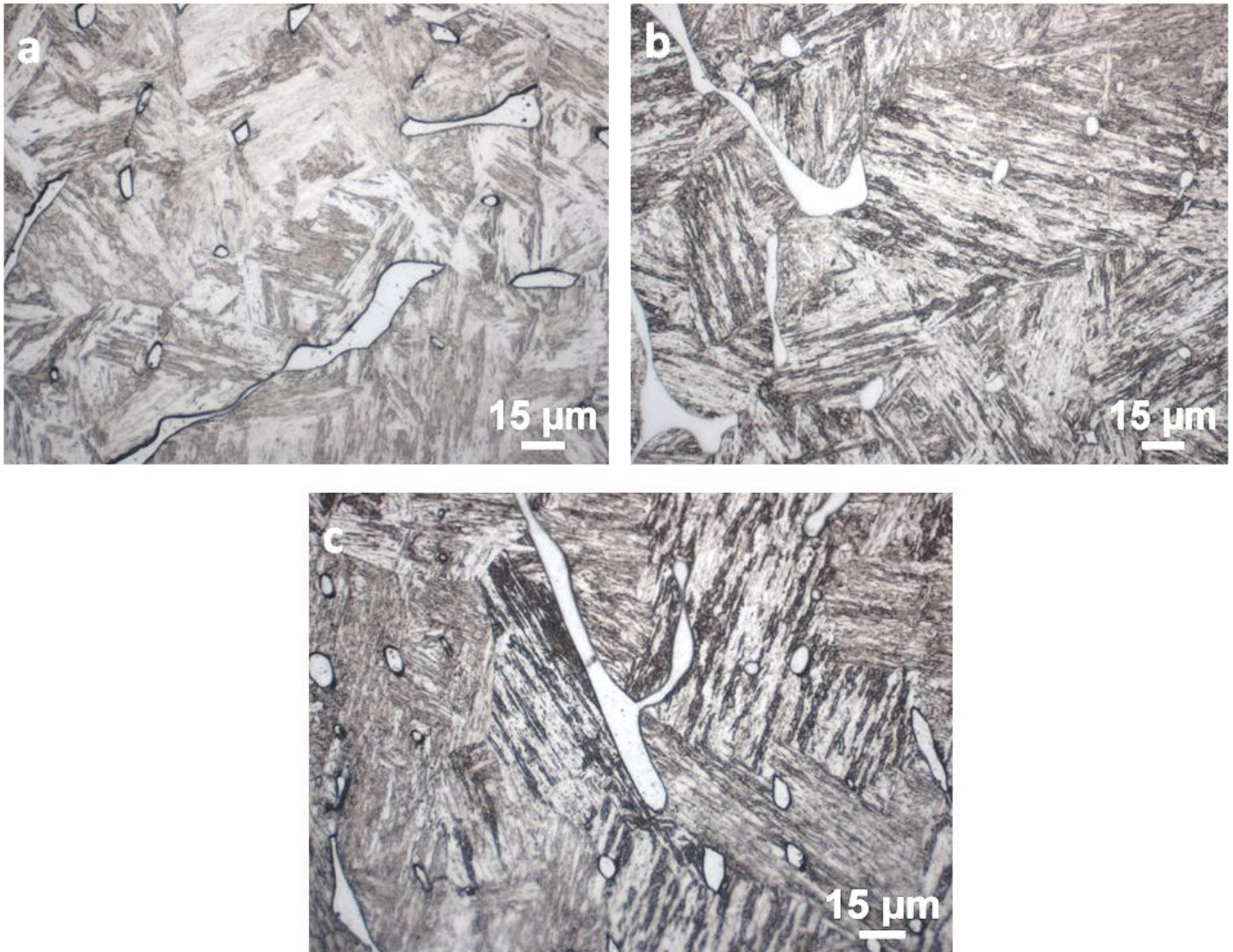
To områder rundt en ferrittgrense for en prøve som ble dobbelt anløpt ved 530 °C ble videre undersøkt. Disse er vist i Figur 4.7, i område 1 og 2. Begge områdene ble undersøkt med EDS, og EDS-analysene ble foretatt på områdene indikert med blått i figurene. Det ble også her observert små forskjeller mellom matriks og områdene rundt med hensyn på relativt krom-, karbon- og molybdeninnhold. En lignende mikrostruktur ble observert for en uanløpt prøve, og er sammenlignet med en dobbelt anløpt prøve ved 530 °C i Figur 4.8. I begge tilfeller ses en hvit partikkel-lignende struktur i matriks. Disse kan være martensittnåler som peker innover i planet.



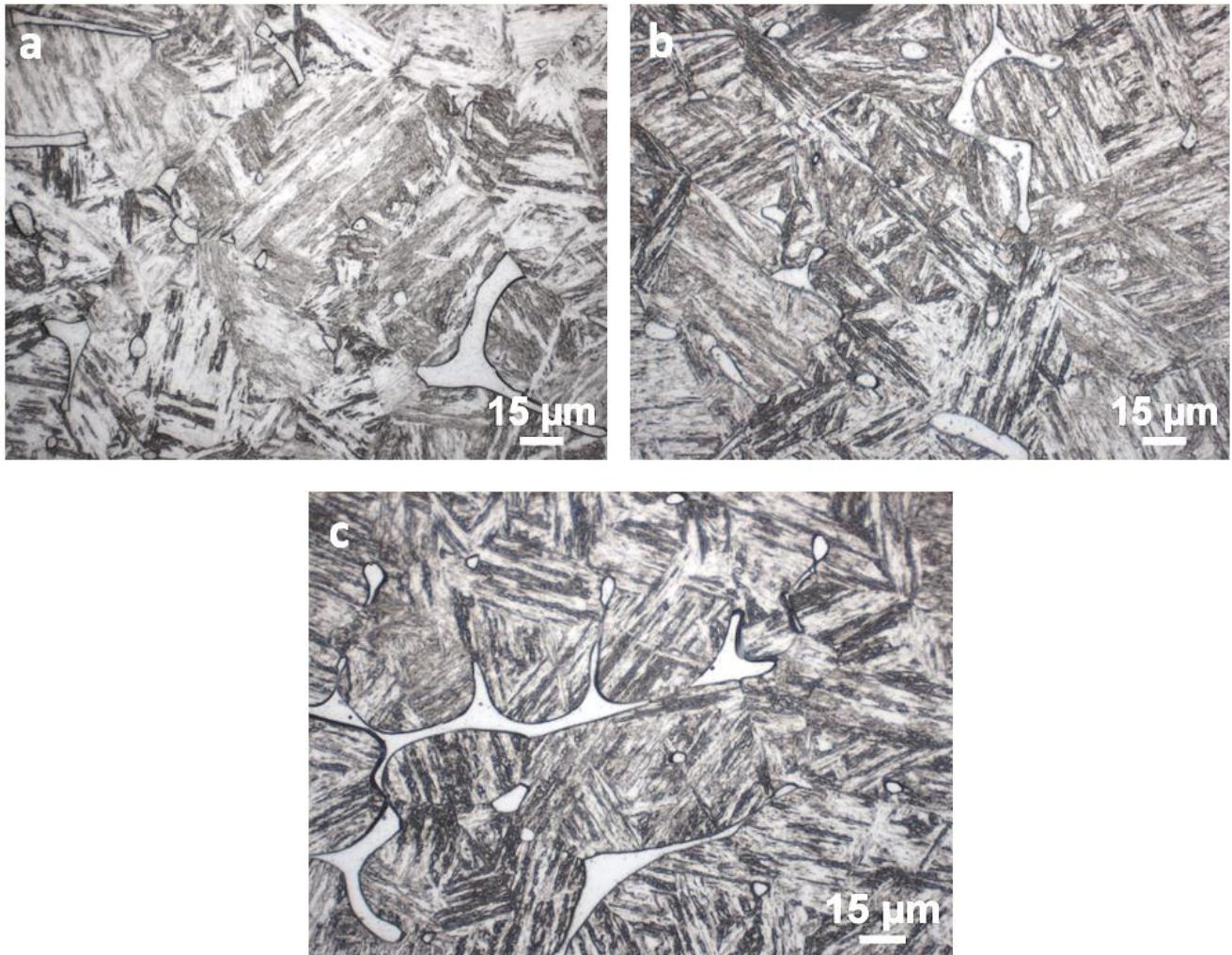
Figur 4.1: Mikrografi av uanløpt materiale ved 50x objektivforstørrelse, som levert av Scana Steel Stavanger AS.



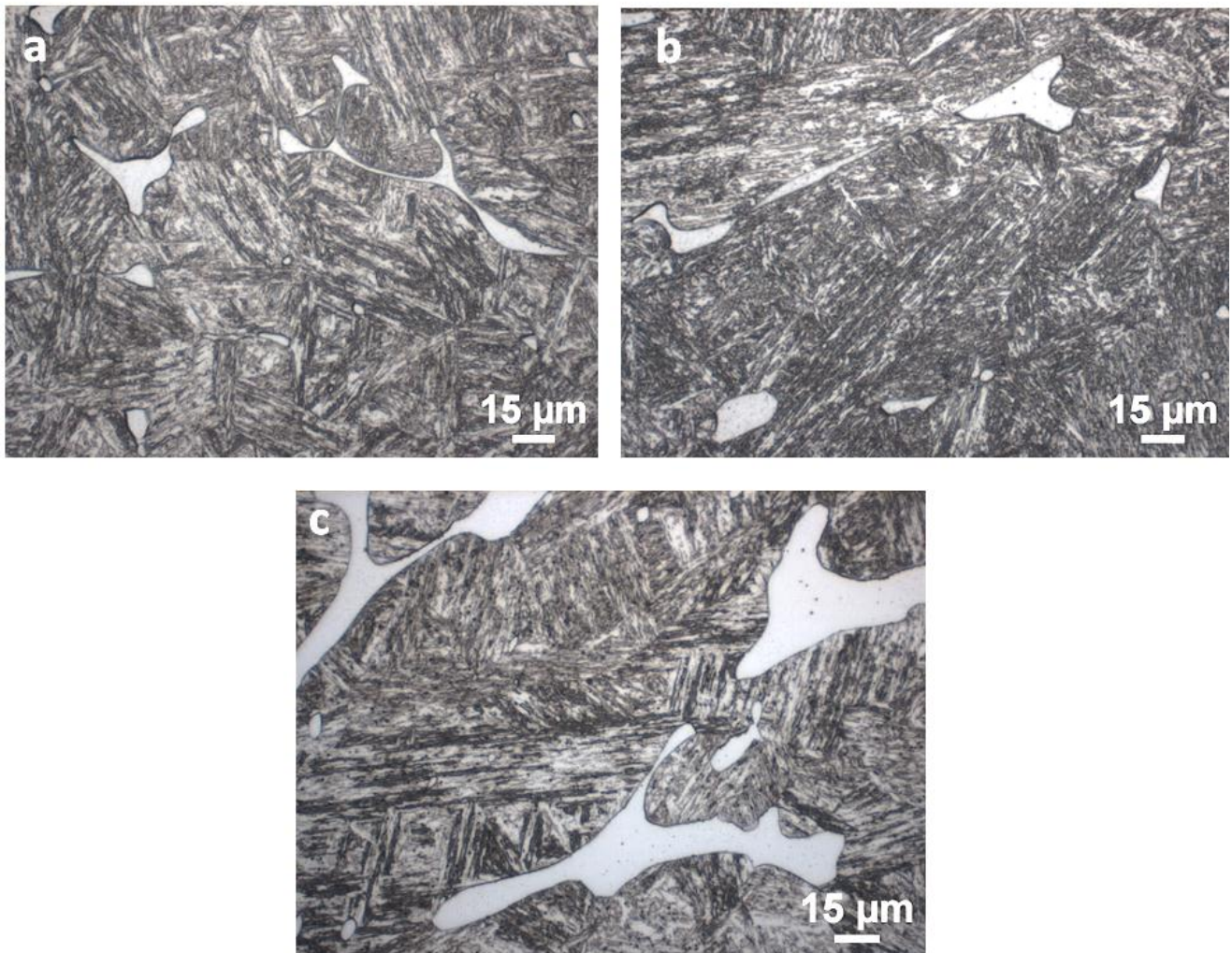
Figur 4.2: Mikrografier av enkelt anløpte prøver ved a) 480 °C, b) 490 °C og c) 500 °C, alle i 6 timer og 20 minutter. De ulike mikrostrukturene er indikert i c). 50x objektivforstørrelse.



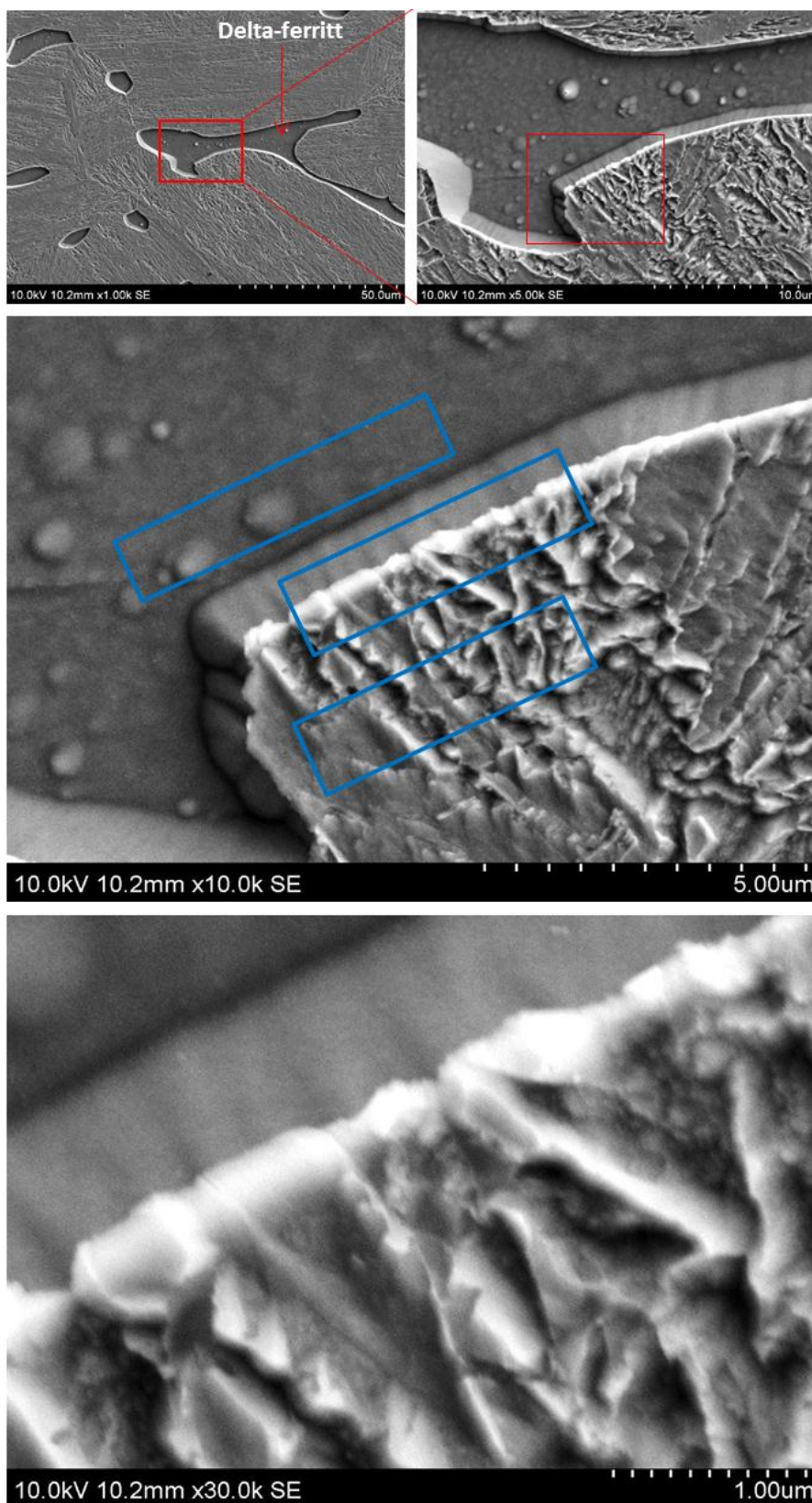
Figur 4.3: Mikrografier av dobbelt anløpte prøver ved a) 480 °C, b) 490 °C og c) 500 °C, alle i to perioder à 6 timer og 20 minutter hver. 50x objektivforstørrelse.



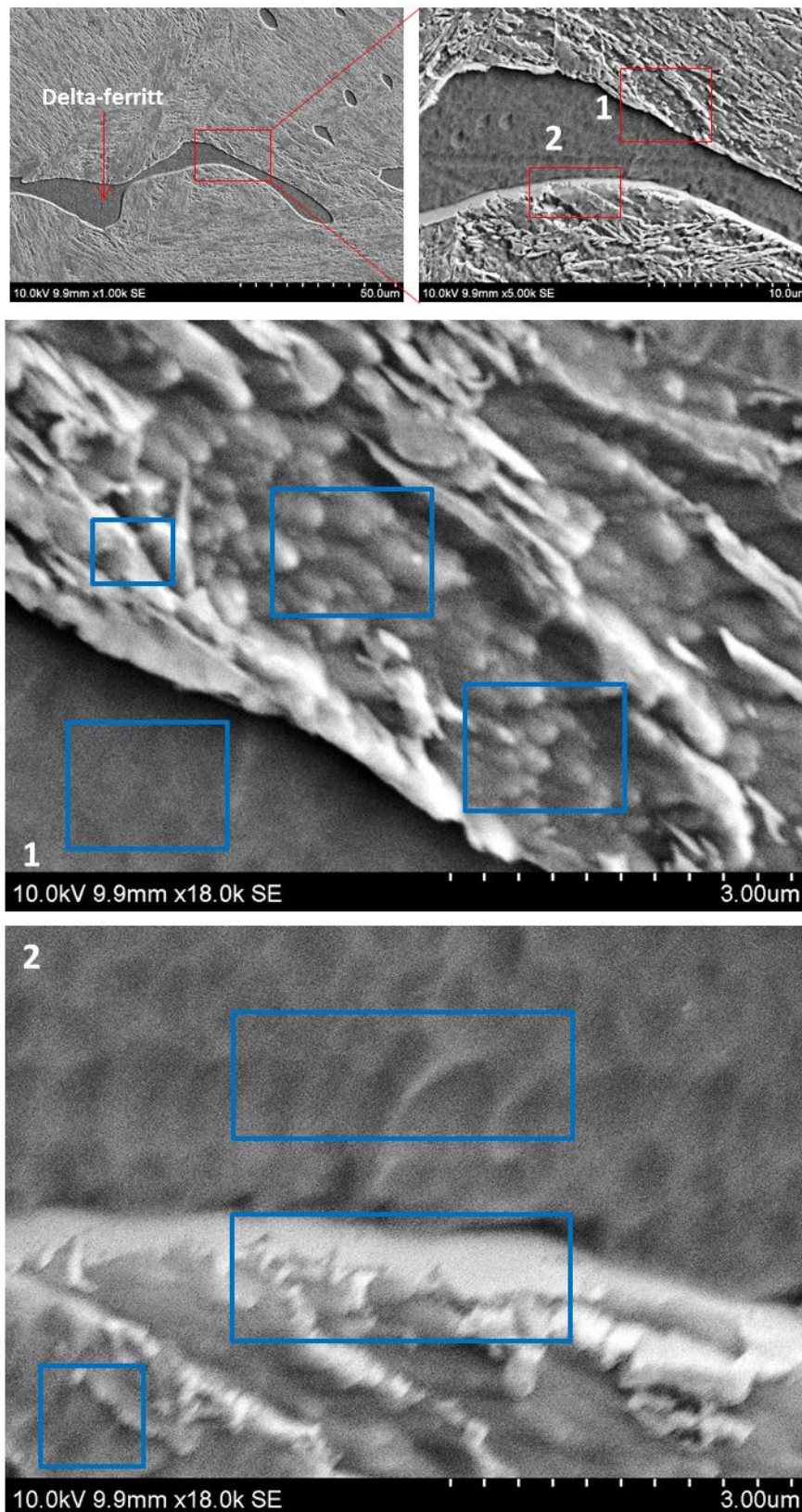
Figur 4.4: Mikrografier av enkelt anløpte prøver ved a) 510 °C, b) 520 °C og c) 530 °C, alle i 6 timer og 20 minutter. 50x objektivforstørrelse



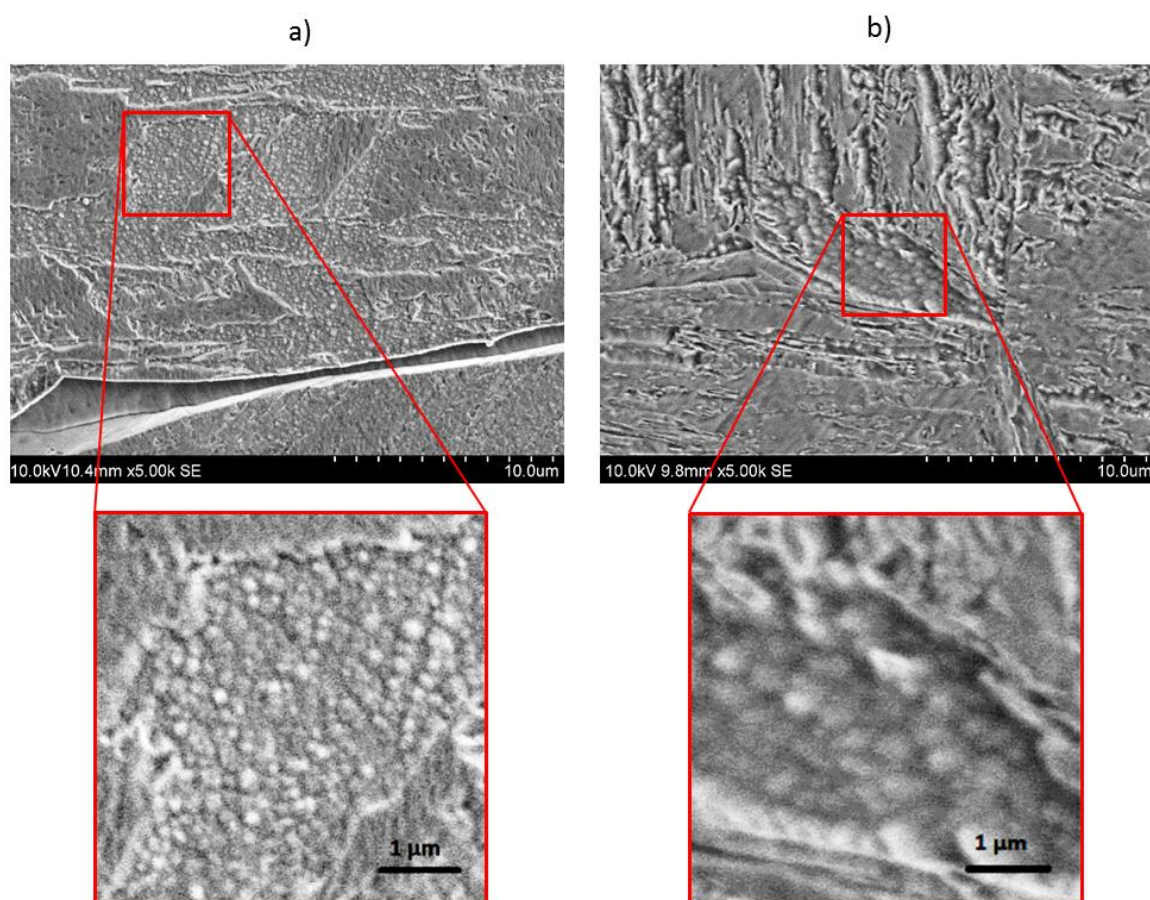
Figur 4.5: Mikrografier av dobbelt anløpte prøver ved a) 510°C, b) 520°C og c) 530 °C, alle i to perioder à 6 timer og 20 minutter. 50x objektivforstørrelse.



Figur 4.6: SEM-mikrografier av en dobbelt anløpt prøve ved 480 °C. Mikrografiene viser karakteristika ved området mellom ferritt- og martensittfasen, fra øverst til venstre med lav forstørrelse, til nederst med høy forstørrelse. Blå områder viser hvor EDS-analyse er blitt tatt. Målestokk for bildet øverst til venstre er 50µm, mens det til høyre har målestokk 10µm.



Figur 4.7: SEM-mikrografier av en dobbelt anløpt prøve ved 530 °C. Figuren viser grensesjiktet mellom ferritt- og martensittfasen. Flere områder ble undersøkt med SEM og EDS, og er indikert som blå firkanter. Målestokk for bildet øverst til venstre er 50µm, mens det til høyre har målestokk 10µm.



Figur 4.8: SEM-mikrografier som viser a) en uanløst prøve og b) en anløst prøve ved 530 °C. Runde, hvite partikkel-lignende struktur i matrisen er observert både i a) og i b), og er antatt å være martensitt som peker innover i papirplanet.

4.2 XRD-analyse

De målte austenittandelene er vist i Tabell 4-1. En klar økning i austenittandel etter enkel og dobbel anløpning i forhold til uanløst er observert. Programvaren målte usikkerheten ved bruk av minste kvadraters metode. Relativ stor usikkerhet ses for hver prøve. Tilhørende spektra er vist i Appendiks 19 til Appendiks 21.

Tabell 4-1: Målt austenittandel for uanløst, etter enkelt og dobbelt anløst ved 530 °C.

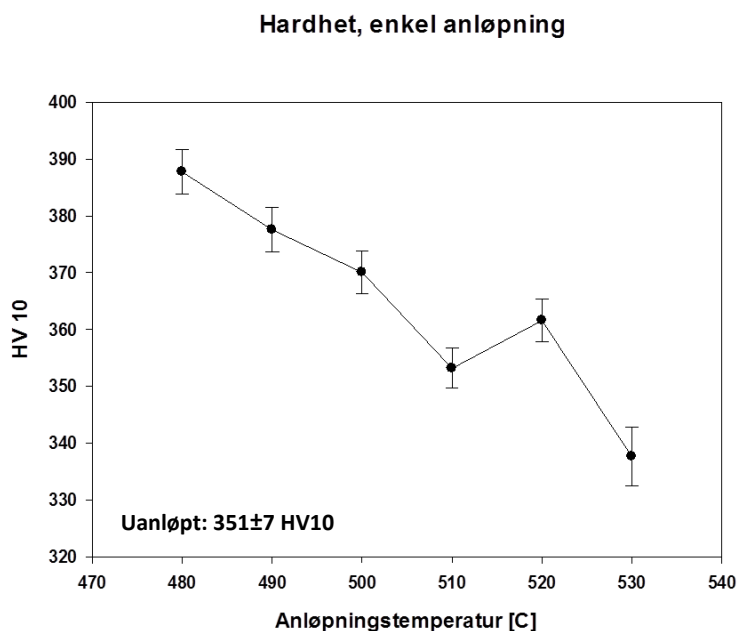
<i>Prøve</i>	Struers Elektrolytt A3	
	<i>Austenittandel i prøven</i>	<i>Usikkerhet</i>
Uanløst	8,00 vekt %	28 %
Enkelt anløst ved 530 °C	12,08 vekt %	21 %
Dobbelt anløst ved 530 °C	13,56 vekt %	23 %

4.3 Hardhet

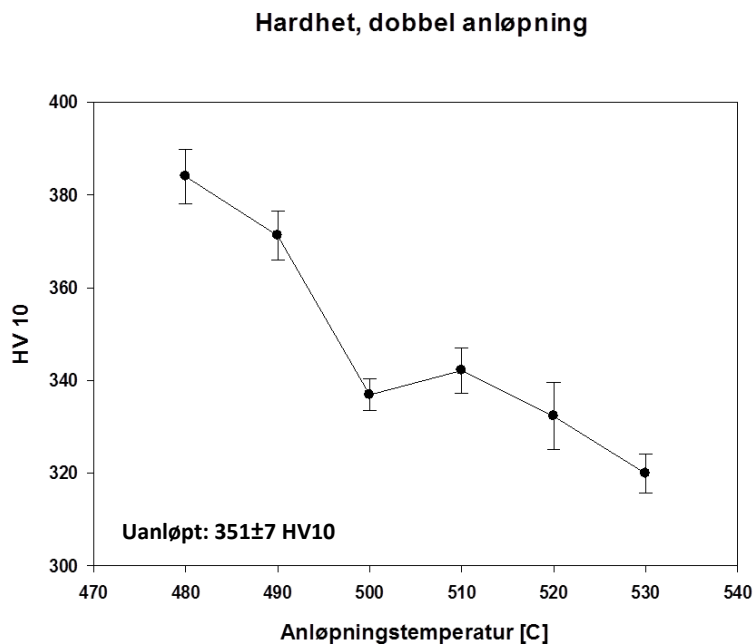
Hardheten som funksjon av enkel og dobbel anløpningstemperatur er vist i henholdsvis Figur 4.9 og Figur 4.10. Hardhet for en uanløpt prøve ble målt til å være 351 ± 7 HV10.

For enkel anløpning ses en økning i hardhet ved 520 °C, mens for dobbel anløpning ses økningen ved 510 °C (vist i henholdsvis Figur 4.9 og Figur 4.10). For sistnevnte er ikke økningen så tydelig som i det første tilfellet. Spredningen i de målte verdiene varierer lite med anløpningstemperaturen, både for enkel og dobbel anløpning. Den største forskjellen i oppnådde hardhetsverdier ses likevel ved 530 °C for enkel anløpning og ved 520 °C for dobbel anløpning.

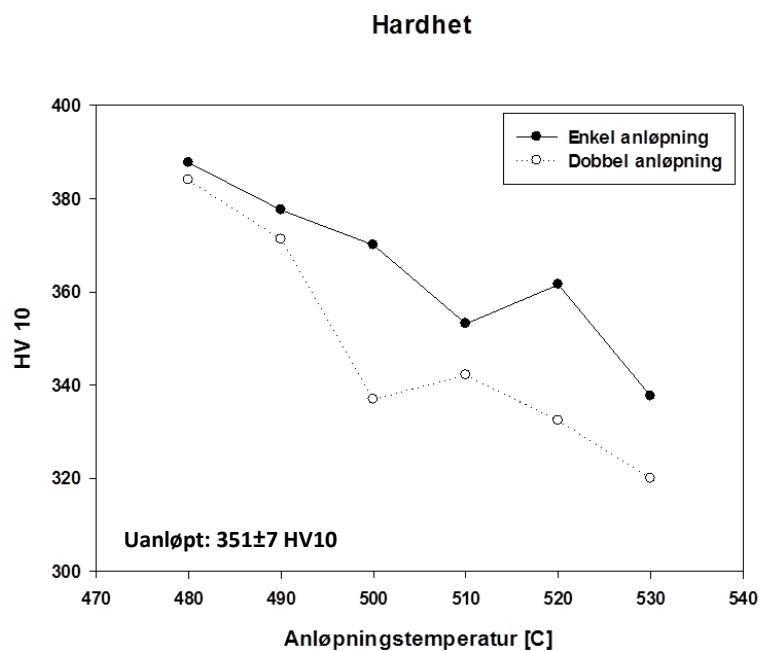
Figur 4.11 viser en sammenligning av enkel og dobbel anløpning, uten spredningene. Fra denne figuren er det tydelig at dobbel anløpning gir jevnt over lavere hardhet enn enkel anløpning.



Figur 4.9: Hardhet som funksjon av enkel anløpningstemperatur.



Figur 4.10: Hardhet som funksjon av dobbel anløpningstemperatur.



Figur 4.11: Hardhet som funksjon av enkel og dobbel anløpningstemperatur.

4.4 Strekktesting

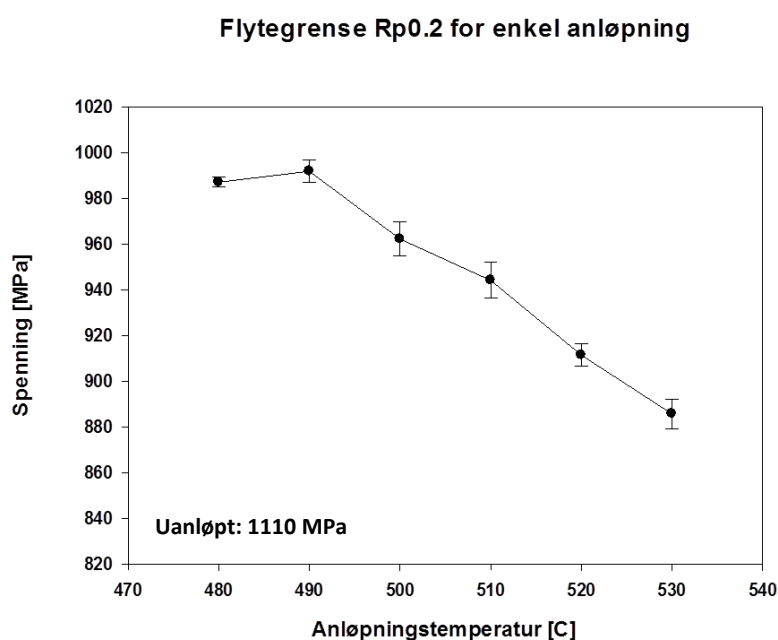
Strekkurvene for både enkel og dobbel anløpning er gitt i Appendiks 15 - Appendiks 18. Fra disse er liten arbeidsherden hos alle parallellene observert. Ut fra strekkurve er det beregnet en gjennomsnittsverdi for flytegrense, strekkfasthet og bruddforlengelse for hver anløpningstemperatur. To strekkprøveparalleller ble anvendt for å vise gjennomsnittsverdiene for flytegrense, strekkfasthet og bruddtøyning etter hver anløpningstemperatur, både for enkel og for dobbel anløpning. Underveis ble det aktuelt å maskinere nye strekkprøveparalleller, men disse ble kun brukt til å betrakte bruddtøyninga. Maskineringen av de nye prøvene ble gjort som presisert i kapittel 3.4. De nye prøvene ble ikke anløpt sammen med de første.

4.4.1 Flytegrense

Flytegrensa for én uanløpt strekkprøve ble målt til å være 1110 MPa (kun én parallell).

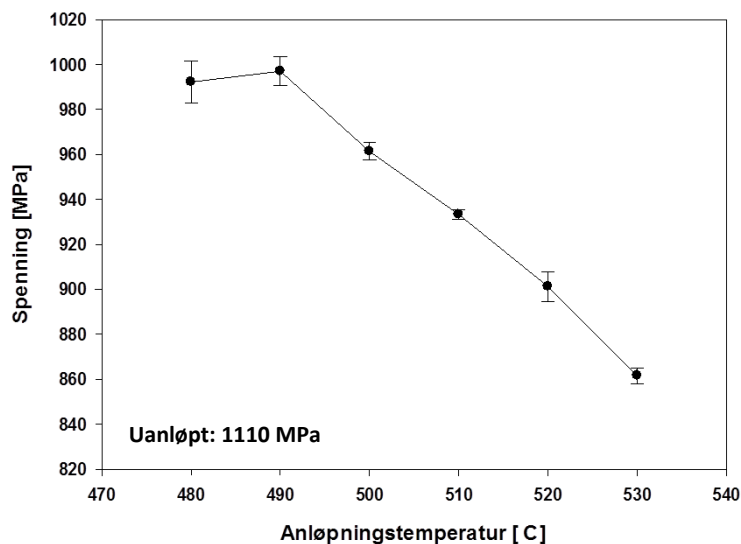
Flytegrense for enkel og dobbel anløpning er vist i henholdsvis Figur 4.12 og Figur 4.13. Et marginalt maksimum ved 490 °C både for enkel og dobbel anløpning ses fra figurene. Ved høyere anløpningstemperaturer synker flytegrensa med anløpningstemperaturen. Størst eksperimentell spredning ses ved 500 °C og 510 °C for enkel anløpning, mens for dobbel anløpning er det størst spredning ved 480 °C.

Figur 4.13 viser en sammenligning av enkel og dobbel anløpning uten den eksperimentelle spredningen. Sammenligningen viser at dobbel anløpning medfører høyere flytegrenser enn det enkel anløpning ved temperaturene 480 °C og 490 °C gjør. For høyere anløpningstemperaturer er trenden at dobbel anløpning medfører lavere flytegrense enn det enkel anløpning gjør.



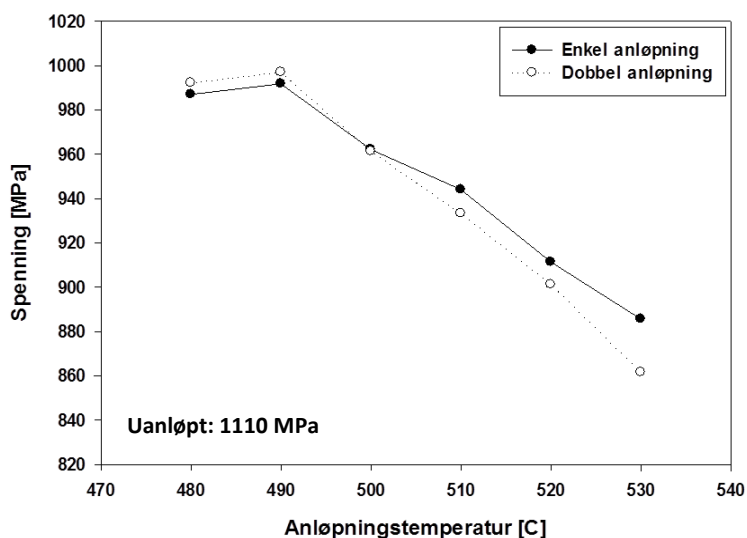
Figur 4.12: Flytegrense som funksjon av enkel anløpningstemperatur.

Flytegrense Rp0.2 for dobbel anløpning



Figur 4.13: Flytegrense som funksjon av dobbel anløpningstemperatur.

Flytegrense Rp0.2

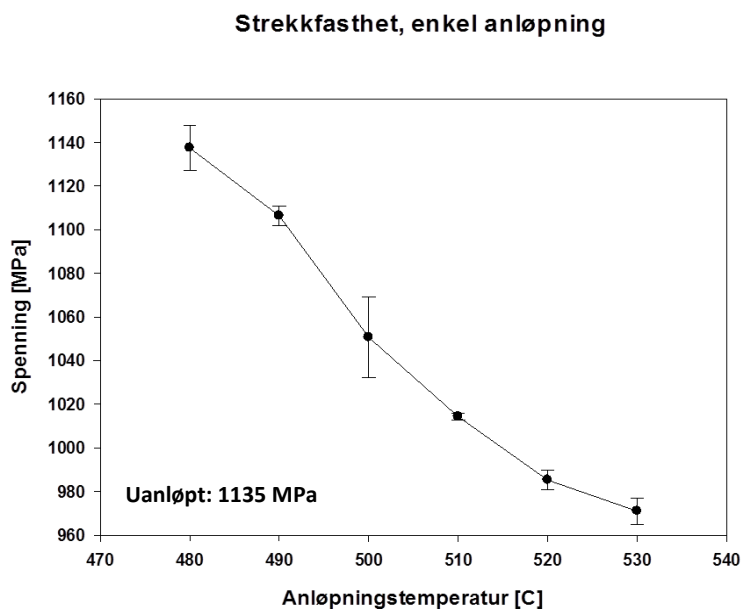


Figur 4.14: Flytegrense som funksjon av enkel og dobbel anløpningstemperatur.

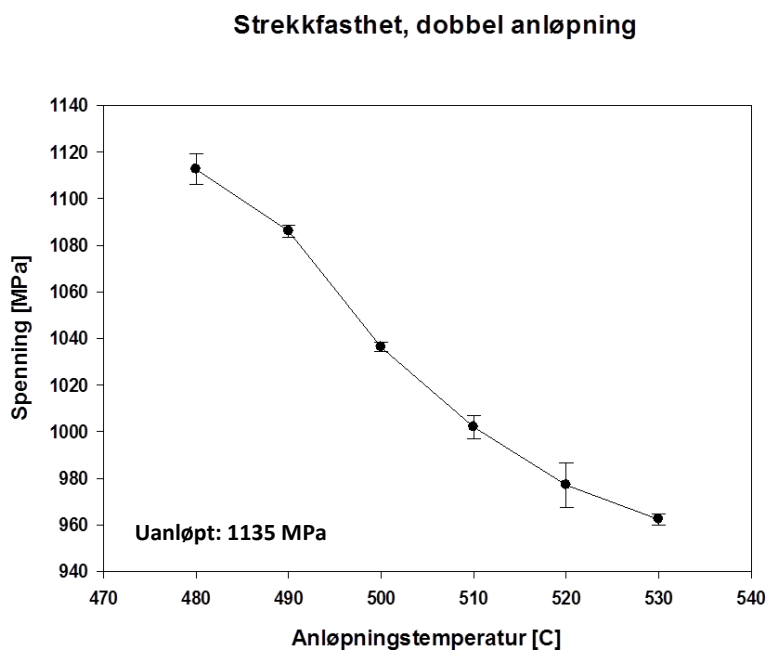
4.4.2 Strekkfasthet

Strekkfastheten for én uanløpt strekkprøve ble målt til å være 1135 MPa (kun én parallell).

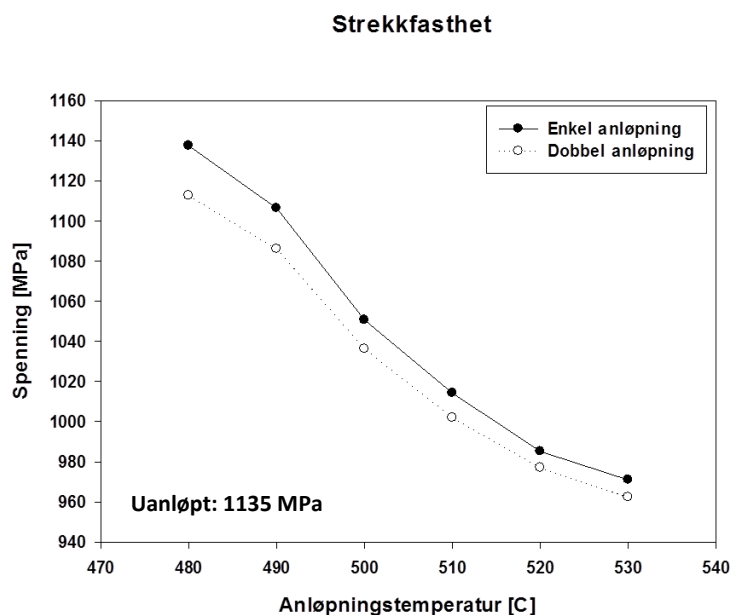
Strekkfasthet som funksjon av enkel og dobbel anløpningstemperatur er vist i henholdsvis Figur 4.15 og Figur 4.16. Strekkfastheten i begge tilfellene synker med anløpningstemperaturen. Størst spredning ses ved 500 °C for enkel anløpning, og ved 520 °C for dobbel anløpning. Fra Figur 4.16 er det tydelig at strekkfastheten er høyere etter enkel anløpning enn etter dobbel anløpning i det undersøkte temperaturintervallet.



Figur 4.15: Strekkfasthet som funksjon av enkel anløpningstemperatur.



Figur 4.16: Strekkfasthet som funksjon av dobbel anløpningstemperatur.



Figur 4.17: Strekkfasthet som funksjon av enkel og dobbel anløpningstemperatur.

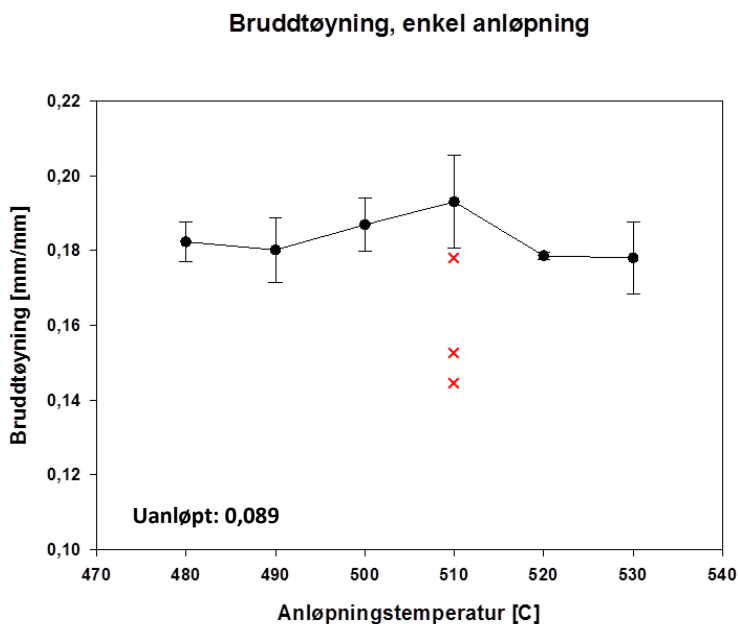
4.4.3 Bruddtøyning

Bruddtøyning for én uanløpt strekkprøve ble målt til å være 0,089 (kun én parallell).

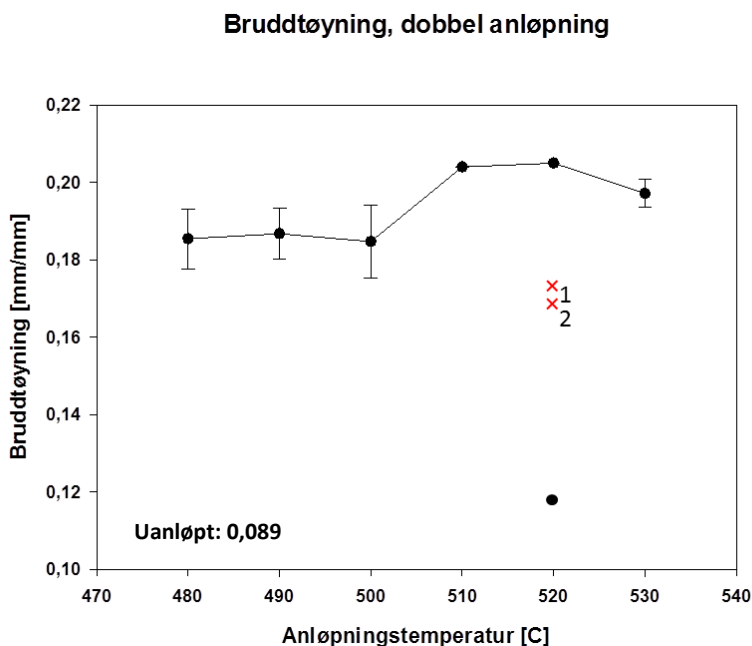
Bruddtøyning for enkel og dobbel anløpning er vist i henholdsvis Figur 4.18 og Figur 4.19. Høyest bruddtøyning ses etter enkel anløpning ved 510 °C og etter dobbel anløpning ved 520 °C. I utgangspunktet var den eksperimentelle spredning meget stor etter enkel anløpning ved 510 °C. De nye bruddtøyningene fra de etter-maskinerte strekkprøvene er vist som røde kryss i Figur 4.18, og avviker mye fra tidligere verdier.

Størst bruddtøyning ble observert etter 520 °C for dobbel anløpning, vist i Figur 4.19. Det nederste sorte punktet ved 520 °C i Figur 4.19 ble ikke tatt med i beregningen av den eksperimentelle spredningen for bruddtøyninga, slik at verdien for bruddtøyninga etter dobbel anløpning ved 520 °C er basert på kun én parallell. Ytterligere to paralleller ble maskinert, og bruddtøyningene til disse er vist som røde kryss i figuren (1 og 2). Disse ble, som tidligere nevnt, ikke tilstrekkelig godt maskinert i utgangspunktet, og en ny maskinering ble utført på prøvene (se kapittel 3.4).

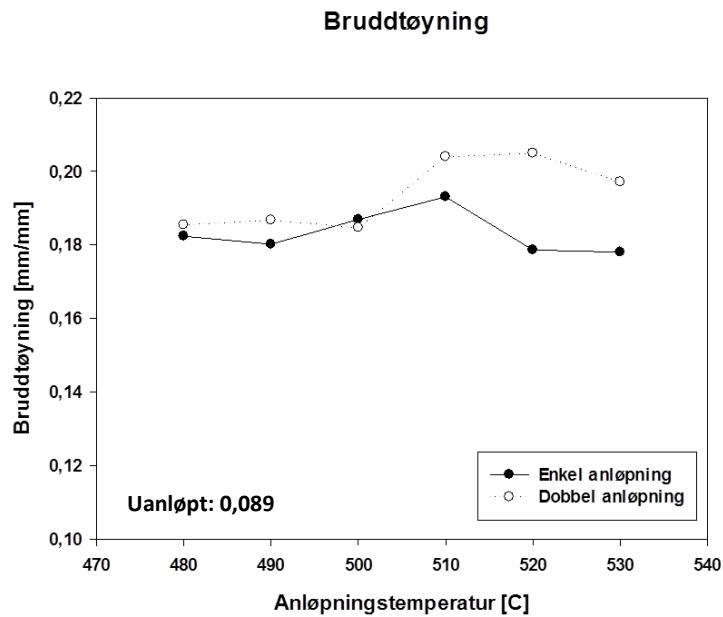
Punkt 2) i Figur 4.19 viser bruddtøyninga for en strekkprøveparallell som gikk til brudd utenfor ekstensiometerlengden. Den totale forlengelsen for parallell 2) ble sammenlignet med parallell 1), som hadde en kjent bruddtøyningsverdi. Fra denne parallellen ble et grovestimat for bruddtøyninga beregnet for parallell 2). Da bruddtøyningene for de nye maskinerte parallellene (røde kryss i Figur 4.19) avvek fra de andre, ble de nye parallellene videre ikke tatt hensyn til.



Figur 4.18: Bruddtøyning som funksjon av enkel anløpningstemperatur. Røde punkt ved 510 °C indikerer bruddtøyninger for tre nye paralleller.



Figur 4.19: Bruddtøyning som funksjon av dobbel anløpningstemperatur. Sorte punkt indikerer bruddtøyningen for paralleller som ble maskinert som planlagt, mens røde kryss viser bruddtøyningen for paralleller som maskinert to ganger. Rødt kryss 2) viser et grovestimat for bruddtøyningen til en parallell, som ble gjort ved å sammenligne forlengelsen til en parallell med en gitt bruddtøyning. Denne parallellen er vist som rødt kryss 1).



Figur 4.20: Bruddtøyning som funksjon av enkel og dobbel anløpningstemperatur.

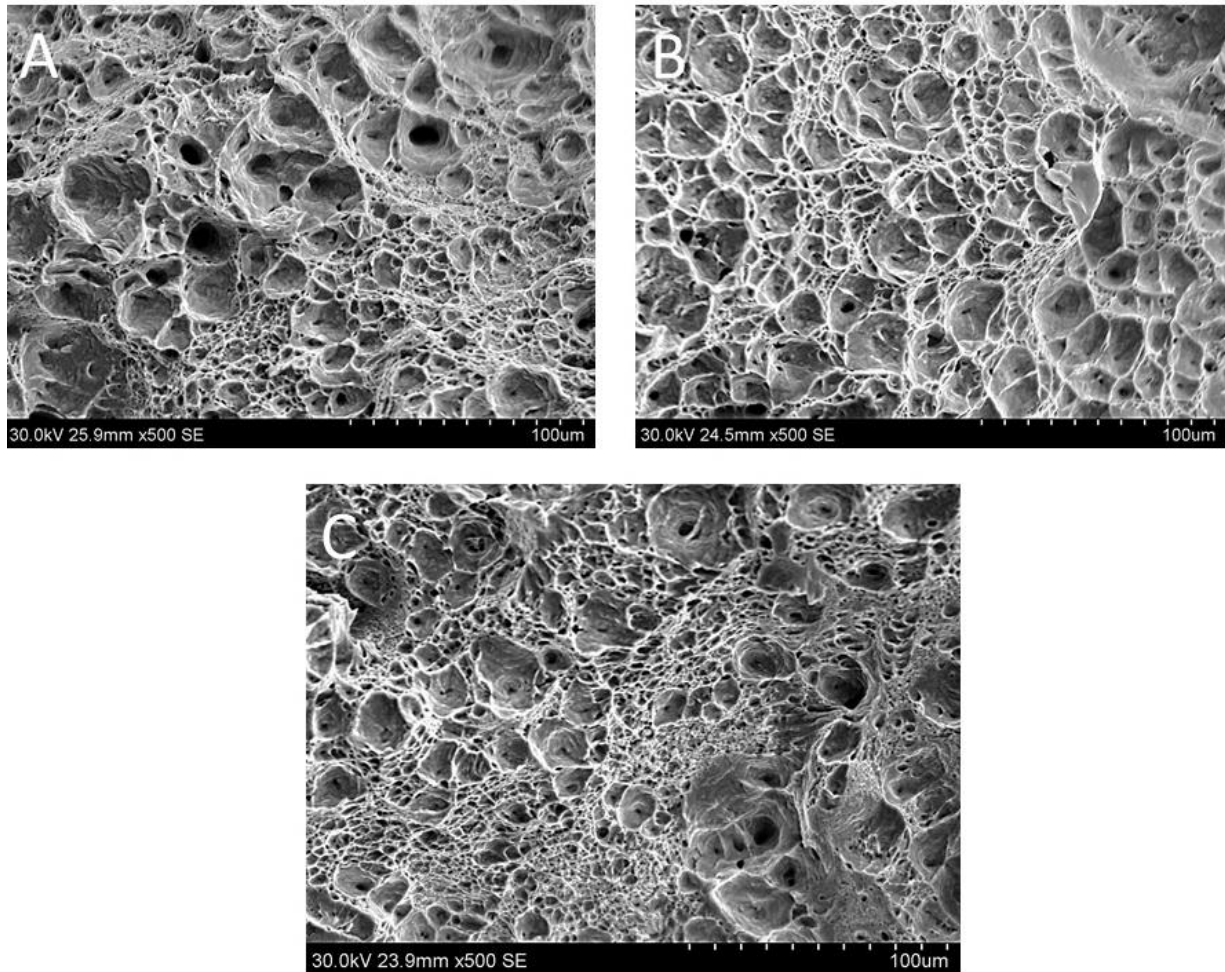
4.4.4 Bruddflateanalyser av utvalgte strekkprøver

Under strekktestingen var det en prøve som skilte seg ut fra de andre. Bruddtøyninga til en strekkprøve som ble dobbelt anløpt ved 520 °C er veldig lav (vist som sort punkt i Figur 4.19, strekkkurven vist i Appendiks 18). Denne strekkprøven ble kuttet opp til passende størrelse for bruddundersøkelser i SEM.

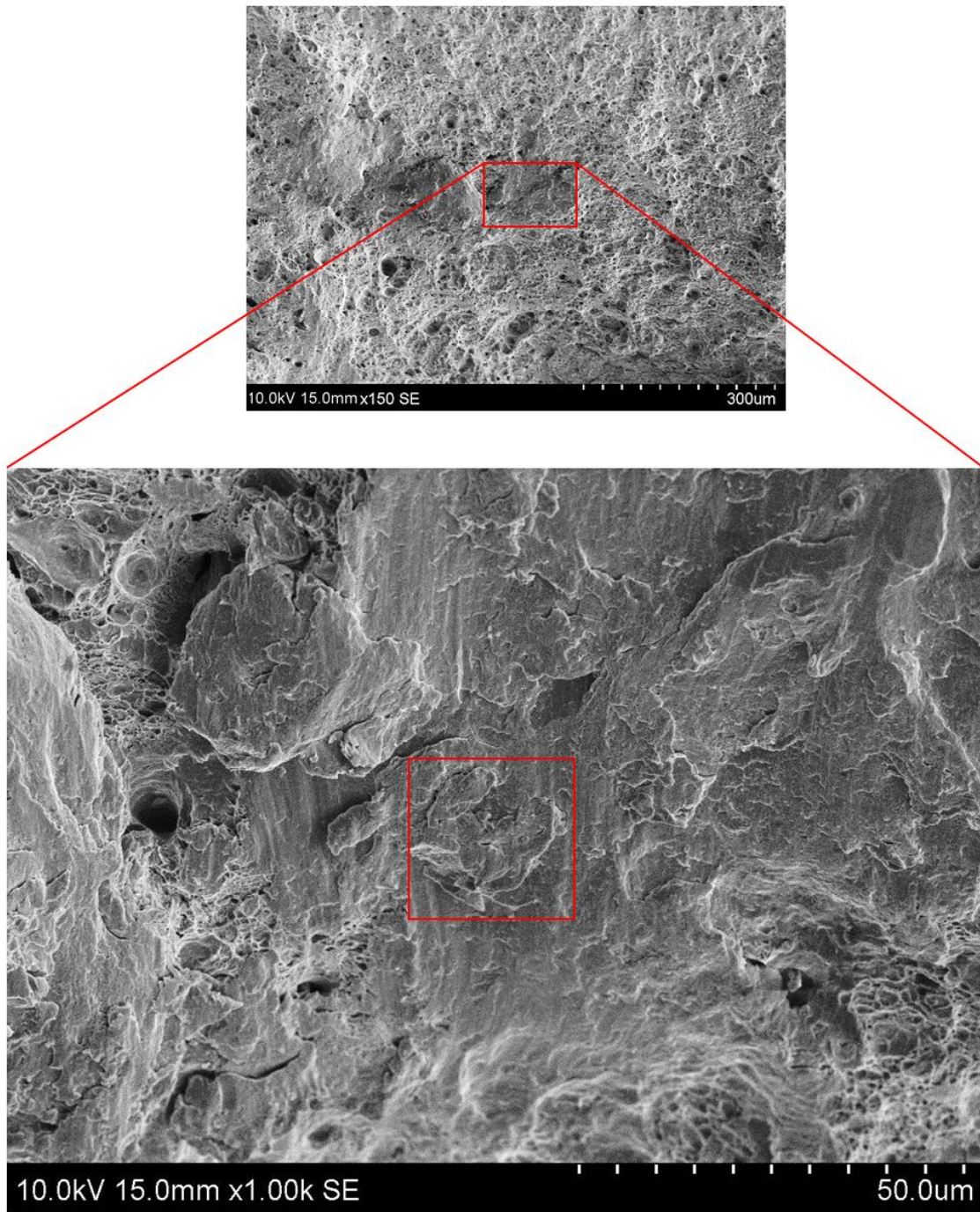
Til sammenligning ble en uanløpt prøve, en prøve med høy strekkfasthet og en prøve med høy bruddtøyning kuttet på samme måte og undersøkt i SEM. I tilfellet med høy strekkfasthet ble en enkelt anløpt prøve ved 480 °C valgt. I tilfellet med høy bruddtøyning (og høy skårslagseighet) ble en enkelt anløpt prøve ved 510 °C valgt.

I Figur 4.21 ses SEM-mikrografier av de utvalgte strekkprøvene. Bruddflater både av den uanløpte prøven, prøven med høy strekkfasthet (enkelt anløpt ved 480 °C) og prøven med høy forlengelse (enkelt anløpt ved 510 °C) viser dimpler, som er en klar indikasjon på duktilt brudd. Slike dimpler ses også for prøven som er dobbelt anløpt ved 520 °C, og er vist i Figur 4.22. Det er likevel observert noen fasetter som skiller seg ut fra det duktile området rundt, vist nederst i Figur 4.22.

Omtrent midt i det nederste mikrografiet i Figur 4.22 er EDS-analyse blitt gjort, uten å få nevneverdige utslag i relativt innhold av krom, molybden og jern på noen av analysepunktene.



Figur 4.21: Mikrografier av bruddflater tatt i SEM av a) uanløpt strekkprøve, b) en strekkprøve med høy strekkfasthet (enkelt anløpt ved 480 °C) og c) en strekkprøve med høy forlengelse (enkelt anløpt ved 510 °C).

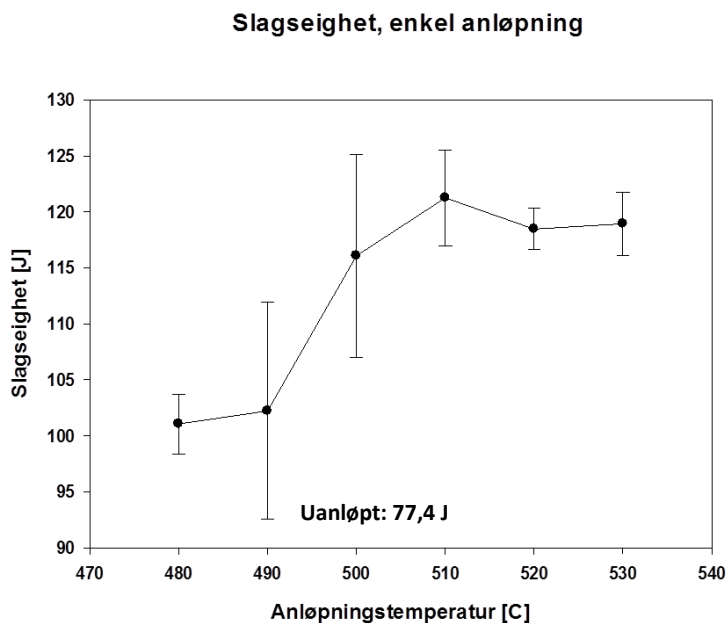


Figur 4.22: Bruddflate av en dobbel anløpt parallell ved 520 °C, hvor området indikert av den røde firkanten er analysert med EDS.

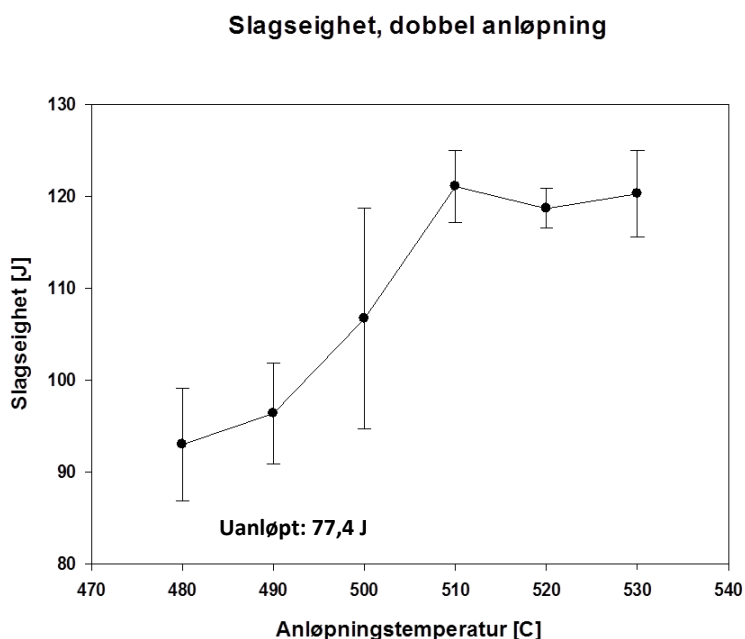
4.5 Skårslagstesting

Skårslagseigheten for én uanløpt parallell ble målt til å være 77,4 J.

Slagseigheten etter dobbel og enkel anløpning er vist i henholdsvis Figur 4.23 og Figur 4.24, med tre paralleller for hver anløpningstemperatur. Både for enkel og dobbel anløpning ses et toppunkt ved 510 °C, med stigende verdier opp til det punktet. Ved høyere anløpningstemperaturer går slagseigheten ned igjen. Store spredninger er observert ved 490 °C og 500 °C for begge anløpningsmetodene.



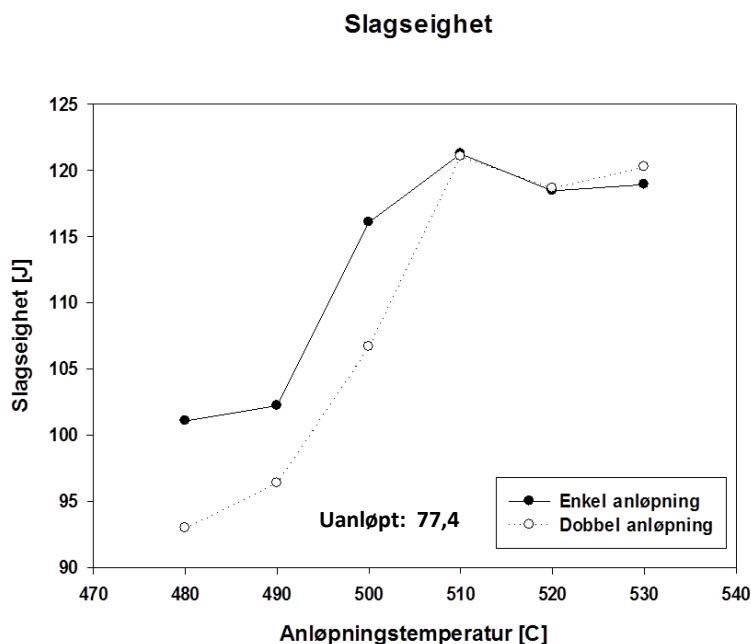
Figur 4.23: Slagseighet som funksjon av enkel anløpningstemperatur ved testtemperatur -20°C.



Figur 4.24: Slagseighet som funksjon av dobbel anløpningstemperatur ved testtemperatur -20 °C.

Ved å betrakte sammenligningen av slagseigheten etter de ulike anløpningsmetodene i Figur 4.25, er det tydelig at enkel anløpning medfører høyere seighet under 510 °C. Ved denne temperaturen har begge anløpningsmetodene lik seighet. Ved høyere temperaturer medfører dobbel anløpning litt høyere seighet enn det enkel anløpning gjør.

En oversikt over de mekaniske egenskapene som funksjon av enkel og dobbel anløpningstemperatur er gitt til slutt i dette kapitlet, i Figur 4.27.

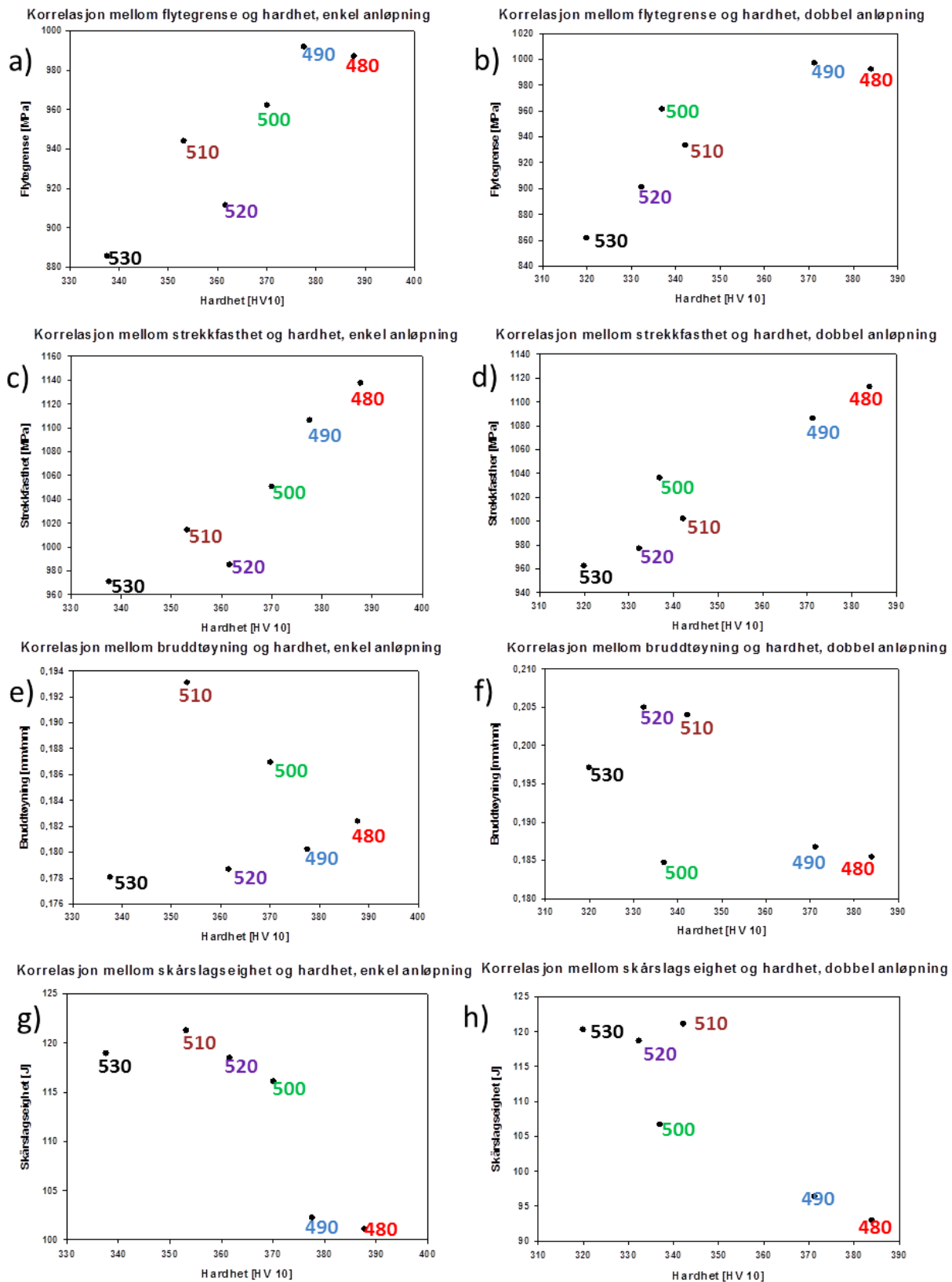


Figur 4.25: Slagseighet som funksjon av enkel og dobbel anløpningstemperatur ved testtemperatur -20 °C.

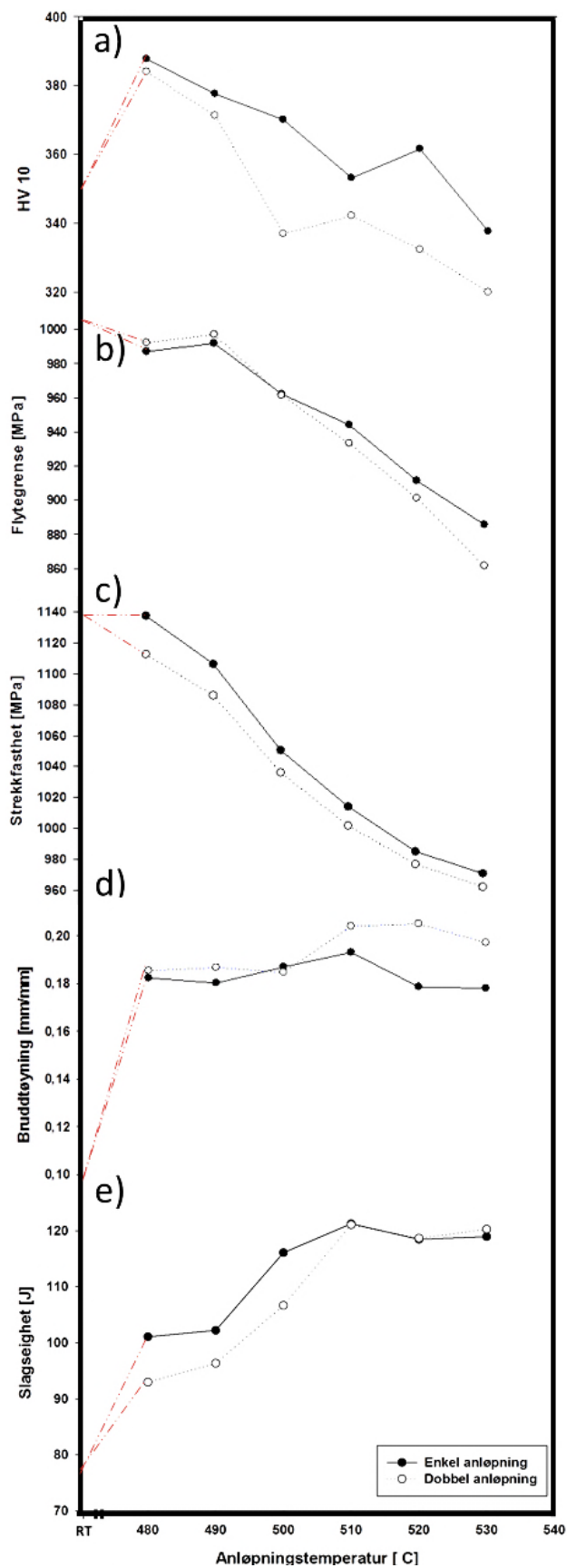
4.6 Korrelasjonen mellom de mekaniske egenskapene

I Figur 4.26 ses korrelasjonen mellom hardhet og flytegrense (a), strekkfasthet (c), bruddtøyning (e) og skårslagseighet (g), for enkel anløpning og tilsvarende for dobbel (b), d), f), h)). For strekkfasthet (a) og b)) og flytegrense(c og d) ses en klar positiv lineær korrelasjon, både for enkel og dobbel anløpning: ved å øke anløpningstemperaturen fås en reduksjon i både hardhet, flytegrense og strekkfasthet. En negativ lineær tendens ses for bruddtøyninga (e) og f)) og skårslagseigheten (g) og h)): ved å øke anløpningstemperaturen fås en reduksjon i hardhet, men bruddtøyninga (dobbel anløpning, f)) og skårslagsverdiene øker.

Det som skiller seg klart ut er korrelasjonen mellom bruddtøyning og hardhet etter enkel anløpning, vist i e) i figuren. Her ses ingen klar negativ korrelasjon. I tillegg avviker de oppnådde resultatene etter dobbel anløpning (b), d), f), h)) på 500 °C og 510 °C fra resultatene ved de andre anløpningstemperaturene. For enkel anløpning (a, d, e, g) skiller resultatene etter anløpningstemperaturene 520 °C seg ut. Dette er tydeligst i c) og g).



Figur 4.26: Korrelasjon mellom hardhet og a) flytegrense etter enkel anløpning, b) flytegrense etter dobbel, c) strekkfasthet etter enkel anløpning, d) strekkfasthet etter dobbel anløpning, e) bruddtøyning etter enkel anløpning, f) bruddtøyning etter dobbel anløpning, g) slagseighet enkel anløpning og h) slagseighet og dobbel anløpning.



Figur 4.27: a) Hardhet, b) flytegrense, c) strekkfasthet, d) bruddtøyning og e) slagseighet for S165M som uanløpt og som funksjon av enkel og dobbel anløpningstemperatur.

5 DISKUSJON

Mikrostrukturen til både de anløpte prøvene og de uanløpte, som alle er vist i Figur 4.1 til Figur 4.5, viser tydelig fasen delta-ferritt. Dette stemmer overens med det som ble presisert i kapittel 2.3.3: ferritten som blir dannet under størkingsprosessen er til stede ved romtemperatur. Denne ferritten vil derfor fortsatt være til stede etter den anløpningen som er gjennomført i ferrittområdet (α) i fasediagrammet vist i Figur 2.6. I denne oppgaven er det ikke gjort separate undersøkelser av ferrittens betydning for materialeegenskapene, men fra kapittel 2.3.3 er det blitt rapportert at økt mengde ferritt har negativ effekt på de mekaniske egenskapene til materialet [16].

Fra Figur 4.27 ses en oversikt over de mekaniske egenskapene som funksjon av anløpningstemperaturen. Både hardheten (a), flytegrense (b) og strekkfasthet (c) synker med anløpningstemperaturen, mens slagseigheten (e) går opp. Bruddtøyninga (d) er noenlunde stabil med økende anløpningstemperatur i tilfellet for enkel anløpning, men stiger i tilfellet for dobbel anløpning. Grunnen til en reduksjon i styrke og hardhet tilskrives karbondiffusjon ut av martensitten slik at matriksen blir mykere, noe som dermed øker duktiliteten og seigheten til materialet. Det er derfor både seighet og duktilitet øker fra uanløpt til anløpt tilstand (Figur 4.27 d) og e).

For å gå nærmere inn på hvilke mekanismer som skjer ved hver anløpningstemperatur, både under enkel og dobbel anløpning, er det hensiktsmessig å dele temperaturintervallet for anløpning inn på følgende vis:

- 480 °C og 490 °C
- 500 °C, 510 °C og 520 °C
- 530 °C.

5.1 Anløpning ved 480 °C og ved 490 °C

Størst hardhet ses etter anløpning ved 480 °C, både for enkel og dobbel anløpning, og det er vist i Figur 4.27 a). Det er grunn til å tro at det har foregått en sekundærherding under anløpningen ved denne temperaturen. Denne forklaringen ble introdusert i kapittel 2.4.4 (Folkhard [16]) og kapittel 2.5 (Al Dawood *et al.* [6, 7]). Gjennomsnittlig hardhet i uanløpt tilstand ble beregnet til å være 351 HV10, noe som er lavere enn etter enkel og dobbel anløpning ved 480 °C (rundt 390 HV10). Av Al Dawood *et al.* [6, 7] er det hevdet at sekundærherdingen etter anløpning ved 475 °C i 4 timer kan tilskrives presipitering av harde, fine karbider av typen Mo₂C. I tillegg er det hevdet av Solberg at herdingen også kan tilskrives dannelsen av Cr₇C₃ [12].

Med dette som grunnlag ble en ferrittgrense undersøkt etter dobbel anløpning ved 480 °C, vist i Figur 4.6. Ved hjelp av EDS ble ingen nevneverdige kvantitative forskjeller mellom ferrittgrensene, ferritt og martensittmatriks med hensyn på både karbon og molybdeninnhold observert. Tilstedeværelsen av molybdenkarbider og kromkarbider

på ferrittgrensen ble dermed verken bekreftet eller avkreftet ved å anvende SEM og EDS for dette tilfellet.

Høyeste hardhet i studiet av Al Dawood *et al.* [7] ses etter enkel anløpning ved 475 °C i et temperaturintervall fra 300-800 °C. Dette er vist i Figur 2.10 a). Her er en gjennomsnittlig hardhetsverdi på omtrent 370 HV10 målt. Dette samsvarer med de oppnådde hardhetsresultatene etter enkel anløpning i denne oppgaven, der en gjennomsnittlig hardhetsverdi på omtrent 390 HV10 ble oppnådd.

En presipiteringseffekt, som i tilfellet til Al Dawood skjer rundt 475 °C, er gjerne assosiert med en reduksjon i seighet. Også dette stemmer godt overens med resultatene i denne oppgaven: lavest seighet ses etter anløpning ved 480 °C både for enkel og for dobbel anløpning. Dette er vist i Figur 4.27 e).

At hardheten synker med økende anløpningstemperatur, for eksempel fra 480 °C til 490 °C i Figur 4.27 a), tilskrives som tidligere nevnt oppmykning av martensitmatriksen. Indre spenninger blir løst opp og dislokasjonstettheten mellom martensittnålene reduseres.

Enkel anløpning medfører større hardhet og strekkfasthet på materialet enn det dobbel anløpning gjør (Figur 4.27 a)). Ved lave anløpningstemperaturer kan dobbel anløpning generelt sett betraktes som en enkel anløpning over en dobbelt så lang tid sammenlignet med en vanlig enkel anløpning. Dette fordi ved lave anløpningstemperaturer er sannsynligheten liten for at en fasetransformasjon skjer under anløpning. Under dobbel anløpning ved lave temperaturer får karbon dermed mer tid på seg til å gå ut av martensitten, slik at hardheten blir lavere etter dobbel anløpning sammenlignet med etter enkel. Dermed blir materialet også mer duktilt.

Dette er i tråd med bruddtøyingene, da disse viser høyere duktilitet etter dobbel anløpning enn ved enkel anløpning ved 480 °C og ved 490 °C, som er vist i Figur 4.27 d). Små forskjeller mellom enkel og dobbel anløpning ved 480 °C og 490 °C er likevel observert, med relativt store tilhørende eksperimentelle spredninger (Figur 4.18 og Figur 4.19). Dette kan for eksempel komme av de forskjellige chargene som er brukt i denne rapporten, noe som kan innebære forskjell i kjemisk sammensetning fra en strekkprøve til en annen (se Tabell 3-1). Hvilken anløpningsmetode som gir størst duktilitet av enkel og dobbel anløpning ved 480 °C og 490 °C er dermed noe usikkert.

En reduisering i hardhet, for eksempel fra enkel til dobbel anløpning, er ofte forbundet med en økning i slagseighet. Dette korresponderer ikke med resultatene i denne oppgaven, da slagseigheten etter dobbel anløpning er lavere sammenliknet med etter enkel, som vist i Figur 4.27 e). Trolig er det utfelling av sprø karbider mellom martensittnålene under dobbel anløpning ved 480 °C og 490 °C som medfører dette. Karbidene vil følgelig opptre som initieringspunkt til brudd. Skårslagsverdiene gir dermed uttrykk for at er lite hensiktsmessig å utføre dobbel anløpning ved 480 °C og 490 °C. At karbidene er lokalisert mellom martensittnålene har likevel verken blitt bekreftet eller avkreftet av mikroundersøkelser i denne oppgaven.

En annen grunn til at seigheten blir lavere etter dobbel anløpning sammenlignet med etter enkel kan være andelen restaustenitt. Den er etter herdingen målt til 8 % i denne oppgaven (Tabell 4-1). Dette er trolig fordi M_f (5-30 °C) ikke er blitt nådd ved bråkjølingen, slik at en fullstendig omvandling til martensitt ikke skjer. Det er kjent at dobbel anløpning utføres for å redusere andel restaustenitt i materialet, og det kan til og med være nødvendig å utføre enda flere anløpninger for å fjerne restaustenitten [12]. Det er derfor slik at andelen restaustenitt trolig er mindre etter dobbel anløpning sammenlignet med etter enkel. Dette er med på å sannsynliggjøre Figur 4.27 e) ved lave anløpningstemperaturer. En økning i restaustenittandel er likevel ikke synlig ved å betrakte mikrostrukturene etter enkel anløpning (Figur 4.2) og dobbel anløpning (Figur 4.3) ved temperaturene 480 °C og 490 °C.

En relativt høy flytegrense og strekkfasthet er observert etter anløpning ved 480 °C og 490 °C, som er vist i henholdsvis Figur 4.27 b) og c). Dette bekrefter hardheten etter anløpning ved disse temperaturene. Høyest flytegrense er observert etter enkel og dobbel anløpning ved 490 °C, og kan gjenspeile karbidpresipitering som tidligere nevnt i forbindelse med skårslagseigheten.

Flytegrensen står likevel i strid med strekkfastheten og hardheten, som begge har høyeste verdi ved 480 °C. Det er verdt å merke seg at strekkfasthet og hardhet er i større grad sammenlignbare enn strekkfasthet og flytegrense, og hardhet og flytegrense. Dette fordi både strekkfastheten og hardheten er oppnådde verdier som er resultat av at materialet deformeres plastisk, mens flytegrensen er en verdi som er basert på at materialet deformeres elastisk.

Det er viktig å legge merke til den relativt store eksperimentelle spredningen etter dobbel anløpning ved 480 °C, som er vist i Figur 4.13. Liten spredning er derimot observert etter enkel anløpning ved 480 °C, som er vist i Figur 4.12. Da kun to strekkprøveparalleller er brukt for hver anløpningstemperatur, er det en del usikkerhet forbundet med strekktestingen. Nye strekkprøveparalleller anløpt og dobbelt anløpt ved 480 °C kan dermed gi forskjellige flytegrenser fra det som er presentert Figur 4.27 b).

Ved å sammenligne uanløpt tilstand med anløpt tilstand for hardheten, flytegrensen og strekkfastheten ses klare forskjeller, vist i Figur 4.27 a), b) og c). Hardheten øker fra uanløpt til anløpt tilstand, mens flytegrensa og til dels strekkfastheten minker for tilsvarende. Det er ingen intuitive forklaringer på hvorfor hardheten øker, og ikke flytegrensa og strekkfastheten, fra uanløpt til anløpt tilstand.

Analogt med maksimal hardhet, ses også maksimal strekkfasthet og flytegrense etter enkel anløpning ved 475 °C i studiet av Al Dawood *et al.* [7]. Høyere skårslagsverdier er likevel observert hos Al Dawood *et al.* [7] ved samme anløpningstemperatur sammenlignet med verdiene i denne oppgaven, vist i henholdsvis Figur 2.10 c) og Figur 4.27 e) i denne oppgaven. Trolig tilskrives dette avviket forskjellen i testtemperatur i de to tilfellene. Testingen av skårslagsprøvene til Al Dawood *et al.* [7] foregikk ved romtemperatur, mens testtemperaturen i denne oppgaven ble gjort ved -20 °C. Dette øker sprøbruddtendensen i stålet sammenlignet med det å utføre testingen ved romtemperatur.

Den laveste seigheten etter enkel anløpning mellom 480 °C og 530 °C oppnås for 480 °C. Materialet kan i dette tilfellet likevel ikke karakteriseres som sprøtt, da en klar duktil bruddflate er observert (Figur 4.21b).

5.2 Anløpning fra 500 °C – 520 °C

Både hardheten, flytegrensa og strekkfastheten for S165M anløpt i dette temperaturområdet reduseres sammenlignet med anløpning ved lavere temperaturer. Som tidligere nevnt, er dette assosiert med en ytterligere oppmykning av martensittmatriksen.

Dobbel anløpning i dette temperaturområdet gir først en relativt kraftig reduksjon i hardhet fra 490 °C til 500 °C, før hardheten tydelig øker fra 500 °C til 510 °C, vist i Figur 4.27 a). Mikrografiet av en dobbelt anløpt prøve ved 510 °C vist i Figur 4.5 a) antyder en klart mørkere mikrostruktur sammenlignet med en prøve etter dobbel anløpning ved 500 °C, vist i Figur 4.3 c). Denne forskjellen kan tilskrives en større andel karbider, av uvisst type, under anløpning ved 510 °C enn ved 500 °C, noe som dermed kan medføre større hardhet i det første tilfellet sammenlignet med det siste.

En lignende form på hardhetskurven ses også i tilfellet for enkel anløpning, men kurven er forskjøvet 10 grader mot høyere temperaturer. Altså er økningen i hardhet observert for 520 °C i tilfellet med enkel anløpning. Også i dette tilfellet ses en mørkere mikrostruktur etter anløpning ved 520 °C sammenlignet med 510 °C, vist i henholdsvis Figur 4.4a og b (Appendiks 9 og Appendiks 11 tydeliggjør forskjellen i mikrostruktur). Dette tyder på at forskjellen i hardhet også etter enkel anløpning kan tilskrives utfelling karbider under anløpningen. Økningen i hardhet fra 510 °C til 520 °C ses igjen hos både skårslagseigheten og bruddtøyningen, som begge reduseres fra 510 °C til 520 °C, som vist i Figur 4.27 d) og e). Dette sannsynliggjør en ny herding av materialet etter enkel anløpning ved 520 °C.

Slagseigheten og bruddtøyningen etter anløpning er vist henholdsvis i Figur 4.27 d) og e). For bruddtøyningene er små forskjeller i duktilitet mellom anløpnings-temperaturene observert. Skårslagsverdiene antyder at høyest seighet oppnås etter anløpning ved 510 °C, mens bruddtøyningene antyder at duktiliteten er høyest ved 520 °C. Det gir grunn til å tro at presipitering av ny, seig austenitt har skjedd under anløpningen rundt disse temperaturene. Trolig er også den anløpte martensitten delaktig i den høye seigheten.

Høyest slagseighet etter dobbel anløpning ses ved 510 °C, og ved samme anløpningstemperatur og metode er også en økning i hardhet observert (a). Det er ingen intuitiv forklaring på dette.

Mens skårslagverdiene etter enkel og dobbel anløpning ved 510 °C er så å si identiske, indikerer bruddtøyningensverdiene et klart mer duktilt materiale etter dobbel anløpning enn etter enkel. Det siste korresponderer godt med resultatene til Hubáčková *et al.* [11], se Figur 2.8, ved å ta hensyn til at samme anløpningstemperatur er brukt ved enkel og ved dobbel anløpning. Etter anløpning ved 520 °C er denne forskjellen i seighet/duktilitet fortsatt gjeldende, og aller tydeligst for bruddtøyningene.

Bruddtøyningene antyder videre at duktiliteten minker for prøver anløpt over 510 °C, både etter enkel og dobbel anløpning over 510 °C, vist i Figur 4.27 d). Bruddtøyningene etter enkel anløpning antyder også at duktiliteten er lavere over 510 °C enn under. Bruddtøyningene er likevel de resultatene fra strekktestingen det er knyttet mest usikkerhet ved grunnet relativt store eksperimentelle spredningene knyttet til hver anløpningstemperatur. En grunn til dette kan være størrelsen på de maskinerte strekkprøvene. En liten feil som følge av maskineringen eller inhomogenitet i prøvematerialet kan ha stor innvirkning på når prøven går til brudd. Det kan være tilfellet spesielt hvis tverrsnittet på det innsnevrede området er så lite som i valgt i denne oppgaven.

De tre nye maskinerte parallellene som ble enkelt anløpt ved 510 °C gir en enda større eksperimentell spredning ved samme temperatur enn det utgangspunktet på to paralleller tilsier, vist i Figur 4.18. De nye prøvene ble tatt ut fra en annen charge enn de eldre, og denne chargen har en noe annen kjemisk sammensetning (Se Tabell 3-1: Kjemisk sammensetning for S165M.). Følgelig er det grunn til å tro at både det mindre tverrsnittet og forskjellen i kjemisk sammensetning kan være grunnen til det store avviket fra de gamle maskinerte parallellene.

En bruddflate av den sprøeste strekkprøveparallellen (punkt 2 i Figur 4.19), som ble dobbelt anløpt ved 520 °C, ble undersøkt i SEM. Bruddflaten er vist i Figur 4.22, og består av store duktile områder. Bruddflaten viser i tillegg en tydelig sprø fasett, men initieringspunktet til denne fasetten er ikke tydelig. Denne fasetten har ikke noe klart initieringspunkt. Det kan likevel tenkes at bruddfasetten er skyld i den lave oppnådde bruddtøyninga, da fasetten måler ca. 100 µm. De to nye parallellene viste derimot ingen tegn til sprøbrudd, da de oppnådde bruddtøyningene hadde en klart større verdi enn den sprøeste parallellen (0,17 mot 0,11). Det kan derfor være aktuelt at den lave bruddtøyninga har en opprinnelse som bygger mer på rene tilfeldigheter enn på metallurgi.

5.3 Anløpning ved 530 °C og over

Det er dokumentert av Song *et al.* [22] at dannelsen av reversert austenitt ikke skjer før anløpningstemperaturen 550 °C for et lignende martensittisk rustfritt stål(Fe–13%Cr–4%Ni–1%Mo). Hvis den første reverserte austenitten dannes rundt denne anløpningstemperaturen også for S165M, er det grunn til å tro at ingen reversert austenitt presipiteres under anløpning i noen av temperaturene fra 480 °C til 530 °C.

Det er en viss tvil knyttet til studiet av Song *et al.* [22] og Al Dawood *et al.* [6, 7], der begge viser omtrent det samme vedrørende dannelsen av ny austenitt under anløpning. Ved å betrakte det pseudobinære fasediagrammet i Figur 2.6 er temperaturen der ny austenitt dannes under anløpning omtrent 600 °C [16]. Tofaseområdet $\alpha+\gamma$ er vagt definert i figuren (stiplede linjer). Den observerte forskjellen mellom teori og dokumenterte resultater vedrørende dannelsesstemperaturen av reversert austenitt er i dette tilfellet 50 grader. En slik temperaturforskjell er forbausende stor.

Likevel, XRD-analysen utført i denne oppgaven tydeliggjør forskjellen i austenittandelen mellom uanløpt og enkel anløpning ved 530 °C, som vist i Tabell 4-1. Analysen tilsier altså en økning fra 8,00 % uanløpt til 12,08 % etter enkel anløpning ved 530 °C. Det er derimot en relativt stor usikkerhet forbundet med målingene. I stål ses mer retningsorienterte krystaller enn i tilfellet for pulver, hvor sistnevnte består av krystaller som er betraktelig mer tilfeldig orienterte. Pulver er dermed bedre egnet til XRD-analyse. Dermed bør en ikke stole blindt på de oppnådde resultatene fra XRD-analysen gjort i denne oppgaven.

Likevel er en tydelig trend fra XRD-resultatene observert: austenittandelen øker fra uanløpt til anløpt ved 530 °C. Forklaringen om at austenittandelen øker med anløpningstemperaturen fra 475 °C til 625 °C er allerede introdusert av Al Dawood *et al.* [6, 7] og Song *et al.* [22]. Det er uklart hvorvidt det å utføre dobbel anløpning har en effekt på austenittandelen sammenlignet med enkel anløpning. Etter enkel anløpning ved 530 °C sammenlignet med dobbel anløpning ved samme temperatur er små forskjeller i austenittandel observert (12,08 % mot 13,56 %). Resultatene indikerer riktignok en større austenittandel etter dobbel anløpning enn etter enkel, noe stemmer overens med studie av Hubáčková *et al.* [11], vist i Figur 2.8 ved å ta hensyn til at samme anløpningstemperatur for dobbel og for enkel anløpning er brukt.

Ved å betrakte bruddtøyninga og skårslagseigheten er forskjellen mellom enkel og dobbel anløpning ved 530 °C tydelig, spesielt ut i fra bruddtøyningsverdiene. Dette er vist i Figur 4.27 d) og e). Da austenittandelen målt i denne oppgaven er større etter enkel og dobbel anløpning enn for uanløpt, i tillegg til at austenittandelen er tidligere dokumentert til å øke med anløpningstemperaturen til 625 °C [6], kan følgende situasjon tenkes: en større forskjell i seighet og duktilitet mellom enkel og dobbel anløpning oppnås ved å øke anløpningstemperaturen over 510 °C, og videre utover det gitte temperaturintervallet i denne oppgaven. Dette samsvarer med studiet av Hubáčková *et al.* [11], vist i Figur 2.8 ved å ta hensyn til at samme anløpningstemperatur for dobbel og for enkel anløpning er brukt.

En økning i slagseighet fra 520 °C til 530 °C i tilfellet for dobbel anløpning er observert. Fra før er en mørkere mikrostruktur forbundet med en større andel utfelte karbider. Dette er tidligere brukt som begrunnelse for at hardheten øker fra 510 °C til 520 °C. Det kan tenkes at økningen i seighet og duktilitet fra 520 °C til 530 °C er forbundet med sfæroidiseringen av karbidene. Sfæroidiseringen av karbidene kan, i tillegg til en økende austenittandel, bidra til at seigheten og duktiliteten øker med anløpningstemperaturer over 530 °C. Det ses likevel ingen nevneverdige forskjeller i mikrostruktur mellom prøver utsatt for enkel anløpning ved 520 °C og de utsatt for 530 °C, vist i henholdsvis Figur 4.4 b) og c), som skulle tilsi noen form for sfæroidisering av strukturen.

5.4 Korrelasjonen mellom de mekaniske egenskapene

Til tross for at både skårslagsprøvene og strekkprøvene er tatt ut fra tre forskjellige charger ses sterke korrelasjoner i hver graf. Unntaket er korrelasjonen mellom hardhet og bruddtøyning etter enkel (e) og dobbel (f) anløpning.

5.4.1 Enkel anløpning

Korrelasjonene mellom hardheten og flytegrensa, strekkfastheten, bruddtøyninga og skårslagseigheten etter enkel anløpning er vist i henholdsvis Figur 4.26 a), c), e) og g).

Fra Figur 4.26 er sterk korrelasjon mellom flytegrensa og hardheten (a) og strekkfastheten og hardheten (c). Anløpning ved 520 °C skiller seg ut, da spesielt i c). Dette fordi hardheten etter anløpning ved 520 °C ideelt sett skal være lavere enn det resultatet tilsier (og nærmere 350 HV10 (Figur 4.27 a)) for at en sterk korrelasjon skal oppnås. Samme slutning kan trekkes fra skårslagsverdiene (Figur 4.26 g)) etter enkel anløpning. Dette er med på å gjøre den oppnådde hardheten etter enkel anløpning ved 520 °C mindre troverdig. Ut i fra tidligere studier i denne oppgaven er det likevel sånn at hardhetsverdien kan forsvares fra mikrostrukturundersøkelser.

Som tidligere nevnt er en meget svak korrelasjon mellom bruddtøyninga og hardheten observert etter enkel anløpning, og er vist i Figur 4.26 e). Grunnen til dette tilskrives bruddtøyningen etter anløpning ved både 520 °C og 530 °C, som er lavere enn bruddtøyningen etter 480 °C og 490 °C. Da dette ikke stemmer overens med skårslagsverdiene, der seigheten øker med anløpningstemperaturen, anses bruddtøyningene etter anløpning ved 520 °C og 530 °C som mindre troverdige.

5.4.2 Dobbel anløpning

Korrelasjonene mellom hardheten og flytegrensa, strekkfastheten, bruddtøyninga og skårslagseigheten etter dobbel anløpning er vist i henholdsvis Figur 4.26 b), d), f) og h).

Fra Figur 4.26 er en sterk korrelasjon mellom flytegrensen og hardhet (b) og strekkfasthet og hardhet (d) observert, likevel med en temperatur som skiller seg ut, nemlig 500 °C. Grunnen til dette er den lave hardheten etter anløpning ved 500 °C. Hardheten skal ideelt sett være oppimot 355 HV10 for at en sterkere korrelasjon mellom hardhet og styrke skal oppnås.

Korrelasjonen mellom hardheten og bruddtøyningene i tillegg til korrelasjonen mellom hardheten og skårslagsverdiene, som ses henholdsvis i Figur 4.26 (f) og h), gir også uttrykk for at hardheten etter 500 °C er for lav. Figur 4.26 f) viser i tillegg at duktiliteten etter samme anløpningstemperatur er for lav. Grunnen til dette er at bruddtøyninga reduseres ved å gå fra 490 °C til 500 °C som anløpningstemperatur, som er vist i Figur 4.27 d). Dette er ikke tilfellet for skårslagsverdiene i Figur 4.27d), som viser at seigheten stiger jevnt til anløpningstemperaturen 510 °C.

Også for dobbel anløpning ses størst seighet etter anløpning ved 510 °C, som vist i Figur 4.27 e). Korrelasjon mellom bruddtøyningen og hardheten (Figur 4.26 f)) og korrelasjonen mellom hardheten og skårslagseigheten (Figur 4.26 h)) gir uttrykk for at seigheten og duktiliteten etter dobbel anløpning ved 510 °C og 520 °C er for høy, da spesielt ved å betrakte korrelasjonen mellom hardhet og bruddtøyning. Likevel, ut i fra at både Figur 4.27d) og e) antyder det samme, er det stor sannsynlighet for at størst seighet og duktilitet oppnås etter anløpning ved 510 °C eller nærheten av 510 °C (høyest bruddtøyning i tilfellet for dobbel anløpning oppnås etter anløpning ved 520

°C) i det aktuelle temperaturområdet for anløpning. Dette gjelder både etter enkel og dobbel anløpning.

5.5 Videre arbeid

Med utgangspunkt i resultatene og diskusjonen gitt i denne oppgaven gis følgende forslag til videre undersøkelser:

- Austenittandelen etter anløpning ved hver anløpningstemperatur, både i tilfellet for enkel og dobbel anløpning, bør kartlegges. Dette for å klargjøre når den reverserte austenitten presipiteres, og dermed for å kartlegge den reverserte austenittens bidrag til de mekaniske egenskapene. I tillegg er betydningen av anløpningstid på austenittandelen i stålet relevant i denne oppgaven, og bør følgelig undersøkes videre.
- Flere paralleller bør lages for å få mer troverdige resultater fra de mekaniske testene. Dette gjelder både for strekkprøver og for skårslagprøver.
- Strekkprøver med større dimensjoner enn de gitte dimensjonene i denne oppgaven bør maskineres og testes. Dette for å redusere konsekvensen av maskineringsfeil og andre feil.
- Betydningen av karbidutfelling under anløpning bør undersøkes. Ved å anvende TEM kan karbidene identifiseres og vurderes opp i mot de mekaniske egenskapene til materialet etter anløpning.

6 KONKLUSJON

I denne rapporten er studier gjort på effekten av anløpningstemperaturen i intervallet 480-530 °C på de mekaniske egenskapene til det martensittisk rustfrie stålet S165M. Det er i tillegg kartlagt innvirkningen av enkel sammenlignet med dobbel anløpning på de mekaniske egenskapene. Fra resultatene kan følgende konklusjoner trekkes:

- Mikrostrukturen til S165M etter både herding og anløpning består blant annet av tydelige strenger av delta-ferritt, noe som samsvarer med rådende teori.
- Under anløpning i temperaturområdet 480-530 °C mykner martensittmatriksen. Trolig skjer en oppløsning av indre spenninger og en reduksjon i dislokasjonstettheten mellom martensittnålene. Dermed reduseres styrken og hardheten til materialet med en økning i anløpningstemperatur, samtidig som seigheten og duktiliteten øker. Dette stemmer godt overens med resultatene i denne oppgaven.
- Ved lavere anløpningstemperaturer innenfor det aktuelle intervallet for anløpning fås et mer duktilt materiale etter enkel anløpning sammenlignet med dobbel. Det er foreslått at dobbel anløpning i dette tilfellet heller blir en enkel anløpning over en lengre tid slik at kornstrukturen forgroves, fremfor presipiteringen av ny, seig austenitt mellom martensittnålene. Det er også foreslått at en dobbel anløpning medfører lavere andel restaustenitt i materialet enn en enkel, som da medfører større seighet etter enkel anløpning enn etter dobbel.
- Høyest styrke fås ved de laveste anløpningstemperaturene i det aktuelle temperaturintervallet, trolig grunnet en kombinasjon av presipitering av fint fordelte Mo_2C - og Cr_7C_3 -partikler, som er dokumentert av flere studier. Tilstedeværelsen av karbidene ble imidlertid verken bekreftet eller avkreftet ved å anvende EDS-analyser på mikrostrukturer og bruddflater i denne oppgaven.
- Både bruddtøyningene og skårslagsverdiene antyder at størst duktilitet og seighet oppnås etter enkel og dobbel anløpning ved eller i nærheten av 510 °C (høyest bruddtøyningen er observert etter dobbel anløpning ved 520 °C). Grunnen til dette kan være en kombinasjon av presipitering av reversert austenitt og en ytterligere anløpning av martensitt sammenlignet med anløpning ved lavere temperaturer.
- Ved de høyeste anløpningstemperaturene i intervallet ses en klar forskjell mellom enkel og dobbel anløpning med hensyn på seighet og duktilitet. Det antas at denne forskjellen øker ved anløpning ved høyere temperaturer. Dette er dokumentert fra en tidligere studie.

- Det er en viss tvil vedrørende hardhetsverdiene etter enkel og dobbel anløpning. Korrelasjonsstudium utført i denne oppgaven antyder at hardheten etter enkel anløpning på 520 °C og dobbel anløpning på 500 °C ikke samsvarer med resultat fra de andre mekaniske testene. Basert på mikrostrukturundersøkelser er det likevel foreslått en grunn til avviket er utfelling av en stor andel karbider som gjør materialet hardere.

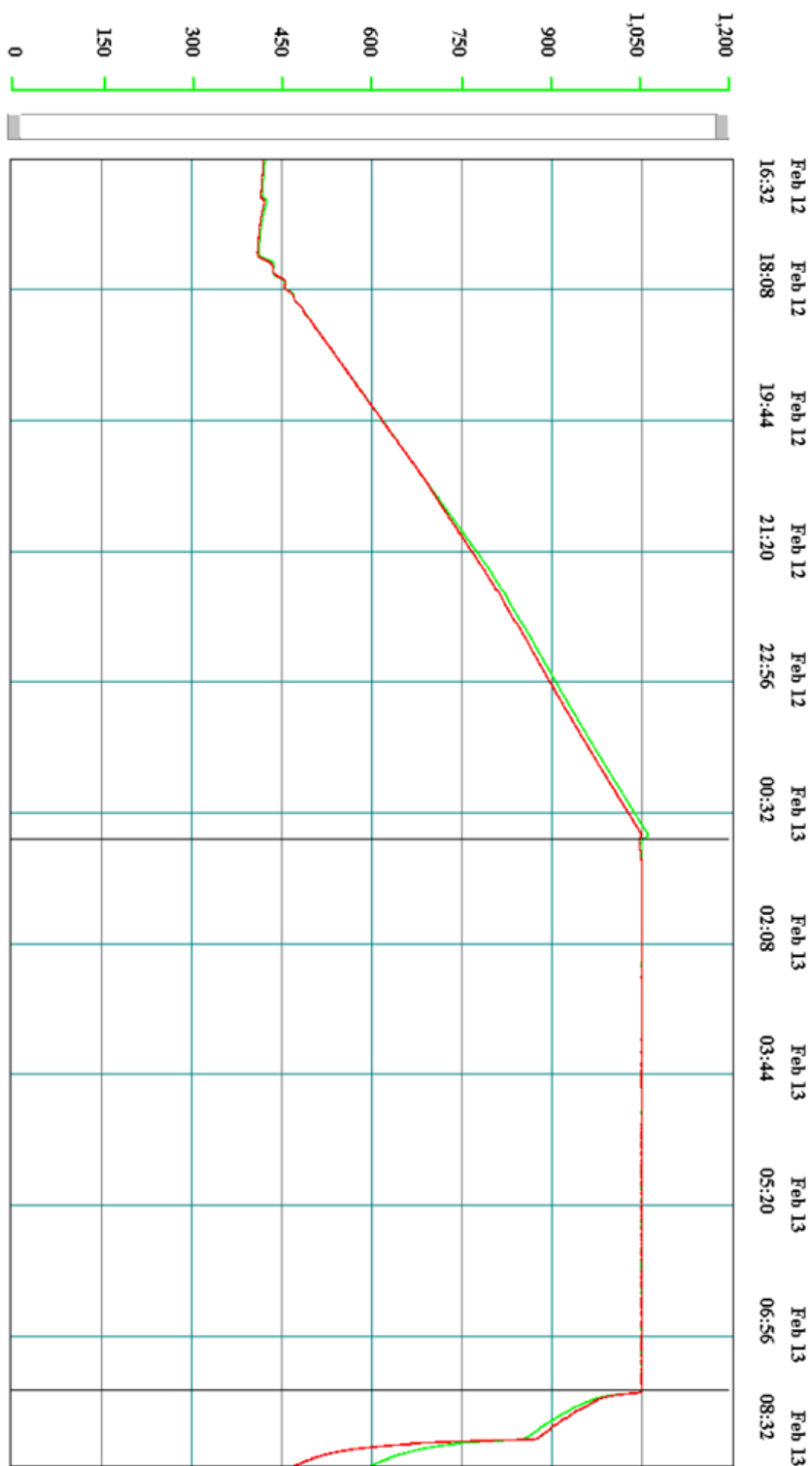
Basert på resultatene gitt i Figur 4.27 foreslås en enkel anløpning på 500 °C av S165M i det undersøkte temperaturintervallet. Dette gir en tilfredsstillende kombinasjon av styrke og seighet.

REFERANSER

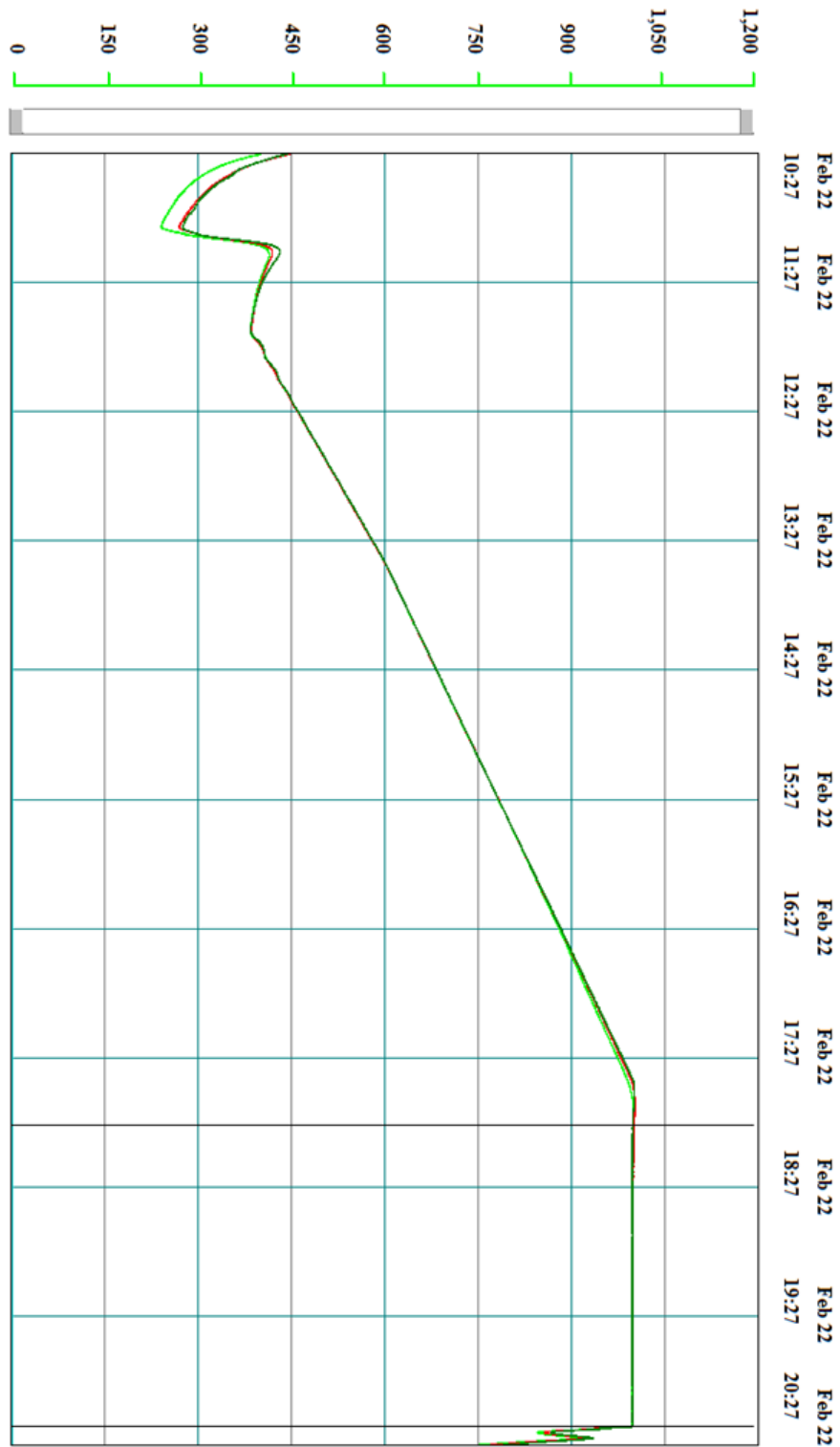
1. Abdel-Karim, R., et al., *Effect of thermal aging on pitting corrosion resistance of 16Cr-5Ni-1Mo precipitation hardening stainless steel*. Materials Science and Technology, 2004. **20**(12): p. 1573-1577.
2. Qin, B., Z.Y. Wang, and Q.S. Sun, *Effect of tempering temperature on properties of 00Cr16Ni5Mo stainless steel*. Materials Characterization, 2008. **59**(8): p. 1096-1100.
3. Niederau, H.-J., *Properties and uses of 16Cr-5Ni cast and wrought stainless steel*, in *ACHEMA Exposition 1982*.
4. Balan, K., A.V. Reddy, and D. Sarma, *Austenite precipitation during tempering in 16Cr-2Ni martensitic stainless steels*. Scripta Materialia, 1998. **39**(7).
5. Nakagawa, H. and T. Miyazaki, *Effect of retained austenite on the microstructure and mechanical properties of martensitic precipitation hardening stainless steel*. Journal of Materials Science, 1999. **34**(16): p. 3901-3908.
6. Al Dawood, M., et al., *Thermal aging of 16Cr-5Ni-1Mo stainless steel Part 1- Microstructural analysis*. Materials Science and Technology, 2004. **20**(3): p. 363-369.
7. Al Dawood, M., et al., *Thermal aging of 16Cr-5Ni-1Mo stainless steel Part 2- Mechanical property characterisation*. Materials Science and Technology, 2004. **20**(3): p. 370-374.
8. Calliari, I., et al., *Investigation of microstructure and properties of a Ni-Mo martensitic stainless steel*. Materials & Design, 2008. **29**(1): p. 246-250.
9. Li, D.Z., et al., *Martensitic Stainless Steel 0Cr13Ni4Mo for Hydraulic Runner*. Materials Challenges in Alternative and Renewable Energy, 2011. **224**(4): p. 265-277.
10. Wang, P., et al., *Effect of delta ferrite on impact properties of low carbon 13Cr-4Ni martensitic stainless steel*. Materials Science and Engineering: A, 2010. **527**(13-14): p. 3210-3216.
11. Hubáčková, J., V. Číhal, and K. Mazanec, *Two-Stage Tempering of steel 13%Cr6%Ni*. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 1984. **15**(12): p. 411-415.
12. Solberg, J.K., *Teknologiske metaller og legeringer*. Institutt for materialteknologi, NTNU, 2009.
13. Davis, J.R. and A.I.H. Committee, *Stainless Steels 1994*: Asm International.
14. Honeycombe, R. and H. Bhadeshia, *Steels - Microstructure and Properties (3rd Edition)*, Elsevier.

15. Leffler, B. *Stainless Steel and Their Properties*. Welding Journal 2000; Available from: <http://www.hazmetal.com/f/kutu/1236776229.pdf>.
16. Folkhard, E. and G. Rabensteiner, *Welding metallurgy of stainless steels* 1988: Springer-Verlag.
17. Servant, C., E. Gherbi, and G. Cizeron, *TEM investigation of the tempering behaviour of the maraging PH 17.4 Mo stainless steel*. Journal of Materials Science, 1987. **22**(7): p. 2297-2304.
18. Carrouge, D., *Transformation in Supermartensitic Stainless Steels*, in *Department of Materials and Science and Metallurgy 2002*, Cambridge.
19. Bilmes, P.D., M. Solari, and C.L. Llorente, *Characteristics and effects of austenite resulting from tempering of 13Cr–NiMo martensitic steel weld metals*. Materials Characterization, 2001. **46**(4): p. 285-296.
20. Plumtree, A. and R. Gullberg, *Embrittlement of a continuously cooled Fe-25 Cr alloy*. Metallurgical Transactions A, 1976. **7**(8): p. 1451-1458.
21. Davis, J.R. and A.I.H. Committee, *Tool Materials* 1995: Asm International. p. 337.
22. Song, Y., et al., *The influence of tempering temperature on the reversed austenite formation and tensile properties in Fe–13%Cr–4%Ni–Mo low carbon martensite stainless steels*. Materials Science and Engineering: A, 2011. **528**(12): p. 4075-4079.
23. Solberg, J.K., et al., *Post Weld Heat Treatment Response of Coarse Grained Heat Affected Zone in a Supermartensitic Stainless Steel*. Supermartensitic Stainless Steels 99, Brüssel, 1999. **7**: p. 59.
24. P. Wang, S.P.L., D.Z. Li, X.H. Kang, Y.Y. Li, *Investigation on phase transformation of ZG06Cr13Ni4Mo in tempering process with low heating rate*. Acta Metall Sin, 2008. **44**(6): p. 681-685.
25. Irvine, K.J., D.J. Crowe, and F.B. Pickering, *The Physical Metallurgy of 12% Chromium Steels*. J. Iron Steel Inst., 1960. **193**: p. 386-405.
26. Leem, D.-S., et al., *Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation of martensite to austenite in an Fe–13%Cr–7%Ni–3%Si martensitic stainless steel*. Scripta Materialia, 2001. **45**(7): p. 767-772.
27. Isfahany, A.N., H. Saghafian, and G. Borhani, *The effect of heat treatment on mechanical properties and corrosion behavior of AISI420 martensitic stainless steel*. Journal of Alloys and Compounds, 2011. **509**(9): p. 3931-3936.
28. Herikstad, R.O., *Thermal Forge Welding Simulations: A Weldability Study of X65 Pipeline Quality*, in *IMT2011*, NTNU: Trondheim. p. 20.
29. Jia-rong, L., et al., *Ductile–brittle transition behaviors for the W-films-deposited stainless steel before and after hydrogen ion irradiation*. Surface and Coatings Technology, 2005. **193**(1–3): p. 117-122.
30. Sømme, A., *Secondary Hardening in Two Supermartensitic Stainless Steels*, in *IMT2012*, NTNU: Trondheim. p. 15.

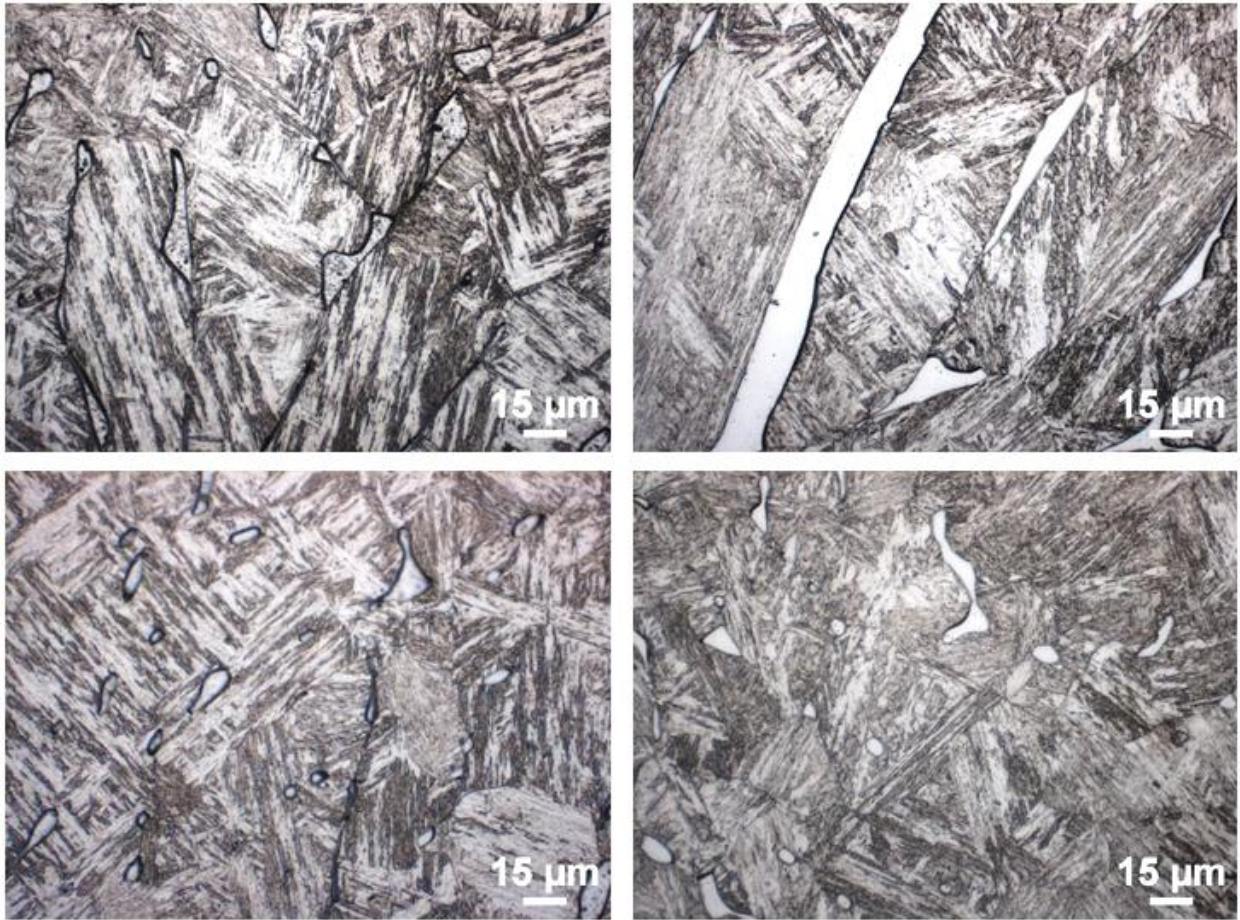
APPENDIKS



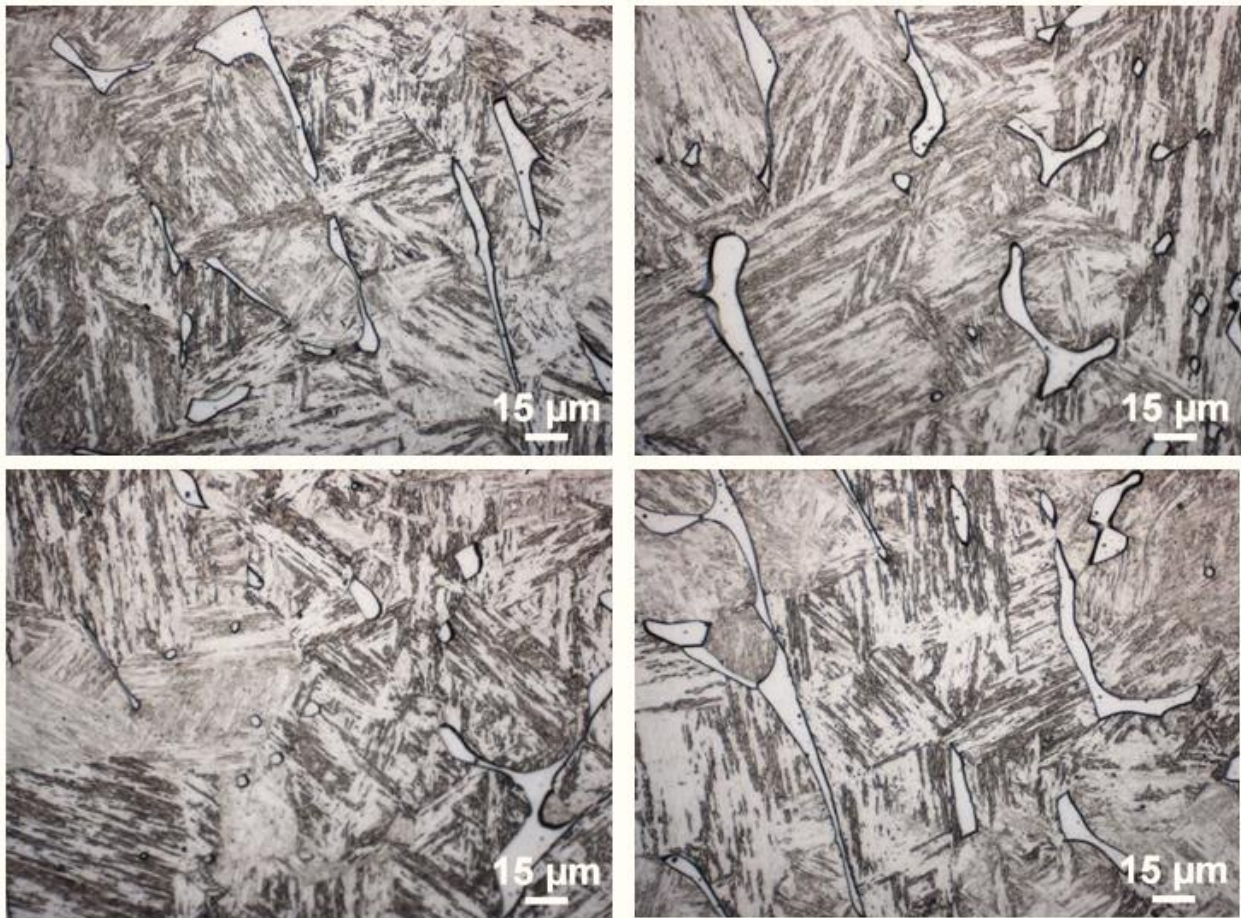
Appendiks 1: Homogenisering for prøvene, som levert av Scana Steel Stavanger AS.



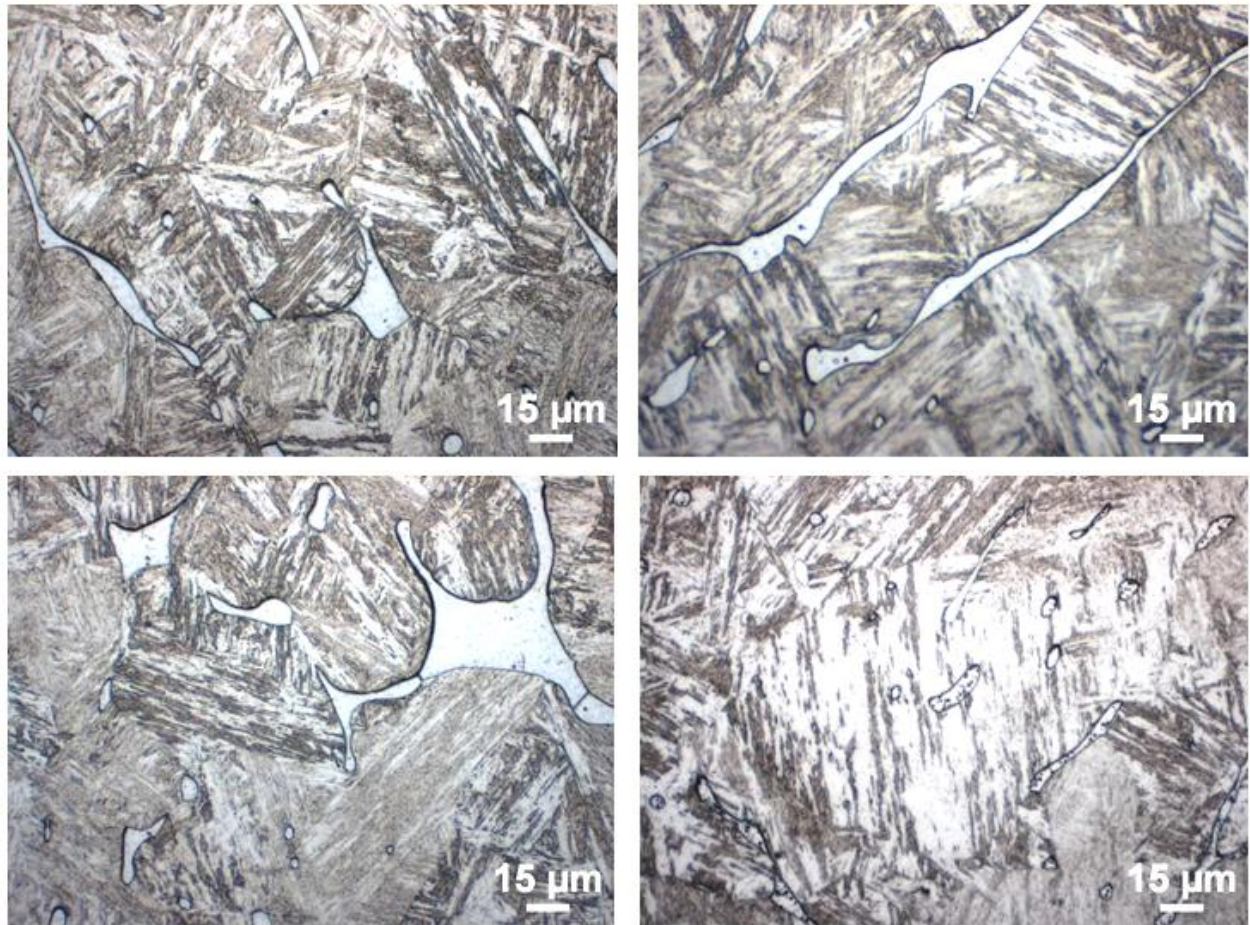
Appendiks 2: Herding av prøvene, som levert av Scana Steel Stavanger AS.



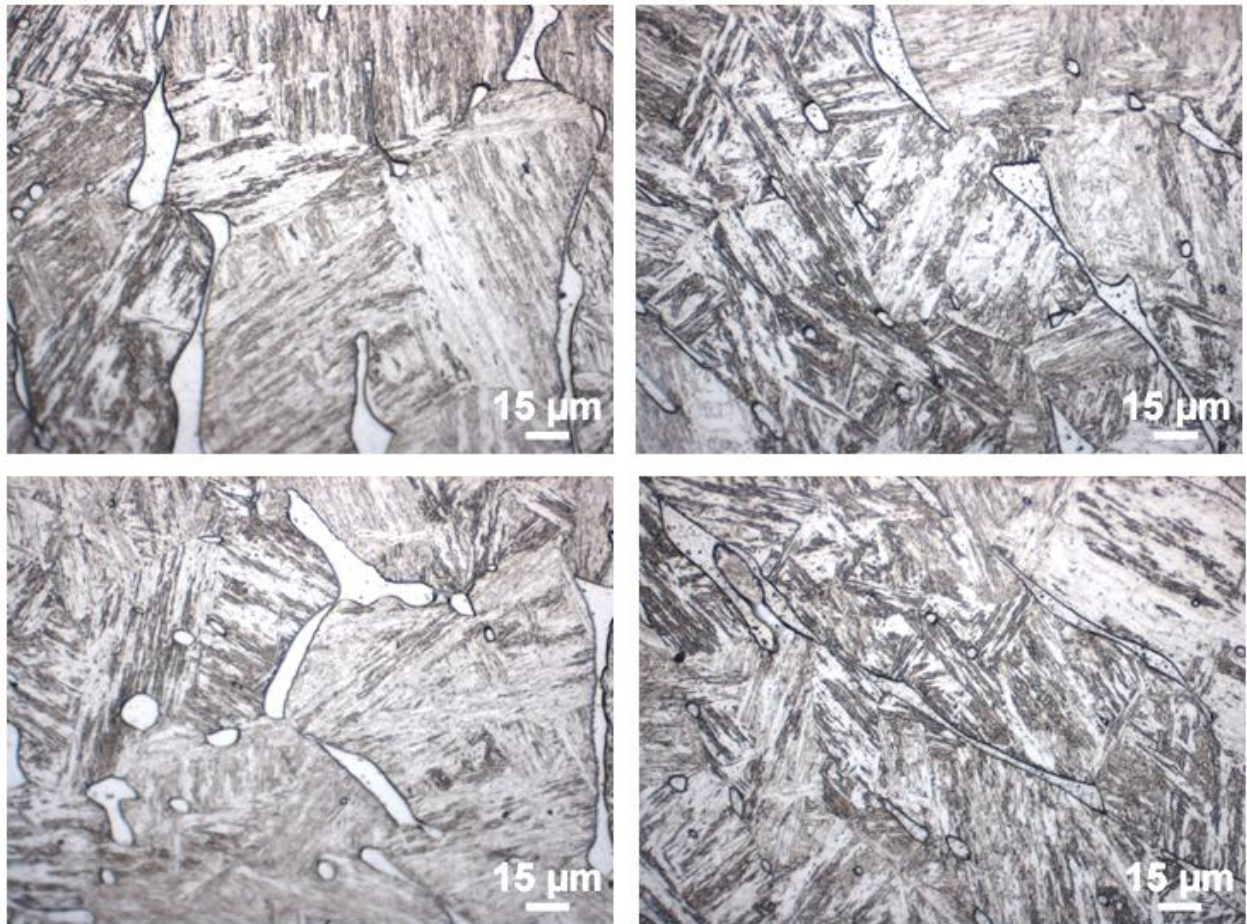
Appendiks 3: Mikrografier av enkelt anløpte prøver, 480 °C



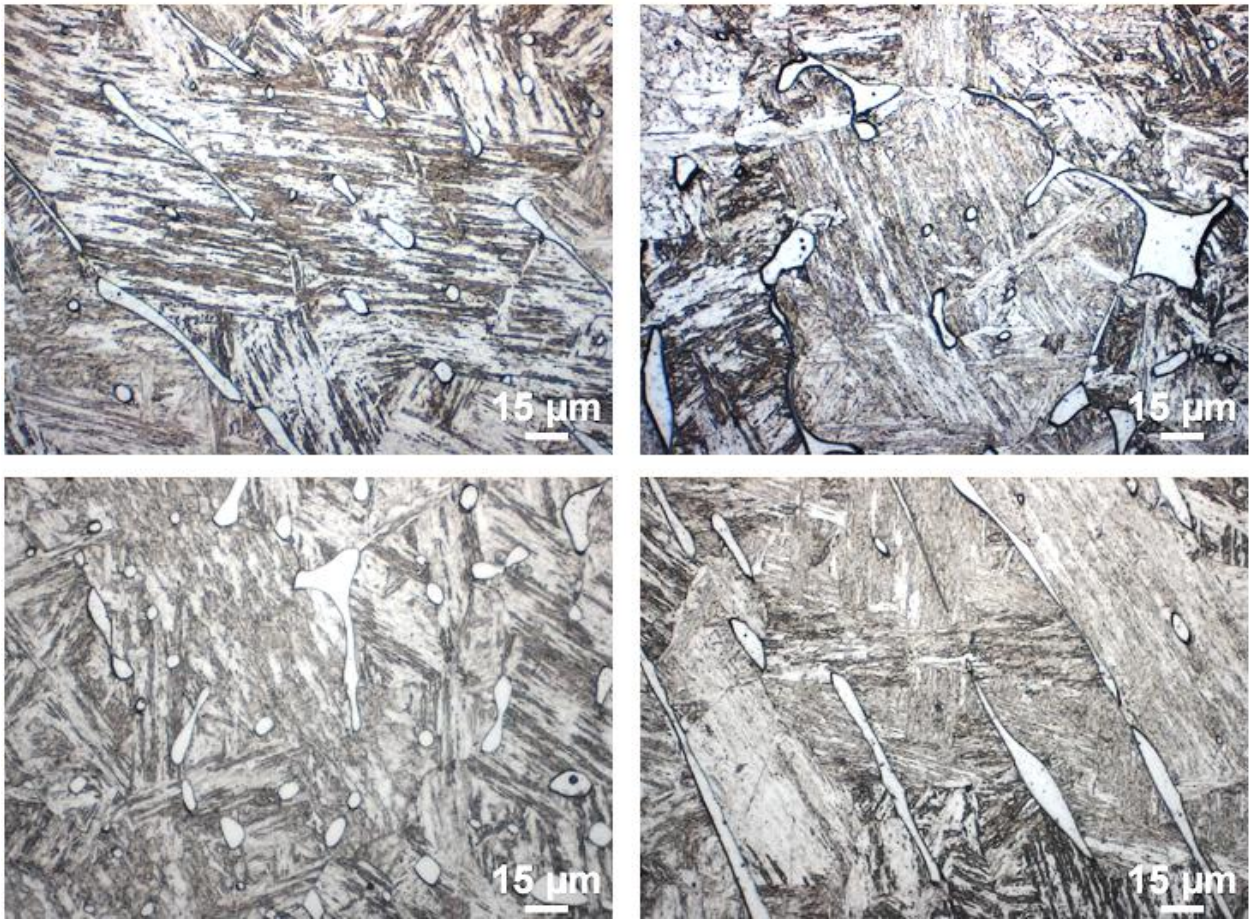
Appendiks 4: Mikrografier av dobbelt anløpte prøver, 480 °C.



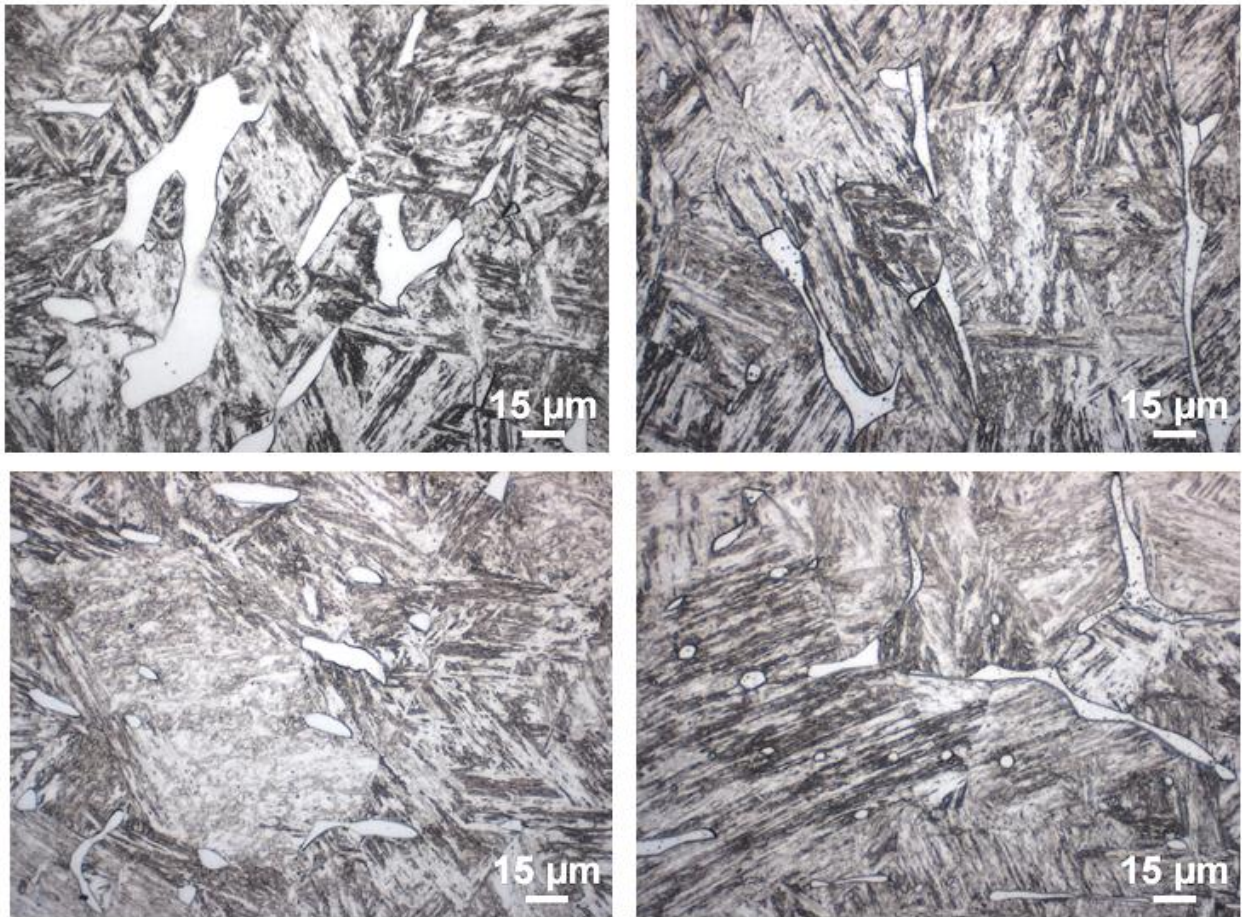
Appendiks 5: Mikrografier av enkelt anløpte prøver, 490 °C.



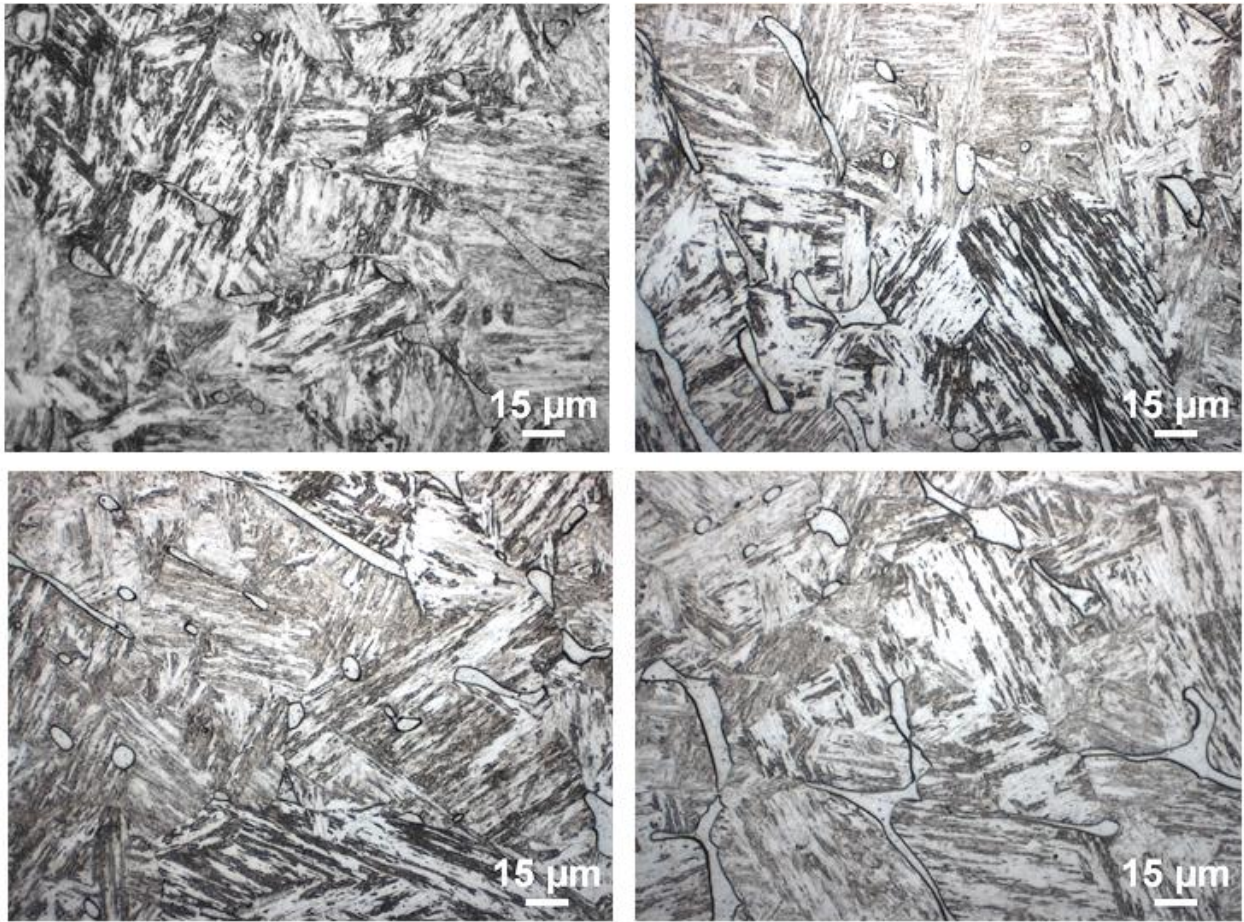
Appendiks 6: Mikrografier av dobbelt anløpte prøver, 490 °C.



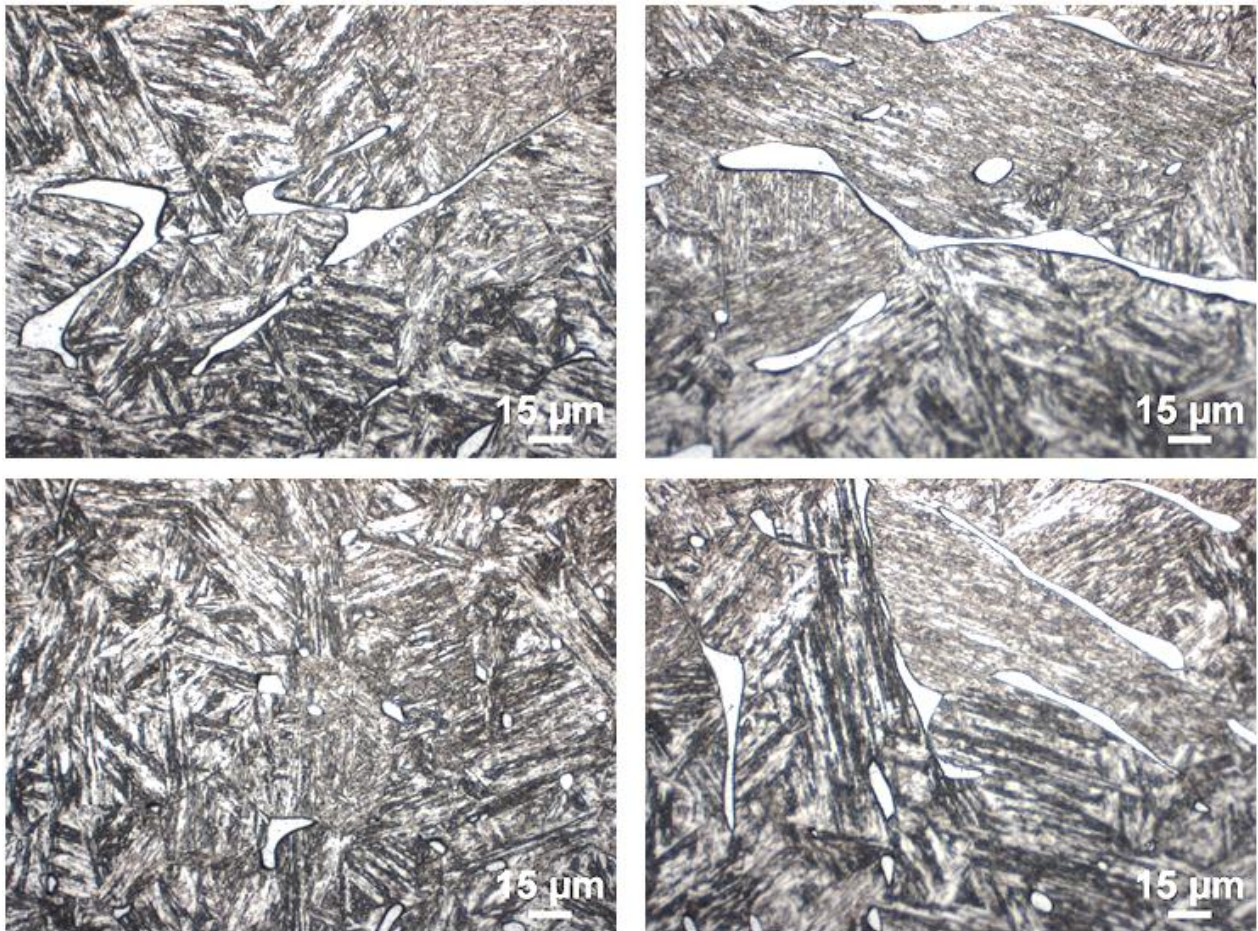
Appendiks 7: Mikrografier av enkelt anløpte prøver, 500 °C.



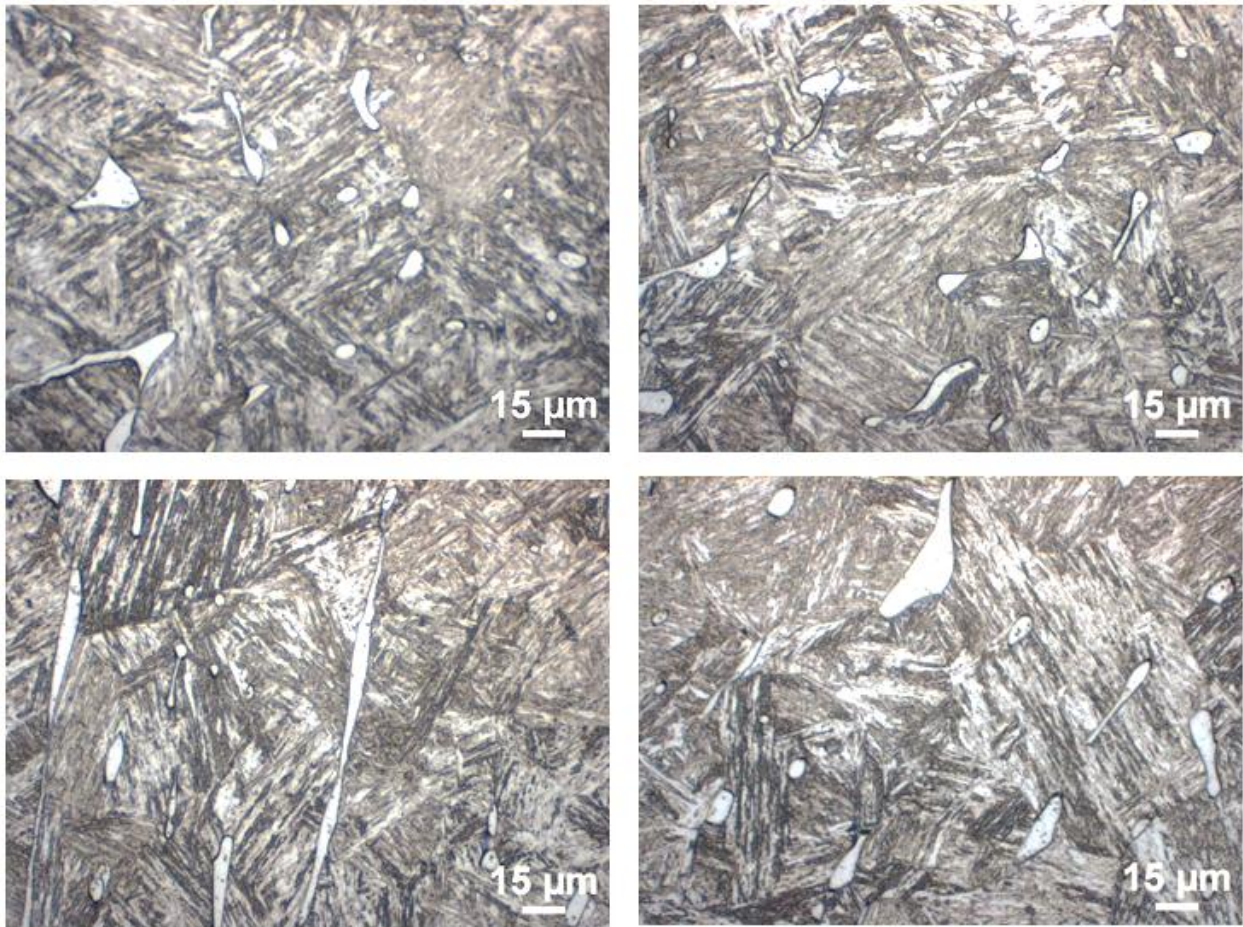
Appendiks 8: Mikrografier av dobbelt anløpte prøver, 500 °C.



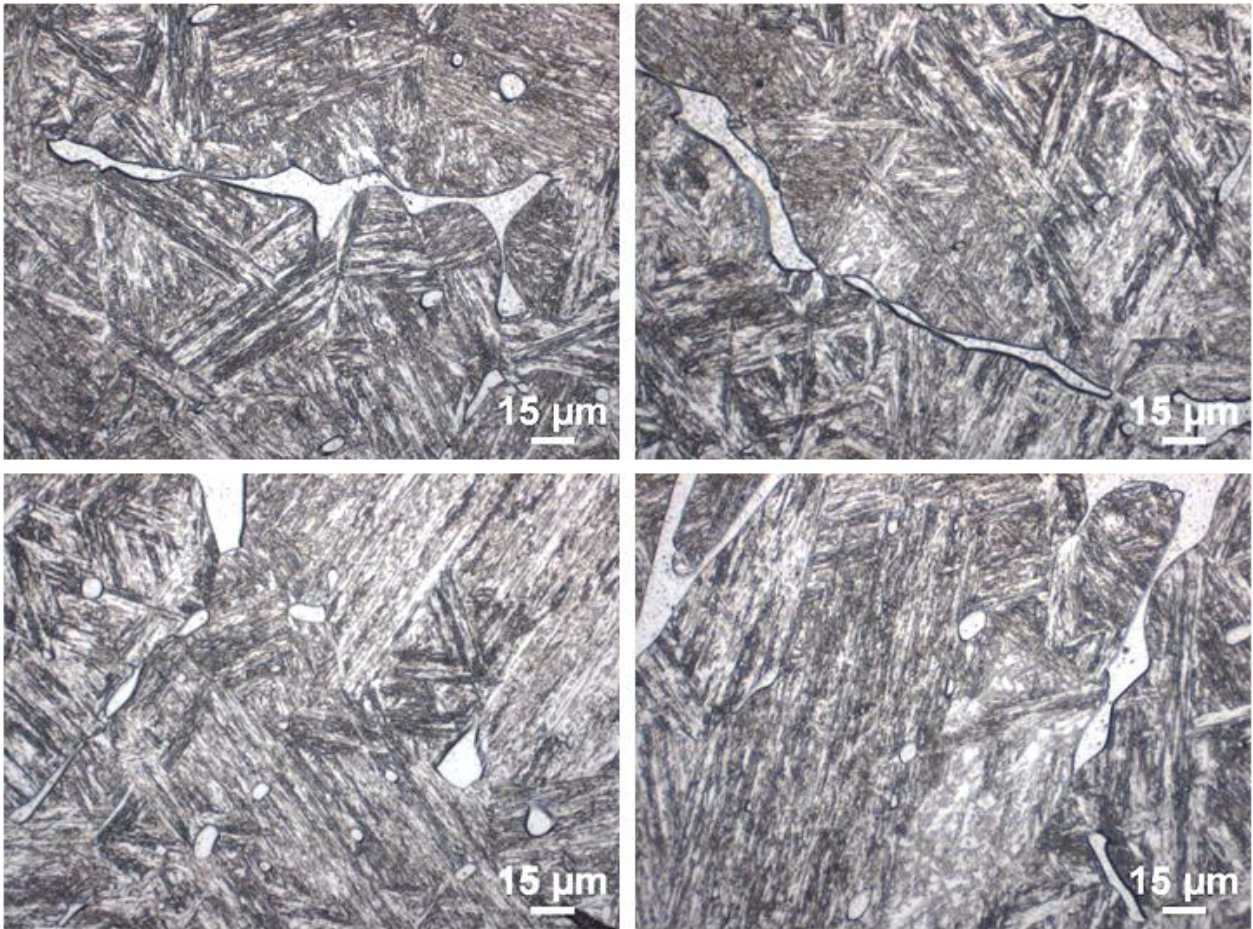
Appendiks 9: Mikrografier av enkelt anløpte prøver, 510 °C.



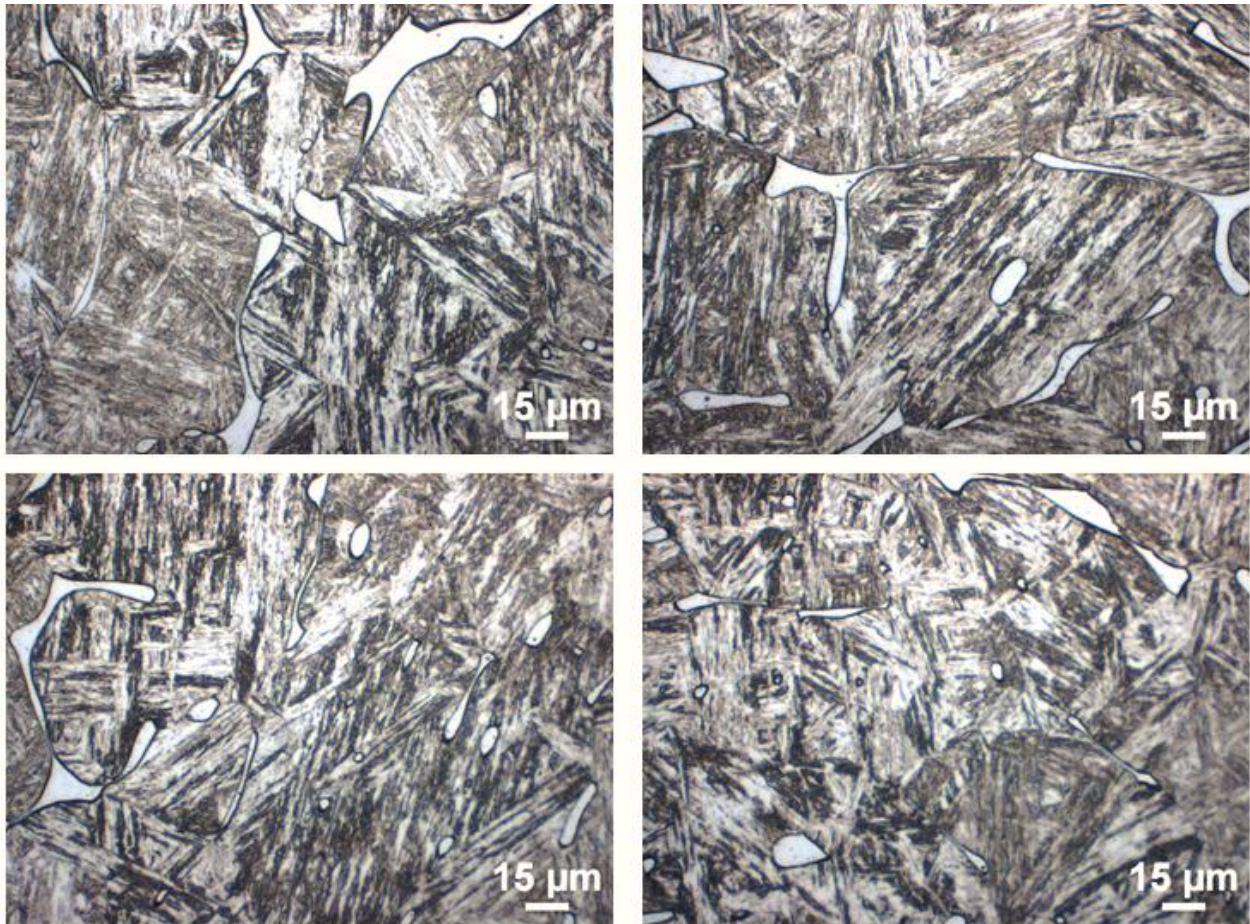
Appendiks 10: Mikrografier av dobbelt anløpte prøver, 510 °C.



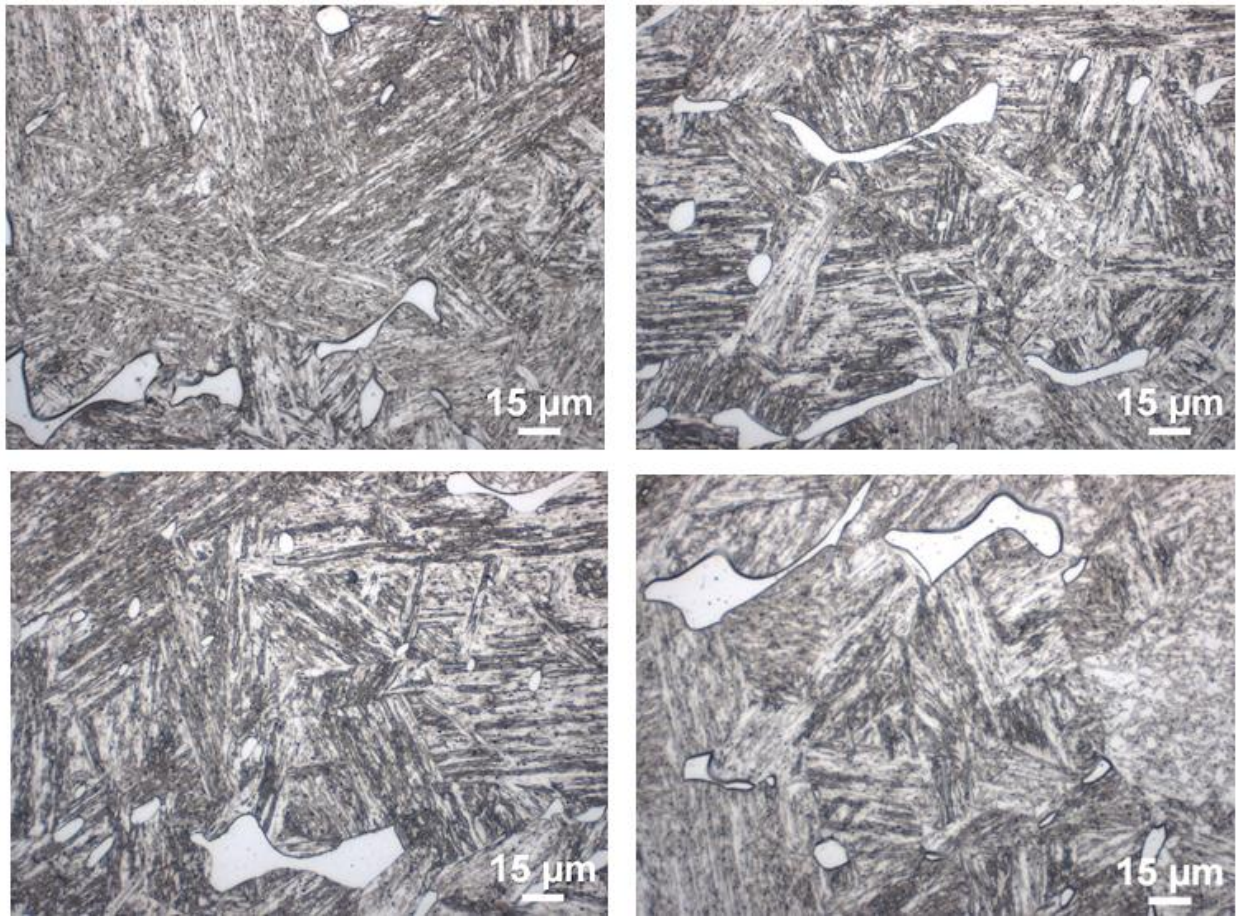
Appendiks 11: Mikrografier av enkelt anløpte prøver, 520 °C.



Appendiks 12: Mikrografier av dobbelt anløpte prøver, 520 °C.

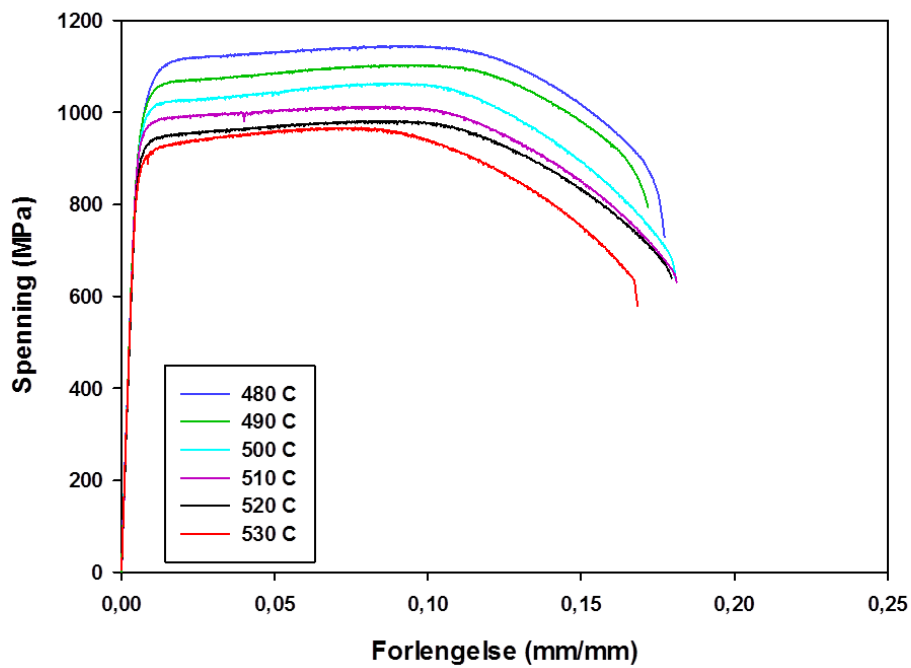


Appendiks 13: Mikrografier av enkel anløpte prøver, 530 °C.



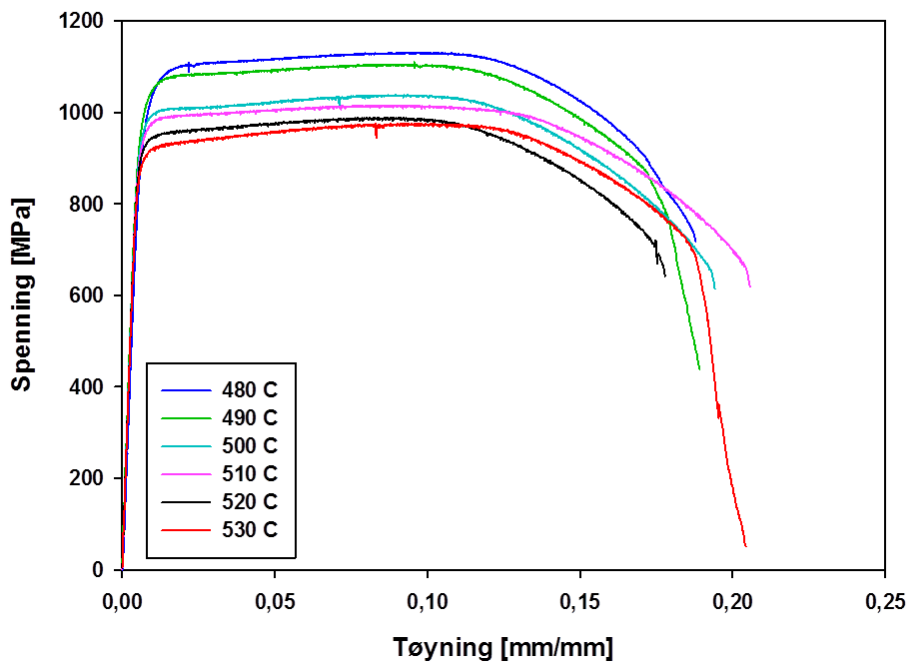
Appendiks 14: Mikrografier av dobbelt anløpte prøver, 530 °C

Enkel anløpning, parallell 1



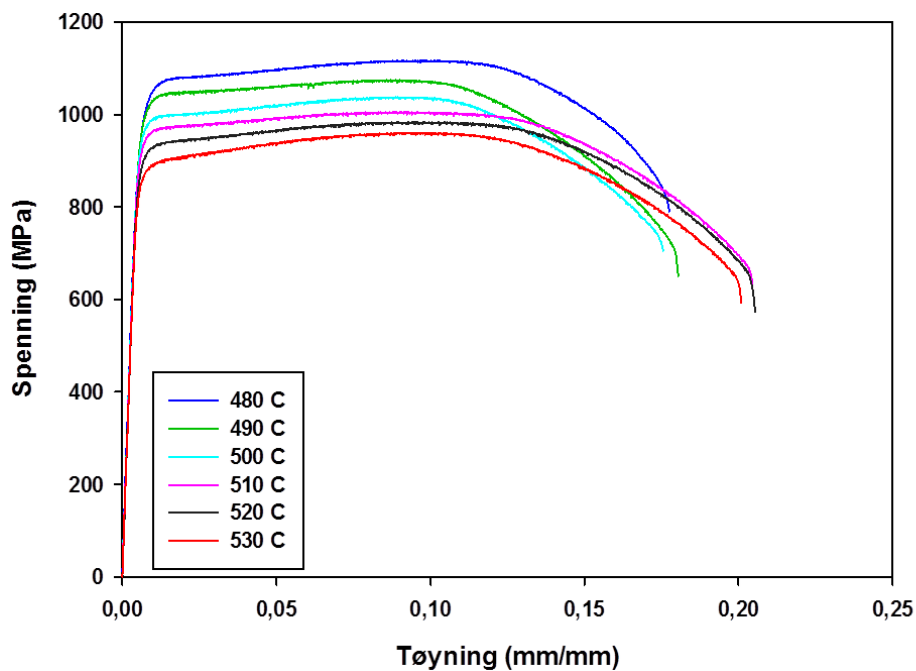
Appendiks 15: Spenning-tøyningskurver for parallell 1 av enkelt anløpte prøver.

Enkel anløpning, parallell 2



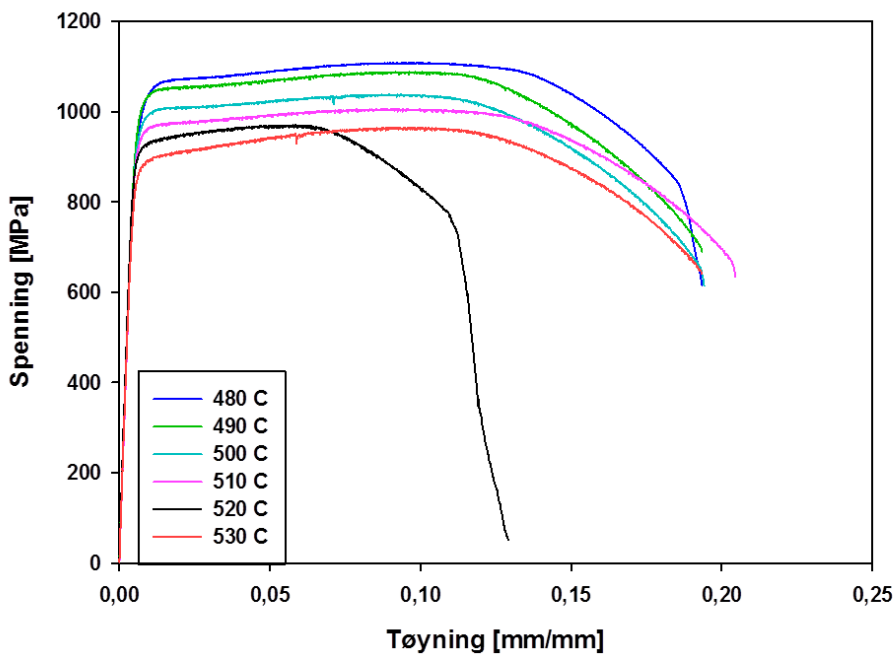
Appendiks 16: Spenning-tøyningskurver for parallell 2 av enkelt anløpte prøver.

Dobbel anløpning, parallell 1



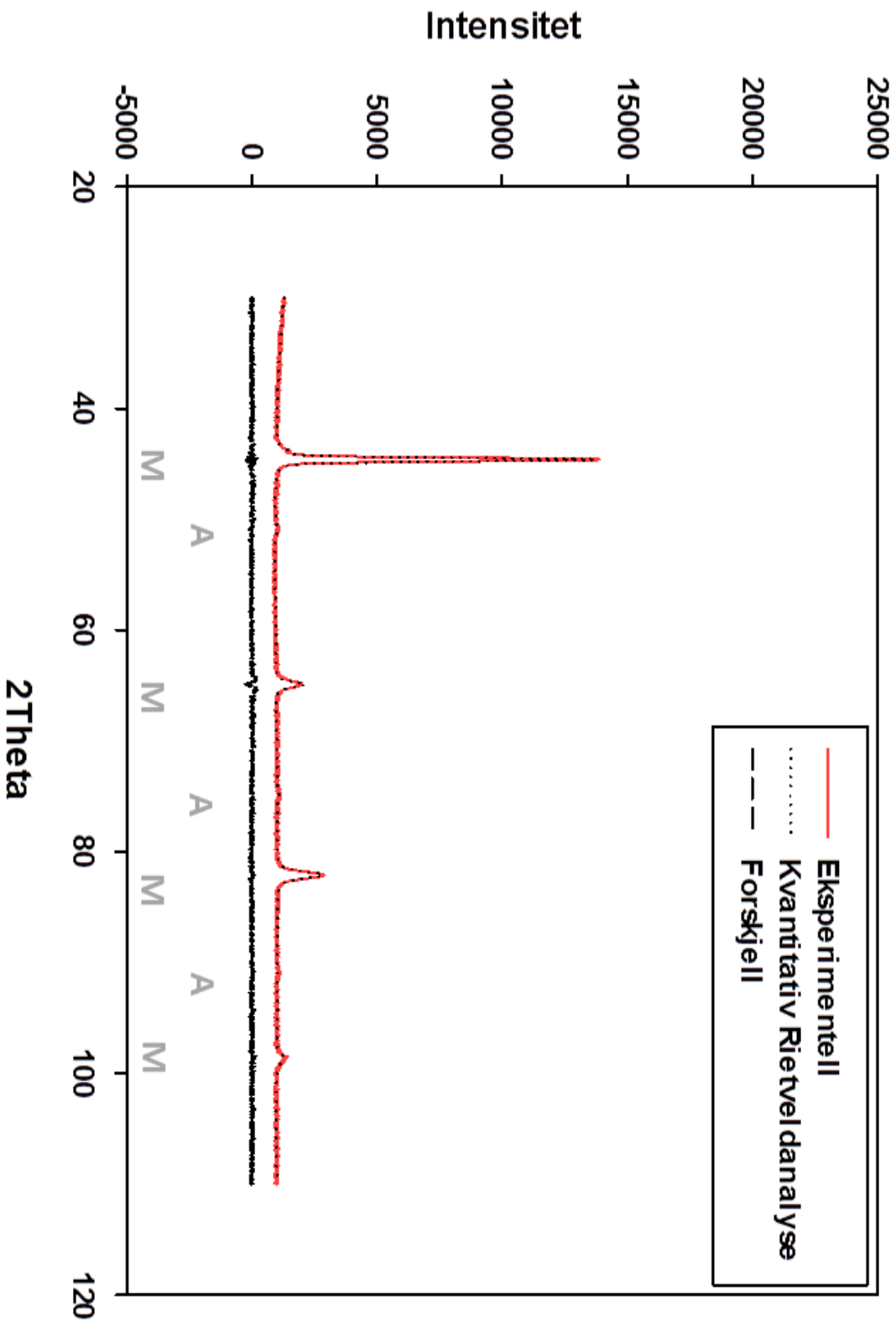
Appendiks 17: Spenning-tøyningskurver for parallell 1 av dobbelt anløpte prøver.

Dobbel anløpning, parallell 2



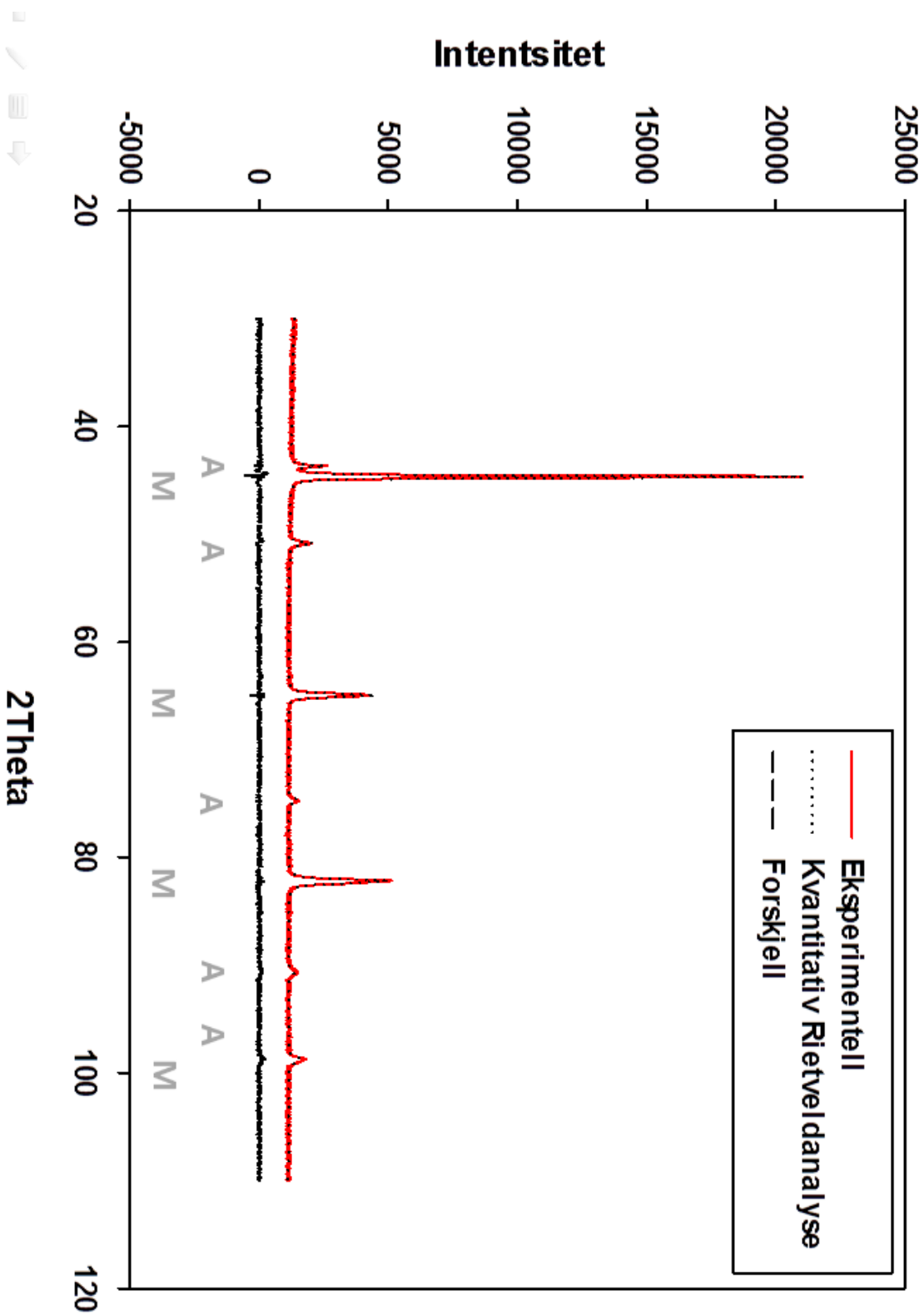
Appendiks 18: Spenning-tøyningskurver for parallell 2 av dobbelt anløpte prøver.

Uanløpt, 8,00% austenitt



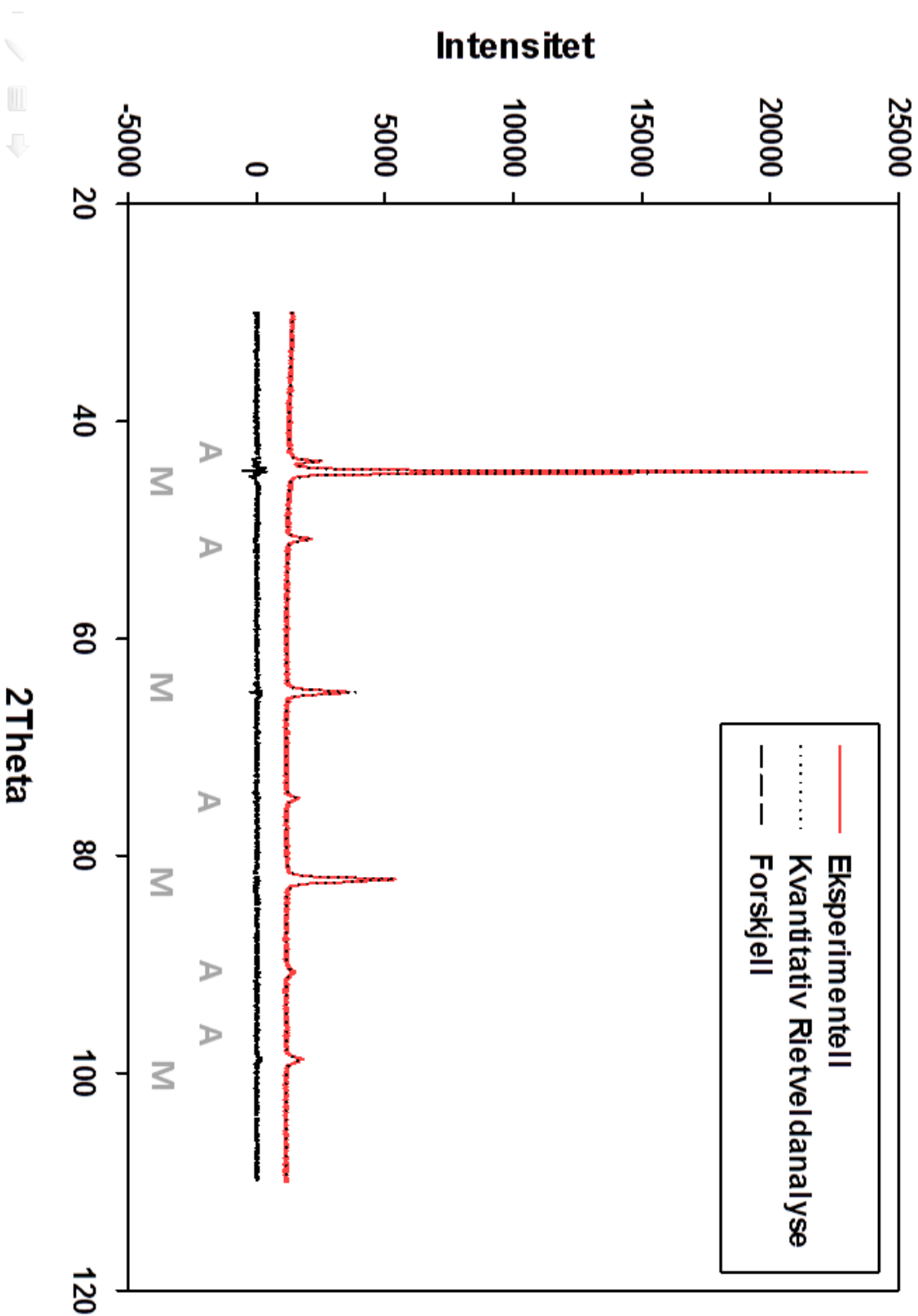
Appendiks 19: Kvantitativ Rietveldanalyse på uanløpt S165M

Enkelt anløpt ved 530C, 12,08% austenitt



Appendiks 20: Kvantitativ Rietveldanalyse på S165M enkelt anløpt ved 530 °C

Dobbelt anløpt ved 530C, 13,56% austenitt



Appendiks 21: Kvantitativ Rietveldanalyse på S165M dobbelt anløpt ved 530 °C

