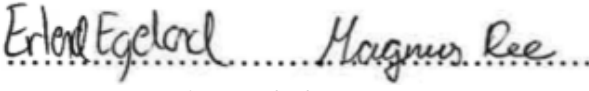




Universitetet
i Stavanger

DET TEKNISK-NATURVITENSKAPELIGE FAKULTET

BACHELOROPPGAVE

Studieprogram/spesialisering: Maskiningeniør/Materialteknologi	Vårsemesteret, 2021 Åpen
Forfattere: Erlend Egeland og Magnus Ree	 (signatur forfattere)
Fagansvarlig: Vidar Hansen Veileder(e): Sture H Sørli Wakshum Mekonnen Tucho	
Tittel på bacheloroppgaven: Mekaniske egenskaper og mikrostruktur til LMD 3D-printet Duplex rustfritt stål	
Studiepoeng: 20	
Emneord: Duplex rustfritt stål Hardhetstest Strekprøve Lysmikroskop Transmisjonselektronmikroskop	Sidetall: 62 + 3 Appendiks: 22 sider Stavanger, 15.05.2021

Forord

Innledningsvis vil vi rette en takk til flere som har hjulpet oss underveis i arbeidet med oppgaven. Vår veileder Vidar Hansen har bidratt med faglige råd underveis i arbeidet med oppgaven. Wakshum Mekonnen Tucho har gitt god veiledning i forbindelse med preparering av prøver, samt god instruks og hjelp med transmisjonselektronmikroskopet og lysmikroskopbilder. Johan Andreas Håland Thorkaas som jobber på verkstedet som overingeniør, har ved flere anledninger hjulpet oss med preparering, bilder og analysering av forskjellige prøver på verkstedet. Endelig vil vi rette en stor takk til alle ansatte på det mekaniske verkstedet for bistand og hjelp underveis.

Materialet til denne bacheloroppgaven er utlevert fra Nordic Additive Manufacturing. Vi takker Sture H Sørli for utleveringen av materialet og innføringen i LMD produksjons metoden. Materialet fra Nordic Additive Manufacturing ble utlevert som en ferdig kloss av 3D-printet duplex-stål. Det begrensede utvalget av verktøy og maskiner på Universitetets verksted, gjorde bearbeidelsesprosessen av materialet krevende. Det bemerkes at det er brukt over 150 timer for å maskinere og preparere alle prøvene som var nødvendig. SEM-mikroskopet ble tidlig i semesteret defekt, og stengte landegrenser som følge av korona-restriksjoner, gjorde det umulig å få reparert SEM-mikroskopet tidsnok. Dette medførte at vi ikke fikk muligheten til å gjennomføre testene i SEM-mikroskopet.

Sammendrag

Denne oppgaven har som hovedmål å teste et 3D-printet material i duplex rustfritt stål. De mekaniske egenskapene til 3D-printet duplex stål kan variere etter hvilken 3D-printe metode som blir brukt. Stålet i denne oppgaven er printet ved bruk av den moderne metoden Laser Metal Deposition. Metalltet ble printet i en gitterstruktur, hvor lagene ble lagt 90° på hverandre. Dette er vist som de røde linjene i Figur 2.1. Oppgaven tar for seg en materialkloss på 60x60x100mm. Undersøkelsene som blir gjort i denne oppgaven tester materialets strekkfasthet, hardhet og flere viktige mekaniske egenskaper. Materialets mikrostruktur blir også undersøkt.

Vickers hardhetstest ble utført på duplex-stålet. Her ble hardheten til materialet målt. De gjennomførte hardhetstestene viste ingen systematiske verdier, men mer tilfeldig spredte målinger av hardheten. Dette gjaldt på alle planene, og i alle retningene på klossen. Gjennomsnittsverdien for materialklossen ble regnet ut til å være 282.7 ± 11.1 HV. For å kunne måle duktilitet, strekkfasthet og seighet i materialet, ble det utført strekktester og skårslagsprøver. Det var viktig å teste materialet i både byggeretning og normalt på byggeretning. Det ble maskinert ut seks strekkprøver i byggeretning, og seks normalt på byggeretning. Og fire skårslagsprøver i hver retning. Prøvene fra både strekktestene og skårslagsprøvingen viste at materialet har en mye større duktilitet, og strekkfasthet normalt på byggeretning ($840,3 \text{ MPa} \pm 8.5 \text{ MPa}$), sammenlignet med i byggeretning ($807,0 \text{ MPa} \pm 58.3 \text{ MPa}$). Både strekktestene og skårslagsprøvingen viste sprøbrudd-karakter i materialet. Gjennomførte tester og undersøkelser viste at materialet hadde tydelige forskjeller på de mekaniske egenskapene i byggeretning og normalt på byggeretning.

Transmisjonselektronmikroskop ble brukt for å finne utfellinger i materialet og anslå den kjemiske sammensetningen i disse. De hadde, som forventet, en annen verdi enn pulveret. TEM-mikroskopet har visse begrensninger med analyse av kjemiske sammensetninger. Men på grunn av SEM-mikroskopet var defekt ble TEM-mikroskopet tatt i bruk. TEM mikroskopet ble også brukt for å verifisere fasene i materialet. Det ble bekreftet at stålets mikrostruktur var bygget opp av ferritt og austenitt. I tillegg ble det funnet ett forventet antall dislokasjoner i materialet.

Duplex-stålet får sine gode egenskaper ved en ideell fase-fordeling på 50 % ferritt, og 50 % austenitt. Mikrostrukturen ble ifølge denne oppgaven konkludert til å være $58.92 \% \pm 6.25 \%$ ferritt og $41.08 \% \pm 6.25 \%$ austenitt. Undersøkelsene viste at duplex-stålet ikke hadde optimal fasefordeling med 50 % ferritt og 50 % austenitt. Denne fasefordelingen ville trolig vært mer ideell om avkjølingshastigheten under 3D-printe prosessen hadde vært endret.

Innholdsfortegnelse

Figurliste.....	7
Tabelliste.....	10
Innledning	11
2. Teori.....	12
2.1 Additive Manufacturing.....	12
2.1.1 Laser Metal Deposition.....	13
2.1.2 Printe metode.....	14
2.1.3 De kjemiske sammensetningene til pulveret.....	14
2.2 DSS Duplex rustfritt stål.....	15
2.2.1 Primærfasene.....	15
2.2.2 Sigma-fase (σ -fase).....	17
2.2.3 Chi-fase (χ -fase).....	18
2.2.4 Nitrider (Cr_2N og CrN).....	18
2.2.5 Karbider (M_{23}C_6 and M_7C_3).....	19
2.2.6 Alfa-merket (α').....	20
2.2.7 Sekundær austenitt (γ_2 -fase).....	20
2.2.8 Legeringselementer.....	21
2.2.9 Dislokasjoner.....	23
2.2.10 Avkjølingshastighet og fasebalanse.....	24
2.3 Mekaniske tester.....	26
2.3.1 Vickers hardhetstest.....	26
2.3.2 Strekktesting.....	27
2.3.3 Skårslagsprøve.....	28
2.3.4 Lysmikroskop.....	29
2.3.5 SEM.....	30
2.3.6 TEM.....	31
3. Eksperimentelt.....	33
3.1 Forberedelser til testing.....	33
3.1.1 Inndeling av materialet.....	33
3.1.2 Sliping og polering.....	34
3.1.3 Elektrolytisk etsning.....	35
3.1.4 TEM Preparering.....	36
3.1.5 Skårslags- og Strekkprøver.....	37
3.2 Undersøkelser.....	38

3.2.1 Hardhetstester	38
3.2.2 Mikroskop	38
3.2.3 TEM	39
3.2.4 Skårslags- og strekkprøver	40
3.3 Helse, Miljø og Sikkerhet	41
4. Resultater	42
4.1 Vickers Hardhetstester	42
4.2 Strekktester	43
4.3 Skårslagsprøving	46
4.4 Mikrostruktur	48
4.4.1 Primærfasene	48
4.4.2 Sigma-fase og kromnitrid	49
4.5 Diffraksjonsbilder	50
4.6 Utfellingene	52
4.7 Dislokasjoner	55
5. Diskusjon	56
5.1 Mekaniske egenskaper	56
5.2 Utfellingene og dislokasjoner	57
5.3 Faseandel	58
6. Konklusjon	60
7. Referanser	61
Appendiks A Tegninger	63
Appendiks B Resultater	65
Appendiks C Sintef rapport	72

Figurliste

Figur 1.1: Materialklossen som ble utlevert. Størrelse 60x60x100mm.....	10
Figur 2.1: Lagvis fremstilling av LMD printe metoden. Byggeretning langs z-akse, normalt på byggeretning langs x-y-akse.....	11
Figur 2.2: Hvordan laser metal deposition metoden utføres (SpringerLink, 2021).....	12
Figur 2.3: Fasediagram for jern-krom-nikkel (IMOA, 2014, s. 10).....	15
Figur 2.4: Krystallstrukturene, sett fra venstre: BCT, BCH, FCC, BCC, BC (Wikipedia, 2021).....	16
Figur 2.5: Sigma-fase, chi-fase og kromnitrid til stede i duplex (Callister & Rethwish, 2015, s. 930).....	16
Figur 2.6: Karbider til stede i duplex (Knyazeva & Pohl, 2013).....	18
Figur 2.7: Fasetransformasjonsdiagram for duplex (Scielo, 2015).....	19
Figur 2.8: TTT-diagram for duplex legeringene 2304, 2205 og 2507 (Researchgate, 2007).....	24
Figur 2.9: Fremstilling av hvordan Vickers hardhetstesten utføres (Gordonengland, 2021).....	25
Figur 2.10: Pendelhammer til skårslagsprøving (Manufacturingguide, 2021).....	27
Figur 2.11: Presentasjon av lysoptisk mikroskop (Indeptchinfo, 2021).....	28
Figur 2.12: Presentasjon av SEM-mikroskop (Technologynetworks, 2020).....	29
Figur 2.13: Hvordan elektronene beveger seg inne i ett SEM-mikroskop (Careton, 2021).....	29
Figur 2.14: Presentasjon av TEM-mikroskop (Texample, 2021).....	30
Figur 2.15: Elektronstrålen i TEM-mikroskop.....	30
Figur 3.1: Oversikt over inndelingen av materialet.....	32
Figur 3.2: Slipemaskin PLANOPOL.....	33
Figur 3.3: Varmeplaten brukt til Grosbeck.....	34
Figur 3.4: TEM hull saks brukt.....	35
Figur 3.5: TEM-prøve limt med tape på kloss.....	35
Figur 3.6: Struers Accutom-2.....	35
Figur 3.7: Skårslagsprøvene ferdig maskinert.....	36
Figur 3.8: Strekktester i byggeretning og normalt på byggeretning.....	36
Figur 3.9: Innovatest, hardhetstesteren brukt.....	37
Figur 3.10: Lysoptisk mikroskop brukt.....	38
Figur 3.11: Avstanden mellom planene på diffraksjonsbildene.....	38
Figur 3.12: Venstreside: Strekkmaskin, høyreside: Pendelhammer.....	39

Figur 4.1: Hardhetsmålinger for materialet, grønn er bunnen, blå er midten, og rød er toppen	41
Figur 4.2: Oversikt over hvor strekkprøvene er maskinert fra på klossen	42
Figur 4.3: Strekkprøvene etter gjennomført strekktest	43
Figur 4.4: Graf av alle strekkprøvene i byggeretning av materialet	44
Figur 4.5: Graf av alle strekkprøvene normalt på byggeretning av materialet	44
Figur 4.6: Oversikt over hvor skårslagsprøvene er maskinert fra på klossen	45
Figur 4.7: Bruddoverflatene til skårslagsprøvene, sett fra venstre: C1, C2, C3, C4, B1, B2, B3 og B4	46
Figur 4.8: Normalt på byggeretning: Bunn, midt, topp normalt på byggeretning	47
Figur 4.9: Byggeretning: Bunn, midt, topp i byggeretning	47
Figur 4.10: Normalt på byggeretning: Faseanalyse bunn, midt, topp	48
Figur 4.11: Byggeretning: Faseanalyse bunn, midt, topp	48
Figur 4.12: Bilde 1 fra Grosbeck metoden	48
Figur 4.13: Bilde 2 fra Grosbeck metoden	48
Figur 4.14: Transmisjonselektronmikroskop bilde av austenitt	49
Figur 4.15: Venstreside: Diffraksjonsplanene i ferrittstrukturen. Høyreside: Diffraksjonsplanene i austenittstrukturen	50
Figur 4.16: Målinger for A området. Det ble gjort seks målinger i dette bildet	52
Figur 4.17: Målinger for B området. Det gjort 4 målinger i dette bildet	52
Figur 4.18: Graf for A området, alle målingene fra alle punktetene markert på Figur 4.16	53
Figur 4.19: Graf for B området, alle målingene fra alle punktene markert på Figur 4.17	53
Figur 4.20: Bilde 1 av dislokasjoner i TEM mikroskopet	54
Figur 4.21: Bilde 2 av dislokasjoner i TEM mikroskopet	54
Figur A.1: Tegning for skårslagsprøvene, tegnet i Inventor	62
Figur A.2: Tegning for strekktestene, tegnet i Inventor	63
Figur B.1: Strekkprøve A1	65
Figur B.2: Strekkprøve A2	65
Figur B.3: Strekkprøve A3	66
Figur B.4: Strekkprøve A4	66
Figur B.5: Strekkprøve A5	67
Figur B.6: Strekkprøve A6	67

Figur B.7: Strekkprøve D1	68
Figur B.8: Strekkprøve D2	68
Figur B.9: Strekkprøve D3	69
Figur B.10: Strekkprøve D4	69
Figur B.11: Strekkprøve D5	70
Figur B.12: Strekkprøve D6	70

Tabelliste

Tabell 2.1: De kjemiske sammensetningene av pulveret brukt til 3D-printing i wt%.....	13
Tabell 2.2: Temperaturintervaller for de forskjellige faseformasjonene i duplex stål.....	17
Tabell 3.1: Metode 1 for sliping og polering.....	33
Tabell 3.2: Metode 2 for sliping og polering.....	34
Tabell 4.1: Gjennomsnittsverdier for hardhetsmålingene i de forskjellige retningene.....	41
Tabell 4.2: Resultater for strekkprøver i bygge retning av materialet.....	42
Tabell 4.3: Resultater for strekkprøver normalt på bygge retning av materialet.....	43
Tabell 4.4: Resultater skårslagsprøver normalt på byggeretning.....	45
Tabell 4.5: Resultater skårslagsprøver i bygge retning.....	45
Tabell 4.6: Resultater for prosentandel skjærbrudd for prøvene.....	46
Tabell 4.7: Resultater av ferritt og austenitt faseanalyser.....	47
Tabell 4.8: – Tabell for målingene i A området.....	51
Tabell 4.9: – Tabell for målingene i B området.....	51
Tabell 5.1: Oversikt over den kjemiske sammensetningen til pulveret, og resultatene i TEM mikroskop av utfellingene.....	57
Tabell B.1: Hardhetsresultater toppen av 3D-printet kloss.....	64
Tabell B.2: Hardhetsresultater midten av 3D-printet kloss.....	64
Tabell B.3: Hardhetsresultater bunnen av 3D-printet kloss.....	64

Innledning

I samarbeid med Nordic Additive Manufacturing som 3D-printer duplex med Laser Metal Deposition skal mikrostruktur og egenskaper til duplex-stålet studeres. Bakgrunnen for oppgaven vil være å utforske og studere egenskapene i det 3D-printede materialet i byggeretning, og sammenligne med materialet normalt på byggeretning.

De ønskede egenskaper til duplex-stål kommer frem ved tilnærmet 50 % austenitt, og 50 % ferritt. Ved printing vil man ofte få en mikrostruktur bestående av for store indre spenninger, og for stor andel ferritt. Dette gjør materialet sprøtt og representerer en fare for sprekkdannelse i printeprosessen. Vi vil undersøke mikrostruktur og mekaniske egenskaper til 3D-printet duplex-stål, samt karakterisere mengde porer.

I teoridelen blir printe metoden, duplex-stålet og de mekaniske testene presentert. Den eksperimentelle delen tar for seg hvordan forberedelsene til testene foregikk, og hvordan undersøkelsene ble fullført. Resultatene fra undersøkelsene inneholder også grafer, tabeller og bilder fra hver enkelt undersøkelse. Resultatdelen følges så av en diskusjon og konklusjonsdel, hvor alle resultatene blir drøftet og konkludert.

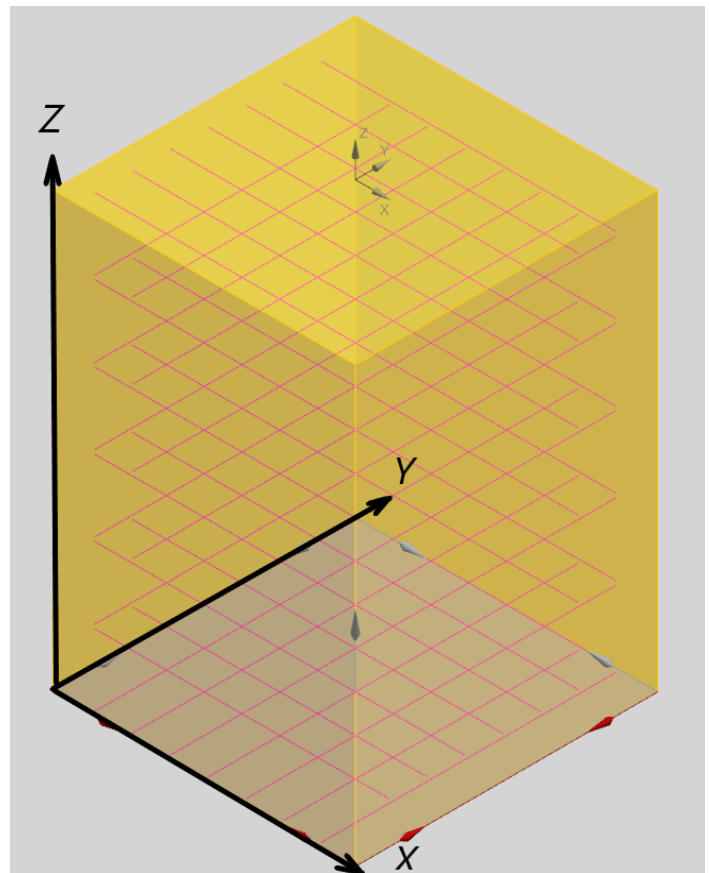


Figur 1.1: Materialklossen som ble utlevert.
Størrelse 60x60x100mm

2. Teori

2.1 Additive Manufacturing

Additive manufacturing, også kalt 3D-printing, er en betegnelse på en additiv produksjonsmetode. I tradisjonelle subtraktive produksjonsmetoder som dreining og fresing vil man starte med mye materiell for deretter å fjerne materialet for å få ønsket geometri. I motsetning til subtractive manufacturing, vil man med additive manufacturing metoder legge til materialet for å få ønsket geometri. Prinsippet er at man tegner komponenten i en programvare, som for eksempel DAK (data assistert konstruksjon). Her tilegner man komponenten ønsket geometri. Disse programvare-filene blir deretter konvertert til 3D-system filer. Her deles komponenten inn i flere tverrsnitt. Det er disse tverrsnittene som blir lagt sammen, lag på lag, som til slutt utgjør den ferdig produserte komponenten.



Figur 2.1: Lagvis fremstilling av LMD printe metoden. Byggeretning langs z-akse, normalt på byggeretning langs x-y-akse.

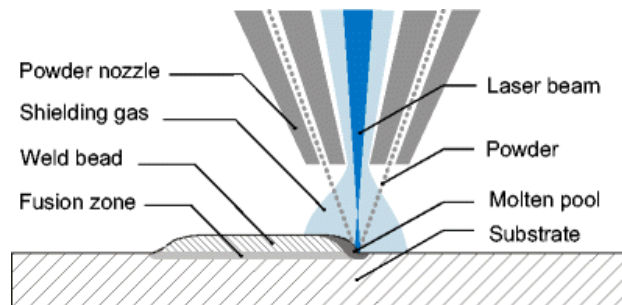
Det finnes mange forskjellige typer 3D-printe metoder. Den eldste og vanligste av metodene er stereolitografi. Denne metoden bruker UV-lys til å størkne syntetiske harpiks til fast materialet.

I de senere årene har 3D-printing av metaller blitt mer og mer vanlig. Det er flere metoder å 3D-printe metaller på, men felles for alle metodene er at de bruker metallpulver. Noen 3D-printere bruker rent metallpulver, enten i en pulverseng eller sprutet inn gjennom dyser.

I 3D-printede materialer er man opptatt av hvilken retning materialet er printet i. Dette er fordi det har stor betydning for styrken i materialet. Materialet i denne oppgaven er printet som Figur 2.1 viser. Derfor vil man i denne oppgaven benevne z-aksen som byggeretning og x-y-aksen som normalt på byggeretning. (Chua & Leong, 2014; Gebhardt & Hotter, 2016)

2.1.1 Laser Metal Deposition

Selective Laser Melting (SLM) er den tradisjonelle måten å 3D-printe metall på. SLM bruker en pulverseng. Pulveret blir lagt utover et høydejusterbart bord. Laseren går over og smelter et lag med metallpulver. Når materialet avkjøles, har pulveret blitt til fast stoff. Når laseren er ferdig med et lag senkes bordet ned et nivå, nytt pulver blir lagt ut og laseren smelter så neste lag. Dette gjøres i flere lag til man har oppnådd ønsket geometri for det faste stoffet. Ulempen med denne metoden er at hele materialet må være i en beskyttet atmosfære. SLM må dermed printes i et kammer som fylles med en ikke-reaktiv gass, oftest argon, som fortrenger oksygenet. En annen ulempe med SLM er at printet duplex vil ha en fullstendig ferrittisk mikrostruktur, som må varmebehandles for å få faseformasjon til austenitt.



Figur 2.2: Hvordan laser metal deposition metoden utføres
(SpringerLink, 2021)

Materialet som ble brukt i denne oppgaven er printet med Laser Metal Deposition (LMD). Denne metoden kan brukes til å 3D-printe ulike ståltyper. LMD blir også omtalt som Direct Metal Deposition (DMD). Dette er en nyere 3D-printe metode og har flere fordeler sammenlignet med den mer tradisjonelle metoden SLM.

LMD har den fordelen at pulveret blir sprutet direkte inn i laserens smeltebad ved hjelp av dyser som omslutter laseren (se Figur 2.2). Drivgassen til dette pulveret er den samme ikke-reaktive som beskytter smeltebadet og fortrenger oksygenet. Dette betyr at man ikke trenger den beskyttende atmosfæren slik som SLM da den ikke-reaktive gassen legger seg rundt smeltebadet og beskytter. Dette er mye av det samme prinsippet som man bruker ved konvensjonelle sveisemetoder. Dette fører også til at man kan 3D-printe i mer åpne maskiner. 3D-printe metoden gjør at man kan printe direkte på allerede produserte deler, men også reparere skader og sår som har oppstått. LMD som printe metode har også den fordelen at den treffer bedre på temperatur og avkjølingshastigheter slik at faseformasjonen blir fullført til 50% ferritt og 50% austenitt uten ytterligere varmebehandling. (Nordic Additive Manufacturing, 2021)

2.1.2 Printe metode

Duplex-stålet i denne oppgaven er printet ut i en kloss på mål 60mm x 60mm x 100mm. Den er printet i en gitterstruktur, hvor lagene ble lagt 90° på hverandre. Dette er vist som de røde linjene i Figur 2.1. Ett lag ble lagt i x-retning og neste lag ble lagt i y-retning. Lagene bygges lagvis på hverandre i z-retningen, altså i byggeretning.

2.1.3 De kjemiske sammensetningene til pulveret

Pulveret som ble brukt i denne oppgaven ble produsert ved bruk av metoden «Vacuum inert gas atomization». Standarden som ble brukt til dette var ASTM A182. Pulveret kom originalt i en plastikk beholder som var på 10 kg, som var pakket inn i en forseglet plastikkpose. De kjemiske sammensetningene var som følger: (Westby & Dahle, 2020)

Tabell 2.1: De kjemiske sammensetningene av pulveret brukt til 3D-printing i wt%

C	Cr	Fe	Mn	Mo	N	Ni	P	S	Si
<0.030	21.0-23.0	Bal	<2.00	2.5-3.5	0.08-0.20	4.5-6.5	<0.030	<0.020	<1.00

2.2 DSS Duplex rustfritt stål

Utviklingen av rustfritt stål begynte ganske tilfeldig. Harry Brearley skulle utvikle en ny legeringstype til geværløp. Denne legeringstypen måtte tåle påkjenningene de ble utsatt for under avfiring av ammunisjon. Det var kjent at krom økte legeringens smeltepunkt, og Brearley valgte derfor å blande dette i legeringen. Da Brearley skulle etse dette, for å undersøke mikrostrukturen, la han merke til hvor bestandig metallet var for syren han påførte. Dette førte til utviklingen av rustfritt stål.

Helt siden «Rustless steel» tilfeldigvis ble oppdaget i 1913 har man stadig funnet flere rustfrie legeringstyper. Rundt 1930 utviklet man duplex-legeringen. Legeringen ble utviklet i Sverige, hvor man i papirindustrien, trengte et metall som tålte å stå i svært korrosive miljøer.

Duplex har en 2-fase-mikrostruktur bestående av austenitt og ferritt. De tidlige duplex-legeringene besto ofte av opptil 65 % ferritt. Under sveising ville mikrostrukturen i HAZ (heat affected zone) ofte være kun ferrittisk. Dette var en betydelig svakhet. Rundt 1970 ble argon-oksygen-dekarburisering utviklet. Denne teknologien fjernet mye urenheter fra stålet, reduserte karboninnholdet og tilførte legeringselementet nitrogen. Nitrogen fremmer og stabiliserer utviklingen av austenitt og gjorde dermed stålet mer sveisbart.

Den nye typen duplex-stål består av tilnærmet 50 % austenitt og 50 % ferritt. Denne egenskapen og sammensetningen av legeringselementene gir duplex-stålet høy motstand mot korrosjon.

Faseandelen gjør og at duplex-stålet har høy styrke sammenlignet med andre rustfrie stål.

Et element som skiller duplex fra alminnelig rustfritt stål, er duplex sin høye verdi av krom. For duplex er kromverdiene mellom 18-22 %, mens for vanlig rustfritt stål vil den ligge på rundt 13-18 %. For å kunne oppnå sin 2-fase-mikrostruktur smeltes først duplex stålet. Materialets første faste fase er da tilnærmet 100% ferrittisk. Når materialet kjøles videre ned transformeres omtrent halvparten av ferritten i mikrostrukturen til austenitt. Noe som gir den gunstige 50/50 2-fase-mikrostrukturen. (IMO, 2014; M. Cobb, 2010; outokumpu, 2021)

2.2.1 Primærfasene

Primærfasene til duplex-stål er ferritt og austenitt. Austenitt har FCC og ferritt har BCC. BCC og FCC kalles for fasenes krystallstruktur, og representerer oppbygningene av atomene i krystallstrukturen. FCC står for Face Centered Cubic og har 0,74 i det som kalles for atomær pakningstetthet. BCC står for Body Centered Cubic, denne type mikrostrukturen har 0,68 i atomær pakningstetthet (se Figur 2.4). Når metallet avkjøles og går fra smelte-fase til fast-fase minker energinivået i atomene, og atomenes polaritet gjør at enhetsceller dannes. Denne størkne prosessen starter samtidig mange

steder i materialet, og etter hvert som krystallstrukturen bygges vil disse kollidere med andre krystaller. Disse kollisjonsflatene kalles korn grenser og hver krystallstruktur kalles korn.

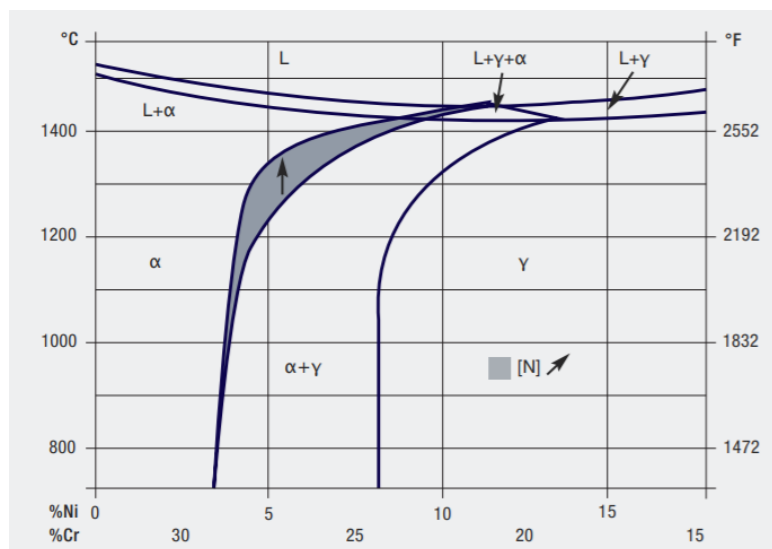
En viktig egenskap til enhetscellene er den atomære pakningstettheten (APF) til de forskjellige krystallstrukturene. Dette er en betegnelse for tettheten til krystallstrukturen. APF forteller hvor mye av enhetscellen som er fylt opp av atomer. Denne regnes ut ved å dele volumet av atomer i enhetscellen på totalvolumet av cellen.

$$APF = \frac{\text{volume of atoms in a unit cell}}{\text{total unit cell volume}} \quad (1)$$

(Callister & Rethwisch, 2015; Helping & Sun, 2015, s. 594)

2.2.1.1 Ferritt (α -jern)

Ferritt, også kalt α -jern, er den første faste fasen som blir dannet når den flytende smelten blir avkjølt. Når smelten blir avkjølt til rett under smeltetemperaturen så dannes noen få BCC-celler. Flere og flere celler størkner og danner så krystallstrukturene og kornene i materialet. Ferritt har en BCC-krystallstruktur, som vist i Figur 2.4. Ferritten i duplex stålet gjør



Figur 2.3: Fasediagram for jern-krom-nikkel (IMO, 2014, s. 10)

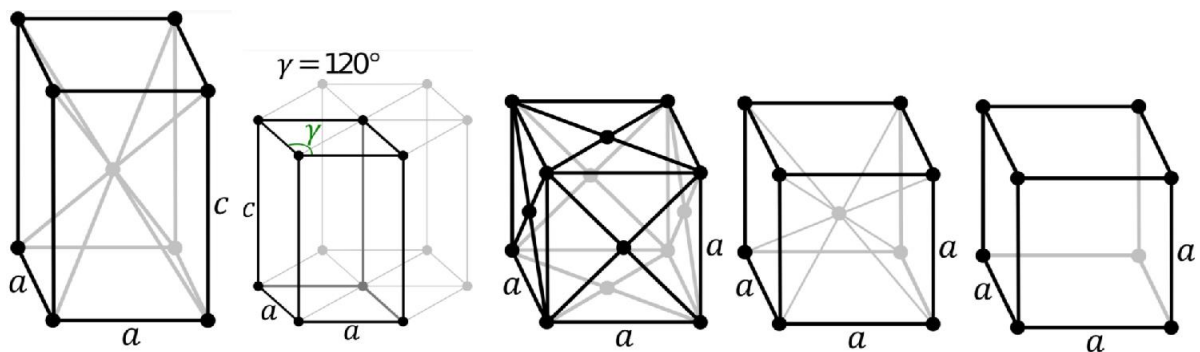
at flytegrensen øker, sammenlignet med andre rustfrie, rent austenittiske stål.

En andel av ferritten transformeres til austenitt. For å kunne avgjøre mengden ferritt som transformeres brukes jern-krom-nikkel fase diagram (se Figur 2.3). (Callister & Rethwisch, 2015, s. 438–439)

2.2.1.2 Austenitt (γ -jern)

Austenitt er en fase som er bygget opp av FCC krystallstruktur. Eksempler på metaller som har FCC krystallstruktur er aluminium, kobber, gull, bly, nikkel og sølv. (Callister & Rethwisch, 2015, s. 75) For

at ferritt skal kunne transformeres til austenitt må den avkjøles i riktig hastighet og holdes i et bestemt temperaturområdet. Dette avhenger av jern-jern-karbon systemet. Ved rent jern formes austenitten ved 912°C, hvor BCC går over i det som kalles for en polymorf transformasjon til FCC austenitt, eller også kalt γ -jern. For duplex stål er det austenitten som gir den beste korrosjonsbeskyttelsen, grunnet dens høye legerings-andel av krom og nikkel. De stabiliserende elementene for austenitt er nitrogen og karbon. En økning i nitrogen-innholdet gir en forhøyet start temperatur for ferritt til austenitt transformasjonen. Austenitt har også den egenskapen at den ikke er magnetisk. (Callister & Rethwisch, 2015, s. 439 and 363)



Figur 2.4: Krystallstrukturene, sett fra venstre: BCT, BCC, FCC, BCC, BC (Wikipedia, 2021)

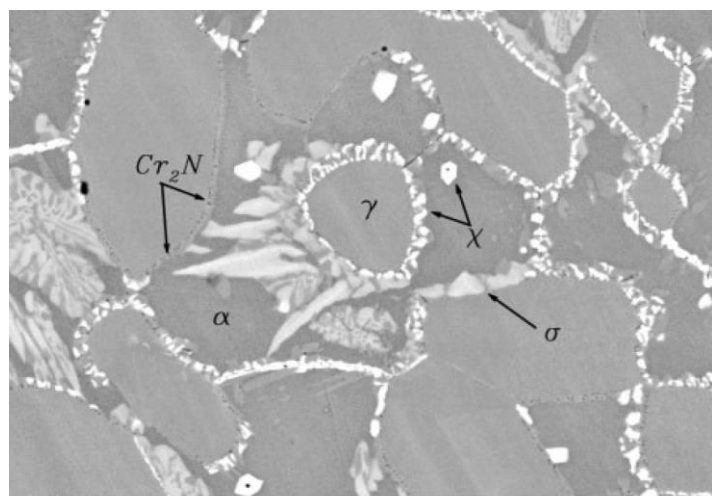
2.2.2 Sigma-fase (σ -fase)

Sigma-fasen (se Figur 2.5) har en BCT (Body Centered Tetragonal) krystallstruktur (se Figur 2.4). Sigma-fase er en av de intermetalliske fasene som kan felles ut mellom 650-1000°C. Intermetalliske faser er karakterisert som ett område med annen kjemisk sammensetning eller krystallstruktur.

Dette er en ikke-ønskelig fase i mikrostrukturen. Denne fasen kan oppstå ved for høy

varmebehandling eller under sveiseoperasjoner på duplex stål. For å forhindre sigma-fase kan materialet bråkjøles når den gunstige 50/50 austenitt og ferritt mikrostrukturen har oppstått. Sigma-fasen gjør materialet hardere og sprøere, samt mer utsatt for korrosjon. Sigma-fasen blir hovedsakelig styrt av

diffusjonshastigheten til krom, selv om



Figur 2.5: Sigma-fase, chi-fase og kromnitrider til stede i duplex (Callister & Rethwisch, 2015, s. 930)

molybden, silisium og mangan også kan påvirke dannelsen av sigma-fase på duplex material. (Callister & Rethwisch, 2015, s. 357; Gunn, 1997, s. 39; H.S. Khatak & Raj, 2002, s. 17–18)

Tabell 2.2: Temperaturintervaller for de forskjellige fasetransformasjonene i duplex stål

	Start-temperatur (°C)	Slutt-temperatur (°C)
Sigmafase (σ -fase)	650	1000
Chifase (χ -fase)	700	900
Cr ₂ N	1000	2000
CrN	550	1000
M ₂₃ C ₆	950	1050
M ₇ C ₃	650	950
Sekundærfase (2-fase)	800	2000
Alfa-prime (α')	300	525
G-fase	300	400

2.2.3 Chi-fase (χ -fase)

Chi-fasen er, i likhet med sigma-fasen, også en intermetallisk fase. Chi-fasen har BCC krystallstruktur og dannes fra den ferrittiske mikrostrukturen. Denne fasen oppstår på temperaturer mellom 700 og 900°C. Dette er ett temperaturområdet som er lavere enn hvor austenitt og sigma-fasen dannes. Ferritt har en raskere diffundering på grunn av mindre tettpakkede mikrostruktur. Dette gjør at både sigma - og chi-fasen dannes lettere. (Helping & Sun, 2015, s. 594) Chi-fasen består også av jern, krom og molybden. (Gunn, 1997, s. 41–42)

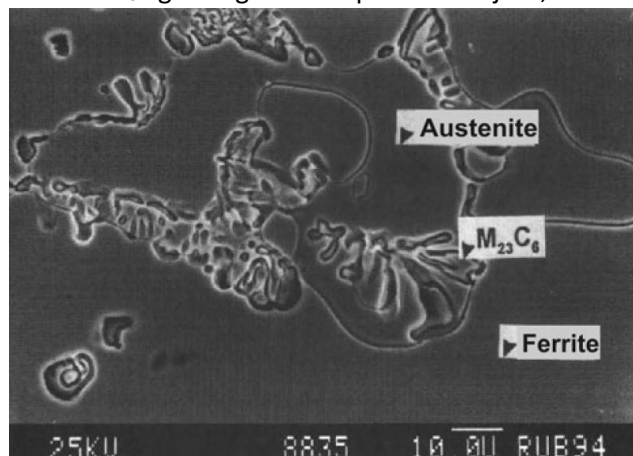
2.2.4 Nitrider (Cr₂N og CrN)

I BCC-cellene til den ferrittiske mikrostrukturen vil plassene interstitielt mellom atomene være mindre enn i FCC-cellene til austenitten. Det er dermed plass til flere nitrogen atomer i austenitt fasen enn i ferritt fasen. Vi sier at nitrogen er mer løselig i austenitt enn i ferritt. Ved høye temperaturer er løseligheten av nitrogen høyere i fasene enn ved lavere temperaturer. Når stålet utsettes for temperaturer over 1000°C vil løseligheten i ferritten være høy. Og rundt dette temperaturintervallet vil nitrogenet diffundere over i austenitt-fasen. Om avkjølingshastigheten øker, som for eksempel ved bråkjøling, får ikke nitrogenet diffundert fra ferritt til austenitt-fasen og blir inne i ferritten. Når temperaturen reduseres, reduseres også løseligheten i ferritten. Ferritt-fasen blir mettet på nitrogen. Dette overskuddet av nitrogen kan føre til utfellinger av kromnitrider av typen CrN. Disse kromnitridene har en krystallstruktur oppbygget av det som kalles BC (Basic Cubic) som vist i Figur 2.4. (Knyazeva & Pohl, 2013, s. 347–348)

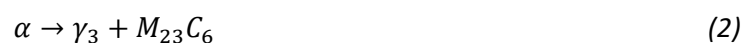
Cr₂N er også en type kromnitrider (se Figur 2.5), som formes ved temperaturområder fra 550-1000°C og har krystallstruktur av typen BCH (Body Centered Hexagonal) (se Figur 2.4). Disse typene kromnitrider består av krom og nitrogen, og påvirker materialets motstandsevne mot groppkorrosjon. Dannelse av kromnitrider er noe som skjer relativt fort, på samme måte som karbider. (Gunn, 1997, s. 45; Knyazeva & Pohl, 2013, s. 348)

2.2.5 Karbider (M₂₃C₆ and M₇C₃)

Karbider består hovedsakelig av krom og karbon hvor M₂₃ og M₇ også kan representere jern, molybden og nikkel. Karbider bør unngås i duplex-stålet fordi karbider kan påvirke materialets motstandsdyktighet mot korrosjon. Som følge av kroms egenskap til å diffundere fra ferritt til karbider, blir ferritten ustabil og kan transformeres til austenitt. Dette får ferritten og den nydannede austenitten til å formes som lameller. Karbidene formes ut fra en eutektoidisk reaksjon. Dette betyr at den går fra en fast fase til to faste faser:



Figur 2.6: Karbider til stede i duplex (Knyazeva & Pohl, 2013)



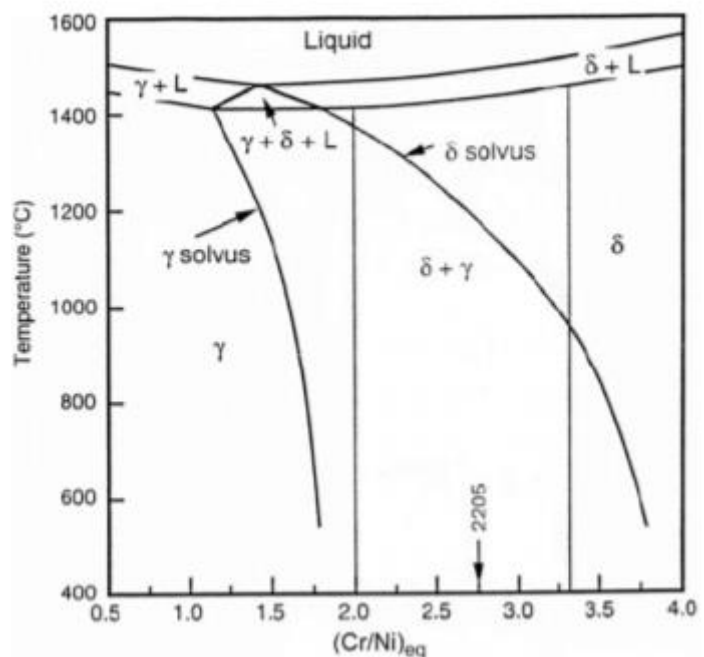
M₇C₃ karbidene formes ved 950-1050°C i ferritt/austenitt korn grensene, og har også det som kalles for BCH krystallstruktur. Denne typen karbider dannes etter 10 minutter. Ved å avkjøle materialet før det har gått 10 minutter, kan man forhindre dannelse av karbider. Karbidene M₂₃C₆ (se Figur 2.6) formes i intervallet mellom 650 og 950°C, og har en FCC krystallstruktur. Den høyeste dannelseshastigheten for M₂₃C₆, oppstår ved 850°C og kan ta mindre enn 1 minutt. Hovedsakelig formes også M₂₃C₆ i ferritt/austenitt korn grensene, hvor krom er i store kvantum i ferritten, og karbon finnes i austenitten. Men denne karbiden kan også oppstå i austenitt/austenitt og ferritt/ferritt korn grensene, men da i mindre grad. (H.S. Khatak & Raj, 2002, s. 15; Knyazeva & Pohl, 2013, s. 343–346)

2.2.6 Alfa-merket (α')

Alfa-merket, også kalt for α' -fase, kan forveksles med Cr_2N nitrid på grunn av sitt spisse utseende. α' -fase dannes ved 300-525°C, og er den laveste temperaturen hvor uønskede faser kan dannes i duplex-stålet. Det er den ferrittiske mikrostrukturen som hovedsakelig blir påvirket av α' -fase. Dette kan merkes ved at materialet får en økning i hardhet og en svekket seighet. Siden duplex-stålet har en 50 % ferritt og 50 % austenitt fasefordeling, vil ikke duplex-stål bli like mye svekket av α' -fase som andre stål. Om materialet er rent ferrittisk vil svekkelsen være større. (Gunn, 1997, s. 35–38; IMO, 2014, s. 12–13)

2.2.7 Sekundær austenitt (γ_2 -fase)

De fleste fase-transformasjonene er knyttet opp til ferritt strukturen i stålet (se Figur 2.7). Dette er i hovedsak fordi fase transformasjonene i ferritt er 100 ganger raskere enn i austenitt. Det forekommer to typer sekundær austenitt; intergranulær sekundær austenitt og intragranulær sekundær austenitt. Forskjellen mellom disse to er at den intergranulære dannes fra tidligere austenittiske korn og dannes på korgrensene. Den intragranulære sekundære austenitten vokser fra ferrittisk fase og er en diffusjonskontrollert utfelling (Ramirez & Lippold, 2002, s. 1575).



Figur 2.7: Fasetransformasjonsdiagram for duplex (SciELO, 2015)

Mikrostrukturen til duplex-stålet har som tidligere nevnt nesten lik mengde ferritt og austenitt. Om man varmer opp duplex-stålet til 1300°C, vil austenitten i stålet omdannes til ferritt. Om stålet blir bråkjølt til lavere temperaturer vil denne omdannelsesprosessen, fra austenitt til ferritt, bli avbrutt og man vil ha en metastabil mikrostruktur med overvekt av ferritt. Denne metastabile strukturen ser tilsynelatende stabil ut, men kan ved svært lite ytre påvirkning gå over i en ny tilstand. Om dette metastabile materialet blir oppvarmet til 800°C, vil omdannelsen av austenitt igjen starte. Denne austenitten kalles da sekundær austenitt. Sekundær austenitt kan vokse fra allerede eksisterende

austenitt i materialet eller intergranulært mellom eksisterende korn. Sekundær austenitt vil øke materialets seighet, men forringe korrosjonsmotstanden. Dette er fordi sekundær austenitt absorberer nikkell, men frastøter seg krom. Det er krom-innholdet i stålet som gjør det korrosjonsbestandig. (Gunn, 1997, s. 38; Li & Fan, 2015; Linder, 2018; Ramirez et al., 2001)

2.2.8 Legeringselementer

På 1980-tallet ble det utviklet sterkere, og mer korrosjonsbeskyttende duplex-stål. Siden disse duplex-materialene viste seg å ha en så betydelig forskjell fra de eldre legeringsstålene, ble det utviklet en empirisk likning som kalles «pitting resistance equivalent number» også kalt for (PRE_N)

$$PRE_N = \%Cr + 3.3 \times \%Mo + 16 \times \%N \quad (3)$$

Denne ligningen gir ett forholdstall på materialets motstandsdyktighet mot gropkorrosjon. Den første likningen som ble utviklet (3) hadde legeringene krom, molybden og nikkell som variabler. Senere ble det også introdusert wolfram i noen av duplex-stålet, siden wolfram også påvirket motstanden mot gropkorrosjon – PRE_N (3). Dette gjorde at likningen måtte modifiseres: (Gunn, 1997, s. 5–6; IMO, 2014, s. 5)

$$PRE_W = \%Cr + 3.3 \times (\%Mo + 0.5\%W) + 16 \times \%N \quad (4)$$

2.2.8.1 Krom (Cr)

Krom er det som kalles for ferritt stabiliserende, og gir materialet den ferrittiske mikrostrukturen. Bakgrunnen for at krom tilføres som et legeringselement i stål, er de gode korrosjonsegenskapene den gir. Krom oksiderer og lager en beskyttende hinne rundt stålet. Det er denne filmen som beskytter stålet mot korrosjon. For å kunne oppnå en stabil film må man ha minst 10,5 % kromlegering. Om legeringen tilsettes mer krom vil man oppnå en større korrosjonsbeskyttelse. Duplex stål har vanligvis et krominnhold på over 20 %. I tillegg til denne egenskapen har krom den fordelen at den har større oksidasjons motstand i høyere temperaturområder. Dette gjør materialet lettere å sveise og varmebehandle med økt legeringsnivå. Det er også utviklet en likning for å måle effekten av krom i stålet: (Gunn, 1997, s. 15; IMO, 2014, s. 8)

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 0.7 \times \%Nb \quad (5)$$

2.2.8.2 Molybden (Mo)

Molybden er en viktig legering i duplex-stålet på grunn av sine gode kvaliteter mot grop – og sprekkorrosjon. Det er i tillegg ferritt stabiliserende, og påvirker mikrostrukturen på samme måte

som krom. Likningene (3 og 4) viser at PRE-koeffisienten til Molybden er 3,3 ganger større enn hva PRE-koeffisienten er for krom. (Gunn, 1997, s. 16)

For å få det beste resultatet mot grop - og sprekkorrosjon i duplex-stål, kreves det 3 % molybden legeringsinnhold i stålet. For å unngå uønskede intermetalliske faser er prosentandelen begrenset på 4 % av molybden i duplex-materialer. (IMOA, 2014, s. 8)

2.2.8.3 Nikkel (Ni)

Nikkel har den effekten at det forandrer krystallstrukturen i rustfritt stål fra ferritt (α -jern) til austenitt (γ -jern), og er derfor det som kalles for austenitt stabiliserende. I duplex-stål er derfor nikkel en av hovedlegeringskomponentene. Likningen for å måle effekten av nikkel-komponenter er gitt ved: (Gunn, 1997, s. 16)

$$Ni_{eq} = \%Ni + 35 \times \%C + 20 \times \%N + 0.25 \times \%Cu \quad (6)$$

I hovedsak består duplex-stål av mellom 1,5 % til 7 % nikkel. Dette avhenger av mengden krom som er tilsatt stålet. Nikkel er den legerings-komponenten som gir duplex-stålet dens austenittiske krystallstruktur, som igjen øker hardheten til stålet. (Gunn, 1997, s. 16; IMOA, 2014, s. 9)

2.2.8.4 Nitrogen (N)

Nitrogen gir duplex-stålet samme kvaliteter på grop - og sprekkorrosjon som molybden. I tillegg gir også nitrogen en økning i austenitt, som øker hardheten for materialet. PRE_N faktoren (likning 3) for nitrogen kan variere, men en PRE_N verdi på 16 er den mest brukte i duplex-materialet.

En annen viktig egenskap nitrogen har, er dens evne til å stabilisere duplex-stålet mot intermetalliske faser som sigma- og chi-fase. Nitrogen forhindrer krom og molybden å forme denne type faser. I tillegg er nitrogen austenitt-stabiliserende. (Gunn, 1997, s. 17–18; IMOA, 2014, s. 8–9)

2.2.8.5 Magnesium (Mg)

Det har vært gjort forskjellige forsøk på magnesiums påvirkning av fasebalansen, med noe sprikende resultater. Men i all hovedsak er konklusjonen at magnesium har lite effekt på denne balansen. Magnesium har vist seg å ha en positiv innvirkning på å motvirke dannelsen av sigma-fasen ved å øke temperaturen og dannelseshastigheten hvor sigma-fasen oppstår på. I tillegg gir legeringen en lengre slitasetid, og større slitestyrke uten at duktiliteten forandres av betydelig grad.

Kombinasjonen av magnesium og nitrogen er en av faktorene som hindrer groppkorrosjon i duplex-stålet. (Gunn, 1997, s. 18–19)

2.2.8.6 Kobber (Cu)

Kobber tilsettes i legeringen for å forhindre korrosjon i ikke-oksiderende miljøer, som for eksempel i miljøer hvor syrer og baser er til stede. Mengden kobber i duplex-stålet er begrenset til 2 %. Dette er fordi kobber kan redusere duktiliteten ved høyere temperaturer. (Gunn, 1997, s. 19–20)

2.2.8.7 Wolfram (W)

Wolfram er også en av legeringene som gir bedre motstand mot groppkorrosjon. I tillegg forhindrer wolfram sprekkkorrosjon i miljøer hvor tempererte kloridoppløsninger er til stede, som for eksempel saltsyre og salmiakk. I duplex-stål er det vanlig å bruke 2 % tilsetning av wolframlegering. (Gunn, 1997, s. 20)

2.2.8.8 Silisium (Si)

Silisium er gunstig hvor det er høye konsentrasjoner av blant annet salpetersyre. Silisium gir også motstand på høy temperert oksidasjon. Ved 3,5-5,5 % silisium i duplex-stål, ser man at silisium forhindrer groppkorrosjon. Silisium påvirker og øker også dannelsen av sigma-fase, og derfor er det vanligvis en grense på 1 % silisiumlegering i duplex-stål. (Gunn, 1997, s. 21)

2.2.8.9 Karbon, Svovel og Fosfor (C, S, P)

Legeringene karbon, svovel og fosfor er begrenset til små mengder i duplex-stål. Karbon forhindrer kromkarbider fra å angripe groppkorrosjon-dannelser. Mengden karbon begrenses vanligvis til 0.02 % eller 0.03 %. I forbindelse med sveising forhindrer svovel sveisestrengen fra å trenge gjennom materialet. Svovel forhindrer også dannelsen av porer og groper. Både svovel og fosfor begrenses til svært små mengden i materialet. (Gunn, 1997, s. 21)

2.2.9 Dislokasjoner

Dislokasjoner er en-dimensjonale defekter i strukturen til materialet. Det forekommer i alle materialer med krystallstruktur. Krystallstrukturer er bygget opp av atomplan. Dislokasjoner kan

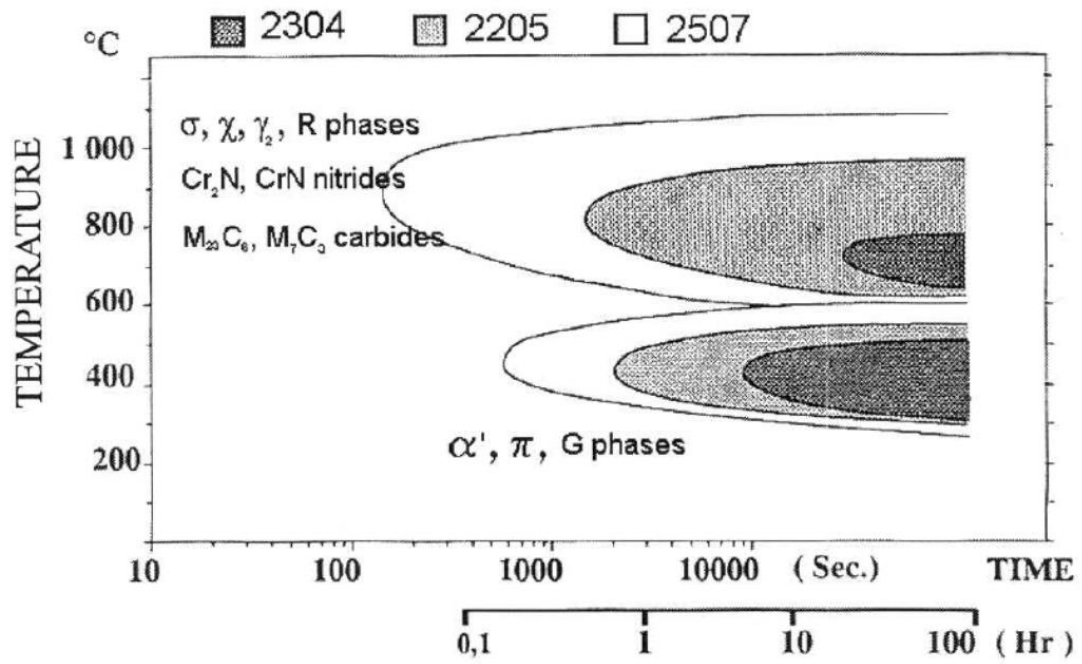
forekomme på to forskjellige måter i atomplanene, kantdislokasjon og skruedislokasjon.

Kantdislokasjon oppstår når ett ekstra atomplan blir skutt inn i strukturen eller ved manglende atomer i ett atomplan. Rundt dette området hvor kantdislokasjonen har oppstått vil det forekomme en unormal spenningstilstand. Skruedislokasjon oppstår når atomplanene formes som en spiral, og kommer som følge av store spenninger mellom atomplanene. Utfellingene i materialet, korngrenser og grenser mellom fasene vil hindre dannelsen av nye dislokasjonene. (Callister & Rethwisch, 2015)

2.2.10 Avkjølingshastighet og fasebalanse

Selve materialet måtte undersøkes i både toppen, bunnen og midten av selve klossen, sett fra byggeretning. Dette var for å se på eventuelle forskjeller på hvordan mikrostrukturen var påvirket av varmen. Varmepåvirkningen vil kunne bidra til forskjeller i hardhet, fasefordeling eller strekkfasthet. I tillegg til dette har avkjølingshastigheten betydning for hvilke faser som oppstår i materialet. Ved en langsommere avkjølingshastighet vil det være større sannsynlighet for alfa-merket og sigma-fase oppstår. Alle disse faktorene spiller inn på hvilke faser som oppstår i materialet. Det var derfor viktig å gjøre tester flere lokasjoner i klossen som er printet. (Zhang & Zhang, 2015, s. 316–321)

Ved bruk av LMD metoden blir materialet utsatt for store varmepåvirkninger. På samme måte som ved sveising vil duplex-stålet egenskaper bli endret i de varmepåvirkede områdene. Dette kan føre til blant annet mindre korrosjonsbeskyttelse, mindre hardhet, og gjerne sprekker som oppstår i selve stålet. Det er derfor viktig at materialet ikke overstiger gitte temperaturer, og får riktig avkjølingshastighet. For å kunne få en grafisk fremstilling av dette brukes ofte det som kalles for TTT-diagram (Time Temperature Transformation). Her vises temperatur, tid og transformasjon for materialet som er relevant. Hver stållegering har sitt eget TTT-diagram. For duplex-stål ved 3D-printing er det derfor viktig å forholde seg til riktig område gitt i diagrammet (se Figur 2.8). (IMOA, 2014, s. 40)



Figur 2.8: TTT-diagram for duplex legeringene 2304, 2205 og 2507 (Researchgate, 2007)

2.3 Mekaniske tester

2.3.1 Vickers hardhetstest

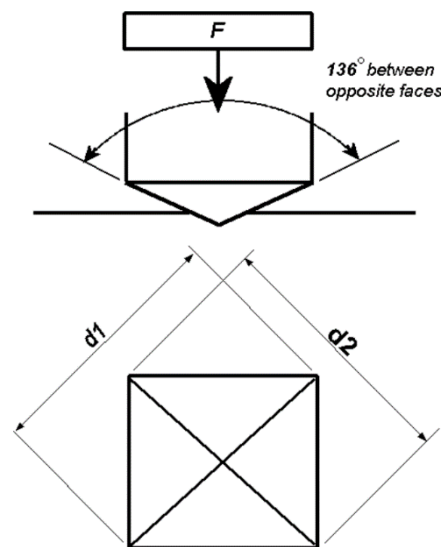
Hardhetsmåling er en måling av materialets evne til å motstå plastisk deformasjon. Fordelen med hardhetstester er at det er enkelt å utføre. Hardhetstester kan utføres på deler og utstyr i alle slags materialer, geometrier og størrelser. Materialet vil heller ikke bli påført stor skade, med kun et inntrykk etter inntrengnings-legemet.

Måten man utfører denne testen på er at et hardt objekt blir trykket ned i materialet. En gitt kraft blir påført inntrengnings-legemet. Kraften blir påført over en gitt tidsperiode.

Hardheten til materialet blir avgjort av størrelsen på inntrykket. Jo større inntrykket er, jo mykere er materialet. Er inntrykket lite er materialet hardt. Vickers

hardhetstesting har et diamant inntrengningslegeme

formet som en pyramide, med en spesifisert vinkel $\alpha = 136^\circ$. Pyramiden blir trykket inn i materialet ved en kjent kraft F . Deretter måles diagonalene på inntrykket, som vist i Figur 2.9. Vickers hardheten måles så i HV (hardhet symbolet) ved formelen:



Figur 2.9: Fremstilling av hvordan Vickers hardhetstesten utføres (Gordonengland, 2021)

$$HV = \text{konstant} \times \frac{\text{Kraft}}{\text{Overflateareal av fordypning}} = 0.102 \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0.1891 \frac{F}{d^2} \quad (7)$$

Kraften blir påført vinkelrett på materialet. F er kraften målt i Newton (N). Konstanten 0.102 finner man i standarden. Gjennomsnittslengden av diagonalene er d og er gitt i millimeter (mm).

Gjennomsnittslengden regnes ut av formelen:

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (8)$$

Før målingene kan foretas, skal selve testprøven være rengjort og fri fra forurensning på overflaten som kan påvirke testresultatet. Prøven skal så plasseres stabilt og fast, uten at den skal kunne bevege seg. Hver måling skal også måles med en senteravstand på 3 ganger lengden på diagonalen av inntrykket. Gjennomsnittet av hardhetsmålingene blir regnet ut ved hjelp av formel:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (9)$$

Her er \bar{x} gjennomsnittet av alle målingene. x_i er summen av alle målingene og n er antall målinger.

Standardavviket regnes ut ved hjelp av formel:

$$s_x = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (10)$$

Antallet hardhetsmålinger man må utføre må være $n \geq 5$. Dette er for å få et normalfordelt resultat.

(Standard Norge, 2005)

2.3.2 Strekktesting

Strekktesten som er utført i denne oppgaven, er utført i henhold til NS-EN ISO 6892-1:2019. Ved strekktesting tester man de mekaniske egenskaper til materialet. Ved å utsette materialet for strekkraft vil man kunne hente ut viktig informasjon om egenskapene materialet har. Ved å gjennomføre en strekktest av materialet kan man si noe om bruddstyrken, duktiliteten og arbeidsherdningen til materialet. Man kan også få informasjon om elastisitetsmodulen og Poissons forholdstall. Elastisitetsmodulen sier noe om hvor godt stålet er til å motstå deformasjon. Poissons forholdstall er forholdet på hvor mye deformasjon materialet får vinkelrett på kraften.

Strekktesten er en destruktiv test. Det vil si at materialet under test vil bli deformert og ødelagt. Prøvestykket blir spent opp i en maskin hvor det blir utsatt for en jevnt økende en-akset kraft som strekker prøven i lengderetning. Deformasjonen blir målt av et ekstensiometer som man plasserer rundt selve prøvestykket. Man får dermed ut verdier og grafer for spenning og tøyning på hver enkelt prøve.

Siden prøvestykkene kan ha forskjellig geometrisk utforming, vil også kraften for å deformere disse være forskjellig. Det er derfor vanlig å bruke spenning og tøyning som parameter for å sammenligne materialer. Spenningen kan vi finne ved følgende ligning:

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (11)$$

Hvor F er kraften gitt i Newton og A_0 er tverrsnitts arealet på prøven før belastning.

Ligningen for tøyning er gitt som følger:

$$\epsilon = \frac{l_i - l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (12)$$

Der l_0 er den opprinnelige lengden før belastning, og Δl er forandringen i lengde.

For å finne forlengelsen til materialet i prosent brukes følgende ligning:

$$\%EL = \left(\frac{L_f - L_0}{L_0} \right) \times 100 \quad (13)$$

L_f er den endelige lengden etter testen er utført. L_0 er lengden på materialet før den utføres. I en analyse av strekktester er det også andre verdier som er viktige. R_m er materialets strekkfasthet. Det vil si den maksimale kraften materialet kan tåle før det går mot brudd. På grafen i en strekktest vil R_m være høyeste punkt på grafen. $R_{p0.2}$ er materialets konvensjonelle flytegrense. Denne forteller hvor grensen fra elastisk til plastisk deformert området er. Når materialet passerer denne grensen vil ikke materialet kunne gå tilbake til sin opprinnelige form, men vil være plastisk deformert. Denne verdien er gitt ved spenningen ved 0.2 % varig forlengelse. (Callister & Rethwisch, 2015, s. 212; Standard Norge, 2019)

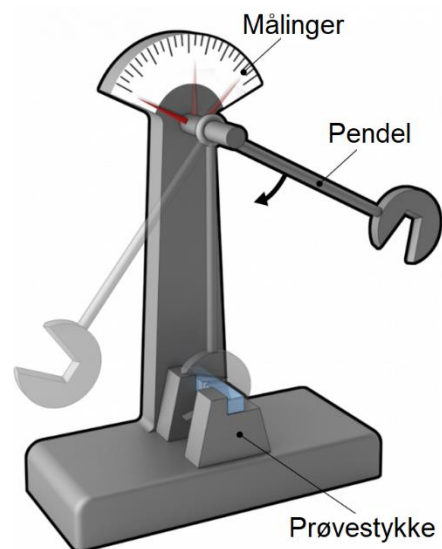
2.3.3 Skårslagsprøve

Skårslagsprøvene i denne oppgaven er utført i henhold til ISO 149-1:2016. I skårslagstesting bruker man en pendelhammer for å destruere prøvene (se Figur 2.10). Pendelen løftes til en høyde H , hvor den har en gitt potensiell energi. Pendelen slippes, og treffer prøvebiten. Høyden som oppnås av pendelen etter selve slaget h , måles av instrumenter. Det regnes ut ved potensiell energi før, og potensiell energi etter ved likning (14), gitt i enheten Joule.

$$\Delta E_p = mg(H - h) \quad (14)$$

Prøvebiten skal etter ISO 149-1:2016 ha en lengde på $L = 55 \pm 0,6\text{mm}$, en tykkelse på $W = 10 \pm 0,075\text{mm}$ og en bredde på $B = 10 \pm 0,11\text{mm}$. I denne oppgaven brukes det V-spor i prøvebitene, for å styre hvor selve bruddet skal komme. Selve sporet skal ha en vinkel på $45 \pm 2^\circ$, en dybde på $2 \pm 0,075\text{mm}$, og en radius på $0,25 \pm 0,025\text{mm}$.

Etter testen er utført skal energimengden brukt for å destruere prøvebiten noteres, samt ved hvilken temperatur. Bruddflaten skal undersøkes og sammenlignes med Figur C.2 i ISO 149-1:2016. Det skal i tillegg noteres om bruddet var komplett, eller om det har vært hengselbrutt. (Standard Norge, 2016)



Figur 2.10: Pendelhammer til skårslagsprøving (Manufacturingguide, 2021)

2.3.4 Lysmikroskop

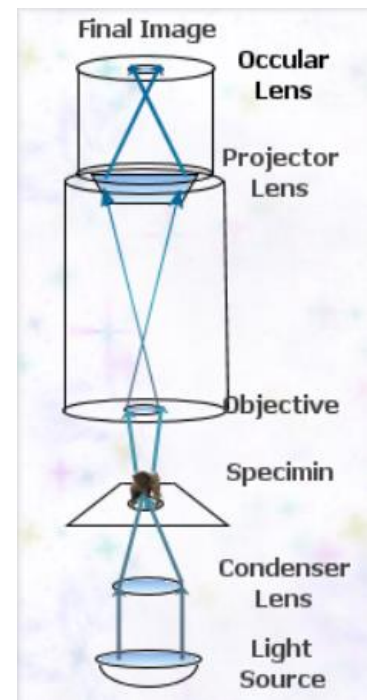
Det vanligste og enkleste mikroskopet som ble brukt i oppgaven var lysmikroskop (se Figur 2.11). Mikroskopet bruker synlig lys for å belyse prøvene. Med et lysmikroskop er det er kun mulig å avbilde overflaten på materialet. Materialets topografi og overflatestruktur gjør at lyset blir reflektert forskjellig fra overflaten. Dette skaper kontrastene i bildet. Det er viktig at materialet blir polert før det plasseres i lysmikroskopet. Dette er fordi man ønsker bilder av selve mikrostrukturen. Dette vil ikke være synlig om overflaten er ripete eller skadet.

Lysmikroskopet består av et linsesystem som forstørrer bildet fra prøven opptil 1000 ganger. Hovedkomponentene i et lysmikroskop er okularet, tubus, objektiv, objekt bord, kondensor og lyskilde.

Lyskilden sender lyset gjennom ett sett samlelinser kalt kondensorlinser. Lyset treffer prøven og prøven reflekterer deretter lyset. Lyset sendes videre inn i objektivet, gjennom okularet og til øyet.

Et lysmikroskop har en begrensning i at man ikke kan se detaljer som er mindre enn lysets bølgelengde på ca. $0,5\mu\text{m}$. Dersom man har behov for forstørrelser på mer enn 1200-1500x, må man anvende et elektronmikroskop.

Noen mikroskop er digitale. Disse mikroskopene er koblet direkte til en datamaskin hvor man kan analysere bildene direkte fra skjermen. Til dette brukes det programvarer. Disse programvarene kan benyttes til å analysere bildene og kan hjelpe med å fastslå faseforskjeller, porer og andre mikrostrukturelle egenskaper. I denne oppgaven er programvaren ImageJ og Stream Essentials brukt. Stream Essentials er integrert i lysmikroskopet på laboratoriet. ImageJ er brukt for å fastslå faseforskjellene i materialet. (Skaar, 2020; Tandberg & L. Krogness, 2021)



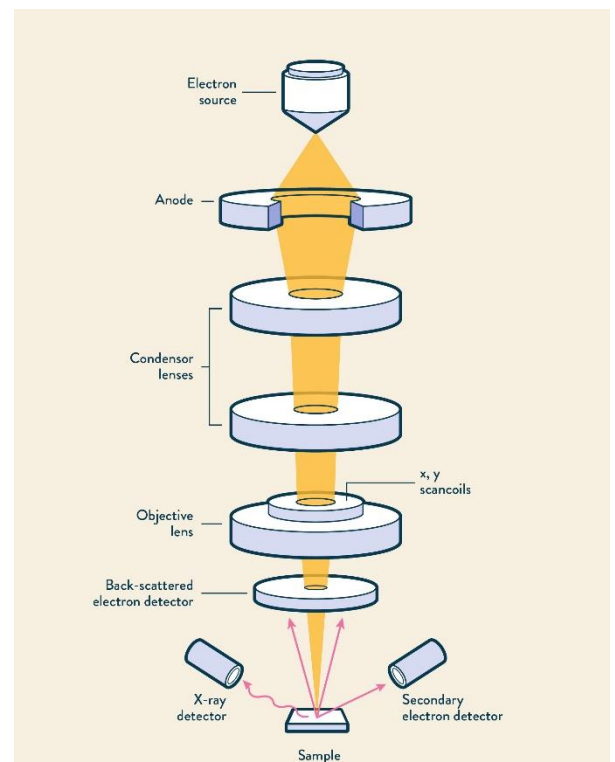
Figur 2.11: Presentasjon av lysoptisk mikroskop (Indeptchinfo, 2021)

2.3.5 SEM

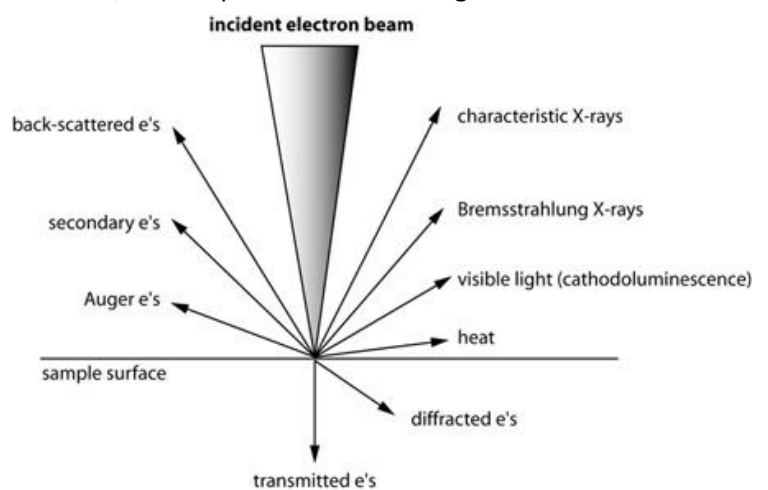
Det første scanning elektronmikroskopet ble utviklet i USA i 1942. Men først på 1960-tallet kom de første scanning elektronmikroskopene på det åpne markedet. Scanning elektronmikroskopene har siden den gang blitt brukt til å bestemme materialets morfologi, kjemiske sammensetning, krystallstruktur og orientering av kornene i strukturen. Elektronmikroskopene bruker, som navnet tilsier, elektroner til å belyse prøvematerialet istedenfor synlig lys (se Figur 2.13). Grunnen til dette er at elektronstråler har mye kortere bølgelengde enn synlig lys, og man kan dermed få bedre forstørrelser og mer detaljerte bilder. Bildene i et scanning elektronmikroskop blir laget ved at høy-energiske elektroner blir sendt mot prøvematerialet. Elektroner med høy kinetisk energi blir akselerert i SEM-apparatet. Deretter blir de sendt mot prøvematerialet. Prøvematerialet må være elektrisk ledende, dersom materialet ikke støpes inn i en elektrisk

ledende kappe. Hvis prøvematerialet ikke har elektrisk ledende egenskaper, vil elektronene hope seg opp på prøveoverflaten og man vil få et dårlig bilde. Elektronenes nedbremsing i prøvematerialet, samt hvordan elektronene vekselvirker med atomene i materialet, avgjør hvilken type signaler som blir sendt tilbake fra prøven. Disse signalene blir fanget opp av tre detektorer. Blant signalene som blir fanget opp av detektorene, er sekundære elektroner, tilbakespredte elektroner og røntgenstrålinger de mest anvendte. Dette er fordi det synlige bildet dannes av oppsamlingen av returnerte elektroner.

Elektronene kan forandre retning og energi om de kolliderer med gassmolekyler. Dermed må banen til elektronene være under vakuum. Prøvematerialet må derfor også tåle å bli satt under vakuum, samt at ingen væsker trenger ut av prøvematerialet og forringer bildene. (Hjelen, 1989; Linder, 2019; Swapp, 2021)



Figur 2.12: Presentasjon av SEM-mikroskop (Technologynetworks, 2020)



Figur 2.13: Hvordan elektronene beveger seg inne i ett SEM-mikroskop (Careton, 2021)

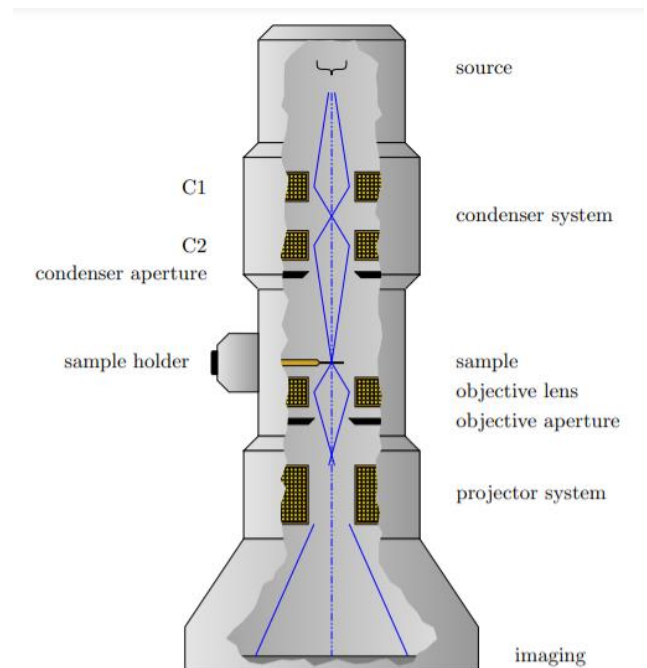
2.3.6 TEM

Transmisjonselektronmikroskopet (TEM) er et annet elektronmikroskop som på samme måte som SEM bestråler prøvene med elektroner istedenfor med synlig lys. Elektronenes bølglengde er opptil 1/100 000 av lysets bølglengde, og man kan dermed forstørre bildene og få flere detaljer enn med lysmikroskopet.

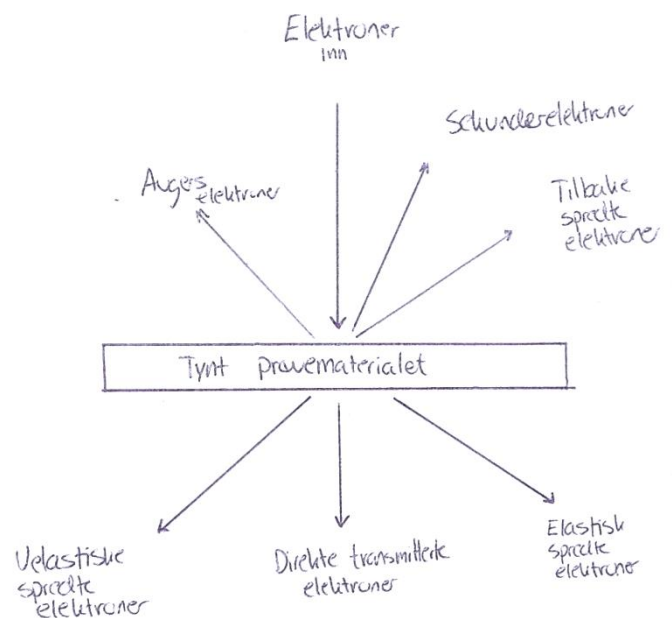
I motsetning til SEM som bruker reflekterte elektroner for å danne et bilde av strukturen, bruker TEM elektronene som trenger gjennom igjennom prøvematerialet (se Figur 2.15). Det er derfor viktig at materialet er så tynt at elektronene kan trenge gjennom. En tykkelse på 10-30nm er ønskelig. Samtidig må elektronene, fra instrumentet, ha høy energi for å kunne trenge gjennom prøvematerialet. Elektronene blir derfor tilført både høy spenning og akselerert.

For å få et så godt prøveresultat som mulig er det viktig at ingen forstyrrende elementer er i veien for elektronbanen. For eksempel kan elektroner kolliderer med luftmolekyler, som får elektronene til å endre retning og forstyrrer resultatene. Derfor må kammeret, som i SEM, være i vakuum.

Et transmisjonselektronmikroskop er bygd opp slik som bildet man ser i Figur 2.14. Apparatet har en elektronkanon som emitterer elektronene. Dette er en wolframtråd som blir tilført rundt 200kV. Elektronene som blir sendt må akselereres, ettersom de ikke har stor hastighet når de emitteres. Elektronene blir akselerert i elektronkanonen. Deretter går elektronene gjennom en kondensor. Kondensor-systemet består av magnetiske felt som samler elektronene og sender de i retning prøvematerialet. Når elektronene treffer prøvematerialet, vil noen av elektronene bli sendt tilbake, noen vil trenge rett gjennom uten



Figur 2.14: Presentasjon av TEM-mikroskop (Texample, 2021)



Figur 2.15: Elektronstrålen i TEM-mikroskop

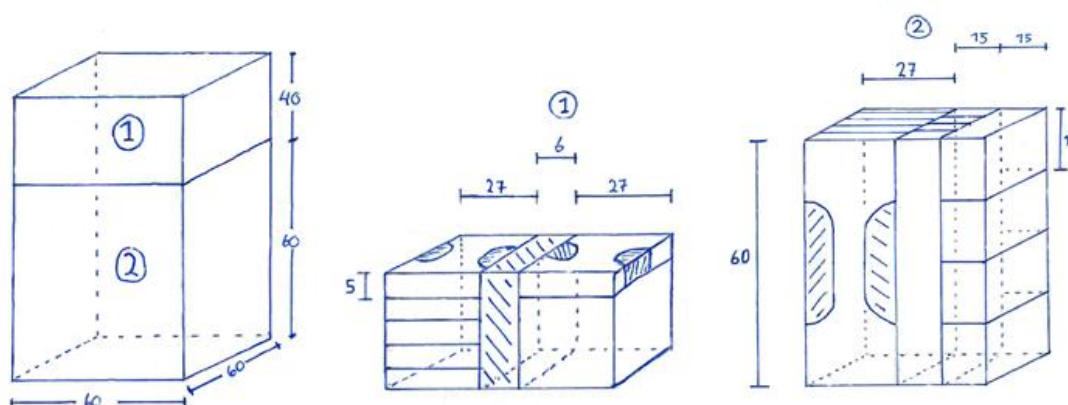
motstand, mens noen vil kolliderer i atomplanene i krystallstrukturen og endre både retning og energi. Det er disse elektronene som passerer gjennom, man analyserer og dermed danner et bilde av mikrostrukturen og dens topografi. (*ELEKTRONMIKROSKOPI*, 2001; Linder, 2019)

3. Eksperimentelt

3.1 Forberedelser til testing

3.1.1 Inndeling av materialet

Materialet ble delt på høyde 60mm. Dette ble gjort slik at man kunne ta ut stående strekkprøver, i byggeretning, på lengde 60mm fra dette materialet senere. Deretter ble det øvre rektangel (se Figur 3.1) delt ut til liggende strekkprøver normalt på byggeretning, prøvemateriale for lysmikroskop, TEM, og hardhetsprøver. Bunnen av materialet (se Figur 3.1) ble delt opp i stående strekkprøver i byggeretningen og skårslagsprøver.



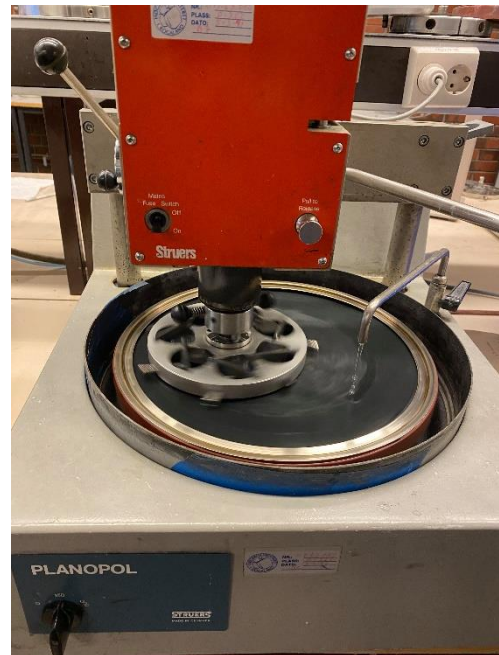
Figur 3.1: Oversikt over inndelingen av materialet

Materialet ble først delt i Struers Dicotom-5. Dette er en vannavkjølede sag som brukes for metallografiske undersøkelser. Kjølevæsken skal forhindre varmgang i materialet. Om materialet blir varmepåvirket kan dette endre mikrostrukturen og dermed føre til feilaktige resultater. Til strekkprøvene ble også den vannavkjølte båndsagen brukt. Strekkprøvene ble kuttet ut i 60mm x 27mm x 5mm, mens skårslagsprøvene ble tatt ut 60mm x 15mm x 15mm. Alle prøvene ble tatt ut i overdimensjoner slik at de kunne bearbeides til de gitte toleranser i annen maskin.

3.1.2 Sliping og polering

Materialprøvene som skulle hardhetstestes og i mikroskop ble støpt inn ved hjelp av Struers CitoPress-30. Det ble valgt å støpe inn prøvene i de syntetiske harpiksene Clarofast og Condufast, henholdsvis 5 ml og 15 ml. Condufast er strømledende, noe som er en forutsetning for å få gode resultater i SEM. Det ble brukt to forskjellige metoder for prøveprepareringen.

For metode 1 ble det brukt en automatisk slipemaskin av typen Struers Tegraforce-5. Denne maskinen har et automatisk roterende slipehode og slipebord. Samtidig som en Struers TegraDoser-5 gir ønsket mengde slipe/poleringsmiddel. Tabell 3.1 viser hvordan prøvene ble stegvis preparert for metode 1.



Figur 3.2: Slipemaskin PLANOPOL

For metode 2 ble det brukt en slipemaskin av typen PLANOPOL (se Figur 3.2). PLANOPOL er en mer manuell maskin med roterende holder og slipebord. Slipe- og poleringsmiddel må sprayeres på for hånd. Tabell 3.2 viser hvordan prøvene ble preparert for metode 2.

For å unngå at slipekorn fra grovere slipesteg blir med videre i slipeprosessen må prøvene rengjøres grundig før man benytter en finere slipe. Da vil man ikke klare å oppnå den riktige overflate ruheten som trengs. Dermed ble prøvene vasket i Struers Lavamin, samtidig som alt utstyret ble grundig vasket med såpe, børste og vann.

Tabell 3.1: Metode 1 for sliping og poleringen

Steps	Surface	Abrasive Grit/Grain
Plane Grinding	MD-Piano 220	Diamond * - #220
Fine Grinding	MD-Allegro	DiaPro Allegro/Largo 9µm
Diamond Polishing	MD-Dac	DiaPro Dac 3µm
Oxide Polishing	MD-Chem	OP-AA 0.02µm

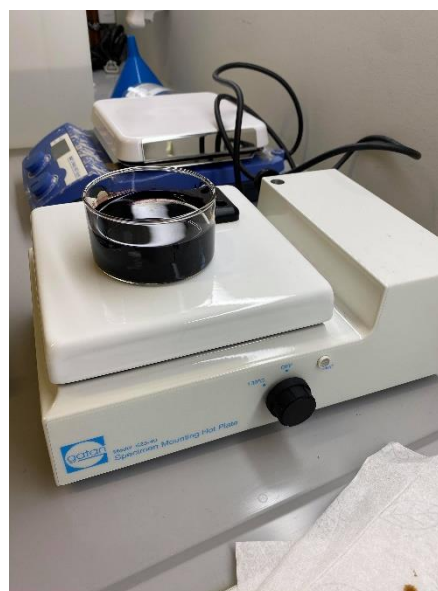
Tabell 3.2: Metode 2 for sliping og poleringen

Steps	Surface	Abrasive Grit/Grain
Plane Grinding	MD-Piano 120	Water
Plane Grinding	MD-Piano 220	Water
Plane Grinding	MD-Piano 500	Water
Plane Grinding	MD-Piano 1000	Water
Plane Grinding	MD-Piano 2000	Water
Fine Grinding	6 μ m	DiaPro Dac 6 μ m
Diamond Polishing	3 μ m	DiaPro Dac 3 μ m
Diamond Polishing	1 μ m	DiaPro Dac 1 μ m
Oxide Polishing	OPS	OP-AA 0.02 μ m

3.1.3 Elektrolitisk etsning

Mikrostrukturen i stålet kommer frem ved etsning. Man kan da se korngrenser, faser, utfellinger og porer. Etsningen får frem fargeforskjellene til fasene austenitt og ferritt. Dette gjør det enklere å skille mellom fasene når man ser i lysmikroskopet. Det ble forsøkt forskjellige fremgangsmåter for å få frem best mulig bilde av mikrostrukturen. Både 10 % oksalsyreløsning og 20 % natriumhydroksidløsning ble brukt. Det ble gjort endringer på både spenning og tid for å få optimale innstillinger for etsingen. Etter en del forsøk ble resultatet tilfredsstillende for lysoptisk undersøkelser ved en spenning på 5V i 12 sekunder, i 20 % natriumhydroksidløsning (NaOH).

For å prøve å få frem eventuelle sigma-faser eller kromnitrider i materialet, ble det forsøkt etset med en metode som kalles for Grosbeck. I denne blandingen ble det brukt 4 g natriumhydroksid (NaOH), 4 g kaliumpermanganat (KMnO₄) og 100 ml vann. Dette ble så blandet sammen i en glassbeholder. Blandingen skulle varmes opp til mellom 60°C - 70°C. Temperaturen måtte holdes i dette temperaturområdet under etsningen. For å varme opp denne beholderen ble det brukt en varmeplate (se Figur 3.3). Når temperaturen var nådd ble det innstøpte materialet lagt oppi karet. Prøvene skulle ligge i syrebadet i 10 minutter. Siden Grosbeck-blandingen kan reagere kjemisk med etanol, ble det valgt å vaske prøven og utstyret med vann etter at etseprosessen var ferdig.



Figur 3.3: Varmeplaten brukt til Grosbeck

3.1.4 TEM Preparering

Når man preparerer prøvematerialet for transmisjonselektronmikroskopundersøkelser er det viktig at prøvematerialet er tynt nok før elektropoleringen. Prøvene må være ca. 100 nm tykke i elektropolert området. Først ble prøvene delt i små biter. Bitene var på ca. 5 mm og ble tatt ut fra materialet i kjernen av den 3D-printede klossen. Deretter ble bitene kappet ned i to tynne skiver ved hjelp av Struers Accutom-2 (se Figur 3.6). Etter disse skivene hadde blitt delt, ble de så pusset og polert ned ved hjelp av Knuth-rotor 2 manuelle poleringsmaskiner. Prøvematerialet ble pusset ned til omtrent 100 µm tykkelse. For å kunne håndtere og slippe ned prøvene til ønsket tykkelsen, ble prøvene limt fast til en kloss ved hjelp av

dobbeltssidig tape (se Figur 3.5). Klossen hjelper med å stabilisere og holde prøven på plass. Man unngår å deformere prøven. Deformasjon kan ødelegge mikrostrukturen i prøven.



Figur 3.5: TEM-prøve limt med tape på kloss

Når prøvene var pusset

ned til tilstrekkelig tykkelse måtte disse tas av klossen. For å unngå å deformere prøven ble hele klossen lagt i flytende nitrogen. Dette bidro med å fjerne limet etter tapen på prøvematerialet. Etter dette ble prøvene lagt i en stansmaskin. Her ble det stanset ut sirkulære prøver med en diameter på 3 mm. (se Figur 3.4). Deretter måtte prøvene jet-poleres. De små prøvene ble så satt inn i maskinen, hvor det ble polert ett lite hull i dem. Rundt dette hullet ville metallet være tilstrekkelig tynt til at elektronene kunne trenge gjennom. For at elektronene som TEM-mikroskopet sender ut skulle gå gjennom metallet, kunne ikke prøvene være tykkere enn 10-30 nm. Var de tykkere enn dette vil man ikke få elektrongjennomstrømning gjennom metallet, som betydde ingen elektroner å fange opp på undersiden av prøven. Dette kunne gjøre at bildet bare ble svart.



Figur 3.4: TEM hull saks brukt



Figur 3.6: Struers Accutom-2

3.1.5 Skårslags- og Strekkprøver

Det ble valgt å ta ut like mange prøver i begge retninger. Både normalt på byggeretning og i byggeretning. Dermed fikk vi seks strekktester normalt på byggeretning, og seks strekktester i byggeretning (se Figur 3.8). 3D-printede materialer er printet i gitterstruktur, og det er derfor viktig å teste både normalt på byggeretningen, og i byggeretningen. Dette på grunn av printe-metoden kan gi forskjellig styrke og duktilitet i de forskjellige retningene.



Figur 3.7: Skårslagsprøvene ferdig maskinert

Etter at prøvene var delt i overmål ble prøvene forsøkt frest. På grunn av vibrasjoner, vanskelig oppspenning og dårlige freseskjær ble overflaten svært ru. Det ble også et problem med stadig varmgang i prøvene. Dermed ble det bestemt å slipe prøvene i planfresen. Det ble brukt en Bernardo BSG 240 PLC plan-fres. Her ble prøvene først slipt plane på en side, før de deretter ble snudd og slipt på andre siden.

Prøvenes utforming gjorde at det var svært liten inngrepsflate for strekkmaskinen. Det ble derfor valgt å lage 2 mm tykke prøver, for å få en mindre kraft som måtte påføres prøvene for å strekke dem til brudd. Etter prøvene var planslippede ble prøvene maskinert i CNC-maskin. Skårslagsprøvene ble også slipt ned ved hjelp av plansliperen til dimensjonene gitt av NS-ISO 148-1: 2016. V-sporet ble maskinert i CNC maskinen, slik som strekkprøvene (se Figur 3.7).



Figur 3.8: Strekktester i byggeretning og normalt på byggeretning

3.2 Undersøkelser

3.2.1 Hardhetstester

Hardhetstestene i denne oppgaven ble utført i henhold til ISO 6507-1:2005. For å kunne avgjøre hardhetsverdiene til materialet ble det brukt Innovatest hardhetstester (se Figur 3.9). På grunn av smittevernhensyn var det montert på et kamera på okularet, slik at bildene ble vist på en skjerm. Før testene kunne utføres, måtte prøvene prepareres. Prøvene ble slipt og polert ved hjelp av metode 2 (Tabell 3.2). Dette ble gjort for å forhindre forurensning på overflaten som kunne påvirke resultatene. Det ble tatt 10 målinger både normalt på byggeretning, og i byggeretning av materialet. Det ble gjort hardhetstester ved bunn, toppen og midten av den opprinnelige klossen.



Figur 3.9: Innovatest, hardhetstesteren brukt

Dette var for å få et resultat som kunne være representativt for hele materialet, i alle byggeretningene. Ifølge ISO 6507-1:2005 skal hver måling gjøres med en senteravstand på tre ganger diameteren av inntrykket fra hverandre. Dette gjaldt også for avstanden fra kanten av materiale. Til testkraft ble det brukt HV5, som viser til en kraft på 49.03 N påført. Denne kraften ble påført i totalt 10 sekunder for hver måling. Etter hardhetsmålingen var utført, ble hver av diagonalene på inntrykket målt. Dette ga igjen en måling på hardheten for materialet i det punktet.

3.2.2 Mikroskop

Lysmikroskopet som ble brukt i denne oppgaven er av modellen Olympus GX53 (Figur 3.10) med programvaren Stream Essentials. Denne programvaren gjorde det mulig å se bildene digitalt på pc-skjermen plassert ved siden av mikroskopet. Hovedsakelig ble lysmikroskopet brukt i denne oppgaven for å avgjøre forskjellen i austenitt - og ferrittmikrostrukturen, lete etter andre sekundærfaser og finne porer. For å kunne se på prøvene etter polering og etsning, ble prøvene plassert på toppen av mikroskopet med den polerte siden nedover. Etter dette ble det valgt hvilken forstørrelse som skulle brukes, ved å bytte linse. Deretter ble fokus justert. Det ble så tatt bilder ved hjelp av programvaren Stream Essentials. Bildene ble deretter lagret på datamaskinen som var koblet til.

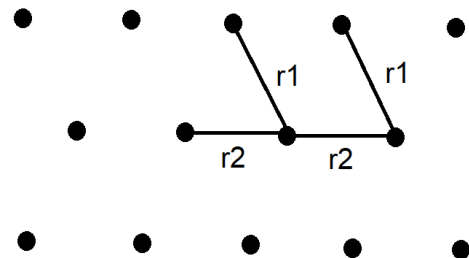
Stream Essentials kan brukes for å finne riktig prosentandel faser som oppstår i materialet. Noen av bildene i denne bacheloroppgaven ble analysert gjennom Stream Essentials. Men programvaren hadde vanskeligheter med å fange opp kontrastene og fargeforskjellene i bildene. En annen programvare kalt ImageJ ble derfor tatt i bruk. ImageJ brukte også fargenyansene for å kunne avgjøre og beregne prosentandelene av de forskjellige fasene som var til stede. Men i motsetning til Stream Essentials var det i ImageJ muligheter for å kunne redigere fargene på bildene selv, som gjorde det lettere i noen tilfeller å avgjøre de forskjellige mengdene faser.



Figur 3.10: Lysoptisk mikroskop brukt

3.2.3 TEM

Transmisjonselektronmikroskopet ble blant annet brukt for å verifisere krystall-strukturen i duplex-stålet. Mikroskopet ble bruk for å avgjøre om fasene hadde FCC – eller BCC mikrostruktur, altså om det var austenitt – eller ferritt fase. For å kunne ta TEM-bildene, måtte prøvene først prepareres slik som forklart i (3.2.4 TEM Preparering). Etter dette var gjort, ble prøvene først satt inn i en prøveholder som ble ført inn i TEM-maskinen. Deretter måtte den indre kolonnen av TEM-mikroskopet settes under vakuüm. Dette vil forhindre luftpartikler eller annen forurensing som kunne forstyrre bildene. Man måtte lokalisere hullet som ble etset. Deretter måtte den tynneste regionen rundt selve hullet bli analysert. Her kunne elektronene trenge gjennom materialet, og kunne gi et godt bilde.



Figur 3.11: Avstanden mellom planene på diffraksjonsbildene

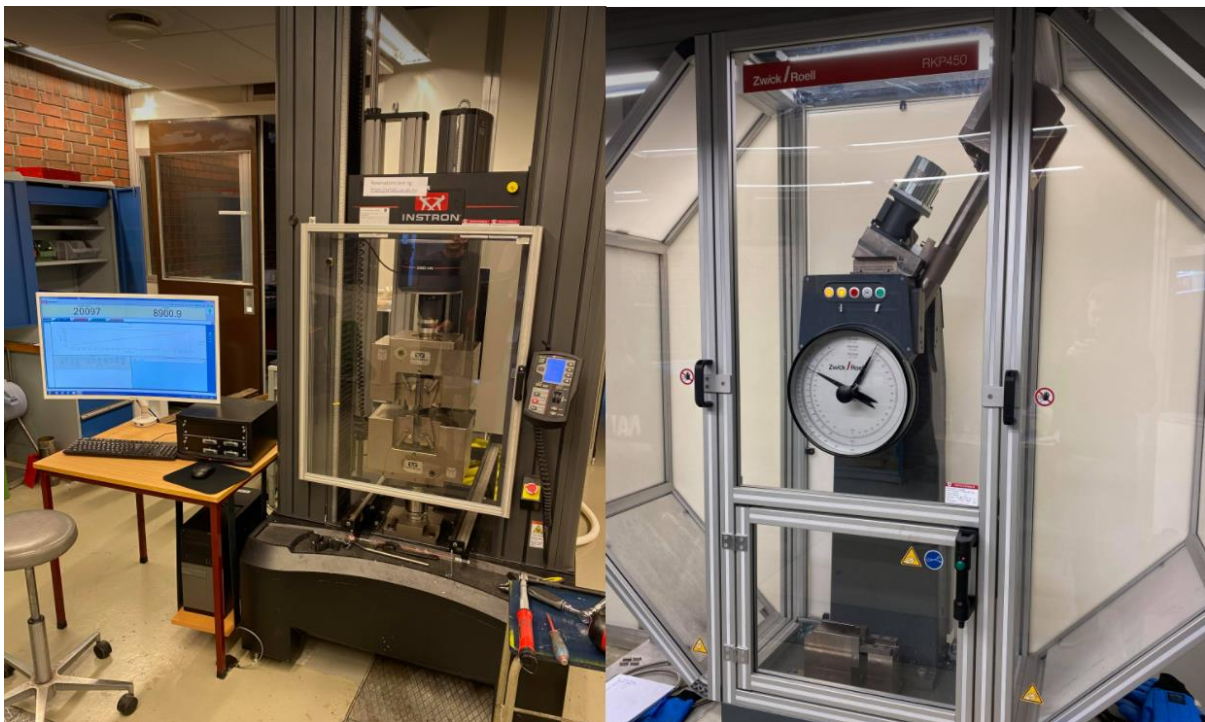
$$\frac{r_1}{r_2} = \frac{dr_2}{dr_1} = \text{Forholdstall} \quad (15)$$

For å kunne avgjøre om det var FCC - eller BCC gitterstruktur, ble det tatt diffraksjonsbilder i det aktuelle området. Etter dette var gjort ble avstanden mellom planene regnet ut, som igjen ga et forholdstall som vist i likning (15). Dette forholdstallet kunne leses ut fra en tabell som refererte til hvilken krystallstruktur som var til stede på diffraksjonsbildet. Undersøkelsene og beregningene viste at FCC vil da sannsynligvis være austenitt, mens BCC vil være ferritt.

TEM-mikroskopet ble også brukt for å se etter dislokasjoner eller feil i materialet. Det ble også tatt analyse av den kjemiske sammensetning av utfellingene i materialet.

3.2.4 Skårslags- og strekkprøver

Til strekkprøvene ble det brukt strekkmaskin Instron 5985 (se Figur 3.12). Her var det først å fremst viktig å bruke riktig type bakker til de forskjellige strekkprøvene. I denne oppgaven ble det brukt flate bakker som skulle strammes til på både den øvre og nedre delen av strekkprøvene. Dette ble strammet til med en momentnøkkel på 50 Nm. Når dette var gjort ble en programvare fra Instron startet på datamaskinen, som var selve kontrollpanelet til testingen. Her ble det satt alle paramenter, grafer og tabeller som var nødvendig å få resultater til videre drøfting. Etter dette ble testen satt i gang. Alle verdier og grafer som ble målt underveis fra testingen ble synlig på pc-skjermen. Etter alle testene var utført ble det så lagret rådata til videre bruk i dataprogrammet Python. Alle grafene fra hver strekkprøve ble samlet til to forskjellige grafer i hver retning av materialet.



Figur 3.12: Venstreside: Strekkmaskin, høyreside: Pendelhammer

Til skårslagstesting ble det brukt en pendelhammer av typen Zwisch/Roell RKP450 (se Figur 3.12). For å utføre disse prøvene var det viktig å bruke en klype som hadde riktig dimensjon for å plassere hver enkelt prøve inn i selve maskinen. Dette var viktig for å få riktig plassering på selve platen hvor prøven skulle ligge, og for å forhindre å bruke armene inne i selve maskinen. Etter dette var gjort ble så sikkerhetsglasset foran maskinen lukket. For å starte testen måtte man trykke på en av de to startknappene, enten på håndtaket eller over sikkerhetsglasset. Etter testen var utført ble så

målingene fra det digitale uret, og fra det manuelle uret lest av og notert. Dette ble repetert til alle skårslagsprøvene var utført. Dataprogrammet Python ble brukt for å få en grafisk avlesning av alle prøveresultatene i etterkant.

3.3 Helse, Miljø og Sikkerhet

Arbeidet med oppgaven ble utført med fokus på helse, miljø og sikkerhet. Før jobben kunne starte, ble det gjort en sikker jobb analyse (SJA). SJA måtte godkjennes av verkstedspersonellet. På denne analysen ble det notert ned alle farer relatert til jobben som skulle utføres, og hvilke verneutstyr som skulle brukes i den enkelte jobben. Det er påbudt med vernebriller til enhver tid på laboratorium og verkstedet.

Verneutstyr kjemikalier: Vernebriller, engangshansker og laboratorium frakk

Andre viktige momenter ved bruk av kjemikalier er:

- Å bytte hansker ofte for å forhindre gjennomtrengning av kjemikalier.
- Å bruke avtrekksviftene og kun jobbe med kjemikaliene inne i avtrekks-skapet
- Å til enhver tid vite hvor nærmeste øyeskyllestasjon, vask og dusjstasjon er. Dette for å ha kortest mulig eksponeringstid for kjemikalet i en nødsituasjon.
- Å lese gjennom datablad før bruk av gjeldende kjemikalie.

Verneutstyr for sliping og polering: Vernebriller, hørselvern (avhengig av maskin) og engangshansker

Andre viktige momenter ved sliping og polering:

- Å vite hvor man finner førstehjelpsutstyr
- Å vite hvor nærmeste øyeskyllestasjon og nød-dusj befinner seg.

Verneutstyr for verksted: Vernebriller, hørselvern, arbeidshansker, engangshansker og kjeledress.

Andre viktige momenter ved opphold på verksted:

- Opplæring ved bruk av maskiner
- Å vite hvilke verneutstyr man trenger til de ulike maskiner

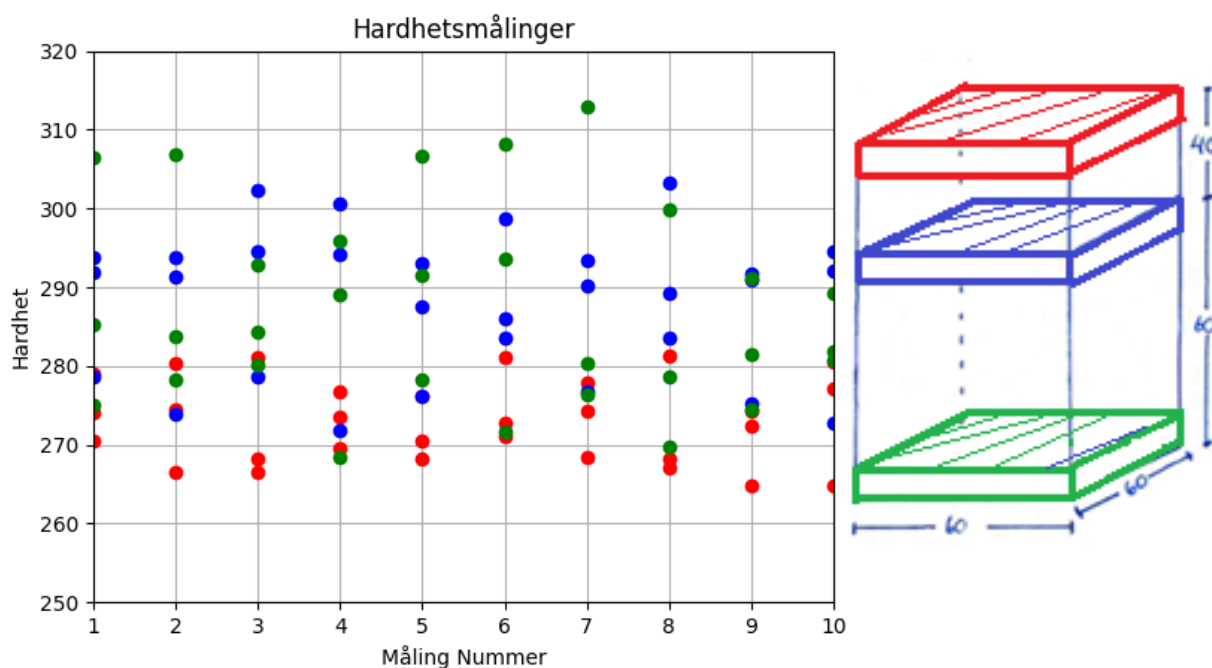
4. Resultater

4.1 Vickers Hardhetstester

Gjennomsnittresultatene for HV5 hardhetstestene i materialet er som vist i Tabell 4.1. Alle resultatene målt ligger i Appendiks B. Som det kan leses ut fra Tabell 4.1, er gjennomsnittsverdiene hardere i midten og bunnen av klossen, enn det er i toppen. Testene normalt på byggeretning viste at materialet var hardest i midten. I byggeretning av materialet var den hardest i bunnen. For å få en bedre visuell oversikt over alle hardhetsmålingene ble disse tegnet inn i en graf som vist i Figur 4.1.

Tabell 4.1: Gjennomsnittsverdier for hardhetsmålingene i de forskjellige retningene

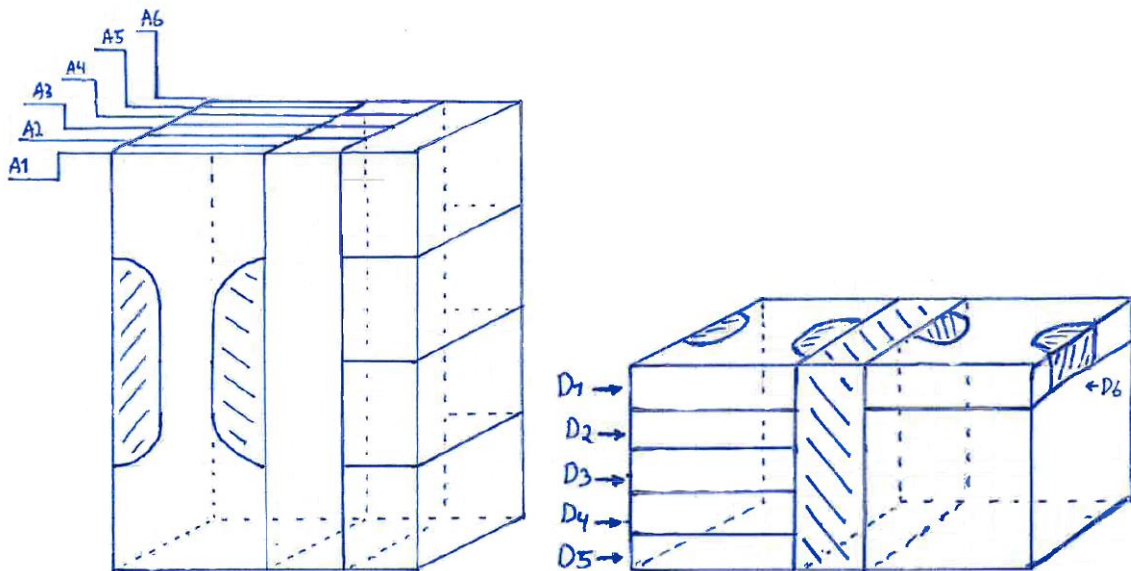
Lokasjon	x-retning (HV)	y-retning (HV)	z-retning (HV)
Topp	271.8 ± 3.3	278.3 ± 3.2	269.1 ± 4.1
Midt	293.8 ± 6.1	293.5 ± 2.5	277.1 ± 4.0
Bunn	284.0 ± 6.4	275.3 ± 4.3	301.0 ± 8.3



Figur 4.1: Hardhetsmålinger for materialet, grønn er bunnen, blå er midten, og rød er toppen

4.2 Strekktester

Strekktestene ble gjennomført i henhold til NS-EN ISO 6892-1:2019. I disse resultatene hentet fra spennings-tøynings kurvene i Appendiks C, til Tabell 4.2 og Tabell 4.3, vises det tydelige forskjeller på gjennomsnittsverdiene mellom byggeretning og normalt på byggeretning. Prøvenummer A2, A4, D4, og D6 falt alle utenfor ekstensiometeret, og hadde et brudd som ikke var helt gjennomgående, men som likevel ble valgt å ta med i utregningene.



Figur 4.2: Oversikt over hvor strekkprøvene er maskinert fra på klossen

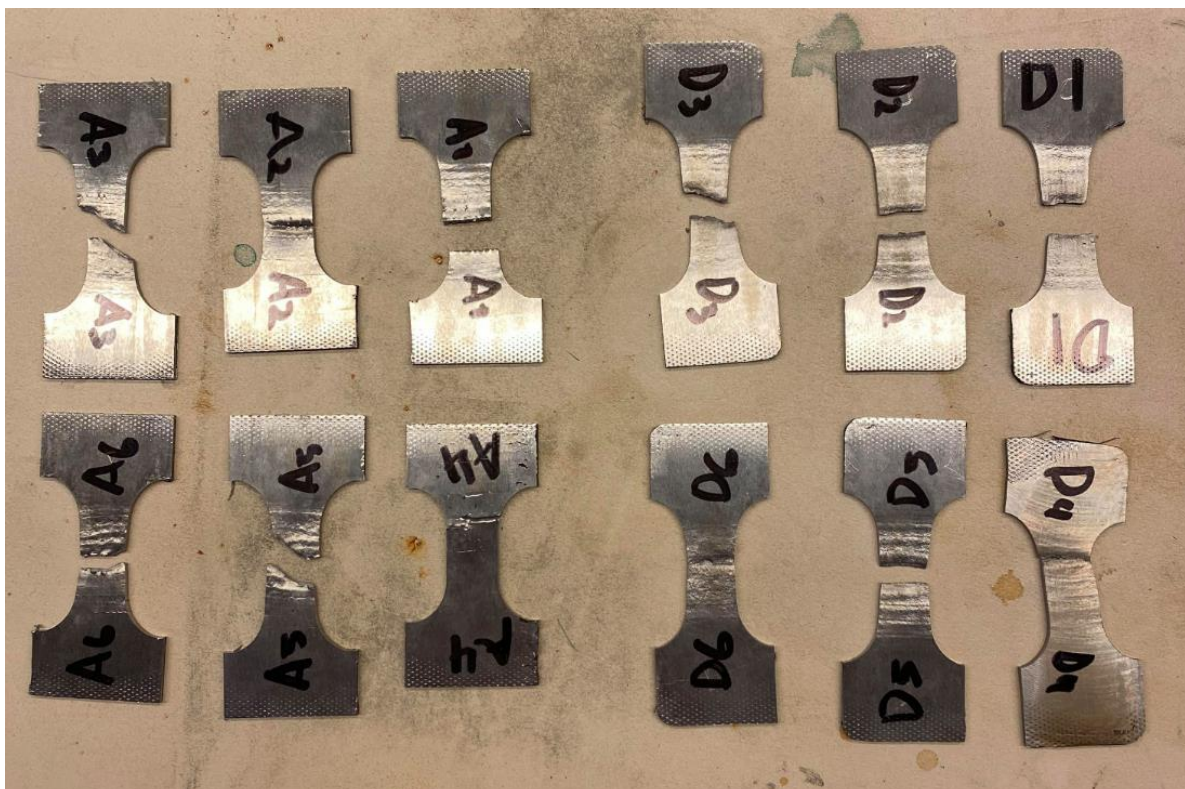
Tabell 4.2: Resultater for strekkprøver i bygge retning av materialet

Prøvenummer	Maximum Load (N)	Tensile Stress R_m (MPa)	Tensile Stress $R_p 0.2\%$ (MPa)	Maximum Tensile Extension (mm)	Elongation (%)
A1	21007.1	840.3	726.4	1.884	3.140
A2	19725.6	789.0	695.0	1.126	1.877
A3	20855.4	834.2	709.7	2.773	4.622
A4	17388.2	695.5	645.6	0.603	1.005
A5	20976.8	839.1	714.2	2.790	4.650
A6	21094.2	843.8	716.4	2.889	4.815
Gjennomsnitt	20174.6 ± 1456.8	807.0 ± 58.3	701.2 ± 29.1	2.011 ± 0.974	3.352 ± 1.623

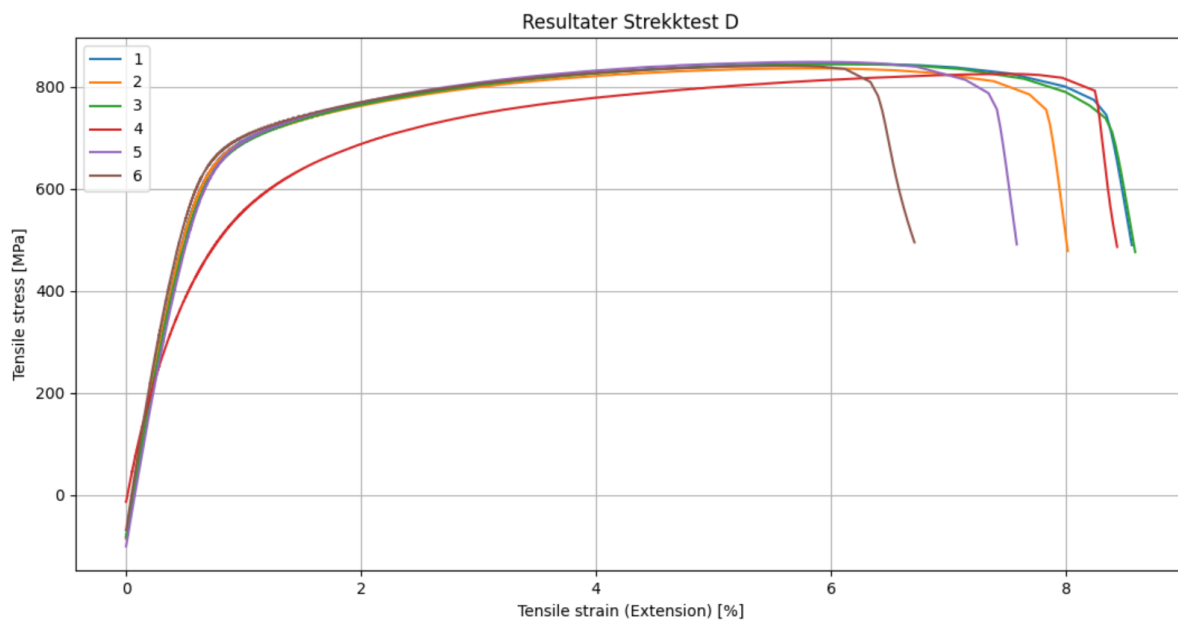
Tabell 4.3: Resultater for strekkprøver normalt på bygge retning av materialet

Prøvenummer	Maximum Load (N)	Tensile Stress R_m (MPa)	Tensile Stress R_p 0.2 % (MPa)	Maximum Tensile Extension (mm)	Elongation (%)
D1	21132.6	845.3	650.7	3.626	6.043
D2	20907.7	836.3	646.2	3.492	5.820
D3	21116.6	844.7	660.4	3.629	6.048
D4	20633.5	825.3	550.1	4.507	7.512
D5	21223.5	848.9	643.8	3.485	5.808
D6	21031.4	841.3	637.9	3.380	5.633
Gjennomsnitt	21007.6 ± 212.0	840.3 ± 8.5	631.5 ± 40.6	3.687 ± 0.413	6.144 ± 0.689

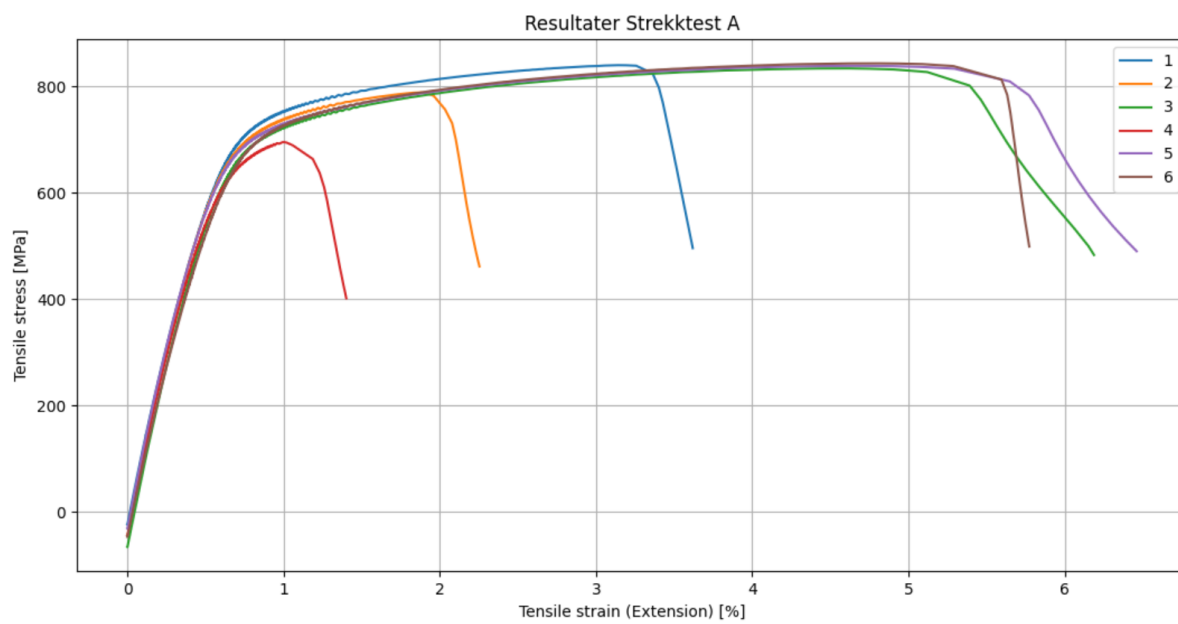
Det er tatt utgangspunkt i en lengde på 60 mm på alle prøvene. Totalt hadde normalt på byggeretningen i gjennomsnitt en 2.8 % større forlengelse enn man ser i byggeretning. Tabellene viser at strekkfastheten R_m normalt på byggeretning er større enn for R_m i byggeretning. Den viser og at R_p 0.2 % er lavere normalt på byggeretning enn i byggeretning.



Figur 4.3: Strekkprøvene etter gjennomført strekktest



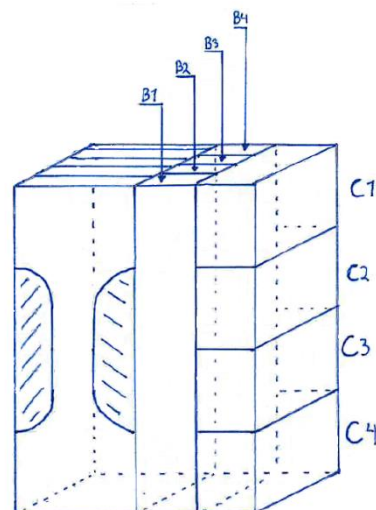
Figur 4.4: Graf av alle strekkprøvene i byggeretning av materialet



Figur 4.5: Graf av alle strekkprøvene normalt på byggeretning av materialet

4.3 Skårslagsprøving

Resultatene for skårslagsprøvene ble som vist i Tabell 4.4 og Tabell 4.5. Testene ble gjennomført ved romtemperatur. Gjennomsnittsverdiene for skårslagstesten ble betydelig høyere normalt på byggeretning sammenlignet med i byggeretning. Flere av målingene som ble gjort under test var usikre, siden de havnet langt unna gjennomsnittet. Men alle testene ble tatt med i resultatene.



Figur 4.6: Oversikt over hvor skårslagsprøvene er maskinert fra på klossen

Tabell 4.4: Resultater skårslagsprøver normalt på byggeretning

Prøvenummer	Manuelt (Joule)	Digitalt (Joule)
C1	59.0	56.6
C2	40.0	37.6
C3	19.5	16.8
C4	22.0	21.7
Gjennomsnitt	35.1 ± 18.3	33.2 ± 18.0

Tabell 4.5: Resultater skårslagsprøver i bygge retning

Prøvenummer	Manuelt (Joule)	Digitalt (Joule)
B1	37.0	34.5
B2	11.0	8.7
B3	20.0	17.5
B4	8.0	5.6
Gjennomsnitt	19.0 ± 13.0	16.6 ± 13.0

For å kunne avgjøre prosentandel skjærbrudd på selve prøvene, ble det brukt NS-EN ISO 148-1:2016 Tabell C1 til sammenligning. Som Tabell 4.6 viser kan man se at % skjærbrudd er lav. Dette indikerer at materialet ikke er duktilt. % Skjærbrudd sammen med verdiene gitt i Tabell 4.5 gjorde at bruddoverflatene ble klassifisert som sprøbrudd.

Tabell 4.6: Resultater for prosentandel skjærbrudd for prøvene

	C1	C2	C3	C4	B1	B2	B3	B4
% Skjærbrudd	20	10	0	10	20	0	10	0

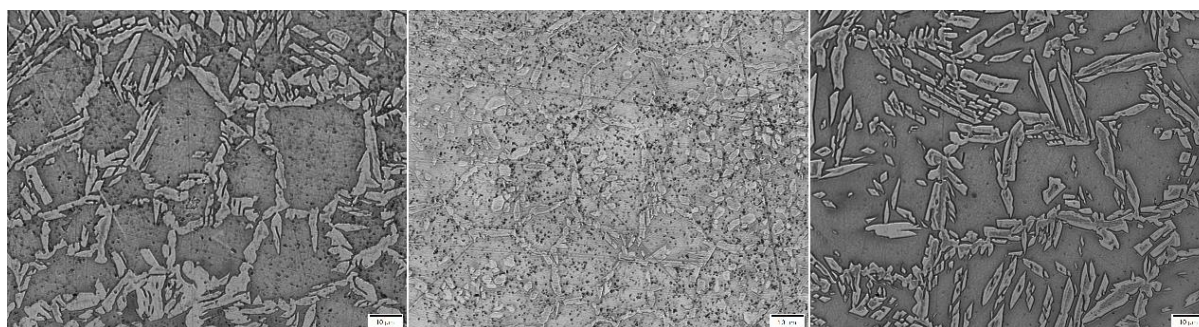


Figur 4.7: Bruddoverflatene til skårslagsprøvene, sett fra venstre: C1, C2, C3, C4, B1, B2, B3 og B4

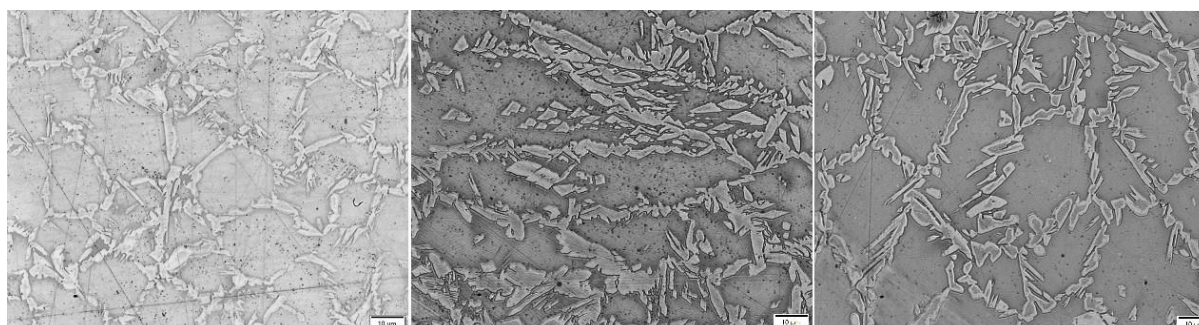
4.4 Mikrostruktur

4.4.1 Primærfasene

Det ble foretatt lysmikroskopbilder i alle retninger av materialet, ved toppen, bunnen og midten av klossen. Det ble tatt bilder både i byggeretning og normalt på byggeretning. Bildene viser prøvestykker som er etset med NaOH. De hvite fasene i bildet er austenitt og de mørke fasene er ferritt. Det ble ikke oppdaget store mengder porer eller urenheter i mikroskopbildene.



Figur 4.8: Normalt på byggeretning: Bunn, midt, topp normalt på byggeretning

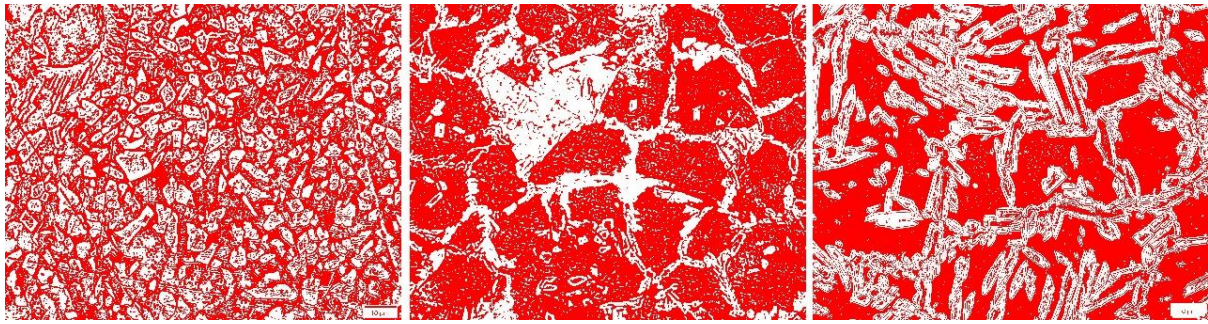


Figur 4.9: Byggeretning: Bunn, midt, topp i byggeretning

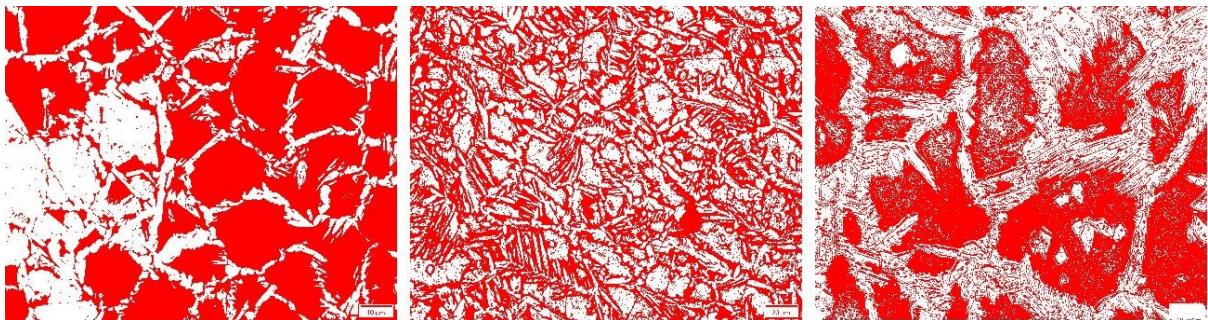
Det ble gjort faseanalyser gjennom programvaren ImageJ. Resultatene er listet opp i Tabell 4.7.

Tabell 4.7: Resultater av ferritt og austenitt faseanalyser

	Topp		Midt		Bunn	
Byggeretning	Austenitt:	44.06%	Austenitt:	49.22%	Austenitt:	35.74%
	Ferritt:	55.95%	Ferritt:	50.78%	Ferritt:	64.26%
Normalt på byggeretning	Austenitt:	39.75%	Austenitt:	32.54%	Austenitt:	45.19%
	Ferritt:	60.25%	Ferritt:	67.46%	Ferritt:	54.81%



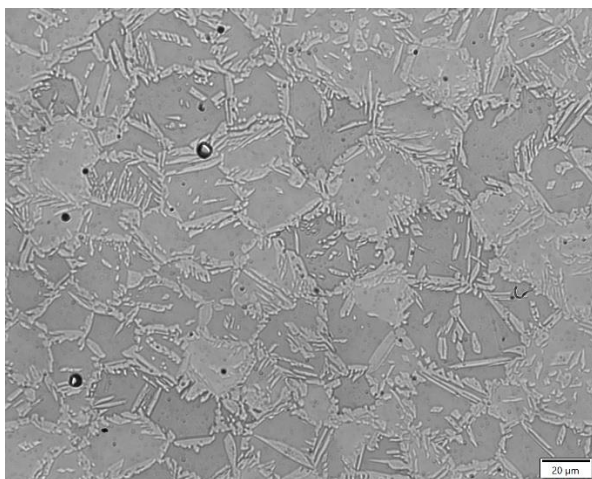
Figur 4.10: Normalt på byggeretning: Faseanalyse bunn, midt, topp



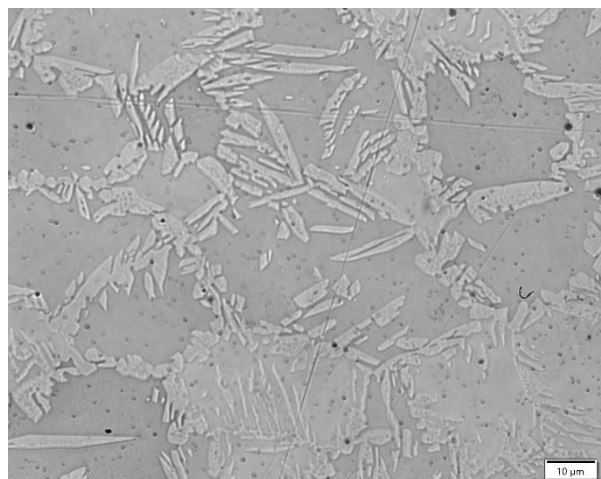
Figur 4.11: Byggeretning: Faseanalyse bunn, midt, topp

4.4.2 Sigma-fase og kromnitrider

Resultatene som følge av etsning ved hjelp av Grosbeck metoden for å prøve å få frem i hovedsak sigma-fase og kromnitrider er som vist på bildene. Det var ingen synlig verken sigma-fase, eller kromnitrider i materialet som oppsto ved hjelp av denne metoden.



Figur 4.12: Bilde 1 fra Grosbeck metoden



Figur 4.13: Bilde 2 fra Grosbeck metoden

4.5 Diffraksjonsbilder

På bildet under vises det tydelige grenser mellom det sorte området og resterende av materialet. Ved å bruke bildet av diffraksjonsplanene i Figur 4.15 ble det mørke området i senter av venstre bilde regnet ut til å være BCC krystallstruktur, som ville si ferritt. Dette ble gjort ved å bruke fremgangsmåten som forklart i (3.3.2 TEM), hvor planene gitt var (2 1 1) og (1 1 0). Dette ga d_{r_2} en avstand på 2.105Å, og d_{r_1} en avstand på 1.220Å som ga igjen forholdstallet på 1.73. Det var en bekreftelse på at dette var BCC og ferrittisk atomstruktur.

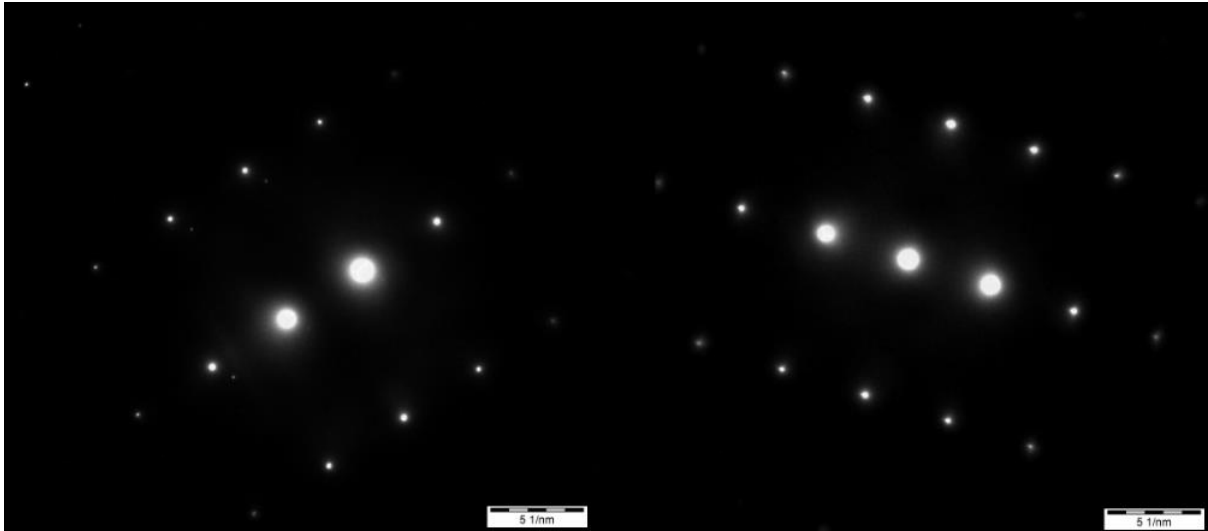
$$\frac{r_1}{r_2} = \frac{d_{r_2}}{d_{r_1}} = \frac{2.105\text{Å}}{1.220\text{Å}} = 1.73 \rightarrow BCC$$



Figur 4.14: Transmisjonselektronmikroskop bilde av austenitt

De sorte runde flekkene rundt ferritten på Figur 4.14 viste seg å være forurensning i form av silisiumsilikat, disse ble derfor ikke tatt i betraktning. Det ble i tillegg forsøkt å få en bekreftelse på hva resterende område i Figur 4.14 på høyre side var. Her ble det også brukt samme fremgangsmåte. Diffraksjonsplanene som ble brukt her var (2 2 0) og (1 1 1). For å regne ut forholdstallet ble derfor avstanden d_{r_2} lik 2.139Å, og avstanden d_{r_1} lik 1.318Å. Forholdstallet ble deretter regnet ut til 1.62, som ga en bekreftelse i tabellen på at dette var FCC, altså austenitt.

$$\frac{r_1}{r_2} = \frac{d_{r_2}}{d_{r_1}} = \frac{2.139\text{Å}}{1.318\text{Å}} = 1.62 \rightarrow FCC$$



Figur 4.15: Venstreside: Diffraksjonsplanene i ferrittstrukturen. Høyreside: Diffraksjonsplanene i austenittstrukturen

4.6 Utfellingene

Resultatet på de kjemiske sammensetningene av utfellingene er vist i Tabell 4.8-4.9. Siden SEM-mikroskopet var defekt, ble TEM brukt for å foreta analyse av de kjemiske sammensetninger til utfellingene i materialet. Dette på tross av at TEM-mikroskopet ikke er best egnet til denne typen analyser. Dermed vil resultatene trolig avvike noe fra reelle verdier.

Tabell 4.8: – Tabell for målingene i A området

Element	Weight %	Atomic %
C	5.61	11.69
N	4.34	6.99
O	37.71	53.15
Al	4.31	3.92
Si	1.18	1.13
Nb	0.67	0.18
Mo	0.94	0.29
Cl	0.35	0.25
Ca	0.06	0.037
Ti	3.07	1.43
Cr	10.3	5.19
Mn	6.73	2.74
Fe	22.28	11.77
Ni	2.47	1.26

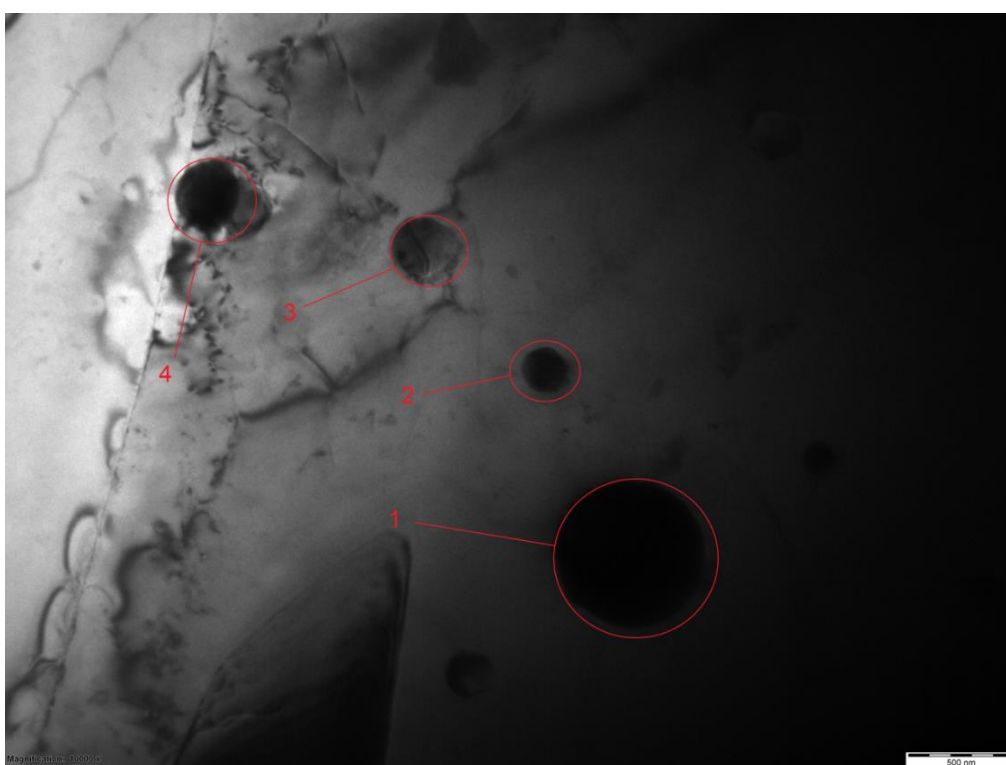
Tabell 4.9: – Tabell for målingene i B området

Element	Weight %	Atomic %
C	1.63	3.84
N		
O	28.16	50.10
Al	10.28	11.11
Si	1.17	1.34
Nb		
Mo	2.46	0.83
Cl	0.39	0.34
Ca	0.05	0.043
Ti	5.02	3.01
Cr	12.83	7.71
Mn	10,58	5.56
Fe	25.12	14.99
Ni	1.97	1.13

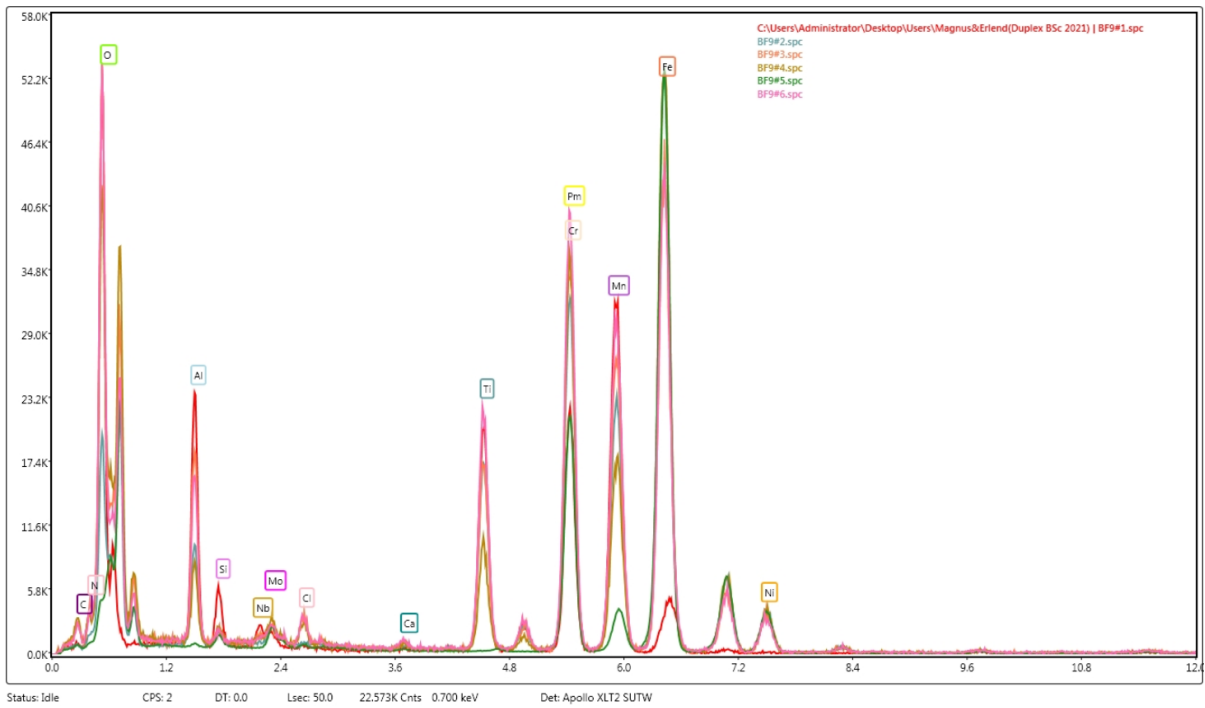
Tabell 4.8 viser gjennomsnittsmålingene tatt i hvert av de markerte områdene på Figur 4.16, samt Figur 4.18. Det samme gjelder Tabell 4.9, som hører til Figur 4.17 og Figur 4.19. Det er store forskjeller på både vektprosent og atomærprosent på hvert av bildene og tabellene som brukt. Det som derimot kan være sammenlignbart er silisium, klor, kalsium, krom, jern og nikkel fra hver av målingene.



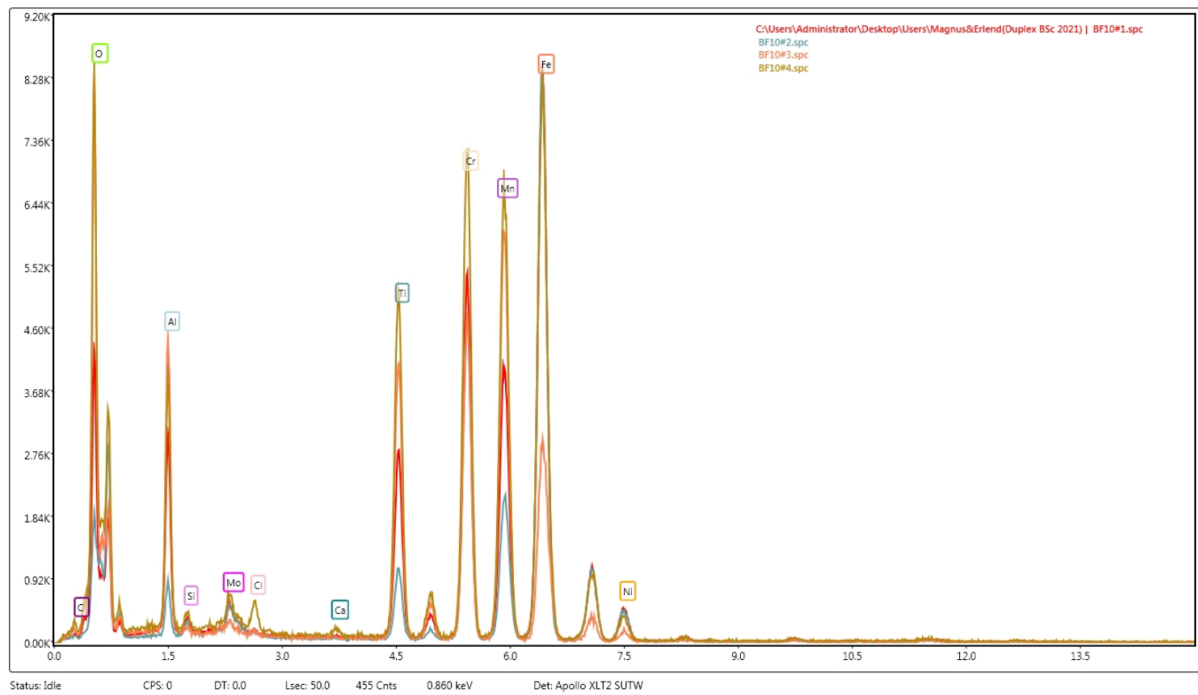
Figur 4.16: Målinger for A området. Det ble gjort seks målinger i dette bildet



Figur 4.17: Målinger for B området. Det ble gjort fire målinger i dette bildet

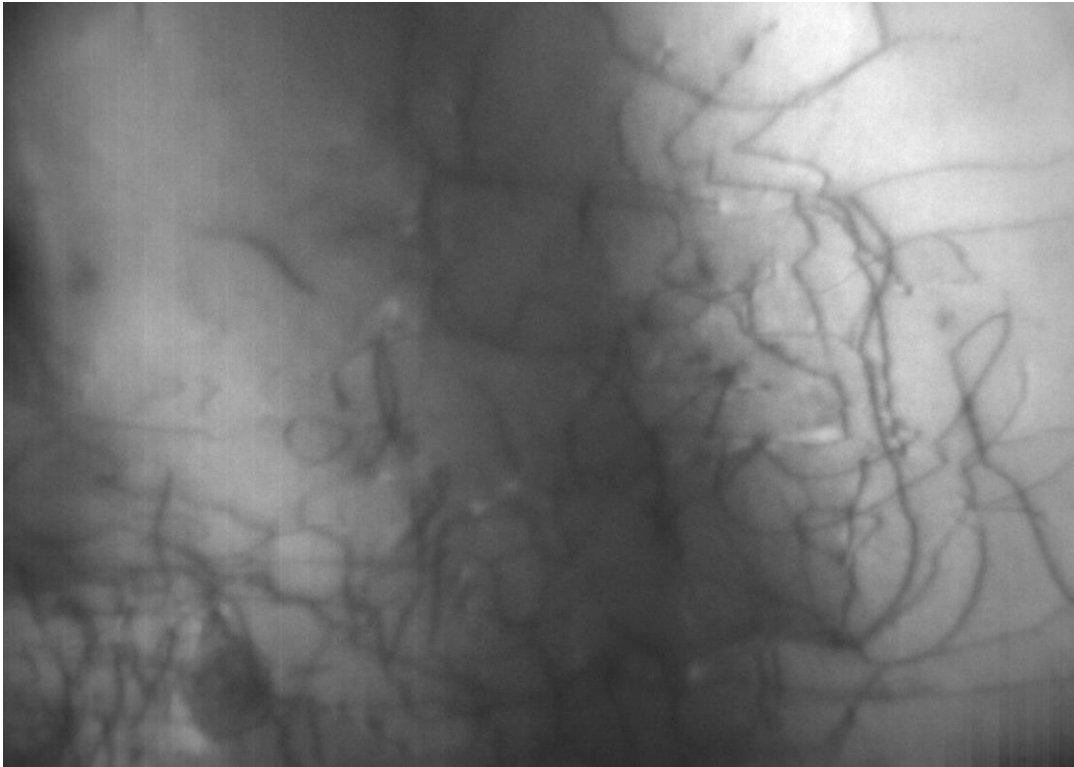


Figur 4.18: Graf for A området, alle målingene fra alle punktene markert på Figur 4.16

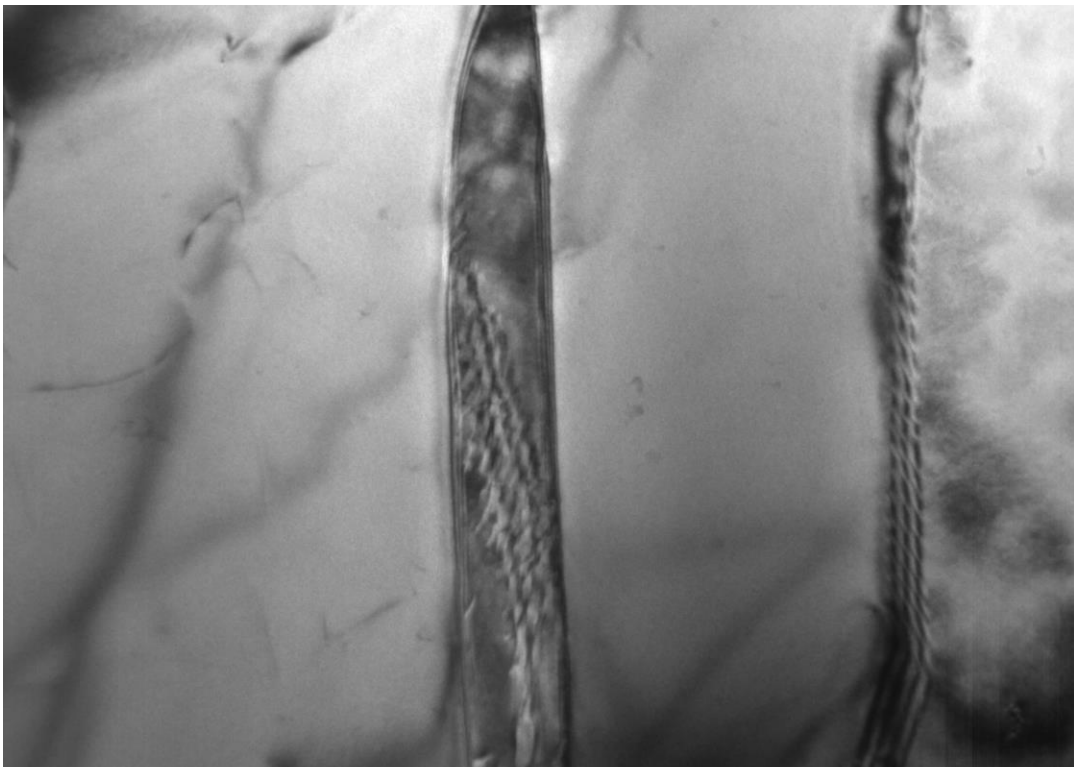


Figur 4.19: Graf for B området, alle målingene fra alle punktene markert på Figur 4.17

4.7 Dislokasjoner



Figur 4.20: Bilde 1 av dislokasjoner i TEM mikroskopet



Figur 4.21: Bilde 2 av dislokasjoner i TEM mikroskopet

5. Diskusjon

5.1 Mekaniske egenskaper

Det ble gjort strekktester for å vurdere materialets styrke og duktilitet. Normalt på byggeretningen er gjennomsnittsverdien av strekkfastheten $840 \text{ MPa} \pm 8.5 \text{ MPa}$ mens den i byggeretning er på $807 \text{ MPa} \pm 58.3 \text{ MPa}$. Materialet normalt på byggeretning har rundt 4 % høyere strekkfasthet enn materialet i byggeretning. Som nevnt i 2.1.1 blir 3D-printede materialer bygget opp av sammensmeltede sveisestrenger. En kraft vertikalt på strengene vil lettere bryte materialet enn en kraft horisontalt på. Den horisontale kraften vil fordele seg ut langs sveisestrengene. Dette gjør at kraften blir større før materialet går til brudd. Resultatet ligger innenfor normalområdet for 3D-printede materialer. For å kunne sammenligne test-resultater fikk vi tilsendt SINTEF-rapport laget på vegne av Nordic Additive Manufacturing (Appendiks C). Denne viser også en strekkfasthet på 835 og 838 MPa.

Ut fra gjennomsnittsverdiene ser man at strekkprøvene normalt på byggeretning har en flytegrense (0.2 %) på $631.5 \text{ MPa} \pm 40.6 \text{ MPa}$, mens den i byggeretning har $701.2 \text{ MPa} \pm 29.1 \text{ MPa}$. Det er 11 % høyere flytegrense for byggeretning. Dette viser en tydelig forskjell på elastisk/plastisk område for materialet normalt på byggeretning. Man kan også se at den prosentvise forlengelsen er 83 % høyere for prøvene tatt normalt på byggeretningen. Det tyder på at materialet i denne retningen tåler forlengelsen bedre enn i byggeretningen. SINTEF-rapporten (Appendiks C) viser en flytegrense (0.2 %) på 648 MPa og 658 MPa. For strekkprøvene gjort i denne rapporten ser vi at prøvene normalt på byggeretningen har høyest R_m , lavest $R_{p0.2}$ og største permanente forlengelse.

Prøvene A2, A4, D4 og D6 hadde brudd utenfor ekstensiometerets målområde. Bruddene oppsto trolig på grunn av svakheter i materialer. Årsaken kan være porer eller annen kjemisk sammensetning. Som man ser på Figur 4.2 er ingen av disse prøvene tatt fra kanten på materialet, hvor større opphopninger av porer og urenheter kan oppstå. Bruddflaten ble undersøkt, men det ble ikke funnet noen svakhetsmomenter. Ingen porer, sår eller skader ble oppdaget i bruddområdene på disse prøvene. Bruddene fra strekktestene var lite duktile. Dette kan fastslås på bakgrunn av at materialet hadde lite innsnevring rundt bruddflaten samt de små verdiene av den prosentvise forlengelsen av materialet.

Skårslagsprøving ble utført for å finne slagseigheten til materialet. Gjennomsnittsverdiene av målingene gjort av skårslagsprøvene viser en stor forskjell i prøvene tatt normalt på byggeretning mot prøvene tatt i byggeretning. Det ble avdekket mellom 80-100% økning i energimengde. Det er også tydelig at prøvenes resultater er noe varierende. Selv om man tar bort de laveste verdiene ser man uansett rundt 80 % økning i energimengde for å slå av prøvene normalt på byggeretning. Prøvene tatt ut normalt på byggeretningen har dermed en større slagseighet enn ved prøvene i byggeretning. Alle prøvene hadde fullstendige brudd og absorberte svært lite energi. Det var lite

plastisk deformasjon rundt selve bruddet. I tabell 4.6 ser man utregningen av % skjærbrudd. Man kan si at materialet er sprøtt. Bruddoverflatene ble inspisert og analysert, men man fant ingen årsak til de store forskjellene i verdi. Trolig har dette, på samme måte som ved strekkprøvene, skjedd på grunn av svakheter i materialet. Det kan også være feil i materialet (binde/sveisefeil), porer eller lignende som har vært årsaken til dette.

Hardhetstestene som ble gjort i oppgaven viste seg å være svært varierte. Tabell 4.1 viser gjennomsnittsmålingene av alle hardhetstestene. Gjennomsnittet av målingene tatt i bunnen og midten av klossen er høyere enn gjennomsnittet i toppen av klossen. Det samme ser vi i Figur 4.1, hvor de grønne og blå verdiene tydelig ligger høyere enn de røde. Toppen og midten av materialet har høyere verdier normalt på byggeretning (eksempelvis 271.8 ± 3.3 og 293.8 ± 6.1) enn for prøver tatt i byggeretning (eksempelvis 269.1 ± 4.1 og 277.1 ± 4.0). Mens det for bunnen er høyere verdier i byggeretning (301.0 ± 8.3) enn normalt på byggeretning (284.0 ± 6.4). Verdiene har så stor spredning at man ikke kan dra noen konklusjoner ut fra resultatene. Men materialet i midten og bunnen har den høyeste gjennomsnittlige hardheten. Noe som kan bety at materialet som har hatt en lavere avkjølingshastighet viser seg å være hardere enn materialet som har en raskere avkjølingshastighet. Både avkjølingshastighet og den resirkulerte varmepåvirkningen materialet blir utsatt for når laseren passerer vil påvirke hardheten. Dette kan være et resultat som kommer av avkjølingshastigheten og tiden materialet ble utsatt for ved høye temperaturområder.

Men spredningen i resultater gjør det vanskelig å gi en god konklusjon. Flere tester må tas i flere områder på klossen og i alle retningene. Årsaken til den store variasjonen i resultat kan komme som følge av porer, hardhetsforskjeller i austenitten og ferritten og varmepåvirkningen under printing. Det ble regnet ut en gjennomsnittsverdi for hele materialet fra Tabell 4.1 som gir en verdi på $282,7 \pm 11.1$ HV. For å sammenligne verdiene i hardhetstestene ble det tatt utgangspunkt i artikkelen «*Study of plasma nitriding and nitrocarburizing for higher corrosion resistance and hardness of 2205 duplex stainless steel*». Resultatene fra denne artikkelen viste en gjennomsnittsverdi på 370 ± 12 HV og 338 ± 15 HV. Til sammenligning ble verdiene i denne oppgaven på rundt 60-90 HV mindre enn referansen. Årsaken til dette kan være annen produksjonsmetode, avkjølingshastigheter eller hvor i mikrostrukturen hardhetstestene er tatt.

5.2 Utfellingene og dislokasjoner

På grunn av vedlikeholdsarbeid på SEM-mikroskopet, var det ikke mulig å gjennomføre en legeringsanalyse av materialet i SEM-mikroskopet i denne bacheloroppgaven. Det ble derfor brukt ett TEM-mikroskop til å gjøre denne analysen. Det ble regnet ut gjennomsnittsverdier fra alle

utfellingene i Figur 4.16 og Figur 4.17, som vist i Tabell 5.1. Gjennomsnittet av wt% krom i utfellingene regnet ut til 11.6wt %. Til sammenligning skal man i duplex-stål ligge på et kromnivå på rundt 20wt %. Vi ser også i tabell 5.1 at karbon, magnesium og nitrogen har større verdier i utfellingene enn pulveret. Mens krom, molybden og nikkel har mindre verdier enn pulveret. I tillegg ble det oppdaget flere grunnstoff i materialet som ikke skulle være til stede. Dette var forurensning i form av oksygen, titan, klor, kalsium og niob.

Tabell 5.1: Oversikt over den kjemiske sammensetningen til pulveret, og resultatene i TEM mikroskop av utfellingene

	C	Cr	Fe	Mn	Mo	N	Ni	P	S	Si
Pulver		21.0-			2.5-	0.08-	4.5-			
wt%	<0.030	23.0	Bal	<2.00	3.5	0.20	6.5	<0.030	<0.020	<1.00
Utfellinger	3.6 ±	11.6 ±	23.7 ±	8,7 ±	1.7 ±	2.2 ±	2.2 ±			1.2 ±
wt%	2.8	1.8	2.0	2.7	1.1	3.1	0.4			0.0

TEM-mikroskopet ble også brukt for å finne dislokasjoner i duplex-stålet. Noen dislokasjoner ble funnet, som vist i Figur 4.20 og Figur 4.21. Det ble også funnet noen dislokasjoner på andre steder i materialet, men disse bildene viste flest ansamlinger av dislokasjoner. Det var ingen unormalt store mengder dislokasjoner synlig på bildene som ble tatt i TEM-mikroskopet. På Figur 4.21 kan det se ut som skruedislokasjoner i materialet mens Figur 4.20 er vanskelig å fastslå noe annet enn at man ser en opphopning av dislokasjoner.

5.3 Faseandel

Resultatene som kom i fra faseanalysene fra Tabell 4.7 etter lysmikroskopet, viste betydelige variasjoner i målingene. I midten av materialet var målingene i byggeretning gunstige, og lå på 49.22 % austenitt og 50.78 % ferritt. Når det gjelder målingene normalt på byggeretning i midten av materialet, så man en mye større variasjon på 32.54 % austenitt, og 67.46 % ferritt. Det kan ikke foretas en konklusjon basert på disse målingene. Bruken av ImageJ og Stream Essentials til faseanalysene hadde sine utfordringer, som kan ha påvirket disse resultatene.

Når toppen og bunnen av materialet sammenlignes med midten av materialet i byggeretningen, konstateres store forskjeller. Toppen av materialet har en fasefordeling som har en differanse på rundt 5-6 %, mens bunnen av materialet har en fasefordeling opp mot 14-15 %. Det som er sikkert, er at avkjølingshastigheten og varmepåføringen fra 3D-printingen kan ha påvirket disse verdiene. Siden bunnen av selve materialet har vært utsatt for høy temperatur over lenger tid enn det både

midten og toppen av materialet har, vil det oppstå forskjeller i fasene. Tilsvarende gjelder toppen av materialet. Siden denne har vært utsatt for den samme temperaturen over kortere og har hatt en større avkjølingshastighet, vil det være forskjeller i fasene. Siden det er en større andel ferritt i begge retningene tatt fra både bunnen og toppen, tyder dette på at enten materialet har 1) vært utsatt for høy temperatur i en for lang tidsperiode, for deretter å bli bråkjølt, eller 2) for høy temperatur i en for kort tidsperiode, for deretter å bli bråkjølt (se Figur 2.4). Fra Figur 4.10 og Figur 4.11 er det mulig å se forskjellene på fasene tydelig.

Faseanalysene tatt normalt på byggeretning er mindre systematiske. Det er derfor vanskelig å trekke noen konklusjoner basert på disse resultatene. Gjennomsnittsverdien for faseandelen til stålet var $41.08 \% \pm 6.25 \%$ austenitt, og $58.92 \% \pm 6.25 \%$ ferritt. Det ble heller ikke oppdaget noen sigma- eller kromnitrider i selve materialet. Det tyder på at varmebehandlingen og avkjølingshastigheten fra selve LMD printe-metoden har vært vellykket i den grad at sekundærfaser ikke har oppstått. På bakgrunn av at det ikke ble avdekket noen tegn på de nevnte fasene, ble det tatt en beslutning om å ikke foreta etsning eller forsøk på å få frem disse fasene. Det ble heller ikke oppdaget store mengder porer i noen av lysmikroskopbildene. I Sintef rapporten lå faseandelen ferritt ved bunnen på 63 %, midten 53 %, og ved toppen på 49 %.

I undersøkelsene gjort i denne oppgaven ble det ikke oppdaget sigma-faser i materialet. I vedlagt SINTEF rapport er det heller ikke funnet sigma-faser i duplex-stålet produsert med LMD-metoden.

6. Konklusjon

Materialet som ble utlevert til oppgaven hadde en faseandel på $58.92 \% \pm 6.25 \%$ ferritt og $41.08 \% \pm 6.25 \%$ austenitt. Faseandelen ligger noe utenfor den gunstige 50/50 faseandelen som duplex-stålet ideelt skal ha. Det ble ikke oppdaget noen sigma-fase eller kromnitrider i materialet. Det ble heller ikke oppdaget store andeler porer i lysmikroskopbildene. Diffraksjonsbildene fra TEM-mikroskopet verifiserte BCC - og FCC krystallstruktur i materialet, som ga en bekreftelse på ferrittisk og austenittisk mikrostruktur. Her ble det heller ikke oppdaget store mengder dislokasjoner eller store mengder utfellinger. Utfellingene hadde som forventet en annen kjemisk sammensetning enn pulveret.

De mekaniske undersøkelsene til materialet ga en bekreftelse på at strekkfastheten var større normalt på byggeretning ($840.3 \text{ MPa} \pm 8.5 \text{ MPa}$), enn i byggeretning ($807.0 \text{ MPa} \pm 58.3 \text{ MPa}$). Den prosentvise forlengelsen var 83 % høyere på prøvene tatt normalt på byggeretningen. Basert på både skårslagstesting og strekktesting kan det bekreftes at materialet er lite duktilt. I skårslagstesting hadde materialet en økning på 80 % i energimengde for å slå av prøvene normalt på byggeretning, kontra i byggeretning.

Hardheten til materialet hadde en gjennomsnittsverdi på $282.7 \pm 11.1 \text{ HV}$ på alle målingene gjennomført i de forskjellige retningene og lokasjonene til materialet.

Dersom man endrer avkjølingshastigheten eller varmeprosessen til printe-metoden, vil man også trolig endre de mekaniske egenskapene til materialet. Dette kan påvirke strekkfastheten, flytegrensen og duktiliteten til materialet. Det kan også endre faseandelen til en gunstigere fordeling med ferritt og austenitt. For å verifisere undersøkelsene i denne oppgaven ville det vært naturlig å gjennomføre en legeringsundersøkelse ved hjelp av SEM-mikroskopet, som ville gitt en mer nøyaktig måling for de kjemiske sammensetningene i utfellingene. Det ville også vært naturlig med å foreta flere strekktester og flere skårslagsprøver for å få et mer normalfordelt standardavvik. Man kunne også tatt flere bilder av mikrostrukturen og variert etsningen for å få bedre målinger av fasefordelingen i materialet.

7. Referanser

- Callister, W. D., & Rethwisch, D. G. (2015). *Materials Science and Engineering* (9. utg.). Wiley.
- Chua, C. K., & Leong, K. F. (2014). *3D printing and additive manufacturing: Principles and applications*. World Scientific Publishing.
- ELEKTRONMIKROSKOPI. (2001). NTNU. <https://folk.ntnu.no/bstokke/Sif4070/EMLab.pdf>
- Gebhardt, A., & Hotter, J.-S. (2016). *Additive manufacturing: 3D printing for prototyping and manufacturing*.
- Gunn, R. N. (1997). Duplex Stainless Steels. I *Microstructure, properties and applications* (s. 203). Abington Publishing Ltd.
- Helping, L., & Sun, H. (2015). *Analysis of Chi Phase Precipitation in Aged 2205 Duplex Stainless Steel*. Wuhan University of Technology-Mater.
- Hjelen, J. (1989). *Scanning elektron-mikroskopi*. Metallurgisk institutt, NTH. <https://www.nb.no/nbsok/nb/4103cf534b134a2f8edceb208f901e0d?index=1#5>
- H.S. Khatak, & Raj, B. (2002). Corrosion of Austenitic Stainless Steel, Mechanism, Mitigation and Monitoring. I *Corrosion of Austenitic Stainless Steels* (s. 385). Woodhead Publishing Limited.
- IMOA. (2014). *Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steel*. International Molybdenum Association (IMOA). <https://www.imoa.info/molybdenum-uses/molybdenum-grade-stainless-steels/architecture/structural-duplex-stainless.php>
- Knyazeva, M., & Pohl, M. (2013). *Duplex Steels. Part II: Carbides and Nitrides*.
- Li, H., & Fan, G. (2015). *Austenite Transformation Behaviour of 2205 DuplexStainless Steels under Hot Tensile Test*. steel research. <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/srin.201400032>
- Linder, J. (2018). *Metastabil*. Store Norske Leksikon. <https://snl.no/metastabil>
- Linder, J. (2019). *Elektronmikroskop*. Store Norske Leksikon. <https://snl.no/elektronmikroskop>
- M. Cobb, H. (2010). *The History of Stainless Steel, The life of Harry Brearley (1871-1948)**. ASM International. <https://www.ornaverum.org/reference/pdf/031.pdf>
- Nordic Additive Manufacturing. (2021). *Nordic Additive hjemmeside*. <https://www.nordicadditive.no/lmd>
- Outokumpu. (2021). *History of duplex stainless steel*. outokumpu. <https://www.outokumpu.com/en/expertise/2020/duplex-90-years/history-of-duplex-stainless-steel>
- Ramirez, A. J., Brandi, S. D., & Lippold, J. C. (2001). *STUDY OF SECONDARY AUSTENITE PRECIPITATION BY SCANING ELECTRON MICROSCOPY*. Acta Microscopia. https://www.researchgate.net/publication/305041340_Study_of_secondary_austenite_precipitation_by_scanning_electron_microscopy
- Skaar, J. (2020). *Mikroskop*. Store Norske Leksikon. <https://snl.no/mikroskop>
- Standard Norge. (2005). *Metalliske materialer Vickershardhetsmåling Del 1: Prøvmingsmetode (ISO 6507-1:2005)*. Standard Norge.

Standard Norge. (2016). *Metalliske materialer Charpy-skårslagprøving Del 1: Prøvningsmetode (ISO 148-1:2016)*. Standard Norge.

Standard Norge. (2019). *Metalliske materialer Strekkprøving Del 1: Prøvningsmetode (ISO 6892-1:2019)*. Standard Norge.

Swapp, S. (2021). *Scanning Electron Microscopy (SEM)*. University of Wyoming. https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html

Tandberg, C., & L. Krogness, M. (2021). *Mikroskop og Stereolupe*. Universitetet i Oslo. <https://www.mn.uio.no/ibv/om/skolelab/kompendier/mikroskopi-og-stereolupe.pdf>

Westby, L., & Dahle, N. (2020). *Sintef Control Report MTL-2020-1518* (0.5, Document no: 902001872). Sintef.

Zhang, M., & Zhang, F. (2015). *Effect of cooling process on the formation of duplex microstructure in Zr-2.3Nb alloy*. Elsevier.

Ramirez , & Lippold. (2002) *The Relationship between Chromium Nitride and Secondary Austenite Precipitation in Duplex Stainless Steels*. <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s11661-003-0304-9.pdf>

Alphonsa, J., & Raja, V.S. (2015) *Study of plasma nitriding and nitrocarburizing for higher corrosion resistance and hardness of 2205 duplex stainless steel*.

SpringerLink. (2021). <https://link.springer.com/article/10.1007/s40194-018-0590-x/figures/1>

Wikipedia. (2021). https://en.wikipedia.org/wiki/Crystal_structure

Scielo. (2015). <https://www.scielo.br/pdf/mr/v18n3/1516-1439-mr-18-3-489.pdf>

ResearchGate. (2007). https://www.researchgate.net/figure/TTT-Transformation-Time-Temperature-diagram-for-three-different-austenitic-ferritic_fig1_255738900

Gordonengland. (2021). <https://www.gordonengland.co.uk/hardness/vickers.htm>

Manufacturingguide. (2021). <https://www.manufacturingguide.com/en/charpy-impact-test>

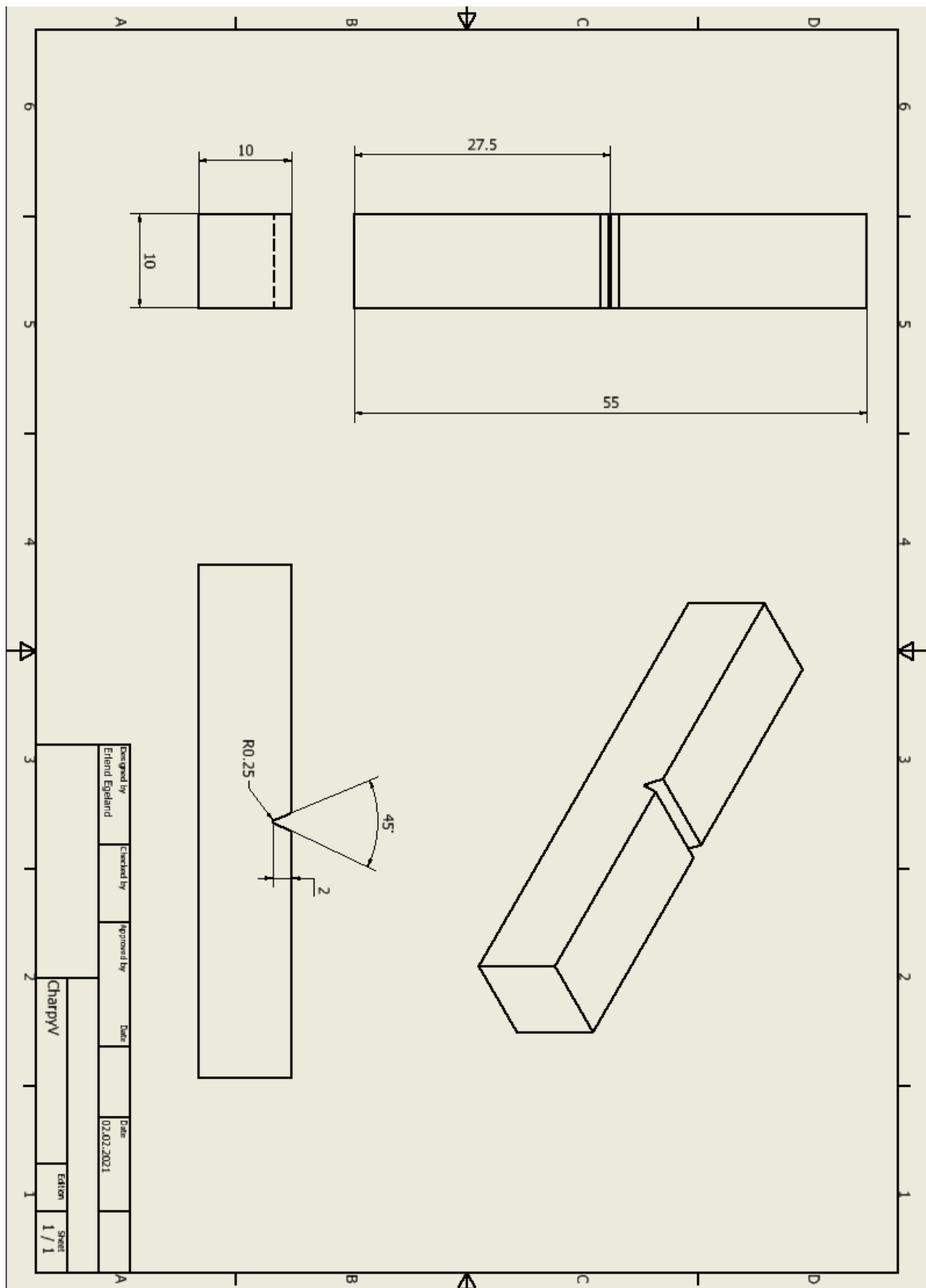
Indepthinfo. (2021). <http://www.indepthinfo.com/microscopes/compound.htm>

Technologynetworks. (2020). <https://www.technologynetworks.com/analysis/articles/sem-vs-tem-331262>

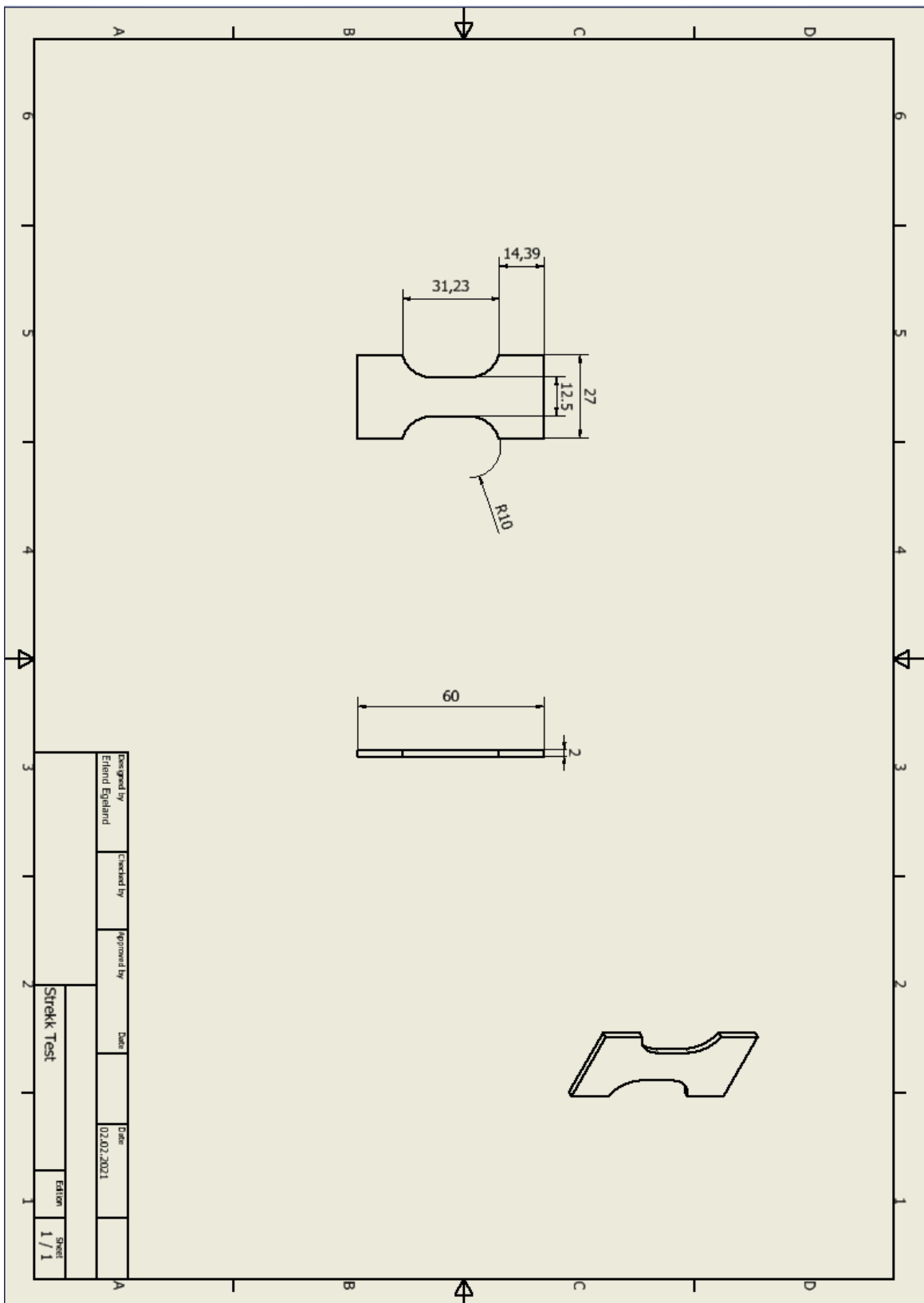
Careton. (2021). https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/electroninteractions.html

Texample. (2021). *Transmisjonselektronmikroskop*. <https://texample.net/media/tikz/examples/PDF/transmission-electron-microscope.pdf>

Appendiks A Tegninger



Figur A.1: Tegning for skårslagsprøvene, tegnet i Inventor



Figur A.2: Tegning for strekktestene, tegnet i Inventor

Appendiks B Resultater

Tabell B.1: Hardhetsresultater toppen av 3D-printet kloss

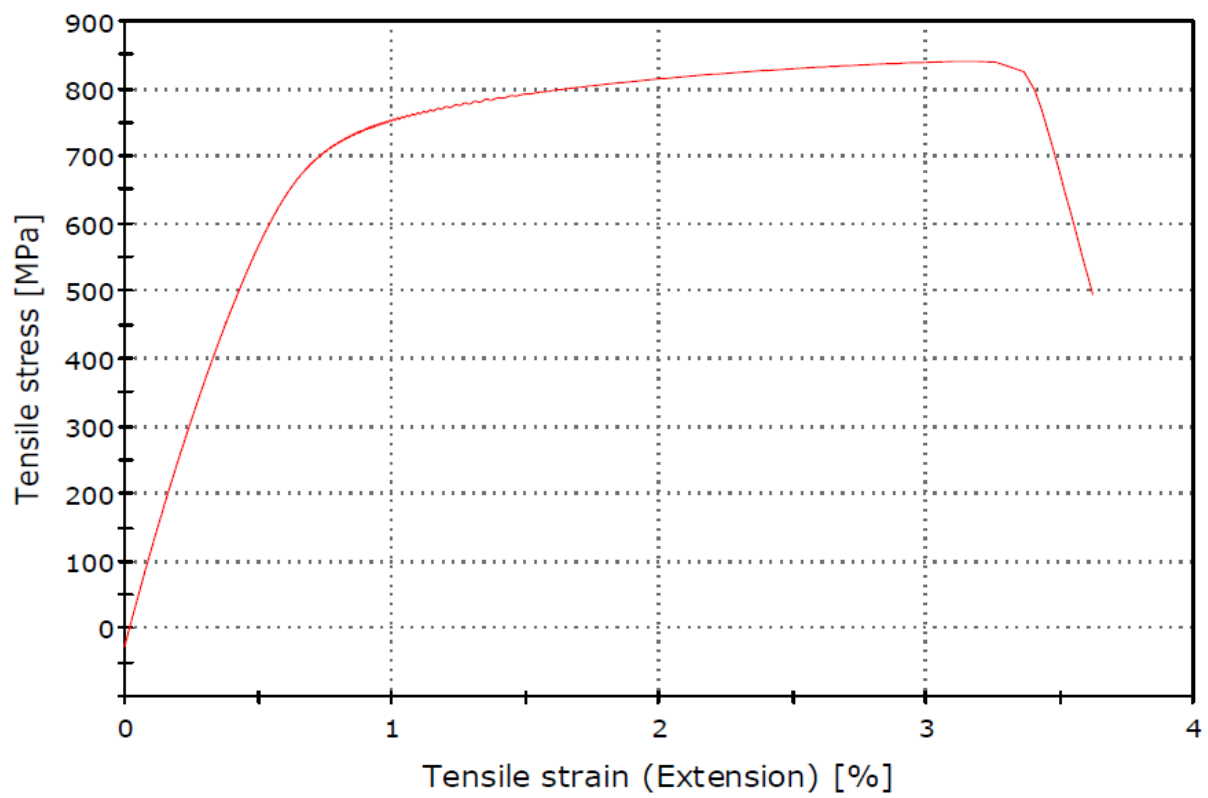
Måling	x-retning	y-retning	z-retning
1.	274.0	279.1	270.4
2.	274.5	280.4	266.5
3.	268.3	281.1	266.5
4.	273.6	276.8	269.6
5.	268.2	276.1	270.4
6.	271.0	281.1	272.8
7.	268.5	274.3	277.9
8.	268.3	281.3	267.0
9.	274.2	272.4	264.8
10.	277.1	280.6	264.9
Gjennomsnitt	271.8	278.3	269.1

Tabell B.2: Hardhetsresultater midten av 3D-printet kloss

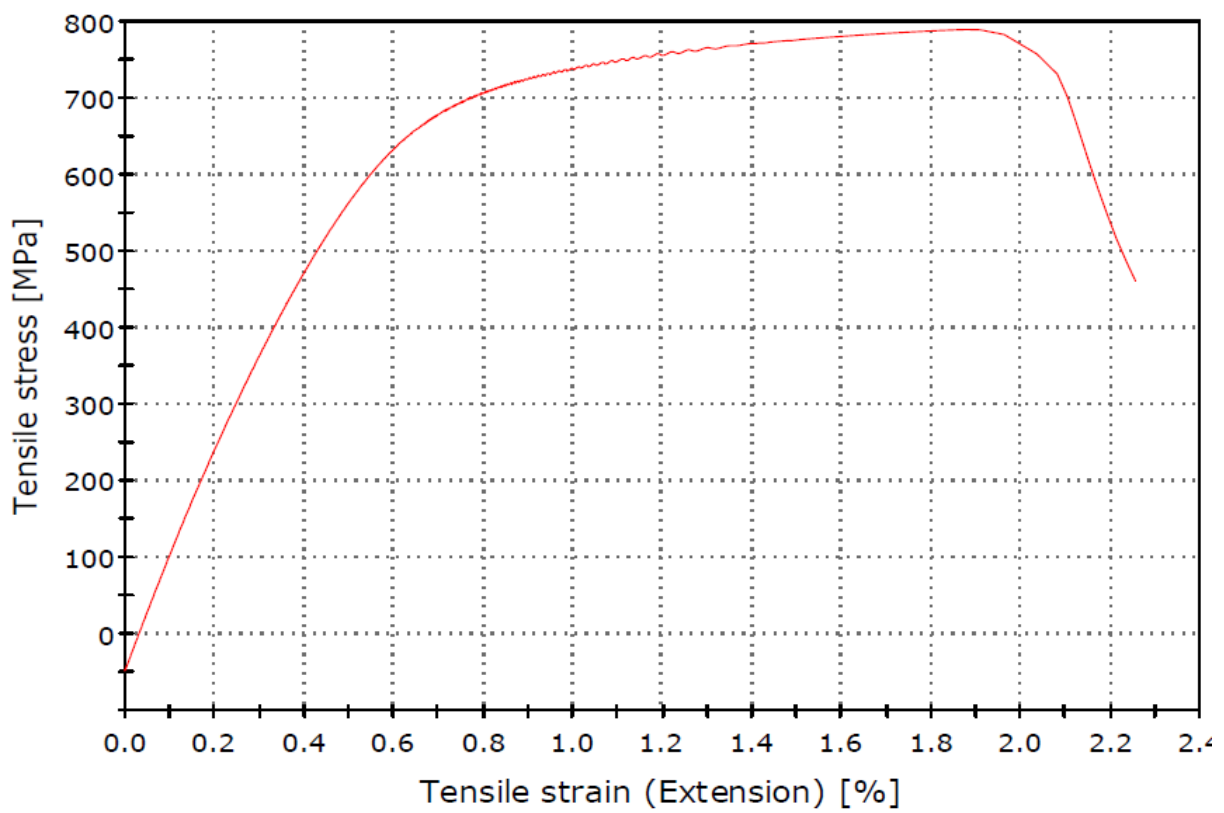
Måling	x-retning	y-retning	z-retning
1.	293.7	291.8	278.6
2.	291.3	293.8	273.9
3.	302.3	294.5	278.7
4.	300.7	294.1	271.9
5.	287.6	293.1	276.1
6.	286.1	298.8	283.5
7.	290.1	293.5	276.8
8.	303.2	289.3	283.5
9.	290.9	291.7	275.3
10.	292.0	294.6	272.8
Gjennomsnitt	293.8	293.5	277.1

Tabell B.3: Hardhetsresultater bunnen av 3D-printet kloss

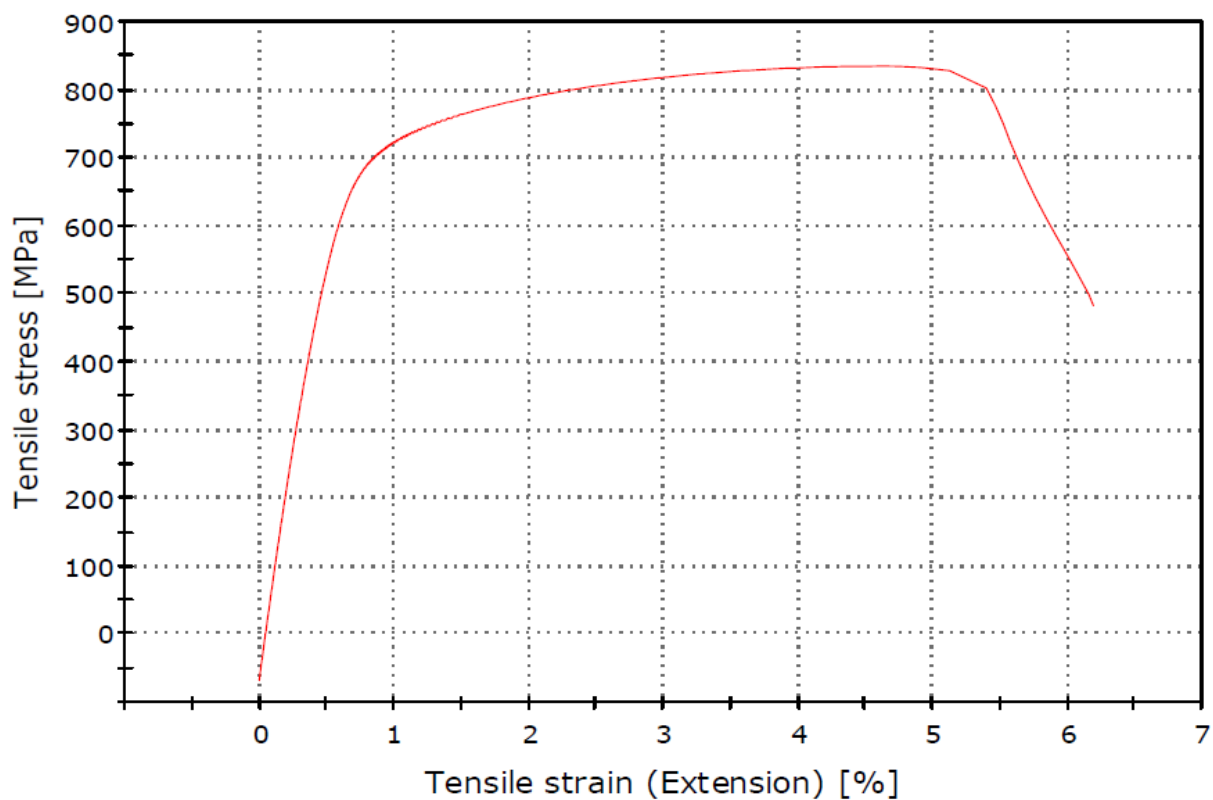
Måling	x-retning	y-retning	z-retning
1.	285.3	275.0	306.4
2.	283.8	278.2	306.8
3.	284.4	280.2	292.9
4.	289.0	268.4	295.9
5.	291.6	278.2	306.7
6.	293.6	271.7	308.2
7.	280.4	276.3	313.0
8.	278.7	269.8	299.8
9.	281.4	274.5	291.1
10.	271.8	280.8	289.3
Gjennomsnitt	284.0	275.3	301.0



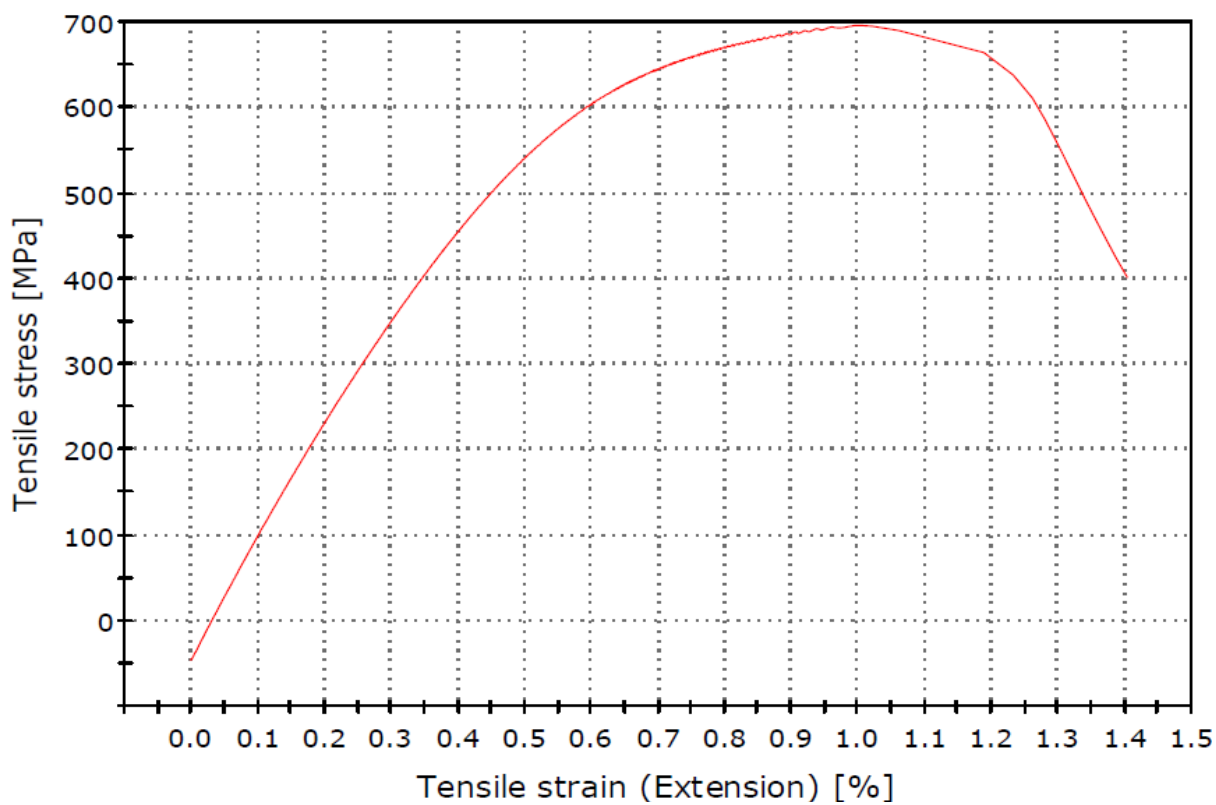
Figur B.1: Strekkprøve A1



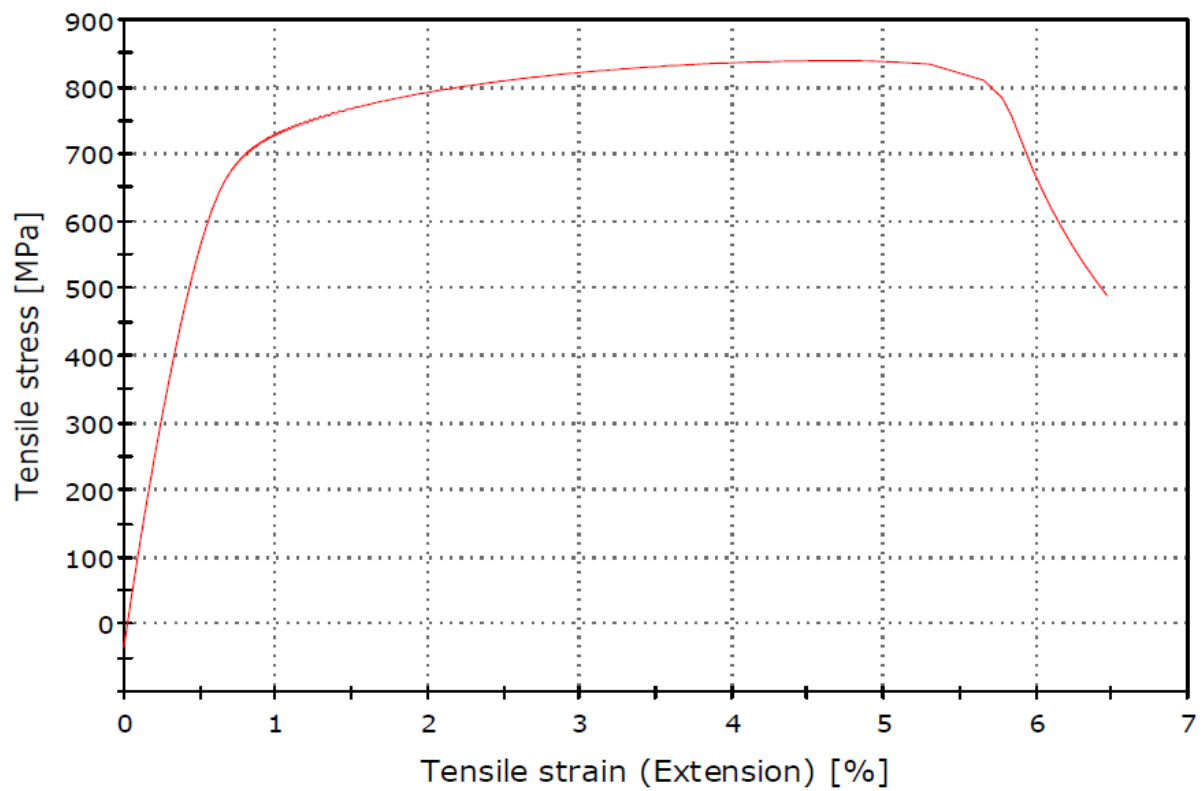
Figur B.2: Strekkprøve A2



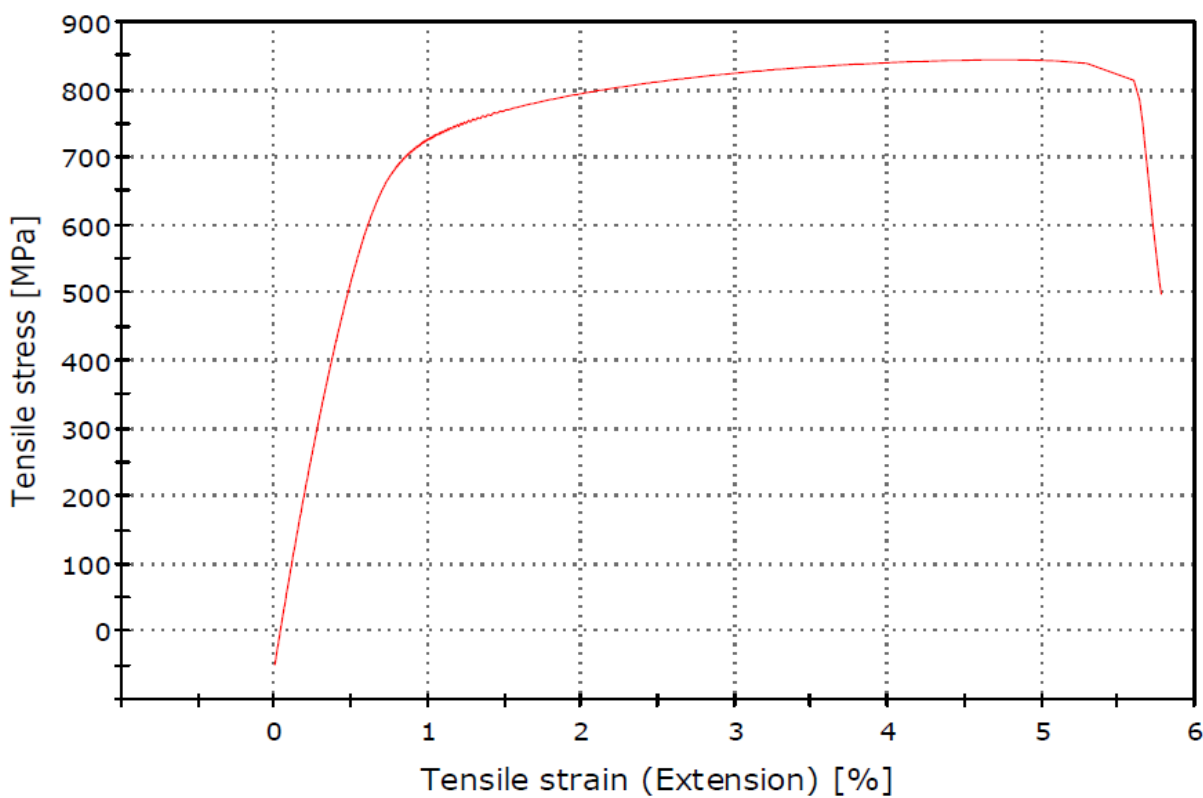
Figur B.3: Strekkprøve A3



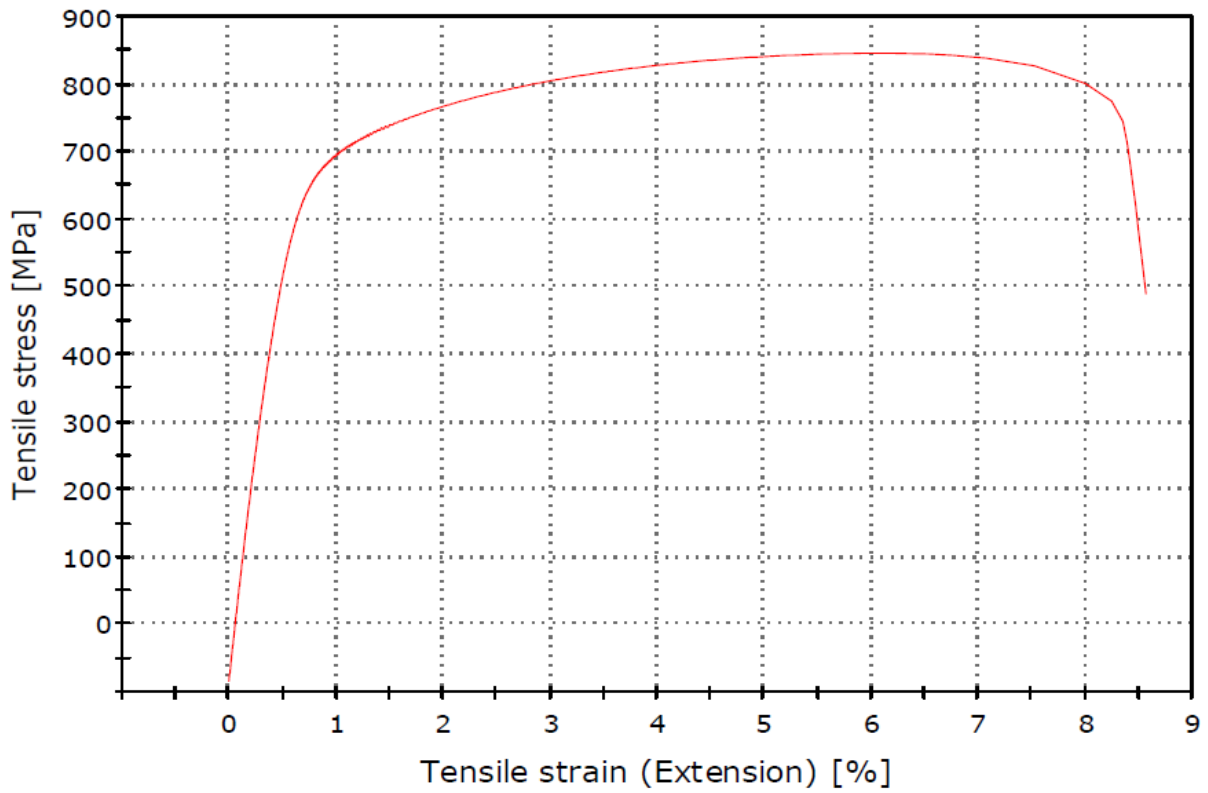
Figur B.4: Strekkprøve A4



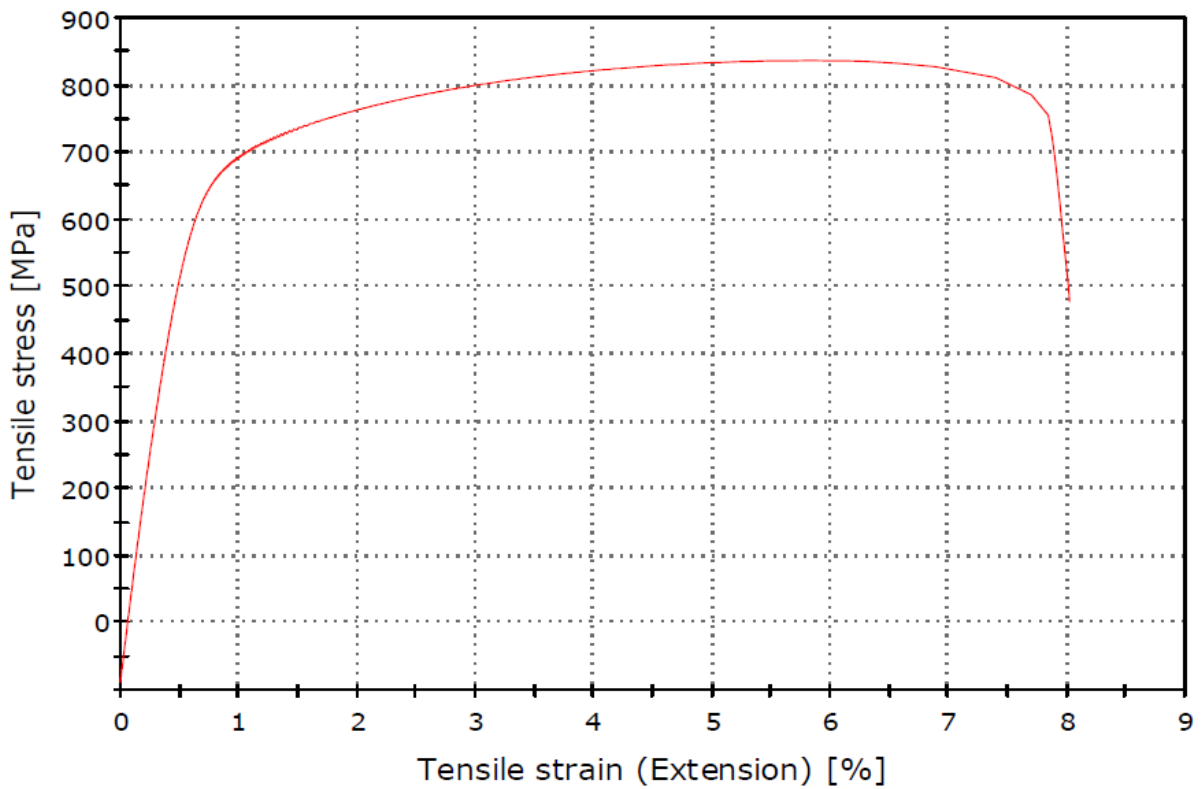
Figur B.5: Strekkprøve A5



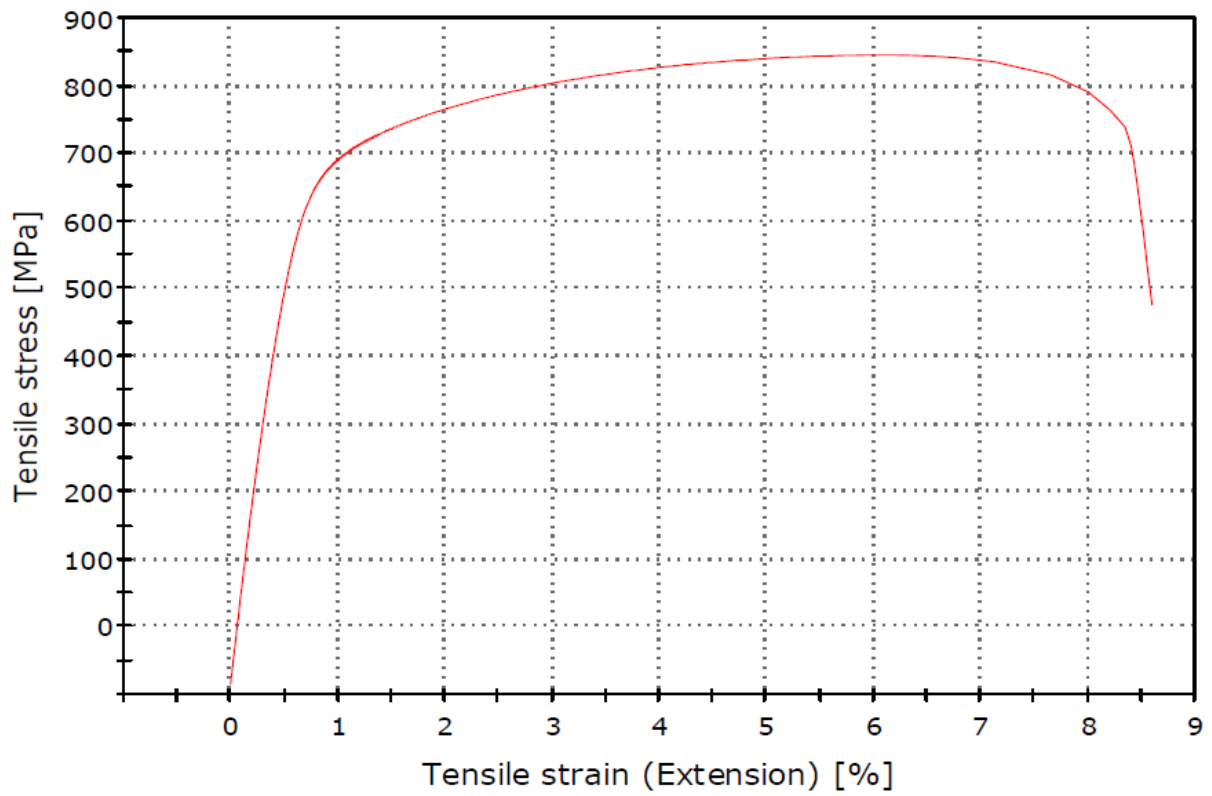
Figur B.6: Strekkprøve A6



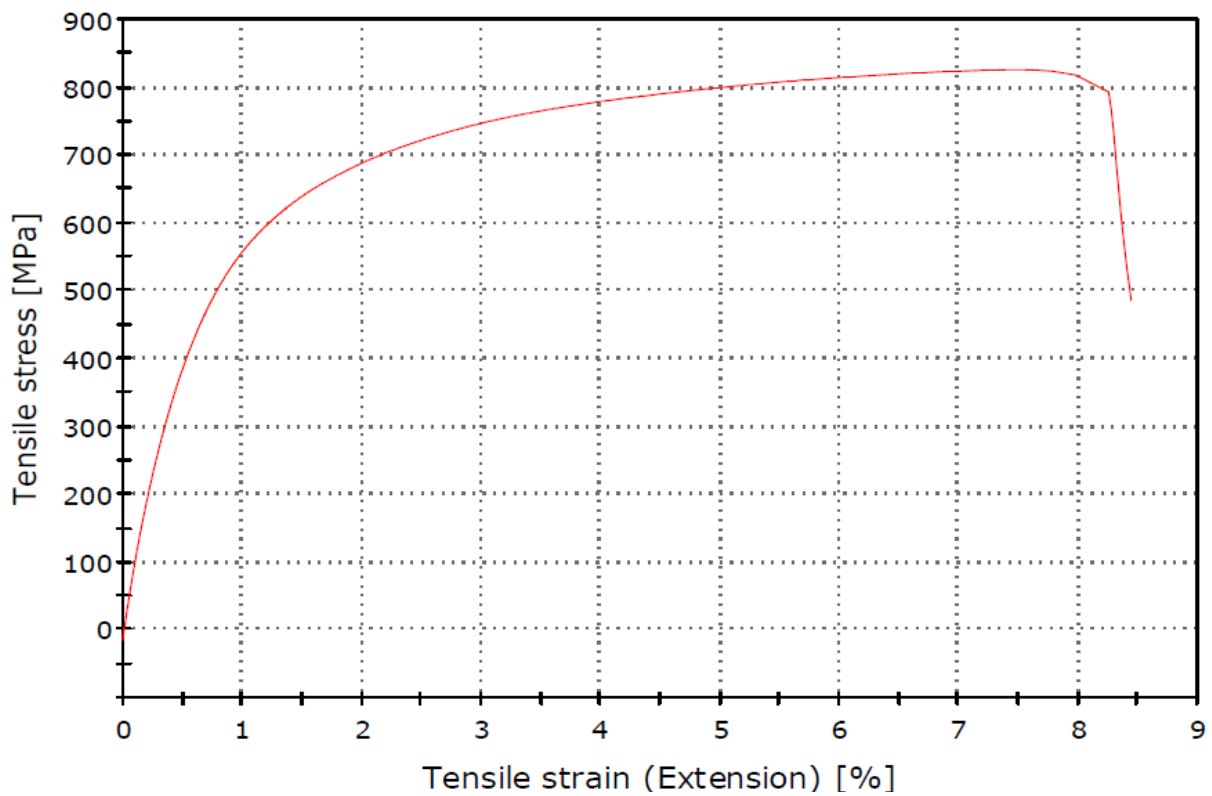
Figur B.7: Strekkprøve D1



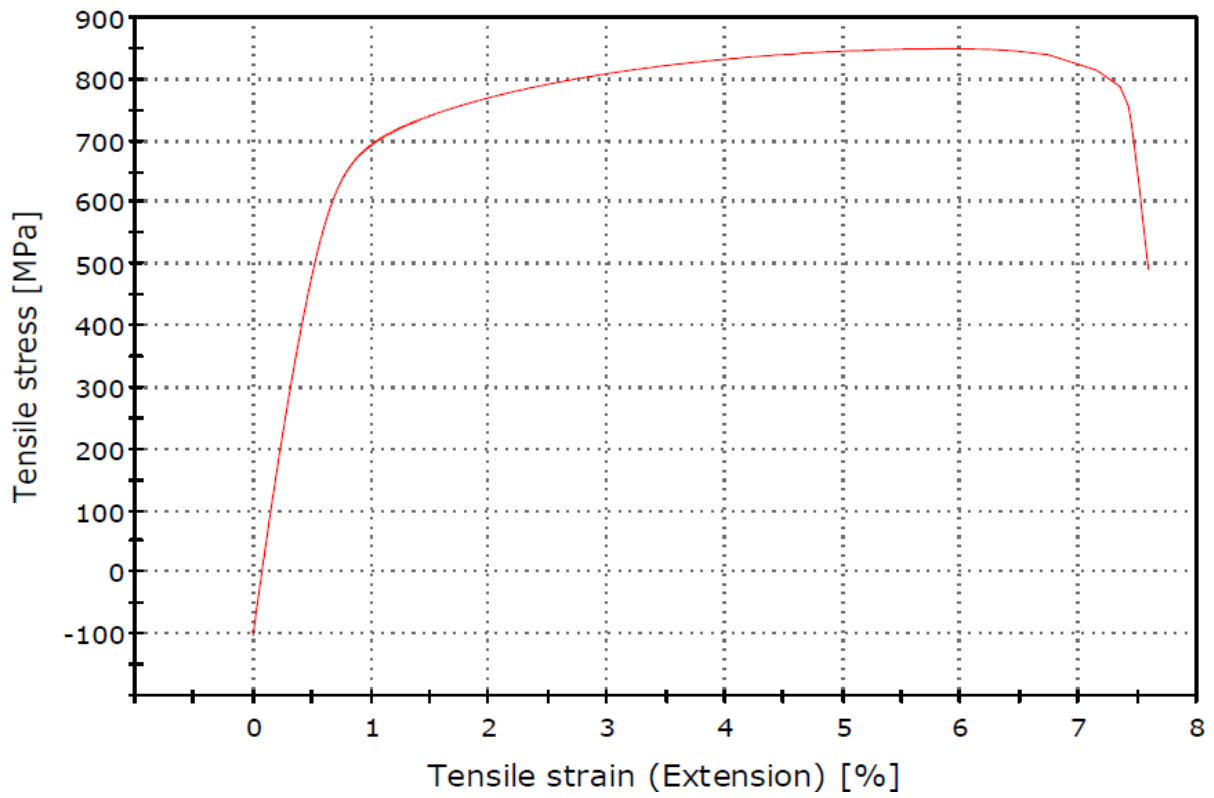
Figur B.8: Strekkprøve D2



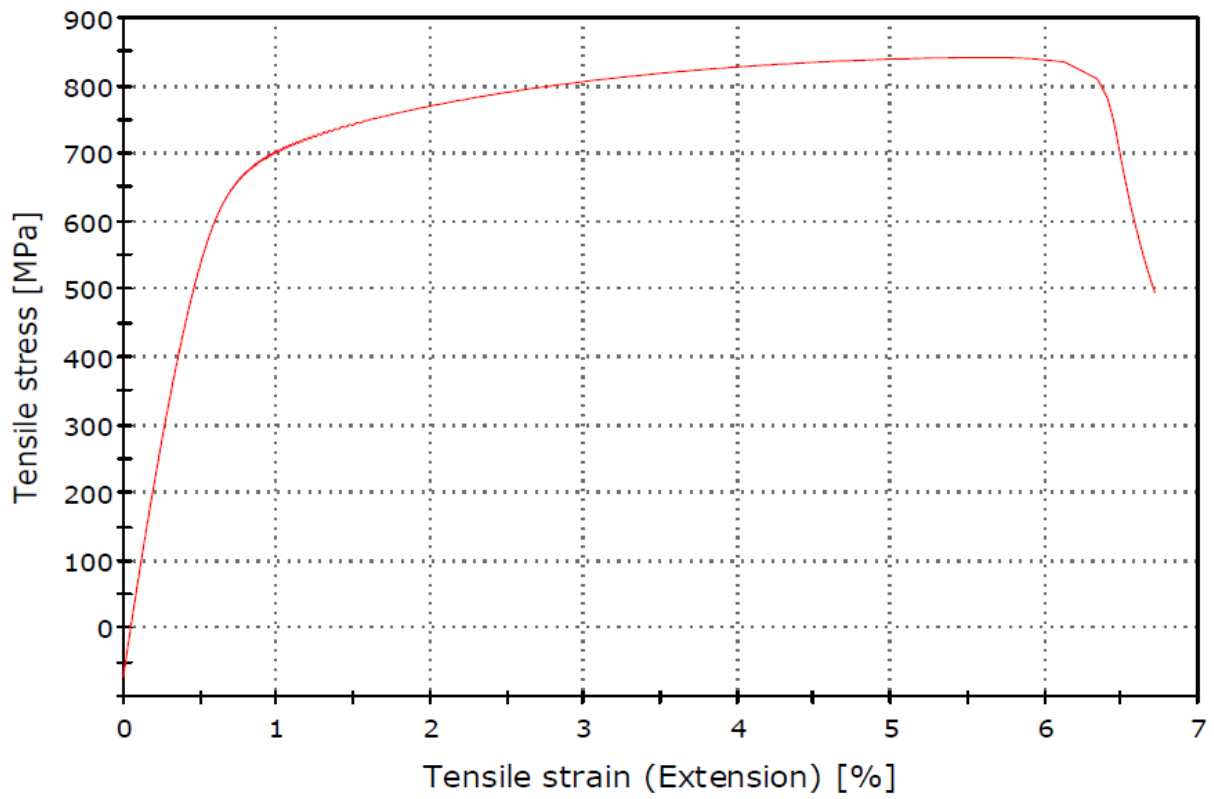
Figur B.9: Strekkprøve D3



Figur B.10: Strekkprøve D4



Figur B.11: Strekkprøve D5



Figur B.12: Strekkprøve D6

Appendiks C Sintef rapport

MTL-2020-1518 Version: 0.5



Control Report MTL-2020-1518			
Document no	Version:	Replace:	Customer:
902001872	0.5		Nordic Additive Manufacturing AS
Prepared by:		Customer reference:	
Westby, Lars, Dahle, Nora		Req./Order no:	
Approval Date:		Instruction no:	
		Order date:	
Approved by:		Ordered by:	
Lars Westby, Laboratory Engineer		Name:	
		E-mail:	
		Phone:	
Distribution of report:			

INTRODUCTION

SINTEF has received one additive built block in a duplex alloy,; ASTM A182 type F51.

Tests performed as built (not heat treated):

- Mechanical testing: Hardness and tensile tests (x2). Page 2
- Ferritoscope analysis Page 4
- Microstructure: Light microscopy and SEM Page 4
- Chemical analysis Page 10
- Additional evaluation: 3-D microscopy of surfaces Page 11
- Summary Page 12
- Appendix: Certificate of powder Page 13

SPECIMEN INFORMATION/TEST METHODS

Customer information	SRM ID / info	Standard:	Internal method:	Test instr./method +
		ASTM E8/E8M-16a	Metode 8, Akkreditert	Zwick z250
		NS-EN ISO6506-1:2014	Metode 3, Akkreditert	Duramin HBW 2,5/187,5

The test results only relate to the items tested. The test report in itself represents or implies no product approval. The uncertainty budget of the test method(s) will be presented on inquiry. This report must neither be translated in extracted or abbreviated form prior to receiving approval from SINTEF Manufacturing AS. The rest material and tested specimens will be removed 1 month after date of issued report if not otherwise requested by the customer. SINTEF Manufacturing laboratories are accredited according to EN ISO / IEC 17025 within the following methods: Tensile test, EN ISO 6892-1 and ASTM E8/E8M. Hardness Measurement, EN ISO 6506-1, ISO 6507-1 and EN ISO 6508-1 scale C

SINTEF Manufacturing
Box 163
N-2831 RAUFOSS

Telephone
+47 40 00 10 11

Enterprise/VAT No
NO882774562MVA

Page 1 of 13

RESULTS

Tensile test:

Table 1. Mechanical properties.

Nr	identification	S0 mm ²	L0 mm	Rp 0,2 MPa	Rm MPa	Ag %	A %	HB	(Z) %
1	1*	49,88	39,85	658	835	8,7	9,0	244	14
2	2	49,83	39,83	648	838	11,2	16,1	234	22

**Fractured outside the range of the extensometer, part of the elongation not registered.*

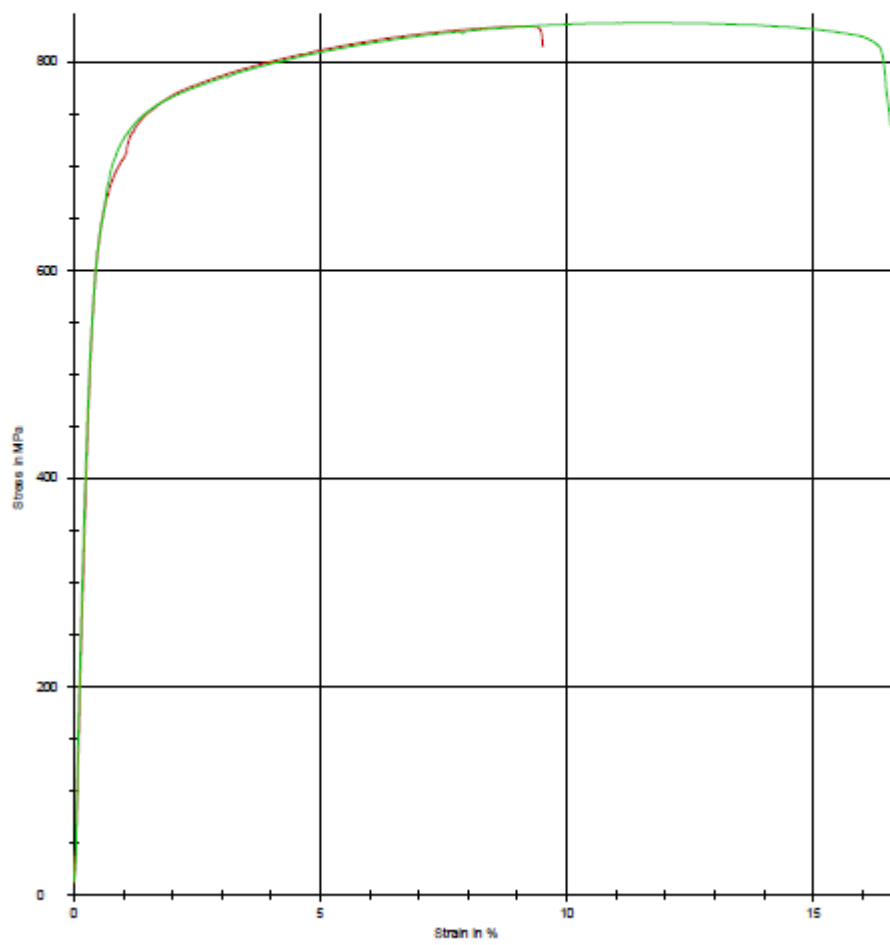


Figure 1. Stress/strain.

MEASUREMENT UNCERTAINTY

Tensile test	Symbol	Unit	Standard uncertainty [%]	Expanded uncertainty k=2 [%]
Percentage reduction area	Z	%	8,0	16,0
Elongation after fracture	A	%	0,8	1,7
Upper Yield strength	R _{uH}	MPa	0,5	1,0
Lower Yield strength	R _{eL}	MPa	0,5	1,0
Tensile strength	R _m	MPa	0,5	1,0
Proof strength, plastic extension	R _p	MPa	0,9	1,9

Hardness test		Expanded uncertainty k=2 (95% confidence)	
Machine	Method	U _{reference}	Combined with the value of the reference block [%]
Duramin	HBW2,5/187,5	3,52	6,1

Ferritoscope analysis

One grinded part of the block was analyzed with a calibrated Fischer ferritoscope.

Results:

Near bottom of the block: 63% ferrite

Middle of the block: 53% ferrite.

Near top of the block: 49% ferrite.

Microstructure

Microstructure was examined in both heads of tensile test specimen no. 1.



Light microscopy

Porosity

The density of porosity in the two samples, as polished, are shown in Fig. 3 and 4. No measurements of size nor area fraction of porosity have been performed.

Precipitation

One type of precipitate was observed on as polished samples. The precipitate is shown in Fig. 5. The precipitates are about 10 μm in size and the density of these particles is about $1/\text{mm}^2$. The chemical composition was analyzed in SEM and the results are given later in this report.

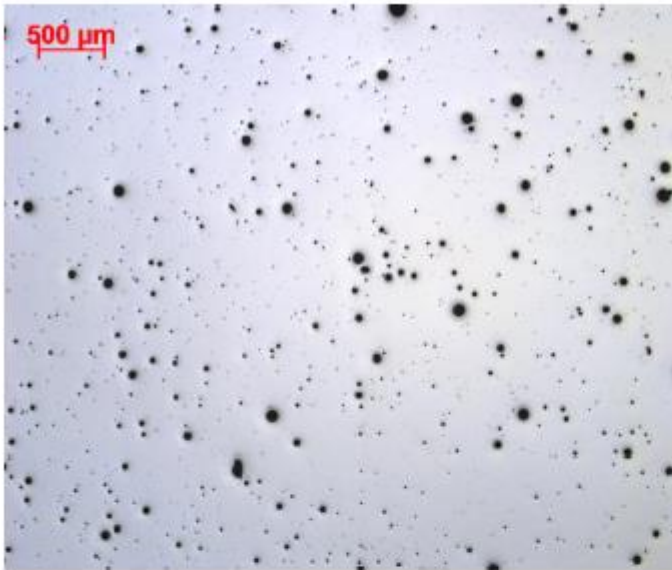


Figure 3. Porosity in sample 1. 25X.

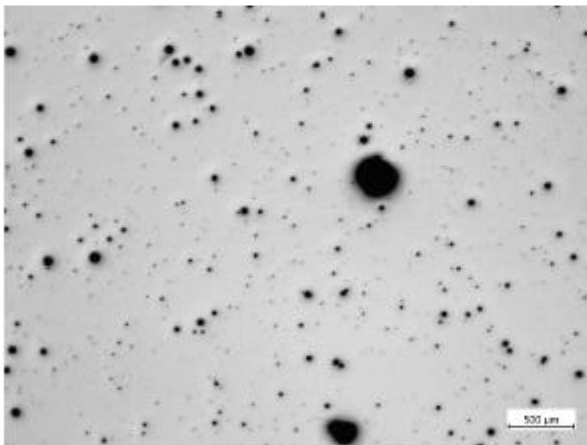


Figure 4. Porosity in sample 2. 25X.

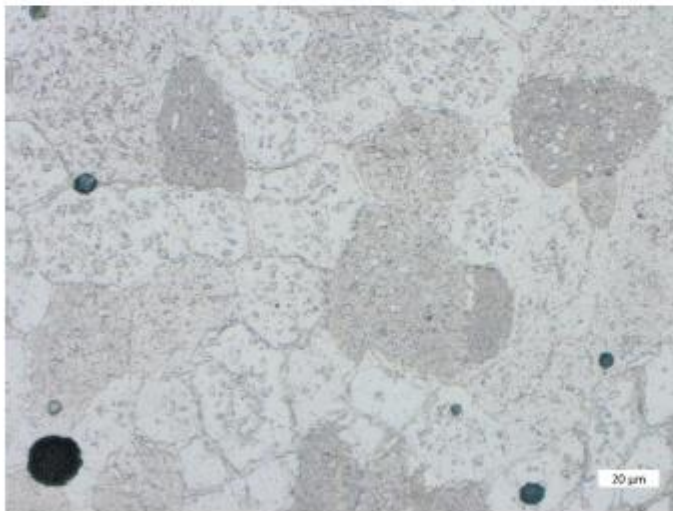
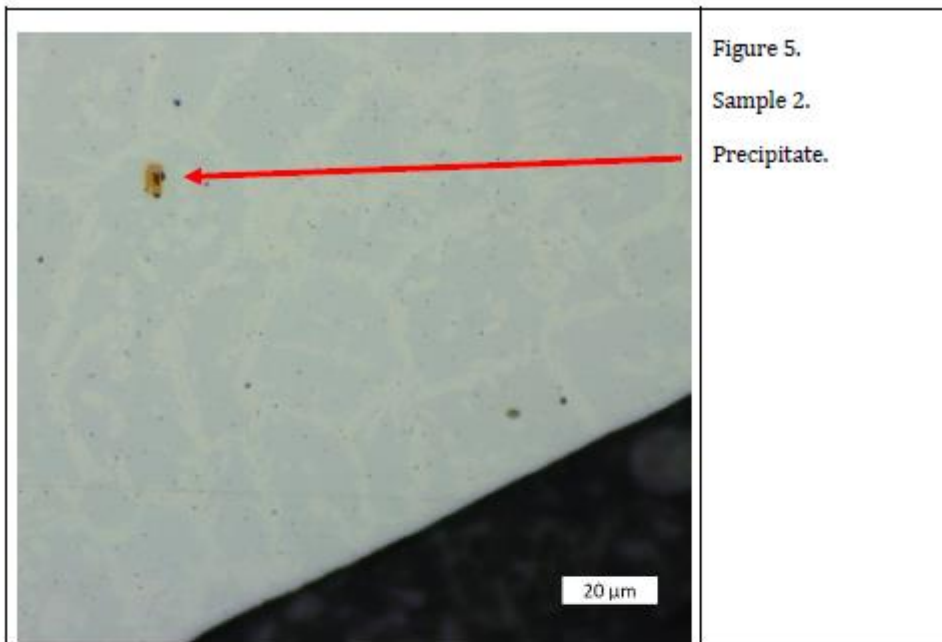


Figure 6. Sample 1. Etched in Kalling 2. Austenite is white.



Figure 7. Sample 2. Etched in Kalling 2. Austenite is white.

SEM

Grain structure

The grain structure of both samples were examined by the EBSD technique in SEM.

One example from each sample is shown in Fig. 8 and 9.

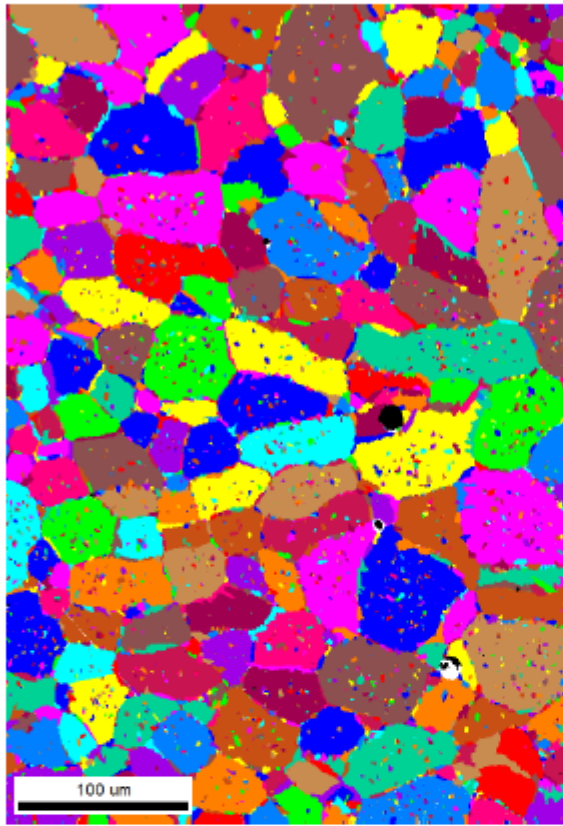


Figure 8. Grains in sample 1. 300X.

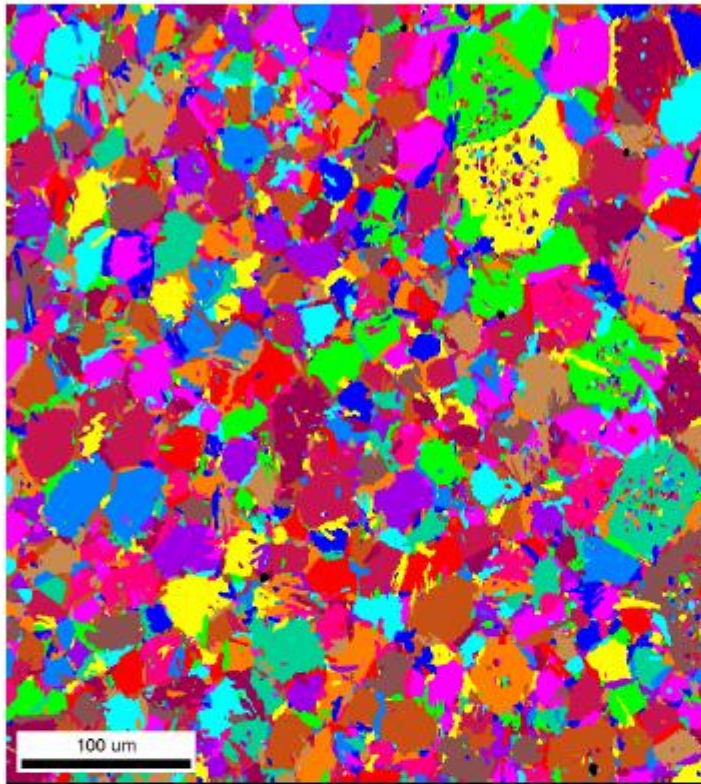


Figure 9. Grains in sample 2. 300X.

Precipitation

The precipitate shown in Fig. 5 was examined in SEM. Fig. 10 show the particle as observed in SEM with an BSE detector. EDS X-ray analysis show that this is mainly Titanium nitride. This precipitates are considered to be harmless in this alloy.

No sigma-phases were observed in the samples.

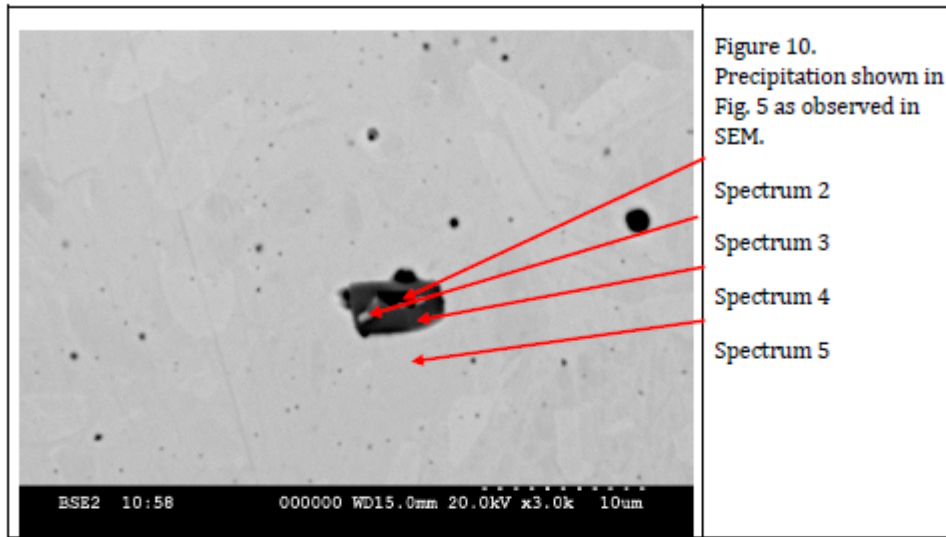


Table 2. Weight-%.

Spectrum	N	O	Al	Si	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb	Mo	Total
Spectrum 2	6.1	30.1	8.8		41.3	4.8	0.4	7.7	0.4	0.2	0.2	100.0
Spectrum 3	14.3		0.2	0.3	40.5	11.5	0.8	28.9	2.3		1.3	100.0
Spectrum 4	23.1		0.2	0.1	55.8	6.6	0.5	12.1	0.7	0.1	0.7	100.0
Spectrum 5				0.6	0.2	23.4	1.8	65.5	4.6		3.8	100.0

Comments:

Dark center of precipitate (Sp. 2): Nitrogen, Oxygen, Aluminium, Titanium, Chromium.

Light area of precipitate (Sp. 3): N, Ti, Cr.

Gray main area of precipitate (Sp. 4): N, Ti, Cr.

Matrix (Sp. 5):

Chemical analysis

Chemical analysis was performed in SEM with an EDS X-ray detector due to shortage of proper standard of this alloy (high Cr) for the spectrograph.

EDS X-ray analysis is not as exact as a spectrograph analysis, but is fairly accurate on the elements Cr, Mn, Fe, Ni. The analysis was performed on an area of 0.6 x 0.6 square mm. The result is shown in Tab. 2. There is a relative good compliance with the certificate from the powder supplier (shown in the attachment).

Table 2. Weight-%.

Spectrum	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Mo	Total
Spectrum 1	0.6	23.2	2.0	65.4	4.8	4.0	100.0

3-D microscopy/surface analysis

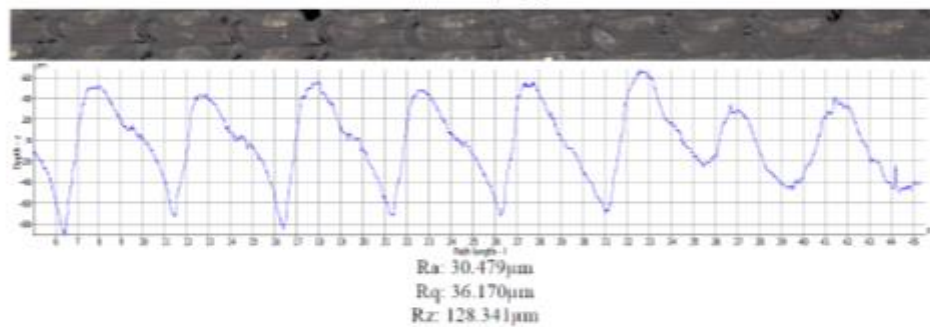
SINTEF Manufacturing
Raufoss



Measurement Report

Profile Measurement

LangsBolger_FR



Filter: high pass - roughness profile
Lc: 8.000mm

Figure 11. "Roughness longitudinal to waves " measured along the longest direction of the sample.

Measurement Report

Profile Measurement

NormalPaBolger

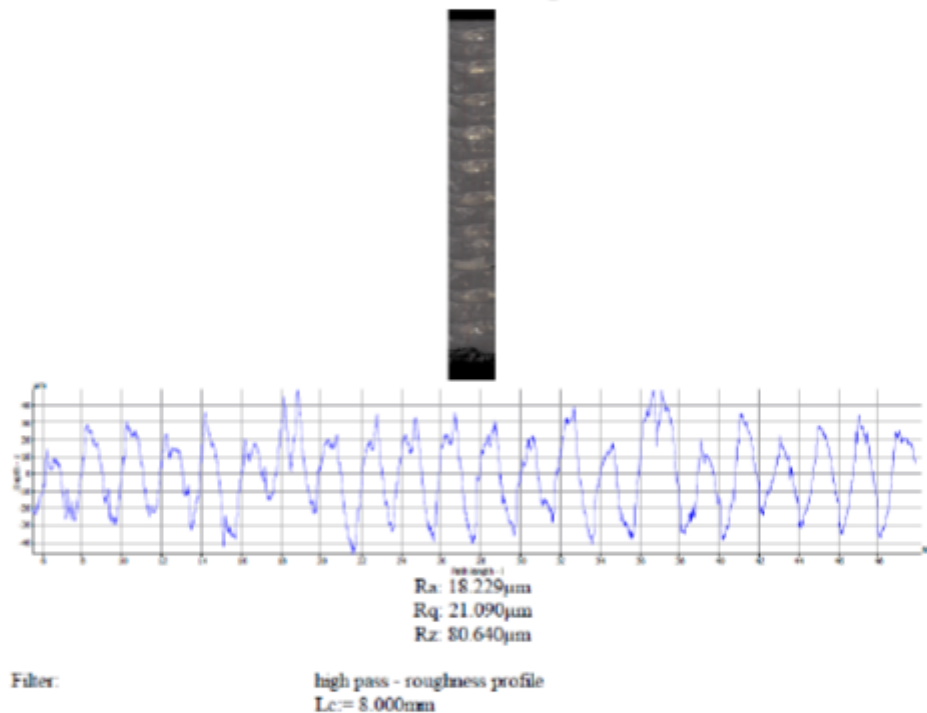


Figure 12. "Roughness across waves " measured along the shortest direction of the sample.

Summary

- Yield strength and tensile strength are above minimum requirements for duplex F51.
 $R_{p0.2}/R_m = 0.78$
- Chemical analysis indication on Cr, Ni and Mo is acceptable as product analysis for duplex F 51
- 50-60 % ferrite, no sigma phase
- Porosity with no significant effect; spherical (gas) and not on line, does not promote cracking

ATTACHMENT

Extract from the certificate from the powder supplier.

STANDARD PRODUCT INFO: (all features can be customized)

PRODUCT	MARS F51 UNS S31803 according to ASTM A182 Duplex stainless steel with relatively high content of Cr, Mo, and Ni. It shows high corrosion resistance, medium mechanical strength.
PRODUCTION PROCESS	Vacuum inert gas atomization
PARTICLE SHAPE	Spherical
PACKAGING	10 kg plastic sealed bottle with silica bag

CHEMICAL SPECIFICATION

C	Cr	Fe	Mn	Mo	N	Ni	P	S	Si	Reference standard
≤0,030	21,0 + 23,0	Bal	≤2,00	2,5 + 3,5	0,08 + 0,20	4,5 + 6,5	≤0,030	≤0,020	≤1,00	ASTM A182