



Universitetet
i Stavanger

DET TEKNISK-NATURVITENSKAPELIGE FAKULTET

BACHELOROPPGAVE

Studieprogram/spesialisering:
Maskiningeniør/Materialteknologi

Vårsemesteret, 2021

Åpen / ~~Konfidensiell~~

Forfattere:
Simen Fiske Kvande
John Austevik

Simen F. Kvande
.....
(signatur forfatter)
John Austevik
.....
(signatur forfatter)

Fagansvarlig: Professor Vidar Hansen

Veileder(e): Professor Vidar Hansen
Inge André Omundsen (Principal Material & Welding Engineer ved Subsea 7)

Tittel på bacheloroppgaven: Utfelling av kromnitrider i bøyde duplexrør

Studiepoeng: 20

Emneord:

Lysmikroskopi
UNS S31803
UNS S32205
Induksjonsbøyning

Sidetall: 32
+ 2 Appendikser: Totalt 23 sider
+ Materialsertifikat: 4 sider

+ 3 Arbeidstegninger: Totalt 3 sider

Stavanger, 15.05/2021
dato/år

Forord

Denne oppgaven er skrevet og utført i samarbeid med Subsea 7 og er benyttet som bacheloroppgave for Simen Fiske Kvande og John Austevik ved Universitetet i Stavanger (UiS) for våren 2021.

I løpet av studiet har vi sett mye på materialeegenskaper før og etter behandlinger, deformasjoner og ytre påkjenninger. Dette la videre grunnlag for en tydelig interesse for materialteknologi, og vi var tidlig bestemt på at vi ville skrive en oppgave som omhandlet dette. Oppgaven gikk ut på å se på utfellinger av kromnitrid i bøyde duplexrør, og siden vi begge har erfaringer fra industrien, hvor begge har jobbet med rør og stål, var det en naturlig oppgave å ønske seg hvor vi kunne kombinere erfaringen, kunnskapen og interessen for materialteknologi. Vi retter en stor takk til Subsea 7 som tilegnet oss oppgaven, og som løftet prosessen et hakk opp.

Under arbeidet har Vidar Hansen og Inge André Omundsen vært veiledere. Professor Vidar Hansen jobber ved Institutt for maskin, bygg og konstruksjonteknikk ved UiS. Inge André Omundsen jobber som Principal Material & Welding Engineer ved Subsea7. En stor takk rettes til Vidar Hansen for oppfølging, tålmodighet, rettleiding og svar på alle spørsmål, og til Inge André Omundsen som hadde kjappe tilbakemeldinger og god støtte denne våren.

Videre vil vi takke:

Senioringeniør Wakshum Mekonnen Tucho for hjelp ved mikroskopilab.

Professor Helge Bøvik Larsen for bistand med utregninger av termodynamikk.

Overingeniør Johan Andreas Håland Thorkaas for tilrettelegging av arbeid på verksted.

Johannes Steinnes Jensen, Caroline Einvik, Emil Surnevik Kristiansen for bistand på verkstedet.

Jørgen Grønsund for hjelp med oppsett av kombimaskin.

Simen Fiske Kvande

Stavanger 15.05.2021

John Austevik

Stavanger 15.05.2021

Sammendrag

Hensikten med denne oppgaven er å se om kompresjon har effekt på utfelling av kromnitrider i varmebehandlet, og bråkjølt, duplexstål av grad UNS S31803 og UNS S32205, med fellesbetegnelsen Duplex 2205.

Duplex sin sammensetning gir egenskaper godt egnet hvor rustfrie installasjoner er sentrale, som f. eks i oljeindustri til havs. Materialet har en høy korrosjonsmotstand som er ønskelig i korrosive miljøer. Kromnitrider virker uheldig på materialet i form av at det blant annet bidrar til å redusere korrosjonsmotstanden.

Det er observert utfellinger av kromnitrider ved intrados i rørbend produsert for Subsea 7, og bedriften ønsker en utredning for om kompresjonen materialet blir utsatt for i bøyingen er med på å framprovosere utfellinger av kromnitrider. Rørene er bøyd ved en temperatur på 1080°C til 1100°C ved hjelp av induksjonsvarme, bøyd og deretter bråkjølt med vanddyser som skyter på ytterveggen til røret. Prøvestykkene i oppgaven ble tilvirket fra et rett rør som ble tilsendt studentene. Prøvene i oppgaven ble varmebehandlet på 1100°C, og komprimert til forskjellige økte tykkelser. Studentene hadde ikke tilgjengelig utstyr for å simulere en nøyaktig lik bøying av utlevert materiale, men benyttet seg av ovn, kombimaskin til komprimering og vannbad til bråkjøling. For å kunne benytte kombimaskinen ble det tilvirket egne deler av studentene.

Grunnet avvikende faktorer fra den faktiske bøyingsprosessen og studentenes simulering må flere ting konstateres: ved komprimering ble prøvene luftkjølt, og dette varmetapet førte videre til at prøvene holdt mye lavere temperaturer enn tiltenkt under kompresjonen. Det ble ikke observert utfelling av kromnitrider i prøver holdt ved 1100°C, uansett kompresjonsgrad. Videre ble det sett på prøver som ble holdt ved 1250°C. Både prøven som ikke ble komprimert, samt prøvene som ble komprimert hadde utfellinger. Kompresjon/deformering kan skape varme i materialer, men kompresjonen i forsøket genererte ikke nok varme i materialet til å være utslagsgivende for utfellinger. Utfellingsgraden hadde ingen korrelasjon med kompresjonsgraden, og hypotesen om kompresjon er en faktor i utfellinger av kromnitrider i bøyde duplexrør forkastes, med forbehold.

Innholdsfortegnelse

1. Innledning	1
2. Teori	2
2.1 Generelt om duplex rustfritt stål.....	2
2.1.1 Duplex rustfritt stål – Historie	2
2.1.2 Legeringselementer.....	4
2.1.3 Relevante sekundære faser.....	6
2.1.4 Utfelling av kromnitrider.....	9
3. Eksperimentelt	11
3.1 Generelt.....	11
3.2 Materialdata.....	12
3.3 Fremgangsmåte.....	13
3.3.1 Tilvirkning av prøvestykker.....	13
3.3.2 Tilvirkning av spesialutstyr.....	14
3.3.3 Varme- og kompresjonsserier.....	15
3.3.4 Sliping og polering.....	18
3.3.5 Etsing.....	19
3.3.6 Mikroskopi.....	20
3.3.7 HMS.....	21
4. Resultat	22
5. Diskusjon	27
6. Konklusjon	30
7. Referanser	32
Appendiks A.....	1
Appendiks B.....	22
Materialsertifikat.....	24
Arbeidstegning – Prøvestykke.....	28
Arbeidstegning – Festebolt.....	29
Arbeidstegning – Mellomstykke.....	30

1. Innledning

Oppgaven handler om utfelling av kromnitrid i bøyde duplexrør av grad S31803/S32205. Kromnitrid påvirker materialets mekaniske egenskaper ved at slagseigheten og korrosjonsmotstanden til materialet svekkes og er derfor uønsket i materialet.

Det er blitt observert utfelling av kromnitrid (Cr_2N)-partikler i innerkanten av ett industrielt tilvirket rørbend. Det interessante er at kromnitridene kun ble observert i kompresjonsområdet på røret og ikke i strekkområdet. Forskjellen på strekk- og kompresjonsområdet er at bendet får tykkere veggtykkelse i kompresjonsområdet, tynnere veggtykkelse i strekkområdet, samt forskjellig kompresjon. I kompresjonsområdet kan det være lagret ekstra energi i materialet, og det er av interesse å undersøke om denne ekstra lagrede energien bidrar til utfelling av kromnitrid. Spørsmål av interesse:

- Hva er effekten av kompresjon?
- Temperatur?
- Veggtykkelse?

Oppgaven er gjennomført basert på laboratoriearbeid som består av dreining av utstyr for testen og prøvebiter, varmebehandling ved ulike temperaturer for så å komprimere prøvebitene til forskjellig kompresjonsgrad. Karakterisering av utfellinger og mikrostrukturen til prøvene ble deretter analysert ved bruk av lysmikroskop.

Første del av oppgaven består av en teori del hvor det tas for seg generell teori om materialet og utfellinger av aktuelle sekundære faser, hvor det blir lagt ekstra vekt på kromnitrid. Videre forklarer den eksperimentelle biten hvordan arbeidet gikk for seg på verksted og laboratorium samt HMS rundt arbeidet. Til slutt presenteres og diskuteres resultatene, samt at det blir presentert en konklusjon. I tillegg er det vedlagt to appendikser. Appendiks A inneholder alle bildene som ble tatt med lysmikroskop. Appendiks B inneholder formler som ble brukt under løsning av oppgaven. Videre ligger det vedlagt materialsertifikat, sikkerhetsdatablad (for syrer) og arbeidstegninger for delene som ble tilvirket.

2. Teori

2.1 GENERELT OM DUPLEX RUSTFRITT STÅL

2.1.1 Duplex rustfritt stål - Historie

De første rustfrilegeringene kom tidlig på 1900-tallet. Disse legeringene var tilsatt korrosjonshemmende elementer (som f. eks krom), og besto stort sett av énfaselegeringer bestående av austenitt, feritt eller martensitt. Men hvis korngrensene til disse legeringene utarmes av krom kan det oppstå intergranulær korrosjon. Dette begrepet brukes når disse korngrensene er mer utsatt for korrosjon, kontra korrosjon mot midten av kornene. (The International Molybdenum Association, 2014).

I 1930 lanserte Avesta Ironworks i Sverige de første duplexlegeringene. Ordet “dupleks” betyr “dobbel” eller “to bestanddeler”, og som passer stålgruppen godt da duplexstål består omtrentlig av 50% austenitt og 50% feritt. Den første generasjonen av legeringen hadde et høyt karboninnhold, noe som førte til dårlig sveisbarhet. Dette skyldes at ved høyere karboninnhold vil det ofte forekomme noe høyere hardhet i varmesonen (HAZ – Heat-Affected Zone) til sveisene, som fører til kaldsprekking i stålet. Dette er veldig uheldig. Derfor ble duplexstål tidligere mest brukt til støping og ellers i ubearbeidet form. (Gunn, 1997).

Etter mye forskning kommer ingeniører på 60-tallet etter hvert opp med en metode for å redusere karboninnholdet, og samtidig øke andel krom og nikkel. Dette tar oss til andre generasjons duplexstål, som Duplex 2205 (S31803 og S32205) faller innenfor. Det er nettopp denne legeringen som blir sett på i denne oppgaven. Samtidig som karboninnholdet reduseres, økte også nitrogeninnholdet i materialet, som er med på å øke stålets styrke. Dermed fikk man nå et stål med høy styrke, høy korrosjonsmotstand, god duktilitet og som kunne sveises og bearbeides. Dette sammenfalt i tid med offshore-eventyret, og duplexstål ble derfor, til tross for sin høyere prislapp, et perfekt tilskudd av materialer til oljenæringen i undervannsinstallasjoner. (Gunn, 1997).

Med tiden kom også nye former av duplex: Superduplex og lean duplex. Med superduplex brukte metallurgen andre legerings sammensetninger for å fremme en $PRE_N > 40$. PRE_N viser til "Pitting Resistance Equivalent", og reflekterer materialets relative korrosjonsmotstand. Høyere PRE_N tilsier dermed høyere motstand mot korrosjon. Grunnet flere legeringselementer brukt i superduplex økte også prisen. Dette skapte rom i markedet for en billigere legering, dermed ble lean duplex utviklet som en budsjettvariant. Med mindre nikkelinhold skapte man en duplexvariant som kostet mindre, men som til gjengjeld mistet noe av hardheten og duktiliteten som nikkell bidrar med. (Gunn, 1997).

2.1.2 – Legeringselementer

Duplex rustfritt stål består av to primærfaser, ferritt (α) og austenitt (γ). Det er generelt akseptert at de gunstige egenskapene av duplex rustfritt stål kan oppnås så lenge innholdet av både ferritt- og austenittfasene begge ligger mellom 30% og 70%. Det vanligste derimot er å ha en sammensetning bestående av omtrentlig 50% ferritt og 50% austenitt. Interaksjonene mellom hovedlegeringselementene, bestående av krom, molybden, nitrogen og nikkel, er komplekse. For å oppnå en stabil duplexstruktur må legeringselementene håndteres med forsiktighet og nøyaktighet for å oppnå ett riktig konsentrasjon av hver av elementene. (The International Molybdenum Association, 2014). Følgende blir det diskutert nærmere hva effekten av hovedlegeringselementene i duplex har å si for de mekaniske-, fysiske- og korrosjon egenskapene.

Krom

Det krever ett minimum på omtrent 10,5 wt% krom (Cr) for å danne en stabil kromholdig film som er tilstrekkelig for å beskytte metaller mot en svak atmosfærisk korrosjon.

Korrosjonsmotstanden til rustfritt stål øker ved økt krominnhold. Krom bidrar også til dannelsen av sekundære faser, samt ferritt, noe som betyr at hvis man øker krominnholdet så vil man bidra til større innhold av BCC krystallstruktur. Ved høyere krominnhold kreves mer nikkel for å danne en austenittisk eller en duplex (austenittisk-ferrittisk) struktur.

Det er som regel minimum 20wt% Cr i duplex. Krom bidrar med økt korrosjonsmotstand ved høyere temperaturer. Dette er en viktig egenskap pga. dets innflytelse på dannelse og fjerning av oksydskala som kommer av varmebehandling eller sveising. (The International Molybdenum Association, 2014).

Molybden

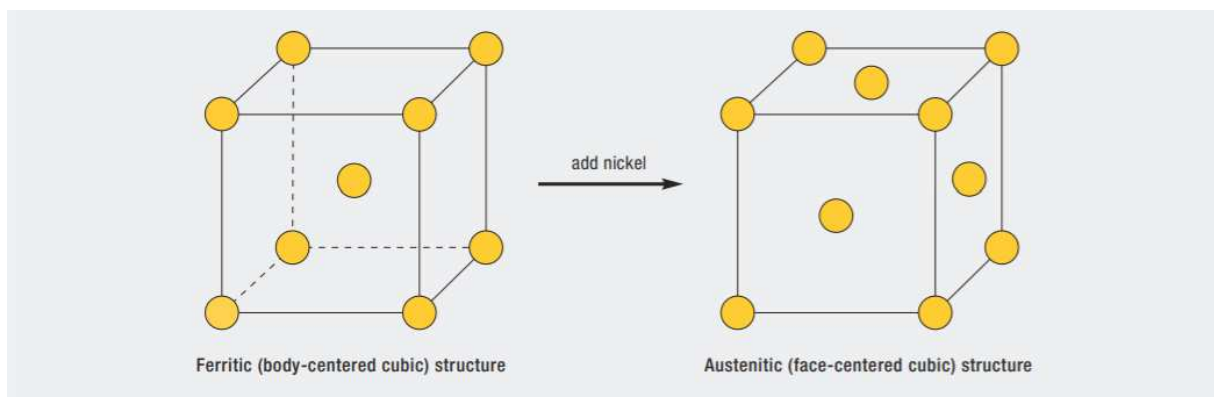
Molybden øker motstand mot gropkorrosjon i rustfritt stål. Når krominnholdet i rustfritt stål er 18wt% eller mer vil tilsetning av molybden være tre ganger mer effektiv mot gropkorrosjon og spaltkorrosjon i kloridholdige miljøer enn en økt tilsetning av krom. På likhet med krom vil også molybden bidra med å danne ferritt. I tillegg vil molybden ha en tendens til å øke uønskede sekundære faser i rustfritt stål. Det er derfor vanlig å begrense molybdeninnholdet i duplex stål til mindre enn 4wt%. (The International Molybdenum Association, 2014).

Nitrogen

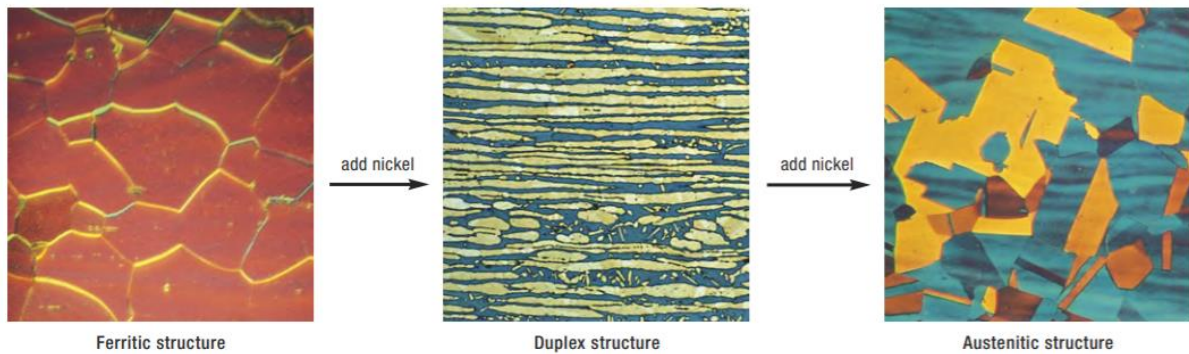
På likhet med krom og molybden bidrar nitrogen med økt korrosjonsmotstand i form av grop- og spaltkorrosjon. Nitrogen er det mest effektive og billigste legeringselementet når det kommer til å øke styrken til stål i fast løsning, og det er en sterk austenitt danner. Nitrogen hindrer ikke nødvendigvis utfelling av sekundære faser, men forsinker dannelsen av disse fasene betraktelig. I duplex rustfritt stål blir nitrogen tilsatt, og nikkeltilsetningen blir justert etter behov for å balansere de ønskede fasene. Krom og molybden (som bidrar til dannelse av ferritt) balanserer austenitt fasen ved å tilsette nikkeltilsetningen blir justert etter behov for å balansere de ønskede fasene. Krom og molybden (som bidrar til dannelse av ferritt) balanserer austenitt fasen ved å tilsette nikkeltilsetningen blir justert etter behov for å balansere de ønskede fasene. (The International Molybdenum Association, 2014).

Nikkel

Nikkel er en austenittstabilisator som fremmer endring i krystallstrukturen til rustfritt stål fra ferrittisk BCC- (body-centered cubic) struktur, til austenittisk FCC- (face-centered cubic) struktur. Duplex rustfritt stål inneholder liten til middels mengde nikkeltilsetningen blir justert etter behov for å balansere de ønskede fasene. Krom og molybden (som bidrar til dannelse av ferritt) balanserer austenitt fasen ved å tilsette nikkeltilsetningen blir justert etter behov for å balansere de ønskede fasene. (The International Molybdenum Association, 2014).



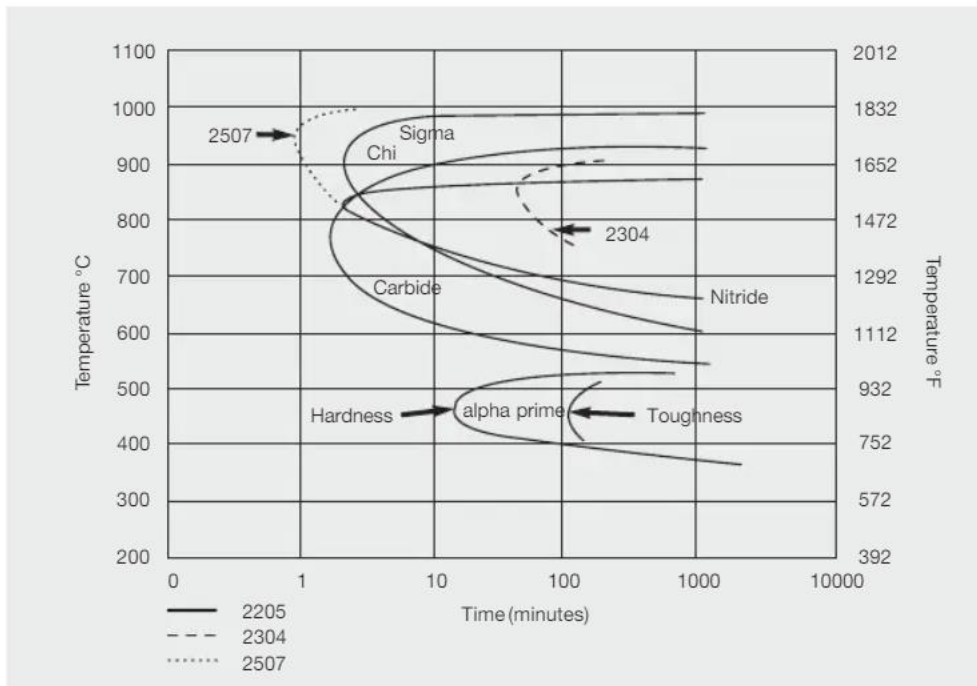
Figur 2.1.2A: Ved å tilsette nikkeltilsetningen blir justert etter behov for å balansere de ønskede fasene. Krom og molybden (som bidrar til dannelse av ferritt) balanserer austenitt fasen ved å tilsette nikkeltilsetningen blir justert etter behov for å balansere de ønskede fasene. (The International Molybdenum Association, 2014).



Figur 2.1.2B: Ved å øke nikkelinholdet endres mikrostrukturen til rustfritt stål fra ferrittisk (venstre) til duplex (midten) til austenittisk (høyre). (Bildene viser polerte og etsede prøver, forstørret under ett lysmikroskop. I duplex strukturen fremstår ferritten som den mørke fasen). (The International Molybdenum Association, 2014).

2.1.3 – Relevante sekundære faser

Når duplex varmebehandles ved forskjellige temperaturer og avkjøles ved forskjellige hastigheter kan man få utfellinger av sekundære faser i materialet som påvirker egenskapene, blant annet kromnitrider som denne oppgaven handler om. Utfellinger av sekundære faser kan oppstå allerede ved 300°C. I praksis kan det være vanskelig å oppnå en ferrittisk-austenittisk struktur uten sekundære faser. TTT-diagrammet (Time-temperature-transformation) under viser hvilke sekundære faser som vil dannes ved forskjellige temperaturer og avkjølingshastigheter.



Figur 2.1.3: TTT-diagram for 2205 duplex rustfritt stål glødet ved 1050°C. (The International Molybdenum Association, 2014)

Alpha merket

Alpha merket (α') er en sekundær fase som oppstår i intervallet 300°C til 525°C, som går under begrepet "475 sprøhet". 475 sprøhet forekommer i ferrittisk rustfritt stål. Ettersom duplex består av omtrent 50/50 austenitt/ferritt vil 475 sprøhet kun være fremtredende i ferritten, og dermed 50% av materialet. (The International Molybdenum Association, 2014) Fasen Alpha merket er også ekstra interessant for oppgaven siden fasen ofte er forbundet med at man kan se utfellinger av Cr_2N sporadisk inne i kornene. (Gunn, 1997).

Sekundær Austenitt

Sekundær austenitt (γ_2) er en fase hvor dets utfelling kan skyldes forskjellige mekanismer, basert på hvilken temperatur materialet utsettes for. Under 650°C vil sekundær austenitt ha noe lik sammensetning som ferritten rundt, men samtidig se noe ut som martensitt. I temperaturintervallet 650°C – 800°C vil sekundær austenitt inneholde mer nikkel (Ni) enn ferrittfasen, men likevel mindre nitrogen (N) og krom (Cr) enn sin opprinnelige, primære austenittfase.

Etter 700°C til 900°C kan det forekomme eutektoid med $\gamma_2 + \sigma$. Sekundær austenitt vil ta opp Ni, og frastøte seg Cr og molybdenum (Mo), noe som videre kan legge til rette for sigma-utfellinger som er rik på både Cr og Mo. Videre har γ_2 en variant hvor ferritt/austenitt-grensene kan bli fattige på Cr om det kan vises til samutfelling av kromnitrid (Cr_2N) i materialet. Dette kan ha en uheldig effekt ved at området kan bli utsatt for groppkorrosjon. (The International Molybdenum Association, 2014).

Sigma (σ)

Sigma kan utfelles i ferrittiske korn hvis nedkjølingshastigheten er for langsom i temperaturområdet 700 - 1000°C og er en hard og sprø fase. Mengde utfelt sigma øker med økt Cr- og Mo-innhold. Utfellinger av sigma forekommer raskere ved materialer bestående av flere legeringselementer. Sigma sin tilstedeværelse reduserer Cr og Mo i områdene rundt utfellingen og påvirker dermed groppkorrosjonsegenskapene til duplex rustfritt stål. Hardhet og duktilitet blir også kraftig redusert i områder hvor sekundære faser, som sigma, utfelles. (The International Molybdenum Association, 2014).

Chi

Ved 700 – 900°C kan fasen Chi også dannes (som er et intervall inne i Sigmas temperaturområde), som oppstår ved korn grensene til ferritt og austenitt, og vil ha en fremvekst innover i ferritten. Effekten dette har på materialets egenskaper er noe lik sigma, og ettersom Chi og Sigma kan utfelles samtidig er det vanskelig å si noe sikkert om hvilke faser som utgjør hvilken effekt hos materialet. (Gunn, 1997).

Nitrider Cr₂N og CrN

Det tilsettes nitrogen i duplex legeringer for å stabilisere austenitten, og for å forbedre styrken og groppkorrosjonsmotstanden. Ved temperaturer over glødetemperaturen (rundt 1040°C) vil mengden ferritt øke, og ved temperaturer rett under solidus vil man oppnå en ren ferrittisk mikrostruktur. Ved disse temperaturene er løseligheten til nitrogen høy, mens ved nedkjøling vil løseligheten synke og ferritten blir overmettet av nitrogen, noe som leder til utfelling av Cr₂N fasen. Ved temperaturer mellom 700°C - 950°C blir det dannet Cr₂N på ferritt/ferritt-korn grenser som tynne plater ved subkorn grenser, trippel-punkt og langs dislokasjoner. Slike utfellinger har vist seg å ha en negativ effekt angående groppkorrosjon. (Gunn, 1997).

Karbider

Karbider er et fellesbegrep for M₇C₃ og M₂₃C₆, og variantene oppstår i legeringer av duplex med forskjellig mengde karbon. M₇C₃ er assosiert med duplexlegeringer med lavt karboninnhold, dog fremtreder veldig sjeldent nemlig på grunn av det lave karboninnholdet. Denne typen oppstår mellom 950°C – 1050°C, men trenger rundt 10 minutter for å dannes. Derfor kan dette avverges med raske avkjølinger. M₂₃C₆ er typen karbider som oppstår i duplexlegeringen med høyere karboninnhold, og fremtrer raskt i intervallet 650°C – 950°C. Ved 800°C tar det under et minutt før disse karbidene dannes. (Gunn, 1997).

2.1.4 – Utfelling av kromnitrid

Grunnen til at man får utfellinger av kromnitrid i rustfritt stål har vært forsket mye på, og det er flere ting som spiller inn, men en av dem er innholdet av krom og nitrogen. Duplex rustfritt stål består av omtrentlig 50/50 av ferritt og austenitt. Når materialet varmes opp og over 1000°C vil austenittinnholdet avta, samtidig som at nitrogenet som var i austenitten blir mer løselig, og ferritten begynner å motta mer nitrogen fra austenitten. Ved avkjøling vil løseligheten avta, og nitrogenet vil vandre tilbake til austenitten igjen (Gunn, 1997). Men når avkjølingshastigheten øker får nitrogenet dårligere tid, dermed vil bråkjøling ha en akselererende effekt på fengslingen av nitrogenet i senter av ferrittkornene. Nitrogenet som ligger ut mot ferritt-austenitt-grensene vil gjerne komme seg over, derfor lokaliseres opphopninger av nitrid ofte mot midten av ferrittkornene, som følge av bråkjøling. Denne overmetningen av nitrid i ferritten felles ut som kromnitrid (Nilsson og Chai, 2007).

Den fine fasebalansen i duplex rustfritt stål gjør det ekstremt viktig for ingeniører, og andre som arbeider med dette stålet, at materialet faktisk beholder denne strukturen, og dermed dets viktige egenskaper etter det er blitt bearbeidet, utsatt for temperaturforskjeller eller andre ting som kan påvirke mikrostrukturen.

En av de mest kritiske og mest brukte bearbeidingsmetodene er sveising, hvor materialet blir utsatt for ekstreme oppvarming- og nedkjølingsrater. Når duplex rustfritt stål varmes opp til over 1100°C vil austenitt løses opp og fraksjonen av austenitt vil bli veldig lav, eller nærmest null, nær solidus temperatur avhengig av den kjemiske sammensetningen av legeringen. Når stålet utsettes for hurtig avkjøling, som for eksempel i HAZ-sonen til en sveis, vil austenitt-til-ferritt transformasjonen bli delvis minsket.

Et viktig legeringselement er nitrogen. Duplex stål kan inneholde opptil 0.3wt% av dette elementet. I glødefasen vil legeringene beholde nesten all nitrogenet i austenitten på grunn av den høye løseligheten av nitrogen i austenitt, i solid løsning, sammenliknet med ferritt. Denne forskjellen i løselighet er spesielt stor i lavere temperaturer. Derav, når den delvis eller helt ferrittiske mikrostrukturen avkjøles hurtig fra temperaturer over 1100°C, blir ferritten overmettet på nitrogen noe som vil resultere i konkurranse mellom utfelling av kromnitrid og austenitt. Avgjørende om hva som vil bli utfelt er den kjemiske sammensetningen, avkjølingsraten og ferrittens kornstørrelse som følge av oppløsningen av austenitt ved høy temperatur. Oppløsningen av austenitten vil ha samme effekt som nevnt over: ferritten vil

overmettes av nitrogen. Utfellingene av kromnitrider som følger denne effekten vil helst inntreffe ved fasegrenser (ferritt/austenitt) og korn grenser (ferritt/ferritt), i motsetning til kromnitrider utfelt på bakgrunn av bråkjøling, som nevnt tidligere oppstår mot senter av ferrittkornene.

Kromnitrider er uheldige fordi de kan ha en negativ innvirkning på de mekaniske egenskapene til stålet, og også kan utfellingene føre til dårligere korrosjonsmotstand (Ramirez, Lippold, Brandi, 2003).

3. Eksperimentelt

3.1 Generelt

Prosessen ved å lage et bend fra et rett rør foregår ved at røret blir fraktet gjennom en induksjonscoil hvor det blir varmet opp (veldig raskt) til en viss temperatur, i dette tilfelle 1080°C, i en smal sone under coilen. Røret blir deretter bøyd ved hjelp av en lang arm satt til en viss radius, og det blir sprøytet vann direkte på røret ettersom det blir bøyd for å bråkjøle det. Det var i utgangspunktet tiltenkt at studentene skulle utføre bøyning av duplexrøret selv slik som det blir gjort i industrien, men grunnet mangel på utstyr måtte fremgangsmetoden endres. Dermed ble det diskutert om det kun skulle simuleres komprimeringen materialet blir utsatt for i bøyningen. Den største utfordringen var å gjenskape oppvarmingen. Montering av induksjonscoil ble avslått grunnet tid og kostnad det ville kreve å sette opp dette innen innleveringsfristen for oppgaven. Dermed var alternativet å bruke ovn. De største avvikene fra den faktiske prosessen her var at induksjonsvarme går raskt, samtidig holdes temperaturen konstant samtidig som at materialet bearbeides i form av bøyning/komprimering. Ved bruk av ovn må materialet varmes i lengre tid, deretter tas ut og eksponeres for luftkjøling imens komprimeringssimuleringen foregår.

For å simulere komprimeringen ble en kombimaskin på universitetet benyttet, som både kan brukes til å komprimere og strekkteste material. Maskinen krevde å tilvirke spesialdeler som skulle benyttes, ettersom at den hadde begrenset kapasitet i form av utstyr til å komprimere så små prøver, eller behandle prøver over en temperaturgrense på 250°C. Fremgangsmåten ble godkjent av veileder, og arbeidet ble påbegynt.

3.2 Materialdata

Det anvendte stålet stammet fra et 6 tommer / 168,28mm sømløst rør av rustfritt stål, med rørveggtykkelse 8.7mm, type UNS S31803 og S32205. Sammen har de Duplex 2205 som fellesbetegnelse, da disse er veldig like i komposisjon (Tabell 3.1.2). Røret er produsert av Schoeller-Bleckmann Oilfield Equipment AG for Subsea 7. Under produksjonen av røret ble materialet *Hot Finished*, som er en metode for å få ønsket form på stålet (i dette tilfelle: rør). Dette går ut på at materialet varmes opp, og bli deretter utsatt for høyt trykk, som igjen former emnet. Under denne prosessen har egenskapene til materialet endret seg, disse gjenopprettes ved å gjennomføre en prosess som kalles *gløding* (Engelsk: *Solution Annealing*). Dette er en varmebehandling som skjer etter formeprosessen, og er beskrevet i ASTM A790 / A790M-18 (*Standard Specification for Seamless and Welded Ferritic/Austenitic Stainless Steel Pipe*). Av materialsertifikatet er det oppgitt at materialet ble holdt ved 1080°C i 10 minutter, før bråkjølt i vann. Det ble videre gjort hardhetstest, strekktest og skårslagsprøve for å se at egenskapene til materialet var etter standard.

Videre i materialsertifikatet fremkommer følgende:

Ferrittinnhold:	48%
Austenittinnhold:	52%

Kjemisk sammensetning

Tabell 3.2.1: Komposisjon analysert av produsent og oppgitt i materialsertifikatet. Oppgitt i wt%

CHEMICAL COMPOSITION (%)				*L: Ladle C:Products							
*	Heat	Seq	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo	N
L	57215	1	0,009	1,03	0,270	0,025	0,0005	5,50	22,55	3,22	0,1805

Tabell 3.2.2: Komposisjon av rene S31803 og S32205 for sammenligning. Tabell er hentet fra The International Molybdenum Association (2014).

Grade	UNS No.	EN No.	C	Cr	Ni	Mo	N	Mn	Cu	W
2205	S31803	1.4462	0.03	21.0–23.0	4.5–6.5	2.5–3.5	0.08–0.20	2.00	–	–
2205	S32205	1.4462	0.03	22.0–23.0	4.5–6.5	3.0–3.5	0.14–0.20	2.00	–	–

3.3 Fremgangsmåte

3.3.1 Tilvirkning av prøvestykker

Fra langs av røret ble staver sagd med en rutch båndsg. Av oppgaven fremkommer det at interesseområdet i materialet var ved 25-30% økning i veggtykkelse som følge av kompresjon. Derfor ble det fra stavene dreid til totalt 11 prøver à Ø8mm og 20mm lengde. Diameteren ble bestemt ut ifra rørveggenes tykkelse, lengden ble satt for å kunne klare å håndtere prøvene i ettertid, men samtidig for og også motvirke “*buckling*”/knekking når de ble utsatt for kompresjon. Alle prøvene skulle brukes til mikroskopundersøkelse med både lysmikroskop og elektronmikroskop.



Figur 3.3.1A: Stav blir kappet ut av materialet ved bruk av rutch båndsg.



Figur 3.3.1B: Ferdig maskinert prøvebit.

3.3.2 Tilvirking av spesialutstyr

Før komprimering av prøvestykkene i kombimaskinen ble det tilpassede spesialutstyret tilvirket. Ett komplett sett med disse delene bestod av to stykk festebolter, og to stykk mellomstykker. Hver festebolt ble plassert henholdsvis i over- og underbakkene i maskinen. På disse festeboltene ble mellomstykkene skrudd på. Mellomstykkene fikk spor som prøvestykkene skulle plasseres i. Til dette ble det brukt AISI 4140 rundstål. Selv om flytegrensen til duplex stålet ble kraftig redusert ved varmebehandling ble de nye delene til maskinen likevel herdet for ekstra hardhet. Dette ble oppnådd ved å varmebehandle prøvene til 900°C i 45 minutter, før de ble bråkjølt i rapsolje. Grafittpulver ble også brukt ved herdingen for å redusere glødeskallet.



Figur 3.1.3: Ferdig maskinerte mellomstykker



Figur 3.1.4: Ferdig maskinerte festebolter

3.3.3 Varme- og kompresjonsserier

Prøvene ble deretter varmet opp på gitte temperaturer, holdt ved to tider, komprimert forskjellig og deretter avkjølt i vann. Målet er å simulere induksjonsoppvarmingen og kompresjonen røret ble utsatt for hos produsent, men samtidig ha flere serier å sammenligne med. Grunnet de små dimensjonene på prøvene og at varmebehandling med induksjon er mye raskere enn i ovn, som ble brukt her, ble det bestemt å holde prøvene ved satt temperatur i henholdsvis 15 og 30 minutter. Videre skulle én prøve avkjøles i luft for å se om dette påvirker resultatene. Maskinen som skulle komprimere skulle stilles inn på hvor langt ned den skal komprimere prøven før den stopper og går opp igjen. Komprimeringslengde ble bestemt på bakgrunn av volumbevarelse og prøving.

Formel for volumbevarelse, formel **(1)** i Appendiks B:

$$V_1 = V_2 \rightarrow \pi r_1^2 h_1 = \pi r_2^2 h_2 \rightarrow h_2 = \frac{r_1^2 h_1}{r_2^2}$$

Da volumbevarelse antar jevn fordeling av materialet, noe som ved denne type komprimering ikke vil stemme, ble disse beregningene kun anslag, og det ble gjennomført prøvekomprimeringer i forkant av testingen som de endelige komprimeringsverdiene ble bestemt ut ifra. Prøve 1 var en nullprøve som ikke ble utsatt for noe behandling i denne omgang. Dette for å se på og ta bilder i lysmikroskopet av grunnmaterialet. Videre ble to og to prøver behandlet likt (temperatur, holdetid og avkjøling), men komprimert forskjellig, for å sammenligne nøyere hvilken virkning kompresjon kunne ha. For eksempel er prøve 2, 6 og 10 alle varmebehandlet ved 1100°C, holdt i 15 minutter og avkjølt i vann, men det er gjort forskjellige komprimeringer (henholdsvis 0 %, 17.3 % og 26.3 %), se tabell 3.3.3.

Tabell 3.3.3: Oversikt over de forskjellige prøvene og behandling/komprimering.

Prøvenummer	Temperatur	Holdetid (i minutter)	Økt tykkelse etter komprimering (i %)	Avkjølings- element
1	-	-	-	-
2	1100°C	15	0	Vann
3	1100°C	15	0	Luft
4	1250°C	30	0	Vann
5	1250°C	15	0	Vann
6	1100°C	15	17.3	Vann
7	1100°C	30	11.3	Vann
8	1250°C	15	30.0	Vann
9	1250°C	15	11.7	Vann
10	1100°C	15	26.3	Vann
11	1100°C	30	21.9	Vann

Kombimaskinen som ble brukt er av typen Instron 5985 (Figur 3.3.3A). Denne har en maks kapasitet på 250kN. Her ble de dreide delene plassert i bakkene på maskinen og stramt til med 50Nm ved hjelp av momentnøkkel. Ovn som ble brukt til oppvarming av prøvene er av typen Nabertherm HTCT 01/14, hvor 14 står for 1400°C maksimal temperatur. Denne ble plassert så nærme

strekkmaskinen som mulig for å raskt flytte prøvene inn i komprimeringskammeret. En bøtte med vann ble også plassert i umiddelbar nærhet. Etter at prøvene har ligget i ovnen ved gitt temperatur i gitt tid ble de tatt ut med en tang og så raskt plassert inn i mellomstykkene som er



Figur 3.3.3A: Kombimaskinen som ble brukt, Instron 5985.



Figur 3.3.3B: Varmeovnen som ble brukt, Nabertherm HTCT 01/14.

montert i kombimaskinen. Maskinen komprimerte prøvene den gitte lengde, og prøvene ble deretter avkjølt i vann. Tiden hele prosessen tok, fra prøvene ble tatt ut av ovnen, til de var i vannet, ble tatt til ~20 sekunder. Varmetapet i de 20 sekundene ble regnet ut ifra formel (3) i Appendiks B (Formel oppgitt av Professor H. Larsen, personlig kommunikasjon, 04. mai 2021). Ifølge utregningene ble prøvene avkjølt til 842°C og 956°C henholdsvis fra 1100°C og 1250°C. Videre ble det også kalkulert temperaturen prøvene hadde i det de ble komprimert. Tiden fra prøvene ble tatt ut av ovn, til komprimering var påbegynt ble tatt til ~10 sekunder. Prøvene hadde her en temperatur på 962°C og 1093°C i det komprimeringen ble iverksatt.

Like aktuelt er varmegenereringen som kompresjonen skaper. Her ble formel (4) i Appendiks B benyttet (Formel oppgitt av Professor H. Larsen, personlig kommunikasjon, 04. mai 2021). Her var det interessant å se om varmegenereringen var stor nok til å utfelle nye faser i materialet. Utregningen var kompleks, men grunnet en rask komprimeringshastighet (6mm/s) ble prosessen antatt nær adiabatisk. I løpet av komprimeringen ble prøvene utsatt for en maksimal kraft på 40kN. Ved denne kraften genererer komprimeringen en økt temperatur på ~30°C i prøvene.



Figur 3.3.3C: Mellomstykkene står montert i kombimaskinen. Ett prøvestykke er under kompresjon.



Figur 3.3.3D: Fire prøvestykker som er komprimert.

3.3.4 Sliping og polering

Prøvestykkene ble dermed tønneformet etter komprimeringen. For å sammenligne varierende utvidelse i materialet ble prøvene komprimert forskjellig, og hver ble delt på midten.

Maskinen som ble brukt til å dele prøvene var en Struers Discotom-10.

Prøvene ble deretter støpt inn i strømledende plast og kobber for å enklere polere og etse overflaten. Etsing gjøres for å få frem de forskjellige fasene og utfellingene i materialet når de blir plassert i mikroskopet. Maskinen som støpte prøvene er av typen Struers Citopress-30.

Det ble brukt fra 2.5 til 5 ml ClaroFast og 15ml kobberpulver (RESCU). Grunnen til variasjonen ClaroFast var pga. varierende lengde på prøvene etter deling. Videre ble prøvene i følgende rekkefølge slipt i en Struers TegraForce-5 med grit 220, 600 og 1200 papir, før de så ble diamantpolert med 9 μm , 3 μm og 1 μm .



Figur 3.3.4: Slipemaskin, Struers Citopress-30.

3.3.5 Etsing

Type etsing for å frembringe kromnitrider og faser er tidligere dokumentert i rapporter ang. utfellinger av i kromnitrider i duplex. Dokumentasjonen baserer seg på annet utstyr, den ble derfor brukt som et anslag. Utstyret som ble brukt til etsing er ferdigblandede syrer og elektroetsemaskin av typen Struers LectroPol-5. Etter prøving og feiling ble følgende etseprosesser brukt:

Etsing for kromnitrider: 10% oksalsyre, 5V i 25 sekunder

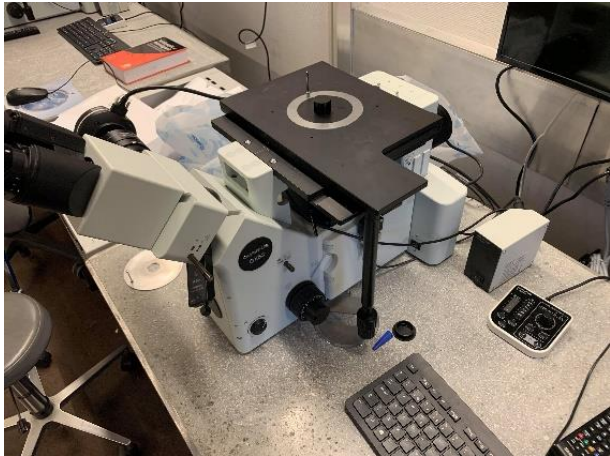
Etsing for faser: 20% NaOH, 5V i 12 sekunder



Figur 3.3.5: Etsemaskin, Struers LectroPol-5

3.3.6 Mikroskopi

Etter at prøvene var ferdig preparert, ble de plassert i lysmikroskop for å undersøke mikrostrukturen og ta bilder. Lysmikroskopet som ble brukt er av typen Olympus GX53, hvor bildene i ekte tid ble overført til en dataskjerm og et program som samtidig prosesserte informasjonen av bildet. Programmet Olympus Stream Essentials, som er programvaren tilknyttet lysmikroskopet, kan ved god etsyng oppdage faser selv og videre regne ut faseandeler på hvert bilde. Funksjone kalles “Phase Analysis” som betyr fase analyse. Denne funksjonen ble brukt til å se på fasene i materialet. Det må tas i betraktning at “phase analysis” kun regner ut faser for det området som vises i lysmikroskopet, derfor ble det tatt flere bilder av hver prøve, kjørt faseanalyse på hvert, dermed regnet ut gjennomsnittet av faseandeler.



Figur 3.3.6: Lysmikroskop, Olympus GX53.

Videre skulle prøvene bli observert i elektronmikroskop for å kunne si mer nøyaktig hvilke utfellinger og virkninger behandlingen utgjorde. Disse var ute av drift i perioden oppgaven ble skrevet, dermed utgikk dette.

3.3.7 HMS

Det å holde godt fokus på HMS er viktig når man arbeider på verksted og laboratorium. Under lab-arbeidet som ble utført er det blitt tatt i bruk utstyr og kjemikalier som potensielt sett kan påføre skader på brukeren. På mekanisk verksted ble kjeledress, vernebriller og vernesko benyttet til enhver tid. Skjæreresistente arbeidshansker og hørselvern ble også brukt ved behov. På slipelabben, der hvor prøvene prepareres til mikroskopi, arbeides det med kjemikalier. Her ble hansker benyttet til enhver tid og vernebriller ble også benyttet når prøvene skulle etses. Før man setter i gang arbeid med kjemikalier er det viktig å sjekke sikkerhetsdatabladet på kjemikaliene som skal brukes for at man skal vite hva man skal gjøre hvis en ulykke oppstår. Prøvene ble etset med oksalsyre og natriumhydroksid (NaOH). Sikkerhetsdatablad finnes på EcoOnline sine nettsider.

4. Resultat

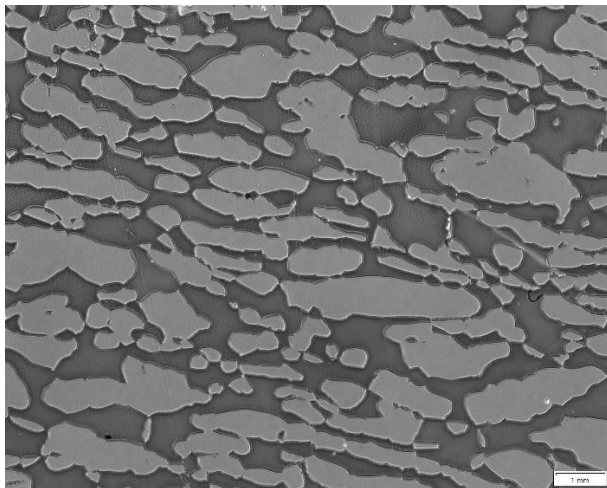
For å lettere sammenligne prøvene grupperes prøveresultater inn i serier. Serier deles inn etter hvilken varmebehandling og kompresjonsgrad prøvene ble utsatt for. Videre gjelder 20 sekunder luftkjøling før bråkjøling for alle prøver som er komprimert. Komplet, forstørret bildeserie av alle prøver med forskjellig primærforstørrelse ligger vedlagt i Appendiks A.

Serie 0:

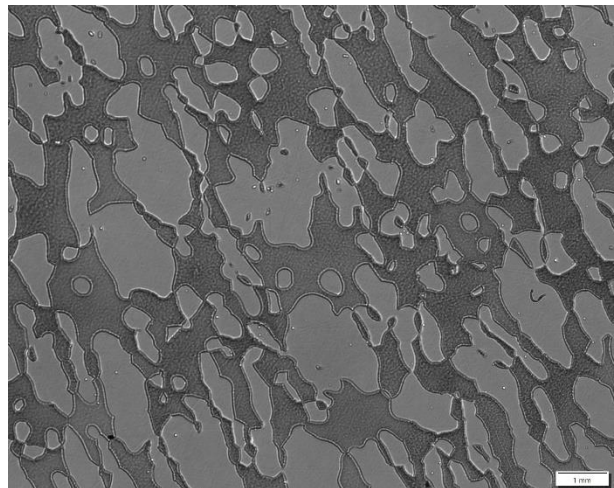
Prøve 1: Nullprøve av grunnmaterialet.

Prøve 3: 1100°C i 15 minutter, ikke komprimert, luftavkjølt

Figur 5.1 viser bilde av **prøve 1** i lysmikroskop. Denne prøven var ikke behandlet eller komprimert på noen måte, kun polert og etset for å sammenligne behandling opp mot grunnmaterialet, og det observeres ingen utfelling. Her ser man austenitten som lysegrå, og kornene observeres som store og avlange. Av materialsertifikatet fremkommer faseanalyse til 48% ferritt og 52% austenitt. Av **prøve 3** (*Figur 5.2*) ser man effekten av varmebehandling. Her blir det observert at austenittkornene avtar i mengde, og flere små austenittkorn dannes fra avtakingen. Det observeres heller ingen utfelling ved **prøve 3** som var luftavkjølt uten komprimering. Videre ser man at austenittkornene er tydelig større på denne prøven, sammenlignet med bråkjølte prøver. Faseanalysen viser et austenittinnhold på 49.5%.



Figur 5.1: Lysmikroskopbilde av prøve 1. Primærforstørrelse x50. Figur A3, side 4 i Appendiks A.



Figur 5.2: Lysmikroskopbilde av prøve 3. Primærforstørrelse x50. Figur A10, side 7 i Appendiks A.

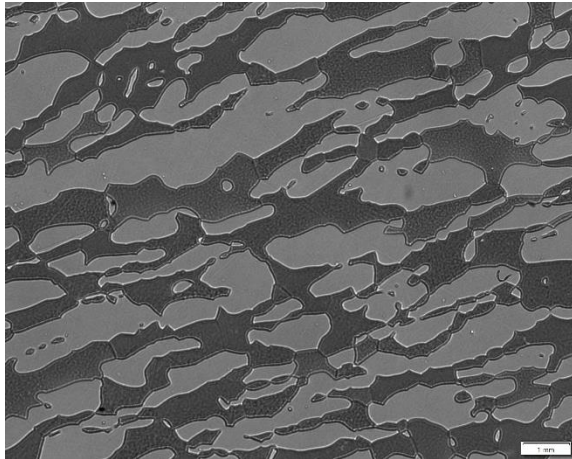
Serie 1 (1100°C i 15 minutter, bråkjølt):

Prøve 2: Ikke komprimert

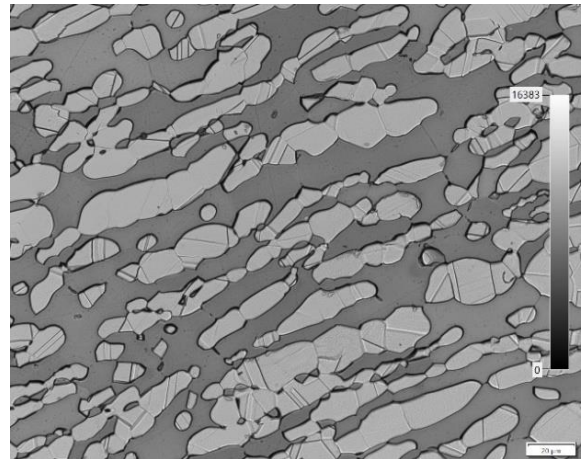
Prøve 6: Komprimert til 17.3% økning i tykkelse

Prøve 10: Komprimert til 26.3% økning i tykkelse

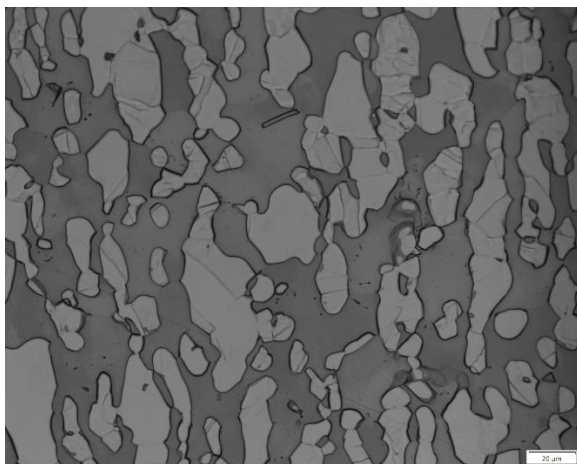
I **prøve 2** (Figur 5.3) fremkommer ingen utfellinger. Austenittkornene er fortsatt avlange, men også smalere. I **prøve 6** (Figur 5.4) og **prøve 10** (Figur 5.5) observeres det tykke og markante austenitt-ferritt-grenser. På bildene fremkommer også tydelige, parallelle linjer inne i austenitten. Disse kalles “twillinger”. Av faseanalyse vises det også at austenittinnholdet avtar ved varmebehandling, hvor **prøve 2** har ett austenittinnhold på 48.2%. **Prøve 6** og **prøve 10** har henholdsvis 47.6% og 49.1% austenitt.



Figur 5.3: Lysmikroskopbilde av prøve 2. Primærforstørrelse x50. Figur A5, side 5 i Appendiks A.



Figur 5.4: Lysmikroskopbilde av prøve 6. Primærforstørrelse x50. Figur A19, side 12 i Appendiks A.



Figur 5.5: Lysmikroskopbilde av prøve 10. Primærforstørrelse x50. Figur A35, side 20 i Appendiks A.

Serie 2 (1250°C i 15 minutter, bråkjølt):

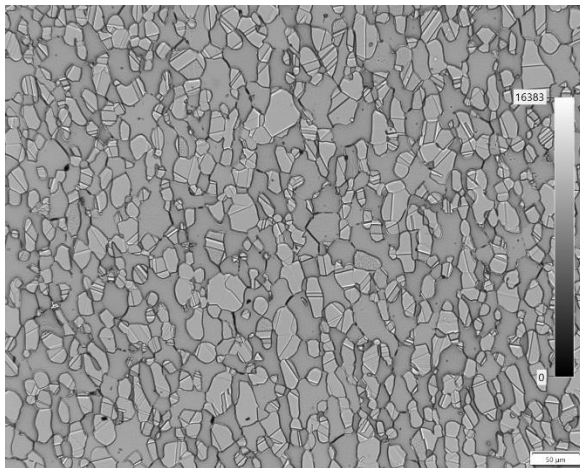
Prøve 4: Ikke komprimert, men holdt ved 1250°C i 30 minutter.

Prøve 5: Ikke komprimert

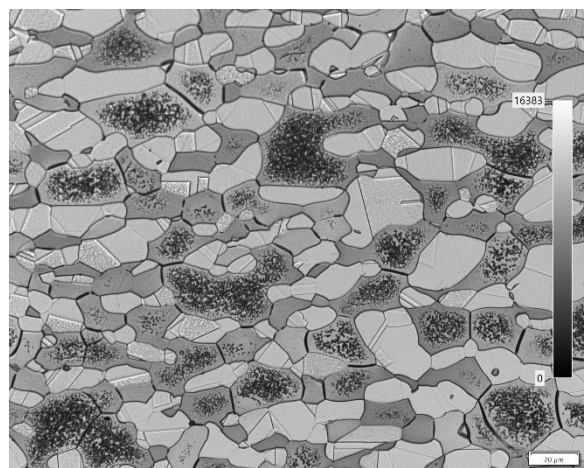
Prøve 8: Komprimert til 30.0% økning i tykkelse

Prøve 9: Komprimert til 11.7% økning i tykkelse

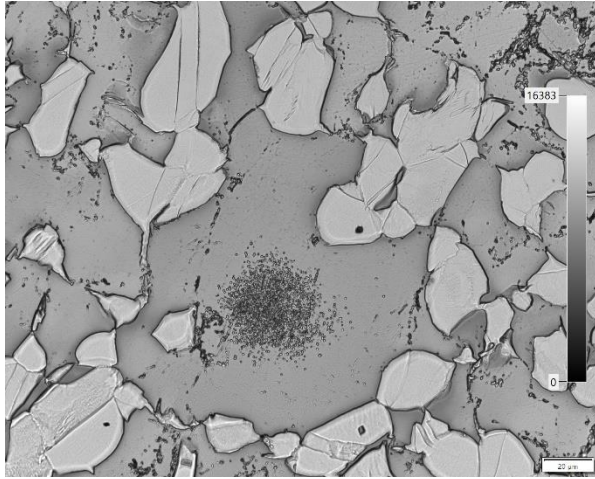
Prøve 4 (figur 5.6) viser markante subkorngrenser i ferritten, som blant annet er en karakteristikk for kromnitrider. På **prøve 5** (Figur 5.7) ser man tydelige utfellingene inne i ferrittkornene. Her er det også markante subkorngrenser i ferritten. De samme type utfellingene observeres også på **prøve 8** (Figur 5.8) og **prøve 9** (Figur 5.9), men i mye mindre grad. De tykke subkorngrensene er mer fremtredende på **prøve 9**. Det observeres også grovere mikrostruktur i **prøve 8**, som kan skyldes annerledes etseeffekt eller innstilling på lysmikroskopet. Tilsynelatende samme nivå utfelling i **prøve 8** og **prøve 9** selv om kompresjonen er betydelig større i **prøve 8**. Utfellingene karakteriseres som tettere ved midten av ferritt-kornene, samt avtagende mot austenitt-ferrit-grensene. Det blir også lagt merke til at utfellingene skjer hyppigst i de større ferrittkornene. I **prøve 4**, **prøve 5**, **prøve 8** og **prøve 9** er austenittinnholdet henholdsvis 46.8%, 47.8%, 47.1% og 46.6%.



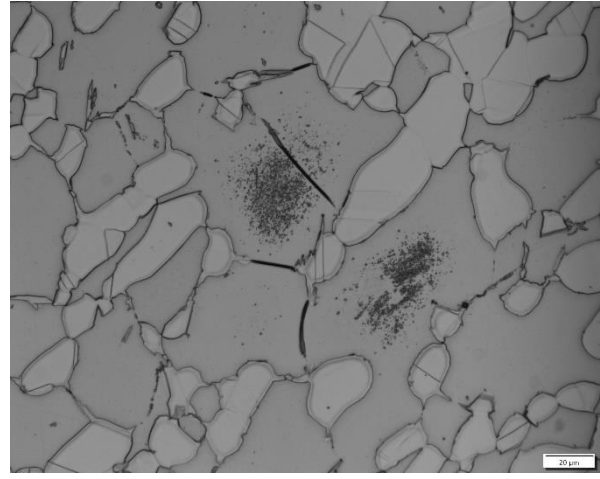
Figur 5.6: Lysmikroskopbilde av prøve 4.
Primærforstørrelse x20. Figur A14, side 9 i Appendiks A.



Figur 5.7: Lysmikroskopbilde av prøve 5.
Primærforstørrelse x50. Figur A16, side 10 i Appendiks A.



Figur 5.8: Lysmikroskopbilde av prøve 8.
Primærførstørrelse x50. Figur A26, side 15 i Appendiks A.



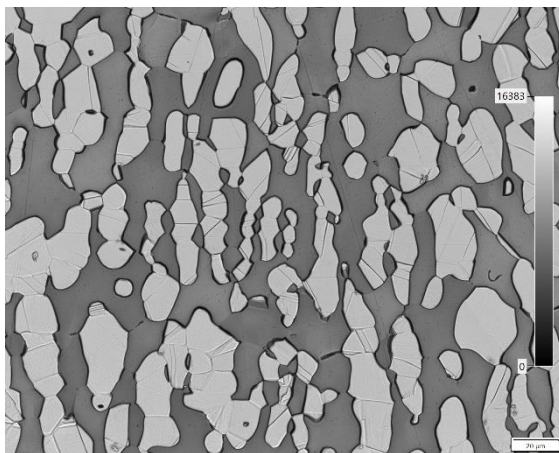
Figur 5.9: Lysmikroskopbilde av prøve 9.
Primærførstørrelse x50. Figur A32, side 18 i Appendiks A.

Serie 3 (1100°C i 30 minutter, bråkjølt):

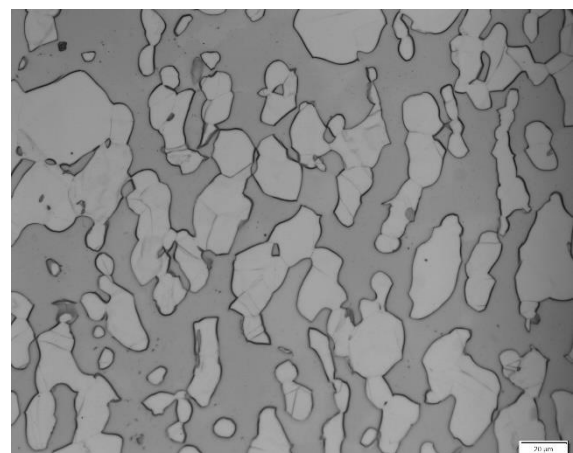
Prøve 7: Komprimert til 11.3% økning i tykkelse

Prøve 11: Komprimert til 21.9% økning i tykkelse

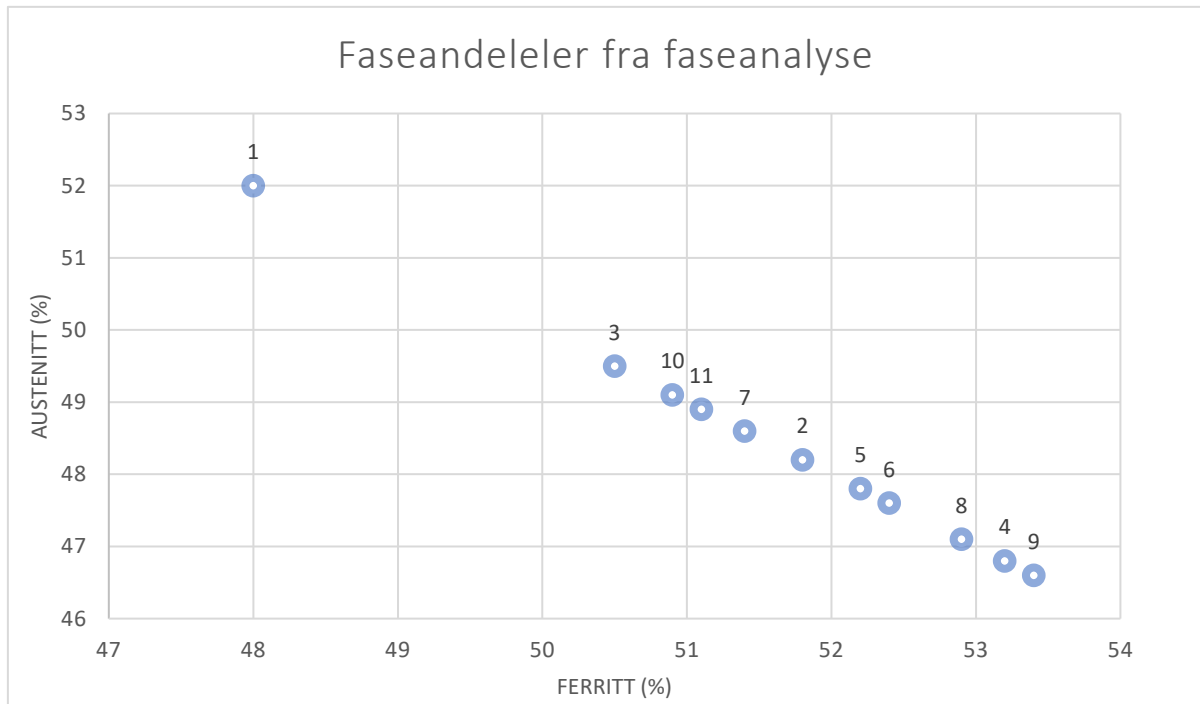
I **prøve 7** (Figur 5.10) er det oppstått tykkere austenitt-ferritt-grenser, samt markante subkorngrenser i ferritten. I **prøve 11** (Figur 5.11) observeres ingen utfelling, men med noe tykkere austenitt-ferritt-grenser. Det observeres ikke like mye austenittkorn som avlange, som har vært en gjennomgående karakteristikk for mange av prøvene. Utover dette observeres ingen utfelling i ferrittkornene. Av faseanalyse fremkommer også her en økning i ferritt, og austenittinnholdet har avtatt. Austenittinnholdet i **prøve 7** og **prøve 11** er henholdsvis 48.6% og 48.9%.



Figur 5.10: Lysmikroskopbilde av prøve 7.
Primærførstørrelse x50. Figur A21, side 13 i Appendiks A.



Figur 5.11: Lysmikroskopbilde av prøve 11.
Primærførstørrelse x50. Figur A38, side 21 i Appendiks A.



Figur 5.12: Austenitt- og ferrittinnholdet prosentvis i de ulike prøvene.

Figur 5.12 over viser faseanalyse av alle prøvene sammensatt.

Ut ifra figuren kan man tydelig se en økende trend i ferrittinnholdet (og avtagende austenittinnhold), relativt til grunnmaterialet, gjennomgående i alle prøver som er varmebehandlet. I forhold til grunnmaterialet observeres også mikrostrukturen til å endres ved varmebehandling - austenittkornene blir tydelig mindre. Samtidig viser faseanalyse at det er mer austenitt i **prøve 3** som er luftkjølt enn **prøve 2** som er direkte bråkjølt i vann, uten komprimering. Alle de varmebehandlede prøvene (både med og uten komprimering) har redusert austenittinnhold sammenlignet med grunnmaterialet, men ingen særlig trend til at kompresjon spiller en stor rolle i faseandeler.

5. Diskusjon

Prosesen som har resultert i utfelling av kromnitrid, i industrien, var en kombinasjon av induksjonsvarme, bøyning (kompresjon) og hurtig avkjøling. Denne prosessen ble det forsøkt å simulere, men på grunn av manglende utstyr er det flere faktorer i simuleringen som trolig gir avvikende resultater. Det første som må tas i betraktning er oppvarmingen av materialet. I industrien blir det benyttet induksjonscoil for å varme røret. En viktig egenskap ved induksjonsvarme er at oppvarmingen til ønsket temperatur skjer veldig hurtig, sammenlignet med en varmeovn som ble benyttet av studentene. Bruk av induksjonscoil holder materialet varmt ved den satte temperaturen konstant gjennom kompresjonen. Ettersom at induksjon er hurtig, kan det også tenkes at materialet dermed ikke holdes varmt lenge nok til at større mengder nitrogen løser seg til ferritten (TTT-diagrammet, *figur 2.1.3*, s. 12), som igjen fører til at ferrittkornene ikke overmettes.

Under forsøket ble materialet utsatt for luftavkjøling samtidig som kompresjonen pågikk. Siden prøvebitene brukt i forsøket er såpass små vil de raskt miste sin temperatur når de blir fraktet fra varmeovnen og inn i kombimaskinen. Dette tok omtrentlig 20 sekunder. Når prøvebitene deretter blir komprimert vil energien som blir påført materialet trolig bidra til å øke/opprettholde temperaturen noe, som ble funnet til en topp på 30°C. Samtidig er det temperatursvinn i prøvebitene når de blir plassert i mellomstykkene. Slik temperaturforandring vet man har stor betydning ved utfelling av sekundære faser, da sekundære faser er direkte knyttet til temperatur og avkjølingshastighet. Dette betyr videre at man må ta flere faser i betraktning, da materialet var innom varierende temperaturer ved avkjøling. Videre er også tyding av resultatene usikre, da tolkingen av bildene baserer seg på sammenligning med bilder fra faglitteratur og samtaler med fagfolk. Ideelt sett skulle prøvene bli sett på i elektronmikroskop som kunne sagt mer sikkert hvilke utfellinger som blir observert. Dessverre så var elektronmikroskopene på universitetet på oppgavens tidspunkt ute av drift, så det var ikke mulig å få benyttet seg av disse.

Som observert fra **prøve 5** (1250°C, 15 min, 0%) var varmebehandlingen og avkjølingen nok til å utfelle tydelige kromnitrid i ferrittkornene, men ingen av prøvene som ble varmebehandlet til 1100°C, uansett holdetid og komprimering, hadde utfellinger like tydelig.

Dog, hadde **prøve 4** (1250°C, 30 min, 0%) markante subkornrensere i ferritten, som er en karakteristikk for utfelling av kromnitrider. Videre hadde **prøve 6** (1100°C, 15 min, 17.3%), **prøve 10** (1100°C, 15 min, 26.3%), **prøve 7** (1100°C, 30 min, 11.3%) og **prøve 11** (1100°C, 30 min, 21.9%) markerte ferritt-austenitt-grensere. Dette kan ifølge TTT-diagrammet (*figur 2.1.3, s.12*) være utfellinger av Chi og Sigma, da prøvene hadde synkende temperatur igjennom forsøket, og falt innenfor temperaturene til disse sekundære fasene. Det er også interessant at disse mørkere grensene fremtrædes i alle prøver som var holdt ved 1100°C og deretter komprimert, som støtter teorien om at dette kan være en annen sekundærfase.

Utfellingene som er observert i **prøve 5** (1250°C, 15 min, 0%), **prøve 8** (1250°C, 15 min, 30.0%) og **prøve 9** (1250°C, 15 min, 11.7%) har riktig karakteristikk for å være kromnitrider. Grunnen til at **prøve 8** og **prøve 9** har mindre utfellinger er trolig at prøvestykkene ble luftkjølt ved komprimering, imens **prøve 5** ble bråkjølt uten luftavkjøling. I **prøve 8** og **9** ville da nitrogenet få bedre tid til å diffundere tilbake til austenitten. **Prøve 4** (1250°C, 30 min, 0%) hadde ingen utfellinger i midten av ferrittkornene, selv om den ble bråkjølt fra 1250°C, som **prøve 5**. Her er eneste forskjell fra **prøve 5** holdetiden: **prøve 5** ble holdt i 15 minutter, **prøve 4** ble holdt i 30 minutter. Ved produksjon av duplexprodukter blir en annealing-metode brukt hvor materialet holdes ved 1100°C i 60 minutter og deretter bråkjølt. Dette gir ikke utfellinger av kromnitrider. Derfor kan det spekuleres i om **prøve 4** ble varmebehandlet lenge nok til å kunne simuleres som samme annealing-prosess, og derfor har ikke denne prøven samme utfelling som prøvene holdt ved 15 minutter.

Prøve 8 (1250°C, 15 min, 30.0%) og **prøve 9** (1250°C, 15 min, 11.7%) hadde begge utfellinger. Her er mengde utfellinger noe lik, selv om de ble komprimert forskjellig. **Prøve 9** var minst komprimert og hadde tydeligere utfellinger i subkornrensene i ferritten enn **prøve 8**. **Prøve 5** (1250°C, 15 min, 0%) var ikke komprimert, og hadde tydelig flest utfellinger i subkornrensene i ferritten. Her ser man en trend på at mer komprimering fører til mindre utfellinger i subkornrensen, men om det tas med feilfaktorer i simuleringen skyldes nok nedgangen utfellinger varmetapet ved komprimeringen, og ikke kompresjonen i seg selv.

En annen avvikende faktor i simuleringen, kontra ved bøyning av røret, er avkjølingen. Når røret avkjøles etter bøyning er det kun utsiden som kommer i direkte kontakt med vann.

Dermed holder innsiden av røret fortsatt høy temperatur, imens avkjølingen kryper igjennom

materialet. I oppgaven ble prøvestykkene avkjølt i en bølge med vann, hvor hele prøven ble dekket av vann.

Det er godt dokumentert at kromnitrid i duplex er et resultat av høy varme og bråkjøling, men svært lite om komprimering kan spille en større rolle. Kromnitrid utfelles når nitrogenet som løste seg fra austenitten over til ferritten, som følge av høy varme, ikke rekker å diffundere tilbake ved avkjøling. Det kan da spekuleres i om spenningen (strekk/kompresjon) materialet blir utsatt for genererer nok varme til å fremskynde nitrogenvandrings til ferritten. Om materialet holder en temperatur på 1100°C og man deretter komprimerer med en kraft som skaper 150°C termisk energi vil materialet få en temperaturtopp på 1250°C. Da vil materialet ha nådd en temperatur hvor nye sekundære faser kan oppstå. I oppgaven ble det regnet ut at varmegenereringen fra kompresjon hadde en topp på 30°C, som i seg selv ikke er nok. En hypotese kan også være at induksjonscoilen produsenten bruker under bøyningen av røret har en feilfaktor, hvor temperatursensoren ville feilet og målt for lav verdi, hvor da maskinen ville justert opp varmen i coilen. Dersom det er 0.0001% sannsynlighet for at dette vil inntreffe, kan man forvente at for hver 10 000 syklus/rør så ville ett rør bli varmebehandlet med for høy verdi.

Av faseanalyse fremkommer heller ikke en forventet trend av betraktelig lavere austenittinnhold i de varmebehandlede prøvene. Dette kan også tenkes å være et resultat av luftkjølingen som skjer under komprimeringen.

6. Konklusjon

Prøver varmebehandlet ved 1100°C og komprimert konkluderes med å ikke ha utfelt kromnitrider.

Varmebehandling ved 1100°C i 15 minutter og bråkjøling er kjent metode for at materialer skal utfelle kromnitrider. Grunnen til at prøvene varmebehandlet i dette intervallet ikke viste utfellinger konkluderes med luftavkjølingen som skjedde i simuleringen av prosessen, hvor prøvene mistet for mye varme før de ble bråkjølt i vann. Simuleringen har flere faktorer som avviker fra den faktiske prosessen, som ovn istedenfor induksjonscoil, luftavkjøling ved kompresjon istedenfor at kompresjonen skjer samtidig som varmen opprettholdes, og bråkjølingen hvor prøvene ble dekket helt i vann istedenfor avkjølt med vanddyser kun på utsiden. Med varmegenereringen fra kompresjon og varmetapet fra luftavkjølingen tatt i betraktning holdt disse prøvene en temperatur på 872°C (ny temperatur etter varmetap + 30°C fra kompresjonen) når de ble bråkjølt.

For prøvene som ble varmebehandlet ved 1250°C i 15 minutter, og komprimert, holdt prøvene en temperatur ved 986°C (ny temperatur etter varmetap + 30°C som kommer fra kompresjonen) idet de ble bråkjølt. Dette førte også videre til at det ble observert tydelige utfellinger. I prøven som ikke ble komprimert ble det observert mye høyere grad av utfelling, som følge av at denne ble bråkjølt direkte fra varmebehandling, og ikke ble utsatt for luftkjøling i samme grad som komprimerte prøver.

Det konkluderes med at utfellingene som er observert i **prøve 5**, **prøve 8**, og **prøve 9** er kromnitrider, ettersom brukt etsetype (oksalsyre) brukes for å frembringe kromnitrider og karakteristikk tatt i betraktning. Det observeres ikke mer kromnitrider ved kompresjon enn uten kompresjon.

For alle prøvene som var varmebehandlet og komprimert ble det også observert mer austenitt enn forventet. Når prøvene ble tatt ut av ovn og luftkjølt ved komprimeringen fikk austenitten trolig nok tid til å dannes og samtidig ta til seg nitrogenet fra ferritten. Dermed fikk man ikke like tydelig nedgang i austenitt som man kan forvente ved varmebehandling og bråkjøling. Faseanalyseresultatene ble også sporadisk, men en liten trend om at høyere temperatur gav mindre austenitt kunne observeres.

Ettersom at varmegenereringen fra kompresjon ikke er høyere enn 30°C i denne sammenhengen (som tilsvarer en kraft på 32000 kN per kvadratmeter) forkastes teorien om at varmen fra kompresjon øker temperaturen så mye at materialet kan utfelle flere kromnitrider. Det konkluderes da videre med at kompresjon alene ikke er med på å akselerere utfellingene av kromnitrider. Det kan spekuleres i at det har vært en feil i produksjonen i et tilfelle hvor varmen har vært for høy.

7. Referanser

The International Molybdenum Association, 2014. *Practical Guidelines for the fabrication of Duplex Stainless Steel. 3rd ed.* London: International Molybdenum Association. (06.04)

Ramirez, A.J., Lippold, J.C. & Brandi, S.D., 2003. The Relationship between Chromium Nitride and Secondary Austenite Precipitation in Duplex Stainless Steels. *Metallurgical and materials transactions A*, 34 (8), pp. 1575-1597

Gunn, R.N., 1997. *Duplex Stainless steel. Microstructure, properties and applications*, Cambridge: Abington Publishing.

Nilsson, J.O. & Chai, G. 2007. The Physical metallurgy of stainless steels. Finnes i: Sandvik Materials Technology, *Duplex 2007 International Conference & Expo*. Grado, Italia 18 – 20 Juni 2007. [Zutphen: Nederland]

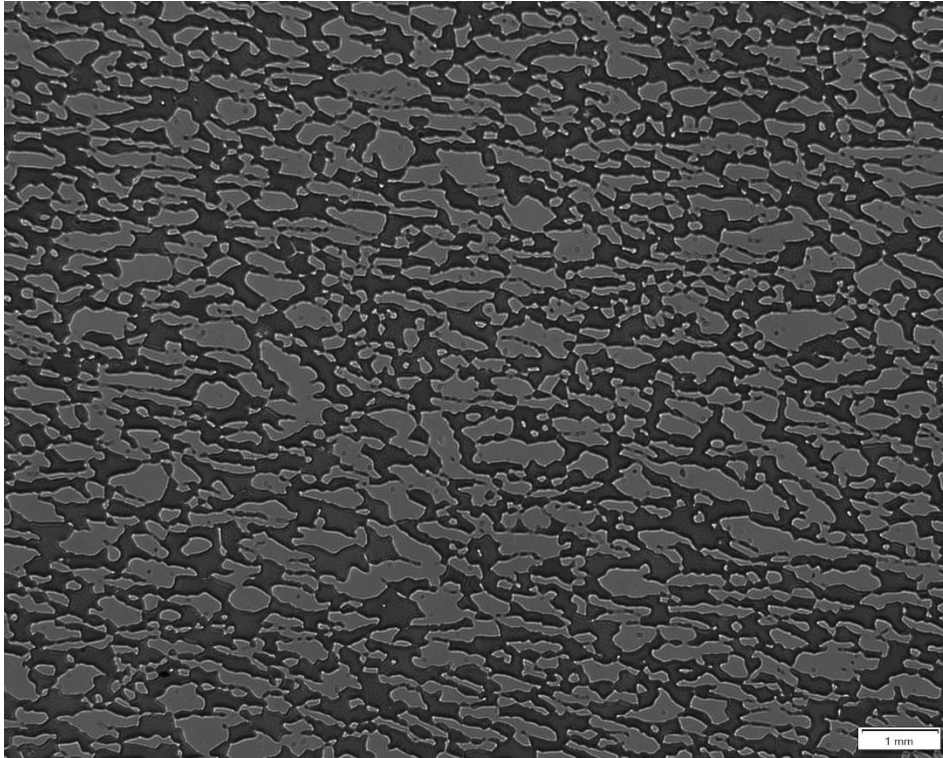
Appendiks A

I appendiks A er alle bilder vedlagt tatt med lysmikroskop. Under er en figur-liste som beskriver bildet. Det innebærer hvilken prøve det er, varmebehandling, kompresjon, avkjølingsmetode og hvilken grad av forstørrelse som er benyttet.

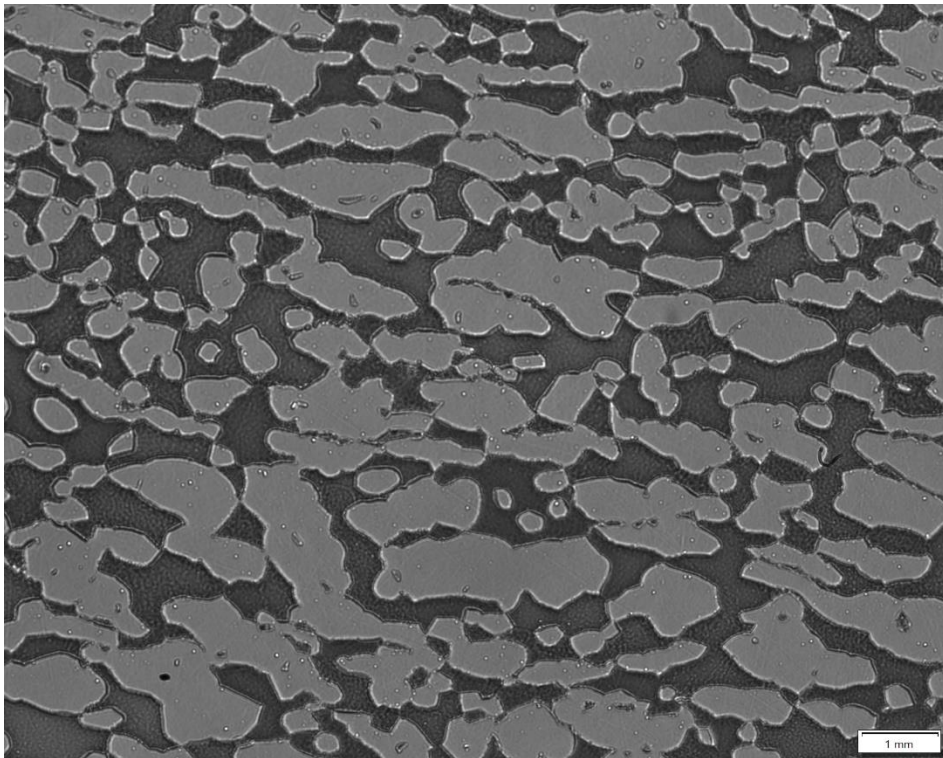
Figurliste Appendiks A:

Figur A1: Prøve 1. Ikke utsatt for varmebehandling eller kompresjon. Primærforstørrelse x20	s. 3
Figur A2: Prøve 1. Ikke utsatt for varmebehandling eller kompresjon. Primærforstørrelse x50	s. 3
Figur A3: Prøve 1. Ikke utsatt for varmebehandling eller kompresjon. Primærforstørrelse x50	s. 4
Figur A4: Prøve 1. Ikke utsatt for varmebehandling eller kompresjon. Primærforstørrelse x100	s. 4
Figur A5: Prøve 2. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50	s. 5
Figur A6: Prøve 2. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50	s. 5
Figur A7: Prøve 2. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x100	s. 6
Figur A8: Prøve 2. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x20	s. 6
Figur A9: Prøve 3. 1100°C i 15 min. Luftavkjøling. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x20	s. 7
Figur A10: Prøve 3. 1100°C i 15 min. Luftavkjøling. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50	s. 7
Figur A11: Prøve 3. 1100°C i 15 min. Luftavkjøling. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50	s. 8
Figur A12: Prøve 3. 1100°C i 15 min. Luftavkjøling. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x100	s. 8
Figur A13: Prøve 4. 1200°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50	s. 9
Figur A14: Prøve 4. 1200°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x20	s. 9
Figur A15: Prøve 5. 1200°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50	s. 10
Figur A16: Prøve 5. 1200°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50	s. 10
Figur A17: Prøve 5. 1200°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50	s. 11
Figur A18: Prøve 6. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20	s. 11
Figur A19: Prøve 6. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50	s. 12
Figur A20: Prøve 7. 1100°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20	s. 12
Figur A21: Prøve 7. 1100°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50	s. 13
Figur A22: Prøve 7. 1100°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50	s. 13
Figur A23: Prøve 8. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20	s. 14
Figur A24: Prøve 8. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20	s. 14
Figur A25: Prøve 8. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50	s. 15
Figur A26: Prøve 8. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50	s. 15
Figur A27: Prøve 8. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50	s. 16
Figur A28: Prøve 8. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50	s. 16

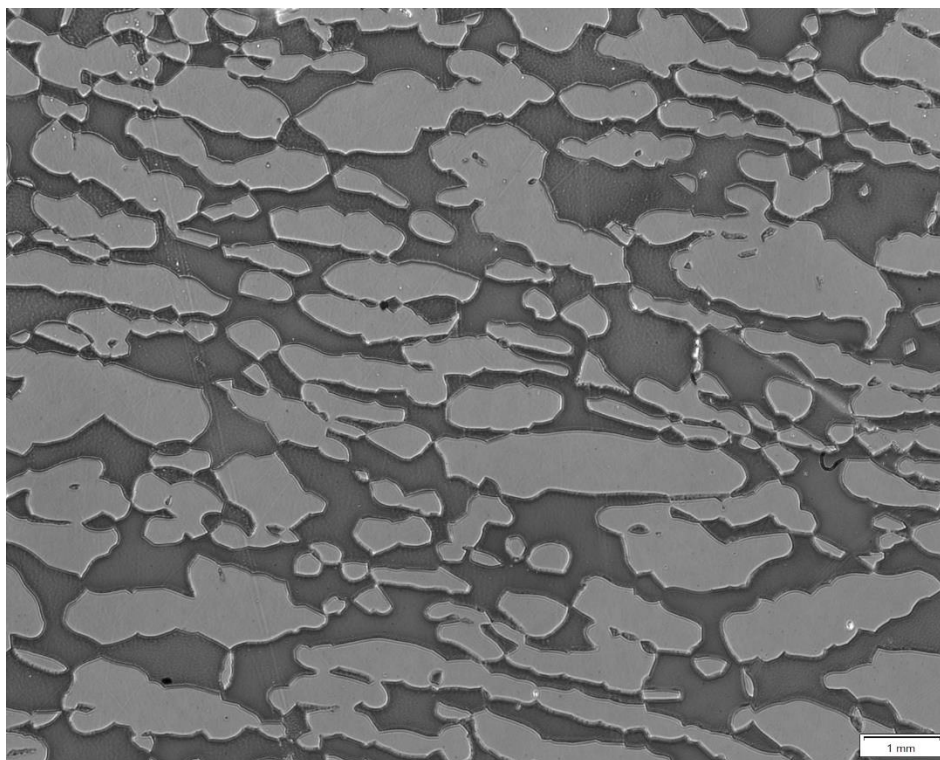
Figur A29: Prøve 9. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20	s. 17
Figur A30: Prøve 9. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50	s. 17
Figur A31: Prøve 9. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50	s. 18
Figur A32: Prøve 9. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50	s. 18
Figur A33: Prøve 10. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20	s. 19
Figur A34: Prøve 10. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50	s. 19
Figur A35: Prøve 10. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50	s. 20
Figur A36: Prøve 11. 1100°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20	s. 20
Figur A37: Prøve 11. 1100°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20	s. 21
Figur A38: Prøve 11. 1100°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50	s. 21



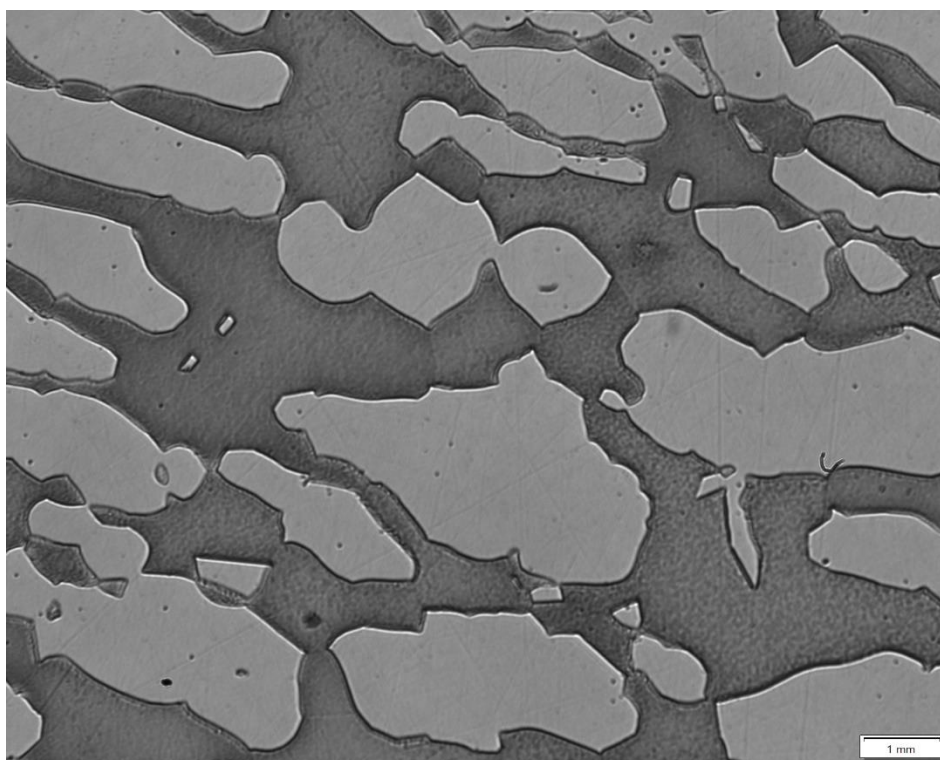
Figur A1: Prøve 1. Ikke utsatt for varmebehandling eller kompresjon. Primærforstørrelse x20



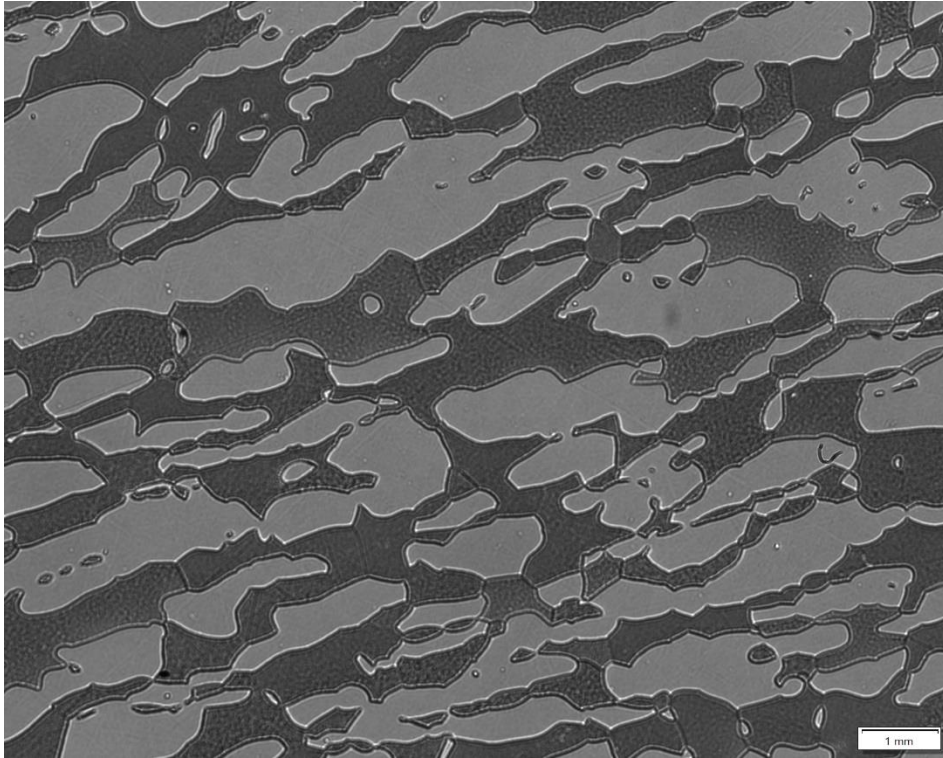
Figur A2: Prøve 1. Ikke utsatt for varmebehandling eller kompresjon. Primærforstørrelse x50



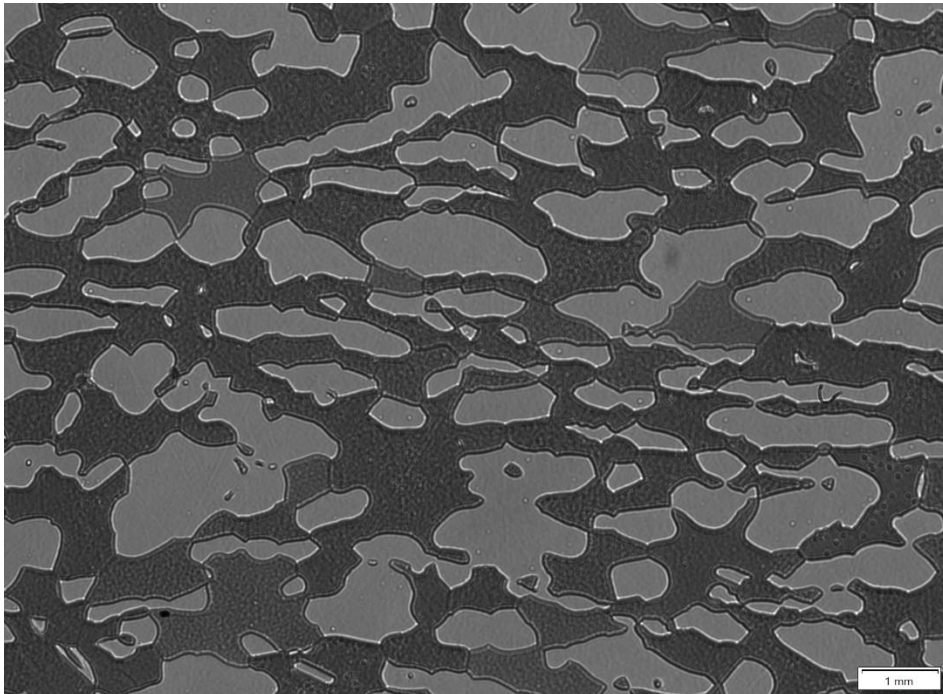
Figur A3: Prøve 1. Ikke utsatt for varmebehandling eller kompresjon. Primærforstørrelse x50



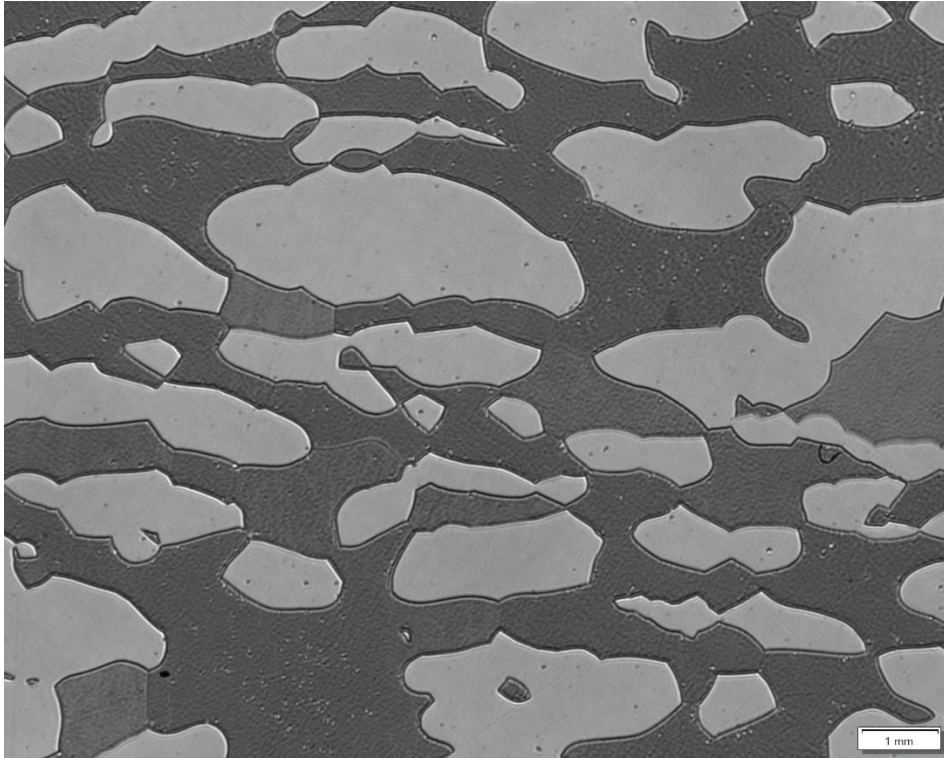
Figur A4: Prøve 1. Ikke utsatt for varmebehandling eller kompresjon. Primærforstørrelse x100



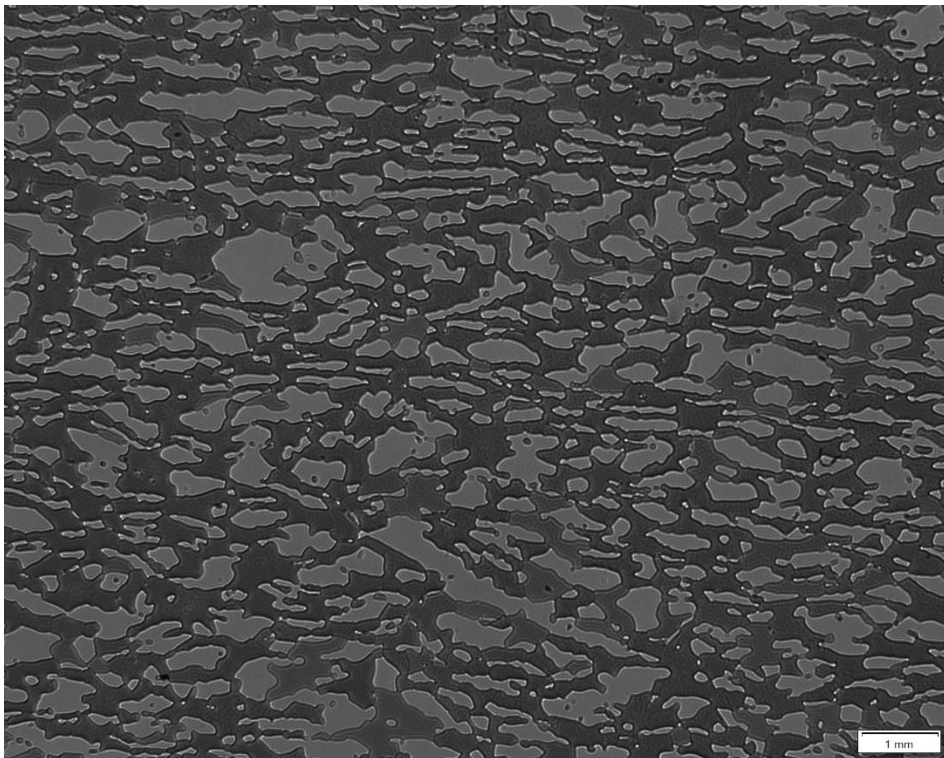
Figur A5: Prøve 2. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50



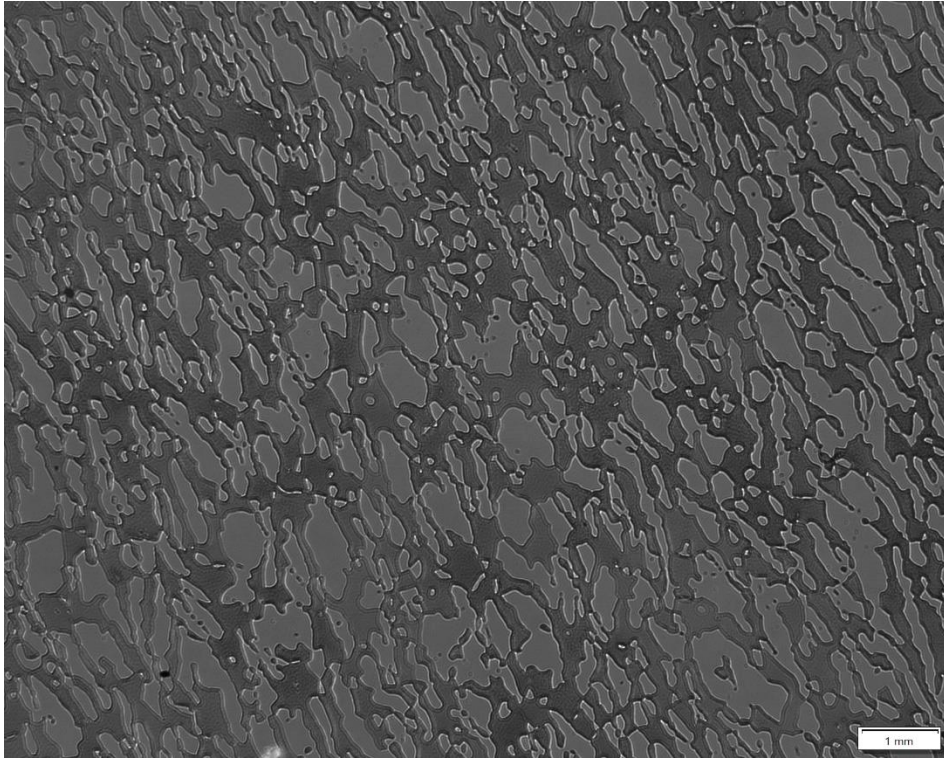
Figur A6: Prøve 2. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50



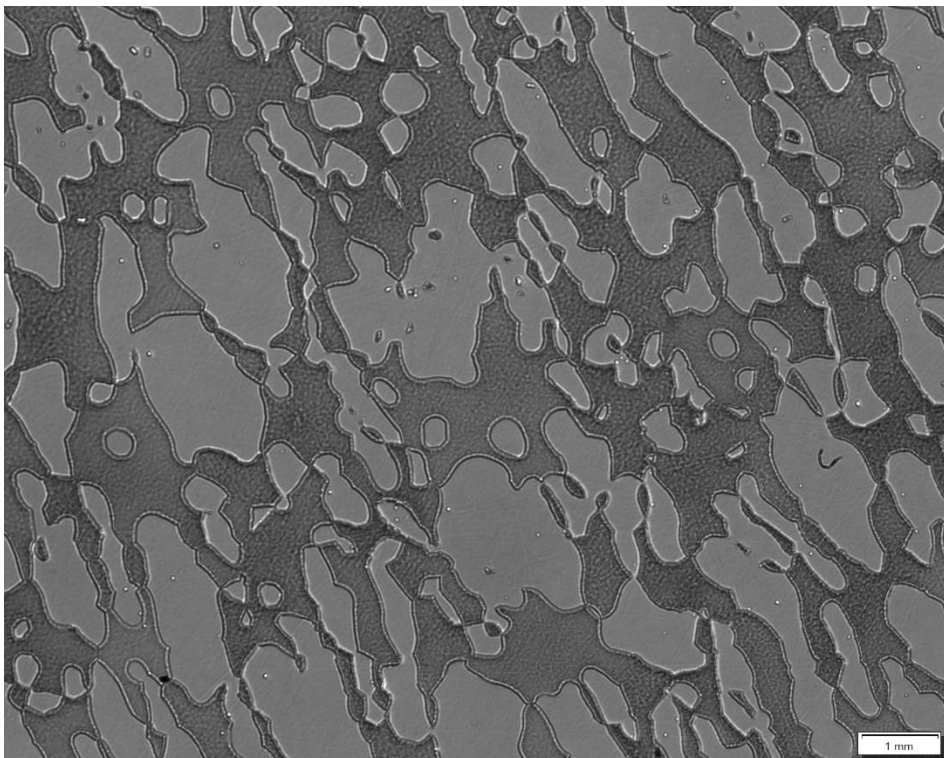
Figur A7: Prøve 2. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x100



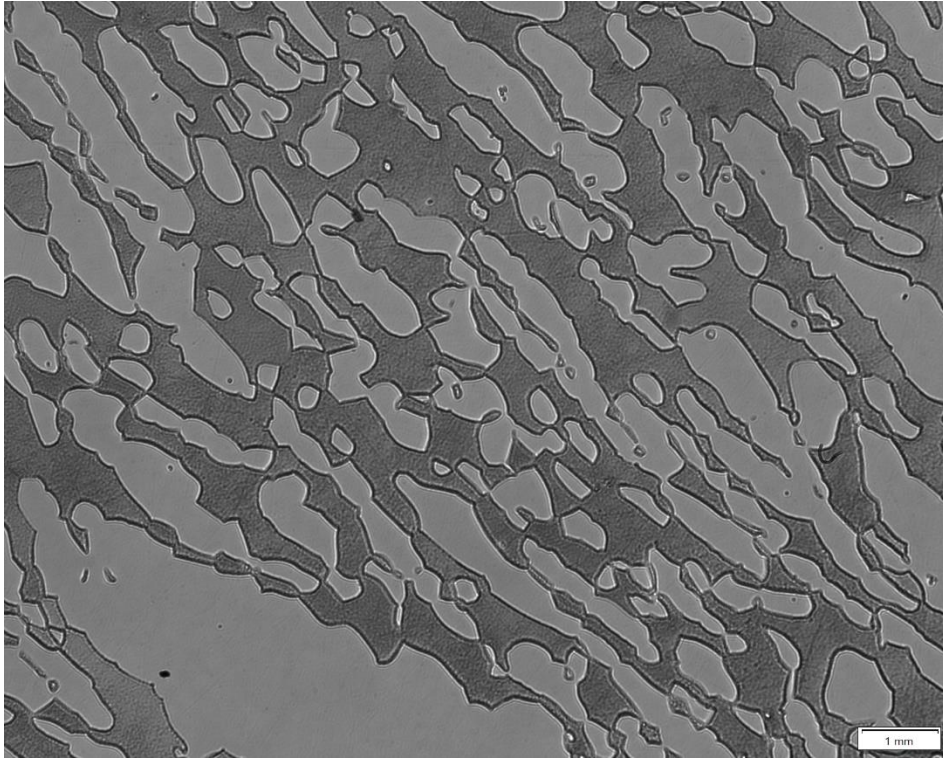
Figur A8: Prøve 2. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x20



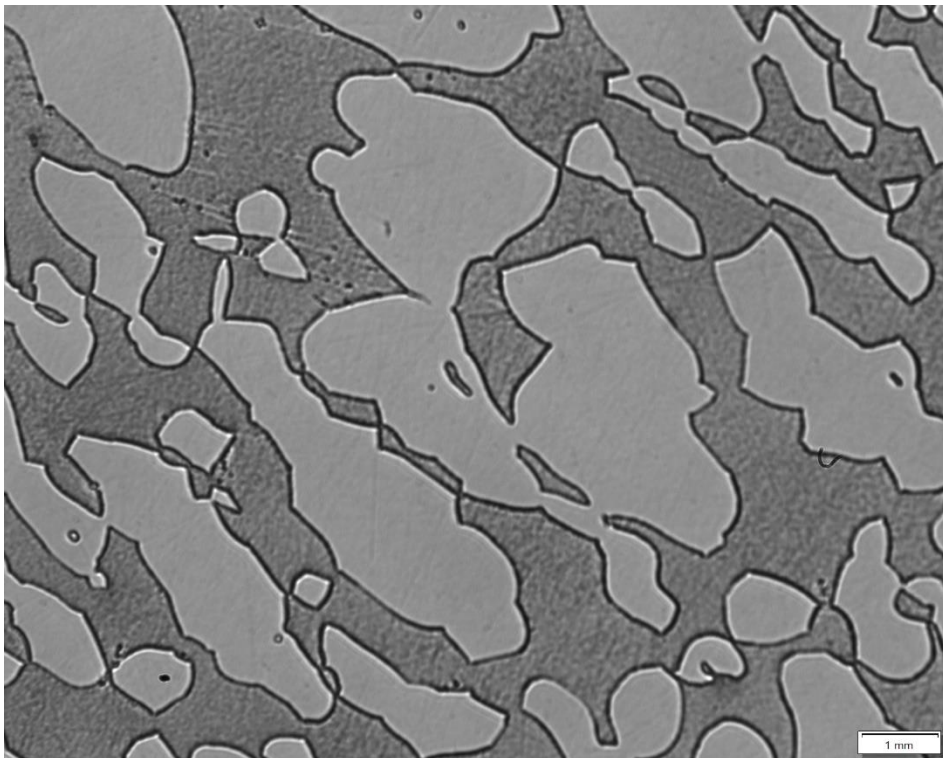
Figur A9: Prøve 3. 1100°C i 15 min. Luftavkjøling. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x20



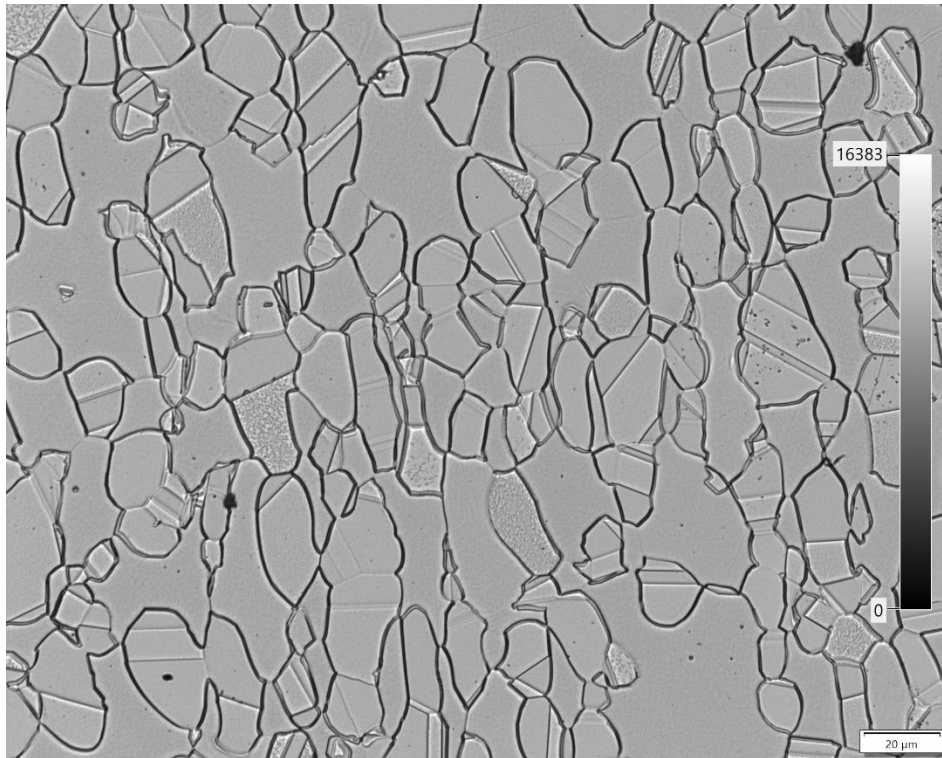
Figur A10: Prøve 3. 1100°C i 15 min. Luftavkjøling. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50



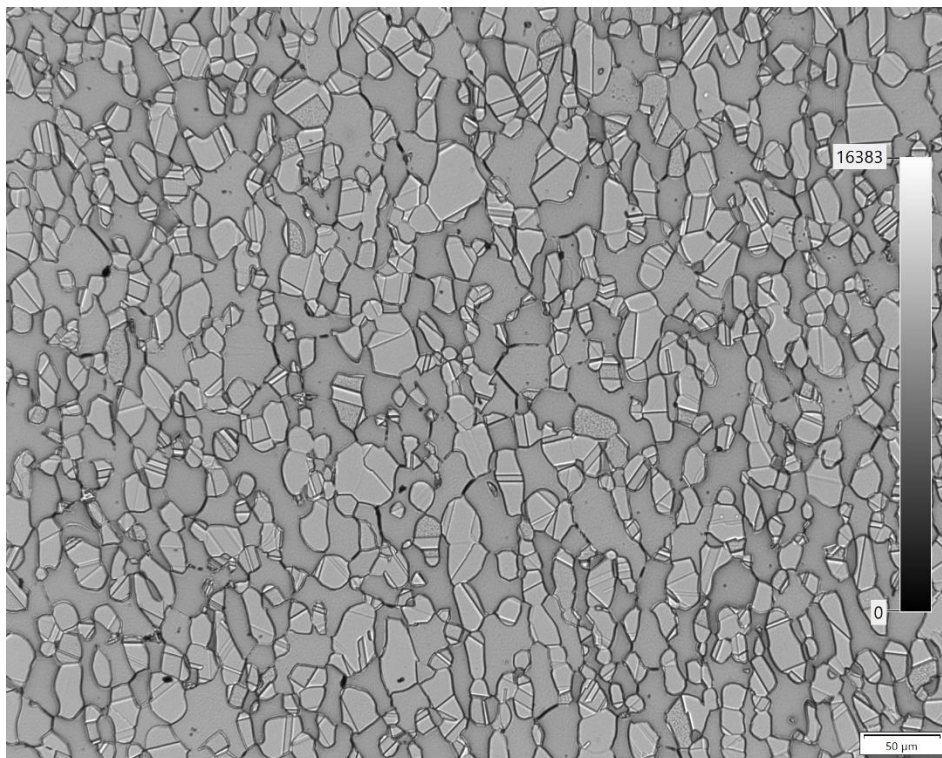
Figur A11: Prøve 3. 1100°C i 15 min. Luftavkjøling. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50



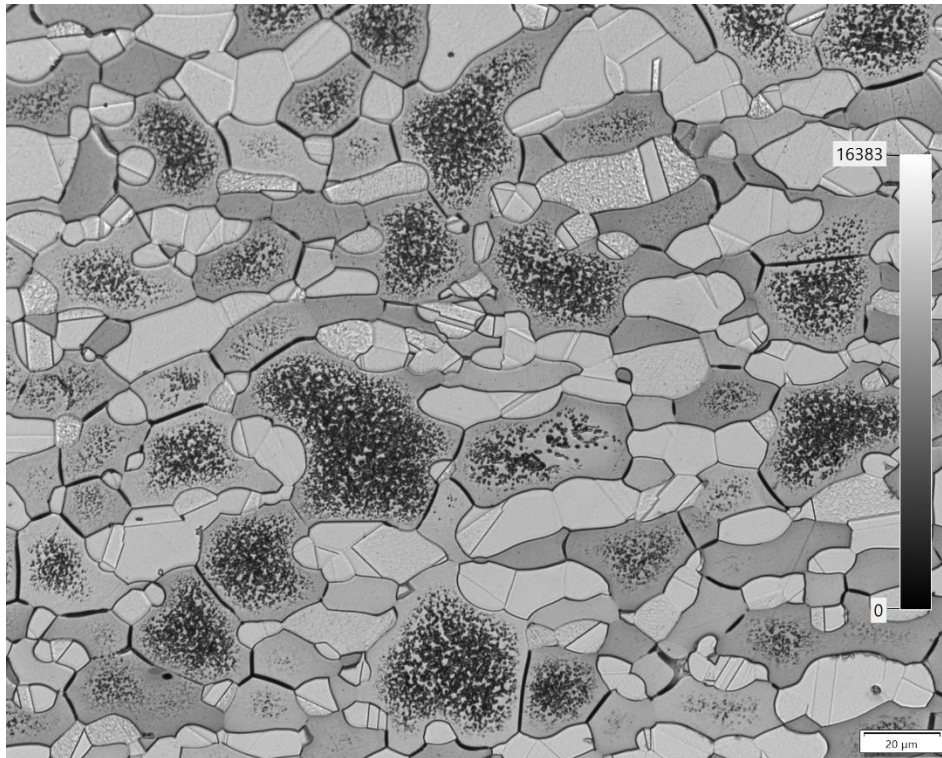
Figur A12: Prøve 3. 1100°C i 15 min. Luftavkjøling. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x100



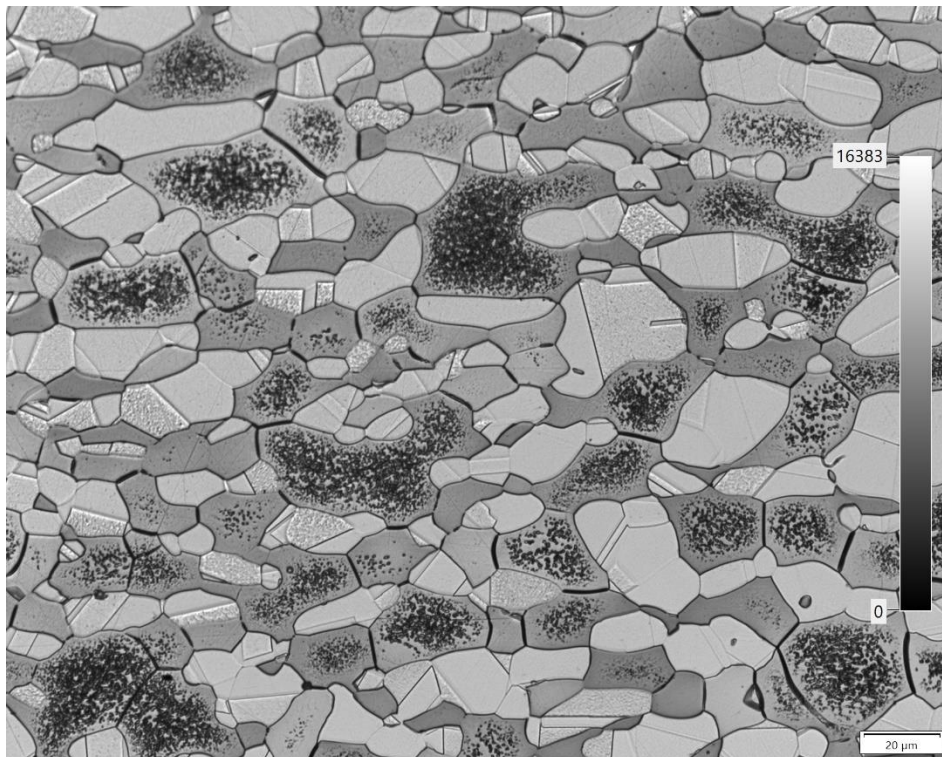
Figur A13: Prøve 4. 1200°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50



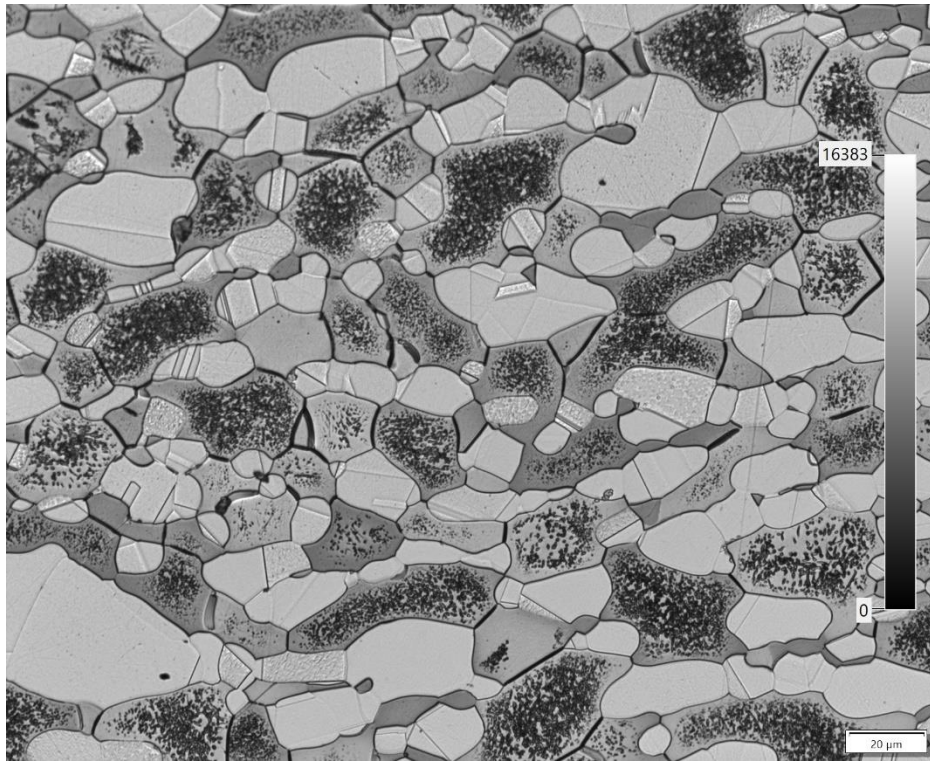
Figur A14: Prøve 4. 1200°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x20



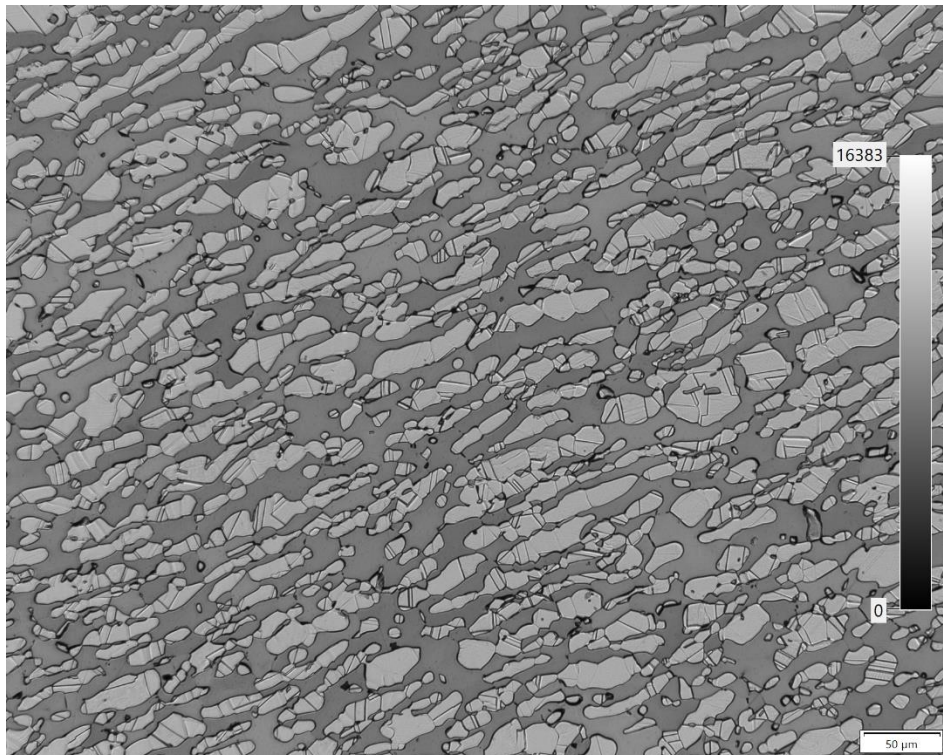
Figur A15: Prøve 5. 1200°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50



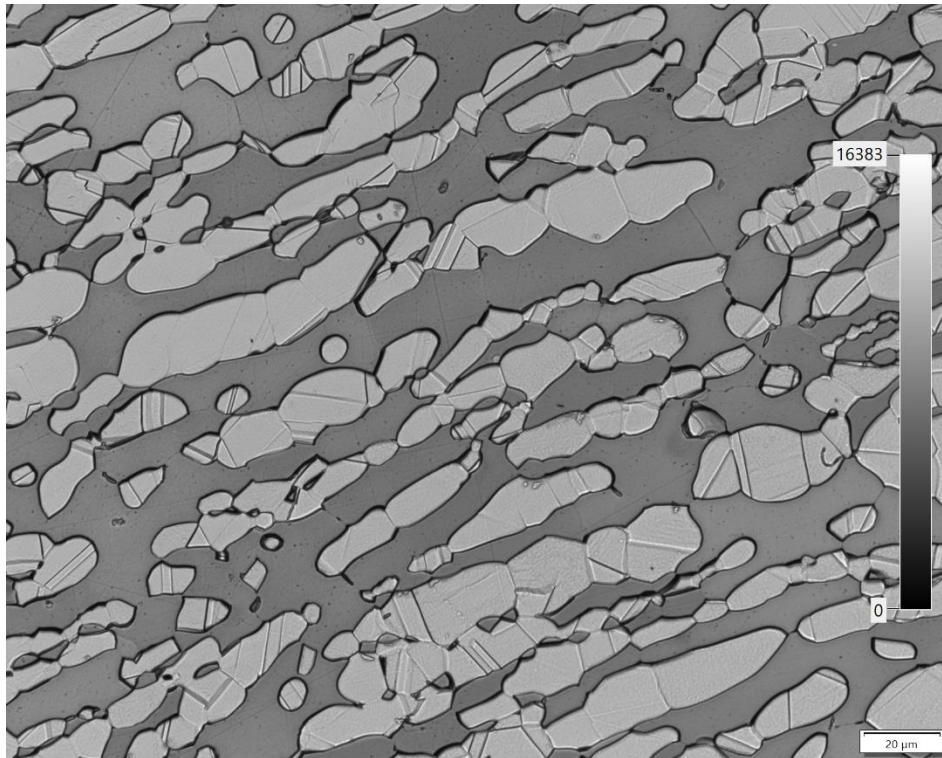
Figur A16: Prøve 5. 1200°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50



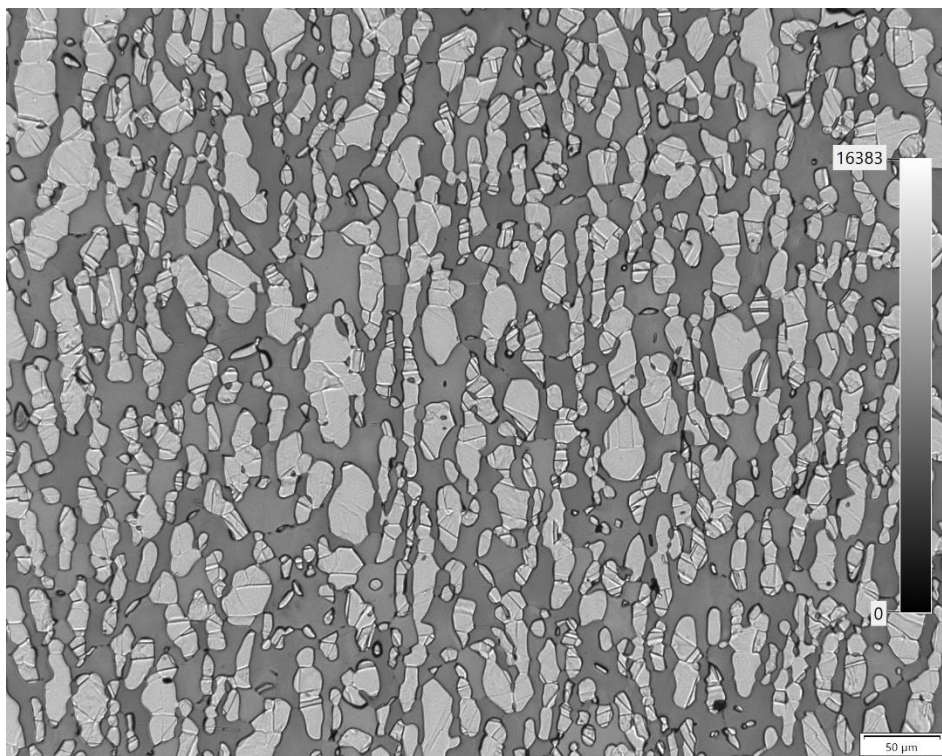
Figur A17: Prøve 5. 1200°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Ingen kompresjon. Primærforstørrelse x50



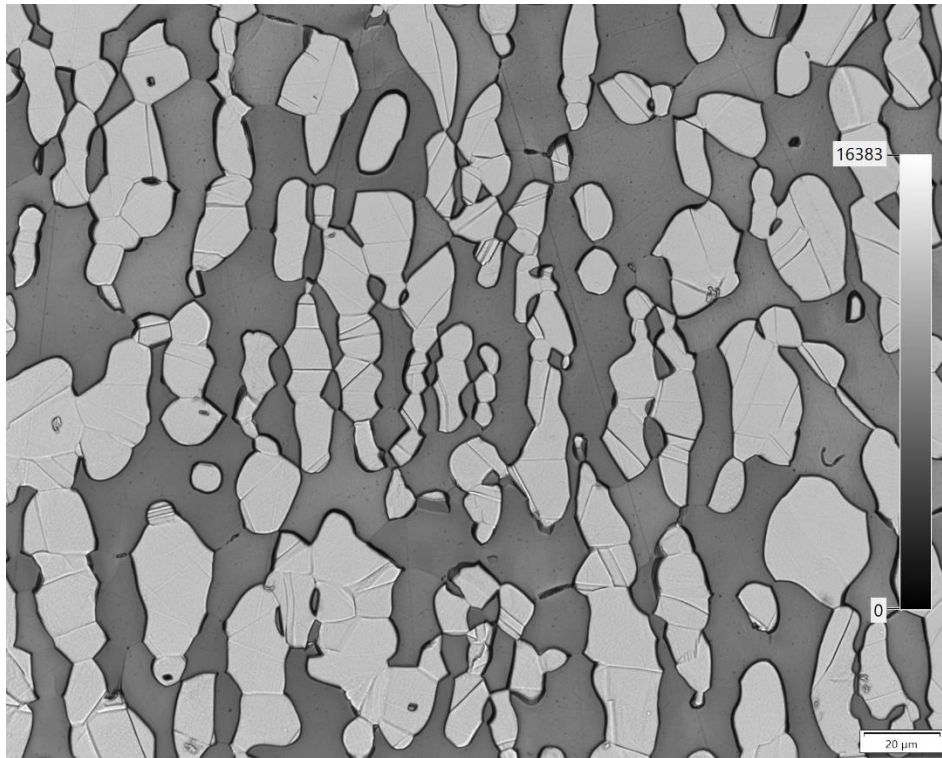
Figur A18: Prøve 6. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20



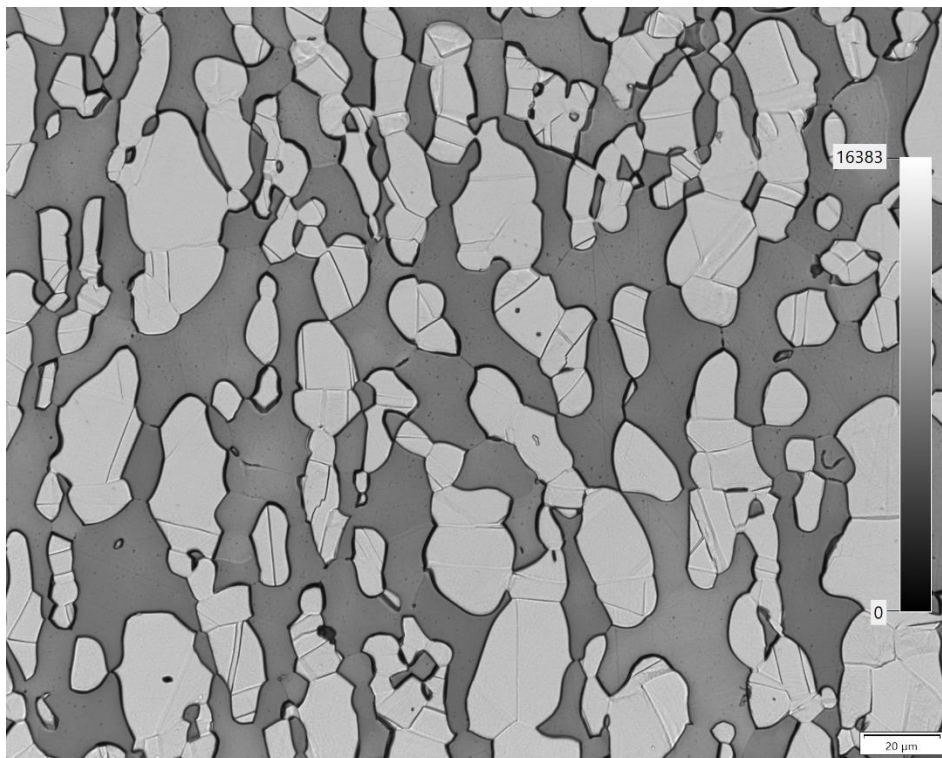
Figur A19: Prøve 6. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50



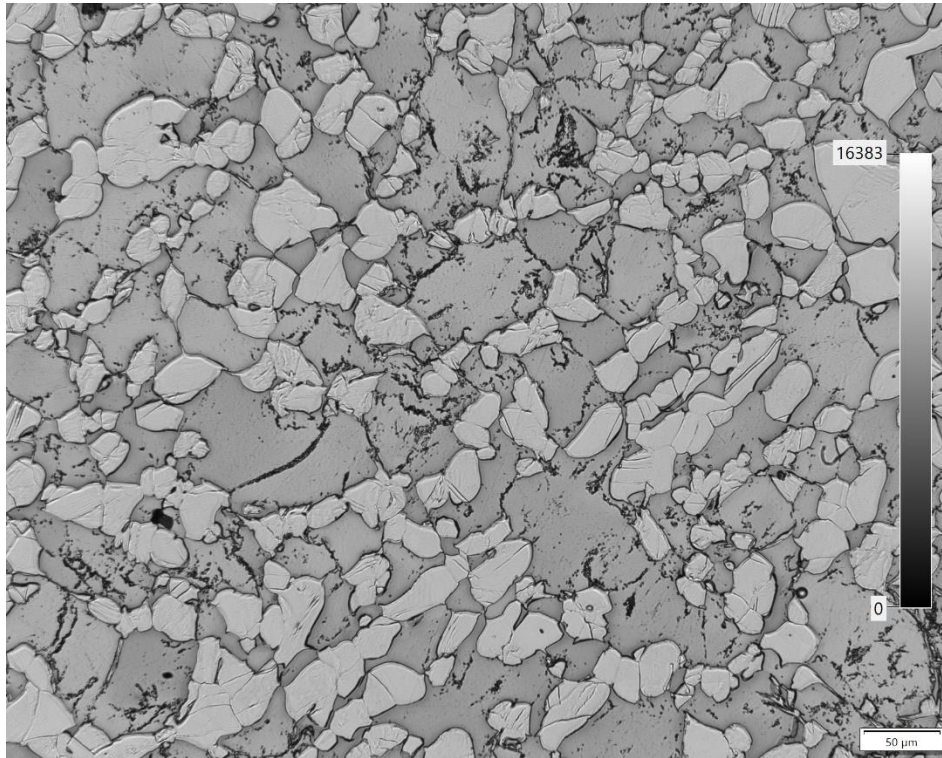
Figur A20: Prøve 7. 1100°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20



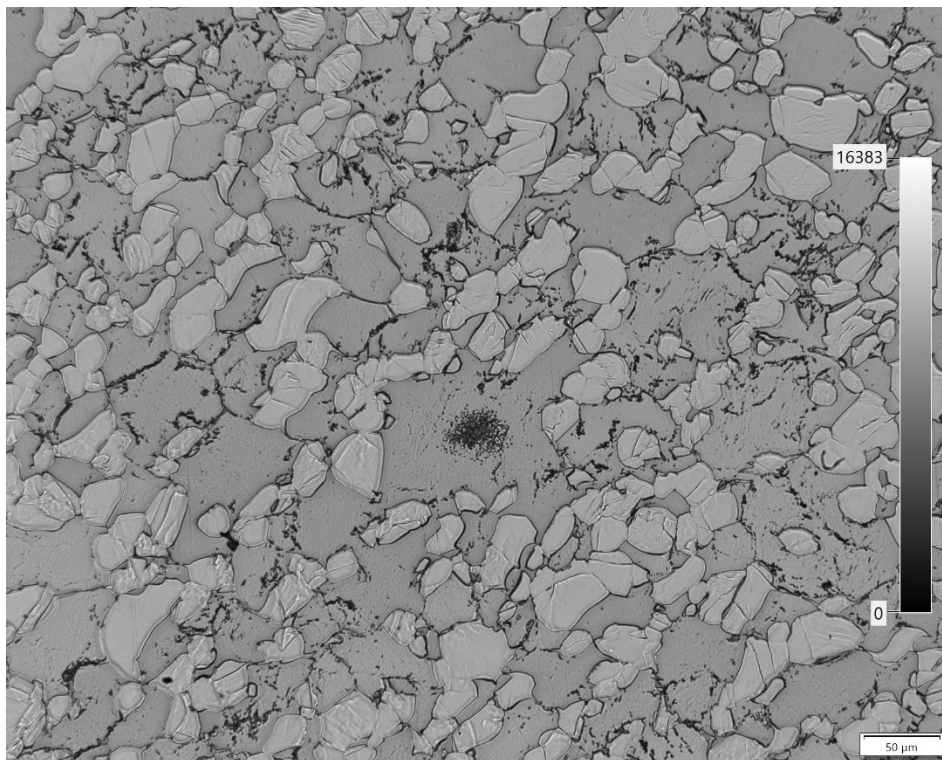
Figur A21: Prøve 7. 1100°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50



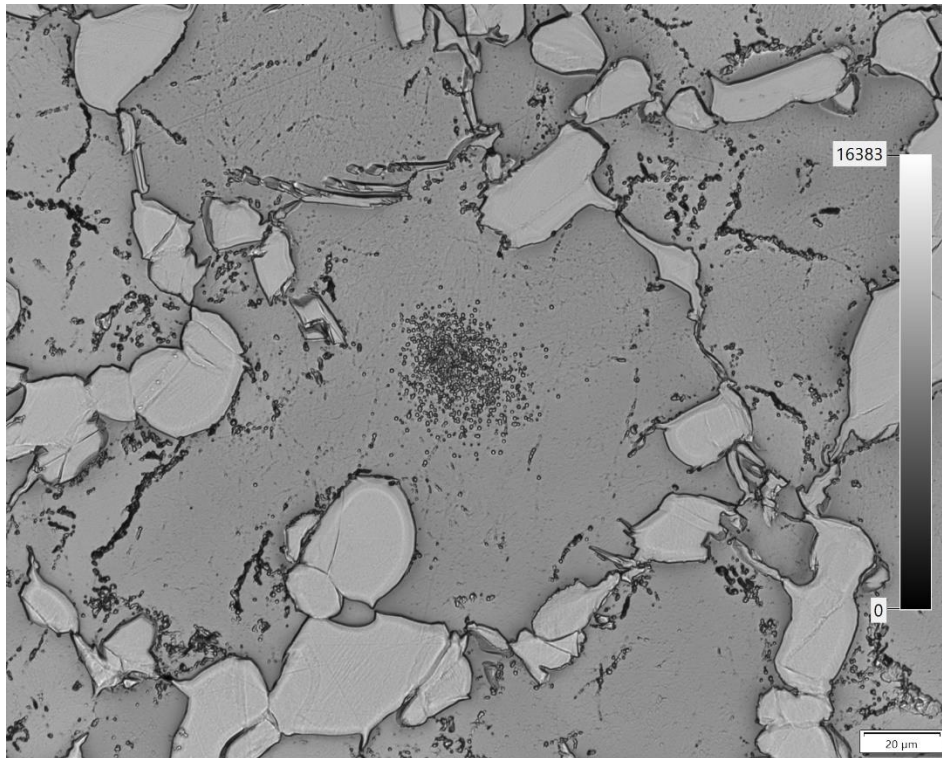
Figur A22: Prøve 7. 1100°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50



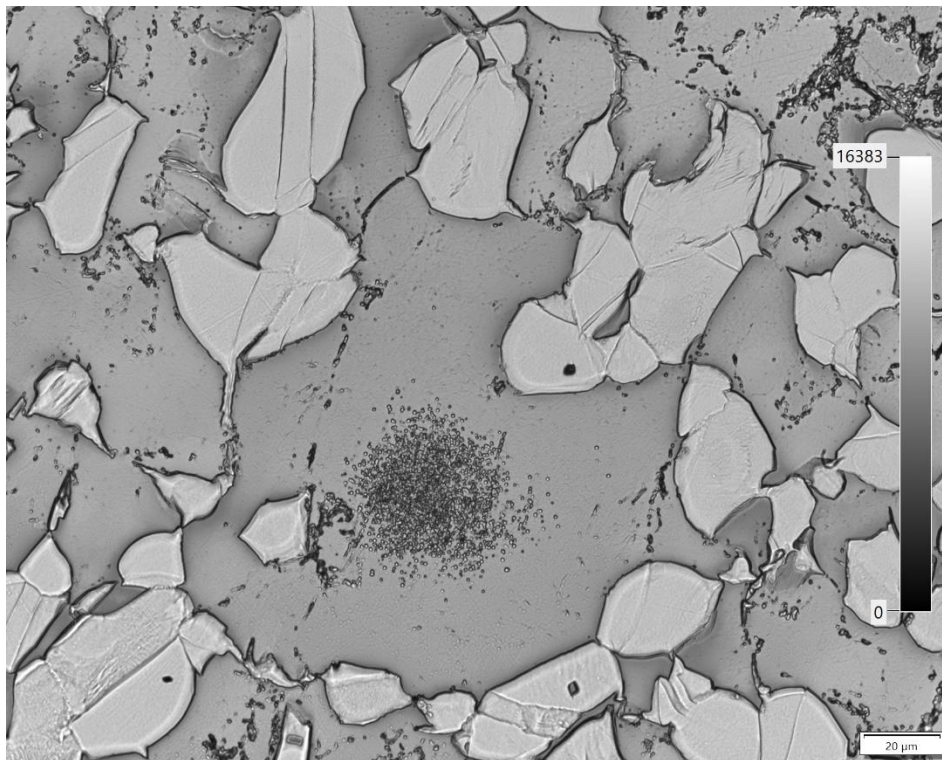
Figur A23: Prøve 8. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20



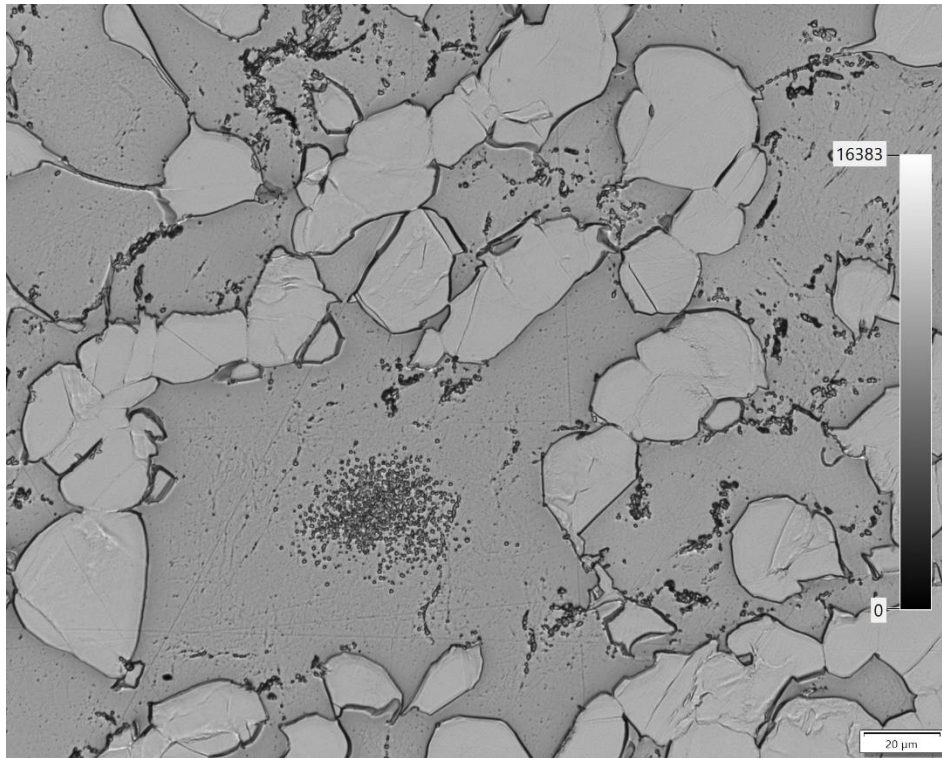
Figur A24: Prøve 8. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20



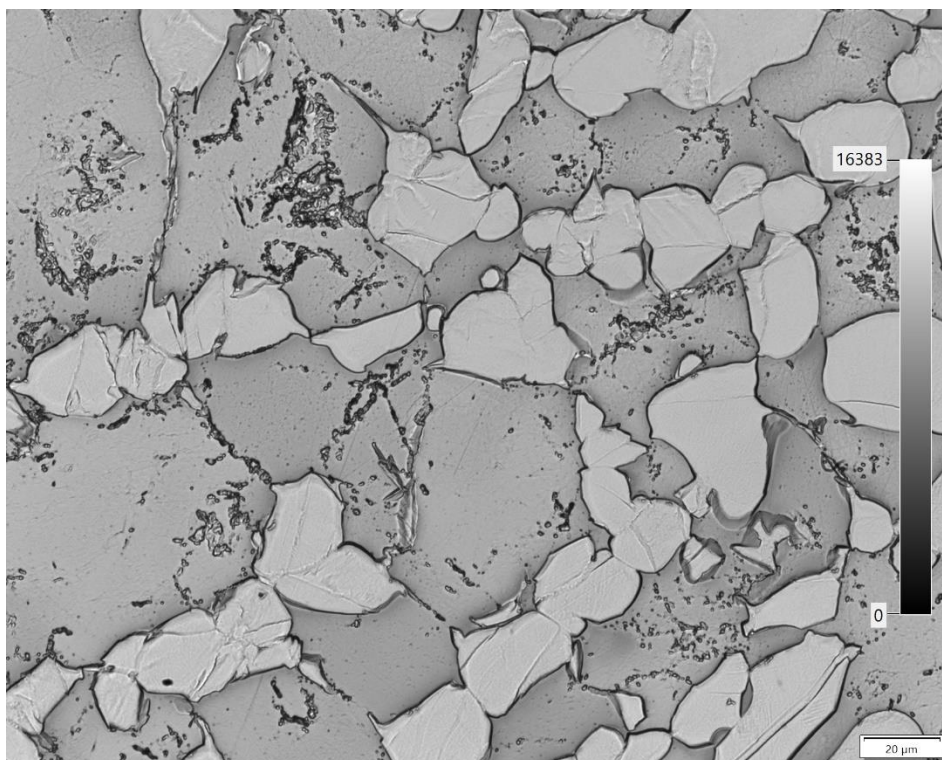
Figur A25: Prøve 8. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50



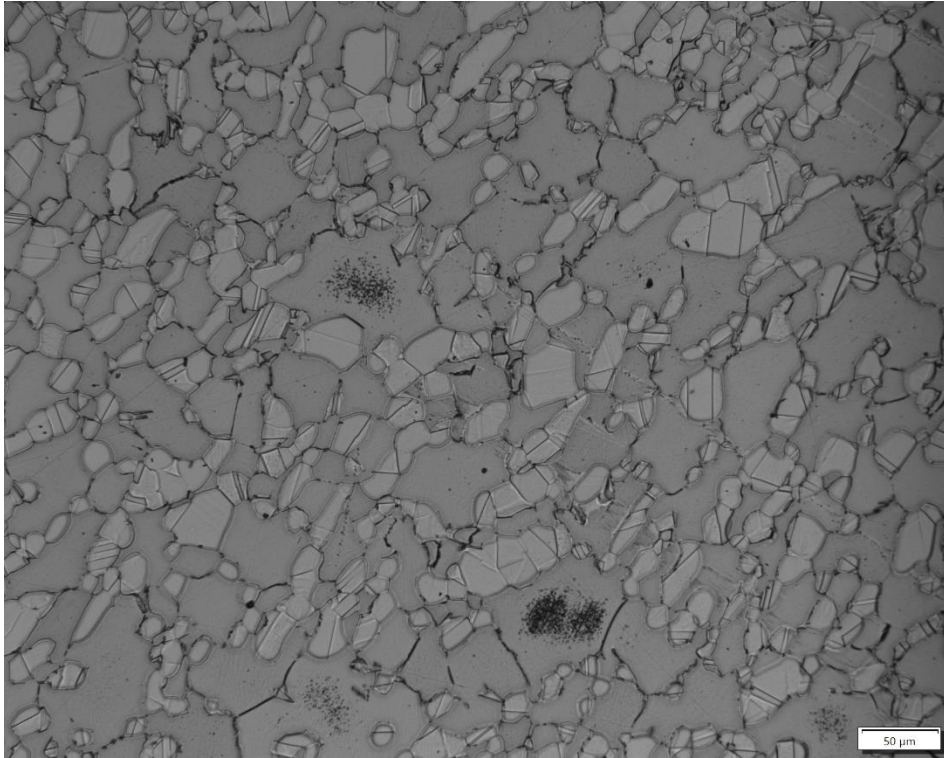
Figur A26: Prøve 8. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50



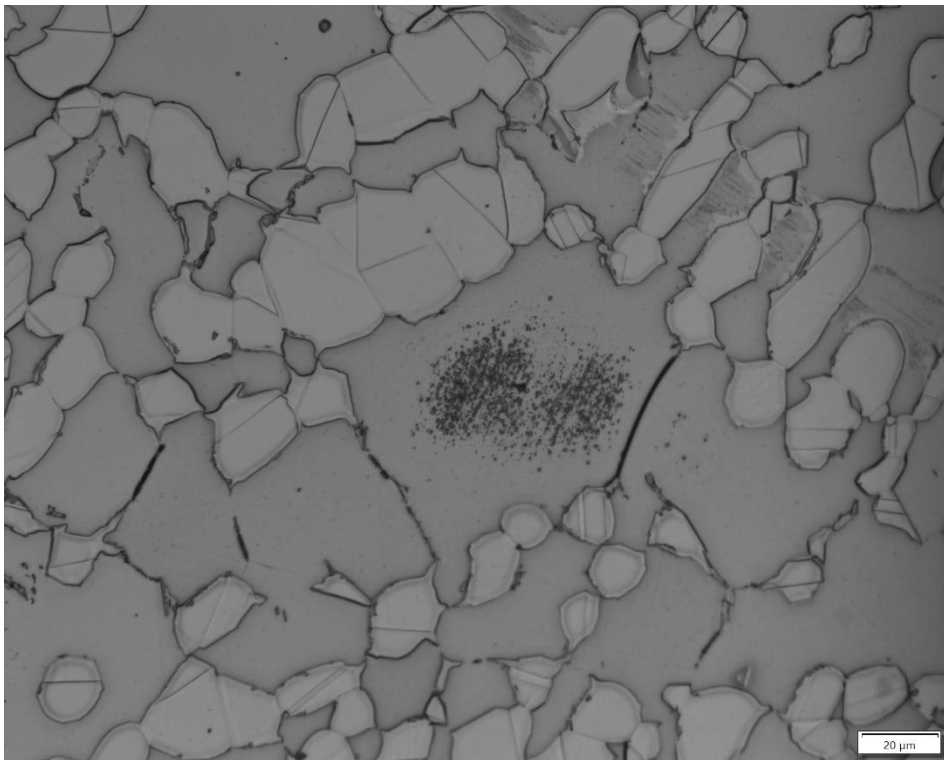
Figur A27: Prøve 8. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50



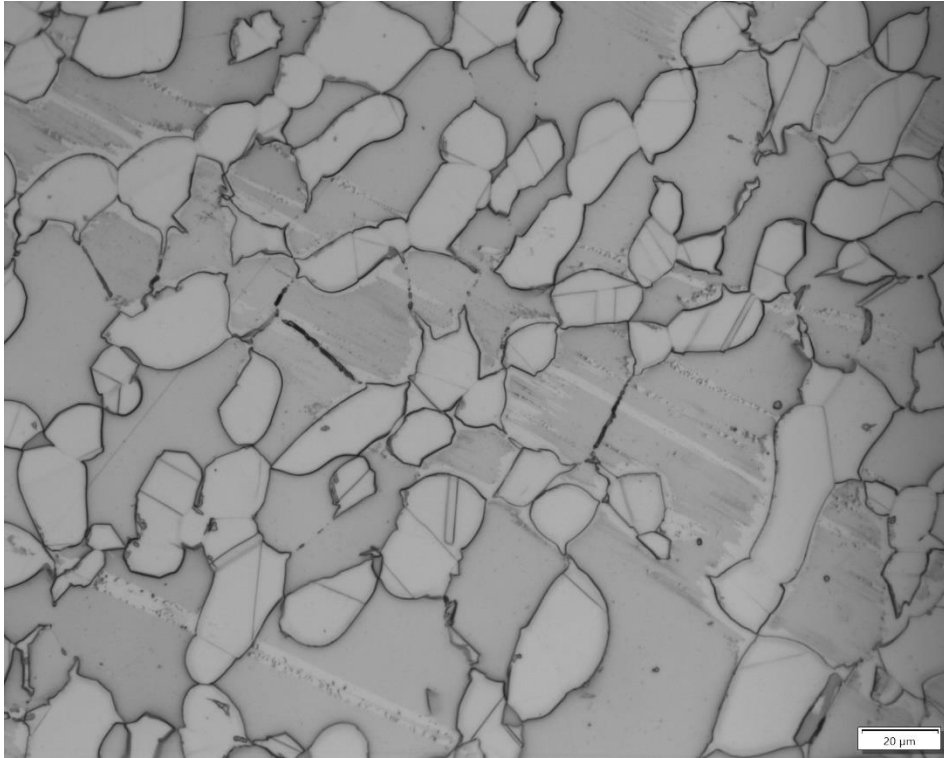
Figur A28: Prøve 8. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50



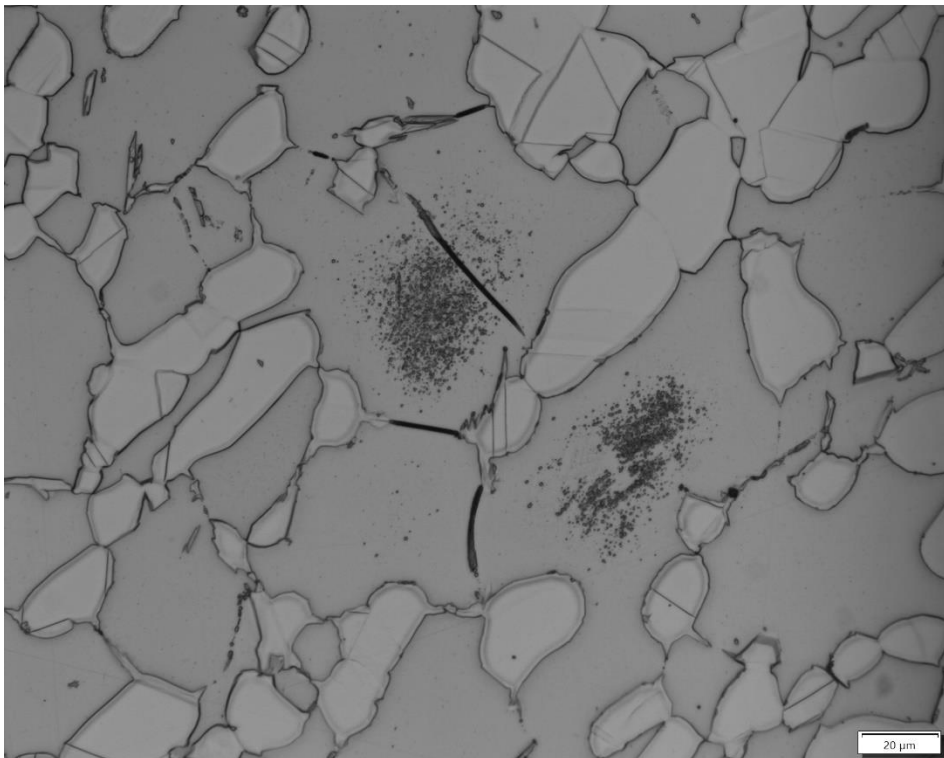
Figur A29: Prøve 9. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20



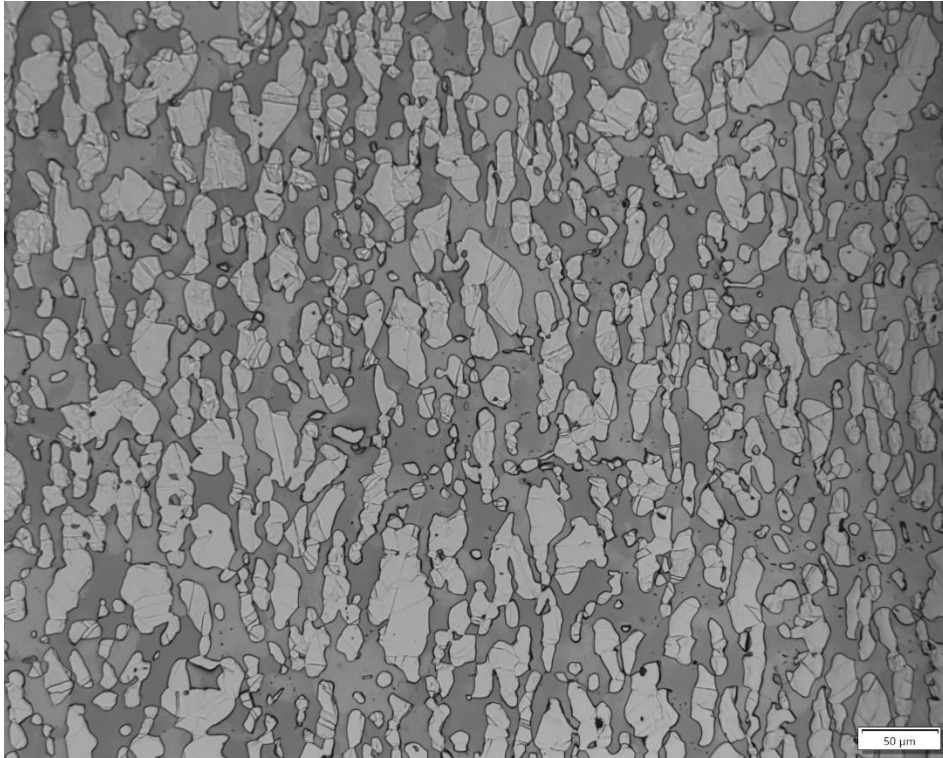
Figur A30: Prøve 9. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50



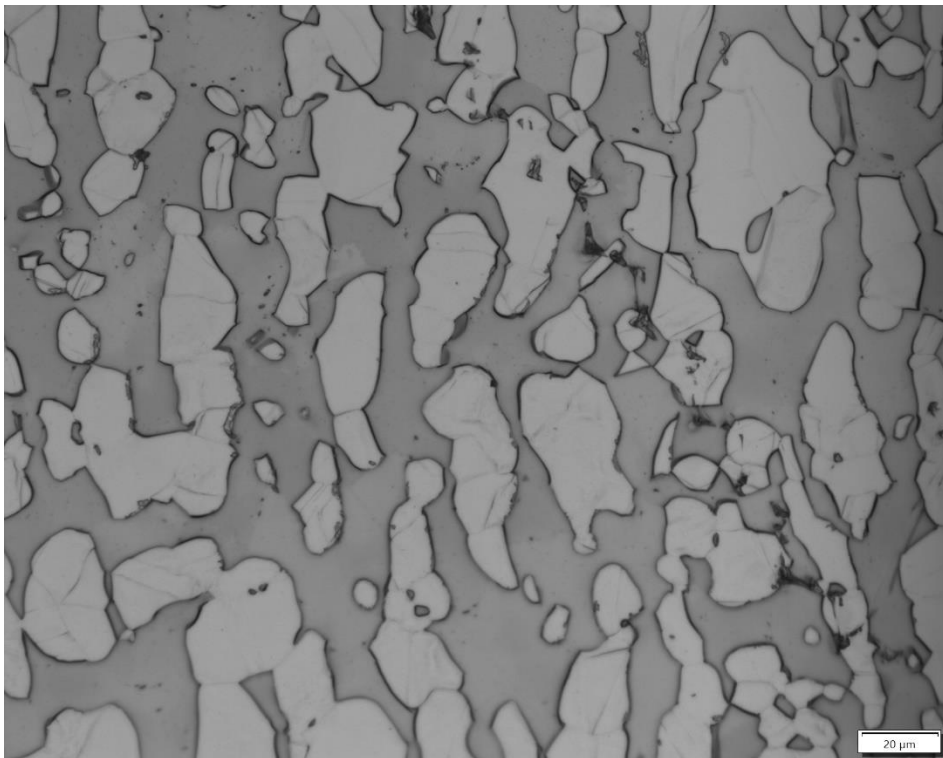
Figur A31: Prøve 9. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50



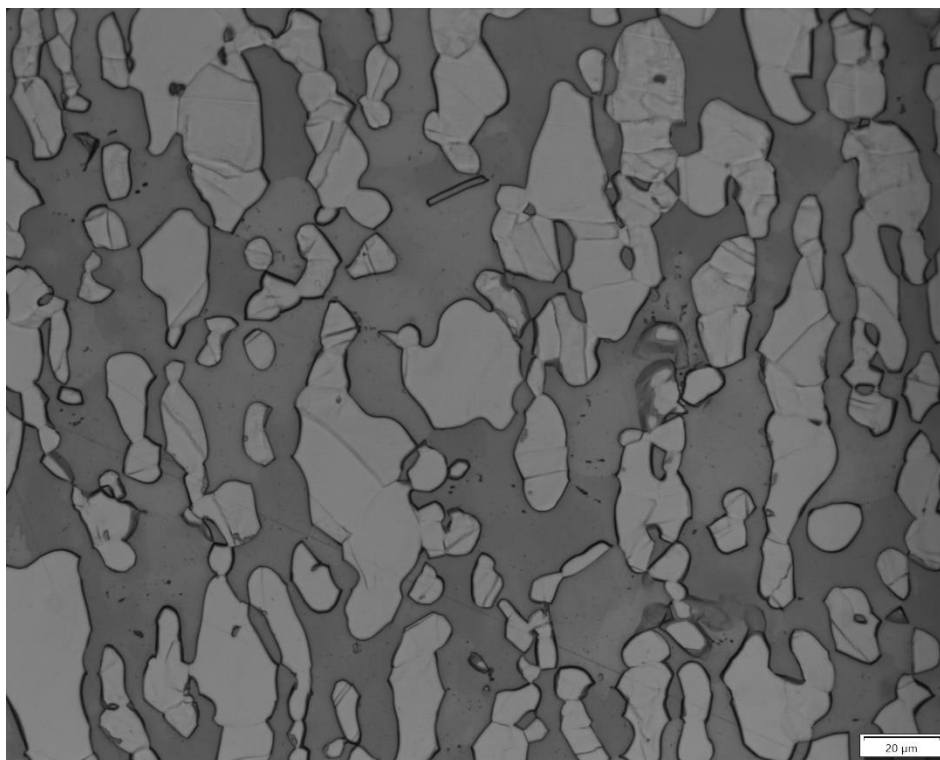
Figur A32: Prøve 9. 1250°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50



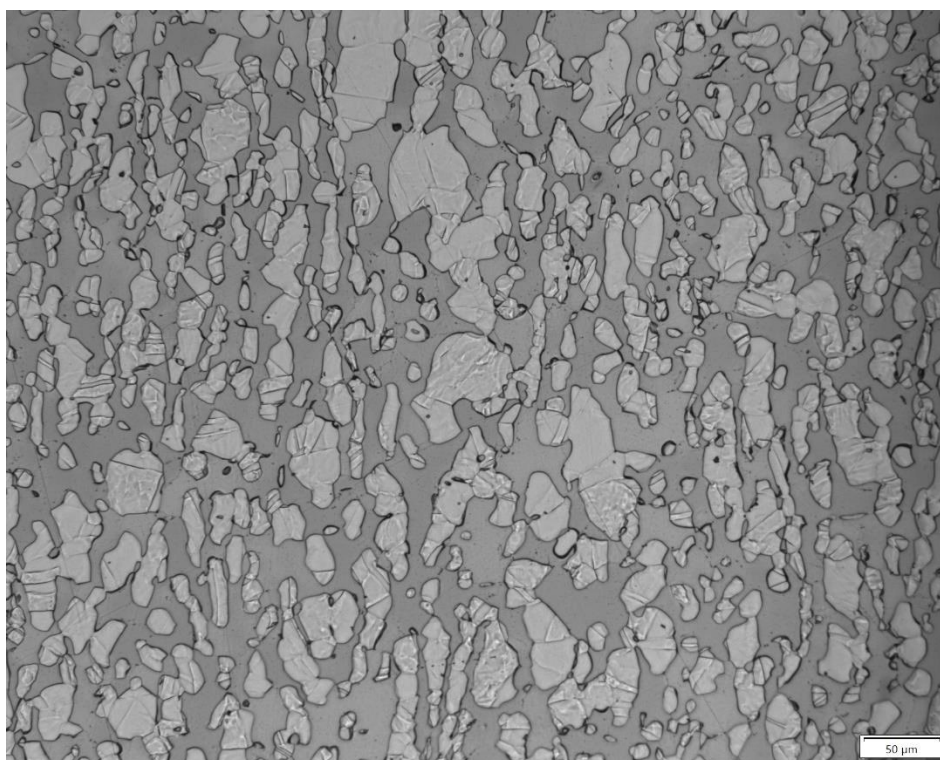
Figur A33: Prøve 10. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20



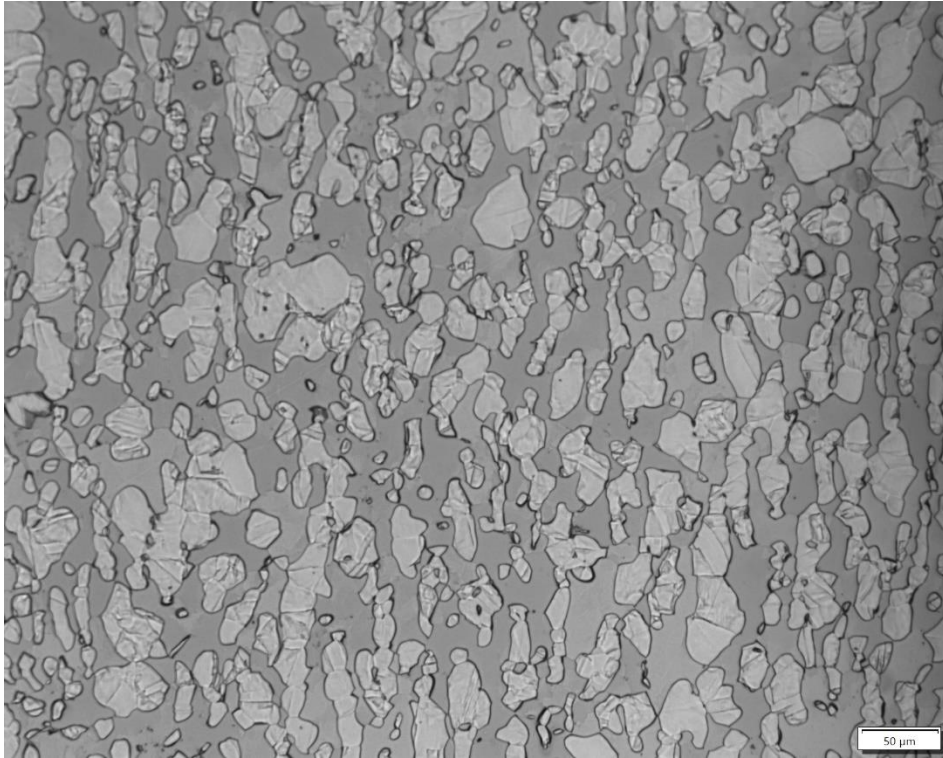
Figur A34: Prøve 10. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50



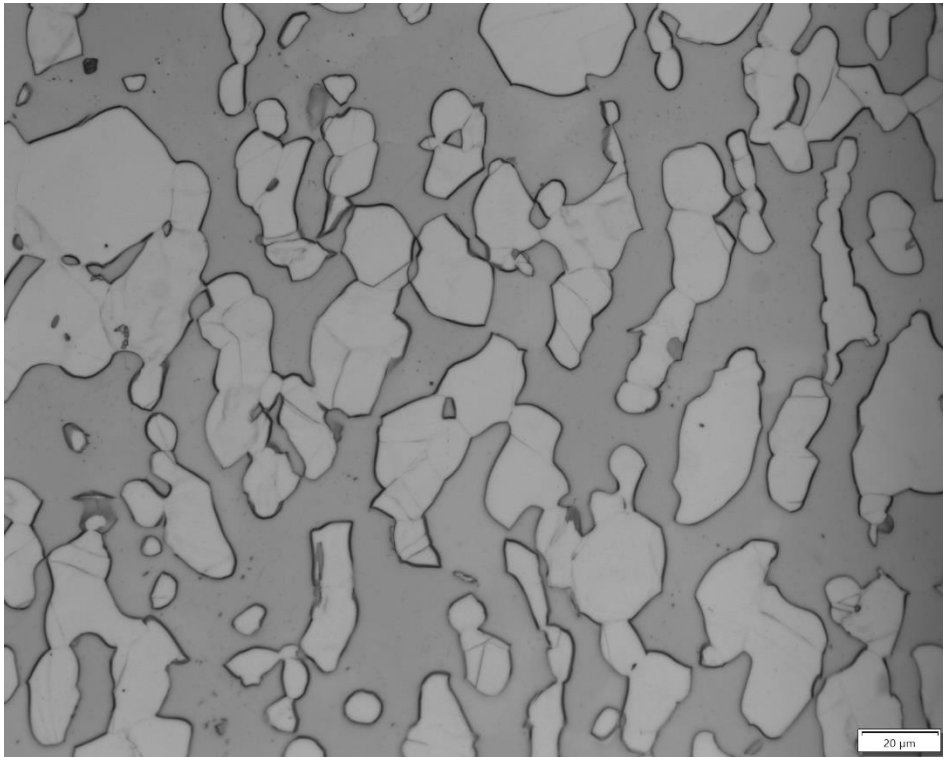
Figur A35: Prøve 10. 1100°C i 15 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50



Figur A36: Prøve 11. 1100°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20



Figur A37: Prøve 11. 1100°C i 130 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x20



Figur A38: Prøve 11. 1100°C i 30 min. Bråkjølt i vann. Komprimert. Primærforstørrelse x50

Appendiks B

Appendiks B inneholder formler som er tatt i bruk under løsning av oppgaven samt hva de forskjellige faktorene i formlene betyr og hvilken standard enhet faktorene har.

Volumbevarelse

$$V_1 = \pi r_1^2 h_1$$

$$V_2 = \pi r_2^2 h_2$$

$$V_1 = V_2 \rightarrow \pi r_1^2 h_1 = \pi r_2^2 h_2 \rightarrow h_2 = \frac{r_1^2 h_1}{r_2^2} \quad (1)$$

Hvor h = høyde, r = radius og V = volum.

Gjennomsnittlig økt diameter på prøvebitene

Komprimeringen vil ikke føre til en helt jevnt fordelt økning i diameter på prøvebitene.

Prøvebitene ble ovale og tønneformet. For å bestemme seg for hvor mye diameteren hadde økt med, ble det tatt gjennomsnitt av den største og minste diameteren rundt ett bestemt punkt.

$$\text{Gjennomsnittlig diameter} = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (2)$$

Hvor d_1 = lille diameter og d_2 = store diameter.

Temperatur tap

Prøvebitene mistet varme da de ble tatt ut av ovnen og fraktet til kombimaskinen. Formel (3) regner ut hvor mye temperatur som gikk tapt som luftavkjøling før prøvene ble bråkjølt i vann.

$$t = \frac{\delta \times V \times C_p}{h \times A_s} \times \ln \frac{T_i - T_{(inf)}}{T_f - T_{(inf)}} \quad (3)$$

Hvor $t = \text{tid}(s)$, $\delta = \text{tetthet} \left(\frac{kg}{m^3} \right)$, $V = \text{volum}(m^3)$,

$C_p = \text{spesifikk varmekoeffisient} \left(\frac{J}{kg \times K} \right)$,

$h = \text{varmeoverføringskoeffisient} \left(\frac{W}{m^2 \times K} \right)$, $A_s = \text{overflateareal}(m^2)$,

$T_f = \text{endelig temperatur}(K)$, $T_i = \text{start temperatur}(K)$ og

$$T_{(inf)} = \text{p\aa}virkningstemperatur(K)$$

Formel (3) er kun gyldig hvis Bio-tallet, Bi , er $<0,1$.

$$Bi = \frac{V}{A_s} \times h$$

Hvor k = termisk konduktivitet ($\frac{W}{m \times K}$)

Varmegenerering under kompresjon

$$\Delta T = \eta \frac{\beta}{\rho C} \int_0^{\varepsilon \rho} \sigma \, d\varepsilon \quad (4)$$

Hvor η = en konstant i størrelsesorden lik 1.



INSPECTION CERTIFICATE
EN 10204:2004 / 3.1

Number: 714609 Page: 1/3	Rev:
-----------------------------	------

Created on: Date: 28.02.2020	Modified on: 28.02.2020
---------------------------------	----------------------------

SCHOELLER-BLECKMANN Edelstahlrohr GmbH
2630 Ternitz, Rohrstrasse 1
Austria

TL: 2630316/643
FAX: 2630316/894
E-MAIL: gerald.birnbaauer@sber.co.at

CUSTOMER DESCRIPTION

CLIENT SOLD TO VOESTALPINE HIGH PERFORMANCE METALS UK LIMITED EUROPEAN BUSINESS PARK TAYLORS LANE, OLDBURY WEST MIDLANDS B692BN UNITED KINGDOM	CLIENT SHIP TO SUBSEA 7 NORWAY AS Postboks 205 4065 STAVANGER NORWAY
---	---

CLIENT ORDER: 4502945962

SALES ORDER: 345004

MATERIAL: SEAML. STAINL. STEEL TUBES/PIPES
 HEAT-TREATED, PICKLED, PASSIVATED AS PER ASTM A380
 GRADE: S31803, S32205, DNV SMLS 22CrF,
 STANDARD: ASTM A790/A790M-18
 NORSOK M650
 NORSOK M630 REV.6 MDS D41 REV.5
 KAMELEON INFILL MID KIM-001 REV.02
 TOLERANCES: ASTM A999/A999M-18
 RANDOM LENGTHS 6.000/7.800 MM
 PLAIN ENDS,
 DIMENSIONS: 168,28 X 10,97 MM / 6" NB X SCH 80S
 HOT FINISHED

Sales Item	Client Item	Delivery No	Lot No.	Heat No	Pieces	Weight	Tot Lgth	Un Lgth
20			278291	57215	46	13.100 KG	312,78 M	6000-7800 MM

RAW MATERIAL	
Heat Nr:	Supplier
57215	ACERALAVA (SPAIN)
Method	Electric furnace+AOD

CHEMICAL COMPOSITION (%)				*L: Ladle C:Products							
*	Heat	Seq	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo	N
L	57215	1	0,009	1,03	0,270	0,025	0,0005	5,50	22,55	3,22	0,1805

HEAT TREATMENT
 SOLUTION ANNEALED AT 1080 °C , 10 min , WATER



Certified Management System acc. to ISO 9001, ISO 14001 and OHSAS 18001 by LRQA

Witness Review
subsea 7
 Materials & Welding Techn.
 Name: *Jay A. O'Connell*
 Sign: *[Signature]* Date: 28.02.2020

SCHOELLER-BLECKMANN
 EDELSTAHLROHR GMBH

Birnbaauer G.
 HR. G. BIRNBAUER
 (WORKS INSPECTOR)

We hereby certify that the material herein described has been manufactured, sampled, tested, and inspected in accordance with above standards and specifications and satisfies order#s requirements. This certificate is issued by a computerized system and it is valid without original signature. In case the owner of the certificate would release a copy of it, he must attest its conformity to the issued, assuming the responsibility for any unlawful or TUBACEX, not allowed use. Any forgery or falsification of this certificate shall legally prosecuted.

INSPECTION CERTIFICATE
EN 10204:2004 / 3.1

Number: 714609 Page: 2 / 3	Rev:
-------------------------------	------

Created on: Date: 28.02.2020	Modified on: 28.02.2020
---------------------------------	----------------------------

TENSILE TEST

Lot No	Sample	T	Rt0.5	Rm	A2"
		°C	MPa	MPa	%
Min		20	450	655	25
Max		20			
278291	1	20	539	762	40

HARDNESS TEST

Lot No	Sample	HRC	HV10
Min			
Max		29	290
278291	1	19	231
	2	20	236

IMPACT TEST

Lot No	Sample	T	Wspec	Ecv	Type	Le
		°C		J		mm
Min		-46		55		
Max		-46				
278291	1	-46	10,0	302	L	2,57
	2	-46	10,0	307	L	2,55
	3	-46	10,0	303	L	2,61

METALLURGICAL TESTS

PITTING CORROSION TEST ACCORDING TO ASTM G48 METHOD A
TEST TEMPERATURE 25°C TEST DURATION: 24 HRS
NO SIGNS OF PITTING ARE PRESENT. WEIGHT LOSS: 0,0480 g/m2

NON-DESTRUCTIVE TESTS

100% ULTRASONIC TEST ACC. DNV-OS-F101: SATISFACTORY

POSITIVE MATERIAL IDENTIFICATION TEST ON EACH TUBE/PIPE BY
"X-RAY-FLUORESCENCE-ANALYZER": SATISFACTORY

HYDROSTATIC PRESSURE TESTED AT 300 BAR DURING 10 SEC ON EACH TUBE/PIPE:
SATISFACTORY

TECHNOLOGICAL TESTS

FLATTENING TEST: SATISFACTORY

FOR MICROGRAPHIC EXAMINATION SEE ENCLOSED REPORT

AUSTENITIC SPACING ACC. DNV-RP-F112 (MAX 30 µm): 9 µm

PENETRANT TESTING ACC. ITP 77-2019: SATISFACTORY

INSPECTION AND CHECKING OF DIMENSIONS: SATISFACTORY



Certified Management
System acc. to
ISO 9001, ISO 14001 and
OHSAS 18001 by LRQA

**SCHOELLER-BLECKMANN
EDELSTAHLROHR GMBH**

1A0

Birnbaumer G.

HR. G. BIRNBAUER

(WORKS INSPECTOR)

We hereby certify that the material herein described has been manufactured, sampled, tested, and inspected in accordance with above standards and specifications and satisfies order requirements. This certificate is issued by a computerized system and it is valid without original signature. In case the owner of the certificate would release a copy of it, he must attest its conformity to the issued, assuming the responsibility for any unlawful or TUBACEX, not allowed use. Any forgery or falsification of this certificate shall legally prosecuted.

INSPECTION CERTIFICATE
EN 10204:2004 / 3.1

Number: 714609 Page: 3 / 3	Rev:
-------------------------------	------

Created on: Date: 28.02.2020	Modified on: 28.02.2020
---------------------------------	----------------------------

MARKING

SCHOELLER BLECKMANN / TUBACEX GROUP - SBS 168,28 X 10,97 MM / 6" NB X SCH 80S ASTM A790 S31803 S32205 / DNV SMLS 22CrF HF SMLS HEAT/ PMI-AVLOT NO/ AUSTRIA SBER ITEM 20 / PROJECT NAME: KIM / KIM-001 rev. 2 / pipe no. T/A ZFP

REMARKS

MECHANICAL TESTS WERE PERFORMED IN LONGITUDINAL DIRECTION IF NOT OTHERWISE STATED.

NO WELD REPAIR HAS BEEN PERFORMED ON THE MATERIAL.

MATERIAL MANUFACTURER APPROVED WITH CERTIFICATE NR. 245/2004/MUC BY TÜV SÜDDEUTSCHLAND (NOTIFIED BODY 0036) TO ISSUE CERTIFICATES OF SPECIFIC PRODUCT CONTROL IN ACCORDING TO PRESSURE EQUIPMENT DIRECTIVE 2014/68/EU.

MATERIAL IS FREE OF RADIOACTIVE CONTAMINATION



Certified Management
System acc. to
ISO 9001, ISO 14001 and
OHSAS 18001 by LRQA

SCHOELLER-BLECKMANN
EDELSTAHLROHR GMBH

140

Birnbaumer G.

HR. G. BIRNBAUER

(WORKS INSPECTOR)

We hereby certify that the material herein described has been manufactured, sampled, tested, and inspected in accordance with above standards and specifications and satisfies order#s requirements. This certificate is issued by a computerized system and it is valid without original signature. In case the owner of the certificate would release as a copy of it, he must attest its conformity to the issued, assuming the responsibility for any unlawful or TUBACEX, not allowed use. Any forgery or falsification of this certificate shall legally prosecuted.

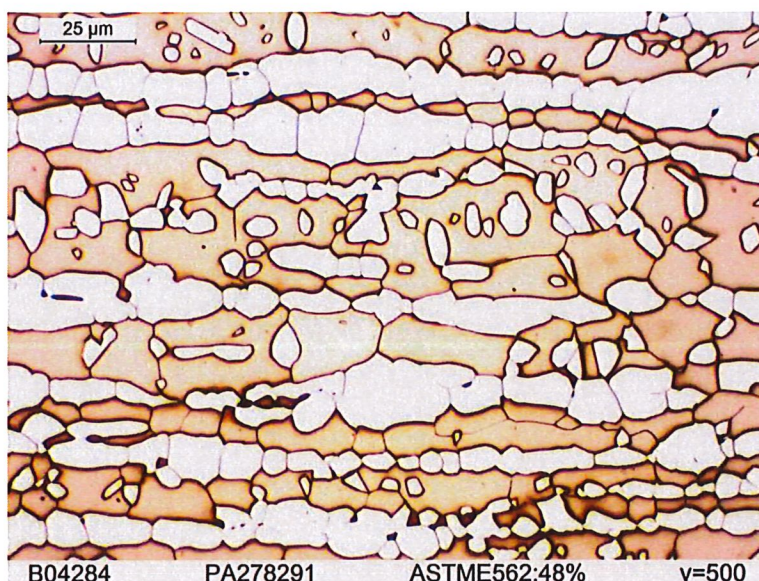
**GEFÜGEKONTROLLE
MICROGRAPHIC EXAMINATION REPORT**

WORK ORDER NO.: 345004 / 20

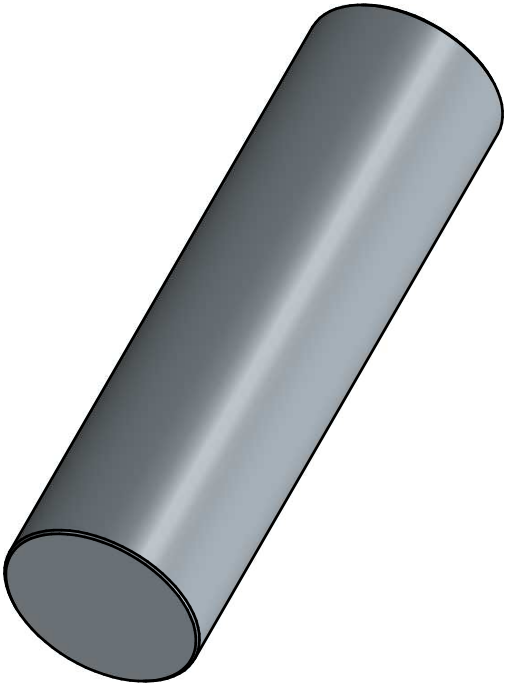
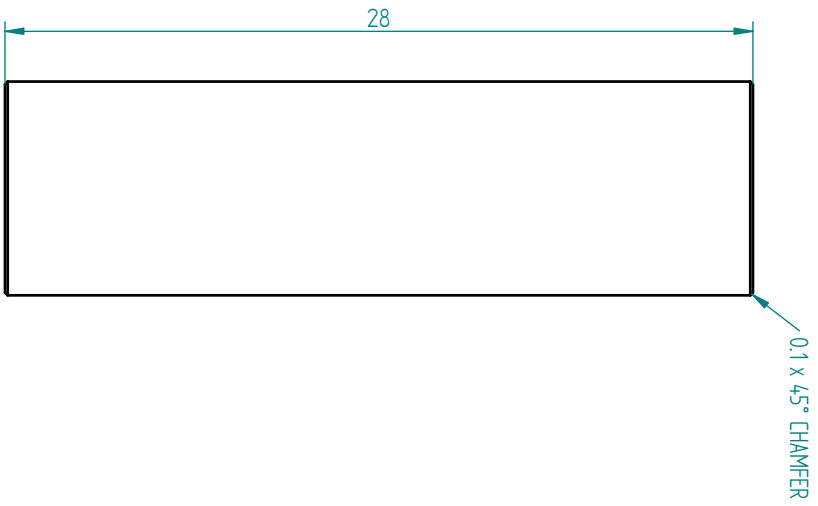
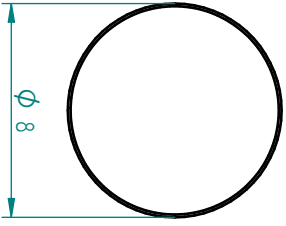
GEFÜGE: EINHEITLICHES GEFÜGE ÜBER DIE GANZE WANDDICKE, FREI VON KARBIDEN,
NITRIDEN UND INTERMETALLISCHEN PHASEN.

MICROSTRUCTURE: UNIFORM STRUCTURE ACROSS FULL WALLTHICKNESS,
FREE FROM CARBIDES, NITRIDES AND INTERMETALLIC PHASES.

FERRITGEHALT / FERRITE CONTENT TO ASTM E562: 48%



REVISION HISTORY			
REV	DESCRIPTION	DATE	APPROVED

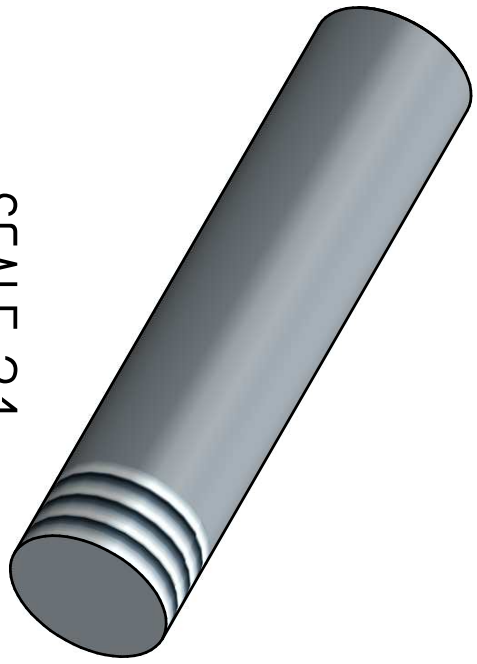
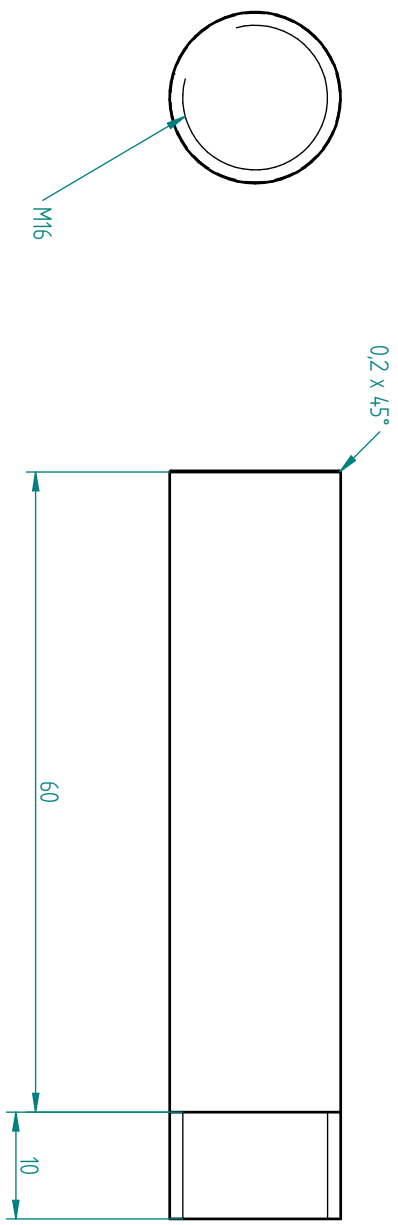


SCALE 5:1

SOLID EDGE ACADEMIC COPY

NAME	DATE	Solid Edge Prøvestykke	TITLE
DRAWN	John Austevik		05.03.2021
CHECKED			
ENG APPR			
MGR APPR			
UNLESS OTHERWISE SPECIFIED DIMENSIONS ARE IN MILLIMETERS ANGLES ±XX°		SIZE	DMG NO
2 PL ±XXX 3 PL ±XXXX		A3	
FILE NAME: prøvestykke1_tegning.dft		SCALE: 5:1	SHEET 1 OF 1

REVISION HISTORY			
REV	DESCRIPTION	DATE	APPROVED

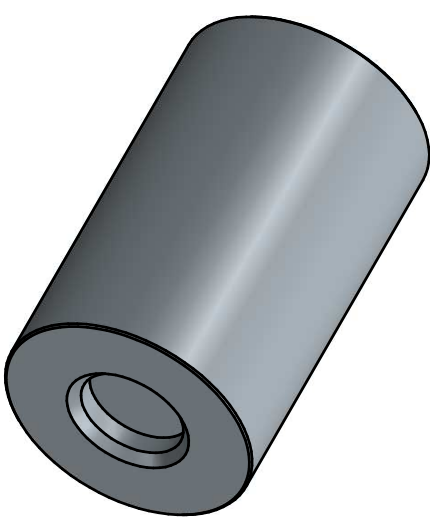
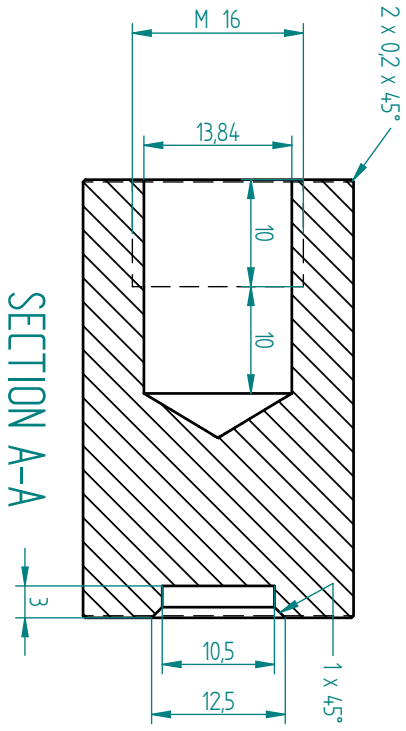
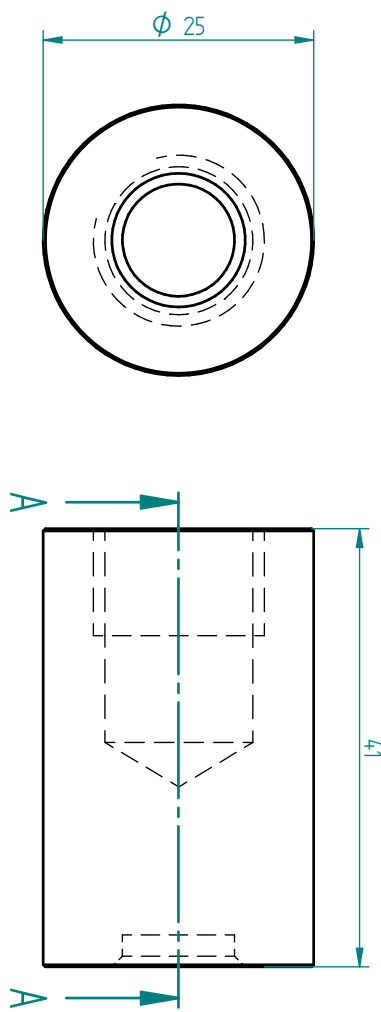


SCALE 2:1

SOLID EDGE ACADEMIC COPY

NAME	DATE	Solid Edge Festebolt	TITLE	
DRAWN	John Austevik 03/05/21		SIZE	A3 DWG: ND
CHECKED			FILE NAME:	bol_tegning.dft
ENG APPR			SCALE:	
MGR APPR			SHEET	1 OF 1
UNLESS OTHERWISE SPECIFIED DIMENSIONS ARE IN MILLIMETERS ANGLES ±XX°		REV		
2 PL ±XXXX 3 PL ±XXXX				

REVISION HISTORY			
REV	DESCRIPTION	DATE	APPROVED



SCALE 2:1

SOLID EDGE ACADEMIC COPY

NAME	DATE	Solid Edge Mellomstykke	TITLE	
DRAWN	05.03.2021		SIZE	A3
CHECKED			FILE NAME	bakke_tegning.dft
ENG APPR			SCALE	1:1
MGR APPR			SHEET	1 OF 1
UNLESS OTHERWISE SPECIFIED DIMENSIONS ARE IN MILLIMETERS ANGLES ±XX°		REV		
2 PL ±XXX 3 PL ±XXXX				