

Sigbjørn Lærum

Tilsats av mikrokeramiske partikler i aluminiumsstøping

Masteroppgave i Materialteknologi

Veileder: Ida Westermann

Medveileder: Geir Langelandsvik & Ingvild Runningen

Desember 2023

Sigbjørn Lærum

Tilsats av mikrokeramiske partikler i aluminiumsstøping

Masteroppgave i Materialteknologi
Veileder: Ida Westermann
Medveileder: Geir Langelandsvik & Ingvild Runningen
Desember 2023

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Fakultet for naturvitenskap
Institutt for materialteknologi



Kunnskap for en bedre verden

Deklarasjon om KI-hjelpemidler



Har det i utarbeidingen av denne rapporten blitt anvendt KI-baserte hjelpemidler?

Nei

Ja

Hvis *ja*: spesifiser type av verktøy og bruksområde under.

Tekst

Stavekontroll. Er deler av teksten kontrollert av:
Grammarly, Ginger, Grammarbot, LanguageTool, ProWritingAid, Sapling, Trinkai.ai eller lignende verktøy?

Tekstgenerering. Er deler av teksten generert av:
ChatGPT, GrammarlyGO, Copy.AI, WordAi, WriteSonic, Jasper, Simplified, Rytr eller lignende verktøy?

Skriveassistanse: Er en eller flere av ideene eller fremgangsmåtene i oppgaven foreslått av:
ChatGPT, Google Bard, Bing chat, YouChat eller lignende verktøy?

Hvis *ja* til anvendelse av et tekstverktøy - spesifiser bruken her:

Jeg har benyttet ChatGPT som hjelpemiddel til å omskrive kapittelet om Teori og Material og metode for å unngå selvplagiering fra prosjektoppgave.

Kode og algoritmer

Programmeringsassistanse. Er deler av koden/algoritmene som i) fremtrer direkte i rapporten eller ii) har blitt anvendt for produksjon av resultater slik som figurer, tabeller eller tallverdier blitt generert av:
GitHub Copilot, CodeGPT, Google Codey/Studio Bot, Replit Ghostwriter, Amazon CodeWhisperer, GPT Engineer, ChatGPT, Google Bard eller lignende verktøy?

Hvis *ja* til anvendelse av et programmeringsverktøy - spesifiser bruken her:

Bilder og figurer

Bildegenerering. Er ett eller flere av bildene/figurene i rapporten blitt generert av:
Midjourney, Jasper, WriteSonic, Stability AI, Dall-E eller lignende verktøy?

Hvis *ja* til anvendelse av et bildeverktøy - spesifiser bruken her:

Andre KI verktøy: har andre typer av verktøy blitt anvendt? Hvis *ja* spesifiser bruken her:

Jeg er kjent med NTNUs regelverk: *Det er ikke tillatt å generere besvarelse ved hjelp av kunstig intelligens og levere den helt eller delvis som egen besvarelse.* Jeg har derfor redegjort for all anvendelse av kunstig intelligens enten i) direkte i rapporten eller ii) i dette skjemaet.

Sigbjørn Lørum 20.12.2023/Nittedal

Underskrift/Dato/Sted

Forord

Denne oppgaven er skrevet som en del av emnet TMT4905 1 Materialteknologi ved Institutt for Materialteknologi (IMA) ved Norges teknisk- naturvitenskaplige universitet høsten 2023. Oppgaven markerer avslutningen på en mastergrad i materialteknologi og har et omfang på 30 studiepoeng.

Jeg ønsker å takke min hovedveileder Ida Westermann (IMA) for god oppfølging og tilbakemeldinger gjennom hele arbeidet, på tross av hektisk hverdag som instituttleder. Jeg vil takke medveileder Geir Langelandsvik (Sintef) for å stille mange gode spørsmål og komme med forslag knyttet til det eksperimentelle arbeidet, samt god oppfølging gjennom hele perioden. En stor takk går til medveileder og doktorgradstudent Ingvild Runningen (PhysMet) som har hjulpet meg med å gjennomføre smelteforsøk, komme med gode råd og tilbakemeldinger til det eksperimentelle arbeidet og på oppgaven.

Videre vil jeg takke familien min som har hjulpet meg gjennom nesten 20 år med skole og universitet. Vil takke Sofie for å passe på at jeg alltid ligger forran skjemaet med oppgaven, god støtte når jeg trengte det og korrekturlesing av oppgaven. Til slutt vil jeg takke alle mine studievenner og romkamerater for et godt læringsmiljø og en god tid som student i Trondheim.

Sigbjørn Lærum
Trondheim, 22. desember 2023

Sammendrag

Denne oppgaven tar for seg støpeforsøk med en aluminium (Al) 1xxx legering. Det er tilsatt ulike mengder av de mikrokeramiske partiklene titankarbid (TiC) på 4 μm og zirkoniumdiborid (ZrB_2) på 3 μm for å undersøke hvordan tilsatsen av ulike mikropartikler påvirker Al matrisen. Flussaltet kalium-aluminiumtetrafluorid (KAlF_4) ble tilsatt sammen med de keramiske partiklene for å bryte ned Al-oksid slik at partiklene enklere kan komme inn i Al smelten med mekanisk røring. Det ble benyttet to ulike blandemetoder for prøver med TiC og KAlF_4 for å undersøke påvirkningen av belagt TiC, kontra enkel miksing av de tørre pulverne med spatel. Belagt TiC i denne sammenhengen ble laget ved å oppløse TiC og KAlF_4 i aceton, etterfulgt av tørking og knusing.

Under forsøkene ble 300g Al smeltet og varmet opp til 850 °C i en lukket induksjonsovn med Ar atmosfære. Pulverblandingene ble tilsatt via rørepinne som ble senket ned i smelten med en holdetid på 90 sekund og rørehastighet på 100 rpm. Utstøpt produkt ble kappet opp og prøvepreparert for karakterisering i lysmikroskopi (LOM) og sveipeelektronmikroskopi (SEM). LOM sammen med programmet ImageJ ble benyttet til å analysere partikkelfordeling og partikkelstørrelse, samt kornstørrelse. Røntgen analyse (EDS) fra SEM ble benyttet til å kartlegge hvor ulike elementer befinner seg i Al matrisen. Det ble også gjennomført hardhetsmålinger av prøvene. En observasjon fra smelteforsøkene var at det lå igjen store mengder pulver i digel fra forsøkene uten KAlF_4 og minimalt ved bruk av KAlF_4 .

Fra undersøkelsene med LOM og ImageJ kom det frem at TiC prøvene som var belagt med KAlF_4 har større oppsamlinger av partikler i de intermetalliske fasene enn ikke belagt. Kornstørrelsen og hardheten ser ikke ut til å være påvirket av om TiC er belagt eller ikke, men er påvirket av mengden TiC som er inne i Al matrisen. ZrB_2 befinner seg også ved de intermetalliske fasene, men det er vesentlig færre partikler som klarer å komme seg inn i Al smelten. En interessant bemerkelse er at fluor fra flusssaltet legger seg i den intermetalliske fasen og ikke ved de tilsatte partiklene ved alle prøver. Kornstrukturen varierer like mye i referanseprøven som

i prøvene med 2 wt.% KAlF_4 , mens i prøvene med 1 wt.% KAlF_4 og 1 eller 2 wt.% TiC er konstruksjonen uniform. Det var størst kornforfinelse med TiC da størrelsen gikk fra 150 μm til i underkant av 100 μm kornstørrelse, men tilstedeværelsen av KAlF_4 var helt essensielt for å få partiklene inn i Al smelten.

Abstract

This paper addresses casting experiments with an aluminum (Al) 1xxx alloy. Various amounts of microceramic particles were added to investigate how the addition of different microparticles affects the Al matrix. The added particles are titanium carbide (TiC) with a size of 4 μm and zirconium diboride (ZrB_2) with a size of 3 μm . A flux salt, potassium-aluminum tetrafluoride (KAlF_4), was added to break down Al-oxide layer. This allows the ceramic particles to enter the Al melt through mechanical stirring more easily. Two different mixing methods were used for samples with TiC and KAlF_4 . This was to investigate the influence of coated and uncoated TiC. The uncoated TiC were made by simple mixing of the dry powders with a spatula, while the coated TiC was created by dissolving TiC and KAlF_4 in acetone, followed by drying and crushing.

For each experiment, 300g of aluminum was melted and heated to 850 $^\circ\text{C}$ in a closed induction furnace with an argon (Ar) atmosphere. The powder mixtures were added by lowering a stirring rod into the melt. The stirring lasted for 90 seconds with a speed of 100 rpm. The cast product was cut and prepared for characterization using light optical microscopy (LOM) and scanning electron microscopy (SEM). LOM, along with the ImageJ program, was used to analyze particle distribution, particle size, and grain size. X-ray analysis (EDS) from SEM was used to map the location of different elements in the Al matrix. Hardness measurements of the samples were also conducted. An observation from the casting experiments was that there were significant amounts of powder left in the crucible in experiments without KAlF_4 , while minimal when KAlF_4 was added.

From the examinations with LOM and ImageJ, it was revealed that coated TiC samples have larger accumulations of particles in the intermetallic phases compared to non-coated samples. Grain size and hardness do not appear to be influenced by whether TiC is coated or not, but they are affected by the amount of TiC present in the aluminum matrix. ZrB_2 is also present in the intermetallic phases, but significantly fewer particles manage to enter the Al melt. An interesting observation

is that fluorine (F) from the flux salt deposits in the intermetallic phase and not at the added particles in all samples. The grain structure varies as much in the reference sample as it does in the samples with 2 wt.% KAlF_4 . In the samples with 1 wt.% KAlF_4 and 1 or 2 wt.% TiC, the structure is uniform. The greatest grain refinement for this study is with TiC present as the size decreased from 150 μm to just under 100 μm , but the presence of KAlF_4 was crucial to getting the particles into the Al melt.

Innhold

1	Introduksjon	1
1.1	Motivasjon	1
1.2	Mål	1
1.3	Oppbygging	2
2	Teori	3
2.1	Aluminium	3
2.2	Sveising	4
2.2.1	Størkningssprekking	5
2.2.2	Varmepåvirket sone	6
2.3	Støping	8
2.3.1	Størkning av rent metall	8
2.3.2	Størkning av legeringer	11
2.4	Metallmatrisekompositt	11
2.4.1	Krystallstruktur	12
2.4.2	Styrkebidrag fra partikler	14
2.4.3	Kornforfining	15
2.4.4	Fluss assistert støping	17

3	Materiale og metode	19
3.1	Materialer	19
3.2	Forsøksplanlegging	20
3.3	Smelteforsøk	22
3.3.1	Acetonblanding	26
3.4	Karakterisering	26
3.4.1	Bildetakning med SEM	29
3.4.2	Bildetakning med LOM	30
3.5	Partikkeltelling	30
3.6	Hardhetsmåling	30
4	Resultater	32
4.1	SEM	32
4.2	LOM	41
4.3	Anodisert LOM	50
4.4	Hardhetsmåling	63
4.5	EDS	65
4.6	Partikkeltelling	90
5	Diskusjon	93
5.1	Referanseprøve	93
5.2	Påvirkning av partikler i aluminium	94
5.3	EDS evaluering	96
5.3.1	TiC3	96
5.3.2	TiC3F3	98
5.3.3	TiC3F3A	99
5.3.4	Zr3	100
5.3.5	Zr3F3	101
5.4	Blandemetode	101
5.5	Partikkelpåvirkning	103
5.6	Forslag til videre arbeid	105
6	Konklusjon	107
	Bibliografi	107

Tillegg

A Bilder av rester fra forsøkene	114
B Bilder brukt til partikkeltelling	119
B.1 Oppsummeringstabeller	125

Figurer

2.2.1 Størkningssprekk	5
2.2.2 HAZ	7
2.3.1 Nuklering	9
2.3.2 Krystallisering	10
2.3.3 Kinesisk skriftstruktur	11
2.4.1 Krystallstrukturer	13
2.4.2 Orowan-looping	15
2.4.3 Titans overgangssone	16
3.1.1 Aluminiumsbiter	20
3.3.1 Utvendig oppsett	22
3.3.2 Rørestav	23
3.3.3 Innvendig oppsett	24
3.3.4 Startoppsett	25
3.3.5 Pulverblanding	26
3.4.1 Surhetstest	27
3.4.2 Finkuttemaskin	28
3.5.1 Partikkeltelling	30
3.6.1 Vickers hardhetstest	31
4.1.1 SEM Al850	32
4.1.2 SEM TiC3	33
4.1.3 SEM TiC3F3	34
4.1.4 SEM TiC6F3	34
4.1.5 SEM TiC3F6	35
4.1.6 SEM TiC3F3A	36
4.1.7 SEM TiC6F3A	37
4.1.8 SEM TiC3F6A	38
4.1.9 SEM Zr3	38
4.1.10 SEM Zr3F3	39
4.1.11 SEM Zr6F3	40

4.1.1	SEM Zr ₃ F ₆	40
4.2.1	LOM Al850	41
4.2.2	LOM TiC ₃	42
4.2.3	LOM TiC ₃ F ₃	43
4.2.4	LOM TiC ₆ F ₃	43
4.2.5	LOM TiC ₃ F ₆	44
4.2.6	LOM TiC ₃ F ₃ A	45
4.2.7	LOM TiC ₆ F ₃ A	45
4.2.8	LOM TiC ₃ F ₆ A	46
4.2.9	LOM Zr ₃	47
4.2.10	LOM Zr ₃ F ₃	48
4.2.11	LOM Zr ₆ F ₃	49
4.2.12	LOM Zr ₃ F ₆	49
4.3.1	Oversiktsbilde anodisert LOM Al850	50
4.3.2	Anodisert LOM Al850	51
4.3.3	Oversiktsbilde anodisert LOM TiC ₃	51
4.3.4	Anodisert LOM TiC ₃	52
4.3.5	Oversiktsbilde anodisert LOM TiC ₃ F ₃	52
4.3.6	Anodisert LOM TiC ₃ F ₃	53
4.3.7	Oversiktsbilde anodisert LOM TiC ₆ F ₃	53
4.3.8	Anodisert LOM TiC ₆ F ₃	54
4.3.9	Oversiktsbilde anodisert LOM TiC ₃ F ₆	54
4.3.10	Anodisert LOM TiC ₃ F ₆	55
4.3.11	Oversiktsbilde anodisert LOM TiC ₃ F ₃ A	55
4.3.12	Anodisert LOM TiC ₃ F ₃ A	56
4.3.13	Oversiktsbilde anodisert LOM TiC ₆ F ₃ A	56
4.3.14	Anodisert LOM TiC ₆ F ₃ A	57
4.3.15	Oversiktsbilde anodisert LOM TiC ₃ F ₆ A	57
4.3.16	Anodisert LOM TiC ₃ F ₆ A	58
4.3.17	Oversiktsbilde anodisert LOM Zr ₃	58
4.3.18	Anodisert LOM Zr ₃	59
4.3.19	Oversiktsbilde anodisert LOM Zr ₃ F ₃	59
4.3.20	Anodisert LOM Zr ₃ F ₃	60
4.3.21	Oversiktsbilde anodisert LOM Zr ₆ F ₃	61
4.3.22	Anodisert LOM Zr ₆ F ₃	61
4.3.23	Oversiktsbilde anodisert LOM Zr ₃ F ₆	62
4.3.24	Anodisert LOM Zr ₃ F ₆	62
4.3.25	Kornstørrelse	63
4.4.1	Hardhet	65
4.5.1	EDS oversiktsbilde av Al850	66

4.5.2 EDS graf og innholdstabell for Al850 del 1	66
4.5.3 EDS graf og innholdstabell for Al850 del 2	67
4.5.4 EDS graf og innholdstabell for Al850 del 3	67
4.5.5 EDS graf og innholdstabell for Al850 del 4	68
4.5.6 EDS kartlegging, graf og innholdstabell for Al850	69
4.5.7 EDS linjeanalyse av TiC3	70
4.5.8 EDS graf og innholdstabell for TiC3	71
4.5.9 EDS kartlegging av TiC3	72
4.5.10 EDS oversiktsbilde og kartlegging av TiC3F3	73
4.5.11 EDS graf og innholdstabell for TiC3F3 del 1	74
4.5.12 EDS graf og innholdstabell for TiC3F3 del 2	74
4.5.13 EDS graf og innholdstabell for TiC3F3 del 3	75
4.5.14 EDS graf og innholdstabell for TiC3F3 del 4	75
4.5.15 EDS linjeanalyse av TiC3F3	76
4.5.16 EDS graf og innholdstabell for TiC3F3	76
4.5.17 EDS kartlegging av TiC3F3	77
4.5.18 EDS oversikt linjeanalyse av TiC3F3A	78
4.5.19 EDS linjeanalyse av TiC3F3A	79
4.5.20 EDS oversikt kartlagt område TiC3F3A	79
4.5.21 EDS kartleggings analyse for TiC3F3A	80
4.5.22 EDS oversikt og kartlegging av TiC3F3A	80
4.5.23 EDS oversiktsbilde av Zr3	81
4.5.24 EDS graf og innholdstabell for Zr3 del 1/3	82
4.5.25 EDS graf og innholdstabell for Zr3 del 2/3	82
4.5.26 EDS graf og innholdstabell for Zr3 del 3/3	83
4.5.27 EDS linjeanalyse av Zr3	84
4.5.28 EDS kartlegging, graf og innholdstabell for Zr3	85
4.5.29 EDS oversiktsbilde av Zr3F3	86
4.5.30 EDS graf og innholdstabell for Zr3F3 del 1/3	86
4.5.31 EDS graf og innholdstabell for Zr3F3 del 2/3	87
4.5.32 EDS graf og innholdstabell for Zr3F3 del 3/3	87
4.5.33 EDS oversikt over kartlagt område til Zr3F3.	88
4.5.34 EDS kartleggingsanalyse for Zr3F3	88
4.5.35 EDS kartlegging av Zr3F3	89
4.6.1 Partikkelfordelingsdiagram TiC prøver	91
4.6.2 Partikkelfordelingsdiagram ZrB ₂ prøver	92
5.1.1 Oversiktsbilde Al850	94
5.2.1 Partikkelfordelingsdiagram TiC og ZrB ₂	95
5.3.1 Redigert EDS kartleggingsanalyse av Al850	97
5.3.2 Redigert linjeanalyse fra TiC3	98

5.3.3 Redigert punkt og linjeanalyse til TiC ₃ F ₃ med tabell	99
5.3.4 Redigert EDS linje og kartleggingsanalyse av TiC ₃ F ₃	100
5.5.1 Støpeprodukt	104
A.0.1Rester fra forsøk 2 kalt TiC ₃	114
A.0.2Rester fra forsøk 5 kalt TiC ₃ F ₆	115
A.0.3Rester fra forsøk 6 kalt TiC ₃ F ₃ A.	115
A.0.4Rester fra forsøk 7 kalt TiC ₆ F ₃ A.	116
A.0.5Rester fra forsøk 8 kalt TiC ₃ F ₆ A.	116
A.0.6Rester fra forsøk 9 kalt Zr ₃	117
A.0.7Rester fra forsøk 10 kalt Zr ₃ F ₃	117
A.0.8Rester fra forsøk 11 kalt Zr ₆ F ₃	118
A.0.9Rester fra forsøk 12 kalt Zr ₃ F ₆	118
B.0.1Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC ₃	119
B.0.2Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC ₃ F ₃	120
B.0.3Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC ₆ F ₃	120
B.0.4Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC ₃ F ₆	121
B.0.5Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC ₃ F ₃ A.	122
B.0.6Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC ₆ F ₃ A.	122
B.0.7Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC ₃ F ₆ A.	123
B.0.8Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve Zr ₃	123
B.0.9Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve Zr ₃ F ₃	124
B.0.10Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve Zr ₆ F ₃	124
B.0.11Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve Zr ₃ F ₆	125

Tabeller

2.1	Aluminiumslegeringer	4
3.1	Legeringsinnhold til DC-bolt	20
3.2	Resultattabell fra forsøk	21
4.1	Resultattabell fra hardhetsmåling	64
B.1	Resultattabell partikkeltelling forsøk 2	126
B.2	Resultattabell partikkeltelling forsøk 3	126
B.3	Resultattabell partikkeltelling forsøk 4	126
B.4	Resultattabell partikkeltelling forsøk 5	127
B.5	Resultattabell partikkeltelling forsøk 6	127
B.6	Resultattabell partikkeltelling forsøk 7	127
B.7	Resultattabell partikkeltelling forsøk 8	128
B.8	Resultattabell partikkeltelling forsøk 9	128
B.9	Resultattabell partikkeltelling forsøk 10	128
B.10	Resultattabell partikkeltelling forsøk 11	129
B.11	Resultattabell partikkeltelling forsøk 12	129

Liste over forkortelser

Forkortelse	Betydning
BCC	Body Centered Cubic
FAS	Fluss assistert støping
FCC	Face Centered Cubic
GP-soner	Guinier-Preston-soner
H	Herdbar
HAZ	Heat Affected Zone
HCP	Hexagonal Closed Packed
HV	Hardness Vickers
LOM	Lysmikroskop
MMC	Metall matrise kompsitt
NP	nanopartikkel
SA	Standardavvik
SEM	Sveipeelektronmikroskop
UH	Uherdbar
wt.%	Vekt prosent

Kapittel 1

Introduksjon

1.1 Motivasjon

Aluminium (Al) med sin naturlige korrosjonsbestandige egenskap og god styrkevekt forhold, gjør at metallet er godt egnet under mange omstendigheter. Transportindustrien er svært interessert i å benytte seg av Al for å minke vekten til kjøretøyene slik at utslippene blir lavere [1]. En av de større utfordringene ved å benytte seg av Al i transportindustrien er knyttet til utfordringer under sveising. Dette skyldes at herdende partikler i den varmpåvirkede sonen (HAZ) rundt sveisen forgroves eller går i fast løsning. Dette fenomenet skaper store variasjoner i den varmpåvirkede sonen med svært svekket kvalitet[2]. Det vanligste er størkningsbrudd i sveisesonen og reduserte egenskaper i den varmpåvirkede sonen, spesielt for høyfast Al-legering. Dette begrenser muligheten for sveising, da forskning viser at fusjonssveising av høyfast Al kan føre til en styrkereduksjon på opptil 50 % [3].

1.2 Mål

Målet for denne oppgaven er å studere hvordan de keramiske partiklene titankarbid (TiC) på 4 μm og zirkoniumdiborid (ZrB_2) på (3 μm) påvirker en Al 1xxx legering. Ved å tilsette flusssaltet KAlF_4 ønskes det at oksidlaget brytes og at de keramiske partiklene skal fordele seg homogent i Al matrisen. Ved å tilsette ulike mengder keramiske partikler og KAlF_4 til Al smelten skal oppgaven prøve å avdekke hvilken

keramisk partikkel som er bedre egnet som kornforfiner og hvilken mengde som gir best resultat. Ved å benytte LOM til å studere kornstørrelse og partikkelfordeling og SEM til kartlegging av elementene, skal dette bestemmes. På sikt er målet med arbeidet å utvikle en Al matall matrise kompositt (MMC) med nanopartikkel (NP) som sveisetråd, som potensielt kan beskytte HAZ til sveist Al.

1.3 Oppbygging

Denne oppgaven starter med et teorikapittel som presenterer hva en MMC er med Al som metallmatrisen, prinsippene bak støping og sveising og hvilken påvirkning dette har på Al. Litteratur blir knyttet opp mot disse punktene for å få et bedre grunnlag for diskusjon av resultater, men også inspirasjon til gjennomføring av forsøk. Kapittel 3 beskriver alt det eksperimentelle fra gjennomføringen av smelteforsøk til karakterisering i lysmikroskop (LOM) og sveipeelektronmikroskop (SEM), samt partikkeltelling med ImageJ. Alle resultater blir presentert i Kapittel 4, etterfulgt av diskusjon i Kapittel 5. Til slutt følger en konklusjon og forslag til videre arbeid.

Kapittel 2

Teori

2.1 Aluminium

Aluminium er et grunnstoff som er metallisk med sølvaktig farge i ren form [4]. Grunnstoffet er nr 13 i det periodiske systemet og har betegnelsen Al [4]. Aluminium er et svært vanlig metall og har i dag en årlig produksjon på 200 millioner tonn (tall fra 2017) [4]. Mesteparten av Al som blir utvunnet, kommer fra bauxitt som har reagert med en natriumhydroksidløsning, slik at den har dannet aluminiumoksid [5]. Aluminiumoksidet vil deretter gjennomgå en elektrolyse som danner ren aluminium [5].

En legering er en blandingen av to eller flere metaller som blir kombinert for å oppnå ønskede egenskaper som ikke finnes i de rene metallene alene [6]. En av de mest utbredte og anvendelige legeringstypene er aluminiumslegeringer. Aluminium i seg selv er et lettmetsall med god korrosjonsbestandighet, men ved å legerer det med andre metaller kan man oppnå en rekke fordeler [4]. For eksempel kan tilsetningen av kobber øke styrken til aluminium, mens sink kan forbedre formbarheten [7]. Andre vanlige tillsatser inkluderer magnesium, som gir økt strekkfasthet og varmebestandighet og silisium som forbedrer metallflyten under støping [7]. Aluminiumslegeringer brukes bredt i industrier som fly- og romfart, bilproduksjon, bygg og konstruksjon, takket være deres kombinasjon av lav vekt, god mekanisk styrke, varmeledningsevne og korrosjonsbestandighet [7]. Dette gjør aluminiumslegeringer til svært viktige komponenter i dagens moderne teknologier. En skiller også aluminiumslegeringene i herdbare og ikke-herdbare legeringer [8]. En herdbar legering er en legering som en kan manipulere egenskapene til ved å varme opp

og kjøle ned i ulike hastigheter etterfulgt av lagring eller anløpning, slik at man kan kontrollere dannelsen av styrkegivende presipitater [9]. Ikke-herdbare legeringer kan kun få manipulert sine egenskaper ved kald bearbeiding [7].

For å oppnå en mer systematisk forståelse av alle aluminiumslegeringene, har de blitt kategorisert i serier basert på tilsatt legeringselement. Denne inndelingen gir en strukturert tilnærming til å analysere og sammenligne deres egenskaper [10]. I Tabell 2.1, vises en oversikt over de ulike seriene, inkludert deres sammensetning av diverse legeringselementer og deres anvendelsesområder.

Tabell 2.1: Tabellen viser de ulike aluminiumsseriene, hvilke elementer som er tilsatt, hvilke egenskaper de har, deres bruksområde og om de er herdbare (H) eller uherdbare (UH) [8] [10] [11].

Serie	Tilsatte elementer	Egenskaper	Bruksområde	Herdbar
1000	-	Duktilt	Elektriske ledere, folie	H og UH
2000	Cu	Økt hardhet	Flylegeringer	H
3000	Mn	Korrosjonsbestandig	Brusbokser	UH
4000	Si	God støpbarhet	Sveisetråd	H og UH
5000	Mg	Korrosjonsbestandig	Hav/korrosive miljø	UH
6000	Mg og Si	Sveis og maskinerbar	Bilindustri	H
7000	Zn (Mg og/eller Cu)	Svært høy styrke	Romfartsindustri	H
8000	Ulike elementer eks Li	Alt etter bruk	Romfartsindustri	H

2.2 Sveising

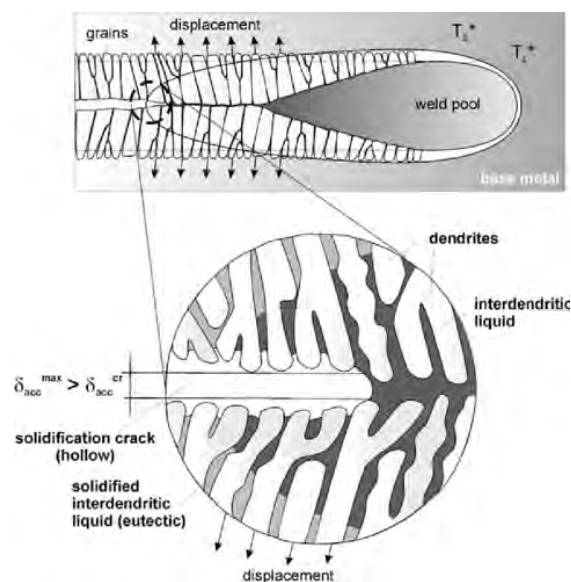
Sveising er en teknikk som brukes til å forene metallkomponenter, og dens popularitet økte betydelig i løpet av det 20. århundre [12]. Sveismetodene kan grovt inndeles i to hovedkategorier: friksjonssveising og smeltesveising. Friksjonssveising involverer å trykke metallkomponentene sammen på en måte som former dem plastisk uten å smelte selve metallet. Smeltesveising går ut på å smelte en tråd mellom komponentene man ønsker å sammenføye. Dette medfører at komponentene smelter sammen og stivner til én enhet uten behov for ekstern påvirkning [12].

Smeltesveising er den mest vanlige metoden som brukes for å sveise aluminium, og det er flere utfordringer knyttet til sveising av dette metallet. En av årsakene

til at aluminiumsveising kan være krevende, er aluminiums tendens til å danne en beskyttende oksidfilm rundt seg selv [2]. Aluminiumoksid har en svært høy smeltepunkt, som ligger rundt 2000°C , mens selve aluminiummetallet smelter ved omtrent 660°C [2]. Dette betyr at det er helt nødvendig å fjerne oksidlaget før sveising, ellers vil aluminiumet smelte bort, og sveisingen blir umulig å utføre [2]. Hovedårsaken til at aluminium er krevende å sveise er dannelsen av størkningsprekker. Det er spesielt de sterke 6xxx og 7xxx legeringene som er påvirket og får en svært bred varmpåvirket sone som gjør at de svakeste områdene får en redusert styrke på opp mot 50% [3] [13].

2.2.1 Størkningssprekking

Når aluminium går fra væske til fast fase, oppstår en betydelig reduksjon i volumet. Dette fenomenet fører til dannelse av indre hulrom og sprekker, som svekker aluminiumet. Som et resultat kan brudd oppstå i selve sveiseområdet i stedet for i basematerialet [3]. Dette gjør det viktig å ha riktig sveiseteknikk og kontroll over sveisebetingelsene for å minimere sannsynligheten for sprekker og sikre en solid sveiseskjøt. Grunnen til at 6xxx og 7xxx legeringer har store problemer med sveising, skyldes dannelsen av en tynn film med legeringsrik smelte som blir fanget mellom dendrittene under størkning, vist i Figur 2.2.1 [13].



Figur 2.2.1: Illustrasjonen viser hvordan størkningsprekker oppstår. Bildet er adaptert fra [13].

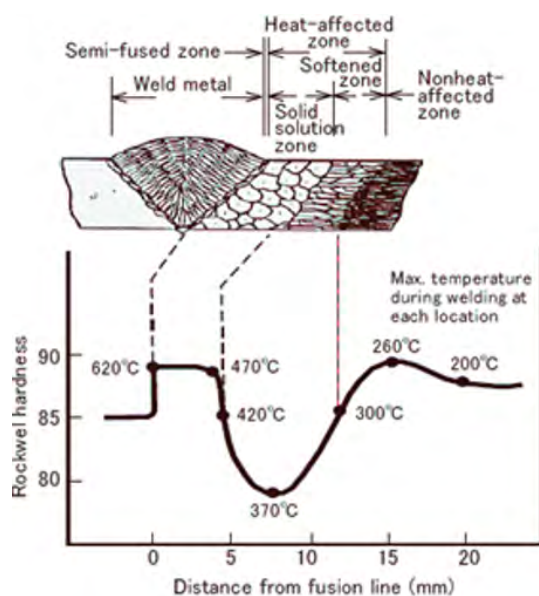
I en studie utført av M. Sokoluk med flere, ble det utforsket hvordan tilsetning av keramiske nanopartikler i aluminiumslegeringer kunne effektivt redusere forekomsten av størkningsprekker ved støping, sveising og additiv produksjon [3]. Forskerne undersøkte spesifikt bruken av TiC- og TiB₂-nanopartikler i aluminiumslegeringene 7075, 6061 og 2024, som er kjent for å være utsatt for størkningsprekker i smeltesonen under sveising.

Studien inkluderte også en grundig termisk analyse og mikrostrukturstudie for å analysere de underliggende mekanismene som gjorde det mulig for nanopartiklene å eliminere størkningsprekker. Resultatene viste at nanopartiklene bidro til raske nukleasjon med gradvis latent varmfriking. Dette hadde en positiv effekt på å begrense veksten av sfæriske α -aluminiumskorn, spesielt i nærvær av TiC nanopartikler [3].

Videre førte tilsetningen av nanopartiklene til en betydelig forfining av de intermetalliske fasene og økte andelen ikke-likevekts smelte under den siste størkningsfasen. Dette ble oppnådd ved at nanopartiklene blokkerte diffusjonen av legeringselementer, og dermed reduserte størkningsprekkdannelse i disse legeringene. Dette var spesielt viktig for aluminiumslegeringene som vanligvis var svært sårbare for størkningsprekker under sveising [3]. Denne studien demonstrerer potensialet for å forbedre sveisekvaliteten og redusere sårbarheten for størkningsprekker ved hjelp av keramiske nanopartikler i aluminiumslegeringer.

2.2.2 Varmepåvirket sone

Ved sveising oppstår det et område rundt selve sveisen som ikke smelter, men likevel påvirkes termisk til en grad der materialegenskapene endres. Dette området er kjent som varmpåvirket sone (HAZ, fra engelsk "Heat Affected Zone"), vist i Figur 2.2.2. Varmen fra den smeltede fusjonssonen diffunderer inn i de omkringliggende faste materialene, og dette fører til en syklus av oppvarming og avkjøling. Hvordan dette påvirker materialet, avhenger hovedsakelig av avstanden fra selve smelteområdet [14].



Figur 2.2.2: Illustrasjonen viser hvordan hardheten til en AA6061 legering endrer seg i HAZ området. Bildet er adaptert fra [15].

For høyfasthets aluminiumslegeringer som tilhører 6xxx- og 7xxx-seriene, kan effekten på materialeegenskapene være spesielt skadelig. Dette skyldes at disse legeringene inneholder herdede partikler i mikrostrukturen. Når disse partiklene blir utsatt for termisk påvirkning, kan de enten gå i fast løsning eller vokse seg større. Dette resulterer i dannelse av en svak sone rundt sveisen, der brudd vanligvis oppstår for disse legeringene [16]. Denne svekkelsen i HAZ-området er en viktig faktor å ta i betraktning når man vurderer sveisekvalitet og ytelsen til sveisede komponenter, spesielt i tilfelle høyfast aluminium.

I studier utført av Y.C. Chen og kolleger ble det påvist en tydelig HAZ når ultralyd-punktsveising blir brukt på aluminiumslegeringer som AA6111-T4. Alvorlighetsgraden av denne HAZ avhenger av sveiseenergien som blir brukt [17]. Umiddelbart etter sveising ble det observert en mykning i sveisesonen sammenlignet med den opprinnelige T4-tilstanden. Basematerialet hadde en hardhet på 80HV, mens HAZ på sitt svakeste målte rundt 55HV. Resultatene i denne studien viste at HAZ gradvis herdet til en styrke på 70HV etter 2 uker og 80HV etter 8 måneder ved naturlig herding i romtemperatur. Denne herdingen skyldtes tilsetningen av oppløste legeringselementer og dannelse av Guinier-Preston-soner (GP-soner) som oppstår på grunn av de høye sveisetemperaturene [17]. GP-soner er ekstremt små løsningsrike områder i metallet som fungerer som hindringer for bevegelsen av dislokasjoner, og dermed styrker de materialet i fast fase [18].

Disse funnene ble støttet av Z. Lu og medforfattere i deres studie fra 2022, der de undersøkte mykningsatferden og mekanismen til HAZ for TIG-sveiset sprayformet AA7075 [16]. I områdene som ble oppvarmet til temperaturer mellom $230 - 350^{\circ}\text{C}$, ble det observert alvorlige endringer i mikrostrukturen og mekaniske egenskaper. Bøyetøyningen til legeringen ble redusert med 200 MPa til omtrent 410 MPa. Imidlertid viste området mellom $350 - 536^{\circ}\text{C}$ at de mekaniske egenskapene gradvis kom tilbake til normalen etter lang tid ved romtemperatur. Disse resultatene ble forklart som en kombinert effekt av økt kornegrenseaktivitet, økt fast løselighet og utfelling av koherente GP-soner [16].

Sammenfattende viser disse studiene hvordan sveising av aluminiumslegeringer kan føre til varmpåvirkede soner med endrede mekaniske egenskaper, men at disse endringene kan reverseres over tid som følge av naturlig herding og dannelse av GP-soner.

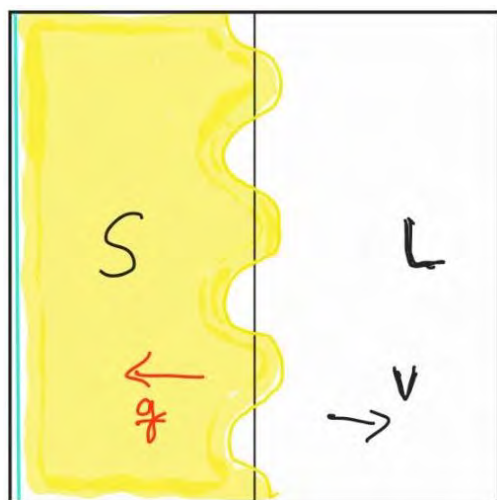
2.3 Støping

Støping er en avansert prosess som dreier seg om nøye styring av størkningsprosessene til flytende materialer når de formes [19]. Når metaller stivner, er det på grunn av varmeoverføringen som fjerner varme fra den flytende smelten. Dette varmetapet resulterer i to karakteristiske endringer i smeltens energi. Den første endringen skjer ved at smelten kjøles ned, noe som fører til en reduksjon i smeltens entalpi. Entalpi er et begrep som sier hvor mye energi som finnes i et bestemt system [20]. Den andre endringen skjer når smelten går gjennom faseovergangen fra væske til fast form, og dette reduserer også smeltens entalpi. Ved å nøyaktig kontrollere både varmetap og transformasjonen fra væske til fast fase, blir det mulig å manipulere metallene slik at en kan oppnå ønskede egenskaper [21].

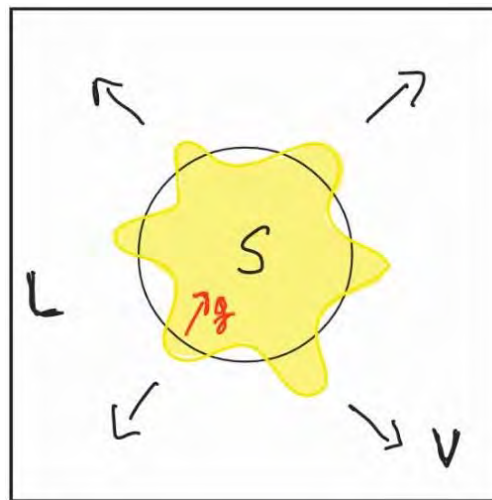
2.3.1 Størkning av rent metall

Metallstørkning involverer at små partikler gradvis øker i størrelse på bekostning av væskefasen. For at krystallisering skal begynne å skje må væsken være kjølt ned under sitt smeltepunkt. Dette betyr at væsken er underkjølt og ved en tilstrekkelig lav temperatur vil den gå over i en fast fase, altså stivne. Den aktuelle temperaturen er såpass lav slik at den forhindrer latent varme fra å reversere prosessen og få den faste fasen til å smelte igjen [21]. Latent varme er den energien som frigjøres i omvandlingsprosessen fra væske til fast stoff.

Når væsken er underkjølt, kan krystallisering skje på ulike måter, dette inkluderer plan-, kolonne-, dendritisk- og likeakset dendritisk struktur. Hvilken krystalliseringsstruktur som blir dominerende, avhenger av forholdet mellom temperaturgradienten G og størkningshastigheten R . En illustrasjon av kolumnær krystallisering er vist i Figur 2.3.1a. Denne formen for krystallisering begynner med små korn som vokser fra en vegg i en støpeform og gradvis blir større krystaller. Alle nukleasjoner hvor krystaller begynner å dannes, er i praksis heterogene. Det er fordi det er mer energetisk gunstig å danne krystaller på eksisterende flater. Dette er grunnen til at kornene vokser ut fra støpeformens vegg, med mindre andre heterogene elementer finnes i smelten. Kolumnære korn vokser inn i væsken, noe som fører til at temperaturen nær den faste fasen er høyest på grunn av latent varme. Varmen fraktes gradvis ut av væsken gjennom den faste fasen, noe som resulterer i ytterligere underkjøling og til slutt likeakset krystallisering. I Figur 2.3.1b vises likeakset krystallisering der en liten fast partikkel i en underkjølt væske vokser til en større krystall. Dette skyldes at det er mer gunstig å initiere nukleasjoner fra eksisterende faste partikler i smelten. Latent varme føres innover i likeaksetkornet, men varmen kan dermed ikke effektivt forlate systemet slik som det kan med kolumnær vekst. Derfor er likeakset krystallisering alltid mindre stabilt enn kolumnær krystallisering [21].



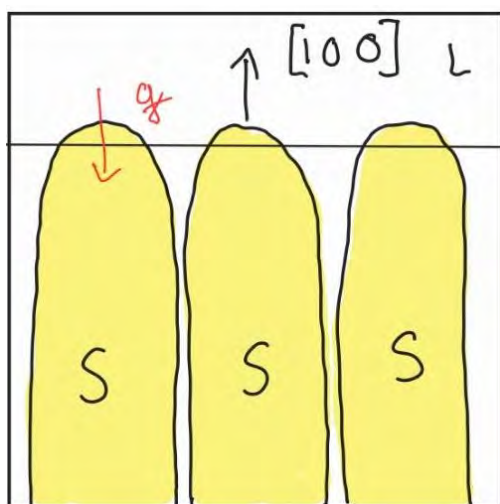
(a) Illustrerer kolumnær krystallisering av metall.



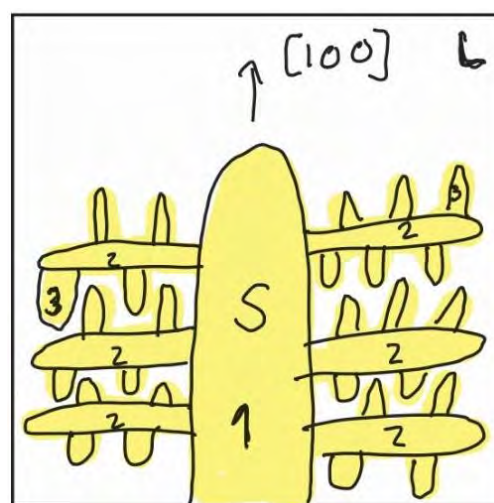
(b) Illustrerer likeakset krystallisering av metall.

Figur 2.3.1: Figurene viser kolumnær- og likeakset krystallisering av en smelte. Det gult området, S, indikerer fast fase, og hvitt område, L, indikerer væskefasen. V viser vekstretning og q indikerer varmeretning. Illustrasjoner adaptert fra [19].

Endringer i temperatur og tid for væskens krystallisering har en betydelig innvirkning på typen krystallvekst som oppstår. Når en positiv temperaturgradient oppstår i retningen av vekst, kjent som kolumnervekst, vil kornene vokse stabilt og jevnt og danner da en plan vekstretning. Dette fenomenet er tydelig illustrert i Figur 2.3.2a, hvor smeltens stabile krystallisering er skissert. Raskere krystallvekst fører derimot til dannelse av dendritter. Dendritter kan stamme fra både kolumn- og likeakset krystallvekst, som vist i Figur 2.3.2b. En dendritt er en krystallstruktur som har forgreninger i retninger som avviker fra hovedvekstretningen [21]. Disse forgreningene kan også produsere nye forgreninger, noe som kan skape en sekvens av forgreningsnivåer. Den opprinnelige krystallen er kjent som primærdendritt, mens de forgrenede strukturene som stammer fra denne kalles sekundærdendritt. På grunn av dendrittens utstrakte overflate, foregår krystallveksten raskere enn ved plan krystallvekst. Den spesifikke retningen for krystallveksten avhenger av metallens krystallstruktur. For eksempel har aluminium en FCC (Face-Centered Cubic) krystallstruktur [4], og aluminiumskrystaller vil vokse i $\langle 100 \rangle$ retningen. Dette betyr at både plan- og dendrittretningsvekst er $\langle 100 \rangle$ orientert, som angir en vekstretning med koordinatene 1 i X-retning og 0 i både Y- og Z-retning. En annen $\langle 100 \rangle$ orientering er $\langle 010 \rangle$, hvor vekstretningen er langs Y-aksen [21].



(a) Illustrerer plan retningsvekst av aluminium.

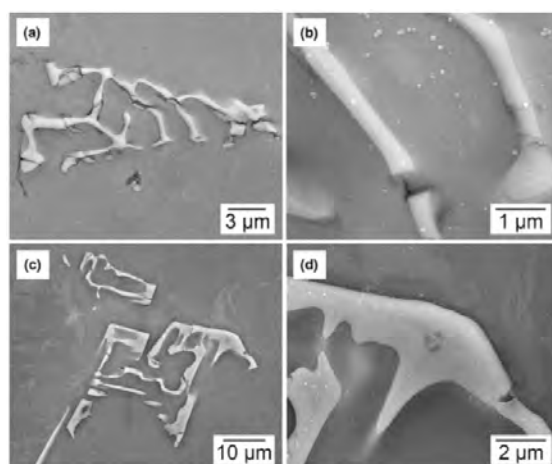


(b) Figuren illustrerer dendrittvekst av aluminium. 1 er primær, 2 er sekundær og 3 er tertiærdendritt.

Figur 2.3.2: Figurene viser kolumner og likakset krystallisering av aluminiumsmelte. S og gult område indikerer fast fase og L og hvitt er væskefase. $\langle 100 \rangle$ er vekstretning og q indikerer varmeretning. Illustrasjoner adaptert fra [21].

2.3.2 Størkning av legeringer

Ved størkning av legeringer vil store deler av elementene bli værende i smelten. Dette er fordi legeringselementer løser seg dårligere opp i fast fase enn i smeltet fase [22]. Disse konsentrasjonsvariasjonene innad i legeringen etter størkning kalles for seigring og er ofte uønsket i metallindustrien [23]. Variasjoner innad i et metall vil gi ulike egenskaper og blir derfor utsatt for en varmebehandling ved høy temperatur, kalt homogenisering [22]. Under varmebehandlingen diffunderer legeringselementene slik at forskjellene i konsentrasjon blir redusert [23]. Seigringen er grunnen til at man kan observere Si-faser langs korn grensene ved bruk av SEM (Scanning Electron Microscope) og LOM (Light Optical Microscope), ettersom størkningen gir opphav til en intermetallisk fase kjent som *Chinese script* [21]. Denne fasen har en eutektisk sammensetning, noe som vil si at blandingen av de kjemiske forbindelsene har lavere smeltepunkt enn hver av de rene forbindelsene [24]. Strukturen av denne *Chinese script*-fasen langs korn grensene i silisiumrike legeringer er illustrert i Figur 2.3.3.



Figur 2.3.3: Figuren viser SEM bilder av den kinesiske skriftens intermetalliske fase i 6060 legeringene som inneholder (a) og (b) 0,3 vektprosent Fe og (c) og (d) 0,5 vektprosent Fe. Bilde adaptert fra [25].

2.4 Metallmatrisekompositt

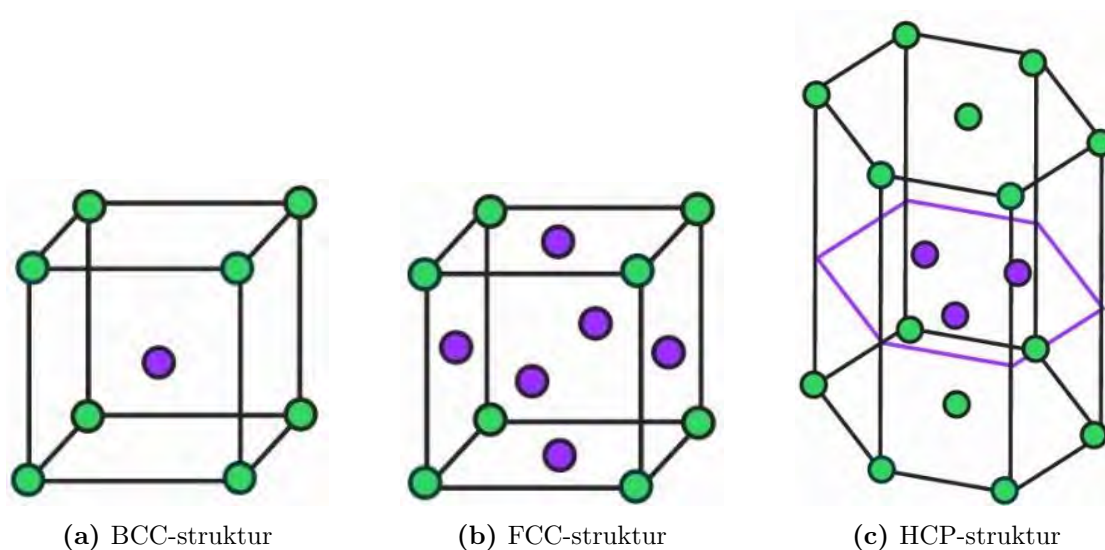
Metallmatrisekompositt (MMC) er et sammensatt materiale der fibre eller partikler er spredt jevnt i en metallisk matrise, slik som for eksempel i kobber eller

aluminium. Den sekundære fasen i MMC er vanligvis keramisk, for eksempel ZrB_2 eller SiC, eller et annet borid, karbid eller oksid [26]. MMC-er kan kategoriseres basert på typen armering de bruker, enten det er korte diskontinuerlige fibre, lange kontinuerlige fibre eller partikler. Er det minst tre materialer til stede, blir MMC kalt for en hybridkomposit [27].

MMC-er har et betydelig høyere styrke-vekt forhold, samt stivhet og duktilitet sammenlignet med rent metall. Dette gjør dem attraktive for bruk i krevende applikasjoner der lav vekt og høy ytelse er sentralt [27]. MMC-er har derimot vanligvis lavere termisk og elektrisk ledningsevne som gjør at de får begrensninger i ekstremt krevende miljøer. Til tross for disse begrensningene blir MMC-er brukt i mange ulike applikasjoner hvor behovet for styrke og lav vekt veier opp for ulemene [28]. En av disse applikasjonene er som sveisetråd. En MMC-tråd vil kunne gi en forsterkning i et område som ellers vil være svakere enn basematerialet på grunn av HAZ og størkningssprekker etter sveising [13].

2.4.1 Krystallstruktur

Krystallstrukturen til et material angir posisjonene til atomene i en tredimensjonal ordning. En krystall består av flere enhetsceller, hvor hver enhetscelle representerer den minste gjentakende enheten som til sammen konstruerer den tredimensjonale strukturen [29]. Det finnes flere forskjellige strukturer, deriblant *Body Centered Cubic* (BCC), FCC og *Hexagonal Close Packed* (HCP). BCC, som står for romsentrert kubisk, er en kubisk struktur med et atom plassert i midten av krystallen, som vist i figur 2.4.1a [29]. FCC, som betyr flatesentrert kubisk, er en kubisk struktur der det er et ekstra atom plassert midt på hver side av kubens flater, som illustrert i Figur 2.4.1b [29]. HCP, som representerer heksagonal tettpakket, er en hexagonal struktur som vises i Figur 2.4.1c [29].



Figur 2.4.1: Viser de tre vanligste krystallstrukturene BCC, FCC og HCP. Illustrasjoner adaptert fra [29].

Aluminium er oppbygd med en FCC krystallstruktur, som illustrert i Figur 2.4.1b [4]. Dette indikerer at aluminium er en tett pakket kubisk struktur der hele 74% av enhetscellens volum er fylt med aluminiumsatomer [30]. FCC strukturen gir også grunnlag for betydelig formbarhet. Dette skyldes tilstedeværelsen av fire glideplan i strukturen med tre glideretninger hver. Et glideplan representerer et plan der en del av krystallen kan forskyve seg i forhold til resten. Dette muliggjør en smidig glidendebevegelse som gjør det mulig å forme strukturen i ulike retninger når eksterne krefter påføres.

Titankarbid (TiC) er et keramisk materiale som ofte tilsettes legeringer for å forbedre deres egenskaper. TiC har også en FCC krystallstruktur, og gitterparameteren $a = 0,432$ nm ligner i stor grad på den til aluminium $a = 0,4049$ nm [31]. Det tilsvarer en beskjeden størrelsesforskjell på 6,7%. Denne likheten i krystallstruktur gjør det mulig for aluminium å vokse fra en TiC-krystall under støping eller størkning av materialet.

Zirkoniumdiborid (ZrB_2) er som TiC, et keramisk materiale som tilsettes i legeringer for å forbedrede egenskaper [32]. ZrB_2 har en HCP krystallstruktur med gitterparameterne $a = 0,317$ og $c = 0,3513$ nm som gir en størrelsesforskjell på 11,94% med aluminium [33] [34]. Denne likheten i krystallstruktur gjør det mulig for aluminium å vokse fra en ZrB_2 -krystall under støping eller størkning av materialet.

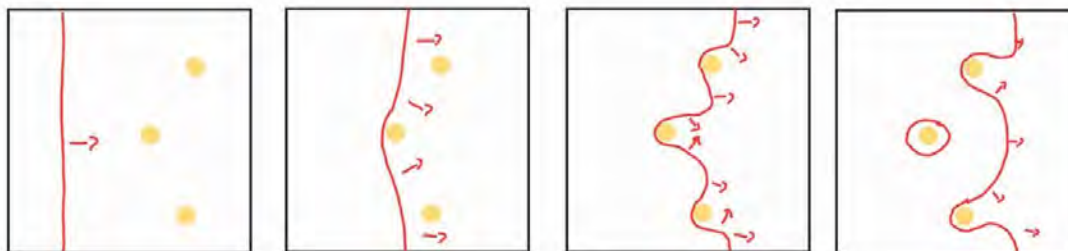
2.4.2 Styrkebidrag fra partikler

Når partikler blir tilsatt til metall, blir metallens egenskaper endret. Slike partikler kan påvirke styrken, stivheten og slitestyrken til metallet. Dette skyldes at partiklene inne i metallet bidrar til å hindre forskyvninger av dislokasjoner, dersom de er små nok. Dislokasjoner representerer feil i atomstrukturen til metaller og kan tenkes på som linjefeil. Ved å begrense bevegelsen til dislokasjonene, samler de seg opp i samsvar med Hall-Petch-regelen [14]. Denne regelen sier at dislokasjoner vil samle seg ved kornens grenser når metallet blir utsatt for en ytre kraft. Når kraften overskrider det metallet kan tåle med hensyn til eksisterende dislokasjoner, vil kornet til slutt bryte. Dette skyldes at korn grensene ikke tillater dislokasjonene passere, inkludert sterke partikler [14]. Ved å ha flere korn grenser og hardere partikler per enhetsområde, øker antallet dislokasjoner, noe som øker metallens styrke. Dette er essensen av Hall-Petch-effekten, som indikerer at egenskapene forbedres ved å redusere kornstørrelsen [14]. Matematisk kan Hall-Petch-effekten uttrykkes som følger:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{1/2} \quad (2.1)$$

Her beskriver σ_y den faktiske styrken til metallet, d er kornstørrelsen, σ_0 er styrken til en perfekt krystall, og k_y er en metallavhengig konstant.

Dislokasjoner i en krystallstruktur er nært knyttet til energi. Når dislokasjoner møter partikler vil de forsøke å passere gjennom dem. For å komme forbi partiklene må det dannes en ny grense, noe som er energetisk ugunstig. Mens linjestykket nær partikkelen er immobilisert, fortsetter resten av dislokasjonen å bevege seg fremover på grunn av sin egen drivkraft. Dette resulterer i at linjen bøyer seg mellom ankerpunkter ved partiklene. Dette fenomen som kalles Orowan-looping og er illustrert i Figur 2.4.2 [35].



Figur 2.4.2: Illustrerer hvordan Orowan-looping fungerer når en linjedefekt (rød) beveger seg i et metall og bøyer seg rundt harde partikler (oransje). Illustrasjon adaptert fra [36]

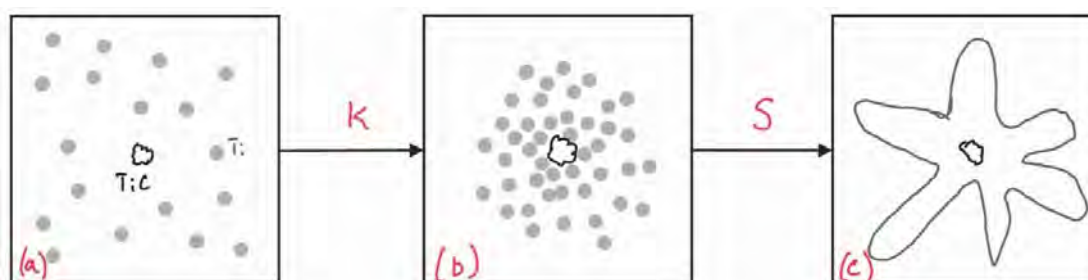
Mange studier har blitt utført med tilsats av keramiske nanopartikler (NP) som TiC, SiC, B₄C, Al₂O₃ og MgO i aluminiumsmatrisekompositter, ifølge M. Fattahi et al [37]. Blant disse nanopartiklene er TiC spesielt populær på grunn av sin høye spesifikke styrke, høye modulus, lave tetthet, gode slitestyrke, høy metallisk karakter og er rimelig [37]. Kim et al. produserte TiC/Al-kompositter ved å kombinere kulefresing og mantelvalseteknikker og rapporterte at de mekaniske egenskapene til komposittene økte med økende innhold av TiC-NP [38]. Tilstedeværelsen av TiC-NP i aluminiumsmatriksen førte ikke bare til forbedring av de mekaniske egenskapene, men også til en reduksjon i kornstørrelsen [38].

Studier hvor det er tilsats av ZrB₂ i aluminiumslegering, gjennomført av Manikandan et al., viser at større tilsatser av ZrB₂ i en AA6082 legering gir stort styrkebidrag [39]. Partikkeltilsatsen på 9 vekt % førte til nesten doubling i hardhet, stor økning i strekkstyrke, samt at spredning av ZrB₂-partikler var homogen langs aluminiumsmatriksen [39]. Mye av det samme ble funnet ut av Mohanavel et al. da de gjorde et tilsvarende forsøk med lignende fremgangsmåte med AA6063 legering [40].

2.4.3 Kornforfining

Tilsats av partikler og mindre mengder av ulike stoffer anses også som legeringer. Krystalliseringsmekanismen for TiC i α -aluminium (ren aluminium) er rapportert å være relativt ustabil. Eksperimentelle observasjoner fra Wang et al. forteller at tilstedeværelsen av overflødig Ti er avgjørende for nuklasjon av korn. Resultatene av deres studier viser at TiC-partikler befinner seg i sentrum av krystallkorn. Restererende titan i legeringen segregerer til disse partiklene og danner en omkransende struktur som ligner en rose [41]. Denne spesielle rosemønsterdannelsen rundt TiC-

partiklene har videre blitt utforsket av Yu og Liu. Basert på deres observasjoner av raskt størknet aluminium, har de introdusert en ny nukleasjonsteori kjent som *Ti Transition Zone Theory*. Ifølge denne teorien dannes en Ti-overgangssone på grensesnittet av flytende TiC-partikler og aluminium. Dette danner deretter et lag med Al_3Ti som α -aluminium lett kan nukleere på. Den initiale Ti-overgangssonen, illustrert i Figur 2.4.3, utvikler seg deretter til det karakteristiske rosemønsteret i fast tilstand. I tillegg avdekket Yu og Liu at viskositeten til aluminiumsmelten økte med 31% etter tilsetning av Al-Ti-C-tilsetninger ved 720°C. Dette fenomenet bidro også til dannelse av Ti-overgangssoner [42].



Figur 2.4.3: Illustrasjon av titans overgangssone. Illustrasjoner adaptert fra [42].

Som tidligere nevnt oppstår korndannelsen enten ved nukleasjon fra en overflate eller fra partikler inne i smelten. Ved å introdusere flere faste partikler i smelten, øker antall nukleeringssteder, og dette resulterer i dannelse av flere mindre korn når metallet stivner [3]. Denne tilnærmingen bidrar til en finere kornstruktur og har som mål å utnytte Hall-Petch-effekten for å motvirke sprekke dannelse under størkning av aluminium.

M. Zuo et al. utforsket bruken av nanotilsetninger i en AA7075-legering for å styre mikrostrukturen og forbedre den strukturelle stabiliteten for økt ytelse. Etter tilsetning av TiC-NP undergikk krystallkornene en betydelig endring, der de gikk fra grove dendritter som var hundrevis av mikrometer i størrelse, til fine likeaksete korn på under $20\mu\text{m}$ [43]. Etter en varmebehandling (T6) forble kornene nesten uendret med en gjennomsnittlig størrelse på $18,5\mu\text{m}$. Dette demonstrerer en imponerende termisk stabilitet i blandingen. Forskningen indikerte også at TiC-NP kunne fungere som både effektive nukleeringsagenter for primære korn og effektive modifikatorer for sekundærfaser i AA7075-legeringen. Videre viste nanotilsetningen forbedrede mekaniske egenskaper i AA7075 sammenlignet med AA7075 uten TiC-tilsetning [43]. Varmebehandlingen T6 involverer å varmebehandle ved 450°C i 2 – 3 timer, etterfulgt av en rask avkjøling i olje, deretter aldring ved 180–220°C i 3 – 7 timer, etterfulgt av en normal avkjøling [44].

2.4.4 Fluss assistert støping

Fluss assistert støping (FAS) fra engelsk *Molten salt-assisted flux casting* er en effektiv metode å løse opp oksidfilmer [45]. I den sammenheng har metoden blitt undersøkt for blant annet å få inn keramiske partikler i aluminiumssmelter. MMC kan da være et typisk material som kan bli produsert via FAS for å få fordelt partiklene jevnt i hele matrisen. Effekten har lenge blitt forsket på av mange ulike aktører som ofte bruker NP [45][46].

Fukting

Fukting, som stammer fra det engelske ordet "wetting", refererer til evnen til ett stoff å blande seg med et annet stoff. Fuktningsgraden kan variere betydelig mellom ulike materialer. Når en væske befinner seg på en overflate med dårlig fuktningsgrad, vil den typisk forme dråper eller kuler [47]. Dette skyldes at grensespenningen mellom væsken og overflaten er svært høy, noe som gjør at de ikke blander seg godt. På en annen side kan en annen væske ha god fuktningsgrad, noe som betyr at den sprer seg jevnt utover overflaten og dekker den jevnt [48].

Et eksempel på to materialer med dårlig fuktningsgrad sammen er aluminium og titankarbid. Dette skyldes tilstedeværelsen av en oksidfilm mellom dem, som hindrer direkte kontakt [45]. Når titankarbid er i kontakt med aluminium, kan det føre til at partiklene klumper seg sammen, og dette kan resultere i en svært ujevn sammensetning i legeringen på grunn av oksidfilmen. En måte å unngå denne klumpingen er å tilsette et fuktemiddel eller en substans som forbedrer fuktningsgraden og letter bedre blanding og kontakt mellom de to materialene [49]. Dette kan bidra til å oppnå en mer homogen legering og bedre materialeegenskaper.

Oksidfilmen til aluminium påvirker også fuktningsgraden mellom aluminium og ZrB_2 . Mohanavel et al. benytter store mengder fluss pulver for å kunne blande ZrB_2 inn i aluminiumslegeringen [40]. Det samme gjør Nurul et al. slik at de får en mer jevn og homogen blanding av ZrB_2 i nano og mikro skala [50].

Flusspulver

Kaliumaluminiumfluorid ($KAlF_4$), også kjent som et flusspulver, er et uorganisk salt som har en betydelig rolle i kommersiell aluminiumsproduksjon. Hovedfunksjonen til fluss saltet er å bistå i separasjonen av metaller fra oksider og slagg,

samtidig som det forhindrer forbrenning av aluminiumet for å maksimere utbyttet [51]. Når kaliumaluminiumfluorid blir tilsatt til en blanding som inneholder natriumklorid (NaCl) og kaliumklorid (KCl), øker fluiditeten til denne smelteblandingen. Den økte fluiditeten fører til at blandingen bedre dekker det smeltede metallet som eksponeres under prosessen, samtidig som den letter frigjøringen av metaller som kan være fanget i slagge eller oksider [51].

Dette er spesielt relevant i aluminiumsproduksjonen, da flussen bidrar til å forbedre kontakt mellom metallet og eventuelle partikler som titankarbid. Den økte fluiditeten gjør det enklere for titankarbidpartikler å trenge gjennom oksidlaget på aluminiumet og deretter inn i smelten. Dette er viktig for å oppnå ønsket sammensetning og egenskaper i aluminiumslegeringer, da tilsetningen av titankarbid kan gi forbedrede mekaniske og termiske egenskaper [51]. Så, kort sagt, kaliumaluminiumfluorid spiller en nøkkelrolle i å lette prosessen med å inkludere keramiske partikler, slik som TiC i aluminiumssmelten under produksjon av MMC.

Ved bruk av $KAlF_4$ sammen med TiC-NP i en aluminiumssmelte er det mulig å lage en såkalt masterlegering med høy TiC konsentrasjon i aluminium [45]. Denne masterlegeringen vil da være en MMC med TiC-NP som kan benyttes som tilskudd i andre legeringer. Fremstillingen av disse masterlegeringene er helt avhengige av fluss salter blant annet $KAlF_4$ for å få høy konsentrasjon av TiC inn i aluminiumsmatrisen [45] [52].

Kapittel 3

Materiale og metode

Dette kapittelet tar for seg materialet og fremgangsmetoden benyttet i oppgaven.

3.1 Materialer

I denne studien ble hovedsakelig en aluminiumsbolt benyttet. Denne bolten ble produsert og analysert av Hydro og tabell 3.1 viser sammensetningen [53]. Den opprinnelige vekten til bolten var på 80 kg, før den ble deretter kuttet opp i mindre deler med en vekt på 1-2 kg. For å få plass til aluminiumet i digelen, og gjøre forsøkene mer repetitive, ble bitene kappet med kappemaskinene Labotom-5 og 15 for å få biter som veide mellom 100 og 150 gram. Figur 3.1.1 viser aluminiumsbitene som ble brukt i smelteforsøkene.

Smeltingen av aluminiumet ble utført i en digel, en sylindrisk beholder laget av høykvalitetsgrafitt, som var utformet for å holde smelten på plass under oppvarming. Dette er illustrert i Figur 3.3.4a. I tillegg til aluminiumsboltene ble det brukt tre ulike pulver i forsøkene, sfærisk titankarbid (TiC), zirkoniumdiborid (ZrB_2) og saltet Kalium-Aluminiumfluorid ($KAlF_4$) ofte kalt fluss. TiC-partiklene, som hadde en partikkelstørrelse på $4\mu m$ og ble kjøpt fra SigmaAldrich, ble tørket i et varmeskap sammen med digelen i ett døgn ved en temperatur på $110\text{ }^\circ C$ før de ble benyttet i eksperimentene. Flusspartiklene, som hadde en partikkelstørrelse på 4-6 mikrometer og ble levert av Solvay Nocolok, ble tilsatt direkte uten behov for tørking, da dette flussmaterialet ikke absorberer fuktighet. ZrB_2 partiklene, med en størrelse på $3\mu m$, er produsert av US Reaserch Nanomaterials Inc og ble

benyttet uten tørking i varmeskap da pulveret var helt nytt.



Figur 3.1.1: Veide aluminiumsbiter til smelteforsøk.

Tabell 3.1: Tabellen viser de tolv største legeringselementene til DC-bolten i atom % og deres standardavvik etter 8 prøvetakinger. Verdiene i tabellen er hentet fra Hydro sin tabell laget av T. Furu [53].

Kjemisk symbol	Snitt (at.%)	Standardavvik ($10^{-3}\%$)
Al	98,9662	15,0
Fe	0,49631	9,18
Si	0,48429	6,60
Ga	0,01182	0,12
V	0,01079	0,08
Ni	0,00494	0,32
Zn	0,00490	0,09
Ti	0,00463	0,05
Mg	0,00431	0,06
Mn	0,00353	0,03
Cr	0,00221	0,03
Zr	0,00176	0,01

3.2 Forsøksplanlegging

Forsøkene ble planlagt og gjennomført i henhold til forsøksmatrisen presentert i Tabell 3.2. Tabellen inneholder nøyaktige målinger av vekt for aluminium, samt

TiC-, ZrB₂- og KAl₄-pulver, maksimal- og utstøpningstemperatur (T_m og T_{ut}). Den samlede mengden av pulver som ble tilsatt i aluminiumspose, som ble brukt for hvert enkelt forsøk, etter varmeovn, acetonmiks og blanding er i kolonnen $m_{m\ddot{a}lt}$. Forsøk 1 ble gjennomført som referanse for de påfølgende testene og verdiene fra Forsøk 1, 3 og 4 markert med * er forsøk som ble gjennomført som en del av prosjektoppgaven, skrevet av Sigbjørn Lærum, som er forarbeidet til denne oppgaven [54]. Et hovedmål med eksperimentene var å undersøke hvordan ulike mengder av TiC, ZrB₂ og KAl₄, samt blandingsmetode påvirker aluminiumets egenskaper og struktur.

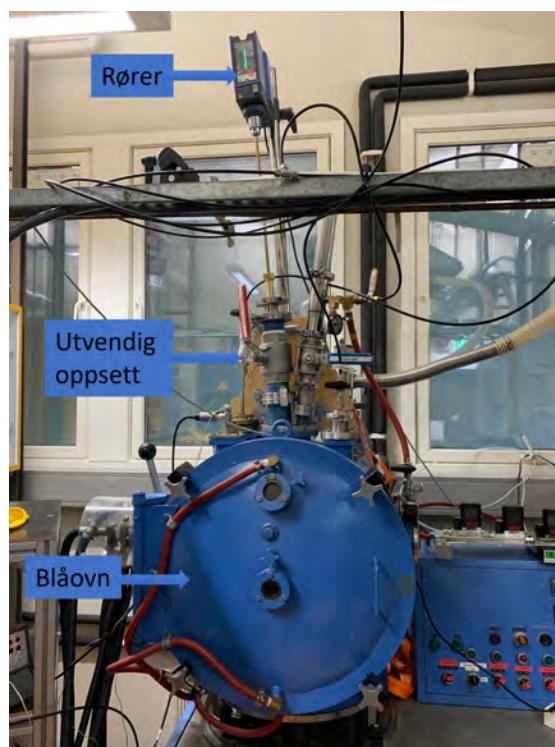
Det ble benyttet standardverdier for rotasjonstid (t) og rotasjonshastighet (v) satt til henholdsvis 90 sekunder og 100 runder per minutt (rpm), ved røring av pulver inn i aluminiumsmelte for alle prøvene. Alle eksperimentene ble gjennomført ved 850°C, for å gjøre forsøkene mest standardiserte etter erfaring fra prosjektoppgave [54].

Tabell 3.2: Tabellen viser de ulike mengdene av aluminium, TiC, ZrB₂ og KAl₄ som ble brukt og mengden samlet pulver i aluminiumsposen til de ulike forsøkene, i tillegg til maksimal- og utstøpningstemperatur (T_m og T_{ut}) for aluminiumblandingen. Verdiene til Forsøk 1,3 og 4 er hentet fra prosjektoppgaven og ble gjennomført våren 2023 [54]. Forsøk 6, 7 og 8 markert med A ble gjennomført med en annen pulverblandingsmetode beskrevet i delkappitlet *Acetonblanding*.

Forsøk	Navn	m_{Al} (g)	m_{TiC} (g)	m_{KAl_4} (g)	m_{ZrB_2} (g)	$m_{m\ddot{a}lt}$ (g)	T_m (°C)	T_{ut} (°C)
1*	Al850	294,95	0,00	0,00	0,00	0,00	850	780
2	TiC3	295,70	3,00	0,00	0,00	2,50	850	790
3*	TiC3F3	296,25	3,00	3,00	0,00	6,00	850	780
4*	TiC6F3	296,00	5,95	3,00	0,00	8,95	850	780
5	TiC3F6	300,00	3,00	6,00	0,00	8,80	850	785
6 _A	TiC3F3A	296,20	3,00	3,00	0,00	5,60	850	780
7 _A	TiC6F3A	297,95	6,00	3,00	0,00	8,75	850	785
8 _A	TiC3F6A	301,00	3,00	6,00	0,00	8,85	850	780
9	Zr3	296,40	0,00	0,00	3,00	3,00	850	790
10	Zr3F3	301,90	0,00	3,00	3,00	5,90	850	790
11	Zr6F3	302,15	0,00	3,00	6,00	8,80	850	790
12	Zr3F6	302,50	0,00	6,00	3,00	8,75	850	790

3.3 Smelteforsøk

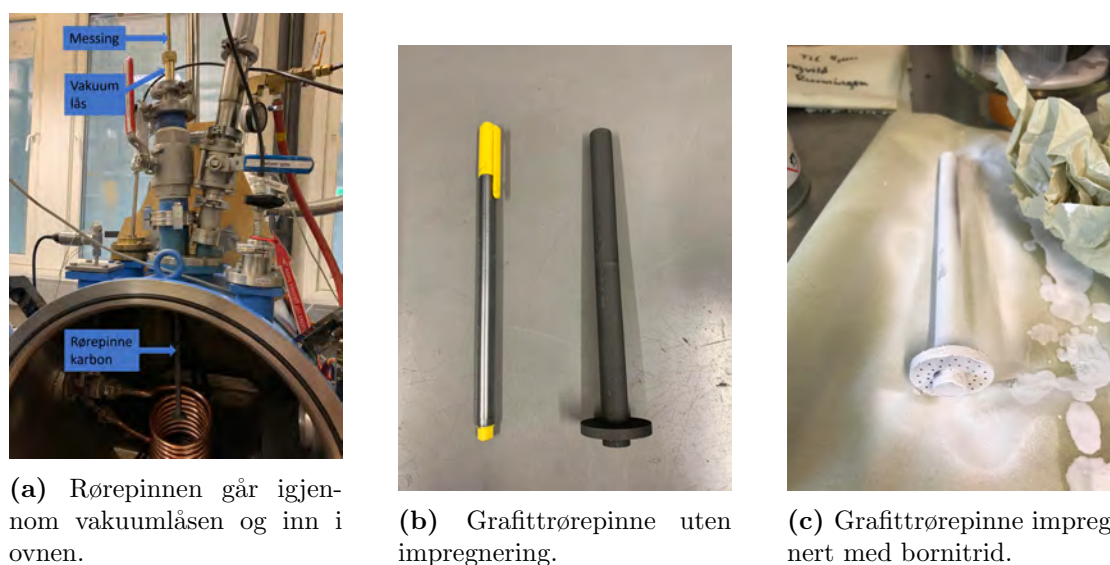
Til smelteforsøkene ble en blåovn benyttet. Blåovnen, vist i Figur 3.3.1, er en lukket induksjonsovn som er i stand til å oppnå temperaturer opptil 1750 °C [55]. Den har tidligere blitt brukt til å smelte materialer som aluminium i en atmosfære av industriell argongass [55]. Denne argonatmosfæren innebærer at luften inne i blåovnen fortrenses av argongass. Blåovnen ble benyttet på grunn av to hovedårsaker. For det første vil ovnens atmosfære hindre reoksidering av smeltet aluminium. I tillegg gir ovnen en trygghet, spesielt med tanke på beskyttelse mot mulig gassutvikling og direkteeksponering for mirkopulver fra smelten. I disse forsøkene kunne dekomponert KAlF_4 -pulver potensielt reagere med hydrogen fra vann og danne hydrogenfluorid (HF)-gass. For å håndtere denne potensielle risikoen ble omfattende forholdsregler tatt via en risikovurdering. Dette inkluderte bruk av en HF-detektor, gassmaske med beskyttelse mot HF, spesialklær og hansker som kunne beskytte mot eventuell eksponering for KAlF_4 -rester inne i ovnen i tillegg til å aldri arbeide alene.



Figur 3.3.1: Fullstendig utvendig oppsett på blåovn. Røreren er plassert øverst, festet til en metallstang.

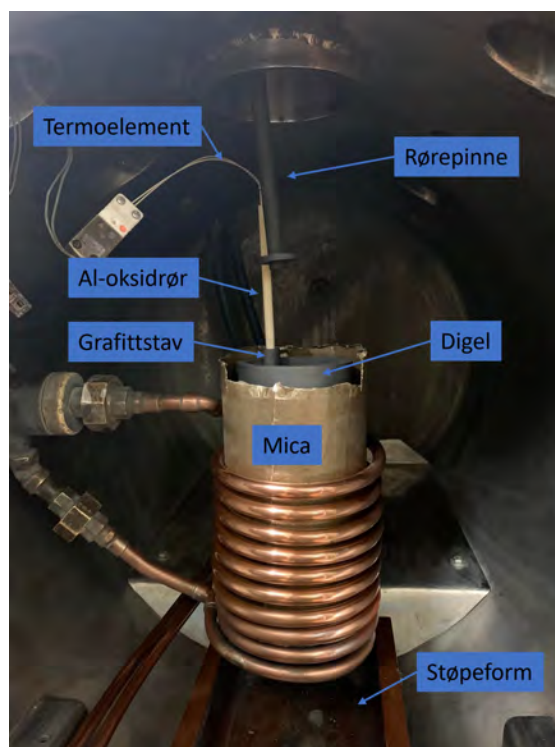
For å sikre en jevn blanding av pulveret i smelten begynte hvert forsøk med grundig omrøring. Siden blåovnen ikke hadde en innebygd rørefunksjon, måtte en egen røremekanisme bygges utenpå ovnen. Det ble dermed laget et stativ som kunne senke og heve rørepinnen i smelten samtidig som det opprettholdt vakuuum. Tilpassningen var en omfattende prosess som involverte eksperimentering med forskjellige røreastigheter, røretider og ulike modeller av rørepinner. Disse eksperimentene ble utført ved hjelp av et begerglass med vann og små mengder sand, grus og treflis for å simulere smeltet aluminium sammen med TiC , ZrB_2 og KAlF_4 -pulver. Vann ble brukt fordi det har en viskositet som ligner smeltet aluminium, og sand, grus og treflis ble brukt for å studere hvordan partikler med ulik tetthet fordeler seg under røring.

Det endelige oppsettet som ble benyttet i forsøkene involverte en rørepinne som ble senket ned i smelten gjennom en vakuumlås og var festet til et stativ over blåovnen. Rørepinnen var laget av to deler der den delen som ble trukket opp og ned gjennom vakuumlåsen var laget av messing. Den andre delen som rørte i smelten var laget av grafitt, og er vist i Figur 3.3.2a. Grafittdelen ble sprayet på et dekkende lag av bornitrid for å forhindre at aluminium festet seg til rørepinnen. Dette ble gjort fordi bornitrid er svært motstandsdyktig mot kjemiske angrep og brukes som et varmeisolerende smøremiddel ved høye temperaturer [56]. Den impregnerte grafittpinnen er vist i Figur 3.3.2c.



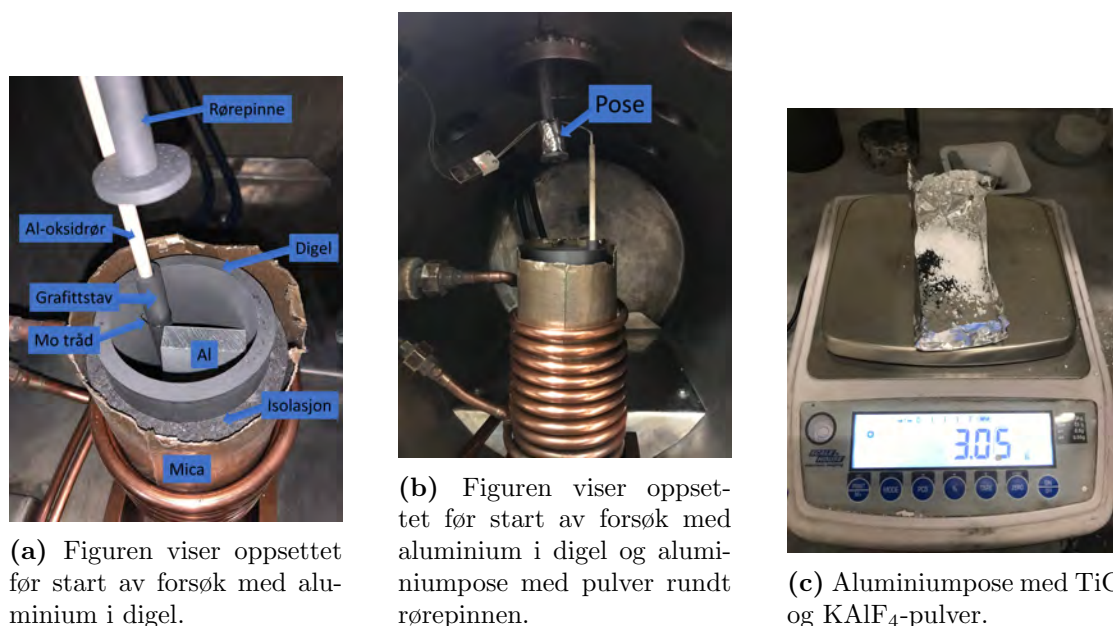
Figur 3.3.2: Figurene viser oppsettet for rørestaven som gikk gjennom vakuumlåsen, inn i ovnen og røreenden med og uten bornitrid.

Før hvert forsøk ble det sørget for at oppsettet var så identisk som mulig. Det generelle oppsettet, som er vist i Figur 3.3.3, besto av en digel laget av grafitt med et beskyttelseslag laget av Mica, et isolasjonsprodukt basert på silikatmineraler [57], rundt for å beskytte mot ovnens coil, et termoelement i et aluminiumoksidrør plassert i en grafittstav holdt på plass av en molybdentråd og en grafitt-rørepinne. For å fjerne eventuell fuktighet ble digelen tørket i samme varmeskap som TiC-pulveret i ett døgn før bruk.



Figur 3.3.3: Innvendig oppsett av blåovn før alle forsøk.

Aluminium ble plassert i digelen før hvert forsøk, som vist i Figur 3.3.4a. Forsøkene som inneholdt TiC og ZrB_2 med og uten KAlF_4 -pulver involverte også en aluminiumspose, laget av aluminiumsfolie, som ble festet rundt rørepinnen, som vist i Figur 3.3.4b. Denne posen inneholdt pulveret, samt argongass, som ble injisert før pulveret ble tilsatt. Det var viktig at posen, vist i Figur 3.3.4c, ikke inneholdt vanlig luft, da vannmolekyler i luft kunne reagere med KAlF_4 -pulveret og danne HF-gass ved høy temperatur. Målet med dette oppsettet var å tilføre pulveret samtidig med senkingen av grafitt-rørepinnen ned i smelten. Posen ble plassert over den flate delen av rørepinnen for å forhindre at aluminiumsfolien smeltet før den ble tilsatt i smelten.



Figur 3.3.4: Figurene viser startoppsettet før forsøk, aluminium posen med pulver og argonatmosfære og hvor den er plassert på rørepinnen, samt veid pulver.

Før aluminiumet ble oppvarmet og smeltet, måtte ovnen tømmes for luft og fylles med argonatmosfære. Dette ble oppnådd ved å først opprette et vakuum og deretter injisere argongass. Denne prosessen ble gjentatt tre ganger før hvert forsøk for å sikre en ren argonatmosfære inne i ovnen. Deretter ble ovnen satt på med en spenning på 1,5 V. Når metallet hadde nådd ønsket maksimumstemperatur, T_{maks} , ble ovnen slått av, og rørepinnen med pulver ble senket ned i digelen. Etter 90 sekunder med omrøring ble rørepinnen løftet ut av smelten, som nå besto av smeltet aluminium og pulver. Til slutt ble utstøpingen gjennomført i en innebygd vannkjølt kobberform. Det var avgjørende å opprettholde et stabilt trykk inne i ovnen både under oppvarming og avkjøling. Trykkområdet under alle forsøkene var på 1020 til 1030 mbar. Trykk under jordatmosfærisk trykk kunne føre til at gasser fra avtrekksrørene trengte inn i ovnen og forurenset prøvene. Etter at digelen hadde kjølt seg ned til omtrent 250 °C, ble prosessen med å lage vakuum og fylle med argongass gjentatt. Dette ble utført tre ganger før ovnen ble fylt med luft og ovnen til slutt kunne åpnes. Den utstøpte aluminiumen i støpeformen samt det gjenværende materialet i kolben ble fotografert og ivaretatt.

3.3.1 Acetonblanding

Til tre av forsøkene ble det laget en egen pulverblanding med aceton for å se om en annen blandingsmetode mellom TiC og KAlF_4 har innvirkning på sluttresultatet. Pulverblandingene ble laget på følgende måte: Ønsket mengde TiC og KAlF_4 ble veid opp og lagt i en glassbeholder. Det ble tilsatt 50 ml aceton til alle pulverblandinger for å løse opp pulverne. Blandingen ble utsatt for magnetisk røring i 30 min i et avtrekkskap før det tørket i avtrekkskapet over natten, som vist i Figur 3.3.5a. Neste dag ble pulveret knust i mindre flak ved bruk av en morter, vist i figur 3.3.5b, før det ble brukt i forsøkene.



(a) Oppsettet for pulverblanding med aceton.



(b) Knust pulver i morter.

Figur 3.3.5: Figurene viser oppsettet for lagning av og det endelige knuste aceton-TiC- KAlF_4 -pulveret som ble brukt i forsøk 6-8.

3.4 Karakterisering

Blåovns fastmonterte støpeform ble benyttet i eksperimentene viste seg å ikke være ideell for karakterisering av prøvene. Derfor måtte de støpte prøvene kuttes i mindre biter for videre testing. Av hensyn til helse og sikkerhet var det nødvendig å undersøke om prøvene med KAlF_4 reagerte med vann og dannet HF-gass. Før kappingen ble derfor disse prøvene utsatt for en surhetsmåling. Prosessen for surhetsmålingen var som følger: En liten bit på omtrent 10 gram ble kuttet fra prøven ved hjelp av en baufil, vist i Figur 3.4.1a. Deretter ble pH-verdien til vann målt ved bruk av pH-papir i et begerglass. Den kappede aluminiumsbiten ble deretter plassert i begerglasset og dekket med et lokk. Prøven sto i 5 minutter før pH-verdien i vannet ble målt på nytt med ferskt pH-papir. Denne prosessen ble gjentatt for alle

prøvene med KAlF_4 , og ble utført under en avtrekkskap. Figur 3.4.1b viser pH-papirene som ble brukt i surhetsmålingen sammen med resultatene av vanntesten. Grunnet ingen forsurening av målingene, ble det ikke dannet HF gass.



(a) Figuren viser bitene som ble testet med surhetstest.



(b) Figuren viser testet pH-papir på KAlF_4 - og vannprøve.

Figur 3.4.1: Figurene viser bitene som ble surhetstestet og pH-papiret som ble brukt.

Etter surhetsmålingen ble alle prøvene kuttet uten bruk av vann med finkuttemaskinen Struers Minitom, som er avbildet i Figur 3.4.2. Maskinen benytter en oljebasert kjølevæske for å minimere risikoen for etterherding av aluminiumsprøvene og for å unngå potensiell HF-gass dannelse.



Figur 3.4.2: Finkuttemaskin som ble brukt for å kappe ut mindre biter som skulle prepareres.

De ferdigkappede prøvene ble deretter innstøpt i epoxy og plassert i vakuummaskinen Struers Citovac. Epoxyblandingen ble utsatt for vakuum tre ganger i ett minutt for å fjerne eventuelle luftbobler før den ble helt over prøvene i former. Epoxyen hadde en herdetid på omtrent tolv timer før epoxydiskene kunne poleres.

Poleringen av prøvene ble utført ved bruk av SiC-papir med grovheter på 500, 800, 1200 og 2000. Poleringsmaskinen Struers Tegamin-30 ble benyttet med vann og et såpestykke som smøremiddel under bruk av SiC-papiret. Rotasjonshastigheten ble satt til 150 omdreininger per minutt. Alle prøvene ble preparert under avtrekk med HF-detektor og delt inn i 4 grupper. Gruppe 1: koil og prøve fra forsøk 1 med ren Al, Gruppe 2: Prøvene fra forsøk 2-5 med TiC og KAlF_4 , Gruppe 3: Prøvene fra forsøk 6-8 med Aceton pulverblanding og Gruppe 4: Prøvene fra forsøk 9-12 med ZrB_2 og KAlF_4 .

Prepareringen foregikk på følgende måte: Prøvene ble slipt gruppevis med 500-papir i to minutter med kraft på 5N per prøve. Etter endte to minutter ble prøvene vasket med såpe og vann før de ble skylt og tørket med etanol og hårføner. Det sam-

me ble deretter gjentatt ved bruk av 800 SiC-papir, dernest 1200 og til slutt 2000 papir. Etter pussing med SiC-papir begynte polering med 3 μ m og 1 μ m diamant suspensjon. Kraften som ble benyttet på hver prøve var på 10N og poleringstiden var på 3 min. Etter endte 3 minutt ble også her alle prøvene vasket med såpe og vann før de ble skylt med etanol og tørket med hårføner. Mellom hver gruppe ble nye SiC-papir benyttet for å unngå forurensning over på andre prøver og platene med diamantsuspensjon ble skrubbet grundig med såpe og vann. Lysmikroskop ble benyttet for å se om poleringen var god nok. Prøver som inneholdt flere riper etter polering ble pusset og polert igjen enten fra steget med 2000-papir eller 3 μ m diamantsuspensjon alt etter hvor dype ripene var. Etter flere runder med polering ble til slutt oksidpolering benyttet i 90 sekunder med en kraft på 15N. Prøvene ble vasket godt med vann og såpe før de ble skylt med etanol og tørket med hårføner.

Etter endt polering var prøvene klare for bildetaking og karakterisering i sveipelektronmikroskopi (SEM) og lysmikroskop (LOM). Prøvene ble først inspisert i LOM, deretter i SEM, før de til slutt ble anodisert og deretter undersøkt igjen i LOM.

Til anodiseringen av alle prøvene ble apparatet Struers TenuPol-5 benyttet. Prøvene ble i tur og orden utsatt for en spenning på 20 V og startstrøm på 1 A i 90 sekunder. Den polerte platen til prøven er i kontakt med en elektrolytt (Baker's reagent) under anodiseringen sekunder før grundig vasking med vann og såpe.

3.4.1 Bildetaking med SEM

SEM ble brukt for å ta bilder ved hjelp av sekundære elektroner (SE) og tilbake-spredte elektroner (BSE), samt for røntgenspektrumanalyse (EDS) av prøvene. SEM-apparatet Zeiss - Ultra 55 - FEG-SEM ble benyttet.

For å oppnå optimale bilder av aluminiumet ble elektronstrålens intensitet satt til 10 kV, og arbeidsavstanden ble justert til omtrent 10,0 mm. Skannetiden ved bildetaking, som bestemmer hvor lang tid det tar for elektronstrålen å dekke hele det angitte området, ble satt til 2 minutter. Dette ble gjort for å sikre høy nøyaktighet og oppløsning i bildene. SE bildene ble tatt med forstørrelser på 1000x og 2000x for å gi et variert og detaljert bilde av prøvene.

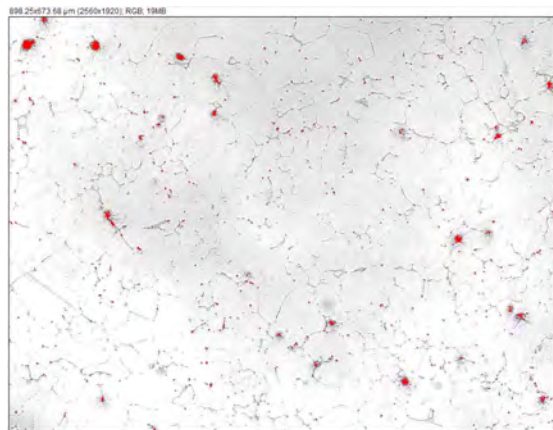
EDS ble utført på seks utvalgte prøver med metodene punkt- og områdsanalyse, linjeanalyse og kartleggingsanalyse. Prøvene som ble analysert var: Al850, TiC3, TiC3F3, TiC3F3A, Zr3 og Zr3F3. Dette ble gjort for å undersøke virkningen av, og partikkelfordelingen, etter tilsetningen av TiC, ZrB₂ og KAlF₄ pulver.

3.4.2 Bildetaking med LOM

LOM mikroskopet, Zeiss Axio Vert.A1 Inverted Light Microscope, ble benyttet for bildetaking av prøvene før og etter anodisering. For å sikre optimal bildekvalitet av de ikke-anodiserte aluminiumsprøvene, ble vanlig lys benyttet i kombinasjon med en to tredjedels åpen blendeåpning. Bildene som ble tatt, var i svart-hvitt med forstørrelser på 5-, 10- og 20 ganger. Når det gjaldt de anodiserte prøvene, ble polarisert lys og en sub-parallell λ -plate brukt. Bildene ble tatt med 5 og 10 ganger forstørrelse for å få oversiktlige bilder av kornstruktur.

3.5 Partikkeltelling

Programmet ImageJ ble benyttet til å telle antall sorte partikler i LOM bilder til de ulike forsøkene [58]. Det ble bestemt at programmet skulle kun telle de mørkeste partiklene/områdene som har et areal på $10 \mu\text{m}^2$ eller mer, for å unngå mindre porer, urenheter og korngrenser. Alle talte områder ble farget med rødt, vist i figur 3.5.1, ble lagret og verdier ble skrevet ned.



Figur 3.5.1: Figuren viser hvordan sorte partikler blir talt via ImageJ.

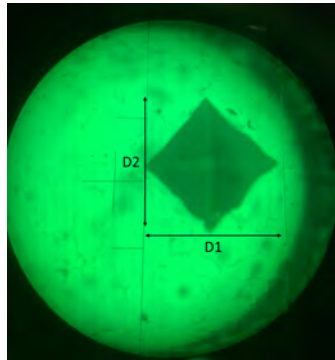
3.6 Hardhetsmåling

En Innovatest- Vickers hardhetstest maskin ble benyttet for å måle hardheten til de støpte prøvene. Det ble tatt 5 målinger av hver prøve med en vekt på 1 kg og

10 sek holdetid, vist i Figur 3.6.1a. Avtrykkets diagonaler ble målt, vist i Figur 3.6.1c, for å finne hardheten til prøvene. Hardhetsverdiene, lest av fra skjerm i Figur 3.6.1b, ble notert og vises i Tabell4.1.



(a) Oppsett av Vickerstest.



(b) Inntrykk i prøve.



(c) Databordet av Vickers-test.

Figur 3.6.1: Figurene viser oppsettet til Vickers hardhetstest, databordet med verdier og inntrykket i en prøve.

Kapittel 4

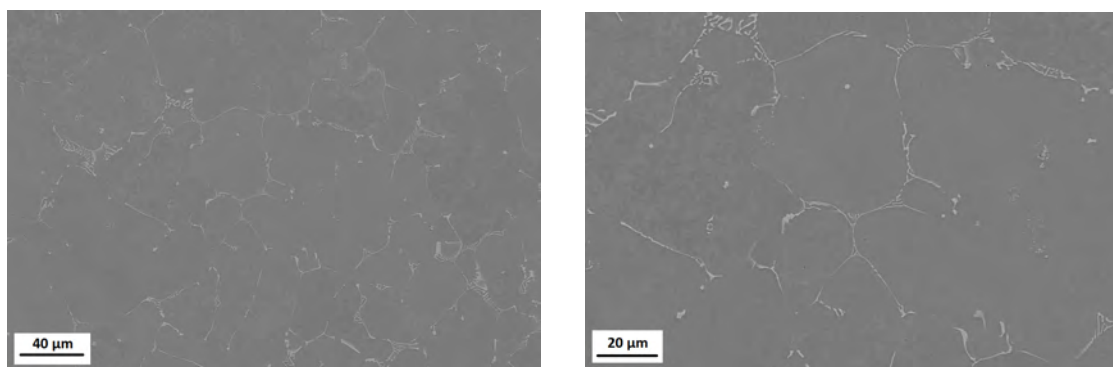
Resultater

I dette kapitlet presenteres resultatene som fremkommer fra eksperimentene beskrevet i Kapittel 3 om materiale og metode.

4.1 SEM

Forsøk 1

SEM bilder av Al850 som er utstøpt basematerial ved 850 °C, uten tilsats av TiC, ZrB₂ eller KAlF₄. Figur 4.1.1 viser SE bilder med 1000 og 2000 ganger forstørrelse.



(a) 1000x SE bilde.

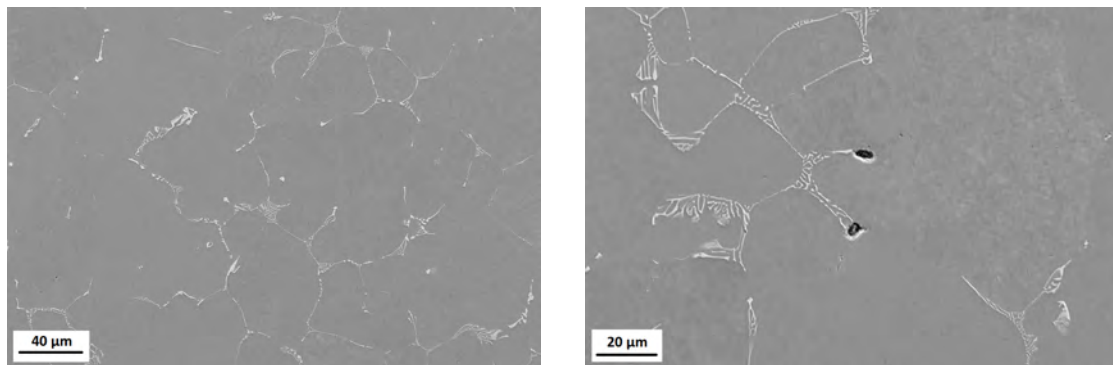
(b) 2000x SE bilde.

Figur 4.1.1: SEM bilder tatt med 1000 og 2000 ganger forstørrelse av prøven til Al850.

Det observeres i Figur 4.1.1a en lys intermetallisk fase i en mørkere matrise. Det samme gjelder for Figur 4.1.1b, hvor det kommer tydeligere frem noen lyse sirkulære områder med en diameter på 3-5 μm .

Forsøk 2

SEM bilder av TiC3 som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% TiC ved 850 °C. Figur 4.1.2 viser SE bilder med 1000 og 2000 ganger forstørrelse.



(a) 1000x SE bilde.

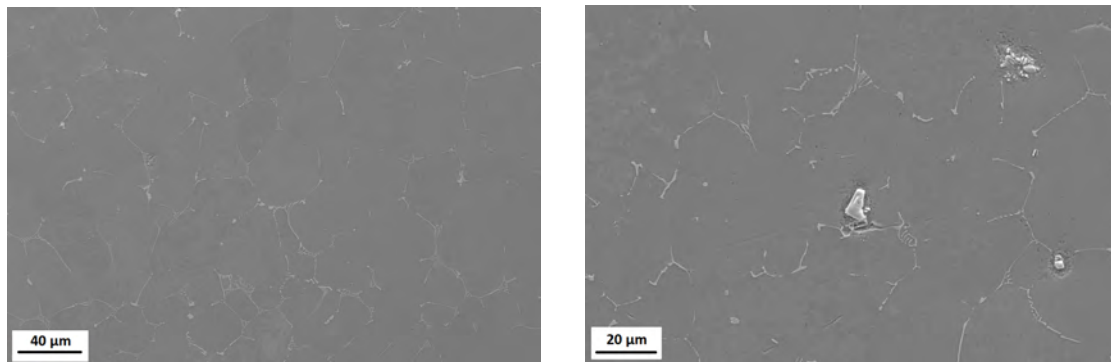
(b) 2000x SE bilde.

Figur 4.1.2: SEM bilder tatt med 1000 og 2000 ganger forstørrelse av prøven til TiC3.

Det registreres i Figur 4.1.2a en lys intermetallisk fase i en mørkere matrise. Det samme gjelder for Figur 4.1.2b, men her er det også to sorte områder med 8 μm diameter som ligger på den intermetalliske fasen langs korn grensene. Det vises også en lysere fase inne i de sorte områdene.

Forsøk 3

SEM bilder av TiC3F3 som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% TiC og 1 wt.% KAlF_4 ved 850 °C. Figur 4.1.3 viser SE bilder med 1000 og 2000 ganger forstørrelse.



(a) 1000x SE bilde.

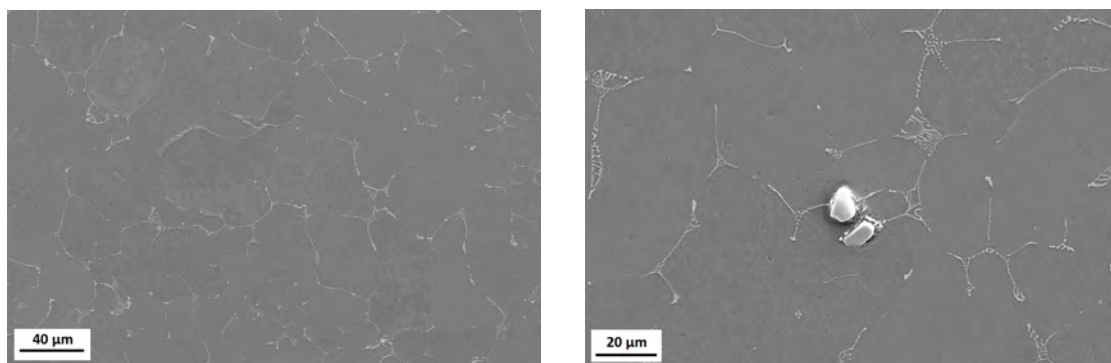
(b) 2000x SE bilde.

Figur 4.1.3: SEM bilder tatt med 1000 og 2000 ganger forstørrelse av prøven til TiC3F3.

I Figur 4.1.3a registreres en lys intermetallisk fase i en mørkere matrise. Det samme gjelder for Figur 4.1.3b, hvor det er enkelte partikler i den intermetalliske fasen og noen uregelmessigheter rett rundt det som oppfattes som en ansamling av flere lyse partikler. Partikkelstørrelsene varierer fra 3 til 6 μm.

Forsøk 4

SEM bilder av TiC6F3 som er utstøpt basematerial med tilsats av 2 wt.% TiC og 1 wt.% KAlF₄ ved 850 °C. Figur 4.1.4 viser SE bilder med 1000 og 2000 ganger forstørrelse.



(a) 1000x SE bilde.

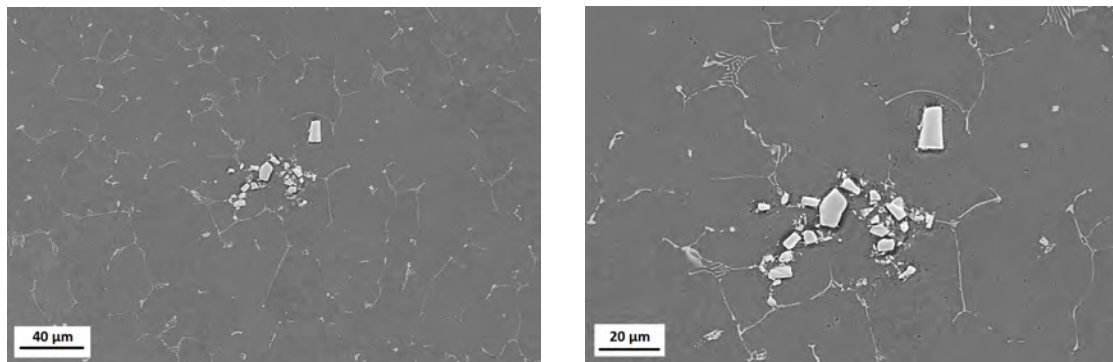
(b) 2000x SE bilde.

Figur 4.1.4: SEM bilder tatt med 1000 og 2000 ganger forstørrelse av prøven til TiC6F3.

Det observeres i Figur 4.1.4a en lys intermetallisk fase i en mørkere matrise. Det samme gjelder for Figur 4.1.3b, men her er det to store lyse partikler med en diameter på 8 μm på den intermetalliske fasen.

Forsøk 5

SEM bilder av TiC3F6 som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% TiC og 2 wt.% KAlF_4 ved 850 °C. Figur 4.1.5 viser SE bilder med 1000 og 2000 ganger forstørrelse.



(a) 1000x SE bilde.

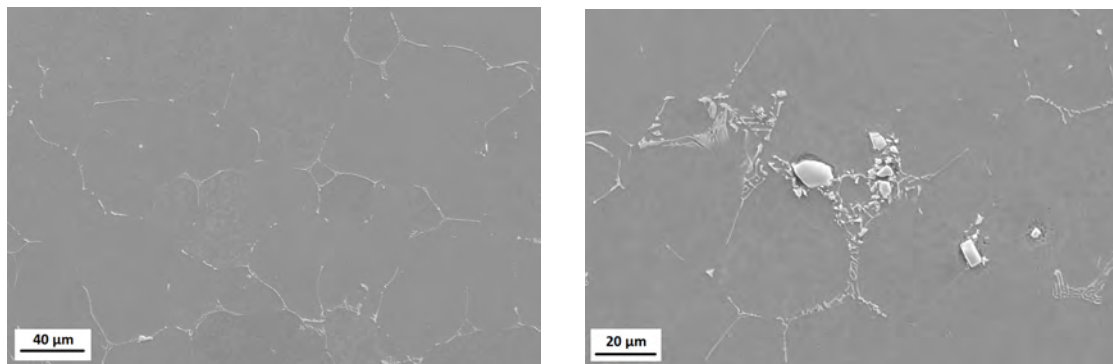
(b) 2000x SE bilde.

Figur 4.1.5: SEM bilder tatt med 1000 og 2000 ganger forstørrelse av prøven til TiC3F6.

Det vises i Figur 4.1.5a en lys intermetallisk fase i en mørkere matrise med en stor ansamling av flere lyse partikler i varierende størrelser på og ved de intermetalliske fasene. Det samme gjelder for Figur 4.1.5b hvor størrelsen på partiklene er fra 3 til 11 μm i diameter. Flere av partiklene har kvadratisk eller rektangulær form.

Forsøk 6

SEM bilder av TiC3F3A som er utstøpt basematerial med tilsats av acetonblanding med 1 wt.% TiC og 1 wt.% KAlF_4 ved 850 °C. Figur 4.1.6 viser SE bilder med 1000 og 2000 ganger forstørrelse.



(a) 1000x SE bilde.

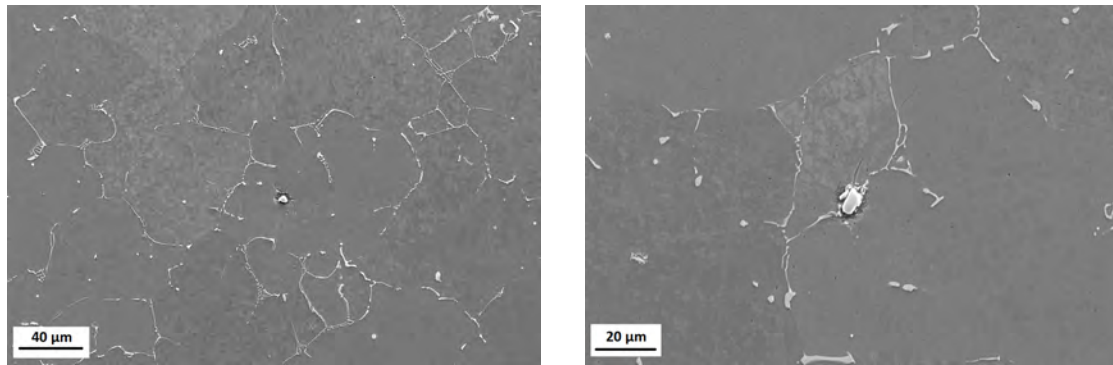
(b) 2000x SE bilde.

Figur 4.1.6: SEM bilder tatt med 1000 og 2000 ganger forstørrelse av prøven til TiC3F3A.

I Figur 4.1.6a ses en lys intermetallisk fase i en mørkere matrise. Det samme gjelder for Figur 4.1.6b, men her er det også en stor samling av lyse partikler med varierende størrelse ved den intermetalliske fasen. Partikkelstørrelsen varierer fra 3 til 11 μm . Det observeres også en kvaratisk partikkel som ser ut til å ikke ligge ved en intermetallisk fase langs korn grensene og har noe mørkere omgivelse rundt seg.

Forsøk 7

SEM bilder av TiC6F3A som er utstøpt basematerial med tilsats av acetonblanding med 2 wt.% TiC og 1 wt.% KAlF_4 ved 850 °C. Figur 4.1.7 viser SE bilder med 1000 og 2000 ganger forstørrelse.



(a) 1000x SE bilde.

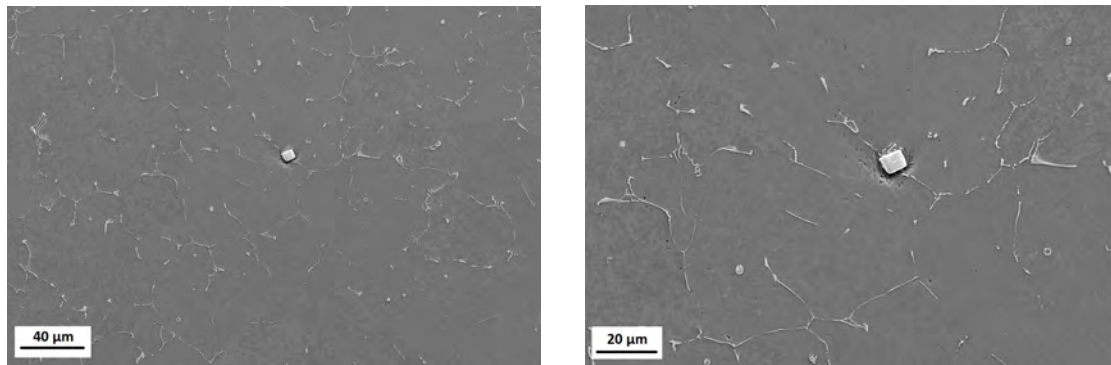
(b) 2000x SE bilde.

Figur 4.1.7: SEM bilder tatt med 1000 og 2000 ganger forstørrelse av prøven til TiC6F3A.

Fra Figur 4.1.7a registreres en lys intermetallisk fase i en mørkere matrise med en lys partikkel med mørke porer rundt seg. Det er ingen klar intermetallisk fase ved partikkelen med 8 μm diameter. Det samme gjelder for Figur 4.1.7b, bare her ligger den partikkelen på den intermetalliske fasen langs korn grensen med en diameter på 7 μm .

Forsøk 8

SEM bilder av TiC3F6A som er utstøpt basematerial med tilsats av acetonblanding med 1 wt.% TiC og 2 wt.% KAlF_4 ved 850 °C. Figur 4.1.8 viser SE bilder med 1000 og 2000 ganger forstørrelse.



(a) 1000x SE bilde.

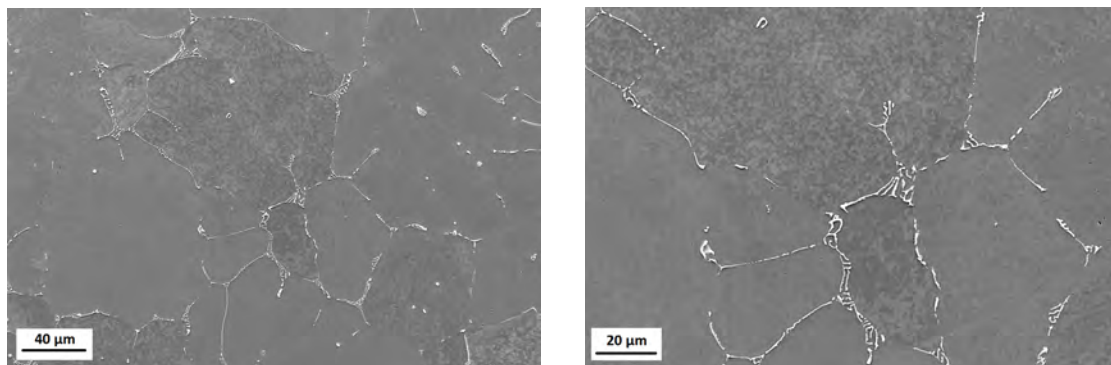
(b) 2000x SE bilde.

Figur 4.1.8: SEM bilder tatt med 1000 og 2000 ganger forstørrelse av prøven til TiC₃F₆A.

Det observeres i Figur 4.1.8a en lys intermetallisk fase i en mørkere matrise med en lys partikkel med mørke porer rundt seg. Denne partikkelen er veldig kvadratisk, med en lengde på 8 μm og ligger ved en intermetallisk fase. Det samme gjelder for Figur 4.1.8b som er et forstørret bilde av samme område som partikkelen befinner seg i. Her legger man tydeligere merke til de mørke porene rundt partikkelen.

Forsøk 9

SEM bilder av Zr₃ som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% ZrB₂ ved 850 °C. Figur 4.1.9 viser SE bilder med 1000 og 2000 ganger forstørrelse.



(a) 1000x SE bilde.

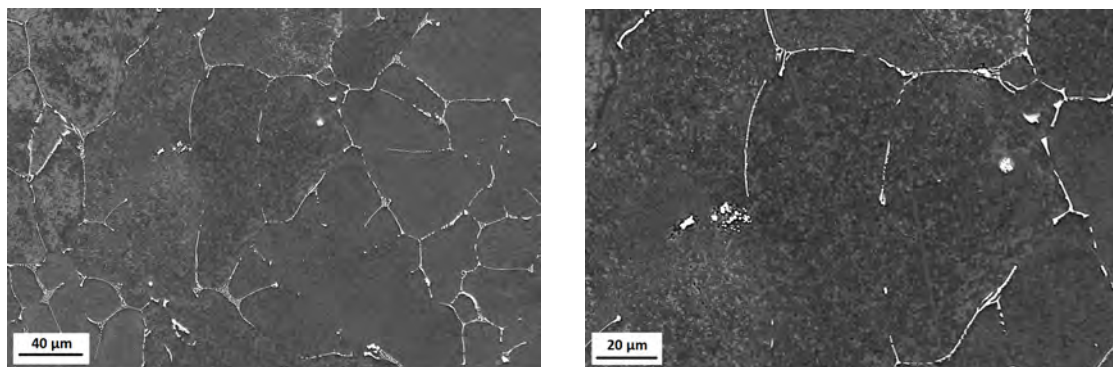
(b) 2000x SE bilde.

Figur 4.1.9: SEM bilder tatt med 1000 og 2000 ganger forstørrelse av prøven til Zr₃.

Det vises i Figur 4.1.9a en lys intermetallisk fase i en mørkere matrise med flere lyse sirkulære områder med en diameter på 3 μm . I Figur 4.1.9b er det kun intermetallisk fase i den mørke matrisen.

Forsøk 10

SEM bilder av Zr3F3 som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% ZrB_2 og 1 wt.% KAlF_4 ved 850 °C. Figur 4.1.10 viser SE bilder med 1000 og 2000 ganger forstørrelse.



(a) 1000x SE bilde.

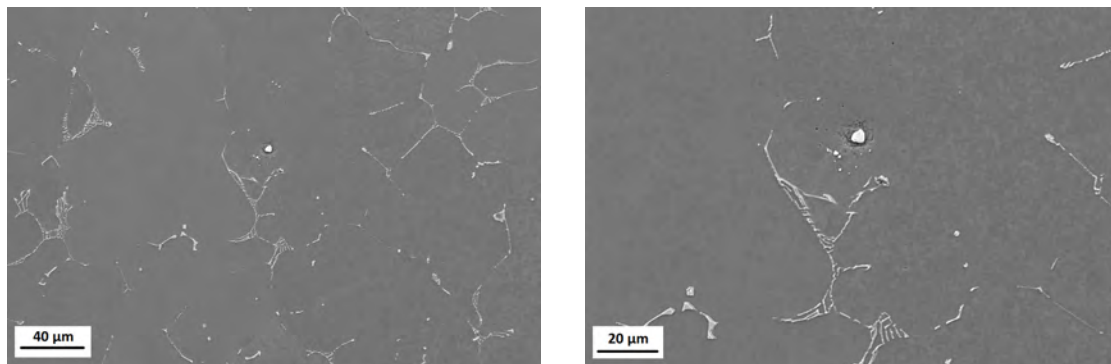
(b) 2000x SE bilde.

Figur 4.1.10: SEM bilder tatt med 1000 og 2000 ganger forstørrelse av prøven til Zr3F3 .

I Figur 4.1.10a registreres en lys intermetallisk fase i en mørkere matrise. Det samme gjelder for Figur 4.1.10b, men her er det enda mer tydelig en liten samling av lyse partikler med noe varierende størrelse nært den intermetalliske fasen. Partikkelstørrelsen varierer fra 2 til 4 μm i diameter.

Forsøk 11

SEM bilder av Zr6F3 som er utstøpt basematerial med tilsats av 2 wt.% ZrB_2 og 1 wt.% KAlF_4 ved 850 °C. Figur 4.1.11 viser SE bilder med 1000 og 2000 ganger forstørrelse.



(a) 1000x SE bilde.

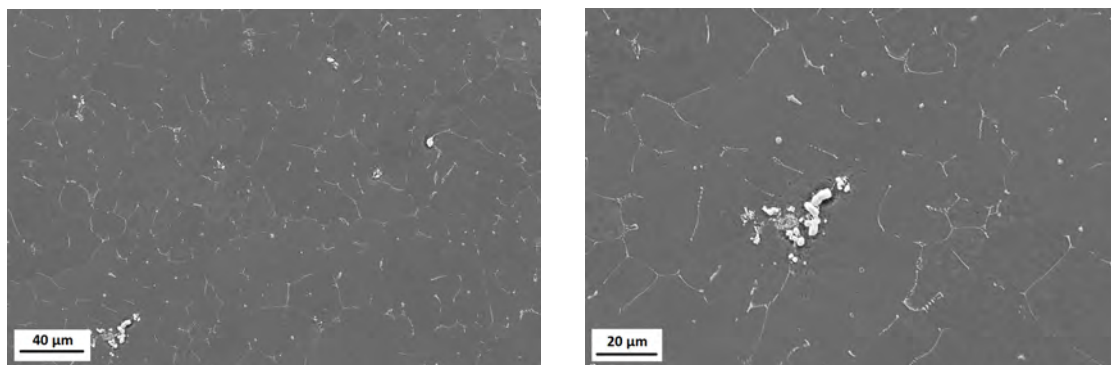
(b) 2000x SE bilde.

Figur 4.1.11: SEM bilder tatt med 1000 og 2000 ganger forstørrelse av prøven til Zr6F3.

Det observeres i Figur 4.1.11a en lys intermetallisk fase i en mørkere matrise med en partikkel på 5 μm diameter, ikke i en intermetallisk fase. Figur 4.1.11b som er et forstørret bilde av partikkelen, viser at det er noen få partikler på rundt 1 μm rett ved hovedpartikkelen.

Forsøk 12

SEM bilder av Zr3F6 som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% ZrB₂ og 2 wt.% KAlF₄ ved 850 °C. Figur 4.1.12 viser SE bilder med 1000 og 2000 ganger forstørrelse.



(a) 1000x SE bilde.

(b) 2000x SE bilde.

Figur 4.1.12: SEM bilder tatt med 1000 og 2000 ganger forstørrelse av prøven til Zr3F6.

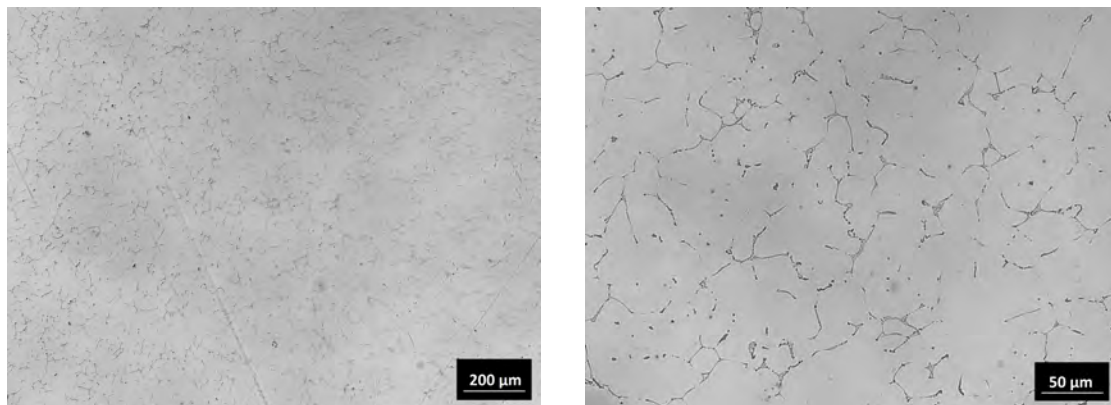
I Figur 4.1.12a ses en lys intermetallisk fase i en mørkere matrise. Det er flere enkeltstående og en stor ansamling av partikler ved de intermetalliske fasene. Det samme gjelder for Figur 4.1.12b, som er et forstørret bilde av den store ansamlingen av partikler. Partikkelstørrelsen varierer fra 2 til 5 μm i diameter.

4.2 LOM

Etter gjennomgang av alle bilder som ble tatt med dette lysmikroskopet blir det observert en trend hvor fargenyansen i bildene endrer seg. Med dette menes at det blir sett en skyggelegging som kan komme fra fettete linse. Er nemlig de samme områdene på alle bilder som er enten mørkere eller lysere, og ikke områder på prøven. Dette gjelder for alle bildene som er tatt i LOM.

Forsøk 1

LOM bilder av Al850 som er utstøpt basematerial ved 850 °C, uten tilsats av TiC, ZrB₂ og KAlF₄. Figur 4.2.1 viser bilder med 5 og 20 ganger forstørrelse med sorthvitt filter.



(a) 5x sorthvittbilde.

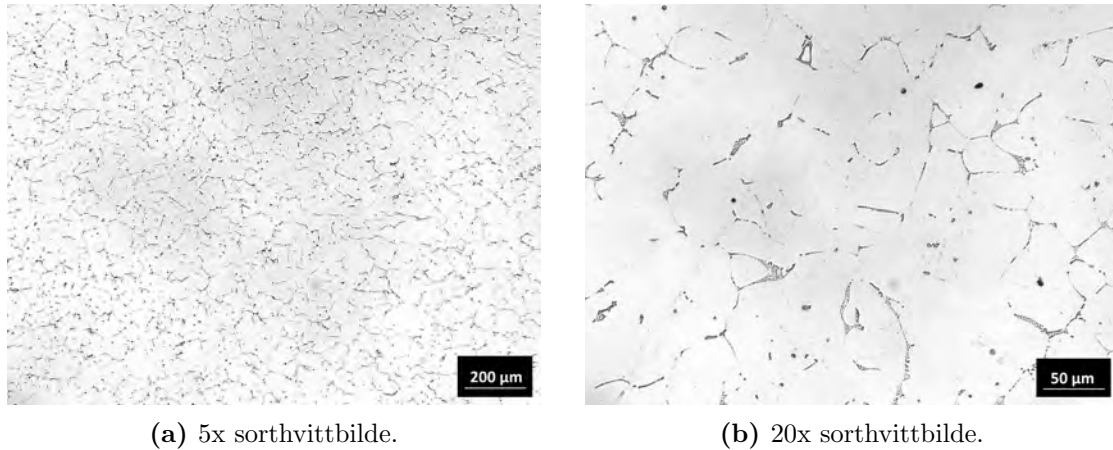
(b) 20x sorthvittbilde.

Figur 4.2.1: LOM bilder tatt med 5 og 20 ganger forstørrelse av prøven til Al850.

I Figur 4.2.1a ses det mørke intermetalliske faser i en lys matrise. Det samme registreres i Figur 4.2.1b.

Forsøk 2

LOM bilder av TiC3 som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% TiC ved 850 °C. Figur 4.2.2 viser bilder med 5 og 20 ganger forstørrelse med sorthvitt filter.

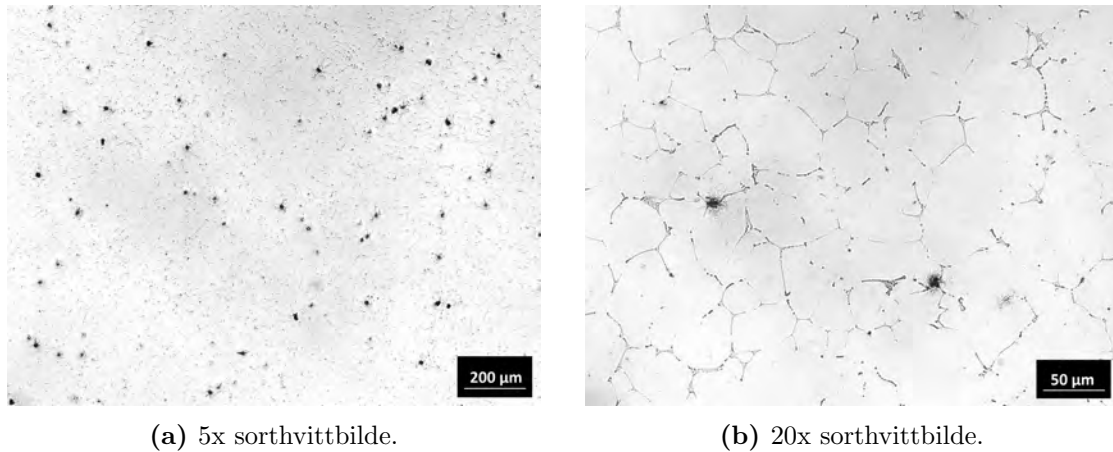


Figur 4.2.2: LOM bilder tatt med 5 og 20 ganger forstørrelse av prøven til TiC3.

I Figur 4.2.2a observeres de grå intermetalliske fasene i en lys matrise, sammen med noen mindre sirkulære helt sorte områder. Det samme blir sett i Figur 4.2.2b og de sorte områdene har en diameter på 5 μm. De sorte områdene ser ut til å være noe tilfeldig plassert, hvor noen er inne i den lyse matrisen, mens andre er ved den grå intermetalliske fasen.

Forsøk 3

LOM bilder av TiC3F3 som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% TiC og 1 wt.% KAlF₄ ved 850 °C. Figur 4.2.3 viser bilder med 5 og 20 ganger forstørrelse med sorthvitt filter.

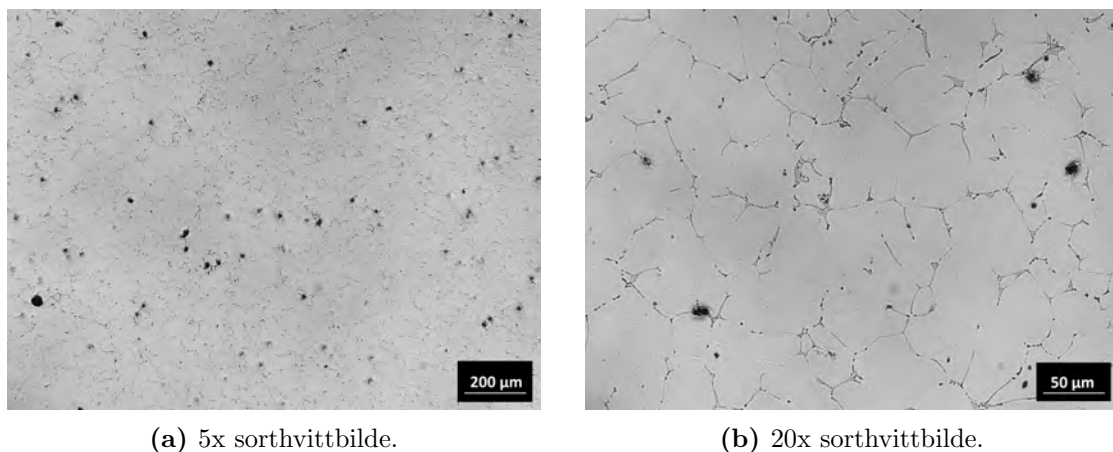


Figur 4.2.3: LOM bilder tatt med 5 og 20 ganger forstørrelse av prøven til TiC3F3.

I Figur 4.2.3a er det mange sorte prikker over hele prøven. En stor økning i antall sorte prikker i forholdt til Figur 4.2.2. Fra Figur 4.2.3b blir det registrert en grå skygge rundt prikkene med riper inn mot senteret. De sorte prikkene har en målt diameter på 5 μm og befinner seg ved den grå intermetalliske fasen.

Forsøk 4

LOM bilder av TiC6F3 som er utstøpt basematerial med tilsats av 2 wt.% TiC og 1 wt.% KAlF_4 ved 850 °C. Figur 4.2.4 viser bilder med 5 og 20 ganger forstørrelse med sorthvitt filter.

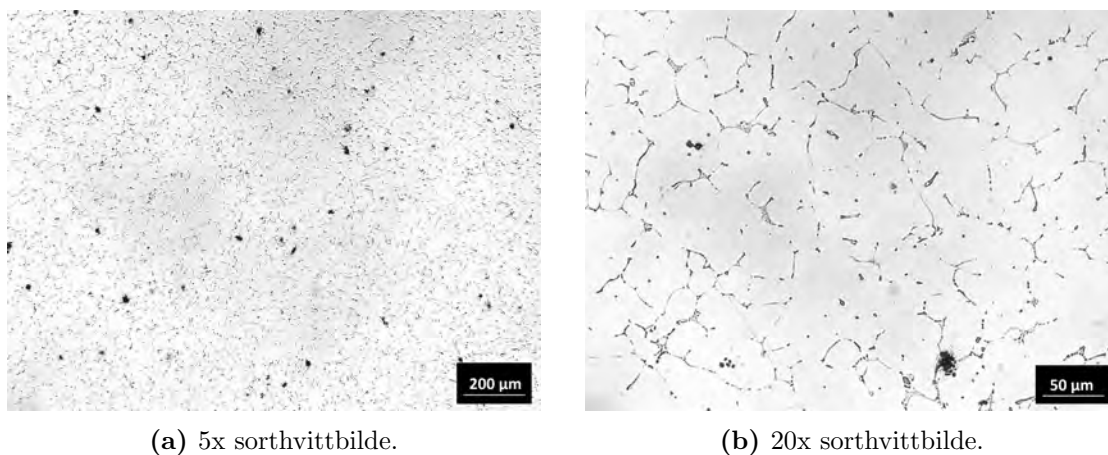


Figur 4.2.4: LOM bilder tatt med 5 og 20 ganger forstørrelse av prøven til TiC6F3.

På Figur 4.2.4a observeres det flere sorte områder rundt på prøven med noe varierende størrelse. I Figur 4.2.4b ses de samme ripene og skyggene rundt de sorte områdene som i Figur 4.2.3. De sorte områdene er ved de grå intermetalliske fasene og har en størrelse på 4-12 μm i diameter.

Forsøk 5

LOM bilder av TiC3F6 som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% TiC og 2 wt.% KAlF₄ ved 850 °C. Figur 4.2.5 viser bilder med 5 og 20 ganger forstørrelse med sorthvitt filter.

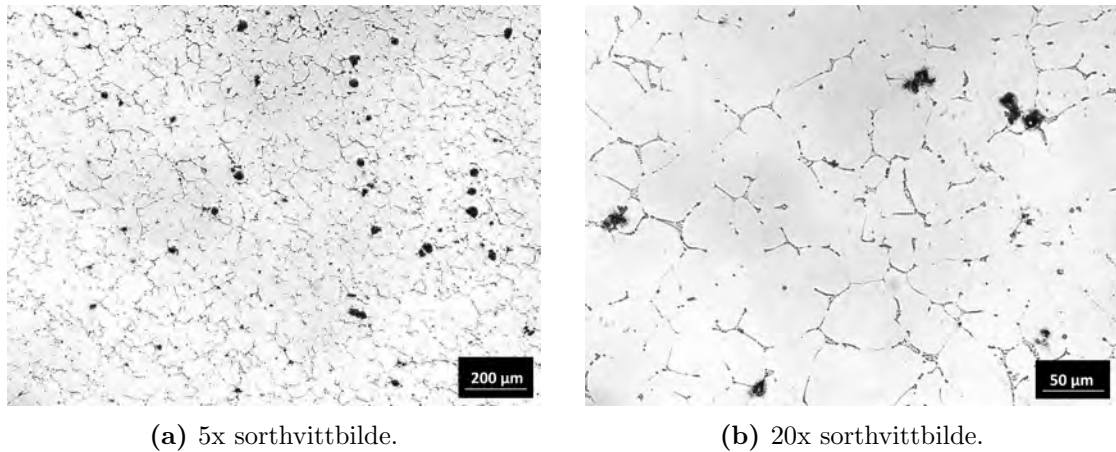


Figur 4.2.5: LOM bilder tatt med 5 og 20 ganger forstørrelse av prøven til TiC3F6.

På Figur 4.2.5a registreres det mange sorte områder rundt på prøven med noe varierende størrelse. I Figur 4.2.5b vises de samme ripene og skyggene rundt de sorte områdene som i Figur 4.2.3, men her er det tydelig at flere prikker går sammen og lager et større sort område. De største sorte områdene blir målt til å ha en størrelse på 16 μm i diameter.

Forsøk 6

LOM bilder av TiC3F3A som er utstøpt basematerial med tilsats av acetonblanding med 1 wt.% TiC og 1 wt.% KAlF₄ ved 850 °C. Figur 4.2.6 viser bilder med 5 og 20 ganger forstørrelse med sorthvitt filter.

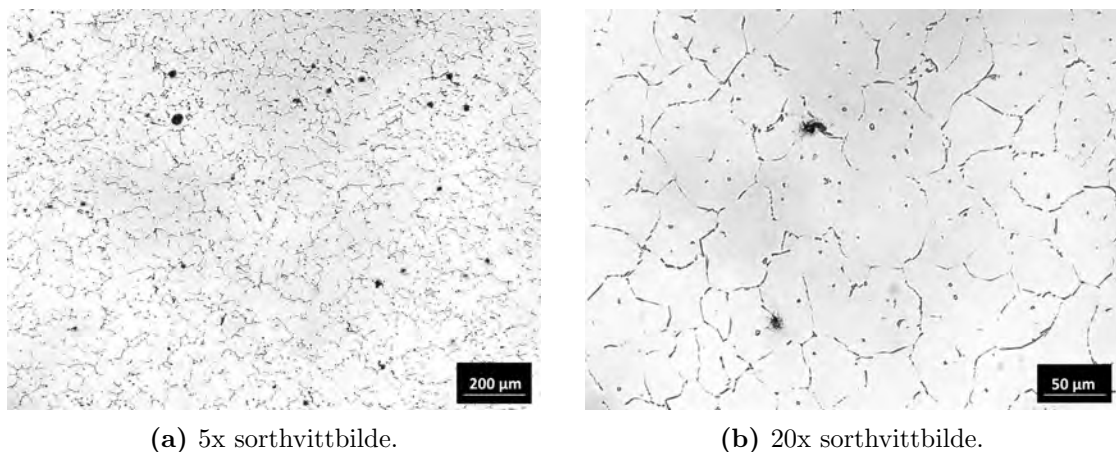


Figur 4.2.6: LOM bilder tatt med 5 og 20 ganger forstørrelse av prøven til TiC3F3A.

I Figur 4.2.6a ses det flere store sorte områder rundt på prøven. Den samme tendensen av at de sorte områdene klynger seg slik som i Figur 4.2.6 blir observert her. Fra Figur 4.2.6b kommer det helt tydelig frem at de sorte prikkene ligger svært nærme hverandre på de grå intermetalliske fasene og lager større sorte områder.

Forsøk 7

LOM bilder av TiC6F3A som er utstøpt basematerial med tilsats av acetonblending med 2 wt.% TiC og 1 wt.% KAlF₄ ved 850 °C. Figur 4.2.7 viser bilder med 5 og 20 ganger forstørrelse med sorthvitt filter.

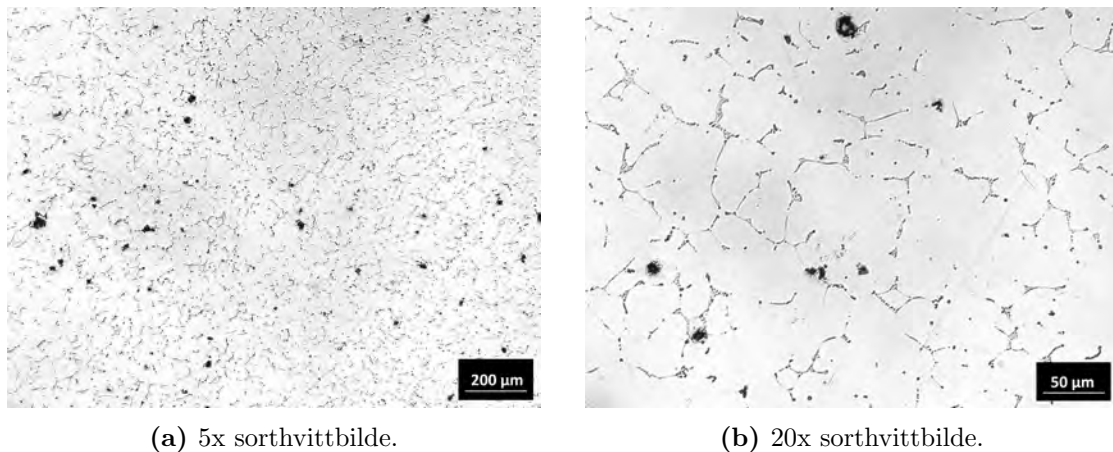


Figur 4.2.7: LOM bilder tatt med 5 og 20 ganger forstørrelse av prøven til TiC6F3A.

I Figur 4.2.7a registreres det sorte områder i varierende størrelse rundt på prøven. Det observeres noe færre, store, sorte områder her enn i prøve TiC3F3A som vist i Figur 4.2.6a. Figur 4.2.7b viser at de sorte områdene tydelig ligger på de grå intermetalliske fasene og har en størrelse på rundt 10 μm .

Forsøk 8

LOM bilder av TiC3F6A som er utstøpt basematerial med tilsats av acetonblending med 1 wt.% TiC og 2 wt.% KAlF_4 ved 850 °C. Figur 4.2.8 viser bilder med 5 og 20 ganger forstørrelse med sorthvitt filter.

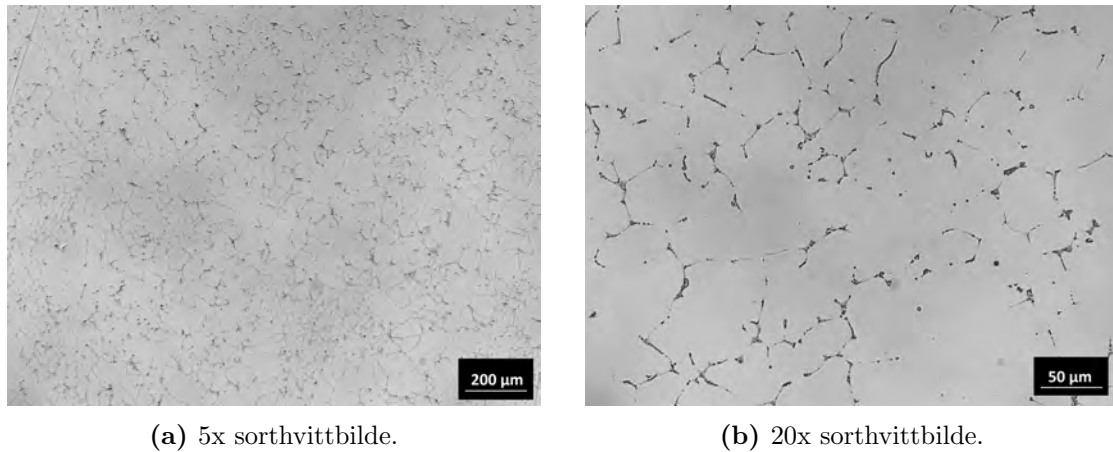


Figur 4.2.8: LOM bilder tatt med 5 og 20 ganger forstørrelse av prøven til TiC3F6A.

Fra Figur 4.2.8a observeres det flere sorte områder rundt om på prøven. Det samme ses i Figur 4.2.8b, hvor det største området har et lysere området i sentrum som ser ut som en partikkel.

Forsøk 9

LOM bilder av Zr3 som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% ZrB_2 ved 850 °C. Figur 4.2.9 viser bilder med 5 og 20 ganger forstørrelse med sorthvitt filter.

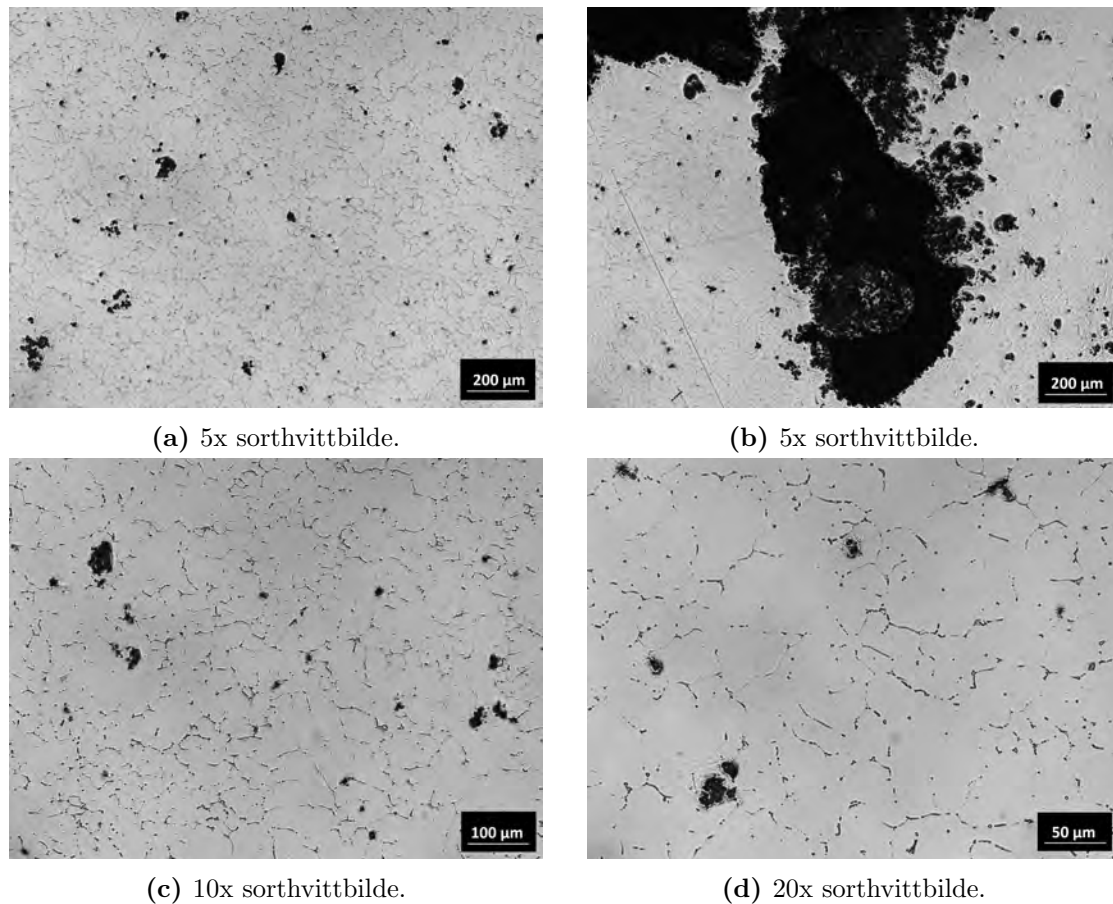


Figur 4.2.9: LOM bilder tatt med 5 og 20 ganger forstørrelse av prøven til Zr3.

I Figur 4.2.9a registreres det svært få mindre sorte prikker rundt om på prøven. Fra Figur 4.2.9b legges det merke til at prøven er svært lik Al850, vist i Figur 4.2.1, med tanke på ingen sorte partikler.

Forsøk 10

LOM bilder av Zr3F3 som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% ZrB₂ og 1 wt.% KAlF₄ ved 850 °C. Bilder med 5, 10 og 20 ganger forstørrelse med sorthvitt filter er illustrert i Figur 4.2.10.

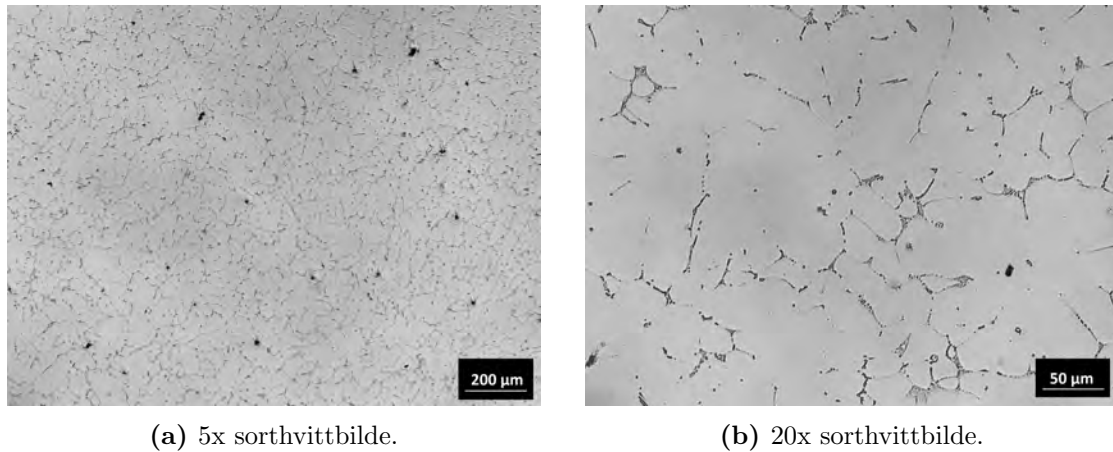


Figur 4.2.10: LOM bilder tatt med 5, 10 og 20 ganger forstørrelse av prøven til Zr₃F₃.

I Figur 4.2.10a er det flere sorte områder i ulike størrelser rundt på prøven. Figur ?? viser en liten del av et stort mørkt område som var inne i prøven. Rundt det store området er det mer riper og flere sorte områder. Observasjoner fra Figur 4.2.10c og 4.2.10d viser både enkeltstående sorte områder, men også større grupperinger ved de intermetalliske fasene.

Forsøk 11

LOM bilder av Zr₆F₃ som er utstøpt basematerial med tilsats av 2 wt.% ZrB₂ og 1 wt.% KAlF₄ ved 850 °C. Figur 4.2.11 viser bilder med 5 og 20 ganger forstørrelse med sorthvitt filter.

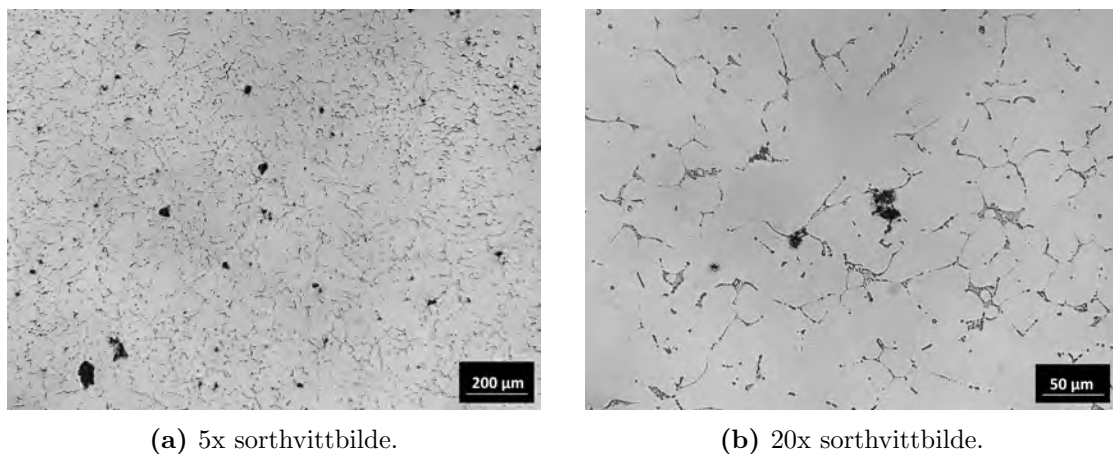


Figur 4.2.11: LOM bilder tatt med 5 og 20 ganger forstørrelse av prøven til Zr6F3.

Fra Figur 4.2.11a registreres det færre sorte områder rundt på prøven enn prøven Zr3F3 vist i Figur 4.2.10. I Figur 4.2.11b blir det observert at ikke alle de sorte områdene befinner seg ved intermetallisk fase.

Forsøk 12

LOM bilder av Zr3F6 som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% ZrB₂ og 2 wt.% KAlF₄ ved 850 °C. Figur 4.2.12 viser bilder med 5 og 20 ganger forstørrelse med sorthvitt filter.



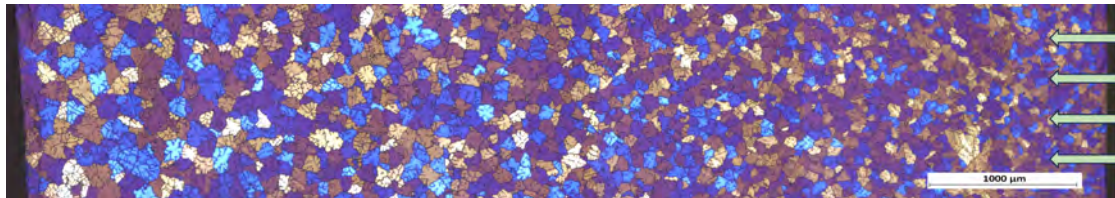
Figur 4.2.12: LOM bilder tatt med 5 og 20 ganger forstørrelse av prøven til Zr3F6.

I Figur 4.2.12a er det flere sorte områder rundt på prøven med store forskjeller i størrelse. Størrelsen varierer fra 5 til 50 μm . I Figur 4.2.12b observeres det at de største sorte områdene er flere mindre sorte områder samlet på et lite område. Disse områdene er lokalisert ved de intermetalliske fasene.

4.3 Anodisert LOM

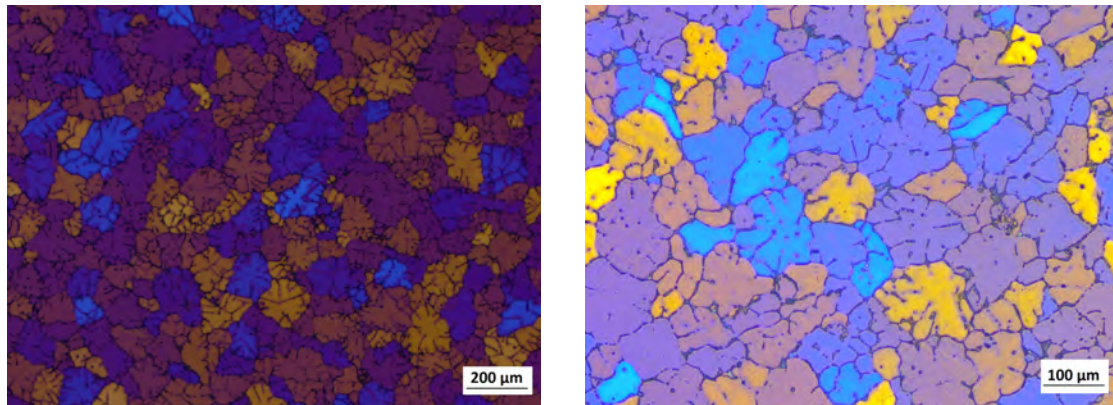
Forsøk 1

Anodiserte LOM bilder av Al850, som er utstøpt basematerial ved 850 °C, uten tilsats av TiC, ZrB₂ og KAlF₄. Figur 4.3.1 er et oversiktsbilde av prøvens tykkelse og Figur 4.3.2 viser bilder med 5 og 10 ganger forstørrelse med λ -plate.



Figur 4.3.1: Oversiktsbilde av anodisert Al850. De grønne pilene indikerer størkningsretning.

I Figur 4.3.1 er det stor størrelsesforskjell på korn alt etter hvor dypt inn i prøven. Størkningsretningen for prøven følger de grønne pilene og går fra høyre mot venstre, altså små korn til større korn. De største kornene har en diameter i overkant av 150 μm , mens de små kornene er i underkant av 100 μm .



(a) 5x anodisert bilde.

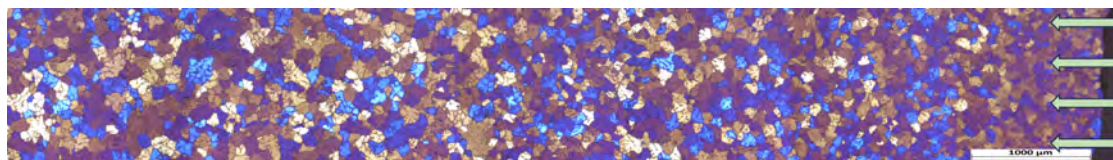
(b) 10x anodisert bilde.

Figur 4.3.2: Anodisert prøve fra Al850 i 5x og 10x forstørrelse.

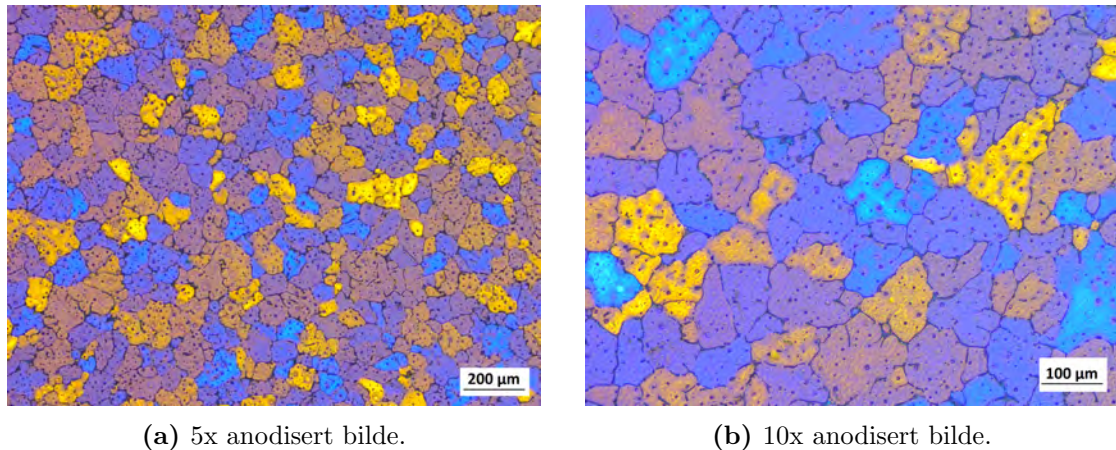
I Figur 4.3.2a og 4.3.2b vises det korn med dendritisk og likeakset struktur. Den gjennomsnittlige kornstørrelsen varierer alt etter hvor dypt inn i prøven bildene ble tatt, men vil ta utgangspunkt i en kornstørrelse på ca. 150 μm for å unngå området der prøven har blitt hurtigkjølt, hvor avkjølingshastigheten har mye å si.

Forsøk 2

Anodiserte LOM bilder av TiC3, som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% TiC ved 850 °C. Figur 4.3.3 er et oversiktsbilde av prøvens tykkelse og Figur 4.3.4 viser bilder med 5 og 10 ganger forstørrelse med λ -plate.

**Figur 4.3.3:** Oversiktsbilde av anodisert TiC3. De grønne pilene indikerer størkningsretning.

I Figur 4.3.3 er det også observert en gradvis størrelsesforskjell på korn alt etter hvor dypt inn i prøven bildene ble tatt. Størkningsretningen for prøven følger de grønne pilene og går fra høyre mot venstre, altså fra små korn på høyre side til større korn på venstre side. De største kornene har en diameter i overkant av 150 μm , mens de små kornene er i underkant av 100 μm .



(a) 5x anodisert bilde.

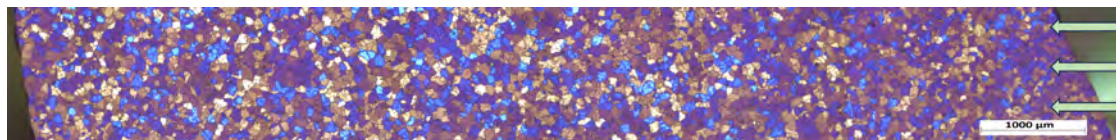
(b) 10x anodisert bilde.

Figur 4.3.4: Anodisert prøve fra TiC3 i 5x og 10x forstørrelse.

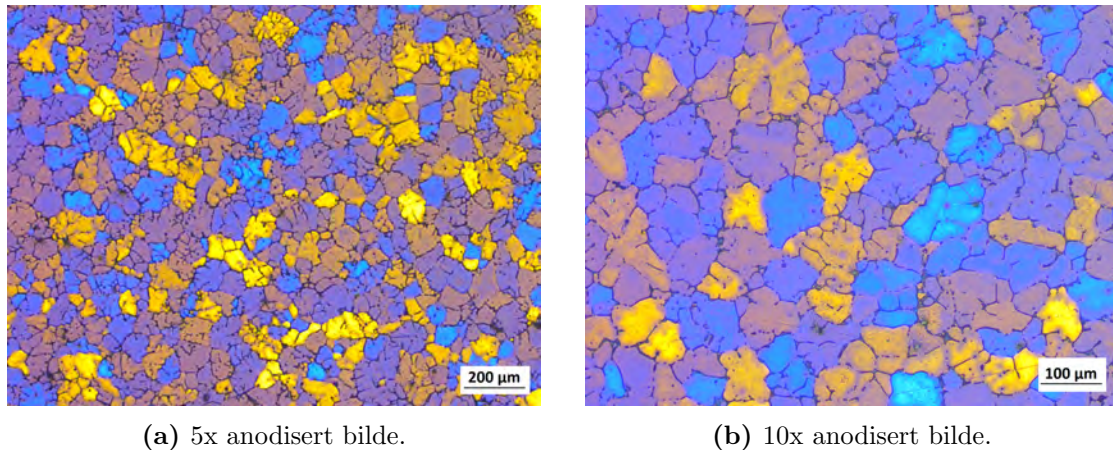
I Figur 4.3.4a og 4.3.4b registreres det korn med likeakset struktur. Den gjennomsnittlige kornstørrelsen er på rundt 150 μm .

Forsøk 3

Anodiserte LOM bilder av TiC3F3, som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% TiC og 1 wt.% KAlF_4 ved 850 °C. Figur 4.3.5 er et oversiktsbilde av prøvens tykkelse og Figur 4.3.6 viser bilder med 5 og 10 ganger forstørrelse med λ -plate.

**Figur 4.3.5:** Oversiktsbilde av anodisert TiC3F3. De grønne pilene indikerer størkningsretning.

I Figur 4.3.5 er det registrert jevn kornstørrelse gjennom hele prøven. Størkningsretningen for prøven følger de grønne pilene og går fra høyre mot venstre. Legg merke til at de ytterste 500 μm ved størkningsoverflaten er mye mindre enn resten av prøven.



(a) 5x anodisert bilde.

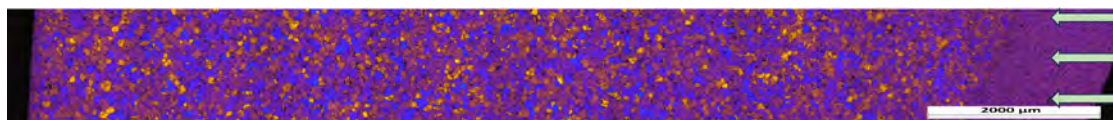
(b) 10x anodisert bilde.

Figur 4.3.6: Anodisert prøve fra TiC3F3 i 5x og 10x forstørrelse.

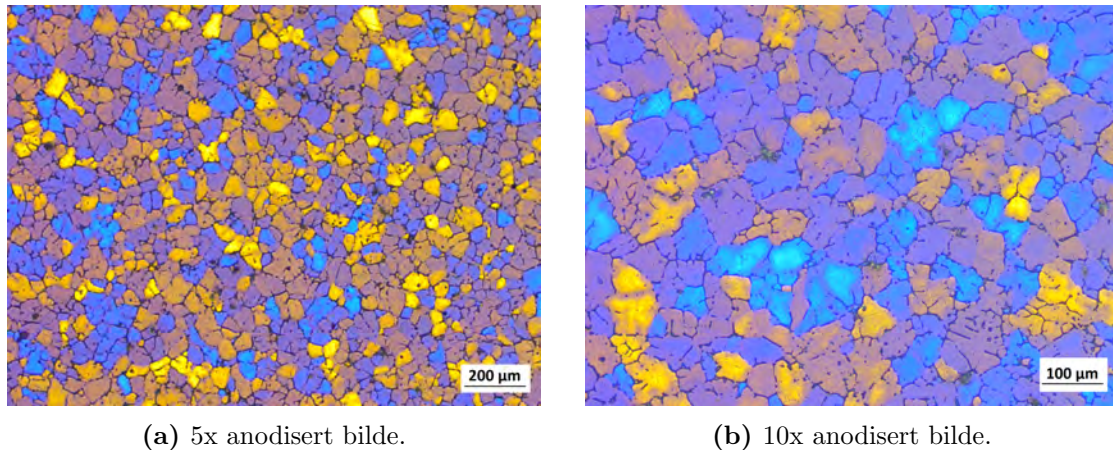
I Figur 4.3.6a og 4.3.6b ses det korn med dendritisk og likeakset struktur. Den gjennomsnittlige kornstørrelsen er i overkant av 100 μm . Det er flere sorte områder langs korn grensene gjennom hele prøven.

Forsøk 4

Anodiserte LOM bilder av TiC6F3, som er utstøpt basematerial med tilsats av 2 wt.% TiC og 1 wt.% KAlF_4 ved 850 $^{\circ}\text{C}$. Figur 4.3.7 er et oversiktsbilde av prøvens tykkelse og Figur 4.3.8 viser bilder med 5 og 10 ganger forstørrelse med λ -plate.

**Figur 4.3.7:** Oversiktsbilde av anodisert TiC6F3. De grønne pilene indikerer størkningsretning.

I Figur 4.3.7 er det observert jevn kornstørrelse gjennom hele prøven. Størkningsretningen for prøven følger de grønne pilene og går fra høyre mot venstre. Legg merke til at de ytterste 1000 μm ved størkningsoverflaten ikke er anodisert.



(a) 5x anodisert bilde.

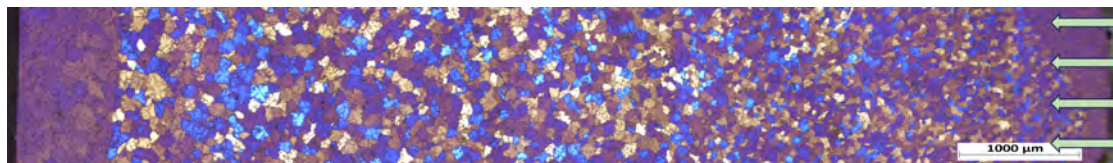
(b) 10x anodisert bilde.

Figur 4.3.8: Anodisert prøve fra TiC6F3 i 5x og 10x forstørrelse.

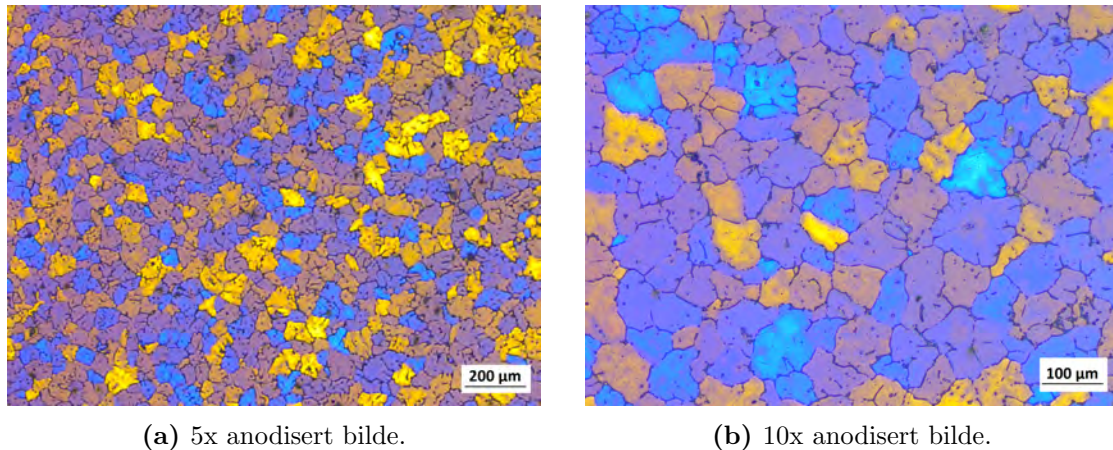
Fra Figur 4.3.8a og 4.3.8b registreres det korn med dendritisk og likeakset struktur. Den gjennomsnittlige kornstørrelsen er i underkant av 100 μm . Det er flere sorte områder langs korn grensene gjennom hele prøven.

Forsøk 5

Anodiserte LOM bilder av TiC3F6, som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% TiC og 2 wt.% KAlF_4 ved 850 $^{\circ}\text{C}$. Figur 4.3.1 er et oversiktsbilde av prøvens tykkelse og Figur 4.3.10 viser bilder med 5 og 10 ganger forstørrelse med λ -plate.

**Figur 4.3.9:** Oversiktsbilde av anodisert TiC3F6. De grønne pilene indikerer størkningsretning.

I Figur 4.3.7 er det observert en jevn økning i kornstørrelse fra høyre mot venstre. Størkningsretningen for prøven følger de grønne pilene og går fra høyre mot venstre. Legg merke til at de ytterste 500 - 1000 μm av prøven ikke er anodisert.



(a) 5x anodisert bilde.

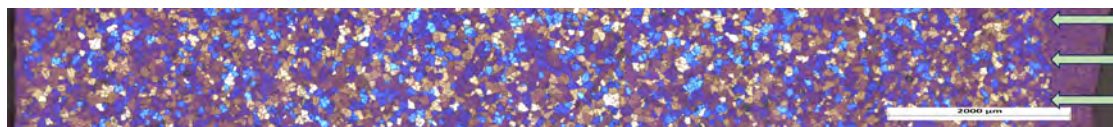
(b) 10x anodisert bilde.

Figur 4.3.10: Anodisert prøve fra TiC3F6 i 5x og 10x forstørrelse.

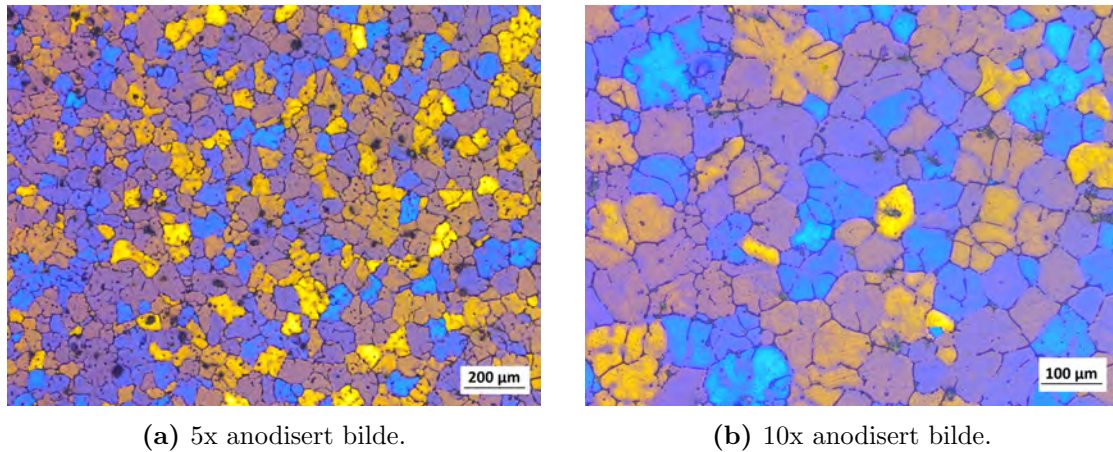
I Figur 4.3.10a og 4.3.10b vises det korn med dendritisk og likeakset struktur. Kornstørrelsen varierer fra nærmere 50 μm nærmest størkningsflaten til overkant at 150 μm lengst bort. Det er flere sorte områder langs korn grensene gjennom hele prøven.

Forsøk 6

Anodiserte LOM bilder av TiC3F3A, som er utstøpt basematerial med tilsats av acetonblanding med 1 wt.% TiC og 1 wt.% KAlF_4 ved 850 $^\circ\text{C}$. Figur 4.3.1 viser et oversiktsbilde av prøvens tykkelse og Figur 4.3.12 viser bilder med 5 og 10 ganger forstørrelse med λ -plate.

**Figur 4.3.11:** Oversiktsbilde av anodisert TiC3F3A. De grønne pilene indikerer størkningsretning.

Figur 4.3.11 har jevn kornstørrelse gjennom hele prøven. Størkningsretningen for prøven følger de grønne pilene og går fra høyre mot venstre. Legg merke til at de ytterste 100 μm ved størkningsoverflaten ikke er anodisert.



(a) 5x anodisert bilde.

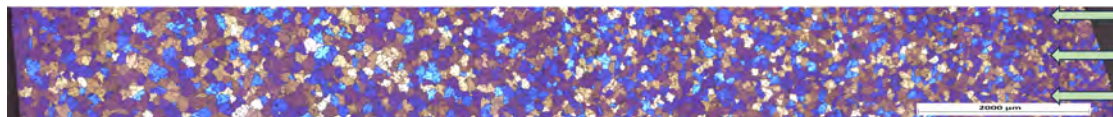
(b) 10x anodisert bilde.

Figur 4.3.12: Anodisert prøve fra TiC3F3A i 5x og 10x forstørrelse.

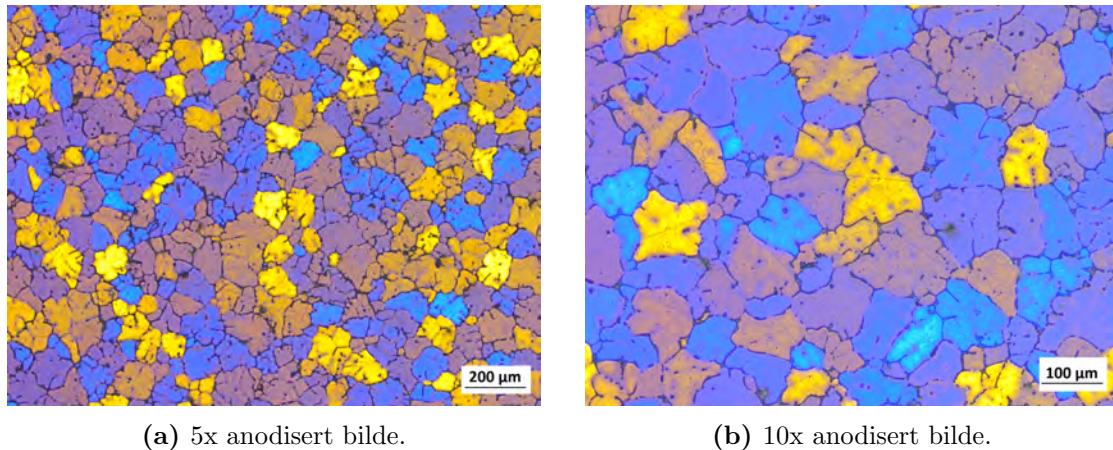
I Figur 4.3.12a og 4.3.12b registreres det korn med dendritisk og likeakset struktur. Den gjennomsnittlige kornstørrelsen er i overkant av 100 µm. Det er flere sorte områder langs korngrensene gjennom hele prøven.

Forsøk 7

Anodiserte LOM bilder av TiC6F3A, som er utstøpt basematerial med tilsats av acetonblanding med 2 wt.% TiC og 1 wt.% KAlF₄ ved 850 °C. Figur 4.3.1 er et oversiktsbilde av prøvens tykkelse og Figur 4.3.14 viser bilder med 5 og 10 ganger forstørrelse med λ-plate.

**Figur 4.3.13:** Oversiktsbilde av anodisert TiC6F3A. De grønne pilene indikerer størkningsretning.

I Figur 4.3.13 er det en lav, men jevn økning i kornstørrelse fra høyre mot venstre. Størkningsretningen for prøven følger de grønne pilene og går fra høyre mot venstre.



(a) 5x anodisert bilde.

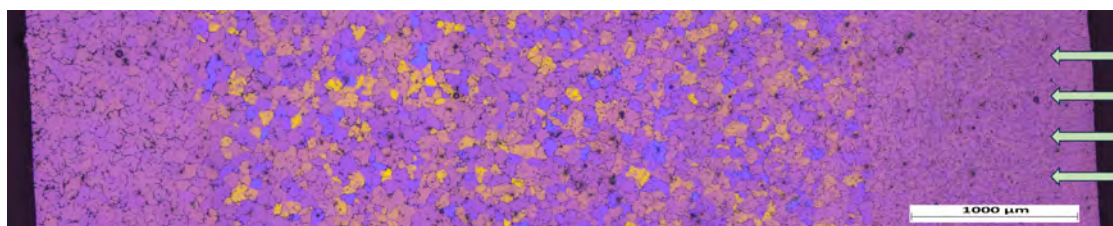
(b) 10x anodisert bilde.

Figur 4.3.14: Anodisert prøve fra TiC6F3A i 5x og 10x forstørrelse.

I Figur 4.3.14a og 4.3.14b observeres det korn med dendritisk og likeakset struktur, og den gjennomsnittlige kornstørrelsen er på rundt 100 μm . Det er noen sorte områder ulike steder på prøven, men ikke like mange som for TiC3F3A, vist i Figur 4.3.12

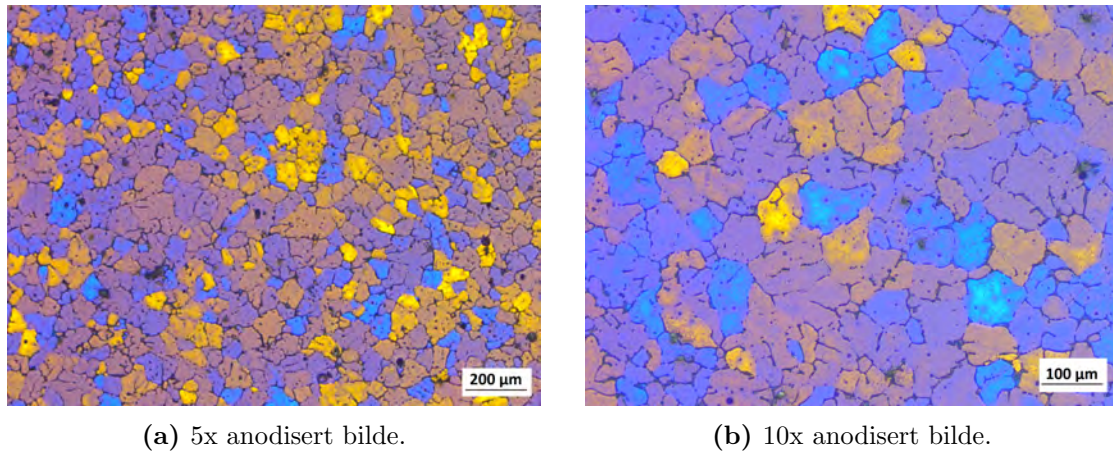
Forsøk 8

Anodiserte LOM bilder av TiC3F6A, som er utstøpt basematerial med tilsats av acetonblanding med 1 wt.% TiC og 2 wt.% KAlF_4 ved 850 $^\circ\text{C}$. Figur 4.3.1 er et oversiktsbilde av prøvens tykkelse og Figur 4.3.16 viser bilder med 5 og 10 ganger forstørrelse med λ -plate.

**Figur 4.3.15:** Oversiktsbilde av anodisert TiC3F6A. De grønne pilene indikerer størkningsretning.

I Figur 4.3.15 er det en jevn økning i kornstørrelse fra høyre mot venstre, og størkningsretningen for prøven følger de grønne pilene fra høyre mot venstre. Legg

merke til at de ytterste 1000-1500 μm av prøven ikke er anodisert.



(a) 5x anodisert bilde.

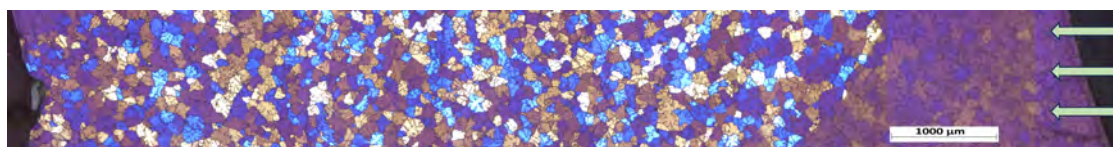
(b) 10x anodisert bilde.

Figur 4.3.16: Anodisert prøve fra TiC3F6A i 5x og 10x forstørrelse.

I Figur 4.3.16a og 4.3.16b observeres det korn med dendritisk og likeakset struktur. Den gjennomsnittlige kornstørrelsen ligger mellom 50-100 μm . Det er flere mørke områder langs korn grensene på hele prøven.

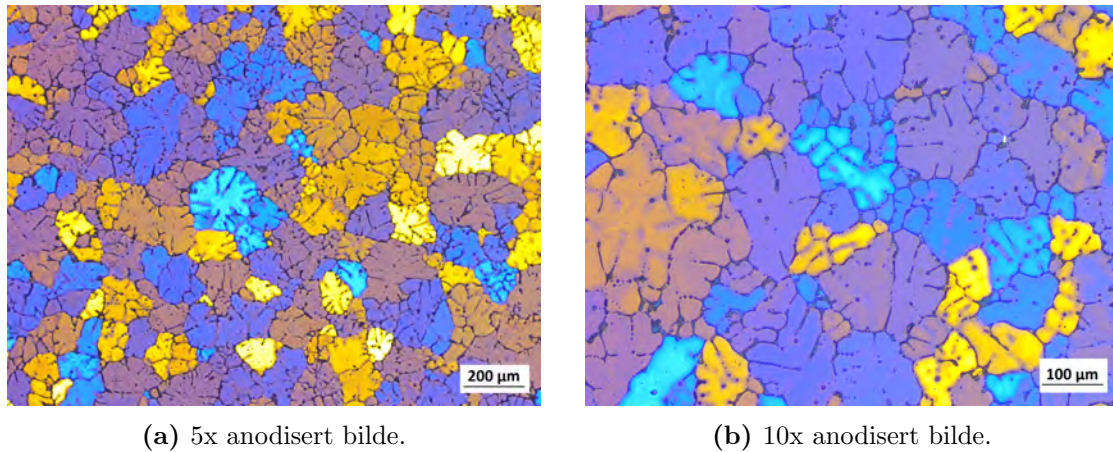
Forsøk 9

Anodiserte LOM bilder av Zr3, som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% ZrB₂ ved 850 °C. Figur 4.3.1 er et oversiktsbilde av prøvens tykkelse og Figur 4.3.18 viser bilder med 5 og 10 ganger forstørrelse med λ -plate.



Figur 4.3.17: Oversiktsbilde av anodisert Zr3. De grønne pilene indikerer størkningsretning.

I Figur 4.3.17 ses kornstørrelsen som lik gjennom hele prøven. Størkningsretningen er fra høyre mot veste og et stort område langs størkningsflaten er ikke anodisert.

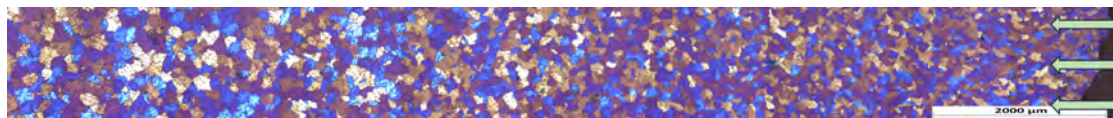


Figur 4.3.18: Anodisert prøve fra Zr3 i 5x og 10x forstørrelse.

I Figur 4.3.18a og 4.3.18b observeres det korn med dendritisk og likeakset struktur. Den gjennomsnittlige kornstørrelsen er i overkant av 150 μm .

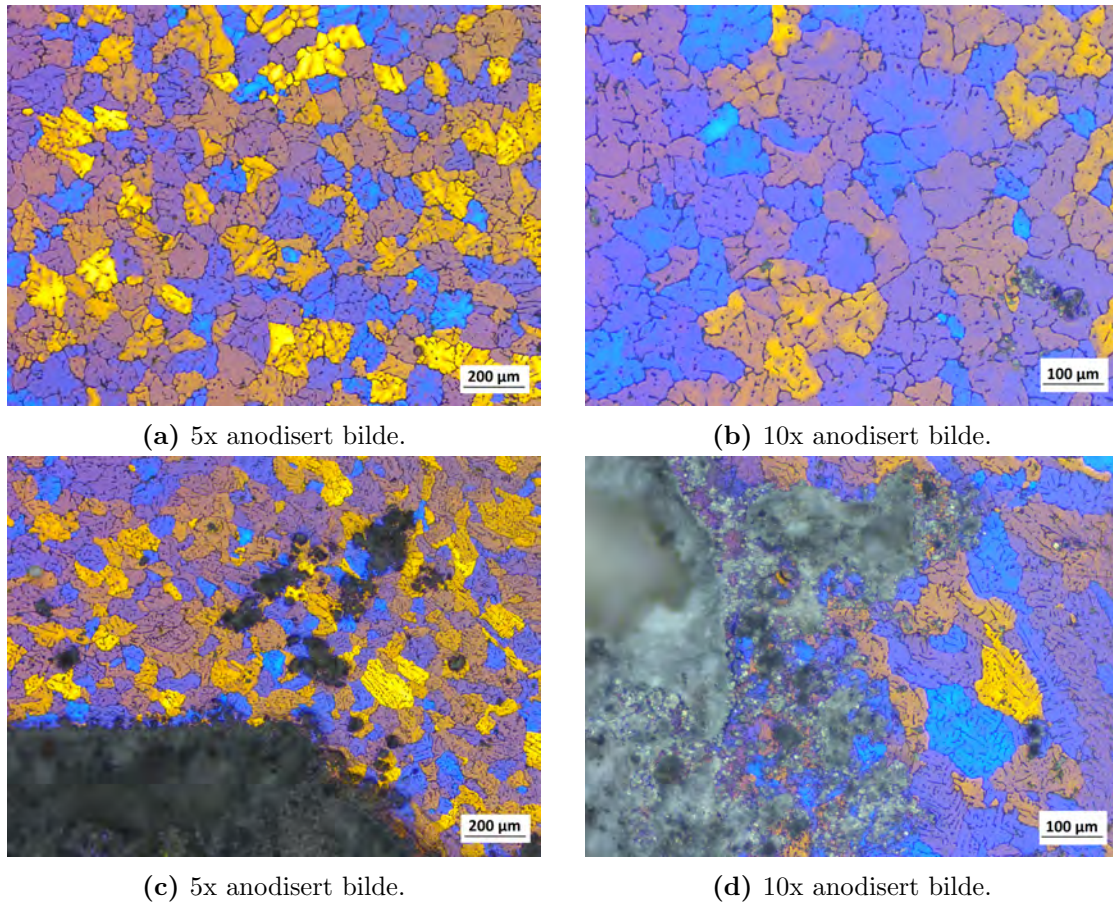
Forsøk 10

Anodiserte LOM bilder av Zr3F3, som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% ZrB₂ og 1 wt.% KAlF₄ ved 850 °C. Figur 4.3.1 er et oversiktsbilde av prøvens tykkelse og Figur 4.3.20 viser bilder med 5 og 10 ganger forstørrelse med λ -plate.



Figur 4.3.19: Oversiktsbilde av anodisert Zr3F3. De grønne pilene indikerer størkningsretning.

I Figur 4.3.19 er det en jevn økning i kornstørrelse fra høyre mot venstre. Størkningsretningen for prøven følger de grønne pilene og går fra høyre mot venstre.



(a) 5x anodisert bilde.

(b) 10x anodisert bilde.

(c) 5x anodisert bilde.

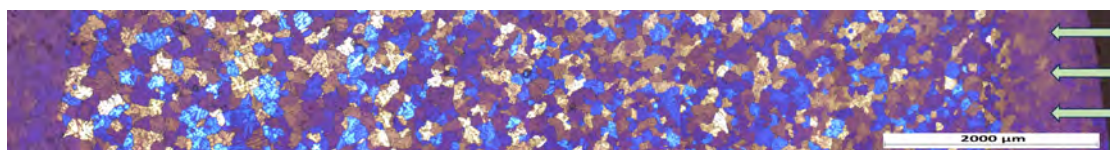
(d) 10x anodisert bilde.

Figur 4.3.20: Anodisert prøve fra Zr3F3 i 5x og 10x forstørrelse.

I Figur 4.3.20a og 4.3.20b observeres det korn med dendritisk og likeakset struktur. Den gjennomsnittlige kornstørrelsen er på rundt 150 μm , men varierer fra 100 til underkant av 200 μm . I Figur 4.3.20c og 4.3.20d vises et stort gråsort område som befant seg inne i prøven. Det er mange mindre sorte områder rundt dette store området.

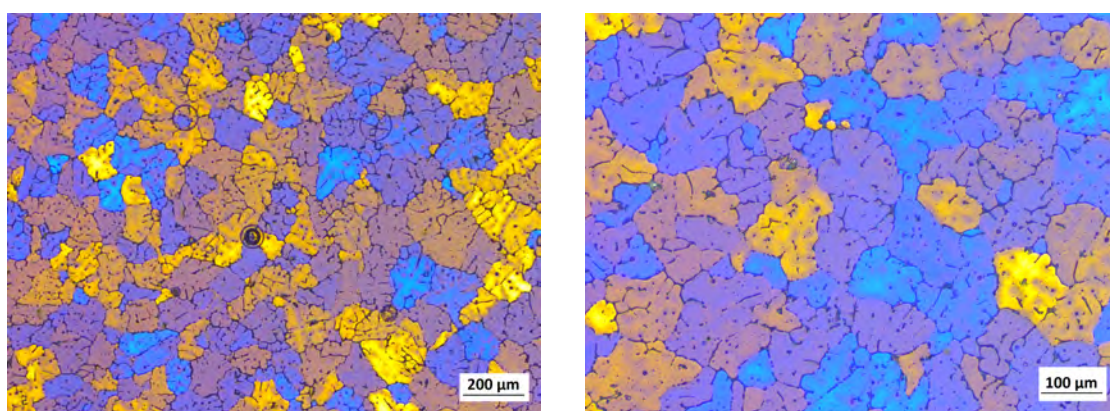
Forsøk 11

Anodiserte LOM bilder av Zr6F3, som er utstøpt basematerial med tilsats av 2 wt.% ZrB₂ og 1 wt.% KAlF₄ ved 850 °C. Figur 4.3.1 er et oversiktsbilde av prøvens tykkelse og Figur 4.3.22 viser bilder med 5 og 10 ganger forstørrelse med λ -plate.



Figur 4.3.21: Oversiktsbilde av anodisert Zr6F3. De grønne pilene indikerer størkningsretning.

I Figur 4.3.21 er det registrert svært lik kornstørrelse gjennom hele prøven. Størkningsretningen for prøven følger de grønne pilene og går fra høyre mot venstre. Legg merke til at de ytterste 500-1000 μm av prøven ikke er anodisert.



(a) 5x anodisert bilde.

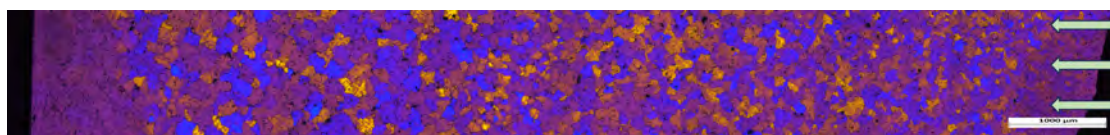
(b) 10x anodisert bilde.

Figur 4.3.22: Anodisert prøve fra Zr6F3 i 5x og 10x forstørrelse.

I Figur 4.3.22a og 4.3.22b registreres det korn med dendritisk og likeakset struktur. Den gjennomsnittlige kornstørrelsen er på rundt 150 μm. Det blir observert noen sorte områder rundt om på prøven, men det er mange helt sirkulære ringer som befinner seg på skjæringspunktet mellom tre ulike korn.

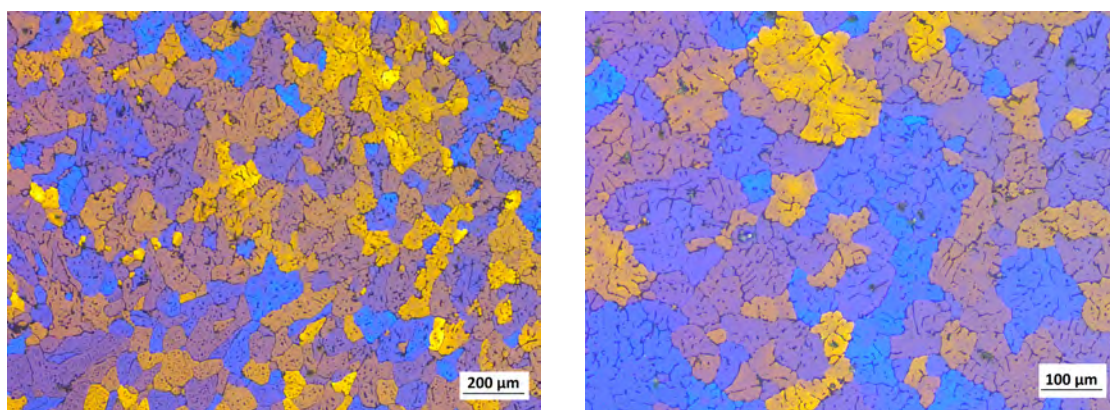
Forsøk 12

Anodiserte LOM bilder av Zr3F6, som er utstøpt basematerial med tilsats av 1 wt.% ZrB₂ og 2 wt.% KAlF₄ ved 850 °C. Figur 4.3.1 er et oversiktsbilde av prøvens tykkelse og Figur 4.3.24 viser bilder med 5 og 10 ganger forstørrelse med λ-plåte.



Figur 4.3.23: Oversiktsbilde av anodisert Zr3F6. De grønne pilene indikerer størkningsretning.

Det er jevn økning i kornstørrelse fra høyre mot venstre i Figur 4.3.23. Størkningsretningen for prøven følger de grønne pilene og går fra høyre mot venstre. Legg merke til at de ytterste 1000-1500 µm av prøven ikke er anodisert.



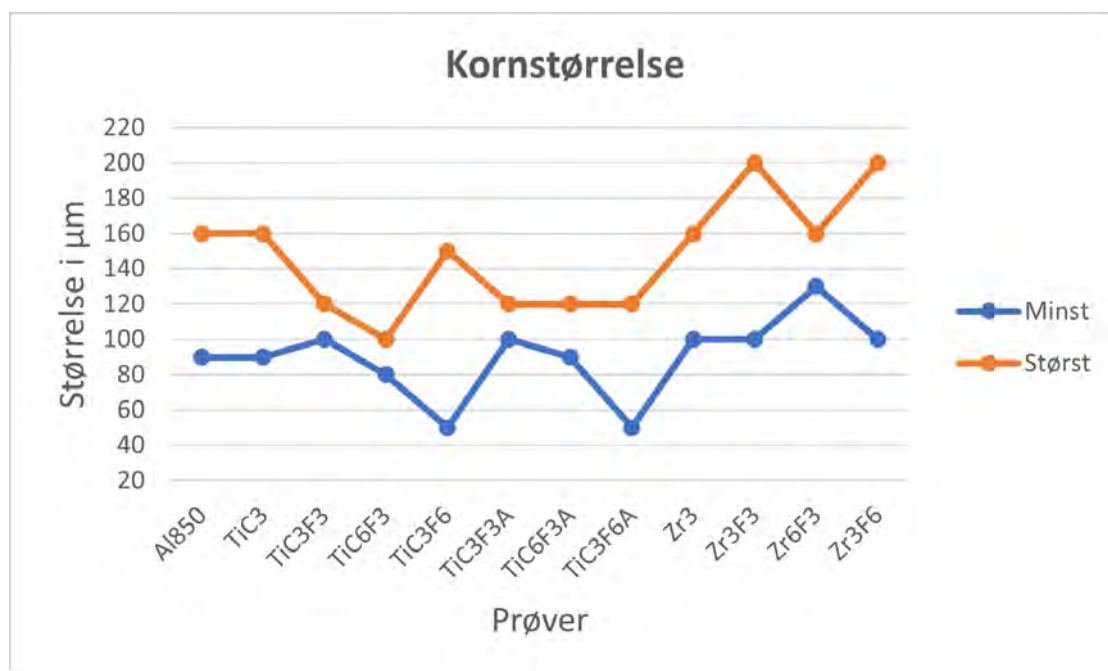
(a) 5x anodisert bilde.

(b) 10x anodisert bilde.

Figur 4.3.24: Anodisert prøve fra Zr3F6 i 5x og 10x forstørrelse.

I Figur 4.3.24a og 4.3.24b vises det korn med dendritisk og likeakset struktur. Den gjennomsnittlige kornstørrelsen er på rundt 150 µm, men varierer mellom 100 til underkant av 200 µm. Det er noen sorte områder på korngrensene rundt om på prøven.

Figur 4.3.25 illustrerer den største og minste kornstørrelsen til alle prøver. Det observeres at TiC3F3, TiC6F3, TiC3F3A, TiC6F3A og Zr6F3 har liten differanse i kornstørrelse, mens resten har stor differanse.



Figur 4.3.25: Oversikt over kornstørrelsen til alle prøvene.

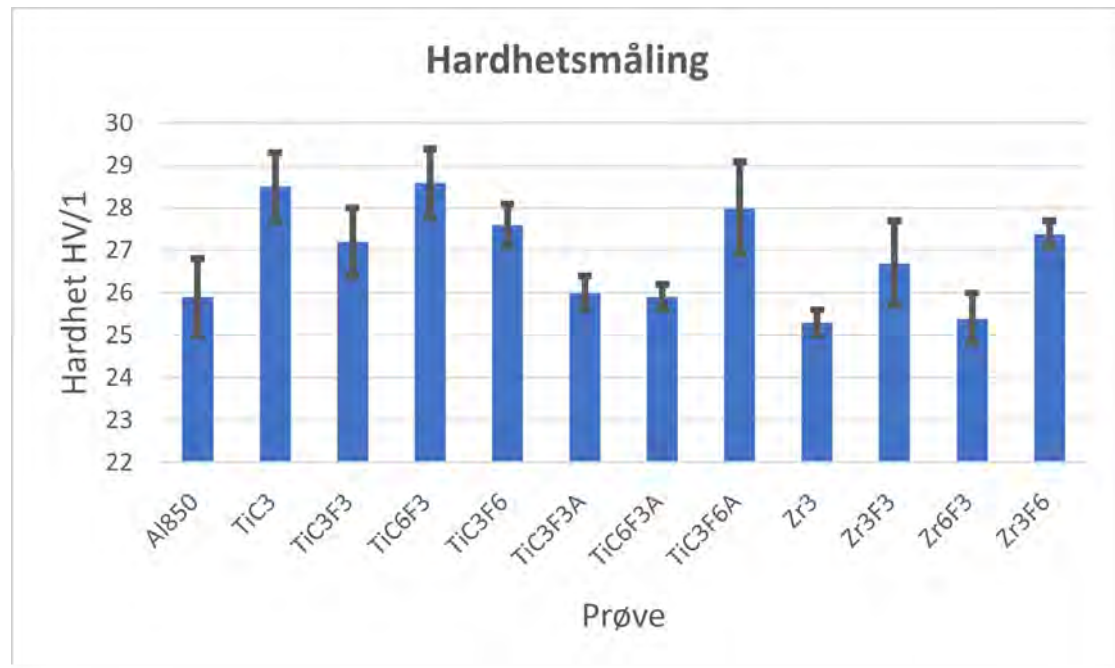
4.4 Hardhetsmåling

Tabell 4.1 viser målte verdier for hardhet til de ulike prøvene. Det blir observert at alle gjennomsnittlige verdier ligger mellom 25 og 29 Vickers hvor prøve TiC3F6A og Zr3F3 har de største variasjonene innad i prøven, mens TiC6F3A har minst variasjon. Zr3 er den eneste som har en måling som har stor forskjell på diagonalene d_1 og d_2 .

Tabell 4.1: Tabellen viser fem parallelle målinger av hardheten til alle utstøpte prøver i Vickers (HV/1), deres snittverdi og standardavvik (SA). Måling markert med * har stor differanse mellom d_1 og d_2 .

Forsøk	Prøve	1	2	3	4	5	Snitt	SA
1	Al850	27	26	25	26	25	25,9	0,9
2	TiC3	28	29	29	27	28	28,5	0,8
3	TiC3F3	27	27	26	28	28	27,2	0,8
4	TiC6F3	29	29	28	27	29	28,6	0,8
5	TiC3F6	27	28	28	28	27	27,6	0,5
6	TiC3F3A	26	26	26	27	25	26,0	0,4
7	TiC6F3A	26	26	26	26	26	25,9	0,3
8	TiC3F6A	28	30	27	28	28	28,0	1,1
9	Zr3	25	25*	25	26	25	25,3	0,3
10	Zr3F3	28	27	26	27	25	26,7	1,0
11	Zr6F3	25	25	26	26	26	25,4	0,6
12	Zr3F6	28	28	27	28	27	27,4	0,3

Figur 4.4.1 viser hardheten til alle prøvene, samt SA på en oversiktlig måte. Diagrammet er laget med verdiene hentet fra Tabell 4.1.

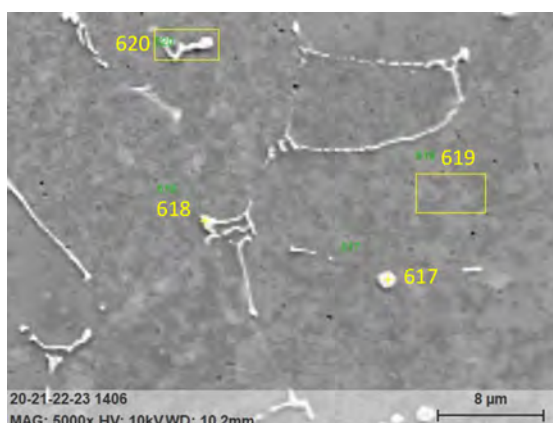


Figur 4.4.1: Oversikt over hardheten til alle prøvene med SA.

4.5 EDS

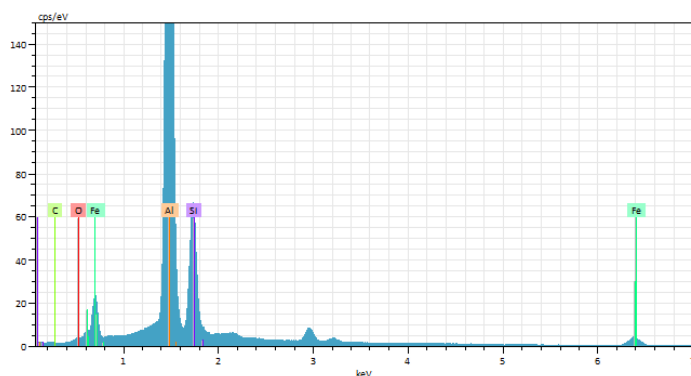
Forsøk 1

Det ble gjennomført 4 EDS analyser på ulike områder av Al850, vist i Figur 4.5.1. Område 617 er en punktanalyse i et hvitt område som observeres til å være partikkel eller intermetallisk fase. Område 618 er også en punktanalyse i et hvitt område som trolig er en intermetallisk fase. Analyse 619 og 620 er område EDSer hvor 619 er av kun hovedmaterialet (grå) og 620 har både hovedmaterialet og hvit intermetallisk fase. Det registreres noen sorte prikker i prøven.



Figur 4.5.1: Markerte punkt og områder av prøve Al850 som er analysert med EDS.

Figur 4.5.2 illustrerer graf og innholdstabellen for punktanalysen 617, som vist i Figur 4.5.1. Grafen (Figur 4.5.2a) gir store utslag på flere grunnstoff og viser i tabellen (Figur 4.5.2b) at i dette punktet er det i hovedsak elementene Al, Fe og Si med henholdsvis 59,11 wt.%, 22,86 wt.% og 16,96 wt.%.



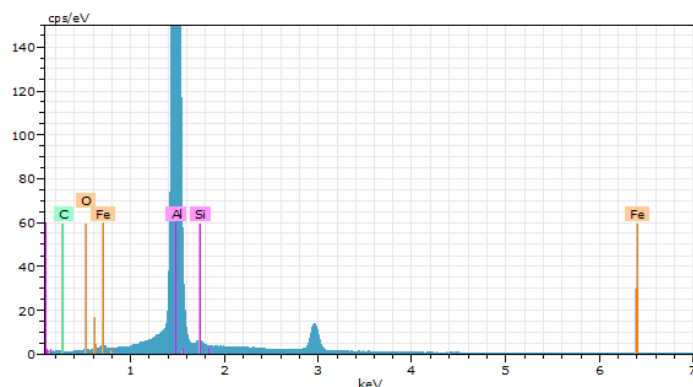
(a) Spekteret fra punkt 617 i Figur 4.5.1.

617				
El	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
Al	45,66	59,11	66,55	2,07
Si	13,1	16,96	18,34	0,56
Fe	17,66	22,86	12,43	0,82
C	0,78	1,01	2,54	0,18
O	0,05	0,07	0,13	0,04
Tot	77,24	100	100	

(b) Innholdet av Al, Si Fe, C og O til punkt 617.

Figur 4.5.2: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, Si Fe, C og O til punkt 617 prøve Al850.

Figur 4.5.3 illustrerer graf og innholdstabellen for punktanalysen 618, vist i Figur 4.5.1. Grafen (Figur 4.5.3a) gir store utslag på flere grunnstoff og viser i tabellen (Figur 4.5.3b) at i dette punktet er det i hovedsak Al (96,36 wt.%) med noe Si på 2,14 wt.%, og C på 1,24 wt.%.



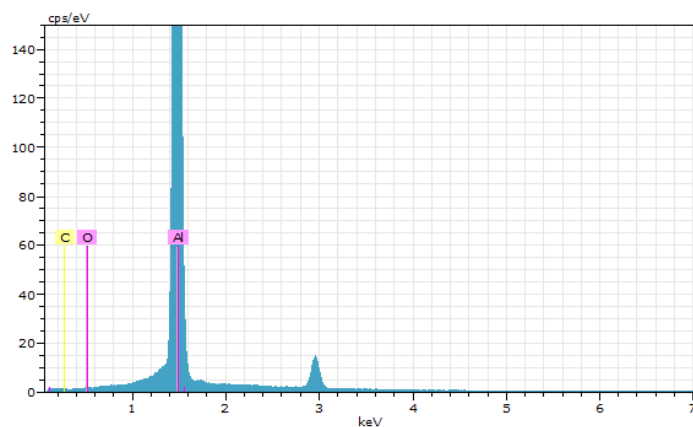
(a) Spekteret fra punkt 618 i Figur 4.5.1.

618				
El	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
Al	62,72	96,36	95,1	2,83
C	0,81	1,24	2,75	0,19
Si	1,39	2,14	2,02	0,08
Fe	0,17	0,26	0,12	0,04
O	0	0	0	0
Tot	65,09	100	100	

(b) Innholdet av Al, Si, Fe, C og O til punkt 618.

Figur 4.5.3: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, Si, Fe, C og O til punkt 618 prøve Al850.

Figur 4.5.4 illustrerer graf og innholdstabellen for analysen av område 619, vist i Figur 4.5.1. Grafen (Figur 4.5.4a) gir stort utslag på Al og minimalt utslag på alt annet. Tabellen fra Figur 4.5.4b viser det samme. I dette området er det Al som dominerer med hele 98,60 wt.%. Det ble ikke detektert noe Fe eller Si i dette området. Området inneholder noe C på 1,31 wt.% og O på 0,09 wt.%.



(a) Spekteret fra området 619 i Figur 4.5.1.

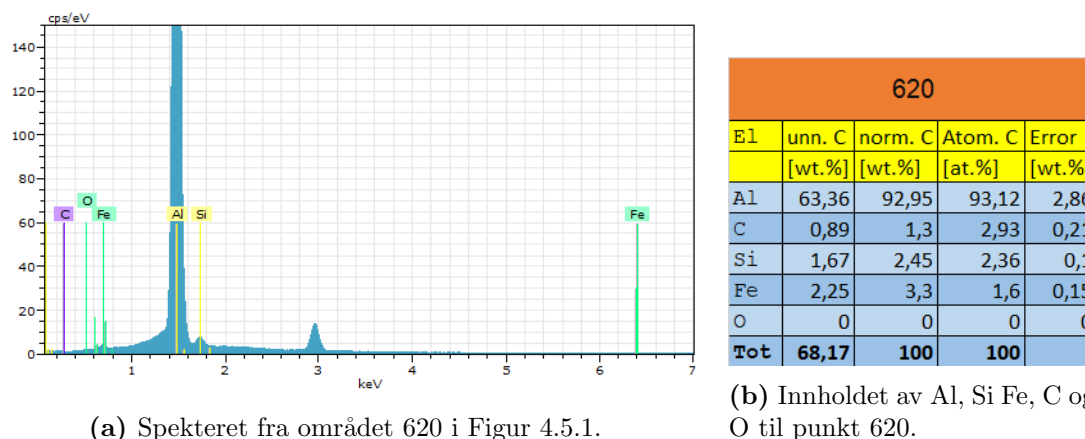
619				
El	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
Al	67,87	98,6	96,96	3,06
C	0,9	1,31	2,89	0,21
O	0,06	0,09	0,15	0,04
Tot	68,84	100	100	

(b) Innholdet av Al, C og O til punkt 619.

Figur 4.5.4: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, C og O til punkt 619 prøve Al850.

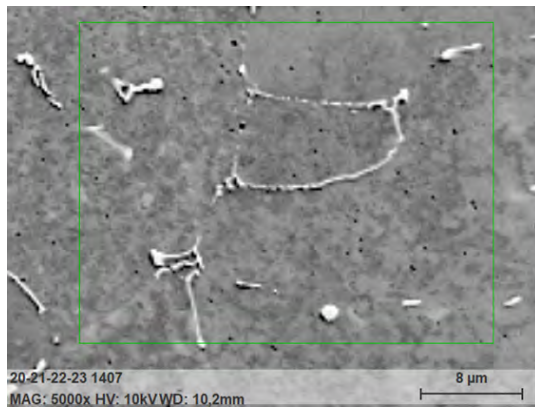
Figur 4.5.5 illustrerer graf og innholdstabellen for analysen av område 620, vist i Figur 4.5.1. Grafen (Figur 4.5.5a) gir stort utslag på Al og noe utslag Fe, Si

og C. Tabellen fra Figur 4.5.5b viser det samme. I dette området er det Al som dominerer med hele 92,95 wt.%. Det ble detektert 3,30 wt.% Fe, 2,45 wt.% Si og 1,3 wt.% C i området.

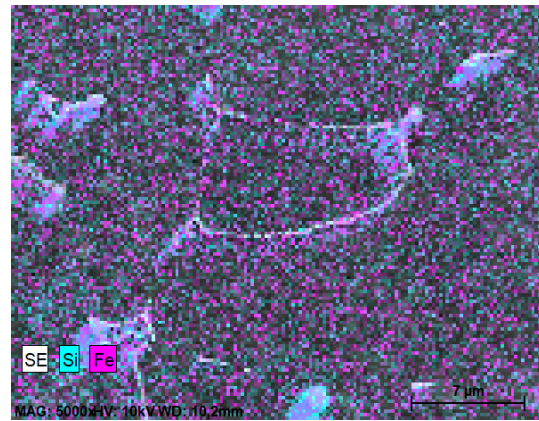


Figur 4.5.5: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, Si, Fe, C og O til punkt 620 prøve Al850.

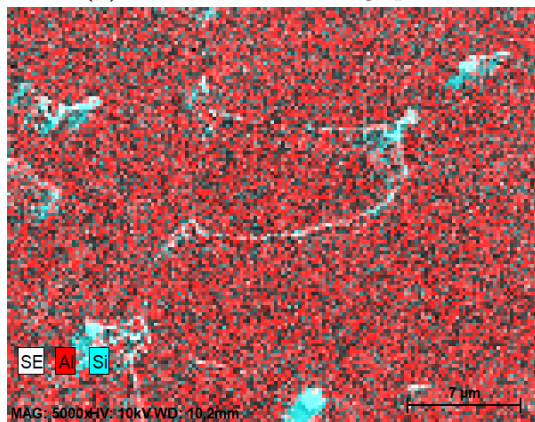
Bildene fra Figur 4.5.6 viser et kartlagt område hvor de ulike elementene befinner seg i Al850 og hvor mye av de ulike som finnes. Figur 4.5.6a illustrerer SE bildet av EDS analyseområdet. Figur 4.5.6b forteller hvor Si og Fe befinner seg i prøven. Det blir registrert større mengder Si og Fe ved de lyse områdene fra Figur 4.5.6a. Figur 4.5.6c illustrerer hvor Al og Si befinner seg i prøven. Det blir observert at Al befinner seg ved de grå områdene fra Figur 4.5.6a og Si fyller ut de resterende hvite. Figur 4.5.6d forteller at Ti observeres som støy i hele prøven. Observer også at fargene på Figur 4.5.6b, 4.5.6c og 4.5.6d er noe dratt, som vil si at prøven har beveget seg noe under analysen. Figur 4.5.6e og 4.5.6f illustrerer graf og innholdstabellen for kartleggingsanalysen til Al850. Grafen gir stort utslag på Al og noe utslag Si og C. Fra tabellen observeres det at Al dominerer med hele 96,40 wt.%, mens Si og C er på henholdsvis 1,72 og 1,40 wt.%.



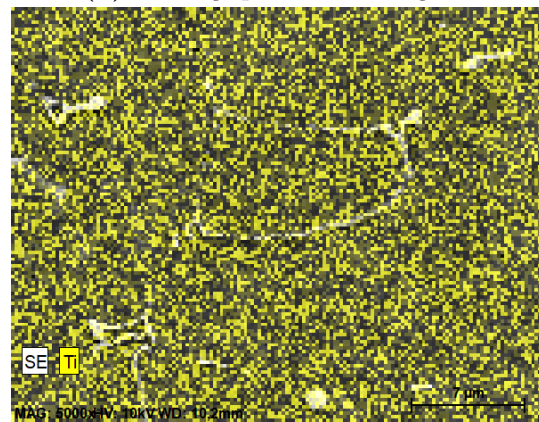
(a) Oversikt over kartlagt prøve.



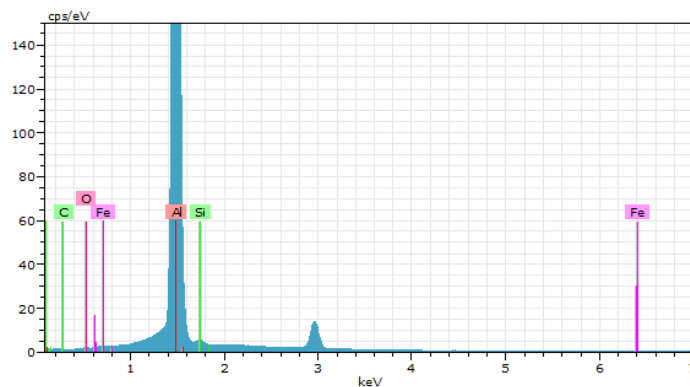
(b) Kartlagt prøve med Si og Fe.



(c) Kartlagt prøve med Al og Si.



(d) Kartlagt prøve med Ti



(e) Spekteret fra området 620 i Figur 4.5.1.

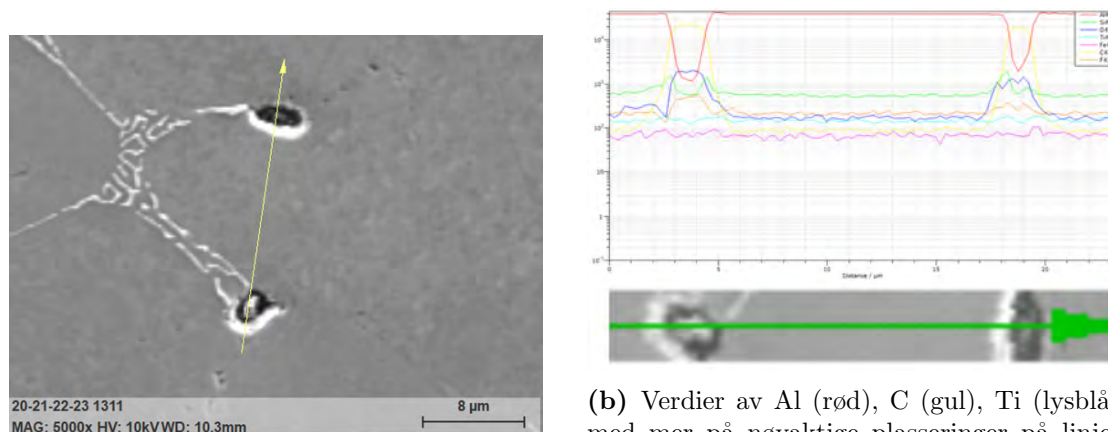
Spekter				
El	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
Al	65,68	96,4	94,91	2,96
C	0,96	1,4	3,1	0,16
Si	1,17	1,72	1,63	0,07
O	0,08	0,11	0,19	0,04
Fe	0,25	0,37	0,17	0,04
Tot	68,13	100	100	

(f) Innholdet av Al, Si, Fe, C og O til punkt 620.

Figur 4.5.6: Kartlagt område av prøve Al850 med fokus på Si og Fe i Figur 4.5.6b, Al og Si i Figur 4.5.6c og Ti i Figur 4.5.6d. De karakteristiske toppene til, og elementanalysen av Al, Si, Fe, C og O til analysen er i Figur 4.5.6e og 4.5.6f.

Forsøk 2

Figur 5.3.3 illustrerer linjeanalysen som er blitt tatt av prøve TiC3. Oversiktsbildet av hele analysen er vist i Figur 4.5.7a hvor det observeres at analysen starter i Al matrisens grå område før det passerer gjennom 2 mørke områder. Hvilke element som finnes hvor på denne linjen er vist i grafen i Figur 4.5.7b. Det grå området gir utslag på Al, mens når analysen går gjennom de mørke områdene gir grafen en økning i C, O og Fe og nedgang i Al. Det blir også registrert at rett før og rett etter de sorte områdene øker Si, mens i sentrum og i det grå området er det lavere.

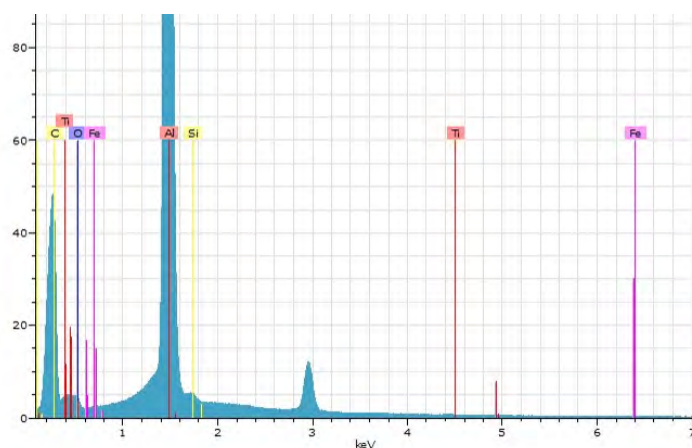


(a) Oversikt over linsjeanalysen.

(b) Verdier av Al (rød), C (gul), Ti (lysblå) med mer på nøyaktige plasseringer på linjeanalysen.

Figur 4.5.7: Linjen og en graf for hvilke element som befinner seg hvor langs linjen til prøve TiC3, som har blitt analysert av EDS.

Figur 4.5.8 viser graf og innholdstabellen for linjeanalysen til TiC3, vist i Figur 5.3.3. Grafen (Figur 4.5.8a) gir utslag på Al, Fe, Si, O, C og muligens noe Ti. Fra tabellen i Figur 4.5.8a observeres det at hvis det er Ti til stede er det svært lite. Innholdet av Al og C er størst i analysen og er på hele 62,77 og 24,98 wt.%. Det ble detektert 1,03 wt.% Si, 0,98 wt.% O og 0,17 wt.% Fe i hele analysen.



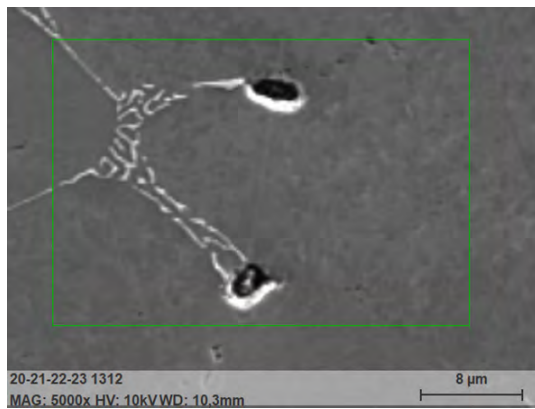
(a) Spekteret fra linjeanalysen 5.3.3

Linje				
El	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
C	27,7	34,98	54,53	3
Al	49,7	62,77	43,56	2,25
O	0,77	0,97	1,14	0,13
Si	0,82	1,03	0,69	0,06
Fe	0,13	0,17	0,06	0,04
Tot	79,18	100	100	

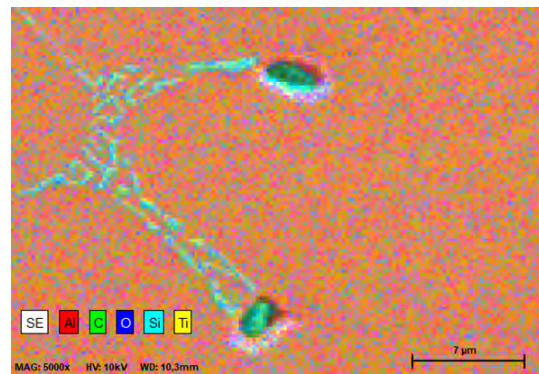
(b) Innholdet av Al, Si Fe, C og O til linjeanalysen.

Figur 4.5.8: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, Si Fe, C og O til Linjeanalysen til prøve TiC3.

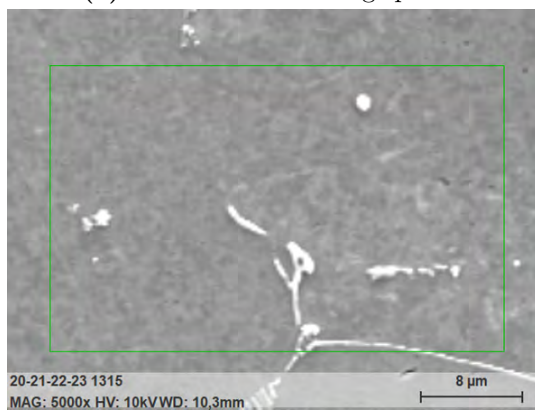
Bildene fra Figur 4.5.9 viser flere kartlagte områder og hvor de ulike elementene befinner seg i TiC3. Figur 4.5.9a, 4.5.9c og 4.5.9e viser SE bilder av EDS analyseområdet og Figur 4.5.9b, 4.5.9d og 4.5.9f viser element plasseringene til de respektive bildene. Figur 4.5.9b viser hvor Al, C, O, Si og Ti befinner seg i prøven. Det blir observert at Si og C er ved de lyse områdene og ved de 2 mørke flekkene fra Figur 4.5.9a. Ti og Al blir registrert i det grå området. Figur 4.5.9d viser hvor Al, Si og Ti befinner seg i prøven. Det blir sett at større mengder av Ti befinner seg ved de mindre hvite områdene fra Figur 4.5.9c og Si fyller ut de resterende hvite områdene. Figur 4.5.9f viser hvor Al, Si, Fe og Ti befinner seg i prøven. Det blir observert at Ti oppfører seg som støy da Ti befinner seg spredt rundt i hele prøven og at Si og Fe dekker de hvite områdene fra Figur 4.5.9e.



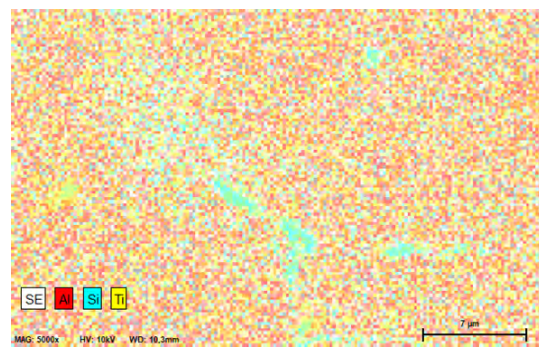
(a) Oversikt over kartlagt prøve.



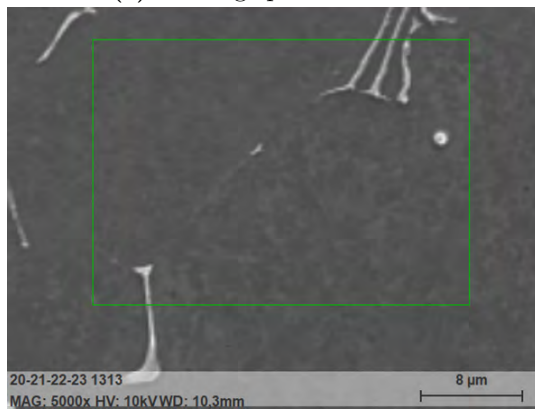
(b) Kartlagt prøve med Al, C, O, Si og Ti.



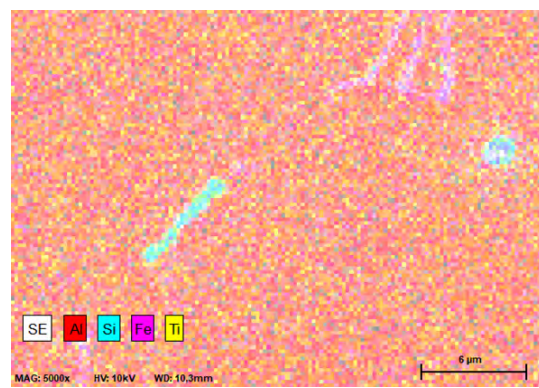
(c) Kartlagt prøve med SE.



(d) Kartlagt prøve med Al, Si og Ti.



(e) Kartlagt prøve med SE.

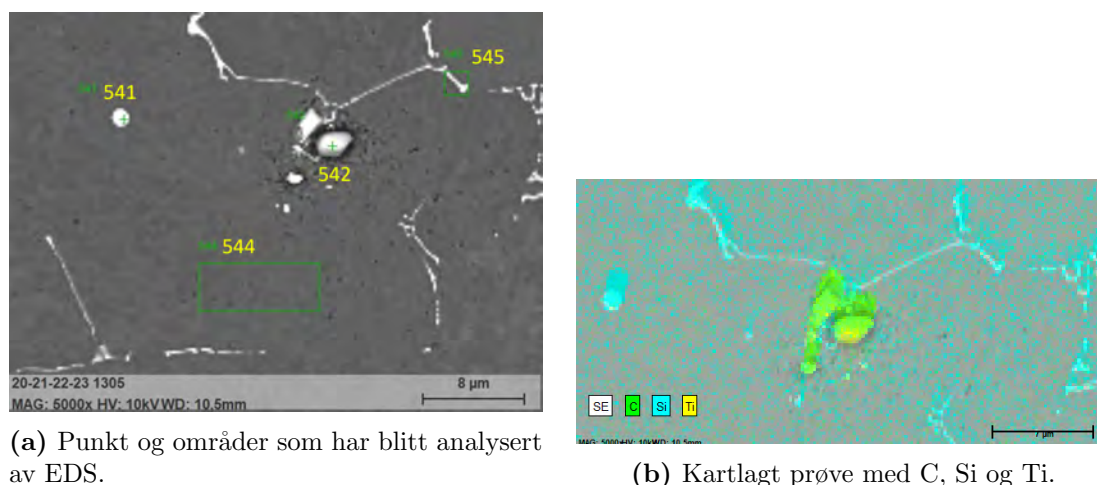


(f) Kartlagt prøve med Al, Si Fe og Ti.

Figur 4.5.9: Figurene viser flere kartlagte områder av prøven TiC3 med fokus på Al, C, O, Si og Ti i Figur 4.5.9b, Al, Si og Ti i Figur 4.5.9d og Al, Si, Fe og Ti i Figur 4.5.9f.

Forsøk 3

Det ble gjennomført 4 EDS analyser på ulike områder av TiC₃F₃ og en kartleggingsanalyse av disse, vist i Figur 4.5.10. Område 541 er en punktanalyse i et hvitt område som observeres til å være en partikkel eller intermetallisk fase. Område 542 er også en punktanalyse i et hvitt område som observeres til å være en partikkel. Analyse 544 og 545 er område EDSer hvor 544 er av kun av det grå hovedmaterialet og 545 med både grå og hvite områder. Det observeres noen sorte prikker i prøven. Figur 4.5.10b viser hvor C, Si og Ti befinner seg i prøven. Det blir observert at mesteparten av Ti og C befinner seg ved det som observeres som en partikkel i sentrum av bildet. Si fyller ut de resterende hvite områdene. Det observeres at fargene på Figur 4.5.10b er noe dratt som vil si at prøven har beveget seg noe under analysen.

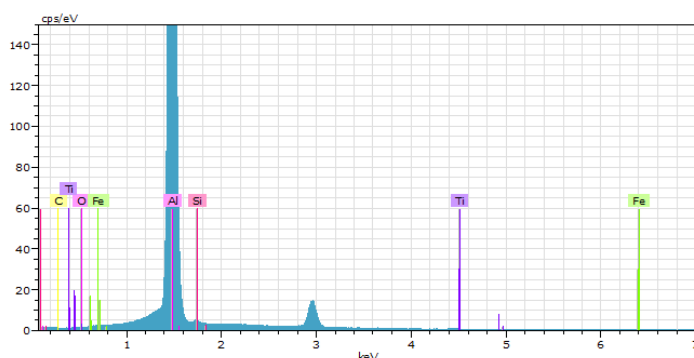


(a) Punkt og områder som har blitt analysert av EDS.

(b) Kartlagt prøve med C, Si og Ti.

Figur 4.5.10: Oversiktsbilde av et EDS analysert område og kartleggingsanalyse av området rundt partikkelen til prøve TiC₃F₃.

Figur 4.5.11 illustrerer graf og innholdstabellen for punktanalysen 541, vist i Figur 4.5.10a. Grafen (Figur 4.5.11a) gir utslag på flere elementer. Tabellen fra Figur 4.5.11b forteller at det i hovedsak er Al på 97,33 wt.% og noe Si på 1,37 wt.% og C på 1,15 wt.% tilstede.



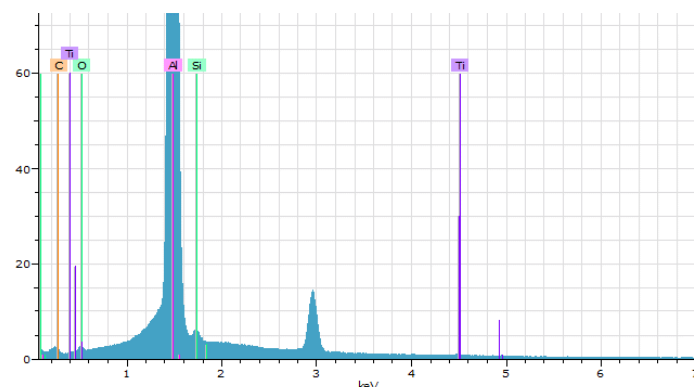
(a) Spekteret fra punkt 541 i Figur 4.5.10a.

541				
El	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [wt.%]
Al	69,12	97,33	96,07	3,12
C	0,82	1,15	2,55	0,2
Si	0,98	1,37	1,3	0,07
Fe	0,06	0,08	0,04	0,04
Ti	0,04	0,06	0,03	0,03
O	0	0	0	0
Tot	71,02	100	100	

(b) Innholdet av Al, C, Si, Fe, Ti og O til punkt 541.

Figur 4.5.11: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, Si Fe, C og O til punkt 541 prøve TiC3F3.

Figur 4.5.12 illustrerer graf og innholdstabellen for punktanalysen 542, vist i Figur 4.5.10a. Grafen (Figur 4.5.12a) gir utslag på flere elementer. Tabellen fra Figur 4.5.12b viser at det i hovedsak er Al på 94,84 wt.% og noe C på 3,00 wt.% og Si på 1,85 wt.% tilstede.



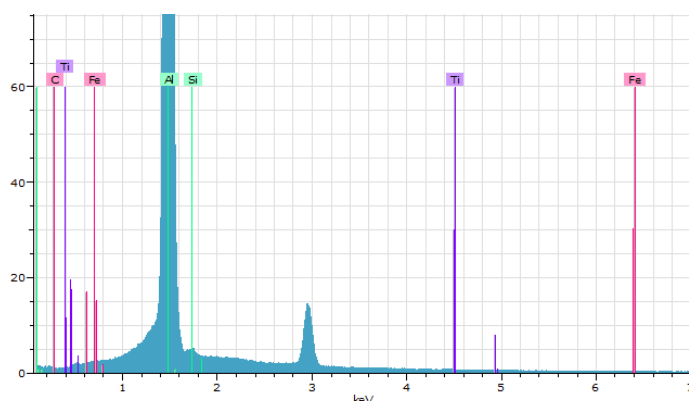
(a) Spekteret fra punkt 542 i Figur 4.5.10a.

542				
El	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [wt.%]
Al	66,66	94,84	91,52	3,01
C	2,11	3	6,5	0,38
Si	1,3	1,85	1,72	0,08
O	0,06	0,09	0,14	0,04
Ti	0,15	0,22	0,12	0,03
Tot	70,29	100	100	

(b) Innholdet av Al, C, Si, O og Ti til punkt 542.

Figur 4.5.12: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, C, Si, O og Ti til punkt 542 prøve TiC3F3.

Figur 4.5.13 illustrerer graf og innholdstabellen for analysen av område 544, vist i Figur 4.5.10a. Grafen (Figur 4.5.13a) gir stort utslag på Al og minimalt utslag på alt annet. Tabellen fra Figur 4.5.13b viser det samme. I dette området er det Al som dominerer med hele 97,01 wt.%. Området inneholder noe Si på 1,42 wt.% og C på 1,18 wt.%.



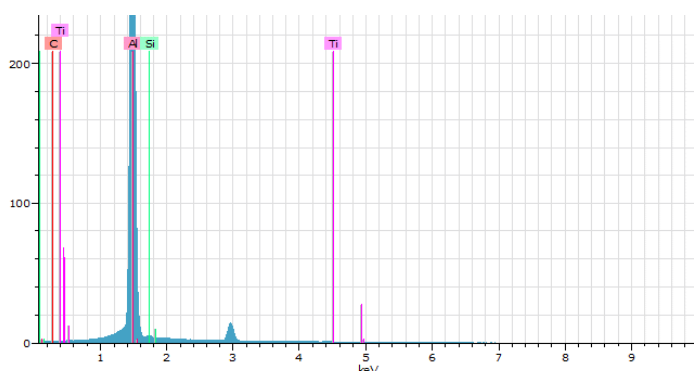
(a) Spekteret fra området 544 i Figur 4.5.10a.

544				
El	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
Al	62,42	97,01	95,83	2,82
C	0,76	1,18	2,62	0,19
Si	0,91	1,42	1,35	0,06
Fe	0,18	0,28	0,13	0,04
Ti	0,07	0,11	0,06	0,03
Tot	64,35	100	100	

(b) Innholdet av Al, C, Si, Fe og Ti til punkt 544.

Figur 4.5.13: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, C, Si, Fe og Ti til punkt 544 prøve TiC₃F₃.

Figur 4.5.14 viser graf og innholdstabellen for analysen av område 545, vist i Figur 4.5.10a. Grafen (Figur 4.5.14a) gir stort utslag på Al og minimalt utslag på alt annet. Tabellen fra Figur 4.5.14b forteller det samme. I dette området er det Al som dominerer med hele 97,00 wt.%. Området inneholder også noe Si på 1,67 wt.% og C på 1,25 wt.%.



(a) Spekteret fra området 545 i Figur 4.5.10a.

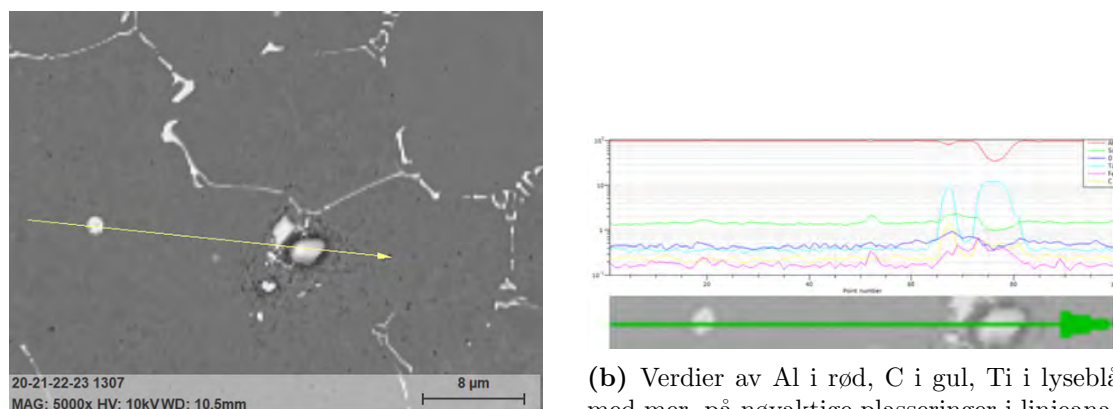
545				
El	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
Al	67,43	97	95,6	3,04
C	0,87	1,25	2,77	0,21
Si	1,16	1,67	1,58	0,07
Ti	0,05	0,08	0,04	0,03
Tot	69,52	100	100	

(b) Innholdet av Al, C, Si og Ti til punkt 545.

Figur 4.5.14: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, C, Si og Ti til punkt 545 prøve TiC₃F₃.

Figur 4.5.15 viser linjeanalysen som er blitt tatt av prøve TiC₃F₃. Oversiktsbildet av hele analysen er vist i Figur 4.5.15a hvor det observeres at analysen starter i et grått område før det passerer gjennom 2 lyse sirkulære områder. Hvilke element som finnes hvor på denne linjen er vist i grafen i Figur 4.5.15b. Det grå området

gir utslag på Al, mens når analysen går gjennom det første lyse området gir den et lite utslag på Si og Fe. Det siste lyse området gir store utslag på Ti og C og noe mindre på Si og Fe. Det blir også registrert utslag rett før den store partikkelen som kan tyde på flere områder med Ti og C.

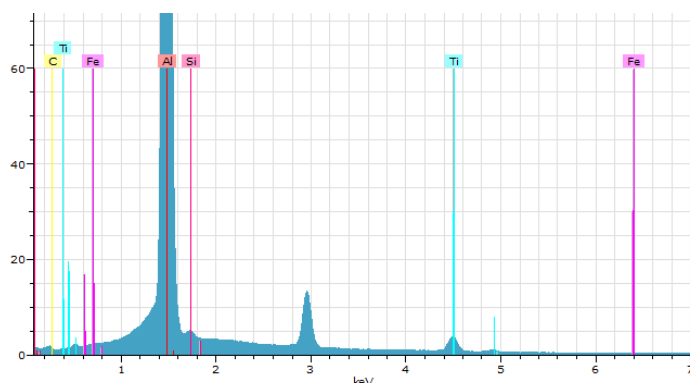


(a) Oversikt over linseanalysen.

(b) Verdier av Al i rød, C i gul, Ti i lyseblå med mer, på nøyaktige plasseringer i linseanalysen.

Figur 4.5.15: Linjen og en graf for hvilke element som befinner seg hvor langs linjen til prøve TiC3F3, som har blitt analysert av EDS

Figur 4.5.16 viser graf og innholdstabellen for linseanalysen til TiC3F3, vist i Figur 4.5.15. Grafen (Figur 4.5.16a) gir utslag på Al, C, Ti, Si og Fe. Fra tabellen i Figur 4.5.16b observeres det at innholdet av Al og Ti er størst i analysen og er på hele 90,68 og 5,64 wt.%. Det ble detektert 1,74 wt.% C, 1,37 wt.% Si og 0,57 wt.% Fe totalt langs linseanalysen.



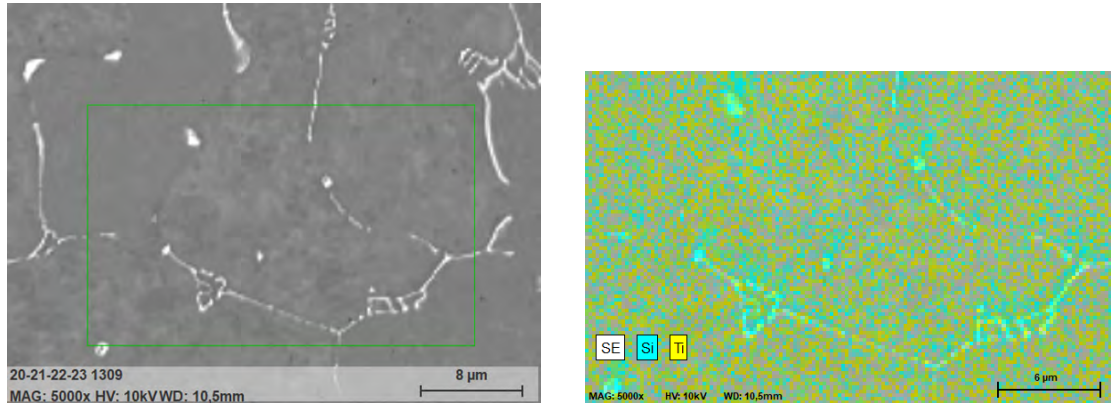
(a) Spekteret fra linseanalysen 5.3.3

Linje				
El	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
Al	65,55	90,68	91,27	2,96
C	1,26	1,74	3,93	0,21
Ti	4,08	5,64	3,2	0,17
Si	0,99	1,37	1,33	0,07
Fe	0,41	0,57	0,28	0,05
Tot	72,29	100	100	0,05

(b) Innholdet av Al, Si Fe, C og O til linseanalysen.

Figur 4.5.16: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, Si Fe, C og O til Linseanalysen til prøve TiC3F3.

Bildene fra Figur 4.5.17 illustrerer et kartlagt område hvor de ulike elementene befinner seg i TiC3F3. Figur 4.5.17a viser SE bildet av EDS analyseområdet, mens Figur 4.5.17b forteller hvor Si og Ti befinner seg i prøven. Det blir observert at Si befinner seg hovedsaklig i de lyse områdene fra Figur 4.5.17a og Ti er spredt rundt på hele prøven.



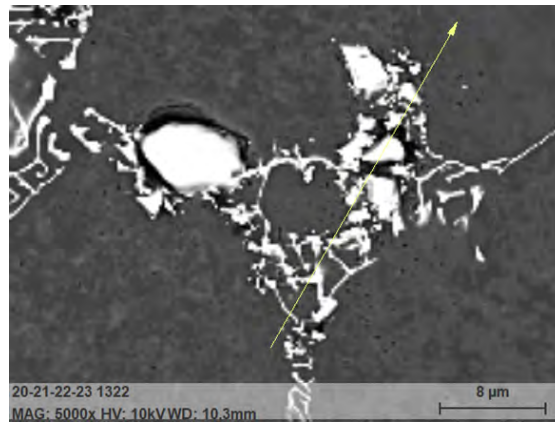
(a) Oversikt over kartlagt prøve.

(b) Kartlagt prøve med Si og Ti.

Figur 4.5.17: Kartlagt område av prøven TiC3F3 med fokus på Si og Ti.

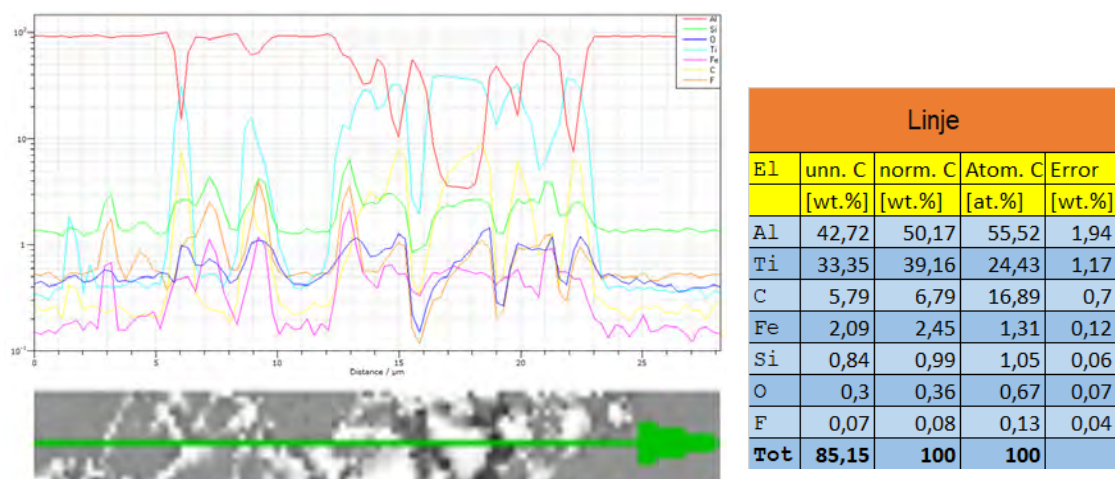
Forsøk 6

Figur 4.5.18 Oversiktsbildet av linjeanalysen som er blitt tatt av prøve TiC3F3A. Det observeres at analysen starter i et grått område før det passerer gjennom flere lyse områder. Noen av områdene observeres som intermetallisk fase, mens andre er partikler.



Figur 4.5.18: Oversikt over linjeanalysen til prøve TiC3F3A.

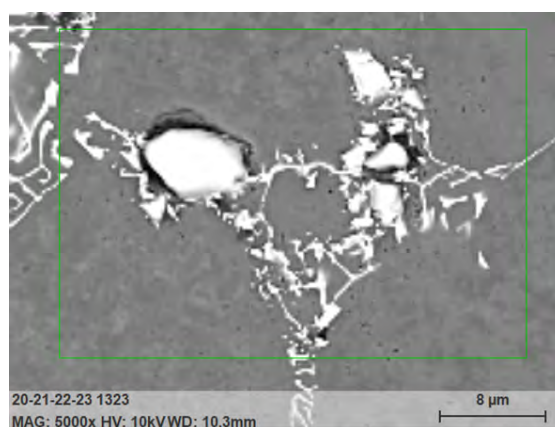
Figur 4.5.19 viser innholdstabellen for linjeanalysen og hvor elementene finnes. Fra Figur 4.5.19a observeres det grå området som primært Al, mens de lyse områdene gir utslag på mange andre elementer. Det observeres at de stedene Al (rød) synker, stiger Ti (lyseblå) kraftig sammen med C (gul). Disse stedene på prøven observeres som partikler. Si stiger også ved disse partiklene, men den stiger også ved andre lyse områder. Det observeres også at både F (oransje) og Fe (magenta/rosa) stiger og synker i godt samsvar med Ti og C. Fra tabellen i Figur 4.5.19b observeres at hovedelementene er Al og Ti med 50,17 og 39,16 wt.%. C innholdet er på 6,79 wt.%, mens Fe har 2,45 wt.%. Tabellen henviser også til små mengder med Si, O og F.



(a) Verdier av Al, C, Ti med mer på nøyaktige plasseringer på linjeanalysen av prøve TiC3F3A.

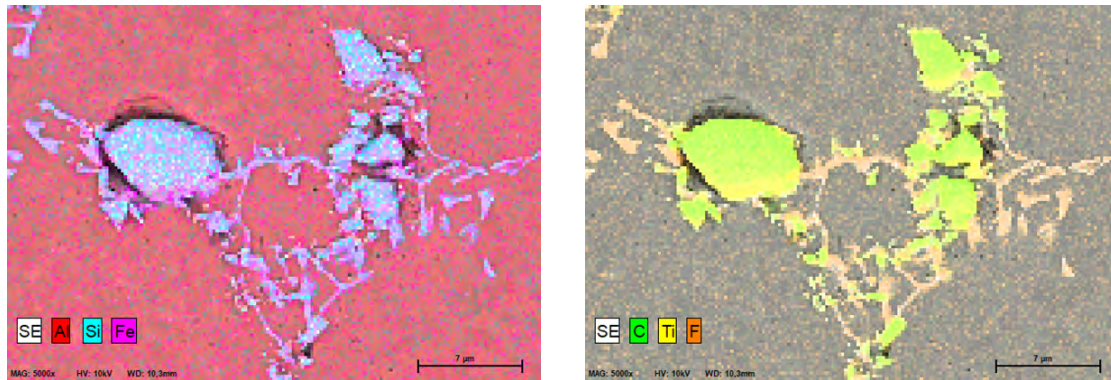
(b) Innholdet av Al, Ti, C, Fe, Si O og F til linjeanalysen av prøven TiC3F3A.

Figur 4.5.19: Linjen og en graf for hvilke element som befinner seg hvor langs linjen til prøve TiC3F3A, som har blitt analysert av EDS.



Figur 4.5.20: Oversikt over kartlagt område til TiC3F3A.

Figur 4.5.20 viser SE oversiktsbildet av et kartlagt område av prøve TiC3F3A. Bildene i Figur 4.5.21 forteller hvor ulike element befinner seg. Figur 4.5.21a illustrerer hvor Al, Si og Fe befinner seg i prøven. Det blir registrert at Si og Fe befinner seg hovedsaklig i de lyse områdene fra Figur 4.5.20 og Al er den grå fasen. Figur 4.5.21b viser hvor C, Ti og F befinner seg i prøven. Det blir observert at de større hvite områdene inneholder Ti og C, mens F befinner seg hovedsaklig i de lyse områdene fra Figur 4.5.20.

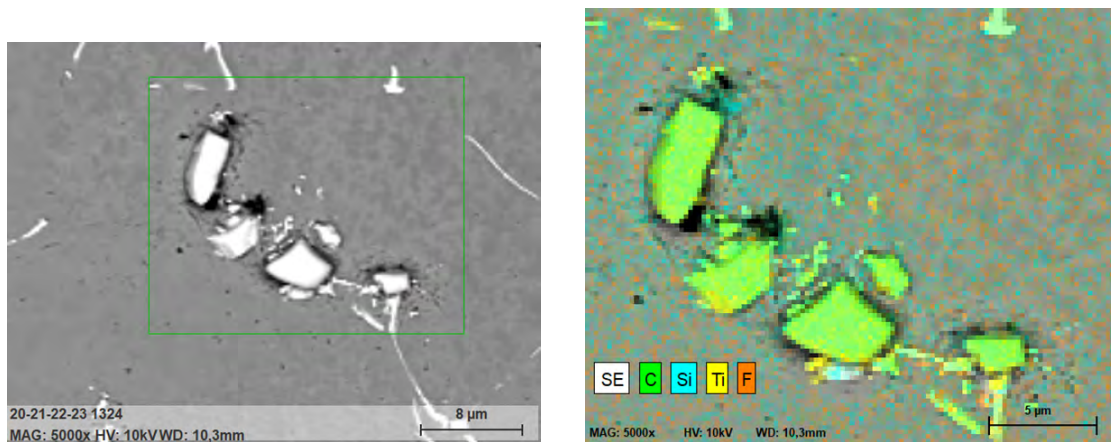


(a) Kartlagt prøve med Al, Si og Fe.

(b) Kartlagt prøve med C, Ti og F.

Figur 4.5.21: EDS kartleggingsanalyse av området rundt partikkelen til prøve TiC3F3A.

Bildene fra Figur 4.5.22 illustrerer et kartlagt område hvor de ulike elementene befinner seg i TiC3F3a. Figur 4.5.22a viser SE bildet av EDS analyseområdet. Figur 4.5.22b forteller hvor C, Si, Ti og F befinner seg i prøven. Det blir observert at alle de hvite områdene fra Figur 4.5.17a er Ti og C. er spredt rundt på hele prøven.



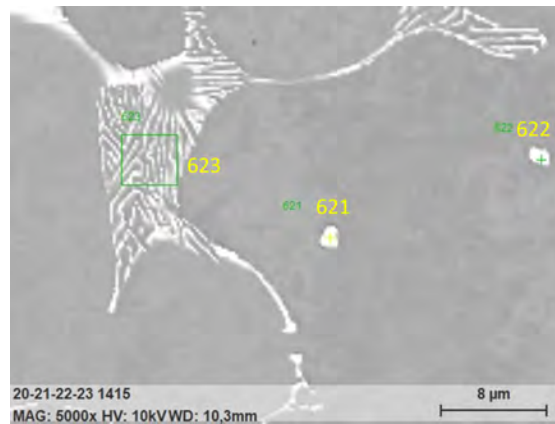
(a) Oversikt over kartlagt prøve.

(b) Kartlagt prøve med C, Si, Ti og F.

Figur 4.5.22: Oversiktsbilde av et EDS analysert område og kartleggingsanalyse av området rundt partikkelen til prøve TiC3F3A.

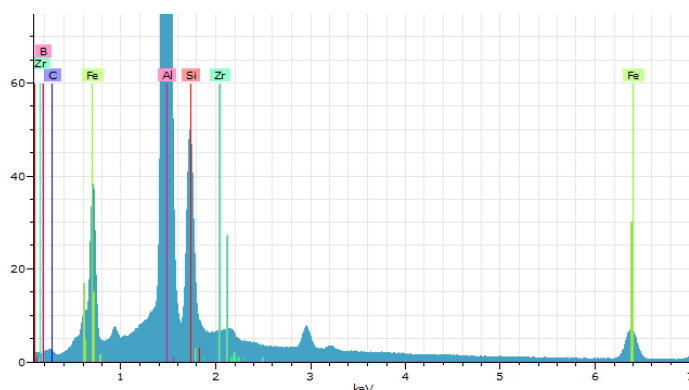
Forsøk 9

Det ble gjennomført 3 EDS analyser på ulike områder av Zr3, vist i Figur 4.5.23. Område 621 er en punktanalyse i et hvitt område som observeres til å være partikkel eller intermetallisk fase. Område 622 er også en punktanalyse i et hvitt område som observeres til å være en intermetallisk fase. Analyse 623 er en område analyse av hvit og grå fase.



Figur 4.5.23: Punkt og områder til prøve Zr3 som har blitt analysert av EDS.

Figur 4.5.24 viser graf og innholdstabellen for punktanalysen 621, vist i Figur 4.5.23. Grafen i Figur 4.5.24a gir store utslag på flere grunnstoff og fra tabellen i Figur 4.5.24b at i dette punktet er det i hovedsak elementene Al og Fe med henholdsvis 48,04 og 33,32 wt.%. Det er også registrert en mindre mengde av Si og B på 9,68 og 6,07 wt.% og noe Zr og C på 1,83 og 1,07 wt.%.



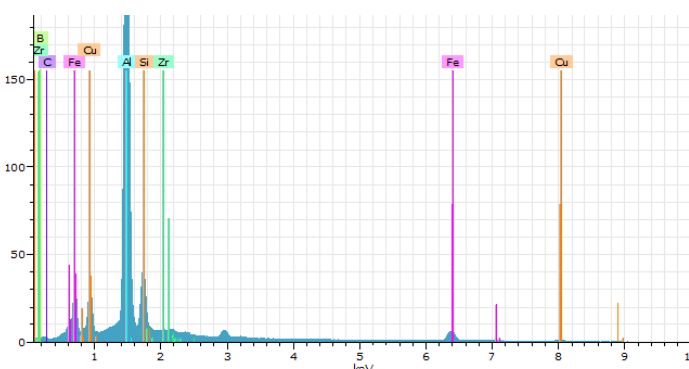
(a) Spekteret fra punkt 621 i Figur 4.5.23.

621				
El	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
Al	40,41	48,04	52,49	1,83
Fe	28,02	33,32	17,59	1,26
B	5,11	6,07	16,56	0,99
Si	8,14	9,68	10,16	0,36
C	0,9	1,07	2,62	0,19
Zr	1,54	1,83	0,59	0,08
Tot	84,11	100	100	

(b) Innholdet av Al, Si, Fe, C og O til punkt 621.

Figur 4.5.24: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, Fe, B, Si, C og Zr til punkt 621 prøve Zr3.

Figur 4.5.25 viser graf og innholdstabellen for punktanalysen 622, vist i Figur 4.5.23. Grafen i Figur 4.5.25a gir store utslag på flere grunnstoff og fra tabellen i Figur 4.5.25b at i dette punktet er det i hovedsak elementene Al og Fe med henholdsvis 45,59 og 28,69 wt.%. Det er også registrert mindre mengder av Cu på 8,84 wt.%, Si på 7,89 wt.% og B på 6,03 wt.% og noe Zr og C på 1,85 og 1,12 wt.%.



(a) Spekteret fra punkt 622 i Figur 4.5.23.

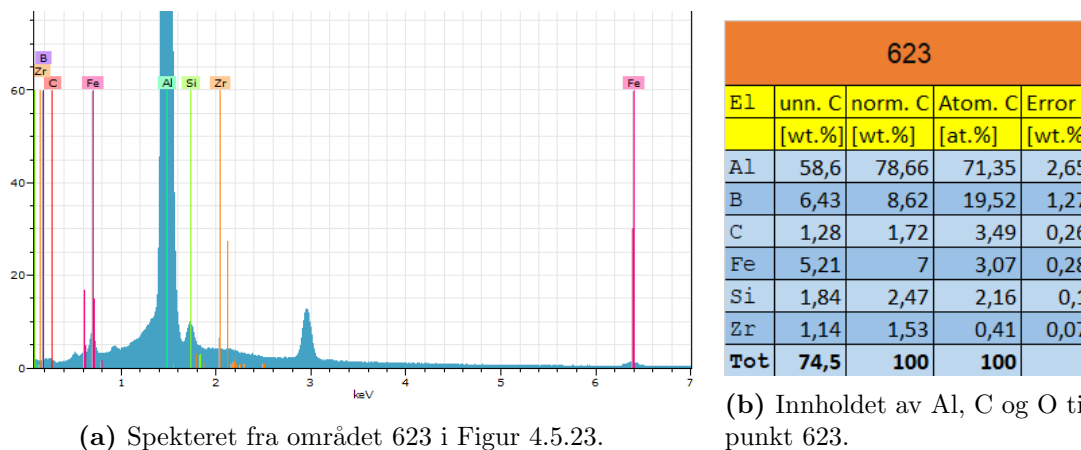
622				
El	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
Al	40,34	45,59	51,28	1,83
B	5,33	6,03	16,93	1,01
Fe	25,38	28,69	15,59	1,15
Si	6,98	7,89	8,52	0,31
Cu	7,82	8,84	4,22	0,93
C	0,99	1,12	2,84	0,2
Zr	1,64	1,85	0,62	0,09
Tot	88,49	100	100	

(b) Innholdet av Al, Si, Fe, C og O til punkt 622.

Figur 4.5.25: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, Fe, B, Si, Cu, C og Zr til punkt 622 prøve Zr3.

Figur 4.5.26 viser graf og innholdstabellen for analysen av område 623, vist i Figur 4.5.23. Grafen (Figur 4.5.26a) gir stort utslag på Al og mindre utslag på alt annet.

Tabellen fra Figur 4.5.26b forteller det samme. I dette området er det Al som dominerer med hele 78,66 wt.%. Området inneholder også noe B på 8,62 wt.%, Fe på 7,00 wt.%, C på 1,72 wt.% og Zr på 1,53 wt.%.

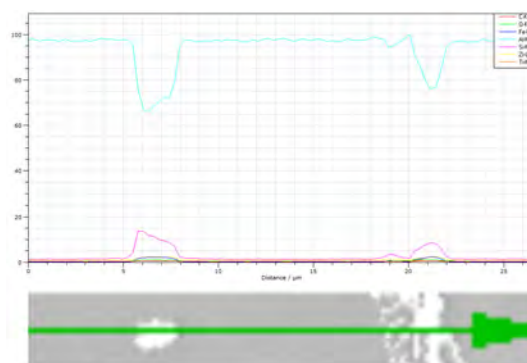


Figur 4.5.26: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, Fe, B, Si, C og Zr til punkt 623 prøve Zr3.

Figur 4.5.27 illustrerer linjeanalysen som er blitt tatt av prøve Zr3. Oversiktsbildet av hele analysen er vist i Figur 4.5.27a hvor det observeres at analysen starter i et grått område før det passerer gjennom et mindre og et større lyst område. Hvilke element som finnes hvor på denne linjen er vist i grafen i Figur 4.5.27b. Det grå området gir utslag på Al (lyseblå), mens når analysen går gjennom det første lyse området gir den et utslag på Si (rosa), Fe (blå) og mulig noe Zr (gul). Det siste lyse området gir også de samme utslagene på Si, Fe og muligens Zr.



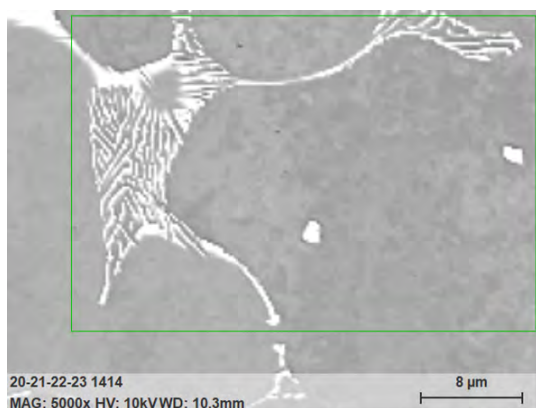
(a) Oversikt over linjeanalysen til Zr3.



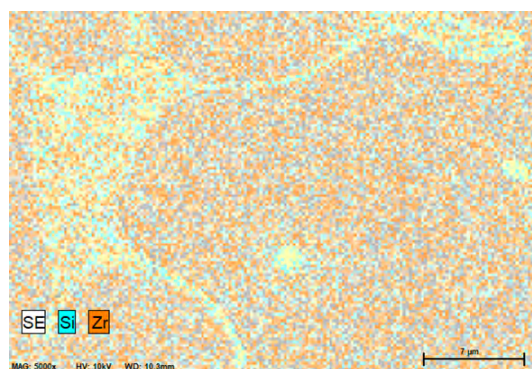
(b) Verdier av Al i lyseblå og Si i magenta/rosa, med mer på nøyaktige plasseringer på linjeanalysen til Zr3.

Figur 4.5.27: Linjen og en graf for hvilke element som befinner seg hvor langs linjen til prøve Zr3, som har blitt analysert av EDS

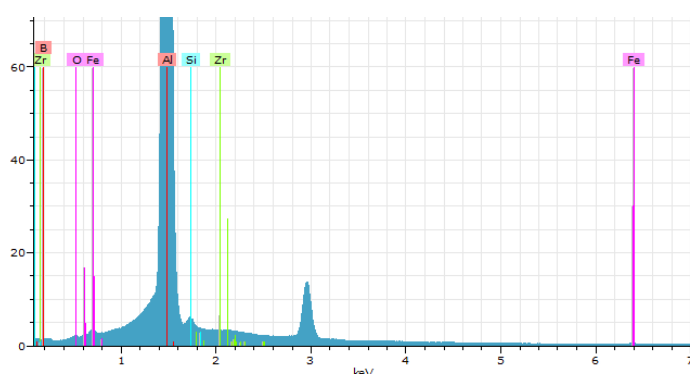
Bildene fra Figur 4.5.28 illustrerer et kartlagt område hvor de ulike elementene befinner seg i Zr3 og hvor mye som finnes av de forskjellige. Figur 4.5.28a viser SE bildet av EDS analyseområdet, mens Figur 4.5.28b forteller hvor Si og Zr befinner seg i prøven. Det blir observert større mengder Si ved de lyse områdene fra Figur 4.5.28a og at Zr er spredt ut over hele prøven. Figur 4.5.28c og 4.5.28d illustrerer graf og innholdstabellen for kartleggings analysen til Zr3. Grafen gir størst utslag på Al. Fra tabellen observeres det at Al dominerer med hele 87,16 wt.%, mens B er på 8,06 wt.%. Inneholder også et lavt innhold av Fe, Si, Zr og O.



(a) Oversikt over linjeanalysen.



(b) Verdier av Al, C, Ti med mer på nøyaktige plasseringer på linjeanalysen.



(c) Spektret fra området 623 i Figur 4.5.23.

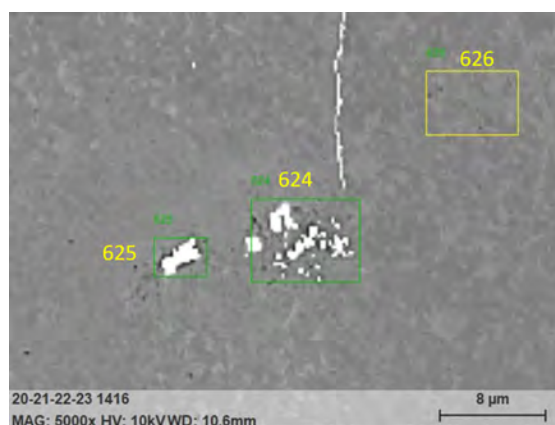
Spekter				
El	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [wt.%]
Al	64,52	87,16	79,1	2,91
B	5,97	8,06	18,25	0,93
Si	1,17	1,58	1,38	0,07
Fe	1,27	1,72	0,75	0,09
Zr	1,02	1,38	0,37	0,06
O	0,07	0,1	0,15	0,04
Tot	74,03	100	100	

(d) Innholdet av Al, B, Si, Fe, Zr og O til kartanalysen i prøve Zr3.

Figur 4.5.28: Kartlagt område og analys med Si og Zr, samt graf med de karakteristiske toppene til og innholdstabell av Al, B, Si, Fe, Zr og O til i prøve Zr3.

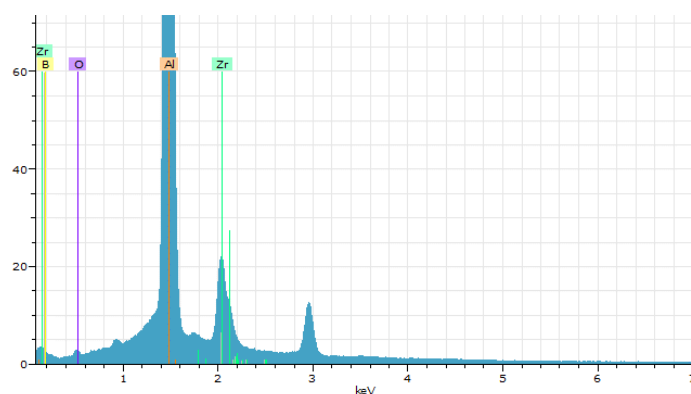
Forsøk 10

Det ble gjennomført 3 EDS analyser på ulike områder av Zr_3F_3 , vist i Figur 4.5.29. Analyse 624 er en område analyse i et grått område med mange, mindre hvite flekker som observeres til å være en samling av mindre partikler eller intermetallisk fase. Analyse 625 er også en område analyse i et hvitt område som observeres til å være en større partikkel eller intermetallisk fase. Analyse 626 er en område analyse av den grå fasen.



Figur 4.5.29: Område som er analysert med EDS til prøve Zr₃F₃.

Figur 4.5.30 illustrerer graf og innholdstabellen for analysen av område 624, vist i Figur 4.5.29. Grafen (Figur 4.5.30a) gir stort utslag på Al og Zr. Tabellen fra Figur 4.5.30b forteller det samme. I dette området har Al 75,80 wt.% og Zr 14,66 wt.%. Området inneholder også en stor mengde B på 9,5 wt.%.



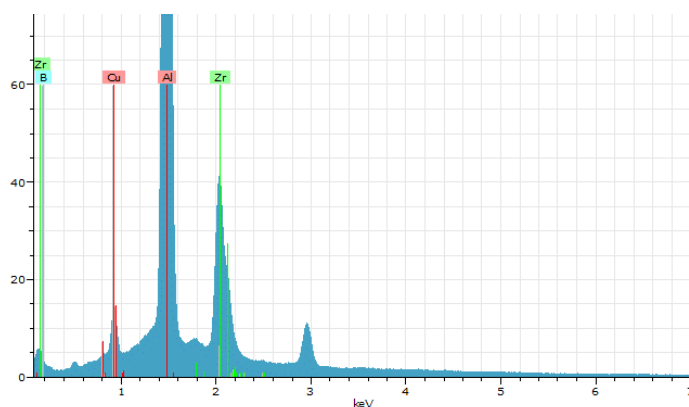
(a) Spekteret fra område 624 i Figur 4.5.29.

624				
El	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
Al	59,23	75,8	72,94	2,68
B	7,42	9,5	22,81	1,38
Zr	11,46	14,66	4,17	0,45
O	0,04	0,05	0,08	0,04
Tot	78,15	100	100	

(b) Innholdet av Al, B, Zr og O til område 624.

Figur 4.5.30: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, B, Zr og O til område 624 prøve Zr₃F₃.

Figur 4.5.31 illustrerer graf og innholdstabellen for analysen av område 625, vist i Figur 4.5.29. Grafen (Figur 4.5.31a) gir stort utslag på Al og Zr. Tabellen fra Figur 4.5.31b forteller det samme. I dette området har Al 64,17 wt.% og Zr 25,27 wt.%. Området inneholder også en stor mengde B på 8,37 wt.% og noe Cu på 2,18 wt.%.



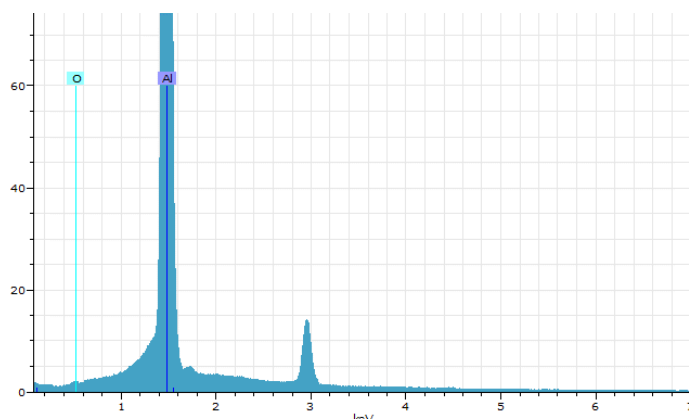
(a) Spekteret fra område 625 i Figur 4.5.29.

625				
El	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
Al	45,41	64,17	68,65	2,06
B	5,93	8,37	22,36	1,08
Zr	17,89	25,27	8	0,69
Cu	1,55	2,18	0,99	0,23
Tot	70,77	100	100	

(b) Innholdet av Al, B, Zr og Cu til område 625.

Figur 4.5.31: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al, B, Zr og Cu til område 625 prøve Zr3F3.

Figur 4.5.32 illustrerer graf og innholdstabellen for analysen av område 626, vist i Figur 4.5.29. Grafen (Figur 4.5.31a) gir stort utslag på Al. Tabellen fra Figur 4.5.32b forteller det samme. I dette området dominerer Al med 99,96 wt.%. Ressterende 0,04 wt.% er kommer fra O.

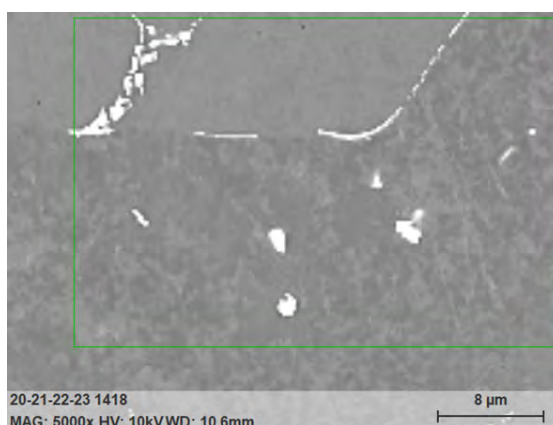


(a) Spekteret fra område 626 i Figur 4.5.29.

626				
El	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
Al	67,82	99,96	99,93	3,06
O	0,03	0,04	0,07	0,04
Tot	67,85	100	100	

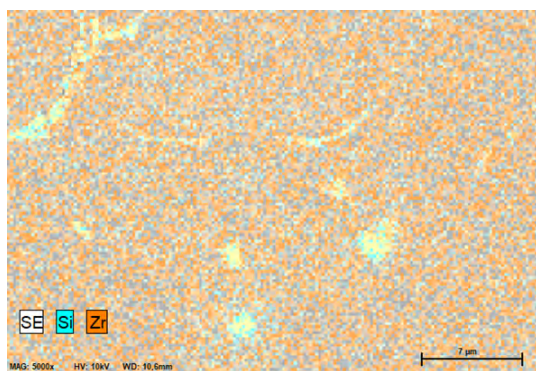
(b) Innholdet av Al og O til punkt 626.

Figur 4.5.32: Karakteristiske toppene til og wt.% av Al og O til punkt 626 prøve Zr3F3.

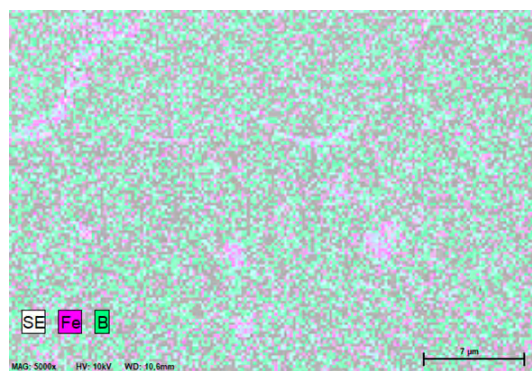


Figur 4.5.33: EDS oversikt over kartlagt område til Zr_3F_3 .

Figur 4.5.33 viser SE oversiktsbildet av et kartlagt område av prøve Zr_3F_3 . Bildene i Figur 4.5.34 illustrerer hvor ulike element befinner seg. Figur 4.5.34a forteller hvor Si og Zr befinner seg i prøven. Det blir registrert noe Zr befinner seg på de sirkulære hvite flekkene, fra Figur 4.5.33, og Si finnes i alle lyse områder. Zr blir også sett spredt rundt i den grå fasen. Figur 4.5.34b illustrerer hvor Fe og B befinner seg i prøven. Det blir observert at de større hvite områdene inneholder Fe, mens B befinner seg over alt fra Figur 4.5.33. Dette tyder på at disse lyse områdene kan være primært sett intermetalliske faser med Si og Fe med noe Zr.



(a) Kartlagt prøve med Si og Zr.

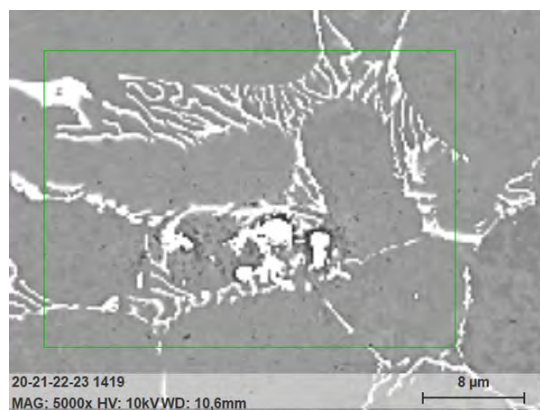


(b) Kartlagt prøve med Fe og B.

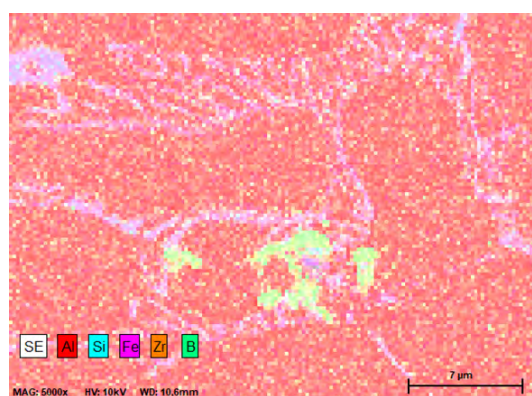
Figur 4.5.34: Kartleggingsanalyse av prøve Zr_3F_3 .

Bildene fra Figur 4.5.35 illustrerer et kartlagt område hvor de ulike elementene befinner seg i Zr_3F_3 og hvor mye av de ulike som finnes. Figur 4.5.35a viser SE bildet av EDS analyseområdet. Figur 4.5.35b forteller hvor Al, Si, Fe, Zr og B

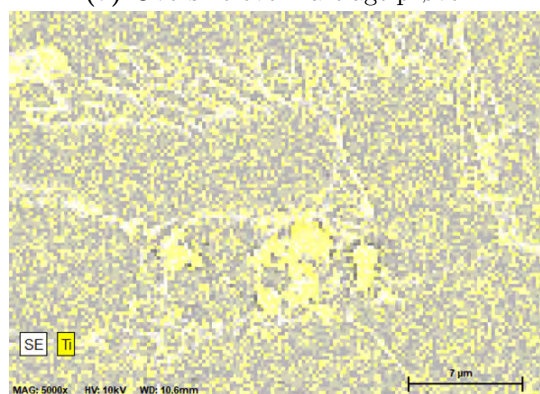
befinner seg i prøven. Det blir registrert større mengder Si og Fe ved de lyse områdene fra Figur 4.5.35a. Zr og B befinner seg i det som blir sett på som en større partikkelsamling midt i bildet. Figur 4.5.35c viser Ti befinner seg i prøven. Det blir observert at Ti befinner seg spredt rundt i hele prøven og muligens noe mer på de partikkelformede områdene. Figur 4.5.35d forteller hvor Al, Zr, B og F befinner seg i prøven. Det blir registrert at Al befinner seg ved de grå områdene fra Figur 4.5.35a, Zr og B fyller ut de hvite partikkelområdene og F fyller ut de resterende hvite.



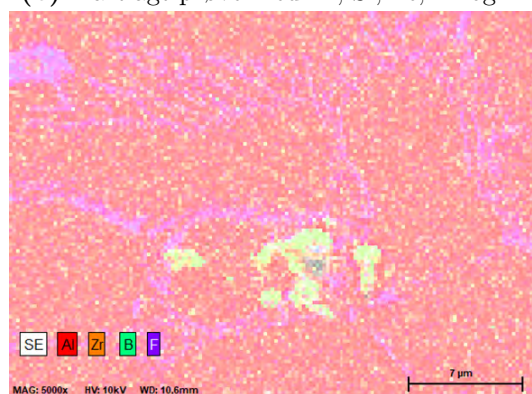
(a) Oversikt over kartlagt prøve.



(b) Kartlagt prøve med Al, Si, Fe, Zr og B.



(c) Kartlagt prøve med Ti.

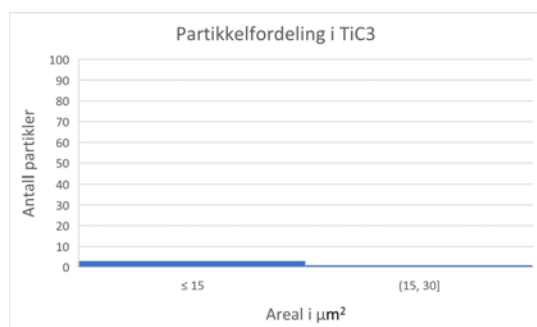


(d) Kartlagt prøve med Al, Zr, B og F.

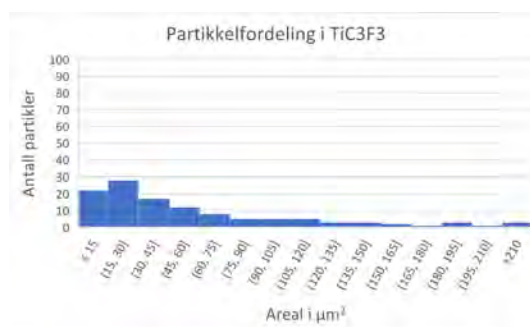
Figur 4.5.35: Flere kartlagte områder av prøven Zr_3F_3 med fokus på Al, Si, Fe, Zr og B i Figur 4.5.35b, Ti i Figur 4.5.35c og Al, Zr, B og F i Figur 4.5.35d.

4.6 Partikkeltelling

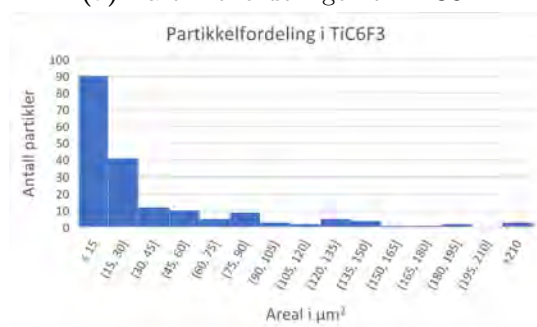
Figur 4.6.1 viser størrelsen til alle talte partikler av programmet ImageJ i prøver med TiC pulver, fordelt i størrelsesordninger i flere søylediagram. Diagrammet i Figur 4.6.1a illustrerer partikkelfordelingen til TiC3. Observerer at det kun er blitt registrert kun 4 små partikler for denne prøven, lest fra tabell B.1. Diagrammene i Figur 4.6.1b, 4.6.1c og 4.6.1d illustrerer partikkelfordelingen til henholdsvis TiC3F3, TiC6F3 og TiC3F6. Det observeres mange flere partikler her og mange som har areal på mer enn $210 \mu\text{m}^2$. Observerer også at diagram fra Figur 4.6.1c har flest partikler med mindre areal enn $15 \mu\text{m}^2$. Diagrammene i Figur 4.6.1e, 4.6.1f og 4.6.1g viser partikkelfordelingen til henholdsvis TiC3F3A, TiC6F3A og TiC3F6A. Det observeres at diagram fra Figur 4.6.1e har flest registrerte partikler med et areal på mer enn $210 \mu\text{m}^2$. Partikkelfordelingen til diagramene i Figur 4.6.1f og 4.6.1g er mer likt fordelt, men TiC6F3A har noe mer partikler med mindre areal enn $15 \mu\text{m}^2$.



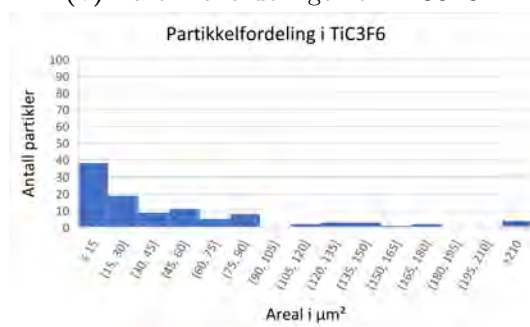
(a) Partikkelfordelingen til TiC3.



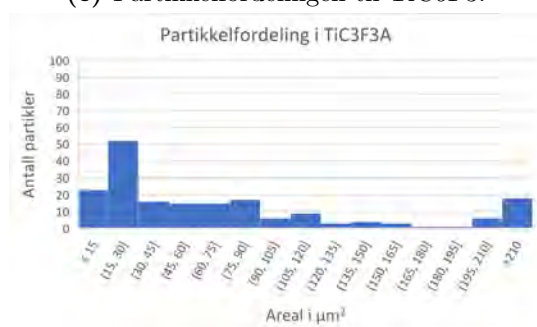
(b) Partikkelfordelingen til TiC3F3.



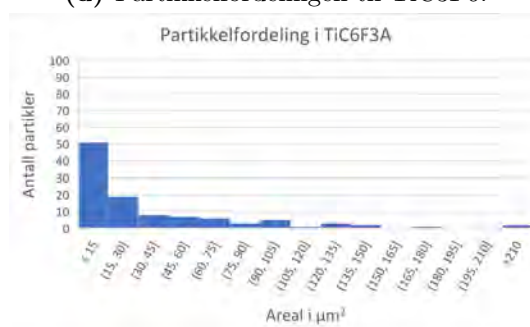
(c) Partikkelfordelingen til TiC6F3.



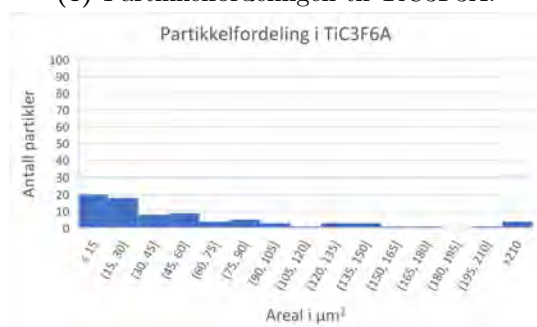
(d) Partikkelfordelingen til TiC3F6.



(e) Partikkelfordelingen til TiC3F3A.



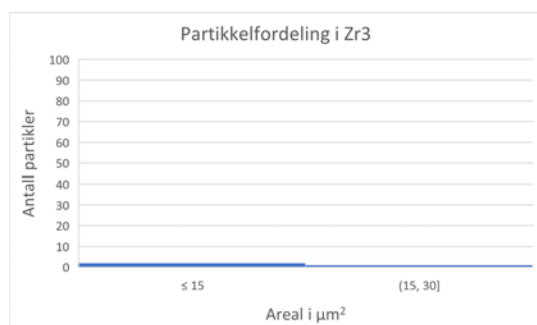
(f) Partikkelfordelingen til TiC6F3A.



(g) Partikkelfordelingen til TiC3F6A.

Figur 4.6.1: Partikkelfordelingen per Areal i μm^2 for de ulike TiC prøvene med og uten acetone blanding og KAIF_4 .

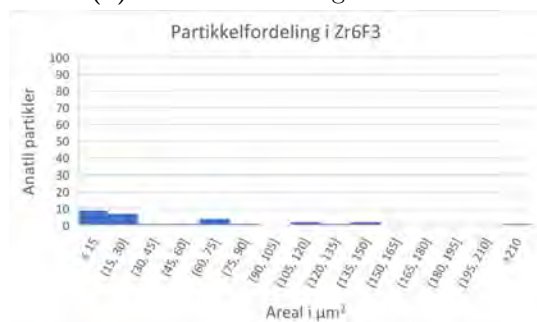
Figur 4.6.2 viser størrelsen til alle talte partikler av programmet ImageJ i prøver med ZrB_2 pulver, fordelt i størrelsesordninger i flere søylediagram. Diagrammet i Figur 4.6.2a illustrerer partikkelfordelingen til Zr3. Observerer at det kun er blitt registrert kun 3 små partikler for denne prøven, lest fra tabell B.8. Diagrammene i Figur 4.6.2b,?? og ?? illustrerer partikkelfordelingen til henholdsvis Zr3F3, Zr6F3 og Zr3F6. Det observeres mange flere partikler her og mange av disse har areal på mer enn $210 \mu m^2$. Observerer også at diagram fra Figur ?? har færrest registrerte partikler av alle prøver som inneholder $KAIF_4$.



(a) Partikkelfordelingen til Zr3.



(b) Partikkelfordelingen til Zr3F3.



(c) Partikkelfordelingen til Zr6F3.



(d) Partikkelfordelingen til Zr3F6.

Figur 4.6.2: Partikkelfordelingen per Areal i μm^2 for de ulike ZrB_2 prøvene.

Kapittel 5

Diskusjon

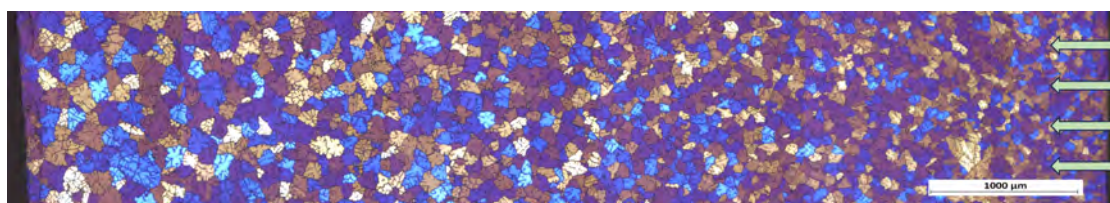
Formålet med oppgaven var å drive videre forskning på MMC ved tilsats av mikrokeramiske partikler i aluminium som skal kunne brukes som en sveisetråd. Ved å undersøke hvordan ulike mengder av TiC og ZrB₂ partikler oppfører seg i en støpt aluminium 1xxx legering med større og mindre tilsatser av KAlF₄, vil dette være med på å drive forskningen videre. Dette kapitlet vil forsøke å svare på hvilke påvirkninger ulik tilsats av mikrokeramisk pulver og fluss har på en 1xxx aluminiumslegering, ved å dra inn tidligere forskning, for å kunne bane vei videre mot målet om å kunne sveise bedre med aluminium.

5.1 Referanseprøve

Referanseprøven til alle forsøkene som er gjennomført i denne studien er den utstøpte prøven Al850. Fra Hydro sin undersøkelse, vist i tabell 3.1, får man vite at legeringen i hovedsak består av 99 at.% aluminium og 0,5 at.% av både jern og silisium [53]. For å kunne ha et godt grunnlag for å diskutere hvordan tilsats av pulver påvirker legeringen, ble det viktig å ta gode bilder av Al850 i både LOM og SEM, samt EDS analyse for å sjekke den opp mot Hydro sin tabell. Det ble gjennomført 4 område analyser og en kartleggingsanalyse av prøven. Fra område 619, som er det mørke området på prøven vist i Figur 4.5.1, detekteres det i hovedsak Al med hele 98,6 wt.% (96,96 at.%) og mindre mengder C og O. Det intermetalliske området 620 inneholder noe mindre Al, på 92,95 wt.%, og detekterer et Fe innhold på 3,3 wt.% og Si på 2,45 wt.%. Punkt analysen, gjennomført midt inne i et hvitt sirkulært område, viser en betraktelig reduksjon i Al innhold i forholdt til

resten av prøven. Al innholdet her er på 59,11 wt.%, andelen av Fe og Si har økt betraktelig til henholdsvis 22,86 og 16,96 wt.%. Kartleggingsanalysen av et større område, som vist i Figur 4.5.6, viser store likheter med område analysene der 96,4 wt.% er Al, 1,72 wt.% er Si og 0,37 wt.% er Fe. Observasjoner fra kartleggingsanalysen i Figur 4.5.6b og 4.5.6c sammen med punktanalysen i punkt 617 indikerer det at legeringselementene legger seg på de hvite korn grensene når aluminium størkner [21]. Sammenlignes EDS analysens grunnstoff og verdier med Hydro sin tabell observeres det at verdiene er nokså like. Det ble heller ikke oppdaget noen andre grunnstoff i EDS analysen enn det Hydro oppga i sin, dermed kan det antas at metodene støtter hverandre og de vil sammen gi økt styrke til senere diskusjon.

En viktig observasjon fra det anodiserte oversiktsbilde av Al850, vist i Figur 5.1.1, er at kornstørrelsen varierer innad i prøven. Kornstørrelsen er minst nærmest kontaktflaten med støpeformen (høyre side) og øker gradvis innover i prøven (mot venstre). Dette kommer fra ulik nedkjølingsrate alt etter hvor nært støpeproduktet er forma [21]. Fra bildene tatt via LOM i Figur 4.2.1 observeres det to ulike faser hvor den lyse er Al matrisen og den grå er intermetallisk fase med Si og Fe etter informasjon fra EDS analyser fra SEM.

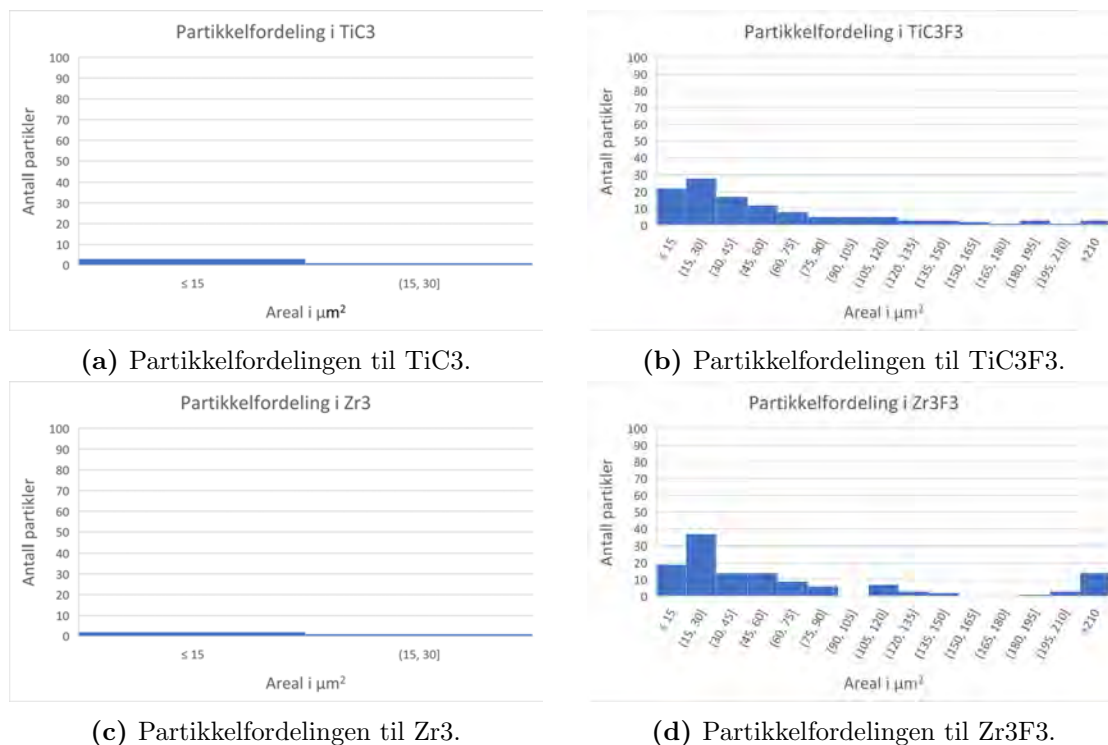


Figur 5.1.1: Oversiktsbilde av anodisert Al850.

5.2 Påvirkning av partikler i aluminium

Tilsatsen av TiC og ZrB₂ partikler skal ha en kornforfinene og styrkegivende påvirkning av Al [38][39]. Hvor stor endring tilsats av 1 wt.% TiC har på Al blir undersøkt i Forsøk 2 (TiC3) og for 1 wt.% ZrB₂ blir undersøkt i Forsøk 9 (Zr3). Fra undersøkelsen med partikkel telling observeres det at ImageJ kun registrerte 4 partikler med et areal på større enn 10 µm² til prøve TiC3, fra Tabell B.1, og 3 partikler for Zr3, fra Tabell B.8. I forhold til mengden pulver som ble igjen i digel og på rørepinne etter forsøkene for disse prøvene, vist i appendiks Figur A.0.1 og A.0.6, viser at partikler har problemer med å blande seg inn i smeltet Al. Grunnen til at lite partikler kommer inn i smelten er lav fuktighetsgrad mellom partikler og Al grunnet Al sin oksidfilm. Litteraturens forslag til å kunne blande TiC og ZrB₂

bedre med Al er å bruke fluss salter [51][45][40]. Ved å sammenligne partikkeltellingresultatene til prøve TiC3 med TiC3F3 og Zr3 med Zr3F3, vist i Figur 5.2.1, observeres det en betraktelig økning av registrerte partikler med areal større enn $10 \mu\text{m}^2$. Det viser til at flusssaltet KAlF_4 klarer å løse oksidet, og gi en passasje for TiC og ZrB_2 partikler inn i Al smelten.



Figur 5.2.1: Søylediagramene viser partikkelfordelingen per Areal i μm^2 for TiC3, TiC3F3, Zr3 og Zr3F3.

Når det kommer til kornforfiningseffekten uten tilsats av KAlF_4 for både TiC3 og Zr3 blir det observert i Figur 4.3.3 og 4.3.17 at for både TiC3 og Zr3 har begge en korstørrelse på $150 \mu\text{m}$ og er den nokså lik som for Al850. Mangelen på endring i kornstørrelse bekrefter at få partikler ble løst opp i disse forsøkene uten flusssalter. For prøve TiC3F3, som vist i Figur 4.3.5, observeres det at kornstørrelsen er på $100 \mu\text{m}$, noe som er en reduksjon av kornstørrelsen med hele $50 \mu\text{m}$. TiC vil være et gunstig nukleasjonspunkt på grunn av sin lave mismatch med Al. Styrkebidraget til de tilsatte partiklene er vist via hardhetsmålinger i Tabell 4.1 og det observeres at ved tilsats av partikler øker hardheten til Al. Sammenlignes hardheten til Al850 med TiC3 observeres en liten økning i hardhet, men sammenlignes prøve TiC3 og TiC3F3 observeres det faktisk en liten nedgang i hardhet. Nedgangen er svært liten,

men med tanke på hvordan den gjennomsnittlige størrelsen på kornene og antall løste partikler i prøvene, burde TiC₃F₃ være høyere enn TiC₃. En av årsakene til at dette ikke skjer her kan være fordi samtlige prøver har varierende kornstørrelse som vil kunne gjøre noe utslag alt etter hvor på prøven hardhetsmålingen ble tatt. Fra litteraturen er det vist at styrken til aluminium varierer lite ved mindre mengder tilsats av partikler [39][40]. Dessuten er partiklene relativt store (mikropartikler), og de vil dermed ikke bidra til økt styrke slik som nanopartikler. Dette samsvarer med alle hardhetsmålinger gjort til alle forsøkene da de varierer mellom 25 til 29 Vickers.

Ut ifra at tilsats av 1 wt.% TiC har endret kornstørrelsen til Al betraktelig, vil en anta at prøve TiC₆F₃ med 2 wt.% TiC vil gjøre noe lignende. Fra Figur 4.3.7 observeres det at kornstørrelsen er i underkant av 100 µm som er noe mindre enn for TiC₃F₃. I forholdt til antall partikler registrert i prøven via ImageJ, som vist i Tabell B.3, er antallet nesten doblet, noe som gir mening da mengden tilsatt TiC er doblet. Det kan tyde på at 1 wt.% KAlF₄ er mest sannsynlig nok flusssalt til å løse opp oksidet, og bane vei for 2 wt.% TiC i Al smelten. Ved å øke mengden av KAlF₄ til 2 wt.% i prøve TiC₃F₆, vist i Figur 4.3.9, observeres det at kornstørrelsen varierer mye mer gjennom hele prøven enn det både TiC₃F₃ og TiC₆F₃ gjorde. På det minste har kornene en størrelse på rundt 50 µm, noe som tilsvarer kun det hurtigkjølte området på de andre prøvene, og opp til 150 µm som er større enn både TiC₃F₃ og TiC₆F₃.

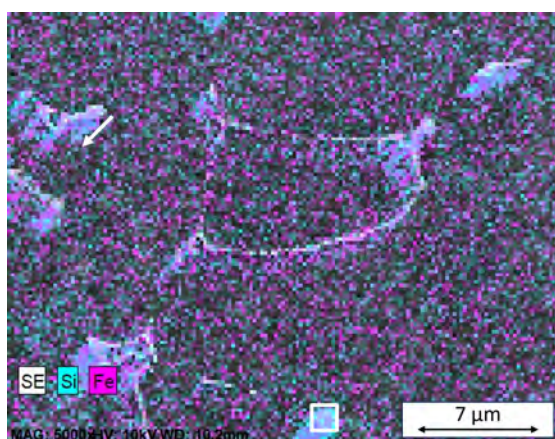
5.3 EDS evaluering

I dette delkapitlet vil alle EDS data analyseres og prøvene diskuteres og settes opp mot hverandre.

5.3.1 TiC₃

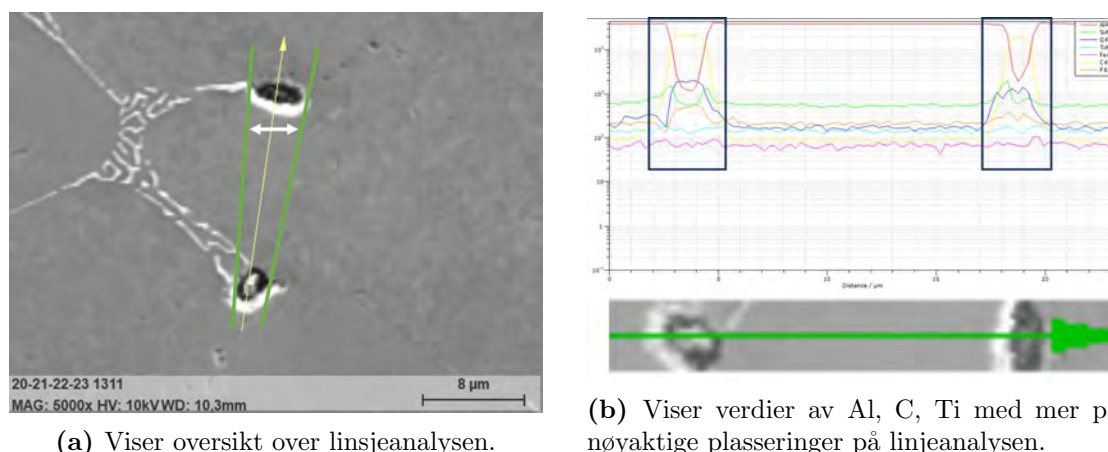
Ved benyttelse av SEM ble det tatt flere EDS analyser av flere ulike prøver for å få en god innsikt over hvor de ulike elementene befinner seg i de ulike prøvene. EDS analysen ble primært brukt til å kartlegge hvor de tilsatte partiklene befinner seg i de ulike prøvene. For TiC₃ ble det gjort en linjeanalyse, samt tre kartleggingsanalyser for å få mest mulig innsikt over hvor de tilsatte TiC-partiklene befinner seg. En viktig observasjon som ble gjort ved å studere kartleggingsanalysene til referanseprøven Al850, er at under alle analysene er det små bevegelser av prøven.

Det fører til at under analysen vil prøven over tid bevege seg opp i mot $3 \mu\text{m}$ bort fra det egentlige punktet. Et godt bevis på dette er Figur 5.3.1, hvor det sirkulære hvite område starter i bildet, men underveis i analysen flyttes området såpass mye at den ikke er i bildet etter endt analyse. Da hele prøven er forskjøvet med lengden til den hvite pilen, vil det potensielt være analyser som er ganske så feilaktige. Linjeanalyser og punktanalyser som analyserer kun bestemte punkter i et lite område, vil være påvirket av kun en liten forskyvning av prøven under analysen. Område- og kartleggingsanalyser vil være mindre påvirket da de tar for seg et større område, samt kartleggingsanalysen kan detektere forflytning.



Figur 5.3.1: EDS analyse av Al850 med kartlagt Si og Fe.

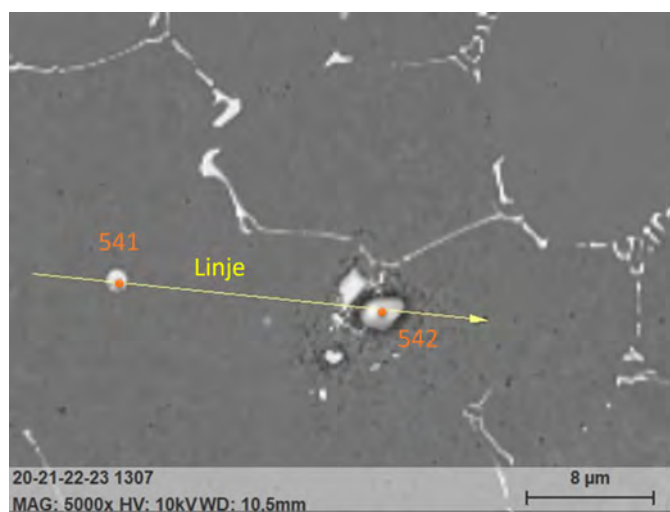
Linjeanalysen av TiC3 er tatt gjennom to tydelige mørke områder hvor hvertfall den ene observeres til å inneholde partikler, som vist i Figur 5.3.2a. Med potensiell forflytning på rundt $2 \mu\text{m}$ av prøve under analysen vil den faktiske analysen skje av en av de grønne linjene. På den måten vil kun yterpunktene av de mørke områdene analyseres. Fra Figur 5.3.2b er det områdene inne de markerte sorte boksene som er av interesse. Al innholdet synker kraftig på bekostning av C i gul og O i mørkblå. Observerer noe økning for Si som er representert med grønn, men ingen observerbar økning i Ti representert med lysblå. Ved å sammenligne dette med kartleggingsbildet av området, som vist i Figur 4.5.9b, oppdages det at det finnes noe Ti (i gult) i områdene. Økningen i Si kommer fra at disse områdene ligger på den intermetalliske fasen, mens C og O kan komme både fra porer rundt eller i området. Figur 4.5.9d viser også en større forsamling av Ti i lignende form som er med på å støtte at disse sorte områdene enten inneholder noe TiC eller er gjenværende porer etter oppløst TiC etter polering.



Figur 5.3.2: Viser linjen med potensielle forskyvninger og grafer for hvilke element som befinner seg hvor langs linjen til prøve TiC₃F₃, som har blitt analysert av EDS.

5.3.2 TiC₃F₃

Til prøve TiC₃F₃ ble det gjennomført fire områdsanalyser, en linjeanalyse og to kartleggingsanalyser for å få en god oversikt over hvor TiC partiklene er. Punktanalysen 541 fra Figur 5.3.3a er gjort i en tydelig intermetallisk fase og burde gir samme utslag som punkt 617 fra Al850, men det gjør den ikke. Dette kan tyde på at prøven har flyttet seg noe underveis i analysen. Figur 4.5.10b viser tydelig at prøven burde gitt tydelig utslag på Si og ikke bare Al, noe som er med på å bekrefte at alle områdeanalysene for prøve TiC₃F₃ er noe unøyaktige. Punktanalyse 542 viser svært lav konsentrasjon av Ti i dette området, vist i Figur 5.3.3b, men Figur 4.5.10b viser at dette tydelig er en stor TiC-partikkel som ligger ved intermetallisk fase. Linjeanalysen gjort av samme område, vist i Figur 4.5.15, viser tydelig at den store partikkelen er TiC grunnet høyt utslag Ti (lysblå) i grafene, samt tabellen vist i Figur 5.3.3b viser at 5,64 wt.% av hele linjeanalysen er Ti.



(a) Viser oversikt over punkt og linjeanalyse.

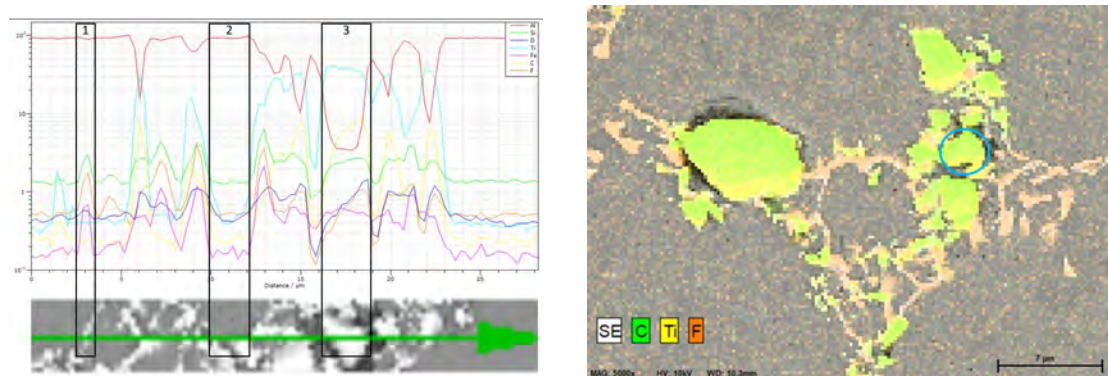
	541	542	Linje
El	norm. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	norm. C [wt.%]
Al	97,33	94,84	90,68
C	1,15	3	1,74
Si	1,37	1,85	1,37
Fe	0,08	0	0,57
Ti	0,06	0,22	5,64
O	0	0,09	0
Tot	100	100	100

(b) Viser elementinnhold i punkt 541, 542 og linjeanalysen.

Figur 5.3.3: Viser oversikten av og elementinnholdet til punkt 541 og 542 og linjeanalysen til prøve TiC3F3.

5.3.3 TiC3F3A

Til prøve TiC3F3A er det gjennomført en linjeanalyse og to kartleggingsanalyser. Fra kartleggingsanalysen vist i Figur 4.5.21 observeres det at det er svært lite forskyvning av prøve under analyse slik at linjeanalysen som er gjennomført gjennom et stort område med både intermetallisk fase og partikler, vist i Figur 4.5.18, er mer nøyaktig enn tidligere linjeanalyser. Ved å se nøyer på grafene til Figur 5.3.4a og sammenligne med plasseringene på prøven, observeres det at linjeanalysen gir gode svar på hva de ulike områdene er. I den første markerte boksen (boks 1) går linjeanalysen gjennom et tynt hvit område. Det blir observert en tydelig økning av Si i grønn, F i oransje og Fe i magenta. Boks 2 viser tydelig at den mørke fasen er hovedsaklig Al da den røde grafen til Al øker og minker akkurat der fasen starter og slutter, samt alle andre elementer minker og øker her. Fra oversiktsbildet til prøven, vist i Figur 4.5.18, sammen med boks 3 fra linjeanalysen observeres det at det som ser ut som en partikkel, er en TiC partikkel. Grunnen til at det går anta med høy sannsynlighet er at både Ti og C øker kraftig når Al synker, samt Figur 5.3.4b viser tydelig utslag av Ti og C i det markerte området. En annen viktig observasjon er at F legger seg på de intermetalliske fasene og ikke på TiC-partiklene.



(a) Redigert bilde av linjeanalysen til prøve TiC3F3A.

(b) Illustrerer bilde av kartleggingsanalyse med C, Ti og F til TiC3F3A.

Figur 5.3.4: Viser redigert bilder av linjeanalyse og kartleggingsanalyse av TiC3F3A.

5.3.4 Zr3

Det ble gjennomført tre områdeanalyser, en linjeanalyse og en kartleggingsanalyse av prøven Zr3. To av områdeanalysene var punktanalyser og ut i fra kartleggingsanalysen vist i Figur 4.5.23 er det lite forskyvning i analyse av denne prøven, slik at punktanalysene vil ha god nøyaktighet. Punkt 621 som er en analyse av et hvit og relativtsirkulært område viser at det detekteres noe Zr og B, vist i tabell fra figur 4.5.24b. Dette hvite området inneholder store mengder av Fe og Si også, noe som kan tyde på at det er en intermetallisk fase som er rik på Zr og B eller en ZrB_2 partikkel som befinner seg ved en intermetallisk fase. Område 622 observeres til å være tilvarende som 621, men her detekteres det store mengder Cu, vist fra tabellen i Figur 4.5.25b. Grunnen til denne store mengden av Cu er uvisst og vil bli diskutert senere fordi mengden er for stor til å være fra basematerialet. Utenom registreringen av Cu er elementinnholdet likt for 621 og 622. Noe som styrker muligheten for at ZrB_2 i dette tilfellet blander seg med den intermetalliske fasen er områdeanalysen 623 hvor det registreres samme mengde Zr og B, vist i tabell fra Figur 4.5.26b, som i 621 og 622. Noe som er av stor interesse er hvordan Zr fordeler seg i prøven i kartleggingsanalysen. Det observeres at Zr fordeler seg gjevt i hele prøven, altså i Al og intermetallisk fase og det som ser ut som sirkulære partikler, vist i Figur 4.5.28b. Ved å sammenligne mengden av Zr og B detektert i analysen, vist i Figur 4.5.28d, med områdeanalysene, observeres det at verdien er svært lik. Dette tyder på at Zr og B fordeler seg nokså likt i hele prøven uavhengig av intermetalliske faser.

5.3.5 Zr3F3

Til prøve Zr3F3 ble det gjennomført tre områdeanalyser og to kartleggingsanalyser med EDS. Under disse analysene tyder det på lite forflytning av prøven da kartleggingsanalysene har klare bilder, vist i Figur 4.5.35. Områdeanalyse 624 er en analyse over flere små hvite relativt sirkulære områder. Tabellen vist i Figur 4.5.30b viser at det er registrert mye større mengder av Zr og B her enn det gjorde ved tilsvarende områder i Zr3. 625, vist i Figur 4.5.31b gir også utslag på Cu, som vil kommenteres senere. Utenom Cu blir det registrert store mengder Zr og B her også, noe som kan tyde på at disse hvite områdene er ZrB₂ partikler. Kartleggingsanalysen fra Figur 4.5.35b og 4.5.35d viser tydelig at Zr og B befinner seg ved det intermetalliske området. Fra Figur 4.5.35d observeres det tydelig at F befinner seg hovedsaklig i den intermetalliske fasen og ikke ved ZrB₂-partiklene.

5.4 Blandemetode

Til denne studien ble det gjennomført tre forsøk med TiC og KAlF₄ som var blandet med aceton for å studere virkningen av en annen blandingsmetode. Baktanken med å løse opp TiC og KAlF₄ i aceton var å få en helt jevn blanding av pulvene, altså det som kalles for å coate TiC med KAlF₄, som skulle bli brukt i smelteforsøkene. Aceton ble benyttet fordi det lett fordamper og ikke fukter KAlF₄ med vann slik at potensiell HF-gass dannes. Ved å sammenligne prøvene TiC3F3 og TiC3F3A med tanke på antall partikler og partikkelstørrelse, vist i Tabell B.2 og B.5 har TiC3F3A opp mot dobbelt så mange registrerte partikler med sine 189 mot TiC3F3 sine 112. Ved å undersøke størrelsen på partikkelområdene er disse også vesentlig større hos TiC3F3A med 85,9 μm², enn hos TiC3F3 med 60,4 μm². Ved å se på størrelsesfordelingen av partiklene observeres det at TiC3F3A har mange flere partikler på over 195 μm² som drar opp den gjennomsnittlige størrelsen betraktelig.

Fra de anodiserte bildene til prøve TiC3F3 og TiC3F3A, som vist i Figur 4.3.6 og 4.3.12 observeres det at kornstrukturen til begge prøvene er svært like, men det synes flere sorte partikkelområder langs korn grensene i TiC3F3A. Fra observasjoner av disse sorte områdene fra LOM i SEM, er det tydelig at det er samlinger av partikler på de intermetalliske fasene, vist i Figur 4.1.6. Det er disse oppsamlingene av partikler som gir det store utslaget på partikkelstørrelsefordeling fra Tabell B.5. Fra EDS analysene blir det bekreftet at disse oppsamlingene av partikler består hovedsaklig av TiC og de befinner seg ved de intermetalliske fasene.

Ved å tilsette mer TiC til smelten førte det til at antall registrerte partikler økte fra 118 til 188 for TiC6F3, vist i tabell B.3, men for TiC6F3A minket det fra 189 til 108, vist i Tabell B.5. Dette oppfattes som svært merkelig da tilsats av en større mengde partikler bør gi utslag av flere partikler, med mindre KAlF₄ får en svekket virkning etter denne økte mengden av TiC i acetonblanding. Ved å sammenligne antall partikler i TiC6F3A og TiC3F6A legges det merke til at TiC3F6A har 81 registrerte partikler, vist i Figur B.7. Disse er i gjennomsnitt litt større enn TiC6F3A sine partikler, men det totale arealt de dekker over er relativt likt i forholdt TiC3F3A. TiC3F3A har et dekkende areal på 16230,7 μm^2 (fra Tabell B.5), TiC6F3A har 4289,3 μm^2 (fra Tabell B.6), og TiC3F6A har 6109,6 μm^2 (fra Tabell B.7), noe som kan tyde på at prøve TiC3F3A og TiC6F3A har blitt forvekslet. Bilder av TiC3F3A i LOM og SEM viser bilder av samme prøve, slik at hvis prøvene har blitt forvekslet har dette skjedd under innstøping i epoxy.

Ved å tilsette mer KAlF₄ skal alt TiC bli blandet inn i prøvene TiC3F6 og TiC3F6A etter observasjon av mangelen på pulverrester i digel etter utstøping, vist i Figur A.0.2 og A.0.5. Som tidligere nevnt har TiC3F6A 81 registrerte partikler via ImageJ, mens TiC3F6 har 105 partikler, vist i Tabell B.4. Arealet som TiC3F6 partiklene dekker over er 5260,6 μm^2 er noe lavere enn TiC3F6A sine med 6109,6 μm^2 . Kornstørrelsen til prøvene er også relativt lik, bare at TiC3F6A varierer noe mindre. Det kan komme av at partikkelområdene her er større enn for TiC3F6.

Ved å se på helheten ved å benytte aceton som blandingsmetode registreres det fra ImageJ at acetonprøvene har generelt mye større partikkelområder enn de uten, vist i Figur 4.6.1. Som vist i Figur 4.3.25, er kornstørrelsen svært lik for de respektive prøvene, med et lite unntak hvor TiC3F6A har noe mindre variasjon i kornstørrelse enn TiC3F6. Fra EDS analysene av prøve TiC3F3 og TiC3F3A blir det observert at TiC befinner seg ved de intermetalliske fasene. Det er ingen bemerkelsesverdige forskjeller for disse prøvene annet enn at partikkelområdene er mye større for prøve TiC3F3A, som kan være fordi dette faktisk er prøve TiC6F3A. Hardheten til prøvene varierer noe der TiC6F3 gir høyest hardhet uten aceton og TiC3F6A gir høyes med aceton, vist i Figur 4.4.1. At TiC6F3 har høyest målt hardhet gir mening da det er flest partikler tilsatt, samt minst kornstørrelse. At TiC3F6A gir høyest med aceton gir noe mindre mening da den ikke inneholder flest partikler. Den største kornstørrelsen til aceton prøvene, vist i figur 4.3.25, er relativt lik, men den minste derimot har stor forskjell. Det som mest sannsynlig har skjedd her er at målingene ble tatt nært krystalliseringsflaten til TiC3F6A, hvor prøven har svært liten kornstruktur, slik at den får høyere hardhet enn de resterende aceton prøvene.

5.5 Partikkelpåvirkning

Et siste punkt som denne studien tar for seg er å finne ut hvordan tilsats av ulike typer keramiske partikler påvirker en Al 1xxx legering. Som tidligere nevnt er det svært lite TiC og ZrB₂ som blander seg inn i Al smelten uten flusssalter, med bakgrunn av mengden pulver som ble igjen i digel, vist i Figur A.0.1 og A.0.6, og antall registrerte partikler, vist i Figur 4.6.1a og 4.6.2a. Fra de anodiserte bildene, vist i Figur 4.3.4 og 4.3.18 blir det observert at kornstørrelsen er svært lik, men hardheten fra Tabell 4.1 varierer noe. At hardheten varierer noe kommer av stor sannsynlighet fra at kornstørrelsen varierer mye mer i TiC3 enn i Zr3 slik at målingene muligens ble tatt på et område med mindre kornstørrelse.

Ved å tilsette KAlF₄ til smelten ble det ikke noe rester av pulver igjen i digel etter støping, vist i Figur A.0.3. Men før en skal sammenligne prøvene TiC3F3 og Zr3F3, er det viktig å bemerke seg at støpeproduktet til Zr3F3 hadde et hardt og mørkt pulverlag utenpå, som vist i Figur 5.5.1. Prøven hadde også det samme mørke belegget inni seg, noe som kan tyde på at restene fra støpinga i dette tilfellet har festet seg på støpeproduktet istedenfor å bli værende igjen i digelen som ved alle andre forsøk, vist i Figur A.0.7. En liten del av dette slaggområdet kan observeres med LOM uten anodisering i Figur 4.2.10b og anodisert i Figur 4.3.20c og 4.3.20d. Det ble tatt bilder til partikkeltelling av Zr3F3 godt inne i prøven for å unngå påvirkning av slaggestene både inne i prøven, men også fra kantene. Med tanke på antall partikler er prøvene svært like, men det observeres at Zr3F3 har flere store partikkelområder, vist i Figur 4.6.2b, enn TiC3F3 har 4.6.1a. Noen av disse områdene kan stamme fra slaggestene, men dette er lite trolig. Kornstørrelsen til prøvene er nokså lik, men Zr3F3 har større variasjon av størrelse innover i prøven. En mulig årsak til at dette observeres er at selve prøven til Zr3F3 er mye tykkere enn TiC3F3, som vist i henholdsvis Figur 4.3.19 og 4.3.5. EDS analysene viser mye det samme ved at TiC legger seg ved de intermetalliske fasene i TiC3F3, mens ZrB₂ legger seg ved de intermetalliske fasene i Zr3F3. Det som skiller prøvene fra hverandre er at Zr og B blir observert og gir et større utslag i hele prøven, altså i Al fase og intermetallisk fase, mens Ti observeres hovedsaklig i partiklene og gir tilsynelatende ingen ekstra konsentrasjon i Al eller intermetallisk fase. Dette gjelder for både prøvene med og uten tilsatt KAlF₄.



Figur 5.5.1: Støpeprodukt av $\text{TiC}_3\text{F}_6\text{A}$ til venstre og Zr_3F_3 til høyre.

En svært interessant observasjon fra partikkeltelling, vist i Figur 4.6.2c, men også fra pulverrestene i digel, vist i figur A.0.8, er at det er en stor reduksjon av registrerte partikler i Zr_6F_3 enn i Zr_3F_3 . Dette er i stor kontrast med TiC_6F_3 som har nærmest en dobling i antall registrerte partikler. Dette kan tyde på at det krever mye mer KAlF_4 for å få inn samme mengde ZrB_2 som TiC . Dette kan også tyde på at mange av de registrerte partiklene til Zr_3F_3 ikke hadde vært tilstede hvis ikke støpeproduktet hadde fått dette ekstra harde pulver og slagglaget over seg. Partikkelstørrelsesfordelingen er også viktig å bemerke seg for prøve Zr_3F_3 og Zr_6F_3 , vist i Figur 4.6.2, der Zr_3F_3 har mange store partikkelområder i forholdt til Zr_6F_3 . Det er tidligere vist at det er enklere å få inn store partikler av ZrB_2 i Al enn små, noe som kan være en årsak til denne forskjellen [39]. En annen faktor som er med på å støtte tanken om at det er for lite tilsatt av KAlF_4 i Zr_6F_3 er partikkeltellingen til Zr_3F_6 , vist i Figur 4.6.2c. Til Zr_3F_6 ble det ikke observert noe rester av pulver etter forsøk, vist i Figur A.0.9, samt støpeproduktet var rent. Det kan tyde på at all ZrB_2 har blitt tatt opp i smelten når forholdet ZrB_2 og KAlF_4 nærmer seg 1 : 2 og ikke motsatt som i Zr_6F_3 . Hvis det er slik at mengden av partikler som ble tatt opp i Zr_6F_3 krever 1 wt.% KAlF_4 , burde også Zr_3F_3 hatt relativt tilsvarende partikkel mengde. Det kan være to ulike årsaker til dette. Den første er at mange av disse partiklene rett og slett er fra dette belegget slik at prøven har blitt forurenset. Den mest sannsynlige årsaken er at ved lite mengde flusssalt vil det være stor overvekt av ZrB_2 slik at effekten til KAlF_4 blir kraftig redusert, som igjen kan føre til at mye mindre partikler blir værende i smelten. Noe som støtter den siste påstanden er å observere fordelingen av partiklene til

Zr3F3 med Zr3F6 som er vist i Figur 4.6.2b og 4.6.2d. Disse diagrammene er nokså identiske, hvor Zr3F3 er noe høyere på noen punkter mulig på grunn av slagglaget.

Kornstørrelsen til Zr6F3, vist i Figur 4.3.21 samsvarer godt med Al850, TiC3 og Zr3 som alle har få eller ingen registrerte partikler. Zr3F6 sin kornstørrelse varierer ganske mye og det observeres nesten som at den har litt lavere kornforfining enn Zr3F3. Noe som er interessant er at den gjennomsnittlige kornstørrelsen til alle ZrB₂ er relativt like og ligger på 150 µm. For TiC varierer den gjennomsnittlige kornstørrelsen etter innhold av TiC fra 150 til underkant av 100 µm. Hardheten til prøvene fra Tabell 4.1 viser også at TiC prøvene er marginalt hardere enn ZrB₂, noe som kan komme av mindre kornstørrelse. Størrelsesvariasjonen til kornene er også mye lavere for alle TiC prøvene, noe som kan indikere at TiC har en bedre kornforfiningsegenskap enn ZrB₂ slik som disse forsøkene er utført.

5.6 Forslag til videre arbeid

Underveis i diskusjonen dukket stadig spørsmålet: Hvilken effekt har flusssaltet i Al etter at det har brutt ned oksidlaget slik at de keramiske partiklene kunne blande seg med smelten. Fra EDS analyser observeres det at F legger seg i den intermetalliske fasen og ikke ved de keramiske partiklene. Hvilken påvirkning har et overskudd av F på de intermetalliske fasene? Det blir observert at kornstørrelsen varierer gjennom mange prøver hovedsaklig på grunn av endring i nedkjølingsrate. Ved tilsats av TiC i TiC3F3 blir variasjonen i kornstørrelse fra ytterkant til ytterkant observert til å være mindre enn i Al850. Det samme gjelder for TiC6F3, men for TiC3F6 er det observert større variasjoner igjen. Det samme gjelder for prøvene med TiC i aceton. Tendensen går igjen når mengden fluss øker i forholdt til TiC. Vil det si at F har en egenskap til å motvirke TiC sin evne til å danne finere korn i Al MMC? Dette er noe å undersøke grundigere. Hvorfor oppfører ikke ZrB₂ prøvene seg på samme måte, eller gjøre de det? Den eneste prøven som ikke har stor variasjon i kornstørrelse er Zr6F3 som muligens er mettet for partikler. Ved høyere flusssalt innhold i forholdt til keramiske partikler, øker konsentrasjonen av F i den intermetalliske fasen og muligens påvirker kornforfiningsegenskapene. I såfall påvirkes ZrB₂ i mye større grad tidligere enn TiC.

Ett annet spennende tema å se på er hvordan disse utstøpte prøvene påvirkes av å bli sveiset med eller støpt på nytt. Finnes det en annen metode å støpe ut disse prøvene på? Buke en fast form slik at alle fremtidige støpeprodukt vil ha mer lik avkjølingsrate. Fjerne oksid fra smelte ved å skrape dette bort før utstøping for å få renere prøver. Degassing av smelte for å fjerne eventuelle rester av flusssalter.

Bruke annet blandemiddel eller metode, eksempel isopropanol og ultralydrøring.

Sjekke om TiC3F3A og TiC6F3A er blandet. Kan enkelt finne ut av ved å kappe av en ny prøve og se på den i LOM og sammenligne med gammel prøve.

Kapittel 6

Konklusjon

Tilsats av mikro keramiske partikler i Al har innvirkning på kornstrukturen. Ved å tilsette 1 wt.% TiC reduseres kornstørrelsen fra 150 til overkant av 100 μm . Ved å tilsette ytterligere 1 wt.% blir kornene forfinet til mindre enn 100 μm . Tilsats av ZrB_2 har også en kornforfinene effekt, men i mindre grad enn TiC ved disse konsentrasjonene. Tilsats av flusssaltet KAlF_4 gjør at TiC og ZrB_2 blander seg bedre inn i Al, slik at partikler enklere kan observeres i LOM og SEM. Hardheten til Al etter tilsats av keramiske partikler er noe høyere enn for rent Al, men resultatene varierer noe på grunn av varierende kornstørrelse innad i prøvene. Mengden av KAlF_4 som kreves for at TiC eller ZrB_2 skal bli løst opp i Al blir observert til å variere. For TiC ser det ut som at holder å tilsette halvparten av KAlF_4 som TiC. For ZrB_2 derimot bør det tilsettes like mye, hvis ikke mer KAlF_4 enn ZrB_2 for at alt ZrB_2 skal kunne komme inn i smelta. Dette er på grunnlag av registrerte partikler via ImageJ.

Blandingsmetoden med aceton hadde lite påvirkning når det kom til kornstørrelse, TiC forekomst i Al og hardhet. Blandingsmetoden hadde imidlertid innvirkning på størrelsen til partikkelområdene. Ved å bruke aceton ble partiklene vesentlig større, noe som kan tyde på at effekten av aceton i dette tilfellet var å samle flere partikler i et større område på de intermetalliske fasene. Flere og større partikler på korngrenser gir økt styrke, men også økt sprøhet.

Fra EDS analysene observeres det at både TiC og ZrB_2 legger seg ved de intermetalliske fasene. En interessant bemerkelse er at F fra KAlF_4 legger seg også i den intermetalliske fasen, noe som kan ha betydning for Al matrisen. Det observeres at kornstørrelsen varierer betraktelig mer ved økt innhold av KAlF_4 , noe som kan tyde på at F er med på å påvirke kornforfiningsegenskapen til TiC partiklene.

Bibliografi

- [1] Autoretur, *STOR ØKNING ALUMINIUM I BILENE*, (lest 08.12.23). URL: <https://autoretur.no/stor-okning-aluminium-i-bilene/>.
- [2] F. I. GmbH, *sveising av aluminium [Internett]*, (lest 14.09.23). URL: <https://www.fronius.com/nb-no/norway/sveiseteknikk/verden-av-sveising/aluminium>.
- [3] S. P. Maximilian Sokoluk Jie Yuan og X. Li, «Nanoparticles Enabled Mechanism for Hot Cracking Elimination in Aluminum Alloys,» *Metallurgical and Materials Transactions A*, årg. 52, s. 3083–3096, 2021, ISSN: 1543-1940. DOI: [10.1007/s11661-021-06302-9](https://doi.org/10.1007/s11661-021-06302-9). adresse: <https://doi.org/10.1007/s11661-021-06302-9>.
- [4] B. P. og Trine Kaland, *aluminium [Internett]*, (lest 21.08.23). URL: <https://snl.no/aluminium>.
- [5] NorEngros, *aluminium [Internett]*, (lest 21.08.23). URL: <https://www.norengros.no/aluminium>.
- [6] N. Christensen, *legering [Internett]*, (lest 22.08.23). URL: <https://snl.no/legering>.
- [7] N. Christensen, *aluminiumlegeringer [Internett]*, (lest 22.08.23). URL: <https://snl.no/aluminiumlegeringer>.
- [8] H. Johansen, *Aluminium [Internett]*, (lest 20.09.23). URL: <http://www.ansatt.hig.no/henningj/materialteknologi/Materiallare/arbeidsplan/lettmetaller/Al-Al-legeringer/Materiallaere-aluminium-kompendium.pdf>.
- [9] Britannica, *Hardening treatments [Internett]*, (lest 20.09.23). URL: <https://www.britannica.com/science/metallurgy/Hardening-treatments>.
- [10] Tibnor, *luminium- en introduksjon [Internett]*, (lest 22.08.23). URL: https://www.tibnor.no/nb_NO/introduksjon-til-aluminium.

- [11] Hydro, *Skoleside om aluminium og gjenvinning [Internett]*, (lest 21.08.23). URL: <https://www.hydro.com/no-NO/om-hydro/sponsorships/aksjon-gjenvinning/>.
- [12] A. A.-N. o. T. J. R. Einar Halmøy, *sveising [Internett]*, (lest 14.09.23). URL: <https://snl.no/sveising>.
- [13] V. Ploshikhin, A. Prikhodovsky, M. Makhutin, A. Ilin og H.-W. Zoch, «Integrated Mechanical-Metallurgical Approach to Modeling of Solidification Cracking in Welds,» *Hot Cracking Phenomena in Welds*, s. 223–244, jan. 2005. DOI: [10.1007/3-540-27460-X_12](https://doi.org/10.1007/3-540-27460-X_12).
- [14] H. Bhadeshia og R. Honeycombe, *Steels: Microstructure and properties*. Elsevier, 2017.
- [15] K. STEEL, *Arc Welding of Nonferrous Metals*, (lest 08.12.23). URL: https://www.kobelco.co.jp/english/welding/events/files/2015_KOBELCO-Nonferrous.pdf.
- [16] Z. Lu, J. Xu, L. Yu, H. Zhang og Y. Jiang, «Studies on softening behavior and mechanism of heat-affected zone of spray formed 7055 aluminum alloy under TIG welding,» *Journal of Materials Research and Technology*, årg. 18, s. 1180–1190, 2022, ISSN: 2238-7854. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.03.074>. adresse: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2238785422003817>.
- [17] Y.-C. Chen, D. Bakavos, A. Gholinia og P. Prangnell, «HAZ development and accelerated post-weld natural ageing in ultrasonic spot welding aluminium 6111-T4 automotive sheet,» *Acta Materialia*, årg. 60, nr. 6, s. 2816–2828, 2012, ISSN: 1359-6454. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.01.047>. adresse: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645412000857>.
- [18] unknown, *Guinier–Preston zone [Internett]*, (lest 14.09.23). URL: <https://shorturl.at/fqWY9>.
- [19] N. Christensen, *støping [Internett]*, (lest 22.08.23). URL: <https://shorturl.at/BGS36>.
- [20] B. Pedersen, *entalpi [Internett]*, (lest 22.08.23). URL: <https://snl.no/entalpi>.
- [21] D. W. Kurz og D. D. J. Fisher, *Fundamentals of Solidification*. Trans Tech Publications, 1998.
- [22] O. Lohne, *seigring [Internett]*, (lest 24.08.23). URL: <https://snl.no/seigring>.

- [23] O. Lohne og N. Christensen, *varmebehandling (metallurgi) [Internett]*, (lest 24.08.23). URL: https://snl.no/varmebehandling-_metallurgi.
- [24] E. S. Egeland, *eutektisk blanding (metallurgi) [Internett]*, (lest 24.08.23). URL: https://snl.no/eutektisk_blanding.
- [25] reserchgate, *SEM SEIs of the Chinese script intermetallic phase in the 6060 alloys [Internett]*, (lest 24.08.23). URL: https://www.researchgate.net/figure/SEM-SEIs-of-the-Chinese-script-intermetallic-phase-in-the-6060-alloys-containing-a-and_fig3_226765300.
- [26] Wikipedia, *Metal matrix composite [Internett]*, (lest 06.12.23). URL: https://en.wikipedia.org/wiki/Metal_matrix_composite.
- [27] W. H. Hunt, «6.05 - Metal Matrix Composites,» i *Comprehensive Composite Materials*, A. Kelly og C. Zweben, red., Oxford: Pergamon, 2000, s. 57–66, ISBN: 978-0-08-042993-9. DOI: <https://doi.org/10.1016/B0-08-042993-9/00134-0>. adresse: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B0080429939001340>.
- [28] Z. Raheem, *materials-science-and-engineering-8th-edition-callister*. apr. 2019.
- [29] B. Pedersen, *krystallstruktur [Internett]*, (lest 21.08.23). URL: <https://snl.no/krystallstruktur>.
- [30] H. Johansen, *Aluminium- en krystallstruktur [Internett]*, (lest 21.08.23). URL: <https://materialteknologi.files.wordpress.com/2018/02/ml-im-2-krystall-struktur-forelesningnotater-imtdl.pdf>.
- [31] nanografi. «TITANIUM CARBIDE.» (), adresse: <https://nanografi.com/blog/titanium-carbide-nanoparticles-history-properties-synthesis-applications/> (sjekket 10.05.2023).
- [32] Wikipedia, *Zirconium diboride [Internett]*, (lest 08.12.23). URL: https://en.wikipedia.org/wiki/Zirconium_diboride.
- [33] Materialsproject, *ZrB2*, (lest 08.12.23). URL: <https://legacy.materialsproject.org/materials/mp-1472/>.
- [34] S. Caizhi, L. Hui, W. Feng, H. Xudong, H. Wei og S. Volodymyr, «Study on the Microstructure and Mechanical Properties of ZrB₂/AA6111 Particle-Reinforced Aluminum Matrix Composites by Friction Stir Processing and Heat Treatment,» *International Journal of Metalcasting*, 2023, ISSN: 2163-3193. DOI: [10.1007/s40962-023-01029-2](https://doi.org/10.1007/s40962-023-01029-2). adresse: <https://doi.org/10.1007/s40962-023-01029-2>.

- [35] T. Chakrabarti og S. Manna, «Zener pinning through coherent precipitate: A phase-field study,» *Computational Materials Science*, årg. 154, s. 84–90, 2018, ISSN: 0927-0256. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2018.07.041>. adresse: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927025618304762>.
- [36] J. Smilauerova, *Deformation of alloys: Precipitation hardening [Internett]*, (lest 04.09.23). URL: https://material.karlov.mff.cuni.cz/people/smilauerova/vyuka/FyzMat_I/FyzMat_I_7_precipitates.pdf.
- [37] M. Fattahi, M. Mohammady, N. Sajjadi, M. Honarmand, Y. Fattahi og S. Akhavan, «Effect of TiC nanoparticles on the microstructure and mechanical properties of gas tungsten arc welded aluminum joints,» *Journal of Materials Processing Technology*, årg. 217, s. 21–29, 2015, ISSN: 0924-0136. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.10.023>. adresse: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013614003902>.
- [38] W. Kim og Y. Yu, «The effect of the addition of multiwalled carbon nanotubes on the uniform distribution of TiC nanoparticles in aluminum nanocomposites,» *Scripta Materialia*, årg. 72-73, s. 25–28, 2014, ISSN: 1359-6462. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2013.10.008>. adresse: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S135964621300506X>.
- [39] A. Manikandan1, M. S. Omkumar og V. Mohanavel, «INFLUENCE OF ZrB2 ON THE MICROSTRUCTURAL CHARACTERISTICS OF AA6082/ZrB2 COMPOSITES,» *Materials and technology*, årg. 3, s. 327–332, 2018, ISSN: 1580-2949. DOI: [10.17222/mit.2018.133](https://doi.org/10.17222/mit.2018.133). adresse: <http://mit.imt.si/izvodi/mit193/manikandan.pdf>.
- [40] V. Mohanavel, S. Suresh Kumar, T. Sathish og K. Anand, «Effect of ZrB2 content on mechanical and microstructural characterization of AA6063 aluminum matrix composites,» *Materials Today: Proceedings*, årg. 5, nr. 5, Part 2, s. 13601–13605, 2018, International Conference on Materials Manufacturing and Modelling, ICM MM - 2017, 9 - 11, March 2017, ISSN: 2214-7853. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.02.356>. adresse: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785318305595>.
- [41] Z. Q. Wang, X. F. Liu, S. T. Li, X. F. Bian og J. Y. Zhang, «Microstructure and its influence on refining performance of AlTiC master alloys,» *Materials Science and Technology*, årg. 19, nr. 12, s. 1709–1714, 2003. DOI: [10.1179/026708303225008257](https://doi.org/10.1179/026708303225008257). eprint: <https://doi.org/10.1179/026708303225008257>. adresse: <https://doi.org/10.1179/026708303225008257>.

- [42] L. Yu og X. Liu, «Ti transition zone on the interface between TiC and aluminum melt and its influence on melt viscosity,» *Journal of Materials Processing Technology*, årg. 182, nr. 1, s. 519–524, 2007, ISSN: 0924-0136. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2006.09.011>. adresse: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S092401360600817X>.
- [43] M. Z. et al, *Microstructure Control and Performance Evolution of Aluminum Alloy 7075 by Nano-Treating [Internett]*, (lest 30.08.23). URL: <https://www.nature.com/articles/s41598-019-47182-9>.
- [44] G. Singh og N. Sharma, «Study on the influence of T4 and T6 heat treatment on the wear behavior of coarse and fine WC particulate reinforced LM28 Aluminium cast composites,» *Composites Part C: Open Access*, årg. 4, s. 100–106, 2021, ISSN: 2666-6820. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2021.100106>. adresse: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2666682021000013>.
- [45] W. Liu, C. Cao, J. Xu, X. Wang og X. Li, «Molten salt assisted solidification nanoprocessing of Al-TiC nanocomposites,» *Materials Letters*, årg. 185, s. 392–395, 2016, ISSN: 0167-577X. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.09.023>. adresse: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167577X16314835>.
- [46] C. Cao, G. Yao, M. Sokoluk og X. Li, «Molten salt-assisted processing of nanoparticle-reinforced Cu,» *Materials Science and Engineering: A*, årg. 785, s. 139–145, 2020, ISSN: 0921-5093. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139345>. adresse: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509320304263>.
- [47] Masterbond, *surface wetting [Internett]*, (lest 07.09.23). URL: <https://www.masterbond.com/techtips/surface-wetting>.
- [48] Wikipedia, *Wetting [Internett]*, (lest 07.09.23). URL: <https://en.wikipedia.org/wiki/Wetting>.
- [49] N. Nesse, *fuktemidler [Internett]*, (lest 07.09.23). URL: <https://snl.no/fuktemidler>.
- [50] N. Mustafa, N. Basir, R. Ibrahim mfl., «Characterization of in Situ Zirconium Diboride (Zrb₂) Reinforced by Aluminium-Copper (Al-Cu) Metal Matrix Composites,» *International Journal of Engineering Technology*, årg. 7, s. 406, des. 2019. DOI: [10.14419/ijet.v7i4.14.27694](https://doi.org/10.14419/ijet.v7i4.14.27694).
- [51] A. Aluminium, *Chemicals Fluxes [Internett]*, (lest 07.09.23). URL: <https://amg-al.com/products/chemicals-fluxes/>.

- [52] C. Cao, H. Ling, N. Murali og X. Li, «In-situ molten salt reaction and incorporation of small (10 nm) TiC nanoparticles into Al,» *Materialia*, årg. 7, s. 100425, 2019, ISSN: 2589-1529. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100425>. adresse: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2589152919302212>.
- [53] T. Furu, *Model alloys Chem analysis*. Hydro, 2009.
- [54] S. Lærum, *Tilsats av mikrokjeramiske partikler i aluminiumstøping*.
- [55] Unknown, *Induction furnace- Blue furnace- K013*, (lest 08.11.23). URL: <https://www.ntnu.no/wiki/display/imtlab/Induction+furnace+-+Blue+furnace+-+K013>.
- [56] H. Fjellvåg, *bornitrid*, (lest 08.11.23). URL: <https://snl.no/bornitrid>.
- [57] Autoretur. «mica silikon.» (lest 08.11.23). URL: <https://www.bagges.no/produkter/elektrisk-isolasjon/mica-silikon>. ()
- [58] J. Schindelin, I. Arganda-Carreras, E. Frise mfl., «Fiji: an open-source platform for biological-image analysis,» *Nature Methods*, årg. 9, s. 676–682, 2012, ISSN: 1548-7105. DOI: [10.1038/nmeth.2019](https://doi.org/10.1038/nmeth.2019). adresse: <https://doi.org/10.1038/nmeth.2019>.

Tillegg A

Bilder av rester fra forsøkene



(a) Rørepinne.



(b) Pulverrester.

Figur A.0.1: Rester fra forsøk 2 kalt TiC3.

TiC3: Gjenværende pulver i digel og slagg på rørepinne, vist i Figur A.0.1.



(a) Rørepinne.



(b) Pulverrester.

Figur A.0.2: Rester fra forsøk 5 kalt TiC3F6.

TiC3F6: Lite slagg på rørepinne (mindre enn TiC6F3A). Ikke pulver, vist i Figur A.0.2.



Figur A.0.3: Rester fra forsøk 6 kalt TiC3F3A.

TiC3F3A: Ikke pulver igjen i digel eller på rørepinne. Hardt slagg på rørepinne, vist i Figur A.0.3.



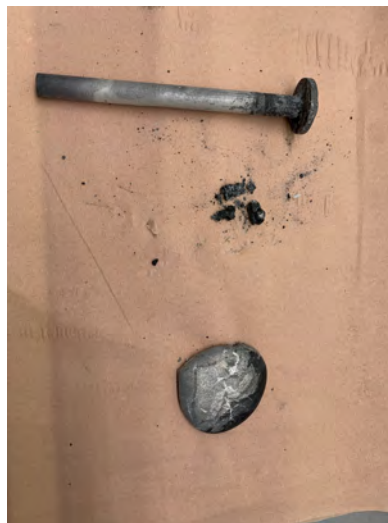
(a) Rørepinne.



(b) Pulverrester.

Figur A.0.4: Rester fra forsøk 7 kalt TiC6F3A.

TiC6F3A: Ikke pulver. Litt slag på rørepinnen, vist i Figur A.0.4.



Figur A.0.5: Rester fra forsøk 8 kalt TiC3F6A.

TiC3F6A: Litt slag på rørepinne. Ikke pulver i digel, vist i Figur A.0.5.



Figur A.0.6: Rester fra forsøk 9 kalt Zr3.

Zr3: Mye gjenværende pulver i digel og på rørepinnen. Ikke all Al folie smeltet pga ikke alt i smelte. noe pulver kan være igjen i posen, vist i Figur A.0.6.



(a) Rørepinne.



(b) Pulverrester.

Figur A.0.7: Rester fra forsøk 10 kalt Zr3F3.

Zr3F3: Pulveret har festet seg fast på utsiden av utstøpt Al. Pulveret er helt hardt. Mye slagg på rørepinnen, vist i Figur A.0.7.



(a) Rørepinne.



(b) Pulverrester.

Figur A.0.8: Rester fra forsøk 11 kalt Zr6F3.

Zr6F3: Mye slagg på rørepinnen og i digel. Litt pulver, vist i Figur A.0.8. Rent støpeprodukt i forholdt til Zr3F3.



(a) Rørepinne.



(b) Pulverrester.

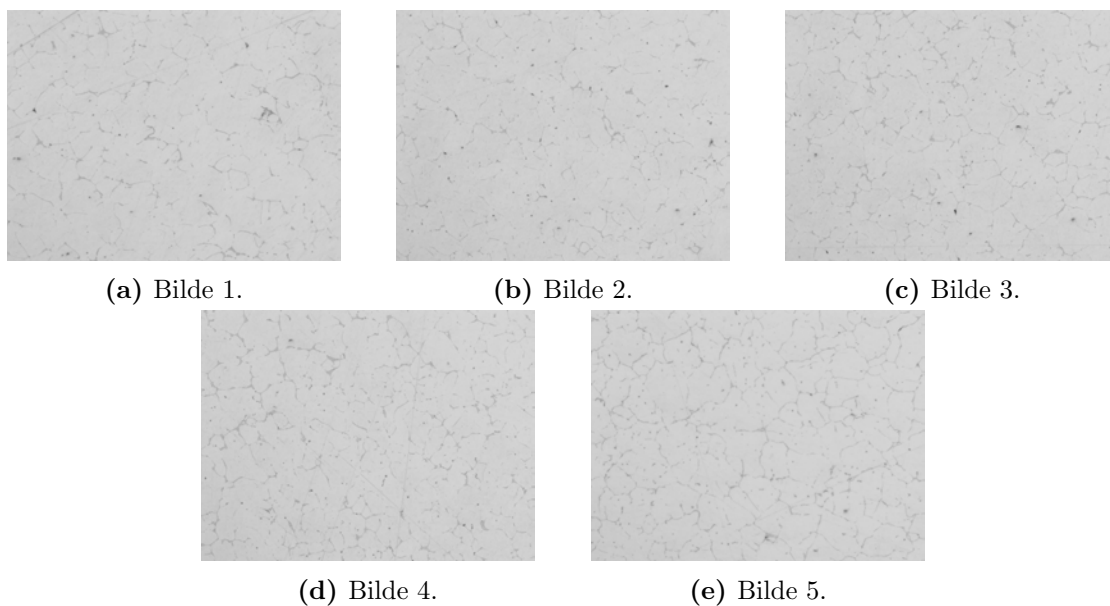
Figur A.0.9: Rester fra forsøk 12 kalt Zr3F6.

Zr3F6: Litt slagg på rørepinne. Hvitt merke på rørepinne, vist i Figur A.0.9.

Tillegg B

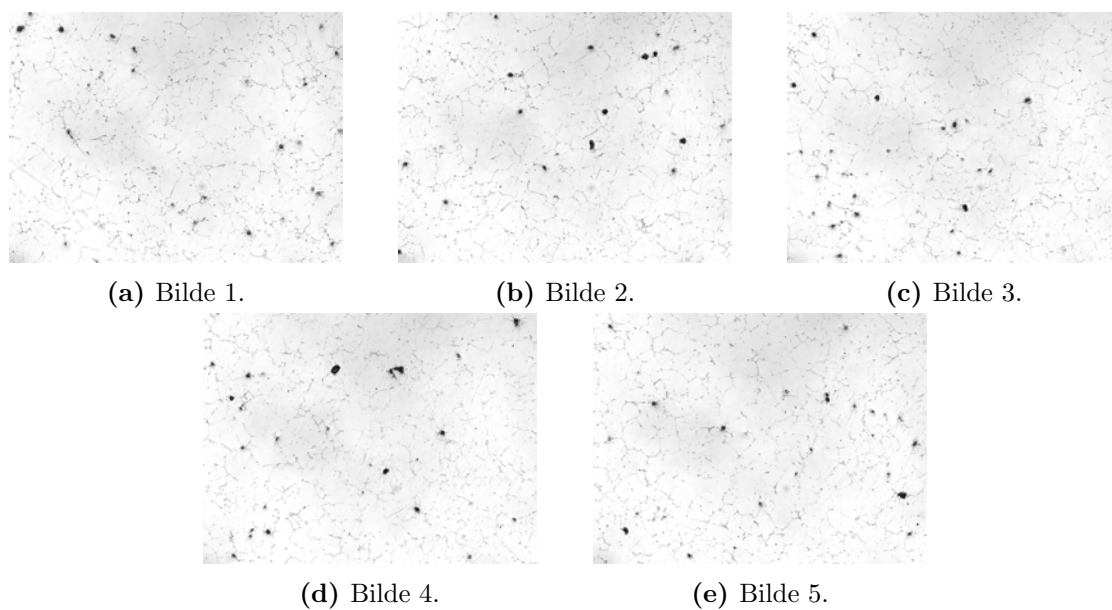
Bilder brukt til partikkeltelling

Figur B.0.1 viser alle bildene som ble brukt til å telle antall partikler med programmet ImageJ til prøve TiC3.



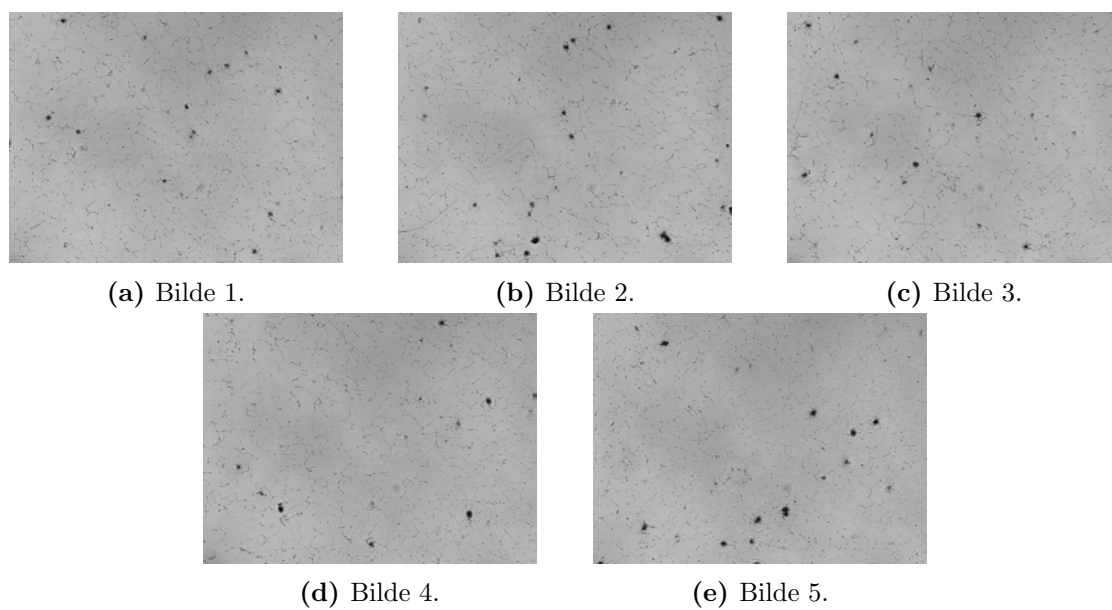
Figur B.0.1: Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC3.

Figur B.0.2 viser alle bildene som ble brukt til å telle antall partikler med programmet ImageJ til prøve TiC3F3.



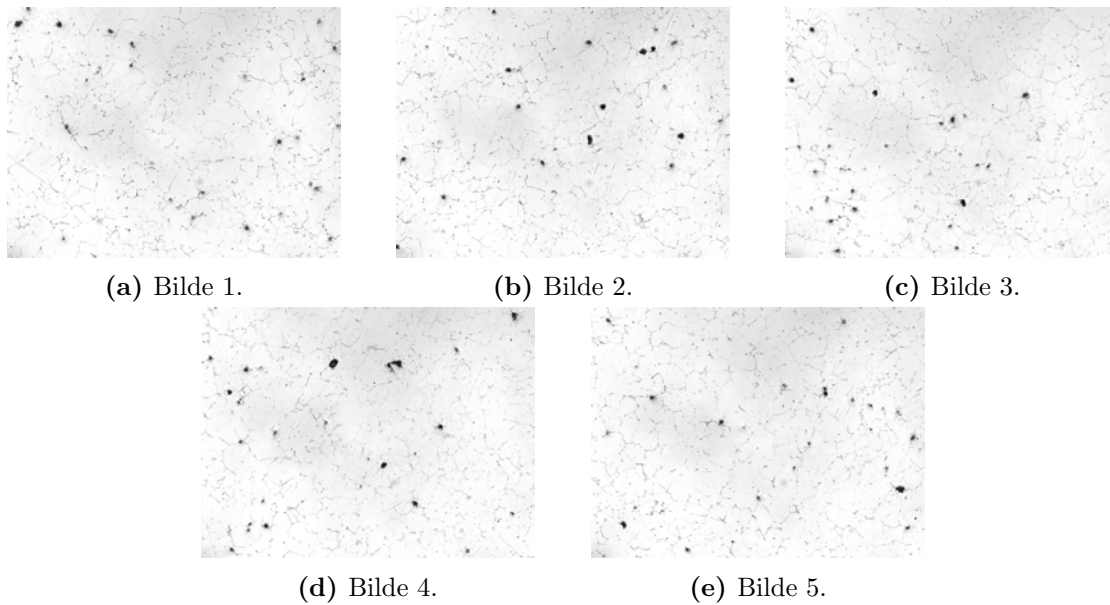
Figur B.0.2: Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC3F3.

Figur B.0.3 viser alle bildene som ble brukt til å telle antall partikler med programmet ImageJ til prøve TiC6F3.



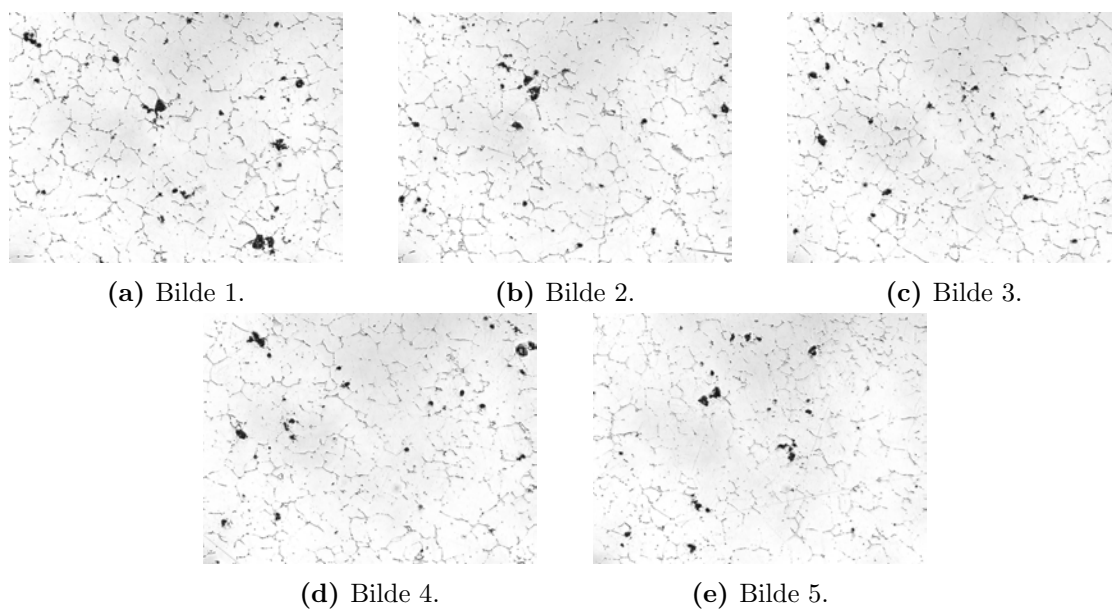
Figur B.0.3: Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC6F3.

Figur B.0.4 viser alle bildene som ble brukt til å telle antall partikler med programmet ImageJ til prøve TiC3F6.



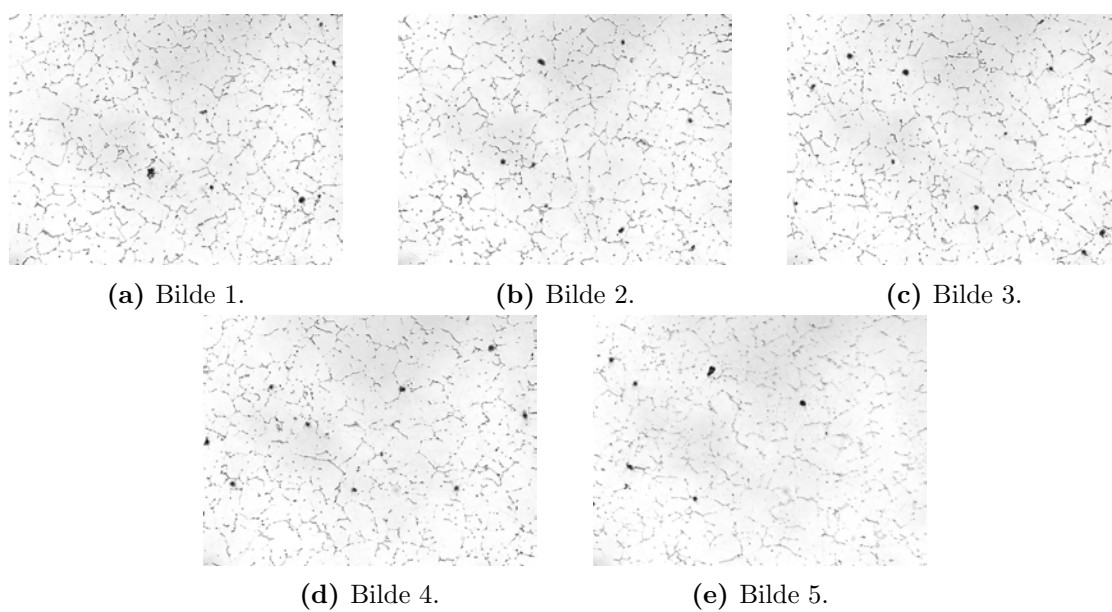
Figur B.0.4: Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC3F6.

Figur B.0.5 viser alle bildene som ble brukt til å telle antall partikler med programmet ImageJ til prøve TiC3F3A.



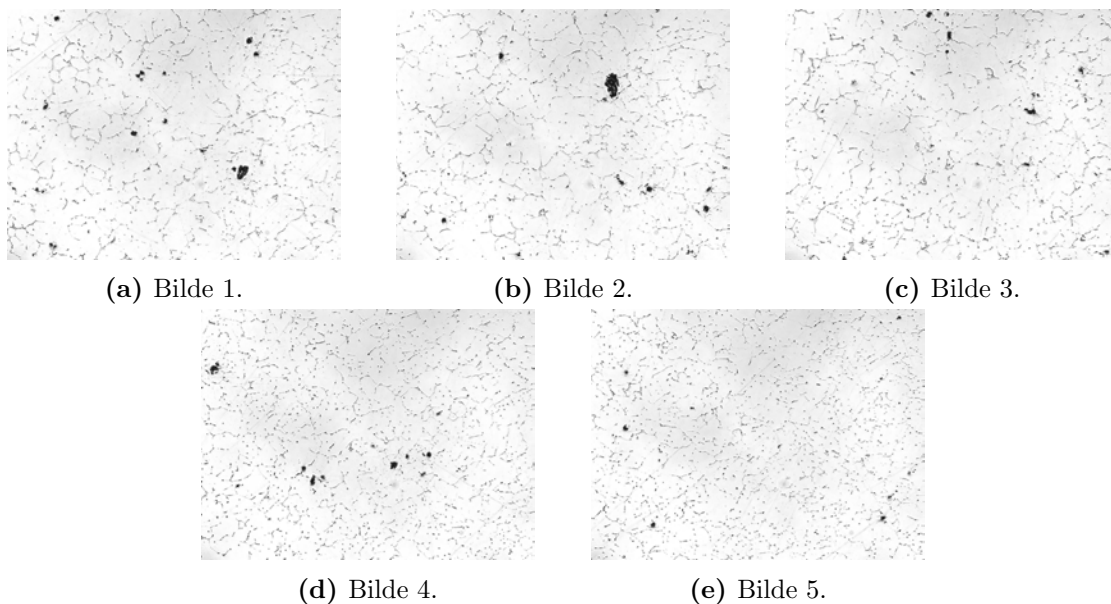
Figur B.0.5: Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC3F3A.

Figur B.0.6 viser alle bildene som ble brukt til å telle antall partikler med programmet ImageJ til prøve TiC6F3A.



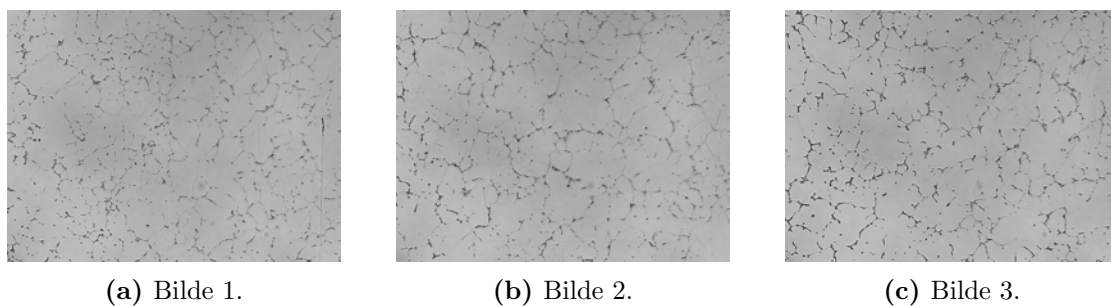
Figur B.0.6: Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC6F3A.

Figur B.0.7 viser alle bildene som ble brukt til å telle antall partikler med programmet ImageJ til prøve TiC3F6A.



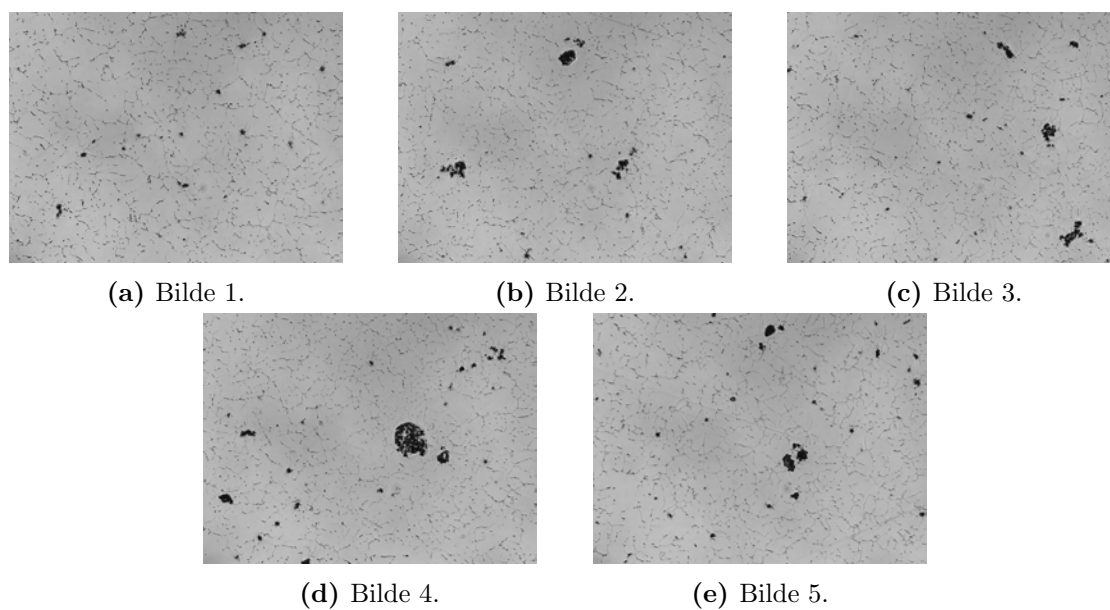
Figur B.0.7: Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve TiC3F6A.

Figur B.0.8 viser alle bildene som ble brukt til å telle antall partikler med programmet ImageJ til prøve Zr3.



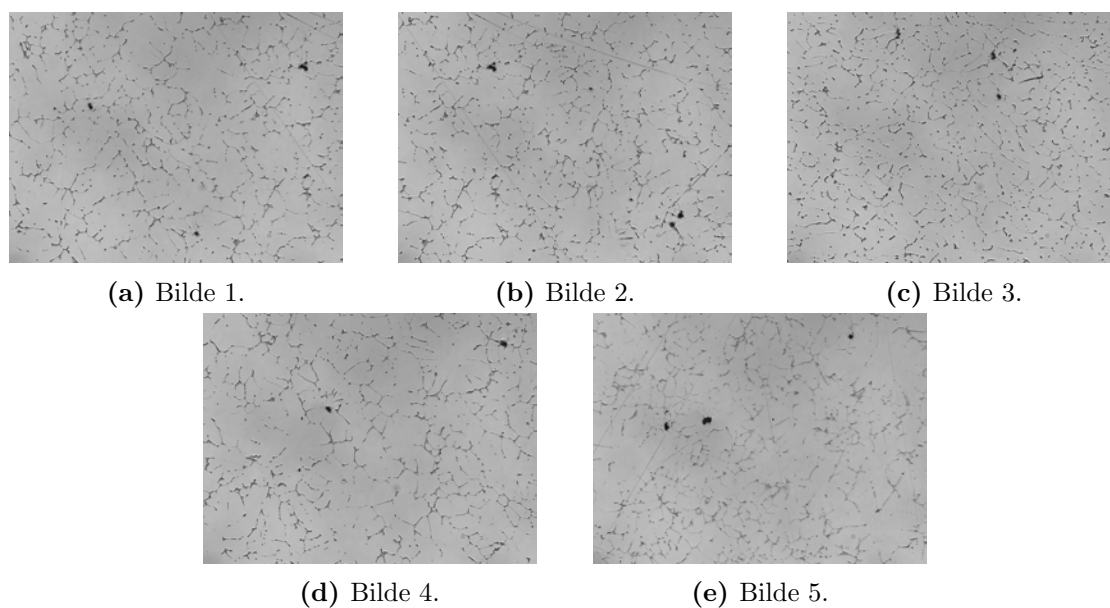
Figur B.0.8: Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve Zr3.

Figur B.0.9 viser alle bildene som ble brukt til å telle antall partikler med programmet ImageJ til prøve Zr3F3.



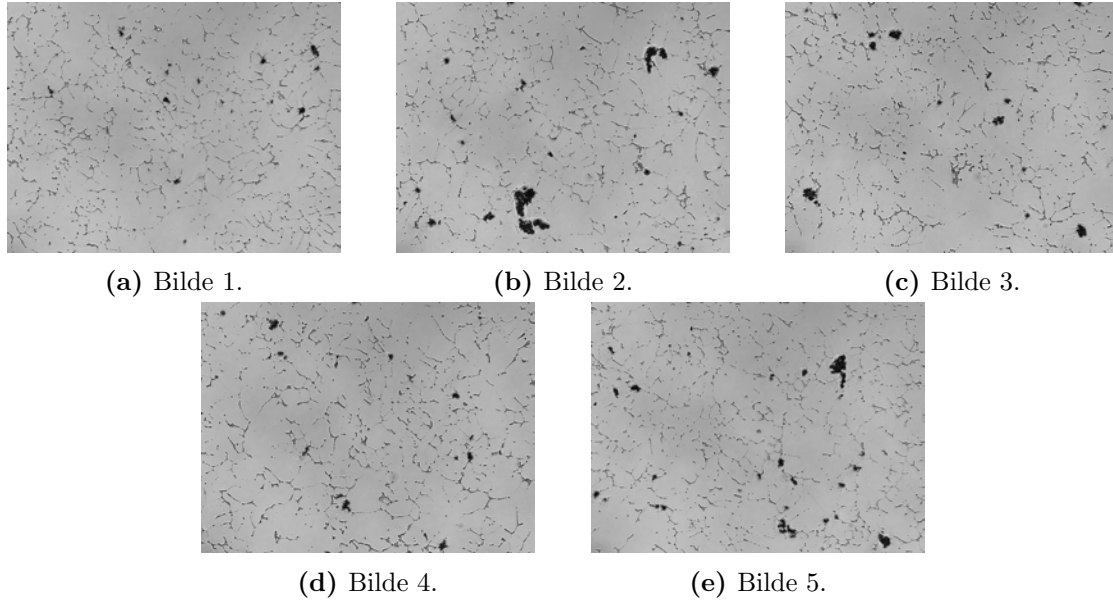
Figur B.0.9: Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve Zr3F3.

Figur B.0.10 viser alle bildene som ble brukt til å telle antall partikler med programmet ImageJ til prøve Zr6F3.



Figur B.0.10: Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve Zr6F3.

Figur B.0.11 viser alle bildene som ble brukt til å telle antall partikler med programmet ImageJ til prøve Zr3F6.



Figur B.0.11: Bilder brukt til partikkeltelling fra prøve Zr3F6.

B.1 Oppsummeringstabeller

Tabell B.1-B.11 viser oppsummeringen av antall mørke partikler, deres areal og snitt areal per partikkel, som har blitt talt av programmet ImageJ for alle prøver med tilsats av pulver. Tabell B.1-B.7 viser verdiene til alle som er tilsatt med TiC, mens B.8-B.11 viser alle som er tilsatt med ZrB₂

Tabell B.1: Viser antall partikler, totalt areal og gjennomsnittlig partikkelstørrelse for prøve TiC3.

Nr	Antall	Areal _{tot} (μm^2)	Snitt (μm^2 /partikkel)
1	3	51,4	17,1
2	1	11,0	11,0
3	0	0	0
4	0	0	0
5	0	0	0
Sum	4	62,4	15,6

Tabell B.2: Viser antall partikler, totalt areal og gjennomsnittlig partikkelstørrelse for prøve TiC3F3.

Nr	Antall	Areal _{tot} (μm^2)	Snitt (μm^2 /partikkel)
1	24	1091,4	45,5
2	23	1554,5	67,5
3	22	1200,6	54,6
4	26	2041,6	78,5
5	23	1237,9	53,8
Sum	118	7126,0	60,4

Tabell B.3: Viser antall partikler, totalt areal og gjennomsnittlig partikkelstørrelse for prøve TiC6F3.

Nr	Antall	Areal _{tot} (μm^2)	Snitt (μm^2 /partikkel)
1	36	1068,1	29,7
2	42	1985,5	47,3
3	43	1181,2	27,5
4	35	1190,3	34,0
5	32	1862,4	58,2
Sum	188	7287,4	38,8

Tabell B.4: Viser antall partikler, totalt areal og gjennomsnittlig partikkelstørrelse for prøve TiC3F6.

Nr	Antall	Areal _{tot} (μm^2)	Snitt ($\mu\text{m}^2/\text{partikkel}$)
1	18	1599,1	88,8
2	25	1428,7	57,2
3	21	792,0	37,7
4	23	647,8	28,2
5	18	792,9	44,0
Sum	105	5260,6	50,1

Tabell B.5: Viser antall partikler, totalt areal og gjennomsnittlig partikkelstørrelse for prøve TiC3F3A.

Nr	Antall	Areal _{tot} (μm^2)	Snitt ($\mu\text{m}^2/\text{partikkel}$)
1	47	4864,1	103,5
2	42	2910,9	69,3
3	31	1976,6	63,8
4	38	3435,4	90,4
5	31	3043,6	98,2
Sum	189	16230,7	85,9

Tabell B.6: Viser antall partikler, totalt areal og gjennomsnittlig partikkelstørrelse for prøve TiC6F3A.

Nr	Antall	Areal _{tot} (μm^2)	Snitt ($\mu\text{m}^2/\text{partikkel}$)
1	25	810,7	32,4
2	29	792,5	27,3
3	20	946,3	47,3
4	18	707,8	39,3
5	16	1032,1	64,5
Sum	108	4289,3	39,7

Tabell B.7: Viser antall partikler, totalt areal og gjennomsnittlig partikkelstørrelse for prøve TiC3F6A.

Nr	Antall	Areal _{tot} (μm^2)	Snitt ($\mu\text{m}^2/\text{partikkel}$)
1	19	1639,2	86,3
2	18	2147,1	119,3
3	18	914,6	50,8
4	17	1036,6	61,0
5	9	372,1	41,3
Sum	81	6109,6	75,4

Tabell B.8: Viser antall partikler, totalt areal og gjennomsnittlig partikkelstørrelse for prøve Zr3.

Nr	Antall	Areal _{tot} (μm^2)	Snitt ($\mu\text{m}^2/\text{partikkel}$)
1	1	17,4	17,4
2	2	21,9	11,0
3	0	0	0
Sum	3	39,3	13,1

Tabell B.9: Viser antall partikler, totalt areal og gjennomsnittlig partikkelstørrelse for prøve Zr3F3.

Nr	Antall	Areal _{tot} (μm^2)	Snitt ($\mu\text{m}^2/\text{partikkel}$)
1	18	779,2	43,3
2	26	2820,8	108,5
3	23	2762,1	120,1
4	33	5499,0	166,6
5	29	3261,1	112,5
Sum	129	15122,2	117,2

Tabell B.10: Viser antall partikler, totalt areal og gjennomsnittlig partikkelstørrelse for prøve Zr6F3.

Nr	Antall	Areal _{tot} (μm^2)	Snitt ($\mu\text{m}^2/\text{partikkel}$)
1	6	281,8	47,0
2	8	396,9	49,6
3	9	254,6	28,3
4	3	212,0	70,7
5	3	425,6	141,9
Sum	29	1570,9	54,2

Tabell B.11: Viser antall partikler, totalt areal og gjennomsnittlig partikkelstørrelse for prøve Zr3F6.

Nr	Antall	Areal _{tot} (μm^2)	Snitt ($\mu\text{m}^2/\text{partikkel}$)
1	17	967,9	56,9
2	24	4750,6	197,9
3	19	2255,7	118,7
4	21	1265,6	60,3
5	28	3433,2	122,6
Sum	109	12673,1	116,3

