

Mikrostruktur og mekaniske egenskaper for skrueekstrudert aluminium

Karakterisering av skrueekstrudert
aluminium etter ulike rensmetoder av
råmaterialet

Audun Bilsbak

Materialteknologi

Innlevert: Juni 2012

Hovedveileder: Hans Jørgen Roven, IMTE

Medveileder: Oddvin Reiso, IMTE

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Institutt for materialteknologi

Mikrostruktur og mekaniske egenskaper for skrueekstrudert aluminium

Audun Bilsbak

Diplomoppgave

6/16/2012

Veileder: Prof. Hans Jørgen Roven

Medveileder: Prof. 2 Oddvin Reiso, forsker Harald Westøl, ph.d. kandidat Terje Hals



Institutt For Materialteknologi
Norges Teknisk-Naturvitenskapelige Universitet
NTNU

Forord

Dette prosjektarbeidet er utført i henhold til mastergrad ved Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet, NTNU. Det er en utvidelse av tidligere prosjektarbeid utført høsten 2011. Prosjektet er en del av et forskningssamarbeid mellom Hydro Aluminium og NTNU.

Forskningen tar for seg en ny metode for ekstrudering av aluminium. Dette arbeidet fokuserer på ulike renseteknikker av råmateriale, de mekaniske egenskapene og mikrostrukturen til skrueekstruderte profiler. Arbeidet er utført ved instituttet for Materialteknologi, våren 2012.

Jeg vil gjerne takke mine veiledere Hans Jørgen Roven, Oddvin Reiso, Terje Hals, Fredrik Widerø og Harald Westøl for god hjelp og støtte til teoretisk og praktisk utførelse av prosjektarbeidet.

I tillegg vil jeg takke Pål Ulset for gode råd og smarte løsninger i metallografilaboratoriet, Pål Christian Skaret for teknisk støtte med mekaniske tester og Robert Karlsen for utforming av strekkstaver.

Formål

Formålet med det industrielle prosjektet til Hydro Aluminium og NTNU er å utforske muligheten for å industrialisere skruuekstrudering av aluminium. Skruuekstrudering åpner opp for nye muligheter i industrien med en effektiv og energikonserverende ekstruderingsprosess i forhold til tradisjonell ekstrudering. Ved skruuekstrudering kan ekstrudering av profiler foregå kontinuerlig ved at skrapmetall mates inn i ekstruderen. Dermed unngår man en energikrevende omsmelting og støpeprosess for «billets», stans i produksjonen grunnet innplassering av en ny «billet» og omsmelting av restmaterialet. Aluminiumsindustrien idag bruker gjerne to eller flere lokaler til støpeprosessen og ekstruderingen, mens implementering av skruuekstrudering kan medføre en sentralisering der oppbevaring av skrapmetall og ekstrudering kan foregå i det samme industrilokalet.

Sammendrag

Det er aktuelt å bruke restaluminium fra produksjonsindustrien som råmaterialet til skrueekstrudering. Restaluminiumet inneholder forurensinger som blant annet skjæreolje. Dette arbeidet har fokusert på ulike rensemeter av råmaterialet som skal skrueekstruderes og kvaliteten på ekstrudatene. Råmaterialet ble systematisk forurenset med en olje fra maskineringsindustrien og behandlet på fire ulike måter før ekstrudering, hhv. ubehandlet, vannrenset, acetonrenset og termisk renset.

Mikrostruktur og mekaniske egenskaper ble undersøkt, og det var en klar sammenheng mellom kvalitet og innhold av olje i ekstrudatene. Høyere innhold av olje førte til økt spredning i strekkresultater, redusert bruddforlengelse, økt gassutvikling og delaminering.

Termisk rensing gir et ekstrudat av høy kvalitet, som viser svært gode resultater med lav spredning i mekaniske egenskaper, høy styrke og god duktilitet.

Innholdsfortegnelse

Forord	I
Formål	II
Sammendrag	III
1 Introduksjon	1
2 Teori	2
2.1 Ekstrudering	2
2.1.1 Tradisjonelle ekstruderingsmetoder	2
2.1.2 Skrueekstrudering.....	3
2.2 Faseomvandlinger	4
2.2.1 Rekrystallisering og tekstur	4
2.2.2 Kornvekst	6
2.2.3 Presipitering.....	6
2.3 Korngrenseherding	7
2.4 Ludwik Hollomon.....	7
2.5 Brudd	7
2.6 Analytiske metoder	8
2.6.1 Hardhetsmåling	8
2.6.2 Mikroskopi	8
2.6.3 Strekktesting.....	9
3 Tidligere arbeid	10
3.1 Flytprofil	10
4 Eksperimentelt	11
4.1 Materialer	11
4.2 Behandling av råmateriale før skrueekstrudering.....	11
4.2.1 Forurensing av granulater	11
4.2.2 Rensing av granulater	11
4.3 TGA analyse	12
4.4 Ekstrudering	12
4.5 Innstøping av prøver	13
4.6 Hardhetsmålinger	13
4.6.1 Preparering	13
4.6.2 Hardhet i granulater	13
4.6.3 Hardhet i ekstrudatene.....	13

4.6.4 Mikrohardhet i «ubehandlet»	13
4.7 Mikroskopi, makroskopi og EBSD	14
4.8 Strekktesting og varmebehandling av strekkstaver	14
5 Resultater	15
5.1 Vannløselig olje	15
5.2 TGA analyse	16
5.3 Hardhetsmålinger av granulater	17
5.4 Hardhetsmålinger av ekstrudatene.....	18
5.5 Mikroskopi av hardhetsinntrykk og materialflyt i «ubehandlet».....	23
5.6 Lysoptisk mikroskopi av ekstrudatene	24
5.7 Strekktesting.....	32
5.8 Makroskopi av bruddoverflaten og lengdesnittet til strekkstavene	38
5.9 Lysoptisk mikroskopi av ekstrudatene i herdet tilstand.....	43
5.10 Makroskopi av bruddoverflaten til strekkstavene i herdet tilstand.....	47
5.11 EBSD.....	51
6 Diskusjon	53
6.1 Rensemeter og ekstrudering.....	53
6.2 Vannløselig olje og hardhet i granulater	53
6.3 Hardhetsmålinger av ekstrudatene.....	54
6.4 Mikrostruktur	55
6.5 Strekktesting.....	55
6.6 Bruddoverflate	57
6.7 Mikrostruktur etter inn – og utharding.....	58
6.8 EBSD.....	59
6.9 «termisk rensset»	59
7 Videre arbeid	61
8 Konklusjon	61
9 Referanser	62
10 Vedlegg	64
10.1 Olje	64
10.2 Hardhetsmålinger.....	65
10.3 EBSD.....	67

1 Introduksjon

Skrueekstrudering er en kjent ekstruderingsprosess i plastikk, mat og medisindustrien. Et forskningsprosjekt mellom Hydro, Sintef og NTNU utforsker denne typen ekstrudering for aluminiumprofiler. Ekstruderingsprosessen har mange fordeler sammenlignet med tradisjonell ekstrudering med tanke på energieffektivitet, som er positivt både økonomisk og miljømessig.

En av flere utfordringer som forskningsprosjektet står ovenfor er tilstanden til råmaterialet som skal ekstruderes. Det er fornuftig å se for seg at råmaterialet blir kjøpt fra ulike produksjonsindustrier der man har rikelig med tilgang på restaluminium fra dreining og andre utformingsprosesser som blir brukt under produksjon av aluminiumsprodukter. Ved ulike maskineringsprosesser, som for eksempel dreining, er bruk av skjærevæske aktuelt. Dette er en av flere urenheter som befinner seg i restaluminiumet.

Denne rapporten vil fokusere på ulike rensemetoder for råmaterialet og kvaliteten av de skruerekstruderte profilene. Råmaterialet er forurenset med en skjærevæske fra industrien og gjennomgår ulike rensemetoder under kontrollerte forhold. Av rensemetoder vil det fokuseres på vannrensing, acetonrensing og termiskrensing. De to første rensemetodene er bruk av en væske til å løse opp oljen, mens den siste er en termisk prosess der oljen forbrenner ved en gitt temperatur. Etterrensing vil råmaterialet skruerekstruderes med en dobbelgjenge skrue under tilnærmet konstante forhold. Videre vil ekstrudatene undersøkes ved hjelp av tradisjonelle mekaniske og metallografiske metoder inkludert lysmikroskopi, makroskopi, hardhetsmålinger og strekktesting.

2 Teori

Dette kapitlet tar for seg en del av teorien som er relevant for de ulike undersøkelsene av de ekstruderte profilene i prosjektarbeidet. Målet er å kunne kombinere teorien med resultatene slik at man kan produsere en logisk og faglig diskusjon.

2.1 Ekstrudering

Ekstrudering er en prosess der et materiale blir presset med stor kraft gjennom en dyse i enden av et ekstruderingskammer. Materialet flyter plastisk inn mot og ut av dysen, noe som fører til at materialet kommer ut av ekstruderingsprosessen med et geometrisk tverrsnitt tilsvarende dysens. Ekstrudatene kan være alt fra sylindere til mer komplekse profiler som ville vært vanskelig om ikke umulig å lage ved sammenføring av ulike segmenter. Dysene er mange og gir mulighet for en stor geometrisk variasjon for sluttproduktene.

Ekstrudering av aluminium er en effektiv og svært fleksibel prosess som har applikasjoner innen mange ulike industrier i dagens samfunn. Aluminiumprofiler blir brukt innen medisin, offshore, transport, møbel, bygg –og bilindustri for å nevne noen.

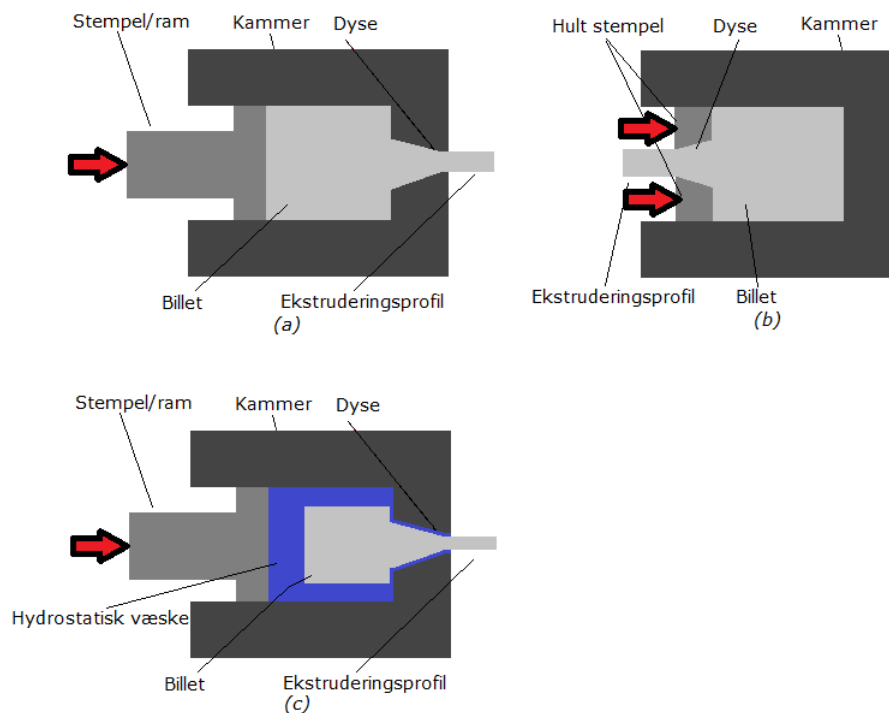
Ved tradisjonell ekstrudering av aluminium, blir det støpt en sylinder (i noen spesialtilfeller rektangulære søyler med avrundet hjørner) med en diameter 5-10 mm mindre enn ekstruderingskammeret, også kalt en «billet», som deretter presses gjennom dysen [1,2].

2.1.1 Tradisjonelle ekstruderingsmetoder

Den vanligste metoden for produksjon av aluminiumprofiler er direkte ekstrudering. Ved denne typen ekstrudering presser et stempel en ferdigstøpt «billet» gjennom et kammer og ut gjennom åpningen av en dyse, se figur 2.1. Materialet gjennomgår oppvarming til 450-550 °C før ekstrudering, og under ekstrudering vil aluminium feste seg til overflaten i kammeret og i en sone nær dysen, noe som fører til inhomogen flyt med stor grad av viskoplastisk skjærflyt. Den kraftige deformasjonen av materialet fører til stor varmeutvikling.

Ved indirekte ekstrudering er dysen plassert rett foran et gjennomhullet stempel (eventuelt ram) som presses inn i kammeret, se figur 2.1. Det fører til at aluminium vil flyte langs sentrum av tverrsnittet til kammeret og ut dysen i motsetning til stor inhomogen flyt langs overflaten av kammeret som inntreffer ved direkte ekstrudering. Kraften som kreves for å presse stempelet inn i kammeret er mindre ved indirekte ekstrudering i forhold til direkte ekstrudering grunnet stor friksjonsreduksjon.

Hydrostatisk ekstrudering er direkte ekstrudering kombinert med en hydrostatisk væske som ligger mellom stempelet og «billeten», se figur 2.1. Fordelen med denne metoden er redusert friksjon i dyseåpningen grunnet en smørende effekt fra væsken. I tillegg har ikke «billeten» de samme strenge dimensjonskrav i forhold til kammeret, som ved direkte og indirekte ekstrudering, siden væsken ligger som en film mellom «billeten» og veggene i kammeret [3].

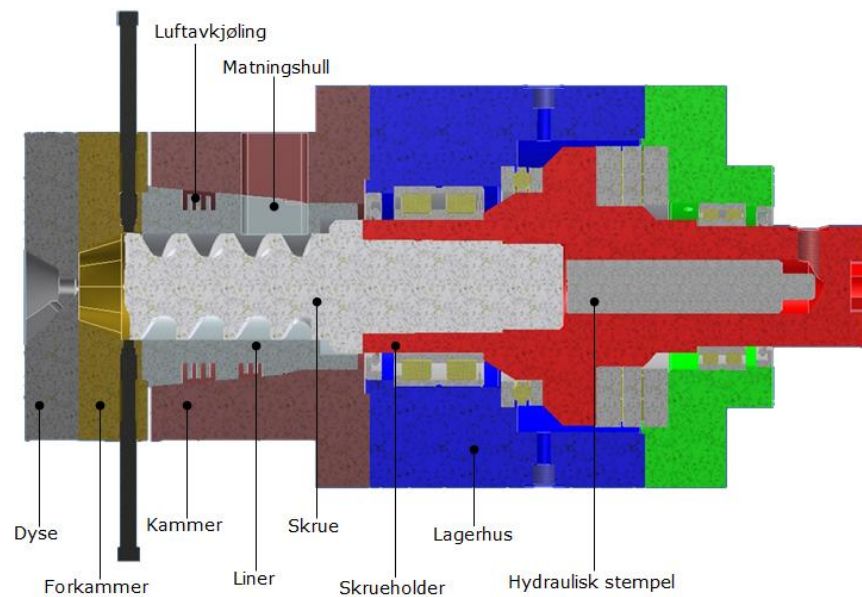


Figur 2.1 (a) Direkte ekstrudering, (b) indirekte ekstrudering og (c) hydrostatisk ekstrudering.

2.1.2 Skruerekstrudering

Ekstruderingsmaskinen bruker en skruer til å transportere granulatene frem i ekstruderingskammeret. Granulatene ligger i en beholder koblet til en vibrasjonsrenne som transporterer materialet frem til et matningshull og ned til skruen. Når skruen roterer beveger granulatene seg innover i kammeret grunnet friksjonskontakt. På enden av maskinen, der dysen sitter, kobles det til et induksjonselement som varmer opp dysen, forkammeret og «lineren», se figur 2.2. Oppsettet varmes opp til en bestemt temperatur. Deretter transporteres granulatene ned i matningshullet og frem til forkammeret der det skapes et trykk, pga. kontinuerlig tilførsel av nye granulatene, stort nok til at materialet kompakteres til en solid masse («billett»). Ved videre matning vil den solide massen presses ut gjennom dysen. Stor friksjonskontakt og plastisk deformasjon under ekstruderingen fører til en økning i temperatur. Temperaturen til hele oppsettet overvåkes kontinuerlig med åtte «termoelementer» og reguleres med induksjonselementet og luftavkjøling [4].

Mye forskning gjenstår for å øke forståelse rundt de ulike fysiske og kjemiske prosessene som granulatene gjennomgår. I dag er det stort fokus på hvordan materialet flyter fra trykksone i forkammeret og ut av dysen og mekanismene involvert i kompaktering av granulatene.



Figur 2.2 Lengdesnitt av ekstruderingsoppsettet [5].

2.2 Faseomvandlinger

2.2.1 Rekrystallisering og tekstur

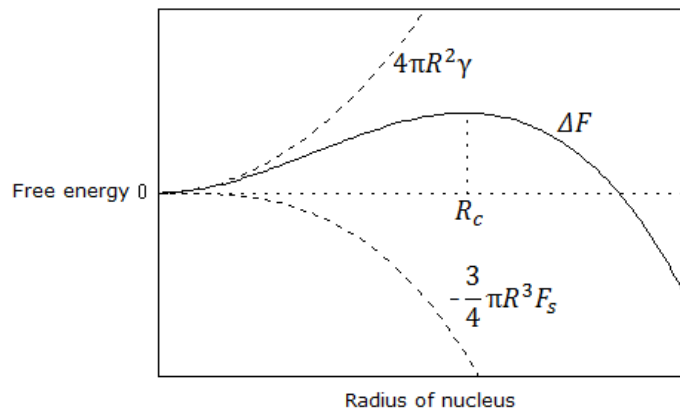
Rekrystallisering vil fremtre ved varmebehandling av aluminiumslegeringer som har gjennomgått en kald eller varm deformasjonsprosess. Varmebehandling av polykrystalline aluminiumslegeringer vil indusere kornvekst. Kornvekst og rekrystallisering vil endre materialets mikrostruktur og mekaniske egenskaper [6].

For kraftig deformerte aluminiumslegeringer (ekstrudering, valsing osv.) vil dislokasjonstettheten være høy ($10^{15}/m^2$). [7]. Det vil si at materialet har en høy indre energi i form av dislokasjoner [8]. Dette er en ustabil struktur, men vil ikke endres ved romtemperatur. Materialet vil ha en fibertextur der «fiber» refererer til korn som er forlenget i en retning parallell til ekstruderingsretningen. I FCC metaller, som aluminium, er $\langle 111 \rangle$ og $\langle 100 \rangle$ retningene i samsvari tverrsnittet til ekstruderte profiler. Dersom materialet varmes opp vil det oppstå termisk aktivering av dislokasjonsbevegelse som gjør det lettere for dislokasjoner å bevege seg grunnet økt diffusjon og dannelse av vakanser. Det medfører «recovery» som vil si utsletting av dislokasjoner ved at to like dislokasjoner med motsatt burgersvektor møtes i samme plan eventuelt klatrer ved diffusjon av vakanser [9,10]. Like etter oppvarming vil termisk aktivering medføre en reduksjon i dislokasjonstettheten ($1,5 \cdot 10^{14}/m^2$) [11] grunnet rearrangering av dislokasjoner ved «recovery» som fjerner restspenninger («residual stresses»), men mikrostrukturen vil forbli uendret. I de resterende kornene kan dislokasjoner danne en polygonisert subkornstruktur som danner grunnlaget for nye, rekrystalliserte korn ved tilstrekkelig høy temperatur [12].

Drivkraften for rekrystallisering er den lagrede energien i form av dislokasjonstettheten etter initial varmebehandling og termisk aktivering, og i en rekrystallisert kornstruktur vil dislokasjonstettheten være kraftig redusert ($10^{10}/m^2$). Den primære rekrystalliseringen er dannelse av en ny mikrostruktur der korn dannes ved nukleasjon på korn grensene til den polygoniserte strukturen og vokser til de møter korn grensene til andre nabokorn. Rekrystalliseringshastigheten er avhengig av dislokasjonstetthet, temperatur, diffusjon og legeringsinnhold [13]. Deformert ren aluminium vil for

eksempel rekrystalliseres mye raskere og ved lavere temperatur enn en AA6060 legering. Temperaturen der nye korn med svært lav dislokasjonstetthet og hardhet forekommer, kalles rekrystalliseringstemperaturen. For ren aluminium er rekrystalliseringstemperaturen rundt 150°C [14].

Dersom et nytt korn skal dannes ved nukleasjon og overleve må det overkomme en kritisk størrelse R_c . Se figur 2.3.



Figur 2.3 Nukleasjonsenergi.

Rekrystalliserte korn kan dannes ved nukleasjon og koalisjon av subkorn eller dislokasjonsceller [15]. Ved at dislokasjonsceller slår seg sammen og vokser grunnet klatring av dislokasjoner, kan det oppstå et stort subkorn med størrelse større en R_c . Det nye kornet vil vokse ytterligere ved høy temperatur. Den kritiske størrelsen R_c vil reduseres ved økt dislokasjonstetthet, se ligning 2.1. Der dislokasjonstettheten er størst er det mest gunstig for nukleasjon av nye korn [16].

$$R = \frac{2\gamma}{F_s} \quad R > R_c \rightarrow \text{dannelse av stabilt korn}$$

Ligning 2.1

γ = grenseenergi, F_s = lagret energi

Ulike typer rekrystallisering

Primær rekrystallisering er *diskontinuerlig rekrystallisering*. Det betyr at både deformasjonsstrukturen og orienteringsfordelingen av den deformerte krystallstrukturen har forsvunnet.

Dersom materialet har gjennomgått en kraftig og kompleks deformasjonsprosess der migrasjon av korngrenser er drastisk begrenset grunnet hinder som presipitater og oksider, vil kun en kraftig «recovery»-prosess oppstå der høyvinklede grenser gradvis formes ved koalisjon av subkorn. Migrasjon over originale, høyvinklede grenser vil ikke forekomme fordi presipitater har akkumulert på de originale grensene under deformasjonen. Denne prosessen er en *kontinuerlig rekrystallisering* der orientering av nye korn i det deformerte krystallgitteret ikke endrer seg i forhold til den originale orienteringen av deformerte korn under varmebehandling [17].

Ved økt temperatur i deformasjonsprosessen øker termisk aktivering. Ved tilstrekkelig høy temperatur og tøyning vil rekrystallisering skje ved deformasjon og prosessen kalles *dynamisk rekrystallisering* [18].

2.2.2 Kornvekst

Normal kornvekst i polykrystallinsk aluminium er definert som en homogen økning av gjennomsnittlig kornstørrelse ved varmebehandling. Normal kornvekst skjer ved migrasjon av høyvinklede grenser. Store korn vokser på bekostning av små korn som til slutt forsvinner [19]. Ved økt kornvekst følger en reduksjon i korngrenseareal per volum som vil si at reduksjon av korngrenseenergi er den drivende kraften for vekst [20]. Total korngrenseenergi per volum (F_b) er gitt av følgende ligning:

$$F_b = \frac{3\gamma}{2R} \quad \text{Ligning 2.2}$$

γ = korngrenseenergi, R = gjennomsnittlig radius av sfæriske korn

Fastløste legeringselementer har en tendens til å samles i substitusjonelle og interstitielle posisjoner ved korngrenser der interaksjon mellom korngrenser og legeringselementer gir opphav til favoriserte energinivåer for legeringselementene. Dersom en korngrense beveger seg, vil legeringselementene følge korngrensen som skaper motstand. Det kan medføre redusert kornvekst og er avhengig av interaksjonsenergien (Q_b) [21]. Kornvekst kan også hindres ved utfelling av partikler som fungerer som barrierer for korngrenser.

Zenerkraft (P_z) er kraften som motvirker bevegelse av korngrenser over sekundærfasepartikler [22].

$$P_z = \frac{3f\gamma}{2r} \quad \text{Ligning 2.3}$$

f = volumfraksjon av sekundærfase, γ = korngrenseenergi, r = partikkelradius

I tilfeller der sekundærfasepartikler kan hindre normal kornvekst i de fleste korn mens vekst forbeholdes et fåtall, har man et fenomen som kalles *uregelrett kornvekst*. Varmebehandling ved høye temperaturer kan medføre vekst av sekundærfasepartikler, koalisjon eller oppløsning i krystallgitteret. Ved vekst av sekundærfasepartikler reduseres zenerkraften som kan føre til vekst av korn over en kritisk størrelse og krymping av korn under en kritisk størrelse, mens vekst av gjennomsnittlig kornstørrelse er svært langsom og kan stoppe helt opp [23].

2.2.3 Presipitering

En av de viktigste herdemekanismene for aluminiumslegeringer er utfelling av presipitater i form av partikler. Partiklene kan deles inn i tre hovedgrupper hhv. koherente, semikoherente og inkoherente i forhold til krystallstrukturen i materialet. Grad av koherens med krystallgitteret avgjør hvilke dislokasjonsmekanismer som opptrer [24].

Ved innherding tar man aluminiumslegeringen opp i høy temperatur (rett under den eutektiske temperaturen) der materialet blir supermettet med legeringselementer i fast løsning. Deretter bråkjøler man materialet slik at mengden legeringselementer i fast løsning ved høy temperatur ikke rekker å diffundere ut, og blir dermed bevart ved romtemperatur. Ved å bråkjøle materialet forskyver man likevekten. Dersom materialet gradvis blir avkjølt vil likevekt bevares ved kontinuerlig utfelling av legeringselementer i ulike grove faser som ikke vil gi store herdebidrag [25].

Ved utharding av AA6060 tar man materialet opp i typisk 180 - 200 °C. Dette vil føre til at legeringselementer i fast løsning vil presipitere ut av krystallgitteret og danne mange små og koherente partikler. Herdebidraget er stort og vil øke med antall partikler, størrelse og hardhet. Etter

hvert vil partiklene bli så store at de blir totalt inkoherente med krystallgitteret og ugjennomtrengelig for dislokasjoner. Dersom utharding fortsetter vil man få overaldring av materialet som vil resultere i redusert hardhet [26].

2.3 Korngrenseherding

Herdeeffekten av kornstørrelse i en mikrostruktur kan forklares ut i fra Hall Petch relasjonen, se ligning 2.4.

$$\tau_g = k_g d^{-1/2} \quad \text{Ligning 2.4}$$

τ_g = herdebidrag fra korngrense, k_g = proporsjonalitetskonstant, d = korndiameter

Dersom kornstørrelsen er vesentlig større enn Frank-Read-kilder vil ikke dislokasjonsglidning bli påvirket, ergo uendret arbeidsharding. Redusert kornstørrelse gir økt flytespenning og siden arbeidsharding ikke er påvirket vil man få en vertikal forskyvning av strekk-tøyning-kurven [27].

2.4 Ludwik Hollomon

For en spenning – tøyning kurve med en definert flytespenning kan Ludwiks sammenhenger bli brukt med suksess. Ludwiks sammenheng kan sees i ligning 2.4.

$$\sigma = \sigma_0 + K \cdot \varepsilon^n \quad \text{Ligning 2.5}$$

σ_0 , K og n blir evaluert ut ifra eksperimentelle data fra strekkresultater. Ludwik sammenhengen kan brukes til å evaluere strekkinformasjon i det uniforme tøyingsområdet, se fig 2.6. Ved å lage et log – log diagram av sann tøyning og spenning, se ligning 2.6 - 2.8, kan man beregne styrkekoeffisienten (K) og fastingskoeffisienten (n) [28].

$$\sigma = s(1 + e) \quad \text{Ligning 2.6}$$

Ligning 2.5 viser sann spenning beregnet ut ifra «engineering stress» (s) og «engineering strain» (e).

$$\varepsilon = \ln(1 + e) \quad \text{Ligning 2.7}$$

Ligning 2.6 viser sann tøyning beregnet ut ifra engineering strain (e)

$$\log(\sigma - \sigma_0) = \log K + n \log \varepsilon \quad \text{Ligning 2.8}$$

σ_0 er ikke ekvivalent med flytespenningen ($\sigma_{0.2}$), men vil bli grovt estimert ut ifra $\sigma_{0.2}$ eller satt til en verdi lik 0 som gir et forenklet uttrykk av ligning 2.5.

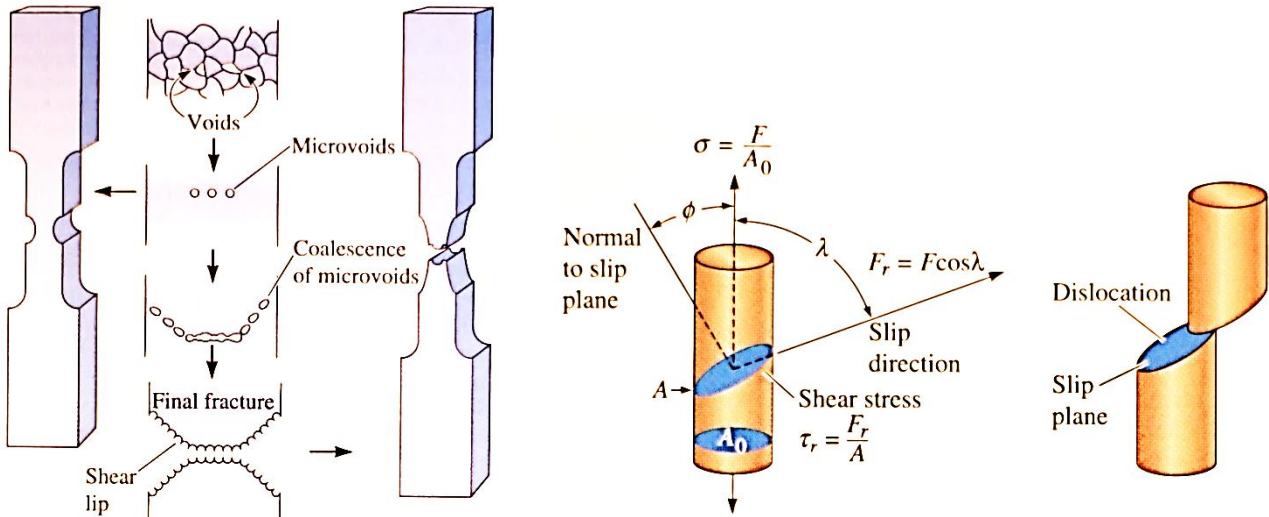
2.5 Brudd

Ved duktile brudd forekommer sprekkevekst ved «duktil rivning». Store tøyninger medfører dannelse av mikroporer («mikrovolds»), se figur 2.4, som utvikler seg i senter av strekkstaven. Nukleasjon av mikroporer skjer i nærheten av partikler der grenseovergangen er det svakere området i «matrix» eller langs korngrenser. Etterhvert som spenningen stiger vil mikroporene vokse til de når en størrelse som er lik eller større enn avstanden mellom hver pore. Da vil materialet mellom porene kollapse slik at man får sammenslåing av flere porer som danner en større sprekk. Når sprekken når en kritisk lengde blir lasten for stor for det resterende kontaktområdet i strekkstaven som fører til brudd. Bruddet skjer ved slipp idet skjærspenningen når eg kritisk verdi (τ_r). Skjærspenningen er

høyest ved 45 grader i forhold til strekkretningen (Schmids lov ligning 2.9) som fører til et brudd i det aktuelle slipplanet. Resultatet av et slikt duktilt brudd er en «cup and cone» bruddoverflate [29].

$$\tau_r = \sigma \cos \phi \cos \lambda$$

Ligning 2.9



Figur 2.4 Et duktilt «cup – cone» brudd til venstre og skjærspenninger i et slippsystem til høyre.

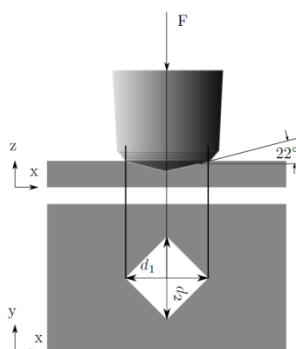
2.6 Analytiske metoder

Påfølgende delkapitler beskriver metodene som har blitt brukt til undersøkelse av egenskapene til de ekstruderte profilene.

2.6.1 Hardhetsmåling

Hardheten til materialer blir omtalt som Vickers hardhet [HV] og kan bli funnet for aluminium på følgende måte:

En diamanttupp presses ned i overflaten av en prøve med en kraft tilsvarende 1 kg (HV1). Tuppen lager et pyramideintrykk i overflaten der lengden av de to diameterne, se figur 2.5, kan avleses. Vickers hardhet til materialet kan dermed kalkuleres.



Figur 2.5 Intrykket av en diamanttupp i en prøveoverflate.

2.6.2 Mikroskopi

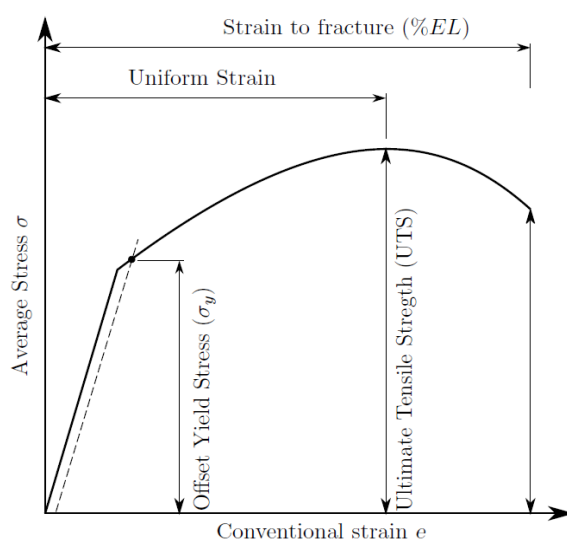
Mikrostrukturen til aluminium kan undersøkes ved hjelp av et lysmikroskop. For å få frem kornstrukturen til en aluminiumsprøve må den først gjennomgå sliping og polering slik at grovheten/ruheten i overflaten blir redusert til rundt 1 μm. Deretter må prøven anodiseres ved hjelp

av en strømkilde og en elektrolytt (95 % vann og 5 % HBF_4) slik at det elektrokjemisk utfelles et oksidlag på overflaten. For nærmere beskrivelse av oppsettet, se figur 4.7. Den ideelle tykkelsen på oksidlaget er rundt $75 \mu\text{m}$. Det vil si at lys som treffer prøveoverflaten og reflekteres vil totalt bevege seg $150 \mu\text{m}$ gjennom oksidlaget.

Krysspolarisert lys består av lys med to ulike bølgeretninger. Når lyset sendes gjennom en λ -plate skapes en forskjell i veilengde for de to ulike retningene lik 550 nm . Det gir prøven en lilla bakgrunnsfarge når den studeres i mikroskopet, mens de ulike kornene avbildes som nyanser av rød, gul og blå grunnet ulik orientering av oksidlaget over kornene, som også er optisk anisotrope. Dermed kan man studere kornstørrelse, grad av rekrystallisering, deformasjonsstruktur og hva slags form og fordeling kornene har.

2.6.3 Strekktesting

Den vanligste metoden for å finne spenning-tøyning-kurven til et materiale er strekktesting. En strekkstavprøve blir strukket ved hjelp av en servohydraulisk maskin der én ende av prøven er fastspent uten mulighet til å bevege seg, mens den andre enden er fastspent til en mekanisk arm som strekker prøven uniaksialt til den revner. Under strekking blir forlengelse (Δl) og kraften (F) kontinuerlig overvåket og registrert av en datamaskin. Ut ifra kraft og forlengelse kan man kalkulere spenning ved hjelp av $\sigma = F/A_0$ der A_0 er arealet til tverrsnittet av strekkstaven, og strekk ved hjelp av $\epsilon = \Delta l/l_0$ der l_0 er opprinnelig lengde av strekkstaven. Spenning-tøyning-kurven, se figur 2.6, kan fortelle noe om hvilke mekaniske egenskaper prøvematerialet har. I strekkresultatene fokuseres det på «offset» flytespenning ($\sigma_{0.2}$), strekkfasthet (UTS) og bruddforlengelse (ϵ_f).



Figur 2.6 Spenning-tøyning-kurve med de viktigste strekkegenskapene [30].

3 Tidligere arbeid

I kapittel 3 presenteres tidligere arbeid der man har studert hvordan materialet blandes i forkammeret ved skruerekstrudering og flytprofilen.

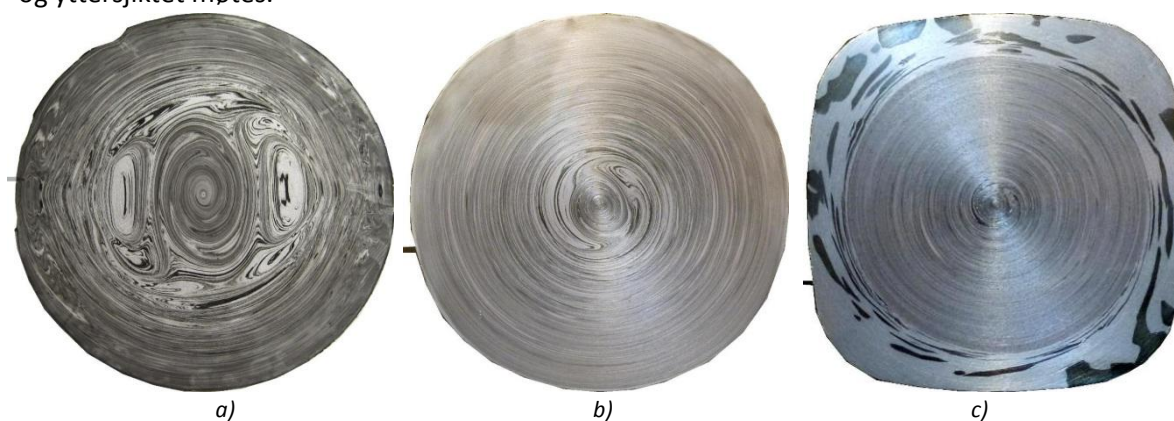
3.1 Flytprofil

Fra tidligere arbeid er flytprofilen for skruerekstrudering med dobbelbladet skruer funnet ved hjelp av kontrollert tilførsel av kontrastmateriale [31].



Figur 3.1 Flytprofil ved skruerekstrudering.

I figur 3.1 ser man lengdesnittet til forkammeret og ekstrudatet. Al – 1,8 % Cu ble brukt som kontrastmateriale. Ekstrudatet består av ulike materiallag som er «sveiset» sammen ved friksjon mellom skruen, råmaterialet og forkammeret. Man kan dele lengdesnittet til ekstrudatet inn i ulike sjikt hvor hvert sjikt består av et ulikt antall materiallag. Yttersjiktet består av mange materiallag som har gjennomgått store tøyninger i forkammeret, mens sentersjiktet består av få materiallag med mindre grad av tøyninger. Man kan også definere et mellomsjikt i nærheten av området hvor senter – og yttersjiktet møtes.



Figur 3.2 Flytprofil i tverrsnittet til forkammeret. a) b) og c) representerer ulike avstander fra dyseåpningen, hhv. 40 mm, 27 mm og 9 mm.

Nær skruen oppstår det kompleks materialflyt med turbulens og tilbakeflyt. Med økt avstand fra skruetuppen blir flyten jevnere og mer spiralformet, men selv svært nærme dyseåpningen er det rester av den komplekse materialflyten i senter av forkammeret.

4 Eksperimentelt

Dette kapitlet beskriver eksperimentene som er utført som en del av prosjektarbeidet. Etter at de første planlagte eksperimentene ble gjennomført og resultatene studert, var det naturlig å utføre oppfølgingseksperimenter som gikk mer i dybden for å forklare de ulike resultatene. De ulike ekstrudatene vil bli referert til som «ubehandlet», «acetonrenset», «vannrenset» og «termisk renset».

4.1 Materialer

De skrueekstruderte prøvene som skulle undersøkes ble produsert fra kaldtrukket aluminiumstråd (AA6060 legering) i form av granulater, såkalt «feedstock». En referanse (AA606012) produsert ved tradisjonell ekstrudering av Hydro Raufoss vil sammenlignes med strekkresultatene for AA6060. Den kjemiske sammensetningen av de to legeringene er oppgitt i figur 4.1.

Element	Innhold [Vekt %]	
	AA6060	AA606012
Al	97.8	98.9
Si	0.46583	0.44
Fe	0.16143	0.19
Cu	0.0185	0.00
Mn	0.0017	0.05
Mg	0.46861	0.37
Zn	0.00467	0.00
Ti	0.01496	0.01

Figur 4.1 Kjemisk sammensetning av de to benyttede legeringene [29].

4.2 Behandling av råmateriale før skrueekstrudering

Granulatene ble systematisk forurenset og renset før ekstrudering.

4.2.1 Forurensing av granulater

20 kg råmateriale i form av granulater ble brukt i ekstruderingsforsøkene, hhv. fem kg til hvert forsøk. Før ekstruderingen ble granulatene (fem kg om gangen) lagt i et oljebad i 24 timer. Oljen var av typen Spirit MS 5000, se vedlegg 10.1. Etter oljebadet ble oljen silt bort og granulatene ble lagt til tørking på en rist i 24 timer med luftavtrekk. Deretter ble granulatene renset på tre ulike måter.

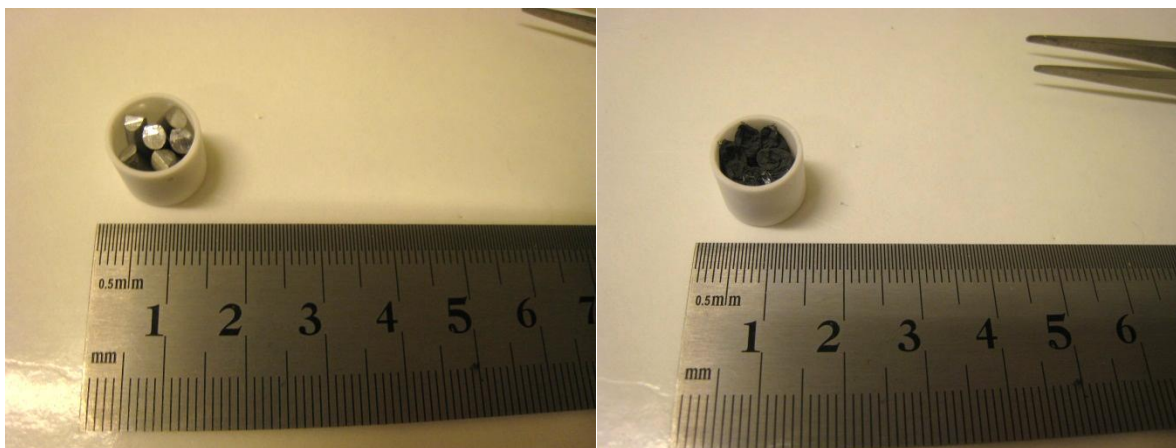
4.2.2 Rensing av granulater

Tre ulike rensemetoder ble brukt, hhv. acetonrensing, vannrensing og termisk rensing. Fem kg granulater forble urensset (ubehandlet). Ved vannrensing ble granulatene omveltet med gummihansker i en sil under rennende vann i fem minutter. Ved acetonrensing ble granulatene omveltet i et acetonbad i fem minutter. Ved termisk rensing ble granulatene lagt på et brett og satt inn i en varmluftsovn ved 350°C, se kapittel 4.3, i 30 minutter etterfulgt av luftavkjøling. Brettet var dekket med to lag aluminiumsfolie for å unngå mulige forurensinger under varmebehandlingen.

Etter rensing ble granulatene satt til hviling ved rom temperatur i nye 24 timer før ekstrudering.

4.3 TGA analyse

TGA analyse ble utført på granulater som gjennomgikk behandlingen i kapittel 4.2.1. Ved hjelp av TGA analysen ble forbrenningstemperaturen til oljen funnet, som var nødvendig for å finne ut hvilken temperatur som skulle brukes ved termisk rensing. Granulatene ble plassert i en keramisk digel, se figur 4.2, og satt inn i et SETSYS 2400 «Thermogravimetric Analysis TGA» apparat. I beholderrommet ble luften presset ut og erstattet med 99.9990 % YaraPraxair syntetisk luft (79%N/21%O). Granulatene ble deretter varmet fra romtemperatur opp til 800°C med en temperaturgradient lik 5°C/minutt og holdt ved 800°C i en time etterfulgt av avkjøling ned til romtemperatur med en temperaturgradient lik 50°C/minutt.

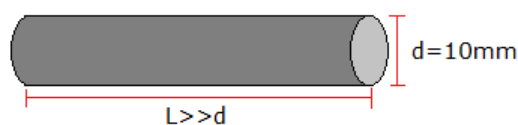


Figur 4.2 Granulater før og etter TGA analyse.

Ifølge endringen i massen så det ut til at all olje var forbrent i underkant av 350°C, se figur 5.3 og 5.4. Etter konsultasjon med veileder og ved å studere TGA analysen ble temperatur og rensetid for termisk rensing satt til å være 350°C og 30 minutter.

4.4 Ekstrudering

Alle skruerekstruderingsforsøkene ble gjennomført med en dobbelbladet skrue. Skruen var av typen «dobbelflight» C, som er det interne navnet. Profilene har et sirkulært tverrsnitt med en diameter lik 10 mm, se figur 4.3. De skruerekstruderte profilene ble ekstrudert med tilnærmet identiske parametere. Det ble gjennomført fire forsøk med en dags mellomrom med unntak av Termisk rensed granulater som ble utsatt i 5 uker grunnet forsinket TGA analyse. De tre første forsøkene ble utført 22 – 24 februar 2012, mens det siste ble utført 02 april. Alle forsøkene ble gjennomført med en dysetemperatur på 560 °C. Temperaturen bakover i ekstruderen varierte mellom forsøkene grunnet varierende kompaktering og friksjonsvarme. Matingen var 200 g/min og rotasjonshastigheten var 10 RPM. Prøvene som er undersøkt ble fremstilt under uendrede forhold og luftkjølt etter å ha kommet ut fra dysen.



Figur 4.3 Geometrien til ekstrudatene.

4.5 Innstøping av prøver

Alle prøvene som skulle gjennomgå hardhetsmålinger og mikroskopiundersøkelser ble støpt inn ved hjelp av et pulver (clarocit pulver) blandet med en væske (clarocit væske) i innstøpingsformer, se figur 4.4.



Figur 4.4 Innstøpingsutstyr.

4.6 Hardhetsmålinger

Det ble utført hardhetsmålinger i granulater og alle ekstrudatene. Kapittel 4.6 tar for seg hvordan de ulike prøvene ble laget, preparert og hvordan hardhetsmålingene ble utført.

4.6.1 Preparering

Alle prøver ble slipt med 800, 1200, 2500 og 4000 «MESH» silisiumkarbidskiver.

4.6.2 Hardhet i granulater

Sju vanlige granulater og sju termiskrensede granulater ble støpt inn i former og preparert som beskrevet i kapittel 4.6.1. Det ble utført 10 hardhetsmålinger i hhv. vanlige – og termiskrensede granulater.



Figur 4.5 Innstøpte granulater.

4.6.3 Hardhet i ekstrudatene

Hardhetsmålingene ble utført med en Duramin – A2500 og lasten var 1 kg (HV1 vickers hardhet). Prøvene ble preparert som beskrevet i kapittel 4.6.1. Det ble tatt målinger i tre ulike områder i tverr – og lengdesnitt: ytter, senter – og mellomsjikt, se figur 4.6. Avstanden ble definert som hhv. 0,3-0,4 mm, 2,5 mm og 5 mm fra kanten av snittene og inn mot senteret. Det ble laget tre prøver av begge snittene for hver av ekstrudatene. I alle sjiktene ble det utført fem hardhetsmålinger med 1 mm avstand mellom hvert inntrykk. Ved å ha 1 mm avstand sikrer man at den plastiske deformasjonssonen rundt et inntrykk ikke påvirker resultatet til den neste målingen. Totalt ble det utført 15 målinger av hvert sjikt.



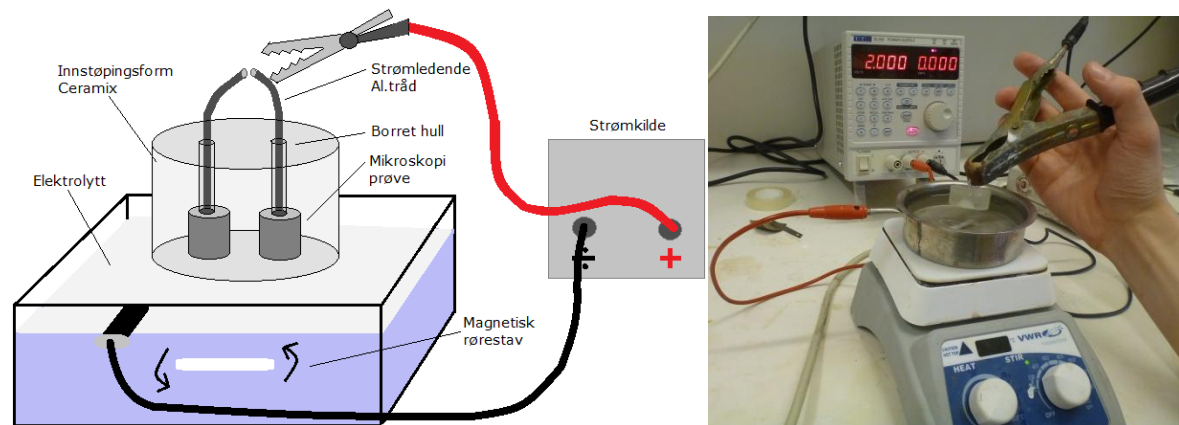
Figur 4.6 Tverrsnitt og lengdesnitt av ekstrudert profil.

4.6.4 Mikrohardhet i «ubehandlet»

Grunnet uventede resultater fra hardhetsmålingene i «ubehandlet» ble det gjennomført 15 mikrohardhetsmålinger i hvert av sjiktene i tverrsnittet og lengdesnittet. Lasten var 50g (vickers hardhet) og ble utført med en Leica VMHT MOT.

4.7 Mikroskopi, makroskopi og EBSD

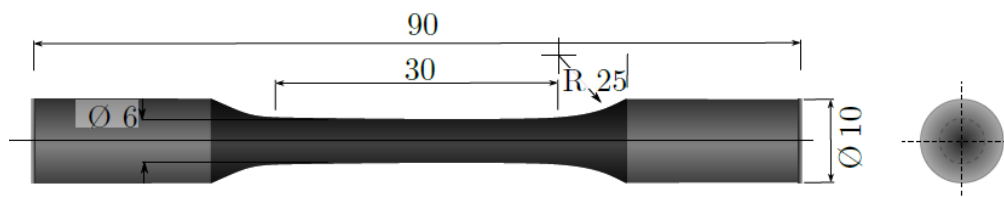
Det ble laget to prøver av hvert snitt for alle ekstrudatene til mikroskopiundersøkelser. Prøvene ble innstøpt og preparert som beskrevet i 4.6.1 og polert med 3 μm og 1 μm poleringsduker. Poleringen ble utført med en Struers TegraForce - 5 poleringsmaskin i 2-5 minutter med hver duk. Det ble boret hull gjennom støpeformen og inn i prøven. En aluminiumstråd av samme legering som prøven ble festet i hullet slik at man fikk en lukket strømkrets ved anodisering, se figur 4.7. For å få frem mikrostrukturen ble prøvene anodisert i 90 sekunder med en elektrolytt som bestod av 95 vol % vann og 5 % HBF_4 . Spenningen ble satt til 20 volt og en magnetisk rørestav ble brukt for å oppnå kontinuerlig omrøring av elektrolytten. Lysmikroskopet var av typen Leica MEF4M og lysmakroskopet var av typen Wild Photomakroskop M400. EBSD prøvene ble slipt og polert ned til 1 μm ruhet etterfulgt av elektropolering i 20 sekunder med A2 (20 vol % HClO_4 og 80 vol % $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) som elektrolytt kjølt ned til -25°C og spenning lik 20 V. Flyteraten var 13 og elektropoleringen ble utført med Struers TenuPol – 5. EBSD ble utført med Hitachi SU – 6600 FESEM med spenning lik 20 KV og arbeidsavstand lik 20 mm.



Figur 4.7 Oppsett av utstyr ved anodisering.

4.8 Strekktesting og varmebehandling av strekkstaver

Det ble tilvirket 20 strekkstaver fra hvert av ekstrudatene. Det første forsøket var strekktesting av strekkstaver i normal tilstand (ekstrudert og luftavkjølt), og det andre forsøket var strekktesting av strekkstaver etter inn – og utherdning. Fem strekkstaver av hvert ekstrudat ble innherdet i et saltbad ved 520°C i 10 minutter etterfulgt av bråkjøling i et vannbad med temperatur lik 20°C . Strekkstavene ble tørket og fikk hvile i fem minutter før de ble lagt til utherdning i en varmluftsovn ved 185°C i 9,5 timer. Strekkstavene ble strukket med en servohydraulisk strekkmaskin, frem til at brudd oppstod, med en strekkhastighet lik 2 mm/min. Målelengden til extensiometeret var 25 mm. Et dataprogram registrerte utviklingen av spenning og tøyning fra start til brudd og dataene ble plottet i Excel. Strekkmaskinen var av typen MTS 810. Figur 4.8 viser geometrien til strekkstavene.



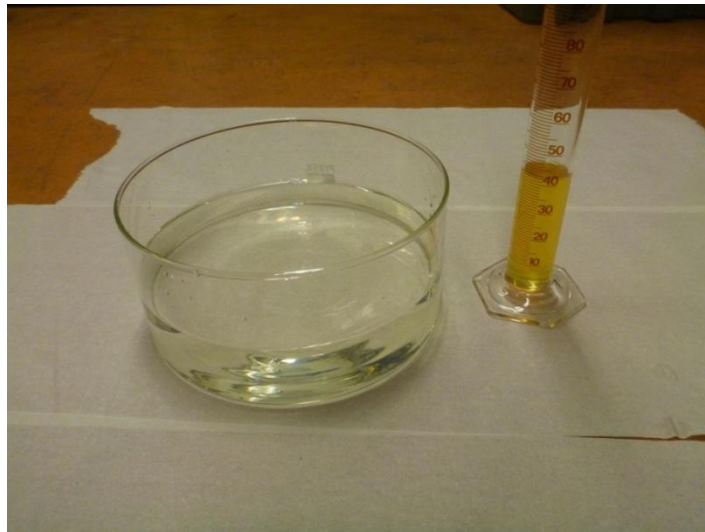
Figur 4.8 Strekkstavgeometri, alle mål i mm.

5 Resultater

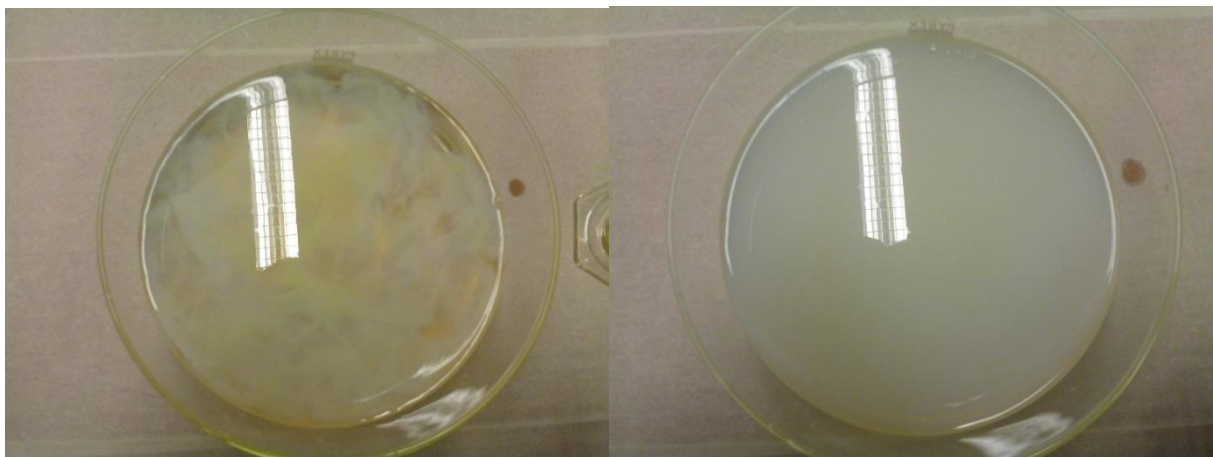
I kapittel 5 presenteres resultater av hardhetsmålinger, mikroskopiundersøkelser, strekkforsøk og bruddoverflater. Resultatene blir presentert i en praktisk rekkefølge med kommentarer og observasjoner. De ulike ekstraktene vil bli referert til som «ubehandlet», «acetonrenset», «vannrenset» og «termisk renset».

5.1 Vannløselig olje

I ekstruderingsforsøkene ble Spirit MS 5000 olje brukt som forurensing. Figur 5.1 og 5.2 viser hva som skjer når oljen blandes ut i vann. Resultatet som følger skal avkrefte eller bekrefte om oljen er løselig i vann.



Figur 5.1 En liter vann og 40 ml olje før blanding.

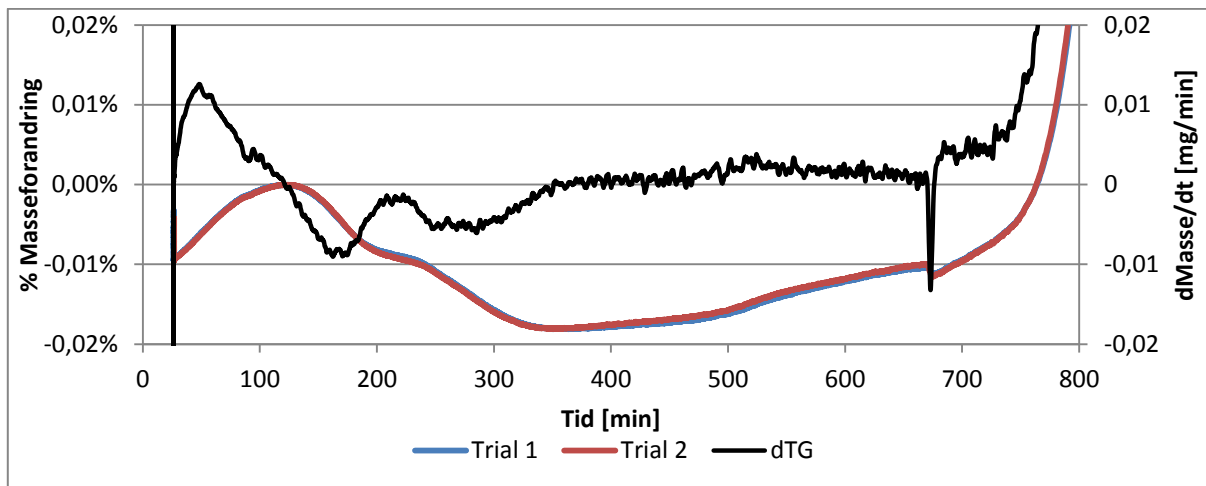


Figur 5.2 viser olje blandet med vann (4 vol% olje). Til venstre er oljen akkurat helt oppi vannkaret og til høyre ser man løsningen etter omrøring og fem minutter kviletid.

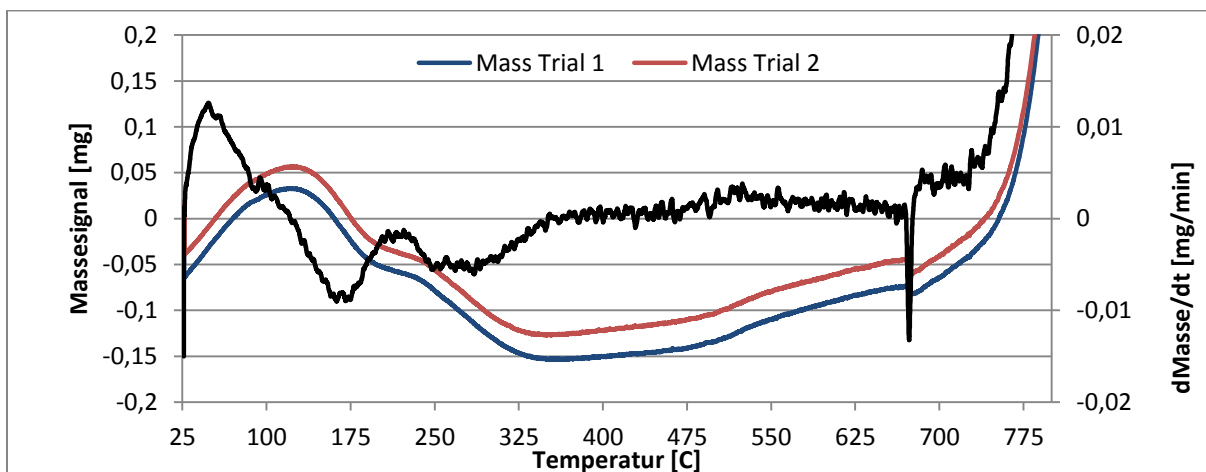
Man ser av figur 5.2 at oljen løses enkelt i vann. Det er ingen tendenser til oljedråper i overflaten av vannet som et resultat av hydrofobiske egenskaper.

5.2 TGA analyse

Kapittel 5.2 tar for seg resultatene fra TGA analysen. Det ble utført to forsøk, hhv. «trial 1» og «trial 2».



Figur 5.3 TGA analyse: Endring av masse over tid.

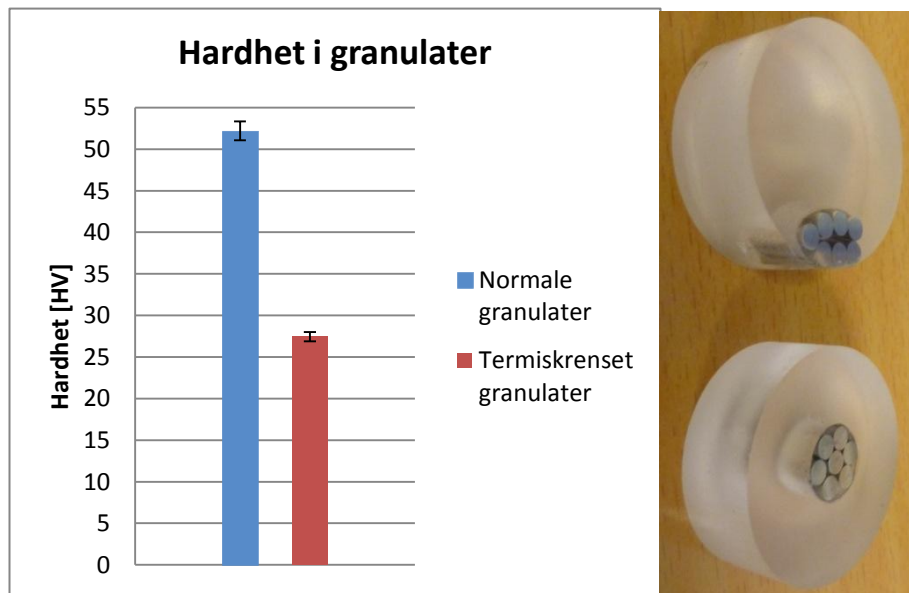


Figur 5.4 TGA analyse: Massesignal over temperatur.

I figur 5.4 kan man observere størst negativt massesignal rundt 350°C og figur 5.3 tilsier at massen ved nevnt temperatur er tilnærmet konstant i overkant av 30 minutter.

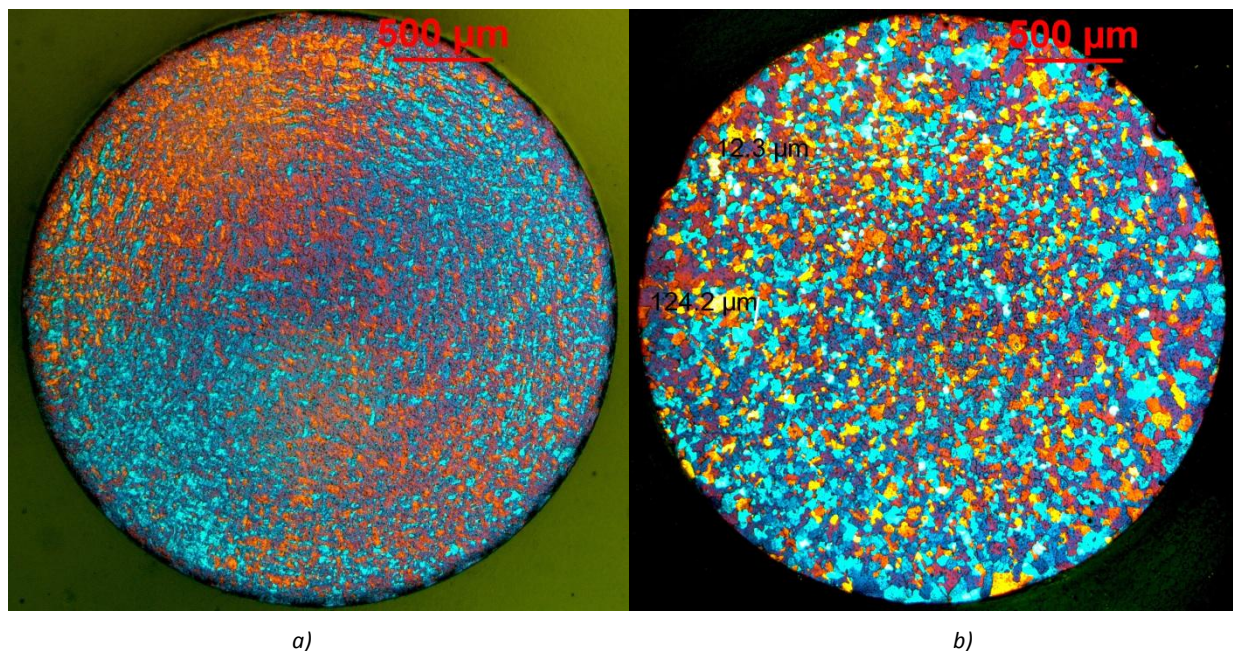
5.3 Hardhetsmålinger av granulater

Hardhet i granulater før og etter varmebehandling.



Figur 5.5 viser hardhet i normale – og termisk rensset granulater.

Hardheten til normale granulater (ikke varmebehandlet) ligger rundt 52,5 HV, se figur 5.5. Termisk rensset granulater har gjennomgått varmebehandling ved 350°C i 30 minutter og viser en reduksjon i hardhet i underkant av 50 % i forhold til normale granulater. Hardheten til Termisk rensset granulater ligger rundt 27,5 HV. Man kan også merke seg at standardavviket er tilnærmet 50 % mindre enn i normale granulater.

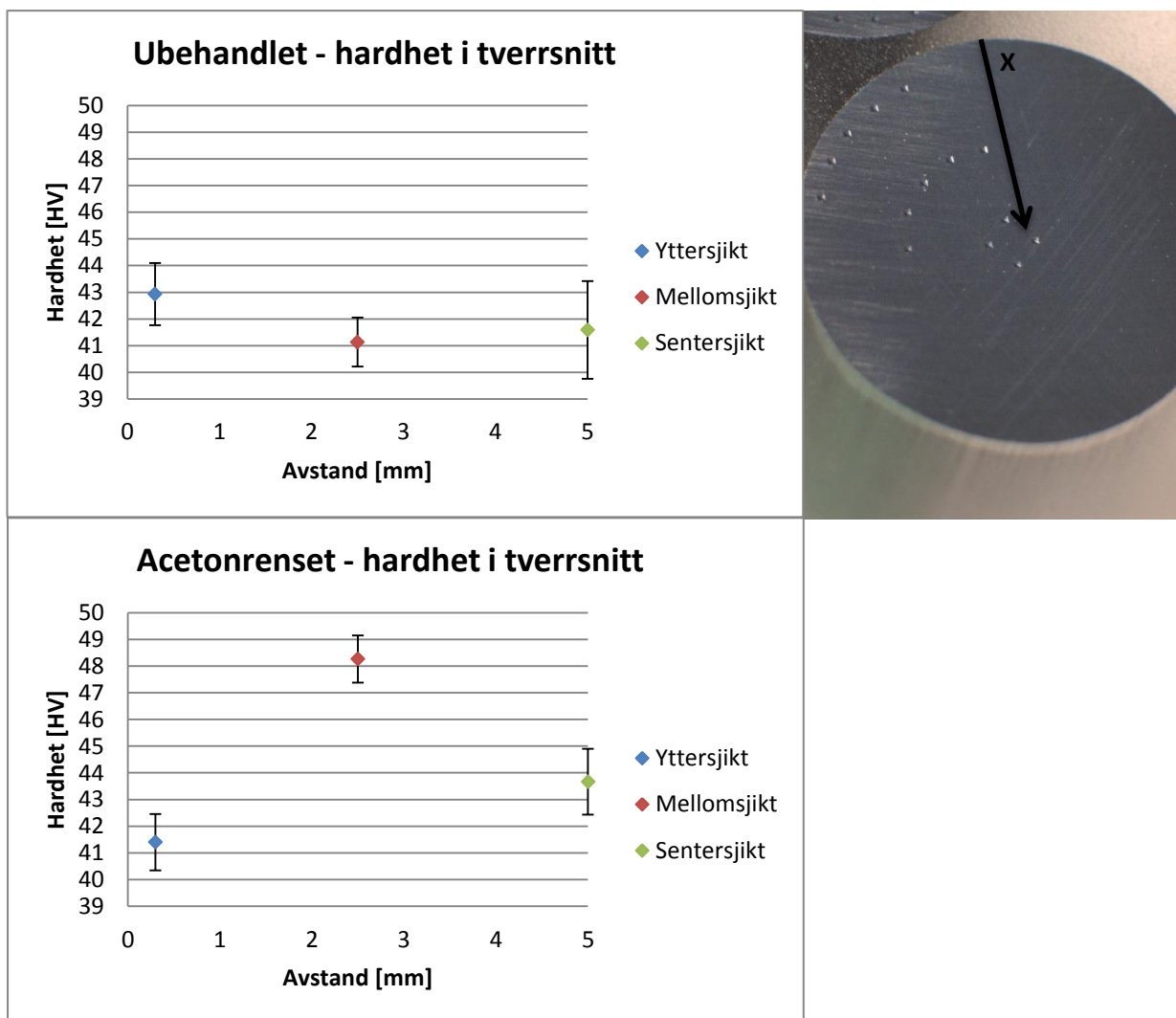


Figur 5.6 viser mikrostrukturen til granulatenes. a) uten varmebehandling, b) med varmebehandling.

I figur 5.6 ser man at a) har en deformasjonsstruktur (etter kalddeformasjon) mens b) har en rekrystallisert mikrostruktur med definerte ekviaksede korn i tillegg til kornvekst.

5.4 Hardhetsmålinger av ekstrudatene

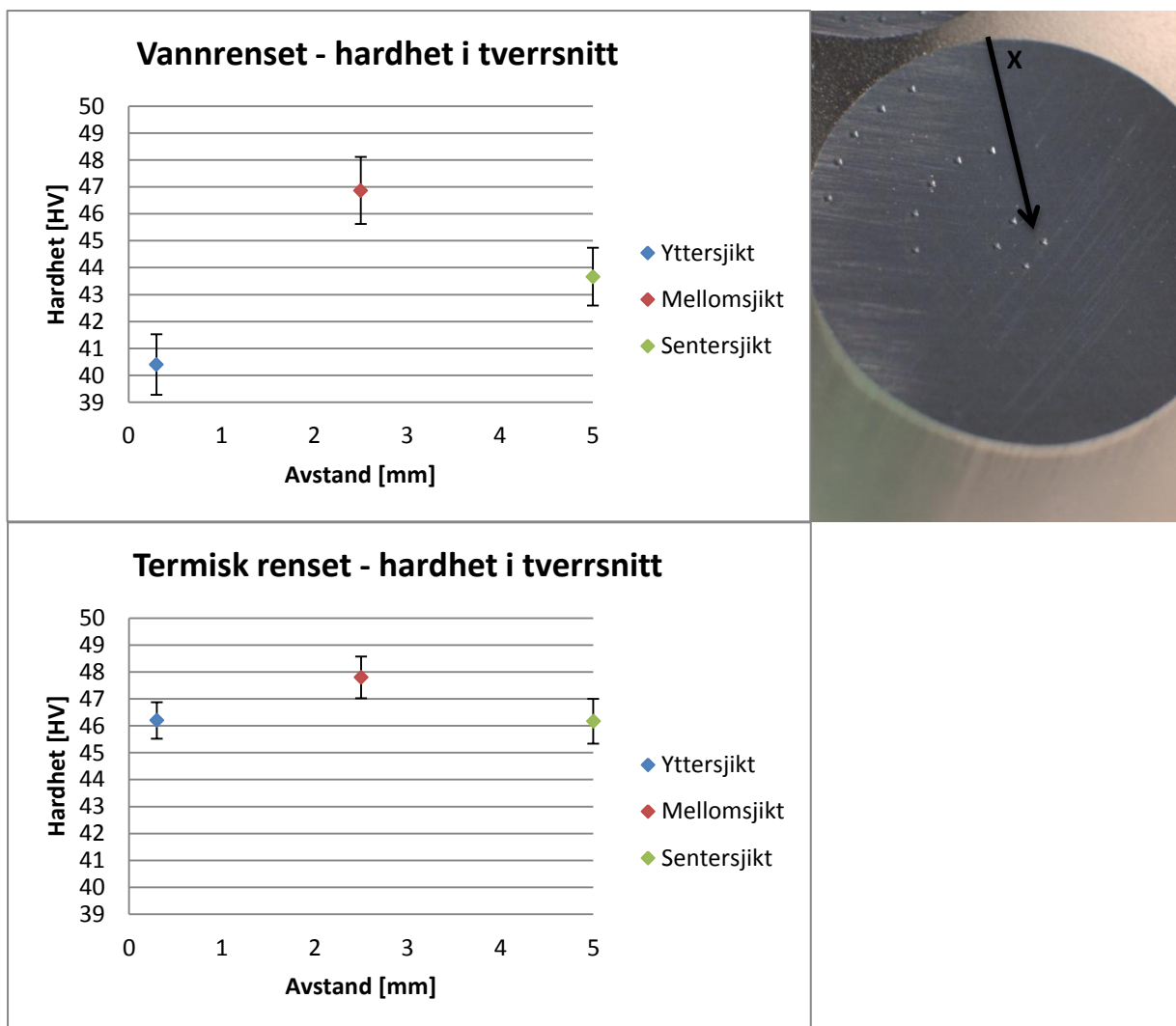
Resultater av hardhetsmålinger tatt i to ulike snitt hhv tverrsnitt og lengdesnitt for de ulike ekstrudatene etter ekstrudering og luftavkjøling.



Figur 5.7 Hardhet i tverrsnittet til «ubehandlet» og «acetonrenset».

Figur 5.7 viser hardhetsprofilen i tverrsnittet til «ubehandlet» og «acetonrenset». Den gjennomsnittlige hardheten i tverrsnittet til «ubehandlet» er i underkant av 42 HV med standardavvik lik 2,2 %. «Acetonrenset» har en gjennomsnittlig hardhet i underkant av 44,5 HV med standardavvik lik 7,9 %. Mellomsjiktet til «ubehandlet» er i overkant av 41 HV og hhv. 4,2 % og 1,1 % lavere enn ytter – og sentersjiktet. Mellomsjiktet til «acetonrenset» er i overkant av 48 HV og hhv. 16,6 % og 10,5 % høyere enn ytter – og sentersjiktet.

Forskjellen i hardheten mellom «ubehandlet» og «acetonrenset» i ytter, mellom – og sentersjiktet er hhv. 1,5 HV og 3,7 % høyere for «ubehandlet», 7 HV og 17,3 % høyere for «acetonrenset» og 2 HV og 5,0 % høyere for «acetonrenset».

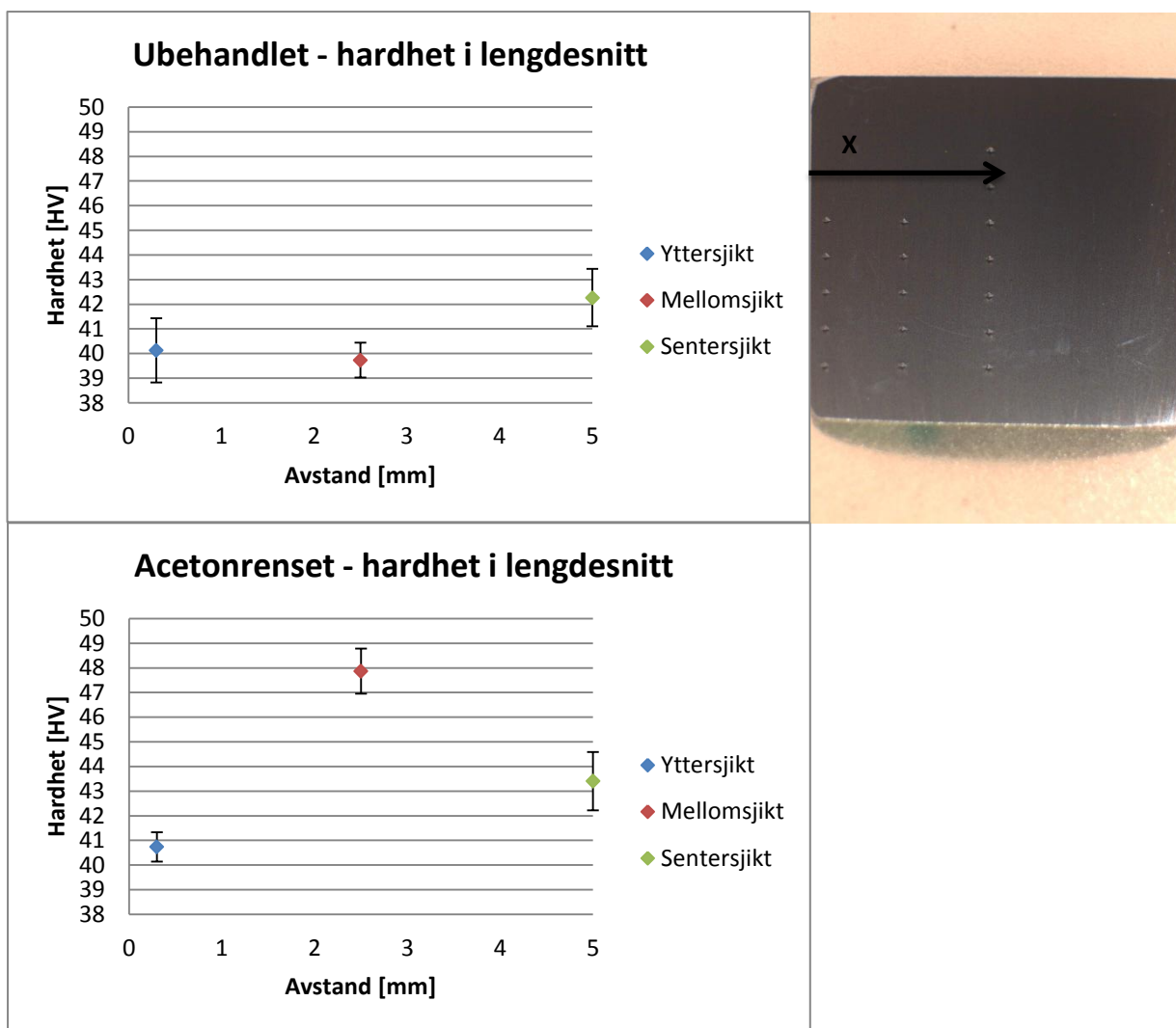


Figur 5.8 Hardhet i tverrsnittet til «vannrenset» og «termisk renset».

Figur 5.8 viser hardhetsprofilen i tverrsnittet til «vannrenset» og «termisk renset». Den gjennomsnittlige hardheten i tverrsnittet til «vannrenset» er i overkant av 43,5 HV med standardavvik lik 7,4 %. «termisk renset» har en gjennomsnittlig hardhet i overkant av 46,5 HV med standardavvik lik 2,0 %. Mellomsjiktet til «vannrenset» er i underkant av 47 HV og hhv. 16,0 % og 7,3 % høyere enn ytter – og sentersjiktet. Mellomsjiktet til «termisk renset» er i underkant av 48 HV og 3,5 % høyere enn ytter – og sentersjiktet.

Forskjellen i hardheten mellom «vannrenset» og «termisk renset» i ytter, mellom – og sentersjiktet er hhv. 5,8 HV og 14,4 % høyere for «termisk renset», 1 HV og 2,0 % høyere for «termisk renset» og 2,5 HV og 5,7 % høyere for «termisk renset».

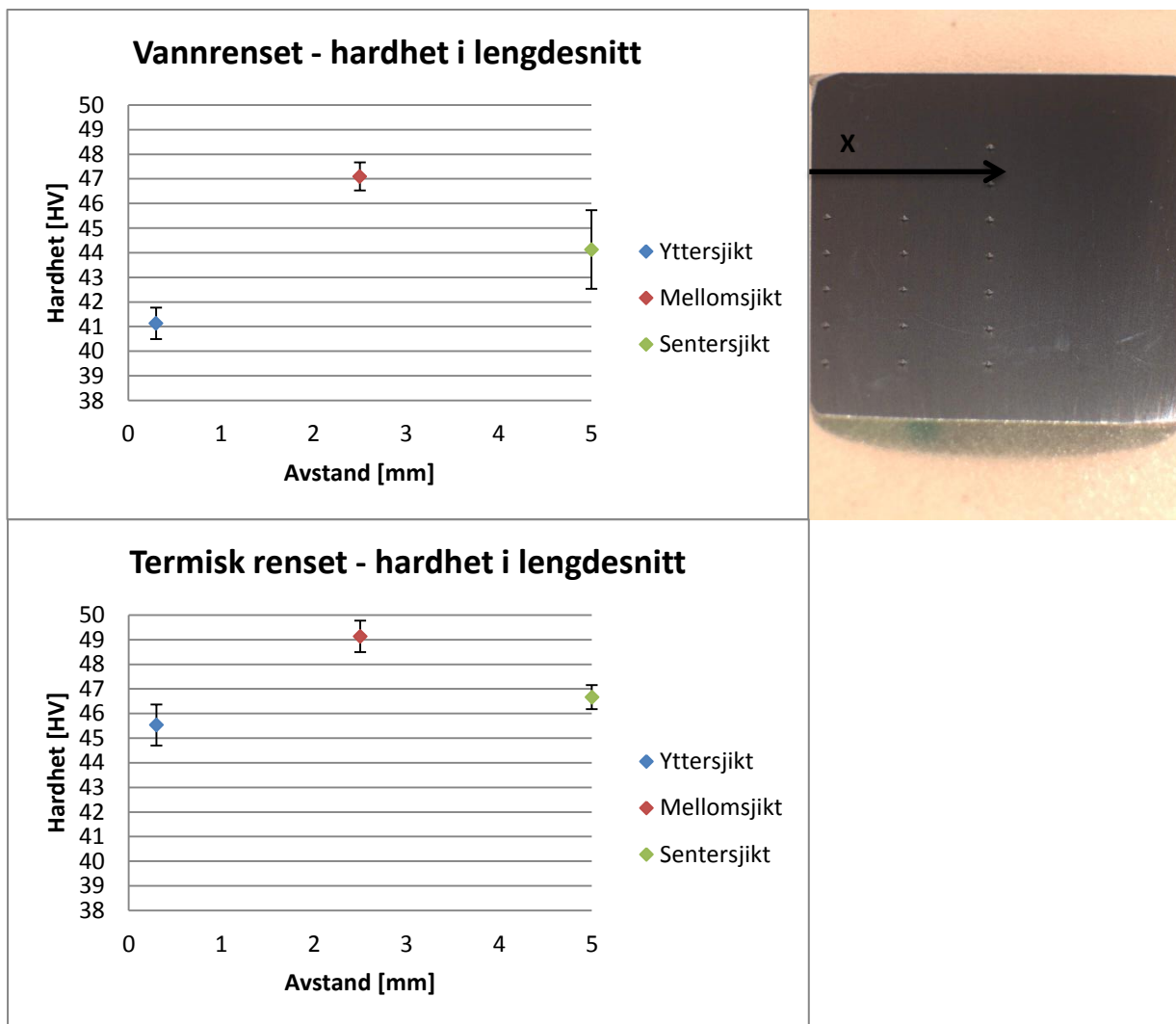
«Ubehandlet» skiller seg ut grunnet redusert hardhet i mellomsjiktet. De resterende ekstrudatene har en forholdsvis lik hardhetsprofil i tverrsnittet der mellomsjiktet har høyest hardhet, mens «termisk renset» skiller seg ut grunnet en svært jevn hardhet i hele tverrsnittet.



Figur 5.9 Hardhet i lengdesnittet til «ubehandlet» og «acetonrenset».

Figur 5.9 viser hardhetsprofilen i lengdesnittet til «ubehandlet» og «acetonrenset». Den gjennomsnittlige hardheten i tverrsnittet til «ubehandlet» er i overkant av 40,5 HV med standardavvik lik 3,4 %. «Acetonrenset» har en gjennomsnittlig hardhet lik 44 HV med standardavvik lik 8,2 %. Mellomsjiktet til «ubehandlet» er i overkant av 39,5 HV og hhv. 1,0 % og 6,0 % lavere enn ytter – og sentersjiktet. Mellomsjiktet til «acetonrenset» er i underkant av 48 HV og hhv. 17,5 % og 10,3 % høyere enn ytter – og sentersjiktet.

Forskjellen i hardheten mellom «ubehandlet» og «acetonrenset» i ytter, mellom – og sentersjiktet er hhv. 0,6 HV og 1,5 % høyere for «acetonrenset», 8,1 HV og 20,5 % høyere for «acetonrenset» og 2,7 HV og 2,6 % høyere for «acetonrenset».

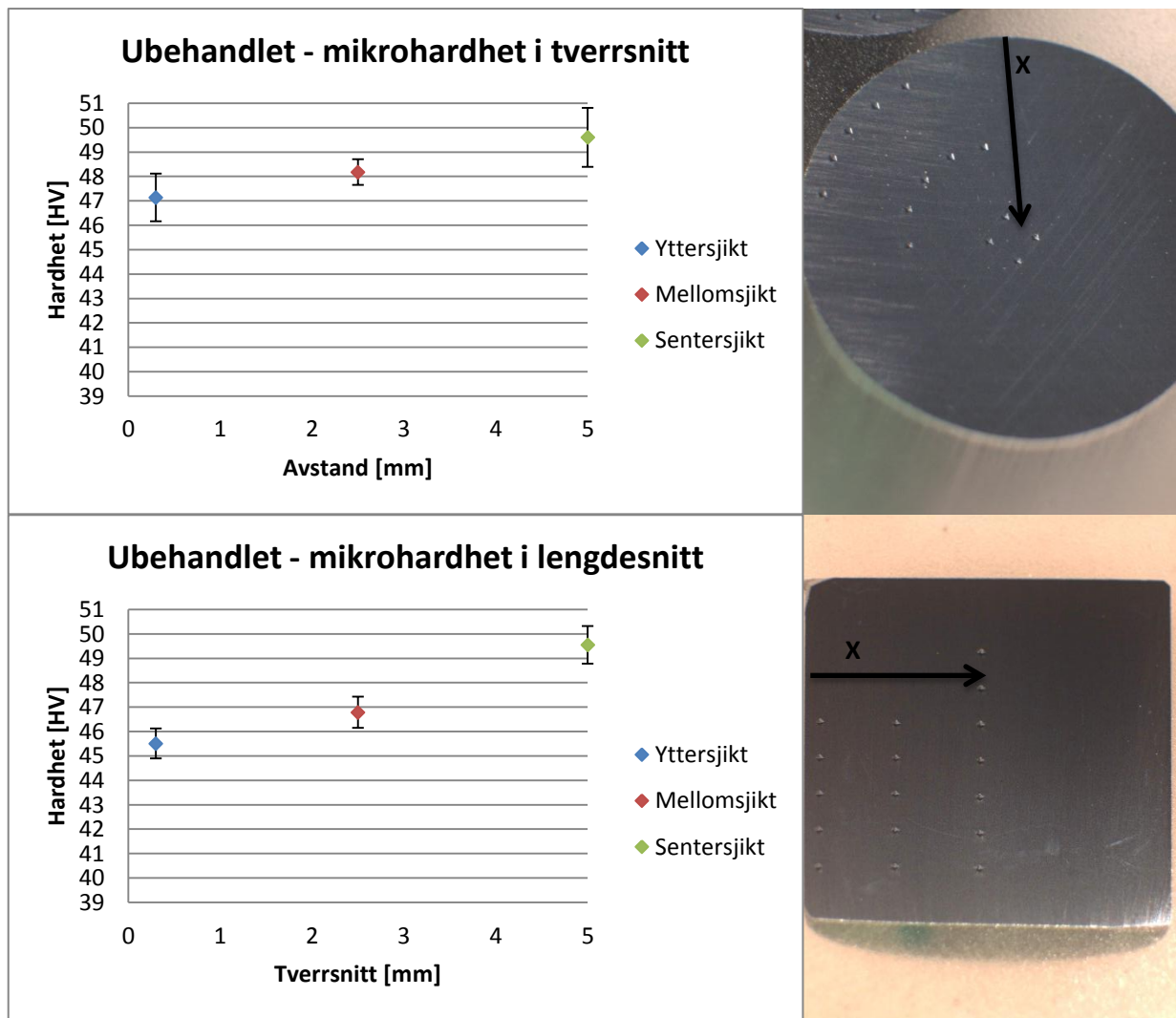


Figur 5.10 Hardhet i lengdesnittet til «vannrenset» og «termisk renset».

Figur 5.10 viser hardhetsprofilen i lengdesnittet til «vannrenset» og «termisk renset». Den gjennomsnittlige hardheten i tverrsnittet til «vannrenset» er i overkant av 44 HV med standardavvik lik 6,8 %. «termisk renset» har en gjennomsnittlig hardhet i overkant av 47 HV med standardavvik lik 3,9 %. Mellomsjiktet til «vannrenset» er i overkant av 47 HV og hhv. 14,5 % og 6,7 % høyere enn ytter – og sentersjiktet. Mellomsjiktet til «termisk renset» er i overkant av 49 HV og hhv. 7,9 % og 5,3 % høyere enn ytter – og sentersjiktet.

Forskjellen i hardheten mellom «vannrenset» og «termisk renset» i ytter, mellom – og sentersjiktet er hhv. 4,4 HV og 10,7 % høyere for «termisk renset», 2,0 HV og 4,3 % høyere for «termisk renset» og 2,5 HV og 5,7 % høyere for «termisk renset».

«Ubehandlet» skiller seg ut ved å ha redusert hardhet i mellomsjiktet. De resterende ekstrudatene viser økt hardhet i mellomsjiktet i forhold til resterende sjikt, og «termisk renset» skiller seg ut grunnet jevn hardhet i hele lengdesnittet.



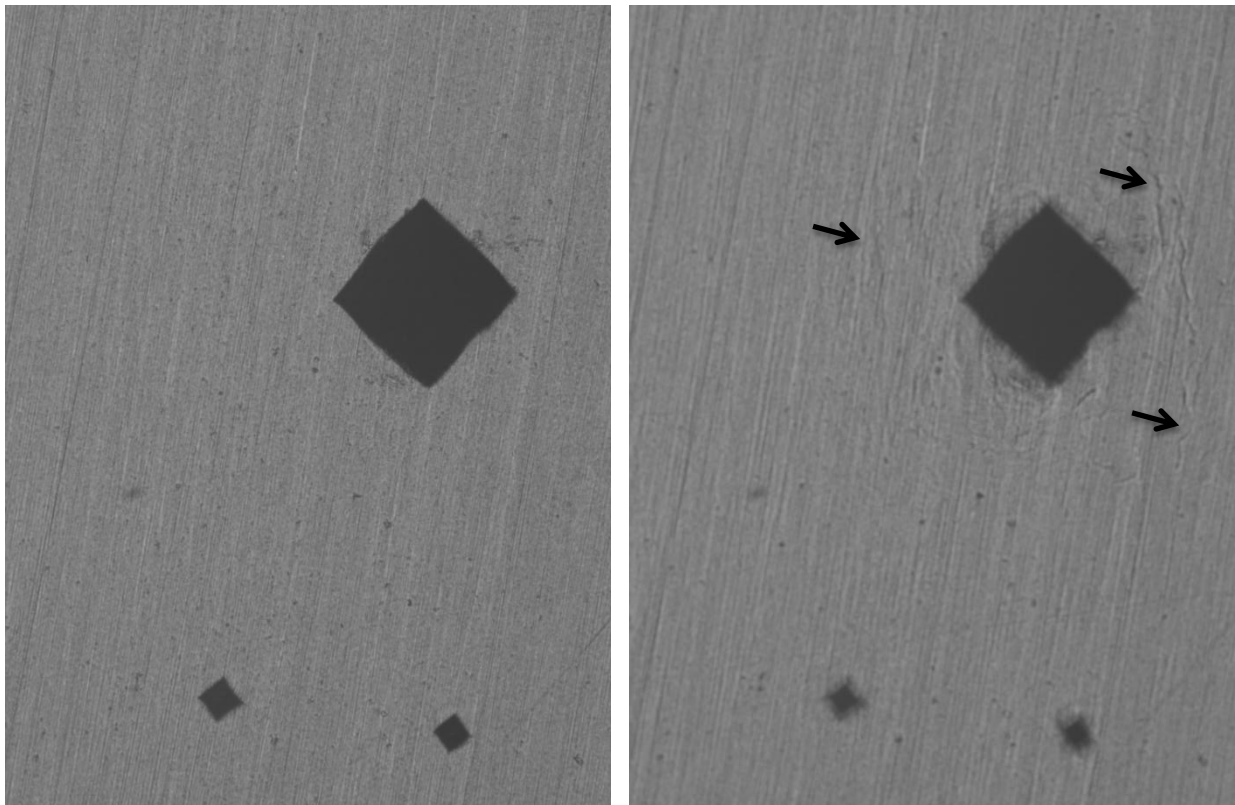
Figur 5.11 Mikrohardhetsmålinger i tverrsnittet og lengdesnittet til «ubehandlet».

Figur 5.11 viser hardhetsprofilen i lengdesnittet og tverrsnittet til «ubehandlet». Den gjennomsnittlige hardheten i tverrsnittet er i overkant av 48 HV med standardavvik lik 2,6 %. Mellomsjiktet er i overkant av 48 HV og hhv. 2,2 % høyere enn yttersjiktet og 2,9 % lavere enn sentersjiktet.

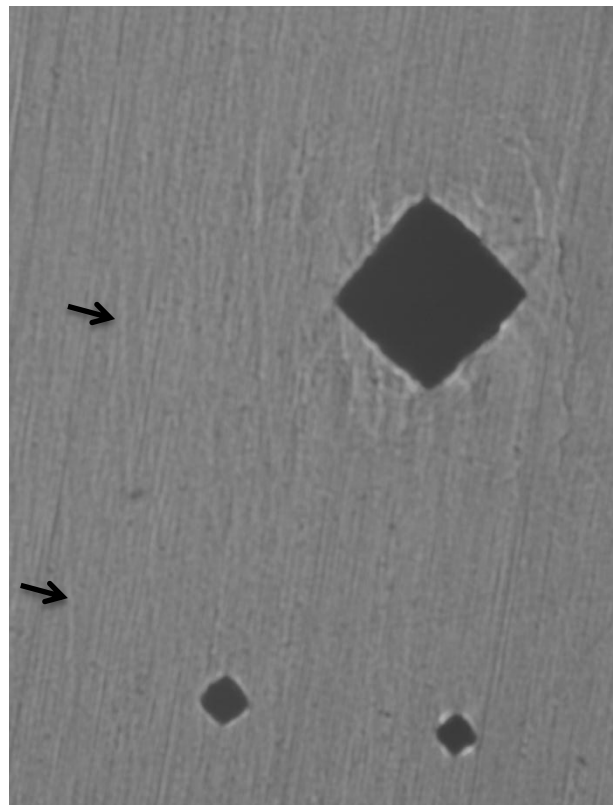
Den gjennomsnittlige hardheten i lengdesnittet er i overkant av 47 HV med standardavvik lik 4,4 %. Mellomsjiktet er i underkant av 47 HV og hhv. 2,7 % høyere enn yttersjiktet og 5,6 % lavere enn sentersjiktet.

Mikrohardhetsmålinger viser at hardheten i «Ubehandlet» stiger forholdsvis jevnt fra yttersjiktet til sentersjiktet.

5.5 Mikroskopi av hardhetsinntrykk og materialflyt i «ubehandlet»



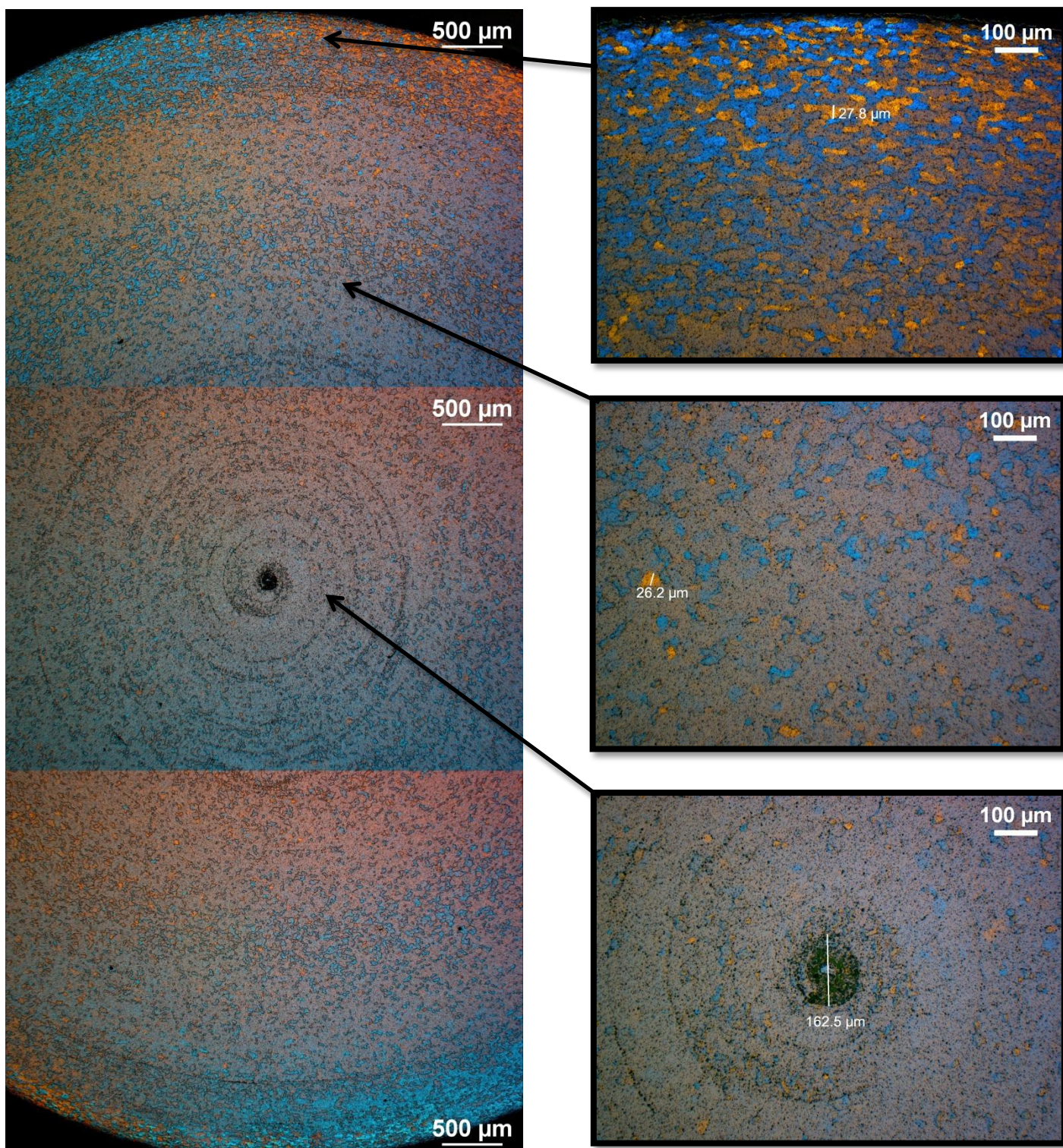
Figur 5.12 viser inntrykk etter hardhetsmåling i tverrsnittet til «ubehandlet». De store og små inntrykkene er utført med en last lik 1 kg (HV1) og 50 g. Øverst til venstre er bilde optimalt fokusert, øverst til høyre er bildet underfokuserert og nederst er bildet overfokuserert. Med optimal fokus er det lite som tyder på forandringer i materialet rundt inntrykkene, men man ser tydelig at det oppstår sprekker, materialflyt og feltlinjer rundt de største inntrykkene i de over – og underfokuserte bildene. Man ser at tilsvarende forandringer i materialet rundt mikrohardhetsinntrykkene ikke forekommer.



Figur 5.12 Mikroskopi av hardhetsinntrykk i tverrsnittet til «ubehandlet».

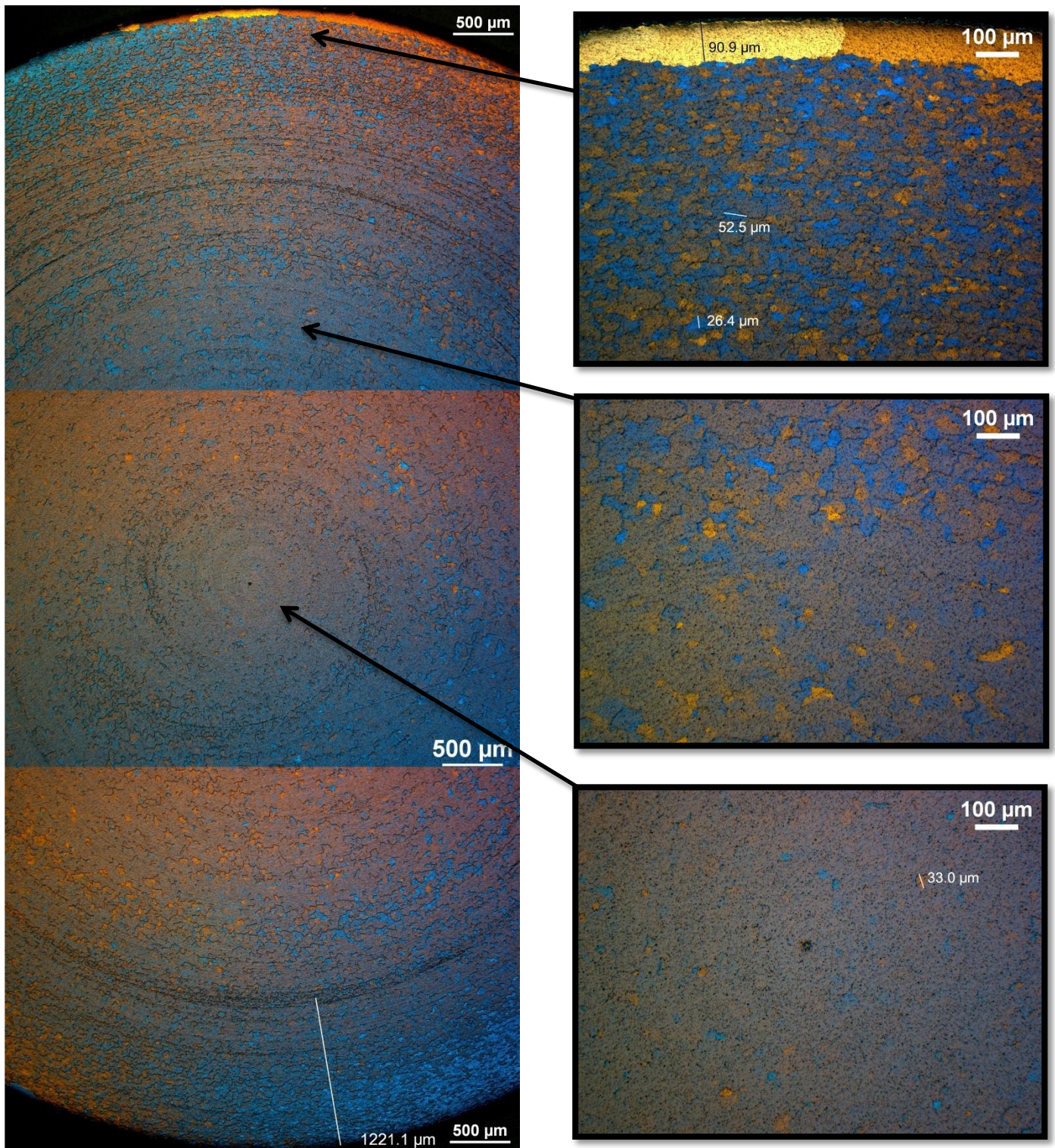
5.6 Lysoptisk mikroskopi av ekstrudatene

Mikroskopiundersøkelser av tverrsnittet og lengdesnittet til ekstrudatene etter ekstrudering og luftavkjøling.



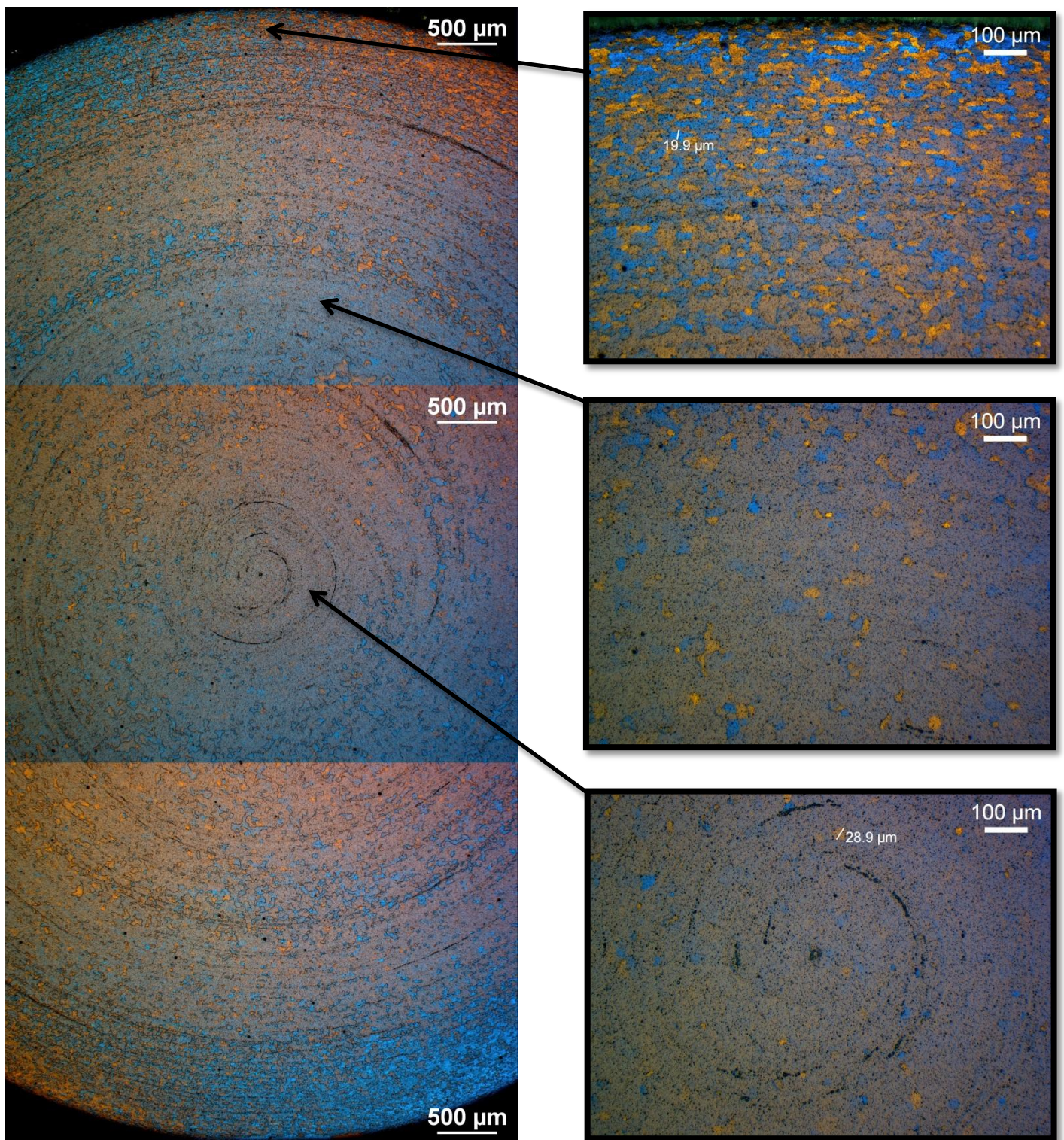
Figur 5.13 Mikroskopi av tverrsnittet til «ubehandlet».

De største kornene er opp til 30 µm brede og 50 µm lange. Inn mot sentersjiktet øker grad av deformasjonsstruktur. I senteret av tverrsnittet befinner det seg en grop med en diameter rundt 160 µm.



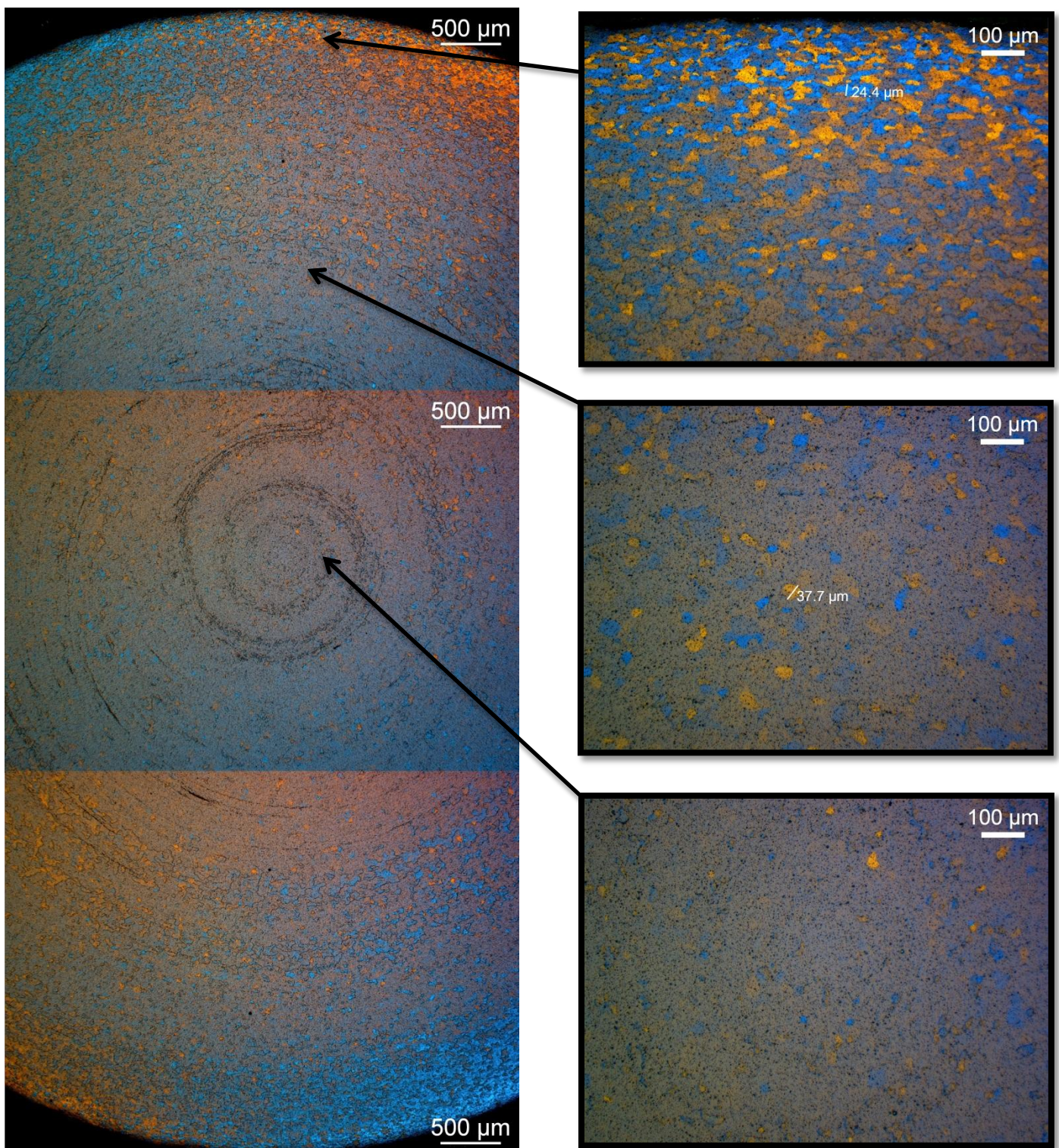
Figur 5.14 Mikroskopi av tverrsnittet til «acetonrenset».

De største kornene befinner seg i periferien til tverrsnittet og er opp til 100 μm brede og 0,5 til 2 mm lange. Resterende kornstørrelser er opp til 30 μm brede og 50 μm lange. Inn mot sentersjiktet øker grad av deformasjonsstruktur.



Figur 5.15 Mikroskopi av tverrsnittet til «vannrenset».

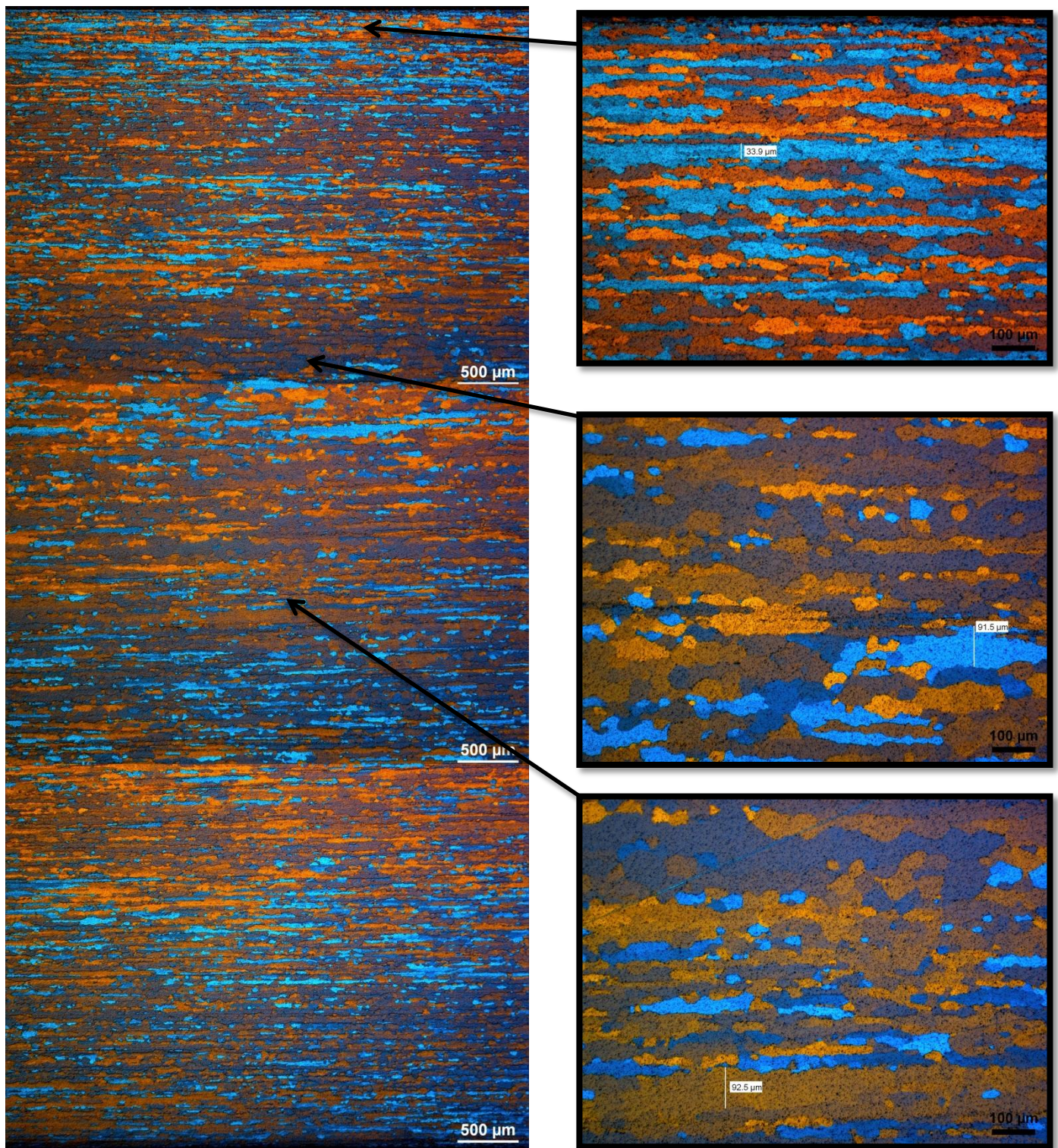
De største kornene er rundt 25 - 30 μm. Inn mot sentersjiktet øker grad av deformasjonsstruktur og man ser tendenser til delaminering.



Figur 5.16 Mikroskopi av tverrsnittet til «termisk rensset».

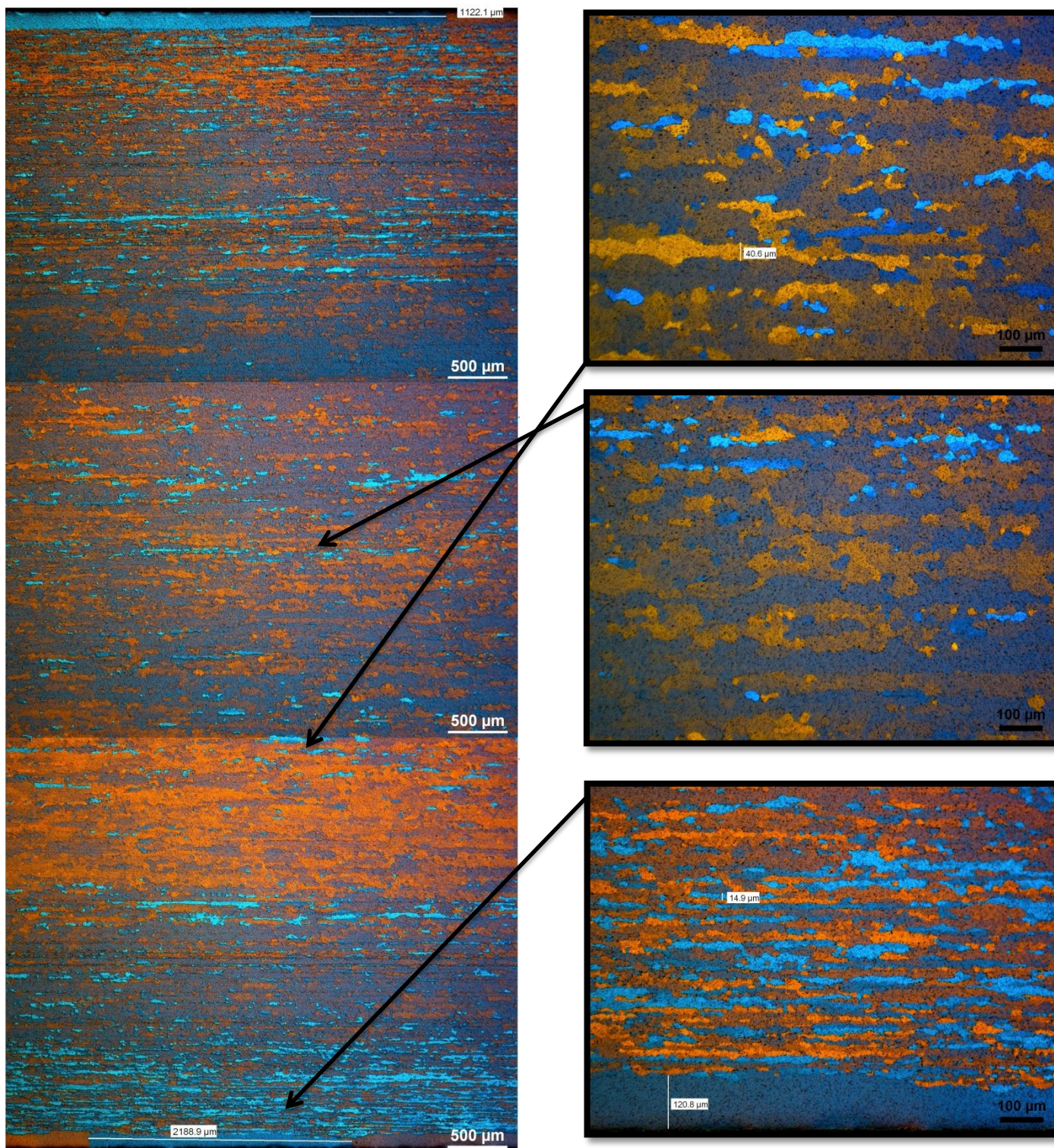
De største kornene er rundt 25 µm i yttersjiktet. Inn mot sentersjiktet øker grad av deformasjonsstruktur.

Mikroskopiundersøkelser av tverrsnittet til alle ekstrudatene viser at det er store likheter. I yttersjiktet er det definerte korn og geometrien til kornene varierer fra avlang til ekviakset som kan tyde på noe rekrystallisert struktur. Inn mot sentersjiktet øker grad av deformasjonsstruktur. «Ubehandlet» og «vannrenset» ser noe mer «angrepet» ut av anodiseringen (porer og svarte konturer) i forhold til «acetonrenset» og «termisk rensset».



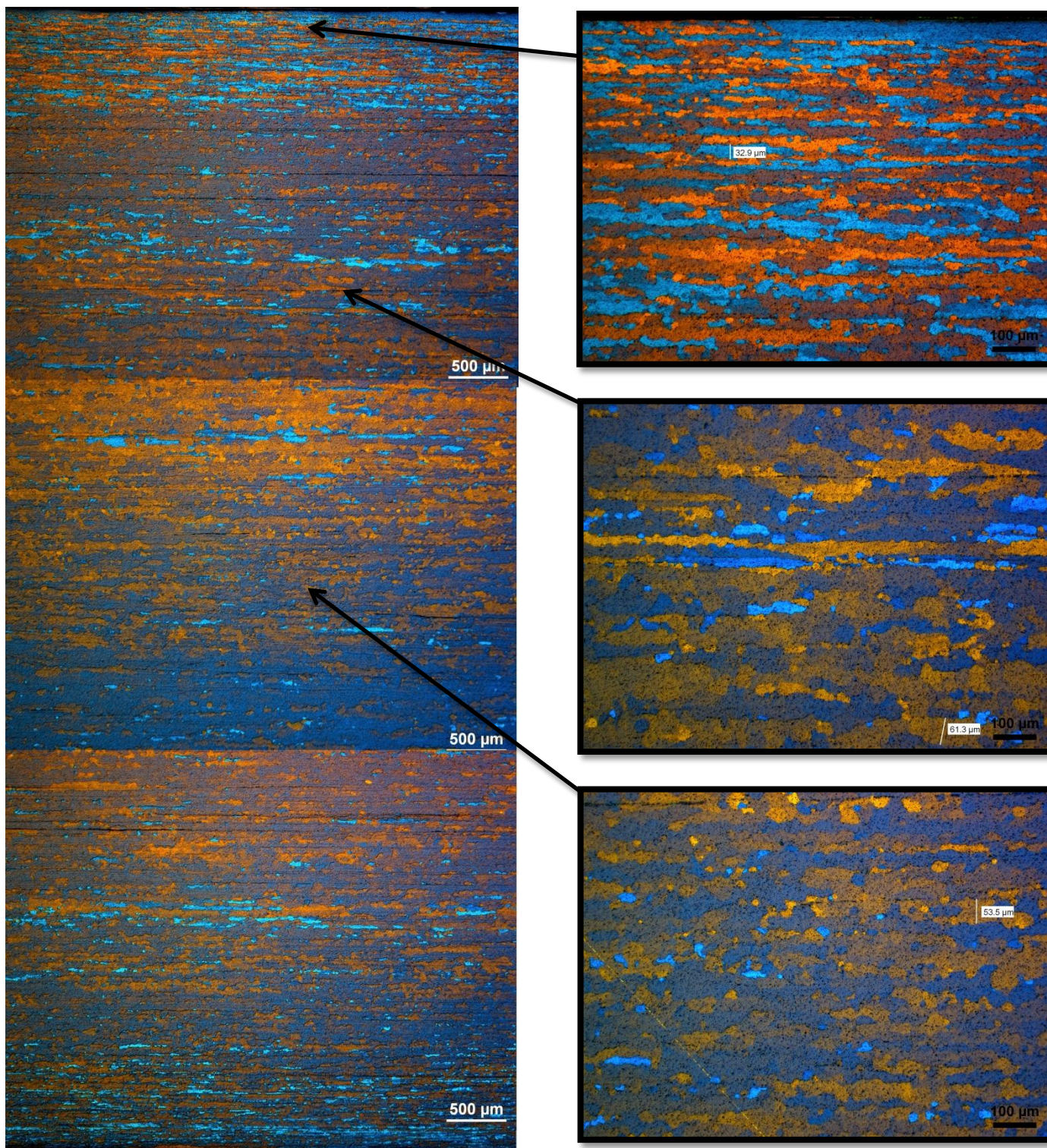
Figur 5.17 Mikroskopi av lengdesnittet til «ubehandlet».

«Ubehandlet» har svært tydelige korn med rette og definerte kornrensere som kan tyde på en rekrystallisert struktur. I mellom – og sentersjiktet ser man rester av gamle korn som ser ut til å brytes ned til mindre og mer definerte korn med rette kornrensere. Fra yttersjiktet til sentersjiktet øker bredden på kornene fra en maks verdi rundt 35 µm i yttersjiktet til rundt 50 µm i mellom – og sentersjiktet som tilsvarer en økning rundt 40 %. Et fåtall korn i mellomsjiktet har en bredde rundt 90 – 100 µm. Man ser en tydelig fibertekstur der korn er forlenget i ekstruderingsretningen.



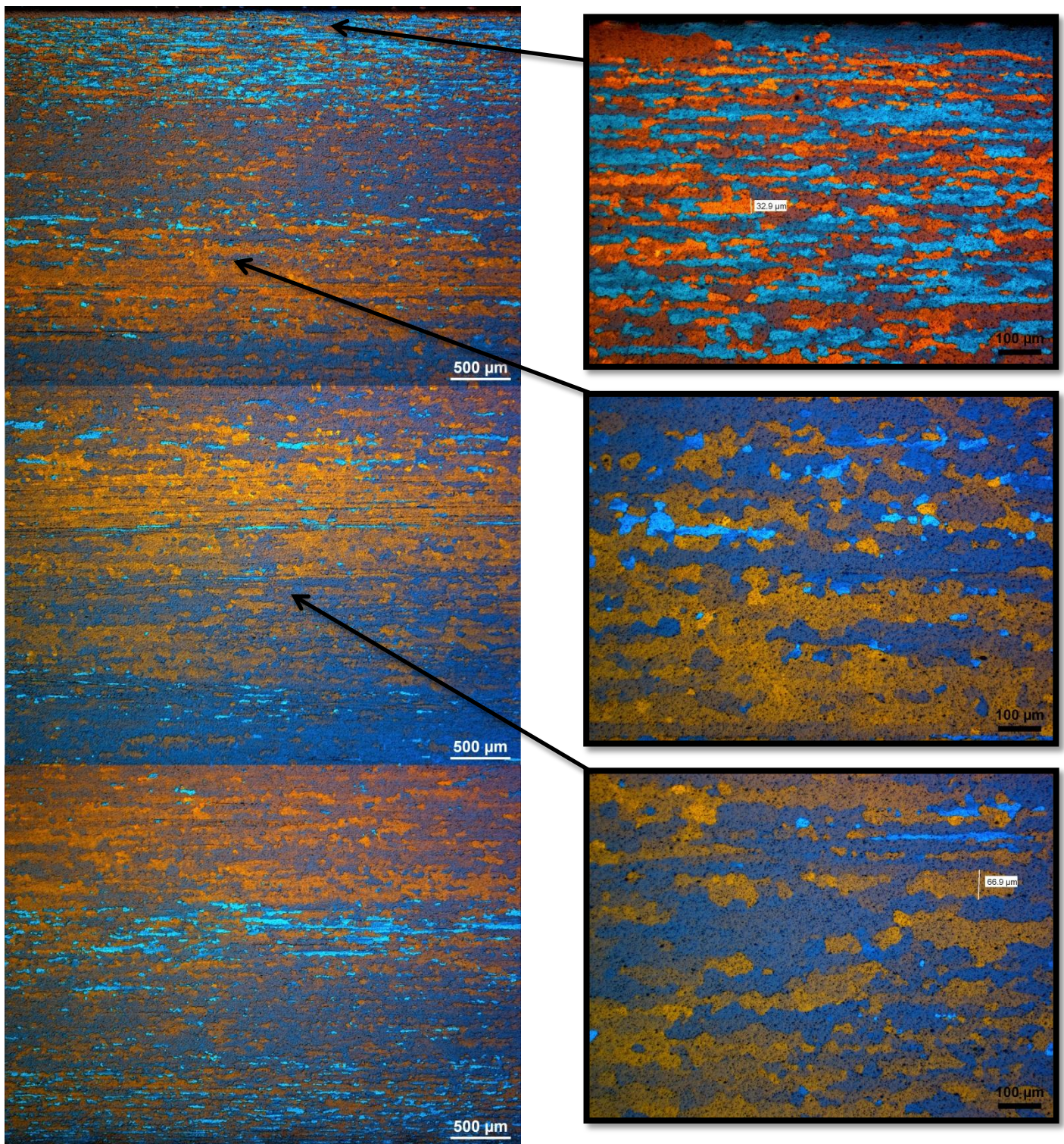
Figur 5.18 Mikroskopi av lengdesnittet til «acetonrenset».

«Acetonrenset» har mindre definerte korn i sentersjiktet i forhold til ytter – og mellomsjiktet. Det tyder på at sentersjiktet består hovedsakelig av deformasjonsstruktur med rester av gamle korn fra deformasjonsprosessen. Fra yttersjiktet til mellomsjiktet øker bredden på kornene fra en maks verdi rundt 35 µm til rundt 45 µm som tilsvarer en økning rundt 30 %. De mindre definerte kornene i sentersjiktet har ikke klare korngrenser og ser ut til å overlappe med hverandre. I sentersjiktet finner man noen definerte korn rundt 5 – 40 µm. Helt ytterst i lengdesnittet ser man store rekrystalliserte korn med en bredde rundt 100 – 200 µm og en lengde rundt 1,5 – 2,5 mm. Man ser en tydelig fibertekstur der korn er forlenget i ekstruderingsretningen.



Figur 5.19 Mikroskopi av lengdesnittet til «vannrenset».

«Vannrenset» har mindre definerte korn i mellom – og sentersjiktet i forhold til yttersjiktet. Det tyder på at sjiktene består av deformasjonsstruktur med rester av gamle korn fra deformasjonsprosessen. I yttersjiktet er den maksimale bredden på kornene rundt 30 - 35 μm . I mellomsjiktet finner man noen definerte korn rundt 5 – 40 μm . De lite definerte kornene i sentersjiktet ser ut til å brytes ned i mindre segmenter. I tillegg kan man se flere små og definerte korn med rette korn grenser. Det kan tyde på at de små kornene er rekrytallisert og begynner å vokse på bekostning av gamle korn. Man ser en tydelig fibertekstur der korn er forlenget i ekstruderingsretningen.

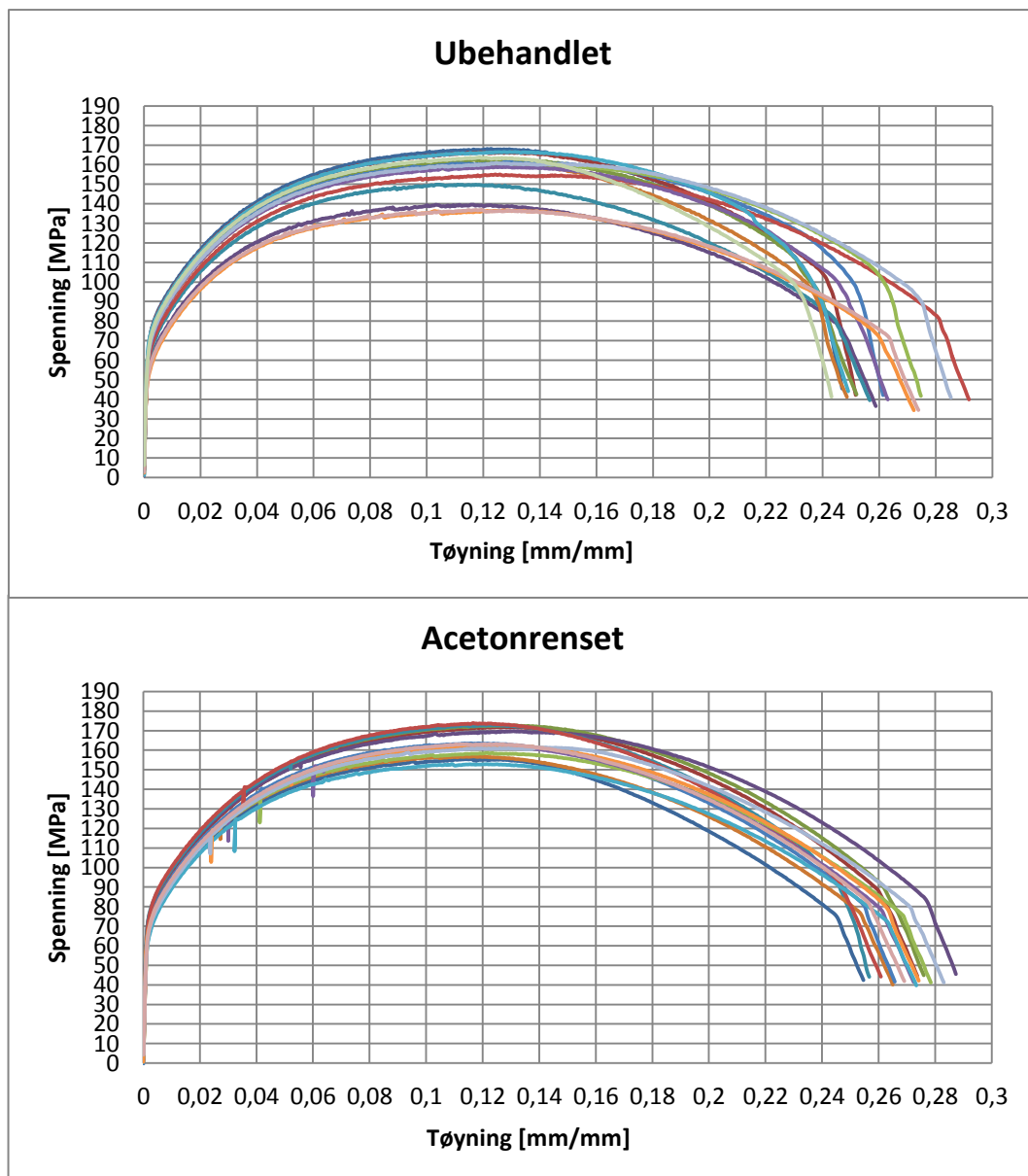


Figur 5.20 Mikroskopi av lengdesnittet til «termisk rensset».

«termisk rensset» har mindre definerte korn i mellom – og sentersjiktet i forhold til yttersjiktet. Det tyder på at sjiktene består av deformasjonsstruktur med rester av gamle korn fra deformasjonsprosessen. I yttersjiktet er maks bredden på kornene rundt 30 - 35 µm. I mellom-sjiktet finner man noen definerte korn rundt 5 – 15 µm og 30 – 40 µm mens det i sentersjiktet er tilnærmet 100 % deformasjonsstruktur foruten et fåtall definerte korn i størrelsesorden 5 – 30 µm. Man ser en tydelig fibertekstur der korn er forlenget i ekstruderingsretningen.

5.7 Strekktesting

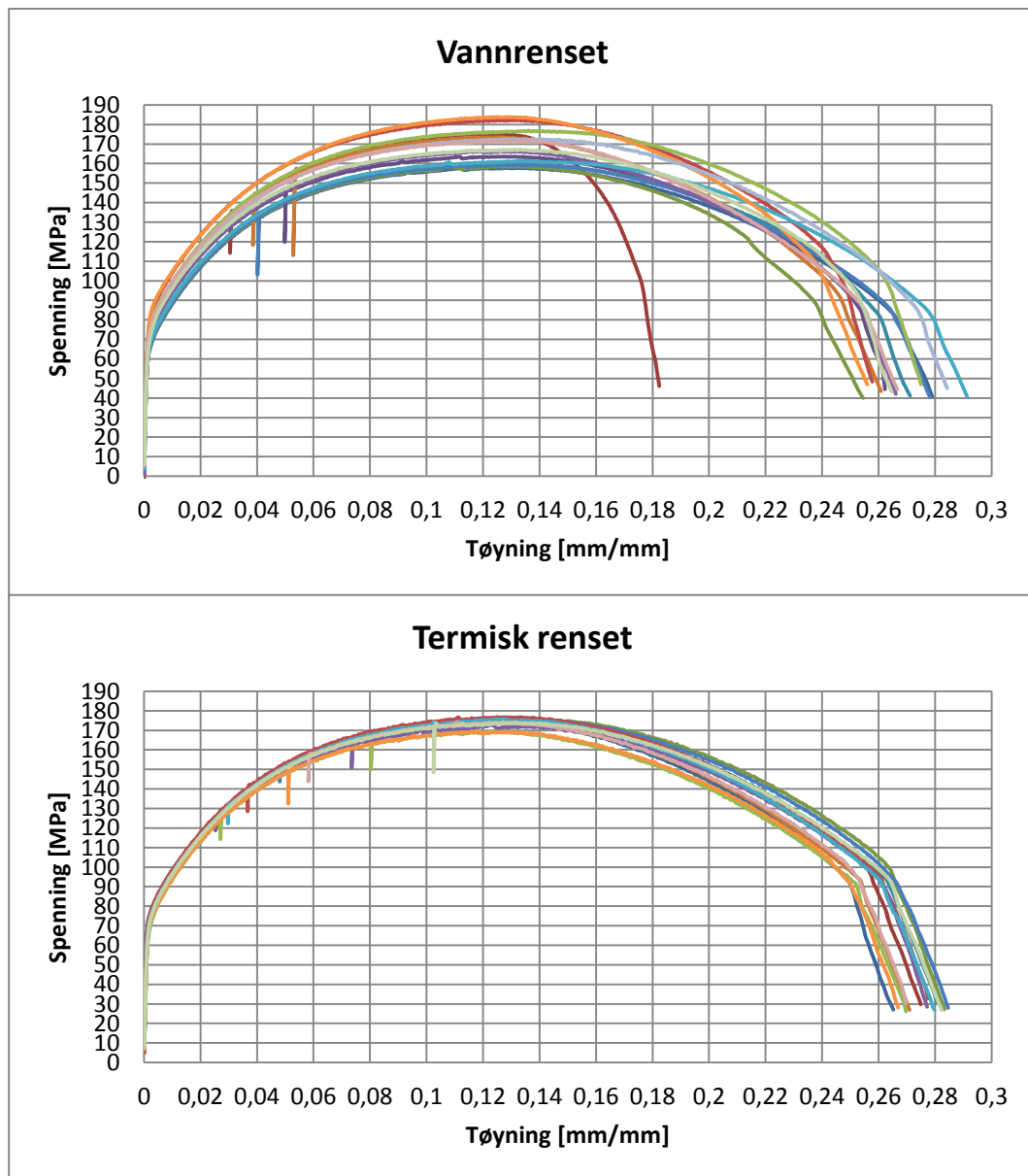
Kapittel 5.7 tar for seg strekkresultater av de ulike ekstrudatene inkludert referansen fra Raufoss.



Figur 5.21 Strekkresultat for «ubehandlet» og «acetonrenset».

Figur 5.21 viser strekkresultat for «ubehandlet» og «acetonrenset». «Ubehandlet» har en $\sigma_{0,2}$ lik 71 MPa, UTS lik 157 MPa og ϵ_f rundt 26 %. «Acetonrenset» har en $\sigma_{0,2}$ lik 76 MPa, UTS lik 164 MPa og ϵ_f rundt 27 %.

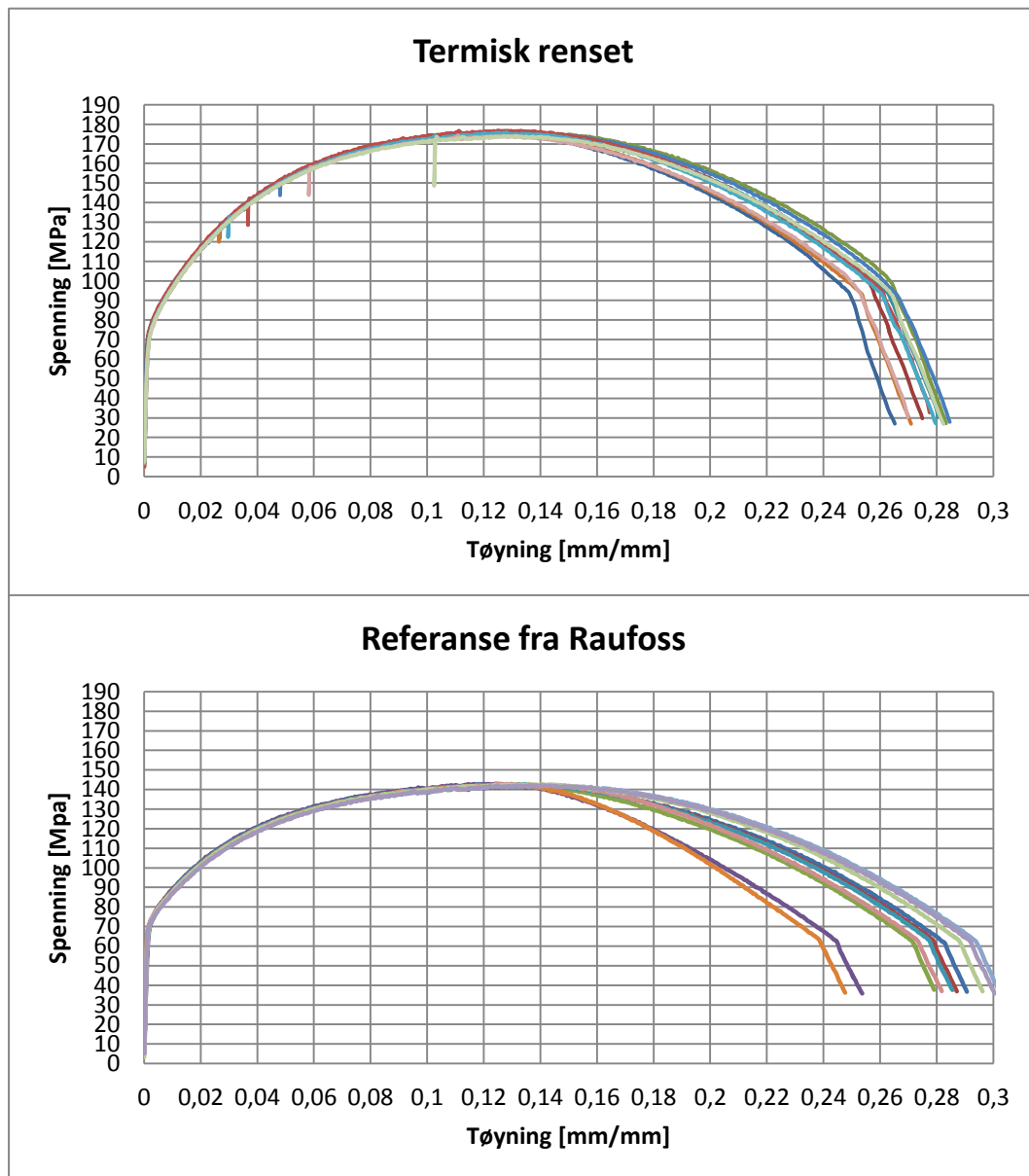
Resultatet viser at «acetonrenset» har generelt høyere styrke og duktilitet i forhold til «ubehandlet» i tillegg til et standardavvik som er 37 % lavere med tanke på strekkfasthet.



Figur 5.22 Strekkresultat for «vannrenset» og «termisk renset».

Figur 5.22 viser strekkresultat for «vannrenset» og «termisk renset». «Vannrenset» har en $\sigma_{0,2}$ lik 78 MPa, UTS lik 169 MPa og ϵ_f rundt 26,5 %. «Termisk renset» har en $\sigma_{0,2}$ lik 79 MPa, UTS lik 175 MPa og ϵ_f rundt 28 %.

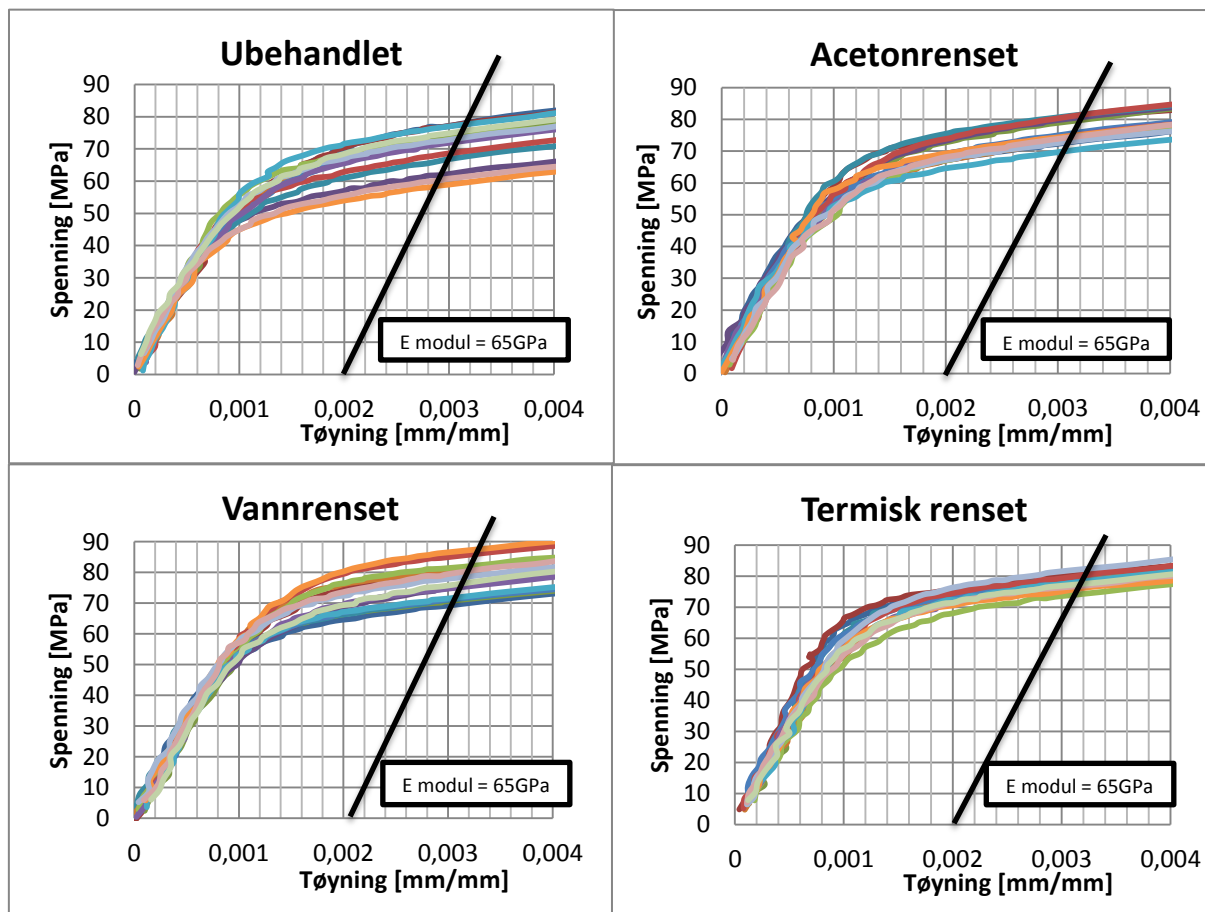
Ut ifra resultatet ser man at «termisk renset» har høyere styrke og duktilitet i forhold til «vannrenset», og standardavviket med tanke på strekkfasthet er det laveste som forekommer hos de skrueekstruderte profilene lik 1,8 %.



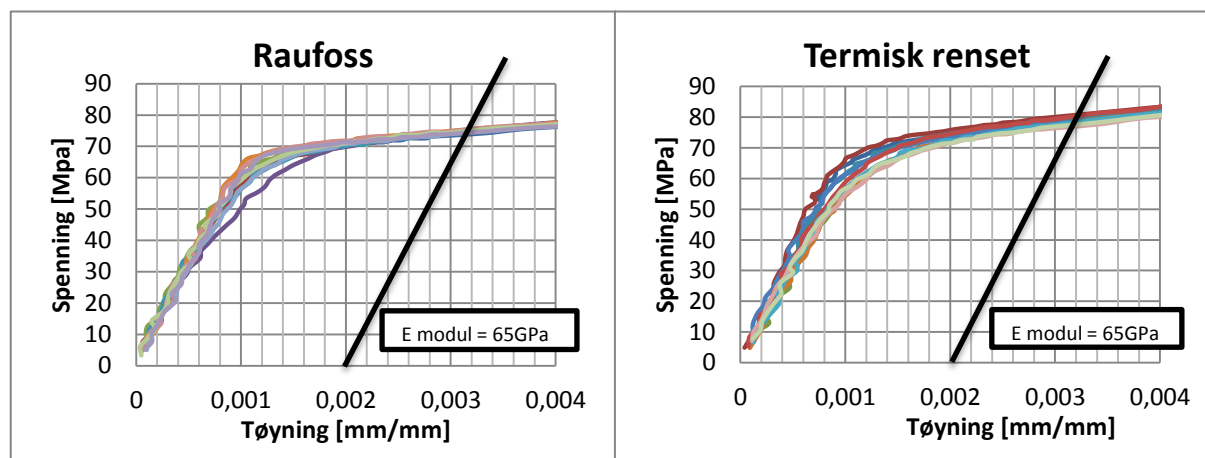
Figur 5.23 Strekkresultater for «termisk renset» og referanse fra Raufoss.

Figur 5.23 viser strekkresultat for «termisk renset», der fire ekstremverdier er fjernet, og referanse fra Raufoss. Det er totalt 11 strekkstaver fra referansen. «termisk renset» har en $\sigma_{0,2}$ lik 79 MPa, UTS lik 176 MPa og ϵ_f rundt 28 %. Referansen har en $\sigma_{0,2}$ lik 75 MPa, UTS lik 142 MPa og ϵ_f rundt 29 %.

«termisk renset» 6,0 % høyere flytespenning og 23 % høyere strekkfasthet i forhold til referansen fra Raufoss. Standardavviket med tanke på strekkfasthet er 0,4 % og 32 % høyere enn for referansen med standardavvik lik 0,3 %. Resultatet viser at «termisk renset» har gode mekaniske egenskaper ved sammenligning med aluminiumsprofiler produsert industrielt.



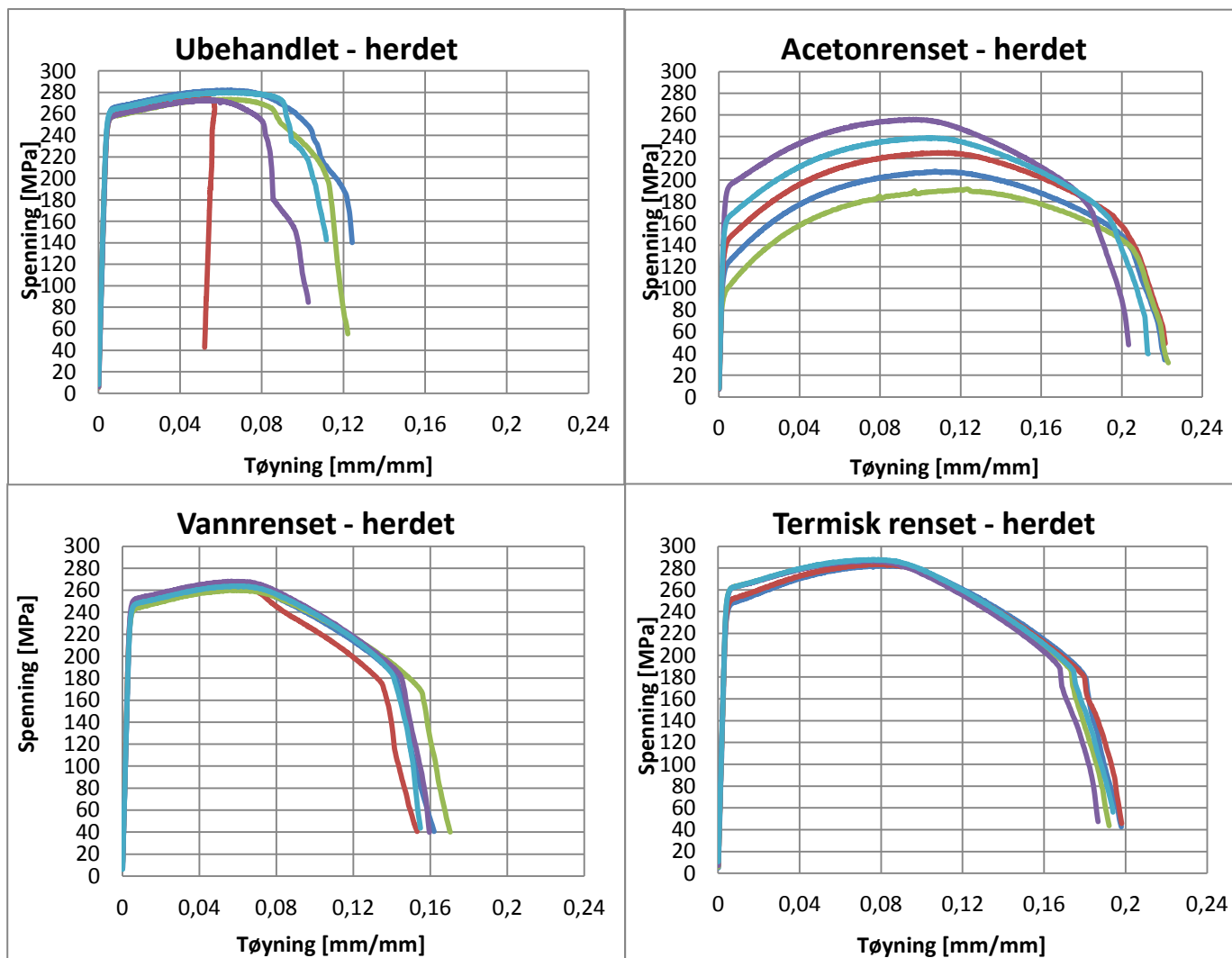
Figur 5.24 Flytespenningen ($\sigma_{0,2}$) til de ulike ekstrudatene.



Figur 5.25 Flytespenningen til «termisk renset» uten fire ekstremverdier sammenlignet med referansen fra Raufoss.

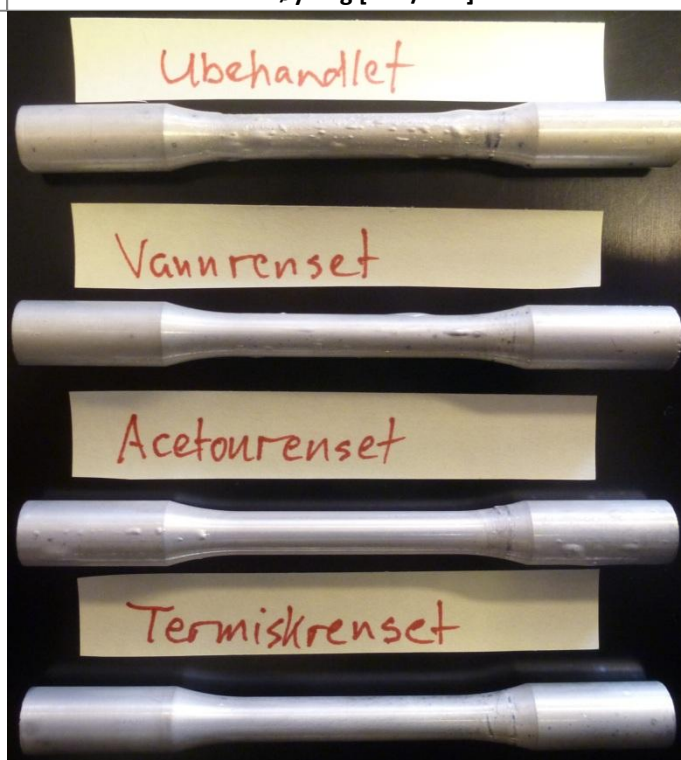
I figur 5.24 kan man observere graden av spredning i resultatene for de ulike ekstrudatene. En elastisk modul på 65 GPa er brukt for å lese av og regne ut den gjennomsnittlige flytespenningen. Dersom ekstrudatene rangeres fra høyest til lavest spredning blir rekkefølgen; «ubehandlet», «vannrenset», «acetonrenset» og «termisk renset», se tabell 5.1.

I figur 5.25 kan man observere spredningen til «termisk renset» i forhold til referansen fra Raufoss når fire ekstremverdier er fjernet. «termisk renset» har et standardavvik lik 2,0 % som er 41 % høyere enn referansen med et standardavvik lik 1,4 %. «Ubehandlet», som har størst spredning, har standardavvik lik 9,0 % som er rundt 540 % høyere enn referansen.



Figur 5.26 Strekkresultat der ekstrudatene har gjennomgått innherding (520°C i 10 minutter.) og utharding (185°C i 9,5 timer).

Figur 5.26 viser at «ubehandlet» kan gå i brudd ved mindre enn 5 % forlengelse. «Acetonrenset», «vannrenset» og «termisk renset» har en ϵ_f lik 21,5 %, 16 % og 19 %. «termisk renset» har høyest UTS lik 285 MPa. «Ubehandlet», «acetonrenset» og «vannrenset» har en UTS lik 277 MPa, 224 MPa og 263 MPa. «Acetonrenset» standardavvik lik 11 % med tanke på UTS, mens resterende ekstrudat ligger mellom 0,8 % og 1,5 %. For «acetonrenset» har $\sigma_{0.2}$ standardavvik lik 26 %, mens resterende ekstrudat ligger mellom 1,4 % og 3,2 %. «Ubehandlet», «acetonrenset», «vannrenset» og «termisk renset» har en «UT» lik 6 %, 11 %, 6 % og 8 %.



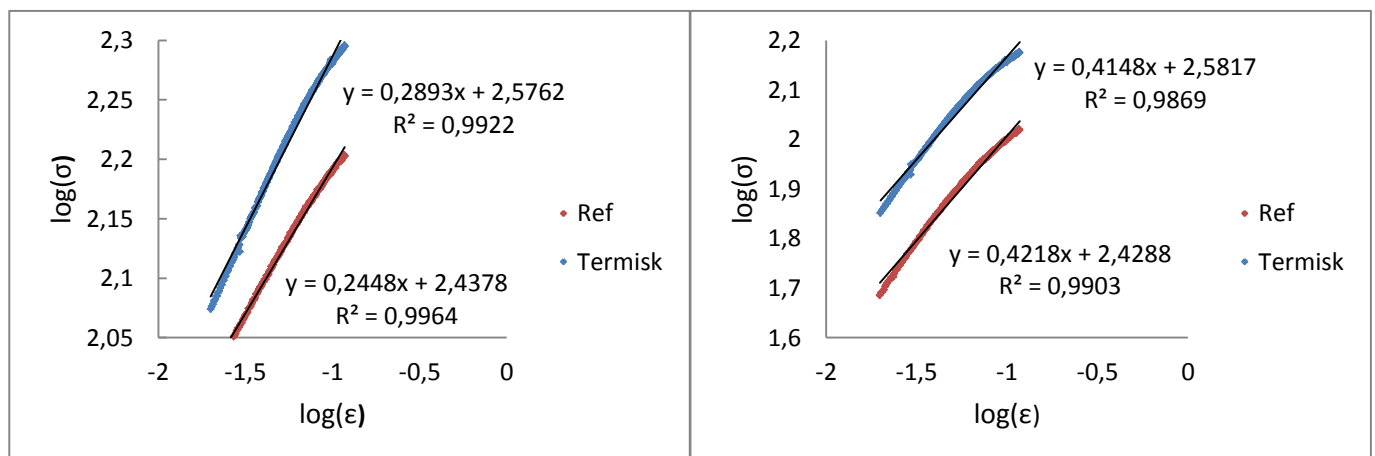
Figur 5.27 Strekkstaver av de ulike ekstrudatene etter innherding (520°C i 10 minutter.) og utharding (185°C i 9,5 timer).

Figur 5.27 viser hvordan de ulike ekstrudatene reagerer på innherding ved 520°C i 10 minutter etterfulgt av bråkjøling i et romtemperert vannbad. «Ubehandlet», «acetonrenset» og «vannrenset» utvikler blemmer i overflaten. Det ser ut til å oppstå to typer blemmer hhv. små, sirkulære og store, avlange. «Ubehandlet» har blemmer over store deler av overflaten i det innsnevrede området av strekkstaven og generelt flere små blemmer enn de resterende ekstrudatene. «Vannrenset» har et fåtall store og avlange blemmer i samme område av strekkstaven som «ubehandlet». «Acetonrenset» har noen små blemmer i endene av strekkstaven, men svært lite i senterområdet. «termisk renset» har ingen synlig utvikling av blemmer.

Tabell 5.1 Oversikt over strekkresultater for alle ekstrudatene.

		Strekfasthet [MPa]	STDEV [MPa]	Uniform tøyning	STDEV [MPa]	$\sigma_{0,2}$ [MPa]	STDEV [MPa]
	Acetonrenset	164	7,0	0,125	0,0078	76	3,9
	Vannrenset	169	8,7	0,130	0,0041	78	5,7
	Termiskrenset	175	3,1	0,129	0,0064	79	2,2
	Ubehandlet	156	10,7	0,125	0,0063	71	6,3
Inn-og utherdet	Acetonrenset	224	24,8	0,108	0,0099	144	36,7
	Vannrenset	263	3,0	0,060	0,0023	245	3,5
	Termiskrenset	285	2,5	0,078	0,0035	256	8,2
	Ubehandlet	277	4,2	0,059	0,0050	258	3,8

I tabell 5.1 kan man observere nøkkeltall fra alle strekkresultatene.

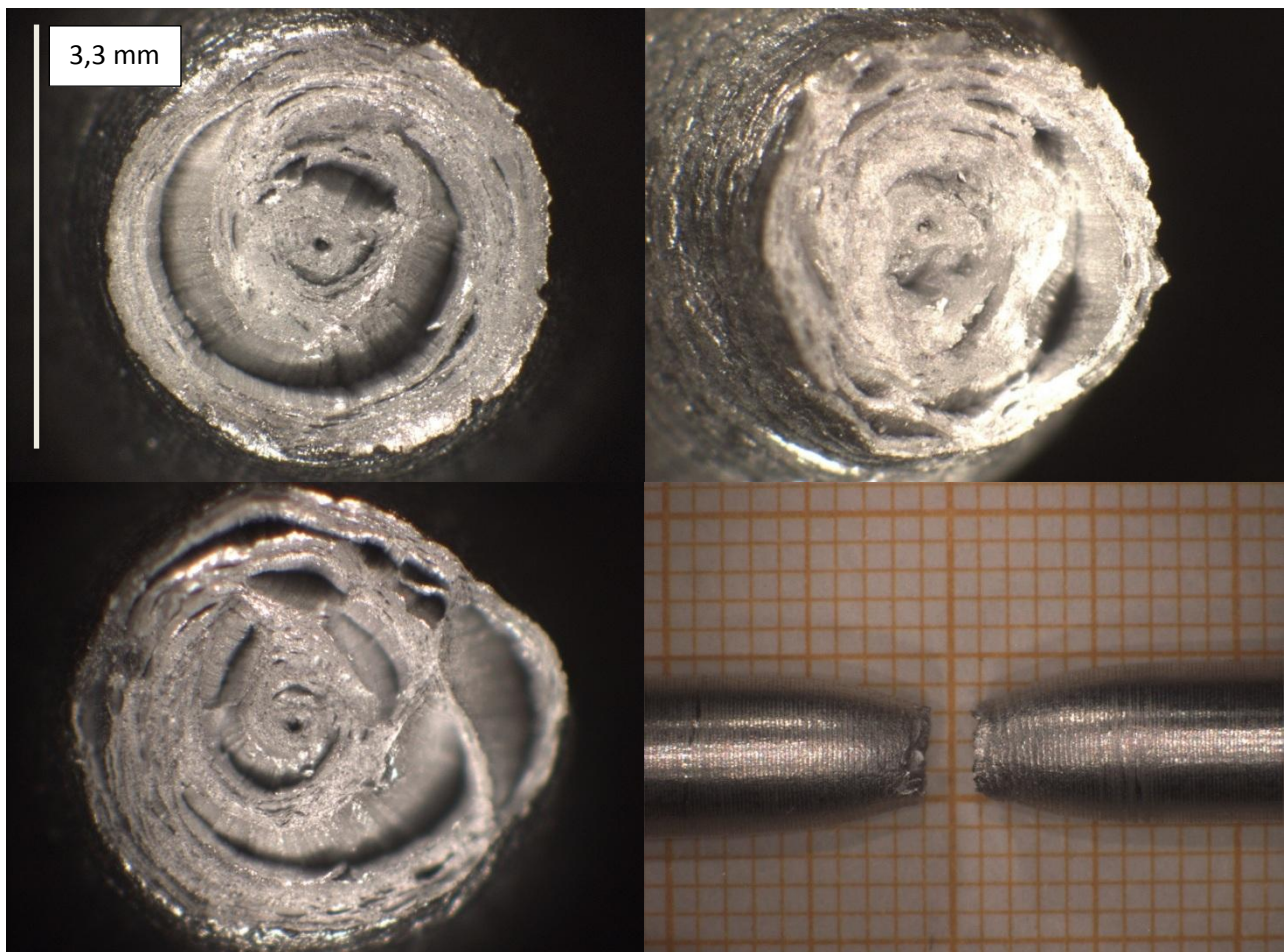


Figur 5.28 viser et log -log diagram der Ludwik Hollomon parameterne «n» og «K» for «termisk renset» og referansen fra Raufoss beregnes. Til venstre er σ_0 lik 0 og til høyre er σ_0 evaluert ut ifra eksperimentelle data.

Figur 5.28 viser et log - log diagram av sann spenning - og tøyning for «termisk renset» og referansen fra 2 % - 12,5 % tøyning. Ved σ_0 lik 0 får «termisk renset» en fastingskoeffisient (n) lik 0,2893 som er 18,2 % høyere enn for referansen og en K verdi rundt 258 MPa som er 5,7 % høyere enn for referansen. Den evaluerte σ_0 for «termisk renset» og referansen ble satt til 47,5 MPa og 55 MPa. Det resulterte i en høyere fastingskoeffisient der referansen er 1,7 % høyere enn «termisk renset».

5.8 Makroskopi av bruddoverflaten og lengdesnittet til strekkstavene

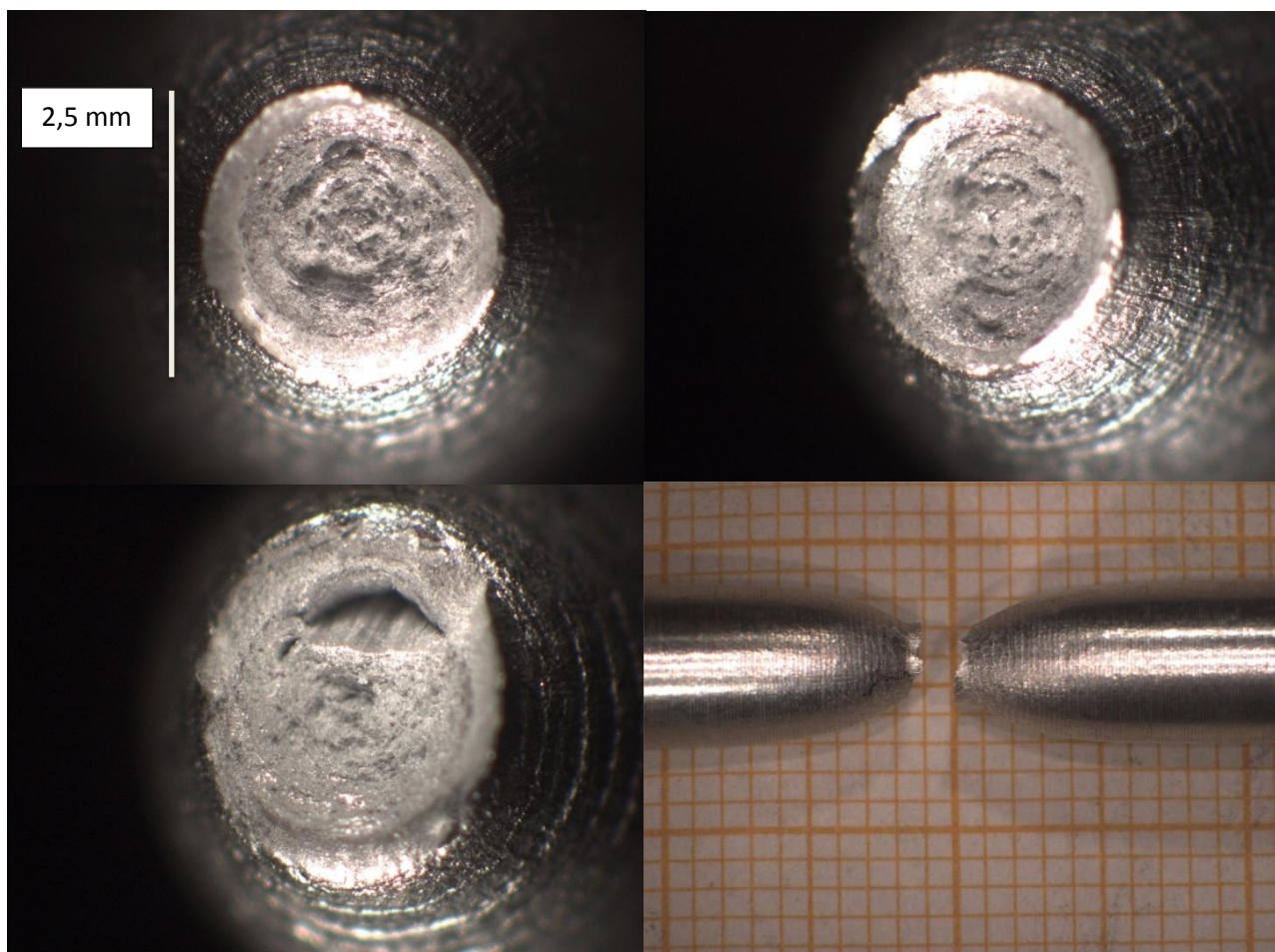
Kapittel 5.8 tar for seg delaminering i bruddoverflaten og lengdesnittet til de ulike strekkstavene etter ekstrudering og luftavkjøling.



Figur 5.29 Makroskopi av bruddoverflaten til «ubehandlet».

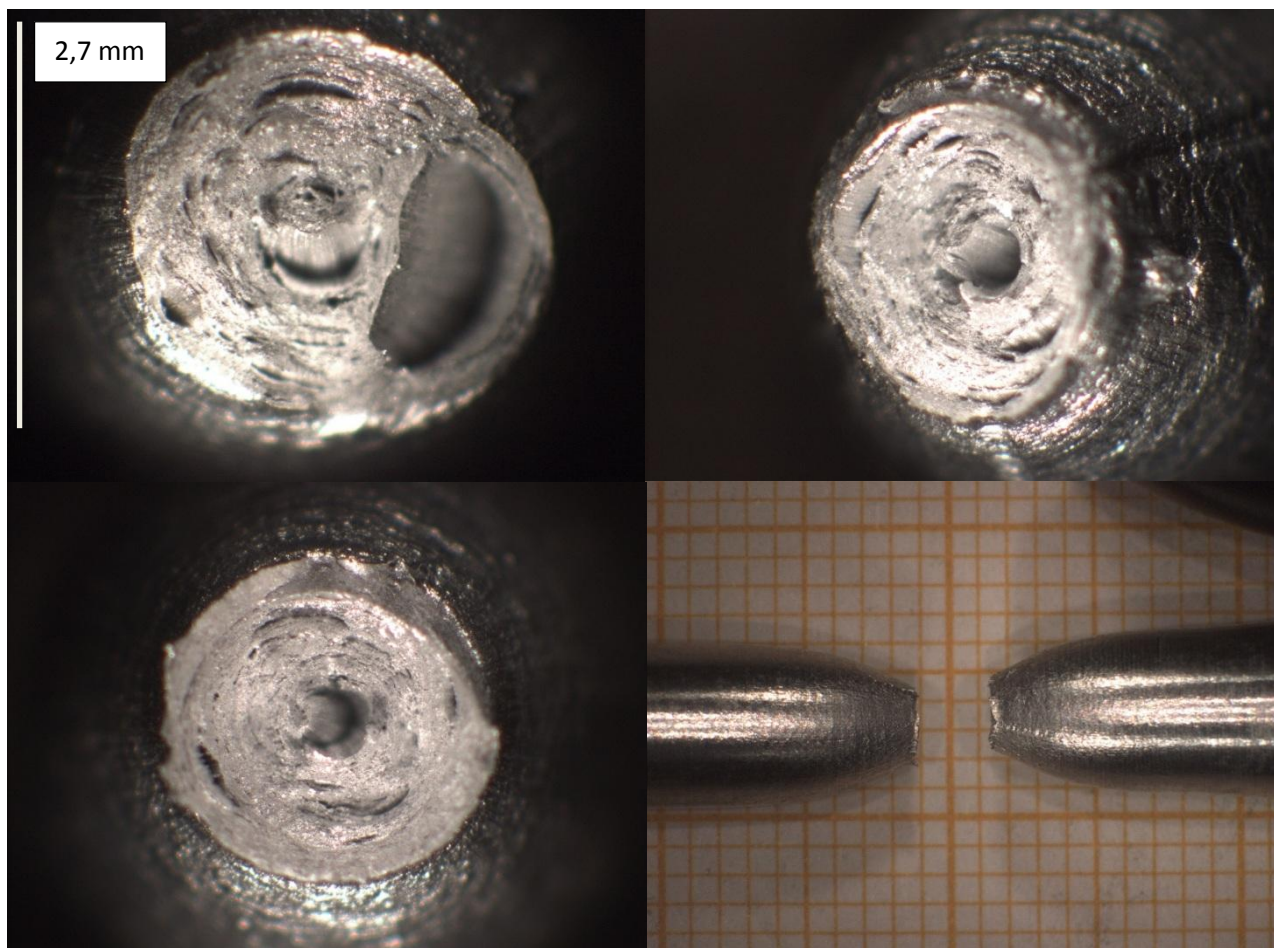
Figur 5.29 viser «ubehandlet» etter strekktesting og brudd. Bruddoverflaten har en diameter rundt 3,3 mm og man kan observere stor grad av delaminering. Man ser tydelig at flere materiallag har skilt seg, særlig i mellomsjiktet og like utenfor sentersjiktet. Delamineringen i visse materiallag går nesten hele veien rundt i tverrsnittet, se øverst til venstre i figuren. I noen områder er avstanden mellom de skilte materiallagene opp til 1 mm. «Necking» har ført til en reduksjon i diameter rundt 45 %.

(Ytter, mellom – og sentersjiktet er i dette tilfellet relativt til bruddoverflaten, ikke den ekstruderte profilen som har et tverrsnitt rundt 10 mm)



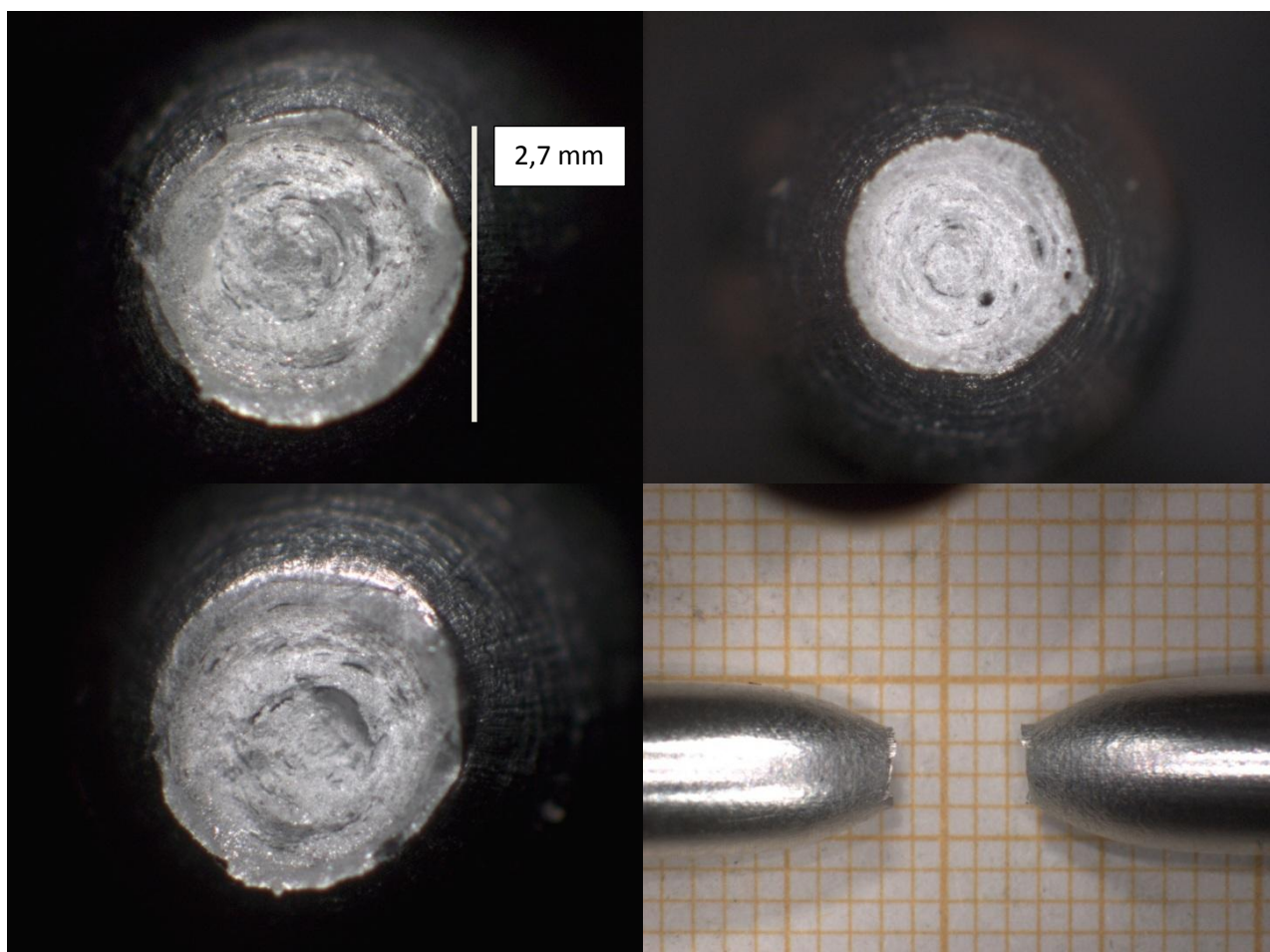
Figur 5.30 Makroskopi av bruddoverflaten til «acetonrenset».

Figur 5.30 viser «acetonrenset» etter strekktesting og brudd. Bruddoverflaten har en diameter rundt 2,5 mm og liten grad av delaminering. Det verste tilfellet kan man se nede til venstre i figuren der materiallagene har skilt seg i mellomskjiktet. Man ser også spor av delaminering i korte segmenter, men delamineringen fortsetter ikke videre rundt i tverrsnittet slik som i «ubehandlet». Bruddoverflaten er forholdsvis jevn med utvikling av porer og «dimpler» som er forventet ved et duktilt brudd. «Necking» har ført til en reduksjon i diameter i underkant av 60 %.



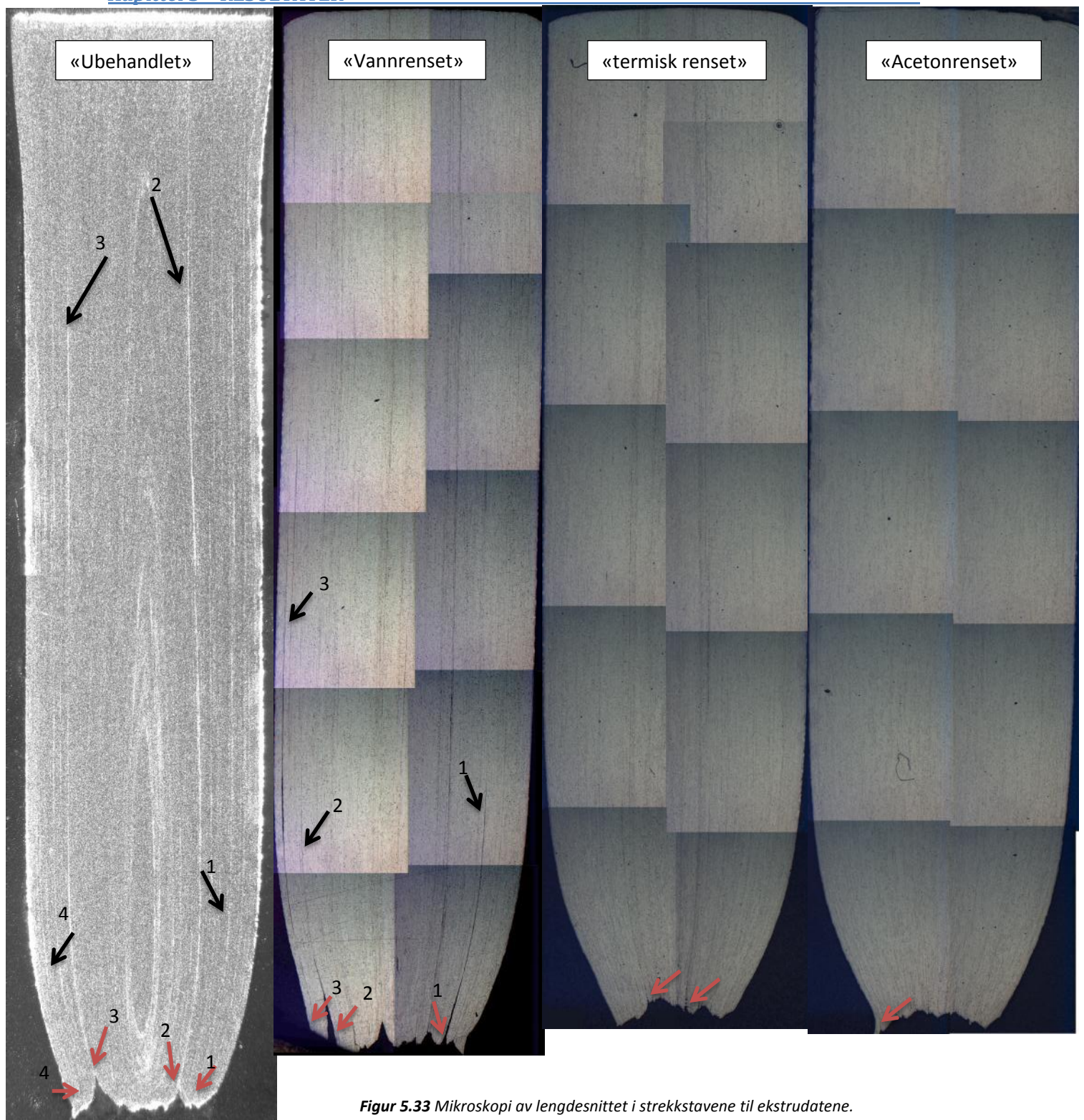
Figur 5.31 Makroskopi av bruddoverflaten til «vannrenset».

Figur 5.31 viser «vannrenset» etter strekktesting og brudd. Bruddoverflaten har en diameter rundt 2,7 mm og man kan observere stor grad av delaminering. Man ser tydelig at flere materiallag har skilt seg, særlig i mellomsjiktet og like utenfor senteret. Delamineringen i visse materiallag like utenfor senteret går nesten hele veien rundt i tverrsnittet slik at kjernen rives løs, se øverst til høyre og nede til venstre i figuren. Delamineringen utvikler seg ikke sammenhengende like langt rundt i tverrsnittet som i «ubehandlet», men i seksjoner av gangen. «Necking» har ført til en reduksjon i diameter rundt 55 %.



Figur 5.32 Makroskopi av bruddoverflaten til «termisk renset».

Figur 5.32 viser «termisk renset» etter strekktesting og brudd. Bruddoverflaten har en diameter rundt 2,5 mm og liten grad av delaminering. Nede til venstre i figuren kan man observere en høydeforskjell i bruddoverflaten mellom senter – og mellomsjiktet, men materiallagene har ikke skilt seg med avstander i nærheten av det som observeres i «ubehandlet» og «vannrenset». I mellomsjiktet ser man spor av delamineringen i korte segmenter, men delamineringen fortsetter ikke videre rundt i tverrsnittet slik som i «ubehandlet». «Necking» har ført til en reduksjon i diameter i underkant av 60 %.

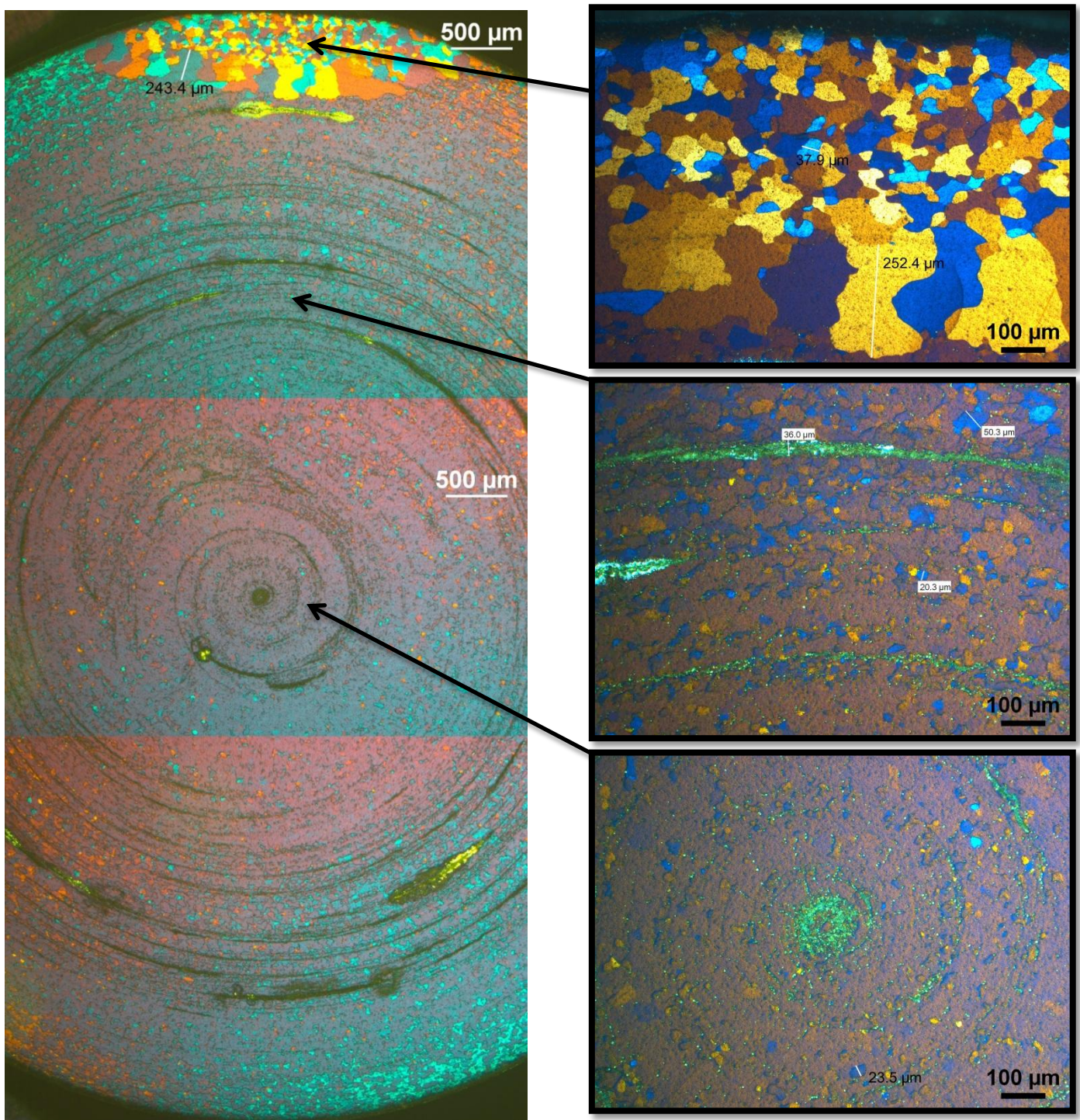


Figur 5.33 Mikroskopi av lengdesnittet i strekkstavene til ekstrudatene.

I figur 5.33 kan man observere utviklingen av delaminering i lengdesnittet til ekstrudatene. De røde pilene indikerer hvor delaminering startet og de svarte pilene markerer hvor langt fra bruddoverflaten det er synlig splittelse av materiallagene. I «ubehandlet» er delamineringen i mellomsjiktet, hhv. nummer 2 og 3, kontinuerlig fra bruddet og rundt 2 cm inn i strekkstaven. Delaminering nummer 1 og 4 har en lengde rundt 0,5 cm. I «vannrenset» er nummer 3 rundt 1 cm mens nummer 1 og 2 er rundt 0,5 cm. «termisk renset» og «acetonrenset» har liten grad av delaminering. Man kan observere noe splittelse av materiallag i bruddoverflaten, men lengden av delamineringen er mindre enn 1 mm. («Ubehandlet» er avbildet med makroskop og resterende ekstrudat med mikroskop)

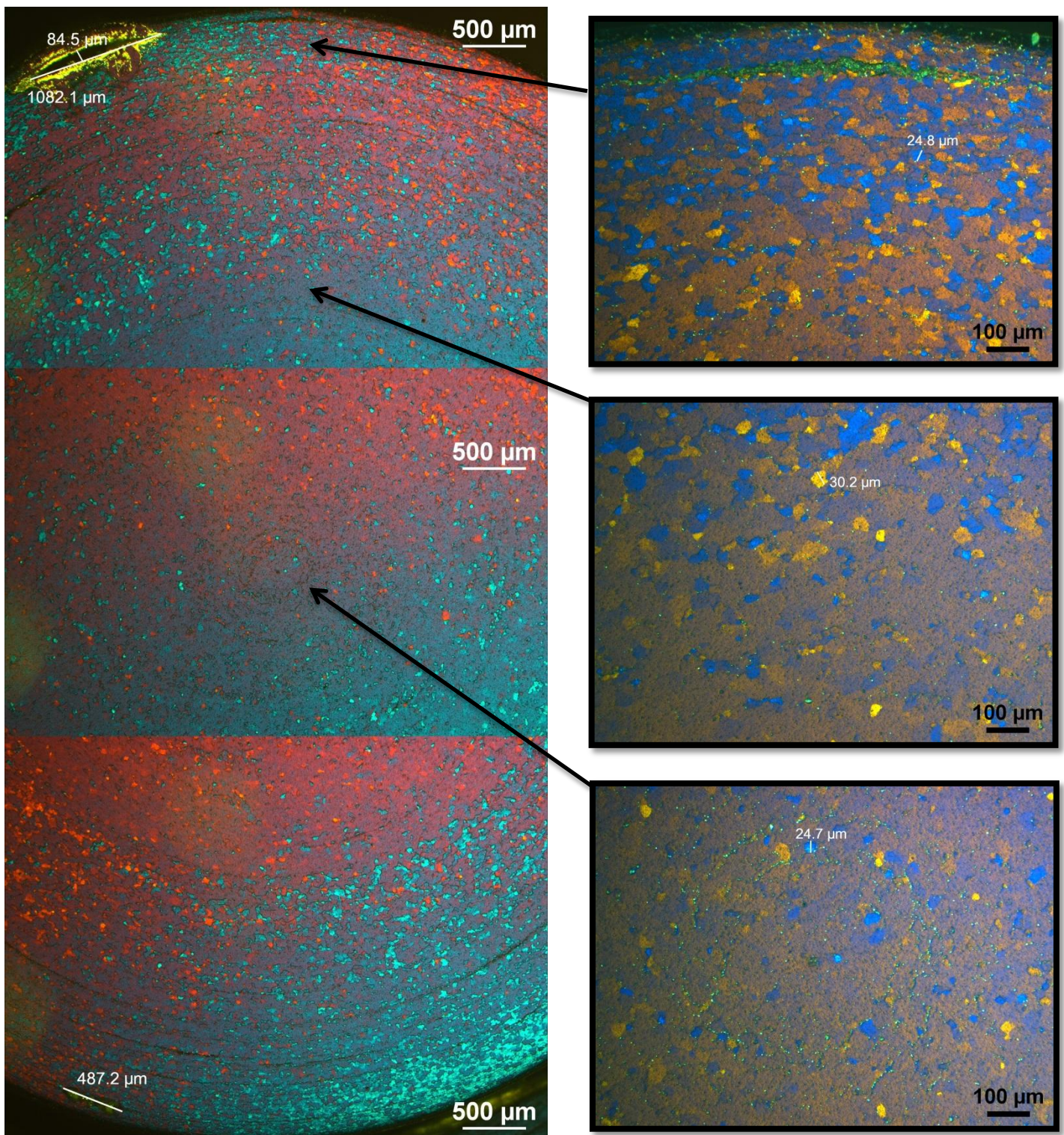
5.9 Lysoptisk mikroskopi av ekstrudatene i herdet tilstand

Kapittel 5.9 tar for seg mikrostrukturen i tverrsnittet til de ulike ekstrudatene etter innherding og utharding. Undersøkelsene er gjort i enden av strekkstavene, se figur 4.8.



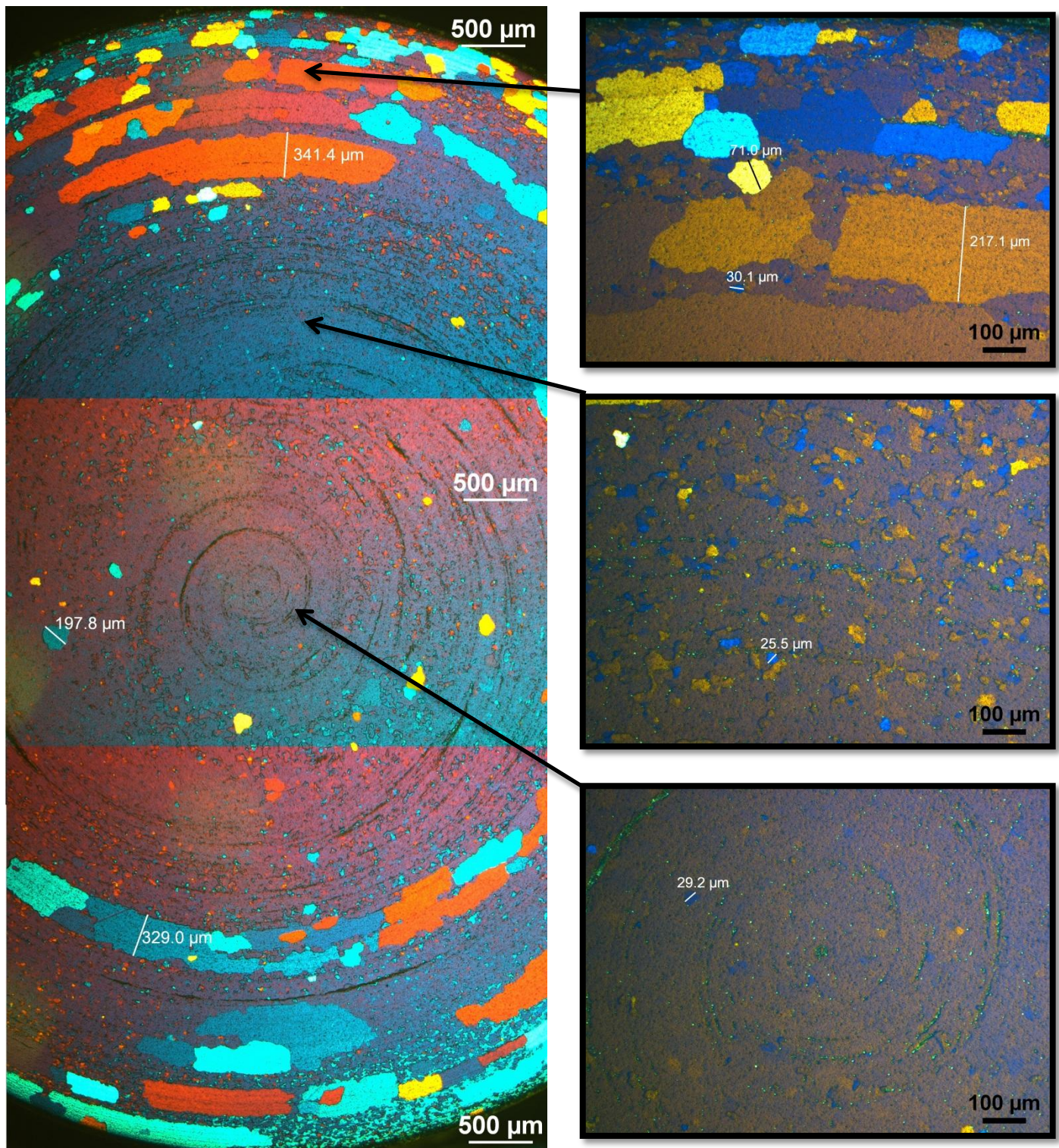
Figur 5.34 Mikroskopi av «ubehandlet» etter inn – og utharding.

Man ser tydelig spor av porer og delaminering i tverrsnittet til «ubehandlet». Den største sprekken, nede til høyre, er i overkant av 200 µm bred og over 600 µm lang. I yttersjiktet befinner det seg en sone med rekrySTALLISerte, ekviaksede korn rundt 40 µm i tillegg til korn rundt 250 µm innenfor de ekviaksede kornene. I mellom – og sentersjiktet ser man rekrySTALLISerte korn rundt 20 - 30 µm og noen korn med en størrelse rundt 50 µm. Det er færre synlige rekrySTALLISerte korn i sentersjiktet.



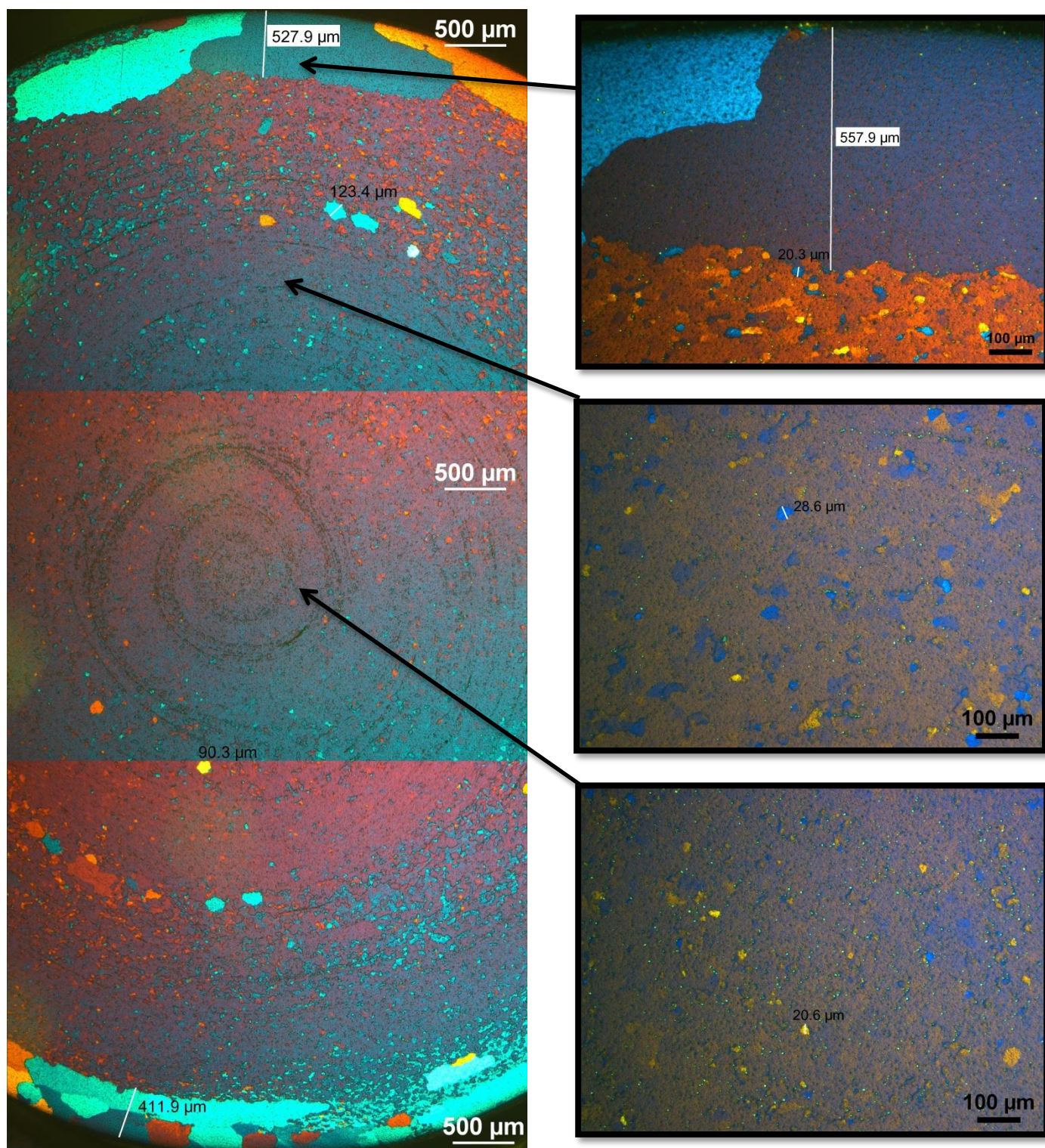
Figur 5.35 Mikroskopi av «acetonrenset» etter inn- og utharding.

I «acetonrenset» er det en forholdsvis homogen mikrostruktur med jevn kornstørrelse. I ytter- og sentersjiktet er kornstørrelsen 20 – 25 µm og i mellomsjiktet er den 20 - 30 µm. Det er færre synlige rekrystalliserte korn i sentersjiktet i forhold til resten av tverrsnittet. I overflaten ser man delaminering og porene som er vist i figur 5.27.



Figur 5.36 Mikroskopi av «vannrenset» etter inn – og utharding.

I «vannrenset» oppstår det heterogen kornvekst. I yttersjiktet befinner det seg ekviaksede korn rundt 25 µm og store, avlange korn med bredde opp til 340 µm og lengde opp til 1,5 mm. De store, rekrySTALLISerte kornene vokser langs de sammensveisede materiallagene i tverrsnittet. I mellomsjiktet er kornstørrelsen rundt 25 - 35 µm i tillegg til et fåtall korn opp til 200 µm. I sentersjiktet er det få definerte korn.

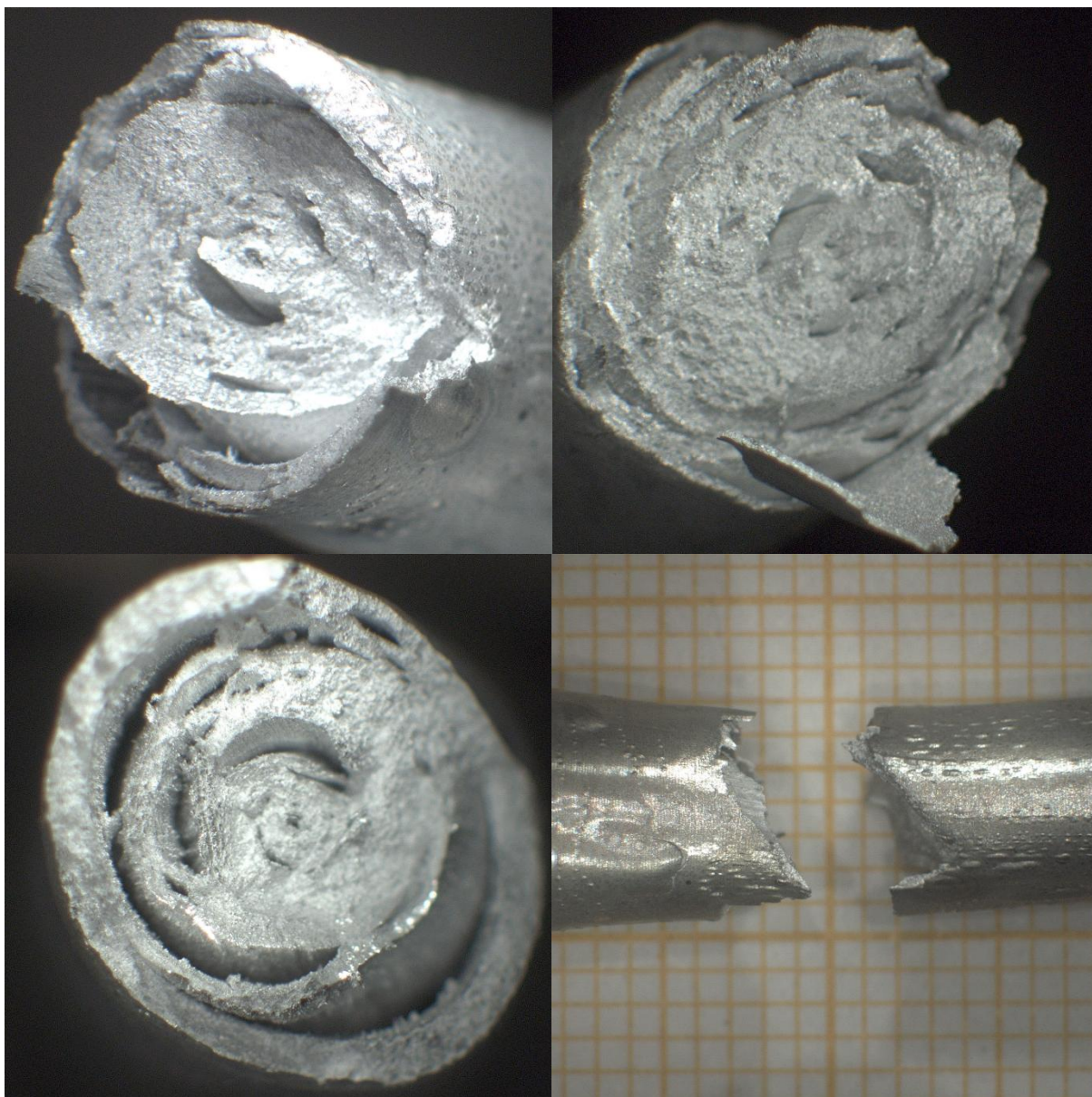


Figur 5.37 Mikroskopi av «termisk rensset» etter inn- og urtherding.

I «termisk rensset» befinner det seg en 200 – 500 μm bred sone med korn i størrelsesorden 100 – 500 μm. De lengste kornene er opp til 1,5 mm. Innenfor denne sonen er kornstørrelsen rundt 20 μm. I mellomsjiktet er kornstørrelsen rundt 20 -30 μm foruten et fåtall korn rundt 100 μm. I sentersjiktet er størrelsen på definerte korn rundt 20 μm.

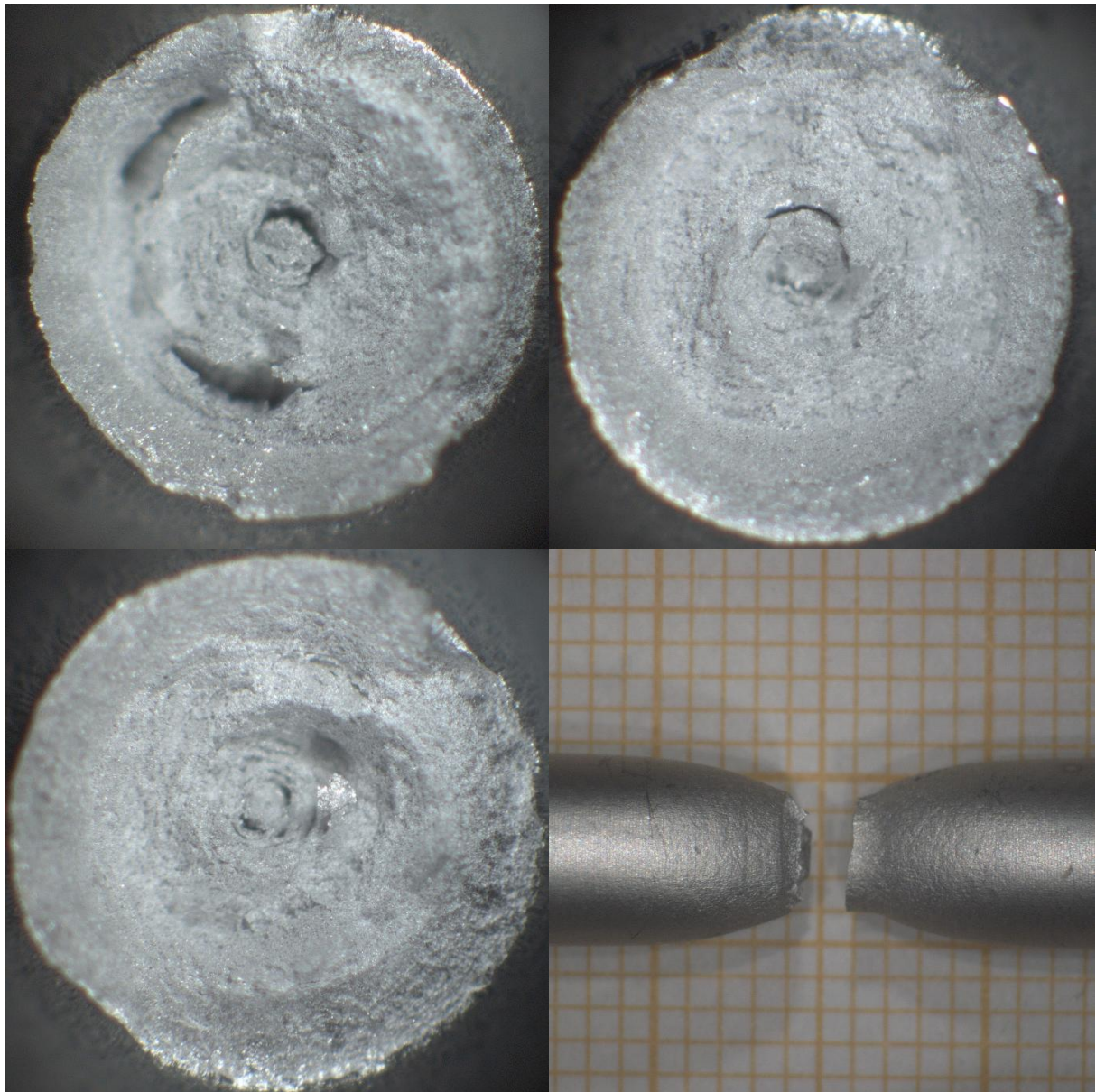
5.10 Makroskopi av bruddoverflaten til strekkstavene i herdet tilstand

Kapittel 5.10 tar for seg delaminering i bruddoverflaten til strekkstavene etter innherding og utharding.



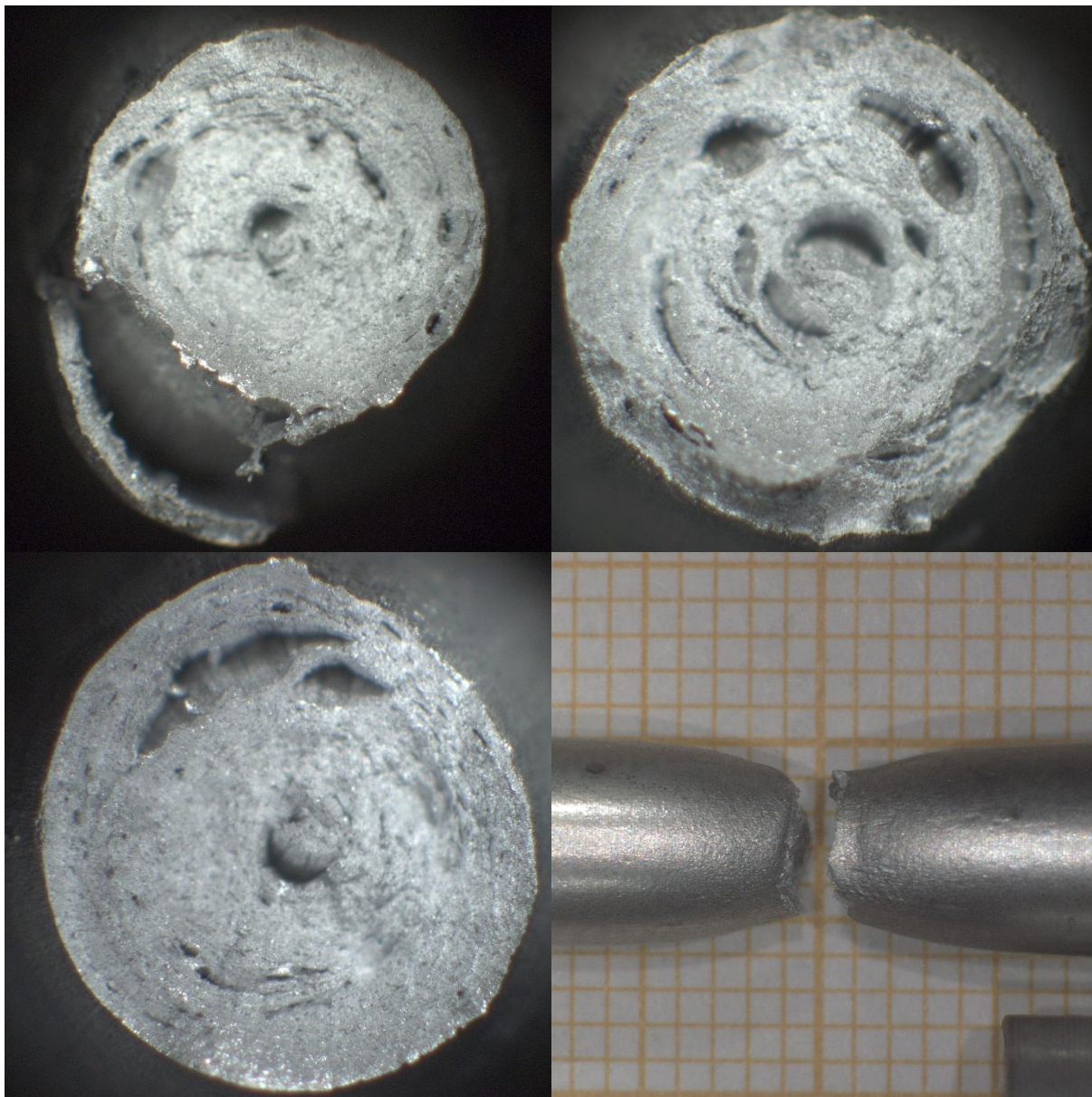
Figur 5.38 «Ubehandlet» etter inn – og utharding

I figur 5.38 ser man at bruddet har en vinkel lik 45° i forhold til strekkretningen og det forekommer stor grad av delaminering. I overflaten av strekkstaven ser man blærene som forekommer ved innherding. I noen tilfeller rives det ytterste materialaget løs fra strekkstaven.



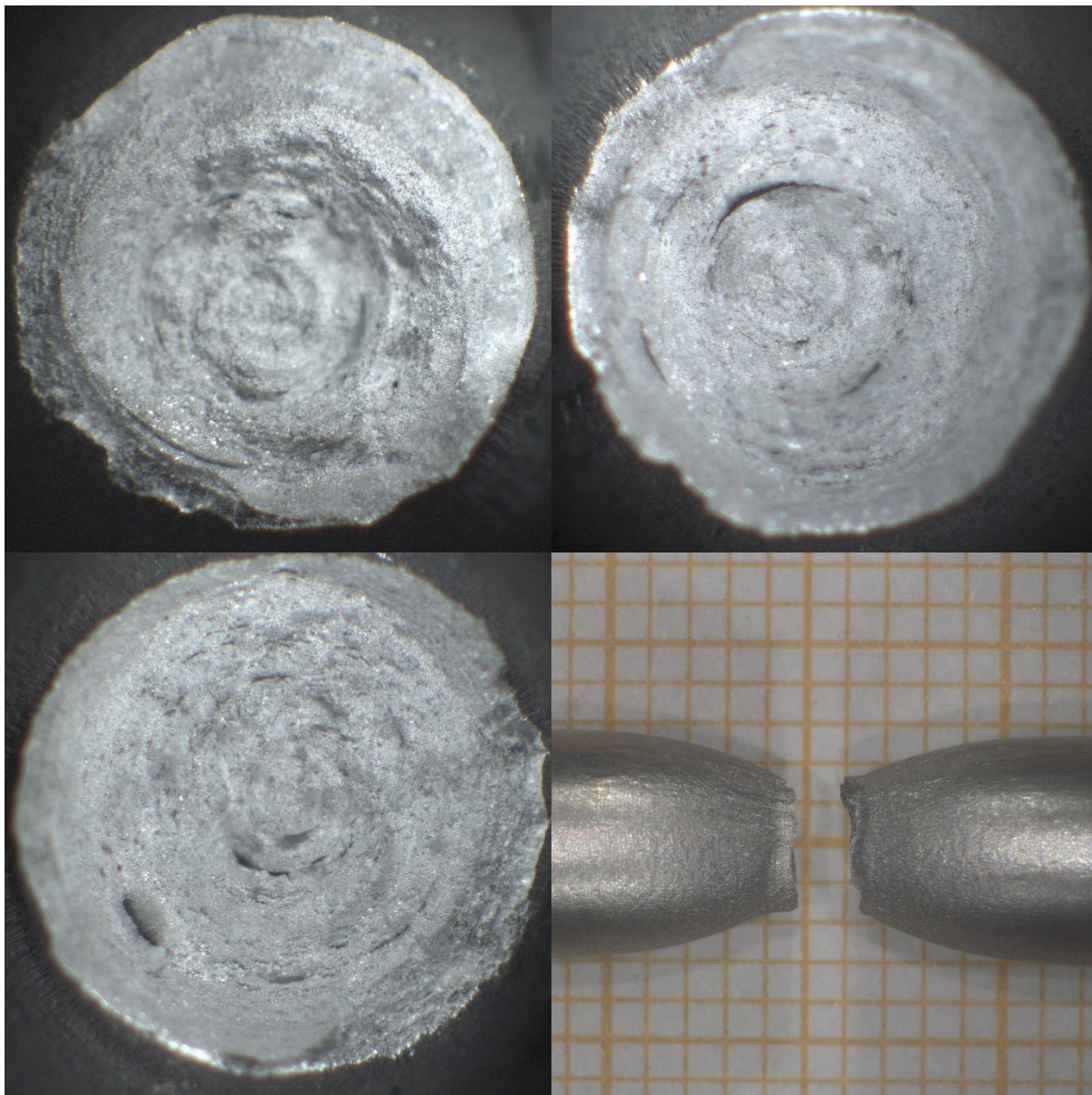
Figur 5.39 «Acetonrenset» etter inn – og utharding

Figur 5.39 viser varierende delaminering og et «cup – cone» brudd. Det er en jevn og «glinsende» bruddoverflate med lav grad av porer og dimpler.



Figur 5.40 «Vannrenset» etter inn- og utharding

Figur 5.40 viser stor grad av delaminering og et «cup – cone» brudd. I bruddoverflaten ser man stor grad av delaminering og porer. I noen tilfeller rives det ytterste materialet løs fra strekkstaven.

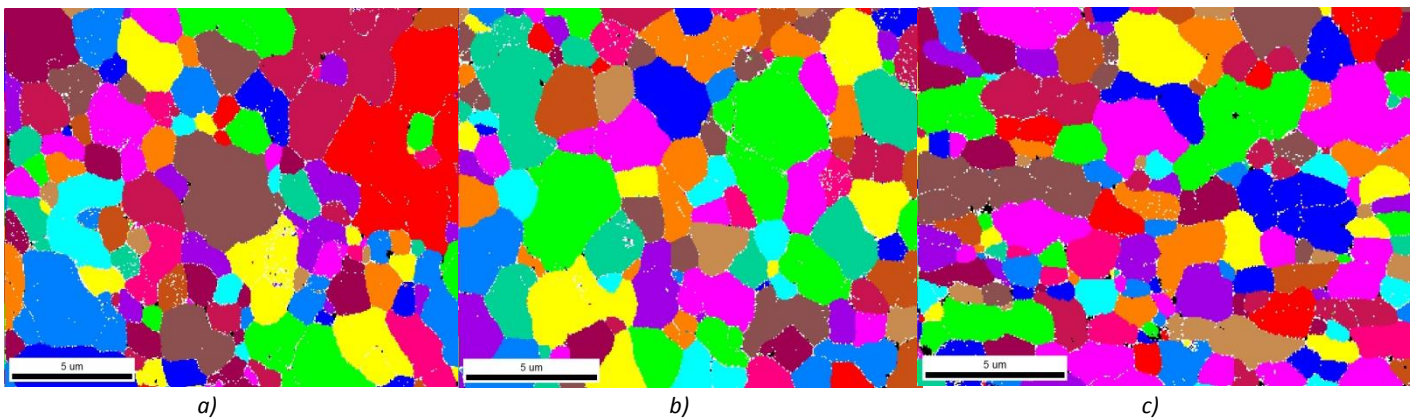


Figur 5.41 «termisk rensset» etter inn – og utharding

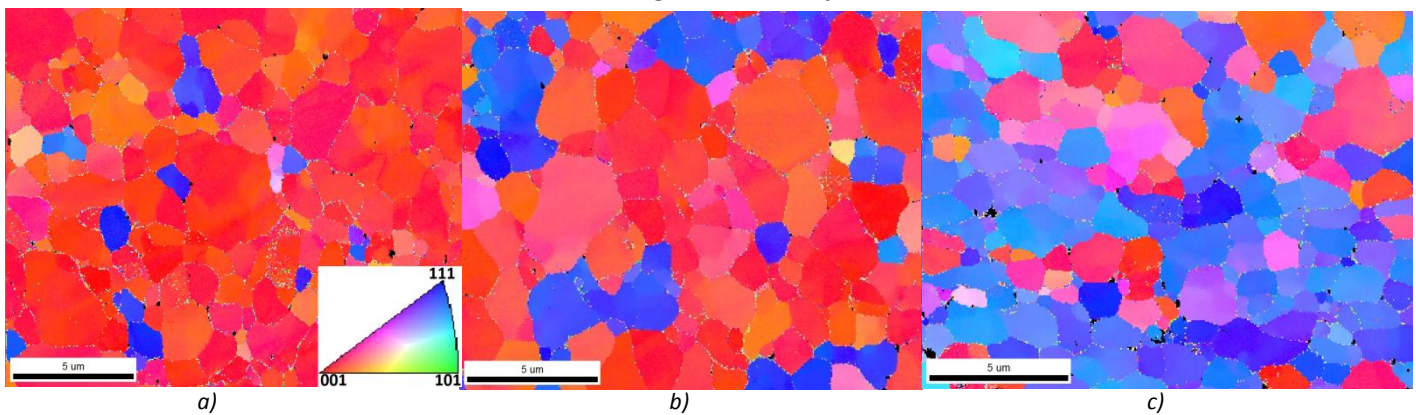
Figur 5.41 viser mindre grad av delaminering og et «cup – cone» brudd. Delamineringen skjer i korte seksjoner uten betydelig utvidelse i radiell retning.

5.11 EBSD

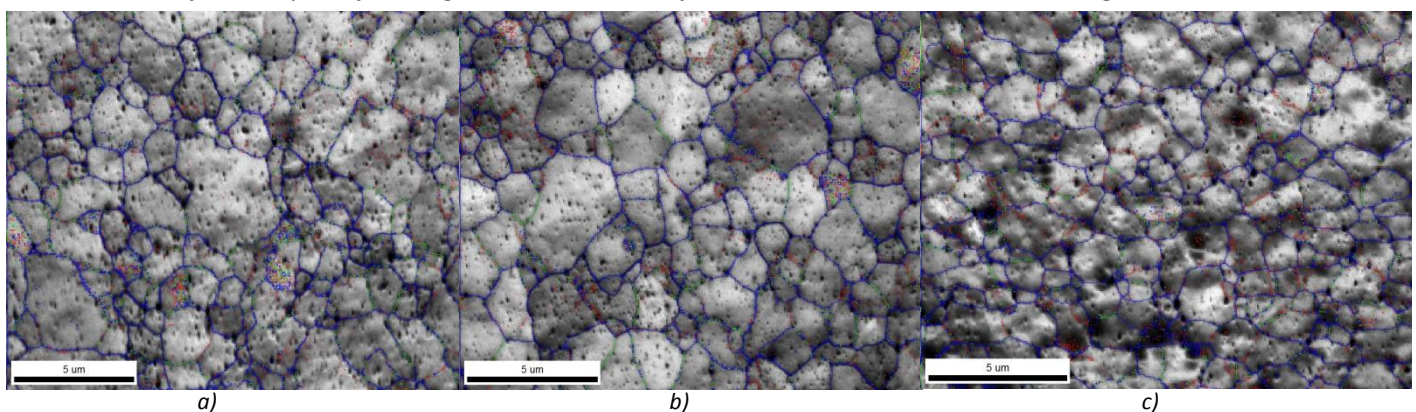
I kapittel 5.11 presenteres EBSD (electron backscattering diffraction) undersøkelser av tverrsnittet til «ubehandlet» og «acetonrenset» etter ekstrudering og luftavkjøling.



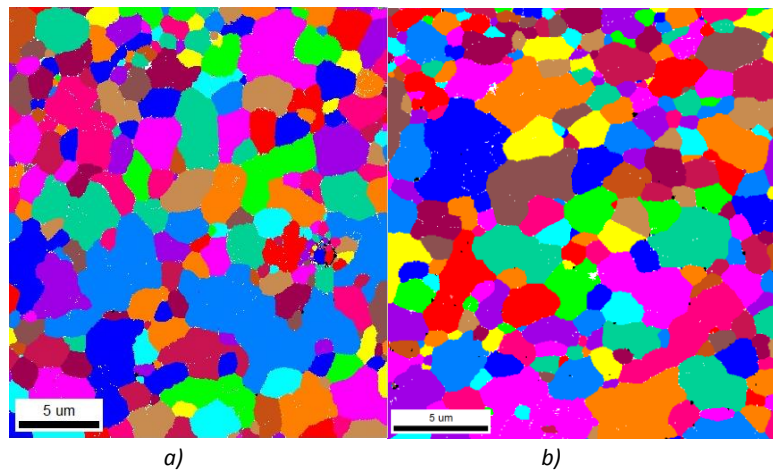
Figur 5.42 Subkornstruktur i tverrsnittet til «ubehandlet» der a), b) og c) er senter, mellom - og yttersjiktet. Sjøktene har forholdsvis lik kornstørrelse der den gjennomsnittlige størrelsen er rundt 2 μm. Noen av de større kornene har tendenser til indre korgrensener. Yttersjiktet har noe redusert kornstørrelse.



Figur 5.43 Invers polfigur i tverrsnittet til «ubehandlet» der a), b) og c) er senter, mellom – og yttersjiktet. Der er en tydelig økning av korn med en krystallografisk orientering i <111> retningen fra senter sjiktet til yttersjiktet og tilsvarende reduksjon av korn orientert i <001> retningen.

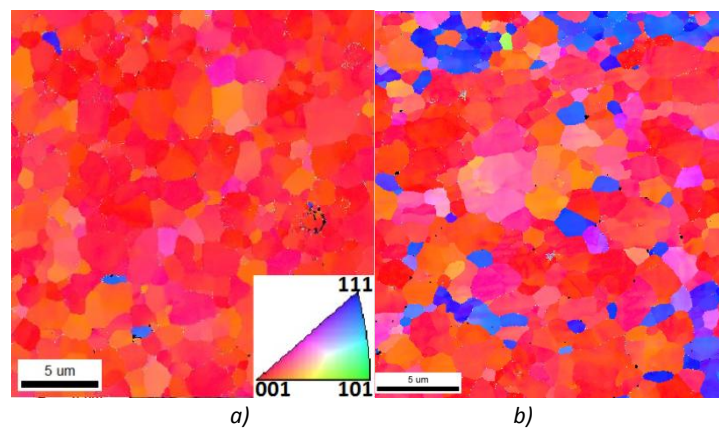


Figur 5.44 Misorientering i tverrsnittet til «ubehandlet» der a), b) og c) er senter, mellom – og yttersjiktet. Rødt og grønt viser lavvinklede grenser (2° – 5° og 5° – 15°) og blått viser høyvinklede grenser (15° – 180°).



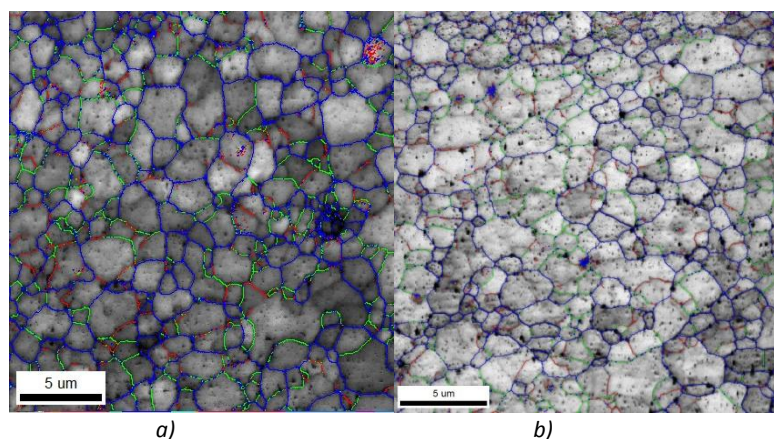
Figur 5.45 Subkornstruktur i tverrsnittet til «acetone-renset» der a) og b) er senter - og mellomsgjiktet

Sjiktene har forholdsvis lik kornstørrelse der den gjennomsnittlige størrelsen er rundt 2 µm. De største kornene er rundt 5 – 8 µm.



Figur 5.46 Invers polfigur i tverrsnittet til «acetone-renset» der a) og b) er senter - og mellomsgjiktet

Der er en tydelig økning av korn med en krystallografisk orientering i <111> retningen fra senter-sjiktet til mellomsgjiktet og tilsvarende reduksjon av korn orientert i <001> retningen.



Figur 5.47 Misorientering i tverrsnittet til «acetone-renset» der a) og b) er senter og - mellomsgjiktet

Rødt og grønt viser lavvinklede grenser ($2^{\circ} - 5^{\circ}$ og $5^{\circ} - 15^{\circ}$) og blått viser høvinklede grenser ($15^{\circ} - 180^{\circ}$). (På grunn av tidsmangel ble ikke yttersjiktet til «acetone-renset» og de to resterende ekstrudatene undersøkt)

6 Diskusjon

I dette kapittelet vil de ulike resultatene presentert i kapittel 5 bli sammenlignet og diskutert i henhold til teorien i kapittel 2. Videre vil de ulike rensemetodene diskuteres generelt og hva som er de største forskjellene med tanke på kvaliteten til ekstrudatene. I tillegg vil det reflekteres rundt uforutsette positive resultater med tanke på «termisk rensset» og videre forskning på blant annet forhåndsbehandling av granulater i henhold til skrueekstrudering.

6.1 Rensemetoder og ekstrudering

De ulike rensemetodene resulterer i ulik overflate på granulatene rent visuelt. Med vann og aceton som løsemiddel får granulatene en blank og homogen overflate, mens termisk rensing resulterer i en overflate bestående av flekker med noe mer matt farge enn den resterende overflaten. Det ble ikke gjennomført noen undersøkelser av dette «belegget», men det mistenkes å være restmateriale fra oljen som ikke har blitt fullstendig forbrent eller en reaksjon mellom oljereseter og aluminium som har ført til utvikling av hydroksider. Man kan også observere noen små, brune prikker i overflaten som også kan være oljerelatert. Det ukjente belegget kan ikke være forurensinger fra varmluftsovnene i form av noe annet enn gass siden granulatene lå på et brett dekket med aluminiumsfolie, se kapittel 4.2.2 s. 11, og ovnen var rensset på forhånd. Etter at granulatene hadde vært i ovnen i underkant av 10 minutter forekom det røykutvikling som tydet på at forbrenningen av oljen var i gang. Etter rundt 25 minutter var det ikke lenger synlig røykutvikling.

Ekstrudering av de ubehandlede granulatene medførte stor gassutvikling i form av mørk røyk. Denne røyken var oljen som begynte å forbrenne etterhvert som temperaturen økte inn mot forkammeret i ekstruderen. Ekstrudering av vannrensede granulater medførte ikke tilsvarende synlig røykutvikling, men man kunne lukte at det var noe som ble forbrent i ekstruderen. Ekstrudering av acetonrensede – og termiskrensede granulater medførte hverken synlig gassutvikling eller uvanlig lukt. Basert på nevnte observasjoner, men uten å dra konklusjoner, kan man gå ut ifra at oljeinnholdet eller rester av oljen er høyest i «ubehandlet» etterfulgt av «vannrenset» og «acetonrenset». «termisk rensset» utgår i rangeringen grunnet det ukjente belegget.

6.2 Vannløselig olje og hardhet i granulater

Det ble utført et forsøk for å bekrefte at oljen som ble brukt til å forurense granulatene var løselig i vann, se fig 5.2 s. 15. Det viste seg å stemme, ergo var det aktuelt å bruke vann som et av de organiske løsemidlene i denne oppgaven. I tillegg var det nødvendig å gjennomføre en TGA analyse for å finne forbrenningstemperaturen til oljen, og hvorvidt denne temperaturen ville påvirke aluminium i form av vekst av oksidlag på granulatene, se kapittel 5.2 s. 16. TGA analysen viser at forbrenningen av oljen foregår rundt 350°C og ved denne temperaturen vil ikke massen til granulatene øke over en periode på 30 minutter, ergo forekommer det ikke betydelig vekst av oksidlag.

Verken vannbad eller acetonbad påvirker AA6060 ved romtemperatur med tanke på mikrostruktur og mekaniske egenskaper, men varmebehandling ved 350°C vil endre materialets egenskaper siden temperaturen overgår rekrySTALLISERINGSTEMPERATUREN til aluminium. Varmebehandling ved 350°C i 30 minutter av kaldtrukket AA6060 tråd som har blitt ytterligere kalddeformert ved oppkapping til granulater vil føre til endringer med tanke på mikrostruktur, dislokasjonstetthet og hardhet/styrke, se kapittel 2.2.1 s. 4. Ifølge teorien vil materialet oppleve en kraftig «recovery» prosess der

restspenninger i form av låste dislokasjoner vil frigjøres grunnet termisk aktivering. Dislokasjoner vil kunne danne en polygonisert struktur der nye korn nukleerer på korn grensene og danner en ny, rekrystallisert mikrostruktur bestående av ekviaksede korn med lav dislokasjonstetthet og styrke. Siden temperaturen er såpass høy (i overkant av $0,5T_m$) er det også forventet at det forekommer kornvekst, se kapittel 2.2.2 s. 6. Hardhetsmålinger av granulater før og etter varmebehandling stemmer godt overens med teorien, der man i figur 5.5 s. 17 kan observere en reduksjon i hardhet lik 50 % for varmebehandlede granulater i forhold til normale granulater. I figur 5.6 s. 17 kan man observere hvordan mikrostrukturen har endret seg etter varmebehandlingen. Ubehandlede granulater har en deformasjonsstruktur som følge av kalddeformasjon, mens varmebehandlede granulater har en rekrystallisert mikrostruktur med definerte, ekviaksede korn i tillegg til synlig kornvekst. I rekrystalliserte korn vil dislokasjonstettheten og inneslutninger være svært lav, som forklarer reduksjonen i hardhet.

Ekstrudering av varmebehandlede granulater er foreløpig lite utforsket, men effekten av betydelig mykere granulater kan være en mer homogen plastisk deformasjonsprosess og blanding i ekstruderen. Det kan føre til bedre heft mellom de ulike materiallagene som sveises sammen i forkammeret, se figur 3.1 s. 10.

6.3 Hardhetsmålinger av ekstrudatene

Kapittel 5.4 s. 18 presenterer resultatet av hardhetsmålinger gjort i tverrsnittet og lengdesnittet til de ulike ekstrudatene. Figur 5.7 og 5.8 viser at «acetonrenset», «vannrenset» og «termisk renset» har en forholdsvis lik hardhetsprofil i tverrsnittet der mellomsjiktet er hardere enn ytter – og senter sjiktet. Hardhetsprofilen til «ubehandlet» skiller seg ut ved at mellomsjiktet er mykere enn ytter – og senter sjiktet. Rangert fra høyest til lavest gjennomsnittlig hardhet i tverrsnittet har man «termisk renset» (46,5 HV), «acetonrenset» (44,5 HV), «vannrenset» (43,5 HV) og «ubehandlet» (42 HV). Hardheten i mellomsjiktet til «ubehandlet» ligger rundt 41 HV, mens hardheten til de andre ekstrudatene er rundt 17 % høyere (47 – 48 HV).

I lengdesnittet, se figur 5.9 og 5.10, er også «ubehandlet» det eneste ekstrudatet som har lavere hardhet i mellomsjiktet i forhold til ytter – og senter sjiktet. Rangert fra høyest til lavest gjennomsnittlig hardhet har man «termisk renset» (47 HV), «acetonrenset» (44 HV), «vannrenset» (44 HV) og «ubehandlet» (40,5 HV). Hardheten i mellomsjiktet til «ubehandlet» er rundt 40,5 HV, mens hardheten til de andre ekstrudatene er rundt 18,5 % høyere (47 – 49 HV).

Siden skrueekstruderingen ble utført med tilnærmet konstante forhold og like parametere i alle fire forsøkene er det uventet at «ubehandlet» har 17 % og 18,5 % lavere hardhet i mellomsjiktet i forhold til de resterende ekstrudatene. Dermed ble det utført mikroskopiundersøkelse av hardhetsinntrykket i mellomsjiktet, se figur 5.12 s. 23. Rundt inntrykket kan man tydelig observere sprekker og feltlinjer som indikerer materialflyt. Dermed vil hardhetsmålinger utført med en last lik 1 kg (HV1) gi feilaktige resultater fordi materialet flyter utover fra inntrykket. For å bekrefte eller avkrefte at den reduserte hardheten i mellomsjiktet skyldes materialflyt ble det utført mikrohardhetsmålinger med en last lik 50 g, se figur 5.11 s. 22. Resultatet viser at hardheten i tverrsnittet gradvis øker fra yttersjiktet til senter sjiktet og at hardhetsmålingene med en last lik 1 kg i mellomsjiktet ikke representerer materialets hardhet. Mikrohardhetsmålingene kan likevel ikke sammenlignes med resultatene for de andre ekstrudatene. Materialflyt kan forklares med redusert heft mellom de sammensveisede materiallagene i ekstrudatet. Grunnen til at materialflyten er størst i mellomsjiktet kan ha

sammenheng med hvordan materialet blandes i forkammeret, se figur 3.1 s. 10, der et høyt antall materiallag som har gjennomgått store tøyninger sammensveises med et lavt antall materiallag der tøyningene er vesentlig lavere. Dersom heften i dette sjiktet er lavere enn andre steder i ekstrudatet vil man ved tilstrekkelig høy skjærspenning (som forekommer ved hardhetsmålinger) få glidning mellom materiallagene.

«termisk rensset» skiller seg ut i forhold til «acetonrenset» og «vannrenset» når man sammenligner hvor jevn hardheten er i begge snittene. Standardavviket for den gjennomsnittlige hardheten er 2,0 % i tverrsnittet og 3,9 % i lengdesnittet, mens de andre ekstrudatene har standardavvik rundt 7 - 8 %. «termisk rensset» har en hardhet i ytter – og senter sjiktet rundt 46 HV som er rundt 10 % høyere enn «acetonrenset» og «vannrenset». Siden aceton som løsemiddel fjerner tilnærmet all olje fra granulaten er det ikke et fravær av olje i «termisk rensset» som fører til en jevn og god hardhet.

6.4 Mikrostruktur

Mikrostrukturen i tverrsnittet til ekstrudatene har store likheter, se figur 5.13 – 5.16 s.24. I yttersjiktet befinner det seg en sone med definerte korn ut mot overflaten i størrelsesorden 25 μm . Inn mot senteret av tverrsnittet reduseres antallet definerte korn som vil si at det er en deformasjonsstruktur med rester av korn fra granulaten. I overflaten til «acetonrenset» befinner det seg avlange, rekrystalliserte korn med en bredde rundt 100 μm og en lengde opp til 1 mm. Tilsvarende korn er ikke observert i de andre ekstrudatene, men det kan ha sammenheng med at overflaten blir avrundet under den mekaniske prepareringen av prøvene, ergo «mangler» tverrsnittet det ytterste laget i overflaten. Det kan tyde på at de store kornene er et resultat av ureglerett kornvekst, se kapittel 2.2.2 s. 6. Anodisering av prøveoverflaten fører til mørke spor som følger konturen til materiallagene som «sveises» sammen under ekstruderingen, se figur 3.2 s. 10. I områder der materiallagene viser tendenser til delaminering eller i nærheten av porer blir det enda mørkere og mer definerte spor. I «ubehandlet» kan man i senteret se en samling av flere materiallag som møtes i en sirkel med diameter lik 160 μm . Ved å over – og underfokusere kom det frem at sirkelformasjonen er en grop. Dersom det er redusert heft mellom materiallagene og de konsentreres i senteret, er det naturlig å anta at mekanisk preparering vil slipe bort mer materiale i senteret enn ellers i tverrsnittet.

I lengdesnittet til ekstrudatene, se figur 5.17 – 5.20 s.28, ser man at materialet har en fibertekstur, se kapittel 2.2.1 s. 4, der kornene er forlenget i en retning parallelt med ekstruderingsretningen. Her ser man også at antallet klare og definerte korn avtar inn mot senteret. Man kan også se større korn som ser ut til å brytes ned til mindre segmenter i tillegg til noen ekviaksede korn. Tykkelsen på de forlengede kornene reduseres fra yttersjiktet og inn mot senteret. Det har sammenheng med grad av tøyning i materialet i forkammeret og ut gjennom dysen, se figur 3.1 s. 10, der korn i yttersjiktet vil bli mer forlenget enn korn i senteret. Ytterst i overflaten av lengdesnittet til «acetonrenset» ser man store, rekrystalliserte korn med bredde rundt 120 μm og lengde opp til 2 mm. Man ser også spor av tilsvarende korn i overflaten til «vannrenset» og «termisk rensset».

6.5 Strekktesting

Strekkresultater for de ulike ekstrudatene i *normal tilstand* (ekstrudert og luftavkjølt) kan man se i figur 5.21 og 5.22 s. 32. «Vannrenset» og «acetonrenset» er forholdsvis like med tanke på flytespenning ($\sigma_{0,2}$), strekkfasthet (UTS) og bruddforlengelse (ϵ_f). Resultatene er hhv. $\sigma_{0,2}$ lik 78 MPa og 76 MPa, UTS lik 169 MPa og 164 MPa og ϵ_f lik 26,5 % og 27 %. «Ubehandlet» har dårligere

mekaniske egenskaper der resultatet er hhv. $\sigma_{0.2}$ lik 71 MPa, UTS lik 157 MPa og ϵ_f lik 26 %. «termisk rensset» har de beste mekaniske egenskapene der resultatet er hhv. $\sigma_{0.2}$ lik 79 MPa, UTS lik 175 MPa og ϵ_f i underkant av 28 %. I tillegg er standardavviket med tanke på UTS det laveste (1,8 %) etterfulgt av «acetonrenset» (4,3 %), «vannrenset» (5,2 %) og «ubehandlet» (6,3 %). Det ser ut til å være en direkte sammenheng mellom delaminering og pigger («spikes») i strekkresultatene ved uniform tøyning. Dette vil diskuteres videre i kapittel 6.6.

I figur 5.23 er «termisk rensset» (med unntak av de fire mest ekstreme verdiene) sammenlignet med referansen fra Raufoss der «termisk rensset» har 6,0 % høyere $\sigma_{0.2}$, 23 % høyere UTS og noe lavere ϵ_f . Figur 5.24 og 5.25 viser spredningen i $\sigma_{0.2}$ der «termisk rensset» har det beste resultatet. Figur 5.28 s. 37 viser et log – log diagram av sann tøyning og spenning for de to ekstrudatene. Ut ifra kurvene kan man finne fasting – og styrkekoefisienten til materialene, se kapittel 2.4. Med σ_0 lik 0 får «termisk rensset» n og K lik 0,289 og 258 MPa, mens referansen får n og K lik 0,245 (15 % reduksjon) og 244 (5 % reduksjon). «termisk rensset» har dermed noe høyere herdebidrag ved tøyning enn referansen. Tidligere arbeid (Audun Bilsbak, prosjekt høsten 2011) har vist at referansen har en rekrytallisert mikrostrukturen bestående av ekviaksede korn rundt 50 – 100 μm , mens «termisk rensset» har en deformasjonsstruktur med kornstørrelse rundt 25 μm . Lavere kornstørrelse gir et høyere korngranseareal i materialet. Korngrenser er barrierer og gir opphav til nettverk av låste dislokasjoner. Ved plastisk deformasjon vil dislokasjonstettheten øke som fører til at det kreves større spenning for å oppnå dislokasjonsglidning og videre tøyning. Det medfører økt arbeidsharding. Dersom man estimerer σ_0 ut ifra $\sigma_{0.2}$ får man en n og K verdi som ikke samsvarer med eksperimentelle data i et strekk – tøyingsdiagram. For utenom «termisk rensset» (grunnet det ukjente belegget) kan man fra resultatene observere en reduksjon i bruddforlengelse og økning i spredning jo mer oljerester ekstrudatene inneholder.

I figur 5.26 ser man hvordan de ulike ekstrudatene oppfører seg ved strekktesting i herdet tilstand. Etter inn – og utharding har man fått utfelling av presipitater i form av partikler som gir et stort herdebidrag. Her kan man også observere en reduksjon i bruddforlengelse jo mer oljerester ekstrudatene inneholder, men «acetonrenset» gir svært uventede resultater. $\sigma_{0.2}$ varierer fra rundt 100 MPa til i underkant av 200 MPa der standardavviket er 26 % mens de resterende ekstrudatene ligger mellom 1,4 % og 3,2 %. «Ubehandlet» og «termisk rensset» har $\sigma_{0.2}$ lik 258 MPa og 256 MPa etterfulgt av «vannrenset» (245 MPa) og «acetonrenset» (144 MPa). Det er også uventet at «ubehandlet» har høyest flytespenningen med tanke på strekkresultatene i normalt tilstand, se tabell 5.1 s. 37. «termisk rensset» har høyest UTS lik 285 MPa etterfulgt av «ubehandlet» (277 MPa), «vannrenset» (263 MPa) og «acetonrenset» (224 MPa).

«termisk rensset» viser gode mekaniske egenskaper ved å ha høy flytespenning, den høyeste strekkfastheten, god uniform tøyning, god bruddforlengelse og liten spredning. «Ubehandlet» oppfører seg relativt lik i forhold til «termisk rensset» frem til 5 – 9 % tøyning der ekstrudatet går i brudd. «Vannrenset» har en strekk – tøyingskurve som ligner på «termisk rensset» bare med redusert styrke, uniform tøyning og bruddforlengelse. «Acetonrenset» har stor spredning i resultatene, men det ser ut til å være en sammenheng mellom spredningen i flytespenning og strekkfasthet. En forklaring av strekkresultatet vil bli gitt i kapittel 6.6.

I figur 5.27 ser man overflaten av strekkstavene etter innherding ved 520°C. Det er en tydelig gassutvikling som fører til blærer, og utviklingen er størst for «ubehandlet». «Vannrenset» og

«acetonrenset» har et fåtall blærer mens «termisk renset» viser ingen tegn til gassutvikling. Dersom det utvikles gassblærer i ekstrudatet vil det kunne gi tilsvarende effekt som «mikrovoids», se kapittel 2.5, og gjøre det lettere for sprekkeutvikling ved strekktesting. Det kan forklare hvorfor «ubehandlet» har den laveste bruddforlengelsen og at det er snakk om skjærbrudd der bruddoverflaten er 45° i forhold til strekkretningen.

6.6 Bruddoverflate

I figur 5.29 – 5.32 kan man se bruddoverflaten til ekstrudatene. «Ubehandlet» har stor grad av delaminering der de ulike materiallagene i noen områder har skilt seg med avstander opp mot 1 mm. I de verste tilfellene er delamineringen kontinuerlig nesten 360° rundt i tverrsnittet. I bildet øverst til venstre i figur 5.29 ser man at delamineringen i mellomsjiktet fører til en separert indre kjerne som utvikler en egen «necking» i forhold til det resterende materialet i strekkstaven. Det forekommer også delaminering i korte segmenter i tillegg til porer. «Necking» har ført til en reduksjon av tverrsnittet rundt 45 %. «Acetonrenset» har lav grad av delaminering der det kun forekommer splittelse av materiallag i korte segmenter. Forholdet mellom utvidelse av delamineringsområdet i radiellretning og lateralretning er nærmere 1 enn for «ubehandlet», som fører til ovale porer i bruddoverflaten. Det er stor grad av typiske porer og dimpler som forekommer i duktile brudd. Nederst til venstre i figur 5.30 ser man det verste tilfelle av delaminering av totalt 15 strekkstaver. Bruddene er av typen «cup – cone», se figur 2.4 s. 8. «Necking» har ført til en reduksjon av tverrsnittet rundt 60 %. «Vannrenset» har en bruddoverflate som ligner på «ubehandlet», men delamineringen er ikke kontinuerlig like langt rundt i tverrsnittet. Den indre kjernen ser i flere tilfeller ut til å separeres fra resten av tverrsnittet og utvikler en egen «necking». «Necking» har ført til en reduksjon av tverrsnittet rundt 55 %. Bruddet er av typen «cup – cone». «termisk renset» har en bruddoverflate som ligner på «acetonrenset» med noe større grad av delaminering, men det ser ikke ut til at splittelsen av materiallagene utvider seg noe særlig i radiellretning. Det forekommer også porer, men ikke like tydelig som i «acetonrenset». Det kan tyde på at «termisk renset» tåler skjærspenninger bedre enn «acetonrenset». Bruddet er av typen «cup – cone». «Necking» har ført til en reduksjon av tverrsnittet rundt 60 %.

I figur 5.33 ser man lengdesnittet til strekkstaver av ekstrudatene. I «ubehandlet» er delamineringen i de svakest sammensveidete materiallagene kontinuerlig fra bruddoverflaten og rundt 2 cm inn i strekkstaven. For «vannrenset» er den opp til 1 cm lang og for «termisk renset» og «acetonrenset» er den i underkant av 1 mm. Siden delamineringen var så tydelig i «ubehandlet» ble bildet tatt med et makroskop mens resterende bilder ble tatt med mikroskop. For utenom «termisk renset» (grunnet det ukjente belegget) kan man fra resultatene observere økt grad av delaminering i bruddoverflaten og inn i strekkstaven jo mer oljerester ekstrudatene inneholder. Det er blant annet hydrogen som fører til splittelse av materiallagene, men for å vite med sikkerhet hvilke andre gasser som bidrar til delaminering og blærer i overflaten av strekkstavene må det foretas en gassanalyse. Det er ulike teorier i det vitenskapelige miljøet om hvordan hydrogen kan føre til indre svikt i et metall, men en teori foreslått av A.R. Troiano tilsier at hydrogen diffunderer under påvirkning av en spenningsgradient til områder med høy triaksial spenning, som forekommer i «microvoids», der hydrogen samhandler med krystallgitteret i metallet og reduserer bindingsenergien [32].

Et fall i spenning (pigger («spikes») i strekkresultatene), se figur 5.21 og 5.22, utløses ved at heften mellom materiallag svikter som fører til glidning. Etter kun 0,05 % tøyning er spenningen den samme som før fallet. Det tyder på at heften mellom materiallagene er tilbake grunnet friksjonssveising.

«Ubehandlet» viser ikke tegn til slike endringer i strekkforløpet som kan tyde på at heften mellom materiallagene er så lav og delaminering forekommer i stor nok grad til at man får homogen glidning mellom samtlige lag. Svikten i heft forekommer i spenningsområdet 130 – 155 MPa for «vannrenset», 120 – 155 MPa for «acetonrenset» og 125 – 175 MPa. Svikt i heft skjer rundt 125 – 155 MPa for «acetonrenset» og «vannrenset», mens den øvre grensen for «termisk renset» strekker seg til rundt 175 MPa. Det er ikke et resultat som kan brukes til å karakterisere bindingsenergien mellom materiallag. Det kan tyde på at materiallagene som har lav nok heft til å oppnå glidning ved strekktesting svikter ved generelt høyere spenning i «termisk renset» enn de resterende ekstrudatene.

I figur 5.38 – 5.40 kan man se bruddoverflaten til ekstrudatene etter at strekkstavene har gjennomgått inn – og utharding. «Ubehandlet» går i brudd allerede etter 5 % tøyning og som man kan se i overflaten av strekkstaven er det stor gassutvikling som fører til porer. Nederst til høyre i figur 5.39 ser man at strekkstaven gikk i brudd i innsnevringen av strekkstaven som er tykkere enn senteret. Bruddet har en vinkel lik 45° i forhold til strekkretningen som tyder på et skjærbrudd grunnet høyest skjærspenning ved denne vinkelen, se kapittel 2.5 s. 7. Det er stor grad av delaminering der det ytterste materiallaget i strekkstaven i noen tilfeller river seg helt løs. «Acetonrenset» har varierende resultat der det i noen tilfeller forekommer større grad av delaminering enn andre. I forhold til bruddoverflaten ved normal tilstand er det lav grad av synlige porer og dimpler. Bruddene er av typen «cup – cone». Dersom det oppstår delaminering i et lite område av tverrsnittet kan det medføre stor lokal plastisk deformasjon i nærheten av de skilte materiallagene. Om dette skjer mens materialet fremdeles befinner seg i den elastiske delen av strekk – og tøyingskurven kan det medføre stor spredning i flytespenning og strekkfasthet. I stedet for homogen deformasjon i hele strekkstaven vil deformasjon konsentreres rundt delamineringen. Stor lokal plastisk deformasjon gir en forklaring på spredningen i strekkresultatene og en mulig forklaring på hvorfor bruddoverflaten inneholder lav grad av porer og dimpler, men hvorfor den gjennomsnittlige strekkfastheten er lav (21,5 % lavere enn «termisk renset») er usikkert. En teori er at aceton løser opp magnesium eller silisium slik at materialet får lavere legeringsinnhold, ergo redusert presipitering av herdepartikler ved utharding. Dette ble avkreftet ved at tilnærmet ren magnesium og silisium ble lagt i et acetonbad i 30 minutter og viste i ettertid ingen tegn til vektreduksjon. Tilsvarende forsøk ble gjort for AA6060 tråd, men heller ikke der ble det registrert en endring i vekt. «Vannrenset» har fremdeles stor grad av delaminering der det ytterste materiallaget i noen tilfeller river seg løs. «termisk renset» har en bruddoverflate som ligner svært mye på bruddoverflaten i normal tilstand, og den inneholder sprekker i form av delaminering i korte segment og små porer. Bruddet er av typen «cup – cone».

Ut ifra makroskopi av bruddoverflatene går det tydelig frem at økt grad av olje i råmaterialet under ekstruderingen fører til redusert heft mellom materiallagene. Det resulterer i økt grad av delaminering ved strekktesting og redusert «necking» (større bruddoverflate) som betyr lavere duktilitet.

6.7 Mikrostruktur etter inn – og utharding

Figur 5.34 – 5.37 s. 43 viser endestykkene av strekkstaver etter inn – og utharding. I «ubehandlet» ser man stor grad av delaminering og porer som et resultat av varmebehandlingen. Siden tilsvarende defekter ikke er synlig i normal tilstand kan man anta at det er et resultat av gassutvikling under oppvarming og svikt mellom materiallagene ved kontraksjonen som oppstår ved bråkjøling. I

yttersjiktet befinner det seg en sone med rekrystalliserte korn. Øverst i sonen er det ekviaksede korn rundt 30 – 40 μm , mens nedre del består av store korn med uregelrett kornvekst som vokser innover i tverrsnittet med en størrelse rundt 250 μm , se kapittel 2.2.2 s. 6. I mellom – og sentersjiktet finner man ekviaksede korn rundt 20 – 30 μm . «Acetonrenset» har en homogen mikrostruktur bestående av ekviaksede korn rundt 20 - 25 μm . Ut ifra mikrostrukturen kan man dra paralleller til bruddoverflaten som ser ut til å gå langs og gjennom kornene. I overflaten ser man spor av porer og delaminering. «Vannrenset» har en heterogen mikrostruktur. I en sone som strekker seg fra overflaten og 2 mm inn i tverrsnittet befinner det seg store, rekrystalliserte korn som ser ut til å vokse langs de sammensveidede materiallagene. Det kan se ut til at veksten hindres i radiellretning. De største kornene er opp til 340 μm tykk og 1,5 mm lang. Inne mellom de store kornene er det noen mellomstore ekviaksede korn rundt 100 – 200 μm som også forekommer i mellomsjiktet. De resterende kornene er ekviaksede og rundt 20 – 30 μm . Det forkommer noe delaminering, men ikke stor grad som i «ubehandlet». «termisk rensset» 200 – 500 μm bred sone i overflaten av tverrsnittet som består av store, rekrystalliserte korn. I noen tilfeller ser det ut til at veksten ikke hindres i radiellretning som i «vannrenset». Det kan ha sammenheng med bedre heft mellom de sammensveidede materiallagene. I mellomsjiktet er det et fåtall rekrystalliserte korn rundt 100 μm . De resterende kornene i tverrsnittet er rundt 20- 30 μm .

6.8 EBSD

I kapittel 5.11 s. 51 kan man se resultatet av EBSD undersøkelsene av tverrsnittet til «ubehandlet» og «acetonrenset». Undersøkelsene bekrefter at ekstrudatene har en subkornstruktur, se figur 5.42 og 5.45, med kornstørrelse fra $> 0,5 \mu\text{m}$ til i overkant av 5 μm der den gjennomsnittlige størrelsen er rundt 2 μm . Det ser ut til at kornstørrelsen er noe lavere i yttersjiktene, men for å bekrefte en signifikant forskjell må et større område av prøvene skannes. Fraksjon av kornstørrelse og misorientering finner man i kapittel 10.3. De inverse polfigurene viser hovedsakelig at kornene har en krystallografisk orientering i $\langle 111 \rangle$ - og $\langle 001 \rangle$ retningen. Det stemmer med teorien i kapittel 2.2.1 s. 4. Fra sentersjiktet til yttersjiktet er det en tydelig økning av korn orientert i $\langle 111 \rangle$ retningen, og tilsvarende reduksjon av korn orientert i $\langle 001 \rangle$ retningen for begge ekstrudatene. Det har sammenheng med at materialet i yttersjiktet har gjennomgått større tøyninger ved ekstrudering enn materialet inn mot sentersjiktet, se figur 3.1 s. 10. FCC metaller har flest slipplan i $\langle 111 \rangle$ retningen som vil si at korn med denne orienteringen kan ta opp større tøyninger enn korn i $\langle 001 \rangle$ retning. Det er en mulighet for at materialet i yttersjiktet har gjennomgått en dynamisk rekrystallisering der mikrostrukturen kan ha blitt rekrystallisert opp til flere ganger under ekstruderingen, men det kan ikke bekreftes basert på resultatene i dette arbeidet. «Ubehandlet» har 22,3 % lavvinklede grenser ($2^\circ - 5^\circ$) i sentersjiktet som øker med rundt 8 % til mellomsjiktet og 16 % til yttersjiktet. Fraksjonen av lavvinklede grenser ($5^\circ - 15^\circ$) for senter, mellom – og yttersjiktet er 13,6 %, 11,8 % og 9 %. Fraksjonen av høyvinklede grenser ($15^\circ - 180^\circ$) er rundt 64 % for alle sjiktene. «Acetonrenset» har omtrent samme fraksjonsfordeling.

6.9 «termisk rensset»

«termisk rensset» viser svært gode resultater i alle undersøkelsene. Varmebehandling av granulatene ser ut til å rense bort det meste av olje, men videre undersøkelser burde gjøres for å finne ut hva det resterende belegget på overflaten er. Siden oljen er vannløselig er det trygt å anta at aceton fjerner omtrent alt av olje og kan være en slags referanse. Dersom det er tilfellet er det ikke fravær av olje i «termisk rensset» som gir de gode resultatene, men varmebehandling av granulatene før ekstrudering

som reduserer hardheten opp mot 50 %. Redusert hardhet gjør det lettere å blande granulatene ved plastisk deformasjon i ekstruderen og krever mindre skjærspenninger for å sveise sammen materialet i forkammeret og ut gjennom dysen. Det medfører en mer homogen blanding og bedre heft mellom de sammensveisede materiallagene som gir jevn og høy hardhet, svært jevne strekkresultater og hindrer delaminering. I tillegg vil varmebehandling redusere gassinnholdet på overflaten av granulatene som naturlig forekommer ved luftfuktighet og atmosfæriske forhold der oksidlaget adsorberer vanndamp og det kan formes ulike hydroksider [33].

7 Videre arbeid

Dette kapitlet beskriver kort hva som bør gjøres med tanke på videre arbeid.

- Fokuser på varmebehandling av granulater for å redusere styrken til materialet.
- Kombinere vannrensing og varmebehandling av granulater for å se om det ukjente belegget observert i «termisk rensset» forsvinner.
- Utføre gassanalyse på ekstrudatene, særlig i blærene som utviklet seg ved innherding.
- Utføre skjærttesting slik at man kan måle heften mellom materiallagene.
- EBSD analyse av «acetonrenset» etter inn – og utharding.
- Utføre tilsvarende forsøk med spon (varmebehandlede spon kan lettere deformeres enn granulater og gi enda mer homogen blanding, såfremt sponen ikke fester seg på skruen). I tillegg vil effekten av olje i sponen være mer tydelig siden forholdet mellom mengde olje og AA6060 øker med økt overflate).

8 Konklusjon

Arbeidet viser at de ulike rensemetodene for råmaterialet har varierende effekt der forskjeller utspiller seg i de mekaniske egenskapene og mikrostrukturen til ekstrudatene. Dersom man kun tar hensyn til olje som forurensing renses aceton mest effektivt etterfulgt av termisk rensing og vannrensing, men det er ikke acetonrensing som gir det beste ekstrudatet.

- For alle ekstrudatene utenom «termisk renseset» varierer hardheten betraktelig i tverr – og lengdesnittet. Grunnen til variasjon er en kombinasjon av noe mer rekrystallisert struktur i yttersjiktet av snittene og redusert heft mellom materiallag som fører til flyt.
- Mikrostrukturen etter ekstrudering og luftavkjøling er forholdsvis lik for ekstrudatene der man får en typisk fibertekstur. Varmebehandling fører til en større grad av rekrystallisering i form av flere definerte, ekviaksede korn, men mye av deformasjonsstrukturen er fremdeles tilstede. Alle ekstrudatene utenom «acetonrenset» får noe uregelrett kornvekst i yttersjiktet.
- Høyere innhold av olje fører til større spredning i strekkresultatene, redusert bruddforlengelse og hyppigere blæreutvikling i overflaten av strekkstavene ved varmebehandling, som fører til porøsitet. «termisk renseset» viser ingen tegn til blæreutvikling.
- Høyere innhold av olje fører til økt grad av delaminering i bruddoverflaten, der splittelsen av materiallagene fortsetter lenger inn i strekkstaven, i tillegg til redusert «necking».

Det er sterke indikasjoner på at termisk rensing av råmaterialet fører til en mer homogen plastisk deformasjonsprosess i ekstruderen, som et resultat av redusert hardhet. Det medfører bedre heft mellom materiallagene slik at den ekstruderte profilen blir mer homogen enn resterende ekstrudat. Resultatet blir svært lav spredning i mekaniske egenskaper, høy styrke, god duktilitet og liten grad av delaminering. Termisk rensing av råmaterialet viser seg å være den beste rensemetoden med tanke på fjerning av olje og gass.

9 Referanser

- [1] K. Laue and H. Stenger, *Extrusion: Process, Machinery, Toolin*, American Society for Metals, Metals Park, OH, 1981
- [2] L. Bello, *Die corrections for changing flow characteristics*, in Proc. 2nd Int. Al. Extrusion Technology Sem., Chicago, Illinois, 1980, pp. 89-115
- [3] J. R. Dawson, *Development of Conform Technology for the Manufacture of Multi-Port Tube*, in Proc. 6th Int. Al. Extrusion Technology Sem., Chicago, Illinois, 1996, Vol. 2, pp. 435-439
- [4] Hydro, Patent for skrueekstrudering, 2008,
<http://www.freepatentsonline.com/WO2008063076.pdf>
- [5] Harald Westøl, Design av skrueekstruder, 2008,
<http://www.freepatentsonline.com/WO2008063076.pdf>
- [6] George E. Totten and D. Scott MacKenzie, *Handbook of Aluminium*, Physical Metallurgy and Processes, 2003, Vol. 1, pp. 211
- [7] E. Hornbogen and H. Warlimont, *Metallkunde*, Berlin, 1991, pp. 60-62
- [8] J. D. Verhoeven, *Fundamentals of Physical Metallurgy*, New York, 1975, pp. 60-74 and 325-329
- [9] R. W. Cahn, *Recovery and Recrystallization*, in: *Physical Metallurgy 3rd Edn*, Amsterdam, 1983, pp. 1593-1611
- [10] D. Hull, *Introduction to Dislocation*, 2nd Edn., Oxford, 1975, pp. 87-90
- [11] E. Hornbogen and H. Warlimont, *Metallkunde*, Berlin, 1991, pp. 60-62
- [12] Donald r: Askeland og Pradeep P. Phulé, *The Science and Engineering of Materials*, University of Missouri and Pittsburgh, Fifth edition, pp. 275-285
- [13] George E. Totten and D. Scott MacKenzie, *Handbook of Aluminium*, Physical Metallurgy and Processes, 2003, Vol. 1, pp. 220 sec. 4.1
- [14] C. Därmann, *Rekristallisation Homogener Legierungen*, 1984, pp. 99-124
- [15] H. Hu. *Recovery, Recrystallization and Grain Growth*, Metallurgical Society of AIME, New York, 1981, pp. 385-407
- [16] R. A. Vandermeer and P. Gordon, *Edge-Nucleated, Growth Controlled Recrystallization in Aluminium*, Metallurgical Society of AIME, 1959, 215, pp. 577-588
- [17] W. Mao, *Influence of Rolling Reductions on Recrystallization Texture in Commercially Pure Al.*, Chin. J. Met. Sci. Technology, 1990, 6, pp. 257-262
- [18] T. Sakai and J. J. Jonas, *Dynamic Recrystallization: Mechanical and Microstructural Considerations*, Acta Metall, 1984, 32, pp. 189-209

- [19] P. Cotterill and F. R. Mould, *Recrystallization and Grain Growth in Metals*, Surrey University Press, London, 1976, pp. 271-274
- [20] George E. Totten and D. Scott MacKenzie, *Handbook of Aluminium*, Physical Metallurgy and Processes, 2003, Vol. 1, pp. 245 sec. 7.2
- [21] K. Lücke and K. Detert, *A Quantitative Theory of Grain-Boundary Motion and Recrystallization in Metals in the Presence of Impurities*, Acta Metall, 1957, 5, pp. 628-637
- [22] F. J. Humphreys, *Recrystallization Mechanisms in Two-Phase Alloys*, Metal Science, 1979, 13, pp. 136-145
- [23] George E. Totten and D. Scott MacKenzie, *Handbook of Aluminium*, Physical Metallurgy and Processes, 2003, Vol. 1, pp. 250 sec. 8.1-8.2
- [24] Stefan Jonsson, *Mechanical Properties of Metals and Dislocation Theory from an Engineer's Perspective*, Dep. of Material Science and Engineering, Sweeden, 2010, pp. 146-151
- [25] George E. Totten and D. Scott MacKenzie, *Handbook of Aluminium*, Physical Metallurgy and Processes, 2003, Vol. 1, pp. 269-272
- [26] Stefan Jonsson, *Mechanical Properties of Metals and Dislocation Theory from an Engineer's Perspective*, Dep. of Material Science and Engineering, Sweeden, 2010, pp. 146-151
- [27] Stefan Jonsson, *Mechanical Properties of Metals and Dislocation Theory from an Engineer's Perspective*, Dep. of Material Science and Engineering, Sweeden, 2010, pp. 141 sec 4.1.1 and pp. 160 sec 4.6.1
- [28] Stefan Jonsson, *Mechanical Properties of Metals and Dislocation Theory from an Engineer's Perspective*, Dep. of Material Science and Engineering, Sweeden, 2010, pp. 253 - 257 sec. 9.1 and 9.1.1
- [29] Donald R. Askeland and Pradeep P. Phulé, *The Science and Engineering of Materials*, Fifth edition, pp. 230 – 234 sec. 7.3
- [30] Kristian Grøtta Skorpen, *Characterization of Extruded Aluminium*, Master Thesis, 2011, pp. 15
- [31] Fredrik Winderø, *Material flow in screw extrusion of aluminium*, Phd Thesis, 2012
- [32] George E. Dieter, *Mechanical Metallurgy*, s. 491
- [33] Kristian Grøtta Skorpen, *Characterization of Extruded Aluminium*, Master Thesis, 2011, pp.

10 Vedlegg

Kapittel 10 vil inneholde informasjon om oljen og hardhetsmålinger.

10.1 Olje

SPIRIT MS 5000

Metalbearbejdning



Universel klorfri mikroemulsion.

ANVENDELSE

	<ul style="list-style-type: none"> • SPIRIT MS 5000 anbefales især til værksteder, der foretager mange forskellige bearbejdningsoperationer på mangeartede materialer. • Særlig velegnet til vanskelige bearbejdningprocesser. • Bearbejdning af jernholdige og ikke-jernholdige metaller. • SPIRIT MS 5000 giver meget fine resultater i forbindelse med planslibning, rundslibning og centerless-slibning. • Anbefalet forholdstal : <ul style="list-style-type: none"> -slibning: 4% -moderat bearbejdning: 5 til 7% -svær bearbejdning: 6 til 9%
--	---

SPECIFIKATIONER

ISO 6743/7	<ul style="list-style-type: none"> • ISO-L MAE
------------	---

KUNDEFORDELE

	<ul style="list-style-type: none"> • Meget bredt anvendelsesområde. • Fremragende befugtnings- og køleegenskaber • Meget letanvendelig: hæld SPIRIT MS 5000 i vand af god kvalitet. • Fremragende stabilitet over længere tidsrum. • God korrosionsbeskyttelse af bearbejdede emner og maskiner. • Ikke-skummende. • God resistens mod bakterievækst. • SPIRIT MS 5000 har ingen særlig lugt og indeholder ingen fenoler, nitrit, PTBB, klor, diethanolaminer (DEA), monoethanolaminer (MEA), triethanolaminer (TEA). • SPIRIT MS 5000 opfylder den tyske TRGS 611 lovgivning (tekniske forskrifter vedrørende håndtering af farlige stoffer).
--	--

TYPISKE DATA

EGENSKABER	METODER	ENHEDER	SPIRIT MS 5000	
			KONCENTRAT	5 % OPLØSNING
Udseende	Visuel		klar	
Densitet ved 15°C	ISO 3675	kg/m ³	957	
Kinematisk viskositet ved 40°C	ISO 3104	mm ² /s	126	
Udseende	Visuel			Opalagtig
pH	NF T 60 193			9.2
Refraktometrisk korrektionsfaktor				1.25

Typiske værdier opgivet som eksempel

TOTAL DENMARK A/S
BLOKKEN 17
DK-3460 BIRKERØD

SPIRIT MS 5000
01.2004



2. SAMMENSÆTNING/OPLYSNING OM INNHOLDSSTOFFER

PRÆPARAT

Kemisk navn: Fremstillet på basis af højtraffineret mineralolie
PAH indhold ifølge metode IP 346 < 3%.

Stoffer, som udgør en fare for sundheden	EF-nr.	CAS-nr.	Indhold	Faresymbol(er)	R-sætninger
Carbamidsyre, butyl-, 3-iodo-2-propynyl ester		55406-53-6	<1 %	Xn ,N	R-20/22, 41, 50
Tensid			<2,8 %	Xi	R-38, 41
Alkoholer, C16-18 og C18-umættede, ethoxyleret		68920-66-1	<1,5 %	-	R-38
Diethylen glycol monobutyl æter			<1,5 %	Xi	R-36
Fed alkohol polyglykolæter			<3,5 %	Xi	R-36/38

Figur 10.1 Spesifikk informasjon om oljen.

10.2 Hardhetsmålinger

Tabell 10.1 Hardhetsmålinger i tversnittet til ekstrudatene.

Hardhet i tversnitt													
Vannrenset						Acetonrenset							
Prøve nr	1		2		3		Prøve nr	1		2		3	
	Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV		Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV
Ytre	0,4	39	0,4	40	0,4	40	Ytre	0,4	42	0,4	41	0,4	42
	0,4	39	0,4	40	0,4	41		0,4	40	0,4	41	0,4	42
	0,4	39	0,4	41	0,4	40		0,4	40	0,4	40	0,4	41
	0,4	42	0,4	39	0,4	41		0,4	43	0,4	40	0,4	43
	0,4	42	0,4	42	0,4	41		0,4	42	0,4	42	0,4	42
Mel	2,5	45	2,5	47	2,5	47	Mel	2,5	49	2,5	47	2,5	49
	2,5	44	2,5	48	2,5	48		2,5	49	2,5	50	2,5	48
	2,5	46	2,5	47	2,5	49		2,5	48	2,5	47	2,5	49
	2,5	47	2,5	48	2,5	47		2,5	48	2,5	48	2,5	48
	2,5	46	2,5	47	2,5	47		2,5	47	2,5	48	2,5	49
Sen	5	45	5	45	5	45	Sen	5	44	5	43	5	46
	5	44	5	42	5	43		5	42	5	42	5	43
	5	43	5	42	5	44		5	45	5	44	5	44
	5	44	5	43	5	44		5	43	5	43	5	45
Ubehandlet						Termiskrenset							
Prøve nr	1		2		3		Prøve nr	1		2		3	
	Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV		Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV
Ytre	0,4	44	0,4	42	0,4	43	Ytre	0,4	46	0,4	46	0,4	46
	0,4	42	0,4	42	0,4	43		0,4	45	0,4	47	0,4	47
	0,4	41	0,4	43	0,4	42		0,4	46	0,4	46	0,4	47
	0,4	44	0,4	42	0,4	43		0,4	46	0,4	47	0,4	46
	0,4	45	0,4	45	0,4	43		0,4	47	0,4	46	0,4	45
Mel	2,5	41	2,5	41	2,5	42	Mel	2,5	47	2,5	49	2,5	48
	2,5	41	2,5	41	2,5	43		2,5	47	2,5	48	2,5	47
	2,5	40	2,5	41	2,5	42		2,5	48	2,5	48	2,5	48
	2,5	40	2,5	40	2,5	42		2,5	48	2,5	49	2,5	47
	2,5	40	2,5	41	2,5	42		2,5	47	2,5	49	2,5	47
Sen	5	40	5	41	5	43	Sen	5	46	5	47	5	46
	5	43	5	42	5	45		5	45	5	47	5	46
	5	40	5	41	5	44		5	45	5	47	5	47
	5	40	5	39	5	41		5	45	5	47	5	46

Tabell 10.2 Hardhetsmålinger i lengdesnittet til ekstrudatene.

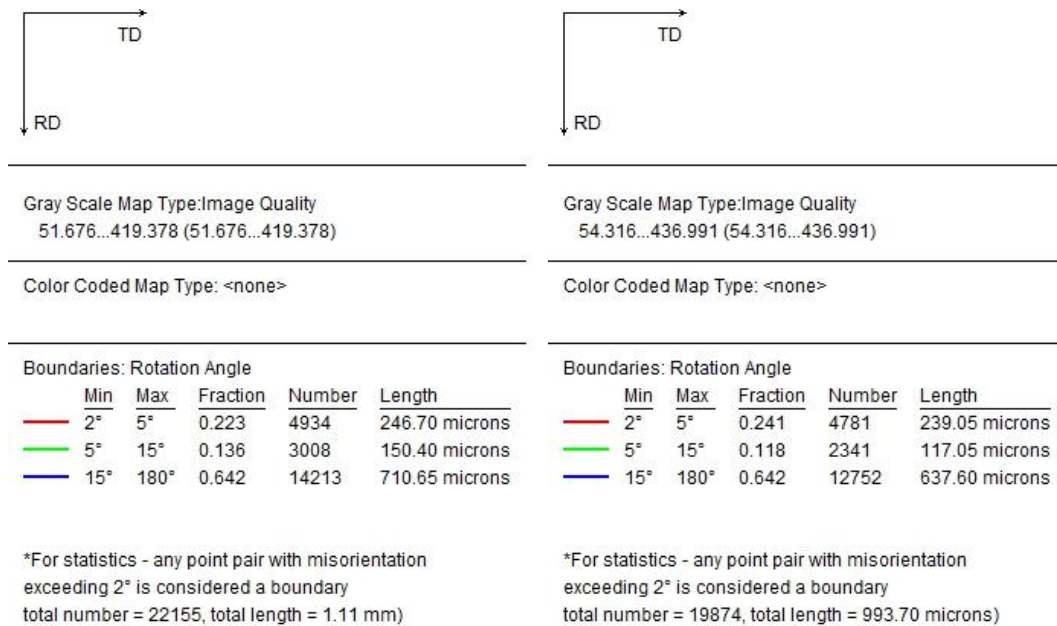
Hardhet i lengdesnitt													
Vannrenset						Acetonrenset							
Prøve nr	1		2		3		Prøve nr	1		2		3	
	Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV		Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV
Ytre	0,4	42	0,4	42	0,4	41	Ytre	0,4	41	0,4	40	0,4	41
	0,4	41	0,4	40	0,4	41		0,4	40	0,4	41	0,4	41
	0,4	41	0,4	41	0,4	41		0,4	40	0,4	42	0,4	41
	0,4	41	0,4	42	0,4	41		0,4	41	0,4	40	0,4	41
	0,4	40	0,4	42	0,4	41		0,4	41	0,4	40	0,4	41
Mel	2,5	47	2,5	48	2,5		Mel	2,5	48	2,5	46	2,5	49
	2,5	46	2,5	47	2,5			2,5	48	2,5	47	2,5	48
	2,5	47	2,5	47	2,5			2,5	47	2,5	47	2,5	48
	2,5	47	2,5	47	2,5			2,5	48	2,5	48	2,5	49
	2,5	48	2,5	47	2,5			2,5	49	2,5	49	2,5	47
Sen	5	44	5	44	5	44	Sen	5	43	5	42	5	43
	5	45	5	44	5	44		5	44	5	42	5	44
	5	44	5	44	5	46		5	45	5	44	5	41
	5	46	5	45	5	41		5	45	5	43	5	43
	5	42	5	42	5	47		5	43	5	45	5	44
Ubehandlet						Termiskrenset							
Prøve nr	1		2		3		Prøve nr	1		2		3	
	Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV		Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV
Ytre	0,4	40	0,4	39	0,4	41	Ytre	0,4	46	0,4	47	0,4	46
	0,4	40	0,4	39	0,4	40		0,4	45	0,4	45	0,4	45
	0,4	41	0,4	40	0,4	40		0,4	45	0,4	44	0,4	46
	0,4	42	0,4	38	0,4	41		0,4	45	0,4	46	0,4	45
	0,4	43	0,4	39	0,4	39		0,4	47	0,4	46	0,4	45
Mel	2,5	40	2,5	40	2,5	39	Mel	2,5	49	2,5	49	2,5	49
	2,5	40	2,5	40	2,5	38		2,5	49	2,5	48	2,5	49
	2,5	40	2,5	40	2,5	39		2,5	50	2,5	49	2,5	49
	2,5	40	2,5	40	2,5	39		2,5	50	2,5	49	2,5	50
	2,5	41	2,5	40	2,5	40		2,5	49	2,5	50	2,5	48
Sen	5	41	5	43	5	40	Sen	5	47	5	47	5	47
	5	42	5	43	5	41		5	47	5	46	5	47
	5	44	5	44	5	41		5	47	5	46	5	47
	5	42	5	43	5	43		5	46	5	47	5	47
	5	42	5	43	5	42		5	46	5	46	5	47

Tabell 10.3 Mikrohardhetsmålinger i tverr – og lengdesnittet til «ubehandlet».

Ubehandlet tverrsnitt				Ubehandlet lengdesnitt					
Prøve nr	1		2		Prøve nr	1		2	
	Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV		Pos [mm]	HV	Pos [mm]	HV
Ytre	0,4	46,2	0,4	47,4	Ytre	0,4	46,1	0,4	45,9
	0,4	46,2	0,4	47,4		0,4	45	0,4	45,5
	0,4	46,1	0,4	49		0,4	45,2	0,4	45
	0,4	46,4	0,4	48,3		0,4	44,5	0,4	46
	0,4	47,6	0,4	46,8		0,4	46,5	0,4	45,4
Mel	2,5	48,5	2,5	48	Mel	2,5	46,5	2,5	47
	2,5	49,1	2,5	48,1		2,5	45,5	2,5	47
	2,5	47,3	2,5	48,5		2,5	46,6	2,5	47,1
	2,5	48	2,5	48,7		2,5	46,3	2,5	47,9
	2,5	47,7	2,5	47,9		2,5	46,7	2,5	47,3
Sen	5	50,9	5	50	Sen	5	49,6	5	49,8
	5	48,6	5	51		5	50,9	5	49,8
	5	50,2	5	50		5	48,8	5	49,1
	5	50,8	5	47,9		5	50,3	5	48,7
	5	48,6	5	48		5	50	5	48,5

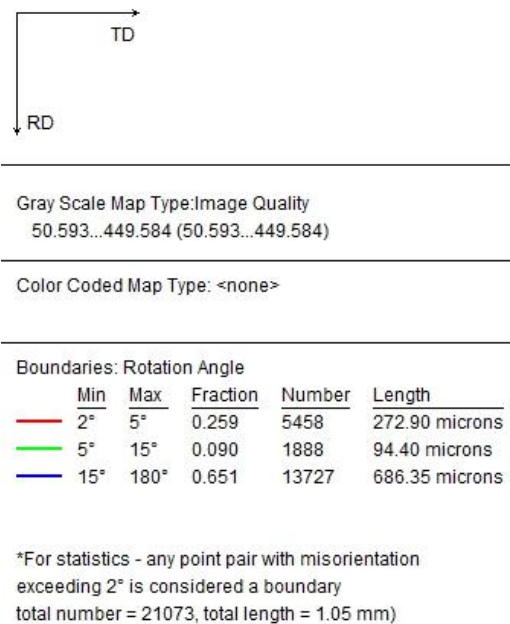
10.3 EBSD

Misorienteringsfraksjon i tverrsnittet til «ubehandlet»



a)

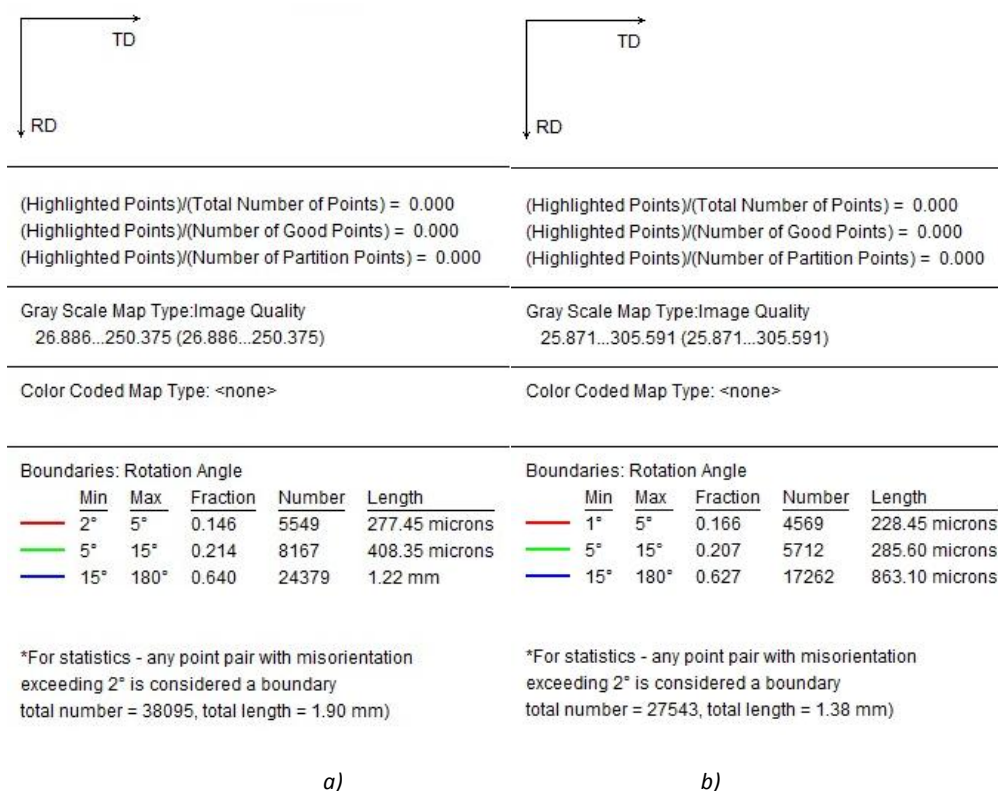
b)



c)

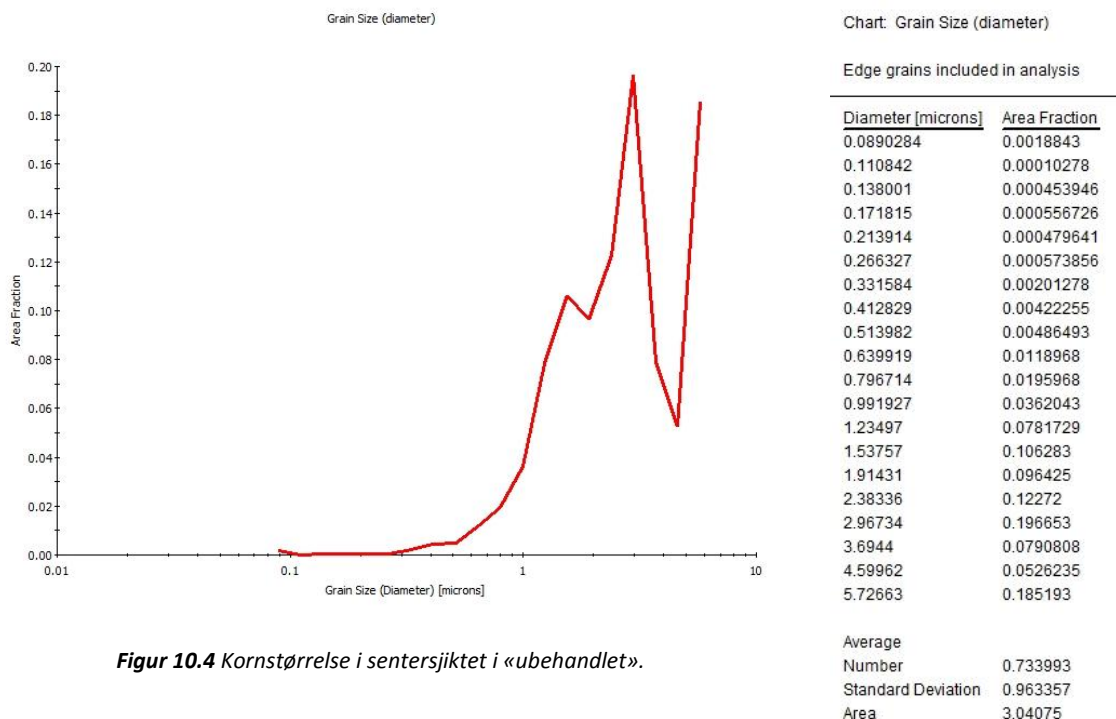
Figur 10.2 Misorientering i senter, mellom – og yttersjiktet i «ubehandlet», hhv a), b) og c).

Misorienteringsfraksjon i tverrsnittet til «acetonrenset»

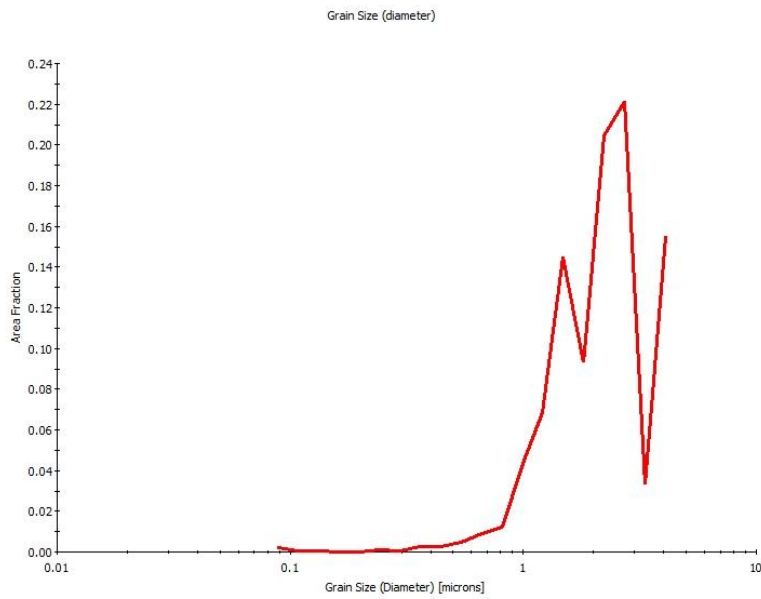


Figur 10.3 Misorientering i senter - og mellomsjiktet i «acetonrenset», hhv a) og b).

Kornstørrelse i «ubehandlet»



Figur 10.4 Kornstørrelse i senter sjiktet i «ubehandlet».



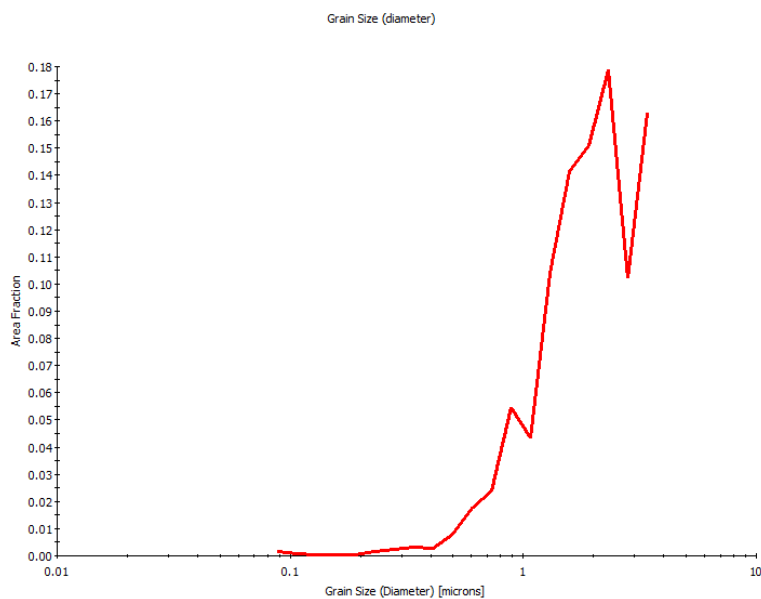
Figur 10.5 Kornstørrelse i mellomsjiktet i «ubehandlet».

Chart: Grain Size (diameter)

Edge grains included in analysis

Diameter [microns]	Area Fraction
0.0882525	0.00192115
0.10797	0.000435726
0.132092	0.00027728
0.161603	0.000168349
0.197708	0.000108931
0.241879	0.000950674
0.295919	0.000505046
0.362033	0.00285202
0.442917	0.00269358
0.541871	0.00454541
0.662934	0.00914033
0.811045	0.0123786
0.992246	0.0435924
1.21393	0.0684584
1.48514	0.144968
1.81695	0.0930175
2.22288	0.204236
2.71951	0.221596
3.32709	0.0329666
4.07042	0.155188

Average	
Number	0.745791
Standard Deviation	0.886779
Area	2.34114



Figur 10.6 Kornstørrelse i yttersjiktet i «ubehandlet».

Chart: Grain Size (diameter)

Edge grains included in analysis

Diameter [microns]	Area Fraction
0.0878522	0.00151048
0.106507	0.000755239
0.129122	0.000244655
0.15654	0.000244655
0.18978	0.000351026
0.230078	0.00152111
0.278933	0.00255292
0.338161	0.0030635
0.409967	0.00278694
0.497019	0.00799915
0.602556	0.0174024
0.730503	0.0239549
0.885619	0.0546963
1.07367	0.0432614
1.30165	0.103989
1.57805	0.14123
1.91313	0.150963
2.31937	0.178843
2.81186	0.101947
3.40893	0.162685

Average	
Number	0.727439
Standard Deviation	0.765139
Area	2.03945

Kornstørrelse i «acetonrenset»

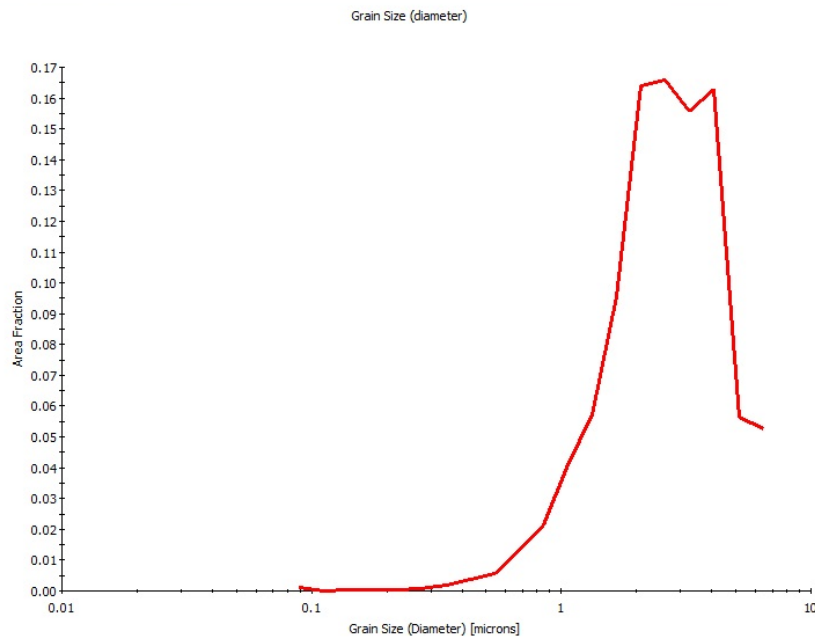


Chart: Grain Size (diameter)

Edge grains included in analysis

Diameter [microns]	Area Fraction
0.0892932	0.00103876
0.111834	9.08914e-005
0.140065	0.000421996
0.175423	0.000266182
0.219707	0.000538856
0.275169	0.000749854
0.344632	0.00183081
0.43163	0.00370707
0.54059	0.00572616
0.677056	0.0131111
0.847971	0.0212653
1.06203	0.041031
1.33013	0.0571512
1.6659	0.0953613
2.08644	0.164101
2.61314	0.165857
3.27279	0.155817
4.09897	0.162838
5.13371	0.0562942
6.42965	0.0528014

Figur 10.7 Kornstørrelse i sentersjiktet i «acetonrenset».

Average	
Number	0.935138
Standard Deviation	1.03785
Area	2.93308