



Universitetet
i Stavanger

CESILIE MØRCH OLSEN
VEILEDER: VIDAR HANSEN

Materialkvalitet til **INCONEL 718**

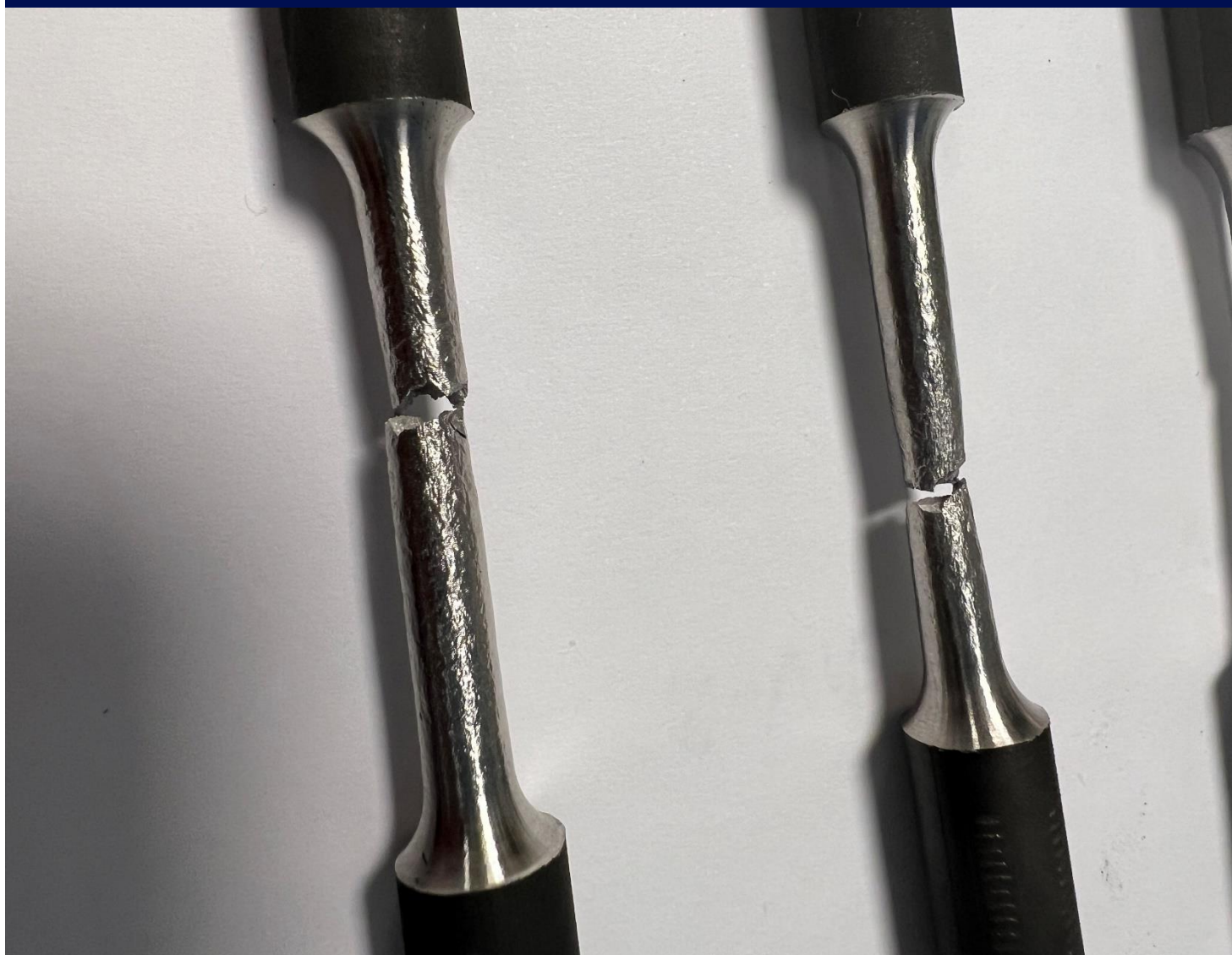
Additivt tilvirket av skrapmetallbasert pulver

Bacheloroppgave 2024

Maskin - bachelor i ingeniørfag

Institutt for maskin, bygg og materialteknologi

Det teknisk-naturvitenskapelige fakultet



Innhold

Sammendrag	4
Figurliste	6
Tabelliste	7
Forord	8
1. Innledning.....	9
1.1. Begrensninger.....	9
2. Teori.....	10
2.1. Additive tilvirkningsteknikker	10
2.1.1. Direkte energiavsetning med laser - DLD/L-DED.....	10
2.2. Metaller struktur.....	11
2.2.1. Enhetscelle, gitter- og kornstruktur	11
2.2.2. Faser	14
2.2.3. Dislokasjoner og tvillingdannelse	14
2.3. Inconel 718	15
2.3.1. Mikrostruktur	15
2.3.1.1. Fasene i Inconel 718	15
2.4. Varmebehandling	17
2.4.1. Løsningsvarmebehandling.....	17
2.4.2. Herding ved prespitatdannelse	18
2.5. Tester.....	18
2.5.1. Skårslagsprøving.....	18
2.5.2. Strekktest.....	19
2.5.3. Vickers hardhetstest.....	22
2.6. Mikroskopianalyse.....	22
2.6.1. Lysmikroskopi	22
2.6.2. SEM – Sveipelektronmikroskop.....	23
2.6.3. TEM – Transmisjonselektronmikroskop	24
3. Eksperimentelt	25
3.1. Prøver mottatt fra F3Nice	25
3.2. Prøvenes inndeling og navngivning.....	25
3.2.1. Hardhetstest og mikroskopi	26
3.2.2. Strekktest.....	28
3.2.3. Skårslagsprøving.....	29
3.3. Utstyr.....	31
3.4. Varmebehandling	32

3.5.	Mikroskopi.....	33
3.5.1.	Lysoptisk mikroskopi	34
3.5.2.	SEM.....	34
3.5.3.	TEM.....	35
3.6.	Skårslagsprøving.....	35
3.7.	Strekktest.....	35
3.8.	Hardhetstest.....	36
4.	Resultater	38
4.1.	Skårslagsprøving.....	38
4.2.	Strekktest.....	40
4.3.	Hardhetstest.....	42
4.4.	Lysmikroskopi	43
4.5.	SEM.....	49
4.5.1.	AP.....	49
4.5.2.	Varmebehandlede prøver	53
4.6.	TEM.....	56
4.6.1.	AP.....	57
4.6.2.	S1.....	59
4.6.3.	S2.....	62
5.	Diskusjon	63
5.1.	Mikrostruktur	63
5.2.	Prøving.....	63
5.2.1.	Hardhetsprøving.....	63
5.2.2.	Strek- og skårslagsprøving	64
5.3.	Økonomi og miljø	65
6.	Konklusjon	66
	Kilder.....	67
	Vedlegg.....	69
A	Vedlegg A – Strekktestresultater.....	69
B	Vedlegg B – Hardhetstest	76
C	AP.....	76
D	S1.....	77
E	S2	78
F	ST	80
G	21t.....	80
H	82

I	Vedlegg C – Bilder.....	82
J	Lysmikroskopi.....	82
A	SEM.....	83
K	Vedlegg D – Charpy	97
L	Vedlegg E – Arbeidstegninger	99
A	Vedlegg F – Informasjon fra produsentens hjemmeside	101

Sammendrag

Additive tilvirkningsteknikker er mer og mer aktuelt som produksjonsmetode. Dette gjør at man raskt kan produsere prototyper eller nye deler, bygge på eller reparere eksisterende deler.

Det grønne skiftet er her, og F3Nice har spesialisert seg på å produsere pulver til bruk i additive tilvirkningsmetoder kun av skrapmetall. Dette vil være gunstig for miljøet og økonomien, da det vil være mulig å gjenbruke gamle materialer for å produsere nye deler.

Opgaven nå går ut på å teste de mekaniske egenskapene til Inconel 718, som er 3D-printet med DLD («direct laser deposition»), kun basert på pulver av skrapmetall.

Prøvene er løsningsvarmebehandlet på 1100°C i 3 timer, og deretter prespitatherdet på to ulike måter. Ett sett er prespitatherdet ved 700°C i 12 timer, mens et annet sett er prespitatherdet ved 720°C i 8 timer, og deretter ved 620°C i nye 8 timer. Det er i tillegg gjort noen forsøk av prøver som er i printet tilstand, og noen undersøkelser av et prøvesett som ble prespitatherdet i 21 timer ved 700°C.

Det er gjennomført hardhetstesting, strekkprøving og skårslagsprøving, samt mikroskopi- og spektrometrianalyser. Testene viser at prespitatherdingen spiller en stor rolle hva gjelder de mekaniske egenskapene, og printeretningen ikke like mye. De hardeste prøvene har en gjennomsnittlig hardhet på 459,8 +/- 13,8 HV. Alle prespitatherdete prøver hadde større hardhet enn det printede materialet.

For strekktest viste de to-trinnsherdete prøvene høyest strekkfasthet, opp mot 1200 MPa.

Skårslagsprøvingen viste at det er de prøvene som var prespitatherdet i ett trinn som hadde den høyeste slagseigheten, mens prøvene som har vært herdet i to trinn hadde de laveste verdiene.

Skårslagsprøvingen avdekket også at det er klar variasjon innad i blokken, og de horisontale prøvene som ble tatt fra bunnen av blokken viste klart høyest slagseighet.

Bruddflatene fra både skårslagsprøving og strekktest viste generelt at materialet er mest duktilt.

Mikroskopiundersøkelser avdekker at mikrostrukturen klart er endret etter varmebehandling, og sprø faser som lavesfase er godt oppløst. Transmisjonselektronmikroskopi avdekker at det er dannet godt med styrkningsprespitater etter herdingsprosessen, og det er ikke påvist deltafase i prøvene.

Det er flere undersøkelser som kunne vært gjort, men denne oppgaven danner et grunnlag som kan jobbes videre på.

Generelt virker det å være gode resultater, og både løsningsvarmebehandlingen og prespitatherdingen må sies å være suksess, men det er observert noen defekter som porer i ulike deler av prøvene, noe som vil påvirke de mekaniske egenskapene.

Figurliste

Figur 2.1 - Tre ulike kornstrukturer. A) Dendrittisk kornvekst. A) og B) i bildet viser henholdsvis sekundær- og tertiærarm. B) Søylekorn. C) Polyedrisk struktur	13
Figur 2.2 - Fasediagram for inconel 718 (TTT-diagram) [16] [17].....	16
Figur 2.3 - Skårslagsprøver. Pendelen starter som den gule. Ved den rosa skjer sammenstøtet, og den grønne illustrerer sluttposisjon til pendelen ut fra absorbert energi	19
Figur 2.4 - Hammeren på pendelen slår inn bak skåret på prøvestaven	19
Figur 2.5 - Spenning-Tøyningsdiagram, med elastisitetsmodul, konvensjonell flytegrense, strekkfasthet og bruddspenning tegnet inn.....	20
Figur 2.6 - Spenning-tøyningsdiagram, med illustrasjon av hva som skjer med prøvestaven under de ulike delen av strekktesten	21
Figur 2.7 - Materialet er i det elastiske området når bindingene mellom atomene og atomplanene fortsatt er intakt, og materialet kan gå tilbake til opprinnelig lengde etter avlastning.....	21
Figur 2.8 - Når materialet når det plastiske området, er ikke bindingene mellom atomplan like sterke, og atomplanene vil gli på hverandre uten at noe tar de tilbake etter avlastning	21
Figur 2.9 - a) Skallmodell av et atom, b) Et elektron blir skutt inn i et annet elektron i innerste skall, og dette elektronet fyker ut. Dette er sekundærelektronet. c) Atomer på et høyere energinivå hopper inn på den ledige plassen, og emitterer overskuddsenergi	23
Figur 2.10 - a) Et elektron blir skutt inn mot atomet. b) Atomet havner i en bane rundt atomkjernen, og blir reflektert tilbake. Dette er et tilbakesprettselektron	24
Figur 3.1 - Den kjemiske sammensetningen av pulveret i wt%.....	25
Figur 3.2 - Flatene det henvises til er med utgangspunkt i tredimensjonalt koordinatsystem, med byggeretning langs z-aksen	26
Figur 3.3 - Prøvene er hentet ut fra blokken hvor de horisontale strekkprøvene er tatt	27
Figur 3.4 - Staver som var kuttet ut for å bli til strekkprøver	28
Figur 3.5 - Maskinering av strekkprøver i CNC-maskin	28
Figur 3.6 - Slik var inndelingen i blokkene som var myntet på skårslagsprøving levert. Horisontale prøver til venstre, og vertikale prøver til høyre	29
Figur 3.7 - De horisontale prøvene til skårslagsprøving	30
Figur 3.8 - De vertikale prøvene til skårslagsprøving	30
Figur 3.9 - Varmebehandling S2 - Totrinns herding	33
Figur 3.10 - Varmebehandling S1 – Ettrinns herding	33
Figur 3.11 - Bilde av prøven som skulle bli videre preparert for transmisjonselektronmikroskopet..	35
Figur 4.1 - Resultater fra skårslagsprøving. AP = Som printet, 1 = Ettrinns utherdet, 2 = tottrinns utherdet, H/V = Horisontal/Vertikal.....	38
Figur 4.2 - Resultatene fra skårslagsprøvingen presentert ved gjennomsnittsverdier	39
Figur 4.3 - Resultatene presentert som fordeling over blokken, fra bunn til topp	39
Figur 4.4 - Fordeling over den horisontale blokken. Verdiene fra bunn av blokken er høyest i hver av de ulike varmebehandlingene	40
Figur 4.5 - Gjennomsnittlig strekkfasthet. S1-prøvene har vesentlig lavere verdier enn S2-prøvene..	41
Figur 4.6 - Flytegrense og strekkfasthet	41
Figur 4.7 - Gjennomsnittlig Vicker hardhet i materialet som ikke er varmebehandlet. 1 = XY-plan, 2=XZ-plan, 3=YZ-plan (hele planet under ett)	42
Figur 4.8 - Hardhetstest av YZ-flaten. Også her ser man at verdiene synker mot topp og mot bunn..	43
Figur 4.9 - Smeltelinjer og smeltebad. Smeltebadene er tegnet inn som stiplet linje.....	44

Figur 4.10 - Printet materiale (XZ-flate). Pilene viser epitaktisk vekst over smeltelinjene	44
Figur 4.11 - Mikroskopibilder, 10x forstørrelse. A) Som printet, XY-flate. B) Som printet, XZ-flate. C) S1, XZ-flate D) S2, YZ-flate	45
Figur 4.12 - Tre prøver i 20X forstørrelse. A) Som printet. Her ses Lavesfase, søyleformede korn og dendritter tydelig. B) S1-prøve. Ingen tydelige dendritter eller Lavesfase. C) S2 - Ingen tydelig Laves fase, og mindre korn	46
Figur 4.13 - 50x forstørrelse, Lavesfasen fra XZ-flaten.....	47
Figur 4.14 - 50x forstørrelse, Lavesfasen fra XY-flaten.....	48
Figur 4.15 - S1 - De store pilene peker på noen av tvillingene som har blitt dannet.....	49
Figur 4.16 - Spektrallinjer som sammenfaller med resultatene i tabellen over.....	50
Figur 4.17 - Avbildning av XY-flaten med tilbakesprettelektron-detektor.	50
Figur 4.18 - Punktspetrometri av hvitt område på prøven	51
Figur 4.19 - Printet prøve. Lavesfasen ligger som et lyst nett over prøven, og sorte flekker er fordelt utover	51
Figur 4.20 - Områdekartlegging av grunnstoffene på prøveoverflaten	53
Figur 4.21 - S1-prøve. SEM-bildet avdekker forekomst av tvillinger.....	54
Figur 4.22 - S1-prøve. A: Lavesfase, B: Oksid, C: Tvillinger.....	55
Figur 4.23 - 21t-prøve. Pilen viser noen steder der det tydelig forekommer lavesfase i prøven	56
Figur 4.24 - Størrelse på gamma dobbel merket.....	57
Figur 4.25 - partiklene ligger i plan over hverandre i samme retning.....	58
Figur 4.26 - TEM-bilder av det printede materialet viser en rekke dislokasjoner.....	58
Figur 4.27 - TEM-undersøkelsene viser høy forekomst av gammaprespitater, spesielt høy forekomst av gamma dobbel merket	60
Figur 4.28 - Måling av atomplanene.....	61
Figur 4.29 - TEM - difraksjonsbilde fra S2-prøve	62
Figur 0.1 - Lavesfase i en 100x forstørret prøve.....	82
Figur 0.2 - XZ-flate på S1-prøve, forstørret 100x.....	83

Tabelliste

Tabell 2.1 - Oversikt over relevante enhetsceller for Inconel 718	12
Tabell 3.1 - Oversikt over prøvene for hardhetstesting og mikroskopi	27
Tabell 3.2 - Oversikt over varmebehandlingene	32
Tabell 3.3 - Oversikt over slip- og poleringsstegene	34
Tabell 3.4 - Dimensjoner for strekktestprøvene	36
Tabell 4.1 - Gjennomsnittsverdier og standardavvik av skårslagsprøvingen	38
Tabell 4.2 - Strekktestresultater.....	40
Tabell 4.3 - Gjennomsnittlig Vicker hardhet for alle prøver	42
Tabell 4.4 - Spektroskopieresultat - Vektprosent av ulike grunnstoffer i matriksen	49
Tabell 4.5 - Størrelsen på gamma dobbel merket i de ulike prøvene	56

Forord

Denne oppgaven er skrevet i et samarbeid med F3Nice, med Matteo Vanazzi i spissen, som er de som har produsert pulveret som benyttes til 3D-printingen. Jeg ønsker å takke for muligheten til å kunne teste produkter av dette pulveret som er laget av skrapmetall, og på den måten bidra til en mer miljøvennlig teknologiutvikling.

Jeg vil gjerne få rette en takk til min tålmodige veileder professor Vidar F. Hansen for gode råd og faglige rettesnorer underveis, og for hyggelige samtaler om løst og fast. I tillegg vil jeg takke senioringeniør Wakshum Mekonnen Tucho for god hjelp med det praktiske underveis, og for å finne relevante innfallsvinkler.

For øvrig vil jeg takke alle ansatte på verkstedet for å alltid være imøtekommende, for all god hjelp og veiledning med de praktiske oppgavene, og en ekstra takk til Kjell Høgemark som har stått for CNC-maskineringen.

Til slutt en stor takk til øvrige ingeniører, spesielt Johan Andreas Thorakaas, Mats Ingdal og Espen Undheim, for opplæring og gode innspill til gjennomføringen av de praktiske delene.

Cesilie Mørch Olsen
Stavanger, 05.05.2024

1. Innledning

Vi lever i en verden hvor klimakrise banker på døren, det meldes om hauger med søppel i både vann og i ørkener, det meldes om økte forskjeller og skjevfordeling av vann, mat og ressurser, og «bruk-og-kast»-samfunnet er et faktum. Med det som bakteppe er det viktig at vi reduserer bruken av ressurser, og gjenbruker der det er mulig.

Denne oppgaven skal undersøke de mekaniske egenskapene til additivt tilvirket Inconel 718, som utelukkende er produsert av skrapmetallbasert pulver.

Dersom man har energieffektive måter å produsere pulveret på, og produktene holder tilstrekkelig kvalitet, vil dette være en god måte å kunne spare verdens ressurser på.

Additive tilvirkningsmetoder benyttes i større og større grad for å produsere ting raskt, og for å spare plass, da man relativt fortløpende kan produsere deler til sitt bruk. På grunn av sine egenskaper egner Inconel 718 seg til høytemperaturapplikasjoner opptil 700 °C og brukes i en rekke ingeniørapplikasjoner som produksjon av gassturbindeler, rotor, dampturbin, gjennomstrømningsdeler eller roterende deler av flymotorer. Den høye hardheten og lave termiske ledningsevnen er imidlertid et problem i bearbeidningen av legeringen, og den er vanskelig å maskinere med konvensjonelle maskiner. Derfor øker bruken av additiv tilvirkning for bearbeidning av dette materialet. [1]

Opgaven er bygget opp med en teoridel, deretter en del som beskriver metodene er benyttet, hvordan testene er lagt opp og hvordan inndelingen av prøver er gjort, før resultatene blir presentert og deretter diskutert i eget kapittel.

1.1. Begrensninger

Hovedbegrensningen er at det ikke har blitt oversendt informasjon om printeparametre eller videre detaljer rundt pulveret. Det er heller ikke overlevert noen krav til hvilke egenskaper det er ønskelig å oppnå, slik at resultatene står for seg selv.

Ut over dette har perioden båret preg av lite erfaring med ulike maskiner som har vært nødvendig for å maskinere prøver, samt lite erfaring med de ulike mikroskopene og programvaren som følger med. Den faglige bakgrunnen begrenset seg før start til MSK 200 undervist på Universitetet i Stavanger, samt en rekke kjemifag undervist på samme sted.

Underveis i perioden ble også tilgangen til digitale versjoner av standarder biblioteket abonnerer på strupet, og tilgangen til standarder betydelig redusert.

2. Teori

2.1. Additive tilvirkningsteknikker

Additive tilvirkningsteknikker, også kalt 3D-printing, er metoder å produsere noe på, hvor man tilfører mer og mer materiale etter hvert som produktet skal lages. Ut fra en tredimensjonal tegning blir produktet satt sammen fra bunn til topp ved å legge lag på lag med materiale, enten på et substrat, eller på en eksisterende del. Dette ble først benyttet som en metode for å produsere raske prototyper av nye design. Sammenlignet med mer tradisjonelle og konvensjonelle metoder for denne typen produksjon som kunne ta flere uker, er det ved denne formen for tilvirkning mulig å produsere på bare få dager eller timer, avhengig av kompleksiteten.

Etter hvert som metoden utviklet seg, ble det ikke lenger benyttet bare til produksjon av prototyper, men også oftere og oftere for å produsere deler. [2] I dag hender det at bedrifter har egne digitale deledatabaser med tegninger av deler som de selv kan produsere etter behov. Denne måten er plassbesparende, da lagringsplassbehovet reduseres, og man slipper å sitte med utdaterte deler som må kasseres.

Ved bruk av additive tilvirkningsteknikker vil det også bli mindre svinn og avkapp enn ved bruk av tradisjonell maskinering, eller subtraktive tilvirkningsmetoder, som fresing eller dreining.

Det finnes i dag mange ulike materialer som kan brukes i denne formen for tilvirkning. De vanligste er polymerer og metall, men også organiske materialer, keramiske materialer og betong kan benyttes. Materialene som brukes er bearbeidet på ulike måter, avhengig av produksjonsmetode og materialtype, og den fysiske formen kan være som pulver, væske, filament eller tynne flak [3].

Det finnes 7 ulike metoder for additiv tilvirkning. Det som skiller disse metodene fra hverandre er hvilket materiale som skal brukes, hvilken fysisk form materialet har, printestrategi samt oppvarmings- og nedkjølingshastighetene. [2].

2.1.1. Direkte energiavsetning med laser - DLD/L-DED

Det finnes som nevnt flere additive tilvirkningsteknikker. En av dem er en variant som på engelsk kalles «direct energy deposition», og nærmere bestemt «direct laser deposition», og kjennetegnes ved at man tilfører energi, i form av en laser, direkte på en stråle av pulver som blir sendt ut på en base/substrat eller på en del som skal bygges videre på eller repareres. Materialet som blir avsatt kjøles noe ned i det det treffer delen og begynner å størkne, før neste lag legges. Slik fortsetter prosessen inntil hele delen er ferdig produsert.

Dette ligner på mange måter på sveising, og flere karakteristiske mikrostrukturelle trekk fra sveiseteorien kan også finnes i metaller som er tilvirket med denne metoden. Det som hovedsakelig skiller tradisjonell sveising fra additiv tilvirkning av metall, er hvor raskt materialet størkner etter smelting, noe som vil påvirke hvilken krystallstruktur materialet får. [4]

Den høye temperaturen og avkjølingshastigheten påvirker mikrostrukturen og dannelsen av ulike intermetalliske faser, og studier har vist at det også fører til ulik mikrostruktur og mekaniske egenskaper på ulike steder i det printede produktet [5]. Derfor vil topp, midten og bunnen i produktet ikke nødvendigvis få akkurat de samme mekaniske egenskapene.

I det et nytt lag legges, vil noe av materialet under smelte på nytt, og det nye laget vil bygge videre på kornstrukturen fra laget under, da dette ikke krever like høy energi som å danne nye korngrenser.

Kornene vokser nå epitaktisk over substratet, og danner lange søylekorn som har vokst som istapper i samme retning, etter hvert som matriksen dannes i størkningsprosessen. Når avkjølingshastigheten er ulik i de ulike områdene, vil det også dannes karakteristiske dendrittiske korn som er nærmere beskrevet i kapittel 2.2.1.

Noen ganger observeres det at dendrittenes vekstretning ligger i en annen retning. Dette skyldes en forholdsvis rask oppvarmings- og nedkjølingstid, og vil derfor påvirkes av tilvirkningsmetode, og hvilke parametre som er benyttet. Også denne variasjonen vil påvirke de mekaniske egenskapene til materialet, og man vil i enkelte tilfeller kunne finne at fordelingen av denne formen for vekst er ulik gjennom delen/produktet. [6]

Printeparameterne påvirker dannelsen av ulike faser, og vil på den måten påvirke egenskapene til produktet, i tillegg til at høy effekt på laserstrålen vil føre til større dannelser av restspenninger. [6] Under tilvirkning blir materialet utsatt for høy varme, og rask nedkjøling. Dette fører til at materialet utvider seg og trekker seg sammen, og dette danner spenninger i materialet, spesielt i nærheten av smeltebadene. Høye restspenninger har en betydelig effekt på trettheten i materialet. [7]

I tillegg til ulike innstillinger og parametre for laserstrålen, vil printestrategien, altså hvilket mønster laseren beveger seg i, ha noe å si. Printestrategiene kan være frem og tilbake over en flate, eller den kan gå i et fast mønster og endres for hver, og dermed påvirke større deler av materialet, men i ulike retninger.

Underveis i tilvirkningen dannes varmpåvirkede soner i materialet som ligger i nærheten av smeltebadene, og som gjennomgår endringer i egenskapene som følge av å bli utsatt for høye temperaturer. Dette er fenomener som har vært relevant i sveising lenge, men som også vil gjelde for 3D-printing av metaller. Printeparameterne, samt materialets termiske lederevner, vil påvirke hvor store de varmpåvirkede områdene blir [8].

2.2. Metaller struktur

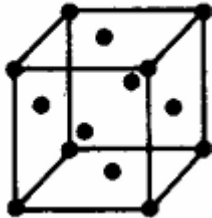
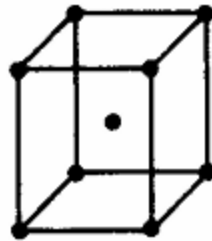
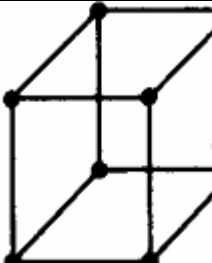
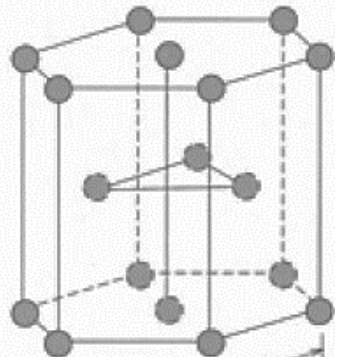
2.2.1. Enhetscelle, gitter- og kornstruktur

Metaller og metallegeringer er ordnet i en krystallinsk struktur, hvor atomene er ordnet i et regelmessig, tredimensjonalt mønster. Dette mønsteret kalles gitterstruktur, og denne strukturen kan beskrives ved hjelp av enhetscellene.

Vi har syv forskjellige enhetsceller: kubisk, tetragonal, orthorombic, rhombohedral, sekskantete/heksagonal, monokline og triclinic. I tillegg har flere av enhetscellene ulike måter å plassere atomene på. [9]

De viktigste enhetscellene i denne sammenhengen er følgende:

Tabell 2.1 - Oversikt over relevante enhetsceller for Inconel 718

Navn på struktur	Forhold	Krystalstruktur
Kubisk flatsentrert struktur (FCC)	$a = b = c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
Tetragonal romsentrert struktur (BCT)	$a = b \neq c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
Ortorombisk	$a \neq b \neq c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
Heksagonal tettpakket struktur (HCP)	$a = b \neq c, \alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	

Korn er områder i materialer hvor alle krystallene peker i samme retning, og grensene mellom dem er steder der forskjellige krystallografiske orienteringer møtes. Dette påvirker hvordan materialet oppfører seg når det blir utsatt for stress. For å deformere materialet, må det skje en slags glidning innenfor kornene. Glidning skjer lettere der det er høy tetthet av atomer og kortest avstand mellom dem. Grensene mellom korn fungerer som hindringer for denne glidningen på grunn av de forskjellige krystallografiske orienteringene. Hvis kornene er mindre, vil det være flere hindringer, noe som gjør materialet sterkere [10].

Metallegeringer er polykrystallinske. Det vil si at materialet består av et stort antall krystaller som er vilkårlig orientert, og som har uregelmessig ytre form. Når smeltet metall størkner, vokser krystallene

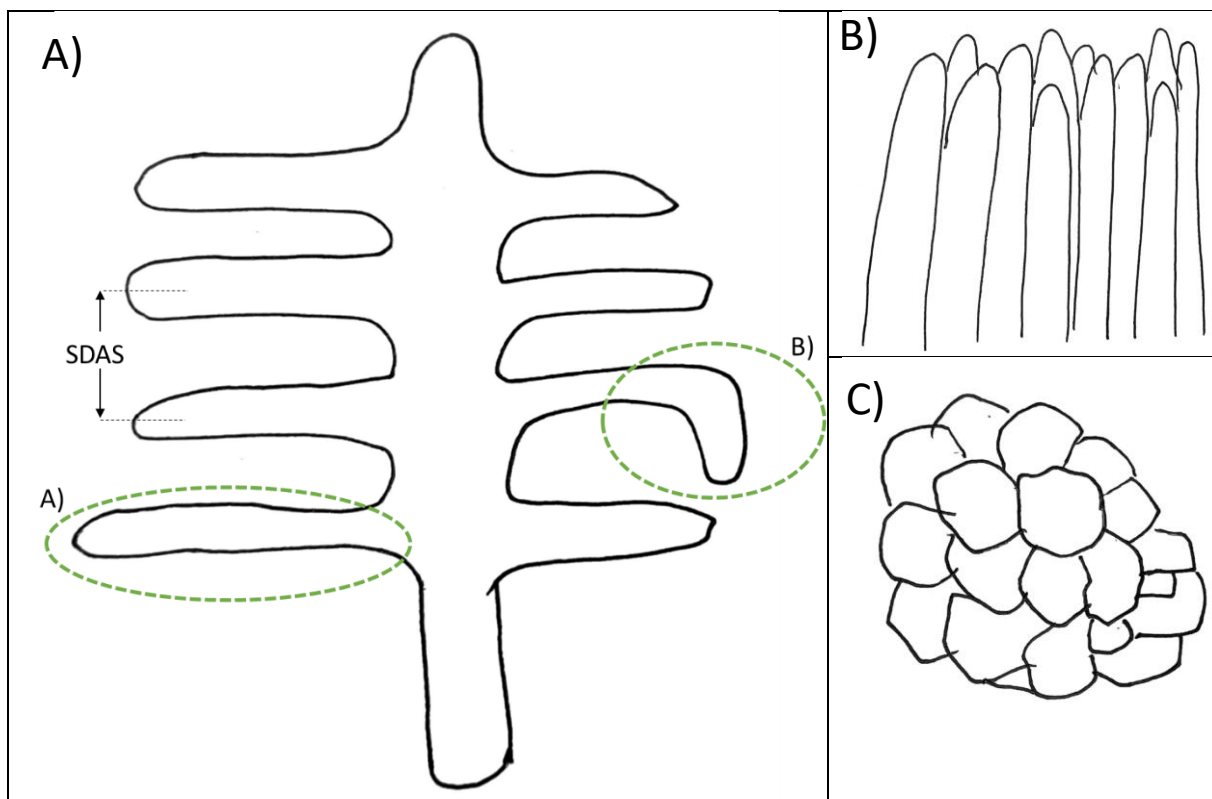
ut fra kim i smelten, og vil etter hvert som de vokser seg større til slutt treffe hverandre og danne en korngrense. Størkningsforholdene, oppvarmingen og hvilke metaller legeringen består av vil avgjøre hvordan krystallene størkner og danner korn, og til sammen danner kornstrukturen. Noen karakteristiske kornstrukturer er dendrittisk struktur, polyedrisk struktur og søyleformet struktur. [9]

Hvilken struktur som dannes avhenger av underkjølingen og graden av varme som ledes bort. Ved høy underkjøling dannes det stabile kim som krystallene kan vokse ut fra. Når underkjølingen synker, vil også veksthastigheten til krystallet avta og karakteristiske søylekrystaller vil dannes. Dette gjenspeiles også i andre kornstrukturer, da områder med raskere nedkjølingshastighet på et krystall vil vokse raskere enn andre deler av krystallet, og føre til korn med en dendrittisk struktur. Rundt disse strukturene vil konsentrasjonen av legeringselementer øke.

Den dendrittiske strukturen er blant det mest fremtredende i mange legeringer. Disse lange, tynne strukturene med armer som stikker ut, og som oftest er å se langs med kornene. For materialer med disse strukturene, er det ofte målene mellom sekundærarmene (på engelsk: «secondary dendrite arm spacing – SDAS») som er avgjørende for de mekaniske egenskapene. Synkende avstand har vist økt styrke og hardhet, samt redusert porøsitet i de mellomdendrittiske områdene, og økt ledeevne. Denne avstanden kan finnes med flere ulike metoder, men utgangspunktet for de alle er følgende ligning

$$SDAS = \frac{L}{N - 1}$$

Der L er høyden på primærarmen eller den generelle høyden man ønsker å måle innenfor, og N er antall sekundærarmen innenfor høyden L. [11]



Figur 2.1 - Tre ulike kornstrukturer. A) Dendrittisk kornvekst. A) og B) i bildet viser henholdsvis sekundær- og tertiærarm. B) Søylekorn. C) Polyedrisk struktur

I en legering vil grunnelementet først størkne og danne korn, mens konsentrasjonen av legeringselementene er høyest i smelten som skyves foran kornet [9]. Legeringselementene har en høyere energistatus, og korn grensen vil derfor ha en relativt høy energi, noe som kreves for å få dannet grenseoverflaten og ikke bare bygge videre på kornene. Den totale energien mellom grenseflatene er lavere i grovkornede materiale enn i finkornet, da mengden grenseflater er mindre når kornene er store. Mens atomene i matrisen har en ordnet struktur, vil atomene langs korn grensen ha høy grad av uorden. Til tross for dette, er polykrystallinske materialer sterke, da det er høye krefter på tvers av korn grensene [10].

I polykrystallinske metaller har kornenes størrelse påvirkning på de mekaniske egenskapene. To korn som ligger ved siden av hverandre, deler korn grense, men har som regel ulik orientering. Denne felles korn grensen fungerer som en barriere mot dislokasjonsbevegelser, da en dislokasjonsbevegelse som skjer i det ene kornet må endre retning for å klare å forplante seg videre inn i nabokornet, og uorden på atomene i korn grensen fører til at et glidende plan i det ene kornet blir stoppet på vei inn i det andre.

Et finkornet materiale blir hardere og sterkere enn grovkornede materialer, da et finkornet materiale har flere korn grenser som stopper disse forflytningene/dislokasjonene.

Sammenhengen mellom gjennomsnittlig korn størrelse (d) og økt flytegrense (σ_y) kan finnes ved Hall-Petch ligningen:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$$

Hvor σ_0 og k_y er konstanter for et spesifikt materiale. [10]

2.2.2. Faser

Stoffer kan ha ulike faser som er avhengig av bestemte temperaturer, hvor atomenes struktur avgjør hvilken fase stoffet er i. Ved høye temperaturer befinner stoffet seg gjerne i gass- eller i flytende fase, mens ved lavere temperaturer er de i fast fase. Også i fast stoff finnes det ulike faser, men disse fasene er bestemt av hvilken krystallstruktur stoffet har eller den kjemiske sammensetningen i stoffet. Mange konstruksjonsmetaller er legeringer, det vil si at det er to eller flere grunnstoffer som er satt sammen til et nytt stoff. Her kan de ulike grunnstoffene bli påvirket av blant annet temperatur, og danne intermetalliske faser.

2.2.3. Dislokasjoner og tvillingdannelse

Dislokasjoner er en endimensjonal defekt, hvor atomplanene ikke ligger på linje, enten fordi det er skutt inn ekstra atomplan, eller fordi det mangler atomer i atomplanet på det stedet. Dette er deformasjoner som oppstår i alle krystallinske materialer, og oppstår enten ved størkning, ved plastisk deformasjon og arbeidsharding eller som en konsekvens av at materialet har vært utsatt for varme og deretter raskt blir kjølt ned [10]. Dette skaper spenninger i gitterstrukturen, og det dannes lett nye dislokasjoner når en først er dannet.

Tvillinger er en form for plastisk deformasjon som oppstår i metaller som har FCC-, BCC- eller HCP-krystallstruktur under varmebehandling eller ved plutselig last. Tvillingformasjonene dannes ved at atomene på den ene siden av tvillinggrensen forflytter seg slik at de speiler atomene på den andre siden. [10] Tvillinggrensene har lavere energi enn vanlige korn grenser, men det viser seg at de har stor påvirkningskraft på materialer. Dette er i utgangspunktet styrkende deformasjoner som har vist

seg å bidra til blant annet økt strekkfasthet, men undersøkelser har vist at dette kan være opphav til utmattelsesbrudd, noe som gjør forekomsten av tvillingdannelser ugunstig. Legeringer som er additivt tilvirket har som nevnt en rekke restspenninger i materialet som inneholder mye energi. Det printede materialet er dermed svært aktuell for dannelse av disse deformasjonene ved rekrySTALLISERING eller løsningsvarmebehandling [12].

2.3. Inconel 718

Inconel 718 er en nikkelbasert superlegering som er kjent for høy styrke og korrosjonsbestandighet. En superlegering er nikkel-, kobolt- eller jernbaserte metallegeringer utviklet for å tåle tøffe omgivelser med høye temperaturer, høy spenning og høy korrosjonsfare, ved å benytte et grunnmateriale i legeringen som har høyt smeltepunkt, og tilsette andre metaller for å danne ulike styrkemekanismer [13]. Materialet har mange bruksområder, blant annet innen rom- og luftfart, da det kan benyttes i et stort temperaturintervall (-252 °C – 704 °C), og har gode mekaniske egenskaper. [14]

Materialet består hovedsakelig av nikkel, krom, niobium og jern, i tillegg til en rekke andre grunnstoffer i mindre mengder. Det er sammensetningen av disse grunnstoffene som er avgjørende for at det dannes ulike intermetalliske faser og gir materialet sin høye styrke. Presipitaddannelsen styres i stor grad av varmebehandlingen metallet får, som igjen påvirker de mekaniske egenskapene i materialet i høy grad.

2.3.1. Mikrostruktur

Inconel 718 har en FCC-matriks (gammafase) av nikkel, samt flere faser med ulik krystallstruktur. Mikrostrukturen til additivt tilvirket Inconel 718 med DLD er som beskrevet under 2.1.1, med epitaktisk vekst over substratet. Områdene mellom dendrittene som dannes kalles for mellom-dendrittiske områder. Niobium, molybden og titan vil oppkonsentrere seg i smelta, og skille seg fra stoffene som danner matriksen etter hvert som denne dannes, og samle seg i større konsentrasjoner i disse mellom-dendrittiske områdene, eller korn grensene, og hvor det derfor i størst grad dannes intermetalliske faser. [15] Dette skyldes hovedsakelig ulik smeltetemperatur på de ulike metallene materialet inneholder. [5]

2.3.1.1. Fasene i Inconel 718

De mest teknologisk viktige fasene i Inconel 718 består i størst grad av ulike forbindelser med niobium. Hvilken fase som dannes avhenger av temperaturene fasene løses og dannes på, avkjølingshastighet, og hvor mye niobium som er tilgjengelig. Noen faser dannes på høyere temperaturer enn andre, og det er disse som også krever en høyere konsentrasjon av niobium i materialet [15] [5]

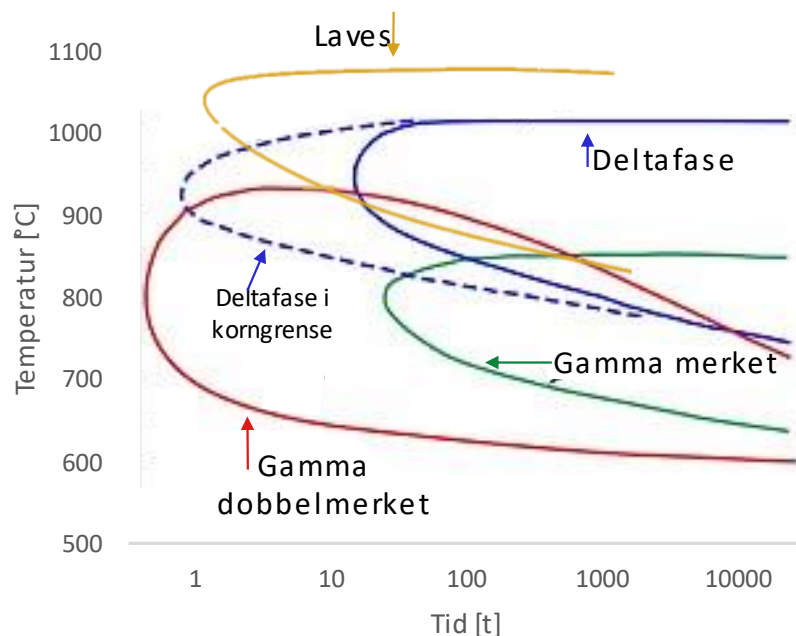
Da niobiumnivåene er høye i korn grensene, vil det naturlig dannes niobiumrike faser her. Hvilken fase som da dannes kan ha stor betydning for de mekaniske egenskapene.

For å i noen grad kunne styre hvilke faser vi får dannet, eller ønsker å fjerne, så kan materialet varmebehandles på ulike måter. Ved å løsningsvarmebehandle materialet over en viss temperatur, vil fasene løses, atomene fra legeringselementene vil fordeles ut i materialet, og vi får et mer

homogent materiale.

Deretter er det nedkjølingen som avgjør hvilke faser som vil bli dannet. Ved rask nedkjøling, for eksempel i vann, vil det ikke rekke å dannes noen faser, da man kommer ned på en lavere temperatur enn det som er nødvendig for at fasene skal dannes veldig raskt. Velger vi derimot en metode med lavere nedkjølingshastighet, vil det være tid til å danne faser, og vi kan ikke styre dannelsen av disse i like stor grad. Vi vil derfor kunne ende med mindre gunstige faser enn ønskelig. Fra et løsningsvarmebehandlet materiale som har blitt raskt nedkjølt, kan det igjen utsettes for varme. Hvilken temperatur, og hvor lenge materialet skal utsettes for temperaturen, avgjøres av hvilke faser vi ønsker å ha, størrelsen og mengden av de ulike fasene og de utfelte presipitatene [16] [17].

De vanligste fasene som hovedsakelig kan dannes er Lavesfase, deltafase, karbider, oksider, gamma merket og gamma dobbelmerket. [1]



Figur 2.2 - Fasediagram for inconel 718 (TTT-diagram) [16] [17]

2.3.1.1.1. Lavesfase

Lavesfase dannes i ulike mengder i inconel 718, avhengig av tilvirkningsteknikk og type varmebehandling med tilhørende avkjøling. Dette er en sprø fase, som påvirker korrosjonsegenskapene og de mekaniske egenskapene til materialet. Tidligere strekktester viser at fasen fører til lavere strekkfasthet, spesielt ved romtemperatur, da fasens sprø egenskaper fører til at det dannes sprekker der fasen har dannet seg. [18] Lavesfasen dannes når nikkel (Ni), jern (Fe) eller krom (Cr) binder seg til niobium (Nb), molybden (Mo) eller titan (Ti), og danner en fase med en A_2B støkiometri med $(Ni, Fe, Cr)_2(Nb, Mo, Ti)$, og har en heksagonal krystallstruktur. Fasen kan enkelt påvises gjennom spektrometri, da det høye niobium- eller molybdennivået vil komme frem i kombinasjonen med et av de andre metallene. Da andre faser også trenger niobium for å dannes, vil det naturlig forekomme færre styrkeøkende presipitater av disse fasene dersom det eksisterer en høy grad av lavesfase i materialet, selv om disse trenger mindre niobium for å dannes.

Det er funnet tydelige sammenhenger mellom nedkjølingshastighet og dannelsen av denne fasen, og studier konkluderer derfor med at det er dette som er den avgjørende faktoren for hvor stor andel som dannes [19].

2.3.1.1.2. Delta – δ

Deltafase har en ortorombisk krystallstruktur, og dannes i korn grensene ved høy temperatur, men ved lavere temperatur enn lavesfasen. Denne fasen krever niobium for å dannes, og fasen kan, i lavere konsentrasjoner, være med på å stabilisere materialet, da den hemmer kornveksten noe [20]. Deltafasen vises som korte nåler ved mikroskopi, og finnes ofte konsentrert i korn grenser og mellomdendrittiske områder, hvor niobiumnivåene er høye.

2.3.1.1.3. Gamma merket og gamma dobbelmerket – γ' og γ''

Presipitfordelingen og størrelsen på presipitatene påvirker som nevnt materialets mekaniske egenskaper. Gammafasene gamma merket (γ') og gamma dobbelmerket (γ'') er hovedsakelig de utfelte presipitatene som bidrar til styrkingen av materialet. Dette er svært små presipitater som blir til etter en lengre utherdingsprosess. Gamma dobbelmerket har en oval form, og en BCT krystallstruktur, og består av nikkel og niobium som Ni_3Nb . Gamma merket har en rund form, en enkel FCC-struktur, og består av nikkel og et av de resterende metallene i materialet, som aluminium (Al) eller titan, som $Ni_3(Nb, Al, Ti)$ [5]. Gamma presipitatene er koherente til matriksen, og fører til at det ikke dannes spenninger eller strukturer mellom fasene.

2.3.1.1.4. Karbider og oksider

2.4. Varmerbehandling

Ved additiv tilvirkning med DLD vil det forekomme presipitater i materialet etter produksjon. Dette har, i tillegg til kornveksten, restspenninger og dislokasjoner som har oppstått i materialet under produksjonen, påvirkning på de mekaniske egenskapene på materialet. For å styrke materialet, og styre presipitaddannelsen, vil det være gunstig å varmebehandle materialet etter tilvirkning. Dette gjøres i to trinn – Løsningsvarmerbehandling og presipitatherding

2.4.1. Løsningsvarmerbehandling

Løsningsvarmerbehandling gjennomføres hovedsakelig for å løse opp de faser som materialet måtte inneholde, for å frigjøre atomer som kan brukes til å danne andre presipitater som virker mer gunstig for den anvendelsen vi ønsker. Varmerbehandling etter endt deformasjon, kan i tillegg føre til vakans- og dislokasjonsvandring, samt diffusjon [9]. Varmerbehandling må derfor gjøres på en temperatur som er så høy, at den fasen med høyest smeltetemperatur smelter, men ikke så høy at resten av materialet smelter. Ved løsningsvarmerbehandling av Inconel 718 vil dette si at for å løse opp lavesfase, så må man opp i en temperatur rundt 1100 °C, og maks 1300 °C. Løsningsvarmerbehandling vil også kunne føre til rekrystallisering og dannelse av nye korn, avhengig av tiden materialet varmerbehandles. [12]

Ved å kjøle det varmebehandlede materialet raskt ned, vil det ikke rekke å dannes nye prespitater, og man sitter igjen med et relativt homogent materiale, med atomer av legeringselementer som har mulighet til å binde seg til nikkell og danne nye prespitater om de rette betingelsene er tilstede.

2.4.2. Herding ved prespitatdannelse

For at materialet skal få de egenskapene man ønsker, må man styre prespitatdannelsen. Dette gjøres ved å varme opp det løsningsvarmebehandlede materialet til den temperaturen som trengs for at legeringselementene binder seg til hverandre på den måten man ønsker, og holde det der en stund. Her kan et fasediagram komme til nytte, slik som i Figur 2.2 - Fasediagram for inconel 718 (TTT-diagram).

Hvor mange, og hvilke, prespitater som dannes avhenger av temperatur, tid og konsentrasjonen av legeringselementer i den faste løsningen, som skal til for å danne nye faser. For inconel 718 vil det i områder med få niobiumatomer være nødvendig med lavere temperaturer for å få dannet styrkende faser med gamma merket og gamma dobbeltmerket, enn det vil være i områder med høyere konsentrasjon av niobium [15]. For å få maksimal utnyttelse av elementene i hele materialet, vil det i mange tilfeller derfor være gunstig å prespitatherde over to trinn, hvor man setter ned temperaturen en eller flere ganger underveis, slik at flere faser kan dannes.

2.5. Tester

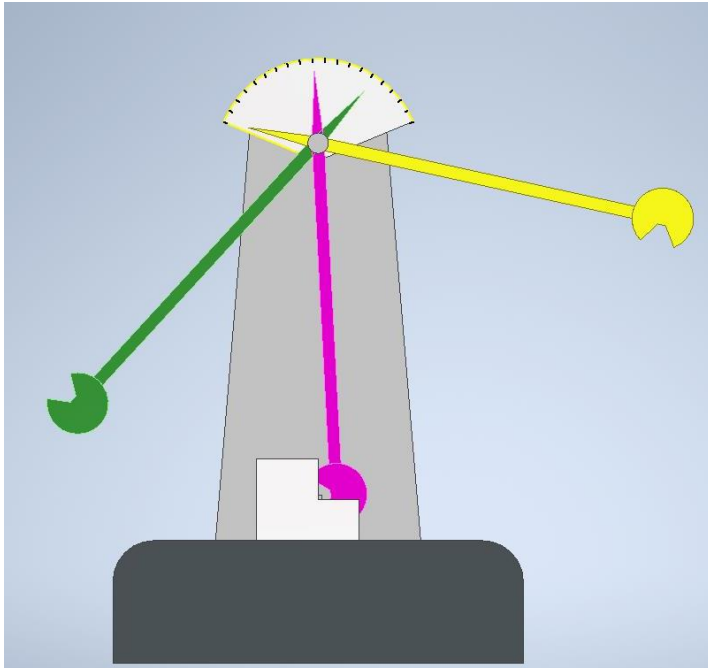
2.5.1. Skårslagsprøving

Skårslagsprøving er en testmetode som ved slagbelastning ser hvor mye energi materialet kan absorbere. Denne energien kalles slagseighet, og forteller om materialets evne til å oppta mekanisk arbeid og unngå kløvningsbrudd, under slagbelastning, med et skår på prøvestaven, og ved bestemte temperaturer. Slagseigheten er målt som differansen i pendelens kinetiske energi før og etter slaget, og blir angitt i Joule.

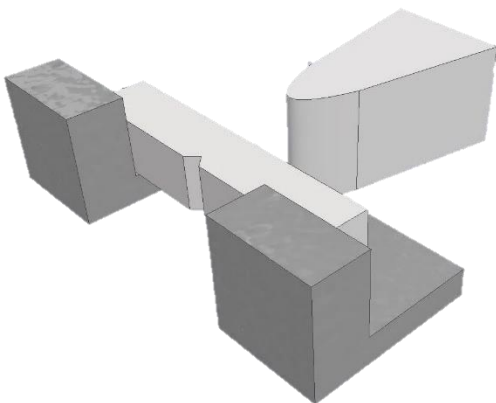
Prøvestykket er utformet som en rektangulær stav, med et v-formet skår på den ene siden. Denne plasseres på en ambolt på maskinen, og en pendelhammer slippes fra en høyde og svinger ned bak og gjennom prøvestykket. Selv om belastningen skjer i én retning, vil det oppstå en treakset spenningstilstand i prøvestykket. Dette fører til sprekkdannelse og brudd, og prøvestykket deles i to.

Materialenes duktilitet avgjør hvordan bruddflaten blir seende ut. Et materiale med høy duktilitet, kan risikere å ikke bryte i to, men få et såkalt hengslebrudd hvor prøvestaven er bøyd og fortsatt henger sammen som en hengsle. Duktiliteten til materialene kan i mange tilfeller styres av temperaturer. Jo lavere temperatur, desto mindre duktilt vil materialene oppføre seg.

Bruddflaten kan, sammen med slagseigheten, fortelle noe om et materiale er duktilt eller sprøtt. Et sprøtt brudd vil typisk ha en finere og jevnere overflate, da energien fra pendelhammeren har ført til at materialet lett bryter over hele flaten. Et duktilt materiale vil vises ved at bruddflaten er grovere, med større groper og «topper» og høy slagseighet. I noen tilfeller vil dette også vises ved at man som nevnt får et hengslebrudd, altså at ikke hele prøvestaven har knukket i to.



Figur 2.3 - Skårslagsprøver. Pendelen starter som den gule. Ved den rosa skjer sammenstøtet, og den grønne illustrerer sluttposisjon til pendelen ut fra absorbert energi



Figur 2.4 - Hammeren på pendelen slår inn bak skåret på prøvestaven

2.5.2. Strekktest

Strekktesting er den mest brukte metoden innen materialtesting av metaller. Testen vil kunne bestemme materialets flytegrense, strekkfasthet, bruddstyrke og elastisitetsmodul (E-modul) ved å strekke en prøvestav med bestemte dimensjoner til brudd, og måle kraft og forlengelse.

Testen gjennomføres ved å feste en prøvestav i strekkmaskinen, og deretter la maskinen strekke staven med jevn hastighet i enakset strekk til brudd oppstår.

Strekraften, F , omregnes til spenning, R , ved å dele F på stavens opprinnelige tverrsnittsareal, S_0 , og plottes mot forlengelse/tøyning, e , og presenteres i et tøyning-spenningsdiagram. [9]

$$\text{Spenning: } \sigma = \frac{F}{S_0} \text{ [MPa]}$$

$$\text{Tøyning: } \epsilon = \frac{L-L_0}{L_0} \cdot 100 \text{ [\%]}, \text{ hvor } L \text{ er prøvestavens lengde under/etter strekk, og } L_0 \text{ er prøvestavens opprinnelige lengde}$$

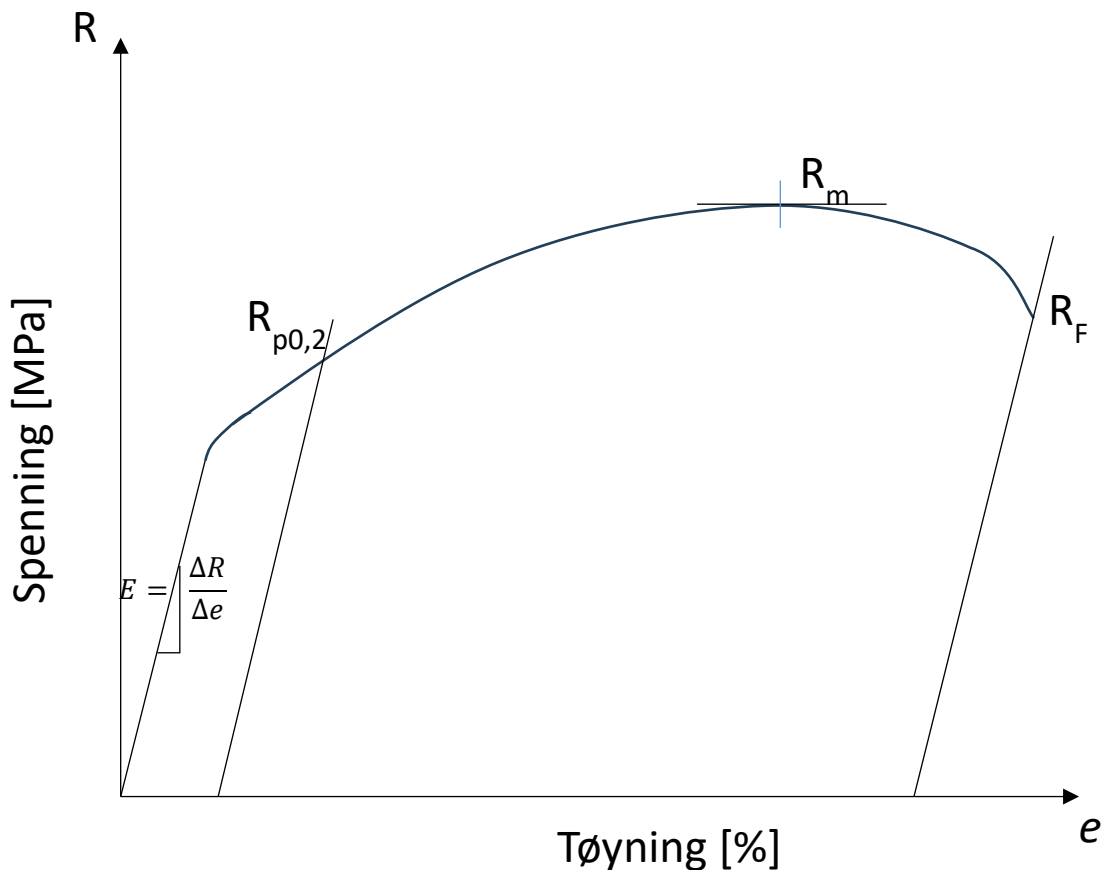
For øvrig måles følgende egenskaper:

Flytegrense: $R_e = \frac{F_e}{S_0}$ [MPa] eller konvensjonell flytegrense: $R_{p0,2}$ [MPa]. Flytegrensen er det punktet på kurven hvor materialet har gått fra det elastiske til det plastiske området. På dette punktet er bindingene mellom atomplanene i materialet brutt og forplanter seg fra korn til korn gjennom store deler av prøvestaven, og materialet har gjennomgått varig deformasjon og atomplanene glir oppå hverandre. Vi sier her at materialet flyter, og ved avlastning av prøvestaven vil den ikke gå tilbake til opprinnelig form og lengde, slik den vil i det elastiske området. For noen materialer vises flytegrensen som et tydelig brudd/fall i tøyning-spenningskurven. For en del andre, blant annet Inconel 718, vises kurven som en mer sammenhengende linje, slik som i figur [SETT INN FIGURNR]. I disse tilfellene brukes konvensjonell flytegrense. Denne flytegrensen er satt der hvor endelig forlengelse etter avlastning er 0,2%.

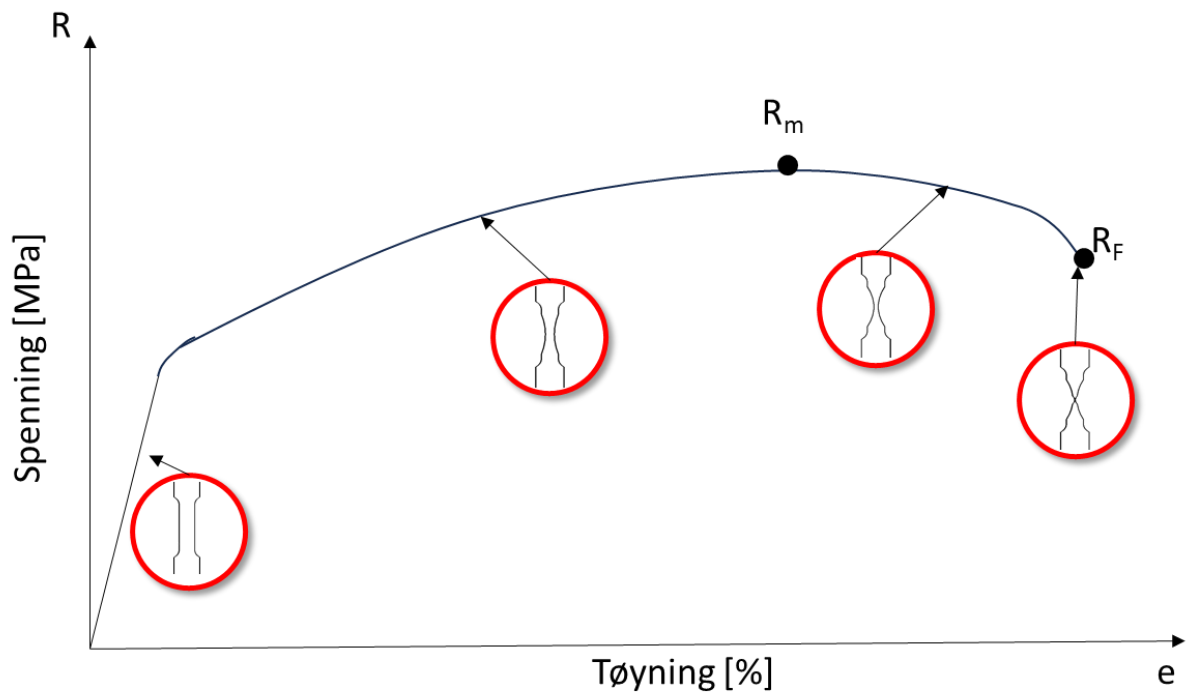
Strekfasthet $R_m = \frac{F_m}{S_0}$ [MPa] - Strekkfastheten kalles «ultimate tensile strength» på engelsk, og er den spenningen ved maksimal last, altså det punktet på kurven der spenningen er høyest.

Bruddspenning R_F [MPa] – Dette er den nominelle spenningen i det bruddet skjer.

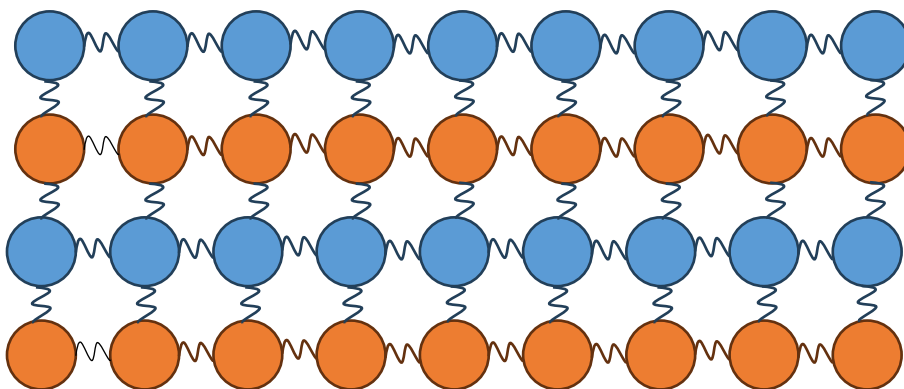
I tillegg kan bruddforlengelse, bruddkontraksjon og elastisitetsmodul beregnes. [9]



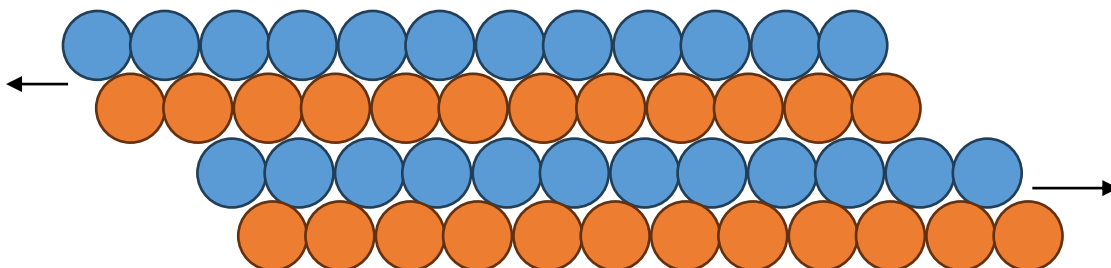
Figur 2.5 - Spennings-Tøyningsdiagram, med elastisitetsmodul, konvensjonell flytegrense, strekkfasthet og bruddspenning tegnet inn



Figur 2.6 - Spenning-tøyingsdiagram, med illustrasjon av hva som skjer med prøvestaven under de ulike delene av strekktesten



Figur 2.7 - Materialet er i det elastiske området når bindingene mellom atomene og atomplanene fortsatt er intakt, og materialet kan gå tilbake til opprinnelig lengde etter avlastning



Figur 2.8 - Når materialet når det plastiske området, er ikke bindingene mellom atomplan like sterke, og atomplanene vil gli på hverandre uten at noe tar de tilbake etter avlastning

2.5.3. Vickers hardhetstest

Hardheten til et materiale er evnen til å stå imot ytre mekaniske krefter og deformasjon. Dette blir testet ved å danne inntrykk i overflaten, og måle gjennomsnittsdiameteren eller -radius på disse. Det finnes flere ulike testmetoder, blant annet Brinell og Rockwell, men i denne oppgaven er det Vickers hardhet som måles.

I Vickers hardhet brukes en pyramideformet diamant med en toppvinkel på 136° til å gjøre inntrykkene i overflaten, og diagonalene på inntrykket måles optisk etterpå.

Vickers hardhet blir så regnet ut enten manuelt etter formelen under, eller automatisk av maskinen.

Formelen for å regne ut Vickers hardhet er:

$$HV = \textit{konstant} \cdot \frac{\textit{Kraften}}{\textit{gjennomsnittsdiameter}^2} = \textit{konstant} \cdot \frac{F}{d^2}$$

Konstanten finnes i standarden for Vickers hardhetsmåling, NS-EN ISO 6507-1:2023, og er omtrent på 0,1891. [21]

2.6. Mikroskopianalyse

Det finnes flere ulike mikroskopimetoder som benyttes ved ulike anledninger etter fra hva slags informasjon man ønsker å få ut, og hvor stor oppløsning man ønsker og har behov for. De fleste kjenner til optisk mikroskop, hvor synlig lys brukes sammen med ulike objektiver for å forstørre en prøve eller et bilde. I tillegg til dette finnes det mikroskoper som bruker andre former for stråling med ulike bølgelengder som infrarød, ultrafiolett eller røntgen-stråling, eller ione- og elektronstråling. I noen tilfeller benyttes også lydbølger i form av ultralyd. De ulike metodene benytter flere ulike detektorer for å fange opp strålingen og avbilde prøven, og levere informasjon overflate, innhold eller sammensetning. Et lysmikroskop kan i mange tilfeller være nok, men ofte vil det være behov for høyere forstørrelse eller bedre oppløsning på bildene for å få med alle detaljer, og her kan et elektronmikroskop være nyttig. [22] [23]

2.6.1. Lysmikroskopi

Det optiske mikroskopet, altså der man benytter hvitt, synlig lys for å avbilde prøven, består av en lyskilde, en samlelinse for å konsentrere lyset mot objektet, en avbildingsenhet, og et objektbord. Objektbordet sin funksjon er å plassere prøven på en måte som gjør at denne står stødig direkte over en lysåpning, og blir truffet av en konsentrert lysstråle fra mikroskopet. Objektet blir avbildet ved hjelp av et linsesystem som består av okular og objektiver, og danner et forstørret bilde av prøven som kan studeres.

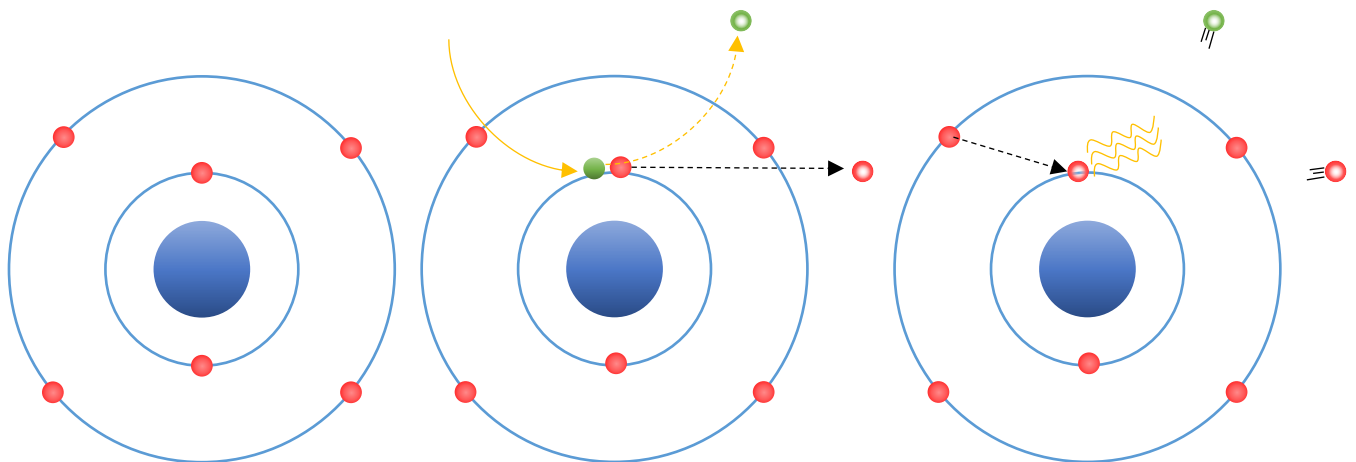
Dette mikroskopet benyttes for å avbilde detaljer med en nedre størrelse på omtrent 0,5 µm, som er det synlige lysets bølgelengde og utgjør den begrensende faktoren for forstørrelsen. Dette gjør at man med opptil maksimal forstørrelse kan se små detaljer på en prøve, celler eller organismer som bakterier, men om man ønsker et flere detaljer må man over på andre mer avanserte mikroskopiformer, som elektronmikroskopi. [22]

2.6.2. SEM – Sveipelektronmikroskop

Sveipelektronmikroskopet virker ved at en tynn stråle med elektroner blir sendt mot prøven, og sveiper over overflaten. Ulike detektorer registrerer forskjellige interaksjoner mellom strålen av elektroner og det som skjer i overflaten av prøven, og kan gi oss bilder som er opp til 2 millioner ganger forstørret [24].

På denne måten kan vi få ulik og verdifull informasjon om prøven, og studere detaljer som er veldig små, og mindre enn det vi vanligvis vil klare å få et godt bilde av i et lysmikroskop. Hovedsakelig er det tre ulike detektorer som blir benyttet, en for sekundærelektroner, en for tilbakesprettselektroner og en for røntgenstråling. I tillegg med at alle atomer har ulike energinivåer, kan man ved bruk av et sveipelektronmikroskop, og energidispersiv spektroskopi, også finne ut den kjemiske sammensetningen i prøven, i tillegg til informasjon om topografi og kornstrukturen på overflaten. [23]

Når strålen sveiper over prøveoverflaten, skytes elektronene fra strålen inn mot atomene i prøven. Elektronener fra strålen treffer i blant et av elektronene i atomens innerste skall, og dette elektronet blir skutt ut av atomet. Elektronet som blir skutt ut kalles sekundærelektron. Atomet er nå i ubalanse, da det helst vil ha fylt opp innerste skall med elektroner, og et elektron fra et skall lenger ut hopper inn på den ledige plassen. Energien elektronene trenger for å holde seg i bane rundt atomkjernen er høyere jo lenger ut fra atomkjernen det ligger, og overskuddsenergien elektronet besitter når det hopper inn til et lavere nivå med lavere energibehov, blir emittert ut [25].

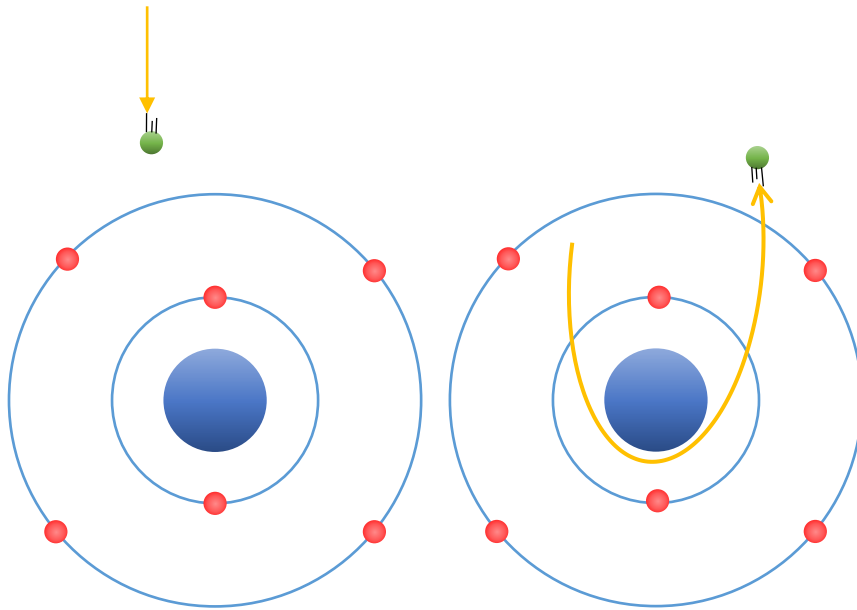


Figur 2.9 - a) Skallmodell av et atom, b) Et elektron blir skutt inn i et annet elektron i innerste skall, og dette elektronet flyker ut. Dette er sekundærelektronet. c) Atomer på et høyere energinivå hopper inn på den ledige plassen, og emitterer overskuddsenergi

Elektronene fra strålen treffer ikke alltid et elektron, men interagerer med kjernen til atomet og dens positive ladning. Når elektronet har riktig vinkel inn mot kjernen, vil den fanges opp i en bane rundt kjernen, og sendes ut igjen av atomet, hvor det fanges opp av en detektor. Dette reflekterte elektronet kalles tilbakesprettselektron, og kan gi oss informasjon om den kjemiske sammensetningen i prøven. Bildet som presenteres ved bruk av tilbakesprettselektron-detektoren viser de ulike stoffene med ulik grad av lys og mørke etter hvor tunge stoffene er, og viser prespitater, oksider, korn og korngrenser tydelig.

Ved bruk av et tilleggsprogram, kan diffraksjonene fra elektronene, eller røntgenstråler, fortelle hvilke grunnstoffer prøven eller punkter på prøven består av, da ulike grunnstoffer sender signaler

med ulik energi. Detektorene fanger opp energien fra strålingene, og presenterer disse som spektrallinjer vi kan lese av. [26]



Figur 2.10 - a) Et elektron blir skutt inn mot atomet. b) Atomet havner i en bane rundt atomkjernen, og blir reflektert tilbake. Dette er et tilbakesprettselektron

2.6.3. TEM – Transmisjonselektronmikroskop

Transmisjonselektronmikroskopet er bygd opp slik at den bruker en bred stråle av elektroner for å danne et bilde av den indre strukturen i prøven. Strålen sendes gjennom en svært tynn prøve, og skaper et todimensjonalt bilde som kan vise sammensetning, krystallstruktur og veldig små partikler. TEM kan forstørre prøven i veldig stor grad, opptil 10-50 millioner ganger forstørrelse. [23]

3. Eksperimentelt

3.1. Prøver mottatt fra F3Nice

Prøvene som ble levert var to blokker hvor det var tatt ut sylindriske staver til strekkprøver samt disse strekkprøvene. I tillegg ble det levert to blokker inndelt i 9 og 6 brikker som skulle danne grunnlaget for skårslagsprøvingen.

Den kjemiske sammensetningen i pulveret som er benyttet i tilvirkningen er på produsentens nettsider oppgitt til å være slik som presentert i Figur 3.1.

Element	Ni [%]	Cr [%]	Nb [%]	Mo [%]	Ti [%]	Al [%]
Min	50.00	17.0	4.75	2.8	0.65	0.20
Max	55.00	21.0	5.5	3.3	1.15	0.80

Element	Co [%]	Cu [%]	Mn [%]	Si [%]	C [%]	B [%]
Min	-	-	-	-	-	-
Max	1.00	0.30	0.35	0.35	0.08	0.006

Element	P [%]	S [%]	Fe [%]	N [%]	O [%]
Min	-	-	balance	n/a	n/a
Max	0.015	0.015			

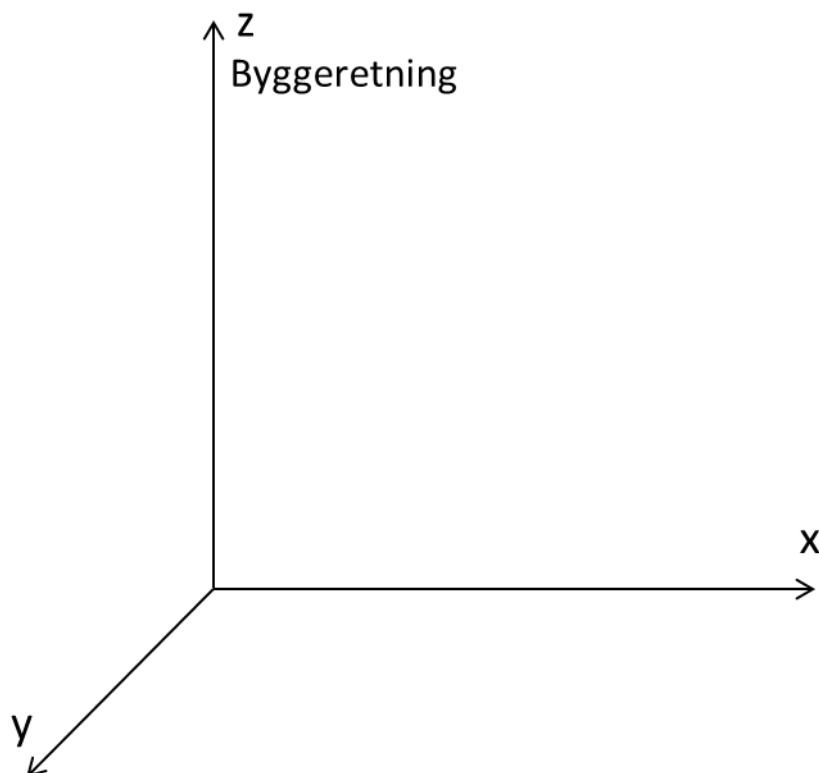
Figur 3.1 - Den kjemiske sammensetningen av pulveret i wt%.

Dette er i henhold til ASTM F3055.

Det er ikke oppgitt hvordan printestrategien er, eller hvilke printeparametre som er benyttet. Øvrige data ligger som vedlegg.

3.2. Prøvenes inndeling og navngivning

Emner til strekkprøver og skårslagsprøver ble levert ferdig maskinert ut. Heretter forstås vertikal retning som byggeretning langs z-aksen, og horisontal retning som printeretning normalt på byggeretningen.



Figur 3.2 - Flatene det henvises til er med utgangspunkt i tredimensjonalt koordinatsystem, med byggeretning langs z-aksen

Det ble levert følgende:

- 6 strekkprøver i horisontal retning
- 6 strekkprøver i vertikal retning
- 9 staver til skårslagsprøving i horisontal retning
- 6 staver til skårslagsprøving i vertikal retning

Det ble besluttet å gjennomføre 3 parallelle strekktester og skårslagstester i hver retning for hver av prespitatuttherdingene, samt 3 skårslagstester med materialet som printet for de tre ekstra prøvestavene i horisontal retning.

I tillegg ble det kappet ut prøver til hardhetstester og mikroskopi ut fra det som var igjen i blokken hvor strekkprøvene var hentet ut.

3.2.1. Hardhetstest og mikroskopi

Som nevnt ble disse prøvene hentet ut fra blokken det var maskinert ut strekkprøver fra. Midten av denne blokken hadde nok materiale til å kunne hente ut prøver fra alle plan.

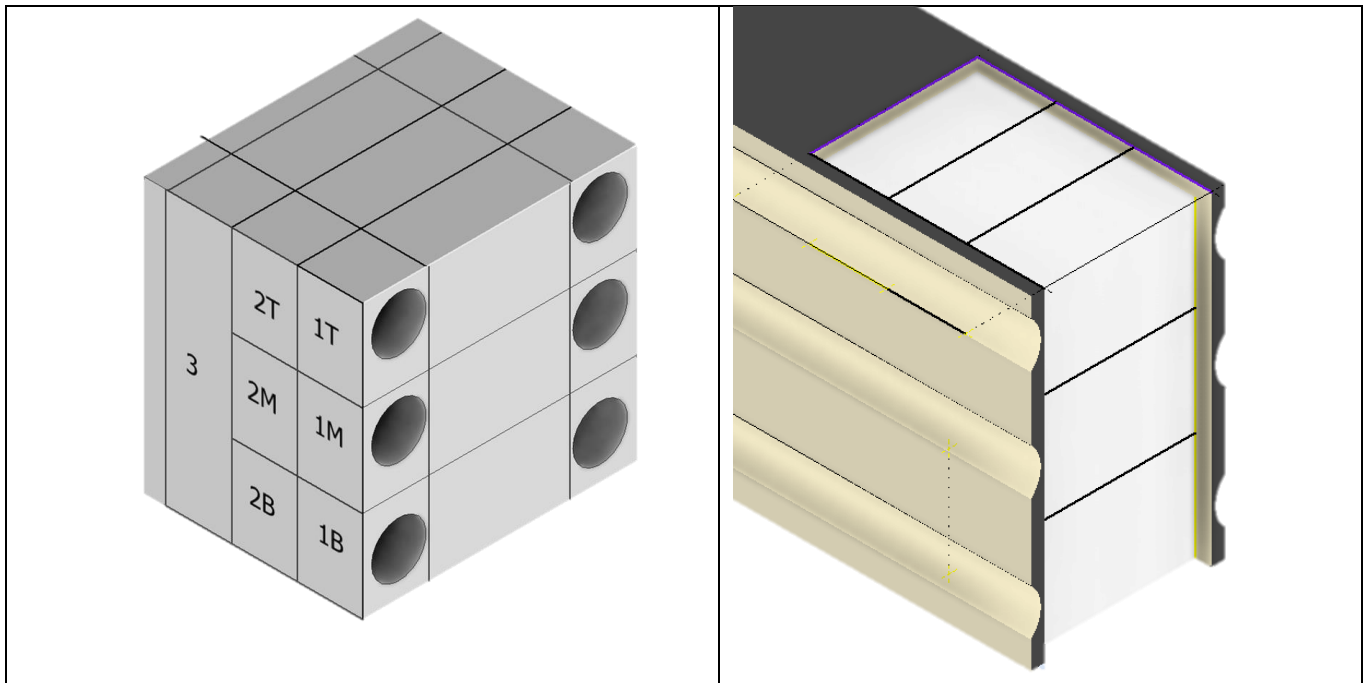
Prøvene som ble hentet ut ubehandlet er navngitt etter plan, og hvilken del av blokken de er tatt fra. Prøver merket 1 er brukt til å undersøke XY-plan, prøver merket 2 er brukt til å undersøke XZ-plan, mens prøve 3 er brukt til å undersøke YZ-planet.

Prøvene fra 1 og 2 er delt i topp (T), midt (M) og bunn (B), mens for prøve 3 ble hele planet undersøkt i sin helhet, men topp og bunn av blokken ble markert. Figur 3.3 viser hvor prøvene er tatt ut.

Oversikt over prøvene som er testet, med beskrivelse finnes i Tabell 3.1.

Tabell 3.1 - Oversikt over prøvene for hardhetstesting og mikroskopi

Prøvenavn	Flate	Beskrivelse
1B	XY	Som printet, bunn av blokk
1M	XY	Som printet, midt i blokken
1T	XY	Som printet, toppen av blokken
2B	XZ	Som printet, bunn av blokk
2M	XZ	Som printet, midt i blokken
2T	XZ	Som printet, toppen av blokken
3	YZ	Som printet, hele flaten
S1-XY	XY	Ettrinns prespitatherdet
S1-XY-B	XY	Ettrinns prespitatherdet. Prøve tatt direkte på bunnen
S1-XZ	XZ	Ettrinns prespitatherdet
S1-YZ	YZ	Ettrinns prespitatherdet
S2-XY	XY	Totrinns prespitatherdet
S2-XZ	XZ	
S2-YZ	YZ	
S21-XY	XY	Ettrinns prespitatherdet i 21t
S21-XZ	XZ	
S21-YZ	YZ	
ST1		Løsningsvarmebehandlet
ST2	XY	



Figur 3.3 - Prøvene er hentet ut fra blokken hvor de horisontale strekkprøvene er tatt

3.2.2. Strekktest

Prøvene er delt inn i følgende:

- 3x S1-Horisontal: S1H
- 3x S1-Vertikal: S1V
- 3x S2-Horisontal: S2H
- 3x S2-Vertikal: S2V



Figur 3.4 - Staver som var kuttet ut for å bli til strekkprøver



Figur 3.5 - Maskinering av strekkprøver i CNC-maskin

3.2.3. Skårslagsprøving

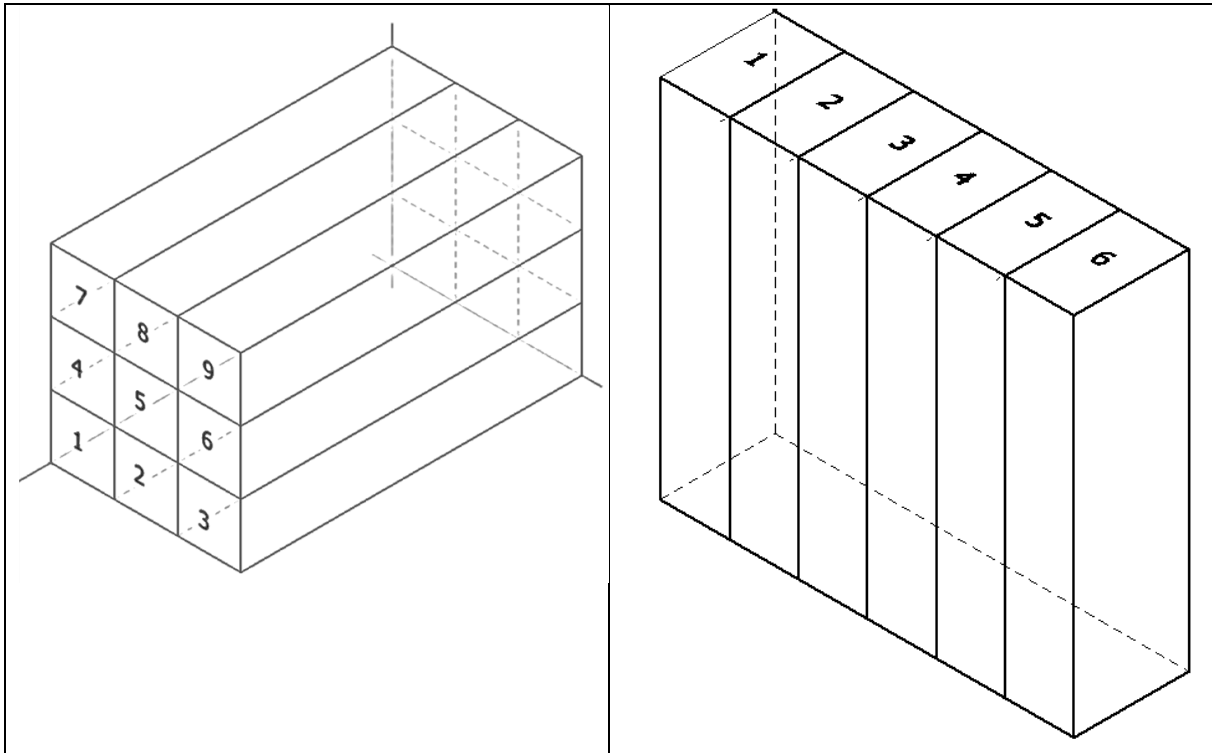
Prøvene ble delt inn etter følgende:

Horisontal blokk:

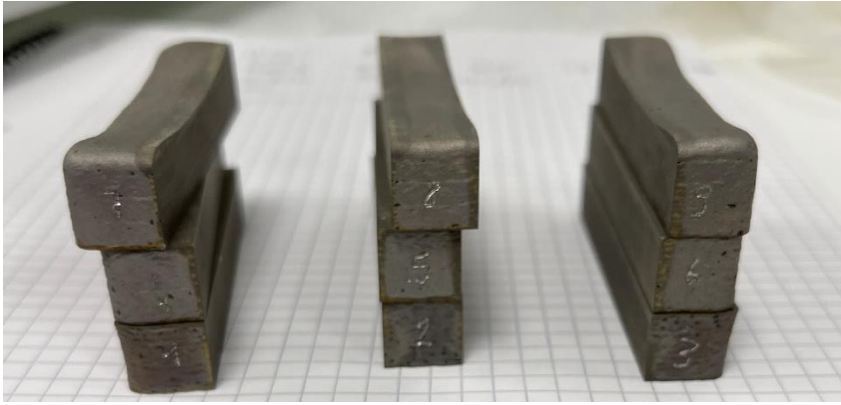
- 1, 4, 7: S1H
- 2,5,8: AP
- 3,6,9: S2H

Vertikal blokk:

- 1,2,3: S1V
- 4,5,6: S2V



Figur 3.6 - Slik var inndelingen i blokkene som var myntet på skårslagsprøving levert. Horisontale prøver til venstre, og vertikale prøver til høyre



Figur 3.7 - De horizontale prøvene til skårslagsprøving



Figur 3.8 - De vertikale prøvene til skårslagsprøving

3.3. Utstyr

Følgende utstyr ble benyttet til de ulike oppgavene:

Oppgave	Deloppgave	Utstyr	Modell	
Prøvepreparering for mikroskopi og hardhetstest, og varmebehandling av prøvene	Oppdeling	Sag	Struers Discotom 10	
	Varmebehandling	Ovn	Nabertherm P300	
	Innstøping	Innstøpningsmaskin	Struers Cito Press-30	
	Polering	Poleringsmaskin	Struers TegraForce-5	
	Vasking	Ultralydvaskemaskin	Struers Lavamin	
	Etsing	Skål		
		Bomull		
Pinsett				
Ets			Kallings nr. 2	
Hardhetstesting og optisk mikroskopi	Hardhetstesting	Hardhetsprøver	Innovatest Nova 330	
		Måling av inntrykkene	GoPro	
	Bilder av mikrostruktur	Optisk mikroskop	Olympus GX53	
SEM	Bilder av mikrostruktur og bruddflater, samt spektrometri	Sveipelektronmikroskop	Zeiss Supra 35VP	
			JEOL JSM-IT800	
TEM	Bilder av mikrostruktur	Transmisjonselektron - mikroskop	JEOL JEM-2100Plus	
Strekprøving	Dreie sylindere til strekkprøver	CNC	OKUMA Genos L3000-e	
	Gjennomføre strekkprøving	Strekmaskin	INSTRON 5985 Dual Column Floor Frames tensile test machine	

Skårslagsprøving	Kappe ned prøvene	Sag	Struers Discotom 10
	Frese prøvene til rett tykkelse	Fres, plan	First
	Frese prøvene til rett lengde	Fres, pinne	Somatec STF-5000V
	Frese v-skår i prøvene	CNC	Mazak Vertical Center Smart 430 A
	Gjennomføre skårslagsprøving	Skårslagsprøver	Zwick/Roell RKP450

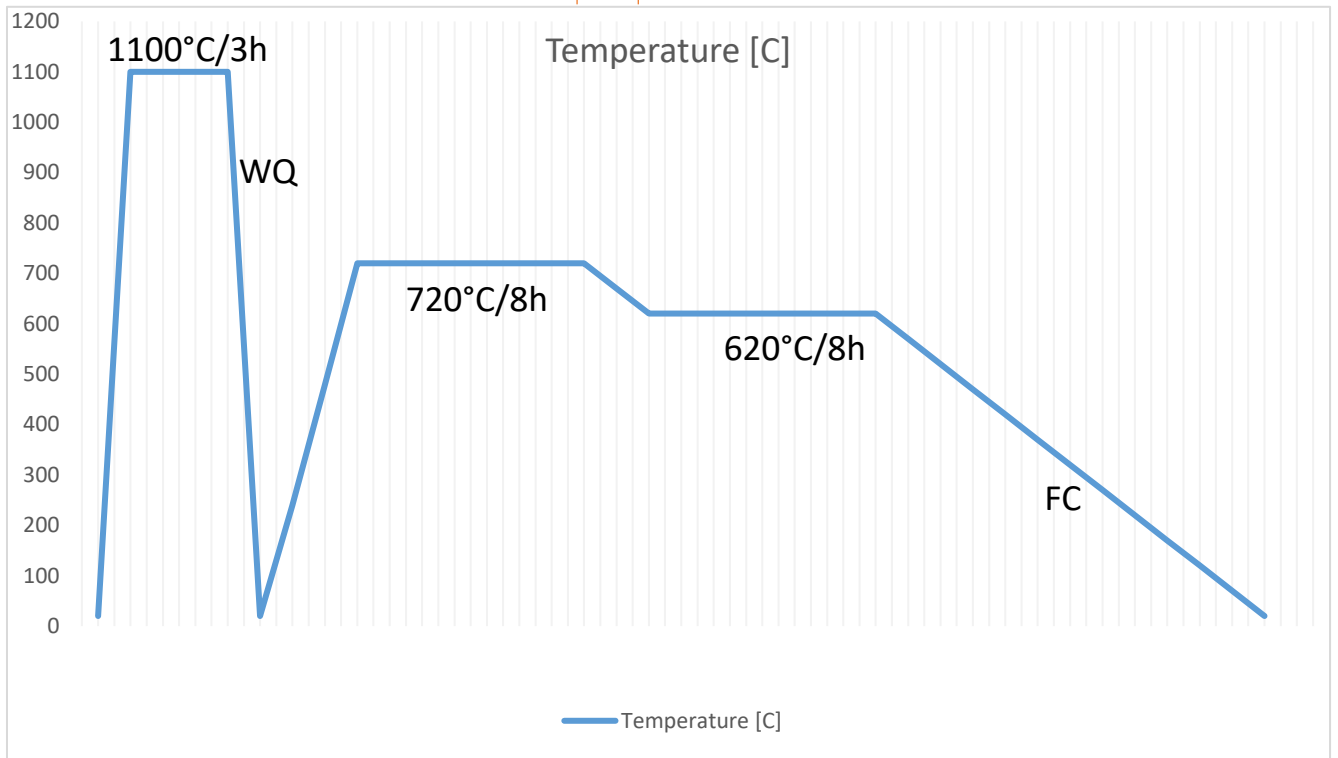
3.4. Varmebehandling

Prøvene ble utsatt for innherding ved å løsningsvarmebehandle på 1100 °C i 3 timer, før de ble raskt avkjølt i kaldt vann fra springen.

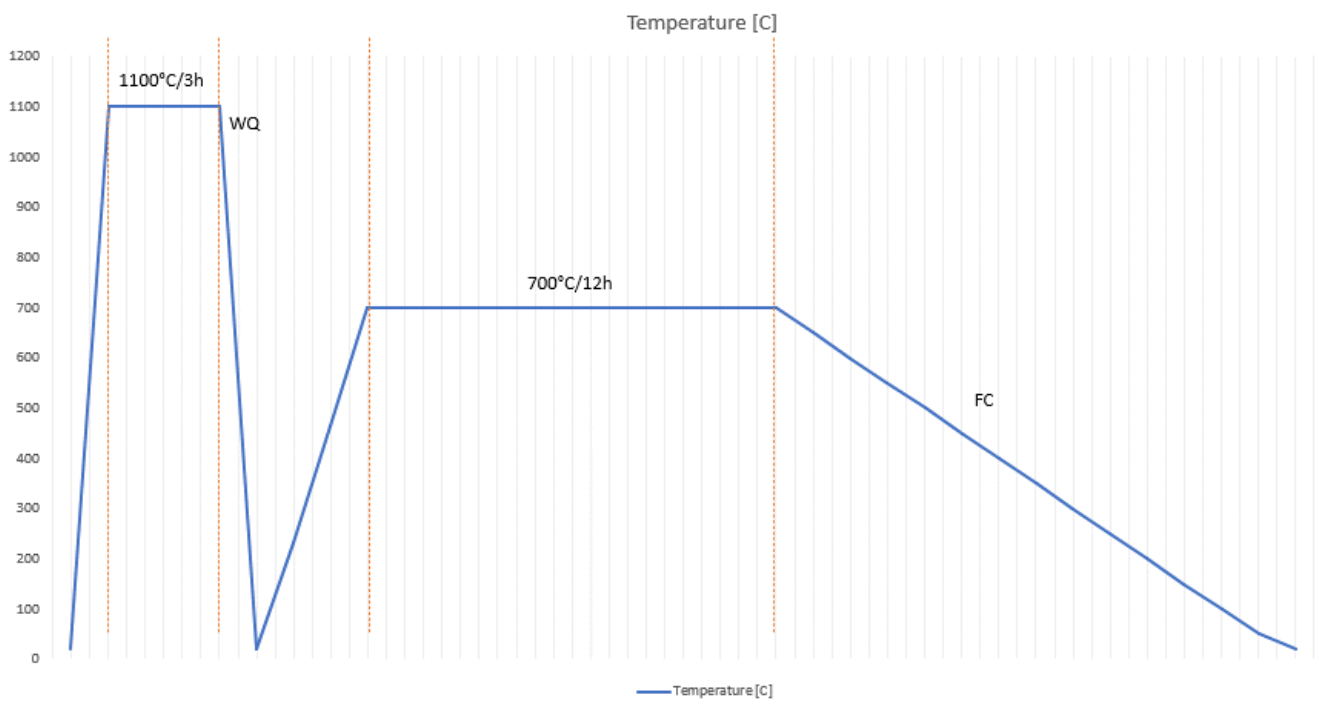
Deretter ble prøvene delt i to, hvor en del ble prespitaturtherdet i ett trinn, mens resten ble urtherdet i to trinn.

Tabell 3.2 - Oversikt over varmebehandlingene

Prøve	T [°C]	Tid [t]	Avkjøling	Prespitattherding				Avkjøling
				Første trinn		Andre trinn		
				T [°C]	Tid [t]	T [°C]	Tid [t]	
S1	1100	3	Kaldt vann (ca. 15-17°C)	700	12	-	-	AC
S21				700	21	-	-	AC
S2				720	8	620	8	FC
AP	Som printet - Ingen varmebehandling etter print							



Figur 3.9 - Varmebehandling S2 - Totrinnsberding



Figur 3.10 - Varmebehandling S1 - Ettrinnsberding

3.5. Mikroskopi

Det ble hentet ut prøver fra alle plan i blokken.

Disse ble støpt inn i Polyfast og slipt og polert på en Struers TegraForce-5, med følgende slipemetoder for å skape en helt blank overflate:

Tabell 3.3 - Oversikt over slip- og poleringsstegene

Type papir/slip	Grovhet papir/slipeskive	Tid [min]
SiC	P120	2
	P220	
	P320	3
	P500	
	P1000	4
	P1200	
	P2000	
Diamantslip	9 μm	8
	3 μm	5
	1 μm	10
OP-S	0,25 μm	5

3.5.1. Lysoptisk mikroskopi

Den polerte overflaten ble etset med en blanding av 40 ml HCl, 40-80 ml etanol og 2g CuCl₂, også kjent som Kallings nr. 2. Prøvene ble «badet» i omtrent 30 sekunder, før en bomullsbit ble brukt på flaten.

Mikroskopet, et Olympus GX53 med motorisert objektbord, ble benyttet for å avbilde prøvene. Mikroskopet var koblet til en datamaskin med et system hvor man enkelt kan endre kontraster, lysstyrke og lagre bilder fra mikroskopet.

Mikroskopet hadde seks objektiver på en revolverinnfatning med forstørrelser på 2,5x, 5x, 10x, 20x, 50x og 100x.

Prøvene ble plassert på en plate med et hull direkte over en lyskilde og ett av objektivene.

Når prøven i 2,5x forstørrelse var i fokus, ble strukturen man kunne se tolket og et område valgt for grundigere undersøkelser og større forstørrelse. Platen prøven lå på kunne flyttes i både x- og y-retning med en spak, og det var dermed mulig å se hele prøvestykket i alle forstørrelser.

3.5.2. SEM

For grundigere undersøkelser at mikrostrukturen til prøvene, ble et sveipelektronmikroskop benyttet.

Universitetet har to sveipelektronmikroskop, et Zeiss Supra 35VP og et Jeol JSM-IT800. Begge ble benyttet for disse analysene.

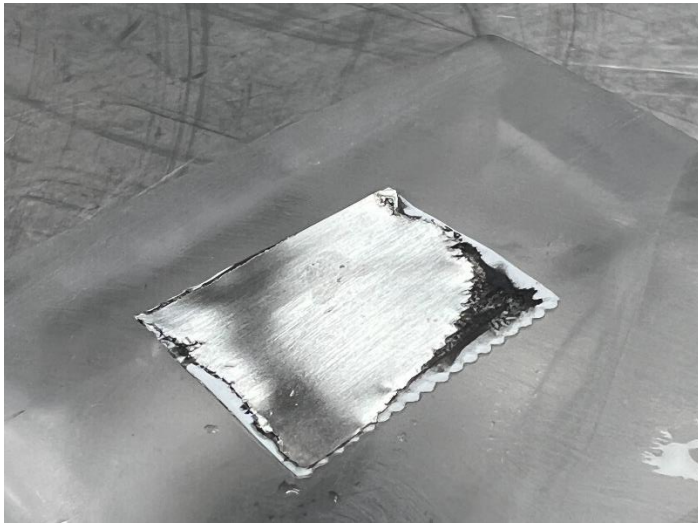
Instrumentene var koblet til to datamaskiner hvor den ene benyttet et system hvor man kunne se og tolke mikroskopibildet, og lagre bildene, mens det andre benyttet et system som analyserte sammensetningen av prøven. Det sistnevnte systemet ble benyttet til å tolke den kjemiske sammensetningen i utvalgte punkter på prøven.

Det ble benyttet ulike detektorer for å få bilder med ulike egenskaper til å få ut ulik informasjon. Hovedsakelig er det sekundærelektrondetektor og tilbakesprettselektrondetektor som ble benyttet,

og undersøkelser ble gjort både på de preparerte prøvene, samt bruddflaten på strekktest- og skråslagsprøvene.

3.5.3. TEM

Prøven for å gjennomføre TEM-undersøkelsene ble kappet, slipt og polert ned til en svært tynn folie, før det ble tatt ut tre små disker med en diameter på ca. 3mm. Disse ble deretter elektroplert, før prøven kunne brukes til analyser.



Figur 3.11 - Bilde av prøven som skulle bli videre preparert for transmisjonselektronmikroskopet

3.6. Skråslagsprøving

Materialet ble levert med en blokk som var delt inn i like store deler som det kunne lages prøvestaver til skråslagsprøver av.

Testprøvene og testen ble utført i henhold til NS-EN ISO 148-1:2016.

Prøvene ble først kappet til i ca. 12x12 mm med Discotom sag, før de ble frest til 10x10 mm. Prøvene ble deretter kappet til en lengde på omtrent 57 mm med sag, før de siste millimeterne ble frest ned med en pinnefres, slik at total lengden var i henhold til standarden, altså 55 mm +/- 0,6 mm.

Etter at prøvene var frest og kontrollmålt, ble det frest inn et v-hakk i XZ-flaten i de horisontalt printede prøvene, og et hakk i normalt på byggeretningen i de vertikalt printede prøvene med CNC-maskin.

Selve prøvingen ble gjennomført i romtemperatur. Testmaskinen ble klargjort, og pendelen ført opp til startposisjon. Prøvestaven ble plassert i maskinen med dertil egnet tang, slik at alle prøvene lå likt, og at prøvene lå slik til at hammeren på pendelen ville treffe rett bak skåret. Pendelen ble sluppet, og resultatet ble lest av på en digital måler.

Resultatene ble deretter ferdigstilt og sammenlignet.

3.7. Strekktest

Sylinderformede staver til bruk i strekktesting var ferdig kuttet ut av prøveblokken.

Selve prøvestaven ble maskinert ut av disse stavene ved hjelp av en CNC-maskin, med utgangspunkt i ASTM E8 [27].

Fra denne standarden, ble «eksemplar 3» for prøver med målelengde fire ganger diamenteren (E8) valgt, da dette passet best ut fra det utgangspunktet vi hadde fra de uthentede sylindrerne.

Følgende dimensjoner ble brukt:

Tabell 3.4 - Dimensjoner for strekktestprøvene

Målelengde (Gauge length)	24 mm
Diameter på det reduserte området	6 mm
Radius	6 mm
Lengde på det reduserte området	30 mm

Prøvingen ble utført på en [NAVN PÅ STREKKMASKIN]. Metoden ble lagt inn av labingeniør i henhold til standarden som ble brukt, og det ble benyttet en lastcelle på 30kN[FINN UT LASTCELLA].

Hastighetene som ble brukt var 0,015 mm/mm/min frem til flytegrense, og 0,05 mm/mm/min etter.

Prøvene ble så strukket til brudd oppstod, og bruddflaten ble senere undersøkt i mikroskop.

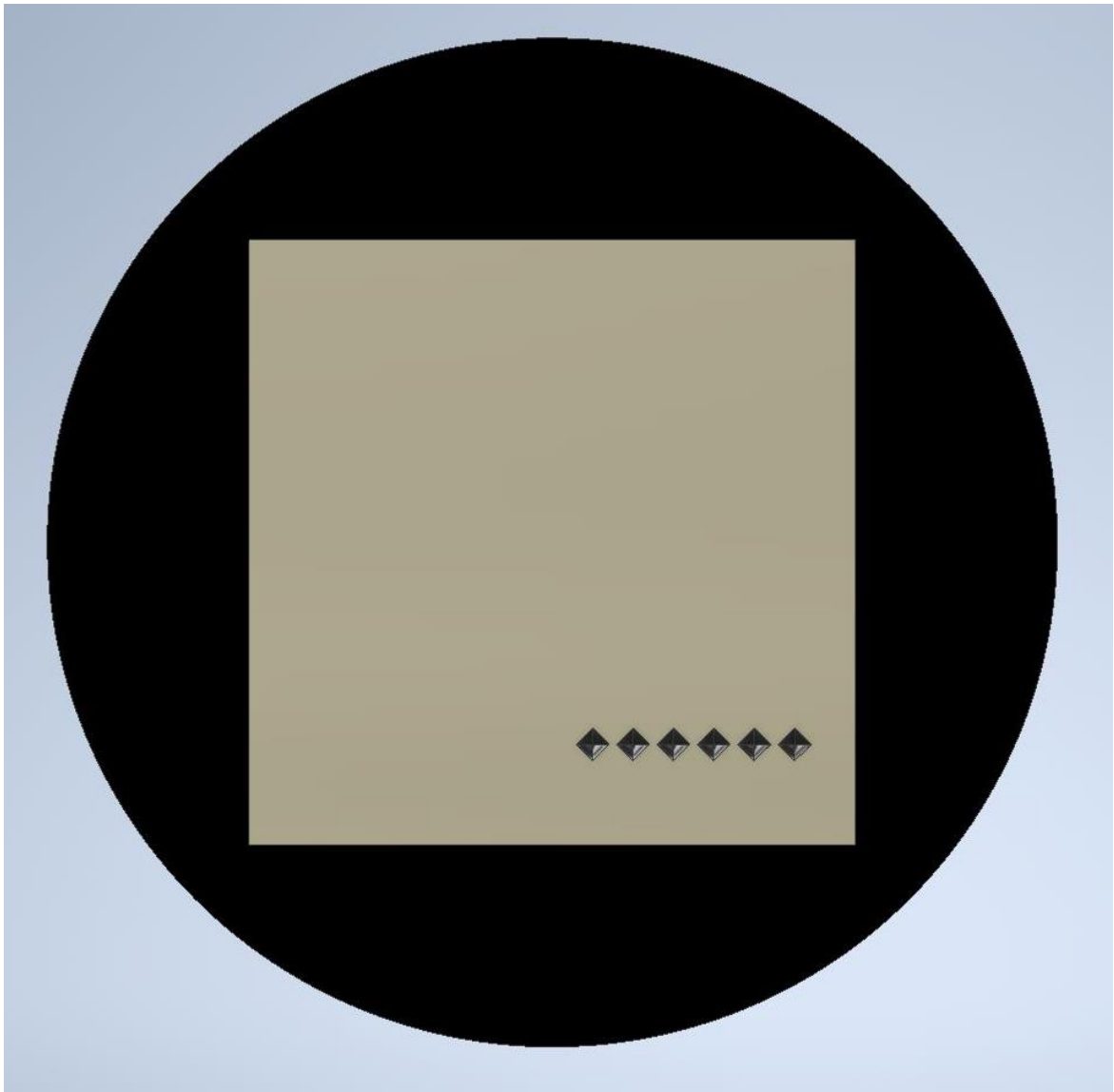
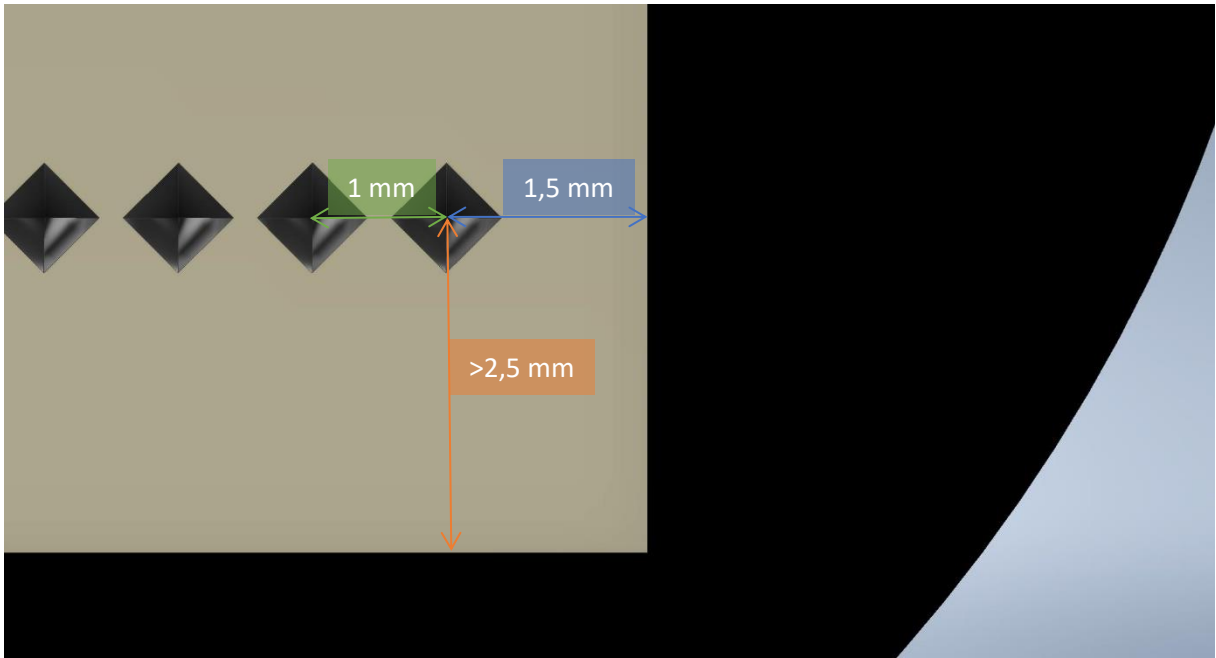
3.8. Hardhetstest

Prøvene var de samme som ble brukt til mikroskopi.

Hardhetstesten ble utført på en [MASKINNAVN] hardhetsprøver, og Vickers metode ble benyttet. Maskinen er utstyrt med en diamantpyramide som lager inntrykkene, og tre objektiver med ulik forstørrelse, 5x, 20x og 40x, på en motorisert revolverfatning. Maskinen er koblet til et målemikroskop og et GoPro-kamera som viser et forstørret bilde av inntrykket på en dataskjerm. Herfra måles bredden og høyden på inntrykket med det innebygde måleinstrumentet, og regner deretter ut Vicker hardhet.

Prøven ble spent fast i en sylinderformet prøveholder, og plassert under objektivet for 5x forstørrelse. Bordet prøven står på kan beveges i både x- og y-retning med justeringsskruer/millimeterskruer [FINN UT HVA DET HETER], og prøven ble plassert med kanten midt i linsen, før prøven ble flyttet 1,5 mm fra kanten der første inntrykk skulle settes. Inntrykket ble satt med en last på 10kg i 10 sekunder.

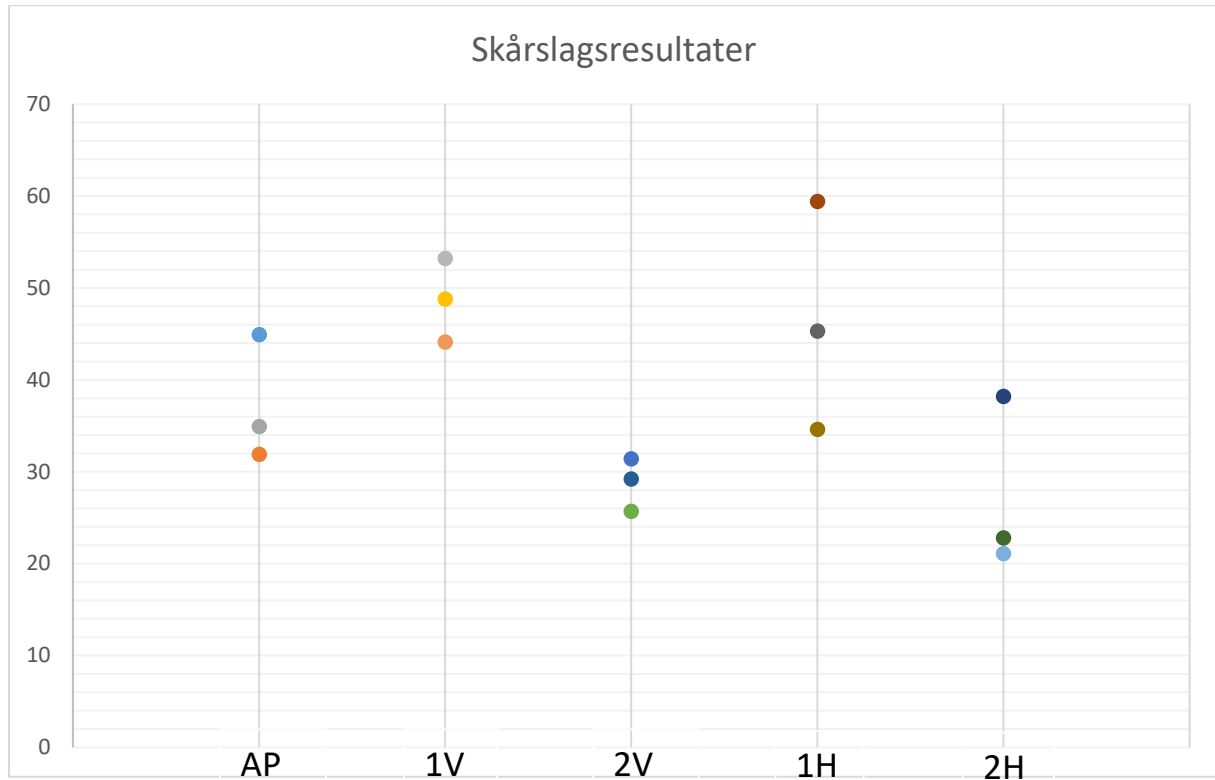
De neste inntrykkene ble satt 1 mm til venstre for forrige inntrykk.



4. Resultater

4.1. Skårslagsprøving

Resultatene fra skårslagsprøvingen fordeler seg slik som vist i Figur 4.1.

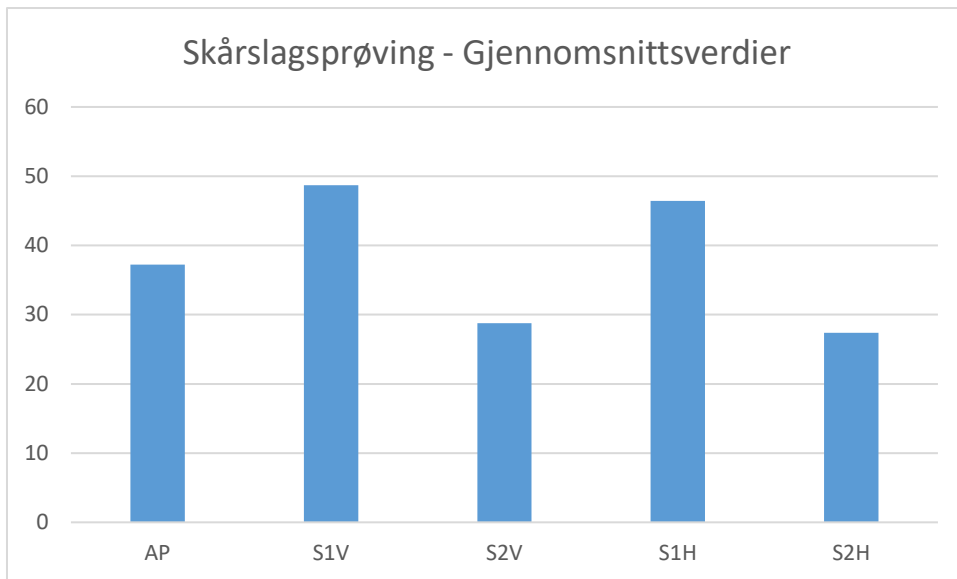


Figur 4.1 - Resultater fra skårslagsprøving. AP = Som printet, 1 = Ettrinns utherdet, 2 = totrinns utherdet, H/V = Horisontal/Vertikal

Resultatene gir gjennomsnittsverdiene og standardavvik som presentert i Tabell 4.1, samt gjennomsnittsverdiene presentert som diagram i Figur 4.2

Tabell 4.1 - Gjennomsnittsverdier og standardavvik av skårslagsprøvingen

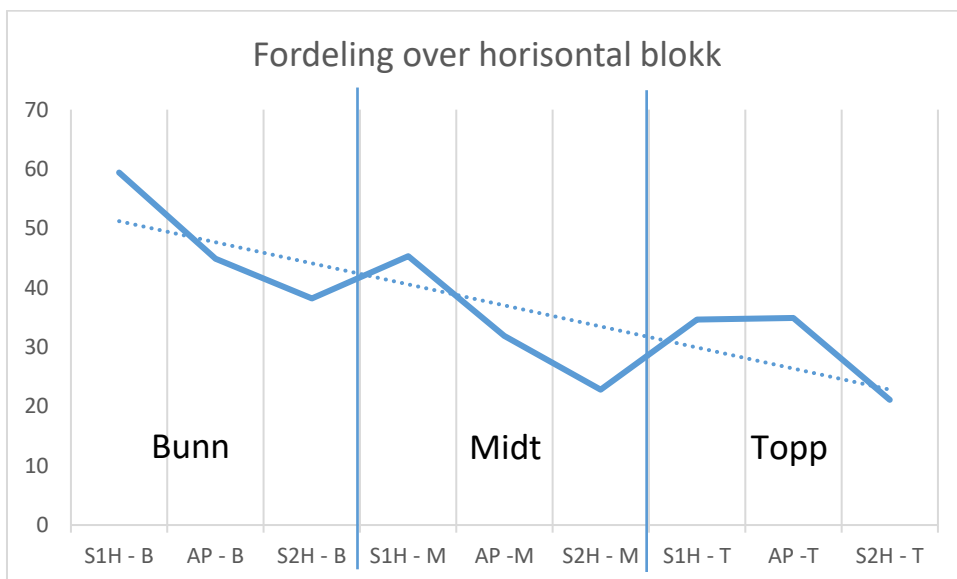
Prøve	Gjennomsnitt	Standardavvik
AP	37,2	6,8
S1V	48,7	4,6
S2V	28,8	2,9
S1H	46,4	12,4
S2H	27,4	9,4



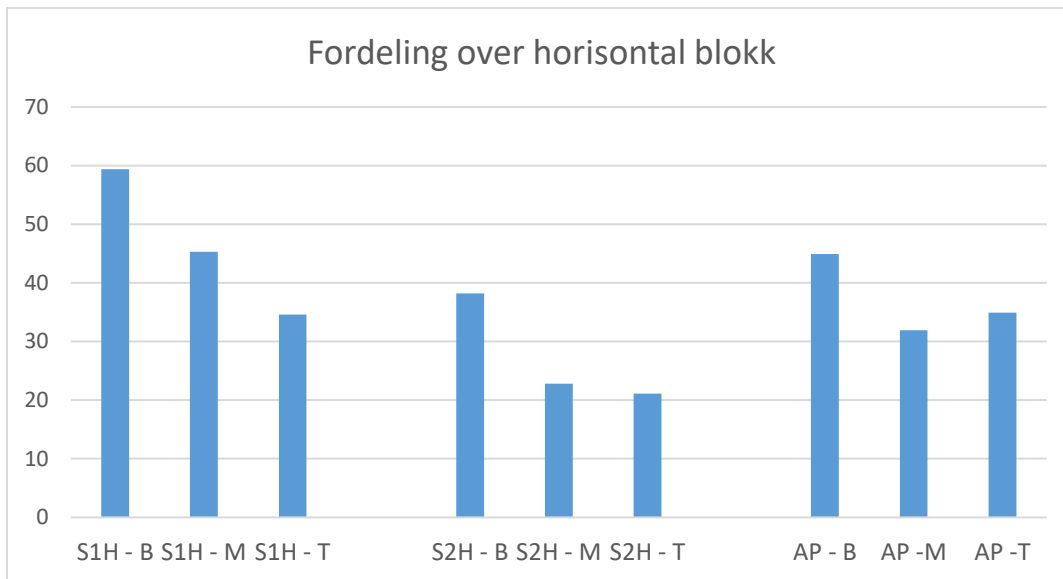
Figur 4.2 - Resultatene fra skårslagsprøvingen presentert ved gjennomsnittsverdier

Prøvene som ble herdet på 700 °C i 12 timer gir de høyeste gjennomsnittresultatene. Orienteringen gir ikke like store utslag, men de vertikale prøvene gir noe høyere verdi enn de horisontale. Prøvene som er i printet tilstand legger seg mellom de varmebehandlede prøvene.

Resultatene gir variasjoner gjennom blokken, hvor de høyeste verdiene kommer fra bunn av blokken.



Figur 4.3 - Resultatene presentert som fordeling over blokken, fra bunn til topp



Figur 4.4 - Fordeling over den horisontale blokken. Verdiene fra bunn av blokken er høyest i hver av de ulike varmebehandlingene

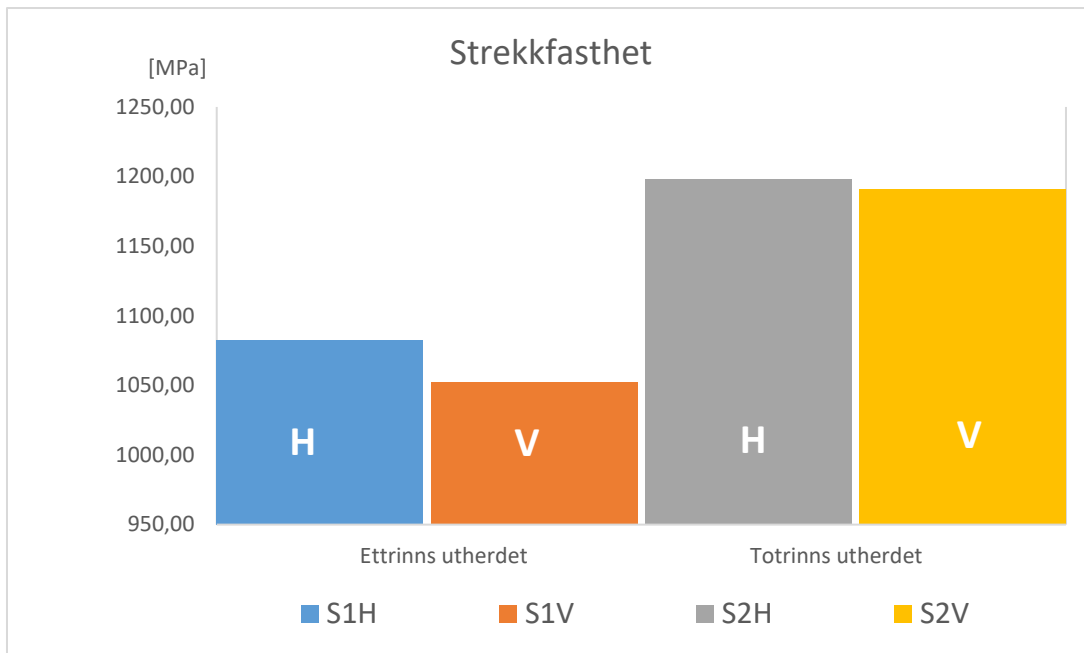
4.2. Strekktest

Strekktesten ga gjennomsnittresultater som presentert i Tabell 4.2.

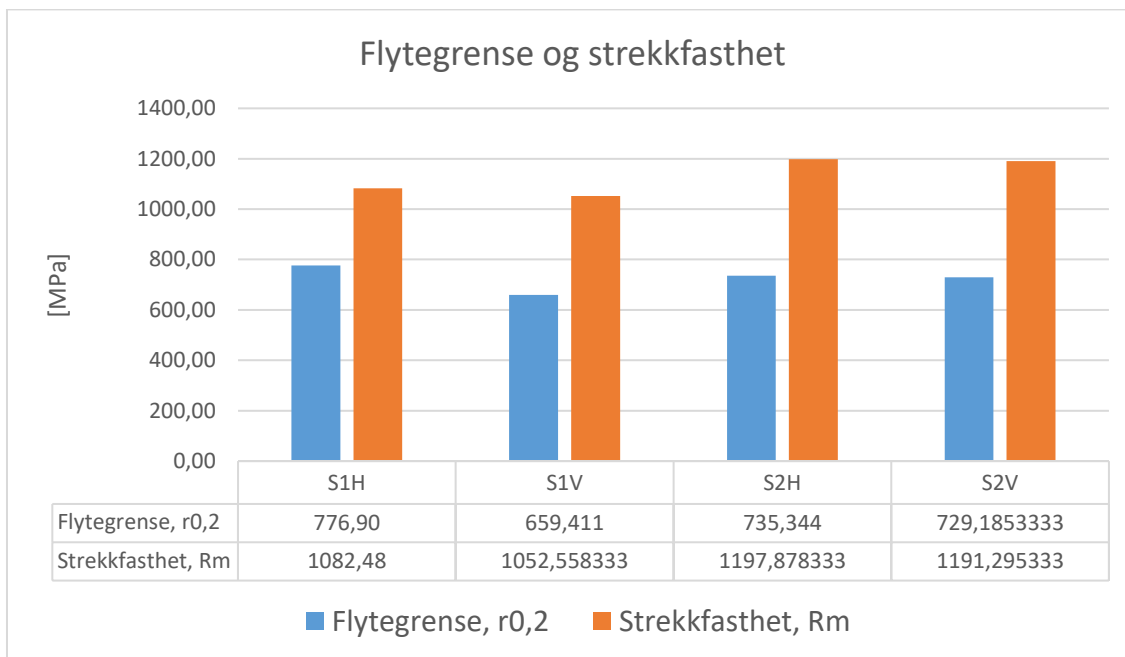
Tabell 4.2 - Strekktestresultater

Prøve	Flytegrense (Konvensjonell Strekkfasthet Bruddspenning Tøyning 0.2 %)			
	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[%]
S1H - Snitt	777	1082	1028	17
S1H - Standardavvik (+/-)	258	46	40	3
S1V - Snitt	659	1053	915	17
S1V - Standardavvik (+/-)	125	11	47	3
S2H - Snitt	735	1198	1133	14
S2H - Standardavvik (+/-)	43	14	46	0
S2V - Snitt	729	1191	1033	11
S2V - Standardavvik (+/-)	88	21	95	1

Som presentert i figur [FIGURNR], er det stor forskjell på strekkfastheten på de ulike utherdingsmetodene, mens orienteringen har mindre å si.



Figur 4.5 - Gjennomsnittlig strekkfasthet. S1-prøvene har vesentlig lavere verdier enn S2-prøvene



Figur 4.6 - Flytegrense og strekkfasthet

Det er strekkfastheten som har de største utslagene. Både bruddspenningen og den konvensjonelle flytegrensen holder seg relativt stabil.

Når vi sammenligner resultatene med selve prøvene, ser vi at prøvene med lav bruddspenning, høy strekkfasthet og relativt lav flytegrense er de prøvene som får høy grad av kontraksjon ved bruddstedet [NECKING] i det reduserte området.

[LEGG INN BILDER AV BRUDDFLATEN!!!!]

4.3. Hardhetstest

Gjennomsnittresultatene og standardavviket fra hardhetstesting er presentert i Tabell 4.3.

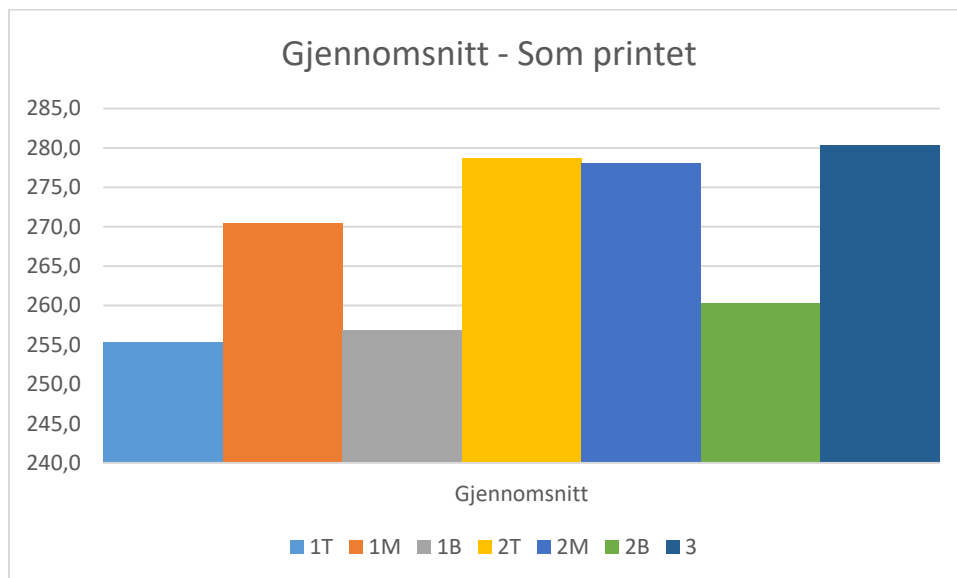
Tabell 4.3 - Gjennomsnittlig Vicker hardhet for alle prøver

	AP	S1	S2	S21	ST
Gjennomsnitt	271,6	379,2	459,8	446,1	181,2
Standardavvik	13,8	21,7	13,8	20,4	10,7

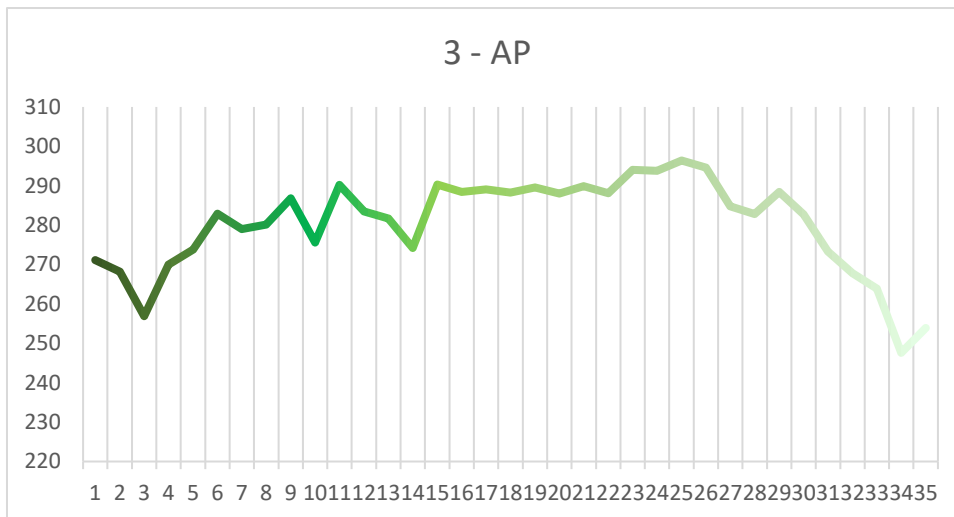
Det er de prespitatherdete prøvene som har de høyeste hardhetsverdiene. Prøvene som kun er herdet i ett trinn (S1 og S21) har over 20 i standardavvik, som er høyere standardavvik enn resten av settene.

Alle resultater ligger i som vedlegg.

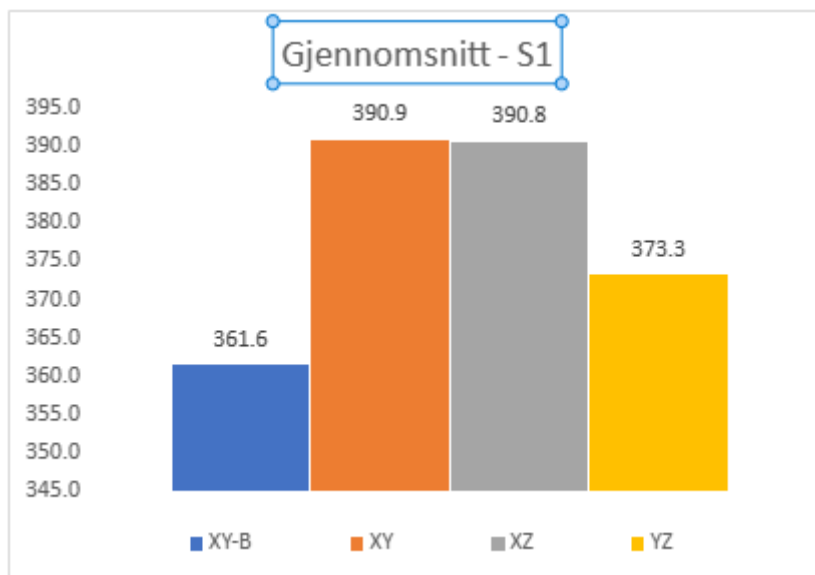
Når vi går nærmere inn på resultatene, ser vi at verdiene varierer etter hvor i blokken prøven er tatt fra. Som vist i figur [SETT INN FIGURNR] er verdiene i topp og bunn lavere i de prøvene som ikke er varmebehandlet, spesielt i XY-planet.



Figur 4.7 - Gjennomsnittlig Vicker hardhet i materialet som ikke er varmebehandlet. 1 = XY-plan, 2=XZ-plan, 3=YZ-plan (hele planet under ett)



Figur 4.8 - Hardhetstest av YZ-flaten. Også her ser man at verdiene synker mot topp og mot bunn



Standardavviket er noe høyt, og enkelte prøver ligger utenfor standardavviket. Alle prøvene er tatt med i de presenterte resultatene.

4.4. Lysmikroskopi

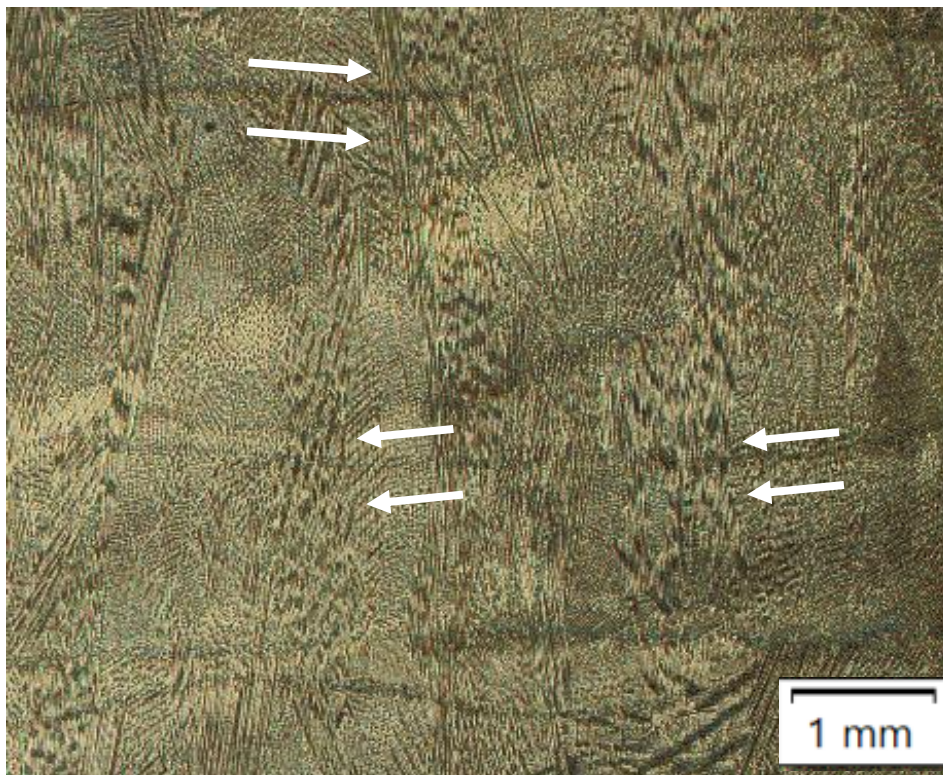
I det printede materialet kan smeltelinjer ses på flaten som går parallelt med byggeretning. I prøvene vises dette som en mørk strek som går normalt på byggeretning tvers over prøven, mens smeltebadene fremstår som mørke buer på flaten.

I prøvene ser vi ikke rett på smeltebadene, men disse vises som lange, avlange skjell/buer på skrå slik som vist i Figur 4.9. Prøven viser også at disse avlange buene går i hver sin retning annenhver gang de dukker opp. Dette kan fortelle noe om printestrategien.



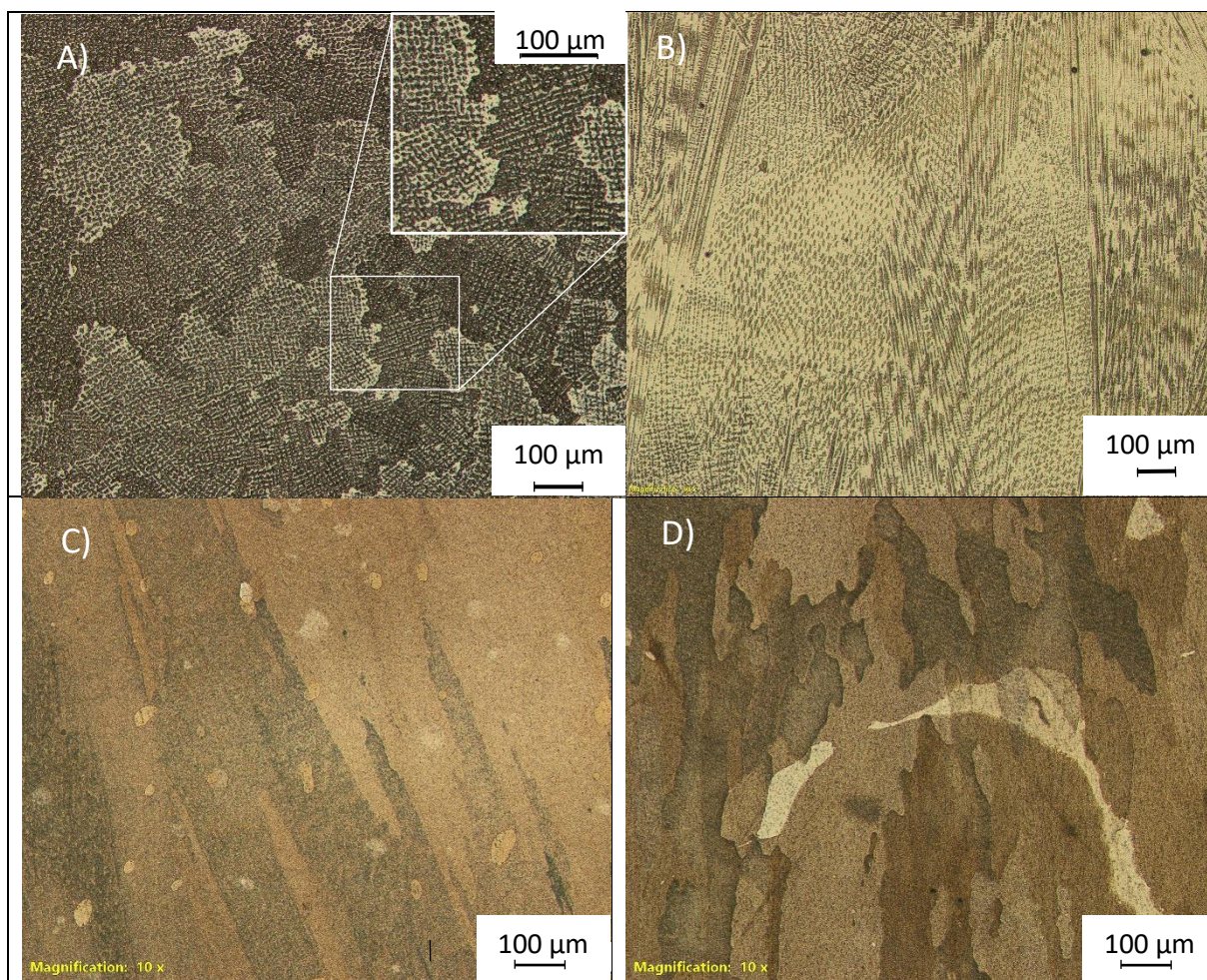
Figur 4.9 - Smeltelinjer og smeltebad. Smeltebadene er tegnet inn som stiplet linje

Mikroskopibildene av det printede materialet avslører tydelig epitaktisk vekst over smeltelinjene, slik som vist i Figur 4.10



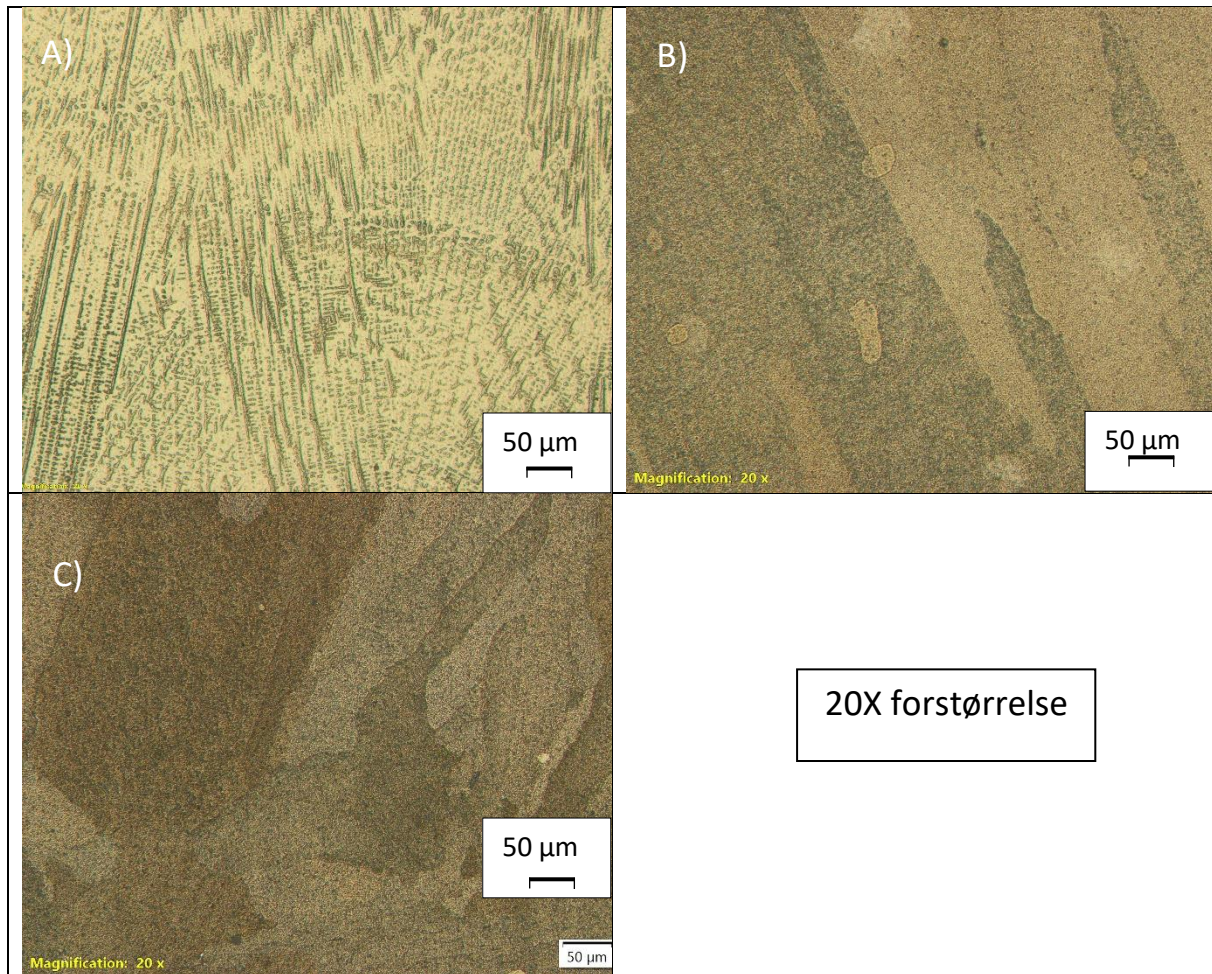
Figur 4.10 - Printet materiale (XZ-flate). Pilene viser epitaktisk vekst over smeltelinjene

I [SETT INN FIGURREFERANSE] ser vi ulike prøver med 10x forstørrelse. Disse viser ulike kornstrukturer ut fra hvilken varmebehandling som er benyttet, eller hvilken flate som er avbildet. Bilde B, C og D er alle bilder av flater som er parallelle med byggeretning, men med ulike varmebehandlinger. Her kommer de ulike kornstrukturene tydelig frem. S1-prøven (C) har lange, og klart avgrensede korngrænser, mens S2-prøven (D) viser en mer bølgete korngrænse, med mykere kanter. Bilde A er av XY-flaten, og viser hvordan kornene har vokst normalt på flaten, med tydelige underkorn innenfor korngrænserne.



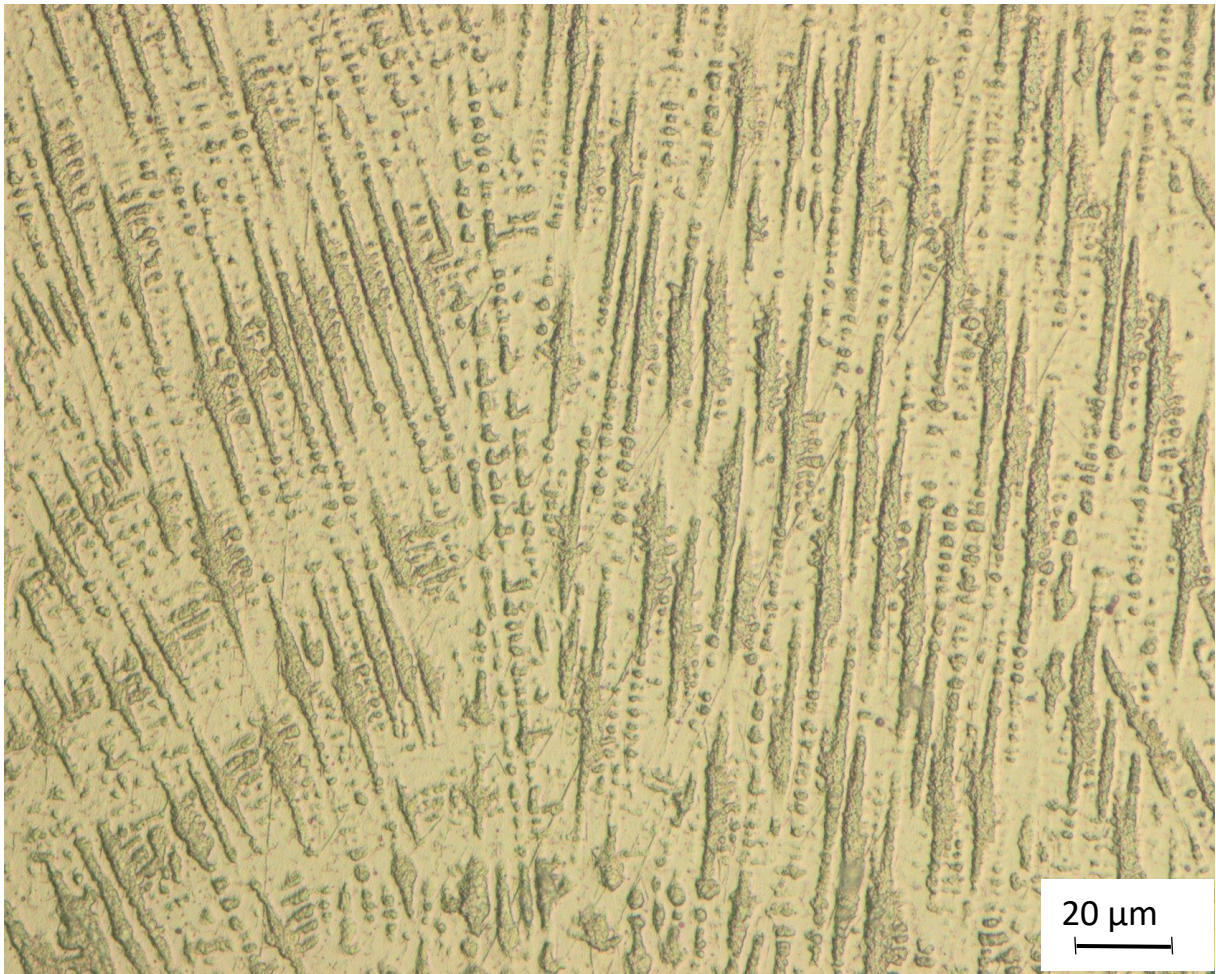
Figur 4.11 - Mikroskopibilder, 10x forstørrelse. A) Som printet, XY-flate. B) Som printet, XZ-flate. C) S1, XZ-flate D) S2, YZ-flate

Fra 20x forstørrelse og opp, sees lavesfasen tydelig. Denne kommer frem som lange striper langs med kornet, eller som kryss som stikker opp over overflaten, og får frem den dendrittiske veksten på de printede prøvene. Den dendrittiske veksten er ikke synlig på prøvene som er varmebehandlede.

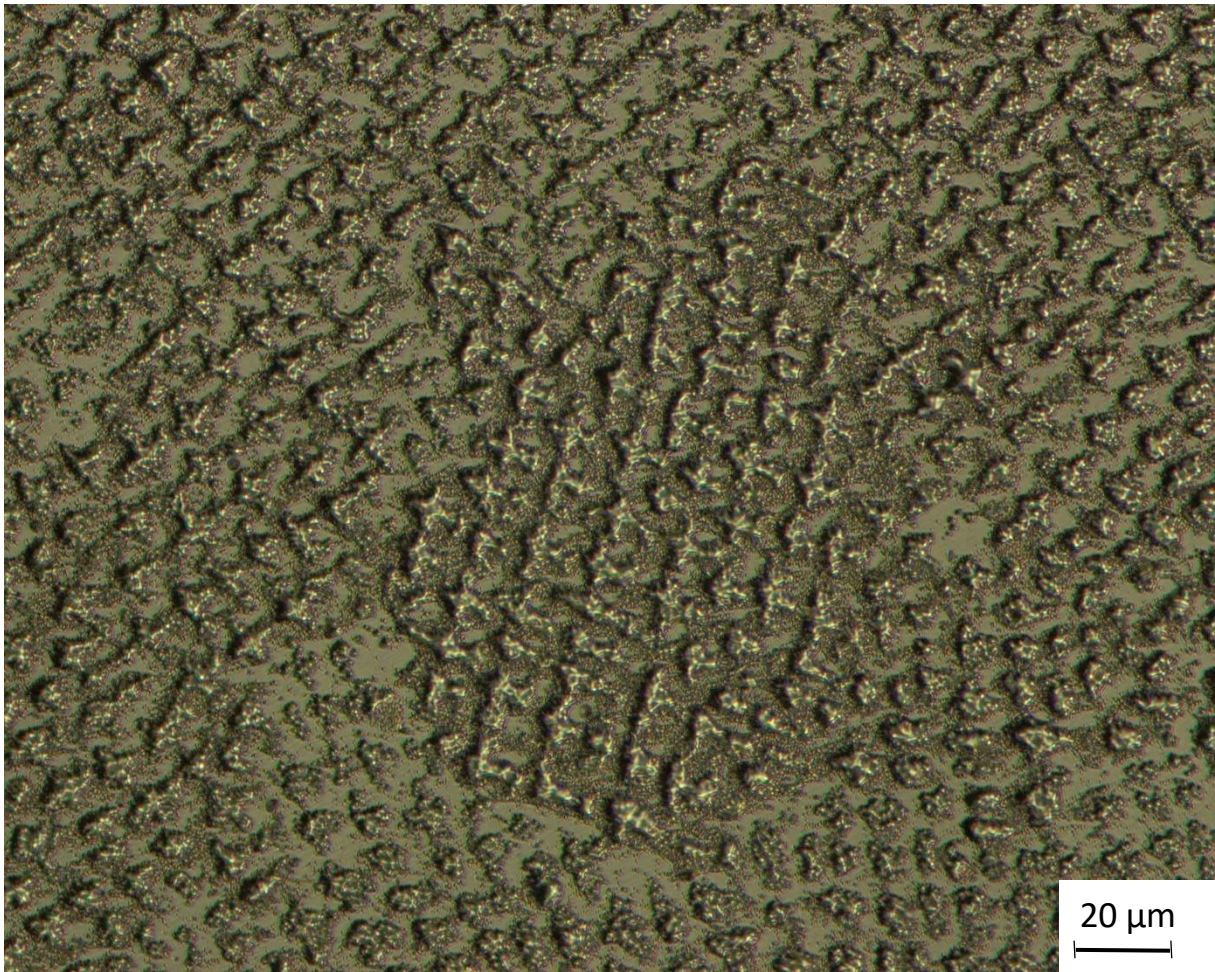


Figur 4.12 - Tre prøver i 20X forstørrelse. A) Som printet. Her ses Lavesfase, søyleformede korn og dendritter tydelig. B) S1-prøve. Ingen tydelige dendritter eller Lavesfase. C) S2 - Ingen tydelig Laves fase, og mindre korn

[FIGURREFERANSE] og [FIGURREFERANSE] viser lavesfasen tydeligere fra hver sin flate, og man ser tydelig hvordan disse følger de ulike kornenes orientering. For høyere forstørrelse og nærbilder av fasen, se vedlegg.

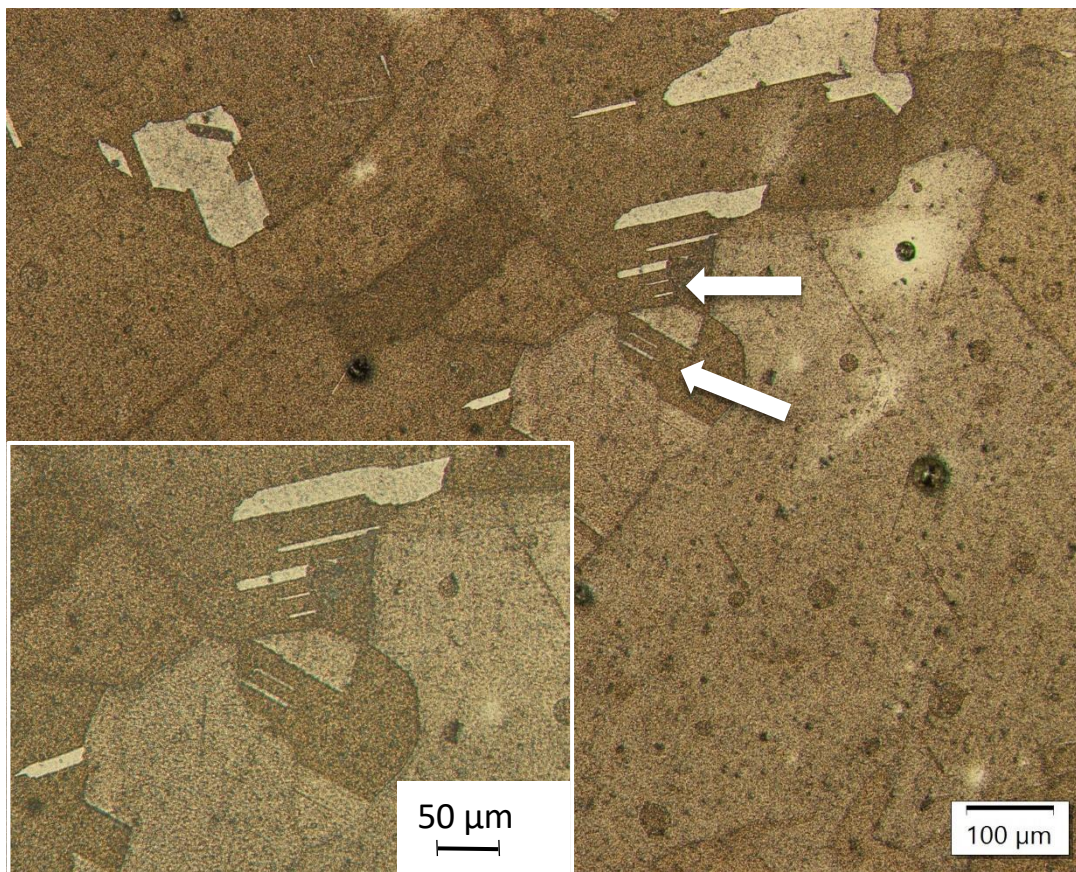


Figur 4.13 - 50x forstørrelse, Lavesfasen fra XZ-flaten



Figur 4.14 - 50x forstørrelse, Lavesfasen fra XY-flaten

Foruten Lavesfase ble det observert tvillinger i de varmebehandlede prøvene, hovedsakelig i S1-prøvene.



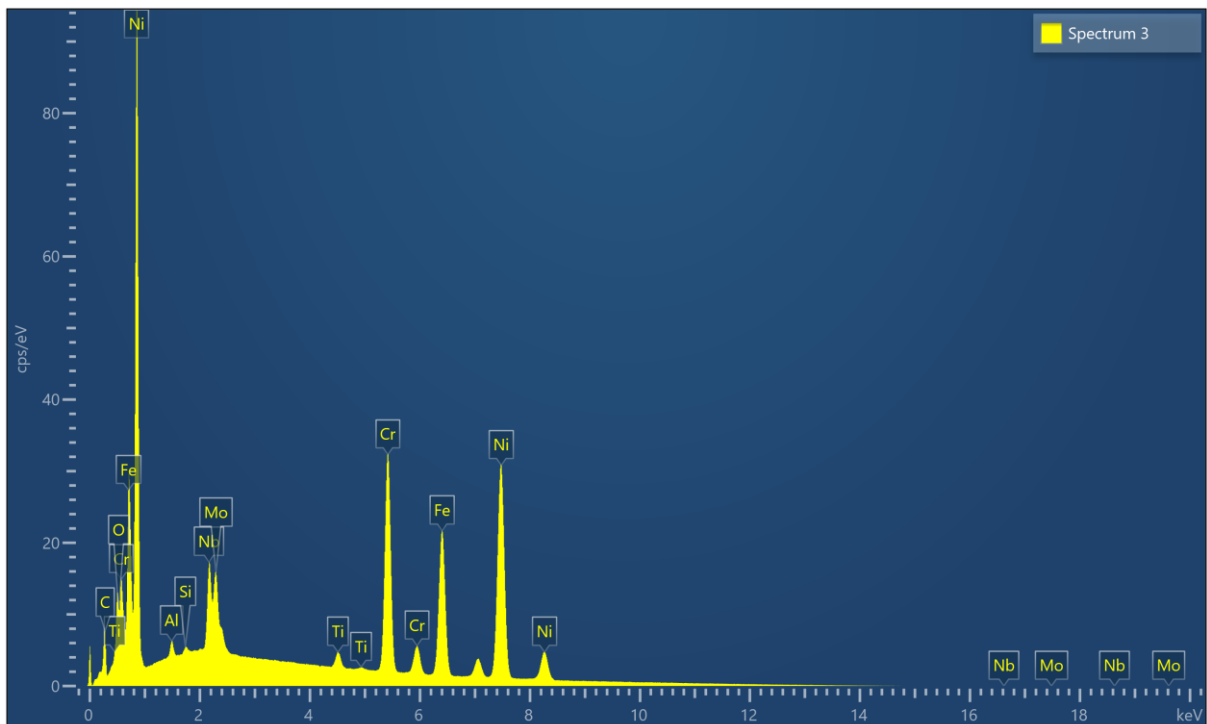
Figur 4.15 - S1 - De store pilene peker på noen av tvillingene som har blitt dannet

4.5. SEM

4.5.1. AP

Tabell 4.4 – Spektroskopieresultat - Vektprosent av ulike grunnstoffer i matriksen

Label	O	Al	Si	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	Mo	Total
Spectrum 3	0.52	0.43	0.13	0.91	18.68	19.55	51.76	4.98	3.04	100.00

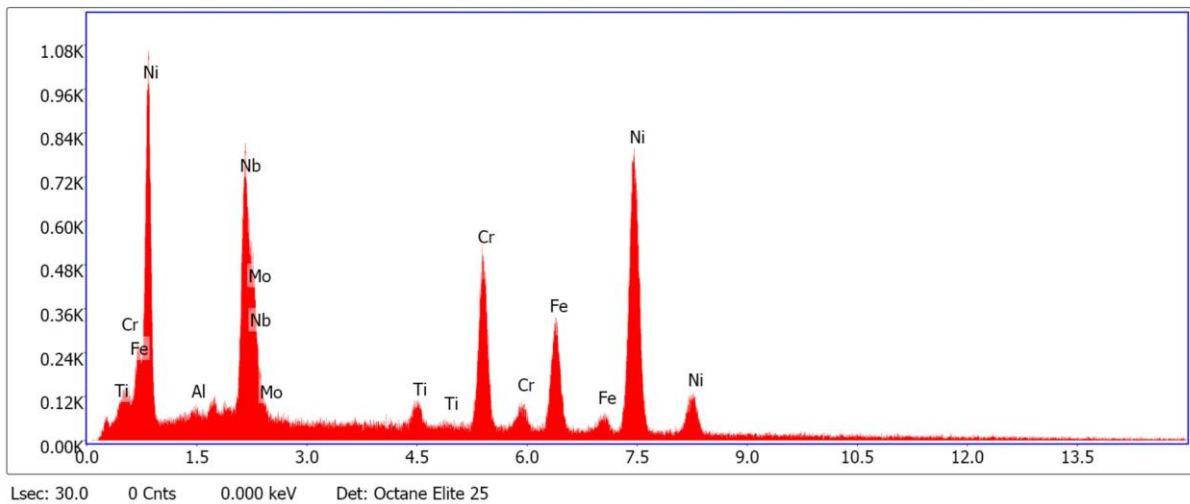


Figur 4.16 - Spektrallinjer som sammenfaller med resultatene i tabellen over

Ved bruk av tilbakesprettetelektrodetektor på XY-flaten, får vi frem et tilsvarende mønster som vi fikk på lysmikroskopet. De lyse strekene som vist i [SETT INN FIGURREFERANSE] representerer lettere stoffer, og spektrometriundersøkelser bekrefter at dette er lavesfase.



Figur 4.17 - Avbildning av XY-flaten med tilbakesprettetelektrodetektor.

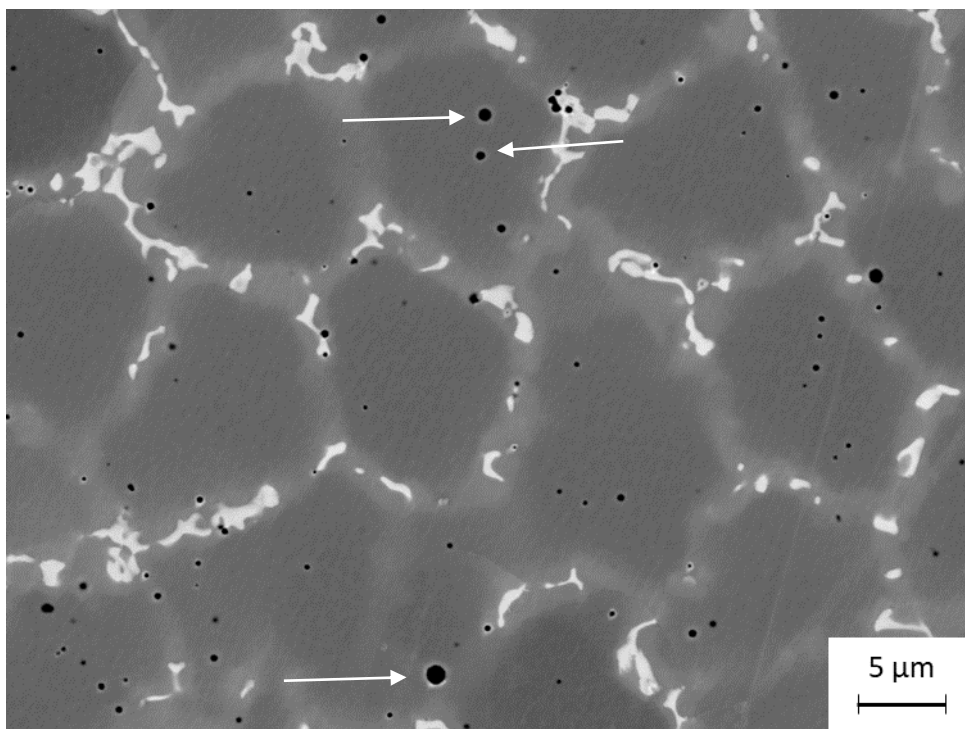


Figur 4.18 - Punktspektrometri av hvitt område på prøven

Element Weight %

AlK	0.89
NbL	18.86
MoL	3.91
TiK	1.90
CrK	15.21
FeK	12.76
NiK	46.47

Det kommer i tillegg frem noen mørke, sfæriske flekker når vi undersøker prøven med tilbakesprettetelektrodetektoren.

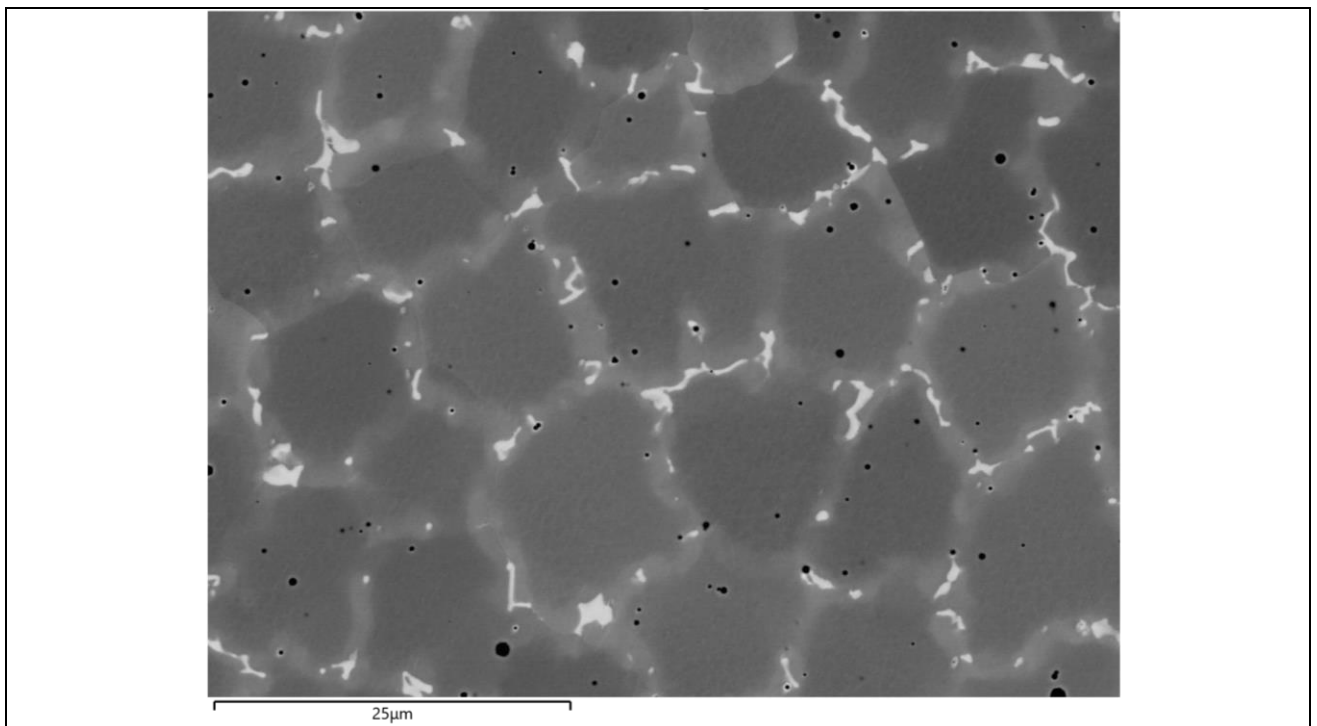


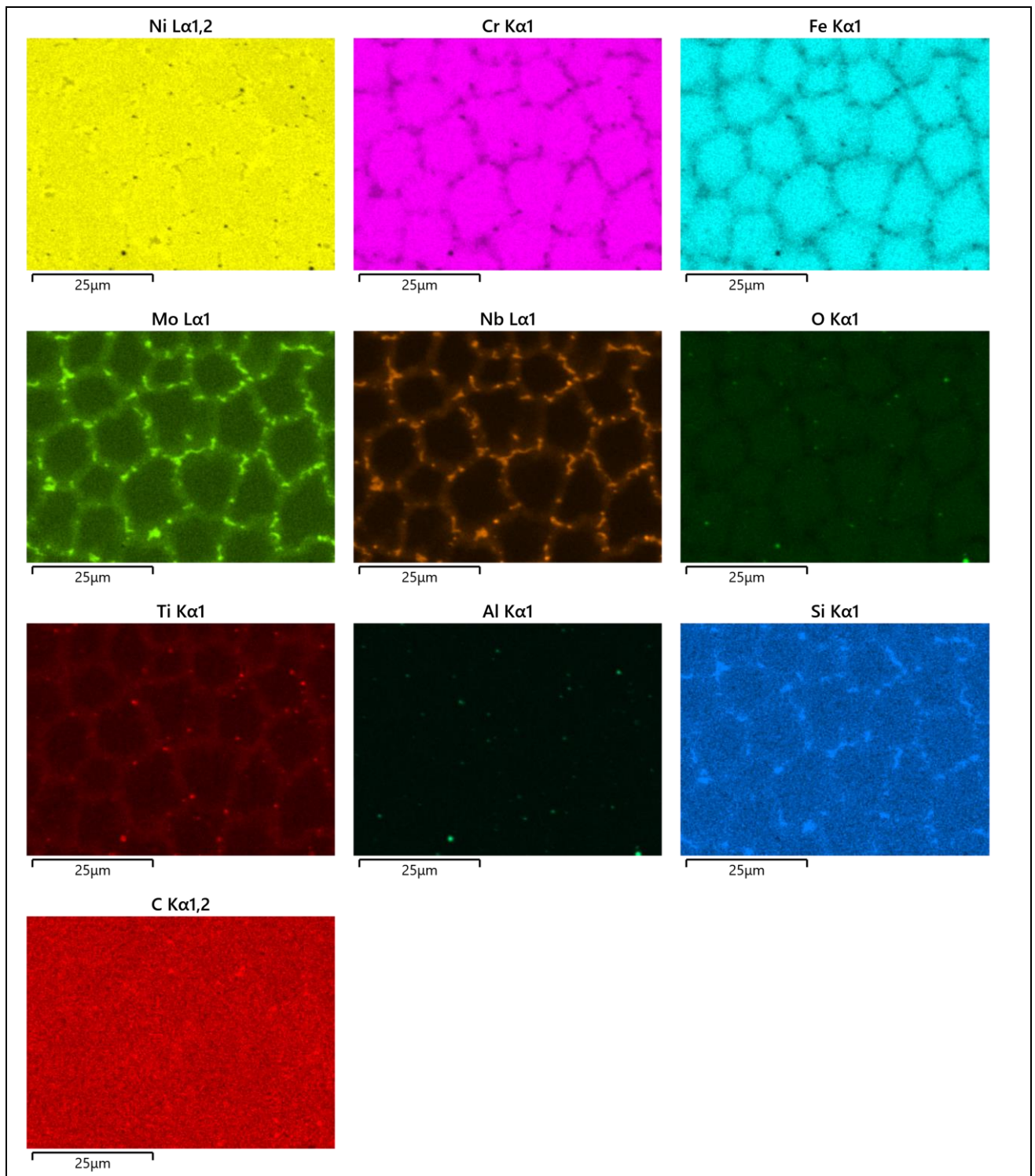
Figur 4.19 - Printet prøve. Lavesfasen ligger som et lyst nett over prøven, og sorte flekker er fordelt utover

Spektrometri av enkeltpunkter og kartlegging av overflaten viser at disse flekkene er oksider, da hovedsakelig aluminium- og titanoksider. Kartleggingen av overflaten viser også at de lyse områdene på bildene inneholder høyere nivåer av niobium og molybden, hvilket understøtter de øvrige resultatene og bekrefter at dette er lavesfase.

Figur 4.20 viser kartleggingen av et område på XY-flaten, på en av de printede prøvene. Jo lysere området er, desto høyere er konsentrasjonen av grunnstoffene. Kartleggingen viser at matriksen inneholder høyere forekomst av krom og jern enn det lavesfasen gjør, mens nikkel finnes i høye konsentrasjoner over hele prøven. Aluminium, oksygen og titan lyser opp som lyse prikker, og stemmer over ens med de mørke, sfæriske flekkene på overflatebildet. Kartleggingen viser at i tillegg til niobium og molybden, inneholder lavesfasen også en del silisium og noe titan.

En ekstra kartlegging ligger som vedlegg.

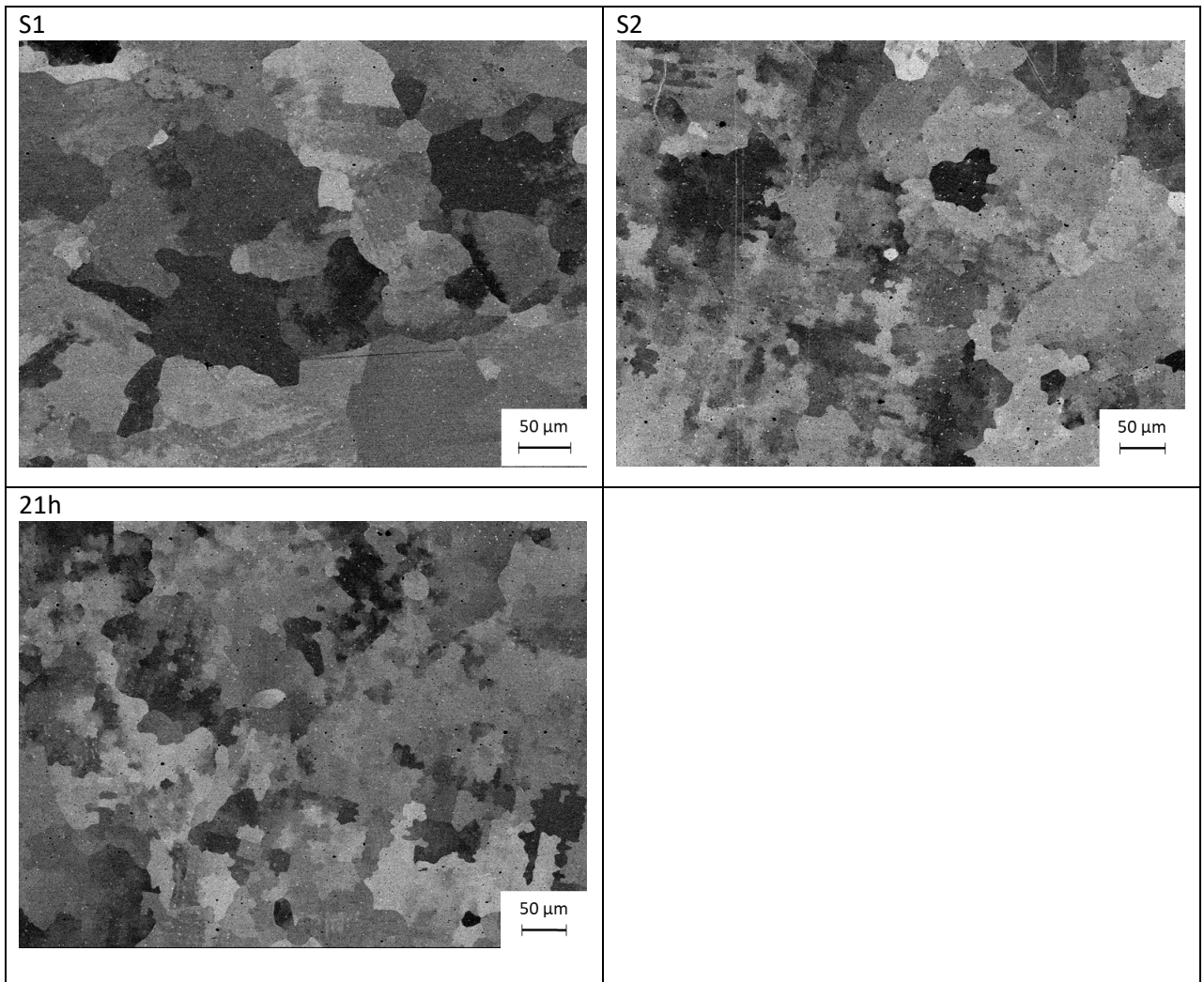




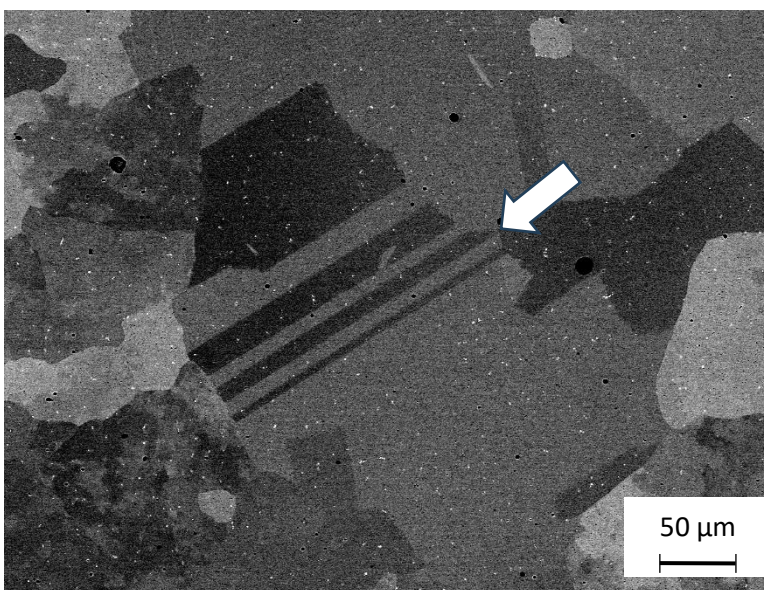
Figur 4.20 - Områdekartlegging av grunnstoffene på prøveoverflaten

4.5.2. Varmebehandlede prøver

4.5.2.1. XY

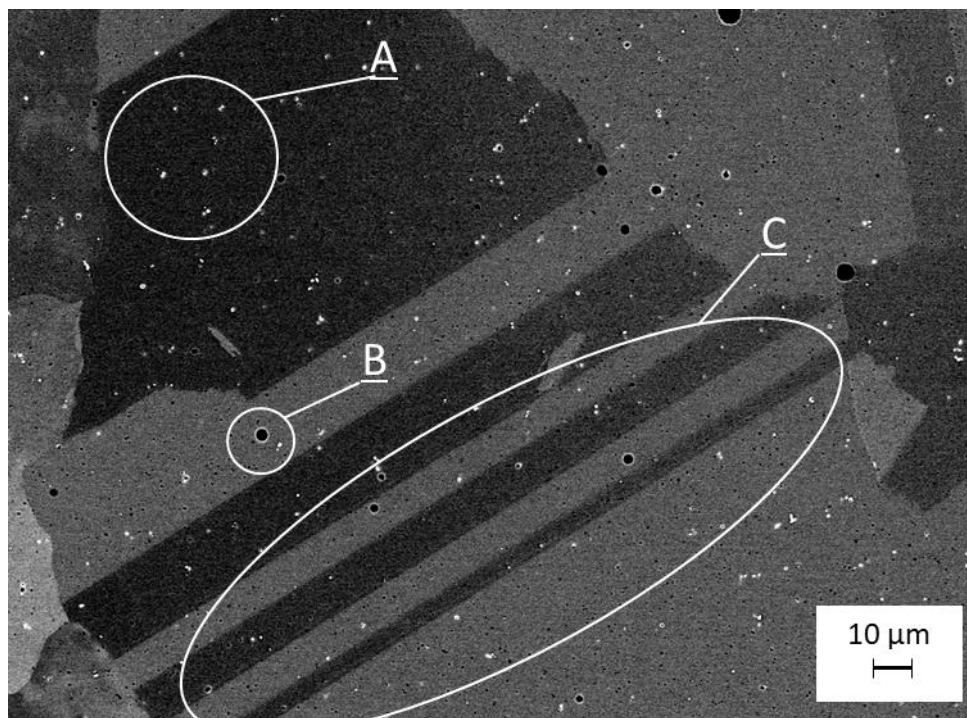


På lysmikroskopibildene av S1-prøve fra XY-flaten kunne vi se tvillingdannelse. Dette avdekker også SEM-bildene, slik som vist i figur 4.21.



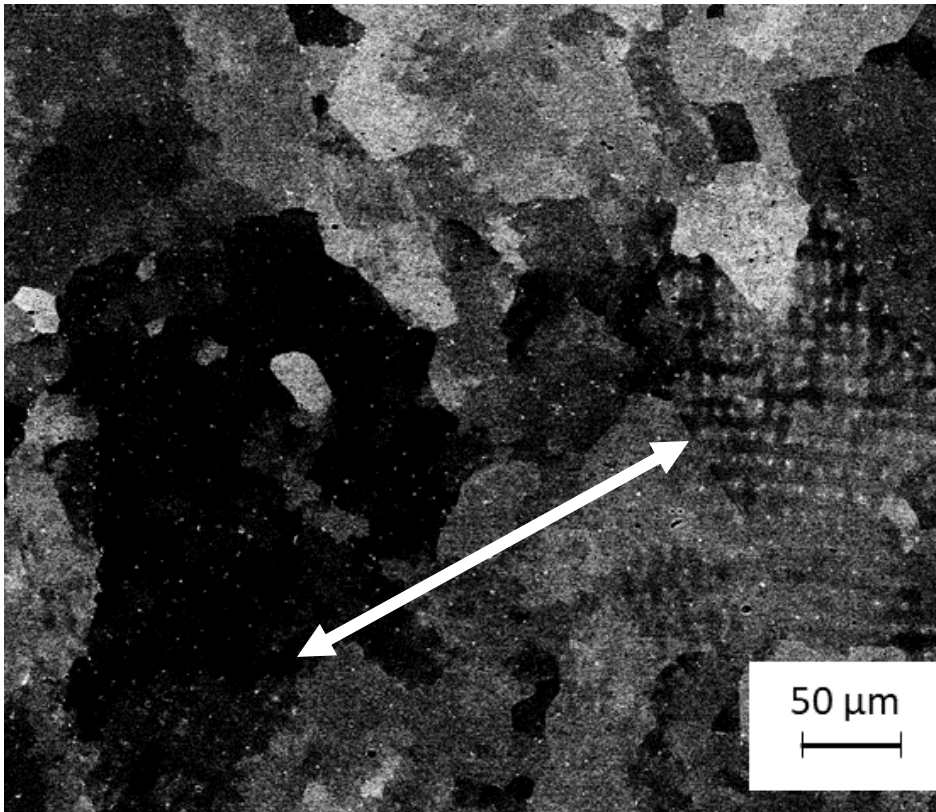
Figur 4.21 - S1-prøve. SEM-bildet avdekker forekomst av tvillinger

S1-prøvene viser også små forekomster av lavesfase og små oksider.



Figur 4.22 - S1-prøve. A: Lavesfase, B: Oksid, C: Tvillinger

Vi finner også forekomst av lavesfase i prøven som er langtidsuterdet i 21 timer



Figur 4.23 - 21t-prøve. Pilen viser noen steder der det tydelig forekommer lavesfase i prøven

4.5.2.2. XZ

I XZ-planet fremstår kornstrukturen noe mer kaotisk, og med en større blanding mellom lange korn med dendrittisk vekst, og mer runde eller kantete, polyedriske, korn med skarpe korgrensener.

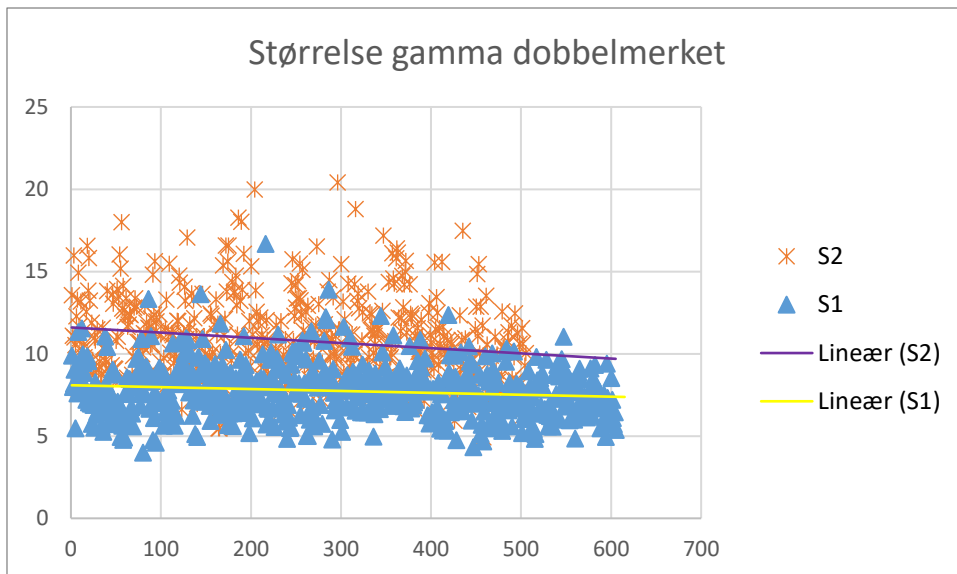
S2-prøven viser også høy forekomst av tvillingdannelser, mens S1-prøven helt tydelig har lavesfase langs med de lange kornene og rundt underkornene.

4.6. TEM

TEM-undersøkelsene viser ulik størrelse på gamma dobbel merket. Dette vil påvirke slagseighet og strekkfasthet, da større korn fører til mindre styrke, som drøftet i teoridelen.

Tabell 4.5 - Størrelsen på gamma dobbel merket i de ulike prøvene

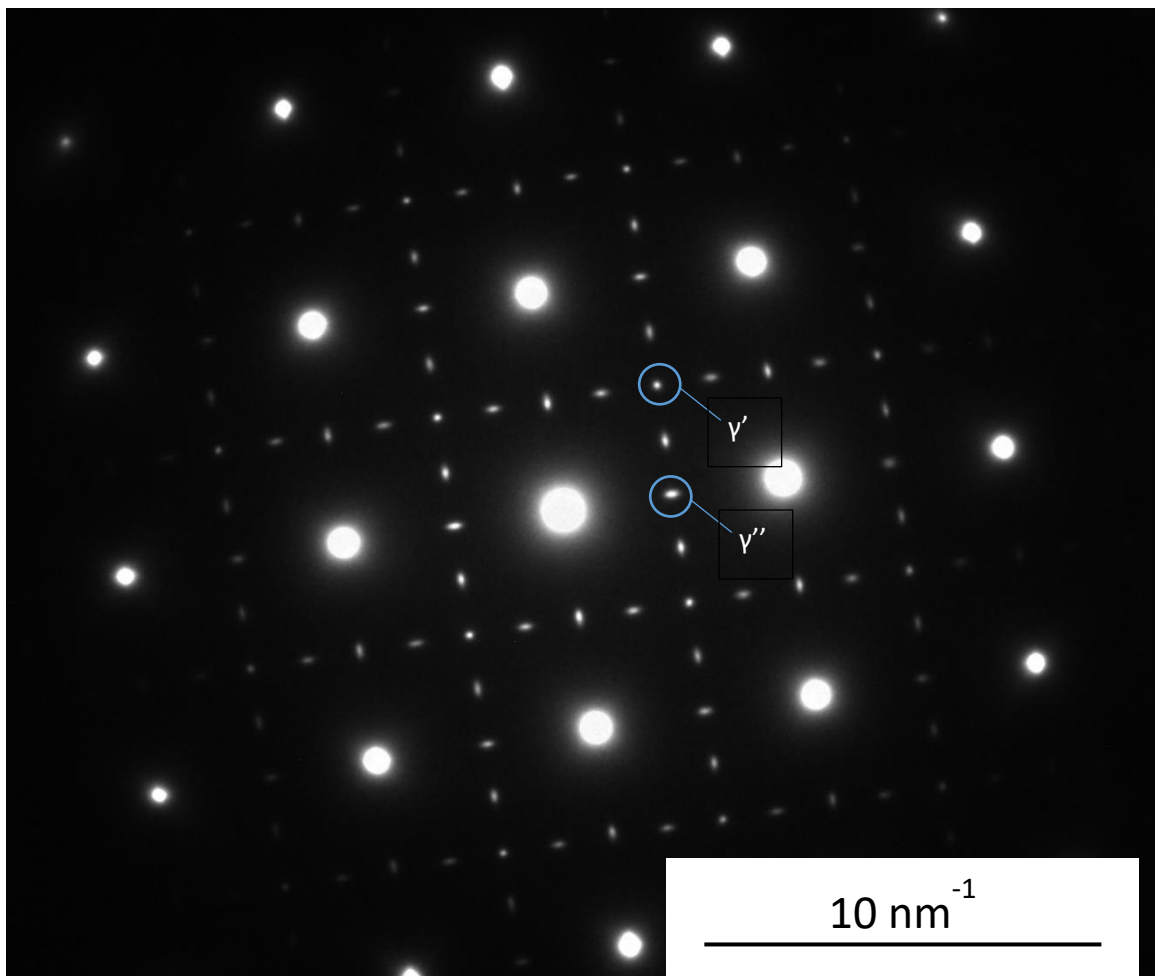
Størrelse γ''	AP	S1	S2
Gjennomsnittlig størrelse [nm]	9,3	7,7	10,8
Standardavvik	1,8	1,6	2,6

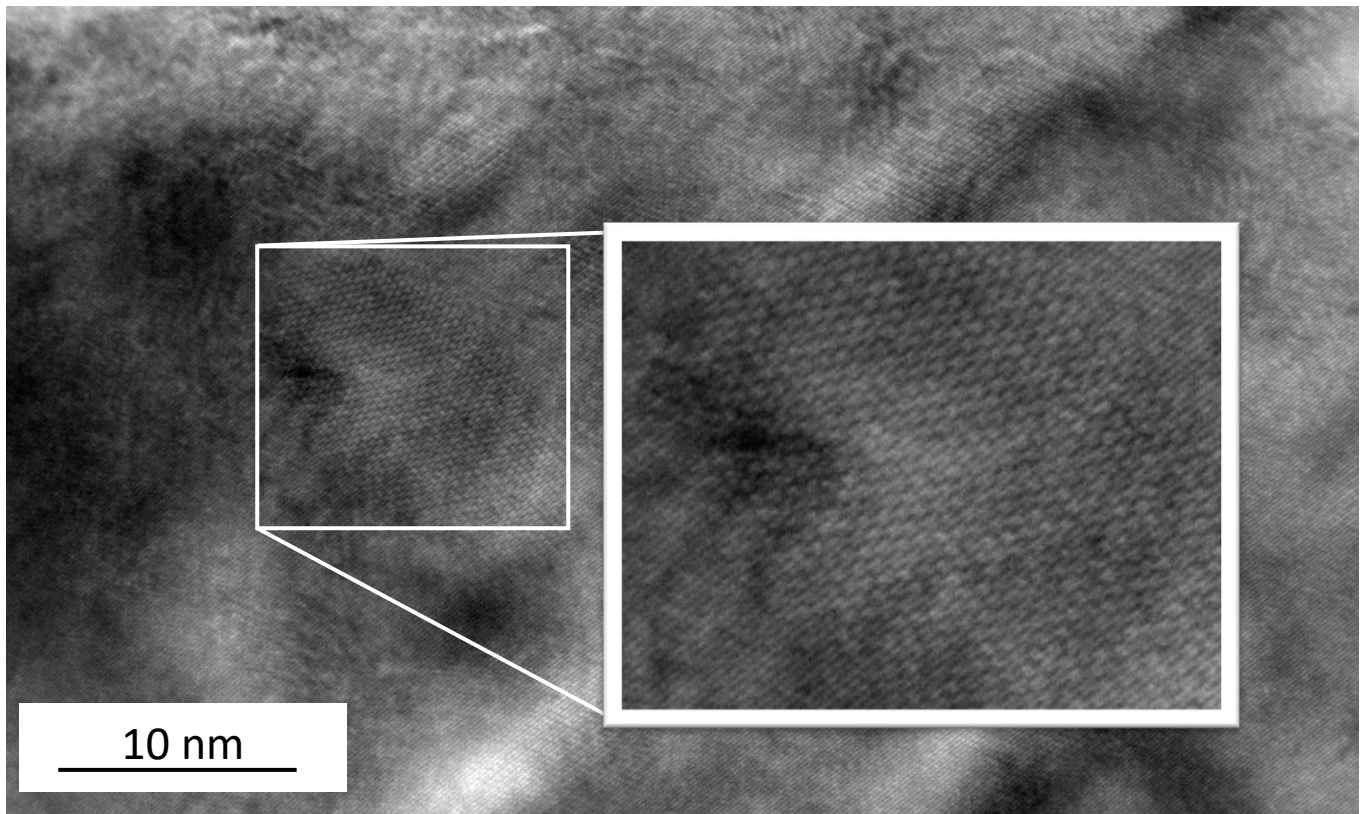


Figur 4.24 - Størrelse på gamma dobbel merket

4.6.1. AP

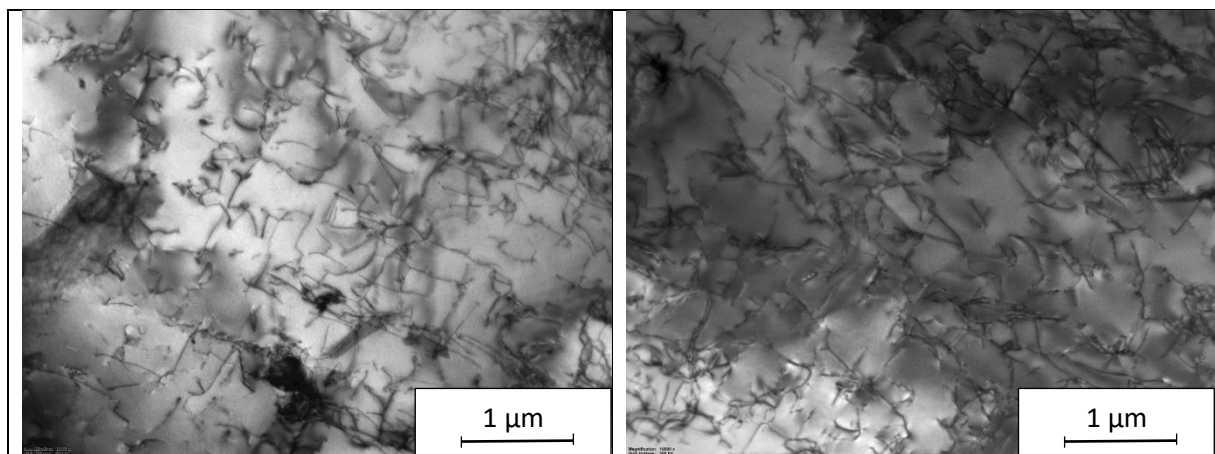
I den delen av materialet som ikke er varmebehandlet, viser bildene at det finnes både γ' og γ'' .





Figur 4.25 - partiklene ligger i plan over hverandre i samme retning

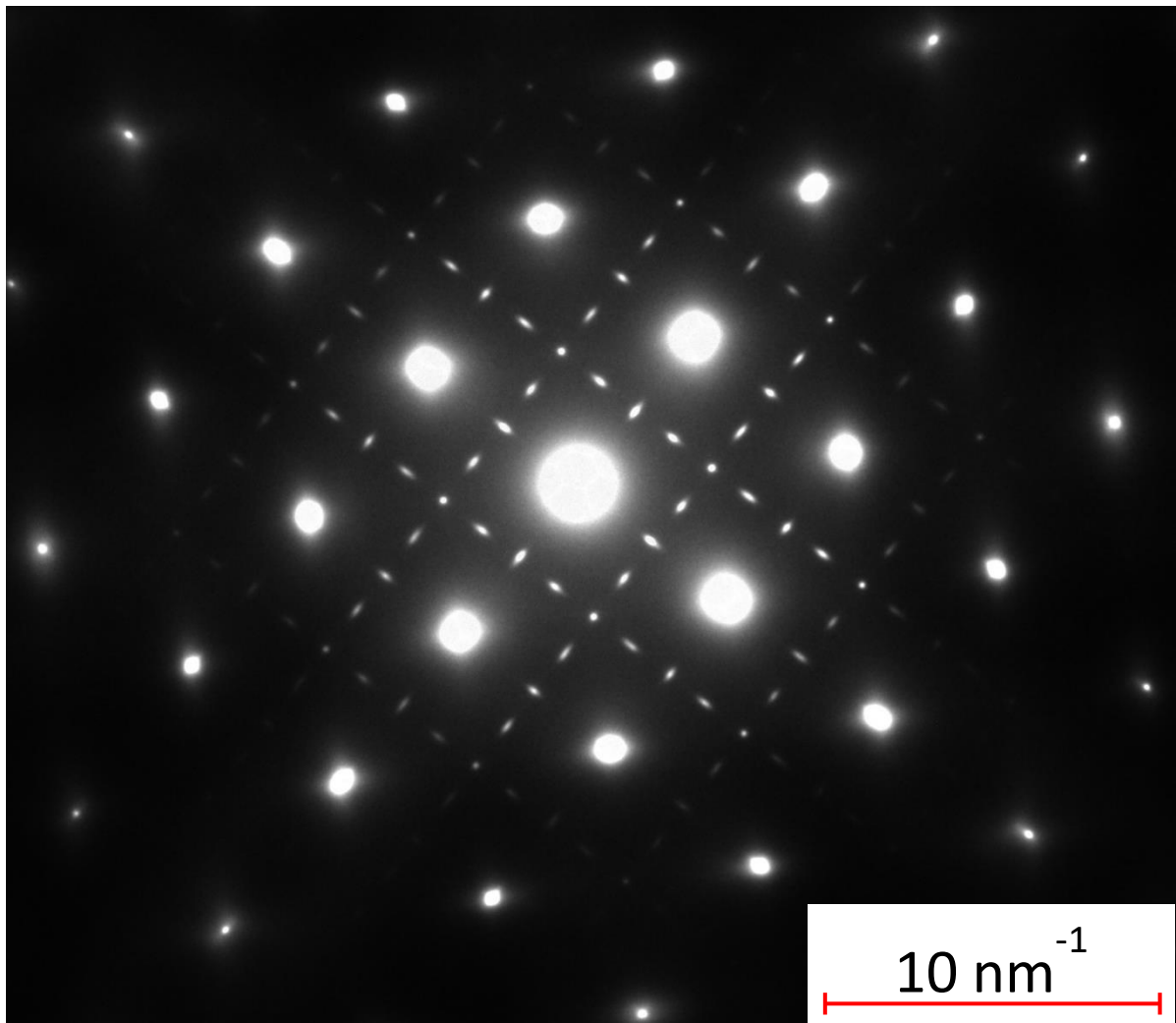
Bildene viser også en rekke dislokasjoner.

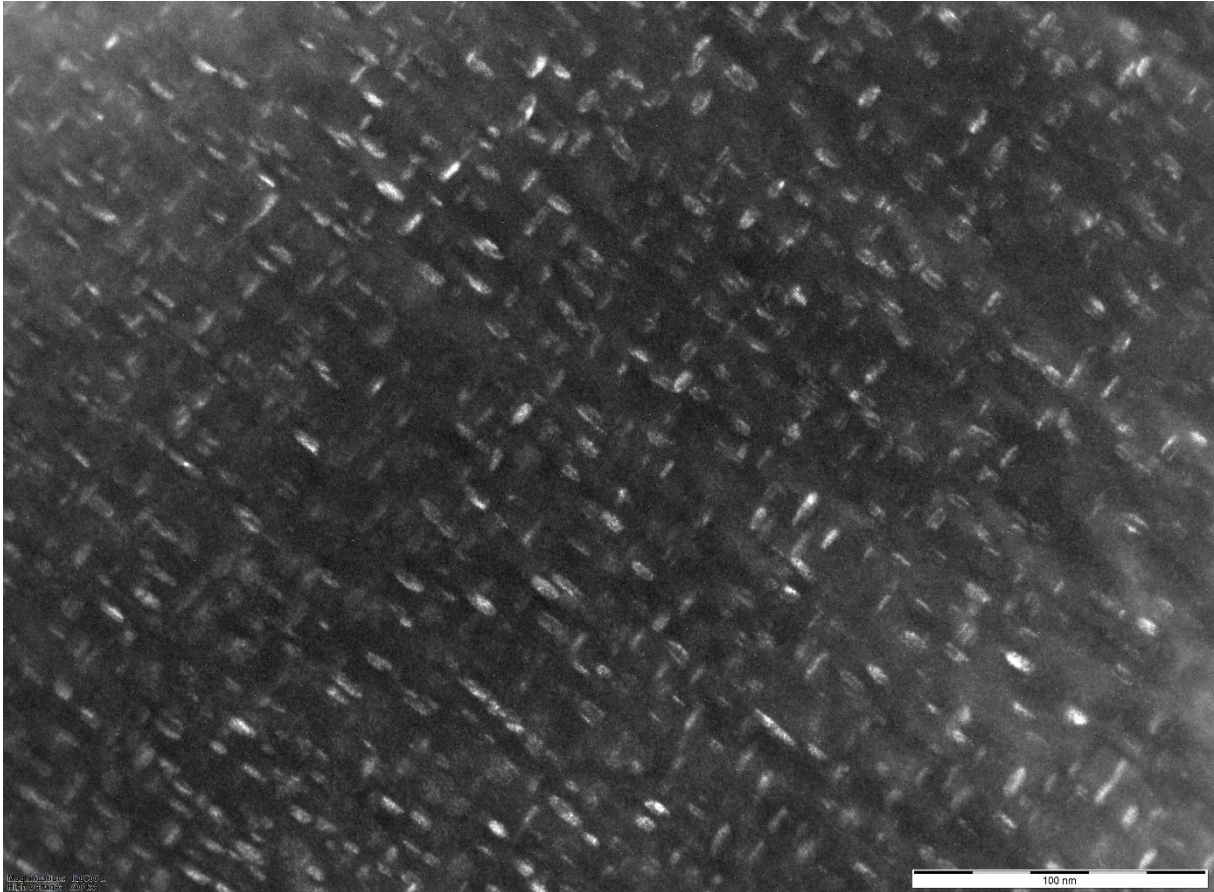


Figur 4.26 - TEM-bilder av det printede materialet viser en rekke dislokasjoner

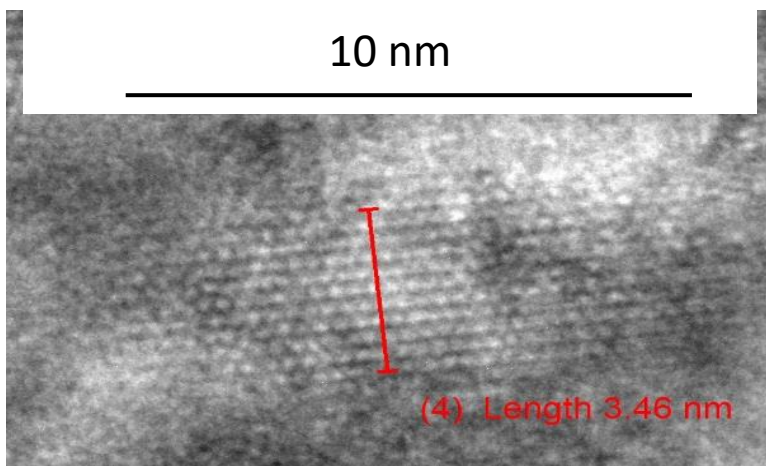
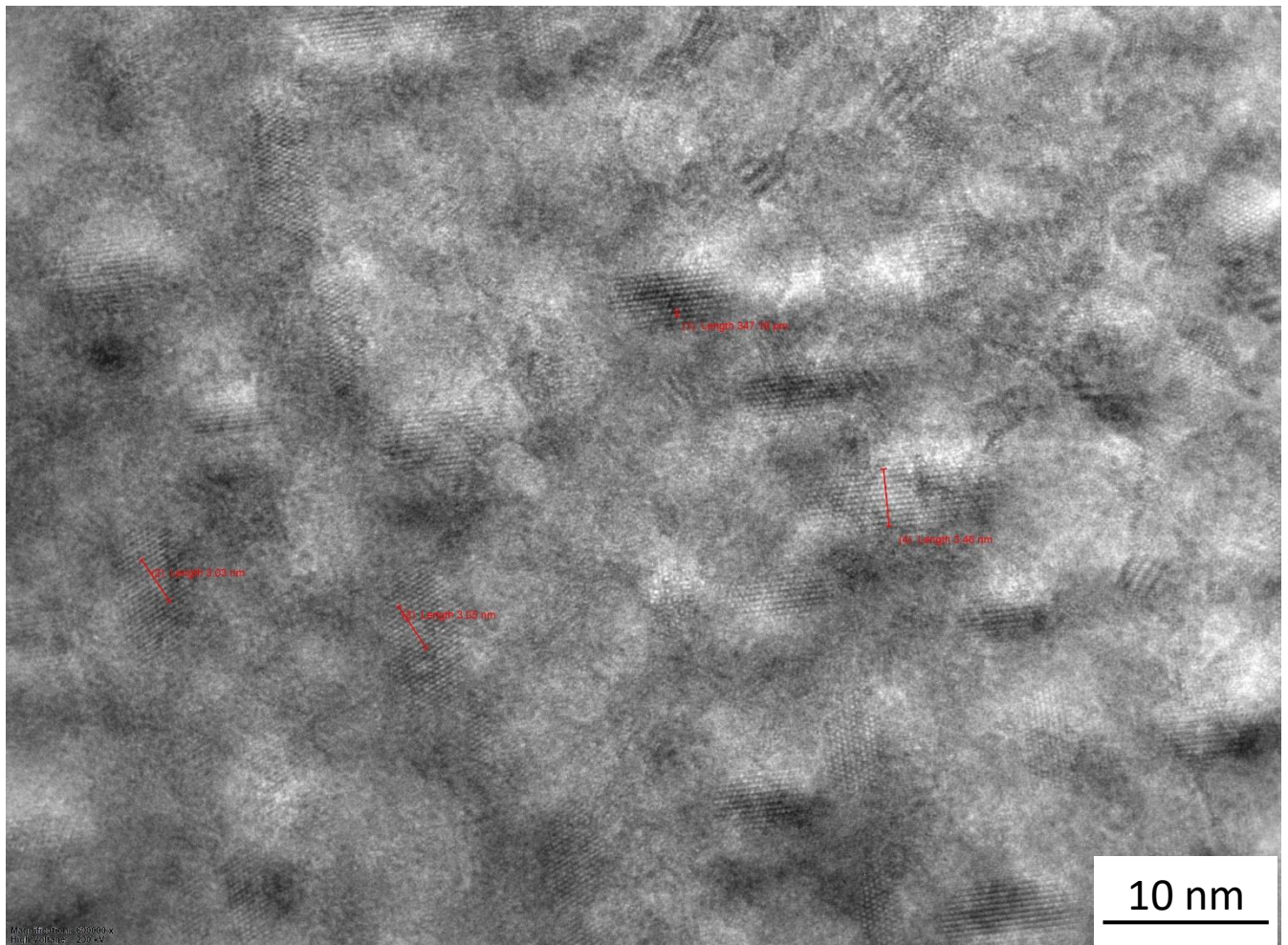
4.6.2. S1

For de ettrinnns utherdede prøvene finner vi tydelig γ''

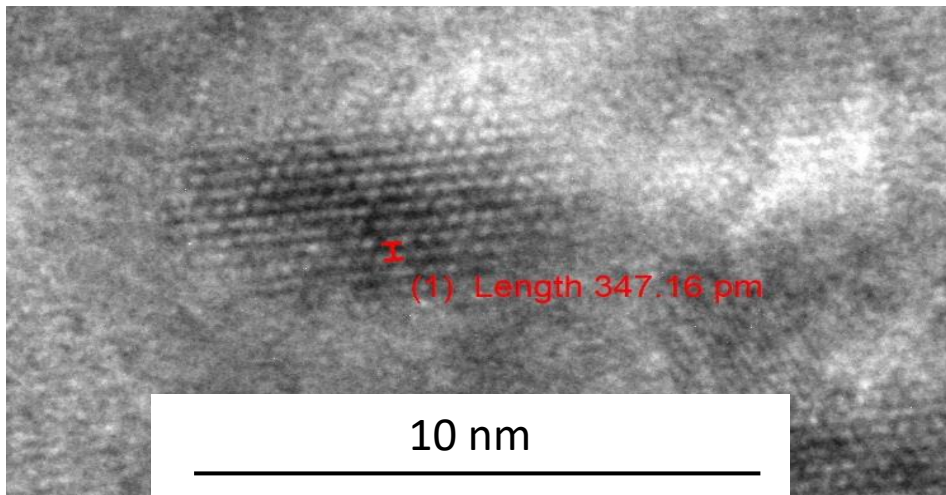




Figur 4.27 - TEM-undersøkelsene viser høy forekomst av gammaprespitater, spesielt høy forekomst av gamma dobbel merket

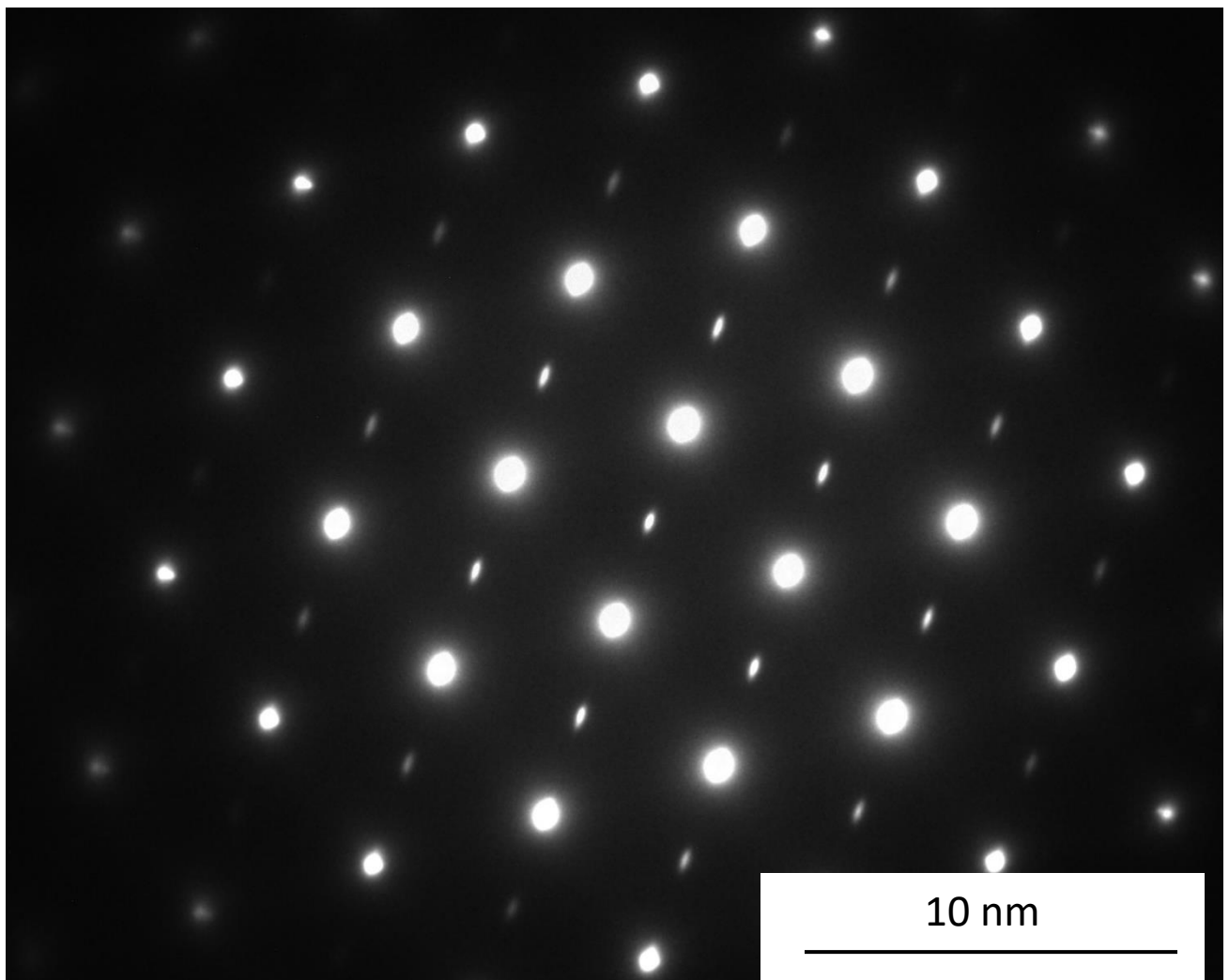


Figur 4.28 - Måling av atomplanene



4.6.3. S2

Også for S2-prøvene er det påvist gamma dobbel merket



Figur 4.29 - TEM - diffraksjonsbilde fra S2-prøve

5. Diskusjon

5.1. Mikrostruktur

Mikrostrukturen i de printede prøvene skiller seg i stor grad fra de varmebehandlede. Det er tydelig at lavesfasen i svært stor grad har blitt oppløst, og dermed danner mulighet for å danne nye herdingspartikler. Kornstrukturen har endret seg fra å ha en overvekt av lange, søylekorn, til rundere og mindre polyedriske korn.

Størrelsen på kornene er ikke målt, men for spesielt de totrinnsherdete prøvene kunne det nok ha blitt dannet mindre korn om ønskelig, ved å kjøle ned prøvene raskere. SEM avslører også at kornstrukturen i disse prøvene er ujevn i flatene som går parallelt med printeretning.

Det er ikke funnet de karakteristiske nålformasjonene til deltafasen. Dette tyder på at varmebehandlingen har fungert etter intensjonen, og deltafase ble unngått. Artikler og andre bacheloroppgaver ved universitetet vedrørende inconel 718 har påvist denne fasen i sine additivt tilvirkede materialer, men da med andre printeteknikker. Dette kan tyde på at temperaturen som er påført materialet her er såpass høy at den overgår dannelsen av partiklene, samtidig som at nedkjølingshastigheten er høy nok til at det ikke felles ut denne fasen. Ved nye lag har det antagelig vis ikke vært høy nok temperatur til å danne deltafase, men TEM-undersøkelsene viser forekomst av herdingspartiklene γ' og γ'' .

Det er observert noe porer, men ikke i veldig stor grad. Det kan allikevel være nærliggende å tro at dette kan påvirke resultatene noe.

Det er også observert noe bruddannelser og også noe som muligens kan være pulver som ikke har smeltet ordentlig inne i «voidsene» på strekktesten.

5.2. Prøving

5.2.1. Hardhetsprøving

Resultatene fra hardhetsprøvingen varierer noe underveis på flatene. Variasjonen i resultater kan skyldes at man treffer på en pore, en annen fase eller at kornstrukturen endrer seg, noe mikroskopianalysene har vist at forekommer.

Resultatene som er presentert i oppgaven er basert på alle målinger som er tatt. Dette er gjort fordi det ikke har vært tid og anledning til å studere mikrostrukturen ved og rundt målingene som har avvik, materialet er testet i sin helhet, og mengden data som skal sammenlignes er stor. Dette kunne vært gjort, for deretter å ta vekk målingene som avviker mest og dermed få ned standardavviket. Det kunne også vært mulig å ta flere målinger slik at andelen målinger med store avvik forhåpentligvis hadde gått ned, da det i noen prøver nå er opptil 30% av målingene som ligger utenfor standardavviket.

Alle målingene i forsøkene er gjort manuelt. Det kunne vært lagt opp til en automatisk gjennomføring av forsøket, med påfølgende digital kartlegging av overflaten. På denne måten kunne man kartlagt overflaten og området der inntrykkene er satt i større grad, og funnet om det er områder hvor avvikene er større, eller finner årsak til større avvik. Det er allerede påvist i forsøkene at hardheten endres underveis i prøven, men alle målingene er gjort i en linje, og det vises dermed ikke om variasjonen er lokal akkurat der hvor inntrykket settes, eller om den ville fortsatt om man beveget seg i 90 ° ut fra linjen man har begynt på. Ved å gjøre inntrykk over større deler av flaten, ville man fått frem dette. En automatisk måling av inntrykkene ville dessuten eliminert eventuelle menneskelige unøyaktigheter.

I følge C. Gullipalli m.fl. [19] fører økt utfelling til en synkende hardhet, da utfellingen av blant annet niobium fører til økt dannelse av niobiumrike faser (som lavesfase), og færre styrkende elementer i matriksen, og viser til at disse fasene øker jo flere lag man printer, grunnet gjentatte oppvarmings- og nedkjølingsprosesser. Dette kan forklare trendene hvor hardheten øker fra bunn og mot midten av blokken, men ikke hvorfor hardheten synker mot toppen.

Hardheten er betydelig høyest for de prøvene som er herdet lengst. Her har det antagelig dannet seg flere styrkende faser, da gamma merket og gamma dobbelmerket ikke dannes dersom det er lave nivåer av niobium før temperaturen er lav nok, og tiden er lang nok [15]. Standardavviket er mye høyere for prøvene som kun har vært gjennom ettrinns utharding. Mikroskopibilder viser en ujevn fordeling av lange korn både epitaktisk og ekviaksialt, og polyedriske korn, i tillegg til forekomst av tvillinger i prøvene. I tillegg viser spektroskopi og SEM-bildene at det fortsatt er lavesfase i prøven. I prøven som kun er varmebehandlet, og ikke herdet, er standardavviket lavest, ca. halvparten så høyt som det høyeste avviket for S1-prøvene, da denne prøven nok er mye mer homogen enn de andre, og ikke påvirket av eventuelle styrkende faser som fordeles ujevnt.

For videre undersøkelser kan det derfor være aktuelt å gjøre flere inntrykk over større overflater, og studere mikrostrukturen rundt inntrykkene, dersom man ønsker å undersøke hvilke forhold som fører til de ulike hardhetene, og på den måten styre mot et hardere materiale eller unngå svakere områder.

5.2.2. Strekk- og skårslagsprøving

Resultatene fra strekkprøvingen viser at det er de totrinns herdete prøvene som har høyest strekkfasthet, høyere bruddspenning, men lavest tøyning. Dette kan forklares med at disse prøvene har korn som er noe mindre i størrelse, samtidig som størrelsen på γ' -partiklene er større. Flytegrensen for de to herdingsvariantene er relativt like, men standardavviket er veldig mye høyere for S2-prøvene, som er de samme som nevnt har høyere strekkfasthet.

For de horisontale prøvene som er herdet i ett trinn, er standardavviket mye høyere enn for de resterende settene hva gjelder resultatene for flytegrense og strekkfasthet. Det kunne være nærliggende å tro at dette hadde med printeparameterne eller -strategien å gjøre, og hvordan lagene har smeltet sammen, men den samme sammenhengen sees ikke for de totrinns herdete prøvene. Det kan riktig nok være at det i de to trinnsherdete prøvene har dannet seg nok styrkende faser, og at vi har hatt nok varmebehandling til at tilstrekkelig andel av mikrostrukturen som har oppstått under tilvirkningsprosessen er oppløst og kornstrukturen omdannet.

Hall-Petch-ligningen viser at kornstørrelsen har innflytelse på de mekaniske egenskapene. Mindre korn forhindrer forskyvning, og materialet får en økning i flytegrense. Kornstørrelsen styres av nedkjølingshastigheten, men dette kan også påvirke dannelsen av styrkende presipitater. I følge J.F.Radavich (1989) [15] vil ikke områder som har lite løst niobium danne γ' og γ'' før lavere temperaturer blir brukt, og det har gått nok tid. I forsøket er det benyttet nedkjøling i ovn i stedet for i luft, noe som kan ha påvirket dannelsen av disse styrkende presipitatene, samt være en bestemmende faktor for kornstørrelsen. [17]

Det er som nevnt ikke påvist dannelse av deltafase i prøven, noe som kan føre til redusert styrke. Det kunne vært forsøkt å kontrollere noe dannelse av deltafase i korngrensene ved å starte herdingen på

en litt høyere temperatur, men dette vil gå på bekostning av dannelse av γ'' , da begge krever niobium for å dannes.

Til sammenligning er resultatene fra skårslagsprøvingen på de totrinnsberedete prøvene mye lavere enn de resterende prøvesettene.

Det ble kun utført strekktester på varmebehandlet materiale, da mengden materiale var noe begrenset. Vi valgte å gjennomføre tre parallelle prøver for hvert av prøvesettene, fremfor å teste materialet i printet tilstand. Grunnen til at dette valget ble tatt, var for å sikre representable resultater, og redusere usikkerheten dersom en eller flere av prøvene skulle vise seg å avvike i stor grad fra de andre. Det er også naturlig å anta at en form for varmebehandling uansett gjøres som standard i industrien, og hensikten med å gjennomføre strekktest på printet materiale vil ha begrenset verdi for den faktiske bruken av materialet. At orienteringen ellers har lite å si for resultatene, kan tyde på at det i begge herdingsprosessene har klart å endre nok av mikrostrukturen til at hvordan prøvene er printet ikke har noe å si. Det ville ellers vært nærliggende å tenke at glidningen mellom atomplan eller mellom de avlange kornene ville påvirket resultatene, spesielt flytegrense, strekkfasthet og forlengelse.

I og med at staver var maskinert ut på forhånd, ble dette avgjørende for geometrien på strekkprøvene. Det kunne vært hensiktsmessig å benytte flate strekkprøver, slik at man kunne utnyttet en større del av den begrensede mengden materiale vi hadde. Prøvestavene ble levert for seg selv i en pose, og det ble ikke gjort notis av hvor prøvestavene var hentet ut fra blokken. Dette kunne vært interessant å vite for å se om dette hadde en påvirkning på resultatet.

Det ble ikke benyttet ekstensiometer, da dette ikke fungerte da testen skulle gjennomføres. Det ble allikevel besluttet å gjennomføre testingen, og benytte forlengelse og tøyning fra maskinen. Elastisitetsmodul og den faktiske forlengelsen er dermed ikke sikker, men tøyningen er allikevel tatt med i resultatene for sammenligningshensyn, da det er å anta at maskinen beveger seg, og måler, likt for hver prøve. Det kunne vært gjennomført en egen test med et stivere materiale i ettertid, for å undersøke veien maskinen faktisk går utenom forlengelsen og sammenligne med resultatene fra den reelle prøvingen, men dette har det ikke vært prioritert å bruke tid på.

Strekkprøvingen ble gjennomført i romtemperatur. Med tanke på bruksområdene Inconel 718 har, kunne det vært aktuelt å gjennomføre strekktesting i høyere temperaturer, for å simulere omgivelsene til mange av disse bruksområdene.

5.3. Økonomi og miljø

Skrapmetallbasert er bra for miljøet og lommeboka. Gjenbruk reduserer utslipp ved å slippe håndtere avfall, men det kreves energi for å lage skrapmetallet om til pulver. Ved å bruke additive tilvirkningsmetoder kan man produsere deler uten å måtte maskinere ut eller produsere mye avkapp, noe som på sikt vil kunne være lønnsomt da man sparer verktøy og utstyr, da Inconel 718 er et hardt materiale som tærer på utstyret som brukes ved å maskinere ut deler. Om egenskapene endres nevneverdig ved å omdanne allerede skrapmetallbasert additivt tilvirkede deler til nytt pulver gjentatte ganger for å produsere nye deler, eller om det finnes et gitt antall sykluser før egenskapene ikke er tilstrekkelige, krever videre undersøkelser.

6. Konklusjon

Det er gjennomført hardhetstesting, strekkprøving og skårslagsprøving, samt mikroskopi- og spektrometrianalyser. Testene viser at prespitatherdingen spiller en stor rolle hva gjelder de mekaniske egenskapene, og printeretningen ikke i like stor grad. De hardeste prøvene har en gjennomsnittlig hardhet på 459,8 +/- 13,8 HV. Alle prespitatherdete prøver hadde større hardhet enn det printede materialet.

For strekktest viste de to-trinnsherdete prøvene høyest strekkfasthet, opp mot 1200 MPa. Skårslagsprøvingen viste at det er de prøvene som var prespitatherdet i ett trinn som hadde den høyeste slagseigheten, mens prøvene som har vært herdet i to trinn hadde de laveste verdiene. Skårslagsprøvingen avdekket også at det er klar variasjon innad i blokken, og de horisontale prøvene som ble tatt fra bunnen av blokken viste klart høyest slagseighet.

Bruddflatene fra både skårslagsprøving og strekktest viste generelt at materialet er mest duktilt.

Mikroskopiundersøkelser avdekker at mikrostrukturen klart er endret etter varmebehandling, og sprø faser som lavesfase er godt oppløst. Transmisjonselektronmikroskopi avdekker at det er dannet godt med styrkningsprespitater etter herdingsprosessene, og det er ikke påvist deltafase i prøvene.

Det er flere undersøkelser som kunne vært gjort, men denne oppgaven danner et grunnlag som kan jobbes videre på.

Generelt virker det å være gode resultater, og både løsningsvarmebehandlingen og prespitatherdingen må sies å være suksess, men det er observert noen defekter som porer i ulike deler av prøvene, noe som vil påvirke de mekaniske egenskapene.

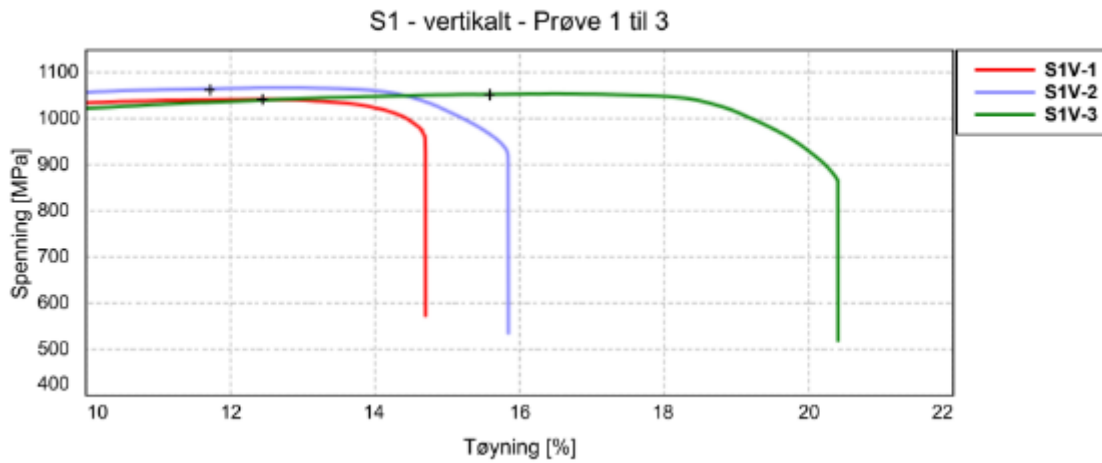
Kilder

- [1] M. Švec, P. Solfronk, I. Nováková, J. Sobotka og J. Moravec, «Comparison of the Structure, Mechanical Properties and Effect of Heat Treatment on Alloy Inconel 718 Produced by Conventional Technology and by Additive Layer Manufacturing,» *Materials*, nr. 16, 2023.
- [2] M. P. Groover, *Fundamentals of Modern Manufacturing - Materials, Processes, and Systems*, 7 red., Singapore: John Wiley & Sons Singapore Pte. Ltd., 2021.
- [3] K. Martinsen, «3D-printing,» Store norske leksikon, [Internett]. Available: <https://snl.no/3D-printing>. [Funnet mai 2024].
- [4] C. V., «The Complete Guide to Directed Energy Deposition (DED) in 3D Printing,» 3Dnatives, September 2019. [Internett]. Available: <https://www.3dnatives.com/en/directed-energy-deposition-ded-3d-printing-guide-100920194/#!>. [Funnet april 2024].
- [5] Z. Li, J. Chen, S. Sui, C. Zhong, X. Lu og X. Lin, «The microstructure evolution and tensile properties of Inconel 718 fabricated by high-deposition-rate laser directed energy deposition,» *Additive Manufacturing*, nr. 31, Januar 2020.
- [6] L. Zhu, Z. Xu og Y. Gu, «Microstructural evolution of laser solid forming Inconel 718 superalloy under different laser power,» *Materials Letters*, nr. 217, pp. 159-162, 2018.
- [7] S. Maddox, «Sciencedirect,» 2011. [Internett]. Available: <https://www.sciencedirect.com/topics/engineering/residual-welding-stress>. [Funnet mai 2024].
- [8] «What is the heat affected zone (HAZ)?,» [Internett]. Available: <https://www.twi-global.com/technical-knowledge/faqs/what-is-the-heat-affected-zone>. [Funnet mai 2024].
- [9] A. Almar-Næss, *Metalliske Materialer*, 3 red., 2003.
- [10] W. D. Callister og D. G. Rethwisch, *Materials Science and Engineering*, 9 red., John Wiley & Sons (Asia) Pte Ltd, 2011.
- [11] E. Vandersluis og C. Ravindran, «Comparison of Measurement Methods for Secondary Dendrite Arm Spacing,» *Metallography, Microstructure, and Analysis*, nr. 6, p. 89–94, 2017.
- [12] W. M. Tucho og V. Hansen, «Studies of Post-Fabrication Heat Treatment of L-PBF-Inconel 718: Effects of Hold Time on Microstructure, Annealing Twins, and Hardness,» *Metals*, vol. 11, nr. 2, p. 266, 2021.
- [13] A. Almar-Næss, «Superlegeringer,» Store norske leksikon, [Internett]. Available: <https://snl.no/superlegeringer>. [Funnet mai 2024].
- [14] Special Metals Corporation, «Alloy Technical Bulletins - Inconel alloy 718,» [Internett]. Available: <https://www.specialmetals.com/documents/technical-bulletins/inconel/inconel-alloy-718.pdf>. [Funnet mars 2024].

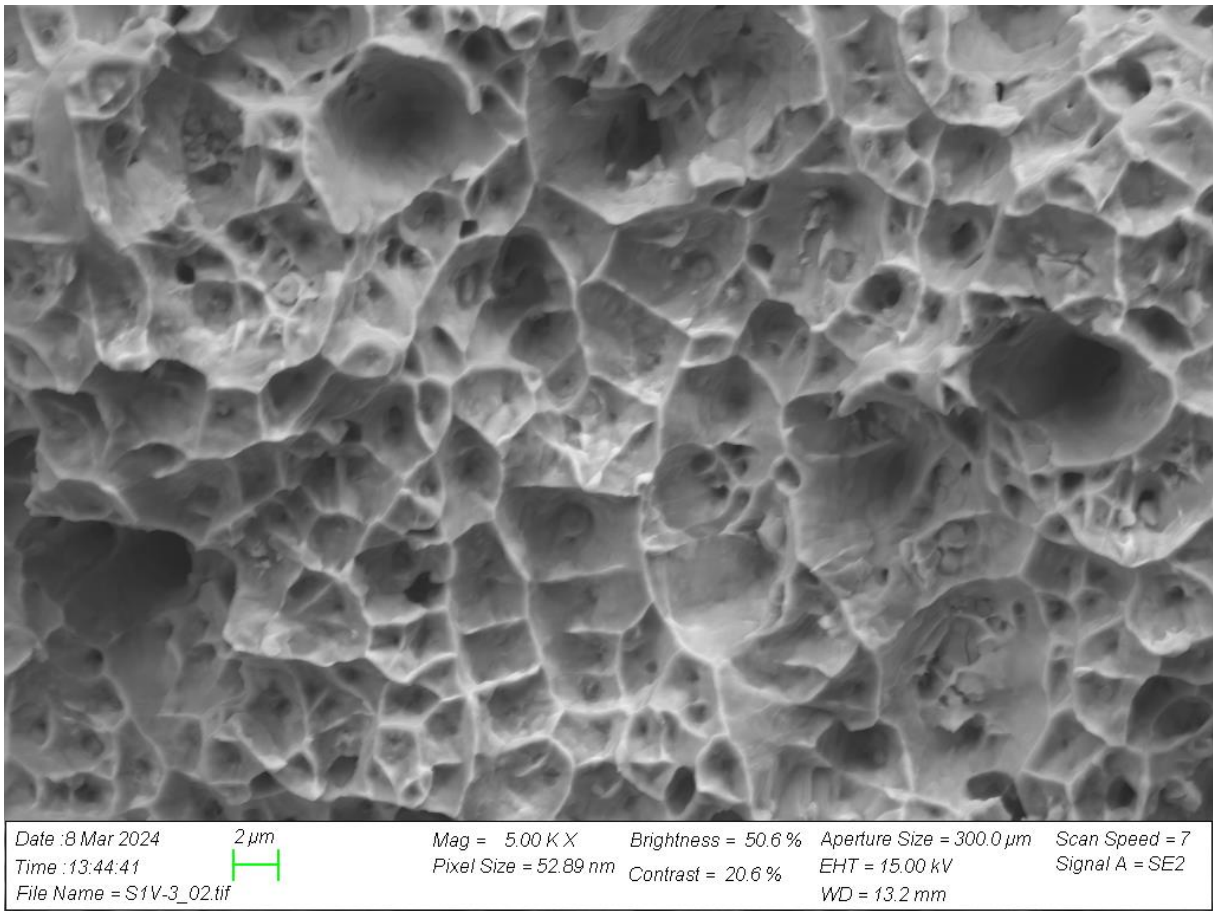
- [15] J. F. Radavich, «The physical metallurgy of cast and wrought alloy 718,» i *Superalloys 718 Metallurgy and Applications*, Pittsburgh, PA, 1989.
- [16] J. Brooks og P. Bridges, «Metallurgical stability of Inconel alloy 718,» i *Superalloys*, 1988.
- [17] A. K. Sahu og S. Bag, «Design of a double aging treatment for the improvement of mechanical and microstructural properties of pulse micro-plasma arc welded alloy 718,» *Journal of Material Science: Materials in Energy*, nr. 56, p. 13400–13415, 2021.
- [18] J. J. Schirra, R. H. Caless og R. W. Hatala, «The effect of laves phase on the mechanical properties of wrought and cast + HIP Inconel 718,» i *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, Pittsburgh, PA, 1991.
- [19] C. Gullipalli, P. Burad, N. Thawari, J. Bhatt og T. V. K. Gupta, «Microstructure Evolution in Direct Energy Deposited Multilayer Inconel 718,» *Arabian Journal for Science and Engineering*, nr. 47, 2022.
- [20] S. Sreekanth, K. Hurtig, S. Joshi og J. Andersson, «Influence of laser-directed energy deposition,» *Journal of Laser Applications*, nr. 33, 2021.
- [21] *Metallic materials — Vickers hardness test*, NS-EN ISO 6507-1:2023, 2023.
- [22] T. Holtebekk og T. Holtsmark, «Mikroskop,» Store Norske leksikon, [Internett]. Available: <https://snl.no/mikroskop>.
- [23] N. Gleichmann, «SEM vs. TEM,» 2020. [Internett]. Available: <https://www.technologynetworks.com/analysis/articles/sem-vs-tem-331262>. [Funnet april 2024].
- [24] H. Fjellvåg, «Elektronmikroskop,» [Internett]. Available: <https://snl.no/elektronmikroskop>. [Funnet april 2024].
- [25] Iowa State University, «Secondary Electrons and Detection,» [Internett]. Available: <https://www.mse.iastate.edu/research/microscopy/how-does-the-sem-work/high-school/how-the-sem-works/secondary-electrons-and-detection/>. [Funnet april 2024].
- [26] Iowa State University, «Iowa State University - Backscattered Electrons,» [Internett]. Available: <https://www.mse.iastate.edu/research/microscopy/how-does-the-sem-work/high-school/how-the-sem-works/backscattered-electrons/>. [Funnet April 2024].
- [27] *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*, ASTM E8/E8M - 13a, 2013.

Vedlegg

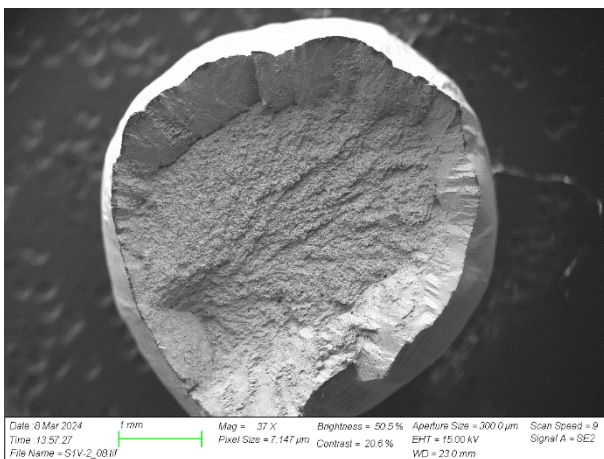
Vedlegg A – Strekktestresultater



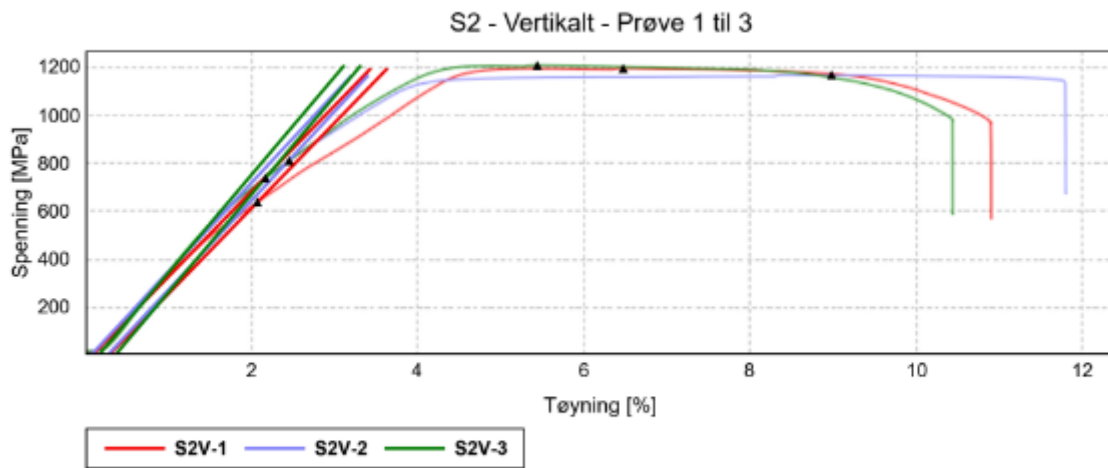
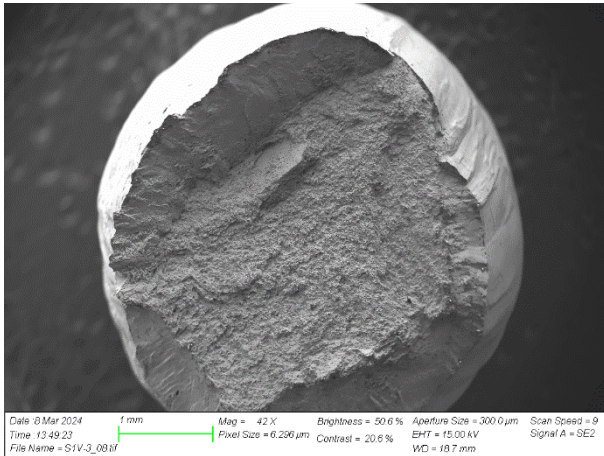
Prøvenavn	Flytegrense (Konvensjonell 0.2 %)	Strekfasthet	Bruddspenning	Tøyning
	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[%]
S1V-1	576	1041	959	15
S1V-2	598	1064	921	16
S1V-3	804	1052	866	20
Gjennomsnitt	659	1053	915	17
Standardavvik	125	11	47	3



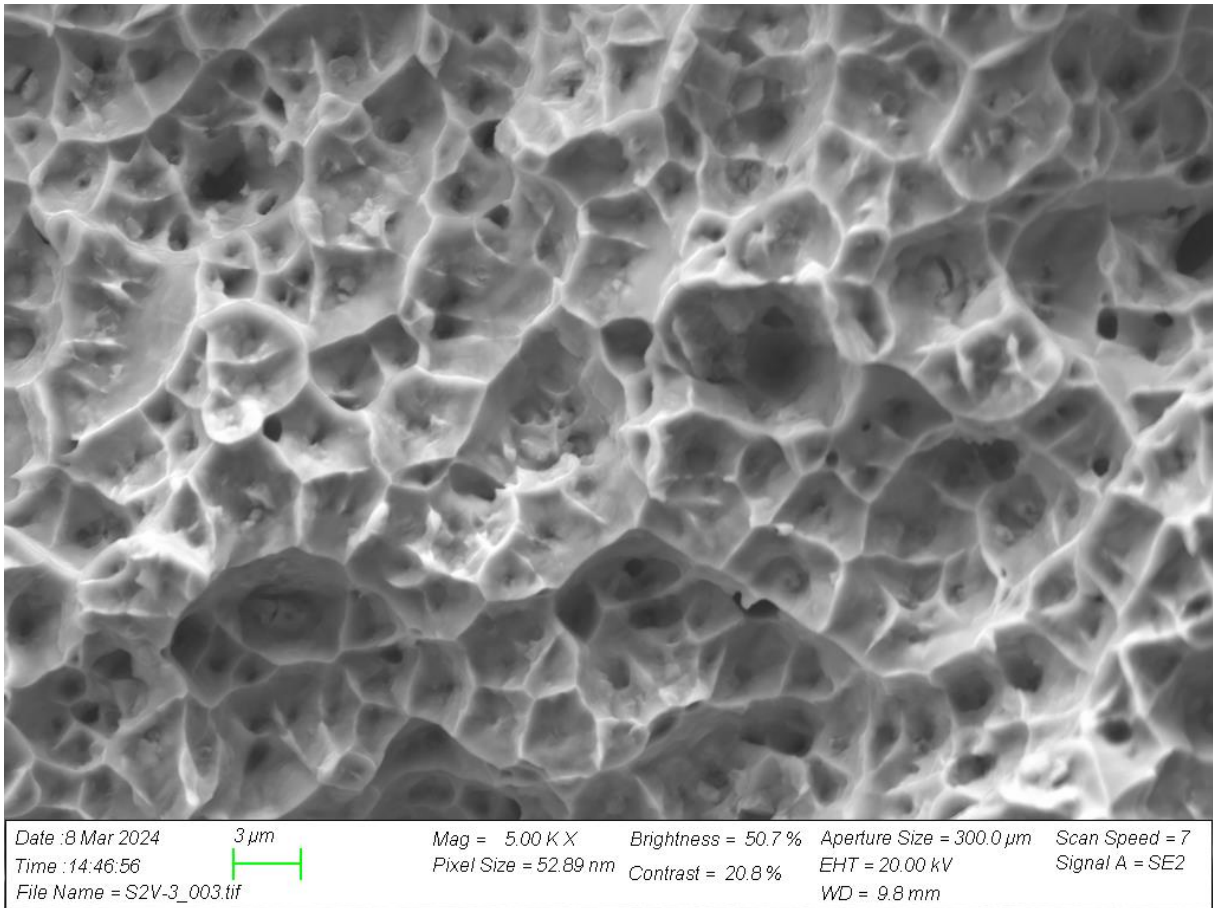
S1V-2:



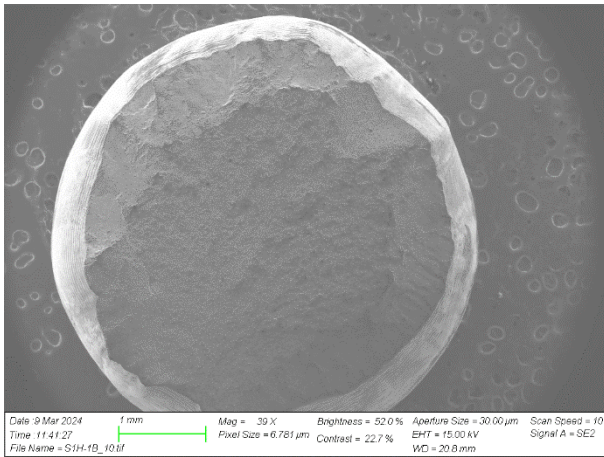
S1V-3:



Prøvenavn	Flytegrense (Konvensjonell)			
	0.2 % [MPa]	Strekfasthet [MPa]	Bruddspenning [MPa]	Tøyning [%]
S2V-1	638	1196	972	11
S2V-2	812	1168	1143	12
S2V-3	738	1209	985	10
Gjennomsnitt	729	1191	1033	11
Standardavvik	88	21	95	1

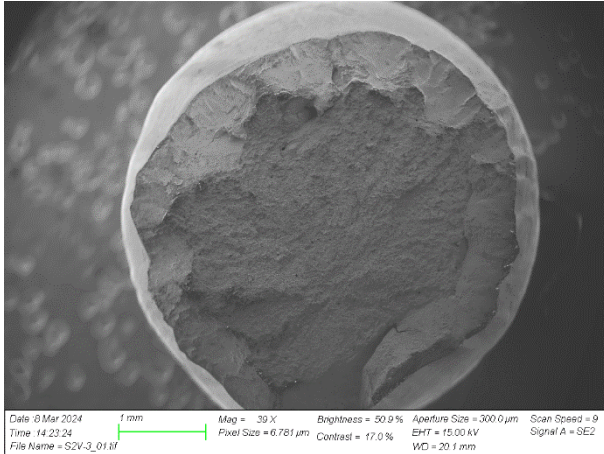


S2V-1:

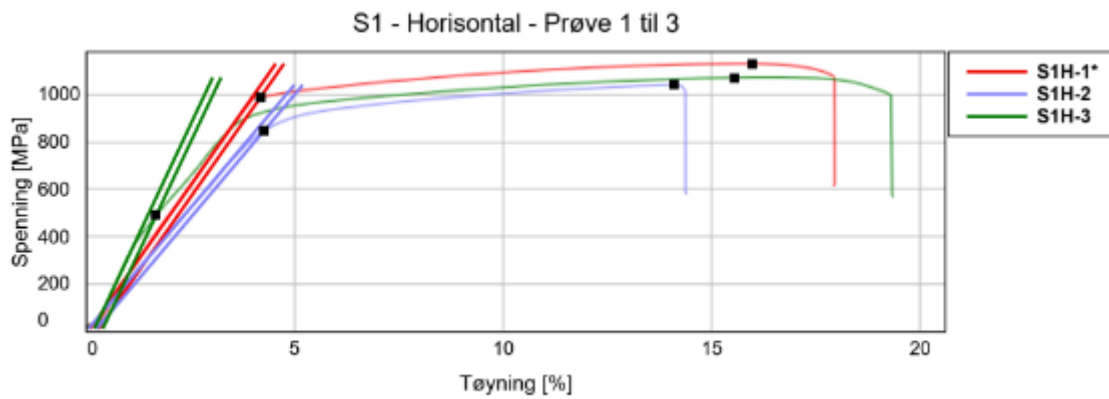


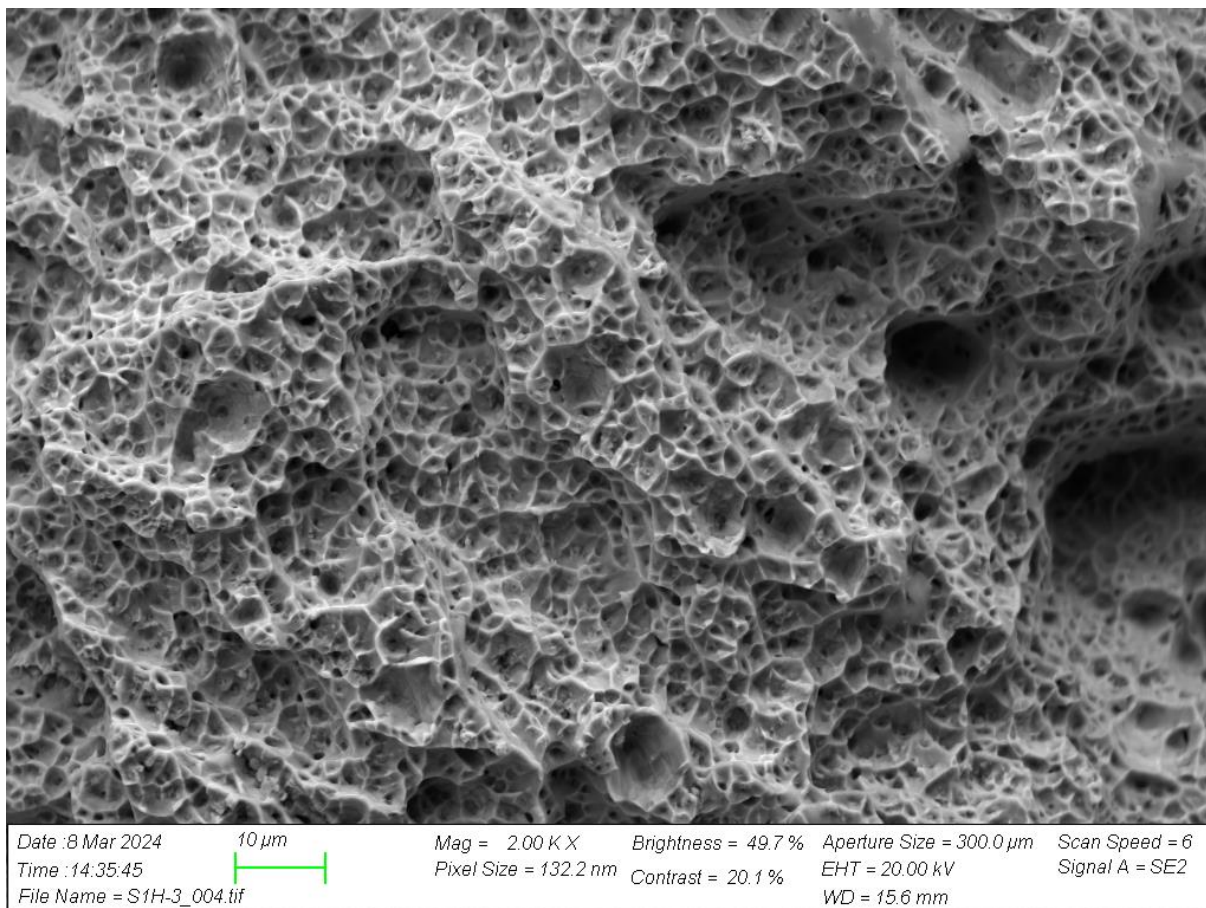
S2V-3:

Bruddspenning: 985 (nest lavest)

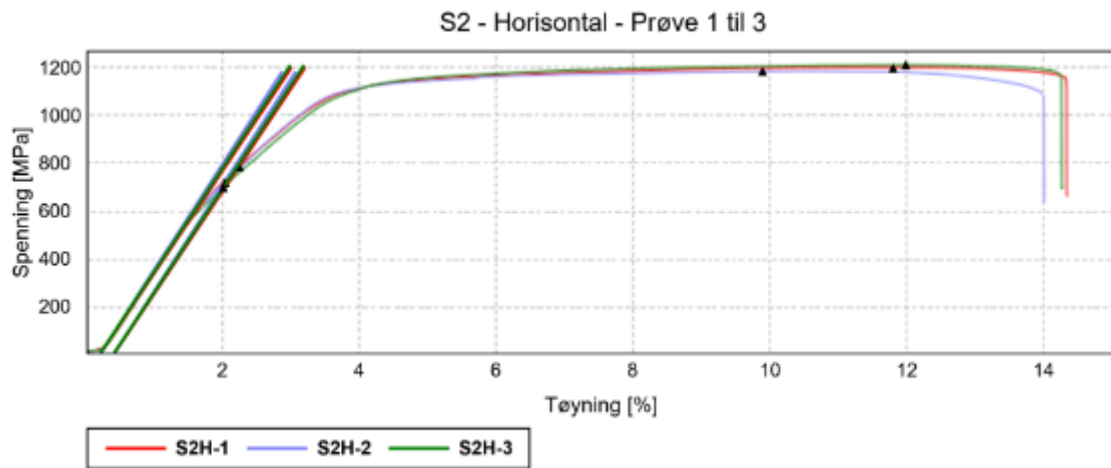


Prøvenavn	Flytegrense (Konvensjonell 0.2 %)	Strekfasthet [MPa]	Bruddspenning [MPa]	Tøyning [%]
	[MPa]			
S1H-1	991	1132	1072	18
S1H-2	850	1042	1019	14
S1H-3	490	1073	994	19
Gjennomsnitt	777	1082	1028	17
Standardavvik	258	46	40	3





Prøvenavn	Flytegrense (Konvensjonell 0.2 %)			
	Strekfasthet	Bruddspenning	Tøyning	
	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[%]
S2H-1	785	1200	1150	14
S2H-2	719	1183	1081	14
S2H-3	702	1211	1167	14
Gjennomsnitt	735	1198	1133	14
Standardavvik	43	14	46	0



Vedlegg B – Hardhetstest

AP

AP - XY - B		AP - XY - M		AP - XY - T	
no	HV	no	HV	no	HV
1	260,2	1	269,6	1	263,2
2	271,1	2	265,6	2	276,1
3	255,1	3	268	3	257,2
4	254,8	4	270	4	245,9
5	250,7	5	273,8	5	253,6
6	256,4	6	268,4	6	259
7	256	7	280,1	7	258,4
8	243,8	8	280,4	8	257,7
9	251,3	9	271,8	9	241,6
10	268,9	10	256,7	10	241,1

Snitt	256,8	Snitt	270,4
Std.avvik	8,2	Std.avvik	6,9

Snitt	255,4
Std.avvik	10,6

AP - XZ - B		AP - XZ - M		AP - XZ - T	
no	HV	no	HV	no	HV
1	248,1	1	271,7	1	269,1
2	257,4	2	284,8	2	278,3
3	258,2	3	275	3	280,4
4	255	4	278	4	276,4
5	251,4	5	283,1	5	275,5
6	259,7	6	276,8	6	285,6
7	266,1	7	276,3	7	272,4
8	258	8	280,7	8	284,3
9	274,1	9	274,2	9	288,7
10	273,5	10	280,1	10	276

Snitt	260,2	Snitt	278,1
Std.avvik	8,6	Std.avvik	4,1

Snitt	278,67
Std.avvik	6,1

AP - XZ - B	
no	HV
1	271,1
2	268,2
3	256,9
4	270

Bunn

5	273,8
6	282,9
7	279
8	280,1
9	286,8
10	275,6
11	290,2
12	283,5
13	281,7
14	274,2
15	290,3
16	288,4
17	289,1
18	288,3
19	289,6
20	288
21	289,9
22	288,1
23	294
24	293,8
25	296,4
26	294,6
27	284,8
28	282,8
29	288,4
30	282,7
31	273,3
32	267,8
33	263,9
34	247,6
35	253,9

Topp

Snitt	280,3
Std.avvik	12

S1

S1 - XY - B		S1 - XY		S1 - XZ		S1 - YZ		
no	HV	no	HV	no	HV	no	HV	
1	376,7	1	375,3	1	372,7	1	339,3	
						1,5 mm fra bunn		1,5 mm from bottom

2	378,1	2	376
3	358,7	3	399,5
4	362,4	4	388,2
5	350,7	5	381,5
6	337,2	6	399,1
7	366,1	7	386,3
8	351,4	8	404,8
9	367,9	9	404,8
10	366,3	10	393,9
Snitt	361,6	Snitt	390,9
Std.avvik	12,5	Std.avvik	11,1

		av blokk		
2	378,7		2	348,9
3	356,4		3	340,3
4	381,6		4	347,3
5	392,3		5	375,3
6	400,2		6	339,3
7	398,5		7	354
8	385,1		8	353
9	398,2		9	394,3
10	405,9		10	391,8
11	396,4		11	399,2
12	392,4		12	397,6
13	394,4		13	406,9
14	403,1		14	408,1
		0,5 mm fra midten av blokk		
15	405,9		15	404,6

Snitt 390,8
Std.avvik 13,7

Snitt 373,3
Std.avvik 27,8

S2

S2 - XY

No	HV
1	461,9
2	457,6
3	466
4	461,1
5	461,9
6	453,5
7	457,3
8	479,1
9	464,9
10	482,9
Snitt	464,62
Std.avvik	9,43

S2 - XZ

No	HV
1	447,4
2	448,9
3	466,8
4	428,1
5	436,6
6	445,5
7	433,6
8	442,6
9	434,1
10	461,5
11	463,6
12	454,9
13	454,5
14	470,7
15	464,5
16	454,2

S2 - YZ

No	HV
1	448
2	455
3	436,7
4	443,3
5	483,2
6	465,6
7	476
8	461,7
9	444,4
10	471,9
11	471,9
12	464,7
13	470,1
14	468,8
15	475,4
16	472,2

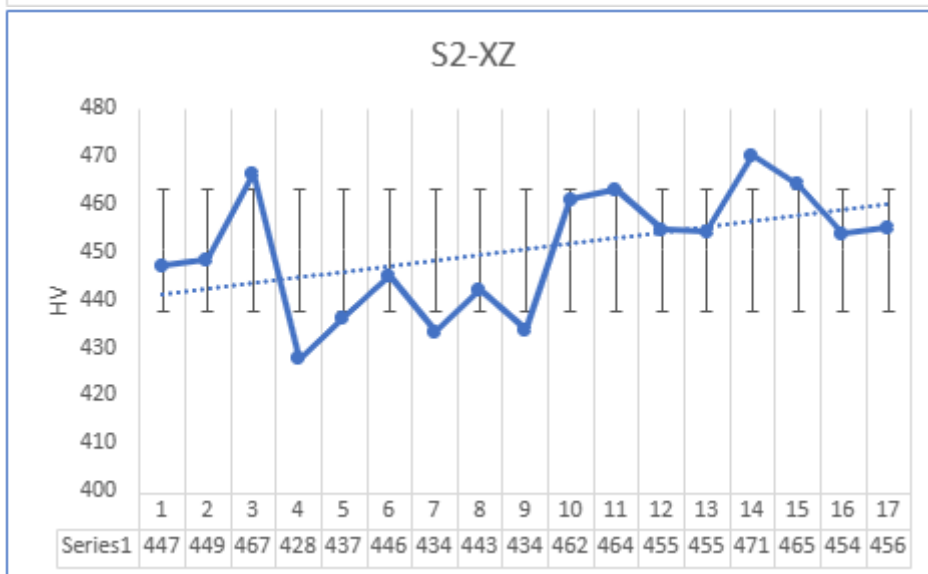
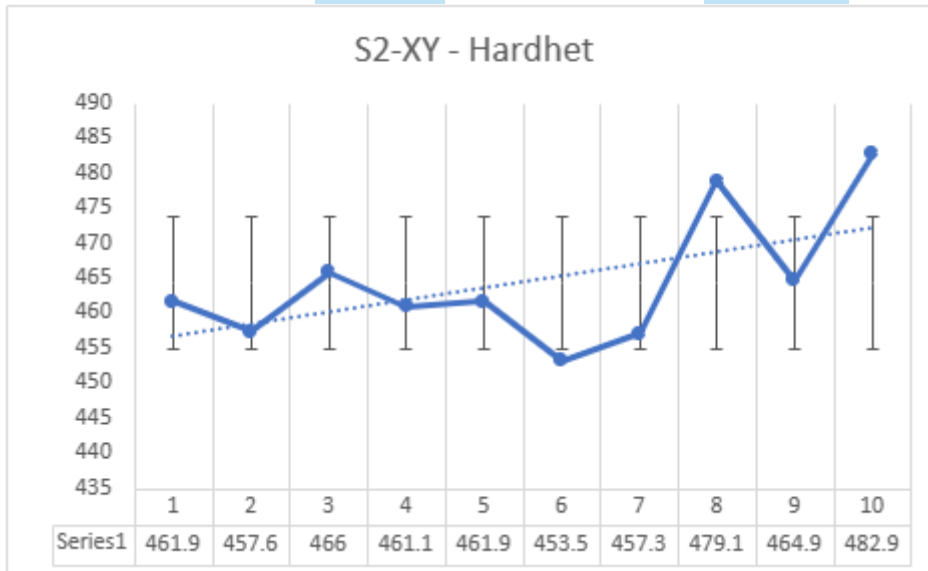
1,5 mm fra midten av
blokk

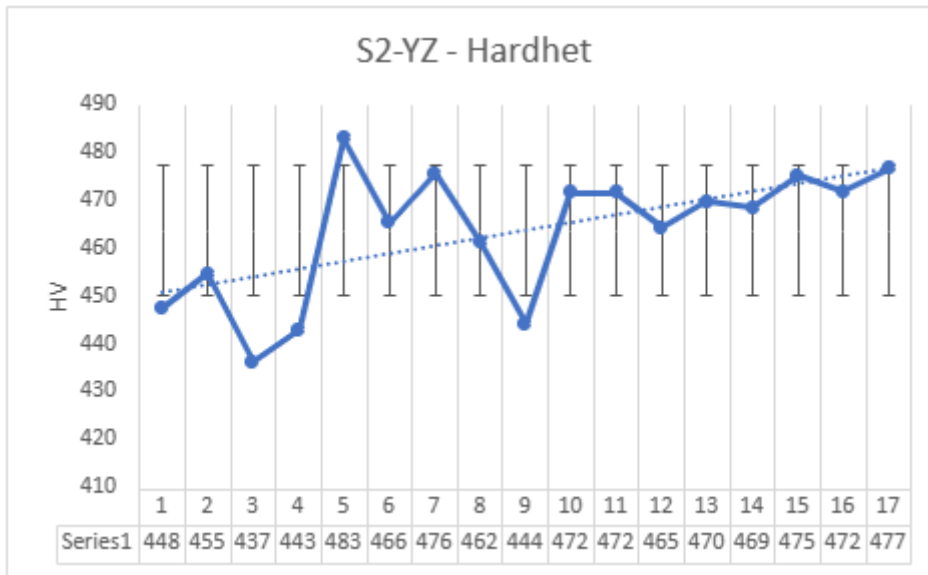
		2,2 mm fra toppen av blokk		
	17	455,6	17	476,9

2,2 mm fra toppen av
blokk

Snitt 450,8
Std.avvik 12,7

Snitt 463,9
Std.avvik 13,6





ST

ST-1		ST-2	
no	HV	no	HV
1	178,2	1	200,9
2	178,7	2	185,7
3	170,1	3	177,5
4	180,9	4	198,5
5	175,8	5	190,3
6	191,7	6	172,8
7	181,9	7	192,8
8	160,8	8	171,9
9	185,3	9	185,2
10	162,2	10	182,7

Snitt	176,6	Snitt	185,8
Std.avvik	9,8	Std.avvik	10,0

21t

S21 - XY		S21 - XZ		S21 - YZ	
no	HV	no	HV	no	HV
1	433,5	1	454,8	1	423
2	443,2	2	460,8	2	415,7
3	449,6	3	474,6	3	422,2
4	446	4	475,2	4	423,1
5	410,4	5	488,5	5	430,4
6	438,9	6	467	6	453,2

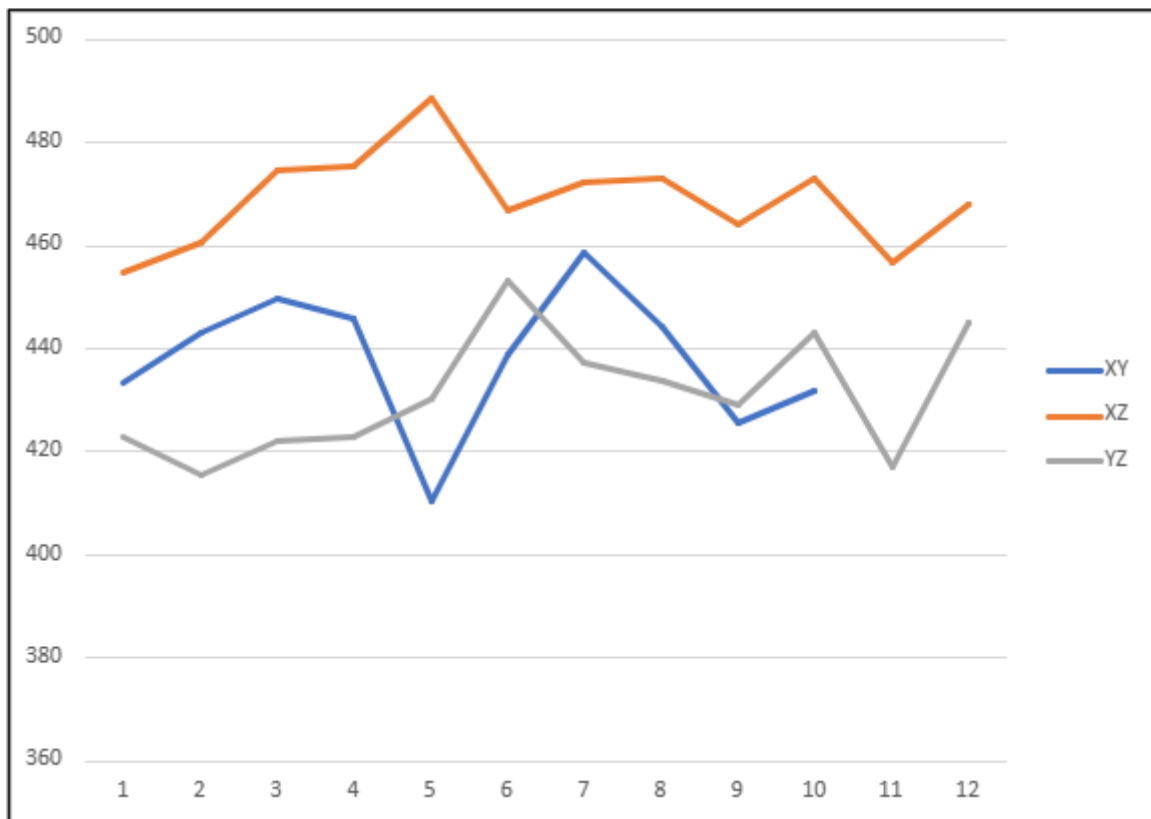
1,5 mm fra midt på blokk

1,5 mm fra bunn

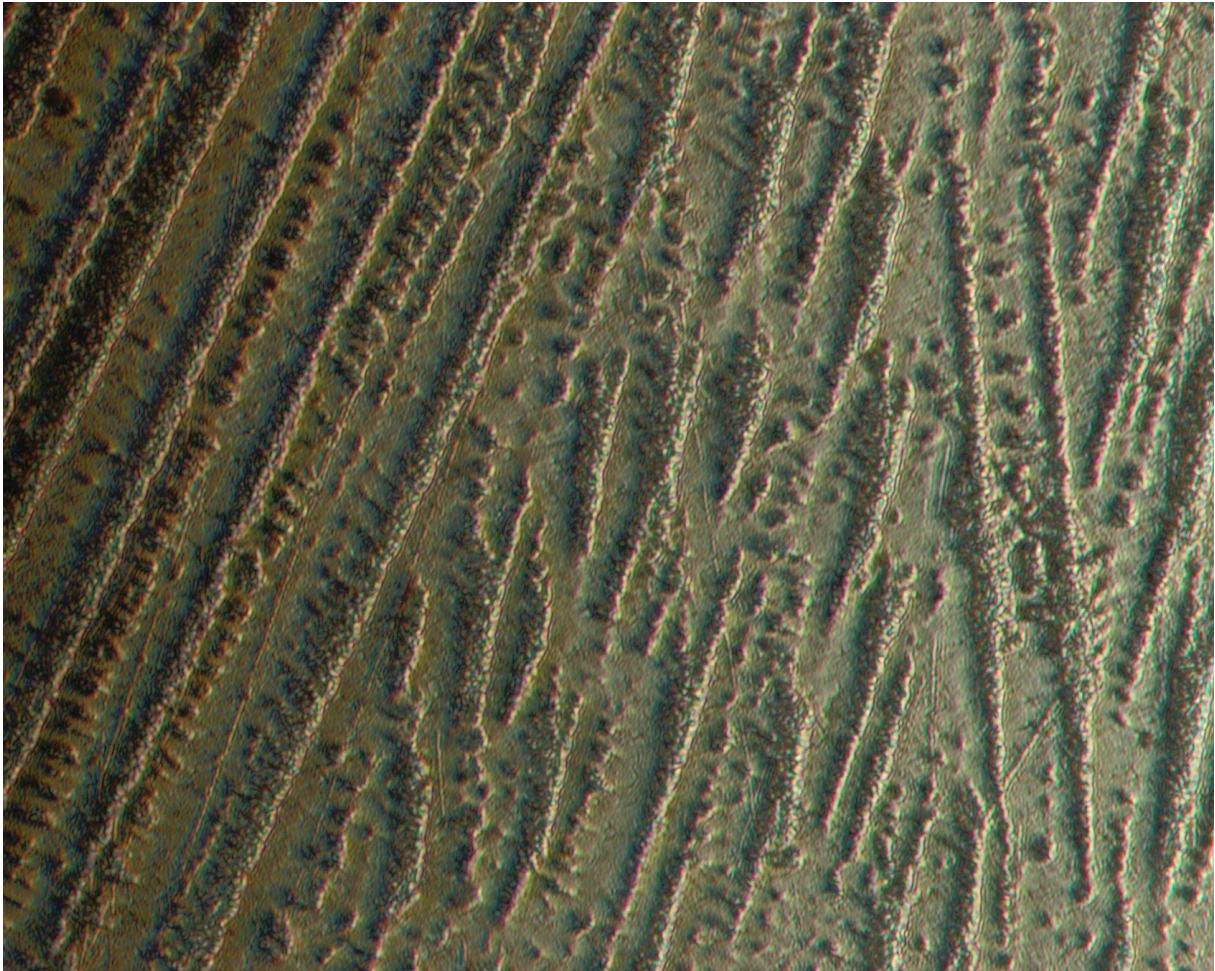
7	458,7	7	472,2
8	444,4	8	472,9
9	425,6	9	464,2
10	431,9	10	473,1
		11	456,9
		12	467,9
Snitt	438,2	Snitt	469
Std.avvik	13,6	Std.avvik	9,2

0,7 mm fra
toppen

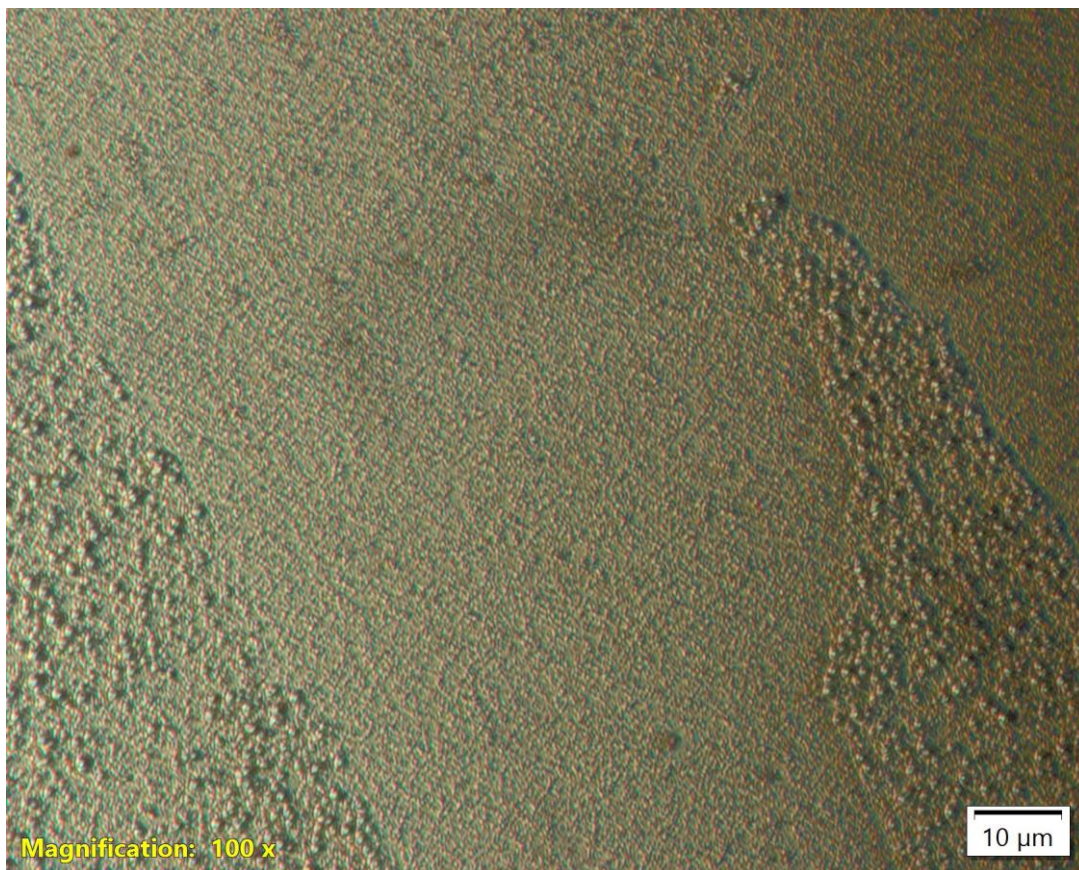
7	437,2
8	433,8
9	429,1
10	443,2
11	417,1
12	445,2
Snitt	431,1
Std.avvik	11,8



Vedlegg C – Bilder
Lysmikroskopi



Figur 0.1 - Lavesfase i en 100x forstørret prøve

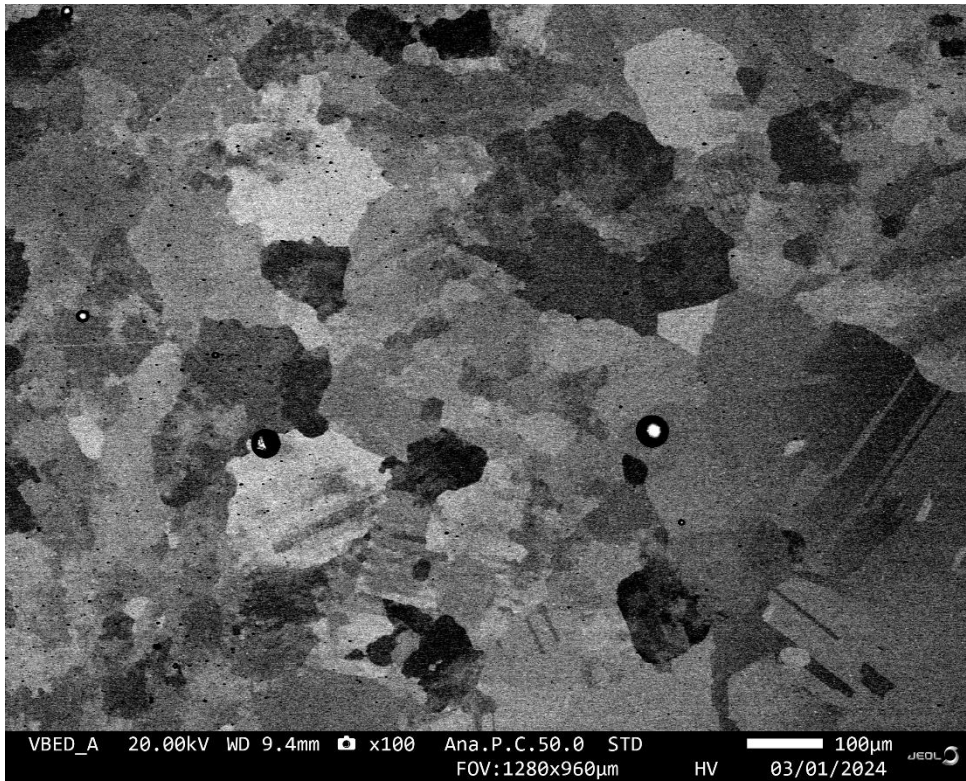


Figur 0.2 - XZ-flate på S1-prøve, forstørret 100x.

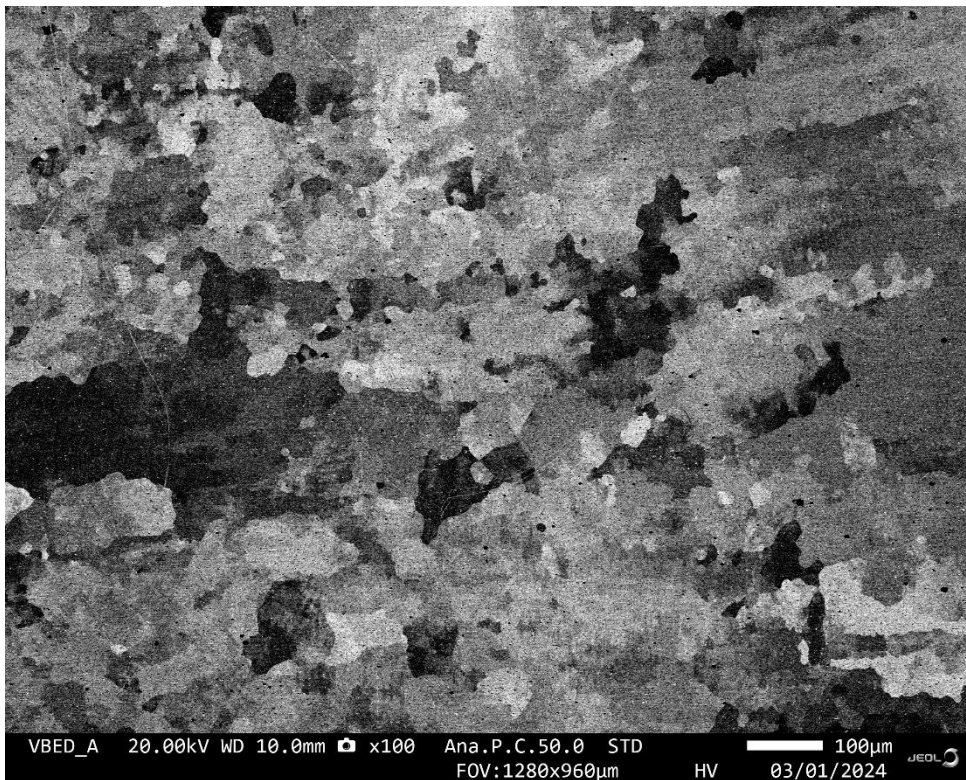
SEM

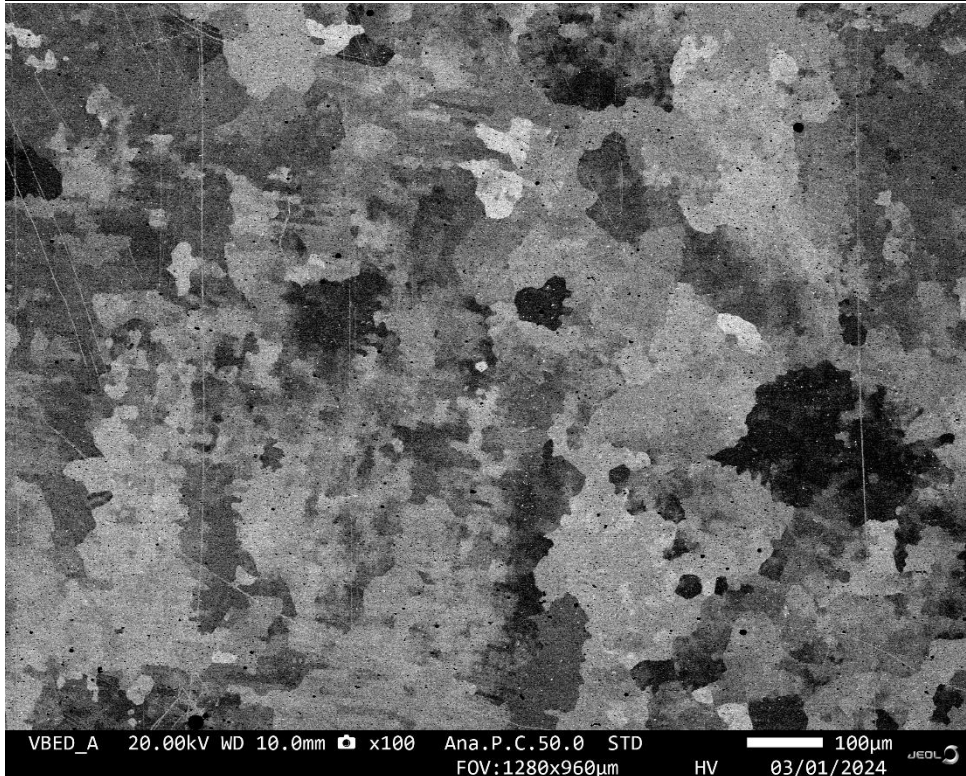
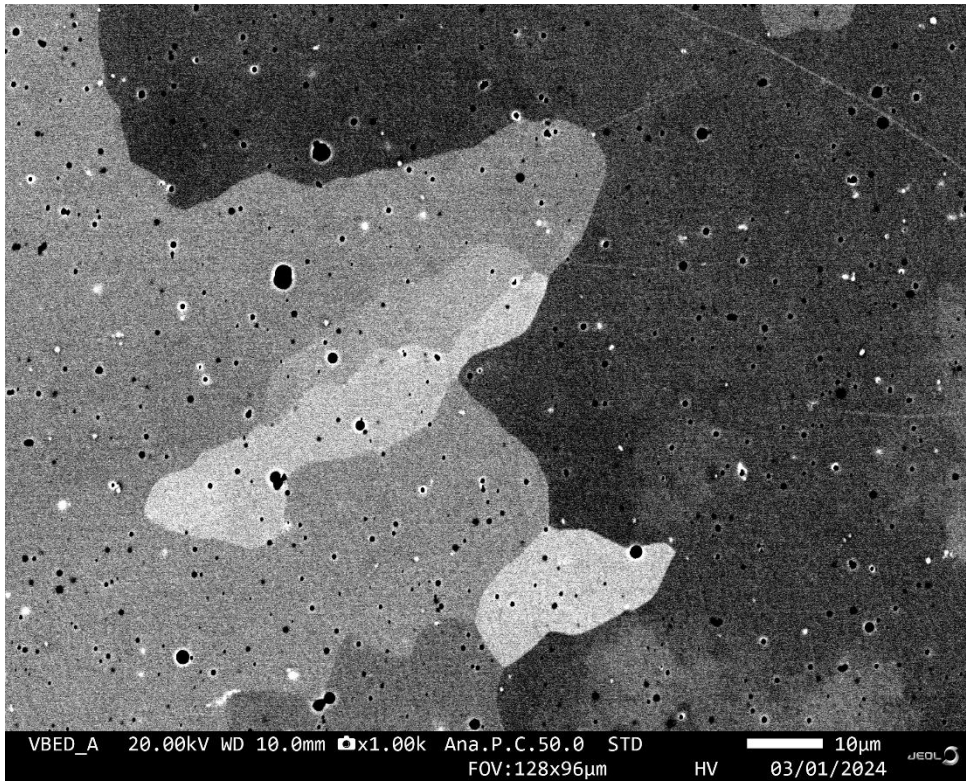
XY

S1

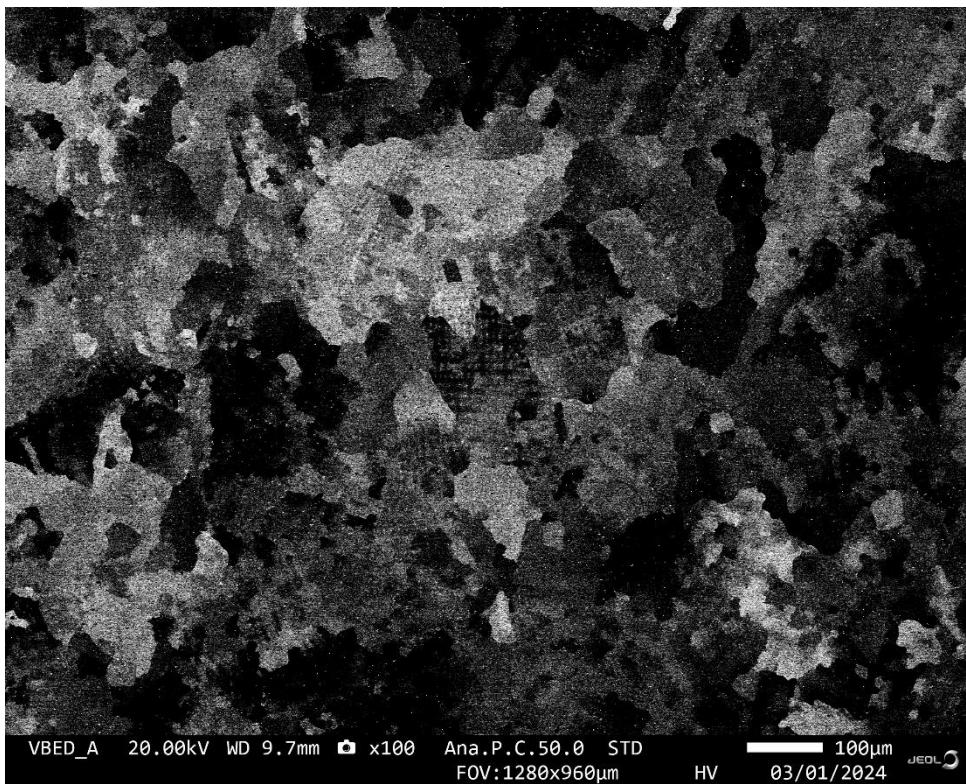
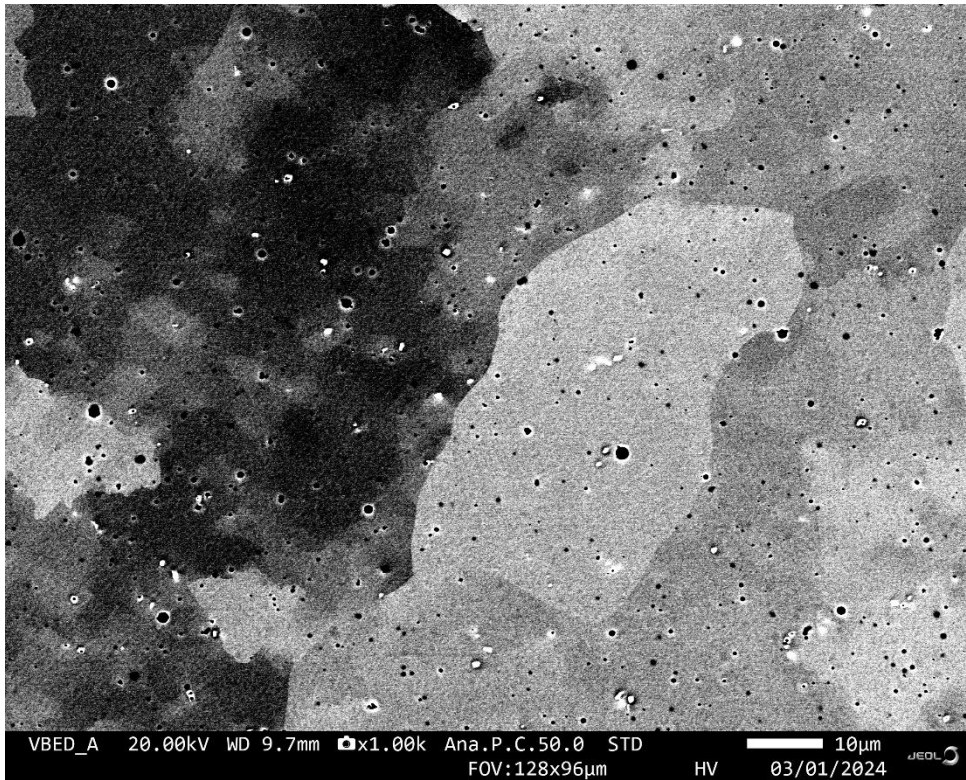


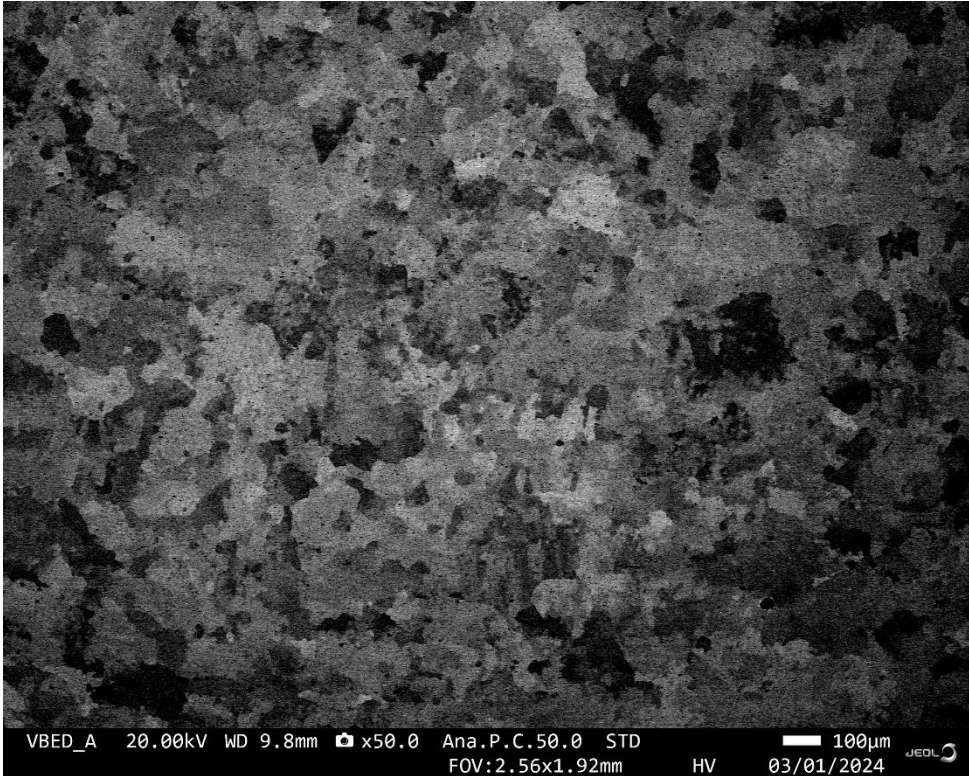
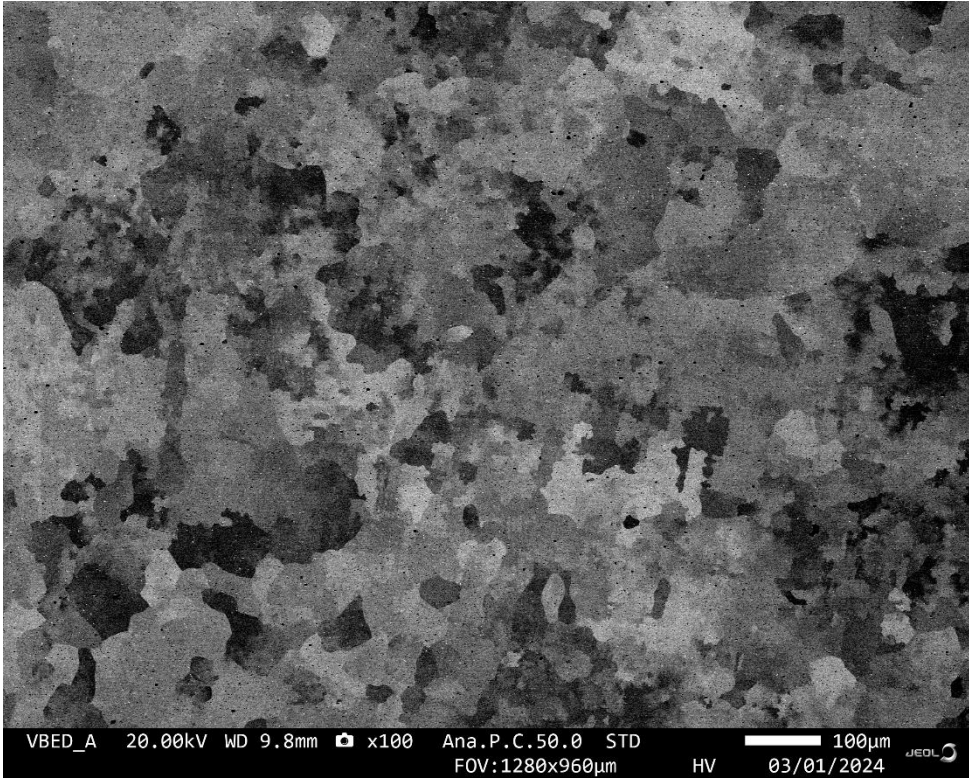
S2





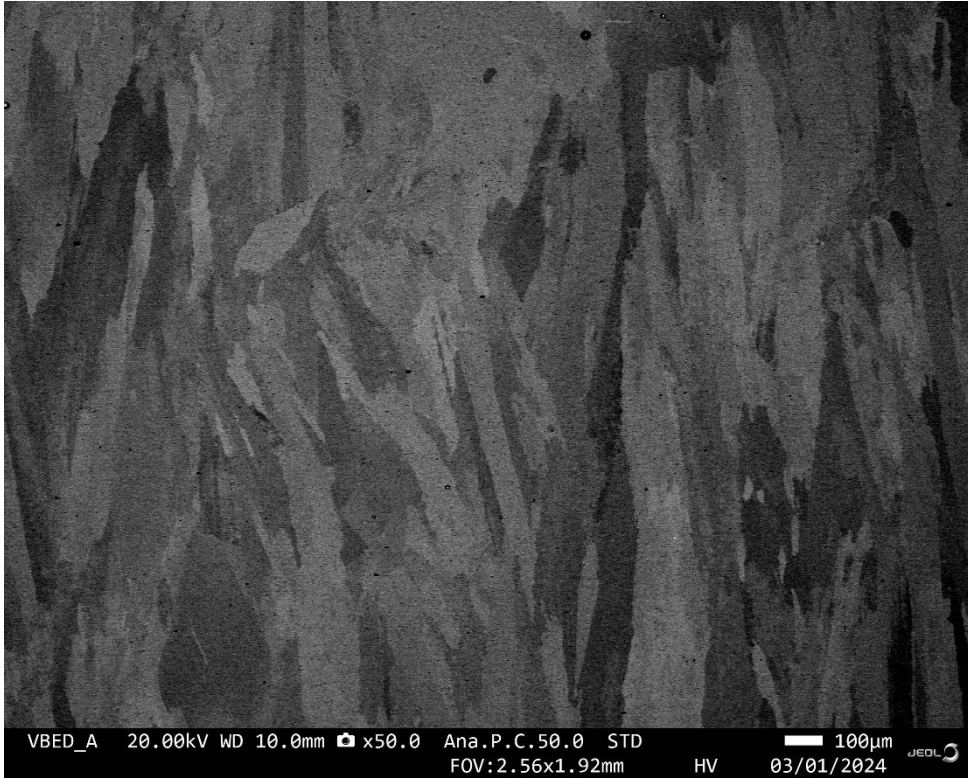
21h:

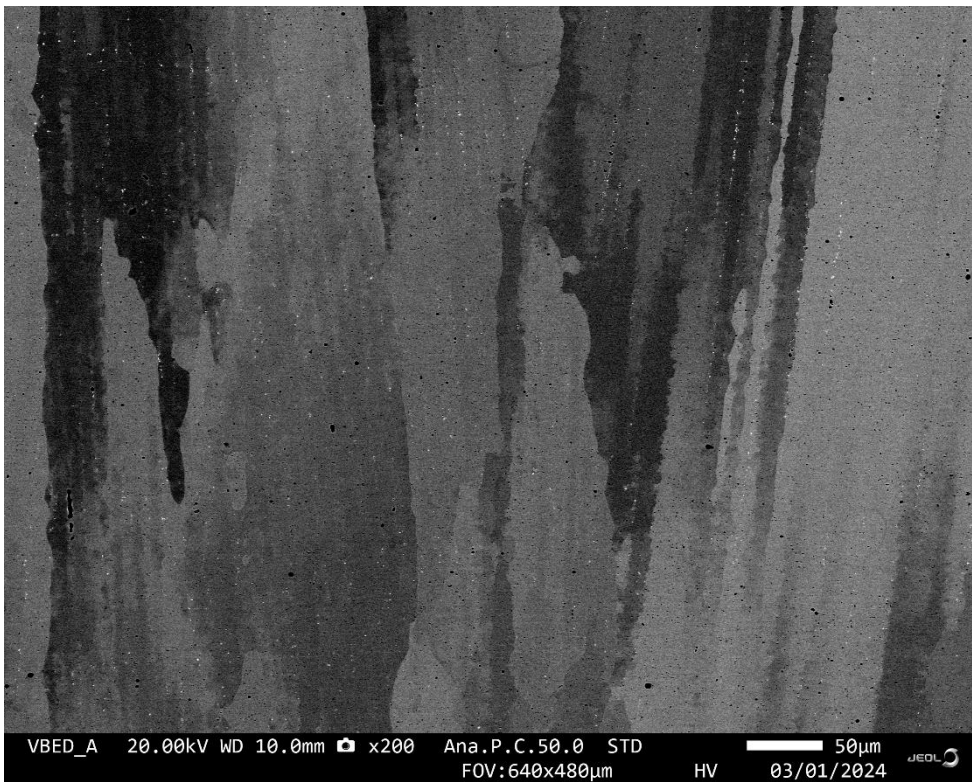
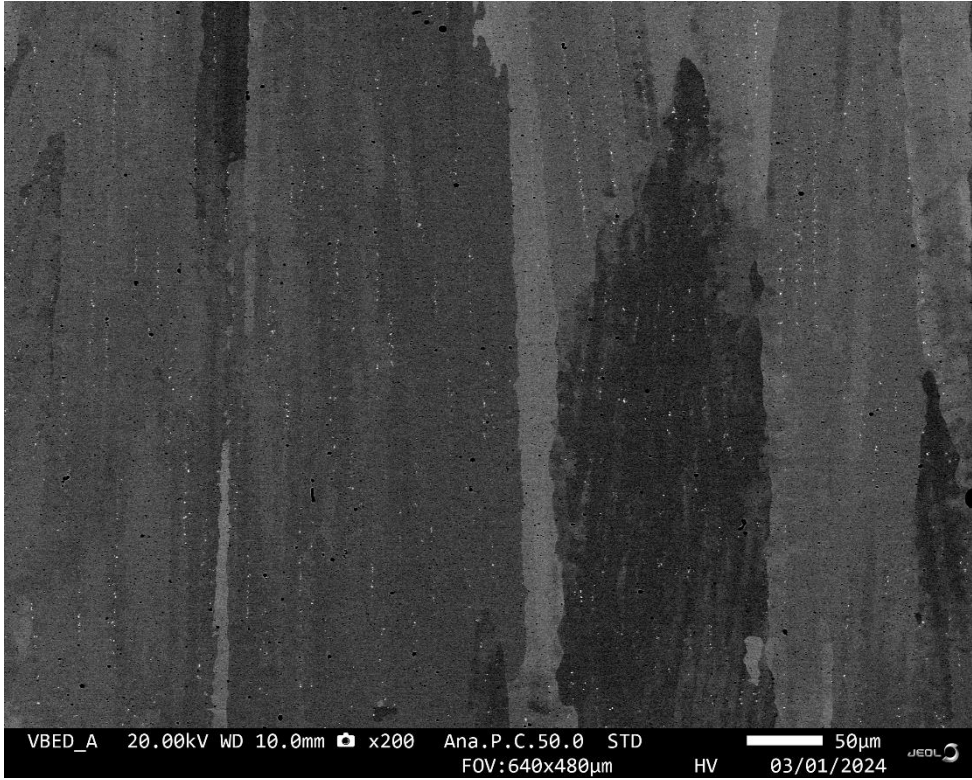


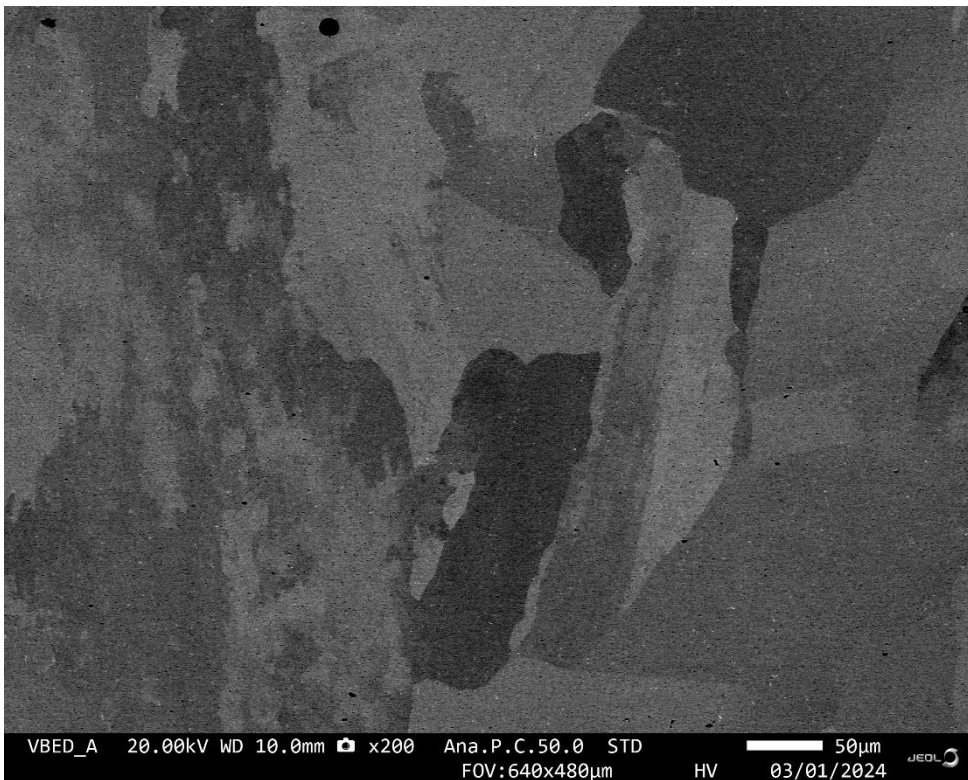
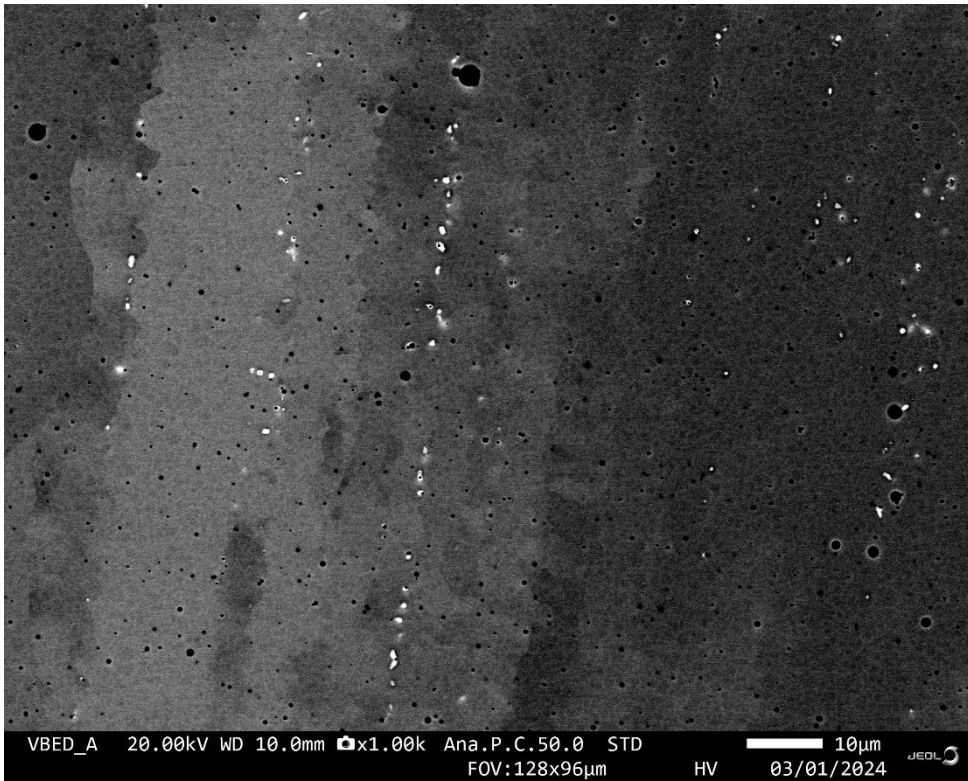


XZ

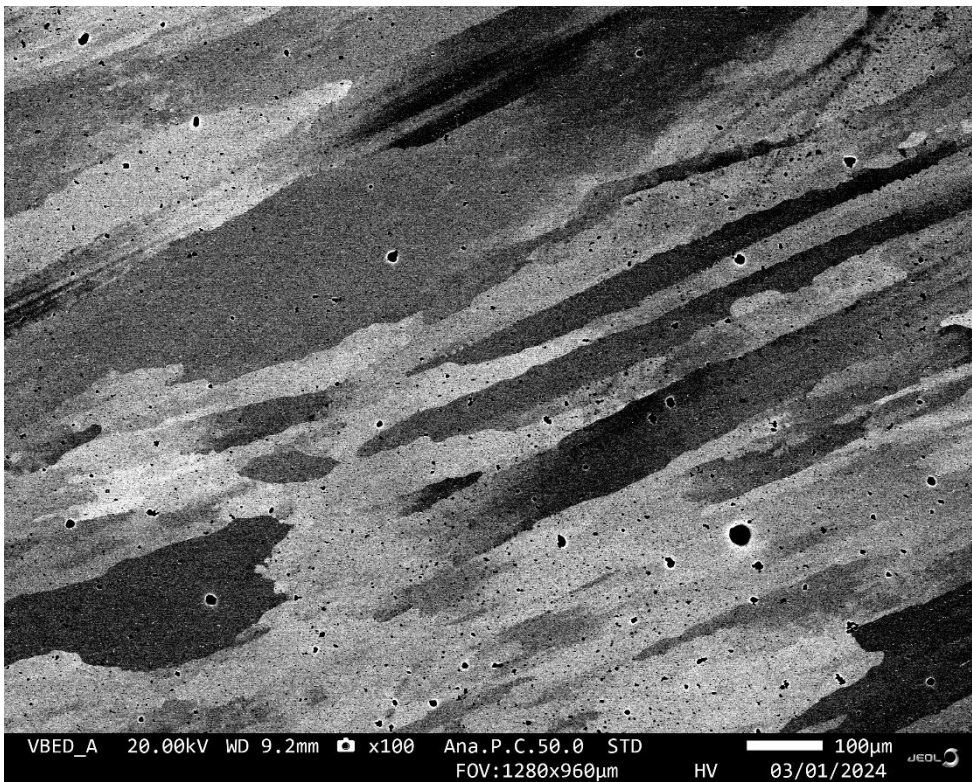
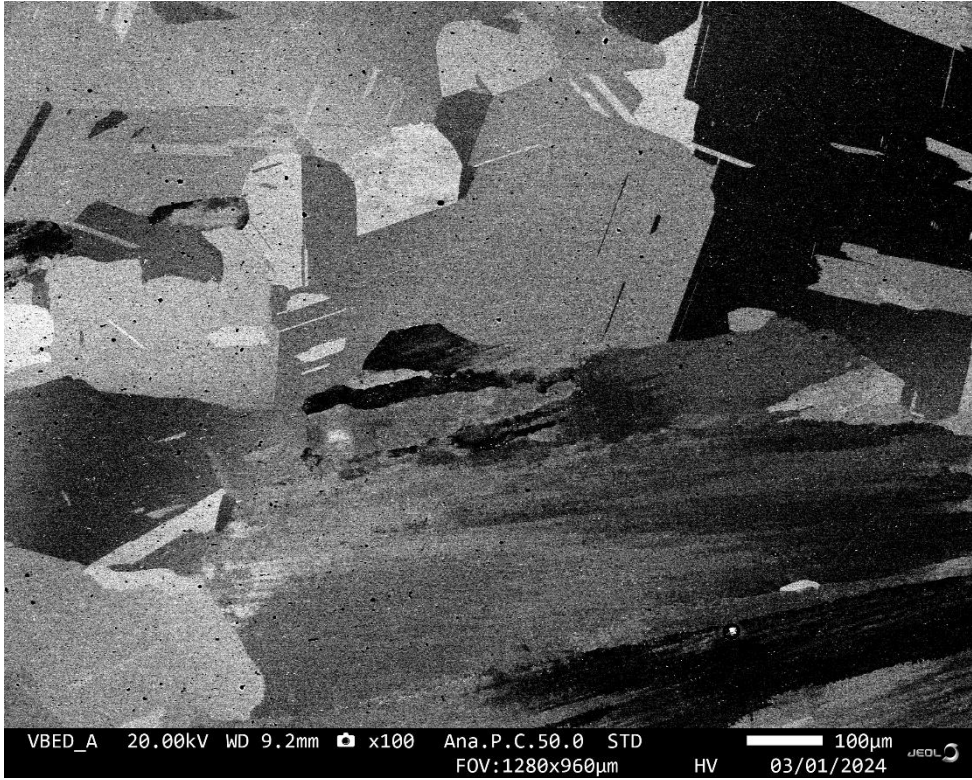
S1

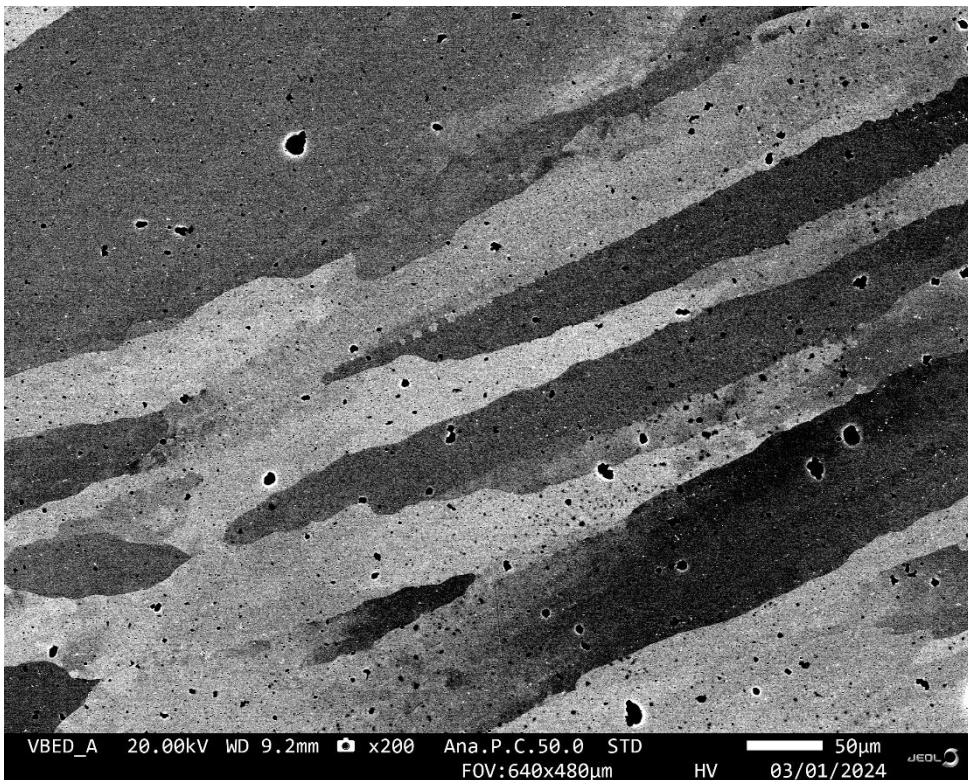
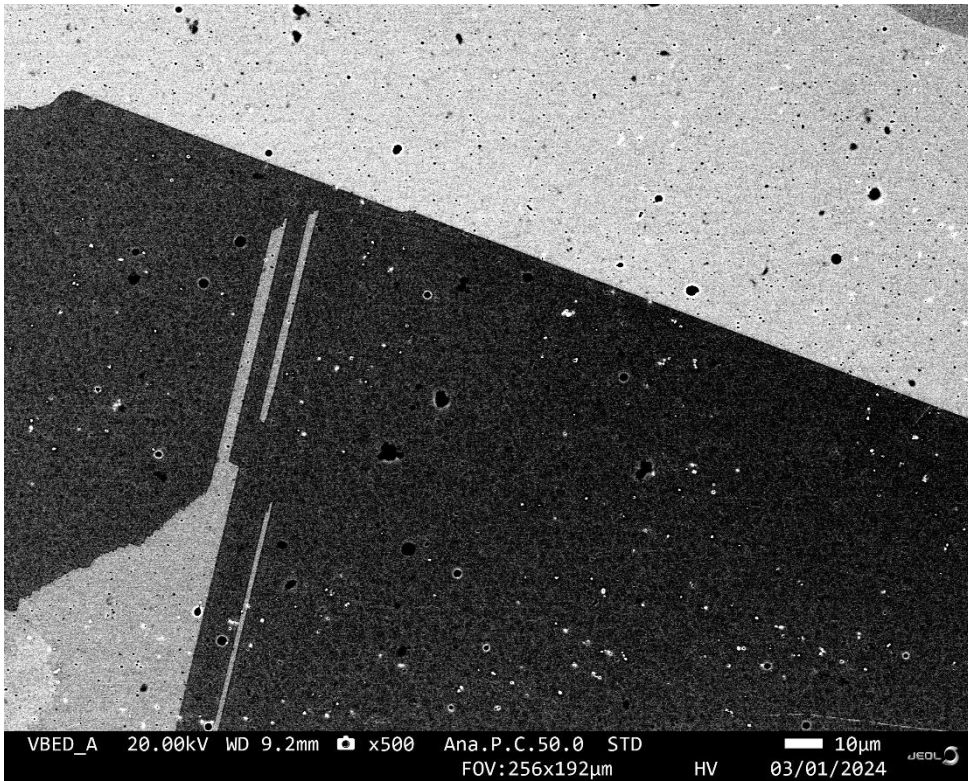




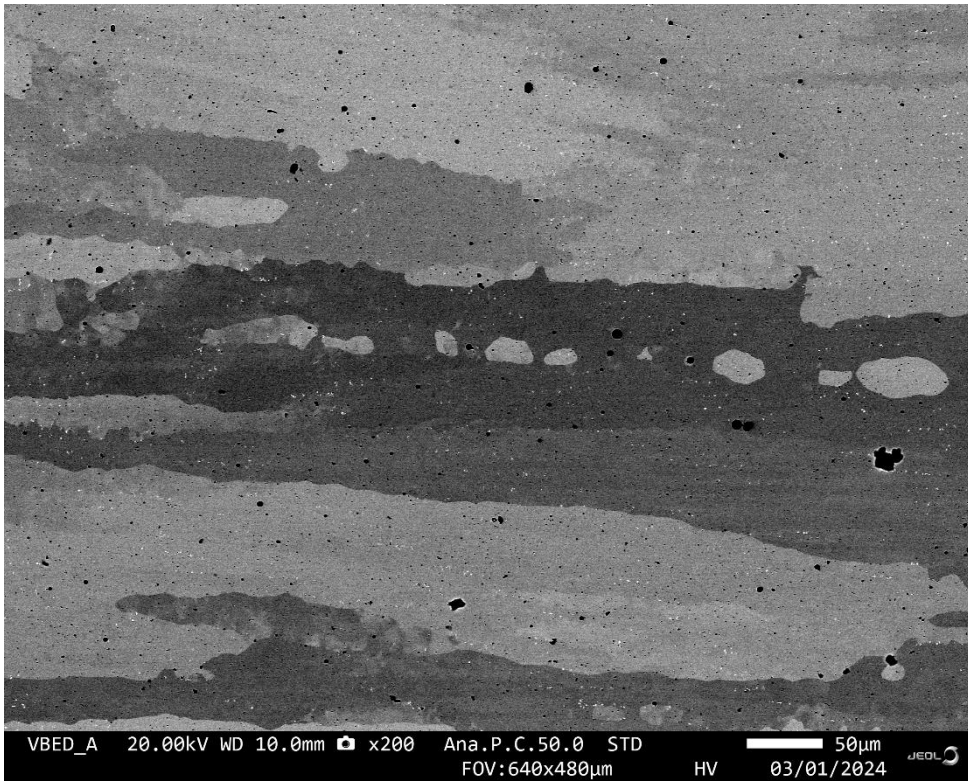


S2:



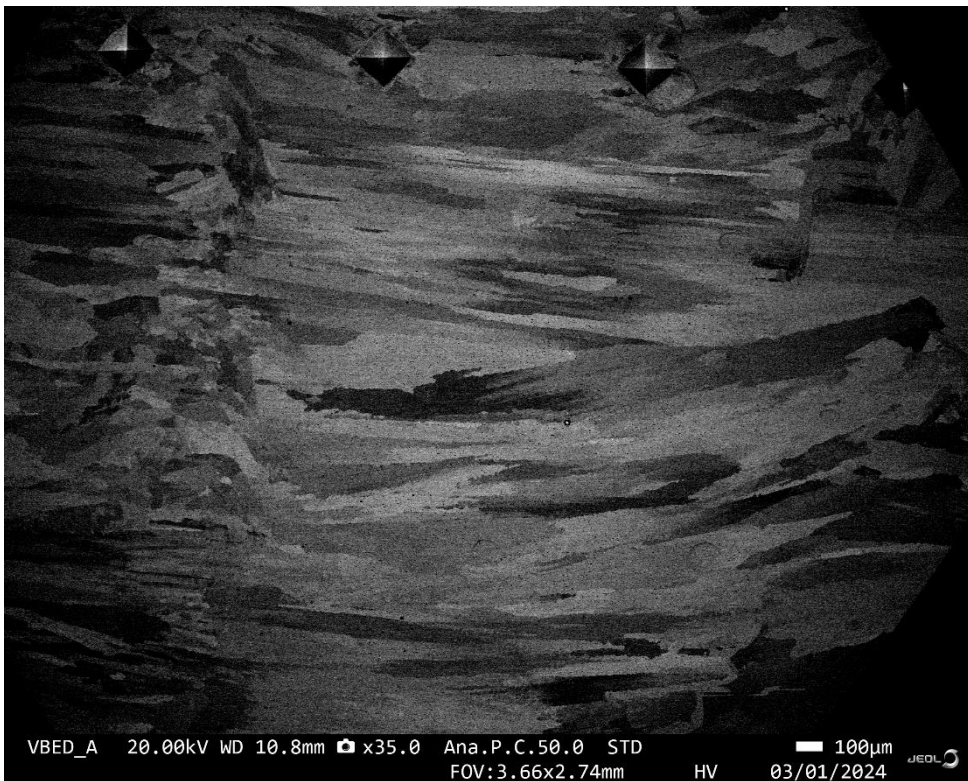


21h:

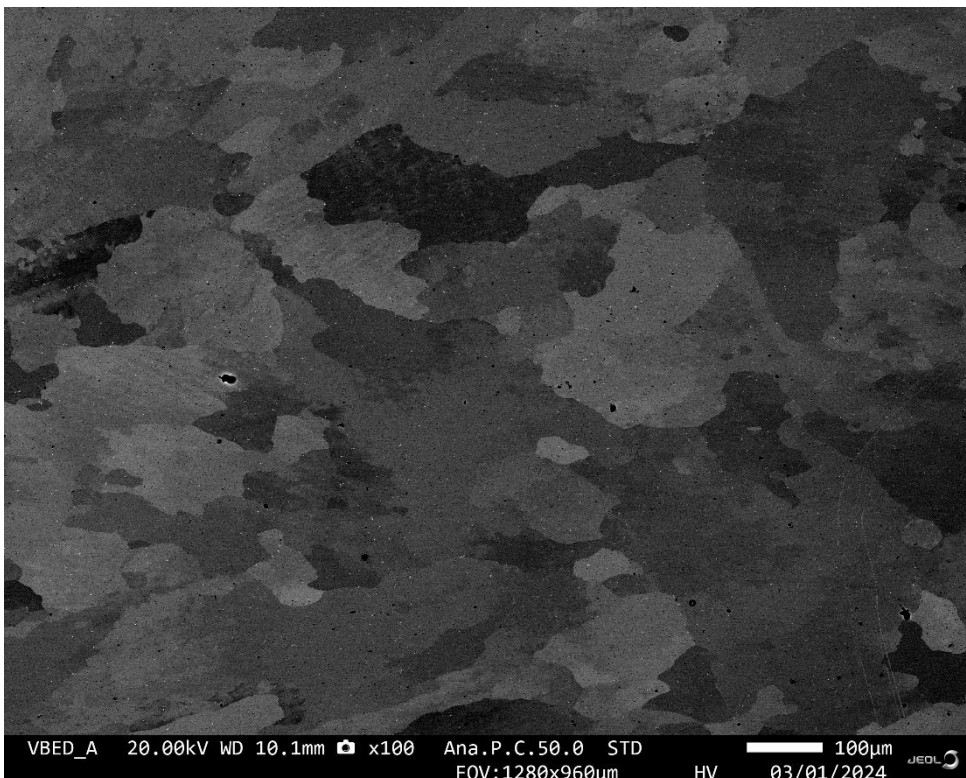
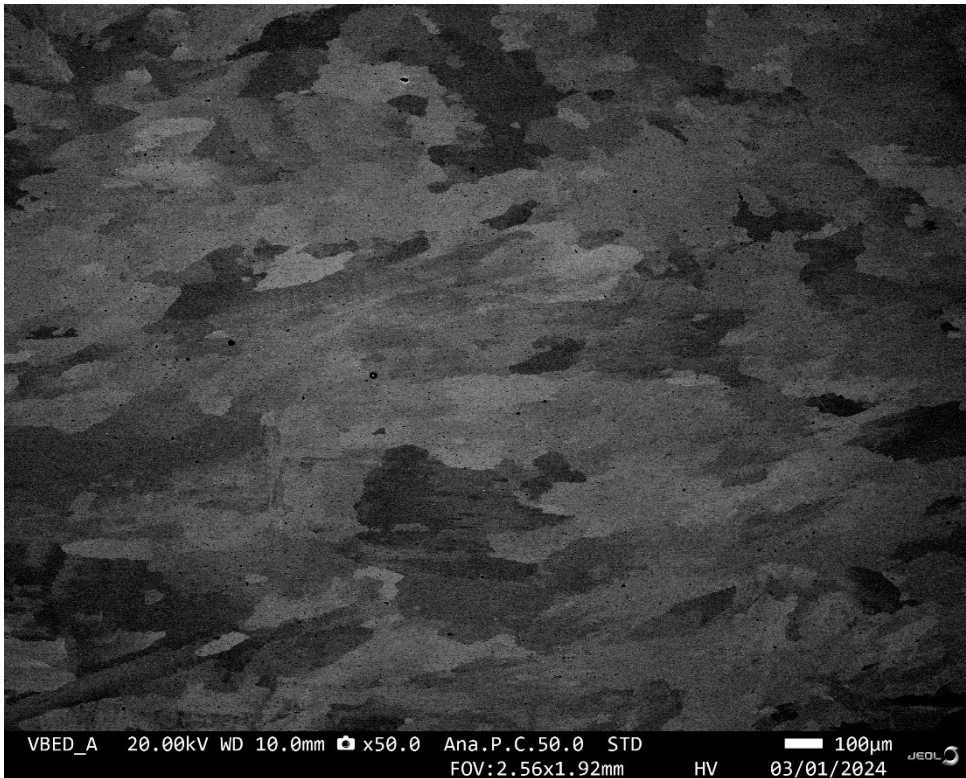


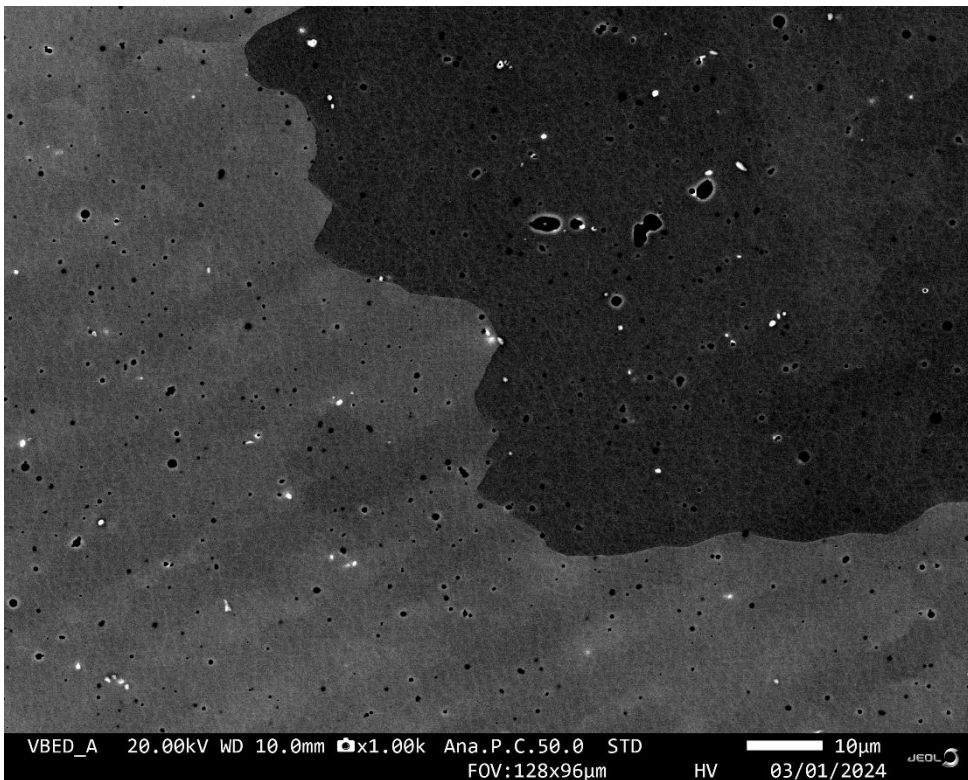
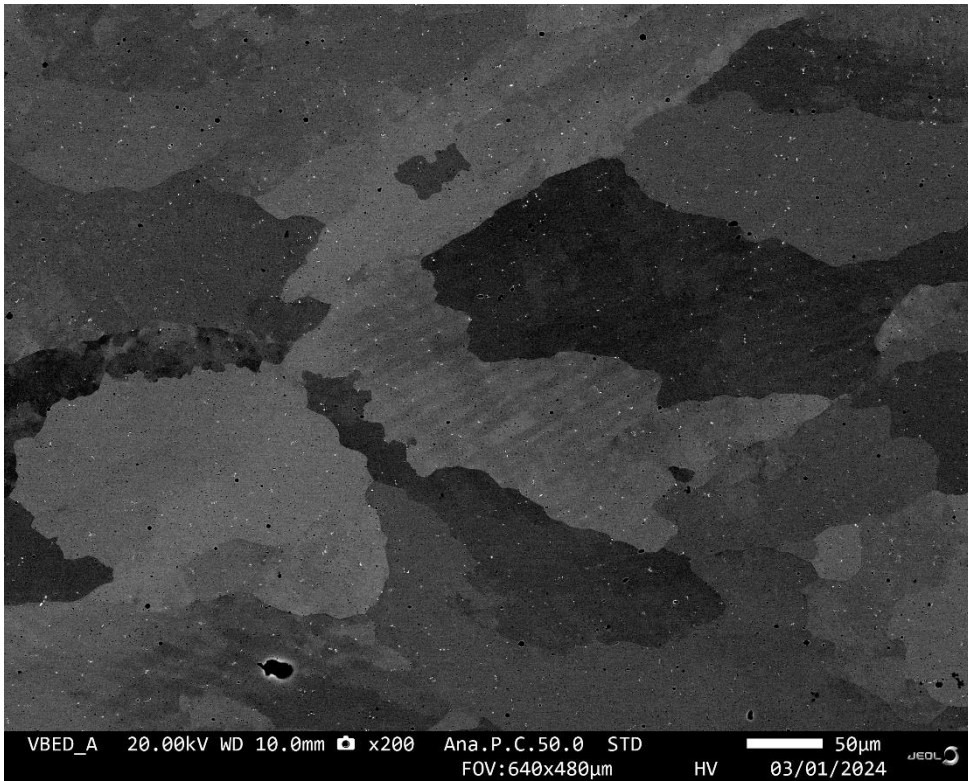
YZ

S1

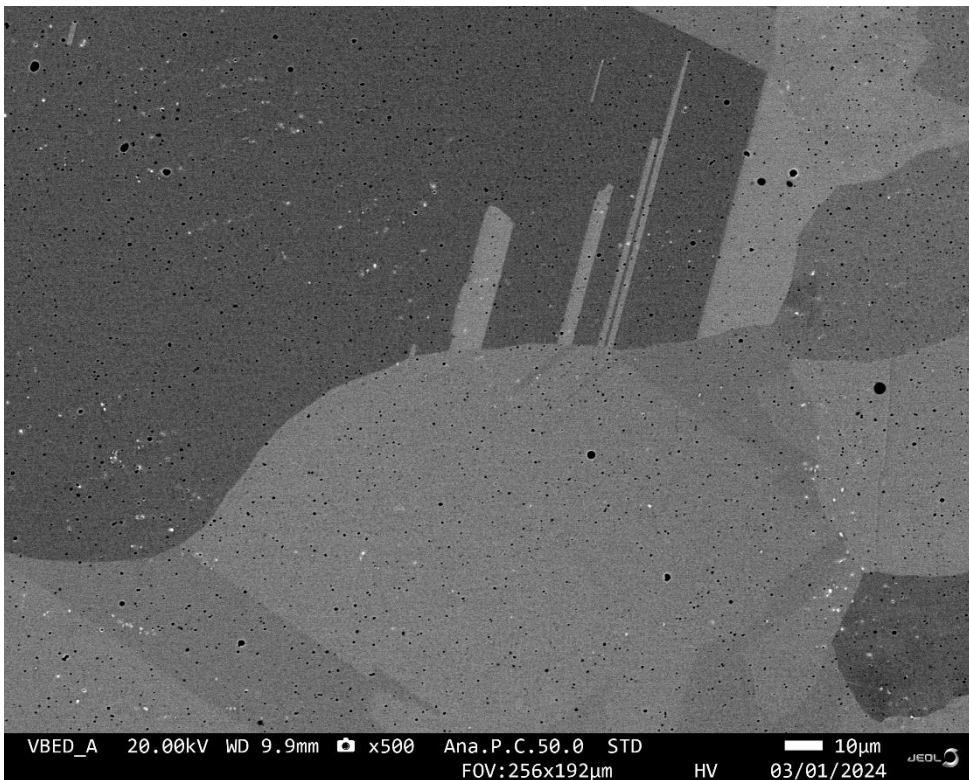
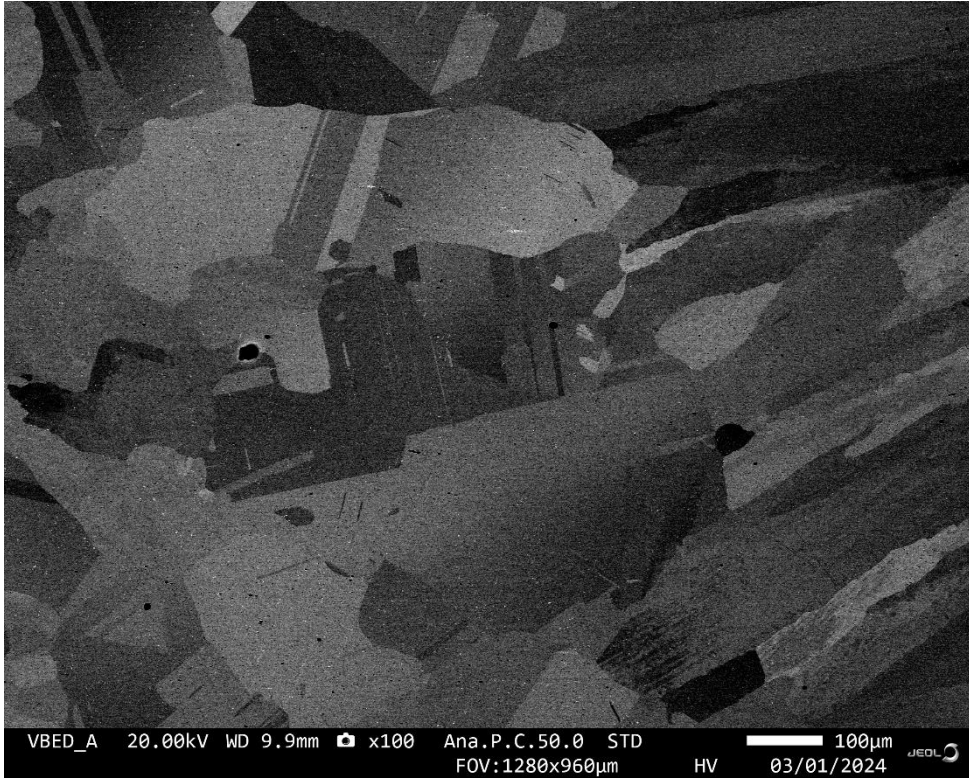


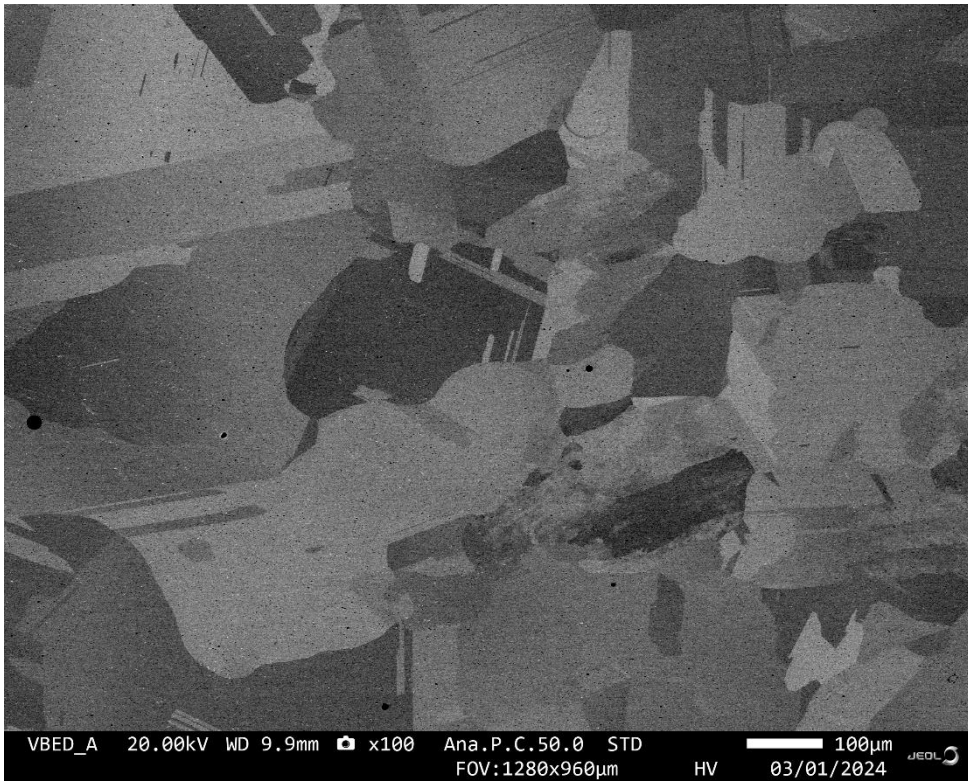
S2:



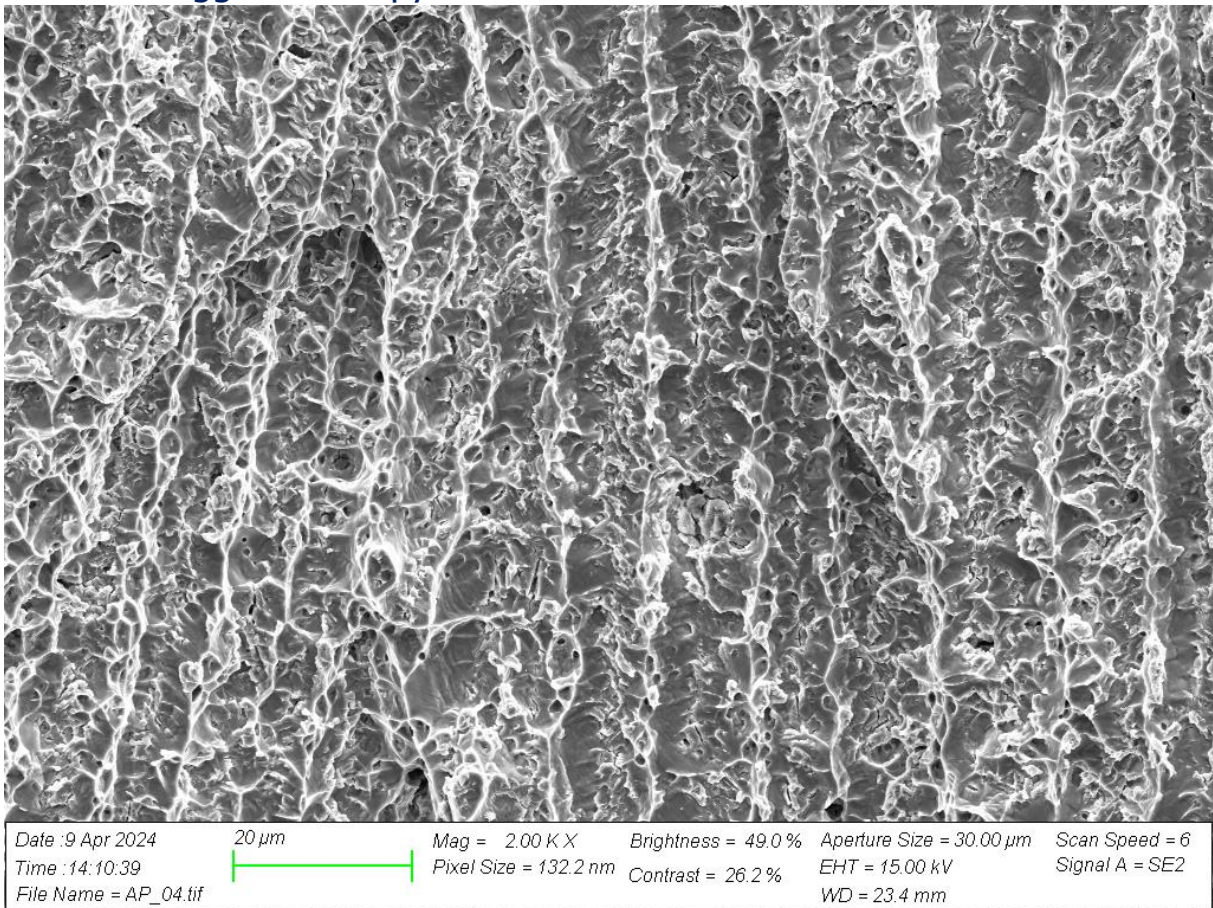


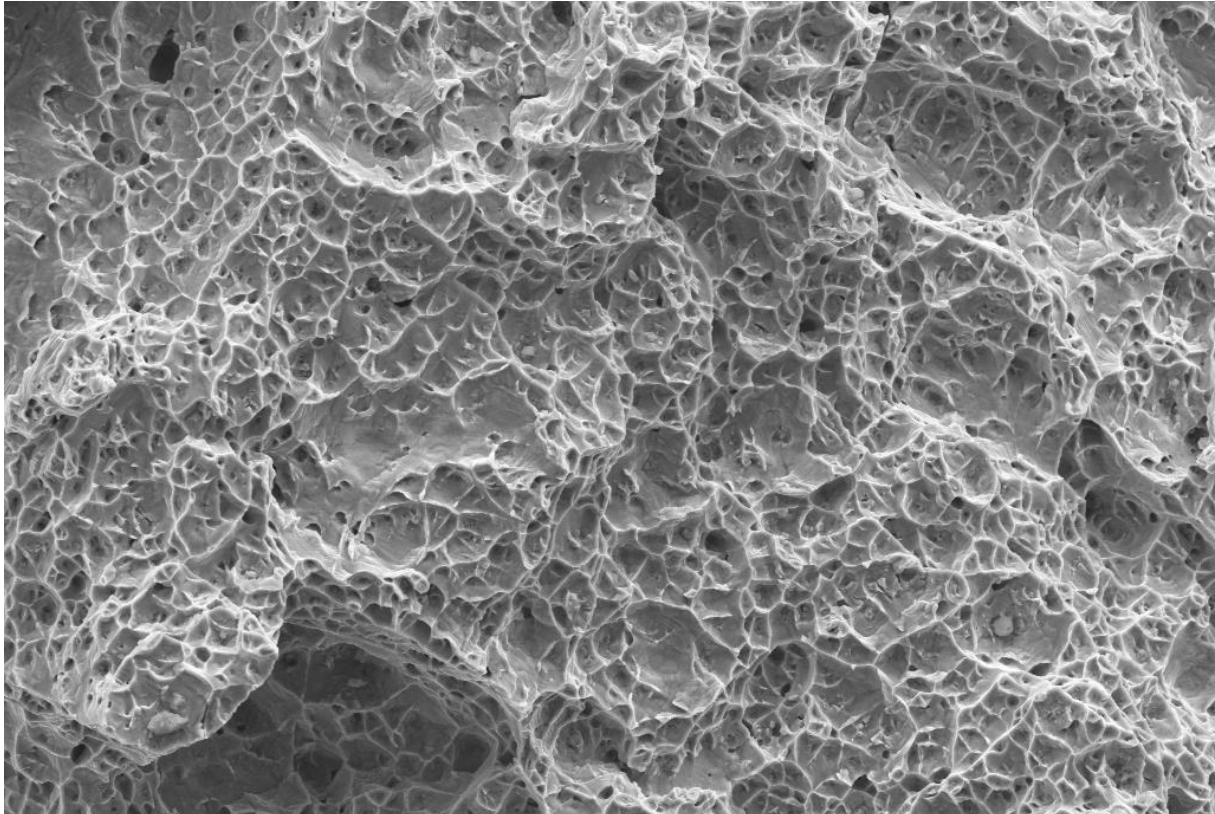
21h:

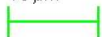


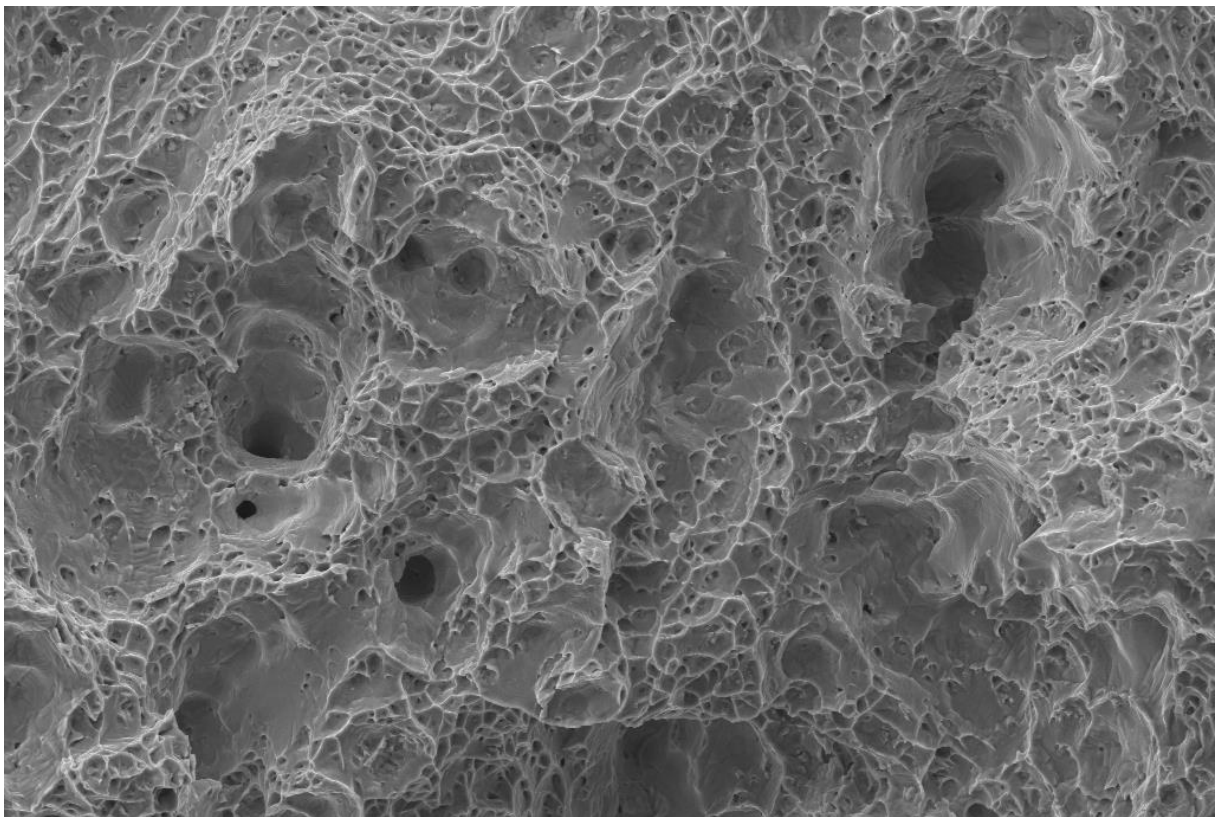


Vedlegg D – Charpy



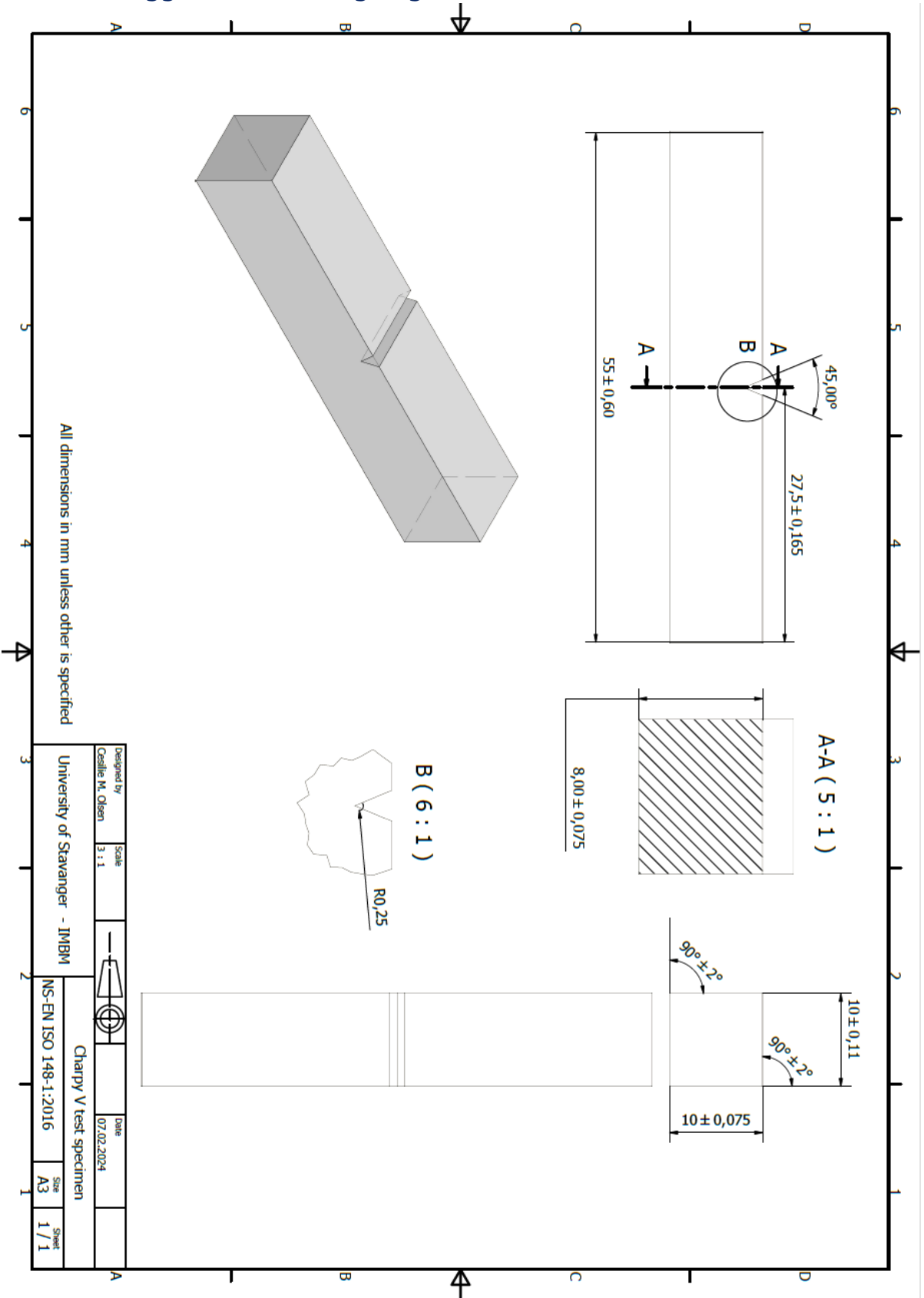


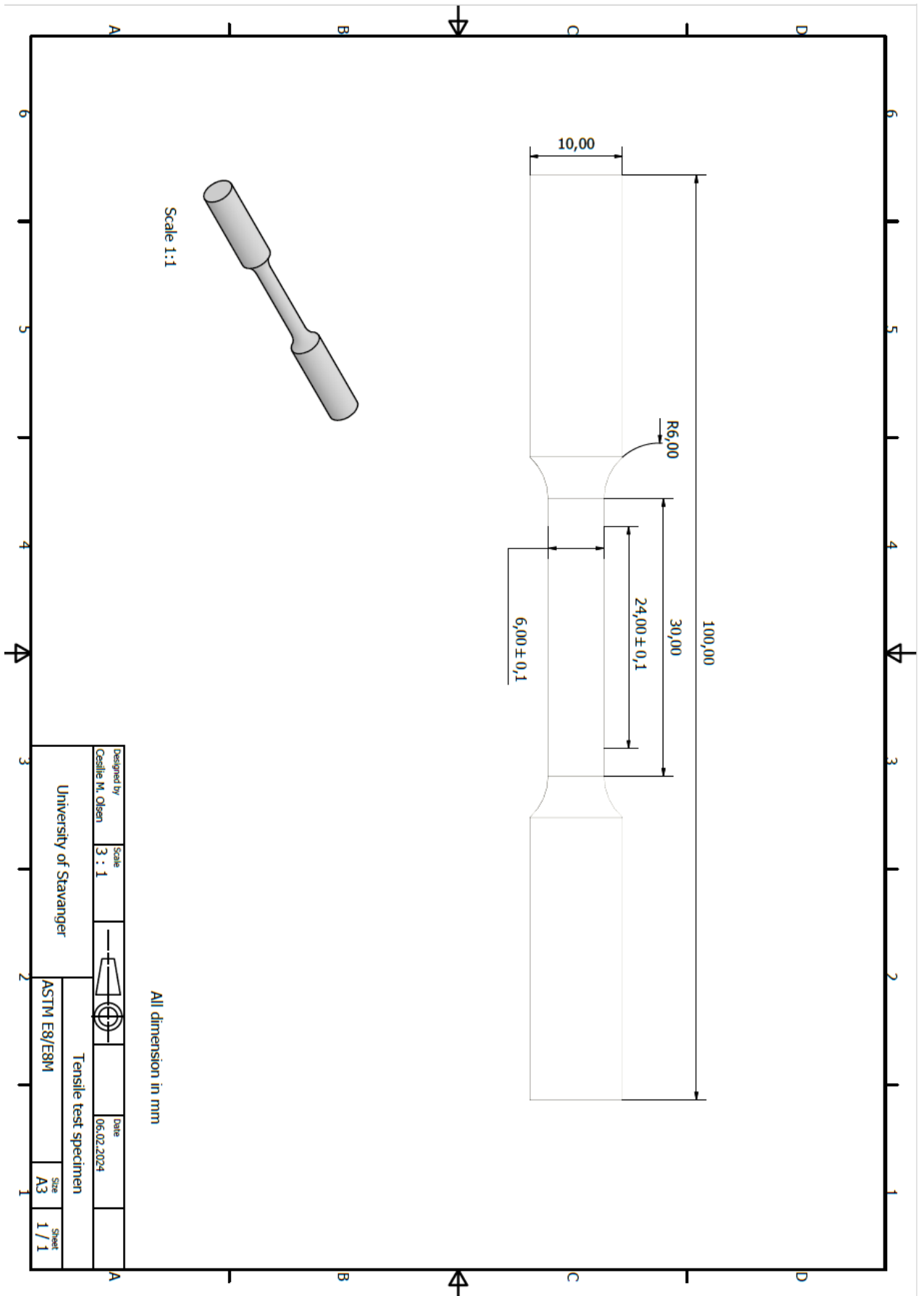
Date : 9 Apr 2024 10 μ m Mag = 2.00 K X Brightness = 50.3% Aperture Size = 30.00 μ m Scan Speed = 6
Time : 14:55:19  Pixel Size = 132.2 nm Contrast = 28.8% EHT = 15.00 kV Signal A = SE2
File Name = S1H_06.tif WD = 10.7 mm



Date : 9 Apr 2024 10 μ m Mag = 2.00 K X Brightness = 50.3% Aperture Size = 30.00 μ m Scan Speed = 6
Time : 15:08:42  Pixel Size = 132.2 nm Contrast = 27.6% EHT = 15.00 kV Signal A = SE2
File Name = S1V_06.tif WD = 12.4 mm

Vedlegg E – Arbeidstegninger







AM INC718 by f3nice

Applicable Standards

- ASTM F3055 (API 6ACRA), NORSOK M-630: *Properties of INC-718 by LB-PBF*
- ASTM B214, ASTM B822: *Particle Size Distribution (PSD)*
- ASTM B213, ASTM B212, ASTM B527: *Flowability and Density*
- ASTM E8, ASTM E10: *Mechanical Testing*

General Description

High quality powder produced by means of VIGA (Vacuum Inert Gas Atomization). VIGA process assures impurities levels below conventional techniques such as Water Atomization or open-furnace Inert Gas Atomization.

The AM INC718 by f3nice presents a chemical composition in accordance with ASTM F3055. API 6ACRA UNS N07718 can be provided, depending on clients' needs.

Chemical Composition

Element	Ni [%]	Cr [%]	Nb [%]	Mo [%]	Ti [%]	Al [%]
Min	50.00	17.0	4.75	2.8	0.65	0.20
Max	55.00	21.0	5.5	3.3	1.15	0.80
Element	Co [%]	Cu [%]	Mn [%]	Si [%]	C [%]	B [%]
Min	-	-	-	-	-	-
Max	1.00	0.30	0.35	0.35	0.08	0.006
Element	P [%]	S [%]	Fe [%]	N [%]	O [%]	
Min	-	-	balance	n/a	n/a	
Max	0.015	0.015				

¹ Refer to ASTM F3055 for Product Analysis Tolerance on the powder Chemistry.

Typical Particle Size Distribution (PSD)

Size Range	Particle Size Analysis [µm]			Typical Application
	D10	D50	D90	
0 – 20	5 ± 2	11 ± 2	20 ± 2	BJT , MIM
15 – 53	18 ± 5	32 ± 5	50 ± 5	LB-PBF , Spraying
53 – 150	55 ± 10	90 ± 10	140 ± 10	DED , Laser Cladding

² Other PSD ranges are available at request (e.g., 15 – 45, 20 – 63 or 53 – 105 µm).

© f3nice, 2022. All Rights Reserved.

Typical Flowability and Density properties

Size Range [μm]	Flowability [s]	Apparent Density [g/cm^3]	Tap Density [g/cm^3]
0 – 20	n/a	-	-
15 – 53	15.5 ± 1.5	4.2 ± 0.5	5.2 ± 0.5
53 – 150	15.0 ± 1.5	4.2 ± 0.4	5.1 ± 0.4

² Other PSD ranges are available at request (e.g., 15 – 45, 20 – 63 or 53 – 105 μm).

Typical Mechanical Properties of Printed Parts (by LB-PBF)

Yield Strength [MPa]	Vertical direction	630 ± 70
	Horizontal direction	770 ± 70
Ultimate Strength [MPa]	Vertical direction	920 ± 100
	Horizontal direction	$1\,050 \pm 100$
Elongation at Break [%]	Vertical direction	26 ± 6
	Horizontal direction	20 ± 8
Reduction of Area [%]	Vertical direction	-
	Horizontal direction	-
Elastic Modulus [GPa]	Vertical direction	135 ± 20
	Horizontal direction	150 ± 30
Hardness [HB]	Vertical direction	290 ± 20
	Horizontal direction	310 ± 20

³ Typical Mechanical Properties measured on specimens printed by means of **LB-PBF technology**. Results are for reference only.

⁴ Mechanical Properties data collected on specimens in the **as-built state**.

