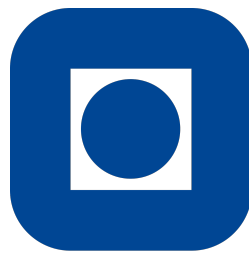


Degradering av mikromønster på bruddflater av ulegert stål som følge av korrosjon

Degradation of Microstructure on Fracture Surfaces of
Steel Due to Corrosion



NTNU

Forfattere:

**Hilde Marie Syvertsen
Olav Johansen Vad**

Bacheloroppgave
28.05.2020

Selskap:
DNV GL

Eksterne veiledere:
Gard Sviggum Saabye
Jan Henrik Olsen
Mario Søfferud

Intern veileder:
Roald Lilletvedt

Institutt for materialteknologi
Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
/Norwegian University of Science and Technology

Forord

Dette forsøket ble utført som en bacheloroppgave ved studieprogrammet materialteknologi ved NTNU (Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet) i Trondheim. Den praktiske delen av forsøket ble gjennomført på materiallaboratoriet på NTNU Kalvskinnnet under vårsemesteret 2020. Oppgaven ble gjort i samarbeid med DNV GL (Det Norske Veritas Germanischer Lloyd) Høvik.

Vi ønsker å gi en spesiell takk til vår interne veileder ved NTNU, Roald Lilletvedt for gode faglige og praktiske råd til bacheloroppgaven. Vi ønsker også å takke våre veiledere fra DNV GL, Mario Søfferud, Jan Henrik Olsen og Gard Sviggum Saabye for gode oppklaringer og råd til arbeidet. Vi er spesielt takknemlige for alle veilederes fleksibilitet rundt situasjonen med COVID-19. Takk til Kristian Nedrebø Nesse og Inga Lein Staven som vi har samarbeidet med på det praktiske arbeidet. Takk til avdelingsingeniør Andrey Kosinskiy for hjelpen med laboratoriearbeidet og noen ganger lite samarbeidsvillig utstyr. Vi ønsker også å takke forskjellige professorer ved NTNU som har hjulpet oss med flere faglige spørsmål. Med hjelpen fra alle bidragsyttere endte dette med å bli en svært lærerik og spennende oppgave.

Sammendrag

Denne oppgaven ble gjort i samarbeid med DNV GL. Hensikten med oppgaven var å se på de-gradering av mikromønster på bruddoverflater som følge av korrosjon ved ulike tidsintervaller. Korrosjon av bruddoverflater kan være et stort problem for fraktografisk analyse siden mikroskopiske kjennetegn på ulike bruddtyper kan degraderes. For å fjerne korrosjonen på bruddoverflatene ble det i dette forsøket benyttet Alconox, 10% saltsyreløsning og 20% saltsyreløsning. Slike rensemidler kan i utgangspunktet korrodere overflatene ytterligere. Effekten av rensemidlene ble dermed testet på polerte overflater og rene bruddoverflater for å kunne skille de-gradering av mikromønster som følge av sjøvannskorrosjon og som følge av rensemidlene.

For å kunne gjenkjenne bruddtypene etter korrodering og rensing ble det lagt vekt på ulike kjennetegn på makro -og mikronivå. For sprøbrudd ble det sett på mikroskopiske kjennetegn som kløvningstrinn (cleavage steps), fjærmerker (feather markings), tunger (tongues) og plane flater (cleavage facets). For utmattingsbruddet ble det sett på mikroskopiske kjennetegn som striasjoner, striasjonsliknende mønster og sekundærsprekker. Mikrostrukturen ble evaluert i SEM (Scanning electron microscope). For å observere virkningen av korrosjon på makronivå ble det tatt lysmikroskopbilder. Det ble sett på kjennetegn som refleksivitet og hvor jevne/flate overflatene var som kunne indikere graden av plastisk deformasjon.

Det eksperimentelle arbeidet ble delt i tre hoveddeler. Først ble tilsendte polerte prøver, sprøprøver og ett utmattingsbrudd kuttet og preparert for å kunne analyseres i SEM. Videre ble effekten av rensemidlene testet. Da ble polerte prøver og bruddoverflater renses i et ultralydbad ved ulike tidsintervaller. Til slutt kom hoveddelen av forsøket der de tre overflatetyper ble korrodert i et vannbad med en saltløsning på 3,5% NaCl som skulle etterlikne sjøvann. Prøvene ble korrodert i ett døgn, en uke og en måned. Polerte overflater ble brukt som referanser for hver korrosjonstid.

Etter testing av rensemidler på overflatene viste det seg at effekten av rensemidlene var minimale. Polerte prøver som stod 30 minutter i Alconox ble ikke nevneverdig skadet i noen grad. Ett minutt rensingstid i både 10% saltsyreløsning og 20% saltsyreløsning virket heller ikke å skade basemetallet på overflatene. Etter å ha testet ut ulike rensingstider ble det også klart at ett minutt rensingstid i 10% -og 20% saltsyre fjernet korrosjonen tilstrekkelig for å kunne vurdere bruddoverflaten under.

Korrosjon i ett døgn virket ikke å skade mikrostrukturen i stor grad verken for sprøbrudd eller utmattingsbrudd. De minste kjennetegnene som fjærmerker, tunger og striasjonsliknende mønster var intakt. Etter en uke med korrosjon varierte de-graderingen på de ulike kjennetegnene i større grad. I noen tilfeller var prøvene såpass korrodert at de lettere kunne blitt forvekslet med duktile bruddoverflater på grunn av korroderte groper som kunne likne dimpler. Det var enklere å skille noen sprø prøver etter en uke siden disse fortsatt kunne inneholde mikroskopiske kjennetegn som større kløvningstrinn. Etter en måned ble det vanskeligere å skille ulike bruddflater siden kjennetegnene på mikronivå ble korrodert bort. Her også fremkom det dimpel-liknende hull på overflatene. Dermed ble grunnlaget for å kunne fastslå bruddtypene svært redusert. På makronivå ble ikke bruddoverflatene de-gradert i så stor grad at de ikke kunne gjenkjennes. Forskjellen mellom overflatene til de ulike bruddtypene var fortsatt stor og makroskopiske kjennetegn ble ikke korrodert bort verken etter ett døgn, en uke eller en måned.

Abstract

This project was done in cooperation with DNV GL. The purpose of this project was to look at degradation of microstructure on fracture surfaces due to corrosion from different time periods. Corrosion of fracture surfaces can be a significant problem for fractographic analyses because microscopic features from different fracture surfaces can get degraded. Corrosion was removed from fracture surfaces in this project with Alconox, 10% hydrochloric acid solution and 20% hydrochloric acid solution. These cleaning solutions can corrode surfaces even further. The effects of these cleaning solutions were therefore tested on polished surfaces and clean fracture surfaces to separate the degradation of micro patterns due to sea water corrosion and due to the cleaning solutions.

Different features at macro and micro level were focused on to recognize a type of fracture after corrosion and cleaning. For brittle fractures, the main features were cleavage steps, feather markings, tongues and cleavage facets. The focus for fatigue fractures were microscopic features like striations, striation-like patterns and secondary cracks. The microstructure was evaluated in a scanning electron microscope. Pictures were also taken with an optical microscope to observe the effects on a macroscopic level. Reflectivity and grade of flatness due to little or no plastic deformation were some of the features that were focused on.

The experimental work was separated into three main parts. First, polished specimens, brittle specimens and a fatigue fracture were cut and prepared for analysis in the scanning electron microscope. Next, the effects of the cleaning solutions were tested. Polished specimens and fracture surfaces were cleaned in an ultrasonic cleaner for different time periods. Corroding specimens in a water bath of 3,5% NaCl solution were the last part of the experimental work. This solution was supposed to imitate sea water. The test specimens were corroded in a day, a week and a month. Polished surfaces were used as a reference for every time interval of corrosion.

Testing of the cleaning solutions showed that the solutions had minimal effects on the different surfaces. Polished specimens which stood 30 minutes in Alconox experienced no noteworthy damage. A minute in 10% and 20% hydrochloric acid also showed little to no damage on the base metal of the surfaces. Cleaning corroded specimens showed that one minute of cleaning in 10% and 20% hydrochloric acid solutions was sufficient to remove the corrosion so it would be possible to evaluate the fracture surface underneath.

The microstructure of brittle and fatigue fractures did not seem damaged after one day of corrosion. The smaller features like feather markings, tongues and a striation-like patterns were intact. The degradation of different features varied more after a week of corrosion. Specimens were in some cases so damaged from corrosion that they could have been more easily exchanged for a ductile fracture because of some corroded pits that could look like dimples. Some brittle fractures were easier to separate after a week of corrosion since these could still have microscopic features intact like cleavage steps. Microscopic features were gone after a month of corrosion. It were harder to separate different fractures because of this. Dimple-like holes also appeared on these surfaces. The basis to determine the type of fracture was therefore greatly reduced. The fracture surfaces were not degraded to a level where they could not be recognised on a macroscopic level. The difference between surfaces of each type of fracture was still there, and macroscopic features was not removed after a day, a week or a month of corrosion.

Innhold

Forord	ii
Sammendrag	iii
Abstract	iv
Innhold	vi
Figurer	viii
Tabeller	xii
1 Innledning	1
2 Teori	3
2.1 Ståltyper	3
2.2 Våt korrosjon	3
2.2.1 Generell korrosjon	3
2.2.2 Gropkorrosjon	4
2.2.3 Korrosjon i sjøvann	4
2.3 Korrosjon på ujevne overflater	6
2.3.1 Korrosjon av overflater på atomnivå	6
2.3.2 Mikrogalvanisk korrosjon	7
2.3.3 Korrosjon på kanter av karbonstålprøver	8
2.3.4 Korrosjon på ujevn stål-overflate i saltsyre	8
2.4 Beising av stål i saltsyre	8
2.4.1 Inhibert saltsyre	9
2.5 Bruddoverflater	9
2.5.1 Duktilt brudd	10
2.5.2 Sprøbrudd	10
2.5.3 Utmattingsbrudd	14
2.6 Ultralydbad	18
2.7 SEM for topografisk analyse	19
2.7.1 Sekundære elektroner	19
2.7.2 Tilbakespredte elektroner	19
2.7.3 Filament	20
2.8 Liknende eksperimentelle forsøk	20
2.8.1 Fjerning av tykke oksider med inhibert saltsyre	20
2.8.2 Rensing av sprø, duktile og utmattingsbrudd med saltsyre	21
2.8.3 Rensing av bruddflater med Alconox	21

3	Eksperimentelt arbeid	23
3.1	Preparering av prøver	25
3.1.1	Kutting	25
3.1.2	Polering	25
3.1.3	Markering	26
3.2	Testing av rensmidler på bruddoverflater	27
3.2.1	Ultralydbad	27
3.2.2	SEM	29
3.3	Korrosjonstesting	30
3.3.1	Saltvannsbad	32
4	Resultat	33
4.1	Testing av rensmidler	33
4.1.1	Polerte overflater i saltsyre	33
4.1.2	Polerte overflater i Alconox	34
4.1.3	Testing av saltsyreløsninger på bruddoverflater	35
4.2	Korrosjonstest på polerte overflater	39
4.3	Korrosjonstest på sprøbrudd	43
4.3.1	Store kløvningstrinn	43
4.3.2	Små kløvningstrinn	45
4.3.3	Fjærmerker	47
4.3.4	Tunger	50
4.3.5	Sammenlikning av korrosjonstider på sprøbrudd	50
4.4	Korrosjonstest på utmattingsbrudd	53
4.4.1	Sammenlikning av korrosjonstider på utmattingsbrudd	62
5	Diskusjon	64
5.1	Testing av rensmidler	64
5.1.1	Testing av rensmidler på polerte overflater	64
5.1.2	Testing av saltsyreløsninger på sprøbrudd	65
5.1.3	Testing av saltsyreløsninger på utmattingsbrudd	65
5.2	Fjerning av korrosjon ved rensmidler	66
5.3	Korrosjonstest på polerte overflater	66
5.4	Korrosjonstest på sprøbrudd	68
5.4.1	Store kløvningstrinn	68
5.4.2	Små kløvningstrinn	69
5.4.3	Fjærmerker	70
5.4.4	Tunger	71
5.4.5	Sammenlikning av korrosjonstider på sprøbrudd	72
5.4.6	Makromønster ved ulike korrosjonstider på sprøbrudd	73
5.5	Korrosjonstest på utmattingsbrudd	73
5.5.1	Mikromønster på utmattingsbrudd etter korrosjon i ett døgn	73
5.5.2	Mikromønster på utmattingsbrudd etter korrosjon i en uke	74
5.5.3	Mikromønster på utmattingsbrudd etter korrosjon i en måned	75
5.5.4	Sammenlikning av korrosjonstider på utmattingsbrudd	76
5.5.5	Makromønster ved ulike korrosjonstider på utmattingsbrudd	77
5.6	Usikkerhet ved eksperimentelt arbeid	77
5.6.1	Usikkerhet ved saltvannsbadet	77
5.6.2	Usikkerhet ved SEM	78

6	Konklusjon	79
7	Videre arbeid	81
7.1	Endringer på korrosjonsbadet	81
7.2	Benytte andre korrosjonstider	82
7.3	Testing av rensedmidler som eget forsøk	82
7.4	Registrere vekttap	83
	Bibliografi	83
	Vedlegg	ii

Figurer

1.1	Plattformen Alexander L.Kielland etter kantring. [6]	1
2.1	Effekten av konsentrasjoner av kloridioner i en løsning for korrosjonshastighe- ten til jern. Løsningen er tilført luft ved romtemperatur. [17]	5
2.2	Porubaix-diagram for jern. Diagrammet gjelder for jern i vann ved 25 °C	6
2.3	Illustrasjoner av kanter/trinn, hjørner og adatomer på en metalloverflate. [23]	7
2.4	Korrosjon på overflaten til et X80 stålrør. [25]	7
2.5	Øverst er det figurer av likeakslede dimpler etter strekkspenning, i midten er de langstrakte dimpler etter skjærspenning, og nederst er det langstrakte dimpler etter strekkspenning [37]	10
2.6	Elektronmikroskopbilde av bruddoverflaten til et transgranulært brudd i støpejern [3]	11
2.7	Elektronmikroskopbilde av bruddoverflaten til et intergranulært brudd [3]	11
2.8	SEM-bilde av kløvningstrinn på silisium. Bildet er tatt på x2450 forstørrelse. [42]	12
2.9	Tre mulige formeringer av kløvningstrinn. Formeringen utvikles etter bildene øverst og nedover. [43]	12
2.10	a) Elvemønstre fra et kløvningsbrudd i en 5383 aluminiumslegering. [44] b) Elvemønstre fra et kløvningsbrudd i støpejern. [45] c) Elvemønstre fra et kløvningsbrudd i et lavkarbonstål. [46]	13
2.11	Fjærmerker i en bruddoverflate. Pilen peker på fjærmerket på overflaten. Mate- rialet er ikke oppgitt. [47]	14
2.12	a) Tunger på en bruddflate fra en Fe–3 wt.%, Si-legering. Pilene peker på to tunger. b) Tunger fra et kløvningsbrudd i en aluminium-silisium-legering. [48]	14
2.13	Dannelse av lepper [51]	15
2.14	a) Kløvningsstruktur ved initieringsfasen i en støpt Ni-14Cr-4.5Mo-1Ti-6Al- 1.5Fe-2.0(Nb + Ta)-legering i SEM. b) Trappetrinnsstruktur ved initieringsfasen i en støpt kobolt-legering i SEM [37]	15
2.15	Sprekkvekst ved utmattingsbrudd gitt i tre steg [51]	16
2.16	a) Jevne striasjoner i en aluminium 2024-T3-legering b) Et forstørret SEM-bilde av det markerte området i a) [37]	17
2.17	En 316LS ASTM F 138-legering med sekundærsprekker og striasjoner. [55]	17
2.18	Utmattingsbrudd med initiering, strandmerker og striasjoner [56]	18
2.19	Dekkspor på overflaten av et utmattingsbrudd på en bråkjølt og temperert AISI 4140 stål. “TEM-replica”. [37]	18
3.1	a) Utmattingsbruddet som ga alle utmattingsprøvene. b) Tre polerte bolter. c) og d) Charpy-tester som har opplevd sprøbrudd.	24
3.2	a) Bilde av en charpy-prøve med “glans-aktig” overflate. b) Bilde av en charpy- prøve med “grå-aktig” overflate.	24

3.3	a) Hele utmattingsbruddet før oppkutting. b) Illustrasjon for hvordan bruddet ble kuttet opp. c) Alle prøvene etter at de er kuttet og markert.	25
3.4	a) En polert prøve fra utmattingsbruddet. b) Polert sprø prøve.	25
3.5	Illustrasjon av markeringen på en polert prøve. I enden er det markert med en graveringspenn. Linjene og kryssene over prøven er markert med skalpell. . . .	26
3.6	Illustrasjon av markering på en bruddflate. I enden er det markert med meisel og hammer. I midten av prøven er det markert med syl og hammer.	26
3.7	a) Ultrasonic Cleaner USC200T, b) Transonic T700/H	28
3.8	Drybox fra Struers. Brukt for å tørke prøver etter rensing i ultralydbad.	29
3.9	Saltvannsbadet før korrosjonstesten. Nederst i badet er matrisen oppmerket med tusj. Slangen er for luftsirkulasjonen i badet.	32
4.1	a) Kryss på en polert prøve før rensing, b) etter ett minutt rensing, c) etter ytterligere ni minutter i 10% saltsyre.	33
4.2	a) Kryss på en polert prøve før rensing, b) etter ett minutt rensing, c) etter ytterligere ni minutter i 20% saltsyre. Pilen peker på forskjellige hull før og etter rensing.	34
4.3	Polert overflate før (venstre) og etter (høyre) rensing i Alconox. Pilen peker på et hull over markeringen.	34
4.4	Sprø bruddoverflate før (venstre) og etter (høyre) rensing i 10% saltsyre.	35
4.5	Sprø bruddoverflate før (venstre) og etter (høyre) rensing i 20% saltsyre.	36
4.6	Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) rensing i 10% saltsyre. Pilen peker på noen små linjer	37
4.7	Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) rensing i 20% saltsyre. Pilen peker på noen små linjer	38
4.8	Polert overflate før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og renset i Alconox.	39
4.9	Polert overflate før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøvene ble korrodert i en uke og renset i 10% saltsyre.	40
4.10	Polert overflate før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en måned og renset i 20% saltsyre.	41
4.11	a) Bilde av første markerte kryss med korrosjon etter en måned, b) Bilde av andre markerte kryss med korrosjon	42
4.12	Store kløvningstrinn før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og renset i 20% saltsyre. Pilen peker på de store kløvningstrinnene før og etter korrosjon og rensing.	43
4.13	Store kløvningstrinn før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke og renset i 10% saltsyre.	43
4.14	Store kløvningstrinn før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en måned og renset i Alconox. Pilen peker på de store kløvningstrinnene før og etter korrosjon og rensing.	44
4.15	Små kløvningstrinn før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og renset i 20% saltsyre.	45
4.16	Små kløvningstrinn før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke og renset i Alconox. Pilen peker på et kløvningstrinn etter korrosjon og rensing.	46
4.17	Fjærmerker før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og renset i Alconox.	47

4.18	Fjærmerker før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke døgn og rensset i 20% saltsyre.	48
4.19	Fjærmerker før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en måned og rensset i Alconox	49
4.20	Tunger før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke og rensset i 10% saltsyre. Pilen peker på en tunge før og etter korrosjon og rensing	50
4.21	Sprø bruddoverflater med korrosjon (venstre) og etter rensing (høyre). Prøven i a) og b) ble korrodert i ett døgn og rensset i 10% saltsyre. Prøven i c) og d) ble korrodert i en uke og rensset i 20% saltsyre. Prøven i e) og f) ble korrodert i en måned og rensset i 20% saltsyre	51
4.22	Bruddoverflater fra et sprøbrudd før (venstre), med korrosjon (midt) og etter rensing (høyre) tatt i lysmikroskop. Prøven i a), b) og c) ble korrodert i ett døgn og rensset i 20% saltsyre. Prøven i d), e) og f) ble korrodert i en uke og rensset i 20% saltsyre. Prøven i g), h) og i) ble korrodert i en måned og rensset i 10% saltsyre.	52
4.23	Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og rensset i 10% saltsyre	53
4.24	Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og rensset i 20% saltsyre	54
4.25	Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og rensset i Alconox	55
4.26	Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke og rensset i 10% saltsyre	56
4.27	Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke og rensset i 20% saltsyre	57
4.28	Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke og rensset i Alconox.	58
4.29	Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en måned og rensset i 10% saltsyre	59
4.30	Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en måned og rensset i 20% saltsyre	60
4.31	Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en måned og rensset i Alconox.	61
4.32	Bruddoverflater fra et utmattingsbrudd med korrosjon (venstre) og etter rensing (høyre). Alle prøvene ble rensset med Alconox. Prøven i a) og b) ble korrodert i ett døgn. Prøven i c) og d) ble korrodert i en uke. Prøven i e) og f) ble korrodert i en måned	62
4.33	Bruddoverflater fra et utmattingsbrudd før (venstre), med korrosjon (midt) og etter rensing (høyre) tatt i lysmikroskop. Alle prøvene ble rensset i 20% saltsyre. Prøven i a), b) og c) ble korrodert i ett døgn. Prøven i d), e) og f) ble korrodert i en uke. Prøven i g), h) og i) ble korrodert i en måned	63
7.1	EDS-analyse av en prøve med “glans-aktig” overflate.	iii
7.2	EDS-analyse med “grå-aktig” overflate.	iv
7.3	EDS-analyse av en utmattingsprøve.	v

7.4	a) Markering på prøve etter 15 minutter rensing i Alconox, b) Markering etter 30 minutter rensing i Alconox, c) Polert overflate etter 15 minutter rensing i Alconox, d) Polert overflate etter 30 minutter rensing i Alconox	vii
7.5	Illustrasjon av hvordan bilder med SEM ble tatt på polerte prøver.	viii
7.6	Illustrasjon av hvordan bilder med SEM ble tatt på sidekantene av prøvene med bruddflater	ix
7.7	Illustrasjon av hvordan bilder med SEM ble tatt i midten av prøvene med bruddflater	ix
7.8	Beskrivelse av sannsynlighet gitt i nummer 1-5 og konsekvens gitt i bokstavene A-E	xiii
7.9	Oversikt over risikovurdering ved NTNU og tilhørende fargekoder.	xiii

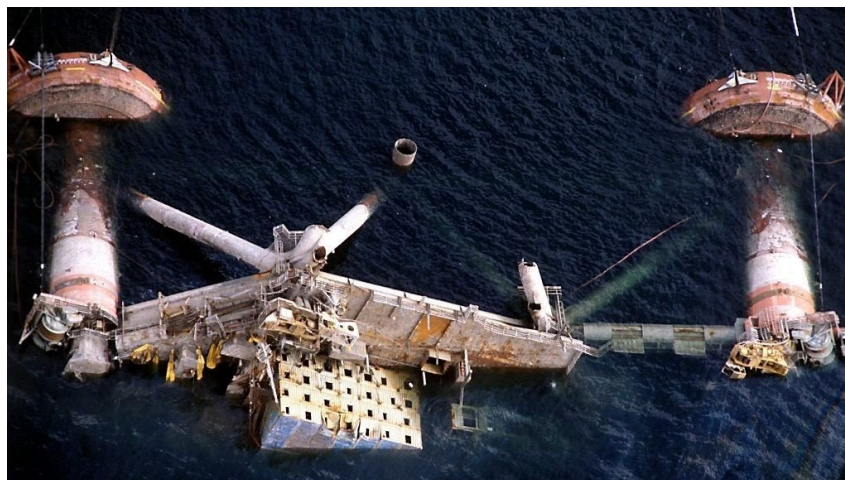
Tabeller

3.1	Oversikt over alle prøvene som ble rensset i testing av rensemidler.	27
3.2	Utstyr og kjemikalier som ble brukt for rensing i ultralydbad	27
3.3	Oversikt over alle prøvene som ble brukt under korrosjonstesten.	30
3.4	Oversikt over alle prøvene og renssetidene for hver prøve som ble brukt under korrodering.	31
7.1	Oversikt over alle prøvene som ble brukt for å teste rensemidlene mot basemetallet.	vi
7.2	Oversikt over hva slags type prøver som ble korrodert under forsøket	x

1. Innledning

Ved fraktografisk analyse blir mikrostrukturen på bruddoverflater analysert og koblet opp mot mekanismer for bruddinitieringer, bruddforløpet og til slutt den opprinnelige årsaken til bruddet. [1] Mikromønsteret på bruddoverflaten kan gi informasjon om lasten som materialet ble utsatt for, miljøet ved brudd og selve bruddtypen. På denne måten kan bruddoverflater i seg selv være et fysisk bevis på hva som har skjedd ved tidspunktet materialer har gått til brudd. [2] Brudd i materialer kan føre til nedstenging av fasiliteter og tjenester, økonomisk tap, påvirke miljøet, og i verstefall føre til tap av liv. [3] Ved å etablere hva som er årsaken til brudd og hvordan bruddet har oppstått, kan fraktografisk analyse bidra til å forhindre fremtidige brudd og dermed forhindre slike uønskede hendelser.

Utmattingsbrudd kan få katastrofale konsekvenser da det skjer raskt og ofte uten forvarsel. [4] Et eksempel på dette er kantringen av boligplattformen *Alexander L.Kielland* i Nordsjøen i 1980. Etter undersøkelser på bruddflatene ble årsaken funnet å være et utmattingsbrudd som ble initiert ved en sveisefeil. Plattformen mistet balansen da det ene benet gikk til brudd, og i løpet av 20 minutter hadde plattformen veltet. 123 personer av totalt 212 omkom under ulykken. Benet ble delt opp og det ble tatt ut prøver fra forskjellige områder på bruddet. Bruddoverflaten ble analysert ved å karakterisere utseende på overflaten etter forskjellige kjennetegn. Ved å analysere bruddflatene kunne de for eksempel finne pilmønstre som pekte tilbake mot initieringspunktet av bruddet. En av de største utfordringene under undersøkelsene var at deler av bruddet hadde fått store skader. Selv etter grundig rensing var det utfordrende å tolke deler av bruddoverflaten. For å komme over dette problemet ble referanser med utmattingsbrudd i samme materiale brukt. Her ble det brukt rene og korroderte bruddflater for å se virkningen av korrosjon og syre på bruddflatene. [5] Et bilde av plattformen etter bruddet er gitt i Figur 1.1.



Figur 1.1: Plattformen Alexander L.Kielland etter kantring. [6]

I Norge ble det antatt at materialbrudd ga en årlig kostnad på ca. 12 milliarder kroner i 1990. Korrosjon ble antatt å gi 10 milliarder i årlige kostnader. [7] I USA ble det gjort en undersøkelse i 1978 som antok at den totale kostnaden grunnet brudd i materialer lå på ca. 4% av USA sitt bruttonasjonalprodukt. Det ble også gjort en tilsvarende undersøkelse i Europa på 12 europeiske land. Her ble det oppnådd lignende resultater som viste at den totale kostnaden på materialbrudd også lå på ca. 4% av landenes samlede bruttonasjonalprodukt. [8]. Dette er kun få eksempler på at brudd i materialer kan gi store økonomiske konsekvenser og i noen tilfeller fatale konsekvenser.

Når strukturer av stålkomponenter har gått til brudd og står ute i marint miljø, vil bruddoverflaten kunne korrodere. [9] Korrosjon på bruddoverflaten kan dekke til fraktografiske kjennetegn eller påvirke utseende på overflaten. Ved undersøkelser av mikromønsteret i et elektronmikroskop kan også korrosjonen senke bildekvaliteten grunnet at korrosjonsprodukter ikke er ledende. [10] Korrosjon over tid kan også føre til degradering av mikromønsteret som igjen hindrer fraktografisk analyse av bruddet. På bakgrunn av dette ble det i dette forsøket undersøkt hvordan mikromønsteret utviklet seg på bruddoverflater som følge av korrosjon i sjøvann. Polerte overflater, sprøbrudd og utmattingsbrudd ble analysert i dette forsøket. Prøvene ble korrodert i ett døgn, en uke og en måned. For å kunne vurdere mikromønsteret i SEM måtte korrosjonen på overflaten fjernes. Til dette ble det brukt et vannbasert løsemiddel kalt Alconox og salt-syreløsninger med ulike konsentrasjoner i et ultralydbad.

Rensing av korrosjon med slike rensemidler kan føre til ytterligere korrosjon av overflaten. Det ble dermed også undersøkt om rensingen av korrosjon ville degradere mikromønsteret. Dette ble gjort ved å teste rensemidlene direkte på bruddflater uten korrosjon for å gi en indikasjon på hvordan rensemidlene alene påvirket mikromønsteret på bruddoverflatene. Ulike rensesider ble benyttet for å utarbeide en optimal eksponeringstid i rensemidlene. Polerte prøver ble brukt som referanse både for testing av rensemidler og for korrosjonstesten.

2. Teori

2.1 Ståltyper

Stål er en jern-karbonlegeringer der mengden karbon påvirker egenskapene til stålet. [3] Karbonstål defineres som stål som hovedsakelig bare er levert med karbon og noen andre få legeringselementer som mangan (0,4–0,6%) og silisium (0,03-0,3%). Dette kalles et ulegert stål grunnet at det inneholder så få legeringselementer. Stål klassifiseres som ulegerte helt til en viss mengde legeringselementer er tilsatt. For eksempel hvis mengden krom kommer over 0,30%, kobber over 0,40% eller mangan over 1,65%. Kommer et legeringselement over sin grense, klassifiseres det som lavlegert. Oversikten over alle legeringselementer og deres grenser er gitt i standarden ISO 4948/1. [11]

Karbon-manganstål er en type karbonstål der det er tilsatt et høyere manganinnhold (opptil 1,65%) for å øke flytspenningen til stålet uten å måtte øke karboninnholdet. Dette kan være en fordel da økning av karboninnholdet i stål vil kunne øke risikoen for sprekke dannelse og minske for eksempel sveisbarheten til stålet. Omslagstemperaturen til stålet vil også øke med karboninnholdet, som vil øke sannsynligheten for sprøbrudd. [12] Krom er ofte tilsatt i stål for å øke korrosjonsmotstanden, hardheten eller styrken ved høye temperaturer. Krom reagerer med jernatomer for å lage harde krom-jern-karbider. [13]

2.2 Våt korrosjon

Våt korrosjon defineres som nedbryting av metall i direkte kontakt med en elektrolytt. Her vil det skje en oksidasjons- og reduksjonsreaksjon på metalloverflaten. Oksidasjonsreaksjonen vil være oksidering av metall der fast metall går over til metallioner. Reduksjonsreaksjonen vil skje ved hjelp av et oksidasjonsmiddel som for eksempel oksygen. Korrosjonsprosessen er avhengig av at elektrolytten er ionisk ledende. Uten ionisk ledningsevne vil ikke hele korrosjonsprosessen være en lukket krets. [14]

2.2.1 Generell korrosjon

Den vanligste formen for korrosjon er generell korrosjon eller uniform korrosjon. Her korroderer metalloverflaten uniformt over hele flaten. Dette er kun mulig når korrosjonen på en overflate har en anode og katode som forflytter seg jevnt over overflaten og ikke holder seg på et fast sted. Det er også viktig at det ikke er noen store konsentrasjonsforskjeller i elektrolytten og at materialet er homogent. For å få generell korrosjon er en også avhengig av at metallet ikke danner noen form for passiverende overflate i det gitte miljøet. [14]

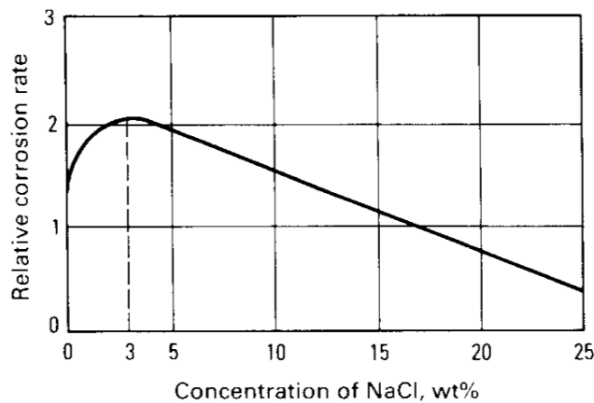
2.2.2 Gropkorrosjon

Gropkorrosjon eller punktkorrosjon (pitting) er en form for lokal elektrokjemisk korrosjon. Korrosjonsformen oppstår i medium med halogener som klor eller perklorat-ioner. Metallet eller legeringen som angripes er ofte i ulik grad passivert. For metaller som rustfrie stål som i utgangspunktet er helt passivert, vil halogener absorberes og trenge igjennom ved svake punkter på passivsjiktet. [14] Svake punkter kan være ulike kjemiske og fysiske heterogeniteter som feil ved korn grenser eller mekaniske skader. [15] Absorpsjon av halogener vil kunne føre til økning i ioneledningsevnen til passivfilmen. Dette gjør at metallioner kan transporteres igjennom. På denne måten initieres punktkorrosjonen og fører til at metallet løses opp og det dannes groper i overflaten. [14] Punktkorrosjon kan være vanskelig å undersøke og forutse da det kan virke tilfeldig om det oppstår eller ikke. Dette gjør at punktkorrosjon ofte omtales som et stokastisk fenomen. Ved statistiske undersøkelser anbefales det derfor å bruke en stokastisk modell over en determinisk modell. En stokastisk modell tar høyde for at det kan være tilfeldigheter involvert i forsøket. En determinisk modell derimot baserer seg på at det ikke oppstår tilfeldigheter [16]

Faktorer som pH, konsentrasjon av klorider og orientering på overflate vil kunne virke inn på punktkorrosjonen. Økende kloridkonsentrasjon og minkende pH vil kunne øke punktkorrosjonspotensialet. Orientering vil ha noe å si for hvor mye overflaten vil angripes av korrosjonen. Tyngdekraften vil spille inn siden det aggressive miljøet som dannes i gropene vil ha større tetthet enn for eksempel rent vann. Hvis flaten vender opp vil den angripes hardere enn hvis flaten vender ned. Det vil bli en mellomting om flaten står vertikalt. [14]

2.2.3 Korrosjon i sjøvann

Det kreves tilgang på oksygen for å få korrosjon i vann. For lavlegerte og ulegerte stål vil diffusjonshastigheten av oksygen inn mot metalloverflaten ofte bestemme korrosjonshastigheten. Når et lavlegert stål står i sjøvann, vil korrosjonshastigheten variere etter konsentrasjonen av kloridioner. Med økende kloridinnhold vil korrosjonshastigheten synke grunnet lavere løselighet av oksygen i vannet. Samtidig vil økende kloridinnhold gi økt ledningsevne til saltvannsløsningen og dermed gi økt korrosjonshastighet. Den maksimale korrosjonshastigheten i sjøvann vil være der en både har størst mulig ledningsevne og løselighet av oksygen. Dette skjer når saltvannsløsningen har 3,5% av kloridioner, som er den mengden som generelt kan anses å være i sjøvann. Dette er illustrert i Figur 2.1 for jern. Her vises det at den maksimale korrosjonshastigheten ligger på rundt 3-3,5% kloridioner. Naturlig sjøvann inneholder kalsium og magnesiumsalter som under høy pH kan gi et beskyttende belegg som CaCO_3 og $\text{Mg}(\text{OH})_2$ på stål. Dette belegget vil hindre oksygendiffusjon til metalloverflaten og vil derfor senke korrosjonshastigheten. Normalt har sjøvann en bulk-pH på 8-8,3. [14]



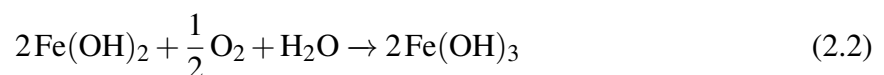
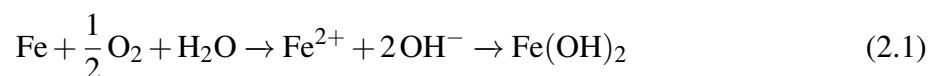
Figur 2.1: Effekten av konsentrasjoner av kloridioner i en løsning for korrosjonshastigheten til jern. Løsningen er tilført luft ved romtemperatur. [17]

Temperaturen på vannet kan gi varierende effekt på korrosjon da det kan påvirke bakterievekst og konsentrasjonen av oppløst oksygen i vannet. En økning i temperatur vil ofte gi en økning i korrosjon. Dette kommer av at økt temperatur vil gi mer diffusjon av oksygen igjennom bulk på sjøvannet og økt diffusjon av oksygen igjennom et rustlag. [9]

Det finnes flere oppskrifter for å blande kunstig sjøvann. En måte å gjøre det på, som også er mye brukt, er metoden laget av Lyman og Fleming (1940). Her er det gitt en liste med salter som blant annet NaCl, Na₂SO₄ og KCl. Konsentrasjonene av disse saltene er gitt for å etterligne konsentrasjonene av disse i naturlig sjøvann. Målet med oppskriften er å få saltvann som ligner mest mulig på naturlig sjøvann. Ved å bruke kunstig sjøvann kan en minimere biologisk effekt og samtidig ha en løsning som er lett å reproducere ved en senere anledning. [18]

Korrosjon av karbonstål i sjøvann

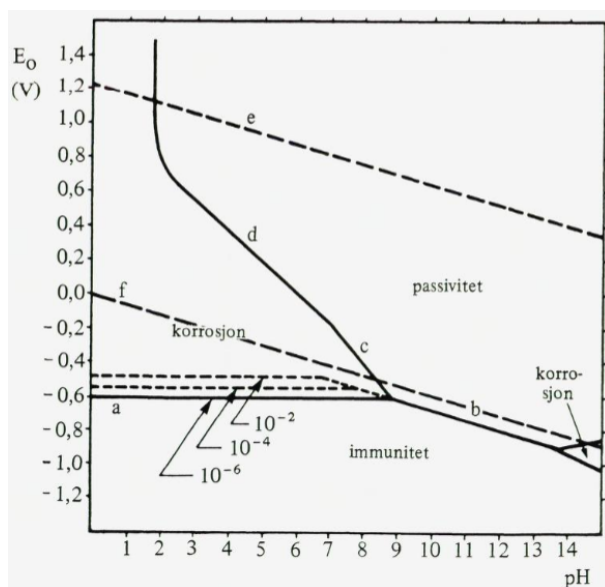
Jern vil ikke ha noen form for passivering i en nøytral løsning og vil derfor korrodere. [19] Stål kan passiveres i for eksempel et miljø med høy pH. [14] Oksidasjonen av jern i vann med oksygen skjer i to steg. Første steg er vist i Ligning (2.1) der jern oksideres og oksygen reduseres. Det andre steget er vist i Ligning (2.2) der Fe(OH)₂ går over til Fe(OH)₃ som er det som blir kalt rust. [3]



Når stål senkes i sjøvann vil det først ha en høy korrosjonshastighet, før den etter tid vil synke. Dette kommer av at det dannes korrosjonsprodukter på overflaten som hindrer videre korrosjon. [9] Spesielt Fe₂O₃ har en passiverende effekt da det hindrer transport av jernioner fra basemetallet til løsningen. Dette er i tillegg et tett oksid med god heft som gir lav ioneledningsevne. [14] Danningen av korrosjonsprodukter vil også senke oksygenkonsentrasjonen rundt overflaten som igjen vil senke korrosjonshastigheten. [9] Karbonstål vil generelt ha en høyere korrosjonshastighet enn andre stållegeringer som Cortenstål (weathering steel) da det ikke inneholder like mange legeringselementer. Dette gjør at korrosjonsproduktene til karbonstålet ikke vil inneholde legeringselementer. I Cortenstål vil det indre rustlaget inneholde legeringselementer som vil

gi et tettere og mer beskyttende rustlag enn karbonstål. [20]

Om det i utgangspunktet vil skje en korrosjonsreaksjon kan illustreres ved hjelp av et Pourbaix-diagram som vist i Figur 2.2 for jern. Et slikt diagram viser om korrosjon er teoretisk mulig ved gitte pH -og potensialverdier. Er en innenfor et "aktivt" område vil korrosjon være mulig. I Figur 2.2 er de aktive områdene de områdene der det står "korrosjon". Dette aktive området vil påvirkes av ionekonsentrasjonen til metallet som løses opp. En lav konsentrasjon av ioner vil gi høyere korrosjonshastighet enn en høy konsentrasjon. Dette kommer av at en økning i ionekonsentrasjon vil forskyve likevekten mellom ioner og fast metall. Dette vil øke likevekts-potensialet, noe som i Pourbaix-diagrammet vil vises som et mindre "aktivt" område. Dette indikeres i Figur 2.2 ved de stiplede linjene på det aktive området. [14]



Figur 2.2: Pourbaix-diagram for jern. Diagrammet gjelder for jern i vann ved 25 °C [14]

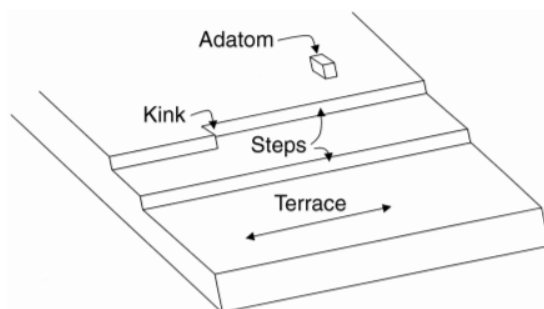
2.3 Korrosjon på ujevne overflater

Når en metalloverflate korroderer vil anoden og katoden forflytte seg rundt om på overflaten. Denne forflytningen påvirkes av blant annet mikrostrukturen på metallet og korngrenser. Oppløsning av metaller under korrosjon skjer lettest på krystallografiske defekter, da dette er et mer reaktivt område på metallet. [21] I en legering med flere faser er det også mulig at en fase vil korrodere lettere i et spesifikt miljø, enn en annen fase. [22]

2.3.1 Korrosjon av overflater på atomnivå

Korrosjon vil angripe metallatomer med høyest fri energi. Dette vil være atomer med de færreste naboatomene. Derfor vil atomene på metalloverflaten korrodere lettere enn atomer lenger inn i materialet. I et område med kun én krystallografisk orientering kan forskjellige atomer ha forskjellig fri energi. Dette er på grunn av variasjoner på overflaten. Atomer som ligger på kanter/trinn (steps) som vist i Figur 2.3, vil være mer utsatt for korrosjon da disse har færre

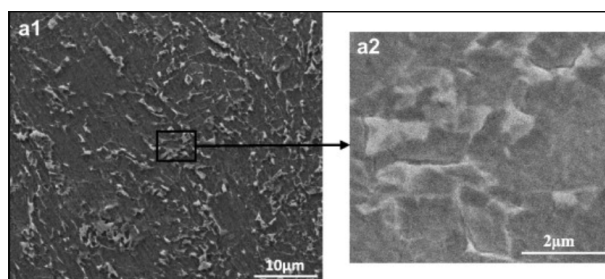
naboatomer enn en plan flate. Hjørner (kink) i et trinn vil ha enda færre naboatomer og igjen være enda mer utsatt for korrosjon. Det mest utsatte området vil være et adatom. [23] Dette er ett enkelt atom som ligger på en krystalloverflate. [24] Trinn, hjørner og adatomer finnes som oftest i dislokasjoner i krystalstrukturen. Det vil ofte være en høy konsentrasjon av dislokasjoner i korngrenser på et materiale. Dermed kan korngrenser være de mest utsatte områdene for korrosjon i forhold til kornene selv. [23]



Figur 2.3: Illustrasjoner av kanter/trinn, hjørner og adatomer på en metalloverflate. [23]

2.3.2 Mikrogalvanisk korrosjon

Galvanisk korrosjon kan skje når et edelt metall kobles mot et mindre edelt metall med metallisk kontakt. Det edle metallet vil være det metallet med høyest elektrokjemisk potensial. Her må begge metallene være i kontakt med en elektrolytt. [14] Dette kan også skje i mellom forskjellige faser og mikrostrukturer med forskjellige elektrokjemiske potensialer innad i stålet. Her vil den mest positive fasen bli en katode og den mest negative vil bli en anode. Dette kalles mikrogalvanisk korrosjon og kan gi lokale korrosive angrep på metalloverflaten. [25] I stål kan sementittfaser bli katoder og ferritt bli anoder der disse er i kontakt. [25, 26, 27] I stål vil sementitt være fordelt i metallet som små inneslutninger. [28] I et forsøk gjort av L.W. Wang og en rekke andre personer ble et såkalt X80 stålrør korrodert i en løsning som skulle ligne en type syrlig jord. Dette stålet ble oppgitt til å for eksempel inneholde 0,036% karbon, 1,771% mangan og 0,197% silisium. Her ble det observert at flere områder med høyere karboninnhold, som andre faser og korngrenser, ble katoder i kontakt med ferrittiske korn som ble anoder. [25] Dette ga et mønster på overflaten som er vist i Figur 2.4.



Figur 2.4: Korrosjon på overflaten til et X80 stålrør. [25]

Det kan også oppstå mikrogalvanisk korrosjon på grunn av høydeforskjeller i en ståloverflate. I et forsøk av Su Kyeng Kim og flere andre personer ble karbonstål med høy ruhet korrodert i syntetisk grunnvann. Dette vannet skulle representere korrosjon i jord ved romtemperatur. Her

ble det observert at topper og bunner i metalloverflaten hadde en differanse i elektrokjemisk potensiale. Bunnan i overflaten hadde et høyere potensiale enn en topp. Dette ble forklart med at elektroner i en krystallstruktur til et metall vil bli tiltrukket til den nærmeste atomkjernen og holde seg i likevektsposisjoner. I en bunn eller nedsenkning i overflaten vil elektronene være omringet av flere atomkjerner. Elektronene vil dermed bli værende i bunnen og dette området vil få et høyt potensiale. I kanter og topper vil elektronene ha færre atomkjerner i nærheten og dermed lettere kunne bevege seg fritt. Dette vil gjøre at kanter og topper får et lavere potensiale enn bunnene. Dermed oppstår det en differanse og det kan oppstå mikrogalvanisk korrosjon. Her vil toppene bli anoder og korrodere raskere enn en bunn som blir katode. En større høydeforskjell mellom topper og bunner vil kunne gi økt korrosjonshastighet på toppene grunnet økt potensialdifferanse. Det ble dermed konkludert med at økt ruhet på en overflate av karbonstål vil kunne gi økt korrosjonshastighet. [29]

2.3.3 Korrosjon på kanter av karbonstålprøver

Glover, Kinsella, Pejic og De Marco kom i 2004 med et forsøk der karbonstål ble korrodert i vann med høy konsentrasjon av CO₂ og høy temperatur. Det ble brukt en motor som rørte i løsningen for å få sirkulasjon. Stålprøvene var formet som rektangulære plater (20 x 10 x 1 mm). Her opplevde flere av prøvene større grad av korrosjon på kantene under testing. Det ble antatt at dette kom av at disse delene opplevde mer turbulente strømminger i forhold til resten av prøven. Det ble også antatt at det kunne komme av at korrosjonsprodukter enklere falt av på disse områdene på grunn av strømmingen. Dermed kunne ikke korrosjonsproduktene forhindre videre korrosjon. [27]

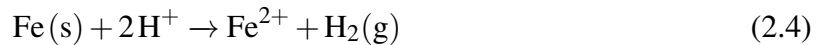
2.3.4 Korrosjon på ujevn stål-overflate i saltsyre

A.A. El-Meligi og N.Ismail har gjort et forsøk der de ser på hydrogenutvikling på lavkarbonstål. Dette ble gjort ved å senke stålprøver ned i saltsyreløsninger med ulike konsentrasjoner. I sitt forsøk har de gått inn på overflatemorfologien til en stålprøve etter at prøven ble senket ned i saltsyren. Stålprøven hadde en ujevn overflate med flere defekter og porer av ulik størrelsesorden. Selv om overflaten ikke var uniform, viste det seg at korrosjonen på overflaten kunne anses som uniform. Ujevnhetene hadde lite innvirkning på den generelle korrosjonen. Hydrogenutviklingen ble distribuert jevnt over hele overflaten. [30]

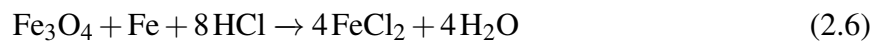
2.4 Beising av stål i saltsyre

En vanlig overflatebehandling på stål er beising. Beising går ut på at en senker stålet i et syrebad for å fjerne korrosjonsprodukter og andre urenheter fra overflaten. Denne prosessen er vanlig under produksjon av flere ståltyper. Stålet kan eksempelvis senkes ned i et saltsyrebad i 10%, 15% og 20% saltsyre. Deretter blir stålet tatt ut av badet og renses med vann. [31]

Saltsyre er generelt svært korrosivt for flere metaller og legeringer. Selv små mengder og lave konsentrasjoner kan være skadelig for metallet. Graden og hastigheten av korrosjon på karbonstål vil øke med økende saltsyrekonsentrasjon. Dette kommer av at både syrekonsentrasjonen og kloridionekonsentrasjonen øker. [32] Når saltsyre og stål reagerer dannes det jernklorider som vist i Ligning (2.3). Slike metallklorider løser seg lett opp i vandige løsninger. [30] Stålet løser seg opp i saltsyre etter reaksjonen i Ligning (2.4):



Når varmt stål reagerer med oksygenet i lufta vil det kunne få et oksidlag. Dette skjer ofte i stålproduksjon etter forskjellige prosesser. Dette oksidlaget kan bestå av tre typer jernoksid: FeO, Fe₂O₃ og Fe₃O₄. Her er FeO det innerste laget mot stålet og Fe₂O₃ er det ytterste. Når dette oksidlaget eksponeres for saltsyre vil syren trenge seg inn til det innerste laget og reagere med FeO. Samtidig vil det produseres hydrogengass når syren reagerer med basemetallet. Dette vil hjelpe til å løsne de ytre oksidlagene. Når det brukes saltsyre vil størsteparten av oksidet forsvinne fordi det reagerer med saltsyren. [33] Reaksjonene mellom saltsyre og oksidlagene er gitt i Ligning (2.5) og (2.6) :



2.4.1 Inhibert saltsyre

Under rensing av metall er vanligvis syrene inhiberte for å beskytte både metallet og prosessutstyret. En inhibitor kan forhindre at det vil oppstå store syreskader på basemetallet som kan føre til materialtap. Den kan også forhindre hydrogenforsprøing og gropkorrosjon, spesielt i forbindelse med overbeising. I dag lages inhibitorer ofte av et fuktighetsbevarende middel med en blanding av syntetiske materialer som aldehyder og alkoholer. [33] De organiske molekylene i en inhibitor legger seg på overflaten av metallet. Dette vil redusere korrosjonen i syren, da inhibatoren vil sakke ned oppløsningen av metall i syrlige løsninger. [34] Hexamethylenetetramin, metenamin eller hexamin er et eksempel på en organisk inhibitor. Hexamin brukes ofte som en korrosjonsinhibitor ved beising av stål i saltsyre. [35]

Det ble omtalt et forsøk i boka *Materials Chemistry and Physics* der inhibitoreffektiviteten til Hexamin ble testet ut på en stålprøve i en saltsyreløsning. Forsøket gikk ut på et elektrokjemisk studie som innebar et polariseringseksperiment. Det viste seg at Hexamin var en effektiv inhibitor som kunne beskytte basemetallet fra overbeising, samtidig som korrosjon fra overflaten ble fjernet. Forsøket konkluderte også med at økende temperatur og konsentrasjon av Hexamin vil øke effektiviteten til inhibatoren. [36]

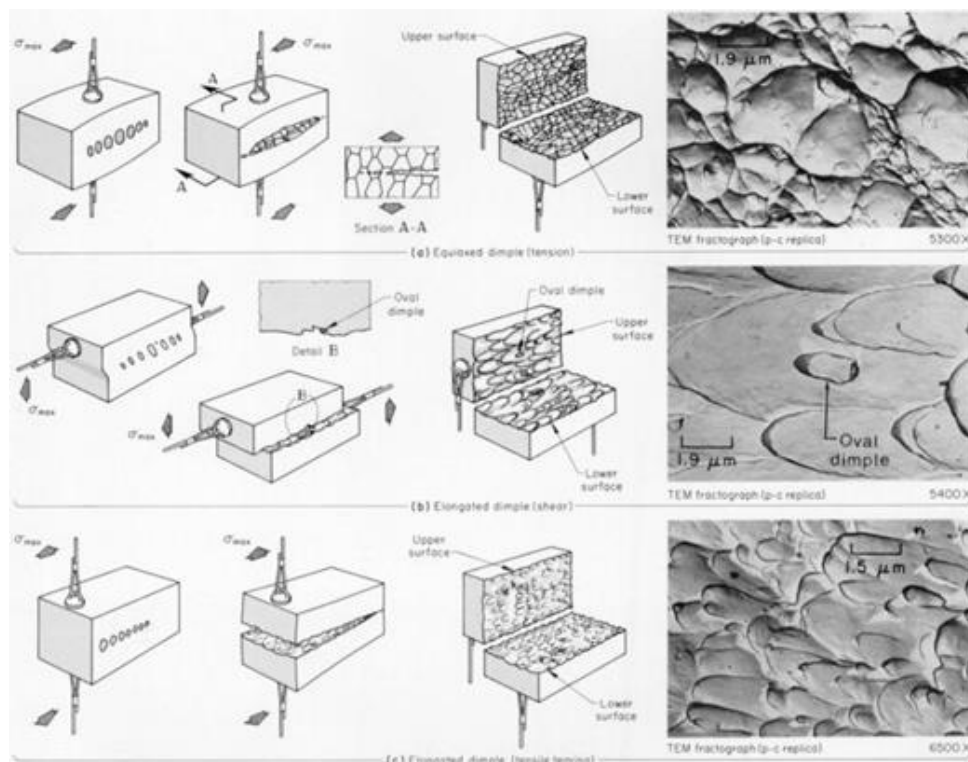
2.5 Bruddoverflater

Et brudd defineres som at et legeme blir separert til to eller flere deler grunnet en konstant påført spenning. Det finnes også eksempler der spenningen ikke er konstant som ved for eksempel utmatting. Brudd deles ofte inn i sprø og duktile. Forskjellen kommer av hvor mye energi som vil absorberes i materialet. Sprøbrudd oppstår ved liten til ingen absorbert energi og vil være der det har skjedd lite plastisk deformasjon igjennom hele materialet. De materialene som vil få et duktilt brudd vil kunne absorbere mye energi da de deformerer plastisk i større grad.

[3] Ulike bruddtyper som sprø, duktile -og utmattingsbrudd vil få bruddoverflater med egne karakteristikk. [37]

2.5.1 Duktilt brudd

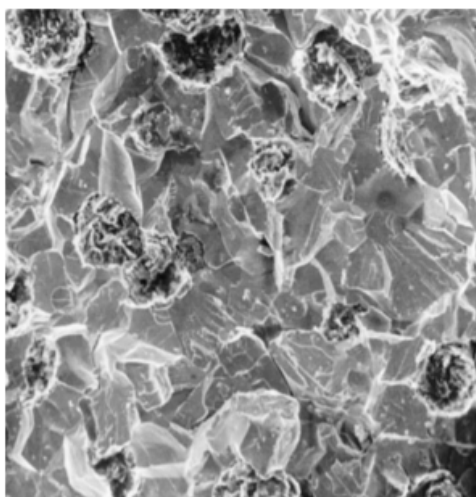
Som et resultat av et materiale kan absorbere mye energi og deformere plastisk vil bruddoverflaten få såkalte dimpler (dimples). Dette kommer av mikroporer (microvoids) som dannes ved påført spenning. Etterhvert som spenningen øker vil porene vokse sammen og til slutt danne en kontinuerlig bruddoverflate. Formen på dimplene vil variere avhengig av belastningsretningen. Dette er vist i Figur 2.5. Størrelsen på dimplene avhenger av antallet og fordelingen av mikroporene. [37]



Figur 2.5: Øverst er det figurer av likeakslede dimpler etter strekkspenning, i midten er de langstrakte dimpler etter skjærspenning, og nederst er det langstrakte dimpler etter strekkspenning [37]

2.5.2 Sprøbrudd

Sprøbrudd skjer ved rask bruddutvikling og ved liten deformasjon av materialet. Sprøbrudd har flere kjennetegn da det skjer lite plastisk deformasjon i bruddflaten. For krystallinske materialer kan bruddutviklingen skje langs spesifikke krystallplan i strukturen der bruddet skjer ved splittelse av atombånd mellom metallatomer. Dette kalles kløvningsbrudd (cleavage). Disse bruddene følger ikke korn grensene i krystallstrukturen da brudd går tvers over korn og korn grenser. Dette kalles transgranulære brudd. Dette kan gi en grov overflate med flere plane flater (cleavage facets) på bruddflaten, da bruddet vil bytte retning i forskjellige krystallplan fra korn til korn. Dette er vist i Figur 2.6. [3] Kløvningsbrudd vil alltid være transgranulære. Disse bruddene starter som oftest i feil eller hakk i metallet som kan komme fra for eksempel en sveis, en designfeil eller fra utmatting. [38]



Figur 2.6: Elektronmikroskopbilde av bruddoverflaten til et transgranulært brudd i støpejern [3]

En annen form for sprøbrudd er intergranulære brudd. Dette bruddet vil følge korn grensene. Overflaten på bruddet vil dermed kunne vise den geometriske formen på kornene. [3] Et eksempel på et intergranulært brudd er gitt i Figur 2.7. Hydrogensprøhet, spenningskorrosjon og korn grensesegregering kan svekke områdene rundt korn grensene og er eksempler på prosesser som kan gi intergranulære brudd. [39]

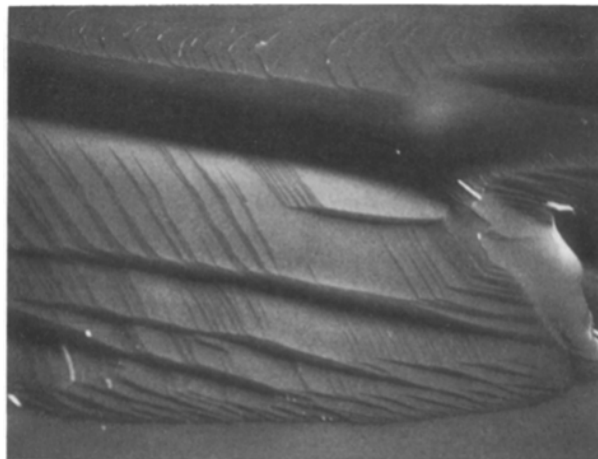


Figur 2.7: Elektronmikroskopbilde av bruddoverflaten til et intergranulært brudd [3]

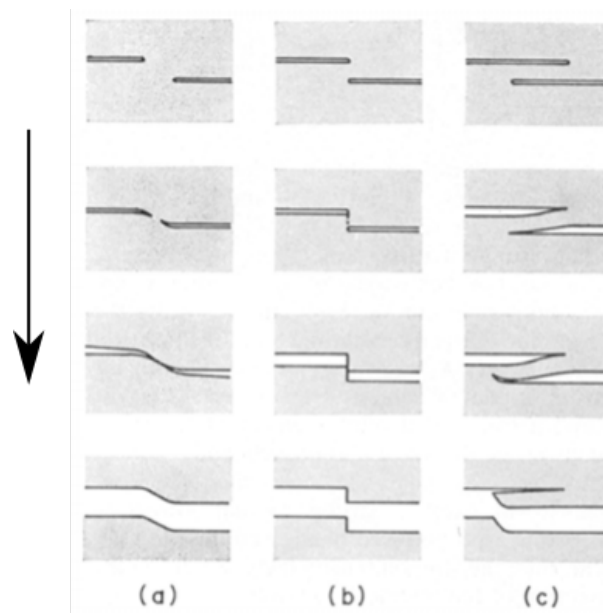
Kløvningsbrudd skjer ved lite absorbert energi og lav deformasjon. Disse bruddene kan skje med tilførte spenninger under flytegrensen til materialet. Sprøbrudd skjer ofte på en lav temperatur eller ved høy tilført belastning. [40] For ulike legeringer finnes det en omslagstemperatur der legeringen vil oppføre seg mer sprøtt ved kjøling under denne temperaturen. Ved høyere temperaturer vil legeringen kunne absorbere mer energi og derfor også få et mer duktilt brudd. Ved temperaturer under omslagstemperaturen vil det skje kløvningsbrudd på materialet. [41] En test som brukes for å avgjøre om et materiale har en omslagstemperatur er Charpy-testen. [3]

Kløvningsbrudd skal i teorien være helt flate og glatte. Et unntak av dette er for polykrystalinske legeringer som inneholder korn grenser, dislokasjoner og andre urenheter som vil påvirke bruddoverflaten. Dette gjør at bruddoverflatene får kjennetegn som kløvningstrinn (cleavage steps), elvemønstre (river patterns), fjærmerker (feather markings) og tunger (tongues). [37]

Kløvningstrinn (cleavage steps) er det vanligste kjennetegnet på sprøbrudd. Dette ser ut som trappetrinn i bruddstrukturen, og kommer av at sprekken har forplantet seg igjennom flere plan i materialet. Når materialet får et fullstendig brudd, vil bruddene i de forskjellige planene kombineres og gi den trappelignende strukturen som vist i Figur 2.8. Her er det vist større kløvningstrinn med også mindre trinn oppå disse. I Figur 2.9 er det gitt tre mulige formeringer av kløvningstrinn. Her vises det hvordan de forskjellige formeringene dannes fra bruddene i hvert plan. De forskjellige formeringene vil gi forskjellig utseende på trinnet. Kløvningstrinnene ligger parallelt med bruddutviklingen igjennom hele materialet, og kan da brukes for å finne bruddretningen. [37]



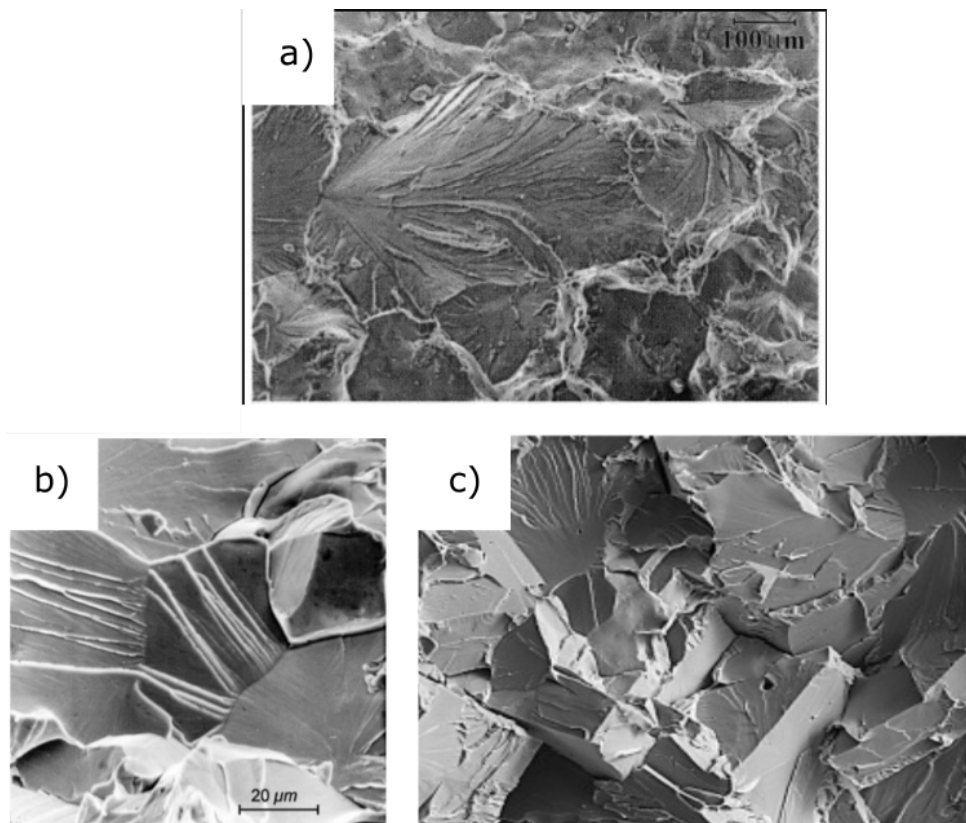
Figur 2.8: SEM-bilde av kløvningstrinn på silisium. Bildet er tatt på x2450 forstørrelse. [42]



Figur 2.9: Tre mulige formeringer av kløvningstrinn. Formeringen utvikles etter bildene øverst og nedover. [43]

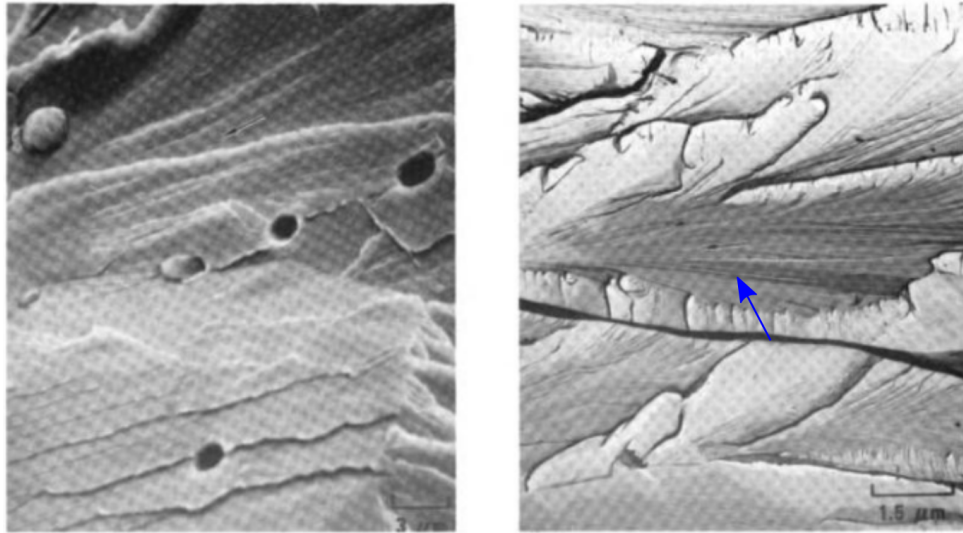
Et nettverk av mange kløvningstrinn kalles for et elvemønster (river patterns) da det ser ut som

elver som renner lang en flate. Eksempler på elvemønstre fra kløvningsbrudd er gitt i Figur 2.10. [37]



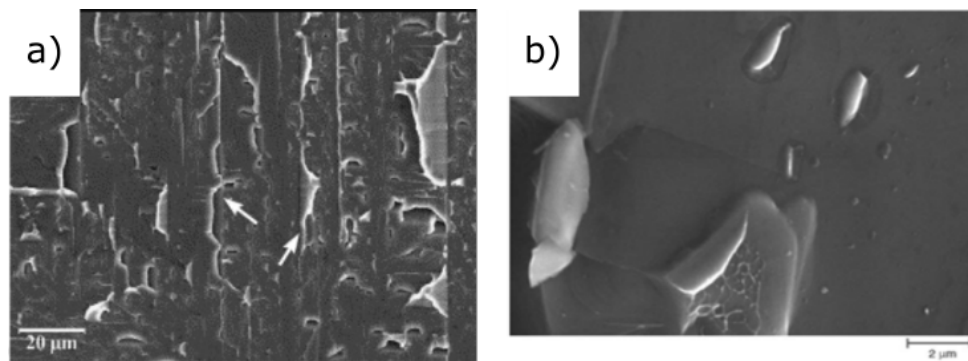
Figur 2.10: a) Elvemønstre fra et kløvningsbrudd i en 5383 aluminiumslegering. [44] b) Elvemønstre fra et kløvningsbrudd i støpejern. [45] c) Elvemønstre fra et kløvningsbrudd i et lavkarbonstål. [46]

Fjærmerker (feather markings) består av mange små kløvningstrinn på en plan overflate. De små trinnene går sammen i et mønster som peker tilbake mot starten av bruddet. Dette gjør at det ligner på en fjær. Eksempler på dette er gitt i Figur 2.11, der det er fjærmerker i forskjellige bruddoverflater. [37]



Figur 2.11: Fjærmerker i en bruddoverflate. Pilen peker på fjærmerket på overflaten. Materialet er ikke oppgitt. [47]

Tunger kan komme på en kløvningsoverflate når kløvningsbruddet skiller seg fra et kløvningsplan. Disse har fått navnet etter at de ser ut som tunger som stikker ut fra overflaten. Eksempler av dette er gitt i Figur 2.12. [37]



Figur 2.12: a) Tunger på en bruddflate fra en Fe–3 wt.%, Si-legering. Pilene peker på to tunger. b) Tunger fra et kløvningsbrudd i en aluminium-silisium-legering. [48]

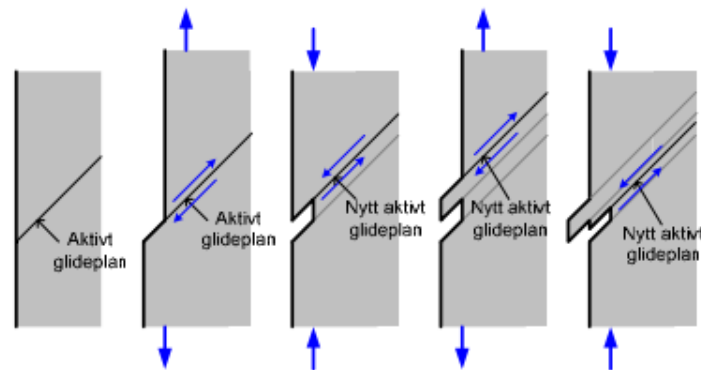
Hvis kjennetegn som fjærmerker er grove nok, kan de observeres med visuell inspeksjon. Dette er dog ikke tilfellet for alle sprøbrudd. For hardere metaller og metaller med finere kornstruktur, vil kjennetegn kunne bli vanskeligere å observere. Plane flater (facets) er ett typisk eksempel på makrostruktur i kløvningsbrudd. [3] En blank/skinnende og reflekterende overflate kan også være en indikasjon på kløvningsbrudd kontra en ”matt”overflate som kan indikere en duktil overflate. [49] Til forskjell fra duktile brudd vil sprø bruddoverflater kunne se relativt flate ut på makronivå siden det ikke skjer så mye plastisk deformasjon. [3]

2.5.3 Utmattingsbrudd

Utmattingsbrudd oppstår som et resultat av dynamiske eller vekslende last. Bruddet oppstår ofte i strukturer som står lenge i perioder med repeterende spenning -og tøyningssykluser. Utmattingsbrudd kan ligne på sprøbrudd i utseende da det skjer lite eller ingen stor plastisk deformasjon avhengig av duktiliteten til metallet. Bruddet initieres og forplanter seg ofte fra sprekker

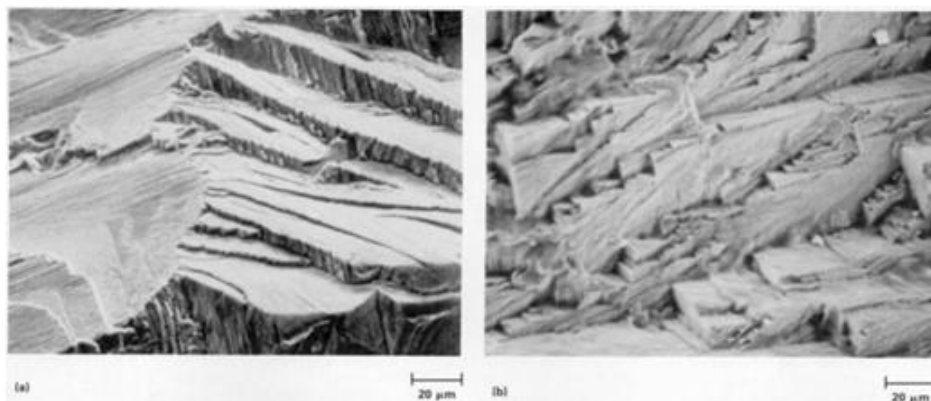
eller andre overflatefeil. Ved høy spenningsamplitude kan bruddet initieres ved korngrenser. Videre vil utmattingssprekker starte å vokse til det til slutt ender med et restbrudd. [3]

Initieringen av utmattingssprekker oppstår i hovedsak av mikroskopisk flyting langs glideplan i metallens kornstruktur. Sprekken følger ofte de krystallografiske planene, men kan endre retning ved diskontinuiteter i strukturen som for eksempel korngrenser. Endringer i spenning aktiverer nye glideplan som vist i Figur 2.13. Dette fører igjen til at det dannes tilfeldige “lepper” (“extrusions and intrusions”). [50]



Figur 2.13: Dannelse av lepper [51]

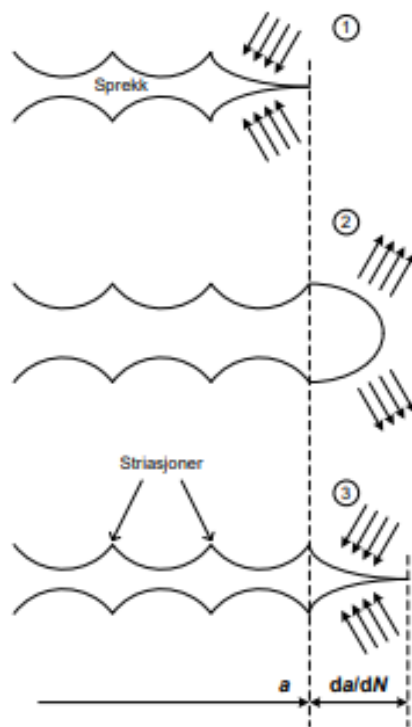
Initieringen av utmattingssprekker kan ofte se ut som kløvningsstrukturer på mikronivå som vist i Figur 2.14, a), eller en såkalt trappetrinnsstruktur som vist i b). Disse figurene viser strukturer som kan ha vært utsatt for raske sykluser ved lave spenninger. [37]



Figur 2.14: a) Kløvningsstruktur ved initieringsfasen i en støpt Ni-14Cr-4.5Mo-1Ti-6Al-1.5Fe-2.0(Nb + Ta)-legering i SEM. b) Trappetrinnsstruktur ved initieringsfasen i en støpt koboltlegering i SEM [37]

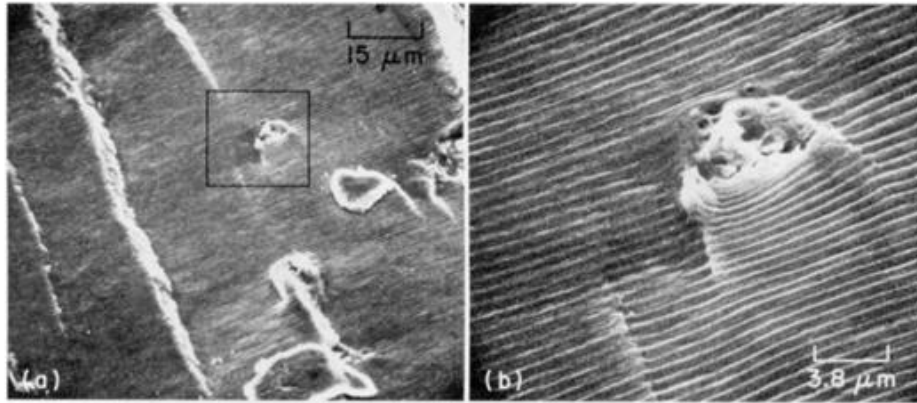
Etter initieringen vil sprekkene vokse langs gunstige glideplan. Dette skjer vanligvis transgranulært. Sprekkveksten avhenger som oftest mer av hvor store den alternerende spenningene er, enn mikrostrukturen til metallet. I starten av sprekkveksten vil sprekkene typisk vokse 45° på overflaten. Videre vil sprekkene endre retning og vokse 90° på den største hovedspenningen. Spenningskonsentrasjon ved en utmattingssprekk fører til plastisk deformasjon/glidning avgrenset ved tuppen av sprekkene. Resten av prøven utsettes for elastisk tøyning. Ved minimal belastning vil tuppen av sprekkene være lukket, som vist i steg 1 på Figur 2.15. Når belastningen øker,

blir sprekkspissen i strekk. Dette fører til at sprekkspissen avrundes ved plastisk deformasjon og sprekkspissen utvides, som vist i steg 2 i Figur 2.15. Når belastningen reduseres igjen, vil sprekken lukke seg på nytt og sprekken har vokst seg lenger innover i metallet. [37]



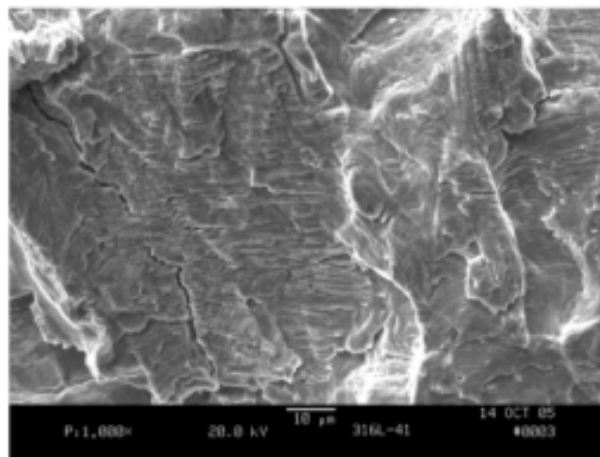
Figur 2.15: Sprekkvekst ved utmattingsbrudd gitt i tre steg [51]

Som et resultat av hver enkelt spenningsyklus får en striasjoner i bruddoverflaten som vist i Figur 2.15 ved punkt 3. Hver striasjon indikerer normalt starten på en utmattingssprekk. Det kan dog forekomme plutselig stopp av sprekkforplantning. Dette kan komme av alt fra varierende belastning, styrken til metallet og mikrostruktur, til miljøet rundt som for eksempel temperatur eller korrosjon. Disse stoppene i sprekkforplantningen kan føre til ulik størrelse på mellomrommene mellom striasjonene som kan observeres på mikronivå. I Figur 2.16 er det gitt bilder av jevnt fordelte striasjoner i en aluminiumslegering i to ulike forstørrelser. [37]



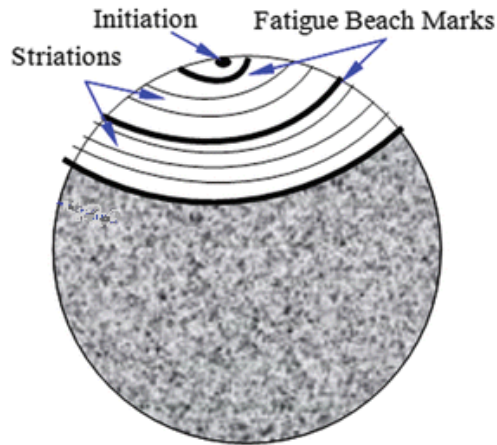
Figur 2.16: a) Jevne striasjoner i en aluminium 2024-T3-legering b) Et forstørret SEM-bilde av det markerte området i a) [37]

Sekundærsprekker kan også være et kjennetegn på sprekkvekstfasen i utmattingsbrudd. [52] I et forsøk av S. Begum og flere ble en magnesiumslegering utsatt for et utmattingsbrudd. Her ble sprekkvekstfasen til bruddet fastsatt ved å se på sekundære sprekker og “striasjonslignende kjennetegn” på bruddflaten som gikk normalt på bruddretningen. [53] Sekundære sprekker vil si mindre sprekker på en bruddflate som ikke er en del av hovedbruddet. [54] Figur 2.17 viser en utmattingsoverflate med striasjoner og sekundærsprekker.



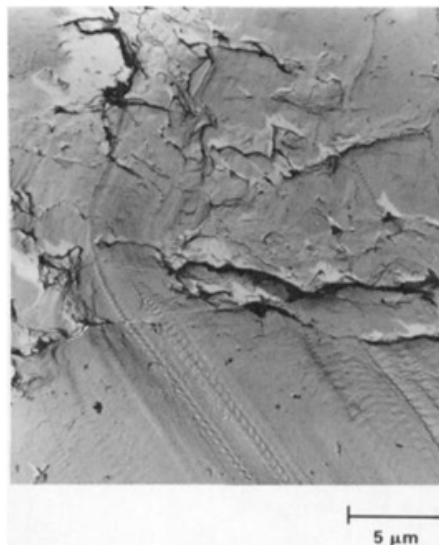
Figur 2.17: En 316LS ASTM F 138-legering med sekundærsprekker og striasjoner. [55]

Variierende belastning kan også observeres på makronivå som strandmerker (beach marks). Dette er bånd som orienteres rundt initieringspunktet og som har striasjoner imellom seg. [56]. Dette er vist i Figur 2.18. Siden det ikke skjer så mye plastisk deformasjon i ett utmattingsbrudd kan overflaten også bli relativt flat. Under forløpet til utmattingsbruddet kan makrostruktur og spesielt mikrostruktur som striasjoner ødelegges ved abrasiv slitasje. Dette kommer for eksempel av at to flater gnis mot hverandre. [3]



Figur 2.18: Utmattingsbrudd med initiering, strandmerker og striasjoner [56]

Ved store stopp av sprekkforplantning og dermed store mellomrom mellom striasjonene, kan det oppstå såkalte dekkspor (tire tracks) som vist i Figur 2.19. Dette kan komme av store fasepartikler eller inneslutninger (inclusions) i metaller som kan endre retningen på sprekkveksten. [37]



Figur 2.19: Dekkspor på overflaten av et utmattingsbrudd på en bråkjølt og temperert AISI 4140 stål. "TEM-replica". [37]

2.6 Ultralydbad

Ultralydbad kan brukes for mekanisk rensing av objekter i en væske. Dette kan for eksempel være instrumenter for å fjerne forurensninger som korrosjon. Væsken kan være vann eller et rensmiddel som kan være vannbasert eller løsemiddelbasert. [57] Alconox er et eksempel på

et vannbasert rensmiddel som brukes blant annet til rensing av korrosjonsprodukt på metalliske overflater som stål. [58] Alconox inneholder flere natrium-forbindelser, sulfater, fosfater og karbonater, som avlest fra innholdsfortegnelsen på beholder.

Ultralydbadet består av en generator og en transduser. Transdusersystemet er festet til en membran/diafragma som står i kontakt med væsken slik at væsken kan bli aktivert av ultralydbølger. Generatoren er en kilde til alternerende elektrisk energi som kan drive den ultrasoniske transduseren på passende resonansfrekvenser. [57]

I ultralydbadet blir høyfrekvente lydbølger sendt igjennom væsken for å hjelpe eller forbedre fjerningen av forurensninger på overflaten til objektet. De høyfrekvente lydbølgene kalles ultrasoniske lydbølger når de ligger over 20 000 Hz. Den ultrasoniske rensprosessen skjer ofte med lydbølger fra 20 til 200 kHz. Lydbølgene kommer fra vibrasjoner i væsken som igjen kommer fra transduseren. Disse lydbølgene består av områder med ulikt trykk. Ved frekvenser mellom 20 og 200 kHz vil det dannes kavitasjonsbobler i væsken på grunn av denne trykkforskjellen. Kavitasjonsboblene vil kunne kollapse på overflaten. Dette kalles implosjon og er det som hjelper fjerningen av forurensninger. Når boblene kollapser slippes det ut energi som fysisk kan bryte mekaniske bånd til urenheten som ikke løses opp i væsken av seg selv. [57]

2.7 SEM for topografisk analyse

Et sveipeelektronmikroskop (Scanning Electron Microscope, SEM) er et instrument som innen materialteknologi ofte brukes for grunnleggende forskning, kvalitetskontroll og bruddanalyser på mikronivå. Bildet i en SEM kommer av at prøven bestråles med elektroner med høy energi. Signalet fra prøven tas opp av detektorer. [59] Elektronsignalet kan komme fra sekundærelektroner (SE) eller tilbakespredte elektroner (BSE). Det kan også brukes røntgenstråler for kvalitative og kvantitative kjemiske analyser av prøvens sammensetning. [60]

2.7.1 Sekundære elektroner

SE produseres som et resultat av at elektroner som skytes inn mot prøven, slår ut elektroner fra atomet. Elektronene som slås ut av prøven detekteres og det dannes et bilde. Når elektroner treffer en prøve med varierende geometri og store høydeforskjeller, vil det kunne skytes ut flere SE til detektoren fra høye kanter. Dette vil avbildes som et lysere område og kalles for "kanteffekten". På denne måten vil kanter og topper bli lyse og groper og fordypninger bli mørkere. Topografien til en prøve analyseres derfor i hovedsak av SE. [60]

2.7.2 Tilbakespredte elektroner

BSE kommer av at elektroner som skytes inn mot prøven avbøyes på grunn av tiltrekning til den positive kjernen i atomet, og skytes ut av prøven. Energien til elektroner som kommer ut av prøven avhenger blant annet av det gjennomsnittlige atomnummeret av komponenter i prøven. Dette gir en midlere atomnummerkontrast som kan brukes til å karakterisere sammensetningen til prøven. Områder med høyere atomnummer og da tyngre faser, vil bli lysere enn områder med lettere faser.

Topografien til en prøve kan også analyseres ved bruk av BSE, men på grunn av sin høye energi

vil ikke BSE tiltrekkes detektoren på samme måte som SE. Dette vil kunne gi en fremtredende skyggeeffekt, som igjen vil kunne gi dårligere topografisk kontrast enn ved bruk av SE. [60]

2.7.3 Filament

En viktig faktor for bruk av SEM er filamentet som benyttes. Strøm påføres og går igjennom filamentet. Økes strømmen som går igjennom filamentet vil emisjonen av elektroner øke. Det kan dog oppstå metning av filamentet om en maks-grense for emisjon overstiges. Dette kan igjen føre til at filamentet ryker. Filamentet kan også ryke hvis filamentstrømmen økes for fort. [59]

2.8 Liknende eksperimentelle forsøk

Det er gjort flere eksperimentelle forsøk som ligner det forsøket som er beskrevet i denne rapporten. De likner i den forstand at de går ut på å fjerne oksider fra bruddoverflater uten å skade basemetallet. Forsøkene er også utført på lavlegerte stål ved bruk av enten inhibert syre eller Alconox. Nedenfor er det gitt korte sammendrag av liknende forsøk.

2.8.1 Fjerning av tykke oksider med inhibert saltsyre

I 2017 ble det publisert en artikkel fra R. A. Wheeling og J. C. Lippold som så på rensing av stål etter oksidering. Her gjaldt det stål som har gått til brudd under høy temperatur, og dermed også oksidert i luft grunnet temperaturen. Dette gjaldt ofte stål som har gått igjennom ulike produksjonsprosesser ved høy temperatur. Disse oksidalgene var tykke og hindret videre fraktografiske undersøkelser. Under forsøket ble det brukt karbonstål og et stål som var levert med små mengder av vanadium og niob.

For å fjerne oksidlaget ble det brukt en fortennet saltsyre med inhibitor. Inhibitoren var 1,3-di-n-butyl-2 thiourea (DBT) som ble tilsatt i konsentrert saltsyre (6 M). Blandingsforholdet var 10 g inhibitor per liter saltsyre. Denne løsningen ble fortennet til en 50/50 løsning med saltsyre og destillert vann. Prøvene ble rensert i denne løsningen med ultralydbad i 0,5 til 5 minutter, helt til prøven virket "ren" i mikroskop. Etter rens i saltsyre ble prøvene rensert med etanol. Dette ble gjort ved å enten skylle prøvene i etanol eller ved bruk av ultralydbad og skylning. Noen prøver utviklet et nytt oksidlag innen en uke da de ikke hadde blitt skylt i etanol etter rensing.

I dette forsøket klarte de å fjerne oksidlaget ved å bruke inhibert saltsyre, uten å skade bruddoverflaten under. Dermed var det fortsatt mulig å se hvorfor prøvene hadde gått til brudd med de fleste kjennetegn fortsatt synlige. Det ble nevnt at denne metoden også burde kunne brukes for andre ståltyper som har oksidert under høy temperatur. Som for eksempel under siging. Det ble også nevnt at denne rensemetoden skal kunne brukes på prøver som har oksidert ved lavere temperaturer.

Artikkelen nevnte også at Alconox var et vanlig rensemiddel å bruke for rensing av stål og aluminium, men dette ble ikke testet ut i dette forsøket. Det ble lagt vekt på at Alconox kunne være mindre effektivt på veldig tykke oksidlag som formes under høye temperaturer. Det hadde også tidligere blitt rapportert at Alconox kunne gi skader på overflaten. [61]

2.8.2 Rensing av sprø, duktile og utmattingsbrudd med saltsyre

I 1971 gjorde G. S. Lane og J. Ellis et forsøk der de så på sprø, duktile og utmattingsbrudd før og etter korrosjon og rensing. De sprø og duktile bruddene kom fra charpy-prøver. Disse prøvene besto av et såkalt ND2-stål. Det ble ikke spesifisert eller funnet ut av hva dette stålet inneholdt. Stålet i utmattingsprøvene besto av et "0,37% plain C-steel". Forsøket gikk hovedsakelig ut på å teste lavkarbonstål i et syrebad med saltsyre og en inhibitor. Saltsyren hadde en konsentrasjon på 6 M og inhibitoren var hexamin. Inhibitoren ble tilsatt i to gram per liter saltsyre. Korrosjonen ble fjernet ved å legge prøvene i et syrebad i 1-15 minutter. Det var også mulig å bruke ultralydbad i ca. 5 sekunder eller forsiktig børstning for å hjelpe rensingen.

Det ble tatt bilder av bruddet før korrosjon, etter korrosjon og etter rensing i syrebad. Prøvene ble korrodert ved å eksponere dem for en atmosfære med høy luftfuktighet og romtemperatur. Disse prøvene hadde fått et lyst rustlag etter ca. 7 dager. Noen prøver ble i tillegg utsatt for en vannfilm. Dette ga et mørkebrunt til svart oksidlag.

Før forsøket ble noen bruddflater plassert direkte i syrebadet uten å ruste først. Her ble prøvene testet i forskjellige tider, også tider over den anbefalte rensesiden. Dette viste seg å gi veldig lite skader på overflaten og det ble dermed konkludert at inhibitoren ville beskytte det rensede stålet mot syren.

Etter forsøket ble det konkludert med at rensing av prøver med et tynt og lyst oksidlag (light rusting) på prøvene ga brukbare resultater. Alle bruddtypene hadde fortsatt lett gjenkjennelige kjennetegn, der bare noen små detaljer var borte. De duktile bruddene klarte seg best, utmattingsbruddene og de sprø bruddene opplevde noen større skader. Utmattingsbruddene fikk mindre synlige striasjoner, og noen av de sprø bruddene fikk store skader på flere av de plane overflatene. Etter rensing av utmattingsbruddene viste det seg at noen striasjoner hadde forsvunnet. Det ble derfor påpekt at en måtte være forsiktig når en tolket bildene da det ikke alltid var like tydelig at noen striasjoner hadde forsvunnet. Dette gjaldt spesielt hvis en skulle telle antall striasjoner i bruddet.

Det ble også gjort forsøk med prøver som hadde et tykkere og mørkere oksidlag (heavy rusting). Etter rensing var ingen bruddoverflater gjenkjennelige da alle kjennetegnene var borte. Det ble antatt at det var korrosjonen som hadde ødelagt bruddoverflaten, ikke den inhiberte syren. Dermed var det umulig å si hva slags type brudd som hadde vært før korrosjon. Det ble også notert at perlittstrukturen i stålene alltid ble svært synlig etter rensing. Det ble konkludert med at inhibert syrebad var en effektiv metode for å fjerne korrosjonen uten å skade bruddflaten. Selv med mye rust ville ikke selve syren gi store påvirkninger på bruddflaten da var det korrosjonen som ødela bruddoverflatene. [10]

2.8.3 Rensing av bruddflater med Alconox

I boka *Fractography of Ceramic and Metal Failures* er det omtalt et forsøk med Alconox for å fjerne korrosjon. Her ble prøvene renses i 15-30 minutter i en Alconox-løsning på 90 °C. Løsningen besto av 15 gram Alconox-pulver per 350 ml vann. Stålet som ble undersøkt var et ASTM A36 brostål, grunnet at det var et vanlig konstruksjonsmateriale. Det ble produsert prøver med kløvningsbrudd og utmattingsbrudd. Disse prøvene ble utsatt for saltvann med 5% salt og stod i 100 °C i to timer. Deretter ble de satt i et rom med høy luftfuktighet i 48 timer. Dette ga korrosjon på bruddoverflatene. Overflatene ble til slutt undersøkt i SEM.

Først ble det forsøkt å rense overflatene med blant annet trykkluft og skylling i organiske rensemidler. Dette ga noe effekt, men var ikke nok for å fjerne alle korrosjonsprodukter. Dermed var det bare noen kjennetegn på bruddflatene som var synlige. Det var mulig å se noe kløvningstruktur på kløvningsbruddene. På utmattingsbruddene var det ikke mulig å identifisere kjennetegn med resterende korrosjon på bruddoverflaten. Etter rensing med Alconox var all korrosjon fra overflatene borte. Her oppstod det et nytt problem da det var tydelig at Alconoxen hadde etsset deler av overflaten. Alconoxen viste seg å etse fram noen områder med perlittstruktur på bruddoverflaten. Dette ga en uforventet utfordring da den perlittiske lamellstrukturen kunne ligne striasjoner i utmattingsbruddene. Dermed ble det ekstra utfordrende å analysere utmattingsbruddene da en måtte skille mellom disse. Utmattingsbruddene var de bruddene som ga dårligst resultater etter rensingen.

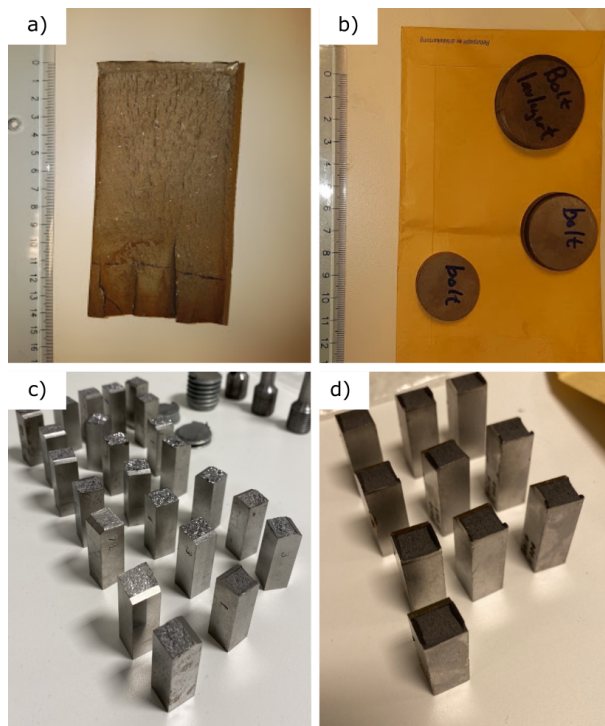
Det viste seg at Alconox var best på å fjerne korrosjon fra plane flater. Dette gjaldt de typiske plane flatene som ble dannet i kløvningsbruddet. De første prøvene ble renset i 30 minutter. Det ble også forsøkt å rense i 15 minutter for å se forskjellen. Ved å halvere rensesiden opplevde bruddoverflaten mindre etsning og det ble ikke fremhevet noen perlittstruktur på bruddoverflaten. Overflaten holdt seg generelt bedre ved en kortere rensesid. Dermed ble det konkludert med at 15 minutter var en bedre rensesid for fraktografiske undersøkelser siden dette ga mindre sjanse for å ødelegge bruddoverflaten. [39]

3. Eksperimentelt arbeid

Det eksperimentelle arbeidet ble delt inn i tre hoveddeler. Først skulle de tilsendte prøvene prepareres slik at de kunne vurderes i SEM. Dette ble gjort ved hjelp av kutting, polering og markering av prøvene. Videre skulle rensedlene testes på polerte prøver og bruddoverflatene ved ulike tidsintervaller. Rensingen av alle prøver ble gjort i et ultralydbad med eller uten varme. Til slutt ble det gjennomført en korrosjonstest der mikrostrukturen til bruddoverflatene skulle analyseres og dokumenteres før korrodering, med korrosjon og etter de hadde korrodert. Her ble både polerte prøver og bruddoverflatene korrodert ved forskjellige tidsintervaller. Dette ble gjort for å se variasjonen i mikrostruktur for hver korrosjonstid. Etter korrodering ble disse prøvene også rensset i ultralydbad. Alle prøvene ble tatt både SEM -og lysmikroskopbilder av før rensing, med korrosjon og etter rensing for å kunne dokumentere og analysere mikro -og makrostruktur i hvert steg. Lysmikroskopet som ble benyttet var Nikon SMZ800N.

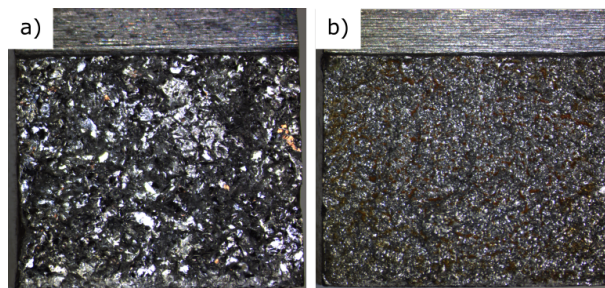
Materialer

Stålprøvene som ble brukt under forsøket ble utlevert av DNV GL. Prøvene var delt inn i tre overflatetyper: Sprøbrudd, utmattingsbrudd og polert overflate. De forskjellige typene prøver er vist i Figur 3.1. Utmattingsprøvene kom fra et stort utmattingsbrudd som vist i a). De polerte prøvene kom fra en polert bolt som er vist i b). I c) og d) vises det prøver som kom fra charpy-tester og som har opplevd sprøtt brudd.



Figur 3.1: a) Utmattingsbruddet som ga alle utmattingsprøvene. b) Tre polerte bolter. c) og d) Charpy-tester som har opplevd sprøbrudd.

Bruddoverflatene til de sprø prøvene var nokså ulike. Noen overflater var lysere og hadde en mer “glans-aktig” overflate enn de andre som var mørkere og mer “grå-aktig”. Figur 3.2 viser mikroskopbilder av en glans-aktig overflate som vist i a), og en grå-aktig overflate som vist i b).



Figur 3.2: a) Bilde av en charpy-prøve med “glans-aktig” overflate. b) Bilde av en charpy-prøve med “grå-aktig” overflate.

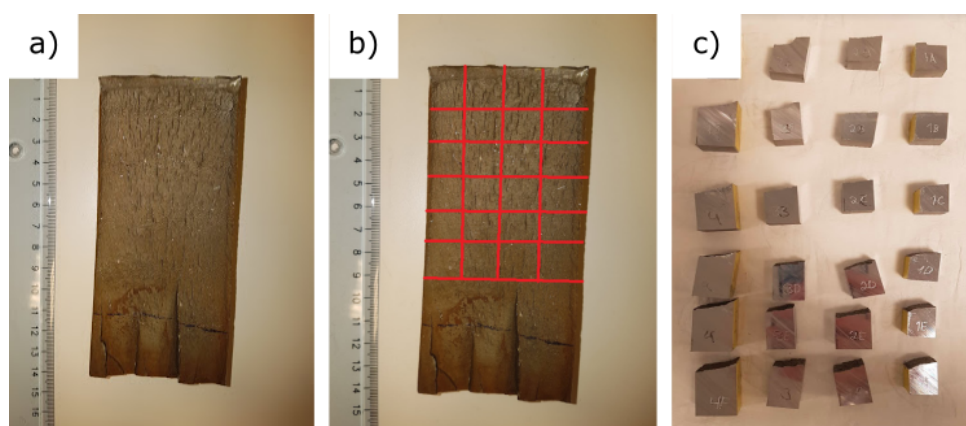
Det ble utført analyser av sprø prøver med og uten glans med EDS (Energy-dispersive X-ray spectroscopy). Analysen viste at prøvene med “glans-aktig” overflate inneholdt 0,2% krom og 1,1% mangan. Prøvene uten “glans-aktig” overflate inneholdt 1,0% krom og 0,3% mangan. Det ble også gjort en EDS-analyse av utmattingsbruddet. Dette stålet inneholdt rundt 1,4% mangan. Resultatene av EDS-analysene er gitt i Vedlegg A. Det var ikke mulig å analysere karboninnholdet i prøvene ved hjelp av EDS-analyse da disse resultatene ga for urealistisk høye verdier. Analysene viste også en del andre stoffer som kunne være tilstede i prøvene. Disse ble ikke inkludert da det var stor usikkerhet ved nøyaktigheten til instrumentet.

3.1 Preparering av prøver

Før prøvene kunne brukes i forsøket måtte de prepareres. Dette innebar kutting, polering og markering. Markering innebar å navngi prøvene for å holde oversikt og det innebar å markere områder på prøveoverflaten for å kunne finne frem i SEM.

3.1.1 Kutting

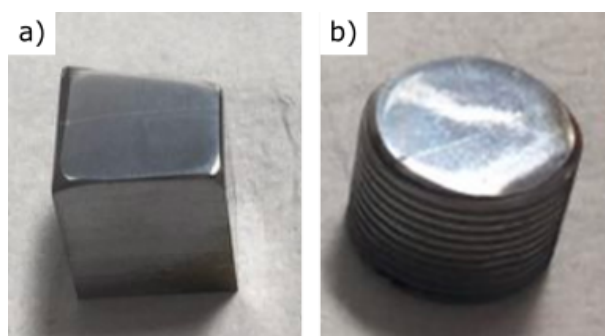
Tre strekktestprøver som hadde opplevd et sprøtt brudd ble kuttet opp med en sirkelsag for å få ønsket størrelse til SEM, og for å få en overflate som kunne bli polert. Halvdelen som ble igjen uten den sprø bruddoverflaten, ble polert. Etter oppkutting ble prøvene skylt i vann og etanol da kjølevæsken fra sirkelsagen var etsende. Det ble også tilsendt en stor utmattingsprøve som vist i Figur 3.3. Hele utmattingsprøven er vist i a). For å kunne bruke denne for testing ble prøven kuttet opp med sirkelsag i flere mindre prøvebiter som vist i b) og c).



Figur 3.3: a) Hele utmattingsbruddet før oppkutting. b) Illustrasjon for hvordan bruddet ble kuttet opp. c) Alle prøvene etter at de er kuttet og markert.

3.1.2 Polering

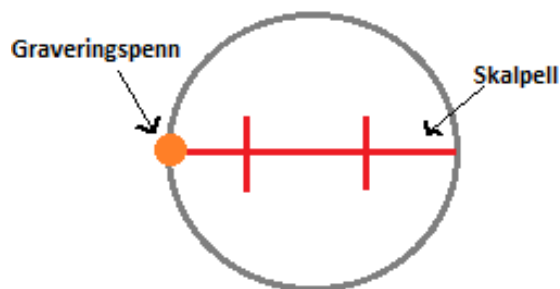
Tre sprø prøver og to utmattingsprøver ble polert med en dreieskive og poleringspapir med ulik grovhet. Under poleringsprosessen begynte de sprø prøvene å korrodere. Det ble dermed lagt til et siste steg med et ikke-vannbasert poleringsmiddel. I Figur 3.4 er det vist to prøver etter polering. I a) er det et bilde av en polert utmattingsprøve. I b) er det bilde av en polert sprø prøve fra en strekktest som har opplevd sprøtt brudd.



Figur 3.4: a) En polert prøve fra utmattingsbruddet. b) Polert sprø prøve.

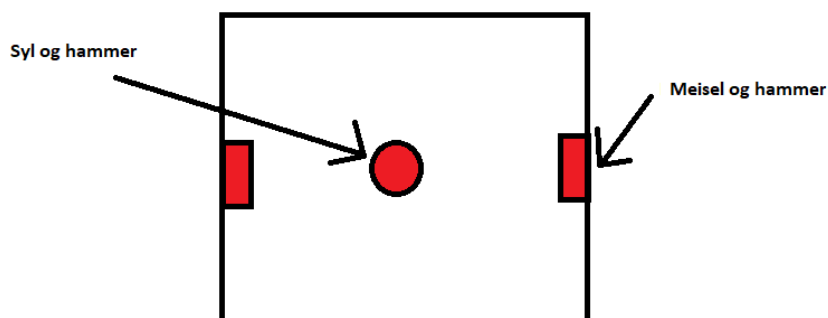
3.1.3 Markering

For å kunne finne igjen de samme områdene i SEM før og etter rensing ble prøvene markert. Markeringen på overflatene ble gjort forskjellig på bruddoverflatene og de polerte prøvene. På de polerte prøvene ble det satt et merke ved enden på venstre side ved hjelp av en markeringspenn. Dette merket var stort og tydelig slik at det var enkelt å finne igjen i SEM. Deretter ble det markert en lang horisontal linje over prøven fra dette merket. Dette ble gjort med skalpell. Til slutt ble det markert to til tre loddrette linjer som krysset over den horisontale linja. Illustrasjon av denne markeringen er gitt i Figur 3.5.



Figur 3.5: Illustrasjon av markeringen på en polert prøve. I enden er det markert med en graveringspenn. Linjene og kryssene over prøven er markert med skalpell.

Prøvene med sprøtt brudd eller utmattingsbrudd ble markert med syl og meisel for å kunne finne igjen disse merkene i overflatene. Markeringen skjedde over en horisontal linje over prøvene. I hver ende ved kantene ble det laget et hakk med meisel og hammer. På midten av prøven imellom hakkene ble det hamret et hull ved hjelp av en syl. Illustrasjon av denne markeringen er gitt i Figur 3.6.



Figur 3.6: Illustrasjon av markering på en bruddflate. I enden er det markert med meisel og hammer. I midten av prøven er det markert med syl og hammer.

3.2 Testing av rensemidler på bruddoverflater

For å få et bilde på hvordan rensemidlene Alconox, 10% saltsyreløsning og 20% saltsyreløsning ville reagere på overflaten til stålprøvene, ble det gjennomført testing av disse rensemidlene. Hvilke rensemidler som ble brukt og tiden prøvene stod i ultralydbadet er vist i Tabell 3.1. En oversikt over hva slags prøver som ble brukt på dette er gitt i Vedlegg B.

Tabell 3.1: Oversikt over alle prøvene som ble renses i testing av rensemidler.

Polerte utmattingsprøver	Rensemiddel	Tid i ultralydbad
Polert utmattingsprøve 1	Alconox	15 + 15 minutter
Polert utmattingsprøve 2	Saltsyre 10%	1 + 9 minutter
Polert utmattingsprøve 3	Saltsyre 20%	1 + 9 minutter
Polerte Sprø Prøver		
Polert sprø prøve 1	Alconox	30 minutter
Polert sprø prøve 2	Saltsyre 10%	1 + 9 minutter
Polert sprø prøve 3	Saltsyre 20%	1 + 9 minutter
Utmattingsprøver		
Utmattingsprøve 1	Saltsyre 10%	1 minutt
Utmattingsprøve 2	Saltsyre 20%	1 minutt
Sprø prøver		
Sprø prøve 1	Saltsyre 10%	1 minutt
Sprø prøve 2	Saltsyre 20%	1 minutt

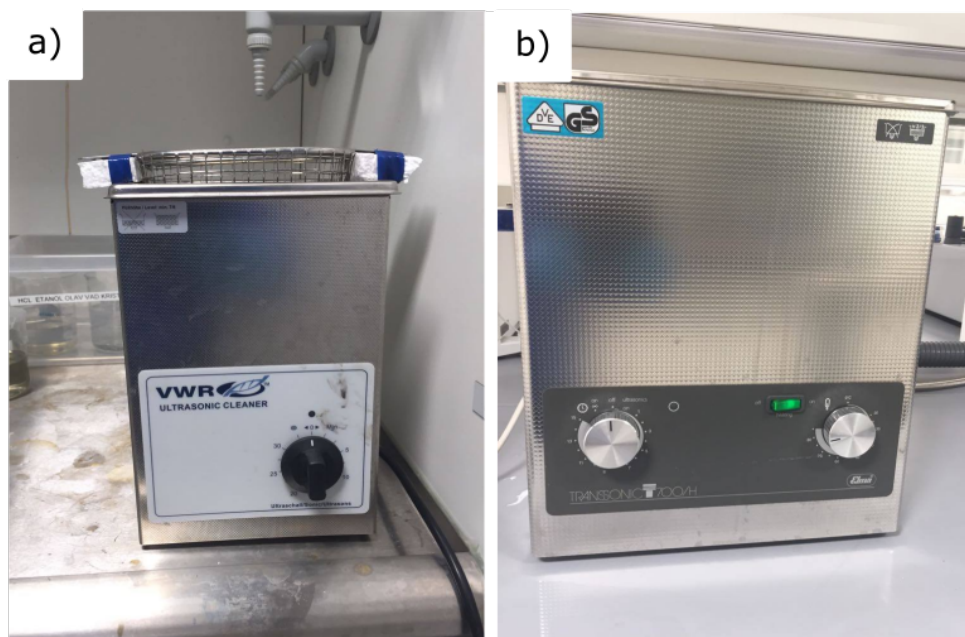
3.2.1 Ultralydbad

Tabell 3.2 viser utstyret og kjemikalierne som ble tatt i bruk for å renses prøvene i ultralydbad.

Tabell 3.2: Utstyr og kjemikalier som ble brukt for rensing i ultralydbad

Ustyr	Kjemikalier
Transonic T700/H, Elma	Alconox
Ultrasonic Cleaner USC200T, VWR	Saltsyre/HCl (10%/2,7M)
Drybox, Struers	Saltsyre/HCl (20%/6,9M)
Eksikator	Hexamethylenetetramin (Metenamin, Hexamin)

Rensing med ultralydbad ble gjort i henhold til standarden ASTM G131-96(2016)e1. [62] Det ble benyttet to typer ultralydbad. *Transonic T700/H* ble brukt til badet med Alconox og *Ultrasonic Cleaner USC200T* til saltsyrekonsentrasjonene. Før ultralydbadet ble tatt i bruk ble det fylt opp med springvann til nivået som var spesifisert på apparatet. Dette gjorde at vannet kom i riktig høyde i forhold til begerglasset med prøven. Prøven som skulle renses med ultralydbad ble plassert i 200 ml løsning i et begerglass med enten saltsyre eller Alconox. I Figur 3.7 er det gitt bilder av ultralydbadene. I a) er det bilde av *Ultrasonic Cleaner USC200T*. I b) er det bilde av *Transonic T700/H*.



Figur 3.7: a) Ultrasonic Cleaner USC200T, b) Transonic T700/H

Det ble tatt i bruk to saltsyrekonsentrasjoner for rensing av prøver. Ultralydbadet ble benyttet ved romtemperatur og med en frekvens på 45 kHz. Saltsyren ble tilsatt inhibitoren Hexamin. Inhibitoren ble tilsatt etter Metals handbook anbefalinger på 2 gram inhibitor per liter syre. [58] Det ble utført samme prosedyre på begge konsentrasjonene. Prøven ble først plassert i et begerglass med syre. Deretter ble begerglasset plassert i ultralydbadet. Prøvene ble rensed med saltsyre i ultralydbad i 1-2 minutter ved romtemperatur.

Badet med Alconox ble benyttet ved ca. 80 °C og med en frekvens på 35 kHz. I Metals Handbook ble det anbefalt å bruke ca. 95 °C [58]. Dette var ikke mulig da 80 °C var den maksimale temperaturen ultralydbadet kunne oppnå. Først ble et begerglass med destillert vann satt i ultralydbadet. Dette ble varmet opp til ønsket temperatur ved å stå i et ultralydbad med innebygget varme. Når begerglasset hadde nådd ønsket temperatur ble det tatt ut av badet og tilsatt Alconox-pulver. Når Alconox-løsningen hadde riktig temperatur ble prøven plassert i begerglasset og rensed i ultralydbad i 15-30 minutter. Alconox-løsningen ble blandet til 15 gram pulver i 350 ml vann, etter anbefaling fra Metals Handbook. [58]

Etter rensing i syre eller Alconox ble prøven tatt ut av badet og skylt med destillert vann. Deretter ble prøven plassert i et begerglass med destillert vann og satt i ultralydbadet. Prøven sto i badet i 2-3 minutter. Da prøvene viste seg å kunne korrodere etter dette steget, ble prøvene også behandlet i etanol/isopropanol under samme prosedyre som destillert vann. Prøven ble tatt ut og inn av begerglassene med en metallklype. Denne ble rensed med destillert vann og etanol imellom hvert rensesteg. Når prøven var ferdig rensed, ble prøven tørket ved hjelp av en *Dry-box* fra Struers for å bremse videre korrosjon. Her ble det benyttet varmluft og høy temperatur. Prøvene ble tørket helt til overflatene virket fullstendig tørre. Noen ganger ble prøvene tørket ytterligere i eksikator for å spare tid. Et bilde av en *Dry-box* er gitt i Figur 3.8. Én av prøvene som ble rensed i Alconox fikk ett belegg av Alconox da den ikke ble rensed i ett ultralydbad med vann. SEM-bilder av dette er gitt i Vedlegg C.



Figur 3.8: Drybox fra Struers. Brukt for å tørke prøver etter rensing i ultralydbad.

3.2.2 SEM

Det ble brukt Jeol JCM-6000 NeoScope for å ta SEM-bilder før og etter rensing av prøvene. For å kunne finne igjen de samme områdene på overflaten til prøvene før og etter rensing, ble bildene tatt i nærheten av markeringer på overflaten. Det ble brukt forskjellige fremgangsmåter for å ta bilder på polerte prøver og prøver med bruddflater. Forklaringer av fremgangsmåtene er gitt i Vedlegg D. Her er det forklart hvilke områder som ble tatt bilder av og hvilke forstørrelser som ble brukt. Alle bildene ble tatt på 15kV. Det ble tatt bilder med SE for å detektere virkningen av rensemidlene. BSE ble brukt i noen tilfeller for å indentifisere mulige faser på prøvene.

Filamentet til SEM ble byttet flere ganger i løpet av forsøket. Innstillingene på SEM måtte stadig endres siden kvaliteten varierte fra filament til filament. Kvaliteten varierte også fra starten og slutten av livsløpet til et filament.

3.3 Korrosjonstesting

Hoveddelen av prosjektet gikk ut på å sammenligne forskjellige bruddflater etter at de hadde korrodert og blitt rensert i ultralydbad. Det ble gjennomført en korrosjonstest på sprøbrudd, polerte overflater og utmatningsbrudd. Alle bruddtypene skulle eksponeres for et korrosivt miljø i en gitt tid. Det ble valgt tre korrosjonstider: én måned, én uke og et døgn. Prøver fra hver av disse korrosjonstidene ble rensert med begge saltsyrekonsentrasjonene og Alconox. I Tabell 3.3 er det presentert hvor lenge de ulike prøvene sto i saltvannsløsningen og hvilket rensemiddel som ble brukt etter de var korrodert. Antallet prøver for hver variabel er gitt i rutene. De polerte prøvene ble brukt som sammenligningsgrunnlag mot bruddoverflatene under korrosjonstesting. De ble dermed korrodert i de samme tidene og rensert med de samme rensemidlene som de forskjellige bruddflatene. I Vedlegg E er det gitt en oversikt over hva slags prøver som ble brukt for korrosjonstesting.

Tabell 3.3: Oversikt over alle prøvene som ble brukt under korrosjonstesten.

Prøve	Eksponering i korrosivt miljø			Rensemiddel
	1 døgn	1 uke	1 måned	
Utmatting	1	1	1	Saltsyre 10%
Utmatting	1	1	1	Saltsyre 20%
Utmatting	1	1	1	Alconox
Sprø	1	1	1	Saltsyre 10%
Sprø	1	1	1	Saltsyre 20%
Sprø	1	1	1	Alconox
Polert	1	1	1	Saltsyre 10%
Polert	1	1	1	Saltsyre 20%
Polert	1	1	1	Alconox

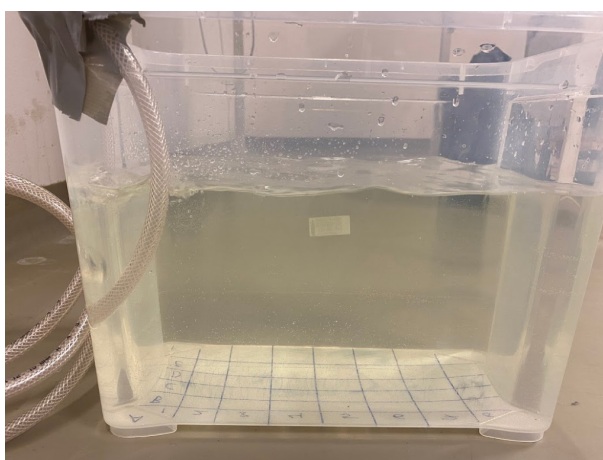
I Tabell 3.4 er det gitt en oversikt over alle prøvene som ble brukt for korrosjonstesting. For hver prøve er det oppgitt navn på prøven, hvor lenge den ble korrodert, hvor lenge den ble renset og hva slags rensemiddel som ble brukt. Navnene på prøvene ble gitt for å holde oversikt over de ulike prøvene under hele det eksperimentelle arbeidet. De polerte prøvene kom fra en polert bolt.

Tabell 3.4: Oversikt over alle prøvene og rensetidene for hver prøve som ble brukt under korrodering.

Polerte prøver	Tid i saltvann	Rensemiddel	Tid i ultralyd
P3A	1 måned	Alconox	10 min
P3B	1 måned	Saltsyre 10%	1 min
P3C	1 måned	Saltsyre 20%	1 min
P3D	1 uke	Alconox	5 + 5 + 5 min
P3E	1 uke	Saltsyre 10%	1 min
P3F	1 uke	Saltsyre 20%	1 min
P3G	1 døgn	Alconox	10 +10 min
P3H	1 døgn	Saltsyre 10%	2 min
P3I	1 døgn	Saltsyre 20%	2 min
Utmattingsprøver	Tid i saltvann	Rensemiddel	Tid i ultralyd
4B	1 måned	Alconox	10 min
4C	1 måned	Saltsyre 10%	1 min
4D	1 måned	Saltsyre 20%	1 min
3B	1 uke	Alconox	5 min
3C	1 uke	Saltsyre 10%	1 min
3D	1 uke	Saltsyre 20%	1 min
2B	1 døgn	Alconox	10 min
2C	1 døgn	Saltsyre 10%	1 min
2D	1 døgn	Saltsyre 20%	1 min
Sprø prøver	Tid i saltvann	Rensemiddel	Tid i ultralyd
S4A	1 måned	Alconox	10 min
S4H1	1 måned	Saltsyre 10%	1 min
S4H2	1 måned	Saltsyre 20%	1 min
S3A	1 uke	Alconox	30 min
S3H1	1 uke	Saltsyre 10%	2 min
S3H2	1 uke	Saltsyre 20%	1 min
S2A	1 døgn	Alconox	10 min
S2H1	1 døgn	Saltsyre 10%	1 min
S2H2	1 døgn	Saltsyre 20%	1 min

3.3.1 Saltvannsbad

Korrodering av prøver ble gjort ved bruk av et saltvannsbad som vist i Figur 3.9. Dette ble gjort i henhold til standarden ASTM G31-72 [63]. Badet ble blandet til i en gjennomsiktig oppbevaringskasse. I bunnen av kassen ble det markert en matrise med tusj. Denne matrisen ble brukt for å holde oversikt over prøvene i kassen. I ASTM G31-72 [63] er det oppgitt at minimum prøveløsning burde være $0,20 \text{ mL/mm}^2$ prøveareal. Overflatearealet på prøvene ble målt til å være ca. 1320 mm^2 per prøve, som vil si at det måtte være minst 264 ml løsning for hver prøve. Det lå ca. 12-20 prøver i badet samtidig under forsøket. Saltvannet ble laget ved å blande 12 liter vann med 420 gram NaCl. Dette ble gjort for å oppnå 3,5% NaCl i badet. Dette ga en løsning som skulle representere neddykking i sjøvann. Med 12 liter løsning vil det si at en maksimalt kunne ha ca. 45 prøver i badet. Vannet hadde en temperatur på $18 \text{ }^\circ\text{C}$ og en pH på 8,15 ved starten av forsøket. Temperaturen til badet var den samme som temperaturen på laboratorie-rommet. Temperaturen ble dermed ikke holdt konstant igjennom hele forsøket, men varierte med romtemperaturen.



Figur 3.9: Saltvannsbadet før korrosjonstesten. Nederst i badet er matrisen oppmerket med tusj. Slangen er for luftsirkulasjonen i badet.

Det ble satt på et lokk på badet for å unngå fordampning av saltvannsløsning. Det ble også lagt inn luftsirkulasjon med trykkluft for å oppnå fullstendig sirkulasjon i badet. Volumstrømmen til trykkluften ble målt til å være ca. 4 liter per minutt. Trykkluften ble holdt konstant i løpet av hele forsøket. Alle prøver ble korrodert i det samme saltvannsbadet og flere prøver ble korrodert samtidig. På denne måten økte konsentrasjonen av oppløste korrosjonsprodukter i badet i løpet av forsøket. Det ble derfor bestemt at ca. 4 liter løsning skulle byttes ut med en ny løsning ukentlig.

4. Resultat

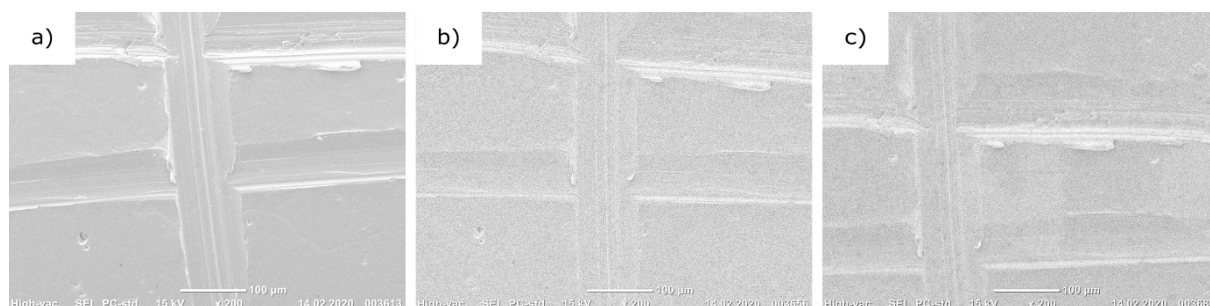
Resultatene fra forsøket besto hovedsakelig av bilder tatt med SEM og noen bilder tatt med lysmikroskop. Før -og etterbilder av rensmiddeltesten og korrosjonstesting er presentert i kollasjer for forskjellige prøver. For de sprø prøvene er figurene delt etter forskjellige kjenne-tegn og korrosjonstidene. På utmattingsprøvene er figurene delt inn etter korrosjonstider og rensmidler.

4.1 Testing av rensmidler

Nedenfor er resultater fra testingen av de polerte prøvene vist i form av SEM-bilder. Det er tatt med resultater fra testing av Alconox, 10% -og 20% på én polert prøve med hvert rens-middel. På utmatting -og sprø bruddflater ble det kun testet syrekonsentrasjoner. Her er det tatt med én prøve på hver syrekonsentrasjon. SEM-bilder har blitt tatt i ulike forstørrelser. Disse forstørrelsene vil videre i rapporten bli forkortet til for eksempel 200x, 500x og 1000x. Eksem-pelvis vil 200x i denne sammenheng bety 200x forstørrelse.

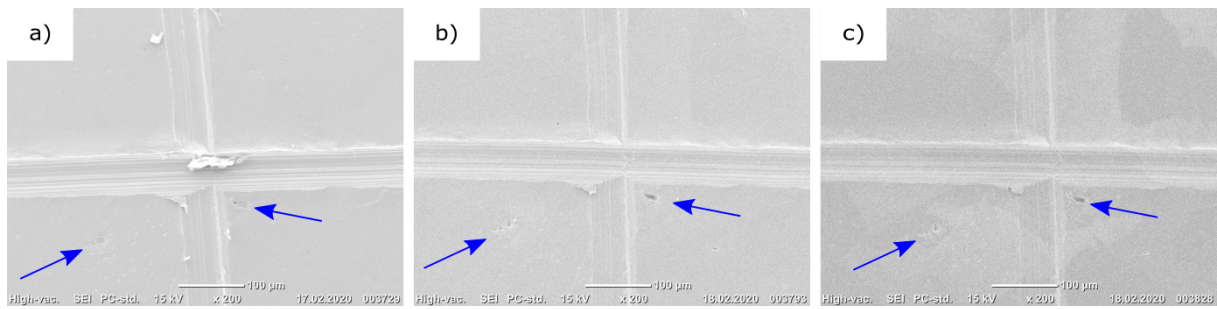
4.1.1 Polerte overflater i saltsyre

Figur 4.1 viser SEM-bilder av polerte sprø prøver før rensing i ultralydbad, etter rensing i 10% saltsyreløsning i ett minutt, og etter rensing i ytterligere ni minutter. Alle SEM-bildene er tatt ved første markerte kryss på prøven. Bildene til høyere bortover kollasjen er gitt ved økende rensetid.



Figur 4.1: a) Kryss på en polert prøve før rensing, b) etter ett minutt rensing, c) etter ytterligere ni minutter i 10% saltsyre.

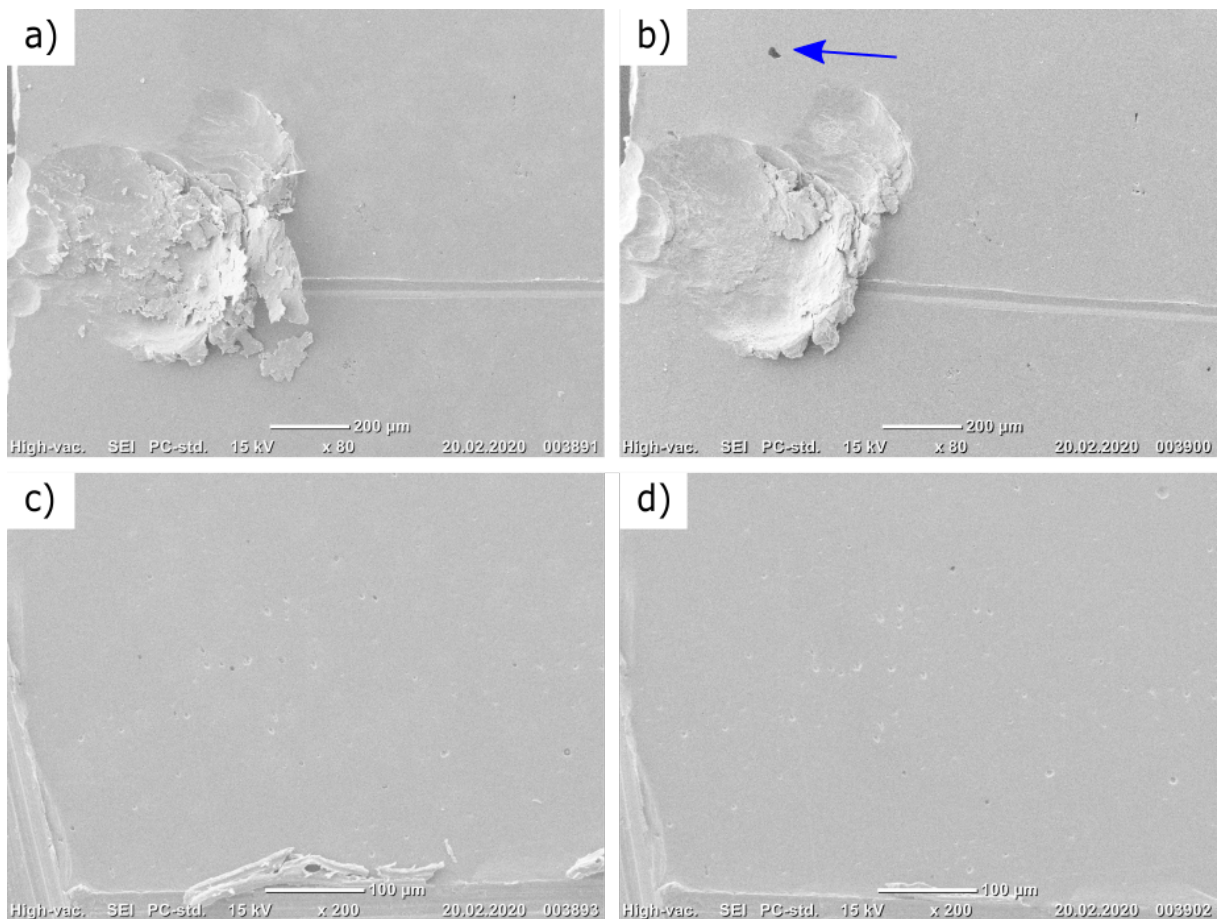
Figur 4.2 viser SEM-bilder av polerte sprø prøver før rensing i ultralydbad, etter rensing i 20% saltsyreløsning i ett minutt, og etter rensing i ytterligere ni minutter. Alle SEM-bildene er tatt ved første markerte kryss på prøven. Bildene til høyere bortover kollasjen er gitt ved økende rensetid.



Figur 4.2: a) Kryss på en polert prøve før rensing, b) etter ett minutt rensing, c) etter ytterligere ni minutter i 20% saltsyre. Pilene peker på forskjellige hull før og etter rensing.

4.1.2 Polerte overflater i Alconox

Figur 4.3 viser SEM-bilder av polerte prøver før og etter rensing i Alconox i 30 minutter. Bildene er tatt ved en sidemarkering og i et markert kryss. Bildene av overflaten før rensing er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



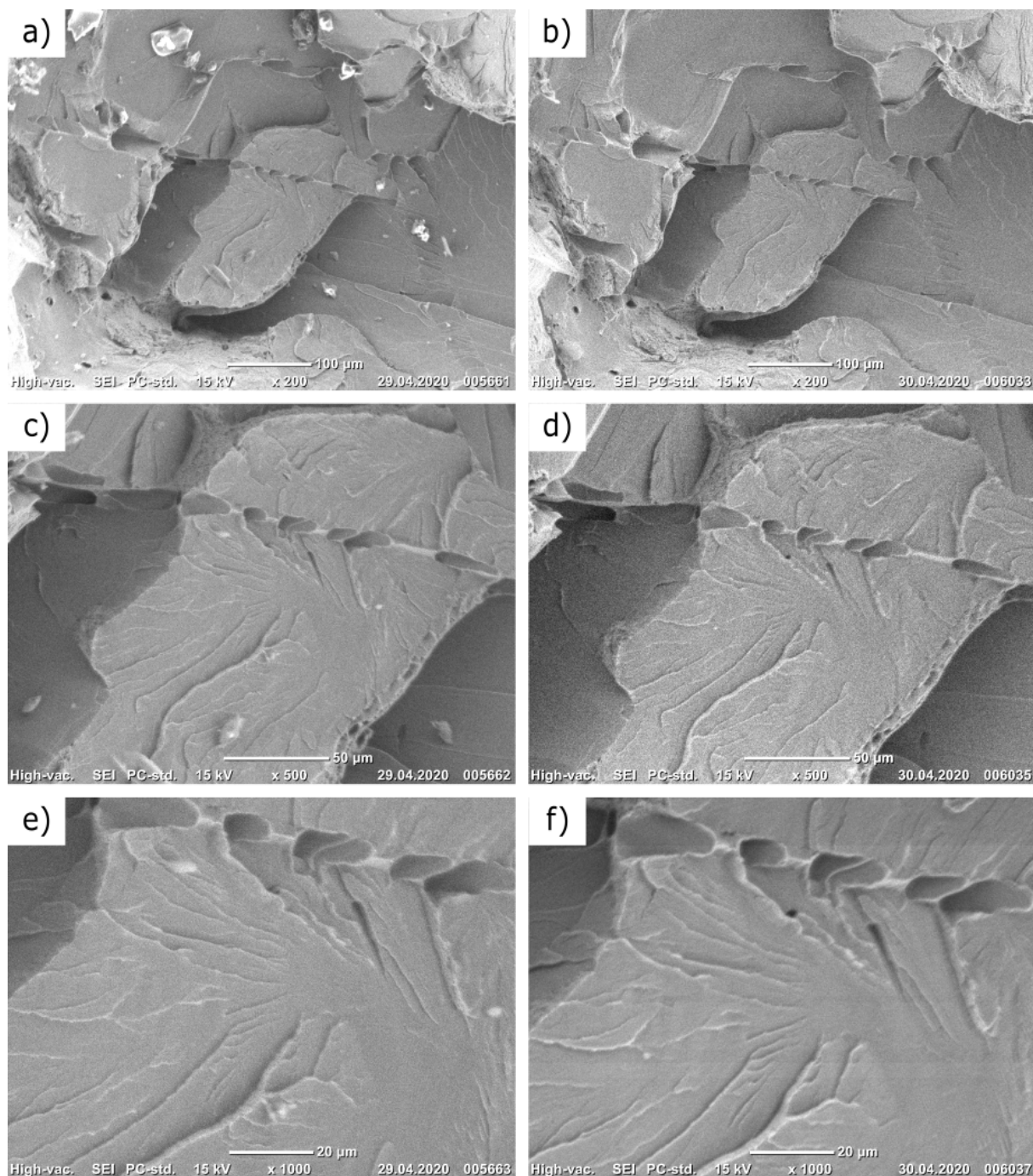
Figur 4.3: Polert overflate før (venstre) og etter (høyre) rensing i Alconox. Pilen peker på et hull over markeringen.

4.1.3 Testing av saltsyreløsninger på bruddoverflater

Det ble gjort testing av begge saltsyrekonsentrasjoner på både sprø bruddflater og på bruddflater fra utmattingsbrudd. Det er presentert før og etterbilder av hver prøve. Bildene er tatt på 200x, 500x og 1000x. Ingen av prøvene ble korrodert før de ble rensert med saltsyre.

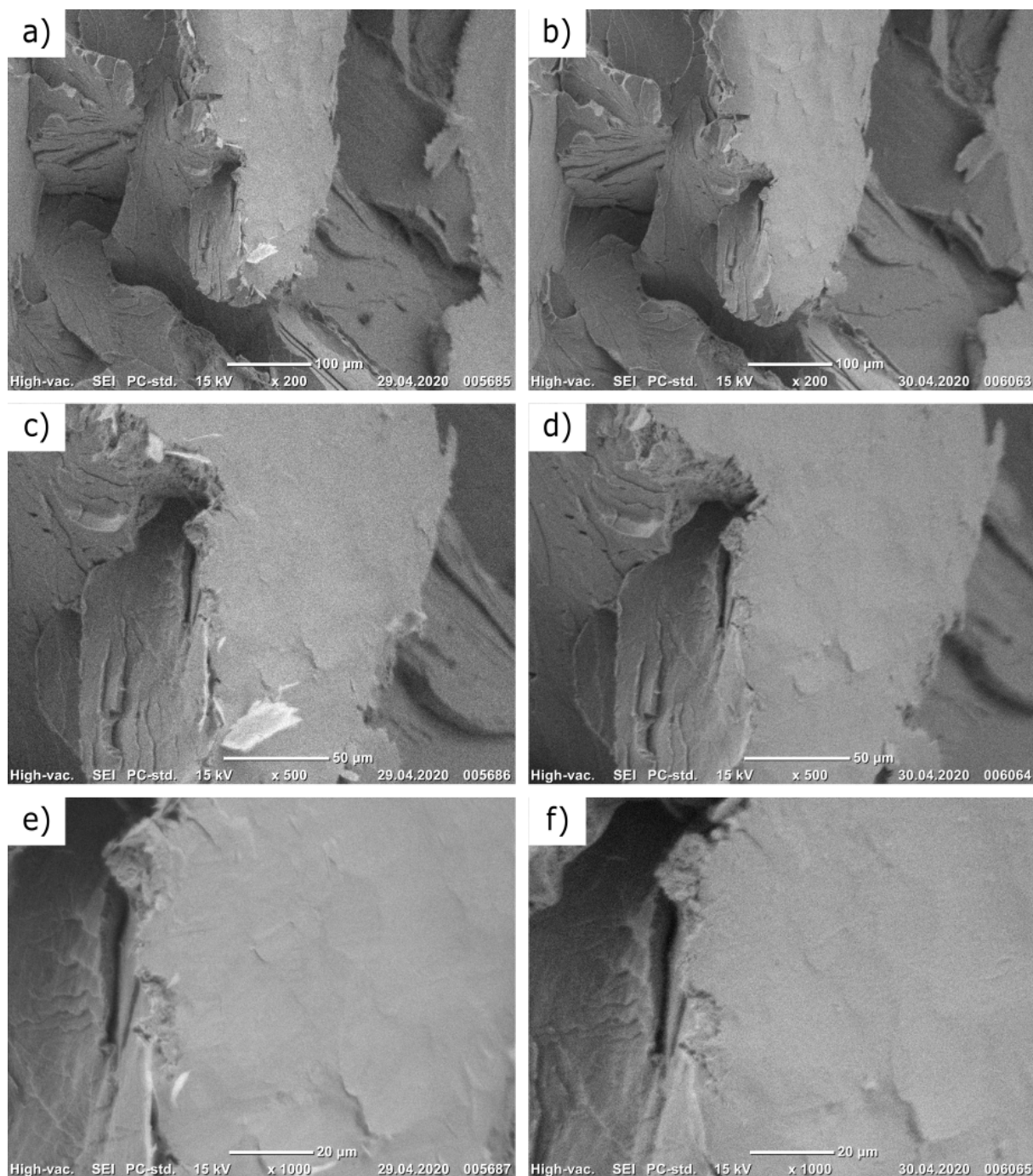
Testing av saltsyreløsninger på sprøbrudd

Figur 4.4 viser før og etterbilder av rensingen i 10% saltsyre av en sprø bruddflate. Bildene av overflaten før rensing er gitt på venstre siden av kollasjen og bildene etter rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



Figur 4.4: Sprø bruddoverflate før (venstre) og etter (høyre) rensing i 10% saltsyre.

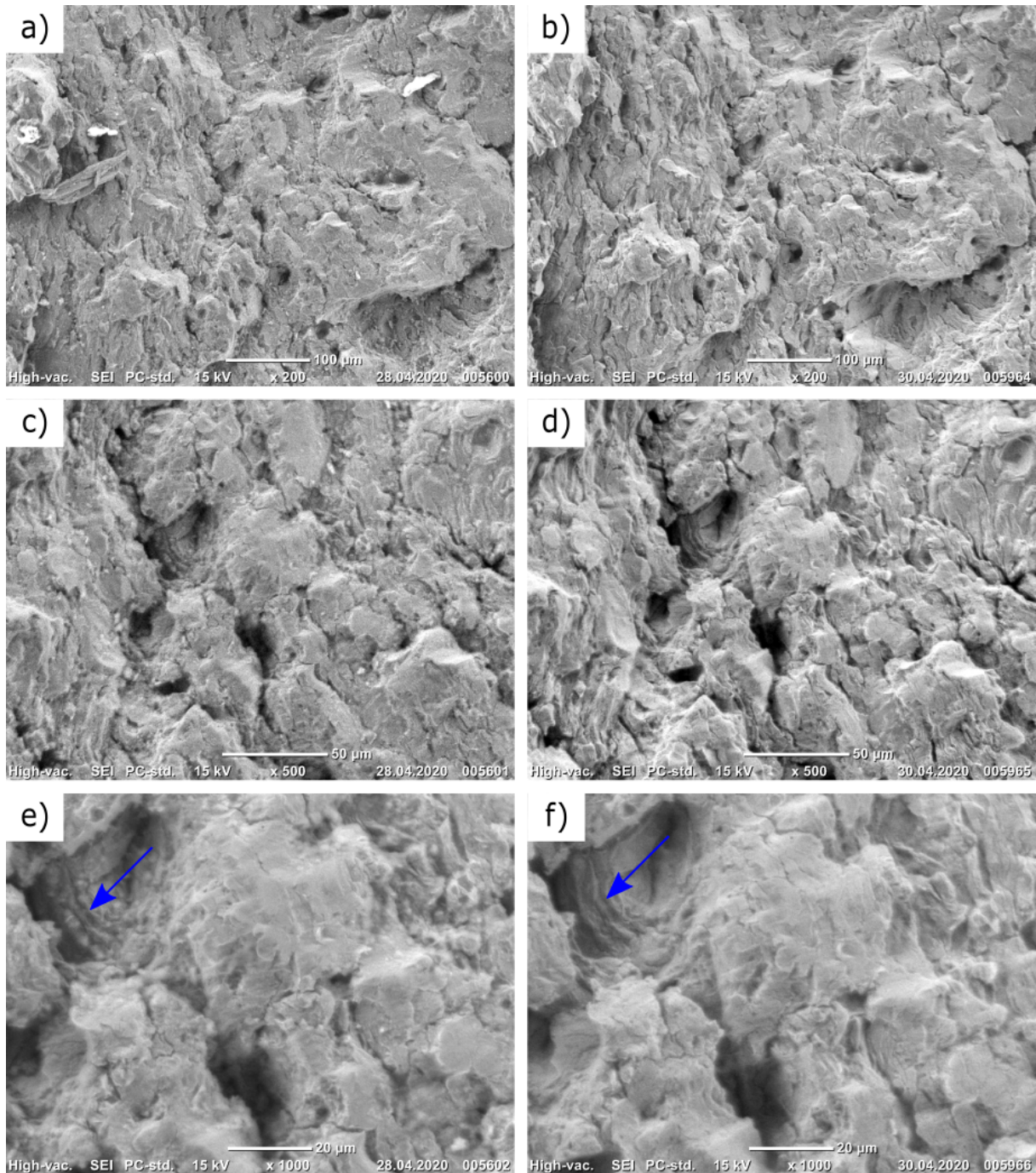
Figur 4.5 viser før og etterbilder av rensingen i 20% saltsyre av en sprø bruddflate. Bildene av overflaten før rensing er gitt på venstre siden av kollasjen og bildene etter rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



Figur 4.5: Sprø bruddoverflate før (venstre) og etter (høyre) rensing i 20% saltsyre.

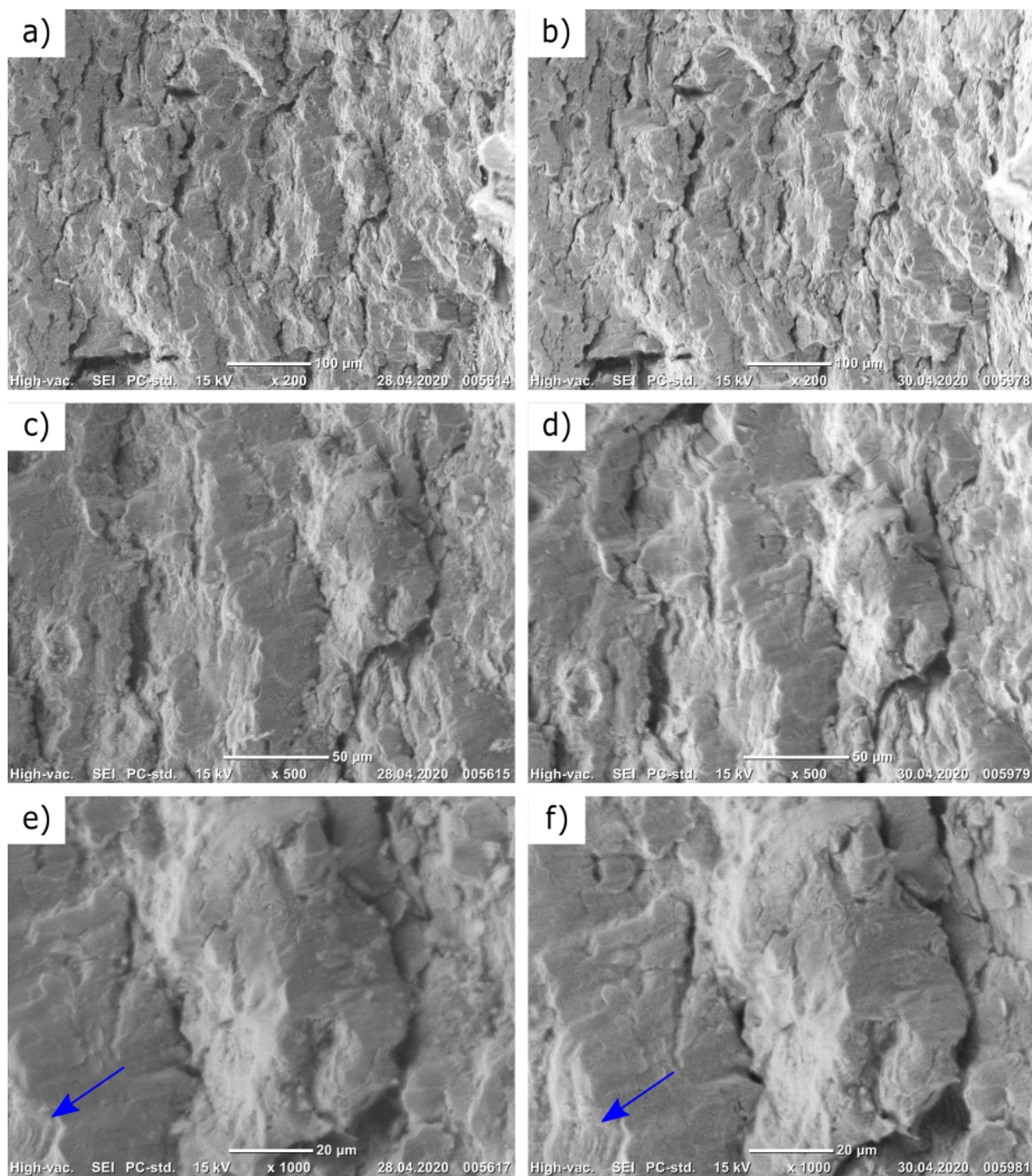
Testing av saltsyreløsninger på utmattingsbrudd

Figur 4.6 viser før og etterbilder av rensingen i 10% saltsyre av en bruddflate fra et utmattingsbrudd. Bildene av overflaten før rensing er gitt på venstre siden av kollasjen og bildene etter rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



Figur 4.6: Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) rensing i 10% saltsyre. Pilen peker på noen små linjer

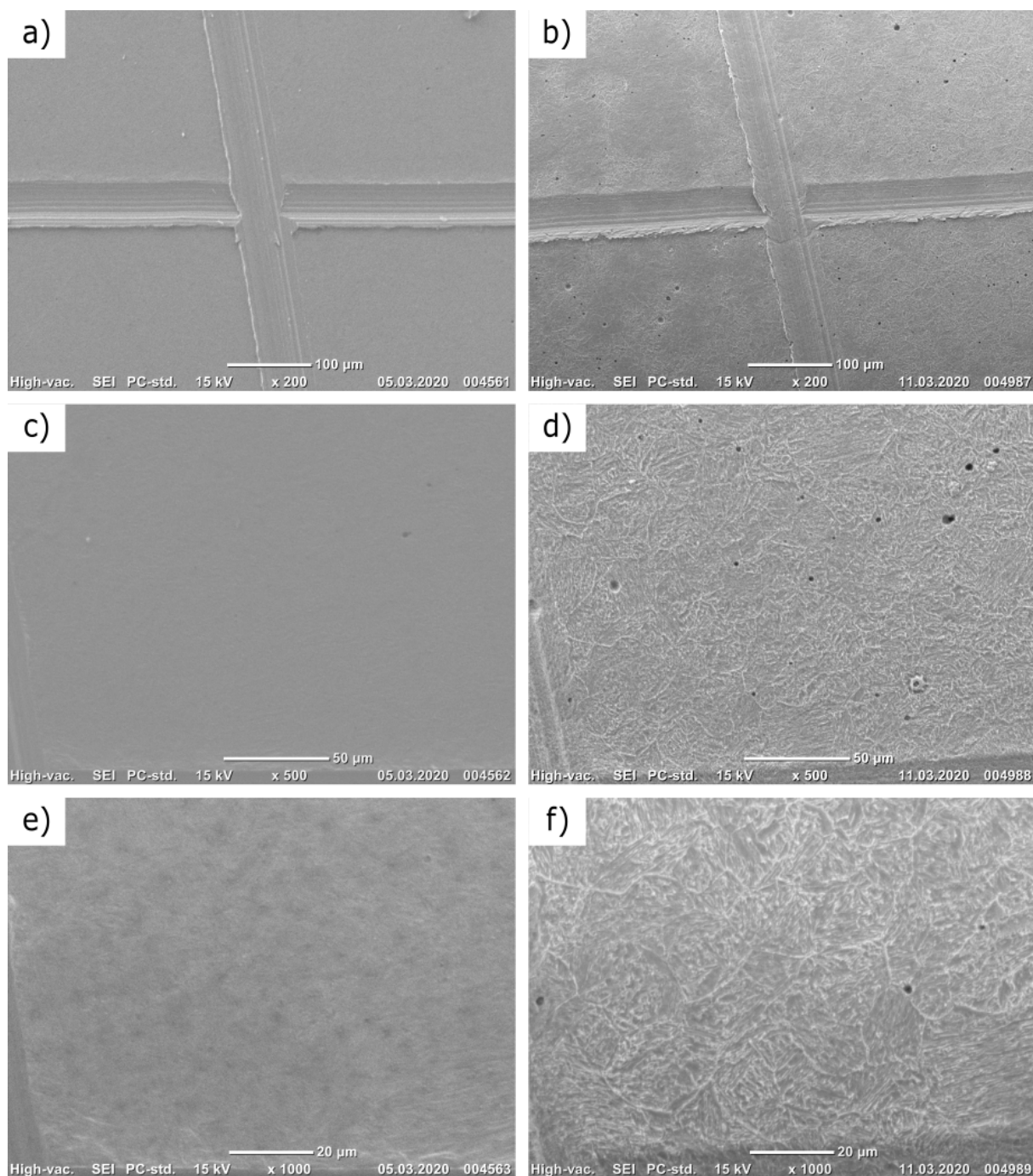
Figur 4.7 viser før og etterbilder av rensingen i 20% saltsyre av en bruddflate fra et utmattingsbrudd. Bildene av overflaten før rensing er gitt på venstre siden av kollasjen og bildene etter rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



Figur 4.7: Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) rensing i 20% saltsyre. Pilen peker på noen små linjer

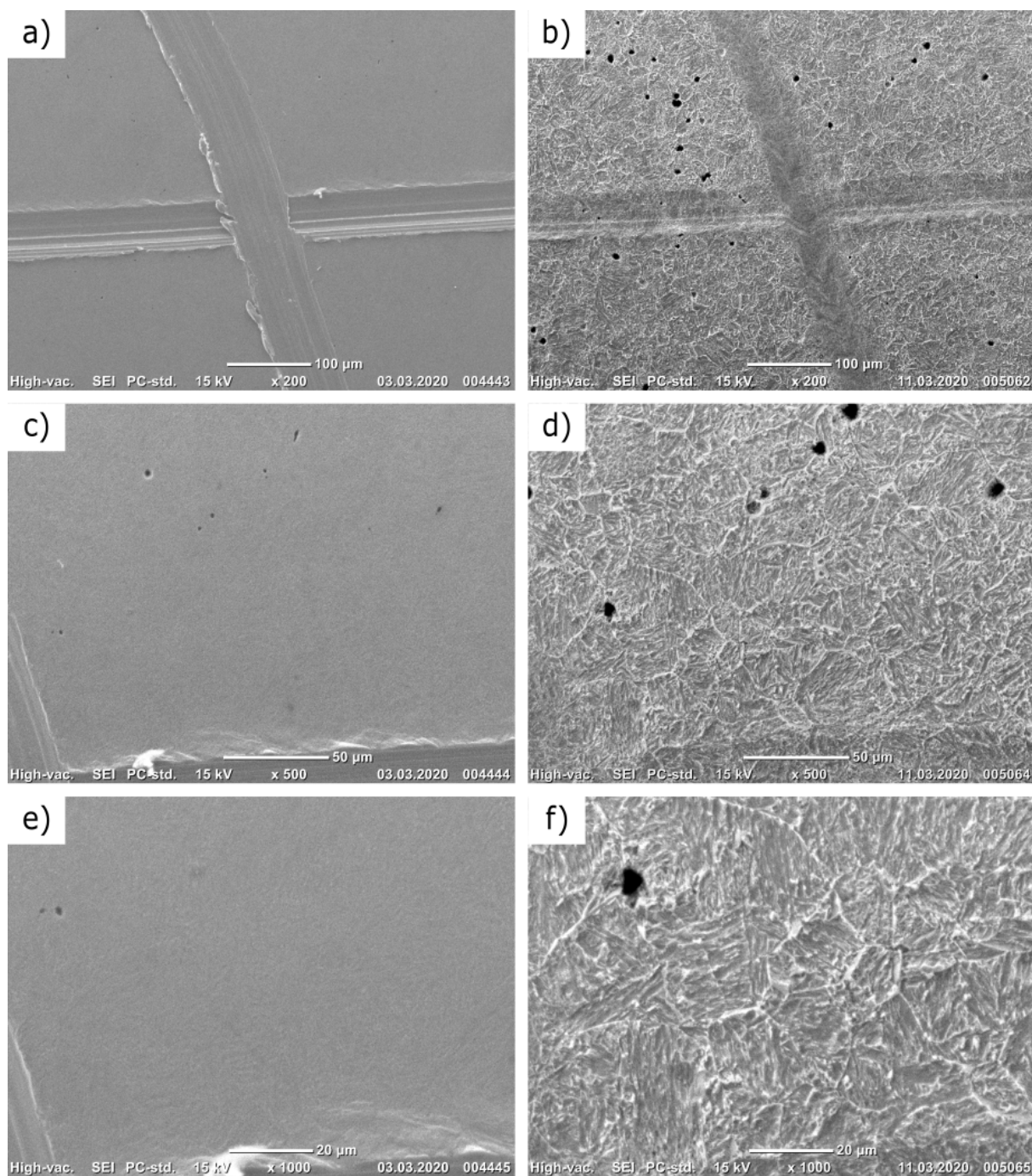
4.2 Korrosjonstest på polerte overflater

I Figur 4.8 - 4.10 er det presentert før og etterbilder av polerte prøver som har korrodert i ett døgn, en uke eller måned og blitt rensset med et rensmiddel i ultralydbad. Bildene er tatt på 200x, 500x og 1000x. I Figur 4.8 er det presentert før og etterbilder av en polert prøve som har korrodert i ett døgn og blitt rensset i Alconox. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



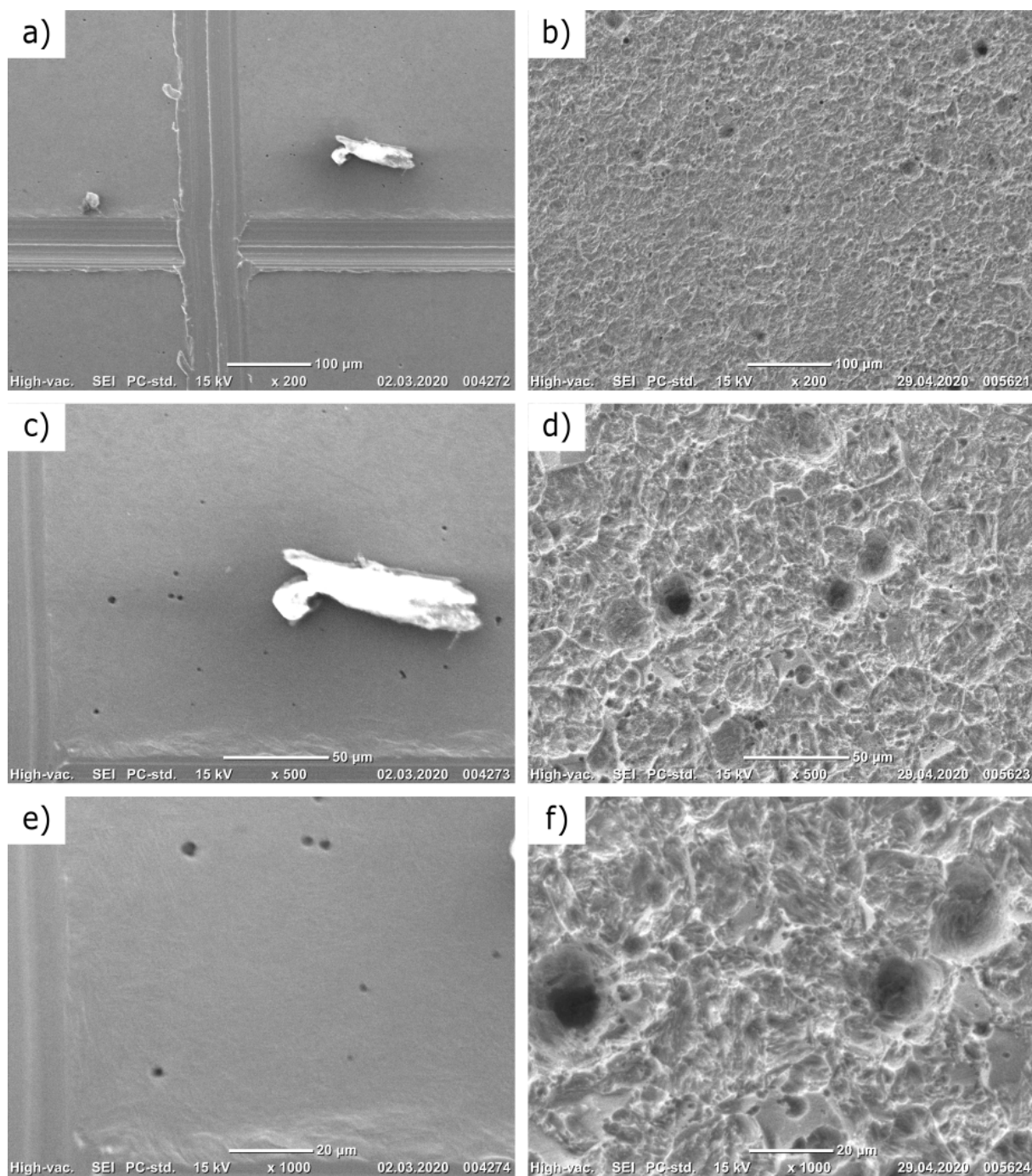
Figur 4.8: Polert overflate før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og rensset i Alconox.

I Figur 4.9 er det presentert før og etterbilder av en polert prøve som har korrodert i en uke og blitt rensert i 10% saltsyre. Bildene av overflaten før korrodering er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



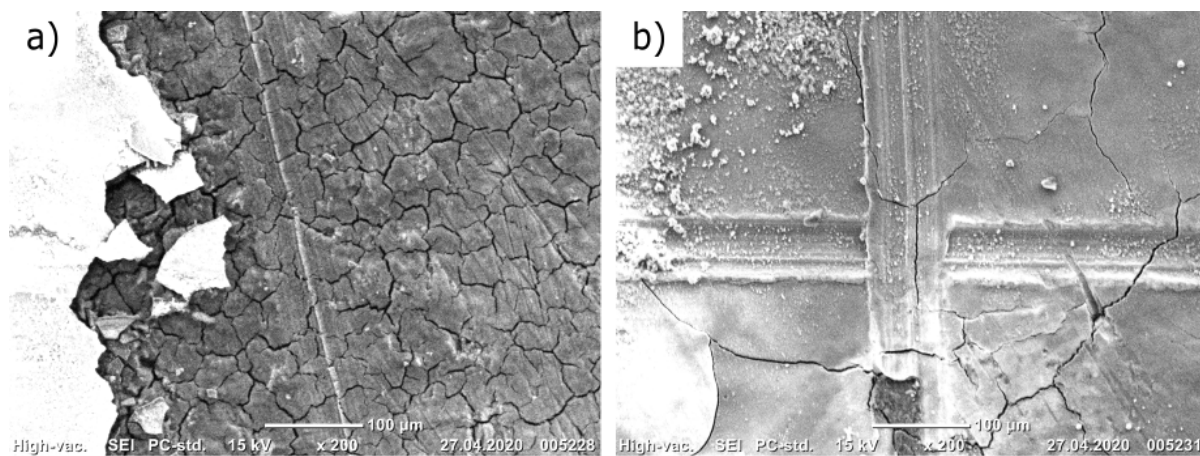
Figur 4.9: Polert overflate før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøvene ble korrodert i en uke og rensert i 10% saltsyre.

I Figur 4.10 er det presentert før og etterbilder av en polert prøve som har korrodert i en måned og blitt rensert i 20% saltsyre. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



Figur 4.10: Polert overflate før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en måned og rensert i 20% saltsyre.

I Figur 4.11 er det presentert bilder av samme prøve som i Figur 4.10 etter korrodering og før rensing i ultralydbad. Disse bildene er av de to markerte kryssene på prøven. I a) er det bilde av det første krysset og i b) er det bilde av det andre krysset. Begge bildene er på 200x.



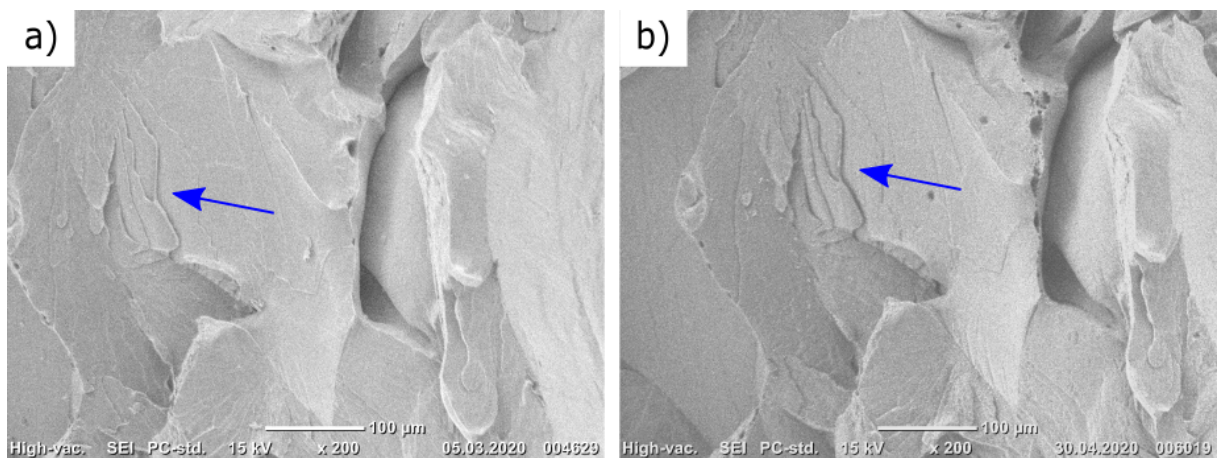
Figur 4.11: a) Bilde av første markerte kryss med korrosjon etter en måned, b) Bilde av andre markerte kryss med korrosjon

4.3 Korrosjonstest på sprøbrudd

Flere kjennetegn på sprøbrudd dukket opp under forsøket på de sprø bruddflatene. Det er tatt før og etterbilder av kløvningstrinn, fjærmerker og tunger. Etterbildene er tatt etter korrodering og rensing i ultralydbad.

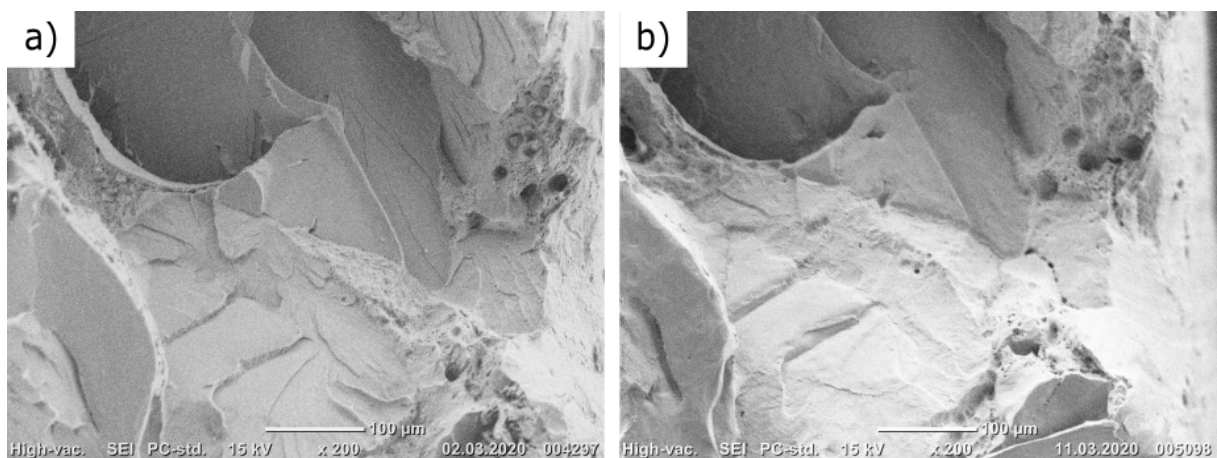
4.3.1 Store kløvningstrinn

Figur 4.12 - 4.14 viser før og etterbilder av store kløvningstrinn. Hvorfor dette kan anses som store kløvningstrinn er beskrevet i 5.4.1. Bildene er tatt på 200x. Figur 4.12 viser før og etterbilder av en prøve som ble korrodert i ett døgn og rensert i 20% saltsyre. Bildet av overflaten før korrodering er gitt på venstre side av kollasjen og bildet etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side.



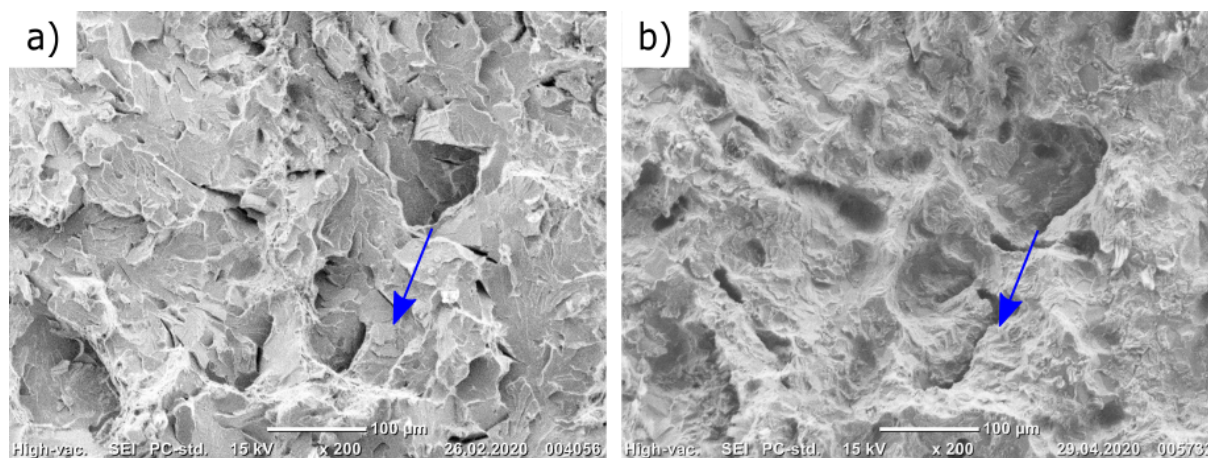
Figur 4.12: Store kløvningstrinn før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og rensert i 20% saltsyre. Pilen peker på de store kløvningstrinnene før og etter korrosjon og rensing.

Figur 4.13 viser før og etterbilder av en prøve som ble korrodert i en uke og rensert i 10% saltsyre. Bildet av overflaten før korrodering er gitt på venstre side av kollasjen og bildet etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side.



Figur 4.13: Store kløvningstrinn før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke og rensert i 10% saltsyre.

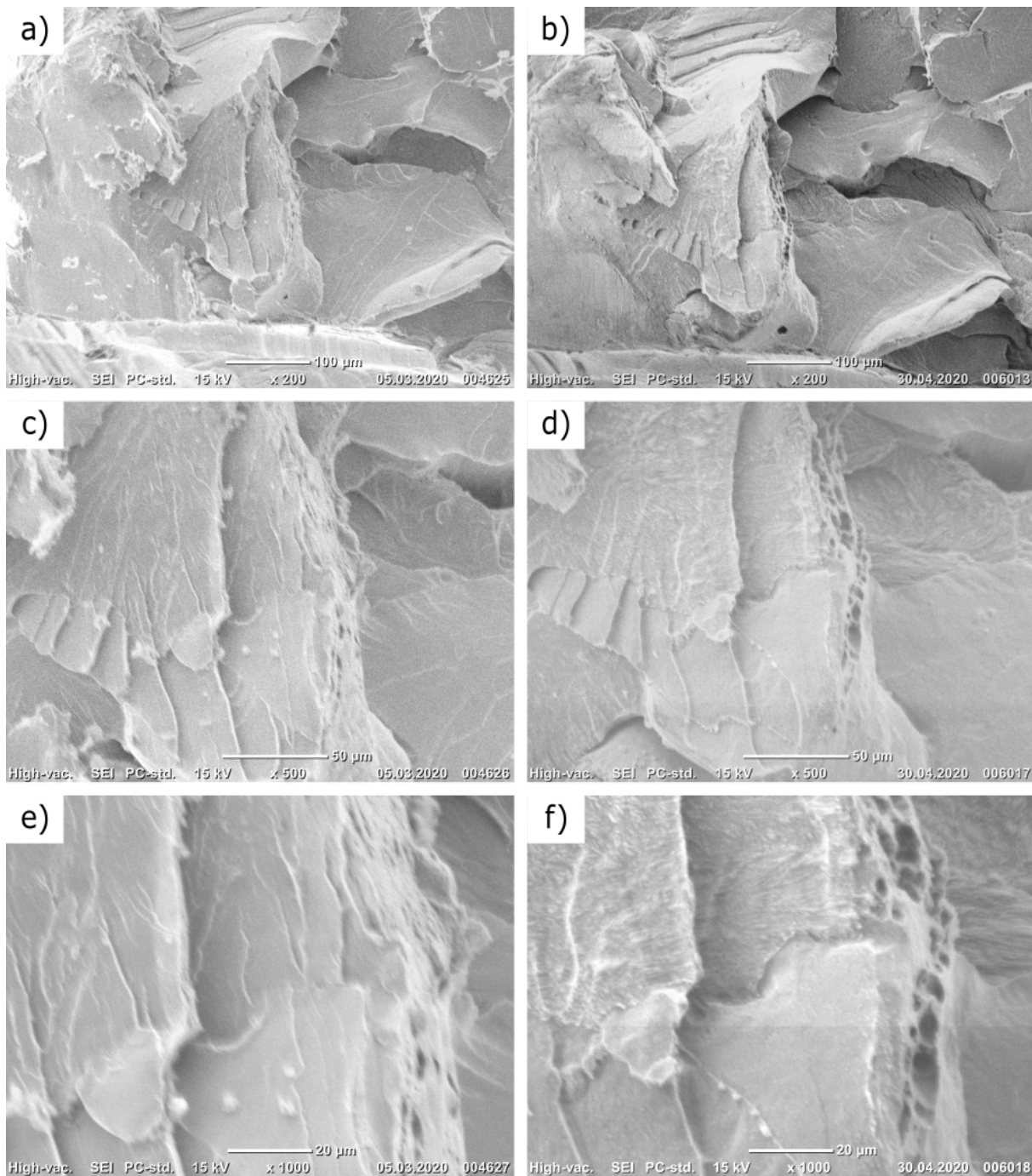
Figur 4.14 viser før og etterbilder av en prøve som ble korrodert i en måned og renset i Alconox. Bildet av overflaten før korrodering er gitt på venstre side av kollasjen og bildet etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side.



Figur 4.14: Store kløvningstrinn før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en måned og renset i Alconox. Pilen peker på de store kløvningstrinnene før og etter korrosjon og rensing.

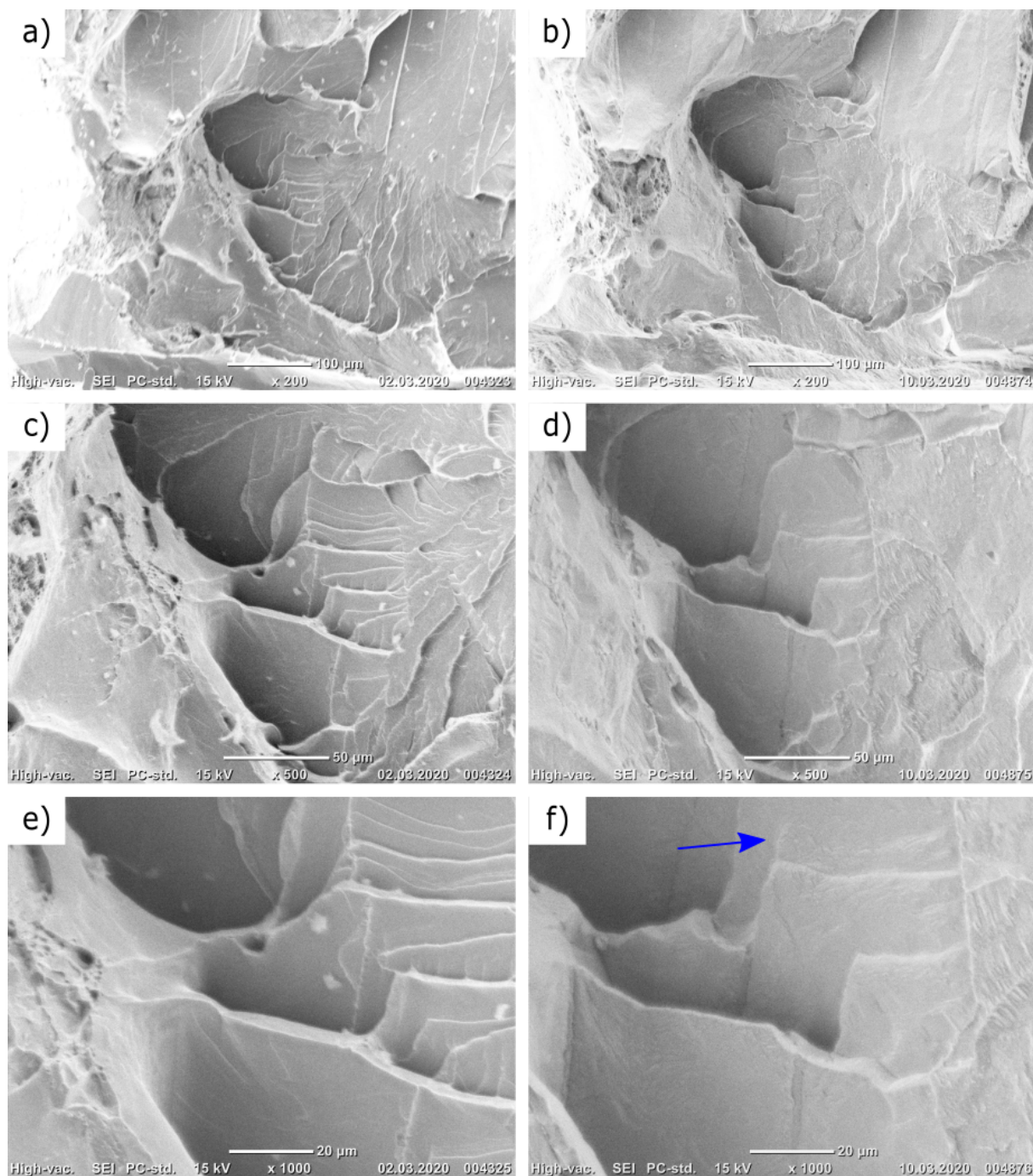
4.3.2 Små kløvningstrinn

Figur 4.15 og 4.16 viser før og etterbilder av mindre kløvningstrinn. Hvorfor dette kan anses som små kløvningstrinn er beskrevet i 5.4.2. Bildene er tatt på 200x, 500x og 1000x. Figur 4.15 viser før og etterbilder fra en prøve med små kløvningstrinn som ble korrodert i ett døgn og rensert i 20% saltsyre. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



Figur 4.15: Små kløvningstrinn før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og rensert i 20% saltsyre.

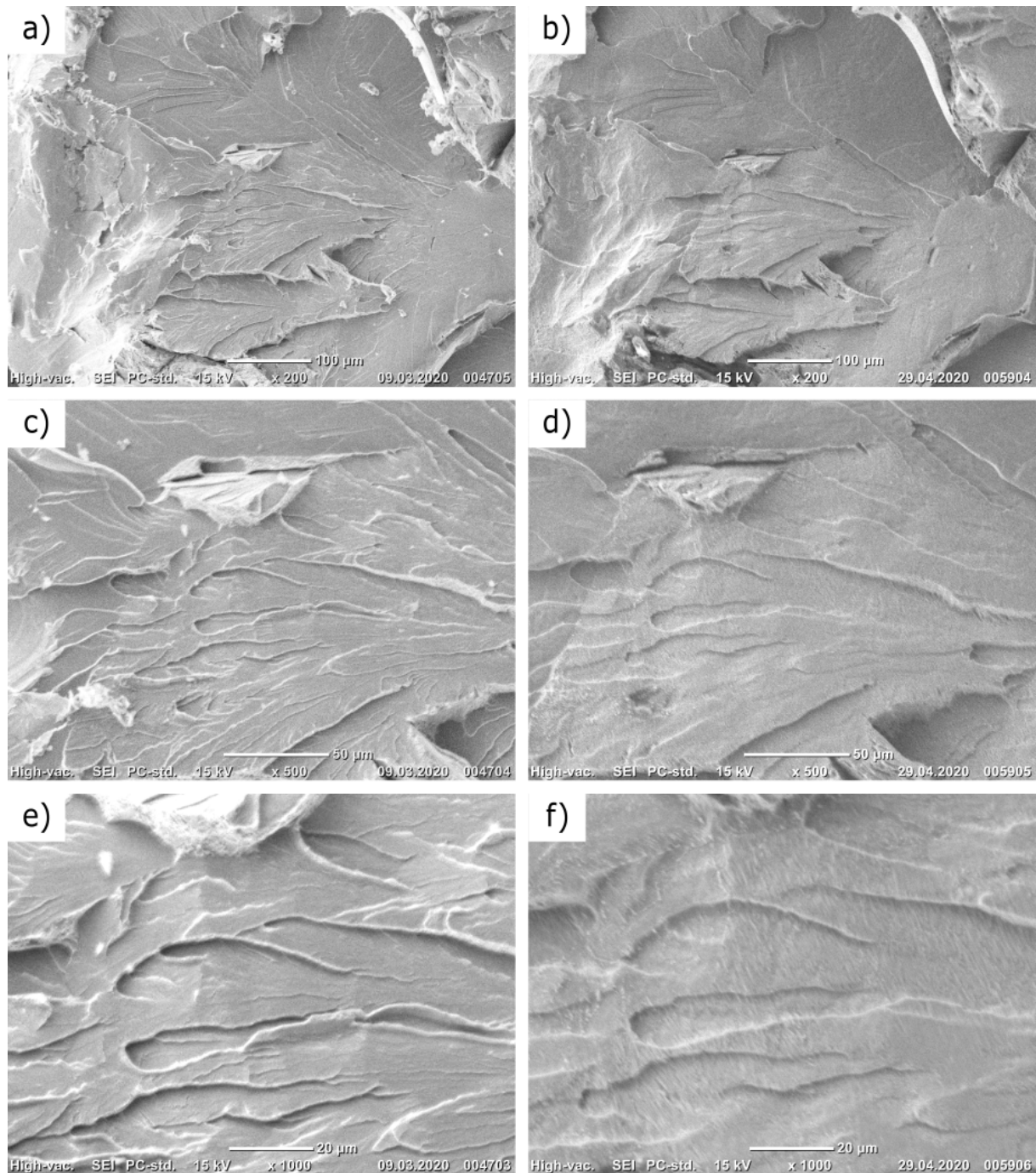
Figur 4.16 viser før og etterbilder fra en prøve med små kløvningstrinn som ble korrodert i en uke og rensert i Alconox. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



Figur 4.16: Små kløvningstrinn før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke og rensert i Alconox. Pilen peker på et kløvningstrinn etter korrosjon og rensing.

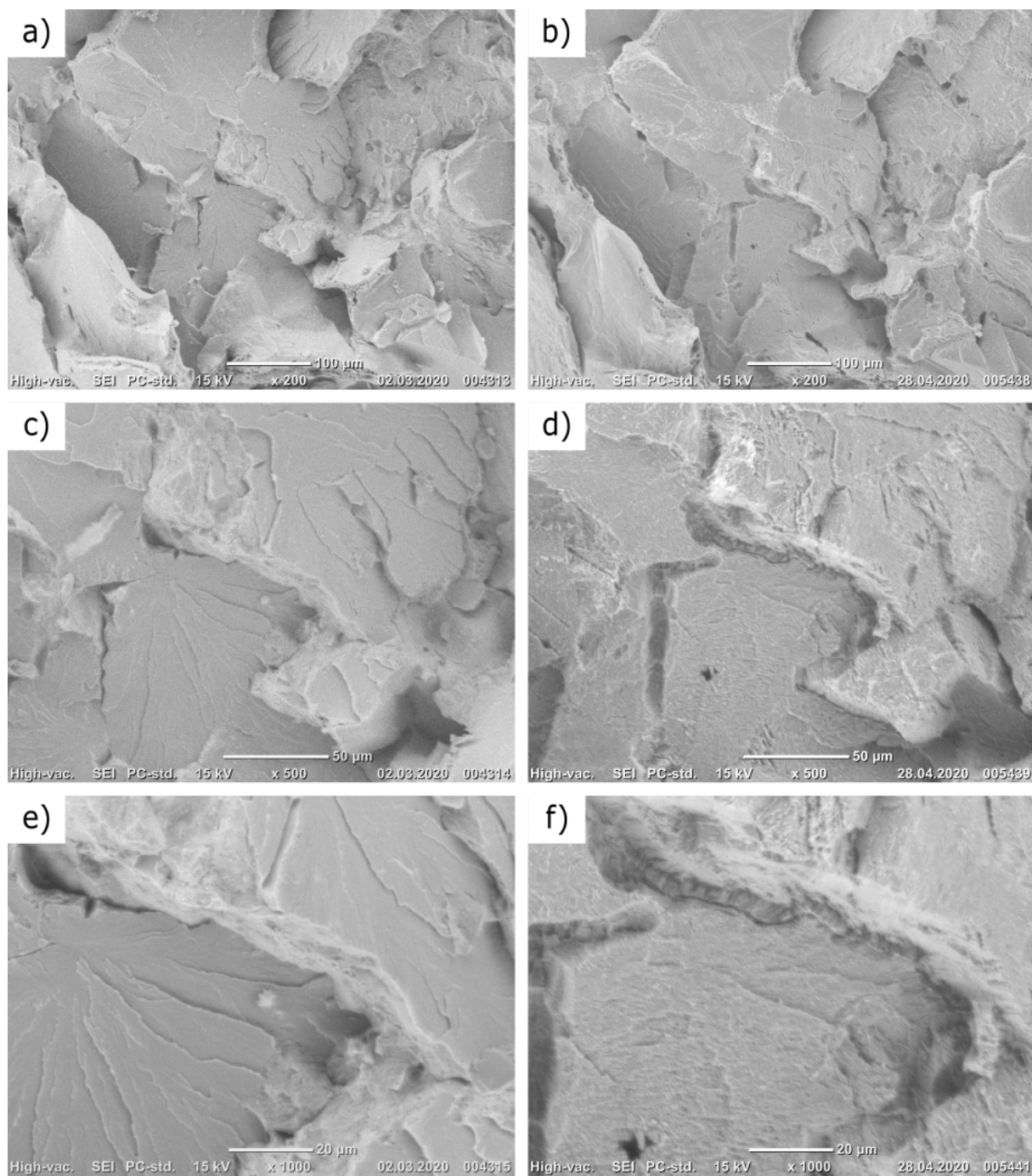
4.3.3 Fjærmerker

Figur 4.17 - 4.19 viser før og etterbilder av fjærmerker etter rensing. Hvorfor dette kan anses som fjærmerker er beskrevet i 5.4.2. Bildene er tatt på 200x, 500x og 1000x. Figur 4.17 viser før og etterbilder fra en prøve med fjærmerker som ble korrodert i ett døgn og rensert i Alconox. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



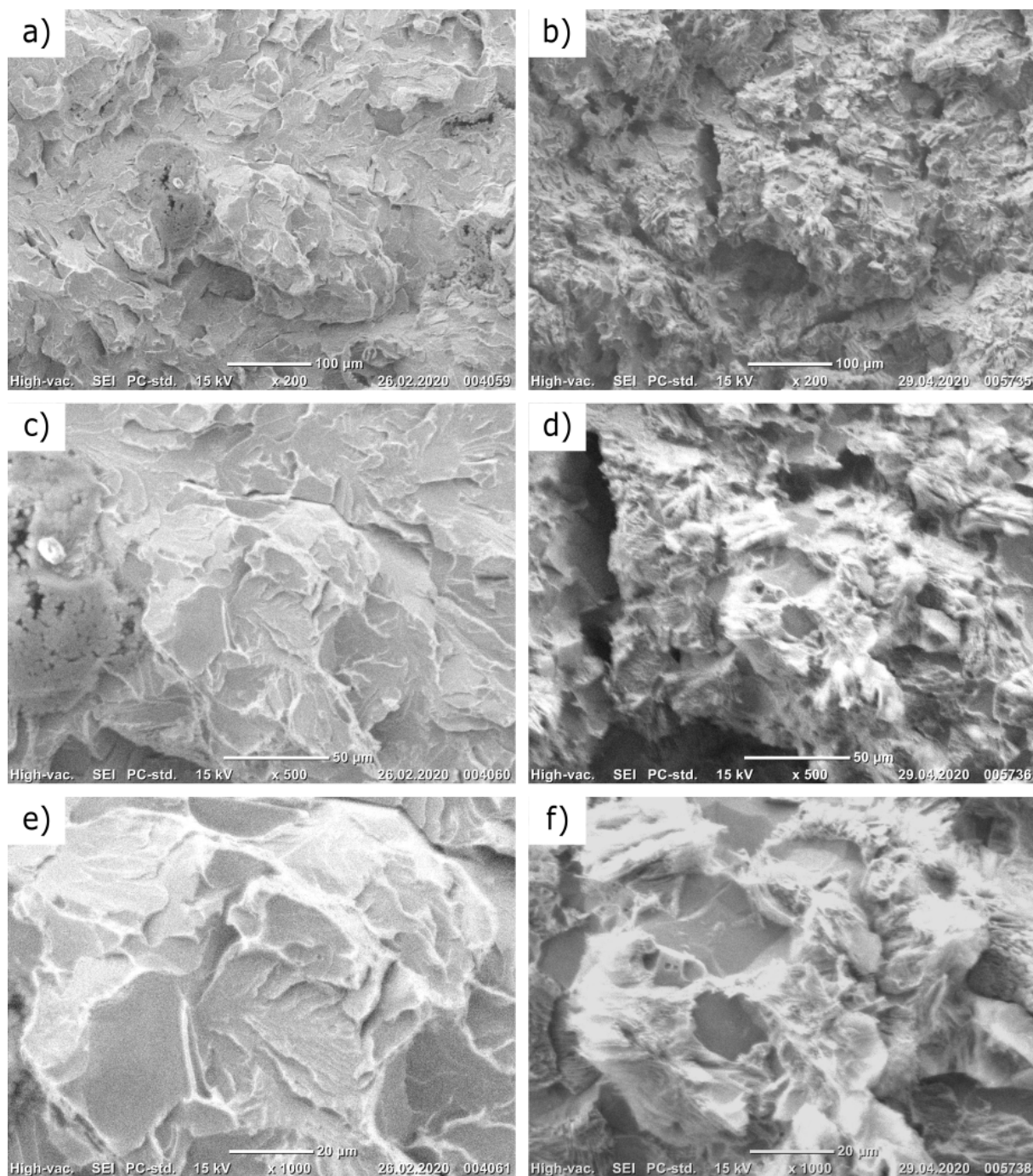
Figur 4.17: Fjærmerker før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og rensert i Alconox.

Figur 4.18 viser før og etterbilder fra en prøve med fjærmerker som ble korrodert i en uke og rensert i 20% saltsyre. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



Figur 4.18: Fjærmerker før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke døgn og rensert i 20% saltsyre.

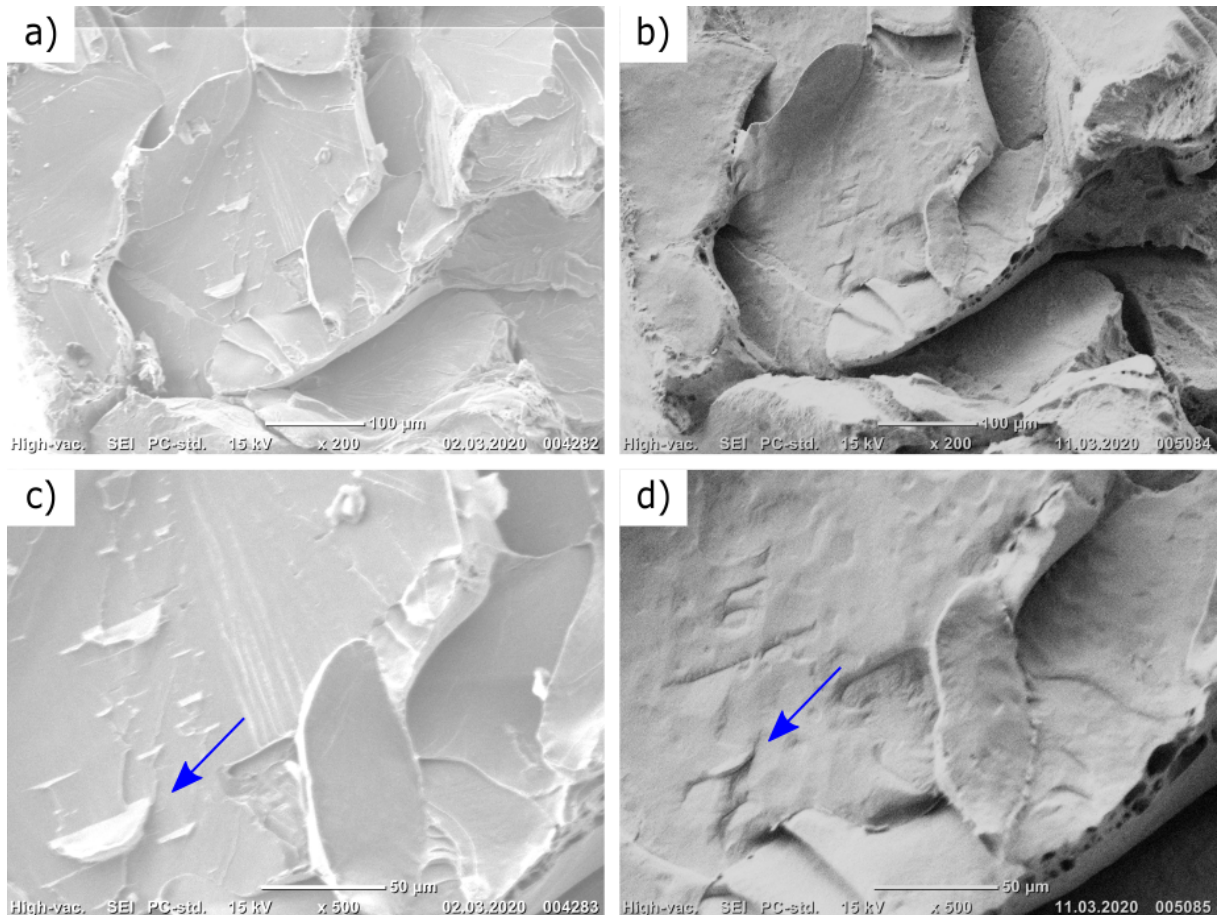
Figur 4.19 viser før og etterbilder fra en prøve med fjærmerker som ble korrodert i en måned og rensert i Alconox. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



Figur 4.19: Fjærmerker før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en måned og rensert i Alconox

4.3.4 Tunges

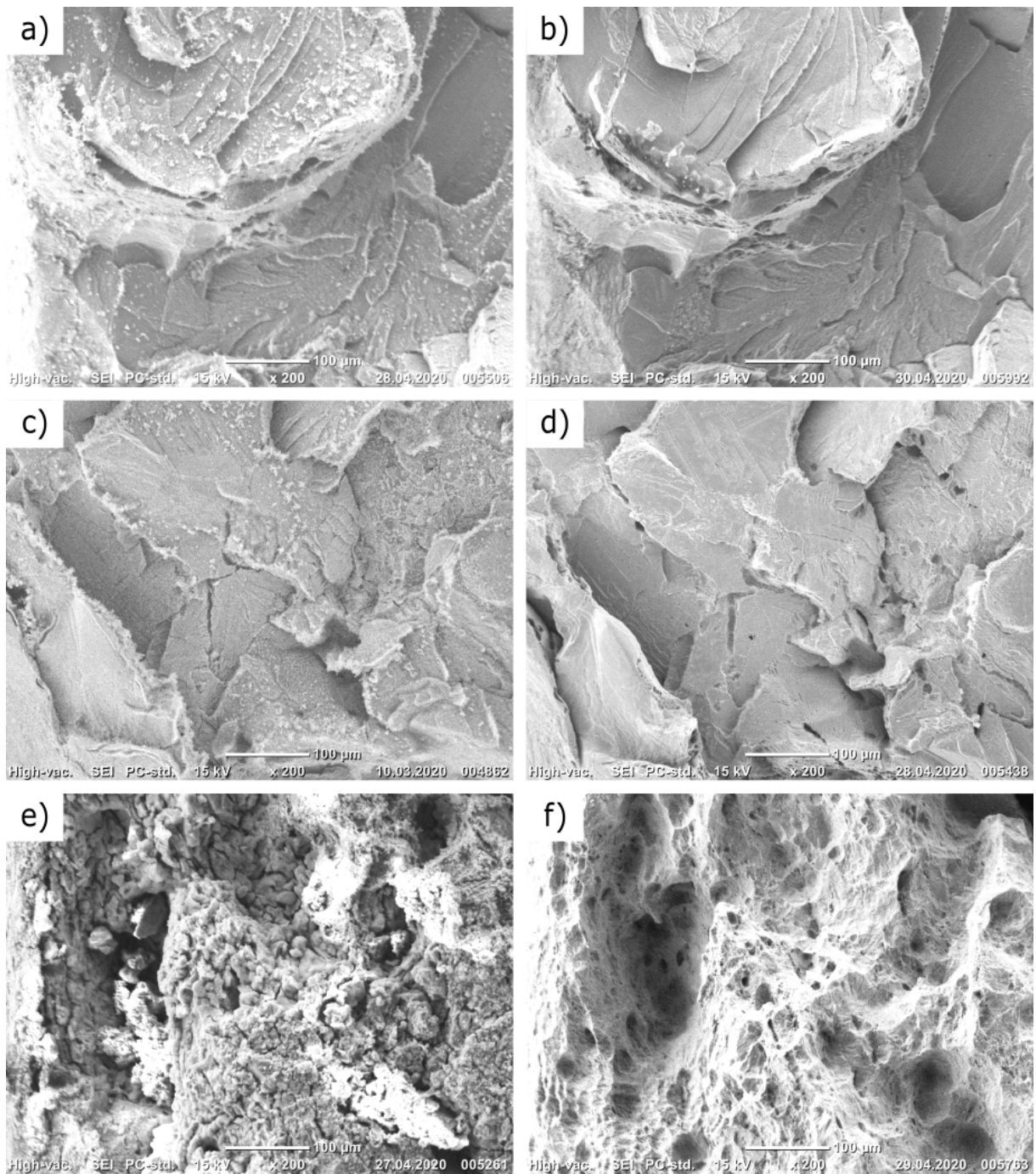
Figur 4.20 viser før og etterbilder av en prøve med tunges som ble korrodert i en uke og renset i 10% saltsyre. Hvorfor dette kan anses som tunges er beskrevet i 5.4.4. Bildene er tatt på 200x og 500x. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



Figur 4.20: Tunges før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke og renset i 10% saltsyre. Pilen peker på en tunge før og etter korrosjon og rensing

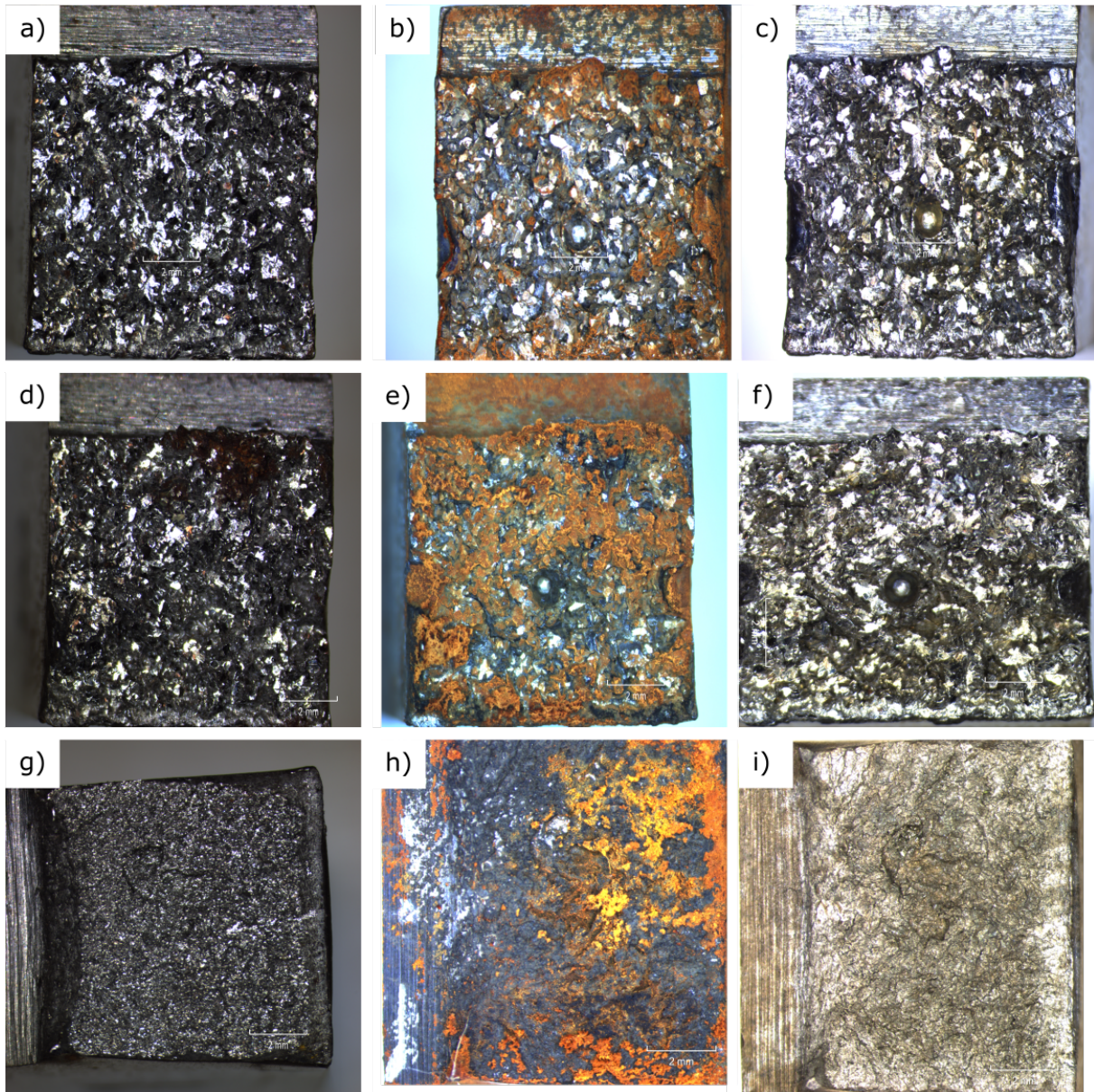
4.3.5 Sammenlikning av korrosjonstider på sprøbrudd

Figur 4.21 viser bilder av sprøbruddoverflater med korrosjon og etter rensing for å illustrere effekten av korrosjonstidene. Alle bildene er på 200x. Bildene av overflatene med korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover er her gitt ved økende korrosjonstid. Så det øverste bildet er fra korrosjon i ett døgn og det nederste bildet er fra korrosjon i en måned. Bruddoverflaten som korroderte i ett døgn ble renset i 10% saltsyre. Bruddoverflatene som korroderte en uke og en måned ble renset i 20% saltsyre.



Figur 4.21: Sprø bruddoverflater med korrosjon (venstre) og etter rensing (høyre). Prøven i a) og b) ble korrodert i ett døgn og rensert i 10% saltsyre. Prøven i c) og d) ble korrodert i en uke og rensert i 20% saltsyre. Prøven i e) og f) ble korrodert i en måned og rensert i 20% saltsyre

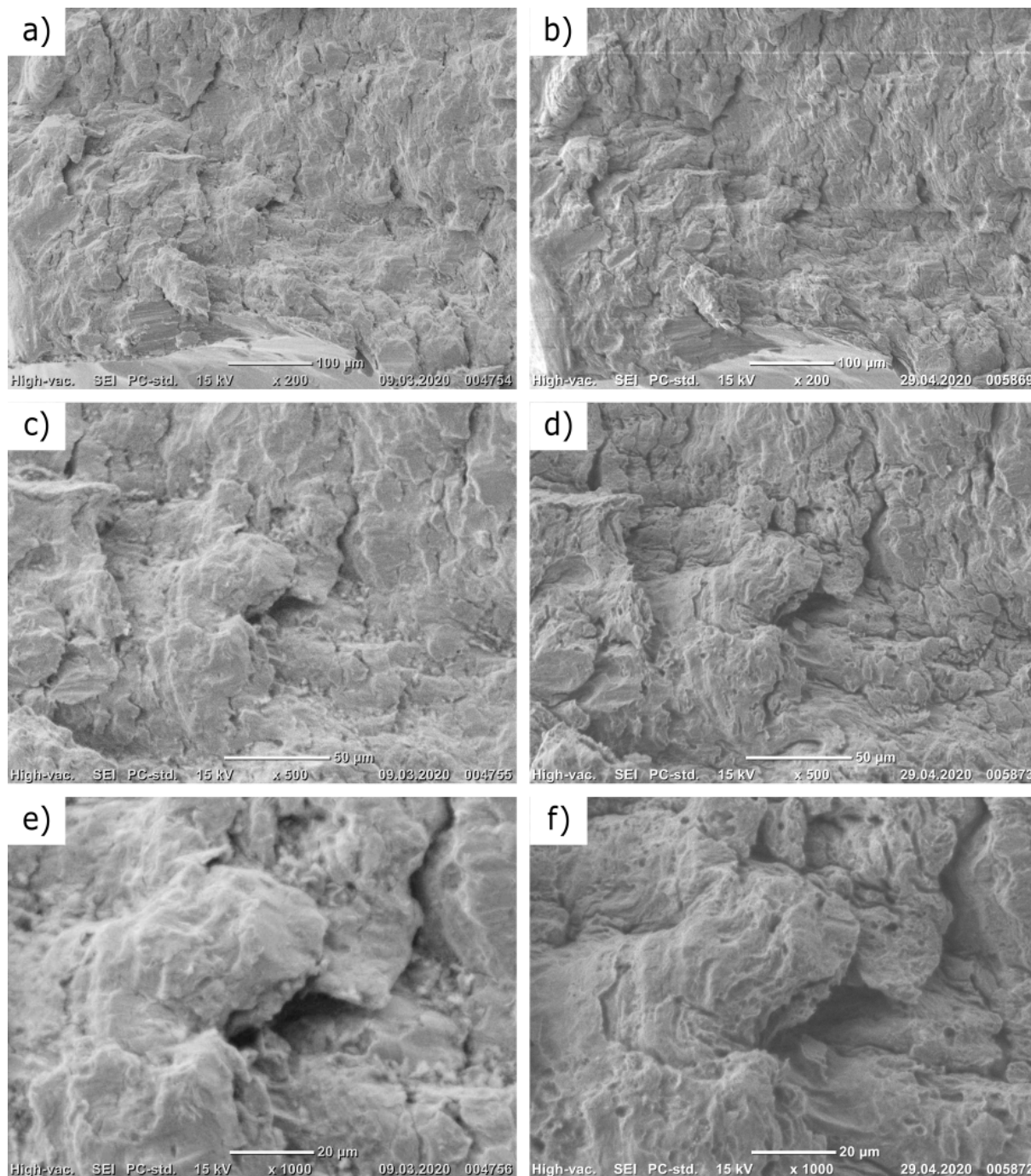
Figur 4.22 viser bilder tatt i lysmikroskop av bruddflater fra sprøbrudd før korrodering, med korrosjon og etter korrodering og rensing. Bildene på venstre side er tatt før korrodering. Bildene i midten er prøvene med korrosjon på overflaten. Bildene til høyre er tatt etter rensing i ultralydbad. Bildene nedover er gitt ved økende korrosjonstid. Prøvene som ble korrodert i ett døgn og en uke ble rensset i 20% saltsyre. Prøven som ble korrodert i en måned ble rensset i 10% saltsyre.



Figur 4.22: Bruddoverflater fra et sprøbrudd før (venstre), med korrosjon (midt) og etter rensing (høyre) tatt i lysmikroskop. Prøven i a), b) og c) ble korrodert i ett døgn og rensset i 20% saltsyre. Prøven i d), e) og f) ble korrodert i en uke og rensset i 20% saltsyre. Prøven i g), h) og i) ble korrodert i en måned og rensset i 10% saltsyre.

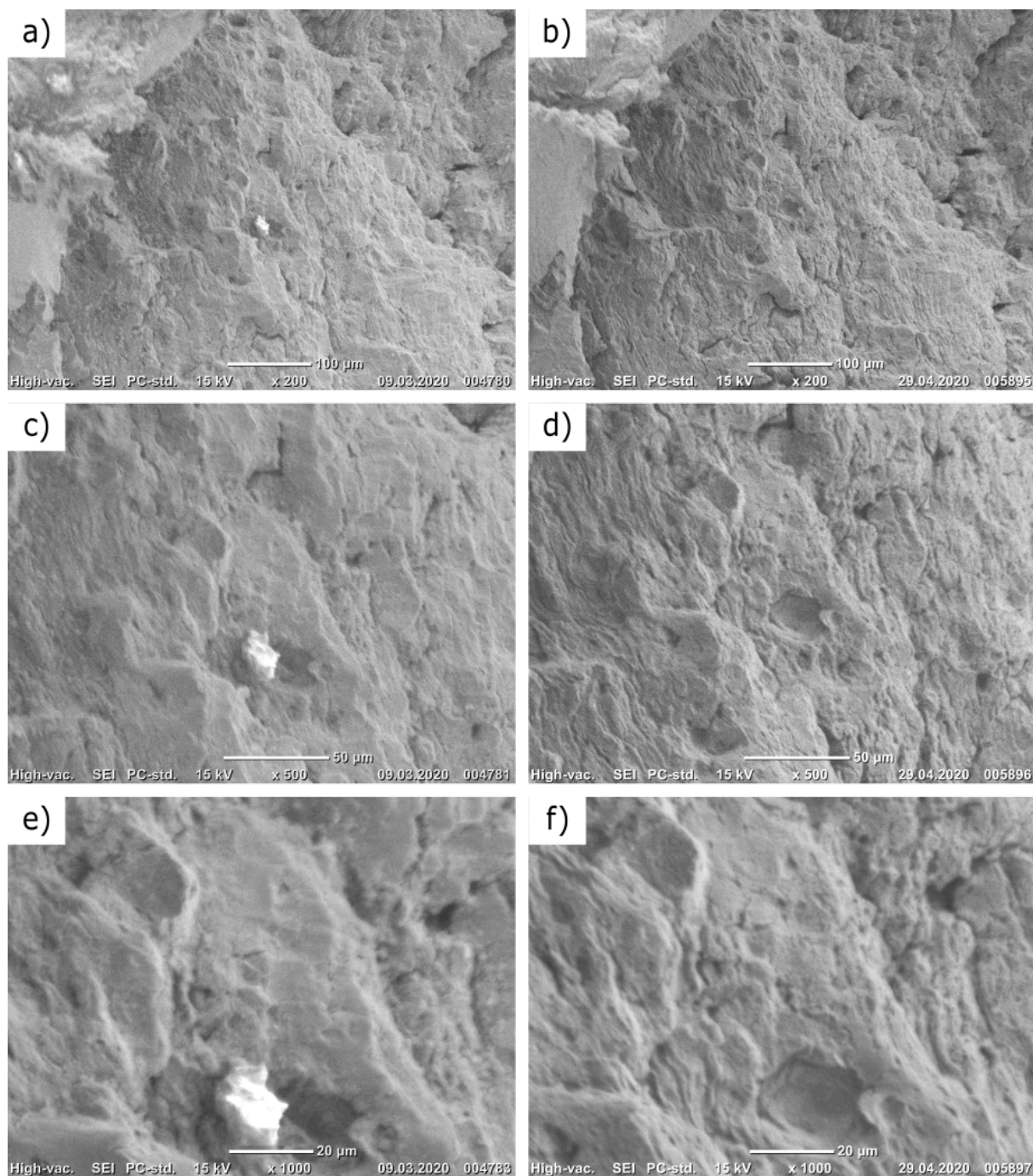
4.4 Korrosjonstest på utmattingsbrudd

Figur 4.23 til 4.31 viser før og etterbilder av utmattingsprøver som har korrodert og blitt rensert. Her er det separate bildekollasjer for hvert rensmiddel og korrosjonstid. Bildene er tatt på 200x, 500x og 1000x. Figur 4.23 viser før og etterbilder av en utmattingsprøve som har korrodert i ett døgn og blitt rensert med 10% saltsyre. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



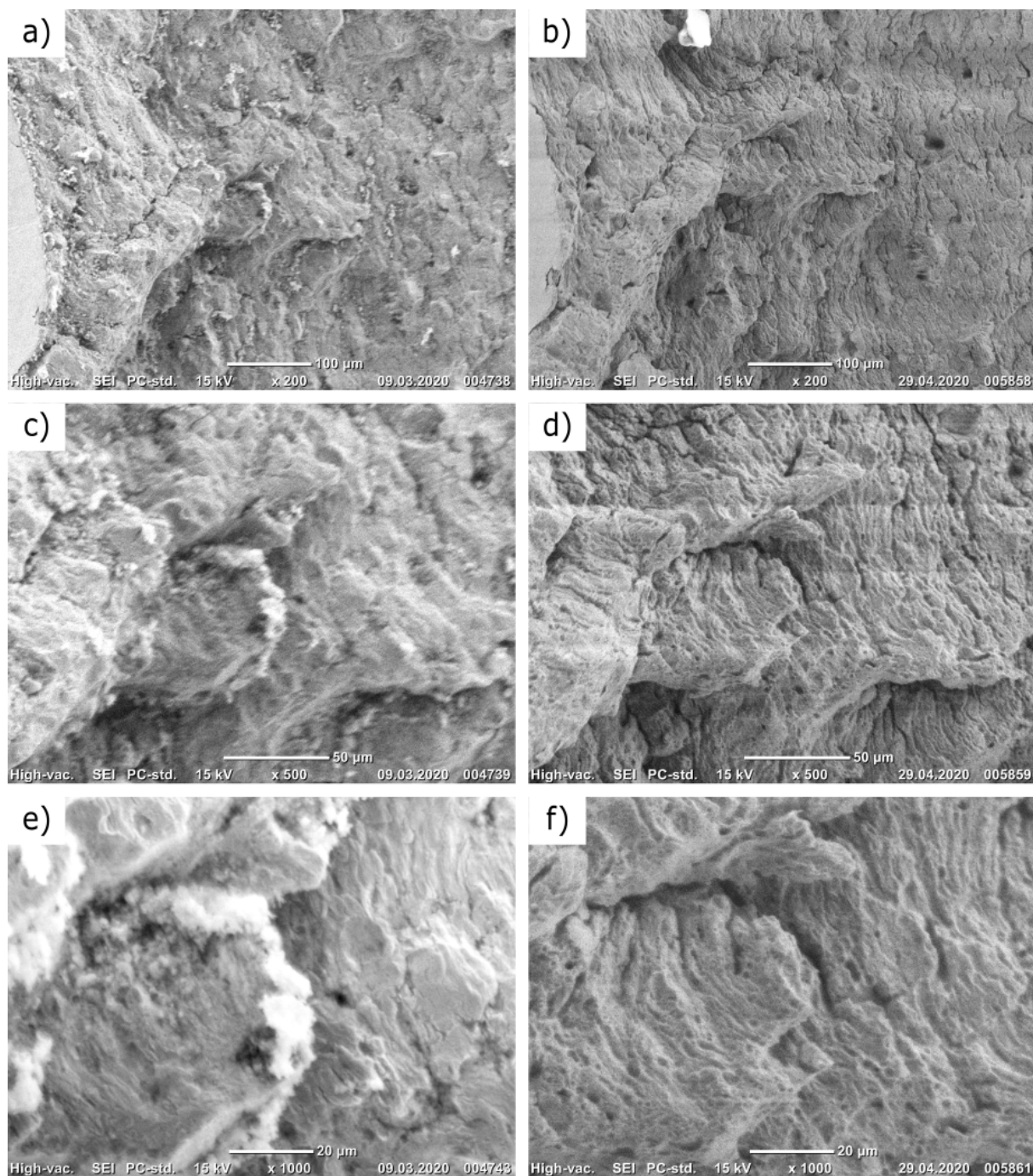
Figur 4.23: Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og rensert i 10% saltsyre

Figur 4.24 viser før og etterbilder av en utmattingsprøve som har korrodert i ett døgn og blitt rensert med 20% saltsyre. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



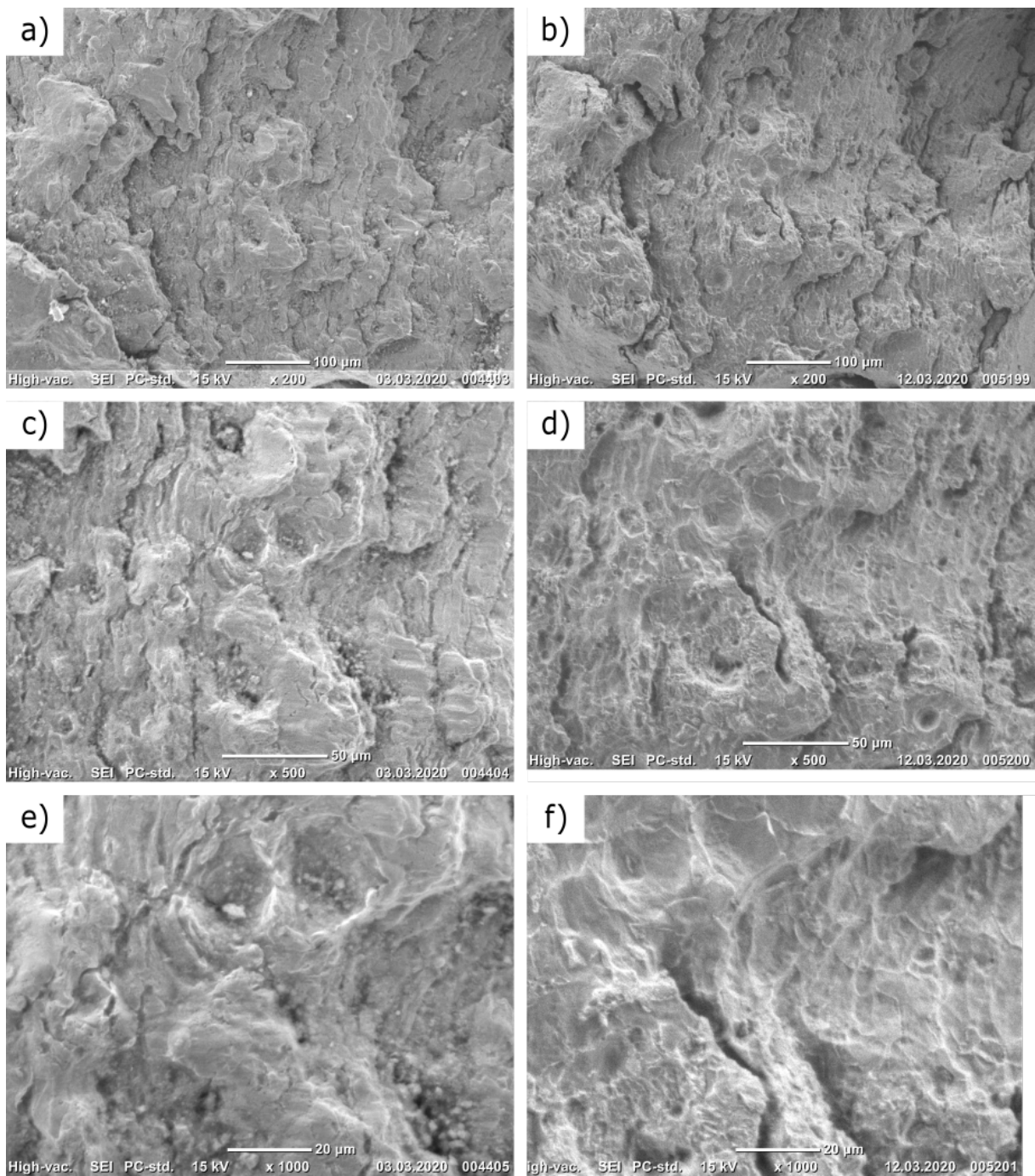
Figur 4.24: Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og rensert i 20% saltsyre

Figur 4.25 viser før og etterbilder av en utmattingsprøve som har korrodert i ett døgn og blitt rensert med Alconox. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



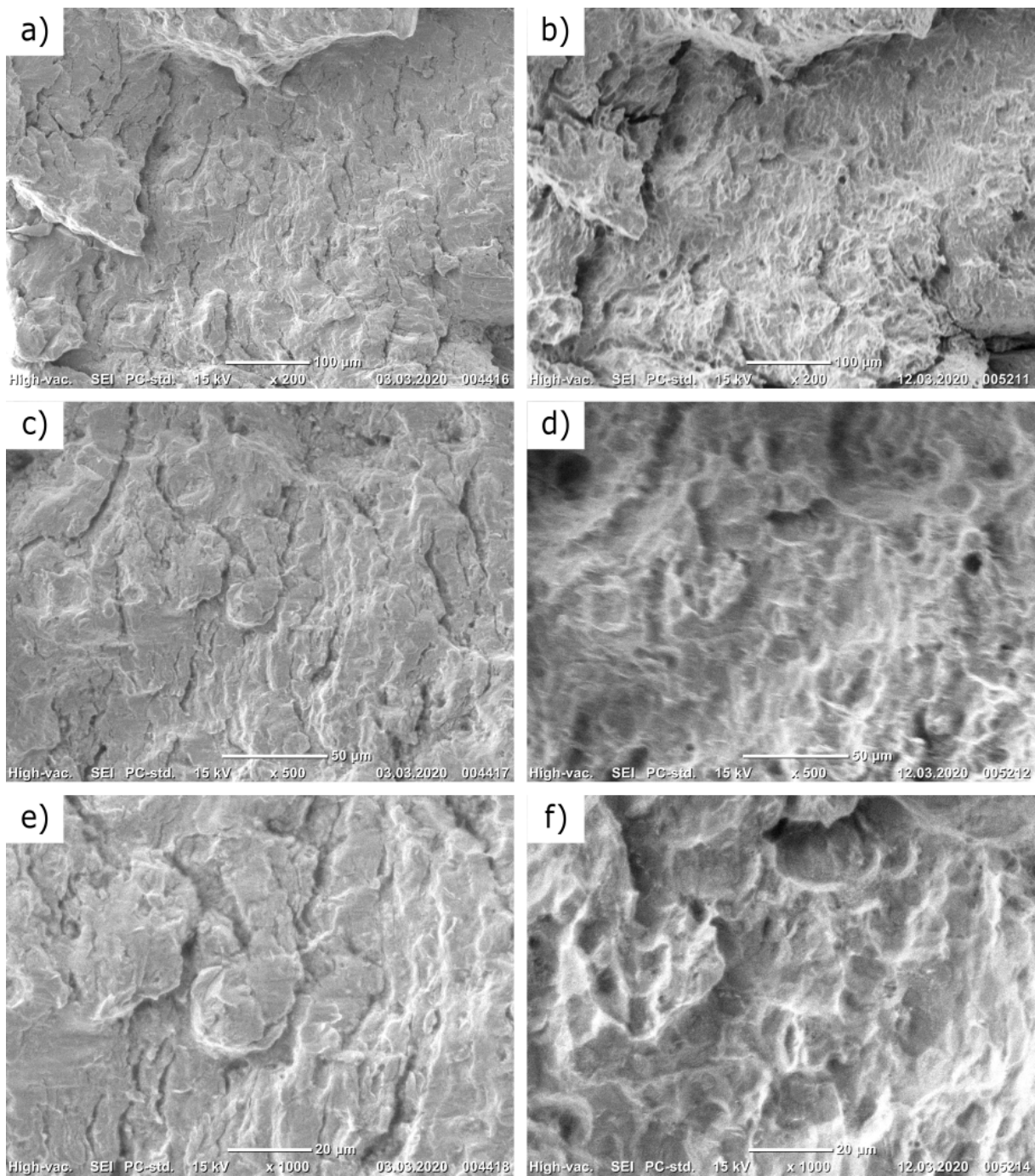
Figur 4.25: Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i ett døgn og rensert i Alconox

Figur 4.26 viser før og etterbilder av en utmattingsprøve som har korrodert i en uke og blitt renset med 10% saltsyre. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



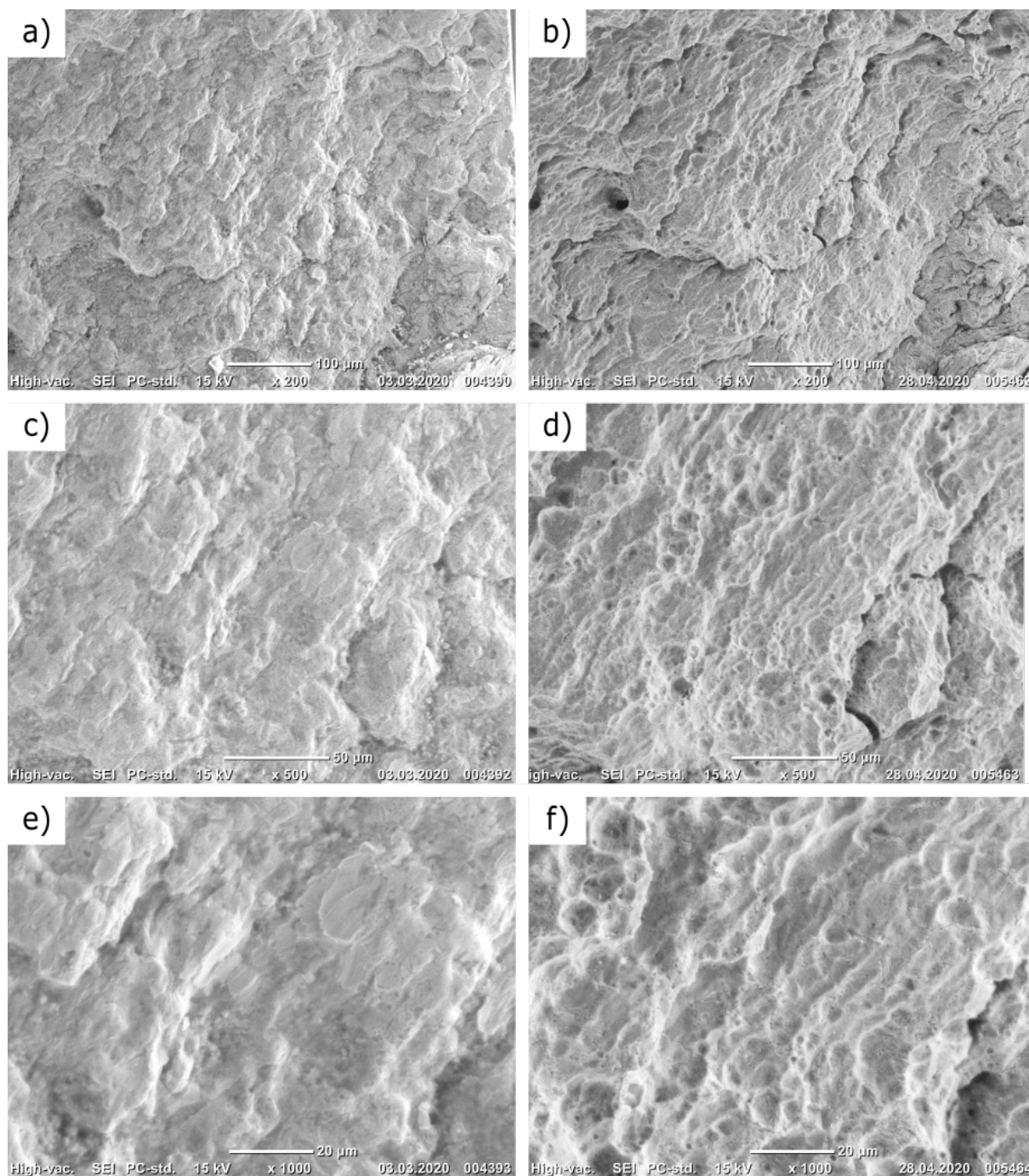
Figur 4.26: Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke og renset i 10% saltsyre

Figur 4.27 viser før og etterbilder av en utmattingsprøve som har korrodert i en uke og blitt renset med 20% saltsyre. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



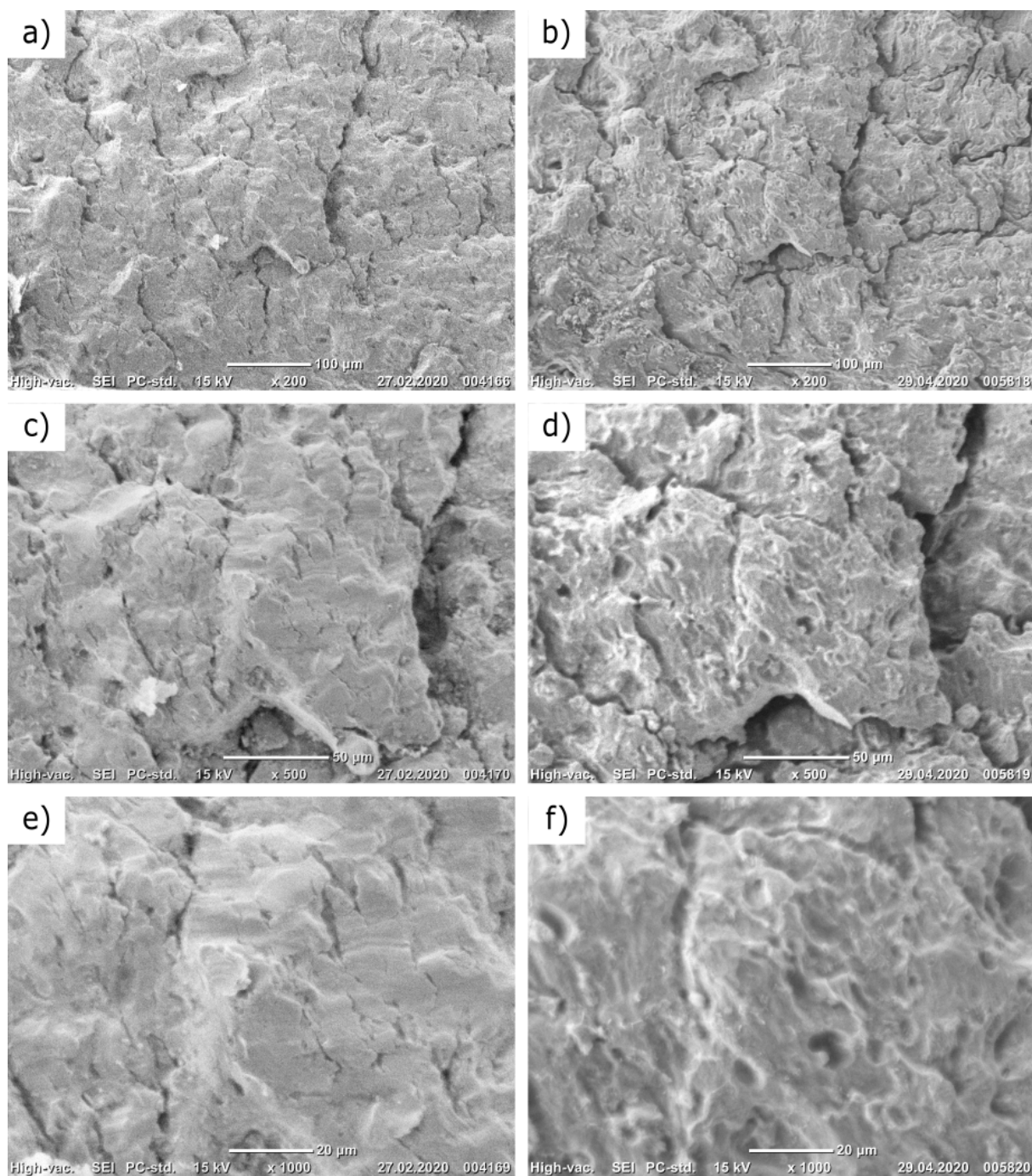
Figur 4.27: Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke og renset i 20% saltsyre

Figur 4.28 viser før og etterbilder av en utmattingsprøve som har korrodert i en uke og blitt rensset med Alconox. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



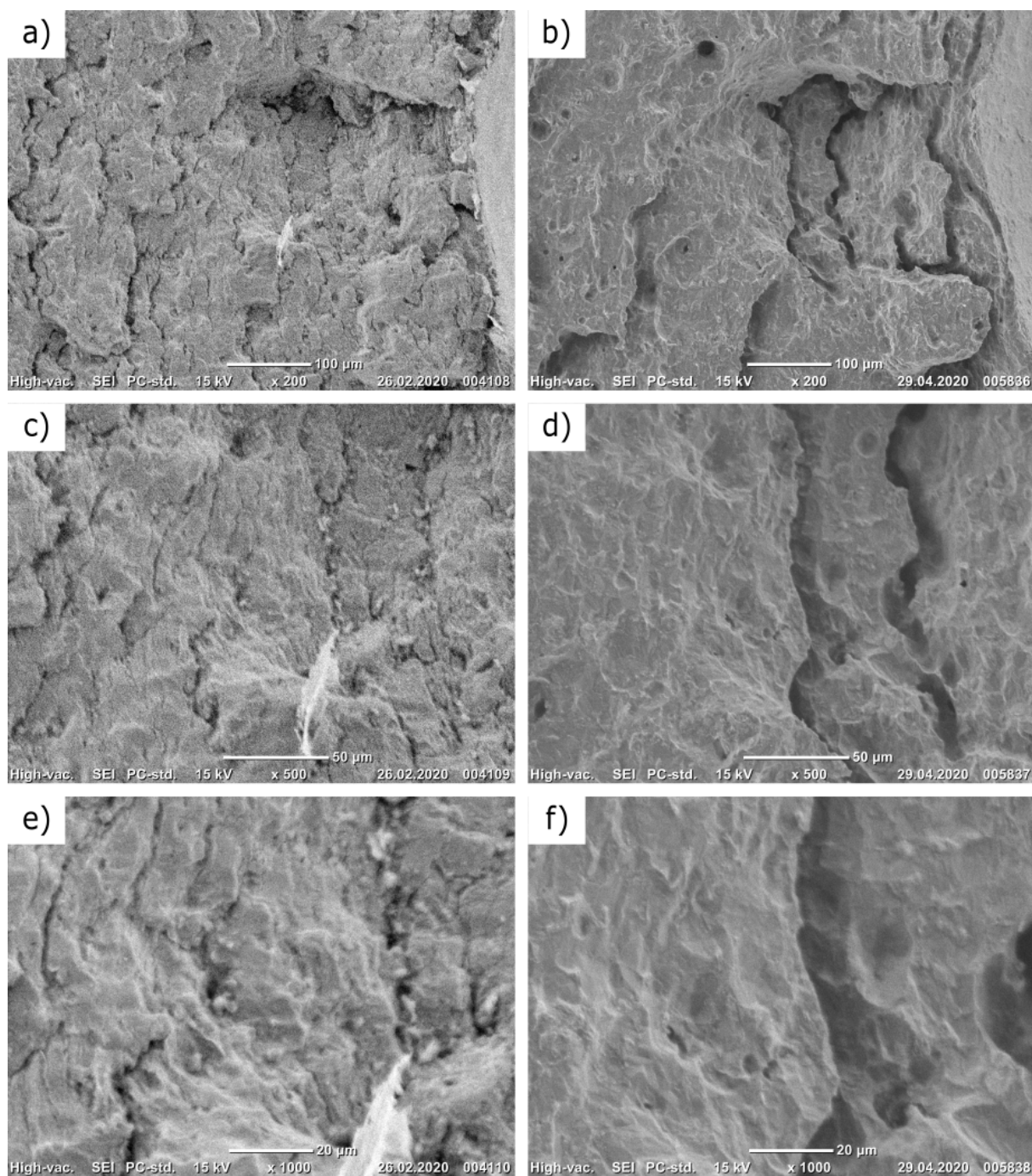
Figur 4.28: Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en uke og rensset i Alconox.

Figur 4.29 viser før og etterbilder av en utmattingsprøve som har korrodert i en måned og blitt rensert med 10% saltsyre. Bildene av overflaten før korrodering er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



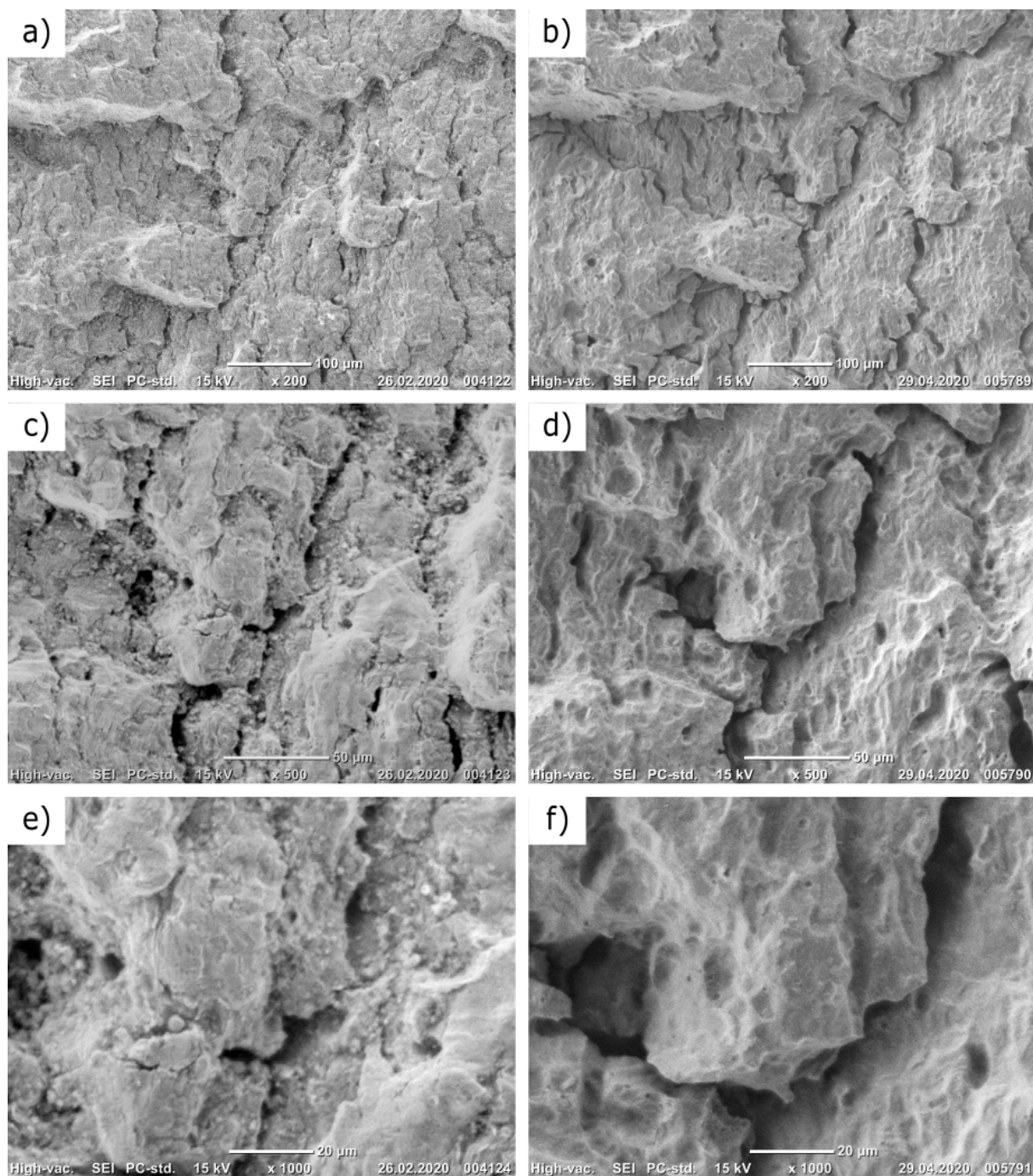
Figur 4.29: Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en måned og rensert i 10% saltsyre

Figur 4.30 viser før og etterbilder av en utmattingsprøve som har korrodert i en måned og blitt rensert med 20% saltsyre. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende förstørrelser.



Figur 4.30: Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en måned og rensert i 20% saltsyre

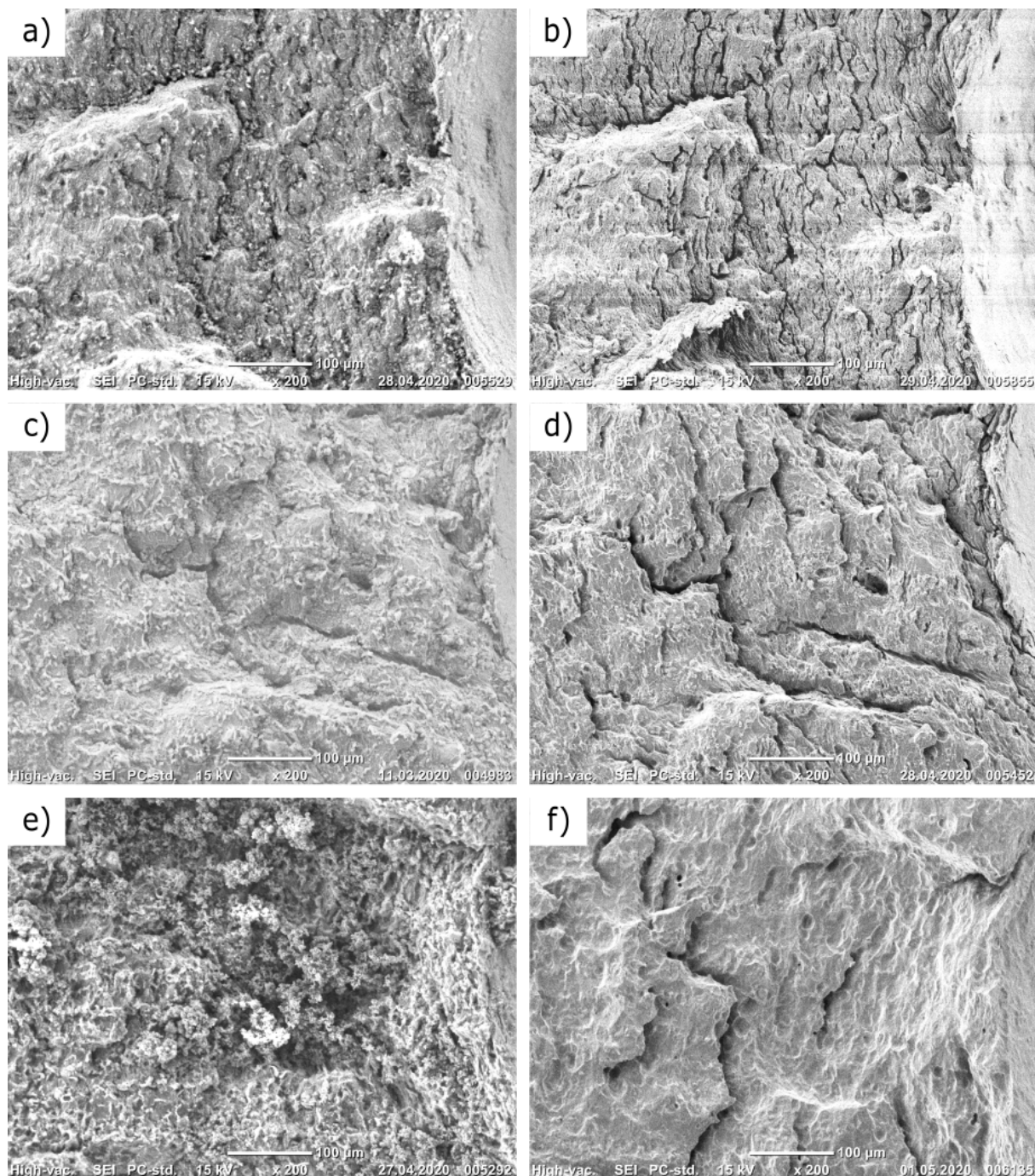
Figur 4.31 viser før og etterbilder av en utmattingsprøve som har korrodert i en måned og blitt rensert med Alconox. Bildene av overflaten før korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter korrosjon og rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover kollasjen er gitt ved økende forstørrelser.



Figur 4.31: Utmattingsbrudd før (venstre) og etter (høyre) korrosjon og rensing. Prøven ble korrodert i en måned og rensert i Alconox.

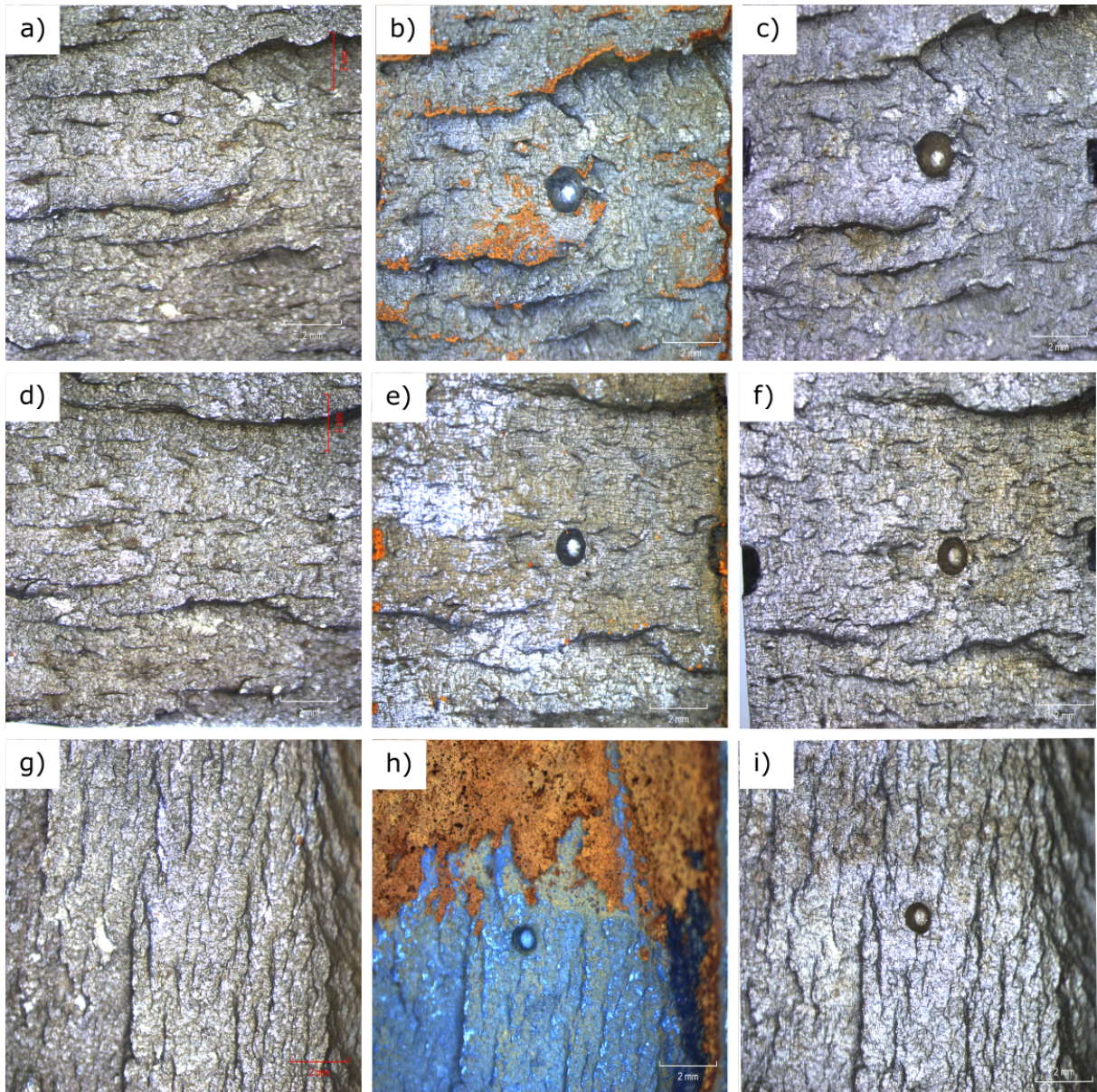
4.4.1 Sammenlikning av korrosjonstider på utmattingsbrudd

Figur 4.32 viser bilder av bruddflater fra utmatting med korrosjon og etter rensing. Alle bildene er på 200x. Bildene av overflatene med korrosjon er gitt på venstre side av kollasjen og bildene etter rensing er gitt på høyre side. Bildene nedover er her gitt ved økende korrosjonstid. Så det øverste bildet er fra korrodering i ett døgn og det nederste bildet er fra korrodering i en måned. Alle bruddoverflatene ble rensset i Alconox.



Figur 4.32: Bruddoverflater fra et utmattingsbrudd med korrosjon (venstre) og etter rensing (høyre). Alle prøvene ble rensset med Alconox. Prøven i a) og b) ble korrodert i ett døgn. Prøven i c) og d) ble korrodert i en uke. Prøven i e) og f) ble korrodert i en måned

Figur 4.33 viser bilder tatt i lysmikroskop av bruddflater fra utmatting før korrodering, med korrosjon og etter korrodering og rensing. Bildene på venstre side er tatt før korrodering. Bildene i midten er prøvene med korrosjon på overflaten. Bildene til høyre er tatt etter rensing i ultralydbad. Bildene nedover er gitt ved økende korrosjonstid. Alle prøvene ble rensset i 20% saltsyre.



Figur 4.33: Bruddoverflater fra et utmattingsbrudd før (venstre), med korrosjon (midt) og etter rensing (høyre) tatt i lysmikroskop. Alle prøvene ble rensset i 20% saltsyre. Prøven i a), b) og c) ble korrodert i ett døgn. Prøven i d), e) og f) ble korrodert i en uke. Prøven i g), h) og i) ble korrodert i en måned

5. Diskusjon

5.1 Testing av rensmidler

Hovedhensikten med å teste de ulike rensmidlene på de polerte prøvene var å kunne få et bilde på hvordan saltsyre ved de ulike syrekonsentrasjonene og Alconox påvirket basemetallet. Her er det diskutert effekten av syre på polerte overflater og på bruddoverflater fra sprø -og utmattingsbrudd.

5.1.1 Testing av rensmidler på polerte overflater

Etter at prøven ble rensset i ett minutt i 10% saltsyre som vist i Figur 4.1 b), ser det ikke ut som overflaten er merkbart påvirket. Hull har verken oppstått eller blitt større. Dette kan indikere at prøven ikke har korrodert ytterligere som følge av saltsyren. Etter rensing av samme prøve i ytterligere 9 minutter som vist i Figur 4.1 c), har det heller ikke oppstått nye hull og eksisterende hull ser ikke ut til å være endret i størrelse. Overflaten har dog fått ett mønster med mørkere områder. Ut i fra dette virker det som at 10 minutter i saltsyre er mer skadelig for en polert overflate enn ett minutt.

Etter ett minutt i 20% saltsyre kan ett større hull og tre små hull observeres som vist ved piler i Figur 4.2 b). Det virker som at disse hullene kommer fra et område med eksisterende hull med flak eller en partikkel over seg som vist med piler i Figur 4.2 a). Det virker dermed som at det ikke initieres helt nye hull. Denne prøven kommer heller ikke av en stålprøve med en passivfilm slik rustfrie stål kan få slik at det kan fraktes klorioner igjennom passivfilmen og gropkorrosjon kan initieres. Hvis disse hullene allerede er tilstede før rensingen og det bare er løse flak eller partikler som er festet til en av sidene i hullet, kan det være mulig at disse ble mekanisk fjernet som følge av implosjon i ultralydbadet. Dette gjelder også for de tynne flakene på markeringen i krysset på Figur 4.2 i bilde a). Hullene virker ikke å bli større eller dypere ved ytterligere rensing i 9 minutter som vist i c). Den eneste merkbare forskjellen er mønsteret som oppstår tilsvarende slik det gjorde etter 10 min i 10% saltsyre.

Effekten av de to syrekonsentrasjonene på de polerte prøvene virker ikke å skade overflaten i stor grad. Det virker ikke å være initiert nye hull som følge av gropkorrosjon og overflaten virker ellers intakt med tanke på at karbonstål i syre kan føre til oksidering av jernet. Det virker heller ikke som om det er en stor forskjell på effekten av 10% saltsyre sammenlignet med 20% saltsyre selv om teorien indikerer at graden av korrosjon kan øke med økende saltsyrekonsentrasjon. Siden basemetallet ikke er tydelig skadet virker det som om inhibitoren Hexamin har fungert effektivt og beskyttet overflaten tilstrekkelig slik det også konkluderes med i 2.8.2. I det forsøket ble det ikke brukt ultralydbad, men bruddflater ble plassert direkte ned i et syrebad.

Etterbildene av polert prøve renses i Alconox som vist i i Figur 4.3 b) og d) viser liten til ingen effekt. I likhet med saltsyrene er det heller ikke her initiert merkbare nye hull og de eksisterende hullene er ikke endret i stor grad. Det er dog også her kommet ett nytt stort hull som vist med pil i Figur 4.3 b). Det kan virke som at dette hullet i likhet med hullet etter 20% syre, kommer av et område som er litt mørkere og kan være en partikkel som sitter løsere. Dette er vanskeligere å se, og kan også komme av ulike innstillinger i SEM som for eksempel ulik kontrast og lysstyrke. Tynne flak som ligger på gravering i Figur 4.3 a) blir også borte trolig grunnet mekanisk fjerning i ultralydbadet. Til forskjell fra syrekonsentrasjonene dannes det ikke et mønster med mørkere områder etter rensing i Alconox. Det kan dermed virke som at rensing i Alconox i 30 minutter gir mindre effekt på overflaten enn 10 minutter i 10% -og 20% saltsyre.

5.1.2 Testing av saltsyreløsninger på sprøbrudd

Figur 4.4 a) og b) viser før og etterbilder av en sprø bruddoverflate på 200x som ble renses i ett minutt i 10% saltsyre. Bruddoverflaten har et fjærmerke på midten som vist i a). På 200x virker overflaten svært lite endret etter rensing. Mulige støvpartikler er renses bort, men mikrostrukturen virker fullstendig intakt. Det samme gjelder for bildet c) og d) på 500x. Bilde e) og f) viser at selv de minste kløvningstrinnene og detaljene virker uforandret etter rensing i ett minutt i 10% saltsyre.

Den sprø overflaten i Figur 4.5 ble renses i 20% saltsyre og virker heller ikke merkbart forandret etter rensing i ett minutt. På bilde a) og b) i 200x kan det se ut som små og tynne flak er fjernet. Disse flakene kan i likhet med tynne flak i 5.1.1 ha løsnet ved skylling av prøven eller i selve ultralydbadet grunnet implosjon. På 500x virker det som at bilde d) er dårligere fokusert enn bilde c). På grunn av dette vil det være usikkert om de minste detaljene som for eksempel striper helt til høyre i bilde d), er endret som følge av rensing eller innstillinger i SEM. De minste detaljene på 1000x i bilde e) og f) virker dog uforandret.

5.1.3 Testing av saltsyreløsninger på utmattingsbrudd

Figur 4.6 viser overflater av utmattingsbrudd før og etter rensing av 10% saltsyre i ett minutt. Den eneste forskjellen på 200x som vist i bilde a) og b) virker å være at mulige støvpartikler og/eller små korrosjonsprodukter er renses bort. Bilde c) og d) på 500x viser også at mulige små korrosjonsprodukter er renses bort. Det virker ellers som at linjer som kunne lignet striasjoner til høyre for bildene er intakt. Selv de minste og tynneste linjene på 1000x som vist med pil i e), virker å være fullstendig intakt etter rensing.

Utmattingsprøven som ble renses i 20% saltsyre i ett minutt virker heller ikke å være spesielt skadet som vist i Figur 4.7. Bilde a) og b) på 200x virker relativt uforandret med tanke på den striasjonsliknende strukturen. Det virker også her som at det kan ha vært små korrosjonsprodukter som er renses vekk og et flak helt til høyre i midten som kan ha falt av. Bilder på 500x og 1000x viser også at selv de minste linjene er fullstendig intakt som markert med piler.

5.2 Fjerning av korrosjon ved rensmidler

Tabell 3.4 viser de ulike rensetidene som ble testet med de ulike rensmidlene. Alle prøvene som ble testet i saltsyre ble testet i ett minutt med unntak av to polerte dagsprøver og én sprøukesprøve. Disse ble renset i to minutter. Det ble ikke observert tydelige korrosjonsprodukter på overflatene på SEM-bildene etter rensing i saltsyre. Dermed kan det virke som at ett minutt rensetid i 10% saltsyre og 20% saltsyre er tilstrekkelig for å fjerne korrosjon etter ett døgn, en uke og en måned.

I forsøket beskrevet i 2.8.3 ble det anbefalt å bruke Alconox i 15 minutter i stedet for 30 minutter for å senke skadene på bruddoverflaten. I dette forsøket ble det testet ut ulike tidsintervaller for rensing i Alconox som vist i Tabell 3.4. Målet var å teste lave korrosjonstider for å kunne potensielt finne en gunstig lav rensetid som kunne anvendes. Dette ble dog ikke gjort på en systematisk nok måte og fremgangsmåten innebar flere variabler som gjør sammenlikningsgrunnlaget usikkert i forhold til saltsyrene. Eksempelvis ble ukesprøver testet på fem minutter på to av prøvene. Dette viste seg å fungere på utmatningsprøven, men ikke på den polerte prøven som så gjennomgikk fem minutter i to omganger til. Grunnlaget for å kunne vurdere om fem minutter er en tilstrekkelig rensetid ved en uke eller ett døgn og en måned, blir dermed for usikkert.

Korrosjonsproduktene som skulle fjernes ved rensing antas å komme av generell korrosjon. Denne antakelsen kommer av at stålet i utgangspunktet ikke har noen passiverende overflate grunnet ståltypen med få legeringselementer. I tillegg anses stålet som ble brukt under dette forsøket å være ulegert stål etter resultater fra EDS-analysene i Vedlegg A. Stålet vil dermed ikke ha ett passiverende belegg fra før av. Hele overflatearealet på prøvene var også utsatt for elektrolytten under neddynkingen. Dermed antas det at anode og katode har hatt muligheten til å forflytte seg fritt på overflaten under korroderingen.

5.3 Korrosjonstest på polerte overflater

Det ble korrodert polerte prøver i en måned, en uke og ett døgn. Disse prøvene ble tilsendt i form av en polert bolt, som senere ble kuttet opp og markert for SEM. De polerte prøvene ga en innsikt i hvordan en uniform overflate ble angrepet av korrosjon i forhold til en bruddoverflate med varierende og komplisert geometri. Prøven som ble korrodert i ett døgn ble renset i Alconox. Prøven som ble korrodert i en uke ble renset i 10% saltsyre og prøven som korroderte en måned ble renset med 20% saltsyre. Det er ikke fokusert på rensmidlene da det ble beskrevet i 5.1.1 at rensmidlene hadde lite til ingen betydelig effekt på de polerte flatene.

Prøvene som ble korrodert i ett døgn hadde en jevn og plan overflate før korrosjon som vist på krysset i Figur 4.8 a) og i det høyre øvre området av krysset i c) og e). Etter korrosjon og rensing av prøven ble et mønster over hele metalloverflaten synlig. Dette mønsteret kommer tydelig fram i d) og f). Her ser en et tydelig skille fra c) og e) hvor overflaten var plan og med en monoton farge. Dette mønsteret dukket ikke opp under testingen av rensmidlene på polerte prøver. Dermed virker det som at dette mønsteret kommer fra korrosjon. Det virker som at prøven har opplevd generell korrosjon på metalloverflaten siden dette mønsteret er synlig over hele overflaten. Mønsteret på overflaten ligner det gitt i Figur 2.4. Dermed virker det som at det har skjedd mikrogalvanisk korrosjon i mellom kornene og korn grensene på overflaten av stålet. Her vil de lysere strekene kunne være korn grenser som har fungert som katoder, og selve korne-

ne har vært anoder og har dermed oksidert. Korngrensene har sannsynligvis blitt katoder siden disse har hatt et høyere karboninnhold enn kornene. Dermed består dette “korrosjonsmønsteret” av tydeligere korn og korngrenser på overflaten. Hele overflaten virker å ha hatt en jevn tykkelsesreduksjon der hele overflaten virker å være angrepet uniformt. Dette er fordi det ikke har oppstått store høydeforskjeller i metalloverflaten.

I d) kommer det også fram flere hull i metalloverflaten. Disse er større og tydeligere enn de i c). Alle hullene virker å være tilstede før korrosjon. I kapittel 5.1.1 er det beskrevet at det ikke virker som at rensedmidlene har hatt noen effekt på hullene. Dermed virker det som at forstørringen av hullene kan komme av generell korrosjon. Kantene i hullet vil virke som kanter (steps) som vist i Figur 2.3. Kantene i hullene har færre naboatomer enn de atomene på overflaten som ikke er i hullet. Dermed har atomene på kanten av hullet en høyere fri energi og har en økt sannsynlighet for å oksidere. Dette vil kunne gi økt korrosjon på kantene av hullene som vil gi bredere hull på overflaten etter korrosjon. En annen forklaring på dette kan også være mikrogalvanisk korrosjon mellom bunnen av hullet og ytterkantene. Dette vil isåfall komme av at disse får en potensialdifferanse der kantene har det laveste potensialet og blir en anode mot bunnen av hullet som blir en katode.

Før og etterbilder av en prøve som har korrodert i en uke er gitt i Figur 4.9. Etter korrosjon og rensing kommer det fram et “korrosjonsmønster” som i 4.8. Dette virker tydeligere og dypere enn mønsteret på dagsprøven. En lenger eksponering vil gi et kraftigere angrep på metalloverflaten da det vil oksideres flere metallatomer fra overflaten over tid. Det kraftigere angrepet på overflaten vises etter rensing med det tydeligere korrosjonsmønsteret. I Figur 4.9 d) og f) ser en at alle hullene som er på bildene etter rens også er tilstede før korrosjon i c) og e). Hullene etter korrodering og rensing har igjen blitt større. Hullene i Figur 4.9 d) kan virke større enn de i Figur 4.8 d). Dette kan komme av prøven i Figur 4.9 ble eksponert til et korrosivt miljø i en lengre tid og at det dermed har korrodert mer i kantene langs hullene.

Figur 4.10 viser før og etterbilder av en polert prøve som har korrodert i en måned. I b) virker prøveoverflaten ugjenkjennelig etter korrosjon og rens da hele markeringen er borte. I b), d) og f) er det et enda tydeligere og dypere korrosjonsmønster enn i Figur 4.8 og 4.9. Dette indikerer at korrosjonen har angrepet overflaten enda dypere enn i Figur 4.9. I Figur 4.10 d) og f) har det fremkommet flere sirkelformede fordypninger som kan ligne kratre eller også dimpler. Det virker ikke som disse stammer fra hullene i c) og d) da disse har en annen plassering på overflaten. Grunnet at dette virker som svært lokale angrep kan dette muligens komme av mikrogalvanisk korrosjon. Hvis det har vært en inneslutning av sementitt tilstede vil denne kunne ha gitt en galvanisk kobling med basemetallet. Da vil sementitten bli en katode grunnet karboninnholdet, og basemetallet bli en anode og oksidere rundt inneslutningen.

I Figur 4.11 a) og b) er det presentert to bilder av markerte kryss med korrosjon. Dette er den samme prøven som i Figur 4.10. I Figur 4.11 er det tydelig at det øverste laget med korrosjon ligger som “flak” på overflaten. I b) er et annet kryss enn det som er i Figur 4.10 a). I dette bildet er det markerte krysset fortsatt tydelig på det øverste korrosjonslaget. Under flakene er prøveoverflaten ugjenkjennelig som i Figur 4.11 a) hvor plasseringen er den samme som i Figur 4.10 a). Det virker derfor som at markeringen bare har vært synlig på det øverste oksidlaget. Etter rensing vil dette ha falt av som har resultert i at overflaten under har blitt ugjenkjennelig. Dermed er etterbildene i Figur 4.10 ugjenkjennelige fra førbildene da den øverste delen av overflaten har falt av under rensingen.

5.4 Korrosjonstest på sprøbrudd

For å kunne sammenlikne effekten av korrosjon ved de ulike korrosjonstidene på sprøbrudd, ble det lagt vekt på mikroskopiske kjennetegn som fjærmerker, store -og små kløvningstrinn og tunger. Dette ble også gjort for å kunne diskutere om de sprø overflatene var gjenkjennelige etter korrosjonstesten ved de ulike korrosjonstidene, og om en fortsatt kunne identifisere bruddene som sprøbrudd etter korrodering.

5.4.1 Store kløvningstrinn

Som vist i Figur 2.8 så kan kløvningstrinn komme i varierende størrelser. I Figur 4.12 - 4.14 er det presentert bilder av kløvningstrinn før og etter korrosjon med større kløvningstrinn. Disse kløvningstrinnene viser en tydelig trappetrinnstruktur og klassifiseres som store trinn da denne strukturen er tydelig i en lav forstørrelse på elektronmikroskopet. I Figur 4.12 til 4.14 ligner de største trinnene trappetrinn da de har relativt plane overflater med en brå eller skarp overgang til trinnet under. De plane overflatene øverst på trinnene indikerer at sprøbruddet har fulgt spesifikke plan i krystallstrukturen.

I Figur 4.12 a) og b) er det presentert bilder av et kløvningstrinn før og etter korrodering og rensing. Prøven har vært eksponert for et korrosivt miljø i et døgn. Bruddoverflaten virker typisk sprø da det er mange plane overflater på bruddet som indikerer lite plastisk deformasjon. Etter rensing virker prøven relativt upåvirket da den overordnede strukturen virker å holde seg intakt. De store kløvningstrinnene befinner seg øverst til venstre i Figur 4.12 a) og b) som markert med pil. Disse trinnene har store plane overflater øverst på trinnene. Overgangene mellom trinnene virker å være relativt brå og ligner på formering a) eller b) i Figur 2.9 i teorien. Etter korrodering og rensing virker disse kløvningstrinnene å være nærmest upåvirket. Trinnene er fortsatt gjenkjennbare da de beholder størrelsen og formen. Overgangen mellom trinnene er lite avrundet. En ser fortsatt tydelig de forskjellige planene som bruddet har gått igjennom.

I Figur 4.13 a) og b) er det presentert bilder av et kløvningstrinn før og etter korrosjon i en uke. Denne bruddoverflaten har også flere plane overflater og skarpe kanter som indikerer lite plastisk deformasjon. Etter korrodering og rensing virker bruddoverflaten fortsatt sprø da de plane flatene og skarpe kantene fortsatt kan identifiseres. Den overordnede strukturen virker å ha tatt lite skade da de skarpe kantene ikke har opplevd mye avrunding, og fortsatt virker skarpe. De store trinnene i Figur 4.13 a) og b) ligger nederst i midten av bildene. Før korrosjon virker disse kløvningstrinnene store i forhold til trinnene i Figur 4.12. Disse trinnene har også her store plane overflater øverst på trinnene. Overgangen mellom trinnene virker som formering b) i Figur 2.9 da overgangene er helt rette og skarpe. Igjen er det tydelig hvilke plan bruddet har fulgt.

Etter korrodering og rensing er kløvningstrinnene fortsatt gjenkjennbare. Dette er trolig grunnet den store størrelsen på trinnene. De plane flatene øverst på trinnene virker like plane som før korrodering. Overgangen mellom trinnene er tydelig avrundet etter korrodering. Dette kommer av at atomene ytterst på trinnene vil ha færre naboatomer enn de atomene lenger inne på trinnet. Dermed vil atomene ytterst på trinnet få en høyere fri energi og vil kunne oksidere lettere. Når atomene ytterst på kanten oksideres vil kanten avrundes. De mindre detaljene rundt de store kløvningstrinnene har tatt tydelig skade etter korrodering. Disse er ikke mulige å finne igjen som de store trinnene. Dette kommer av at disse er mindre i størrelse. Etter eksponering i en uke

vil det skje nok skade til å fjerne de mindre detaljene. De større kløvningstrinnene kan overleve lengre eksponering da flere atomer må oksideres her i forhold til et mindre trinn.

I Figur 4.14 a) og b) er det presentert før og etterbilder av et kløvningstrinn som har korrodert i en måned. Strukturen i a) virker litt annerledes en kløvningstrinnene som ble korrodert i et døgn og en uke. Dette kommer av at denne prøven hadde en “grå-aktig” overflate som vist i 3.2 b). Prøvene som ble korrodert i et døgn og en uke hadde en “glans-aktig” overflate. Bruddoverflaten i Figur 4.14 a) har flere mindre plane overflater, over få store som var på prøvene som ble korrodert i et døgn og en uke. På denne overflaten er det mange skarpe kanter og overganger mellom hver flate. Dermed indikerer den overordnede strukturen til et sprøtt brudd da det virker å ha skjedd lite plastisk deformasjon. Etter korrodering og rensing av prøven har bruddoverflaten tatt stor skade da overflaten nesten ikke er gjenkjennbar. Alle skarpe kanter har blitt avrundet i varierende grad og alle plane flater har blitt ruere og mer ujevne. Skillene mellom de forskjellige flatene har blitt mindre tydelige, som gjør at alle flatene ser ut som en samlet og ujevn overflate. Den ujevne overflaten kan minne noe om korrosjonsmønsteret som de polerte prøvene i Figur 4.8-4.10 fikk etter korrosjon. Det er bare de dypere områdene på overflaten som fortsatt er gjenkjennbare etter korrodering. Dermed er det utfordrende å se at dette var et sprøbrudd da overflaten har fått store skader etter korrosjon.

Nederst i Figur 4.14 a) kan en se store kløvningstrinn markert med en pil. Disse har også en relativt plan overflate øverst på trinnet og en brå overgang til trinnet under. Overgangene på disse trinnene virker også som formering b) i Figur 2.9 fordi overgangene er rette og lite avrundet. Det gjør at kløvningstrinnene ligner på en trapp. Etter korrodering og rensing er ikke de store trinnene lenger tilstede som vist med pil i Figur 4.14 b). Det er ikke mulig å identifisere de plane flatene eller overgangene i mellom. Der trinnene lå før korrodering er det bare en ujevn overflate uten noen synlig trappetrinnstruktur. De store kløvningstrinnene har dermed ikke overlevd eksponering i en hel måned. Dette betyr at det har oksidert så mange atomer i trinnene at de har mistet formen, og ikke er gjenkjennbare. Dermed var trolig kløvningstrinnene for små til å overleve en måneds eksponering. Dette kan indikere at detaljer på overflaten som var mindre enn de store kløvningstrinnene også har forsvunnet.

5.4.2 Små kløvningstrinn

Som nevnt tidligere kan kløvningstrinn opptre i forskjellige størrelser. Her er det fokusert på mindre kløvningstrinn i kløvningstrinn. Her skiller store -og små kløvningstrinn ved at store kløvningstrinn er tydelige i lave forstørrelser i elektronmikroskop. Små kløvningstrinn blir først tydelige i høyere forstørrelser. I bildene for små kløvningstrinn blir trinnene tydelige på 500x og 1000x. Det er mulig å finne enda mindre kløvningstrinn enn disse i fjærmerker. Her ser kløvningstrinnene ut som tynne streker som former en fjær på en plan overflate. I fjærmerker peker alle strekene tilbake til ett felles punkt.

I Figur 4.15 er det gitt bilder av et kløvningstrinn som har vært eksponert for et korrosivt miljø i et døgn. Dette er en prøve som hadde en “glans-aktig” overflate. Derfor er det større og plane overflater på bruddflaten. Her er det også skarpe kanter og overganger mellom forskjellige flater på overflaten. Etter korrodering virker den overordnede strukturen å være relativt upåvirket. De skarpe kantene virker ikke spesielt avrundet. De plane flatene virker også lite påvirket da de fortsatt er glatte og plane.

I Figur 4.15 c) er det små kløvningstrinn i enden av fjærmerket. Disse kløvningstrinnene har tydelige plane flater med skarpe overganger i likhet med de store kløvningstrinnene. Etter korrodering holder de små trinnene samme form og struktur som før. Overgangene mellom trinne virker fortsatt skarpe og rette da det har skjedd lite avrundning. Dermed virker de små trinnene fortsatt gjenkjennbare etter et døgn med korrodering. I Figur 4.15 a) og c) kommer det fram at de små kløvningstrinnene er i enden av et fjærmerke. Dette ser ut som et fjærmerke da alle de tynne strekene av kløvningstrinn peker tilbake til et felles punkt øverst i bildet. Etter korrodering kan se i e) og f) at fjærmerket ikke lenger er like synlig. Flere av strekene i fjærmerket har forsvunnet, med unntak av de aller dypeste. Disse har trolig overlevd grunnet størrelsen på trinnene i forhold til de tynnere strekene av fjæren. Der fjærmerket pleide å være er det nå heller et korrosjonsmønster.

I Figur 4.16 er det presentert før og etterbilder av et kløvningssbrudd som ble eksponert for et korrosivt miljø i en uke. I Figur 4.16 a) kan en igjen se at dette er et sprøbrudd ved at det er store plane flater og skarpe overganger. Her er det også et stort fjærmerke midt i prøven. Dette fjærmerket ligger over en stor plan flate der alle strekene peker tilbake til et felles punkt. Etter korrosjon virker den overordna strukturen fortsatt til å holde seg intakt. I Figur 4.16 b) kan en se at bruddflaten fortsatt er gjenkjennelig da de største formene og kantene virker upåvirket. De større plane flatene er også intakte. Dermed er det fortsatt mulig å se at dette er et sprøbrudd.

I enden av fjærmerket i Figur 4.16 a) er det kløvningstrinn i varierende størrelser som en kan se i Figur 4.16 c) og e). Her har de største trinnene mindre trinn på seg. De aller største trinnene kan ses på som store trinn som er beskrevet tidligere i diskusjonen. Her kommer trappetrinnstrukturen tydelig fram. Alle trinnene har plane og glatte overflater øverst på trinnet. Overgangen mellom de største trinnene virker å være rette som i Figur 2.9 b). På de mindre kløvningstrinnene er det vanskelig å si om også disse overgangene er like rette, eller om de er mer avrundet som i Figur 2.9 a) eller c).

Figur 4.16 d) og f) gir en god oversikt over hvilke trinn som holder seg og ikke etter korrosjon. De største kløvningstrinnene beholder samme form og struktur etter korrosjon, og er fortsatt gjenkjennbare. Det øverste trinnet i Figur 4.16 f) virker å ha tatt en del skade da overgangen på trinnet virker nesten usynlig. Dette trinnet er markert med en pil. Overgangene på de andre trinnene virker noe avrundet. De mindre kløvningstrinnene som var på de større trinnene virker å ha forsvunnet helt etter korrosjon. I Figur f) er det ikke mulig å oppdage noen av de minste kløvningstrinnene. Disse trinnene har trolig forsvunnet grunnet tykkelsen. De virker relativt tynne i forhold til de større trinnene. Dermed vil en ukes eksponering i korrosivt miljø kunne fjerne disse. De større kløvningstrinnene virker tykkere, og vil dermed kunne overleve lengre eksponering enn de mindre trinnene. Fjærmerket har opplevd en del skade der flere av de tynneste strekene er bort. Bare de dypeste strekene har holdt seg. Det er de dypeste strekene på fjæren som gir de største kløvningstrinnene i enden. Her har det også dukket opp et korrosjonsmønster på fjæren etter korrosjon.

5.4.3 Fjærmerker

En relativt plan overflate med flere større fjærmerker er vist i Figur 4.17. Bilde a) og b) på 200x er bilder før og etter prøven ble korrodert i ett døgn. Disse viser at fjærene fortsatt er gjenkjennelige etter rensing, men at de minste detaljene er visket ut etter rens. Det kommer tydeligere frem at de minste linjene i fjærmerket blir mindre tydelige i bildene på 500x og 1000x. På 1000x

i bilde f) kan det se ut som at overflaten har fått ett vagt korrosjonsmønster med hvite små linjer. Sammenlignet med Figur 4.8 av den polerte overflaten som også korroderte i ett døgn, virker det ikke som at prøven har korrodert like kraftig.

I Figur 4.18 har en sprø prøve korrodert i en uke. Her er det fokusert på to fjærmerker som kan observeres midt i bilde a). Etter rensing virker den øverste fjæren å være gjenkjennbar på 200x, men det er tydelig at korrosjonen har hatt innvirkning på overflaten. Ellers virker overflaten å være gjenkjennbart som et kløvningssbrudd etter rens siden prøven består av flere plane overflater. På 500x i bilde c) og d) kommer korrosjonsmønsteret tydelig frem og viser at begge fjærene er angrepet og flere linjer er fjernet sammenlignet med 500x etter ett døgn, som beskrevet over. På 1000x i bilde e) og f) er korrosjonsmønsteret tydeligere enn for dagsprøven og har gjort den nederste fjæren nesten ugjenkjennelig. På 500x kan det se ut som at det har dukket opp ett nytt hull etter rensing. Usikkerheten ved at dette faktisk er et nytt hull kommer av mulige hendelser som er beskrevet i 5.1.1 og i 5.6.2.

Overflaten på Figur 4.19 ble korrodert i en måned. Denne prøven kommer fra en sprø prøve som tidligere er blitt beskrevet som "grå-aktig". Denne overflaten har flere små plane overflater sammenlignet med dagsprøven og månedsprøven med fjærmønster. På 200x i a) virker det som det kan være flere små fjær på flere av de plane overflatene. Etter rensing som vist i b) er disse overflatene svært angrepet og fjærmerkene er ikke gjenkjennelige. I bilde c) på 500x kommer de små fjærene tydeligere frem. Fjærmerkene blir helt borte på 500x og 1000x. Etterbildene d) og f) viser at det ikke kun er et korrosjonsmønster på den eksisterende overflaten, men at korrosjonen har gravd seg lengre ned i prøven og etterlatt seg en kraterliknende og hullete struktur.

5.4.4 Tunger

Det var kun én av de sprø prøvene som ble brukt under hele forsøket hvor det ble funnet tunger på bruddoverflaten. I Figur 4.20 er det gitt bilder av tunger fra et kløvningssbrudd. Denne prøven ble eksponert for et korrosivt miljø i en uke. Tunger kan minne om kløvningstrinn da de består av en plan flate med en overgang til bruddflaten. Forskjellen ligger i at tungene stikker ut av bruddflaten i motsetning til kløvningstrinnene som ligger oppå bruddflaten. Overgangen mellom plan flate og bruddflate er også forskjellig da det er en rund overgang som går inn mot basemetallet igjen. Disse kjennetegnene gjør at de ser ut som tunger som stikker ut av bruddoverflaten. Tungene får heller ikke trapestrukturen som kløvningstrinnene gjør da tungene virker å være mer tilfeldig plassert.

Figur 4.20 a) viser en bruddoverflate som har en typisk sprø struktur som store plane overflater og skarpe overganger. På denne overflaten er det spesielt mange større plane overflater. Disse virker å holde seg bra etter en ukes eksponering, som vist i Figur 4.20 b). Flatene virker mer ujevne og ruglete etter korrosjon. De fleste kantene har holdt sin originale form og er fortsatt gjenkjennelige etter korrosjon. Noen kanter virker noe mer avrundet enn andre.

I Figur 4.20 c) på 500x er tunger markert med en pil. Her virker det å være flere tunger i varierende størrelser langs overflaten. Den aller største tunga som er indikert med en pil, er den som ligner mest på beskrivelsene. Denne har en plan overflate med en overgang til bruddoverflaten som trekker innover. Det er tydelig at denne stikker ut av overflaten i motsetning til hva et kløvningstrinn ville gjort. I a) er det noen kløvningstrinn under tungene. Her blir forskjellene tydelige da trinnene ikke stikker like ut av overflaten som tungene. Trinnene virker også flatere

og planere, I Figur 4.20 d) kan en se tungene etter en ukes korrodering. Her er ikke tungene gjenkjennbare. Det virker som at tungene har tatt stor skade av korrosjonen, der alle de mindre tungene er forsvunnet. Kun den aller største tungen er mulig å finne igjen på bruddoverflaten. Denne tungen har blitt betydelig redusert i størrelse, men har beholdt utseende da den fortsatt ser ut som en tunge. Tungene har trolig opplevd et så stort angrep grunnet geometrien. Tungene stikker ut av overflaten, som gjør at et stort overflateareal vil bli eksponert til det korrosive miljøet. Med en stor overflate vil det bety at mange overflateatomer er utsatt for dette miljøet. Da disse har høyere fri energi enn atomer lengre inn overflaten, vil disse kunne oksideres lettere. Dermed vil tungene lettere kunne korroderes bort enn for eksempel kløvningstrinn da disse ikke stikker ut av overflaten på samme måte. Kløvningstrinnene i b) ser relativt like ut etter korrodering. Trinnene har beholdt samme form og geometri, der den eneste merkbare forskjellen er avrunding av overgangene. Dermed virker det som at tungene har blitt angrepet kraftigere enn det kløvningstrinnene har.

5.4.5 Sammenlikning av korrosjonstider på sprøbrudd

Etter at de sprø prøvene ble korrodert i ett døgn virker overflatene å ha korrodert i så liten grad at kjennetegn som store kløvningstrinn, små kløvningstrinn og fjærmerker kan være gjenkjennbare. Dette er små kjennetegn på mikrostrukturen til sprø bruddoverflater da de tilsier at det har skjedd liten plastisk deformasjon. På denne måten virker sprø overflater å være gjenkjennbare etter ett døgn.

De sprø prøvene som ble korrodert i en uke viste varierende resultater med tanke på hvilke kjennetegn som ble borte og ikke. De dypeste fjærmerkene som også kan sies å være små kløvningstrinn, ble ikke korrodert vekk. Det ble derimot de minste fjærmerkene, de minste kløvningstrinnene og tunger. Store kløvningstrinn har blitt avrundet, men de virker fortsatt gjenkjennbare. Den typiske sprø strukturen som indikerer lite plastisk deformasjon virker fortsatt intakt. Etter at de sprø prøvene ble korrodert i en uke vil mikrostrukturen dermed kunne være gjenkjennelig i varierende grad som et sprøtt brudd avhengig av hvilke kjennetegn man hadde før korroderingen.

Den typiske sprø strukturen virker å være nesten ugjenkjennelig etter en måned med korrosjon. Det ble ikke funnet tunger på sprø prøver som skulle bli korrodert i en måned. Etter å ha sett hvordan de angripes etter en uke vil det likevel kunne antas at tunger på denne størrelsesordenen ville blitt korrodert bort etter en måned. Det er likevel mulig at større tunger kunne overlevd lenger enn en uke avhengig av antall overflateatomer som hadde blitt utsatt for det korrosive miljøet. Etter en måned med korrosjon virker overflatene korrodert såpass kraftig at kjennetegn som kløvningstrinn, tunger og fjærmerker, fjernes. Kjennetegn som plane overflater i ulike nivåer blir også korrodert bort. Etter rensing av sprø prøver etter en måned gjenstår en overflate der ulike nivåer og flater er smeltet sammen og avrundet. Dette gjør at månedsprøvene vanskeligere kan gjenkjennes som sprø bruddoverflater.

Figur 4.21 viser forskjellen på effekten av korrosjon etter ett døgn, en uke og en måned. Månedsprøven i e) skiller seg mest ut da det virker som at det ligger et tykt oksidlag over hele overflaten. Prøvene som ble korrodert i ett døgn og en uke virker å være relativt likt korrodert, men det virker som at ukedprøven har ett tydeligere korrosjonsmønster etter rensing. Det er også her tydelig at månedsprøven er mest påvirket av korrosjon etter rensing. Overflaten er betydelig mer hullete og kan likne på et duktilt brudd med dimpler av ulik størrelse.

5.4.6 Makromønster ved ulike korrosjonstider på sprøbrudd

Figur 4.22 viser lysmikroskopbilder av dagsprøver, ukesprøver og månedsprøver. Makromønster som små plane overflater kan observeres etter rensing etter ett døgn i c) og etter en uke i f). Dags -og ukesprøvene har også en glans-aktig og reflekterende overflate som kjennetegner sprøbrudd. Selv om det ser ut som at ukesprøven i e) har mer korrosjonsprodukter på overflaten enn dagsprøven i b), virker det som at ukesprøven er gjenkjennelig som sprø på grunn av sin reflektivitet og sine små plane overflater. De sprø månedsprøvene kommer som nevnt tidligere fra prøver med “grå-aktige” overflater. Disse overflatene har ikke de typiske små plane flatene som gjør sprøbrudd spesielt gjenkjennelige. De er til en viss grad reflektive både før og etter rensing. Alle tre overflatene har en relativt jevn overflate før og etter rensing som gjør at de lettere kan gjenkjennes som sprøbrudd på makronivå.

5.5 Korrosjonstest på utmattingsbrudd

Det ble lagt mest vekt på striasjonsliknende struktur når utmattingsprøvene skulle tas bilder av og diskuteres. Det har blitt antatt at det er striasjonsliknende struktur på disse utmattingsprøvene da det virker som om det er sprekkvekstfasen det er tatt SEM-bilder av og ikke initieringen eller restbruddet. Dette kommer av at initieringsfasen forklares som en fase med typisk kløvningstruktur. Disse utmattingsprøvene virker ikke å ha typiske kjennetegn på kløvningbrudd, basert på utseende i SEM.

5.5.1 Mikromønster på utmattingsbrudd etter korrosjon i ett døgn

Figur 4.23 viser bilder av en utmattingsprøve som har korrodert i ett døgn. Bilde a) og b) viser prøven før og etter rens i 10% saltsyre på 200x. Bruddoverflaten virker her å være relativt uforandret bortsett fra at det kan virke som at små hull har dukket opp. Før korrodering virker overflaten til å ha et “striasjonslignende mønster” over hele overflaten der forskjellige deler av overflaten følger samme retning. Mindre sprekker i overflaten som kan ligne sekundærsprekker følger også denne retningen. Dermed virker hele bruddoverflaten som et utmattingsbrudd grunnet at alt følger dette mønsteret. Merk at striasjonslignende mønster ikke er det samme som faktiske striasjoner. Det lignende mønsteret består av forskjellige flater og høyder i varierende størrelser som følger samme retning. De minste strekene i dette mønsteret til høyre for bildet er fortsatt tydelig etter rensing på 200x. Bilde c) og d) på 500x viser enda tydeligere at det har dukket opp nye hull. Det samme gjør bilde e) og f) på 1000x. Her har mindre streker i det striasjonslignende mønsteret holdt etter korrodering.

Overflaten i Figur 4.24 ble eksponert for 20% saltsyre etter å ha korrodert i ett døgn. Det kan se ut som at overflaten også her har et striasjonslignende mønsteret med nokså jevne og uniforme streker som går opp mot høyre hjørne over hele flaten. Bilde a) og b) på 200x virker relativt like. Det striasjonslignende mønsteret virker uforandret, men det er noe usikkert grunnet ulik kontrast. På bilde c) på 500x kan det virke som det er en del små korrosjonsprodukter, spesielt til høyre for bildet. Dette sammen med at bildet virker mindre fokusert enn bilde d), gjør at det blir vanskelig å si om de minste strekene i mønsteret etter rensing har vært der fra før og holdt seg intakt. Det kan også hende at disse strekene har kommet av korrosjonen og egentlig er et “korrosjonsmønster”. Det er striasjonslignende streker til venstre som fortsatt virker intakt etter rens. Det samme fenomenet kan observeres på bilde e) og f) i 1000x. Her har det kommet flere små hull og striper etter rensing.

Prøver som ble korrodert i et døgn og som ble rensset i Alconox er gitt i Figur 4.25. Det virker som det var en del korrosjonsprodukter før rensing og selve korrosjonstesting som vist i a). En striasjonsliknende struktur kan fortsatt observeres under korrosjonen. Bilde b) viser at korrosjonen er rensset bort og at det fortsatt kan se ut som en striasjonsliknende struktur. På bilde c) og d) på 500x kan det virke som at det samme fenomenet som nevnt over kan gjelde her også. Etter rensing virker det som at det har dukket opp flere hull og flere striasjonsliknende linjer. Disse linjene som trolig kan komme av korrosjon som beskrevet i 5.3, kommer tydeligere frem i bilde f) på 1000x. Det kan se ut som at nivåene i det striasjonsliknende mønsteret i bilde e) er intakt, men de har fått flere linjer grunnet korrosjon.

5.5.2 Mikromønster på utmattingsbrudd etter korrosjon i en uke

I Figur 4.26 er det gitt bilder av en utmattingsprøve som har korrodert i en uke og blitt rensset i 10% saltsyre. I a) virker det til å være en striasjonsliknende struktur langs hele overflaten. Denne er fortsatt synlig etter korrosjon som vist i b). Bruddet virker å beholde samme form og struktur etter korrodering. Etter korrosjon har flere hull blitt tydelige og bruddflaten får et korrosjonsmønster som forklart tidligere. På bilde c) og d) kommer effekten av korrosjon tydeligere fram. Det er også en sekundærsprekk som har blitt tydelig etter korrosjon og rensing. Denne sprekkene virker å være fylt med støv eller korrosjon før korrosjonstesting. Flere av de øverste flatene i strukturen er borte da bruddoverflaten virker jevnere etter korrosjon. I d) ser en et korrosjonsmønster over hele overflaten, samtidig som at det striasjonsliknende mønsteret har blitt tynnere enn det det var i c). Linjene i dette mønsteret blir muligens angrepet grunnet at de er svært tynne. Disse vil også kunne oppføre seg som kanter (steps) der atomene i kantene vil kunne oksideres lettere. Tykkelsen på linjene vil som på de små kløvningstrinnene, gjøre at disse kan oksideres raskere vekk enn for eksempel en tykkere flate. Korrosjonsmønsteret virker å følge det striasjonsliknende mønsteret da flere linjer etter korrosjon ligner noe på striasjonslinjer. I f) kommer sekundærsprekken i midten av bildet og korrosjonsmønsteret tydeligere fram. Her også virker det som at korrosjonsmønsteret har fulgt striasjonsliknende linjer i strukturen. Det kan virke som at de striasjonsliknende linjene som var i e) har forsvunnet etter korrodering siden linjene som er igjen virker som et korrosjonsmønster. Dermed er det utfordrende å se at dette er et utmattingsbrudd etter rensing på 1000x.

Figur 4.27 viser bilder av en utmattingsprøve som har korrodert en uke og blitt rensset i 20% saltsyre. Denne prøven har en bruddoverflate som kan ligne en sprø struktur med store høydeforskjeller. Her er det skarpe overganger mellom høydene. Det er også relativt plane overflater på de høyeste områdene som også har vært på de sprø overflatene. Det som skiller dette bruddet fra et sprøtt brudd er det striasjonsliknende mønsteret som følger store deler av overflaten. Dette mønsteret er til en viss grad fortsatt tilstede etter korrodering, som vist i b). Det striasjonsliknende mønsteret har blitt skadet da flere av sprekkene i mellom de forskjellige flatene ikke lenger er synlige. Overflaten virker jevnere, noe som spesielt kommer fram ved 500x og 1000x. I c) og d) kan en se at alle de forskjellige flatene i strukturen har blitt jevnet ut. På høyre side i c) er det tett med tynne striasjonsliknende linjer. I d) virker det som at disse har forsvunnet. På de høyere forstørrelsene forsvinner det striasjonsliknende mønsteret. I d) og f) er det ikke lenger mulig å se kjennetegn som ligner et utmattingsbrudd grunnet at overflaten virker ujevn med linjer som går i mer tilfeldige retninger.

En utmattingsprøve som har korrodert i en uke og blitt rensset med Alconox er vist i Figur 4.28.

I a) ser en at det er en jevn bruddoverflate med lite høydeforskjeller og ingen skarpe overganger. Her er det også et striasjonslignende mønster over hele overflaten. Etter korrosjon dukket det opp flere sirkulære hull på overflaten, som vist i b) som kan likne dimpler. Overflaten virker enda jevnere etter korrodering. I d) ser en flere sirkulære hull etter korrosjon. Her ser en at korrosjonsmønsteret følger det striasjonslignende mønsteret, slik at en fortsatt kan se retningen dette mønsteret gikk før korrosjon. I f) ser en også dette da de største kantene fortsatt er tilstede etter korrosjon. Denne bruddoverflaten kan virke noe duktil etter rensing grunnet at noen hull kan ligne dimpler. Hvis ikke alle de striasjonslignende strekene hadde gått i samme retning kunne bruddflaten blitt feiltolket som et duktil brudd.

5.5.3 Mikromønster på utmattingsbrudd etter korrosjon i en måned

Figur 4.29 viser bilder fra et utmattingsbrudd som har korrodert i en måned og blitt rensert i 10% saltsyre. I a) og b) ser en den overordnede strukturen. Her har bruddoverflaten små høydeforskjeller og større flater enn det som ble observert ved flere ukesprøver. Flere av disse flatene virker relativt plane. Her er det også et striasjonslignende mønster langs hele overflaten. I forhold til ukesprøvene virker dette mønsteret mindre synlig da overflaten har færre og bredere flater. I c) og e) er det fokusert på en flate som virker noe plan. Etter korrodering kan en se et tydelig korrosjonsmønster på denne flaten, og at den har blitt avrundet. Etter korrodering og rensing virker det ikke som at det er noe striasjonslignende mønsteret tilstede på de høyere forstørrelsene. På 200x er det striasjonslignende mønsteret fortsatt litt synlig. Dette er på grunn av at sekundærsprekkene fortsatt er synlige og følger samme retning. Grunnet at det striasjonslignende mønsteret er lite synlig i a) så virker ikke bruddflaten som et spesielt tydelig utmattingsbrudd etter korrodering.

Et utmattingsbrudd som har korrodert i en måned og blitt rensert i 20% saltsyre er vist i Figur 4.30. I a) er det igjen et heldekkende striasjonslignende mønster langs hele overflaten. Her er dette mønsteret tydeligere da alle flatene på overflatene er smalere enn de var på overflaten i Figur 4.29. Etter korrosjon er ikke dette mønsteret lenger tilstede. Alle flatene virker plane og glatte. Det har også dukket opp flere nye hull, og sekundærsprekkene på høyre side har blitt tydeligere. I c) kan en se at denne sprekken hadde støv eller korrosjon i seg før korrodering. I d) eller f) er heller ikke det striasjonslignende mønsteret synlig etter korrosjon. Det er bare et svakt korrosjonsmønster på overflaten etter korrodering. Her virker strekene å gå i relativt tilfeldige retninger. Etter korrodering og rensing minner ikke bruddoverflaten om et utmattingsbrudd lenger.

I Figur 4.31 er det gitt bilder fra et utmattingsbrudd som har korrodert i en måned og blitt rensert med Alconox. Den overordnede strukturen i a) kan minne om en sprø struktur da bruddoverflaten har flere høydeforskjeller med skarpe og rette overganger. Hele overflaten har et striasjonslignende mønster med flere sekundærsprekker som følger samme retning. Her er det også flere flater på overflaten som flere av de andre prøvene også har hatt. Etter korrosjon er fortsatt det striasjonslignende mønsteret synlig da flere sekundærsprekker i mellom flatene har blitt tydeligere. Dermed ser en fortsatt de forskjellige flatene etter korrosjon. Flere av de mindre flatene har blitt jevnet ut til større flater. Grunnet det tydelige striasjonslignende mønsteret ser bruddoverflaten fortsatt ut som et utmattingsbrudd etter rensing, men det har blitt mindre tydelig. Dette er på tross av at høydeforskjellene og de skarpe overgangene fortsatt er tilstede, som kan likne kjennetegn på et sprøtt brudd. I d) kan en se at flere av flatene før korrodering har blitt angrepet og avrundet. Dette kan en også se i f) der flatene ser skadet ut etter korrodering. Det

virker også som at flaten nederst til venstre enten er borte eller veldig redusert.

5.5.4 Sammenlikning av korrosjonstider på utmattingsbrudd

Etter et døgn med eksponering i korrosivt miljø virker bruddoverflatene å være relativt intakte. Det ble ikke observert store endringer på den overordnede strukturen på overflaten. Selv på større forstørrelser virker det som at kanter og mindre flater har beholdt form og geometri. De største synlige forskjellene kommer mest sannsynlig fra korrosjon eller støv som lå på prøven før testing. Etter rensing har dette blitt fjernet fra sprekker og hull, og gjort disse tydeligere. Dermed har det generelle striasjonslignende mønsteret på prøvene blitt enda tydeligere etter korrosjon og rensing. Det har også dukket opp et korrosjonsmønster på alle prøveoverflatene. Det virker som at dette korrosjonsmønsteret følger det striasjonslignende mønsteret på prøvene. Etter ett døgn eksponering virker fortsatt bruddoverflaten gjenkjennelig som et utmattingsbrudd etter rensing på grunn av det striasjonslignende mønsteret.

Etter en ukes eksponering virker utmattingsbruddene å være mer skadet. Flere av bruddoverflatene består av en samling av mange små flater og høydeforskjeller på bruddoverflaten. Etter korrosjon virker disse å bli jevnet ut. Dette gjør i noen tilfeller at det overordnede striasjonslignende mønsteret blir mindre tydelig. Utenom dette virker den overordnede strukturen å holde seg siden de største kantene og områdene fortsatt er gjenkjennbare. Det virker som at de minste linjene fra det striasjonslignende mønsteret tar store skader etter en ukes eksponering. Etter en ukes eksponering får overflaten et tydelig korrosjonsmønster som virker å følge det striasjonslignende mønsteret. Korrosjonen har i noen tilfeller forårsaket overflater med dimpel-formede hull som gjør det vanskeligere å skille utmatting -og duktile brudd. Generelt kan bruddflaten i noen tilfeller fortsatt se ut som et utmattingsbrudd etter korrosjon siden det striasjonslignende mønsteret og overordnet struktur fortsatt er tilstede.

Månedsprøvene har hatt varierende grad av angrep på overflatene. To av overflatene hadde fortsatt et svakt striasjonslignende mønster etter korrosjon. På den siste prøven er overflaten angrepet så kraftig at det ikke er mulig å se noen form for striasjonslignende mønster. Denne prøven har også hatt store angrep på den overordnede strukturen der det virker som at mindre flater før korrosjon har blitt jevnet ut. De to andre prøveoverflatene har fortsatt synlige flater og noen synlige striasjonslignende mønster. Dette mønsteret har opplevd en del skader. Flere av flatene virker avrundet. Månedsprøvene har også fått tydelige korrosjonsmønstre. Her virker det ikke som at disse følger striasjonsmønsteret som på prøvene som korroderte ett døgn og en uke. Dermed er ikke det striasjonslignende mønsteret synlig på de høyeste forstørrelsene. Den bruddoverflaten som er minst skadet kan fortsatt se ut som et utmattingsbrudd etter korrosjon. Det bruddet som har opplevd størst skade kunne muligens ha blitt utvekslet med et sprøtt brudd etter rensing. Dette er fordi overflaten virker å ha brede og plane flater med noen skarpe overganger.

Det er tydelige forskjeller mellom hver korrosjonstid, men noen skader dukker opp uavhengig av tiden. Det virker som at korrosjonsmønsteret alltid blir tydelig på bruddoverflatene uansett korrosjonstid. Korrosjonsmønsteret virker dypere og synligere etter økende korrosjonstid. På noen av prøvene virker det som at korrosjonsmønsteret følger det striasjonslignende mønsteret. Dette gjør at flere av ukedagprøvene og dagsprøvene fortsatt virker å ha et synlig striasjonslignende mønster. Dette igjen gjør at disse bruddoverflatene kan se ut som utmattingsbrudd etter korrosjon. Det striasjonslignende mønsteret sammen med sekundærsprekke i samme retning,

gjør at bruddoverflatene skiller seg ut fra for eksempel sprøbrudd. Generelt virker det som at det som angripes hardest etter lengre korrosjon er de små flatene på overflaten. Disse har en tendens til å jevnes ut og gjøre at hele overflaten virker generelt jevnere etter en uke og en måned. Dette gjør at bruddoverflatene kan ligne mindre på utmattingsbrudd. Den største overordna strukturen som større kanter og flater virker å holde seg, selv etter en måned med korrosjon. Dette gjør at den ene månedsprøven fortsatt ligner et utmattingsbrudd etter korrodering og rensing.

Mengden korrosjon etter ett døgn, en uke og en måned er gitt i Figur 4.32. Det kan tydelig observeres at månedsprøvene har et tykkere oksidlag jevnt over på hele overflaten i c). Mengden korrosjon etter ett døgn og en måned er igjen vanskeligere å skille. Det er dog her også mulig å se at korrosjonen har påvirket overflaten i større grad etter en uke som vist i d), enn ett døgn som vist i b). Som nevnt over virker det også her som at månedsprøvene blir hardest påvirket av korrosjon da kanter virker avrundet og det er ikke tydelige tegn på faktiske striasjoner, ett striasjonsliknende mønster eller sekundære striasjoner.

5.5.5 Makromønster ved ulike korrosjonstider på utmattingsbrudd

Figur 4.33 viser forløpet på korrosjon og effekten av korrosjon på makronivå. Det er tydelig at det ligger mer korrosjon på overflaten etter en måned som vist i h). Dagsprøven og ukedagen er vanskeligere å skille basert på bildene med korrosjon. Etter rensing virker det som at prøven som har korrodert i en måned er mørkere i området det var mye korrosjon. Det makroskopiske mønsteret med tydelige linjer er fortsatt gjenkjennelig selv der det ser ut som at prøven er hardest korrodert. På makronivå virker månedsprøven gjenkjennelig som ett utmattingsbrudd hvis det ses i forhold til de sprø månedsprøvene. Det samme gjelder følgelig for dags -og månedsprøvene.

5.6 Usikkerhet ved eksperimentelt arbeid

Det gjort flere endringer av utførelsen av laboratoriearbeidet under forsøket på grunn av at det dukket opp uforventede avvik eller muligheter for forbedringer av det en originalt hadde planlagt. Dette gjelder blant annet utskifting av saltvann i korrosjonsbadet og instillinger i SEM som har ført til endring av parametere og høyere usikkerhet ved forsøket.

5.6.1 Usikkerhet ved saltvannsbadet

Når prøver ble eksponert for saltvannet i saltvannsbadet begynte de å korrodere allerede etter én dag. Dette gjorde at vannet fikk en brunlig farge grunnet jernoksidet. Som forklart i teorien vil en økt ionekonsentrasjon senke korrosjonshastigheten på prøvene. Dette vil bety at en av de første prøvene som ble plassert i badet vil kunne korrodere raskere enn for eksempel en prøve som ble plassert i badet noen dager senere. Dette var ikke gunstig da dette kunne gi et dårligere sammenligningsgrunnlag mellom prøvene fordi de ville ha korrodert ulikt. For å minske forskjellene ble det bestemt at deler av saltvannet skulle byttes ut etter bestemte tidsintervaller. Dette ble bestemt etter første bytte, som ble gjort to dager etter at de første prøvene ble satt inn. Etter dette ble ca. fire liter saltvann byttet ut etter fem dagers mellomrom. Dette ble gjort fram til stenging av universitetscampus grunnet pågående pandemi. Etter dette ble ikke vannet byttet i saltvannskaret. Prøvene som fortsatt lå i badet mens campus var stengt ble hentet opp av laboratorieingeniør etter planlagt tid. Disse prøvene lå derfor i samme saltvann i ca. 18 dager uten at deler av vannet ble byttet ut. I følge beregningene gjort i 3.3.1 skulle det vært mulig å

korrodere opp til 45 prøver samtidig i saltvannsbadet uten å få store påvirkninger på korrosjonshastigheten. Det lå maksimalt opp til ca. 20 prøver i badet samtidig under forsøket. Dermed er det lite sannsynlig at ionekonsentrasjonen har hatt stor innvirkning på resultatene.

5.6.2 Usikkerhet ved SEM

På grunn av forskjellige innstillinger i SEM ble det i 5.1.1 påpekt at det var usikkert om nye hull oppstod som et resultat av rensing eller ikke. Innstillinger som kontrast, lysstyrke og fokus varierte med hver prøve som ble tatt bilder av igjennom hele forsøket. Spesielt lysstyrke og kontrast varierte også på samme prøve både som følge av brukere og av selve verktøyet SEM. Det ble også benyttet flere ulike filament da de røyk etterhvert som forsøket pågikk. Bildekvaliteten, spesielt med tanke på fokuset som kunne oppnås, varierte også stor grad. Siden innstillinger ikke ble holdt konstant igjennom forsøket, men varierte i stor grad, kan sammenlikningsgrunnlaget mellom SEM-bildene ha blitt begrenset og mer usikkert. Små detaljer som små hull og linjer kan ha virket å være borte etter rensing, men kunne vært til stede med optimert kontrast og fokus. Figur 4.6 illustrerer antydninger til dette da eksempelvis små linjer anses som borte etter rens på 500x som beskrevet i 5.1.2. Etterbildet virke å være mindre fokusert og kjennetegn ellers på 1000x virker å være intakt. Dette kan tyde på at det er fokuset som “fjerner” små striper og ikke saltsyren.

Hull kan også ha blitt forvekslet med støv eller løse partikler. I Figur 4.6 a) kan det se ut som det er to store hull før rensing. Det største av disse hullene er borte etter rensing. Ingen del av teorien indikerer at hull kan fjernes ved syre med mindre overflaten ble såpass angrepet at store deler av flaten ble rensert bort. Dette virker dog ikke å være tilfellet her da overflaten ellers virker å være fullstendig intakt. Derfor kan det virke som at det kan ha vært støv eller en løs partikkel som har falt av eller blitt fjernet etter rens.

6. Konklusjon

- Etter å ha rensset polerte, utmattings -og sprø bruddoverflater i henholdsvis Alconox og saltsyreløsninger, ble det observert i SEM at effekten av rensedmidlene var minimale. Alconox virket ikke å skade basemetallet etter 30 minutters rensetid. Dette ble dog kun basert på observasjoner av én polert bruddoverflate. Testingen av syrekonsentrasjonene på overflatene ga ingen synlige initierte hull eller større eksisterende hull. Dette indikerer at det ikke har skjedd noen oppløsning av basemetallet i stor grad, som igjen kan indikere at inhibitoren Hexamin har fungert effektivt og beskyttet overflaten. Siden det ikke ble observert noen større skade eller nye initierte hull etter 20% saltsyreløsning, kan det virke likegyldig om det benyttes 10% -eller 20% saltsyreløsning. Dette er igjen basert på få tester.
- Etter å ha benyttet ett minutt rensetid med 10% saltsyreløsning og 20% saltsyreløsning på de fleste bruddoverflater, virker det som at korrosjon etter ett døgn, en uke og en måned er fjernet tilstrekkelig for å kunne vurdere bruddoverflaten under. I tillegg virker 10 minutters rensetid i saltsyreløsningene mer skadelig for basemetallet enn ett minutt. På grunnlag av dette kan ett minutt rensetid i saltsyreløsning være å foretrekke sammenlignet med lengre tidsintervaller.
- Det virket ikke som om rensedmidlene hadde noen tydelig merkbar effekt verken på de korroderte prøvene eller overflatene som ble brukt for å teste rensedmidlene. Det vil si at rensing av korrosjon ikke virker å ha merkbart degradert mikromønsteret. Mikromønsteret virker å degraderes i hovedsak som en konsekvens av korrosjon.
- Mikrostrukturen på utmattingsbrudd og sprø bruddoverflater virker å være gjenkjennelige etter å ha korrodert i ett døgn og blitt rensset. Etter en uke med korrodering virker både utmattingsbruddene og de sprø bruddoverflatene å være gjenkjennelige i ulik grad. Mye grunnet dimpel-liknende hull som kom av korrosjon. Etter en måned med korrodering virket sprøbrudd å være såpass skadet at grunnlaget for å kunne gjenkjenne bruddtypen blir svært redusert. Utmattingsprøvene etter en måned med korrodering virket dog å kunne være gjenkjennbart i noen tilfeller, men det kan også være mulig å forveksle duktile, sprø -og utmattingsbrudd.
- Makrostrukturen på utmattingsbrudd og sprø bruddoverflater virket ikke å være spesielt degradert som følge av korrosjon. Sprøbrudd før og etter kunne gjenkjennes på den generelt flate overflaten som indikerer lite eller ingen plastisk deformasjon. Små plane og reflekterende overflater gjorde også at bruddoverflatene uavhengig av tid kunne anses som sprø. Makromønsteret på utmattingsbruddet med tydelige linjer virket også intakt i stor grad. Blir det tatt utgangspunkt i bruddoverflatene benyttet i dette forsøket vil overflatene fra utmattingsbruddet kunne gjenkjennes som utmattingsbrudd på makronivå, sammenlignet med de sprø bruddoverflatene.

De polerte overflatene som ble korrosjonstestet fikk tydelige merker som formet et mønster på overflaten etter alle eksponeringstidene. Slike mønster kan komme av korrosjonen siden tilsvarende merker ikke dukket opp under testing av rensedmidler. De polerte prøvene fikk også større hull etter korrodering i motsetning til de polerte prøvene som ble testet for rensedmidler. Overflatene kan tenkes å ha blitt dekket av et jevnt korrosjonsmønster etter korrodering som følge av generell korrosjon. Dette kommer også av at prøvene fortsatt virket å ha en uniform høyde. Stålet ble også antatt å være ulegert og prøven ble eksponert for en elektrolytt som er kriterier for at generell korrosjon kan oppstå.

Sprø bruddoverflater som ble korrodert i ett døgn virket å være gjenkjennelige etter rensing. Små kjennetegn på mikromønsteret som fjærmerker og mindre kløvningstrinn kunne observeres etter korrodering. Disse mikromønstrene ble skadet og mindre gjenkjennbare etter en uke med korrodering. Hvilke kjennetegn som korroderte bort var avhengig av størrelsen på dem. De minste fjærmerkene, kløvningstrinnene og tungene ble korrodert bort. De største kløvningstrinnene og overordnet struktur som indikerte lite plastisk deformasjon kunne fortsatt observeres. Alle bruddoverflatene ble identifisert som sprøbrudd grunnet at overflatene besto av plane flater og skarpe og rette overganger mellom høydene i bruddet. På denne måten var prøvene som ble korrodert i en uke fortsatt gjenkjennelige som sprø brudd. Dette var derimot ikke tilfellet for sprø prøver som ble korrodert i en måned. Kjennetegn som fjærmerker og større kløvningstrinn ble korrodert bort. De skarpe kantene ble så avrundet at overflaten ikke lenger virket sprø. På grunn av flere sirkulære hull kunne noen lignet på duktile brudd med dimpler. Etter å ha sammenlignet med sprøbrudd etter en måned, virket disse bruddtypene å likne veldig på hverandre. Dermed kunne ikke overflatene med sikkerhet antas å være sprø bruddoverflater.

Bruddflater som kom fra ett utmattingsbrudd virket også å være gjenkjennelige etter ett døgn med korrodering. På den største forstørrelsen i SEM kunne det striasjonsliknende mønsteret fortsatt virke intakt. Det var dog tilfeller der det ble vanskelig å skille mellom et mønster forårsaket av korrosjon og det som ble antatt å være ett striasjonsliknende mønster i dette forsøket. Uavhengig av dette virket fortsatt bruddoverflaten gjenkjennelig som et utmattingsbrudd etter rensing. Én uke med korrosjon virket å skade det striasjonsliknende mønsteret i større grad. Korrosjonsmønsteret ble også tydeligere. Dette gjorde at det ble enda vanskeligere å skille mellom effekten av korrosjon og det striasjonsliknende mønsteret. Den overordnede striasjonsliknende strukturen var dog til stede som gjør at bruddoverflaten kan gjenkjennes som et utmattingsbrudd etter en uke med korrodering i noen tilfeller. Månedsprøvene varierte i graden på skaden forårsaket av korrosjonen. I noen tilfeller kunne korrosjonsmønsteret likne striasjoner og den overordnede strukturen var fortsatt gjenkjennelig etter rensing. Andre overflater ble såpass skadet av korrosjonen at det striasjonsliknende mønsteret forsvant. Overflaten ble jevnet ut og etterlatt med en kraterliknende eller også dimpel-liknende struktur. Dette gjorde at bruddoverflaten ikke kunne med sikkerhet antas å være fra et utmattingsbrudd. Det kunne i tillegg ført til at bruddoverflaten kunne blitt utvekslet med et sprøtt brudd etter rensing. Bruddoverflaten til utmattingsbruddet ble jevnet ut så mye at det kunne ligne de plane flatene i et sprøtt brudd etter korrosjon. Kantene lignet også de avrundede kantene i et sprøtt brudd etter en måneds korrodering.

7. Videre arbeid

7.1 Endringer på korrosjonsbadet

I det utførte forsøket kunne endringer på korrosjonsbadet ha gitt tryggere resultater med mindre variabler. Et eksempel på dette kunne vært en bedre luftsirkulasjon i badet. Luftsirkulasjonen ble satt opp ved å teipe en luftslange i enden av karet som vist i Figur 3.9. Prøvene ble plassert i den andre enden av badet. Det er ikke sikkert at dette ga en jevn luftsirkulasjon i hele badet. Hvis dette er tilfellet vil ikke alle prøver ha korrodert likt i badet, da de prøvene med best tilgang til oksygen vil kunne oksidere lettere. Som forklart i 2.2.3 er korrosjon avhengig av oksygen, der en lavere oksygentilgang vil gi lavere korrosjonshastighet. Det kan da for eksempel tenkes at prøvene som sto på samme side av karet som luftslangen vil ha fått en bedre oksygentilgang enn de som sto på den andre siden. Disse vil da ha kunnet korrodere raskere. I 2.3.3 ble det fortalt at karbonstålprøver fikk en høyere korrosjon på kantene under forsøket. Dette ble antatt av å komme fra sirkulasjonen da kantene ville oppleve mer turbulent strømming og at korrosjonsprodukter ville falle enklere av her. Dermed kunne ikke disse beskytte mot videre korrosjon. Hvis prøvene som lå på samme side av luftslangen opplevde mer turbulent strømming kan disse ha hatt en høyere korrosjonshastighet enn prøvene som lå på den andre siden på grunn av dette. Hvis luftsirkulasjonen har vært ujevn på hver enkelt prøve kan også enkelte deler av prøven ha korrodert raskere enn andre.

Skulle alle prøver ha korrodert helt likt burde hver enkelt prøve ha hatt sitt eget korrosjonsbad med egen luftsirkulasjon. På denne måten kunne en lettere forsikre seg om at alle prøver opplevde samme luftsirkulasjon under korrosjonstesting. Dette ville også gjort at korrosjonshastigheten ikke ville blitt påvirket av andre prøvers korrosjon i badet som forklart i 5.6.1. Under dette forsøket ble alle prøver korrodert ved romtemperatur. Det er ikke sikkert om at temperaturen i rommet som ble brukt for korrosjonstesting har vært konstant igjennom hele forsøket. For å få sikrere resultater kunne temperaturen på badene ha hatt en konstant og kontrollert temperatur. Hvis ønskelig kunne også temperaturen senkes eller økes for å etterligne et bestemt klima som for eksempel Norskehavet.

For å få mer realistisk korrosjon på prøvene kunne det også ha blitt benyttet ekte sjøvann over en saltvannsløsning. Ekte sjøvann inneholder flere salter som ikke vil være tilstede i en vanlig saltvannsløsning som den som blir brukt i dette forsøket. Flere salter vil kunne gi andre korrosjonshastigheter ved at det dannes nye forbindelser. Eksempelvis kalsium og magnesiumsalter vil kunne gi et beskyttende belegg under riktige forhold.

For sammenligning er det også mulig å korrodere prøvene på andre måter enn ved et vannbad. For eksempel kan prøver korroderes atmosfærisk i et marint miljø. Her vil det være mulig å se hvordan forskjellige bruddtyper og deres mikrostruktur vil angripes i et annet miljø. Kor-

roderingen av prøvene kunne skjedd ved hjelp av et salttåkekammer eller ved å for eksempel plassere prøvene på et høyt sted i riktig atmosfære. Hvis prøvene korroderes ute vil de også oppleve varierende temperatur og luftfuktighet på grunn av værforhold. Dette vil kunne gi et bilde på hvordan bruddflater over havnivå i en marin atmosfære korroderer over tid i forhold til bruddflater som ligger under havoverflaten.

7.2 Benytte andre korrosjonstider

Ved å benytte flere korrosjonstider i forsøket kan en få en bedre kartlegging av hva slags effekt korrosjon har på bruddoverflater. En mulighet kan være å eksponere prøver for en lengre periode enn en måned, som for eksempel to til tre måneder. Dette vil gi resultater med større skade enn det som ble funnet ved månedsprøvene i dette forsøket. Dette kan gi en bedre forståelse på hvordan langtidseksponering påvirker en bruddoverflate. Det vil også kunne gi sammenligningsgrunnlag med for eksempel en bruddflatene fra felt, som har korrodert i en lengre tid. Stålet som ble brukt i dette forsøket hadde en lav korrosjonsmotstand. To til tre måneder med korrodering ville trolig ødelagt størsteparten av mikroskopiske kjennetegn. Lengre korrosjonstid ville dermed kunne vært mer nyttig for mer korrosjonsbestandige stål for de mikroskopiske kjennetegnene. De makroskopiske kjennetegnene virker å holde seg bedre enn de mikroskopiske etter en måned med korrosjon. Dermed kunne en lengre korrosjonstid vist hva slags skader de makroskopiske kjennetegn ville fått etter lengre tid. Da kunne det også blitt mulig å se hvor lenge bruddflatene kunne korrodere før de blir så skadet at hverken mikroskopiske eller makroskopiske kjennetegn fortsatt er synlige.

Det vil også være mulig å korrodere prøver i en kortere tidsperiode som for eksempel én time. Dette vil kunne gi resultater som forteller hvordan bruddflatene blir angrepet etter kort tid i saltvannsbadet. Dermed kan en for eksempel se hvilke kjennetegn på bruddflaten som angripes først. Dette vil sammen med resultatene fra de andre korrosjonstidene, kunne gi en bedre oversikt over hvordan en bruddflate angripes i løpet av et tidsforløp med korrosjon. Dette kunne for eksempel blitt brukt som en referanse for å få et grovt estimat på hvor lenge en overflate har korrodert i sitt gitte miljø.

7.3 Testing av rensemidler som eget forsøk

I dette prosjektet/forsøket gikk testingen av rensemidlene mest ut på å observere hva som ville skje med de ulike overflatene ved eksponering. Det ble kun testet ett rensemiddel på én prøve av hver bruddtype med unntak av polerte overflater. To polerte overflater ble testet med samme rensemiddel. Effekten av for eksempel syre kan ut i fra teorien typisk være gropkorrosjon. Å teste én bruddoverflate på ett rensemiddel vil dog ikke være gunstig for å undersøke denne type korrosjon da gropkorrosjon kan anses som å være et stokastisk fenomen. For å kunne etablere virkningen av saltsyre på ulegert stål kunne det derfor ha blitt gjort en mer stokastisk studie som da ville innebære flere tester av samme rensemiddel på samme bruddoverflate. Flere paralleller ved testing av rensemidlene ville også kunne gjort grunnlaget for å kunne skille mellom effekten av rensemidler og effekten av korrosjon fra korrosjonstesten, mer sikkert. For å kunne med høyere sikkerhet fastslått effekten av Alconox ved de ulike rensetidene, kunne det også blitt testet flere paralleller ved ulike rensetider.

Det kunne også blitt lagt vekt på å etablere en oversikt over hvor godt rensemidlene faktisk fjerner korrosjon. I dette forsøket ble det tatt utgangspunkt i standarden ASTM G131-96(2016)e1 [62] og ulike renseløstider ble testet ut som vist i Tabell 3.4. Ut i fra resultatene fra testingen av saltsyre på overflater ble det antatt at å rense overflater i ett minutt vil kunne være mindre skadelig for overflatene enn 10 minutter. Ut i fra dette igjen virker det som om at økt renseløstid øker sannsynligheten for skader på basemetallet. Systematisk testing av ulike rensemidler på korroderte prøver kunne da blitt brukt for å finne den laveste renseløstiden (mindre enn ett minutt) som fortsatt fjerner nok korrosjon for å kunne vurdere mikromønsteret på bruddoverflaten. Å systematisk etablere en oversikt over hvor godt rensemidlene fjerner korrosjonen kunne da bidra til at effekten av rensemidlene blir så minimal som mulig ved å redusere renseløstiden.

7.4 Registrere vekttap

Det ble ikke registrert vekttap under dette forsøket. Ved å registrere vekttapet etter et døgn, en uke og en måned kunne dataene blitt brukt til å sammenlikne hvor mye av mikroskopiske kjennetegn som ble borte, med hvor mye av metallet som ble korrodert vekk. Ved å etablere en grundigere oversikt over flere korrosjonstider kunne den målte graden av korrosjon blitt brukt for å se om det er en sammenheng mellom gjennomsnittlig materialtap og kjennetegn som korroderes bort.

Bibliografi

- [1] Hayes MD, Edwards DB, Shah AR. 1 - Introduction. In: Hayes MD, Edwards DB, Shah AR, editors. *Fractography in Failure Analysis of Polymers*. *Plastics Design Library*. Oxford: William Andrew Publishing; 2015. p. 1 – 5. Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780323242721000015>.
- [2] Stumpff PL. *Fractography*. In: *Composites*. ASM International; 2001. Available from: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v21.a0003466>.
- [3] Rethwisch D G & Callister W D . *Materials Science and Engineering, 9th Edition, SI Version*. John Wiley & Sons Inc; 2014.
- [4] Rethwisch D G & Callister W D . *Online Support Module MECHANICAL ENGINEERING*. John Wiley & Sons Inc; 2014. Hentet: 15.05.2020.
- [5] NOU 1981:11. "Alexander L. Kiellandulykken. Universitetsforlaget; 1981. Available from: http://urn.nb.no/URN:NBN:no-nb_digibok_2007062804027.
- [6] Paust T. De hoppet rett i døden [Internett]. *Nettavisen*; 27.03.10 [oppdatert 27.09.11; Hentet 20.05.2020]. ;Available from: <https://www.nettavisen.no/nyheter/--de-hoppet-rett-i-doden/2869739.html>.
- [7] Kjelsen CL. Norsk Metallurgisk Selskaps 75-årsjubileum. 2011;Available from: <https://www.polyteknisk.no/wp-content/uploads/2020/03/Norsk-Metallurgisk-Selskap-1936-2011.pdf>.
- [8] National bureau of standards. *The Economic Effects of Fracture in the United States* [Internett]. Washington, DC 20234; 1983 [Hentet 20.05.2020]. Special publication 647-1. Available from: <https://www.govinfo.gov/content/pkg/GOVPUB-C13-f4e5346c0d18781656463ed637910e99/pdf/GOVPUB-C13-f4e5346c0d18781656463ed637910e99.pdf>.
- [9] Melchers RE, Jeffrey R. Early corrosion of mild steel in seawater. *Corrosion Science*. 2005;47(7):1678–1693.
- [10] Lane G, Ellis J. The examination of corroded fracture surfaces in the scanning electron microscope. *Corrosion science*. 1971;11(9):661–663.
- [11] International Organization for Standardization. ISO 4948/1:1982. *Steels — Classification — Part 1: Classification of steels into unalloyed and alloy steels based on chemical composition* [Internett]. ISO; 1982 [Hentet 24.04.2020]. Available from: <https://www.standard.no/nettbutikk/produktkatalogen/produktpresentasjon/?ProductID=120810>.

- [12] Almar-Mæss A. *Metalliske materialer: strukturer og egenskaper*. Tapir forlag; 1993.
- [13] Classification and Designation of Carbon and Low-Alloy Steels. In: *Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys*. ASM International; 1990. Available from: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v01.a0001009>.
- [14] Bardal E. *Korrosjon og korrosjonsvern*. Fagbokforlaget; 1994.
- [15] Frankel GS. Pitting Corrosion. In: *Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection*. ASM International; 2003. Available from: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v13a.a0003612>.
- [16] Valor A, Caleyó F, Alfonso L, Rivas D, Hallen JM. Stochastic modeling of pitting corrosion: A new model for initiation and growth of multiple corrosion pits. *Corrosion Science*. 2007;49(2):559 – 579. Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0010938X06002150>.
- [17] Verichev S, Lavaley M, Morales F, Duineveld G, Jong A, Boomsma W, et al. DEEP CORROSION SITE: Study of deep sea corrosion near hydrothermal vents. Deployment of 5 x 37 construction materials for in-situ long-term exposure. 2014 12;.
- [18] Kester DR, Duedall IW, Connors DN, Pytkowicz RM. Preparation of artificial seawater 1. *Limnology and oceanography*. 1967;12(1):176–179.
- [19] Almar-Næss A. *Korrosjon og korrosjonskontroll*. Tapir forlag; 1970.
- [20] Zhang, Xu and Yang, Shanwu and Zhang, Wenhua and Guo, Hui and He, Xinlai. Influence of outer rust layers on corrosion of carbon steel and weathering steel during wet–dry cycles. *Corrosion science*. 2014;82:165–172.
- [21] Huet F, Nogueira RP, Normand B, Takenouti H. Aqueous Corrosion Reaction Mechanisms. In: *Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection*. ASM International; 2003. Available from: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v13a.a0003584>.
- [22] Scully JR, Kelly RG. Methods for Determining Aqueous Corrosion Reaction Rates. In: *Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection*. ASM International; 2003. Available from: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v13a.a0003586>.
- [23] Noël JJ. Effects of Metallurgical Variables on Aqueous Corrosion. In: *Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection*. ASM International; 2003. Available from: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v13a.a0003616>.
- [24] Herman MA, Richter W, Sitter H. *Epitaxy: physical principles and technical implementation*. vol. 62. Springer Science & Business Media; 2013.
- [25] Wang LW, Du CW, Liu ZY, Wang XH, Li XG. Influence of carbon on stress corrosion cracking of high strength pipeline steel. *Corrosion Science*. 2013;76:486 – 493. Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0010938X13002953>.
- [26] Staicopolus D. The role of cementite in the acidic corrosion of steel. *Journal of the Electrochemical Society*. 1963;110(11):1121.

- [27] Clover, D and Kinsella, B and Pejcić, Bobby and De Marco, R. The influence of microstructure on the corrosion rate of various carbon steels. *Journal of applied electrochemistry*. 2005;35(2):139–149.
- [28] Chulkina A, Ul'yanov A. Effect of the magnetic properties of cementite on the coercive force of high-carbon steels after quenching and tempering. *The Physics of Metals and Metallography*. 2009;108(6):548.
- [29] Kim SK, Park IJ, Lee DY, Kim JG. Influence of surface roughness on the electrochemical behavior of carbon steel. *Journal of Applied Electrochemistry*. 2013;43(5):507–514.
- [30] El-Meligi A, Ismail N. Hydrogen evolution reaction of low carbon steel electrode in hydrochloric acid as a source for hydrogen production. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2009;34(1):91–97.
- [31] Kittisupakorn, Paisan and Thitiyasook, Piyanuch and Hussain, Mohd Azlan and Daosud, Wachira. Neural network based model predictive control for a steel pickling process. *Journal of process control*. 2009;19(4):579–590.
- [32] Noor, Ehteram A and Al-Moubaraki, Aisha H. Corrosion behavior of mild steel in hydrochloric acid solutions. *Int J Electrochem Sci*. 2008;3(1):806–818.
- [33] Hudson RM. Pickling and Descaling. In: *Surface Engineering*. ASM International; 1994. Available from: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v05.a0001229>.
- [34] Negm NA, Kandile NG, Aiad IA, Mohammad MA. New eco-friendly cationic surfactants: Synthesis, characterization and applicability as corrosion inhibitors for carbon steel in 1N HCl. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2011;391(1):224 – 233. 18th International Symposium on Surfactants in Solution (SIS). Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927775711006042>.
- [35] Volovitch P, Gazizzullin I, Ruel F, Ogle K. An atomic emission spectroelectrochemical study of corrosion inhibition: The effect of hexamethylenetetramine on the reaction of mild steel in HCl. *Corrosion Science*. 2011;53(4):1362 – 1368. Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0010938X11000035>.
- [36] Bayol E, Kayakırılmaz K, Erbil M. The inhibitive effect of hexamethylenetetramine on the acid corrosion of steel. *Materials Chemistry and Physics*. 2007;104(1):74 – 82. Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0254058407001459>.
- [37] Kerlins V. Modes of Fracture. In: *Fractography*. ASM International; 1987. Available from: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v12.a0001831>.
- [38] Smith E. Cleavage fracture in mild steel. *International Journal of Fracture Mechanics*. 1968;4(2):131–145.
- [39] Mecholsky, John J. *Fractography of ceramic and metal failures*. ASTM International; 1984.

- [40] Chen JH, Cao R. Chapter 1 - Introduction. In: Chen JH, Cao R, editors. *Micro-mechanism of Cleavage Fracture of Metals*. Boston: Butterworth-Heinemann; 2015. p. 1 – 54. Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128007655000010>.
- [41] Šmida T, Bošanský J. Deformation twinning and its possible influence on the ductile brittle transition temperature of ferritic steels. *Materials Science and Engineering: A*. 2000;287(1):107–115.
- [42] Kaufman, MJ and Forty, AJ. A detailed fractographic analysis of cleavage steps in silicon. *Journal of materials science*. 1986;21(9):3167–3172.
- [43] Swain, MV and Lawn, BR and Burns, SoJo. Cleavage step deformation in brittle solids. *Journal of Materials Science*. 1974;9(2):175–183.
- [44] Deschamps A, Peron S, Brechet Y, Ehrström JC, Poizat L. High temperature cleavage fracture in 5383 aluminum alloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2001;319:583–586.
- [45] Möser M. Chapter 15 Fractography with the SEM (Failure Analysis). *Electron Microscopy in Solid State Physics*. 2007;.
- [46] Merson E, Kudrya A, Trachenko V, Merson D, Danilov V, Vinogradov A. Quantitative characterization of cleavage and hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture surfaces with the use of confocal laser scanning microscopy. *Materials Science and Engineering: A*. 2016;665:35–46.
- [47] Pittinato G. SEM/TEM fractography handbook. vol. 75. Metals and Ceramics Information Center; 1975.
- [48] Prah J, Machová A, Landa M, Haušild P, Karlík M, Spielmannová A, et al. Fracture of Fe–3 wt.% Si single crystals. *Materials Science and Engineering: A*. 2007;462(1-2):178–182.
- [49] Voort GFV. Metallography: An Introduction. In: *Metallography and Microstructures*. ASM International; 2004. Available from: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v09.a0003720>.
- [50] Anderson TL. *Fracture mechanics : fundamentals and applications*. Taylor & Francis; 2005.
- [51] Bratfos HA. Kapittel 10 Utmattings-sprekkvekst Forelesningsnotater i MEK 4520 Bruddmekanikk;. Hentet: 24.03.2020. Available from: <https://www.uio.no/studier/emner/matnat/math/nedlagte-emner/MEK4520/h06/undervisningsmateriale/kapittel%2010%20-%20utmattings-sprekkvekst.pdf>.
- [52] Cavallini M, Di Bartolomeo O, Iacoviello F. Fatigue crack propagation damaging micro-mechanisms in ductile cast irons. *Engineering Fracture Mechanics*. 2008;75(3-4):694–704.
- [53] Begum S, Chen D, Xu S, Luo AA. Low cycle fatigue properties of an extruded AZ31 magnesium alloy. *International Journal of Fatigue*. 2009;31(4):726–735.

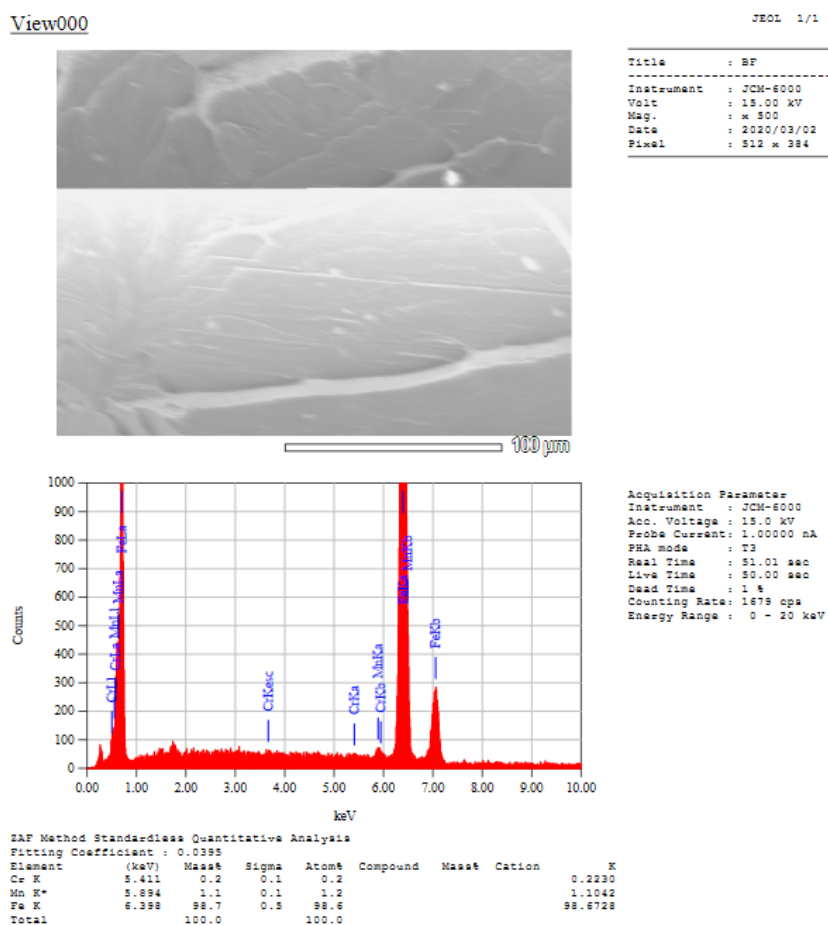
- [54] Bridier F, Villechaise P, Mendez J. Slip and fatigue crack formation processes in an α/β titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales. *Acta Materialia*. 2008;56(15):3951–3962.
- [55] Michael R Mitchell & Kenneth L Jerina. *Fatigue and Fracture of Medical Metallic Materials and Devices*, STP 1481. ASTM International; 2007.
- [56] Perez N. Fatigue Crack Growth. In: *Fracture Mechanics*. Springer; 2017. p. 327–372.
- [57] Fuchs FJ. 19 - Ultrasonic cleaning and washing of surfaces. In: Gallego-Juárez JA, Graff KF, editors. *Power Ultrasonics*. Oxford: Woodhead Publishing; 2015. p. 577 – 609. Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9781782420286000193>.
- [58] Zipp, Richard D and Dahlberg, E Philip. Preparation and Preservation of Fracture Specimens. In: *Fractography*. ASM International; 1987. Available from: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v12.a0001832>.
- [59] Microscopy Australia, Deirdre Molloy, Susan Warner, Dr Jenny Whiting, Squareweave and Thomson Chow. *Scanning Electron Microscopy*; 2019. Hentet: 17.04.2020. Available from: https://myscope.training/#/SEMlevel_3_2.
- [60] Exner HE, Weinbruch S. *Scanning Electron Microscopy*. In: *Metallography and Microstructures*. ASM International; 2004. Available from: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v09.a0003755>.
- [61] Wheeling R, Lippold J. Use of a Fracture Surface Cleaning Method to Evaluate Elevated Temperature Cracking in Steel. *Journal of Failure Analysis and Prevention*. 2017;17(4):796–801.
- [62] ASTM International. G131-96(2016)e1 Standard Practice for Cleaning of Materials and Components by Ultrasonic Techniques [Internett]. West Conshohocken, PA; ASTM International, 2016. [Hentet 07.05.2020];. Available from: <https://doi.org/10.1520/G0131-96R16E01>.
- [63] ASTM International. NACE/ASTMG31-12a Standard Guide for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals. [Internett]. West Conshohocken. PA;ASTM International; 2012 [Hentet 25.04.2020]. Available from: <https://www.astm.org/Standards/G31.htm>.
- [64] *Fractography*. ASM International; 1987. Available from: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v12.9781627081818>.

Vedlegg

A. EDS-analyser	iii
B. Prøver i testing av rensemidler	vi
C. Belegg av Alconox	vii
D. Bilder med SEM av prøveoverflatene	viii
E. Prøver i korrosjonstesting	x
F. Populærvitenskapelig artikkel	xi
G. Risikovurdering	xiii

A. EDS-analyser

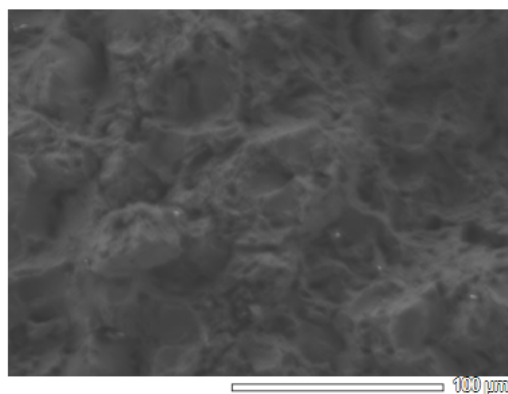
Det ble gjort to EDS-analyser av to sprø prøver og en EDS-analyse av en utmattingsprøve. I figurene under er analysene delt opp i tre. I den øverste delen er et SEM-bilde av prøven. Dette er det området av prøven som ble analysert med EDS. I den midterste delen er det røde topper etter de forskjellige stoffene prøven inneholdt. De var disse toppene som ble brukt for å finne ut hvilke stoffer prøvene inneholdt. I den nederste verdien er det gitt stoffene prøvene inneholder og verdier for f.eks. masseprosenten av dette stoffet. EDS-analysene ble gjort med elektronmikroskopet som ble brukt for å ta bilder av bruddflatene. I Figur 7.1 er det gitt analysen av en sprø prøve med “glans-aktig” overflate. I denne prøven ble det bare funnet mangan (1,1%) og krom (0,2%) i stålet.



Figur 7.1: EDS-analyse av en prøve med “glans-aktig” overflate.

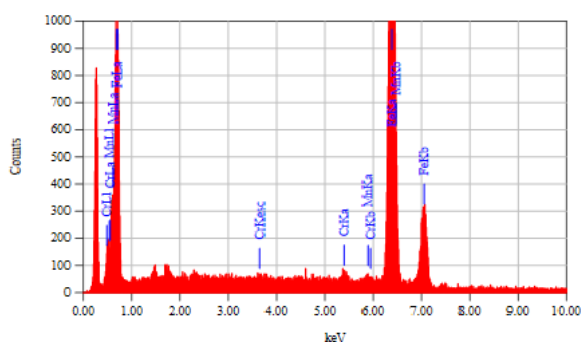
I Figur 7.2 er det gitt analysen til en sprø prøve med “grå-aktig” overflate. I denne prøven ble det bare funnet innhold av mangan (0,3%) og krom (1,0%).

View001



SEOL 1/1

Title : BF
 Instrument : JCM-6000
 Volt : 15.00 kV
 Mag. : x 300
 Date : 2020/03/02
 Pixel : 512 x 384



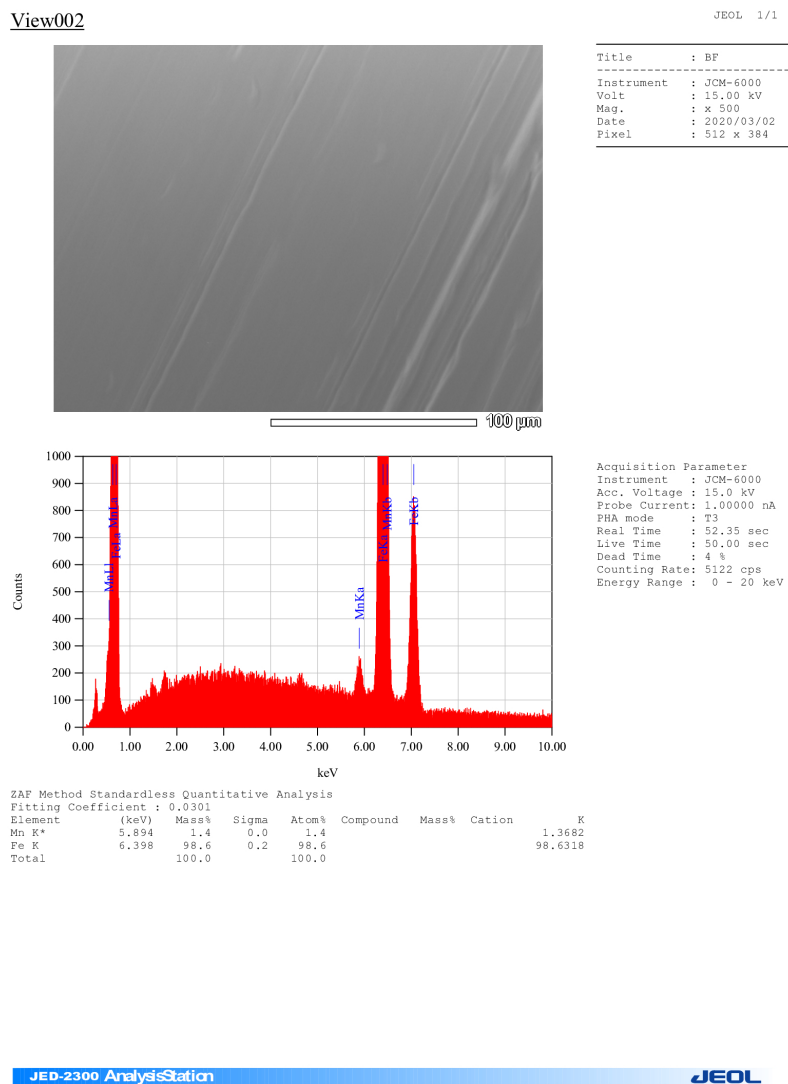
Acquisition Parameter
 Instrument : JCM-6000
 Acc. Voltage : 15.0 kV
 Probe Current : 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 51.06 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 2 %
 Counting Rate : 1836 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

EDS Method Standardless Quantitative Analysis
 Fitting Coefficient : 0.1329

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Mn	5.894	0.3	0.1	0.3				0.2985
Cr	5.411	1.0	0.1	1.0				1.0890
Fe	6.398	98.7	0.3	98.6				98.6125
Total		100.0		100.0				

Figur 7.2: EDS-analyse med “grå-aktig” overflate.

I Figur 7.3 er det gitt EDS-analysen til en utmattingsprøve. I dette stålet ble det bare funnet mangan (1,4%).



Figur 7.3: EDS-analyse av en utmattingsprøve.

B. Prøver i testing av rensemidler

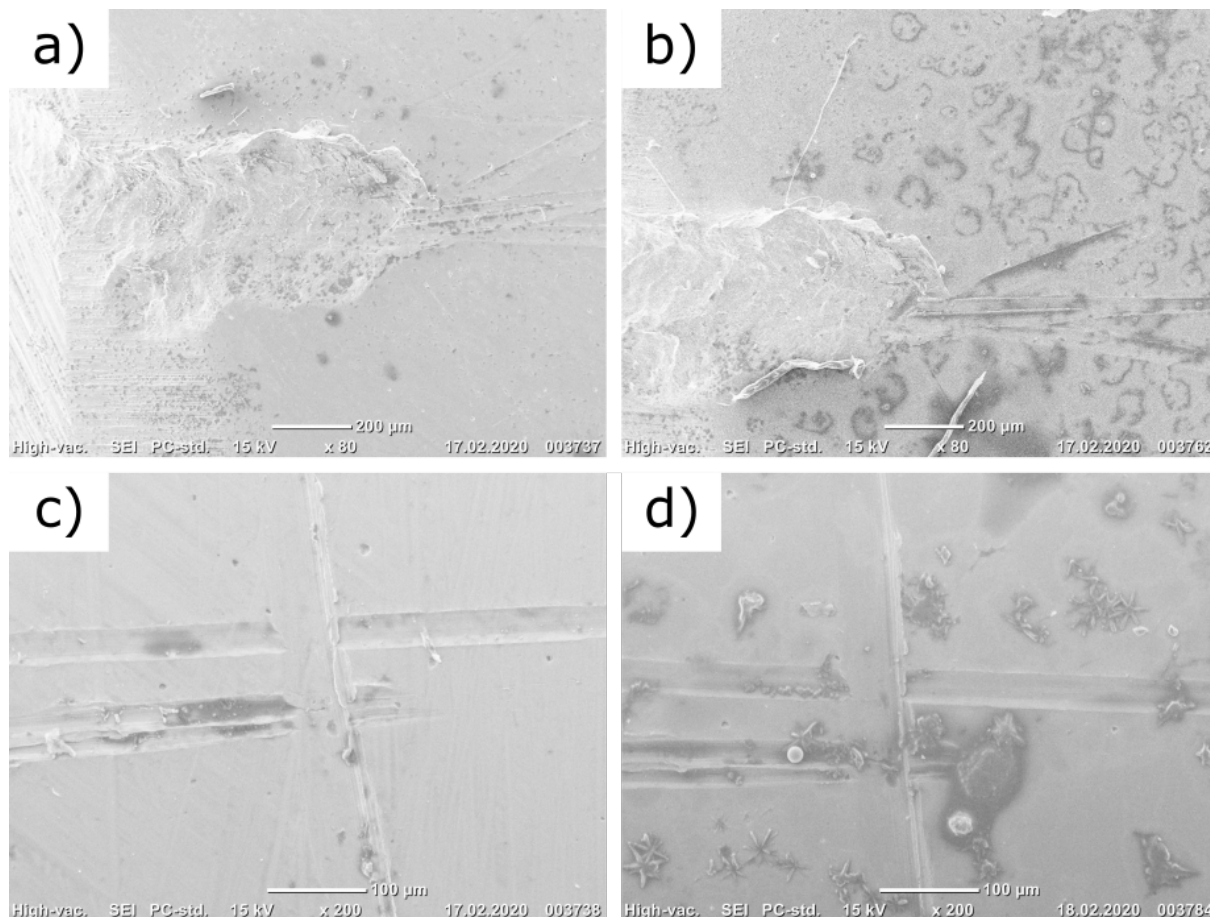
I Tabell 7.1 det gitt en oversikt over alle prøvene som ble brukt for å teste rensemidlene mot basemetallet. Her er det oppgitt hvor prøvene kommer fra. Disse prøvene ble ikke korrodert.

Tabell 7.1: Oversikt over alle prøvene som ble brukt for å teste rensemidlene mot basemetallet.

Polerte utmattingsprøver	Type Prøve
Polert utmattingsprøve 1	Utmattingsbrudd
Polert utmattingsprøve 2	Utmattingsbrudd
Polerte Sprø Prøver	
Polert sprø prøve 1	Strekktest
Polert sprø prøve 2	Strekktest
Polert sprø prøve 3	Strekktest
Utmattingsprøver	
Utmattingsprøve 1	Utmattingsbrudd
Utmattingsprøve 2	Utmattingsbrudd
Sprø prøver	
Sprø prøve 1	Charpy-test
Sprø prøve 2	Charpy-test

C. Belegg av Alconox

Siden de sprø prøvene viste seg å være korrosive i kontakt med vann, ble det testet ut å endre rensemetoden. En sprø prøve ble kun rensert med etanol etter rening i Alconox. Prøven ble ikke rensert i ultralydbad med vann slik standarden G131-96 [62] og Metals Handbook [64] anbefaler. Da prøven ble tatt ut av ultralydbadet etter 15 minutter kunne det observeres noen mørke områder på overflaten i SEM som vist i 7.4 i bilde a) og b). Prøven ble så rensert i ytterligere 15 minutter med samme rensemetode uten vann. Resultatene etter til sammen 30 minutter er vist i c) og d). Etter EDS-analyse av prøven ble antatt at dette kunne være en form for krystallisering fra Alconoxen som ikke hadde blitt rensert bort av etanolen i ultralydbadet.

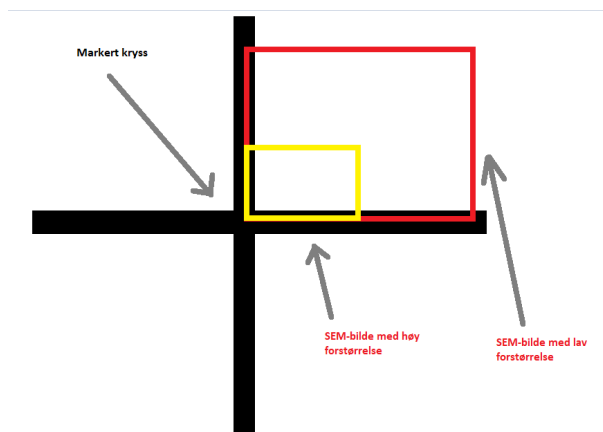


Figur 7.4: a) Markering på prøve etter 15 minutter rensing i Alconox, b) Markering etter 30 minutter rensing i Alconox, c) Polert overflate etter 15 minutter rensing i Alconox, d) Polert overflate etter 30 minutter rensing i Alconox

Det ble så gjort et nytt forsøk med en ny polert overflate der prøven ble vasket i både etanol og vann etter rensing i Alconox. Etter dette ble det ikke observert et liknende belegg på prøven. Dermed ble alle prøver som ble rensert i Alconox vasket etter samme fremgangsmåte med rensing i ultralydbad med vann før ultralydbad med etanol.

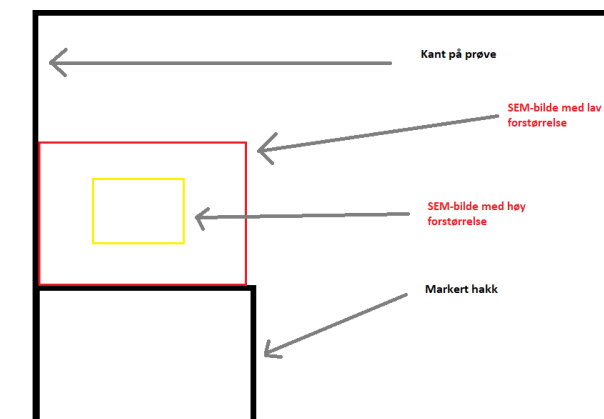
D. Bilder med SEM av prøveoverflatene

På de polerte prøvene ble bildene med SEM tatt rundt markeringene som vist i Figur 3.5. Først ble det tatt et bilde av markeringen som var gjort med markeringspenn. Dette ble gjort i en forstørrelse på 80x. Deretter ble det tatt flere bilder rundt de markerte kryssene. På de polerte prøvene var det to til tre kryss. Samme fremgangsmåte ble gjort på alle kryssene da disse var relativt like. Først ble det tatt et bilde i 200x forstørrelse av selve krysset. Deretter ble det tatt bilder i høyre hjørne av disse kryssene. Her var plasseringen av bildet slik at den markerte horisontale streken fulgte den nederste kanten av bildet. Samtidig skulle venstre kanten av bilde følge den lodrette streken av det markerte krysset. I dette området ble det tatt bilder i 200x, 500x og 1000x forstørrelse. Bildene med høyere forstørrelse ble også tatt med samme fremgangsmåte. Fremgangsmåten for bilder på polerte overflater er illustrert i Figur 7.5.



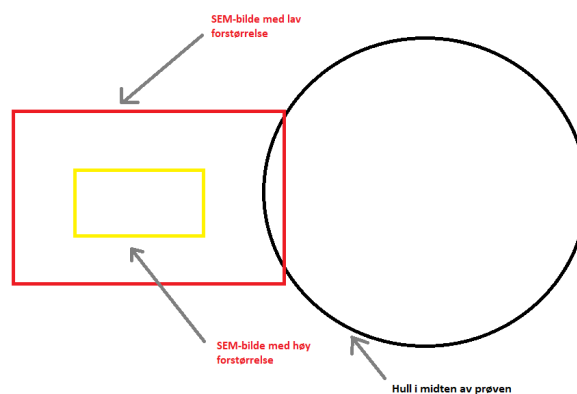
Figur 7.5: Illustrasjon av hvordan bilder med SEM ble tatt på polerte prøver.

For prøver med bruddflate, ble det brukt en annen fremgangsmåte for å ta bilder i SEM. Disse prøvene ble markert som vist tidligere i Figur 3.6. Først ble det tatt et oversiktsbilde av det markerte hakket på venstre side. Dette ble gjort på 50x forstørrelse. Deretter ble bilder i flere forstørrelser tatt på et område over denne markeringen. Første bilde ble innstilt slik at venstre kant på prøven fulgte venstre kant på bildet. Samtidig skulle øverste del av markeringen ligge nederst i bildet. Dette ble gjort med en forstørrelse på 200x. De neste bildene på dette området ble gjort på 500x og 1000x forstørrelse. Dette ble gjort ved å øke forstørrelsen på bildet uten å endre plasseringen. Dermed ville et bilde med høy forstørrelse bli tatt i sentrum av et bilde med lavere forstørrelse. Denne fremgangsmåten er vist i Figur 7.6. Samme fremgangsmåte ble gjort på høyre kant av prøven.



Figur 7.6: Illustrasjon av hvordan bilder med SEM ble tatt på sidekantene av prøvene med bruddflater

I midten av prøven ble det laget et hull ved hjelp av en syl. Først ble det tatt et oversiktsbilde av dette på 50x forstørrelse. Deretter ble det tatt bilder på venstre og høyre side av hullet. Disse bildene ble tatt slik at en liten del av hullet var med på den laveste forstørrelsen (200x). Bildene med høyere forstørrelse ble tatt på samme måte som ved kantene. Forstørrelsen ble økt uten å endre plasseringen. Dette ble gjort på både høye og venstre side av hullet. Fremgangsmåten er illustrert i Figur 7.7.



Figur 7.7: Illustrasjon av hvordan bilder med SEM ble tatt i midten av prøvene med bruddflater

For enkelte bilder ville en høyere forstørrelse gjøre at for eksempel et hull i bruddflaten ville dekke størsteparten av bildet. Dette ble sett på som uinteressant. Derfor ble det heller tatt bilde av et annet område i nærheten av dette. Dette ble gjerne tatt ved en kant som var lett å kjenne igjen.

E. Prøver i korrosjonstesting

I Tabell 7.2 er det gitt en oversikt over alle prøvene som ble korrodert og rensset. Oppgitt er navnet på prøven, hvor prøven kommer fra og hvor lenge prøven sto i saltvannsløsningen. Navnene på prøvene ble gitt for å holde oversikt over prøvene. Alle de polerte prøvene kom fra en polert bolt. Prøvene fra boltene fikk tildelt en bokstav. Utmattingsprøvene fikk et tall fra 2-4 etter tiden de skulle ligge i saltvannet. Det samme gjaldt for de sprø prøvene. De sprø prøvene fikk også A, H1 eller H2 i navnet etter hvilke rensmiddel de skulle renses i.

Tabell 7.2: Oversikt over hva slags type prøver som ble korrodert under forsøket

Polerte Prøver	Tid i korrosjonsbad	Type Prøve
P3A	1 måned	Bolt
P3B	1 måned	Bolt
P3C	1 måned	Bolt
P3D	1 uke	Bolt
P3E	1 uke	Bolt
P3F	1 uke	Bolt
P3G	1 døgn	Bolt
P3H	1 døgn	Bolt
P3I	1 døgn	Bolt
Utmattingsprøver		
4B	1 måned	Utmattingsbrudd
4C	1 måned	Utmattingsbrudd
4D	1 måned	Utmattingsbrudd
3B	1 uke	Utmattingsbrudd
3C	1 uke	Utmattingsbrudd
3D	1 uke	Utmattingsbrudd
2B	1 døgn	Utmattingsbrudd
2C	1 døgn	Utmattingsbrudd
2D	1 døgn	Utmattingsbrudd
Sprø Prøver		
S4H1	1 måned	Charpy-test
S4H2	1 måned	Charpy-test
S4A	1 måned	Charpy-test
S3H1	1 uke	Charpy-test
S3H2	1 uke	Charpy-test
S3A	1 uke	Charpy-test
S2H1	1 døgn	Charpy-test
S2H2	1 døgn	Charpy-test
S2A	1 døgn	Charpy-test

F. Populærvitenskapelig artikkel

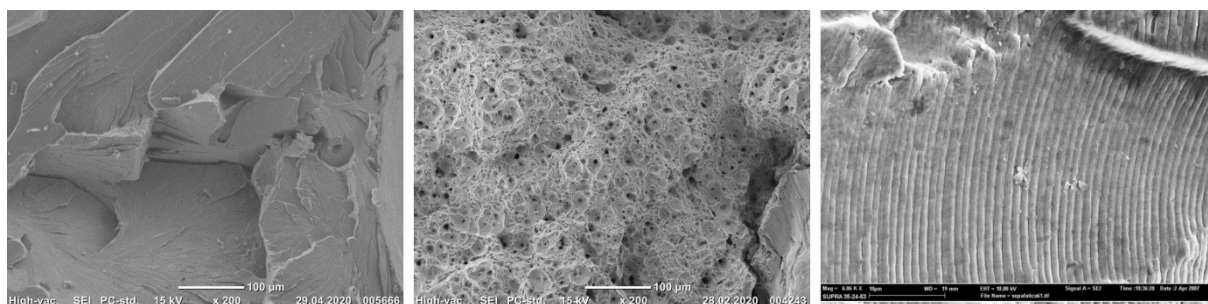
Rust skader verdifull data fra katastrofale brudd

Av Hilde Marie Syvertsen & Olav Vad

Tenk deg at du skal stramme en bolt med en skiftenøkkel. For å få den stram bruker du alle krefter du har før skiftenøkkelen plutselig knekker tvers av og blir delt i to. Hvorfor skjedde dette? Svaret ligger i bruddet. En bruddoverflate vil inneholde flere kjennetegn som vil være spor og ledetråder som kan fortelle hva som har skjedd. Dette gjøres i industrien på store og små konstruksjoner for å kunne lære av feil og forsikre seg om at det ikke skjer igjen. Dette er spesielt viktig for å kunne unngå katastrofale feil. [1]

Brudd kommer i flere ulike typer

Brudd blir vanligvis delt inn i to kategorier. Sprøbrudd er når materialet knekker raskt og uten at materialet deformerer plastisk, som når du knekker et knekkebrød i to. I et elektronmikroskop kan man finne kjennetegn som kløvningstrinn. Disse ser ut som trappetrinn i varierende størrelser. Den andre kategorien er duktile brudd. Her blir materialer dratt ut litt som en seigmann, helt til det går i to. Disse får kjennetegn som kalles dimpler. Dimpler ligner på små sirkulære hull på overflaten. Når et materiale opplever varierende spenninger kan man få utmattingsbrudd. Slike brudd vil starte i ett punkt, sprekker vil så vokse fra initieringspunktet og til slutt vil materialet gå til brudd. Initieringsfasen på bruddoverflaten kan se ut som kløvningstrinn og likne ett sprøtt brudd. I sprekkevekstfasen kan man få kjennetegn som striasjoner. Dette er små parallelle linjer som kan ses på høy forstørrelse i et elektronmikroskop. [2]



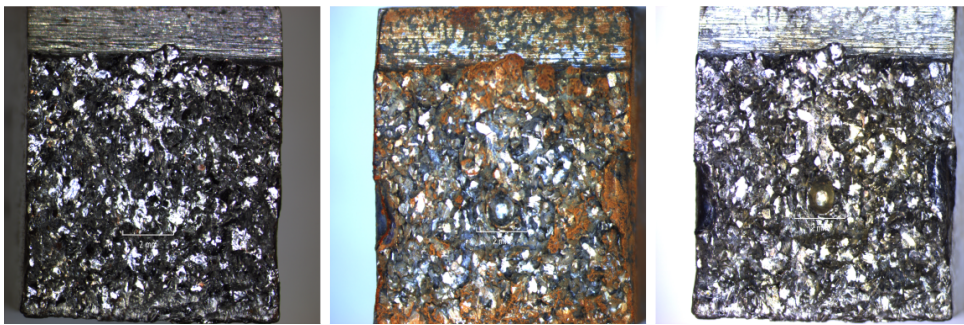
Figur 1: (venstre) Sprøbrudd med plane og rette flater. (midten) Duktilt brudd med dimpler over hele overflaten. (høyre) Striasjoner på et utmattingsbrudd [3] Bildene er tatt med sveipeelektronmikroskop, SEM

Mikroskopiske kjennetegn kan skades av korrosjon

Hvis stål knekker i sjøvann kan det begynne å ruste på bruddet. Her vil rusten legge seg oppå kjennetegnene som et teppe og kan hindre eller til og med degradere mikromønsteret som brukes for å finne årsaken til hva som har skjedd. [4] Rusten må derfor fjernes uten å ødelegge mikromønsteret under. I dette forsøket ble rust fjernet fra bruddflater ved hjelp av saltsyreløsninger og et rensmiddel kalt Alconox. Hensikten med dette forsøket var å finne ut om hvordan kjennetegnene på en bruddflate ville angripes av korrosjon. Det ble også sett på om rensmidlene ville ha noen ytterligere effekt på mikromønsteret.

Laboratorieforsøkets gang

Polerte overflater, spørbrudd og utmattingsbrudd ble tatt bilde av i lysmikroskop og SEM (Scanning electron microscope) før de ble plassert i et bad med saltvann. Her lå bruddene i enten ett døgn, en uke eller en måned. Etter at bruddflatene hadde rustet så lenge de skulle, ble de rensset i ultralydbad med enten Alconox eller saltsyre. Ultralydbadet sender høyfrekvente lydbølger på bruddet som “slår av” rusten fra metallet ved hjelp av implosjon. Etter rensing ble det tatt nye bilder i mikroskopene. Til slutt ble før og etterbildene sammenliknet for å se om man så de samme sporene/mikromønstrene på bruddet etter korrosjon. Det viste seg at rusten skadet flere av de mikroskopiske kjennetegnene. Spesielt på de bruddene som hadde rustet en hel måned var det vanskelig å finne igjen kjennetegn Dette gjorde det vanskelig å kunne anslå hvilken bruddtype overflaten kom fra. På bruddene som hadde rustet i ett døgn var fortsatt flere spor og kjennetegn synlige, og man kunne fortsatt fortelle hva slags type brudd man hadde. Syre og Alconox viste seg å fjerne all rust uten å ødelegge de mikroskopiske kjennetegnene. På makronivå var bruddoverflatene lettere å kjenne igjen.



Figur 2: Bilder av en sprø bruddoverflate før rusting (venstre), med rust (midt) og etter rensing (høyre). Bildene er tatt med et lysmikroskop.

Referanser:

1. Rethwisch D G & Callister W D .Online Support Module MECHANICAL ENGINEERING.John Wiley & Sons Inc;2014.
2. Kerlins V. Modes of Fracture. In: Fractography. ASM International; 1987. Available from:<https://doi.org/10.31399/asm.hb.v12.a0001831>.
3. Bernabei M, Allegrucci L, Amura M. Chapter 5 - Fatigue failures of aeronautical items:Trainer aircraft canopy lever reverse, rescue helicopter main rotor blade and fighter-bomber aircraft ground-attack main wheel. In: Makhlouf ASH, Aliofkhazraei M, editors.Handbook of Materials Failure Analysis with Case Studies from the Aerospace and Auto-motive Industries. Boston: Butterworth-Heinemann; 2016. p. 87 – 116. Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128009505000053>
4. Lane G, Ellis J. The examination of corroded fracture surfaces in the scanning electron-microscope. Corrosion science. 1971;11(9):661–663.

G. Risikovurdering

Det ble gjennomført en risikovurdering for det eksperimentelle arbeidet i dette prosjektet som vedlagt under. Det ble lagt på ekstra rader nederst på hver tabell underveis i forbindelse med ferdsel på laboratoriet under Covid-19. Figur 7.8 viser forklaring på bokstaver og tall brukt i analysen. Her ble sannsynligheten for at en hendelse skulle skje gitt i nummer (1-5) og alvorlighetsgraden på konsekvensen gitt med bokstaver (A-E). Figur 7.9 viser NTNU sin matrise for hvordan risikonivået ble vurdert og beskrivelsen av fargekodene nederst på figuren.

Sannsynlighet		Konsekvens					
Verdi	Kriterier	Gradering		Menneske	Ytre miljø: Vann, jord og luft	Øk/materiell	Omdømme
1	Svært liten: 1 gang pr 50 år eller sjeldnere	E	Svært alvorlig	Død	Svært langvarig og ikke reversibel skade	Drifts- eller aktivitetsstans >1 år.	Troverdighet og respekt betydelig og varig svekket
2	Liten: 1 gang pr 10 år eller sjeldnere	D	Alvorlig	Alvorlig personskade. Mulig uførhet	Langvarig skade. Lang restitusjonstid	Driftsstans > ½ år, aktivitetsstans opptil 1 år	Troverdighet og respekt betydelig svekket
3	Middels: 1 gang pr år eller sjeldnere	C	Moderat	Alvorlig personskade.	Mindre skade og lang restitusjonstid	Drifts- eller aktivitetsstans < 1 mnd	Troverdighet og respekt svekket
4	Stor: 1 gang pr måned eller sjeldnere	B	Liten	Skade som krever medisinsk behandling	Mindre skade og kort restitusjonstid	Drifts- eller aktivitetsstans < 1 uke	Negativ påvirkning på troverdighet og respekt
5	Svært stor :Skjer ukentlig	A	Svært liten	Skade som krever førstehjelp	Ubetydelig skade og kort restitusjonstid	Drifts- eller aktivitetsstans < 1dag	Liten påvirkning på troverdighet og respekt

Figur 7.8: Beskrivelse av sannsynlighet gitt i nummer 1-5 og konsekvens gitt i bokstavene A-E

MATRISSE FOR RISIKOVURDERINGER ved NTNU

KONSEKVENNS	Svært alvorlig	E1	E2	E3	E4	E5
	Alvorlig	D1	D2	D3	D4	D5
	Moderat	C1	C2	C3	C4	C5
	Liten	B1	B2	B3	B4	B5
	Svært liten	A1	A2	A3	A4	A5
	Svært liten	Liten	Middels	Stor	Svært stor	
	SANNSYNLIGHET					

Prinsipp over akseptkriterium. Forklaring av fargene som er brukt i risikomatriksen.

Farge	Beskrivelse
Rød	Uakseptabel risiko. Tiltak skal gjennomføres for å redusere risikoen.
Gul	Vurderingsområde. Tiltak skal vurderes.
Grønn	Akseptabel risiko. Tiltak kan vurderes ut fra andre hensyn.

Figur 7.9: Oversikt over risikovurdering ved NTNU og tilhørende fargekoder.

NTNU	Kartlegging av risikofylt aktivitet	Utarbeidet av	Nummer	Dato
		HMS-avd.	HMSRV2801	22.03.2011
		Godkjent av	Side	Erstatter
HMS		Rektor		01.12.2006

Enhet: IMA Dato: 27.01.2020

Linjeleder: Tor Grande

Deltakere ved kartleggingen (m/ funksjon): Roald Lillevedt, Mario Søfferud, Gard Sviggum, Inga Lein Staven, Kristian Nedrebø Nesse, Olav Johansen Vad, Hilde Marie Syvertsen

Kort beskrivelse av hovedaktivitet/hovedprosess:

Etablere en systematisk utarbeidelse for analyse av bruddflater utsatt for korrosjon samt se på degradering av mikromønsteret i bruddflater ved kjemisk fjerning av korrosjonsproduktet.

Er oppgaven er rent teoretisk? (JA/NEI)

NEI

"JA" betyr at veileder inntar for at oppgaven ikke inneholder noen aktiviteter som krever risikovurdering. I dette tilfellet er det ikke nødvendig å fylle ut resten av skjemaet

Skal du motta prøver fra industri? (JA/NEI)

JA

"JA" betyr separat risikovurdering av prøvene individuelt

Er det trygt å utføre arbeidet utenfor normal arbeidstid (8-17)? (JA/NEI) JA

Signaturer:

Ansvarlig veileder:

Roald Lillevedt

Student:

Olav Vad
Hilde Marie Syvertsen

ID nr.	Aktivitet/prosess	Ansvarlig	Eksisterende dokumentasjon	Eksisterende sikringstiltak	Lov, forskrift o.l.	Kommentar
1	Preparering og håndtering av HCL	Student	Datablad	PPE, Ventelering/avtrekk	Arbeidsmiljøloven §3-1 (2)c	Vernehansker, briller og labfrakk. Avtrekkskap
2	Preparering og håndtering av Hexameth	Student	Datablad	PPE, Ventelering/avtrekk	Arbeidsmiljøloven §3-1 (2)c	Vernehansker, briller og labfrakk.
3	Preparering og håndtering av Alconox	Student	Datablad	PPE, Ventelering/avtrekk	Arbeidsmiljøloven §3-1 (2)c	Vernehansker, briller og labfrakk.
4	Preparering og håndtering av Etanol	Student	Datablad	PPE, Ventelering/avtrekk	Arbeidsmiljøloven §3-1 (2)c	Vernehansker, briller og labfrakk.

5	SEM	Student	Instruksjoner	PPE		
6	Ultralydbad	Student	Instruksjoner	PPE, Ventelering/avtrekk		Hansker, briller og labfrakk til håndtering av prøver. Utstyr til håndtering av prøver ved 80 grader.
7	Polering	Student	Instruksjoner	PPE		Hansker, briller og labfrakk til håndtering av prøver.
8	Korrosjonstest	Student	Instruksjoner	PPE		Hansker, briller og labfrakk til håndtering av prøver.
9	Transport av prøver	Student	n/a	n/a	Trafikkreglene	Klargjøring av prøver (tørke og avslutte korrosjonsprosess). Godt innpakket prøve og student.
10	Preparering av prøver med sirkelsag	Student	Instruksjoner	Sikringer i sirkelsag		
11	Generell tilstedeværelse på Materiallab i pandemistand med Covid 19	Student	Smittevernsråd fra FHI og NTNU	Restriksjoner fra NTNU	Smittevernloven	Holde avstand, bruke hansker, personlig verneutstyr og vaske annet verneutstyr. Vaske over

NTNU	Risikovurdering	Utarbeidet av	Nummer	Dato
		HMS-avd.	HMSRV2603	04.02.2011
		Godkjent av	Side	Erstatter
HMS/KS		Rektor		09.02.2010

Enhet: IMA Dato: 27.01.2020

Linjeleder: Tor Grande

Deltakere ved risikovurderingen (m/ funksjon): Roald Lilletvedt, Mario Søfferud, Gard Sviggum

(Ansv. veileder, student, evt. medveiledere, evt. andre m. kompetanse)

Inga Lein Staven, Kristian Nedrebø Nesse, Olav Johansen Vad, Hilde Marie Syvertsen

Risikovurderingen gjelder hovedaktivitet:

Laboratoriearbeid og prøvehåndtering

Signaturer:

Ansvarlig veileder:

Roald Lilletvedt

Student:

Olav Vad, Hilde Marie Syvertsen

ID nr.	Aktivitet/prosess fra kartleggingsskjemaet	Mulig uønsket hendelse	Vurdering av sannsynlighet (1-5)	Vurdering av konsekvens				Risiko-verdi (menneske)	Kommentarer/ status Forslag til tiltak
				Menneske (A-E)	Ytre miljø (A-E)	Øk./ materiell (A-E)	Om-dømme (A-E)		
1	Preparering og håndtering av HCL	Alvorlige etseskader på hud og øyne	1	C				C1	Ha alltid øyeskytter tilgjengelig. Bruk vernebriller, vernehansker og labfrakk
1		Irritasjon av luftveiene	2	B				B2	Avtrekk
1		Søle kjemikaliet	3	A				A3	Stabilt underlag. God tid. Godt markerte beholdere.
1		Feil håndtering	2	A				A2	Godt markerte beholdere. God opplæring.
1		Etsing av basemetall	5					5	Følge godt med på etseprosess og rens nøyaktig.
2	Preparering og håndtering av Hexametylenetetramine	Brann (brannfarlig fast stoff)	1	D				D1	Godt markerte beholdere. Holde kjemikaliet langt unna varme. Brannslukningsapparat.

2		Utløse en allergisk hudreaksjon	2	A				A2	Verneutstyr
2		Støv i øyne og/eller munn	2	A				A2	Avtrekk
3	Preparering og håndtering av Alconox	Irritasjon på hud	2	B				B2	Bruke hansker og labfrakk
3		Irritasjon i øye	1	B				B1	Bruke vernebriller
4	SEM	Forurensning på prøven	3						Hansker (fett/støv), Tilstrekkelig tørking (vann)
4		Bruk av filament	5						God opplæring
4		Ødelegge SEM	1						God opplæring
5	Ultralydbad	Brannskade	3	A				A3	Unngå å søle kokende vann/løsning.
5		Kortslutning/ elektrisk støt	1	A				A1	God opplæring
5		Inhalering av damp og kjemikalier	2	B				B2	Ikke stå rett over ultralydbad når lokket åpnes.
6	Polering	Sårskade	1	A				A1	Ta det rolig og opptre forsiktig.
6		Slitasjeskade	3						Ta det rolig og opptre forsiktig.
7	Korrosjonstest	Feil bruk av instrumenter	1						Følg opplæring nøyaktig

7		Vannskade	1						Hindre søl og feil bruk av maskin. God opplæring.
8	Transport av prøver	Fall	2	A				A2	God tid. Ta hensyn til årstid. Stødige sko. Planlegg ruten.
8		Ødelegge prøver	2						Unngå rushtid/full buss. Bruk god tid og vær oppmerksom på trafikken/personer.
8		Påkjørsel	1	C				C1	Følg trafikkreglene
9	Preparering av prøver med sirkelsag	Klærfare	1	A				A1	God tid. God kommunikasjon. Oppmerksomhet.
9		Sårskade	2	A				A2	Plasser prøver forsiktig.
9		Alvorlig sårskade	1	B				B1	Plasser prøver forsiktig.
10	Preparering og håndtering av Etanol	Øyeiritasjon	2	A				A2	Verneutstyr. Øyeskyll lett tilgjengelig.
11	Bruk av smittevernstyr	Bil eksponert for Covid 19	2	B				B2	Vaske verneutstyr i henhold til retningslinjer før bruk.