

Synkrotronexperiment för utvärdering av mikrostrukturer

Erik Claesson

Gruppchef – Termomekaniska processer och ämnesgjutning

erik.claesson@swerim.se

Översikt

- Introduktion
- Large Scale infrastructure (LSI)
- LSI anläggningar
 - MAX IV and ESS
- När ska man använd LSI
- Exempel
- Aktiviteter på Swerim

Svenska satsningar

<https://lu-mediaportal.qbank.se/se/login?next=/se/search/bilder>



Max IV– Synkrotron

<https://www.maxiv.lu.se>

Energiområde: 15-45 keV

https://photon-science.desy.de/facilities/petra_iii/facility_information/index_eng.html



Petra III– Synkrotron

https://photon-science.desy.de/facilities/petra_iii/index_eng.html

P21 Swedish Materials Science Beamline

<https://www.cexs.kth.se/sv/infrastructure/the-swedish-materials-science-beamline-1.1041553>

Energiområde: 40-250 keV

<https://europeanspallationsource.se/media-bank>



ESS – Neutronkälla

<https://europeanspallationsource.se>

När ska man använda synkrotron

Möjligheter

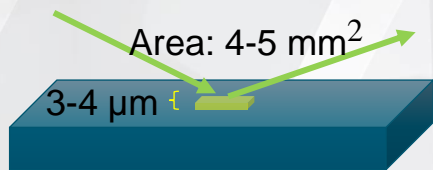
- Snabba mätningar
 - Studera snabba förlopp
 - Eller många mätningar snabbt
- Hög upplösning
- Data från en stor prov volym
 - Hög energi → Stort penetrations djup
- Mätningar under pågående experiment
 - Komplexa experiment uppställningar
 - Nära industriella processer
 - Studera fasomvandlingar
 - Partikelutskiljning
 - Oxidbildning på ytor

Exempel på metoder:

- Diffraktion (Faser och restspänningar) (WAXS)
- Låginkelspridning (Nanopartiklar, Karbider i stål etc.) (SAXS)
- Spektroskopi (Kemisksammansättning)
- Mikroskopi/avbildning
- Tomografi

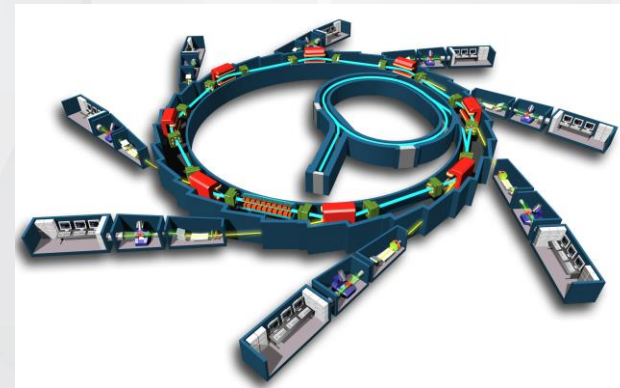
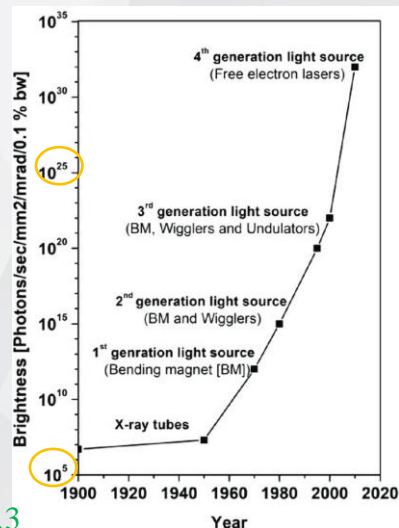
Många gånger ett komplement till labb experiment

Lab-XRD vs Synkrotron

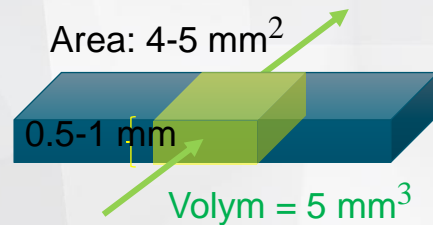


Volym = 0.012 mm³

- Inte kraftfull nog för att penetrera djupare än några μm
- Inte tillräckligt med fotoner för snabba mätningar (~30 min-1 h/mätning)
- Inte möjligt att studera snabba förlopp
- Bra tillgänglighet

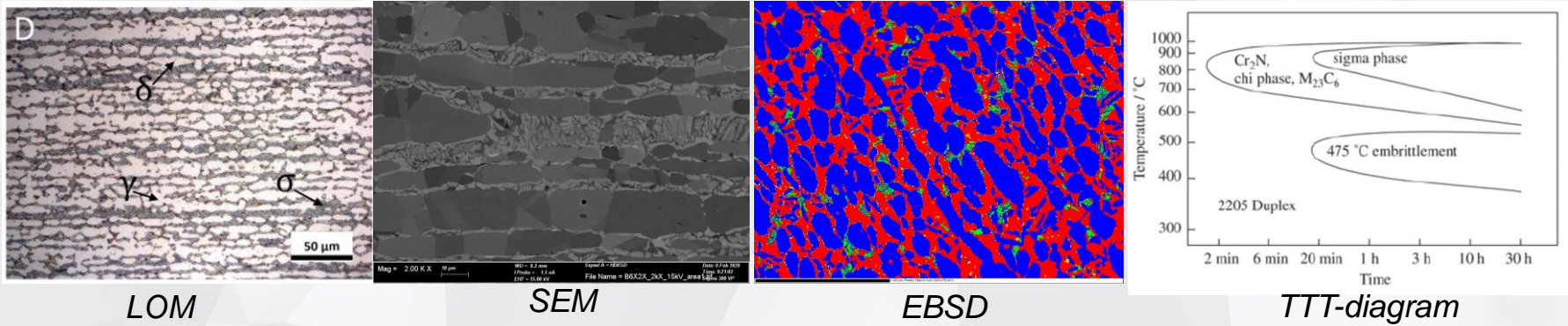


- Många fler fotoner produceras: upp till 1000 mätningar kan göras på 1 sekund
- Bulk analys



Generering av TTT diagram

- Synkrotron & dilatometri
- Utskiljning av sigma fas i duplex rostfritt stål (2205 duplex)
- Förståelse för utskiljningsförlopp
- Databas utvärdering – Beräkningsverktyg
- Mikroskopi: Ljuskroskop, svepelektronmikroskop, elektron diffraktion



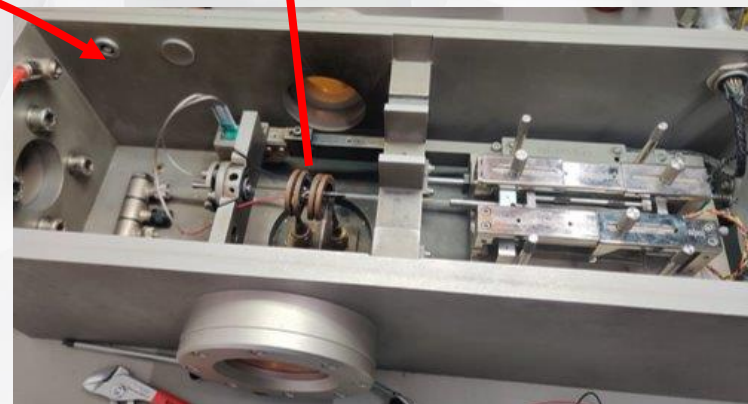
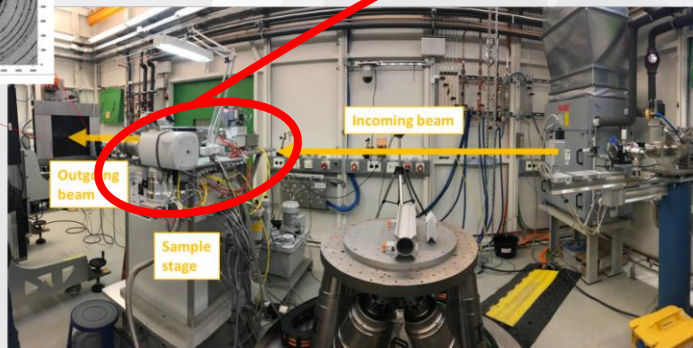
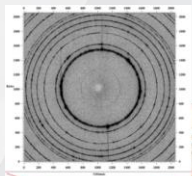
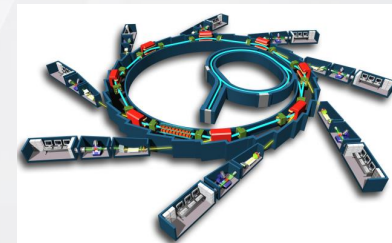
- Tidskrävande experiment och utvärdering

[1] <https://www.vinnova.se/p/in-situ-experiment-to-improve-computational-tools-for-duplex-stainless-steels/>

[2] <https://www.vinnova.se/p/utveckling-av-programvara-for-efterbehandling-av-in-situ-diffraktionsmatningar-i-metalliska-material/>

Mätningar under pågående experiment

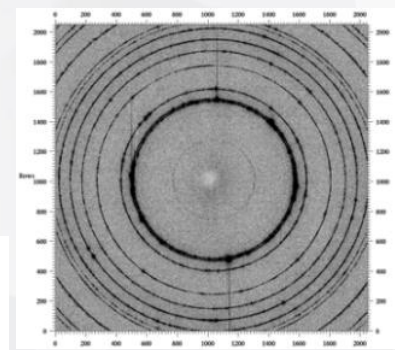
- P07, Petra III, DESY, Hamburg.
- Dilatometri → studera fasomvandlingar under olika värmnings cykler.
- Induktions värmning



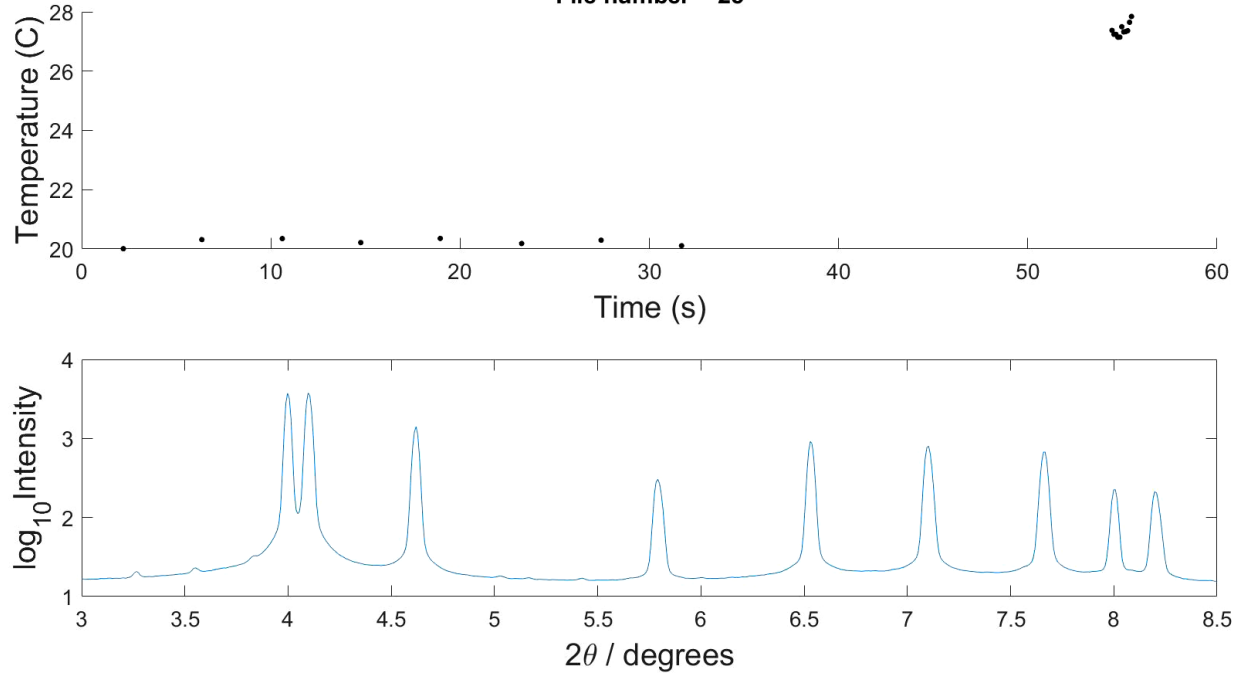
[1] <https://www.vinnova.se/p/in-situ-experiment-to-improve-computational-tools-for-duplex-stainless-steels/>

[2] <https://www.vinnova.se/p/utveckling-av-programvara-for-efterbehandling-av-in-situ-diffraktionsmatningar-i-metalliska-material/>

Mätning under pågående värmebehandling



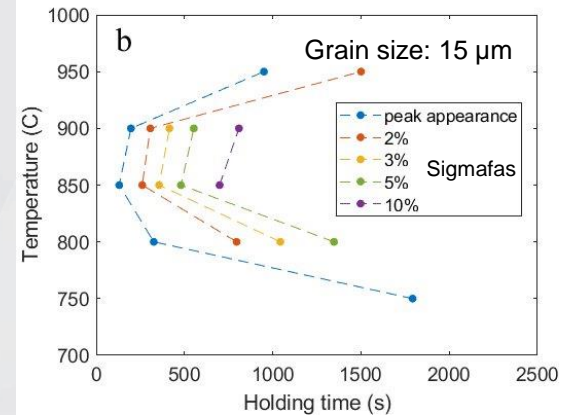
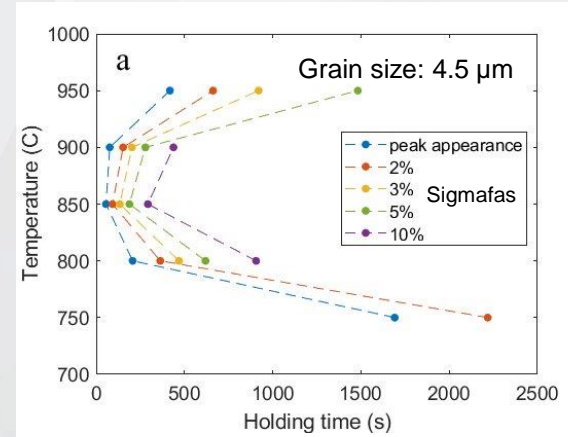
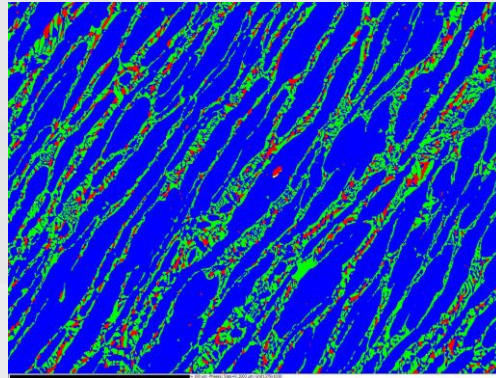
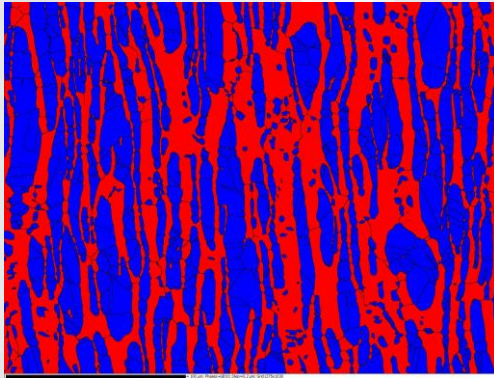
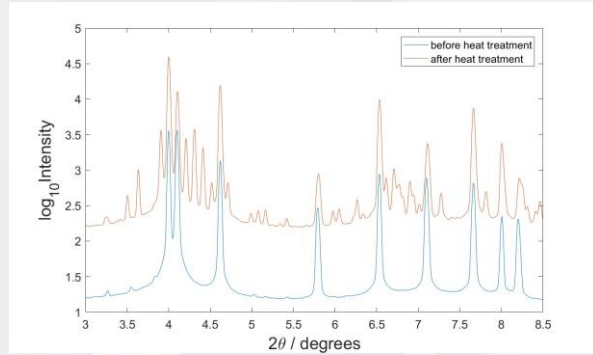
File number = 25



[1] <https://www.vinnova.se/p/in-situ-experiment-to-improve-computational-tools-for-duplex-stainless-steels/>

[2] <https://www.vinnova.se/p/utveckling-av-programvara-for-efterbehandling-av-in-situ-diffraktionsmatningar-i-metalliska-material/>

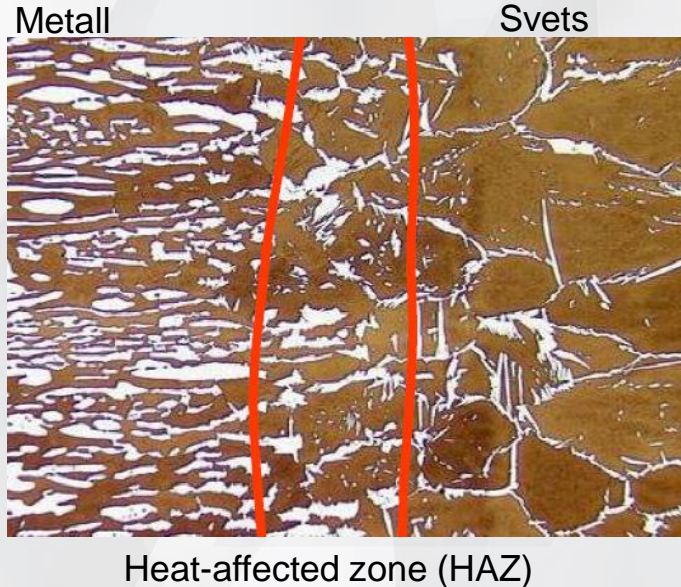
Generering av TTT diagram



[1] <https://www.vinnova.se/p/in-situ-experiment-to-improve-computational-tools-for-duplex-stainless-steels/>

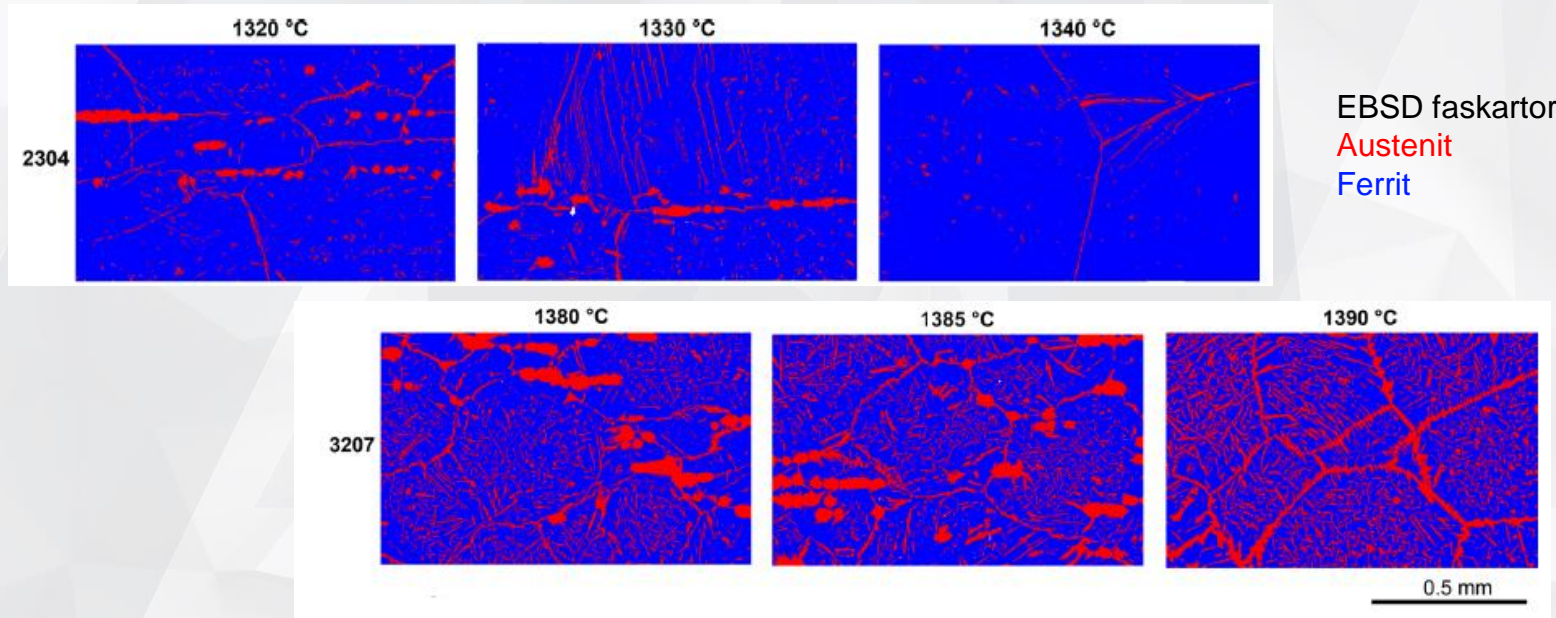
[2] <https://www.vinnova.se/p/utveckling-av-programvara-for-efterbehandling-av-in-situ-diffraktionsmatningar-i-metalliska-material/>

Förändring av mikrostruktur vid svetsning av duplex rostfria stål



- Fasjämvikt vid höga temperaturer.
- Förhindra korntillväxt i HAZ genom att förstärka stabiliteten av austenit
- Litteraturen och databaserna säger olika
- In-situ mätning av austenit stabilitet.
- Australian Nuclear Science and Technology Organisation (ANSTO)
- WOMBAT (Beam line)

Abnorm korntillväxt av ferrit pga. upplösning av austenit



High-speed powder diffractometer

Australian Nuclear Science and Technology Organisation (ANSTO)

WOMBAT (Beam line)

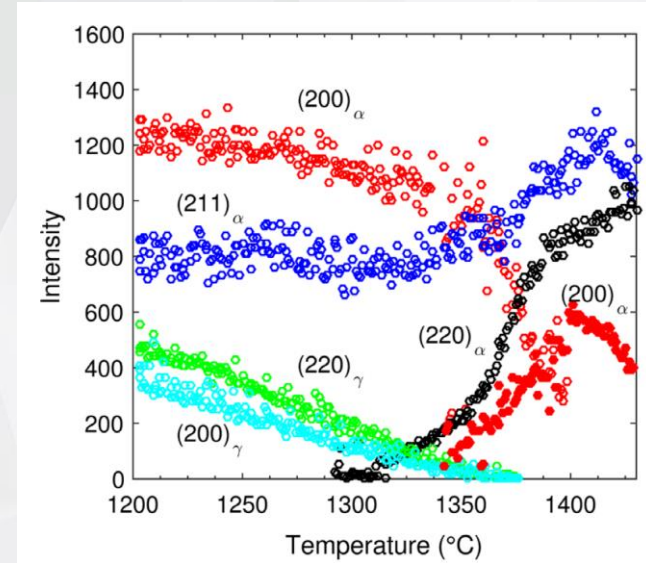
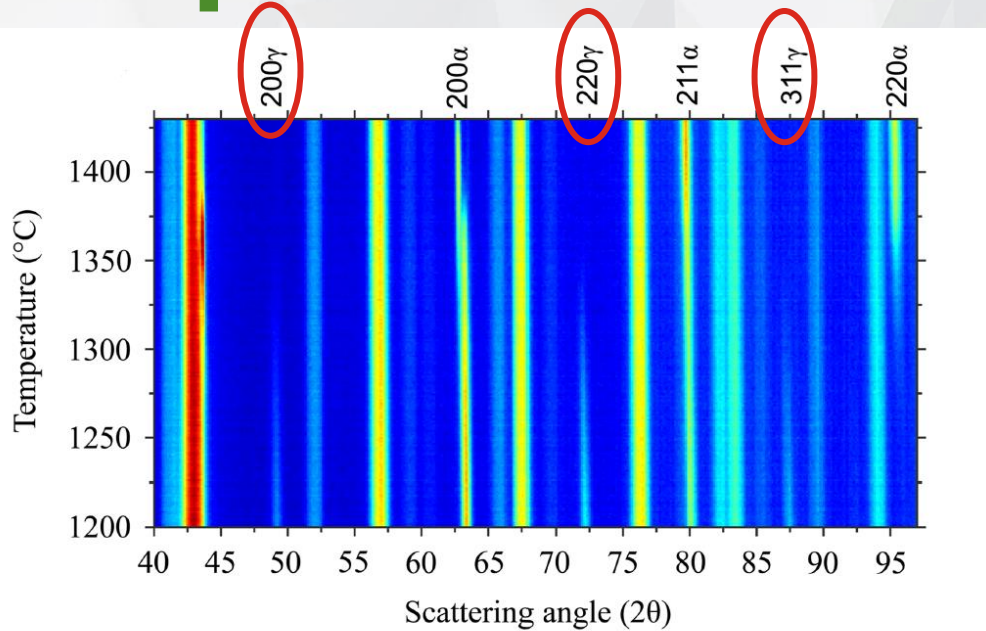
Vertical focusing
crystal
monochromator



Positions-sensitive
curved area detector
covering 2θ range $\sim 120^\circ$

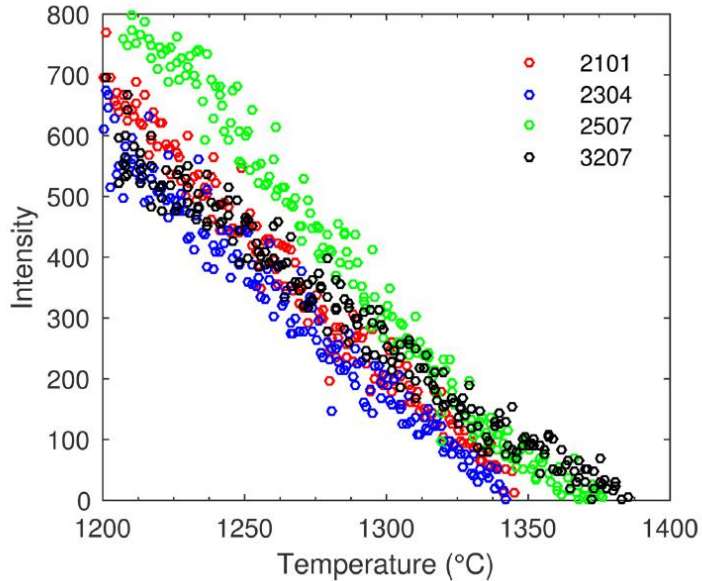
Sample stage

Diffraction som en funktion av temperatur



Heating of 2507 at a rate of 4 °C/min with 10s acquisition to detect the austenite dissolution.

Upplösningstemperatur av austenit



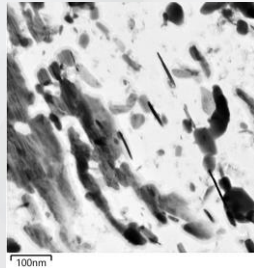
Grade	Austenite dissolution temperature °C
2304	1340
2101	1345
2507	1375
3207	1385

Summerade intensiteter för att bestämma austenitstabilitet i de olika legeringarna

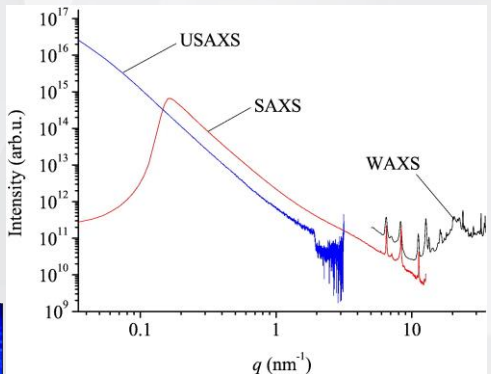
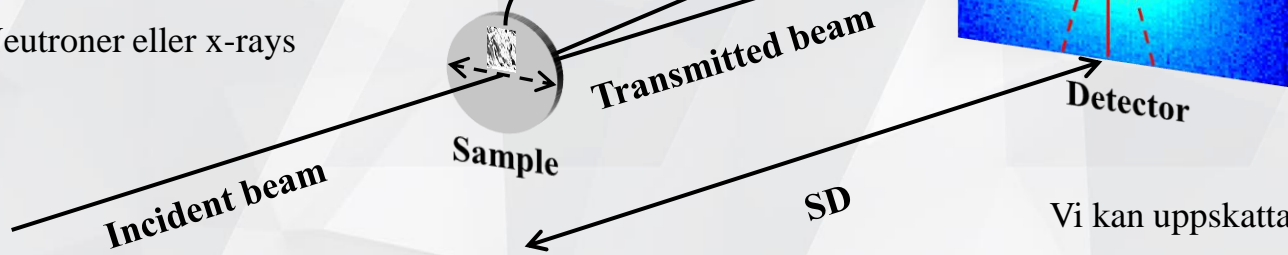
Lågvinkelspridning (SAXS/SANS)

- Används för att studera små inhomogeniteter i material genom att mäta spridning av neutroner eller röntgenstrålar vid små vinklar
- Hög upplösning och stor provvolym
- Volymfraktion och nummertätheter av partiklar

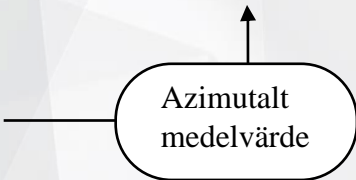
Partiklar i stål



Neutroner eller x-rays

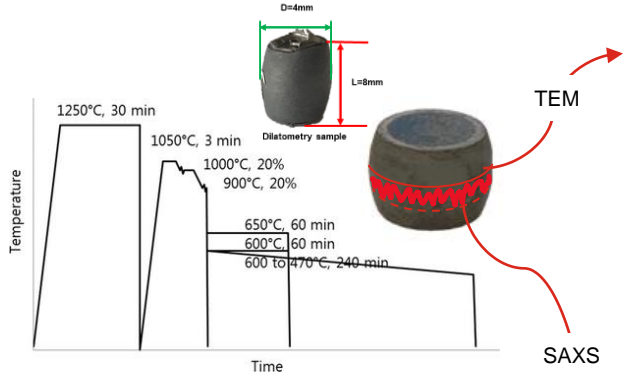


Maruyama et al *Cem. Concr. Res.* 2017, 91, 24–32



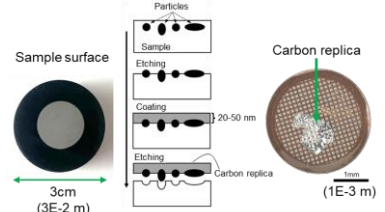
Vi kan uppskatta storleksintervallet: $d = \frac{2\pi}{q}$

TEM vs. SAXS

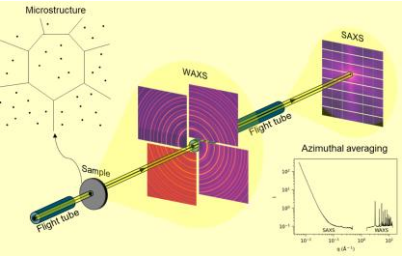
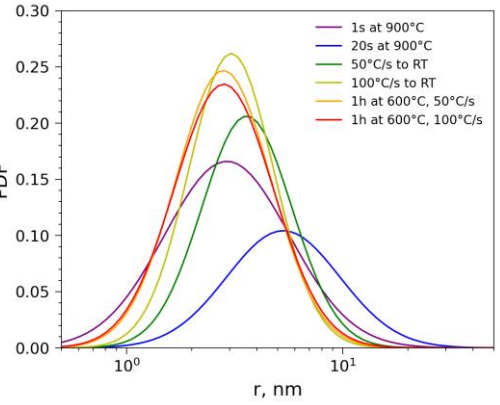
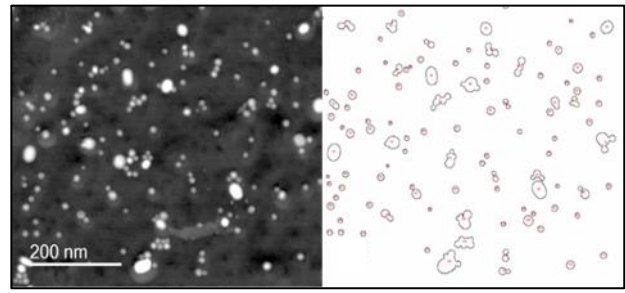


TEM

SAXS

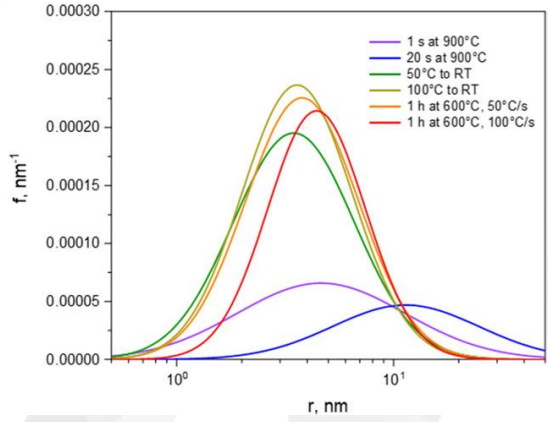
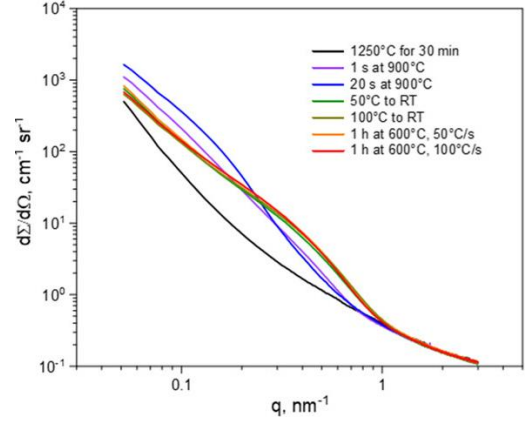
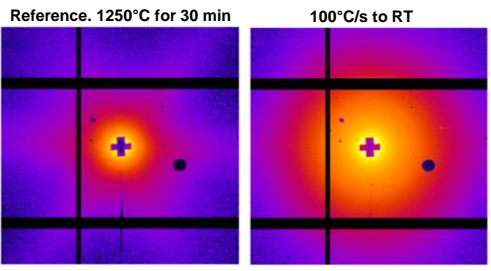


Provolym = $6E-12 \text{ mm}^3$



Beam size: 200 μm x 200 μm

Sample thickness 3.6-4 mm



Provolym = 0.16 mm^3

Sammanfattning

- Synkrotrondiffraktion är en kraftfull, icke förstörande, snabb metod för att studera fasomvandlingar och kartlägga restspänningar i material.
- Strukturförändringar kan studeras med mindre än sekunds tidsupplösning med väldigt bra statistik t.ex. under uppvärmning och kylning.
- Information kring partikelstorleksfördelningar, volymsfraktioner och nummertätheter. Data från en stor provvolym.
- Experiment för att förbättra materialdatabaser till modellering
- Det finns stora möjligheter att påverka experimentella uppställningar som är relevanta för industrin.
- Många gånger ett komplement till labb experiment

Pågående aktiviteter

- LSI Forum
 - 3årigt projekt tillsammans med 7 industripartners
- NEXT
 - Kompetenscenter
 - KTH koordinerar
- Vinnovaprojekt: Studier av partikelutskiljning och påverkan på material egenskaper.
- Kontaktpersoner Swerim AB



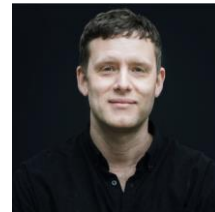
Shirin Nouhi
shirin.nouhi@swerim.se

Diffraktion



Konstantin Simonov
konstantin.simonov@swerim.se

Spektroskopi



Niklas Holländer Pettersson
niklas.hollander-pettersson@swerim.se

Diffraktion



Erik Claesson
erik.claesson@swerim.se

Låginkelspridning



SWERIM

Vi skapar industrinytta

Tack!

erik.claesson@swerim.se