Bacheloroppgave

NTNU
Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Fakultet for naturvitenskap
Institutt for materialteknologi

Inga Lein Staven
Kristian Nedrebø Nesse

Degradering av mikromønstre på bruddflater av lavlegert stål som følge av korrosjon i sjøvann

Bacheloroppgave i FTHINGMAT
Veileder: Roald Lilletvedt
Juni 2020

NTNU
Kunnskap for en bedre verden

Inga Lein Staven
Kristian Nedrebø Nesse

Degradering av mikromønstre på bruddflater av lavlegert stål som følge av korrosjon i sjøvann

Bacheloroppgave i FTHINGMAT
Veileder: Roald Lilletvedt
Juni 2020

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Fakultet for naturvitenskap
Institutt for materialteknologi

NTNU
Kunnskap for en bedre verden

NTNU
Norwegian University of
Science and Technology

Degradering av mikromønstre på bruddflater av lavlegert stål som følge av korrosjon i sjøvann

Degradation of microfracture features on low alloy steels as a result of seawater corrosion

Forfattere:
Inga Lein Staven
Kristian Nedrebø Nesse

Bacheloroppgave
4. juni 2020

Intern veileder:
Roald Lilletvedt

Eksterne veiledere fra DNV GL:
Gard Sviggum Saabye
Mario Søfferud
Jan Henrik Olsen

Department of Materials Science and Engineering/
Institutt for materialteknologi

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

Forord

Denne bacheloroppgaven er skrevet ved NTNU, Institutt for materialteknologi i samarbeid med DNV GL. Oppgaven er et resultat av Materialdagen ved NTNU høsten 2019.

Vi vil takke intern veileder Roald Lilletvedt og eksterne veiledere fra DNV GL; Gard Sviggum Saabye, Mario Søfferud og Jan Henrik Olsen. Dere har delt av deres kunnskap og erfaring, og gitt oss god veiledning og tilbakemeldinger under planlegging og gjennomføring av bacheloroppgaven. Dette har resultert i en lærerik periode. Vi vil også takke regjeringen og NTNU for god krisehåndtering under denne spesielle perioden og som førte til rask gjenåpning av campus slik at oppgaven kunne fullføres.

Vi ønsker også å rette en stor takk til Olav Johansen Vad og Hilde Marie Syvertsen for godt samarbeid med oppgaven gjennom hele semesteret. Takk til Melissa Moe Dahle for latter, godt selskap under bachelorperioden og verdifull retting av bacheloren. Takk til Andrey Kosinskiy for veiledning og godt selskap på lab. Takk til Rune Brurok og Kjell Kirkbakk for gode samtaler og godt humør. Takk til Rikke Ølberg for hus- og hjerterom. Takk til Olav Haugan, Else Nesse, Steinar Nesse og Krister Johansen for retting og tilbakemelding av bacheloroppgaven.

Abstract

The objective of this bachelor was to observe the degradation of microfracture features on fracture surfaces due to corrosion. Fracture surfaces from ductile and fatigue fractures in low alloy steel were used as well as polished surfaces, to study the effect of extended exposure in seawater and cleaning agents. The fractures were immersed in 3.5% NaCl at the exposure times; one day, a week and a month. The samples were cleaned with either one of the following three cleaning agents; 10% and 20% HCl with hexamethylenetetramine inhibitor, or Alconox. The surfaces were examined by SEM and stereomicroscope to observe the effect before and after corrosion and cleaning.

It was shown that the degree and extent of corrosion on a surface play an essential role in degradation of microfracture features. The observation of black deposit, presumed to be corrosion, were seen to have a greater impact than light orange rust. Darker corrosion seemed to become more prominent with longer exposure. All fractures exposed to corrosive environments for one day had little to no degradation of the fractographic details and were therefore possible to characterize. Exposure of ductile fracture surfaces for a week and a month in seawater showed prominent degradation of the microfracture-features in relation to time exposed. After a week characteristics were severely degraded, but in some areas partly visible and recognisable. After a month of exposure, the ductile fracture surfaces were completely degraded and no longer possible to characterize.

The fatigue fractures had characteristic fractographic details such as beach marks and secondary cracks. After a week, the fracture surfaces became significantly more degraded and characteristics were not recognizable. After a month of exposure fracture surfaces were severely degraded, and formed dimple and tear ridge like structures, as seen in a ductile fracture exposed to seawater for a week. This could be misleading and cause wrong conclusions when analysing fatigue fracture surface.

A test of the effect of the cleaning agents on clean fracture surfaces showed that immersion of specimens for periods of time longer than those required for rust removal, produced little or no degradation of the fractographic details. It can be concluded that the cleaning agents do not attack non-corroded or cleaned surfaces. The cleaning time depends on the exposure time for corrosive environments and the extent of the corrosion of the sample. 1-minute exposure in 10% or 20% HCl is sufficient for samples that have corroded for up to one month. Cleaning with inhibited hydrochloric acid on non-corroded fracture surfaces suggests that exposure for 1 minute does not degrade the microfracture features. When cleaning the corroded samples in Alconox, the cleaning time should be limited to less than 15 minutes and only used for slightly corroded samples. Samples with a high degree of darker corrosion should not be cleaned with Alconox as the cleaning time may exceed 15 minutes.

Sammendrag

Formålet med arbeidet har vært å se på degradering av mikromønster på bruddflater som følge av korrosjon. Tre ulike rensemiddel for å fjerne korrosjonsprodukter ble testet; Alconox, 10% og 20% inhibert HCl. Hensikten var å finne en oversikt over utviklingen i degradering av bruddflatene samt en optimal rensetid for de ulike rensemidlene ved ulik grad av korrosjon. Bruddflater fra duktile og utmattingsbrudd, samt polerte overflater i lavlegert stål ble benyttet i det eksperimentelle arbeidet. Bruddflatene ble neddykket i 3,5% NaCl-løsning ved tre ulike eksponeringstider; ett døgn, en uke og en måned.

Grad og omfang av korrosjon spiller en sentral rolle i hvordan overflaten degraderes, der mørkere korrosjon tærer mest på bruddflaten. Den mørke korrosjonen opptrer i økt hyppighet og omfang med økt eksponeringstid, og er tilsynelatende mer tettsittende enn den oransje. Bruddflater som er utsatt for korrosivt miljø i ett døgn er dermed mulig å karakterisere da mye av mikromønsteret er intakt.

For de duktile bruddflatene ble det observert en klar utvikling i degradering av mikromønster ved lengre eksponeringstider for et korrosivt miljø. Mikromønster som dimpler og rivninger var gjenkjennelige etter ett døgn. Etter en uke var karakteristikkene sterkt degradert, men delvis synlige på mindre utsatte områder. Eksponering i en måned resulterte i at de duktile bruddflatene ikke lenger var mulig å karakterisere.

Utmattingsbruddene hadde karakteristikker som hvilelinjer og sekundærsprekker. Eksponering i ett døgn viste de gjenkjennelige karakteristikkene som gjorde karakterisering mulig. Etter en uke ble bruddflatene betydelig mer degradert og førte til at karakteristikkene ikke lenger var gjenkjennelige. En måned med eksponering ga en kraftig degradert bruddflate og dannelse av nye mønster og strukturer. Det ble dannet dimpel- og rivningsliknende struktur som kunne forveksle bruddflaten med et duktilt brudd.

Rensetiden avhenger av eksponeringstid i korrosivt miljø og korrosjonsomfanget på prøven. Ett minutt rensing i 10% eller 20% HCl er tilstrekkelig for prøver som har korrodert i opptil en måned. Rensing med inhibert saltsyre på ikke-korrodert bruddflate antyder at eksponering i ett minutt ikke degraderer bruddmønsteret. Rensing av ikke-korroderte bruddflater i Alconox i 15 minutter viste liten eller ingen degradering av mikromønsteret. Ved rensing av korroderte prøver i Alconox bør rensetiden begrenses til under 15 minutter og kun benyttes for lettere korroderte prøver. Prøver med stor grad av mørkere korrosjon bør ikke renses med Alconox da rensetiden kan overgå 15 minutter.

Innhold

Forord iii

Abstract iv

Sammendrag v

Figurer xiii

Forkortelser og oversatte faguttrykk xiv

1 Innledning 1

2 Teori 2
2.1 Skadeanalyse . . . 2
2.1.1 Årsaksanalyse . . . 2
2.1.2 Visuell testing . . . 3
2.2 Bruddtyper . . . 4
2.2.1 Duktile brudd dannet ved strekkbelastning . . . 5
2.2.2 Kløvningsbrudd . . . 7
2.2.3 Utmattingsbrudd . . . 9
2.3 Korrosjon . . . 13
2.3.1 Våtkorrosjon . . . 13
2.3.2 Korrosjonstyper . . . 15
2.3.3 Nedsenket korrosjonstest . . . 21
2.4 Rensing av korrosjon på prøver . . . 22
2.4.1 Rensing ved bruk av ultralydbad . . . 22
2.4.2 Rensing med vannbaserte rensemidler . . . 23
2.4.3 Rensing ved hjelp av kjemisk etsning . . . 23
2.4.4 Andre utførte forsøk . . . 24

3 Material og metode 26
3.1 Material . . . 27
3.1.1 Polerte prøver - material og EDS-analyse . . . 27
3.1.2 Duktile brudd - material og EDS-analyse . . . 27
3.1.3 Utmattingsbrudd - material og EDS-analyse . . . 27
3.1.4 Utstyr og kjemikalier . . . 28
3.2 Preparering av prøver . . . 29
3.3 Korrosjonstest . . . 29
3.4 Korrosjonsfjerning . . . 30
3.4.1 Kjemikalier . . . 30
3.5 Dokumentasjon . . . 31
3.5.1 Stereomikroskop . . . 31
3.5.2 SEM . . . 31

4 Resultat **32**
4.1 Test av rensemiddel på ikke-korroderte bruddflater . . . 33
4.1.1 Rensing av ikke-korroderte duktile bruddflater . . . 33
4.1.2 Rensing av ikke-korroderte utmattingsbrudd . . . 37
4.2 Korrosjonstest og rensing av polerte prøver . . . 42
4.2.1 Døgneksponert polerte prøver i korrosivt miljø . . . 42
4.2.2 Ukeseksponert polerte prøver i korrosivt miljø . . . 46
4.2.3 Månedseksponert polerte prøver i korrosivt miljø . . . 51
4.2.4 Sammenlikning av polerte prøver uavhengig av rensemiddel . . . 55
4.3 Korrosjonstest og rensing av duktile bruddflater . . . 57
4.3.1 Døgneksponert duktile bruddflater i korrosivt miljø . . . 57
4.3.2 Ukeseksponert duktile bruddflater i korrosivt miljø . . . 61
4.3.3 Månedseksponert duktile bruddflater i korrosivt miljø . . . 66
4.3.4 Sammenlikning av duktile bruddflater uavhengig av rensemiddel . . . 70
4.4 Korrosjonstest og rensing av utmattingsbruddflater . . . 72
4.4.1 Døgneksponert utmattingsbrudd i korrosivt miljø . . . 72
4.4.2 Ukeseksponert utmattingsbrudd i korrosivt miljø . . . 76
4.4.3 Månedseksponert utmattingsbrudd i korrosivt miljø . . . 81
4.4.4 Sammenlikning av utmattingsbruddflater uavhengig av rensemiddel . . . 85

5 Diskusjon **87**
5.1 Effekt av og eksponeringstider i rensemiddel . . . 88
5.1.1 Rensing med Alconox . . . 88
5.1.2 Rensing inhibert saltsyre . . . 88
5.2 Degradering av mikromønster . . . 89
5.2.1 Degradering av polerte overflater . . . 90
5.2.2 Degradering av duktile bruddflater . . . 91
5.2.3 Degradering av utmattingsbruddflater . . . 91
5.2.4 Tvetydighet og karakterisering av brudd . . . 92
5.2.5 Undersøkelse av bruddflater i SEM . . . 92
5.3 Korrosjonstest og degradering som følge av korrosjon . . . 93
5.3.1 Degradering som følge av korrosjonsomfang . . . 94

6 Konklusjon **96**

7 Videre arbeid **97**

Bibliografi **97**

A EDS-analyser **105**

B Oversikt over prøver, korrosjonstid og behandling **108**

C Prosedyre for markering og bildetaking **110**

D Sammenlikning av bruddflater ved ulike korrosjonstider **113**

E Populærvitenskapelig artikkel **121**

F Risikovurdering **124**

Figurer

2.1 Spenning- og tøyningskurve som viser styrken til sprø og duktile brudd. 5
2.2 Illustrasjon av stegene i dannelse av et duktilt "kopp og kjegle"-brudd 6
2.3 Karakteristisk topografi til et duktilt brudd. *(a)* Dimpler dannet ved strekkbelastning. *(b)* Langstrakte dimpler dannet på grunn av skjærspenning. 7
2.4 SEM av blandingskløvet brudd med duktile (dimpler) og sprøtt brudd karakteristikker (fasetter med elvemerker) 7
2.5 Karakteristisk mikroskopisk topografi for bruddflater dannet ved kløvning. *(a)* kløvningsmønster for sprøtt ukjent metall. *(b)* Delvis-kløvningsmønster i ukjent metall. 8
2.6 SEM-bilde av kløvningsbrudd i 201 nikkel. Hyllekarakteristikk med små tunger på den lyse fasetten kan sees på bruddflaten [9]. 9
2.7 Illustrasjonen viser overgang fra hylle til rivning i en kvasikløvning, og tverrsnitt markert med samme markering. 9
2.8 Illustrasjon av makroskopiske mønster i et utmattingsbrudd. 10
2.9 SEM-bilde av hvilelinjer og sperrelinjer i et utmattingsbrudd i aluminium 11
2.10 Striasjoner på aluminiumlegering 2014-T6 ved forstørrelse x80 *(a)* og x800 *(b)*. . 11
2.11 Sekundærsprekker på en 2024 aluminiumlegering. 12
2.12 Illustrasjon av mikroskopiske mønster i et utmattingsbrudd. 12
2.13 Illustrasjon av topografiske ulikheter på en metallflate på atomisk nivå. 14
2.14 Polert renset overflate av bløtt stål eksponert i syv dager for naturlig (a) og filtrert (a). 16
2.15 Illustasjon som viser sammenheng mellom eksponeringssoner av stål i marine miljø og materialtap 17
2.16 Graf over materialtap for lavkarbonsstål på grunn av korrosjon i fire ulike miljø: neddykket, tidevannssone, kystatmosfære og fastlands kystatmosfære. 19
2.17 Bimodusmodellen viser utviklingen av korrosjonsraten og korrosjonsmekanismer for lavlegert stål eksponert for marint miljø. 19
2.18 Illustrasjon av korrosjon på en overflate med topografi. 21

3.1 Polert stålprøve (1,1 wt% Cr og 0,8 wt% Mn). Markeringene med tusj viser hvor prøven ble kuttet opp. 27
3.2 Utmattingsbruddet av stål (1,4 wt% Mn) som ble tilsendt fra DNV GL. Prøven var en del av et større brudd. 28
3.3 Illustrasjon av utmattingsbruddet. Rød stiplet linje viser avskjær som ikke ble benyttet. Gule linjer viser seksjoneringen med tilhørende markeringer 28
3.4 Oppsett av korrosjonstesten. Saltvannsbadet (3.5% NaCl, 18°C og pH 8,15) før korrosjonstest *(a)* og etter to uker *(b)*. 30

4.1 Stereomikroskopbilde av ikke-korrodert duktil bruddflate før rensing *(a)* og etter rensing i Alconox i 15 minutter *(b)*. 33
4.2 SEM av ikke-korrodert duktil bruddflate før rensing ved forstørrelse x200 *(a)* og x1000 *(c)*, og etter rensing i Alconox i 15 minutter ved forstørrelse x200 *(b)* og x1000 *(d)*. 34
4.3 Stereomikroskopbilde av ikke-korrodert duktil bruddflate før rensing *(a)* og etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(b)*. 35

4.4 SEM av ikke-korrodert duktil bruddflate før rensing ved forstørrelse x200 *(a)* og x1000 *(c)*, og etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(d)*. 35
4.5 Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før rensing *(a)* og etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(b)*. 36
4.6 SEM av duktil bruddflate før rensing ved forstørrelse x200 *(a)* og x1000 *(c)*, og etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(b)* og x1000 *(d)*. 36
4.7 Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før rensing *(a)* og etter rensing i Alconox i 15 minutter *(b)*. 37
4.8 SEM av utmattingsbruddflate før rensing ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(c)*, og etter rensing i Alconox i 15 minutter ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(d)*. . 38
4.9 Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før rensing *(a)* og etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(b)*. 39
4.10 SEM av utmattingsbruddflate før rensing ved forstørrelse x200 *(a)* og x1000 *(c)*, og etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(d)*. . . 39
4.11 Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før rensing *(a)* og etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(b)*. 40
4.12 SEM av utmattingsbruddflate før rensing ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(c)*, og etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(d)*. . . 41
4.13 Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) *(b)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter *(c)*. 42
4.14 SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 43
4.15 Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 2 minutter *(c)*. 44
4.16 SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 2 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 44
4.17 Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 2 minutter *(c)*. 45
4.18 SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) (ett døgn) ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 2 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 46
4.19 Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i Alconox i 15 minutter *(c)*. 47
4.20 SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 15 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 47
4.21 Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. 48

4.22 SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 49
4.23 Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. 50
4.24 SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 50
4.25 Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i Alconox i 15 minutter *(c)*. 51
4.26 SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 15 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 52
4.27 Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. 53
4.28 SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 53
4.29 Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. 54
4.30 SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 55
4.31 Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i Alconox i 5 minutter *(c)*. 57
4.32 SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 5 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 58
4.33 Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. 59
4.34 SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 59
4.35 Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. 60

4.36 SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 61
4.37 Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i Alconox i 5 minutter *(c)*. 62
4.38 SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 5 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 62
4.39 Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. 63
4.40 SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 64
4.41 Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. 65
4.42 SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 65
4.43 Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter *(c)*. 66
4.44 SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 67
4.45 Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. 68
4.46 SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 68
4.47 Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. 69
4.48 SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 70
4.49 Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter *(c)*. 72

4.50 SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 73
4.51 Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. 74
4.52 SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 74
4.53 Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. 75
4.54 SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 76
4.55 Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i Alcnonox i 5 minutter *(c)*. 77
4.56 SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 5 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 77
4.57 Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. 78
4.58 SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 79
4.59 Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. 80
4.60 SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 80
4.61 Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter *(c)*. 81
4.62 SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 10 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 82
4.63 Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. 83

4.64 SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 83
4.65 Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. 84
4.66 SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. 85

Forkortelser og oversatte faguttrykk

ASM	American Society for Materials
ASTM	American Society for Testing and Materials
Blandingskløvet	Mixed cleavage
Kvasikløvning	Quasi-cleavage
Elvemerker	River marks
Kløvning	Cleavage
Kløvningsmønster	Cleavage pattern
Kløvningsplan	Cleavage plane
Kopp og kjegle - brudd	Cup- and cone fracture
Kystsjøvann	Coastal seawater
Overflateforhold	Surface conditions
Primære fysiske feil	Primary Physical Root Causes of Failure
Rivninger	Tear ridges
Sekundærsprekk	Secondary cracking
Sperrelinjer	Ratchet lines
Hvilelinjer	Beach marks, clamshell marks
Sveipelektronmikroskop (SEM)	Scanning Electron Microscope
Tvillingdannelse	Twinning
Tørrkorrosjon	Gasseous corrosion
Våtkorrosjon	Aqueous corrosion
wt%	Vektprosent
Årsaksanalyse	Root-cause analysis (RCA)

1 Innledning

Stål er en jern-karbonlegering som blir mye benyttet i konstruksjoner da det har en lav kostnad, et stort bruksområde og allsidig mekaniske egenskaper. Industri og infrastruktur er ofte basert nært kysten. Dette gjør at forholdene for bruk av stål i konstruksjoner vil kompliseres da det vil være utsatt for korrosjon. Det kan være betydelige økonomiske og tidsmessige konsekvenser dersom det oppstår feil eller skadehendelser. Det er ønskelig med rask avklaring for å forstå bakgrunnen og finne årsak for en feil så fort som mulig. Skadeanalyse er en prosess som benytter seg av observasjon, inspeksjon og laboratoriearbeid for å fastslå årsak og bakgrunn for et brudd. Fraktografisk analyse av bruddflater kan gi viktig informasjon om skademekanismer og materialdefekter som kan ha ført til feil. Marint miljø er en utfordring ved skadeanalyse, da korrosjon på skadestedet vil kunne ha en negativ effekt på viktige fraktografiske detaljer på utsatte bruddflater. For å studere bruddflater ved høy forstørrelse må korrosjonsprodukter fjernes, noe som i mange tilfeller vil føre til at mikromønstrene blir utydelige, tvetydige eller helt ødelagt.

Bacheloroppgaven omhandler effekten av korrosjon og kjemisk rensing av korrosjonsprodukter på mikromønstrene på bruddflater. Målet med oppgaven er å dokumentere degradering av mikromønsteret og utviklingen i degradering ved systematisk testing. Det eksperimentelle arbeidet omhandlet duktile og utmattingsbruddflater eksponert i 3,5% NaCl-løsning i ett døgn, en uke og en måned, samt rensing med rensemiddelene i ultralydbad; inhibert (metenamin) saltsyre 10% og 20%, og Alconox.

2 Teori

2.1 Skadeanalyse

Skadeanalyse blir benyttet for å fastslå årsak og bakgrunn for et brudd. Dette er en kompleks prosess som benytter seg av ulike teknikker som blant annet observasjon, inspeksjon og laboratoriearbeid. Skadeanalyse sikter å etablere større sikkerhet og pålitelighet til en komponent, samt forlenge brukstid, øke kvalitet, tilpasse vedlikehold og minke ressursbruk når det kommer til økonomi og miljø [1]. Det finnes mange typer modeller som gjengir ulike fremgangsmetoder og prosesser for skadeanalyse av brudd. Alle disse modellene kan oppsummeres i punktene; definere problemet, utarbeide en hypotese, samle inn data, testing av hypotese og utarbeiding av en konklusjon [2].

Skadeanalysen begynner med å identifisere, definere en skade og omgivelsene rundt skaden. Utarbeiding og testing av en hypotese er en viktig del av prosessen, og omhandler definering av hovedårsaken, skademekanismen, analyse av problemet og situasjonen rundt feilen. En skademekanisme beskriver hvordan materialet til en komponent ble skadet. Korrekt analyse og konklusjon av en skademekanisme vil sammenfalle med årsaken til skaden, og kunne føre til gjennomføring av korrekte korrigerende tiltak [3].

Skader kan deles inn i ulike alvorlighetsgrad der "tap av funksjonalitet" (komponent yter ikke optimalt i sin funksjon) er den minst fatale graden. "Tap av brukstid" har en større alvorlighetsgrad og defineres som rask komponentutmattelse som kan øke risiko for alvorlige hendelser. Den alvorligste graden er "ineffektivitet" og tilsier at komponenten ikke klarer å utføre ønsket arbeid eller funksjon. En slik grad av alvorlighet fører til brudd og uønskede hendelser [3]. Skader og feil som skjer tidlig i komponentens brukstid er ofte forbundet med fabrikasjonsfeil, feil ved kvalitetskontroll eller slitasje av metallet ved bruk [1]. Det utvikles alternative tiltak som en respons til feil og utbedring av driften til komponenten. Disse alternativene må testes for å undersøke effektiviteten, og verifisere at problemet er korrigert og utbedret etter kundens ønske [1].

2.1.1 Årsaksanalyse

Årsaksanalyse, også kalt *root-cause analysis* (RCA), handler om å undersøke underliggende årsaker til komponentsvikt. I en slik analyse benyttes fysiske bevis og analytiske instrumenter. Det finnes tre ulike underliggende svikt i en RCA; menneskelig, fysisk og latent svikt [4]. Menneskelig underliggende svikt kommer av menneskelige faktorer og beslutninger. Et slikt eksempel kan være utilstrekkelige kontroller, vedlikehold eller installasjon. Fysiske underliggende feil kommer oftest inn til laboratoriet i form av brudd eller hele komponenter. Slike feil kan komme av blant annet korrosjon, utmatting og mangel på isolasjon. Latent underliggende svikt kobles sammen med menneskelig svikt, men også opp imot organiserings- og prosedyreproblemer som ikke kan kontrolleres. Eksempler på latent svikt er mangel på opplæring og spesifikasjoner for bruk av instrumenter [5].

Fysiske feil som fremmer svikt er designmangler, materialdefekter, produksjon- og installasjonsfeil, og bruksavvik [6]. Designmangler kan føre til kort levetid for komponenten, her inngår materialvalg, designfeil, produksjonsprosess, overflatebehandlinger og manglene serviceanalyse

for å tilpasse komponentens bruksområde og miljø [7]. Materialdefekter er uønskede diskontinuiteter og feil i materialet som kan være skadelig for ytelsen og utseende til komponenten [1]. Det kan oppstå ulike typer defekter som kan føre til svikt i komponenten. Defekter i materialet kan bli introdusert allerede ved produksjon av materialet, men kan også forekomme under fabrikasjon og maskineringsprosessen. Materialdefekter som økt porøsitet, sprekker, ikke-metalliske utfellinger, sprø faser, korngrenseutfellinger, overherdet sprøhet og andre mikroskopiske defekter er kritiske dersom de ikke blir detektert. Defekter kan også introduseres ved bruksavvik, og resulterer ofte i slitasje og utmatting [8].

I laboratorieundersøkelser inngår ulike typer av mekanisk-, kjemisk-, visuell- og ikke-destruktiv testing for å finne bakgrunn for en feil eller et brudd. Visuell testing er en viktig del av skadeanalyse da dette kan gi rask informasjon om bakgrunn og årsak ut ifra bruddflatens topografi og mikromønster.

2.1.2 Visuell testing

Hovedelementet i en skadeanalyse ligger i å identifisere mekanismene som førte til bruddet. Under en visuell undersøkelse rettes det mindre fokus på store områder som assosiert med raske brudd, kalt ustabile brudd. Ustabile brudd skjer raskt og etterlater seg lite informasjon om hva som forårsaket initiering av bruddet. Fokus rettes først og fremst rundt området ved initieringspunktet der sprekkdannelsen begynner, kalt stabile brudd. Rundt initieringspunktet vil det dannes karakteristiske markeringer som kan benyttes i visuelle undersøkelser med høyere forstørrelser [8]. Det er viktig å betrakte bruddflater under ulike forstørrelser, da ulike bilder og instrumenter vil kunne gi forskjellig informasjon [9].

2.1.2.1 Fraktografi

Fraktografi er analyse av bruddflater der målet er å identifisere karakteristikker i mikromønster og dermed forsøke å relatere topografien til bakgrunn og mekanismer som førte til bruddet [10]. En bruddflate kan gi mye informasjon om bakgrunnen til et brudd. Det kan blant annet vise hvilket type brudd det er, belastningsretningen, omfanget og fluktueringen av belastningen, og kan gi en generell indikasjon på tidsrommet mellom initiering og sluttbruddet [11]. Kvantifiserbar fraktografi handler om å kvantifisere karakteristiske mønster på bruddet i kvantitative begrep som; areal, lengde, avstand, orientering, plassering m.m. Vanskeligheten med kvantifisering av en bruddflate er å identifisere karakteristikker for deretter å utføre målinger i en relativt enkel og lik prosedyre på alle bruddflater. Kvantifisering av brudd ved hjelp av todimensjonale bilder fra sveipeelektonmikroskop (SEM) kan kun være i parameterne: areal, lengde eller antall. Det er ikke mulig å analysere et brudd med hensyn på tredimensjonalparametere i et todimensjonalt SEM-bilde med mindre det blir gjort antagelser [12].

2.1.2.2 Makroskopisk analyse av en bruddflate

Initieringspunktet kan lettere oppdages ved å observere makromønster på en bruddflate ved bruk av det blotte øye eller optisk mikroskop. Makromønster, dannet ved raskt brudd, kan indikere bruddretning og dermed føre tilbake til initieringspunktet. Mikromønster, dannet ved initiering og sakte vekst, kan ikke observeres ved bruk av hjelpemidlene nevnt ovenfor. Til observasjon av mikromønster benyttes mikroskoper med høyere forstørrelse, som for eksempel elektronmikroskoper.

2.1.2.3 Mikroskopisk analyse av en bruddflate

Mikromønsteret kan benyttes til å sammenligne metallografiske kornstrukturer og tilegne ulike karakteristikker, som for eksempel intergranulært- og transgranulært brudd [8]. Bruddun-

dersøkelser begynner med en makroskopisk undersøkelse, for deretter å se på mikroskopiske karakteristikker essensielle for å blant annet finne årsaken til bruddet. Mikroskopisk analyse av en bruddflate kan gjøres ved hjelp av et sveipeelektronmikroskop (SEM). SEM gir muligheten til kombinasjon av bilder i høy oppløsning og elementanalyser. Typiske bruksområder er karakterising av bruddflater, analyse og identifisering av mikrostrukturer og å utøve kvalitativ og semi-kvantitativ elementanalyse. I SEM produseres elektroner som akselereres og skytes mot en overflate. Bildene dannes ved å benytte to ulike elektronsignal, kalt sekundærelektroner og tilbakesprett-elektroner. Røntgen kan benyttes for å karakterisere en bruddflates kjemiske sammensetning [13].

Sekundærelektroner (SE) og fremstilling av topografi

SE gir informasjon om topografien til området som elektronstrålen er rettet mot. Elektronstrålen får elektroner som er svakt bundet til atomet til å bryte ut. Det er kun SE som genereres innen 10 nm fra overflaten som blir fanget opp av detektoren [13] Dette er fordi elektronene har lav energi, på kun noen elektronvolt (eV), slik at de ikke har energien til å bryte ut av metallet. SE som sendes ut fra overflaten tiltrekkes og fanges opp av en SE-detektor med positiv ladning på flere hundre volt [14].

Antall elektroner som kommer ut fra overflaten er i hovedsak kontrollert av topografien og geometrien til overflaten. De sterkeste SE-signalene får man ved topografier som kanter og topper, da elektroner har enklere for å komme seg ut av overflaten. Ved topografier som groper og daler vil færre elektroner klare å bryte ut. Dette gjør at høyere topografier vil få et sterkere signal og danne lysere områder, og groper vil ha færre signaler og bli mørke på bilder. Slik dannes det et bilde der topografien kan ses som en kontrast mellom mørke og lyse signaler [13].

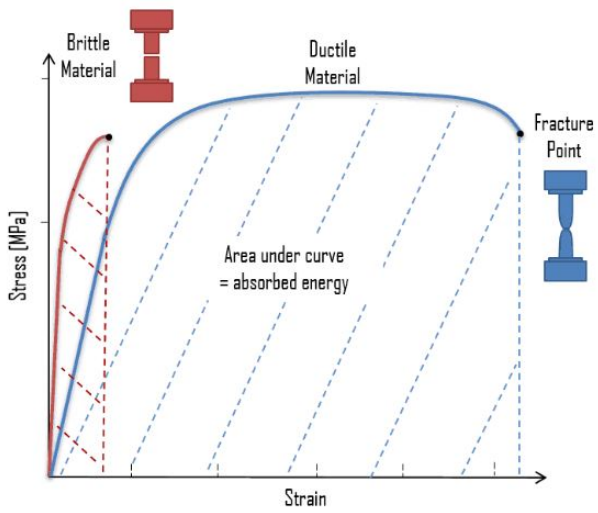
Tilbakesprettelektroner (BSE) og fasekontraster

BSE gir kontrast basert på forskjell i gjennomsnittlig atomvekt i ulike deler av prøven [14]. BSE er elektroner fra elektronstrålen som reflekteres tilbake fra overflaten på prøven. BSE har relativt høy energi og vil ikke bli trukket mot eller fanget opp av SE-detektoren [15]. Bilde fra BSE fremstilles ved at områder av prøven dominert av grunnstoff med høyt atomnummer vil bli lyse, mens de med lavt vil bli mørke.
Siden BSE har relativ høy energi kan de komme fra lenger nede i prøven enn SE. Dette fører til at elektronbanen kan endres slik at oppløsningen fra BSE blir lavere enn for SE [13].

2.2 Bruddtyper

Et brudd er definert som en uønsket hendelse som involverer en separasjon av en komponent i to eller flere deler. Bruddet kan komme av statisk belastning over bruddstyrken ved temperaturer under smeltepunktet til materialet. Statiske belastninger som materialer kan bli utsatt for er; strekk-, kompresjon-, skjær- og vridningsspenning, eller en kombinasjon av disse [16].

Metaller kan utsettes for to typer statiske brudd; duktilt og sprøtt brudd. Bruddtypene klassifiseres ut ifra evnen til å absorbere energi før metallet går til brudd (Fig. 2.1). Duktile metall absorberer større mengde energi på grunn av evnen til plastisk deformering, i motsetning til et sprøtt metall. Sprøtt metall har lite til ingen plastisk deformasjon og absorberer derfor ikke samme mengden energi [3, 16]. I noen tilfeller benyttes begrepet delvis sprøtt brudd, da denne typen brudd karakteriseres som mindre sprø enn et sprøtt brudd [17]. Brudd dannet ved dynamisk belastning kalles utmattingsbrudd [16].



Figur 2.1: Spenning- og tøyningskurve som viser styrken til sprø og duktile brudd. Bruddstedet (fracture point) er markert med illustrasjon av sprø og duktil prøvestavgeometri etter brudd. Den absorberte energien for hvert brudd er skravert under kurven. [18].

Begrepene sprøtt og duktilt metall er relative og vil variere med faktorer som materialegenskaper, belastningtype og mengde, geometriske forutsetninger (for eksempel sirkulære eller firkantede prøver med/uten notch), initiering og forplantning av et brudd [9, 16].

Et brudd består av to faser kalt sprekkdannelse- og forplantningsfasen. Sprekkdannelsesfasen omhandler bakgrunnen og start av bruddet, kalt initiering. Initiering av et brudd kan skje på grunn av defekter, som blant annet sprekker, utfellinger, porøse faser og andre feil i metallet. Når kritisk tøyning er nådd, kan bruddforløpet utvikle seg på to ulike måter; som et duktilt brudd som forplanter seg langsomt eller et ustabilt brudd uten plastisk deformasjon (sprøtt brudd). I forplantningsfasen vokser sprekker ofte over tid og til de når en kritisk størrelse som gir ustabilt brudd. Varigheten av fasene avhenger av hvilke mekanismer som er med på å danne bruddet. Brudd danner bruddflater ulike karakteristiske mønster kalt mikro- og makromønster [16].

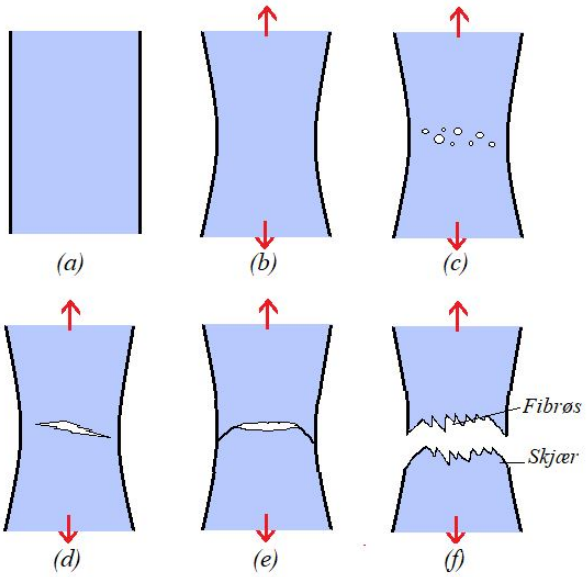
Makroskopiske karakteristikker betegnes som ruhet, generell topografi og merker på størrelse med 1 mm. Makromønster kan indikere bruddretning, ulike bruddfaser og mikrostruktur. Mikroskopiske karakteristikker under 1 mm, her kan feil dannet på kornstørrelse observeres. Disse merkene benyttes for å bestemme bruddtype [8].

2.2.1 Duktile brudd dannet ved strekkbelastning

Et duktilt brudd karakteriseres av stor plastisk deformasjon i sprekkdannelsesfasen. Forplantningen i et duktilt brudd er relativ sakte og sies å være stabil. Sprekklengden utvides dersom spenningen i bruddet øker. Tilhørende faktorer som vridning- eller skjærspenning vil gi karakteristisk deformasjon i bruddflaten [16]. Sprøbrudd vil i motsetning bli ansett som ustabile da det er lite til ingen deformasjon, og sprekkveksten skjer spontant uten økt spenning i metallet [16]. Geometrien til en prøve vil også være med på å bestemme utseende på bruddflaten og opptreden av topografiske karakteristikker[9]. Deformasjonsprosessen i et duktilt brudd involverer prosesser som blant annet glidning langs slipplan, tvillingdannelse og/eller kløvning (2.2.2) [9]. Tvillingdannelse er en deformasjon som forekommer av mangel på ulik orientering i kornene til å støtte en vilkårlig deformasjon hos metallet [19].

2.2.1.1 Makromønster i duktile brudd dannet ved strekkbelastning

Makromønster til et duktilt brudd kan deles inn i to karakteristiske trekk dersom dannet ved strekkbelastning, innsnevring og skjær. Innsnevring rundt bruddområde er et av disse karakteristikkene. Innsnevring er et resultat av høy plastisk deformasjon og initieres ved maksimal strekkbelastning. Figur 2.2 *(a)-(b)* viser henholdsvis en prøve før og ved starten av strekkbelastningen. Før innsnevring skjer vil det skje en uniform deformasjon av prøven [16].



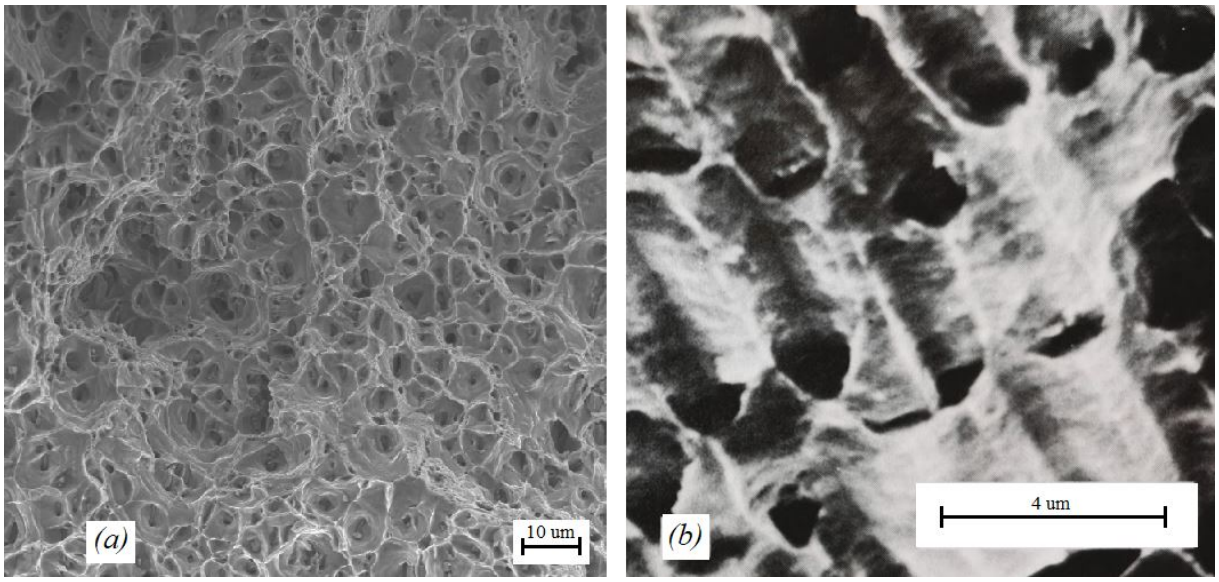
Figur 2.2: Stegene i et duktilt "kopp og kjegle"- brudd. Pilene indikerer strekkspenningens retning. *(a)* metallprøve uten påført spenning. *(b)* begynnelsen av innsnevring. *(c)* Små poredannelser. *(d)* Nukliering av porer som vokser sammen til en sprekk. *(e)* Sprekkpropagering gir en fibrøs karakteristikk. *(f)* Sluttbrudd gir 45° skjær som er relative til strekkspenningen.

Det kan observeres en moderat innsnevring hos dette duktile metallet vist i Figur 2.2 [16]. Etter innsnevring begynner små mikroporer å nukliere innvendig i metallet (Fig. 2.2*(c)*), for deretter å vokse inn i hverandre å danne en elliptisk sprekk vertikal på strekkspenningen (Fig. 2.2*(d)*) [20]. Rask vekst vil til slutt føre til en sprekk i ytre rundt ved innsnevringen og gi en 45° deformasjon i strekkretningen, kalt skjær (Fig. 2.2*(e)*). Den fibrøse strukturen i overflaten er et resultat av plastisk deformasjon. Brudd lik Figur 2.2 *(f)* blir referert til som "kopp og kjegle"-brudd på grunn av at bruddparet ofte ender opp å ligne på en kopp og en kjegle [16].

2.2.1.2 Mikromønster i duktile brudd dannet ved strekkbelastning

Mikroporer som dannes i Figur 2.2*(c)-(d)* gir en usymmetrisk og fibrøs struktur som indikerer plastisk deformasjon. Denne mikroskopiske strukturen gir en fraktografisk karakteristikk for duktile brudd og kan observeres gjennom et elektronmikroskop. Karakteristikken består av utallige mikroskopiske sfæriske hull kalt dimpler (Fig.2.3*(a)*) [16]. Initieringen av slike dimpler er et resultat av utfellinger og partikler i basemetallet. Utfellingene danner interne sprekker som kan svekke korngrenser slik at spenningskonsentrasjon øker internt i metallet. Det er en korrelasjon mellom størrelsen og avstand mellom dimpler og utfellinger/partikler. Det er flere komplekse faktorer som spiller inn ved nukliering av porer, blant annet utfellingsstørrelse, varierende spenning- og tøyningsbelastning, grad av lokal deformasjon og renhet til metallet [20]. Dimplene på en bruddflate vil variere i utseende etter ulikt påført spenning [21]. Langs skjærsidene vil det, i likhet med senteret av en duktil strekkprøve, dannes små dimpler. Dersom disse dimplene blir utsatt for skjærspenninger vil de ta form som langstrakte avtrykk og/eller C-formede dimpler

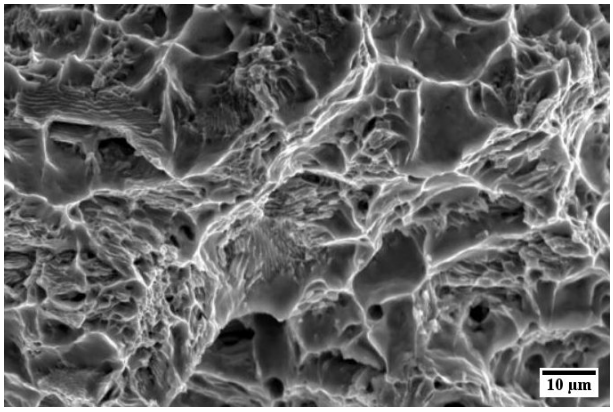
(Fig. 2.3 *(b)*). Dimplene orientere seg med belastningsterningen. Forskjellen mellom dimpler som kommer av strekk- og bøyebelastning og skjærspenning, er at de som dannes ved skjærspenning har langstrakte dimpler som peker i samme retning på begge sider av bruddet. Dimplene peker tilbake på initieringspunktet og kan være en nyttig topografisk karakteristikk i bruddanalyse av duktile brudd [8].



Figur 2.3: Bilder tatt i SEM av karakteristisk topografi til et duktilt brudd. *(a)* Dimpler dannet ved strekkbelastning for et duktilt brudd i et tverrsnitt av en 6061-T6 aluminiumsplate [22]. *(b)* Langstrakte dimpler dannet på grunn av skjærspenning i ukjent metall [8].

2.2.2 Kløvningsbrudd

Kløvning er et transkrystallinsk brudd med liten energiabsorbering (som sprøtt brudd), og skjer oftest ved strekkspenning. Brudd forplanter seg langs krystallografiske planorienteringer, kalt kløvningsplan. Metaller kan inneholde varierende grad av transgranulært brudd og også bli utsatt for plastisk deformasjon, bruddet betegnes da som en kvasikløvning [17]. Ved større omfang av områder med dimpler vil et brudd dannet ved kløvning betegnes som blandingskløvet (Fig. 2.4) [9].



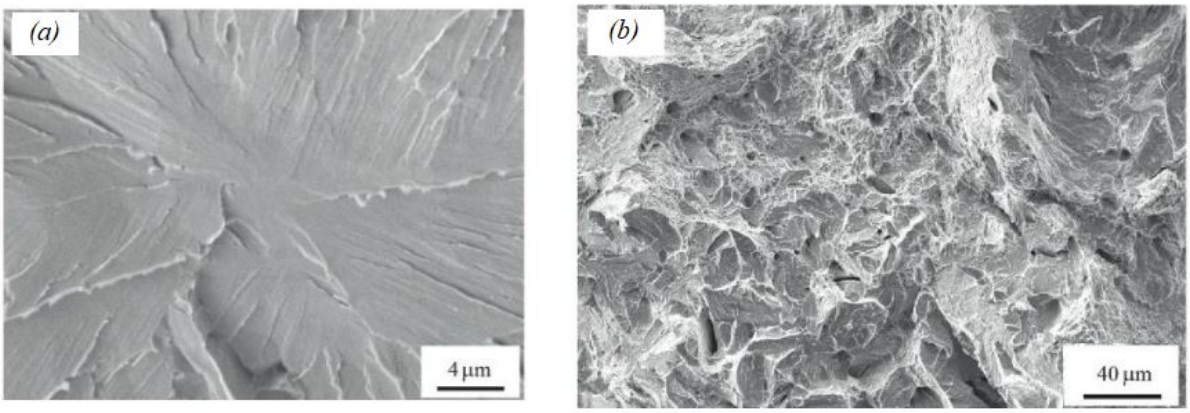
Figur 2.4: Bilde tatt i SEM av blandingskløvet brudd med duktile (dimpler) og sprøtt brudd karakteristikker (fasetter med elvemerker) i normalisert medium karbonstål [23].

2.2.2.1 Makromønster i kløvningsbrudd

Topografien til et kløvningsbrudd er ofte flatt med ulike karakteristikker som plateau, vertikale områder (hyller), elvemerker, tunger m.m. Opptreden av de ulike karakteristikkene er avhengig av metallets legering, kornstørrelse og temperatur [9, 24]. Sprøbrudd gir en forholdsvis flatt bruddstruktur som øker i fibrøs struktur med duktiliteten til metallet [17].

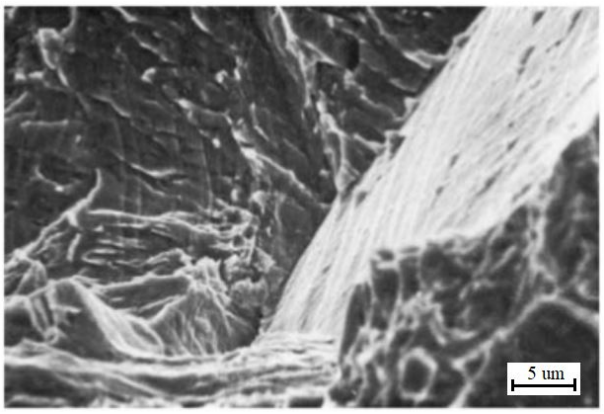
2.2.2.2 Mikromønster i kløvningsbrudd

Mikromønstrene karakteristisk for i en kløvning- og kvasikløvning er varierende og avhenger, i likhet med makromønstre, med materialegenskapene. På slike brudd kan det ofte observeres hyllemønster sammen med elvemerker, som vist i Figur 2.12. Elvemerker forekommer når en sprekk gjenopptas langs en korngrense og ligner elver som stadig munner ut i hverandre [9, 11]. De viser forplantningen av bruddet og forekommer hyppigst i raskt voksende brudd og utmattingsbrudd [11]. Figur 2.5*(a)* viser elvemerker som munner ut i et flatt parti (fasett), og som ofte markerer en mikroskopisk bruddinitiering [24]. Elvemerker opptrer ofte i metall med BCC- og HCP-struktur (som for eksempel jern og stål), under den duktil-til-sprø overgangstemperaturen [9].



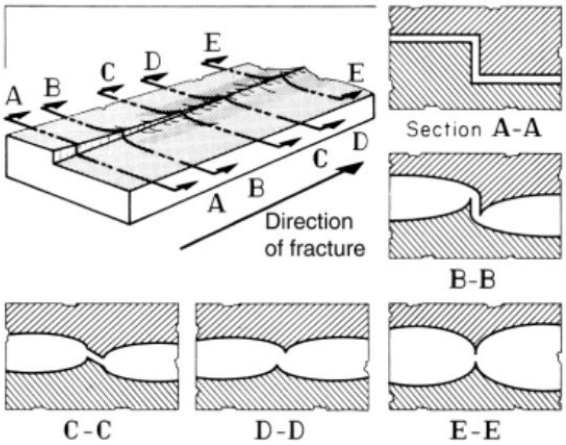
Figur 2.5: Karakteristisk mikroskopisk topografi for bruddflater dannet ved kløvning. *(a)* kløvningsmønster for sprøtt ukjent metall. Bruddet viser elvemerker som leder ned til en fasett som mulig har vært initieringspunktet. *(b)* Delvis-kløvningsmønster i ukjent metall. Fibrøs struktur skylles duktile egenskaper i metallet [17].

I noen metaller (som ferrittisk stål), under de riktige forutsetningene som temperatur og belastningsmengde vil det kunne gi såkalte tunger på bruddflaten. Slike tunger er mikroskopiske forhøyninger på korn med ensartet krystallografisk orientering og kan indikere feil i en fase [8]. Skadeanalyse av et kløvningsbrudd med tunger (Fig. 2.6), er vanskelig da lite informasjon kan hentes fra denne topografiske karakteristikken. I identifisering av bruddtype er det viktig å relatere karakteristisk topografi til mikrostruktur i metallet. Det er mulig å finne hvilke faser i metallet som har sviktet ved å sammenligne kløvningsbrudd fra kjente metallegeringer. Kvasikløvning og kløvningsbrudd med kompleks mikrostruktur (ferritt- og perlitt struktur) er vanskeligere å identifisere [9].



Figur 2.6: SEM-bilde av kløvningsbrudd i 201 nikkel. Hyllekarakteristikk med små tunger på den lyse fasetten kan sees på bruddflaten [9].

Kvasikløvning er et forholdsvis vidt begrep og benyttes dersom det er signifikante dimpler og/eller rivninger på bruddflaten, slik som i Figur 2.5*(b)* og Figur 2.6. En kvasikløvning har ikke et distinkt skille mellom fasetter og dimpler. Rivning er et karakteristiske mikromønster i et kløvningsbrudd som initieres i fasettgrensene og binder sammen hyllemorfologi (Fig. 2.7) [9].



Figur 2.7: Illustrasjonen viser overgang fra hylle til rivning i en kvasikløvning, og tverrsnitt markert med samme markering. Øverst til venstre er kvasikløvningsbruddet vist, der nederste venstre del av bruddet viser en hylle (A-A) og øverste del til venstre viser en rivning *(E-E)*. Til høyre og under bruddet er profilen av utviklingen til bruddet vist med samme markering [9].

2.2.3 Utmattingsbrudd

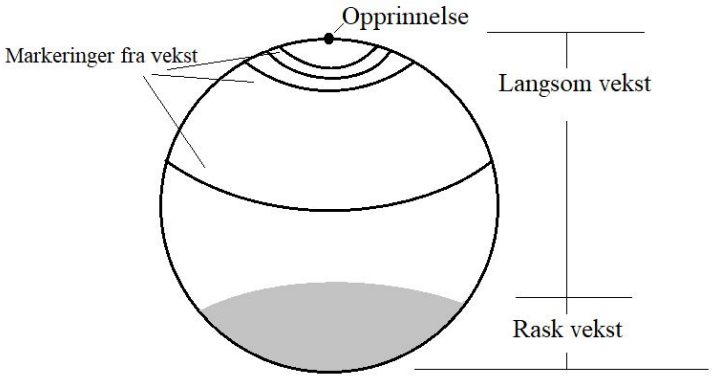
Et utmattingsbrudd er en bruddtype som kan forekomme dersom en gjenstand utsettes for dynamiske og fluktuerende spenninger. Dette fører til at bruddet kan forekomme langt under strekkfastheten og strekkgrensen for en statisk belastning. Slitasje og feil som følge av utmatting står for omlag 90% av kjente metalliske brudd, og er en av de største grunnene til materialfeil i metaller [16]. Utmattingsbrudd kan utvikle seg over lengre tid og flere faser, dette kan observeres i bruddets fraktografi [8]. Utviklingen til et utmattingsbrudd er karakterisert ved tre ulike faser: (1) initiering, der en defekt i materialet lager en liten sprekk og blir konsentrasjon for belastningen; (2) forplantning, bruddet er i treg vekst og utsatt for syklisk spenning; (3) rask vekst, sprekkvekst som skjer når en sprekk har nådd en kritisk størrelse. Fraktografien til et utmattingsbrudd har karakteristiske makro- og mikromarkeringer i propageringsfasen, som kan

være til hjelp ved analyse av et brudd [8].

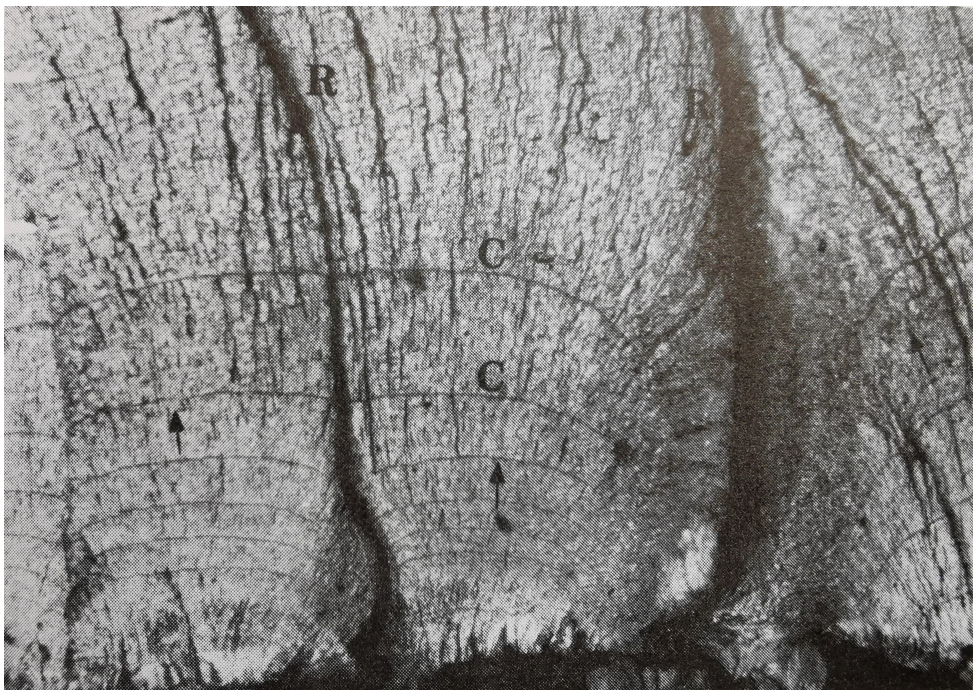
2.2.3.1 Makromønster i utmattingsbrudd

Makromønstre i et utmattingsbrudd gjenspeiler de gjentatte sykliske spenningene og kompresjonene et brudd blir utsatt for. Bruddflaten til et utmattingsbrudd er nokså flat, dette grunnet fravær av plastisk deformasjon [8]. Vekstfasen er en viktig sone der markeringene ofte opptrer vinkelrett på belastningsretningen [11]. I vekstfasen vil det dannes makroskopiske ringer, kalt hvilelinjer, som representerer et opphold i vekst. Vekslende frekvens på belastning, spenning og spenningsfordeling kan i ulik grad føre til oksidasjon, og eventuelt korrosjon. Dette kan resultere i videre sprekkvekst og markeringer i ulike farger. Hvilelinjene orienteres ofte i en kurve med senter ved initieringspunktet. Dette kan benyttes som en pekepinn på hvor initieringspunktet befinner seg ved analyse av en utmattingsbruddflate [8]. En bruddflate dannet ved utmattingsbrudd vil ofte ha distinkt uniform orientering på bruddmønstrene [25]. Figur 2.9 viser en utmattingsbruddflate med en generell mønsterorientering i aluminium med hvilelinjer (C) og sperrelinjer (R), som blir videre forklart i delkapittel 2.2.3.2.

I den siste fasen i et utmattingsbrudd er det rask vekst og deretter brudd. Den makroskopiske bruddflaten er vanligvis lik et sprøtt brudd med en liten prosentandel duktil. Størrelsen på sluttfasen indikerer grad av belastning, der stor sluttfase tilsier stor belastning [11]. Figur 2.8 viser en illustrasjon av en utmattingsbruddflate med karakteristiske makromarkeringer.



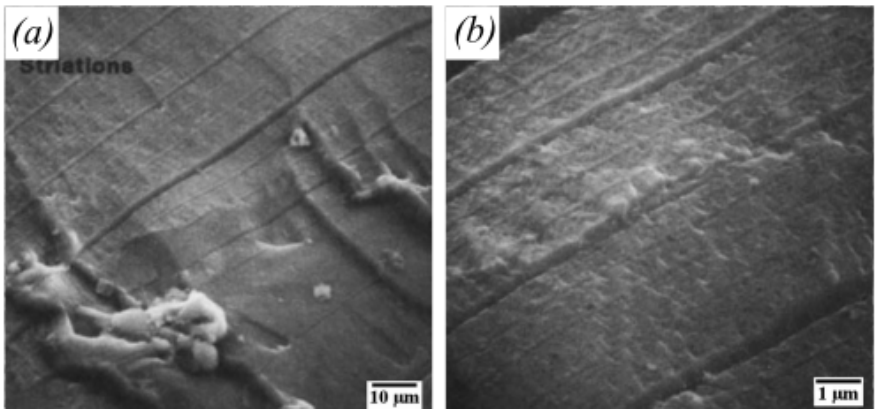
Figur 2.8: Illustrasjon av makroskopiske mønster i et utmattingsbrudd. Langsom vekst er definert som opprinnelsen (initieringen) til bruddet og sirkulære uniforme markeringer fra vekst. Rask vekst utgjør en mindre del og fører til brudd.



Figur 2.9: Hvilelinjer (C) og sperrelinjer (R) i et utmattingsbrudd i aluminium [8]. Pilene indikerer bruddets propageringsretning.

2.2.3.2 Mikromønster i utmattingsbrudd

Karakteristiske mikromønster i et utmattingsbrudd kan observeres ved hjelp av et elektronmikroskop, og opptrer kun i initieringsfase og langsom vekstfase. Mønstrene er svært ømfintlig, for eksempel dersom utsatt for korrosivt miljø eller slitasje som følge av kontakt mellom bruddparter, gjør at de degraderes, opptrer på mindre områder eller forsvinner helt [16]. Utmattingsstriasjoner er mikroskopiske brudd som gjenspeiler en spenningssyklus metallet har gjennomgått [11]. Geometrien til striasjonene kommer av plastisk deformasjon på grunn av høy strekkbelastning i sprekkspissen [16]. Disse markeringene er ofte vanskelige å oppdage og varierer etter definering av ulike metall og legeringer [21]. Det er viktig å påpeke at det er en forskjell mellom hvilelinjer og striasjoner. Striasjoner er mikroskopisk mønster, hvor det kan være over tusener av striasjoner på en hvilelinje. Striasjoner blir vanskeligere å detektere på en bruddflate desto lenger tid bruddet er eksponert for et korrosivt miljø. Dette er på grunn av korrosjon og/eller dannelse av oksidfilm på overflaten [16]. Figur av striasjoner på aluminium er vist i Figur 2.10.

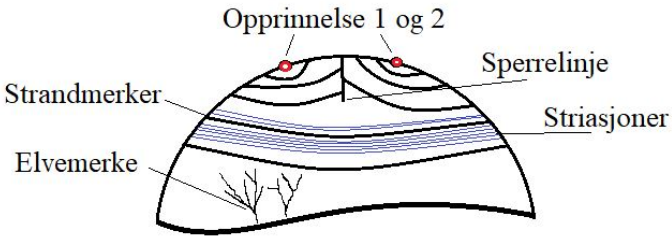


Figur 2.10: Striasjoner på aluminiumlegering 2014-T6 ved forstørrelse x80 *(a)* og x800 *(b)*. Merk at økt forstørrelse gjør det mulig å observere finere stirasjoner [9].

I enkelte tilfeller kan utmattingsbrudd med striasjoner, under ulik frekvens, styrke og strekkbelastning, danne sekundærsprekker. Sekundærsprekker er mikrofordypninger/mikrosprekker som ofte orienterer seg med striasjonene og langsmed bruddflaten. Sekundærsprekker på en 2024 aluminiumslegering kan sees i Figur 2.11. Figuren viser at avstanden mellom striasjoner, skilt av sekundærsprekker, øker ettersom bruddet vokser [26].

Figur 2.11: Sekundærsprekker på en 2024 aluminiumlegering tatt i SEM ved forstørrelse x2000 [26].

Dersom en utmattingsbruddflate har to eller flere initieringspunkter vil det kunne dannes sperrelinjer, også kalt ratchetlines. Disse merkene indikerer avgrensingen mellom ulike nærliggende initieringspunkt og forekommer ved relativt høy belastning. Når markeringene kobles sammen vil det vertikale område gradvis avta, og kobles sammen til kontinuerlige områder dannet av separate initieringer (Fig. 2.9). Mikrobruddene dannes ikke i samme plan slik at et møte mellom ulike sperrelinjer danner et vertikalt område på bruddflaten [8]. Dersom man observerer forholdet mellom initieringspunktet og sperrelinjene kan man utarbeide en forståelse rundt hvilken av parameterne: belastning- og spenningskonsentrasjon som i hovedsak forårsaket bruddet. Elvemerker er en vanlig markering i utmattingsbruddflater. Figur 2.12 viser en illustrasjon av en utmattingsbruddflate med noen karakteristiske markeringer.



Figur 2.12: Illustrasjon av mikroskopiske mønster i et utmattingsbrudd. Bruddflaten viser to opprinnelser (initieringspunkt) adskilt av en sperrelinje. Strandmerker og striasjoner er vist som sirkulære uniforme markeringer fra vekst. Elvemerker forekommer ved rask vekst og viser progresjonen til bruddet.

2.3 Korrosjon

Materialer i kontakt med ulike miljø vil gjennomgå en vekselvirkning med miljøet i en eller annen grad. En slik interaksjon vil ofte resultere i degradering av mekaniske, fysiske evner og utseende. Degraderingen er ulik for ulike materialer, og for metaller vil dette opptre som materialtap og oppløsning (korrosjonsprodukt) og/eller formasjon av keramisk beskyttende film (oksid). Begge degraderingsmekanismene kan betegnes under begrepet korrosjon. Korrosjon er definert som et destruktivt og utilsiktet angrep på et metall som begynner som en elektrokjemisk reaksjon på metallets overflate [16].

Korrosjon deles ofte inn i våtkorrosjon og tørrkorrosjon. Tørrkorrosjon skjer i gassfylte miljø, også kalt oksidasjon. Våtkorrosjon skjer for eksempel når et metall blir utsatt for en flytende elektrolytt, vanligvis vann. Denne oppdelingen grunner i noen fundamentale mekaniske forskjeller når det kommer til elektrokjemiske reaksjoner i overflaten av metallet og materialtap. Korrosjon på metall er i hovedsak skadelig på metallet og ønskes forhindret [27]. Materialtapet er større ved våtkorrosjon enn ved tørrkorrosjon [16].

2.3.1 Våtkorrosjon

Våtkorrosjon er en elektrokjemisk prosess mellom et metall, for eksempel jern, og en elektrolytt, for eksempel vann [28]. I en korrosjonsprosess vil materialtap skje på grunn av en elektrokjemisk reaksjon på overflaten. Som første reaksjon, ved jern som basemetall, vil jernatomene gå over til å være jernioner (Fe^{2+}) i vannet. Slik frigis to elektroner pr. ion og skaper en anodisk reaksjon. Disse elektronene ledes gjennom metallet til områder hvor det kan skje en oksygenreaksjon med miljøet rundt, kalt katodisk reaksjon [16]. Denne reaksjonen danner OH^- ioner som kan kobles sammen med jernionene til jernhydroksid ($Fe(OH)_2$)/($FeO \cdot H_2O$). Jernhydroksidet legger seg på overflaten av metallet og danner et beskyttende lag [16]. Jernhydroksid setter seg løsere på metalloverflaten ved våtkorrosjon og fører til at den gir liten til ingen beskyttelse som bunnfall [28].

Materialtap som følge av korrosjon er en elektrokjemisk reaksjon, sammenkoblet av to elektrokjemiske reaksjoner på en overflate [28, 29]. Utvekslingen av elektroner mellom overflaten og omgivelsene danner en elektrisk strøm [29]. Sammenkoblingen skjer ved potensialet kalt korrosjonspotensialet (E_{corr}). Den elektrokjemiske reaksjonen er lik den som skjer ved tørrkorrosjon, men utvekslingen av elektroner skjer hyppigere i en ionerik elektrolytt. Våtkorrosjon får dermed en raskere korrodering av metallet enn tørrkorrosjon. Ledningsevnen til et metall vil også være en parameter som øker korrosjonsraten. Dette fører til enklere overføring av elektroner gjennom metallet i tillegg til tilførsel av oksygen [28].

Korrosjonspotensialet er avhengig av de relative reaksjonene på katode og anode, og tilstanden til det oksiderte metallet. Det oksiderte metallet fungerer som en "energikilde" da elektroner blir frigitt i den anodiske reaksjonen og brukt i den katodiske reaksjonen. For å ivareta en balanse må katodereaktanten (O_x) være lik korrosjonsprodukt (M^{2+}). Dette kan uttrykkes som elektrokjemisk strøm (I) i likningen:

$$I_a = |I_c| = I_{corr} \tag{2.1}$$

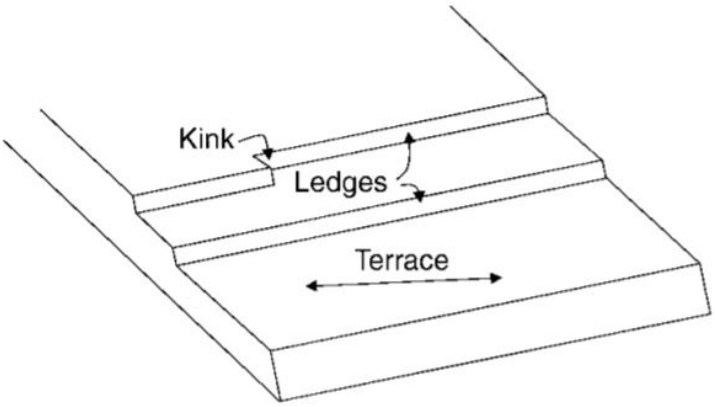
hvor I_a er strøm fra anoden, I_c er strøm fra katode og I_{corr} er korrosjonsstrømmen. En anodisk reaksjon kan ha flere katodiske reaksjoner ettersom kompleksiteten i en celle endres.

$$\sum I_a = |\sum I_c| = \sum I_{corr} \tag{2.2}$$

I tillegg til strømmen er også areal (A) og lokasjon for de anodiske og katodiske områdene avgjørende for korrosjonen.

$$\frac{I_a}{A_a} \neq -\frac{I_c}{A_c} \tag{2.3}$$

Ulik strømtetthet kan gi økt reaksjon og dermed bli kritisk med tanke på korrosjonsområde. For polerte og en-atomiske metalloverflater vil katode- og anodeområder være separate. Områdene vil flytte seg med tiden og dermed danne et jevnt oksidlag på hele overflaten. Dette blir kalt generell korrosjon og kan variere i heft og mengde etter blant annet eksponeringstid og kjemisk sammensetning. Ulik topografi, mikrostruktur og krystallografiske defekter gir forskjellig styrke i heft på overflaten, som kan lage permanente katodiske og anodiske områder. På atomnivå er selv ikke en polert overflate jevn, men vil inneholde mikroskopiske terrasser, hyller og kneiker illustrert i Figur 2.13. Defekter som utfellinger, korngrenser og faser, vil også påvirke strømtettheten da disse kan opptre som potensiale anodiske områder, og danne korrosjonstyper som grop-, spenning- og spaltkorrosjon [28]. Effekten av overflateruhet på korrosjonshastighet er videre diskutert i delkapittel 2.3.2.5.



Figur 2.13: Illustrasjon av topografiske ulikheter på en metallflate på atomisk nivå. Figuren viser terrasser (terraces), hyller (ledge) og kneiker (kinks) [28].

Standard elektrodepotensialet tilsier om det vil skje en reaksjon mellom en elektrolytt og/eller en annen elektrode. Potensialet kan måles mot en referanseelektrode og dermed fortelle om korrosjonspotensialet og gi en indikasjon på hvilke reaksjoner som vil skje på komponentene. Denne informasjonen kan benyttes sammen med pH, og settes opp til et potensial-pH diagram, kalt Pourbaix-diagram [30]. I noen tilfeller kan en overflate få anodisk potensial og dermed passiveres. Passivering av et metall betyr at det blir dannet et tynt beskyttende oksidlag (passiv film) på overflaten av metallet, som gjør det vanskeligere å initiere korrosjon. Passivering av jern skjer ved dannelse av magnetitt (Fe_3O_4) og hermatitt (Fe_2O_3) under passive forhold. Ved å introdusere andre elementer, eksempelvis kloridioner i vannløsning, kan dette ha motsatt effekt og øke korrosjonseffektiviteten. Dette skjer ved av elementet angriper det passive laget og fremmer korrosjon [31].

2.3.1.1 Lavlegert stål

Stål er en jern-karbonlegering med et stort bruksområde og allsidig mekaniske egenskaper. Ved tilsats av ulike legeringselementer og varmebehandlingsmetoder kan egenskaper ´´skreddersys" [16]. Rent karbonstål inneholder kun rester av urenheter, og egenskapene er i hovedsak oppnådd ved legering av karbon og små mengder mangan. Ulegert karbonstål inneholder et lite samlet innhold av legeringselementer, under 2% utenom karbon (C) [16, 32]. Lavkarbonstål har en lav kostnad og er den mest produserte ståltypen av karbonstål [16]. Lavlegert karbonstål er et mye brukt stål i marint miljø og slitedeler i maskiner. Stål klassifiseres etter karbon- og legeringsinnhold og kan deles inn i lav, medium og høyt karbonstål [32]. Lavlegert stål inneholder rundt 0,25 wt% karbon og med en samlet legeringsmengde på 2-4%, som omfatter større mengder mangan og silisium [32].
Et lav-karbonmanganstål har ofte et manganinnhold på rundt 1,5 wt%, et silisiuminnhold på 0,5 wt%, og et totalt legeringselementinnhold på under 3wt% [33]. Et chromoly-stål klassifiseres som et 41xx-stål (lavlegert) i SAE-systemet, og standard innhold av legeringselementer er 0,75 - 1,20 wt% krom, 0,15 - 0,35 wt% molybden, 0,40 - 1,20 wt% mangan. I tillegg kan andre legeringselementer være tilsatt [34]. Konsentrasjonen av krom i stålet er ikke stor nok til å oppnå tilstrekkelig korrosjonsmotstand, som i rustfrie stål [35]. Generell korrosjon er den korrosjonstypen som er mest frekvent hos lavlegert stål [36]. Korrosjonsraten til lavlegert stål nedsenket i sjøvann varierer fra 65 til 125 µm/år [37].

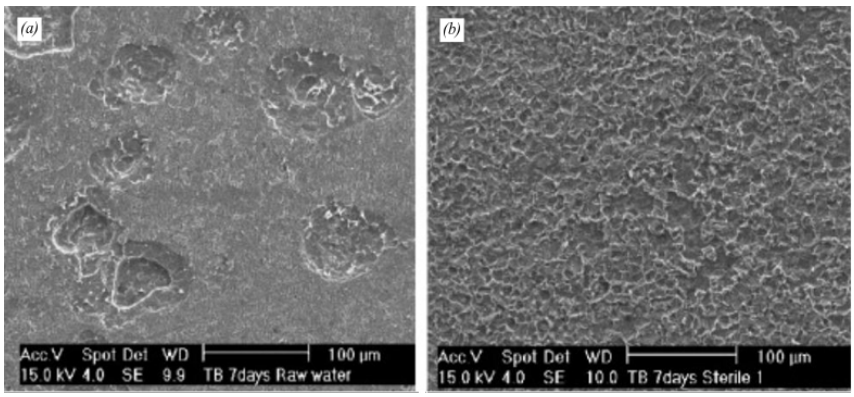
2.3.2 Korrosjonstyper

2.3.2.1 Generell korrosjon

Generell korrosjon er et uniformt elektrokjemisk angrep med lik intensitet på en hel overflate. De elektrokjemiske reaksjonene er en kombinasjon av egenskapene til metallet og elektrolytten, og skjer tilfeldig på overflaten. Generell korrosjon blir derfor også kalt uniform korrosjon. Uniform korrosjon på en overflate resulterer ofte i et jevnt lag med korrosjon [16]. Uniform korrosjon utgjør størsteparten av materialtap ved lengre eksponering i maritime miljø [38]. Uniform korrosjonsrate er materialtap som en funksjon av tid. Antagelsen om en bokstavelig uniform korrosjon er bakgrunnen for mange modeller for korrosjonsrate ved ulik eksponeringstid, men det er kjent at antagelsen om uniform korrosjon ikke alltid er tilfellet i praksis. Korrosjon skjer som et resultat av forskjeller i potensial, metallkomposisjon og styrke, miljø o.l. og vil dermed alltid i en eller annen grad opptre som ikke-uniform [39]. Generell korrosjon og gropkorrosjon er to korrosjonstyper som er koblet sammen, men det er kun generell korrosjon som er mulig å måle ut ifra materialtap [40]. Slitasje på en overflate som følge av korrosjon vil gi ruere overflate [25].

2.3.2.2 Gropkorrosjon

Generell korrosjon kommer ofte sammen med gropkorrosjon. Gropkorrosjon skjer i et lite område på metalloverflaten og kan føre til rask penetrering av passive oksidlag eller annen beskyttende film. Det lille området blir dermed anodisk og resten av metalloverflaten blir katodisk. Når gropkorrosjon er initiert vil katode og anodeområdene være stabile [41]. Gropkorrosjon er mer vanlig i rustfritt stål, da det har et beskyttende passivt lag, ved eksponering i sjøvann. Det kan også forekomme gropkorrosjon i lavlegert og bløtt stål ved bakterieinnhold, eller ved opparbeiding av passivt lag ved eksponering for lav korrosiv atmosfære [42, 43]. Eksempler på gropkorrosjon dannet på karbonstål kan sees i Figur 2.14, hentet fra forsøk gjort av Suss [41]. Figuren viser en korttidseksponering av bløtt stål i filtrert og sterilisert sjøvann (b) og naturlig sjøvann fra *in situ* kyst [42]. Forøket viste merkbare forskjeller i renset overflate etter eksponeringstid i tre dager der Figur 2.14 viser eksponering etter syv dager.

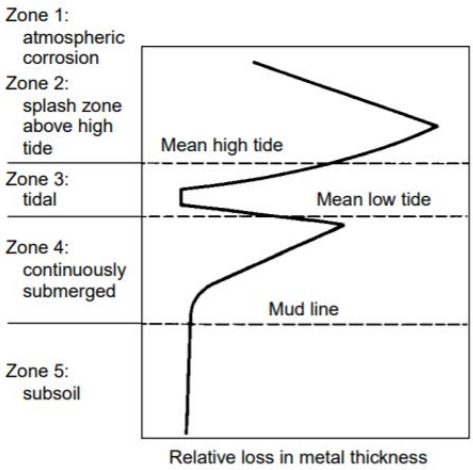


Figur 2.14: Polert renset overflate av bløtt stål eksponert i syv dager for naturlig sjøvann (a), og filtrert, UV-strålet sjøvann (b) [42].

2.3.2.3 Sjøvann som korrosivt miljø og påvirkning på korrosjonsrate

Sjøvann er en akvatisk løsning av ulike salter med hovedinnhold av NaCl [44]. Den grunnleggende kjemiske sammensetningen av sjøvann vil være lik verden rundt, med noen mindre ulikheter fra område til område og etter værforholdene. Marint miljø inkluderer ulike submiljø som åpent hav (åpen sjø), kyst, brakkvann og ulik grad av sedimenter. Variasjon i for eksempel løseligheten av gasser som oksygen og karbondioksid, og ulike grader av organiske elementer og organismer er blant annet med på avgjøre korrosjonsraten til et område [37].
Gjennomsnittlig salinitet til sjøvann ligger på 3,5% [44]. Saliniteten blir beregnet ut ifra konsentrasjonen av Cl-ioner i vann. Økning opp mot 3,5% salinitet vil gi økt konduktivitet i elektrolytten, og dermed øke cellereaksjoner og gi høyere korrosjonsrate [45, 46]. Høyere salinitet enn 3,5% vil gi nedgang i løselighet av oksygen, og dermed nedgang i korrosjonsraten i saltvannsløsningen [46]. En 3,5% NaCl-løsning vil gi maksimal korrosjonsrate [47].

Ulik eksponeringstid i de ulike marine miljøene vil også ha en påvirkning på korrosjonsraten. Strukturer som har periodevis til kontinuerlig eksponering fra marin atmosfære, skvalpesone, tidevannssone, totalt nedsenket og nedsenket i sedimenter i sjøvann vil gi ulike utslag på materialtap som vist i Figur 2.15 [37]. Strømningshastigheten i sjø vil generelt føre til en økning av korrosjonsraten til stål [48]. Den gjennomsnittlige strømningshastigheten hos sjøvann ligger under 0,25 m/s (nominell laminær strømning). Ved en gradvis økning av strømningshastigheten til turbulent strøm vil dette over tid kunne fjerne korrosjonslaget, og eventuelt biofilm som fungerer som en beskyttelse for metalloverflaten. Dette er en av grunnene til at skvalpesonen er en av de sonene som fører til høyt materialtap [37].



Figur 2.15: Illustasjon som viser sammenheng mellom eksponeringssoner av stål i marine miljø og materialtap [37].

Eksponeringsvinkel vil påvirke materialtapet på en prøve [37]. Korrosjonsprodukter på metallet og/eller i omgivelsene deponeres, og vil påvirke korrosjonsraten ulikt [49, 50]. Ved å utsette en bruddflate for ulike vinklinger som 0° (vannrett nedover), 90° (vertikal) og 180° (vannrett oppover), vil korrosjonsprodukter samle seg ulikt på overflaten og dermed øke korrosjonsraten. Økt oppsamling av korrosjonsprodukter kan mulig danne lokale anode og katodeområder, som vil akselerere korrosjonsreaksjonene [51, 52].

Ionekonsentrasjonen til sjøvann er geografisk ulik, men kan generelt deles inn i oseanisk og kystvann. pH i sjøvann er tett knyttet opp imot CO_2- og oksygeninnhold, og ligger på mellom en pH på 7.5 og 8.3 [37]. pH-variasjonen kommer først og fremst av løseligheten av gassene oksygen og karbondioksid. Løselighetene av gassene vil minke ved blant annet økt temperaturer og salinitet[53]. Korrosjonsraten i varierende pH-områder i sjø vil være nokså lik [53].

Temperaturendringer har lenge vært kjent som en parameter som påvirker korrosjon, men først og fremst på bakgrunn av teoretiske tilnærminger og korte eksponeringer for kontrollerte miljø i laboratorium [54]. Temperaturen har innvirkning på kinetikk, oksygenkonsentrasjon, diffusjon, pH og bakterieaktivitet [55, 56]. Korrosjonsprosessen er i hovedsak kinetisk kontrollert, men korrosjonsraten vil dobbles for hver 10°C temperaturen øker. Dersom korrosjonsraten er diffusjonskontrollert (ved mangel på oksygen) vil det kreve en økning på 30°C for å doble korrosjonsraten [57]. Undersøkelser gjort av Mercer og Lumbard [48] ved bruk av kunstig og ikke-kunstig sjøvann viser at korrosjonsraten stiger ved temperaturer over 10°C, for deretter å redusere kraftig når temperaturen nærmer seg kokepunktet. Det er indikasjoner på at starttemperatur ved nedsenking i sjøvann er viktigere enn endring i temperatur i perioden prøven er nedsenket [36, 58].

Flere parametere vil ha en innvirkning på korrosjonsraten til et metall nedsenket i sjøvann (se Tabell 2.1). Disse faktorene har varierende effekt på korrosjonsraten ettersom eksponeringen forlenges.

Tabell 2.1: Faktorer som påvirker korrosjonsraten i sjøvann ved start og over tid. Basert på informasjon hentet fra Seawater Corrosion Handbook [59].

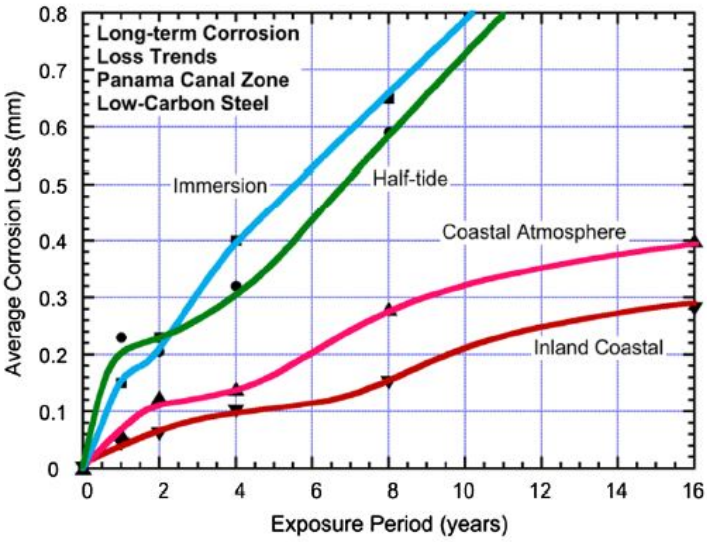
Faktor	**Effekt på korrosjonsrate ved start**	**Effekt på korrosjonsrate over lang tid**
Bakterier	-	Tilsynelatende viktig
Biomasse	-	Ukjent
Oksygentilførsel	Direkte proporsjonal	-
Karbontilførsel	-	Liten innvirkning
Salinitet	Omvendt proporsjonal	-
pH	Ikke viktig	Ikke viktig
Løselighet av karbonat	Ikke viktig	Ikke viktig
Forurensning	Varierende	Varierende
Temperatur	Viktig	Viktig
Trykk	Ikke viktig	Ikke viktig
Suspensjon av partikler	Ikke viktig	Ikke viktig
Bølgende bevegelse	Viktig	Ukjent
Strømning i vannet	Viktig	Ukjent

Det variable kjemiske innholdet i sjøvann, samt oppløste gasser, organisk materiale og organismer har gjort det vanskelig å enkelt simulere forholdene i sjøvann, med tanke på korrosjonstester på laboratoriet [37]. En 3,5% NaCl-løsning blir ofte brukt som et substitutt for sjøvann ved korrosjonstesting på laboratorier. En slik løsning er ofte beskrevet som mer aggressiv mot karbonstål enn naturlig sjøvann [60]. Et forsøk gjort av Møller *et al.* [61] viser at en NaCl-løsning er fire ganger så høy korrosjonsrate på SAE 1006 stål (nedsenket i 21 dager) enn i naturlig sjøvann.

2.3.2.4 Eksponeringstid i sjøvann og innvirkning på korrosjonsraten

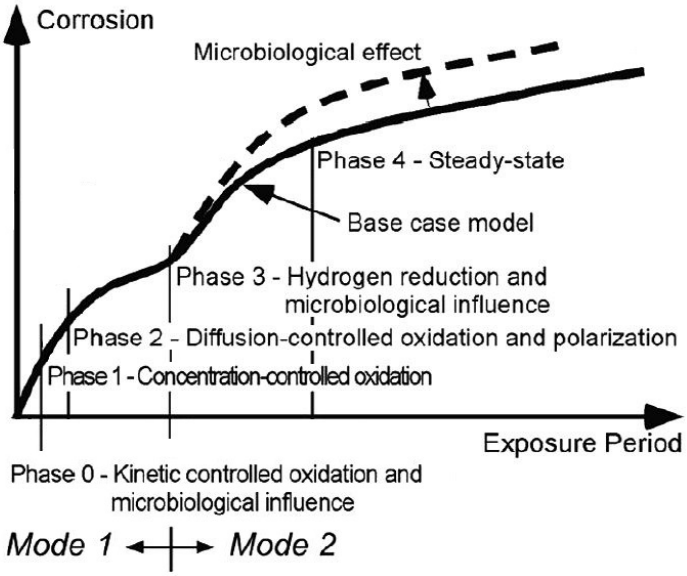
Korrosjon av stål i marint miljø kan betraktes å kun gjennomgå uniformt materialtap på grunn av generell korrosjon, men korrosjon av stål vil også involvere gropkorrosjon. Generell- og gropkorrosjon er to korrosjonstyper som er koblet sammen, men det er kun den generelle korrosjonen som er mulig å måle ut ifra materialtap og dermed for å vurdere korrosjonsrate. En korrosjonsrate har lenge kun implementert materialtap som en lineærfunksjon av tiden. Forskning gjort av blant annet Melcher (Figur 2.16) viser at dette ikke er tilfellet [40].

Figur 2.16 er en idealisering og det må påpekes at ikke alle korroderende overflater vil korrodere på samme vis. Ulike prøver vil ha forskjellige overganger mellom fasene og kan overlappe og variere i varighet [42]. Figur 2.16 viser at korrosjonsraten av lavkarbonstål i ulike marine miljøer ikke utvikler seg lineært, men heller kurvelineært. Figuren viser at det kun er ved lang eksponeringstid (t>8 år) en kan betrakte korrosjonsraten som lineær.



Figur 2.16: Graf over materialtap for lavkarbonsstål på grunn av korrosjon i fire ulike miljø: neddykket, tidevannssone, kystatmosfære og fastlands kystatmosfære [40].

Melcher utarbeidet en bimodusmodell (Figur 2.17), som viser korrosjonsrate sammen med de fem dominerende mekanismene for korrosjon som funksjon av tiden. Denne modellen ble i hovedsak dannet for lavlegert stål neddykket i naturlig kystsjøvann [36]. Tabell 2.2 viser de ulike drivende korrosjonsmekanismene i hver fase.



Figur 2.17: Bimodusmodellen viser utviklingen av korrosjonsraten og korrosjonsmekanismer for lavlegert stål eksponert for marint miljø. Korrosjonsraten kan ikke regnes som lineær før fase 4. Stiplet linje viser den lineære langtidseksponerte trenden med mikrobiologisk påvirkning [40].

Bimodusmodelen består av fem faser assosiert med ulike mekanismer som kontrollerer korrosjonsraten, vist i Tabell 2.2. Den første fasen (fase 0) er den anodiske reaksjonen og skjer hurtig. Reaksjonsraten vil i hovedsak avhenge av elektronenes evne til å absorberes av katodereaksjonen. Katodereaksjonen vil bygge seg opp ettersom eksponeringen øker på grunn av enkelte parametere som; elektropotensialet, diffusjonsrate, katodearealet og resistiviteten i materialet.

Begrensningen til korrosjonsraten i modus 1 (fase 0-2) er oksygendiffusjonen inn mot metallet. I modus 2 (fase 3-4) er det dannet et lag med rust på overflaten som hindrer hydrogendiffusjonen bort fra metalloverflaten [42]. I denne modusen er det i hovedsak punktkorrosjon som vil være drivende korrosjonstype. Punktkorrosjon kan være kritisk dersom komponenten allerede er svekket av materialtap. Det er viktig å merke seg at korrosjonsprosessene som kontrollerer korrosjonshastigheten tidlig i prosessen ikke er den samme som kontrollerer korrosjon ved lang eksponering [40].

Tabell 2.2: Drivende korrosjonsmekanismer som følge av bimodusmodellen Fig. 2.17. Modus 1 (fase 0-2) begrenses av oksygendiffusjon inn i metallet. Modus 2 (fase 3-4) begrenses av hydrogendiffusjon bort fra metallet [40].

Modus	Fase	Drivende korrosjonsmekanismer	Reaksjon
1	0	Den anodiske reaksjonen (kinetisk kontrollert oksidasjon av stål og små mikrobiologiske påvirkninger)	$\mathrm{Fe} \longrightarrow Fe^{2+} + 2e^-$
1	1	Oksygendiffusjon fra vann (konsentrasjonskontrollert oksidasjon)	$O_2 + 2H_2\mathrm{O} + 4e^- \longrightarrow 4OH^-$
1	2	Oksygendiffusjon gjennom rust (diffusjonskontrollert oksidasjon og polarisering)	$O_2 + 2H_2\mathrm{O} + 4e^- \longrightarrow 4OH^-$
2	3	Hydrogendiffusjon gjennom rust (hydrogenreduksjon og mulig mikrobiologisk påvirkning)	$2H_2\mathrm{O} + 2e^- \longrightarrow H_2\uparrow + 4OH^-$
2	4	Stabil hydrogendiffusjon	$2H_2\mathrm{O} + 2e^- \longrightarrow H_2\uparrow + 4OH^-$

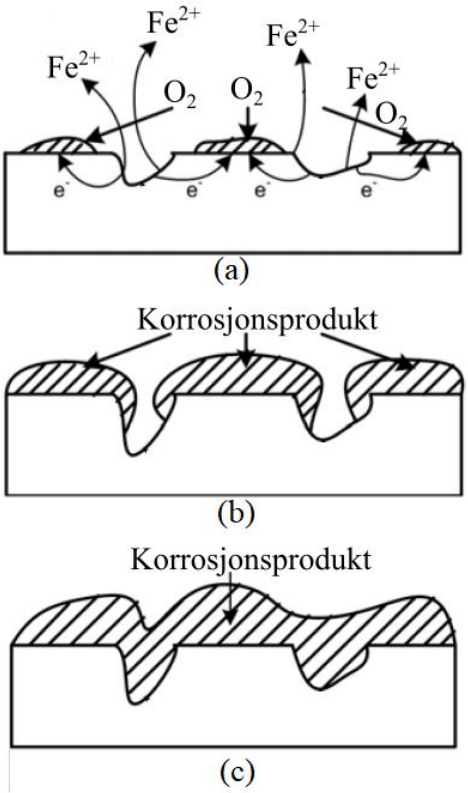
2.3.2.5 Effekten av overflateruhet på korrosjonsrate

Mikroskopiske og makroskopiske merker er viktige faktorer når det kommer til degradering og oppførselen til metall utsatt for korrosjon. I makroskala vil ruheten til en prøve betegnes som den generelle topografien til en bruddflate. I en mikroskala vil ruheten komme av mikromønster, defekter, porøsitet, faser og andre faktorer som påvirker overflateegenskapene til et brudd [25]. Overflateruheten kan karakteriseres ut ifra tekstur eller høydeforskjell [62].

Den elektrokjemiske påvirkningen av overflateruhet er avhengig av ulike kjemiske, fysiske og mekaniske faktorer. Slitasje av en metalloverflate avhenger av materialegenskaper, belastning, overflateforhold og miljø [25]. Slitasje som følge av korrosjon er en komplisert prosess som involverer både kjemiske og mekaniske prosesser, og fører til endringer i overflateruhet og deformasjoner (dislokasjoner og endringer i gitterstrukturer) [29]. Dannelsen av et brudd fører til ulik deformasjon av basemetall og ulike topografier. Deformasjonen kan være elastisk, plastisk eller en blanding av elastisk og plastisk. Deformasjonen avhenger av overflateruhet og styrken til materialet [25]. Effekten av deformasjon på korrosjonsmotstand av rustfritt stål viser at korrosjonshastigheten økte ved økt belastning og deformasjon, og kompresjonsdeformasjon øker korrosjonsmotstanden hos karbonstål [63, 64].

Effekten av overflateruhet og korrosjonshastighet kan knyttes opp mot morfologien til en bruddflate. En bruddflate vil ha en høy overflateruhet og dermed en høy ruhetsfaktor. Korrosjonstester ved nedsenking i sjøvann har vist ulike resultater når det kommer til effekten av ruhet på prøver. Kontaktarealet mellom det korrosive mediet og metallet vil øke med økt overflateruhet. I topografiske "daler" vil økt tilgang til elektroner føre til økt potensial i motsetning til topper og rivninger [65]. Forskning gjort av Park *et al.* [66] viser samme tendens for karbonstål utsatt for syntetisk grunnvann der topper får akselerert korrosjonshastigheten i motsetning til topografiske daler. Park *et al.* konkluderer med at større høydeforskjell vil føre til ujevnt potensial og dermed gi større korrosjonshastighet. I tillegg har korrosjonsprodukter og andre forurensninger

en tendens til å hekte seg fast i grove overflater. Dette fører til større permeabilitet og korrosjonshastighet [67]. Figur 2.18 viser en illustrasjon av utbredelsen av korrosjon på en overflate med topografisk.



Figur 2.18: Illustrasjon av korrosjon en på overflate med topografi. *(a)* Korrosjonen initieres på et lite lokalisert område, *(b)* korrosjonsproduktet akkumulerer seg og spres på overflaten, *(c)* korrosjonsproduktet dekker hele overflaten

Lang eksponeringstid i tropisk sjøvann (27,6°C) gjort på etset, maskinert og ubehandlet varmevalset bløtt stål av Forgeson *et al.* [68] viste et litt større materialtap ved rengjort etset prøve, og dermed lite korrelasjon mellom overflateruhet. Eksperiment med lang eksponeringstid i relativt kaldt sjøvann i Barentshavet (4°C) utført av Koshelev og Rozenfeld [69] viste sammenheng mellom materialtap og ulik overflatefinish, der etset og valset hadde størst materialtap. Forsøkene over viser en sammenheng mellom temperatur og overflateruhet. Effekten av overflateruhet på korrosjon er relativt liten ved eksponering for varmt sjøvann, men vil gi større utslag i kaldere sjøvann. Forsøk senere gjort av Melchers og Jeffery [70] på bløtt stål viser at ruheten har størst effekt de første par ukene av eksponering, og at større grad av ruhet vil gi høyere grad av korrosjon tidlig i eksponeringen. Syrebehandlede overflater med relativt lav ruhet gav også høyt utslag på korrosjon tidlig i eksponeringen, men forskjellen minket med økt lengde på eksponeringen (ca. tre måneder). Etter eksponering i sjøvann over tre måneder vil effekten av overflateruhet på korrosjon være samme for alle grader av ruhet [70].

2.3.3 Nedsenket korrosjonstest

En nedsenket korrosjonstest er den mest brukte testen for å evaluere korrosjon av et metall i en elektrolytt. Dersom korrosjonstesten skal benyttes er det ulike faktorer som må tas i betraktning. Elektrolyttens komposisjon kan endres som et resultat av reaksjon med prøvene. Dette kan avverges ved å skifte elektrolytt underveis i korrosjonstesten eller overholde minimumskravet for

prøveareal per mengde elektrolytt. Korrosjonsprodukter fra prøver i samme løsning kan påvirke korrosjonsraten til andre prøver. Komposisjonen til prøvene utsatt for samme elektrolytt bør ha samme komposisjon for å unngå ukontrollerte reaksjoner og endring i miljø. Temperaturen til løsningen bør ikke overgå +/- 1°C gjennom testing av prøve for å sikre likt miljø for alle prøver. Tilsetning av luft vil føre til økt korrosjon av prøvene [71].

2.4 Rensing av korrosjon på prøver

Korrosjonsprodukter og andre belegg er et problem ved undersøkelser av brudd i stål. Korrosjonsproduktene kan dekke over bruddflaten slik at man ikke kan gjenkjenne eller se bruddmønsteret tilstrekkelig for en god analyse. Det er dermed ønskelig å fjerne belegget på overflaten på en skånsom måte uten å skade de fraktografiske mønstrene, før man starter med en bruddanalyse [72].

Valg av rensemetode avhenger av hvor kraftig korrosjonsangrepet er. Ved lett rusting på overflaten kan det i noen tilfeller benyttes enkel mekanisk rensing. Der det er større mengder og mer heftet korrosjon vil rensing med ulike løsemidler og etsning kunne være en bedre løsning. De vanligste rensemetodene som brukes for bruddflater fra minst til mest aggressive angrep er:

- Trykkluft og børstning
- Rensing med organiske løsemidler
- Rensing med vann-baserte rensemidler
- Katodisk rensing
- Kjemisk etsning

2.4.1 Rensing ved bruk av ultralydbad

Ultralydbad utnytter høyfrekvente lydbølger for å fjerne forurensninger og urenheter fra overflater neddykket i en væske. Spekteret av lydbølger som kan brukes er fra 15 kHz til 400 kHz, der en typisk bruksfrekvens er rundt 40 kHz. Rensing med ultralydbølger er sterk nok til å fjerne røffere forurensninger, og likevel ømfintlig nok til å ikke skade overflaten. Rensing i ultralydbad kan regnes som mekanisk rensing av overflater da man utnytter kavitasjon [73].

Ved kavitasjon dannes det mikroskopiske bobler som vokser på grunn av alternerende trykkbølger i løsningen. Når boblene utsettes for det alternerende trykket over lenger tid vokser de til de når resonans-størrelsen, og har da stor mengde energi. Når boblene når denne størrelsen imploderer de og utløser energien som er bygd opp. Trykket inni en boble kan være ekstremt høyt, opp mot 500 atm. På grunn av den lille størrelsen og den relativt høye energimengden klarer væsken å trenge inn i små groper og sprekker. Dette gjør at man ved rensing i ultralydbad kan fjerne forurensninger i de mest utilgjengelige steder på overflaten [73].

Et ultralydbad bruker en transduser til å produsere resonansfrekvensen. En høyfrekvent elektrisk generator får transduseren til å vibrere, som igjen er koblet til en membran. Membranen er i kontakt med væsken som gjør at ultralydbølgene går gjennom væsken. Resonansfrekvensen bestemmer størrelsen og energien til kavitasjonsboblene. Vanlig frekvens for transdusere som brukes til rensing er mellom 20 til 80 kHz. Ved lavere frekvenser dannes det større bobler med høyere energi som kan gjøre større skade på materialet som renses [73].

Ultralydbad kan ofte opereres på høyere temperaturer enn romtemperatur, og produseres ofte

med varmesystem som går opp mot 85°C. Det gjelder for rensemidler der produsenten anbefaler en høyere operasjonstemperatur for å få løst rensemiddelet med et bedre renseresultat. Varmen påvirker ultralydprosessen på tre ulike måter; rensemidlene blir mer effektive, oppløst gass fjernes enklere, og man får redusert viskositet. Varmere væsker er mindre viskøse, og ved lavere viskositet oppnår man mer effektiv kavitasjon [74].

2.4.2 Rensing med vannbaserte rensemidler

Vannbaserte rensemidler brukes som regel for rensing i et ultralydbad. De er effektive mot fjerning av rester og avsetninger på bruddflater, og vil ved riktige konsentrasjoner og eksponeringstider ikke skade overflaten [72]. En av de mest brukte vann-baserte rensemidlene, som også har vist seg svært effektiv til rensing av jern- og aluminiumslegeringer, er Alconox. I Metals Handbook anbefales en løsning på 15 g Alconox per 350 ml, der løsningen varmes til 95 grader celsius i et ultralydbad [72]. Bruddflaten skal være totalt nedsunket og eksponert i omtrent 30 minutter. Etter rensing skal bruddflaten renses i vann, alkohol og lufttørkes. Det er viktig at man renser prøver som er utsatt for vannbaserte rensemidler i vann etter rensing for å unngå krystallisering av rensemidler på prøvene [72].

2.4.2.1 Alconox

Alconox er et rensemiddel som benyttes til vasking av blant annet laboratorieutstyr, medisinsk utstyr og annet utstyr som er essensielt å holde rent og sterilt. Alconox er anionisk og består i hovedsak av en homogen blanding av lineært natrium alkylarylsulfonat, alkoholsulfat, fosfater og karbonater. Anbefalt løsningsmengde til vasking av utstyr er 10 gram per liter. Det kan også brukes høyere konsentrasjoner ved rensing av korrosjonsprodukter på overflater [75].

Et eksperiment utført i 1984 av R.S. Vecchio og R.W. Hertzberg for ASTM [76] så på virkningen av Alconox på bruddoverflater ved rensing av korrosjon. Eksperimentet ble utført på ASTM A36 stål (et vanlig konstruksjonsstål med ca. 1 wt% mangan). Bruddoverflaten ble neddykket i en Alconox løsning (15 g Alconox per 350 ml vann) i ultralydbad på 90°C. Målet med studiet var å undersøke effektiviteten av renseprosedyren som er anbefalt av Zipp i Preparing and Preservation of Fracture Surfaces i ASM Metals Handbook Volum 12 [72]. Bruddflatene ble utsatt for korrosiv atmosfære med 5% saltvann ved 100 grader i to timer og så i luft med luftfuktighet på 60% i 48 timer. De ble så renset ved to ulike eksponeringstider i Alconox, 15 og 30 min [76]. Resultatet viste at rensing i Alconox fjernet det mest tettsittende av oksidasjons- og korrosjonsprodukter, men samtidig kunne resultere i etsning av overflaten. Denne degraderingen kunne komplisere tolkningen av særlig enkelte utmattingsskadede områder. Det ble konkludert at identifisering av skademekanismer kunne være vanskelig og upålitelig ved undersøkelse av en korrodert utmattingsbruddflate. Etter 15 minutter rensing i Alconox var det kun moderat degradering av overflaten, og ingen perlittstruktur var framtredende. Etter 30 minutters rensing var perlittstrukturen mer fremtredende og overflaten var betydelig mer degradert. Som resultat av dette ble det konkludert med at rensing av bruddflater for fraktografiske undersøkelser bør begrenses til 15 minutters eksponering i Alconox [76].

En studie utført av R.W. Hertzberg for ASTM i 1987 med samme parametere konkluderer med at en prøve ikke skal være eksponert i Alconox-løsning for mer enn 15 til 30 minutter for unngå kjemiske angrep og etsning av bruddoverflaten [77].

2.4.3 Rensing ved hjelp av kjemisk etsning

Ved kraftige korrosjonsangrep brukes kjemisk etsning med milde syrer for å rense overflaten. Faren ved kjemisk etsning er at det involverer mulige kjemiske angrep mot bruddoverflaten.

Det anbefales derfor at det tilsettes korrosjonsinhibitor til løsningene som brukes for å kunne begrense angrepet mot basemetallet. Selve rensingen foregår i ultralydbad og det kan også i enkelte tilfeller være nødvendig å varme opp løsningen [72].

2.4.3.1 Etsing med inhibert saltsyre

For rensing av jernholdige bruddflater har etsing med inhibert saltsyre vist seg å være effektivt. Metals Handbook anbefaler at prøvene neddykkes noen minutter i en 6 M saltsyreløsning som er tilsatt 2 g/L heksametylentetramin [72].

Ved bruk av ren saltsyre vil man fjerne både korrosjonsprodukt og basemetall. Når man utsetter en rustet jern- eller stålflate for saltsyre vil syren reagere med både det oksiderte (Fe_2O_3) og det metalliske (Fe) jernet. Man vil da få dannet jernklorider, både $FeCl_2$ og $FeCl_3$ [78]. Ved tilsetning av inhibitor vil man begrense angrepet fra HCl mot basemetallet. Heksametylenamin (metenamin) er en organisk korrosjonsinhibitor som har vist seg effektiv til beskyttelse av ståloverflater som utsettes for HCl. Inhibitoren absorberes spontant av ståloverflaten og vil være mer effektiv desto høyere konsentrasjonen av inhibitor og temperaturen i løsningen er. Absorberingen av inhibitor på korrosjonsproduktene er minimal i forhold til basemetallet. Dette fører til at man vil kunne beskytte basemetallet samtidig som man fjerner korrosjonen [79].

Effekten av inhibert saltsyre på bruddflater ved ulike rensetider har også blitt utført av Stork Climax Research Services i 2007. Her ble bruddflater med både grove og små trekk undersøkt. Stålet som ble benyttet var et AISI H13 stål. Dette er et stål som er tilsatt omtrent 5 wt% krom og 1,3 wt% molybden. Bruddflaten ble utsatt for korrosivt miljø i 24 timer. Eksperimentet brukte ASM Metals Handbooks anbefalinger som referanse og det ble brukt en 6 M saltsyreløsning med 2 g/L metenamin. Resultatene viste at ved undersøkelse med høy forstørrelse ville en minuttseksponert bruddoverflate bli kraftig degradert, og økende degradering med forlenget rensetid. Det konkluderes dermed med at man bør begrense rensetiden så mye som mulig, særlig om man skal analysere ved høy forstørrelse. Det anbefales at rensetiden ikke overstiger 15 sekunder. For rensing av flater som skal analyseres ved lav forstørring er rensetiden mindre kritisk, men bør fortsatt begrenses maksimalt [80].

Resultatene viste også at mesteparten av korrosjonen forsvant etter noen sekunder. En del var fortsatt festet til stålet, men ville ikke løses opp ved kortere eksponering. For å få fjernet mer tettsittende korrosjon ville man degradere bruddoverflaten ytterligere [80].

2.4.4 Andre utførte forsøk

2.4.4.1 "The Examination of corroded fracture surface in the scanning electron microscope" av Lane og Ellis

Et forsøk utført i 1971 av Lane og Ellis så på effekten av korrosjon og smuss på sprø, duktile og utmattingsbruddflater [81]. To korrosjonstester ble utført på prøver av ND2 stål og 0.37% karbonstål. Eksponering i korrosiv atmosfære med høy fuktighet og temperatur i syv dager gav lett, oransje rust på bruddflatene. Eksponering i korrosiv atmosfære, samt en vannfilm på bruddflaten gav mørkebrune og svarte belegg. Det ble funnet at den mest effektive rensemetoden var inhibert saltsyre med heksametylentetramin. Dette forsøket baserte seg på undersøkelser gjort av Leiris *et al.* [82]. Eksponeringstiden anbefalt av Lane og Ellis avhenger av omfanget rust, og varierer fra neddykking i 1-15 min med lett børstning eller korte perioder på 5 sekunder i ultralydbad som hjelp. Eksponering over tiden det tok å fjerne rust fra overflaten, viste liten effekt på basemetallet. Det må bemerkes at ved behov av lang eksponering i rensemiddel på grunn av korrosjonsmengde kan basemetallet etses slik at mikrostrukturen blir synlig.

Lett oransje korrosjon og rensing i inhibert saltsyre gav liten degradering av mønster på bruddflaten med delvis tap av striasjoner på utmattingsbruddflaten. De duktile bruddflatene hadde best ivaretatt mønster. Bruddflater med mørkebrunt til svart belegg resulterte i fullstendig tildekket mønster. Renset bruddflate viste fullstendig tap av det fraktografiske mønsteret. Det var ingen sammenheng mellom utmattingsbruddflatens mønster før korrosjon og etter rensing. Det konkluderes med at bruddflater utsatt for kraftig korrosjon undersøkes for områder som har blitt mindre eksponert for å gjøre identifisering mulig [81].

3 Material og metode

Hensikten med det eksperimentelle arbeidet var å finne virkningen av korrosjon på bruddflatene til duktile- og utmattingsbrudd, samt virkning av ulike rensemiddel til fjerning av korrosjonsprodukter. Det ble brukt tre ulike rensemetoder; Alconox, 10% og 20% HCl. Bruddflatene ble eksponert for korrosivt miljø ved tre ulike eksponeringstider; 1 døgn, 1 uke og 1 måned. Polerte overflater ble også testet og brukt som referanse ved samme tider i korrosivt miljø og rensemiddel. Før korrosjonstestene ble det gjennomført en test av rensemidlene på ukorroderte polerte overflater, og duktile- og utmattingsbruddflater for å se på virkningen av rensemidlene på basemetallet. Dette ble også utført for å se på virkningen av eventuell overeksponering i rensemidlene.

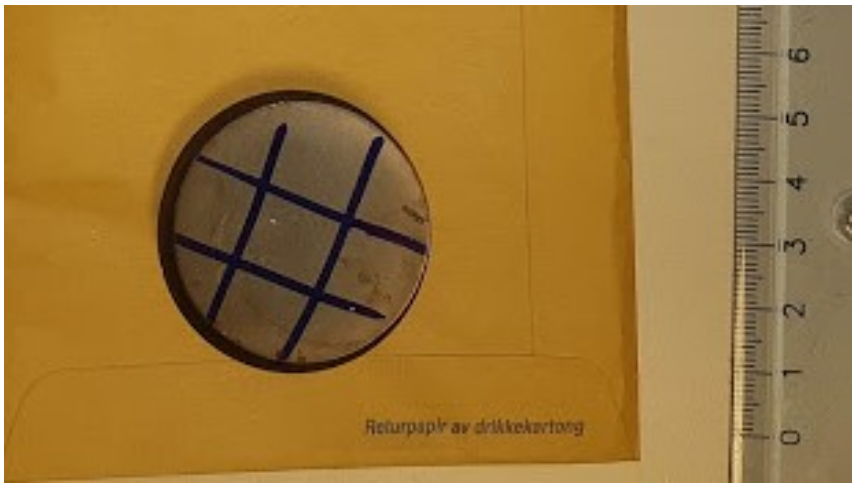
Dette kapittelet beskriver utstyr, materialer og kjemikalier som ble brukt under laboratoriearbeidet. Her blir videre gitt en presentasjon av metoder og standarder benyttet i det eksperimentelle arbeidet, og oppsett og gjennomføring av korrosjonstest og rensing.

3.1 Material

Polerte prøver, duktile- og utmattingsbrudd ble tilsendt fra oppdragsgiver, DNV GL Høvik. Det ble utført EDS-analyser av prøvene. Resultatene fra EDS-analysene er presentert i Vedlegg A.

3.1.1 Polerte prøver - material og EDS-analyse

Polert prøve tilsendt fra oppdragsgiver er vist i Figur 3.1. EDS-analysen av den polerte prøven viste et krominnhold på 1,1 wt% og et manganinnhold på 0,8 wt%.



Figur 3.1: Polert stålprøve (1,1 wt% Cr og 0,8 wt% Mn). Markeringene med tusj viser hvor prøven ble kuttet opp.

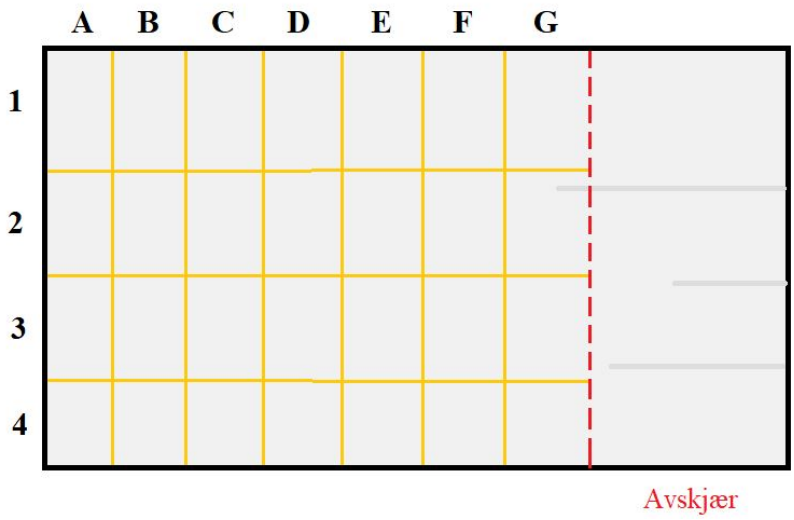
3.1.2 Duktile brudd - material og EDS-analyse

De duktile bruddflatene antas å være fra Charpy-tester. Det ble utført EDS-analyse på stikkprøver av de duktile bruddene. De duktile prøvene hadde ingen store konsentrasjoner av legeringselementer. Resultatene fra analysen viste 1,1 wt% krom, 0,7 wt% mangan og 0,5 wt% molybden. Den kjemiske sammensetningen til de duktile prøvene er bygget på en antakelse om at bruddtypene har lik sammensetning.

3.1.3 Utmattingsbrudd - material og EDS-analyse

EDS-analyse ble utført på utmattingsbruddet for å sjekke kjemisk komposisjon. Resultatene fra EDS-analysen viste et stål med 1,4 wt% mangan. Ingen andre legeringselementer kunne bestemmes med stor sikkerhet. Utmattingsbruddet, som vist i Figur 3.2, ble kuttet opp i mindre seksjoner før korrosjonstesting (Fig. 3.3).

Figur 3.2: Utmattingsbruddet av stål (1,4 wt% Mn) som ble tilsendt fra DNV GL. Prøven var en del av et større brudd.



Figur 3.3: Illustrasjon av utmattingsbruddet. Rød stiplet linje viser avskjær som ikke ble benyttet. Gule linjer viser seksjoneringen med tilhørende markeringer

3.1.4 Utstyr og kjemikalier

Utstyr som ble brukt i det eksperimentelle arbeidet er presentert i Tabell 3.1.

Tabell 3.1: Oversikt over utstyr og kjemikalier benyttet i det eksperimentelle arbeidet.

Utstyr	**Kjemikalier**
SEM - JEOL Neoscope JCM-6000	HCl (saltsyre) - 10 wt% (2,7 M) - 20 wt% (6,9 M)
Optisk mikroskop - Nikon SMZ800N	Alconox
Ultralydbad - Transsonic T 700/H (med varme) 35kHz - VWR USC 200 T 45kHz	Inhibitor - Metenamin (Heksametylentetramin)
Sag - Struers Labotom-5	Alkohol til rensing - Etanol (96%) - Isopropanol (99,5%)
Tørkemaskin - Struers Drybox	Trykkluft

3.2 Preparering av prøver

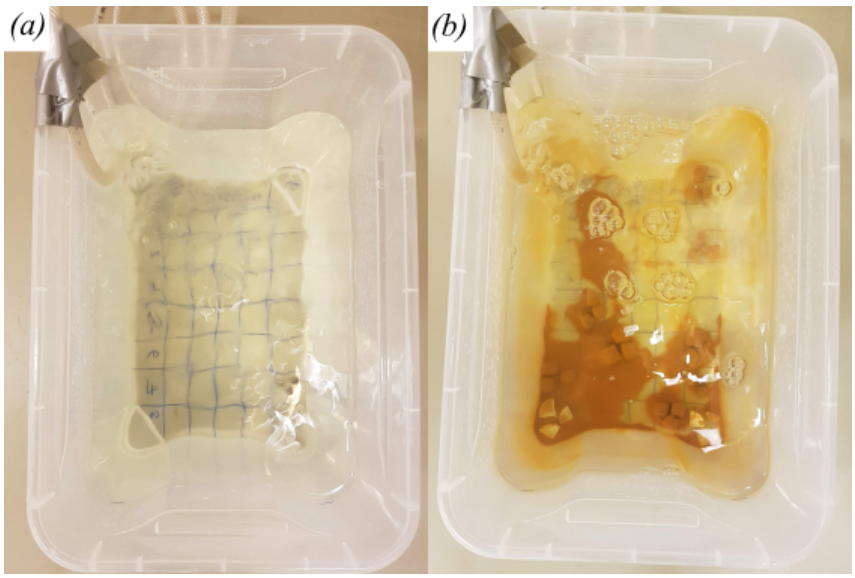
Polerte og utmattingsprøver ble kuttet til passende størrelse ved bruk av Struers Labotom-5 manuell sirkelsag. De ble deretter skylt i destillert vann og etanol/isopropanol for å rengjøre og hindre ukontrollert korrosjon. Prøvene ble tørket i Struers Drybox i noen minutter til de var tilstrekkelig tørre, slik at bruddflatene kunne bli dokumentert i stereomikroskop og SEM.

Prøvene ble markert for å enklere finne tilbake til samme område på overflaten etter korrosjonstest og rensing. De polerte overflatene ble markert med en rett linje tvers over overflaten med en skalpell for deretter på markere to vertikale linjer for å danne to kryss. De duktile- og utmattingsbruddene ble markert ved å danne to merker med meisel på hver kant, og med en syl i midten av prøven. Illustrasjoner av markeringer på de ulike prøvene og metode for utførelse i SEM er beskrevet i Vedlegg C.

3.3 Korrosjonstest

Bruddflatene ble utsatt for et korrosivt miljø ved tre ulike eksponeringstider; ett døgn, en uke og en måned. Dette ble gjort ved total neddykking i 3,5% NaCl saltvannsløsning for å undersøke korrosjonsoppførsel og degradering av bruddflatene. Saltvannsløsningen preparert med springvann. Minimumsmengden mellom løsningsvolum og overflateareal var på 0,20 ml/mm^2 (ASTM G31) [83]. Gjennomsnittlig overflateareal for hver prøve ble målt til 1320 mm^2. Maksimal kapasitet gav mulighet for minst 36 parallelle tester neddykket samtidig, noe som tilsvarer et totalt løsningsvolum på 9504 ml. Det ble benyttet et løsningsvolum på 12 liter slik at dette var godt innenfor minimumskravet.

Figur 3.4 viser oppsettet av korrosjonstesten før (Fig. 3.4*(a)*) og under (Fig. 3.4*(b)*) utføring. Bruddflatene ble eksponert horisontalt i korrosjonstesten (Fig. 3.4 *(b)*). Trykkluft ble koblet opp for å få sirkulasjon i karet. Luftstrømning på trykkluften ble målt til å være 4000 ml/min. Trykkluftslangen ble koblet til det ene hjørnet i karet (Fig.3.4). Ved oppstart ble temperatur og pH målt til å være 18°C og 8,15.



Figur 3.4: Oppsett av korrosjonstesten. Saltvannsbadet (3.5% NaCl, 18°C og pH 8,15) før korrosjonstest *(a)* og etter to uker *(b)*.

Under korrosjonstesten ble vannmengden ivaretatt ved regelmessig utbytting for å holde andelen jernioner i løsningen nede, samt erstatte vann tapt i fordamping. Dette ble gjort for å kunne simulere et miljø der man vil ha sirkulasjon på vannet, og for å unngå store miljøendringer. Det ble lagt lokk på korrosjonstesten for å minimere fordampningen.

I korrosjonstesten ble det eksponert tre prøver av hver bruddtype for hver eksponeringstid. I Vedlegg B er det presentert en komplett oversikt over antall prøver, korrosjonseksponeringer og rensetider.

3.4 Korrosjonsfjerning

Etter korrosjonstesten ble bruddflatene renset for korrosjon ved bruk av tre ulike rensemiddel; Alconox, og 10 og 20% inhibert HCl. All rensing foregikk i ultralydbad, der kun rensingen med Alconox ble utført i ultralydbad med varme. Etter eksponering i rensemiddel ble prøvene renset i ultralydbad (2 minutter), først med vann og deretter med etanol/ isopropanol. Prosedyre for rensing ble utarbeidet fra ASTM standard G131 - Standard Practice for Cleaning of Materials and Components by Ultrasonic Techniques [84]. To ulike ultralydbad ble brukt, ett med mulighet for oppvarming og frekvens på 35 kHz (Transsonic T 700/H), og ett uten varme med frekvens på 45 kHz (VWR USC 200 T).

3.4.1 Kjemikalier

3.4.1.1 Alconox

Løsningskonsentrasjonen for Alconox hentet fra ASM Metals Handbook [72], der det anbefales å bruke 15 gram per 350 ml og at rensingen foregår ved 95°C. Tilgjengelig ultralydbad ga en begrensning på 80°C, men dette ble vurdert til å være tilstrekkelig da det var ved en konstant temperatur opp mot anbefaling. Til rensing med Alconox ble det benyttet et løsningsvolum på 200 ml. Anbefalt eksponeringstid i Alconox er maksimalt 30 min [72]. Korrosjonsprodukter som ikke er fjernet etter en 30 minutters eksponering vil ikke kunne fjernes vesentlig mer ved lengre eksponering [72]. I forkant av rensing av korroderte bruddflater ble Alconox testet på polerte prøver i 15 og 30 minutters eksponering. Som resultat av dette ble det besluttet at prøvene skulle tas ut hvert 5. minutt for undersøkelse.

3.4.1.2 Inhibert saltsyre

Det ble benyttet 10% og 20% saltsyre. Saltsyreløsningene ble tilsatt inhibitor for å verne om basemetallet. Inhibitoren som ble benyttet var heksametylentetramin (metenamin). Metals Handbok anbefaler 2 g/l metenamin for 6 M HCl-løsninger på [72]. Det ble benyttet løsninger på 200 ml for begge saltsyrekonsentrasjonene. Begge løsningene ble tilsatt 0,4 g inhibitor.

I forkant av rensing av korroderte bruddflater ble 1 og 10 minutters etsetid testet. På bakgrunn av resultatene ble det bestemt at rensing med saltsyre i ultralydbad skulle begrenses til 1 minutt for å hindre etsning av basemetall. Prøvene ble da tatt bilde av i stereomikroskop og SEM.

3.5 Dokumentasjon

Bruddflatene ble dokumentert ved bruk av stereomikroskop og SEM. Stereomikroskopet ble brukt for å gi oversiktsbilder av bruddflaten og makromønster. SEM ble brukt for mikroskopiske undersøkelser av bruddflatene. I Vedlegg C er det skissert hvordan markeringen er utført og hvordan bildene er tatt i SEM ved de ulike forstørrelsene.

3.5.1 Stereomikroskop

Mellom hvert ledd i prosessen ble prøvene skylt i etanol og fotografert i stereomikroskop, modell Nikon SMZ800N. Dette var for å gi oversiktsbilder og for å se makroskopiske endringer i bruddflatene mellom hvert steg. Det ble kun benyttet forstørrelse gange 1 (x1) ved fotografering i stereomikroskopet. Det ble også tatt bilde av prøvene med mobilkamera før og etter korrosjonseksponering.

3.5.2 SEM

Det ble brukt en SEM av merket JEOL Neoscope JCM-6000 til forsøket. Det ble tatt bilder av prøvene før og etter eksponering i korrosivt miljø, og etter rensing av korrosjon. Det ble tatt bilder på samme sted på overflaten i hvert steg i prosessen for å kunne gi et best mulig sammenlikningsgrunnlag. Sideflatene av prøvene var markert slik at de ble plassert likt i prøvekammeret hver gang. Prøvene ble markert med et lite hull lagd med syl eller stripe med laget med skalpell for å enklere navigere seg tilbake til samme sted ved undersøkelse i mikroskop. Bildene ble tatt på begge sider av markeringen på prøven.

4 Resultat

I denne oppgaven ble det utført to forsøk. Det første forsøket ble utført for å undersøke effekten av rensemidlene Alconox (15 min), 10% og 20% inhibert HCl (1 min) på ikke-korroderte bruddflater. Det andre forsøket ble utført for å undersøke effekten av korrosjon på mikromønstrene i duktil og utmattingsbrudd, samt polerte prøver. Prøvene ble eksponert i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning i tre ulike eksponeringstider (ett døgn, en uke, en måned), og deretter renset med tre ulike rensemiddel (Alconox, 10 og 20% HCL). Det ble tatt bilder av prøvene i stereomikroskop og SEM før og etter korrosjon, samt etter rensing. Først presenteres resultatene fra test av rensemidlene uten korrosjon. Deretter presenteres resultatene fra korrosjonstest og rensing av bruddflatene. Kapittelet er delt inn etter bruddtype og eksponeringstid i korrosjonstesten.

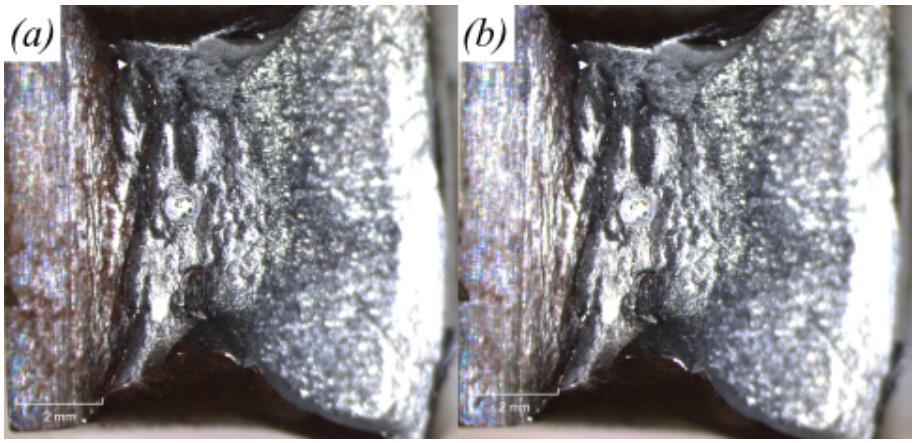
4.1 Test av rensemiddel på ikke-korroderte bruddflater

Dette delkapittelet viser resultater fra testing av rensemidlene; Alconox (15 min), 10% og 20% inhibert HCl (1 min) på ikke-korroderte duktile og utmattingsbruddflater.

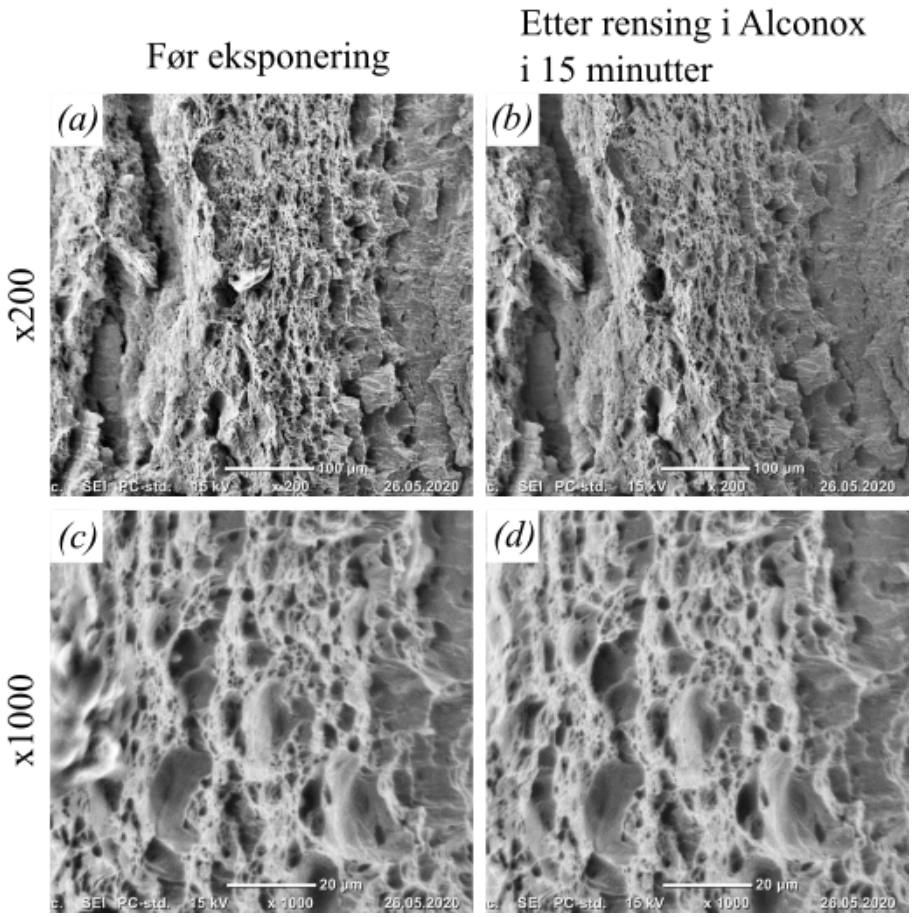
4.1.1 Rensing av ikke-korroderte duktile bruddflater

4.1.1.1 Ikke-korrodert duktil bruddflate: Alconox (15 min)

Figurene 4.1-4.2 viser henholdsvis stereomikroskopbilde og SEM tatt av duktil bruddflate før og etter rensing med Alconox (15 min). Det ble ikke observert nevneverdig endring i makroskopisk topografi (Fig. 4.1) etter rensing. Dimpler og rivninger observert i SEM (x1000 og x200) var intakte før og etter rensing. Støv og løst metall som ble observert før rensing ble ikke observert etter rensing.



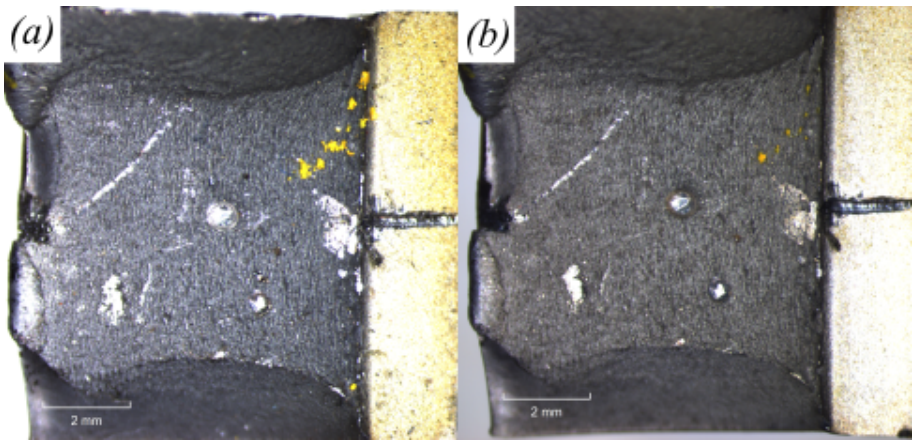
Figur 4.1: Stereomikroskopbilde av ikke-korrodert duktil bruddflate før rensing *(a)* og etter rensing i Alconox i 15 minutter *(b)*. Det ble ikke observert nevneverdig endring i makroskopisk topografi før og etter rensing.



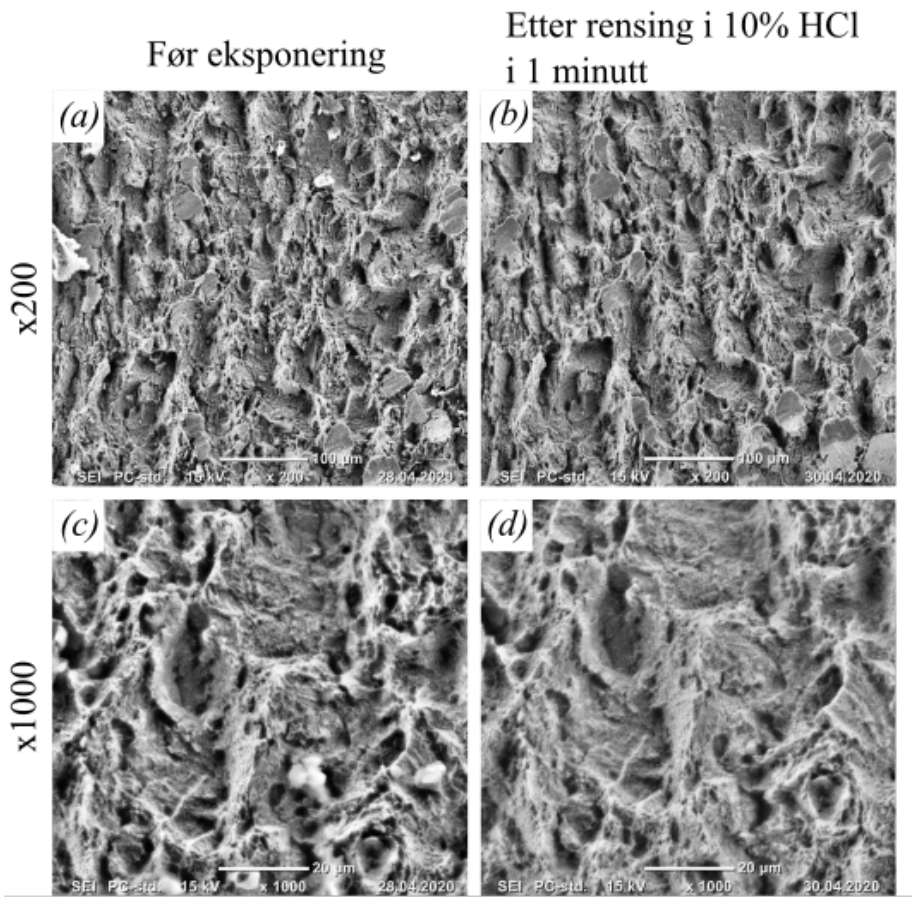
Figur 4.2: SEM av ikke-korrodert duktil bruddflate før rensing ved forstørrelse x200 *(a)* og x1000 *(c)*, og etter rensing i Alconox i 15 minutter ved forstørrelse x200 *(b)* og x1000 *(d)*. Karakteristiske mikroskopiske dimpler og rivninger preget bruddflaten. Mikromønstrene var intakte før og etter rensing.

4.1.1.2 Ikke-korrodert duktil bruddflate: 10% HCl (1 min)

Figurene 4.3-4.4 viser henholdsvis stereomikroskopbilde og SEM tatt av duktil bruddflate før og etter rensing med 10% HCl (1 min). Figur 4.3 *(a)* viser generelle duktile makrokarakteristikker som skjær og fibrøs struktur med tilsynelatende enveisorientering, og lett korrosjon på deler av bruddet. Etter rensing av bruddet var makrostrukturene synlig og korrosjonsproduktet redusert. Prøven hadde noe støv og korrosjonsprodukter på overflaten før rensing (Fig. 4.4 *(a)* og *(c)*) disse ble fjernet av renseprosessen. Dimpler observert i Figur 4.4 *(a)* og *(c)* var synlig etter rensing i *(b)* og *(d)*.



Figur 4.3: Stereomikroskopbilde av ikke-korrodert duktil bruddflate før rensing *(a)* og etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(b)*. Skjær og fibrøsstruktur med tilsynelatende enveisorientering var intakt før og etter rensing.

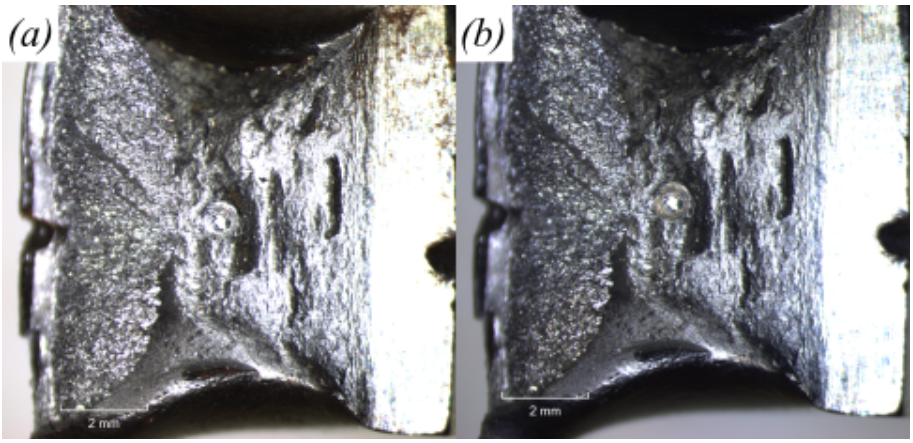


Figur 4.4: SEM av ikke-korrodert duktil bruddflate før rensing ved forstørrelse x200 *(a)* og x1000 *(c)*, og etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(d)*. Fibrøs struktur med enveisorientering, samt dimpler ble karakterisert før og etter renseprosessen.

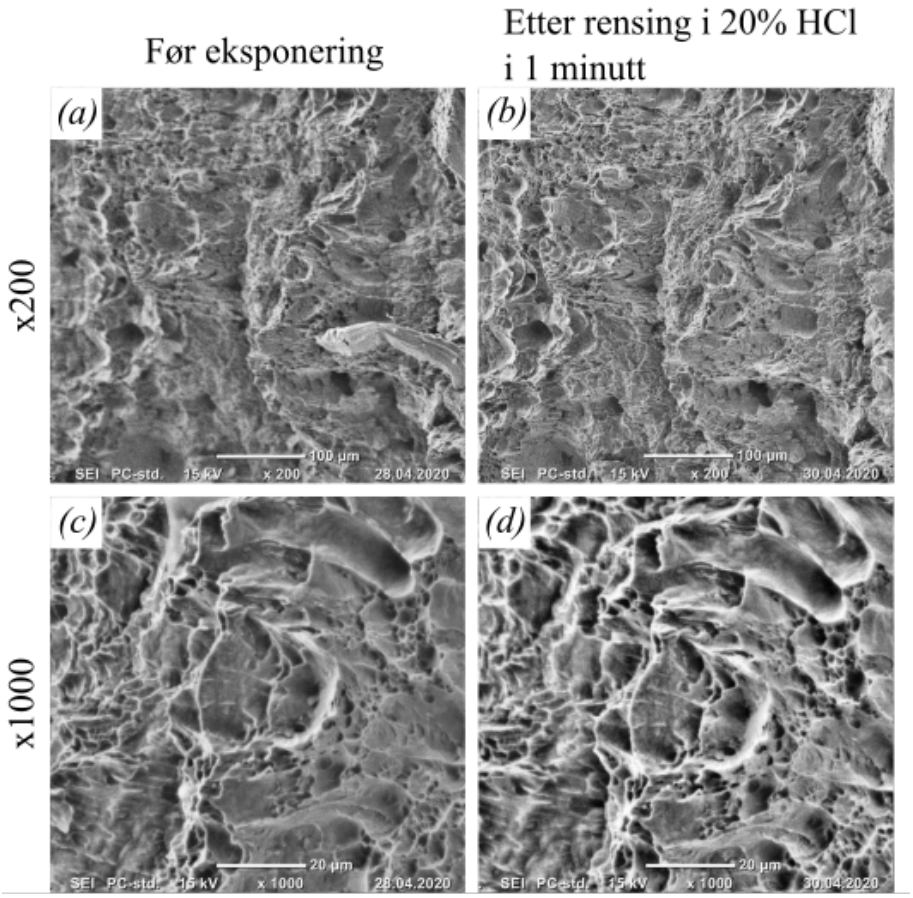
4.1.1.3 Ikke-korrodert duktil bruddflate: 20% HCl (1 min)

Figurene 4.5-4.6 viser henholdsvis stereomikroskopbilde og SEM tatt av duktil bruddflate før og etter rensing med 20% HCl (1 min). Figur 4.6 *(a)* viser generelle duktile makrokarakteristikker

som skjær og fibrøs struktur. Det makroskopiske mønsteret var synlig etter rensing (Fig. 4.6 *(b)*). Langstrakte dimpler observert i Figur 4.6 *(a)* og *(c)*, og plan med rivning *(c)* var synlig etter rens i *(*b) og *(d)*.



Figur 4.5: Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før rensing *(a)* og etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(b)*. Det ble ikke observert nevneverdig endring i makroskopisk topografi før og etter rensing.

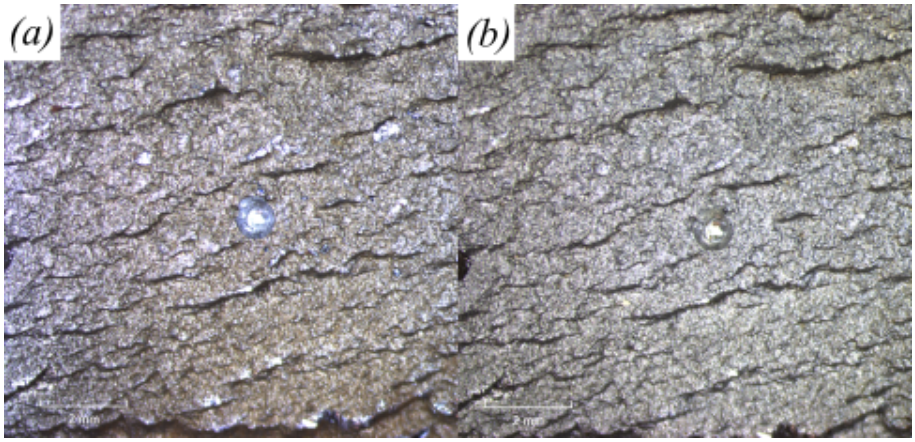


Figur 4.6: SEM av duktil bruddflate før rensing ved forstørrelse x200 *(a)* og x1000 *(c)*, og etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(b)* og x1000 *(d)*. Bruddflaten bar preg av langstrakte dimpler og rivninger, som ble observert å være intakte før og etter renseprosessen.

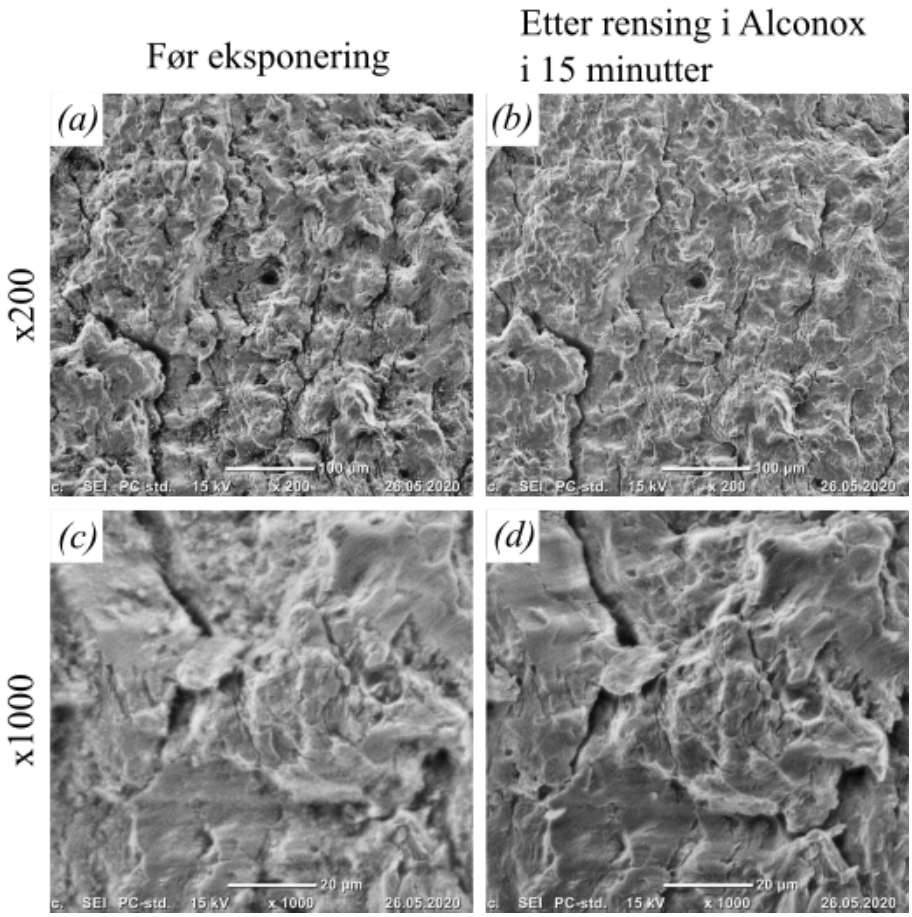
4.1.2 Rensing av ikke-korroderte utmattingsbrudd

4.1.2.1 Ikke-korrodert utmattingsbrudd: Alconox (15 min)

Figurene 4.7 og 4.8 viser henholdsvis stereomikroskopbilde og SEM tatt av utmattingsbruddflate før og etter rensing med Alconox (15 min). Figur 4.7 *(a)* viser en enveisorienteringen av det makroskopiske mønsteret på bruddflaten før rensing. Det ble ikke observert nevneverdig endring i makromønsteret etter rensing. Figur 4.8 *(a)* og *(c)* viser sprekker som orienterer seg i den generelle enveisorienteringen observert i stereomikroskopet (Fig. 4.7), samt relativt grov struktur. Et tynt lag med korrosjon ble observert på bruddet i SEM (Fig. 4.8*(a)* og *(c)*). Etter rensing *(b)* ble det observert finere sprekker i samme orientering som sprekkene observert før rensing *(a)*. Strukturen på overflaten ble slettere etter rensing.



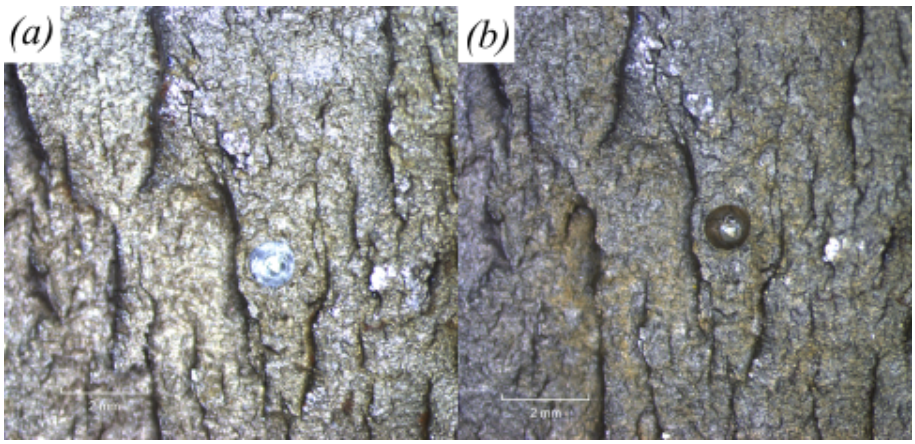
Figur 4.7: Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før rensing *(a)* og etter rensing i Alconox i 15 minutter *(b)*. Det makroskopiske mønstret dannet av sprekker og hyller er tilsynelatende enveisorientert. Det ble ikke observert nevneverdig endring i makroskopisk topografi før og etter rensing.



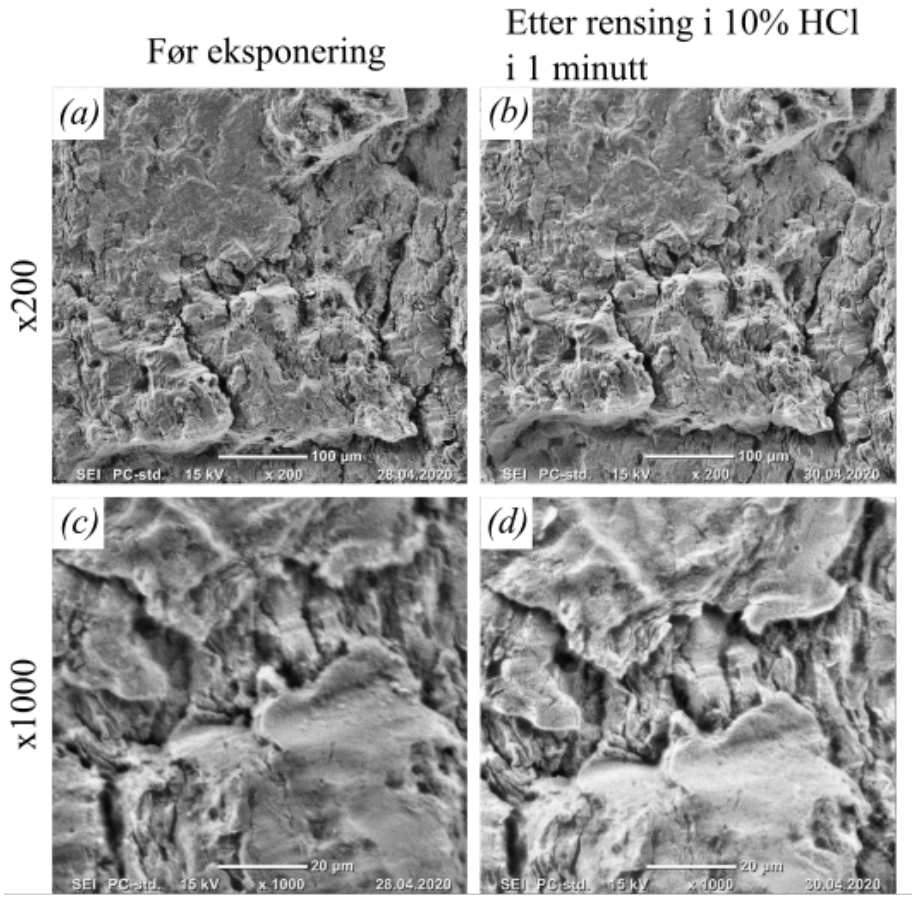
Figur 4.8: SEM av utmattingsbruddflate før rensing ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(c)*, og etter rensing i Alconox i 15 minutter ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(d)*. Det ble observert sprekker og grov struktur på bruddoverflaten før rensing. Dette kan tyde på et tynt lag med rust på overflaten før rensing. Rensing av overflaten gjorde det mulig å observere finere sprekker.

4.1.2.2 Ikke-korroderte utmattingsbrudd: 10% HCl (1 min)

Figurene 4.9 og 4.10 viser henholdsvis stereomikroskopbilde og SEM tatt av utmattingsbruddflate før og etter rensing med 10% HCl (1 min). Figur 4.9 *(a)* viser den generelle orienteringen til det makroskopiske mønsteret på bruddflaten før rensing. Det ble ikke observert nevneverdig endring i makromønsteret etter rensing *(b)*. Figur 4.10 *(a)* og *(c)* viser sprekker og relativt grov struktur. Et lite lag med korrosjon ble observert på bruddet i SEM (Fig. 4.10 *(d)*). Etter rensing ble det ikke observert nevneverdig endring i mikromønsteret ved x200 (Fig. 4.10 *(b)*). Ved forstørrelse x1000 (Fig. 4.10 *(d)*) ble det observert finere sprekker etter rensing.



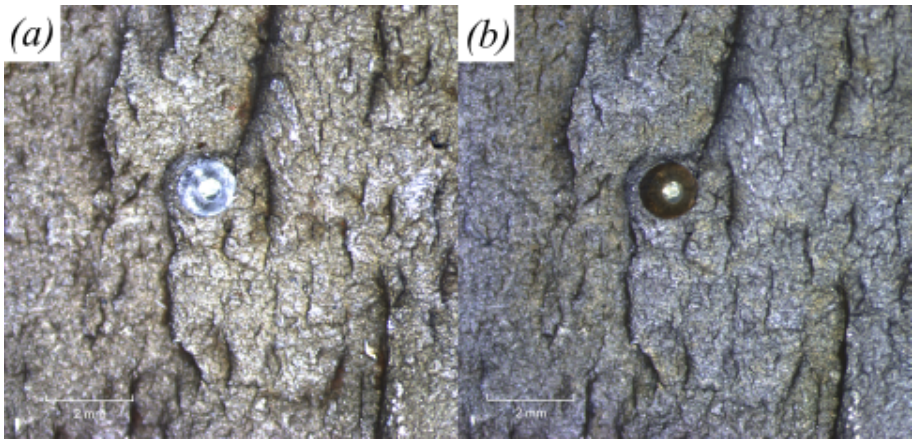
Figur 4.9: Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før rensing *(a)* og etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(b)*. Det makroskopiske mønstret dannet av sprekker og hyller var forholdsvis enveisorientert. Det ble ikke observert nevneverdig endring i makroskopisk topografi før og etter rensing.



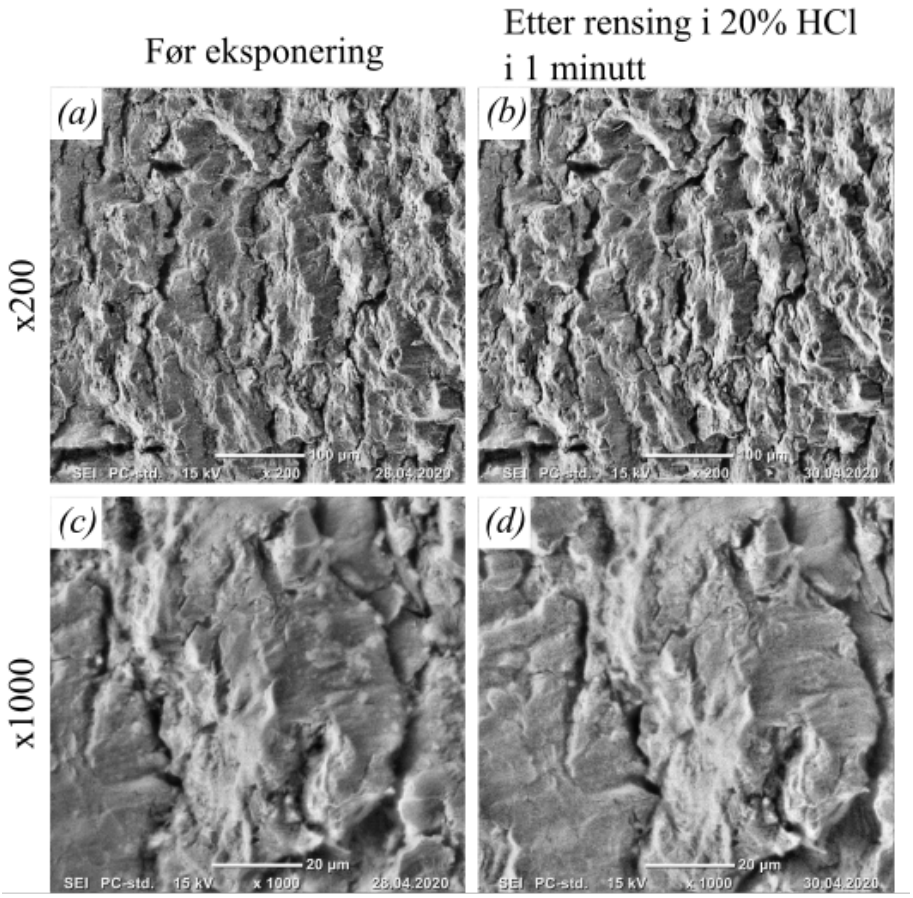
Figur 4.10: SEM av utmattingsbruddflate før rensing ved forstørrelse x200 *(a)* og x1000 *(c)*, og etter rensing i 10% HCl i 1 minutt. Topografien til bruddflaten viser sprekker og en generell grov struktur. Det kan tyde på at det lå et tynt lag med rust på overflaten før rensing. Rensing av overflaten førte til observasjon av finere sprekker.

4.1.2.3 Ikke-korroderte utmattingsbrudd: 20% HCl (1 min)

Figurene 4.11-4.12 viser henholdsvis stereomikroskopbilde og SEM tatt av utmattingsbruddflate før og etter rensing med 20% HCl (1 min). Figur 4.11 *(a)* viser den generelle orienteringen til det makroskopiske mønsteret på bruddflaten før rensing. Det ble ikke observert nevneverdig endring i makromønsteret etter rensing (Fig.4.11*(b)*). Figur 4.12 *(a)* og *(c)* viser sprekker som orienterer seg i den generelle orienteringen observert i stereomikroskopet (Fig. 4.11), samt relativt grov struktur. Et tynt lag med korrosjon ble observert på bruddet i SEM (Fig. 4.12 *(a)*) og *(c)*. Etter rensing ble det ikke observert nevneverdig endring i mikromønsteret ved x200 (Fig. 4.12 *(b)*). Ved forstørrelse x1000 (Fig. 4.12 *(d)*) ble det observert finere sprekker etter rensing.



Figur 4.11: Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før rensing *(a)* og etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(b)*. Det makroskopiske mønstret dannet av sprekker og hyller var tilsynelatende enveisorientert. Det ble ikke observert nevneverdig endring i makroskopisk topografi før og etter rensing.



Figur 4.12: SEM av utmattingsbruddflate før rensing ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(c)*, og etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(d)*. Det ble observert sprekker i en tilsynelatende enveisorientering. Det kan tyde på at det var et tynt lag med rust på overflaten før rensing. Rensing av overflaten førte til observasjon av finere sprekker.

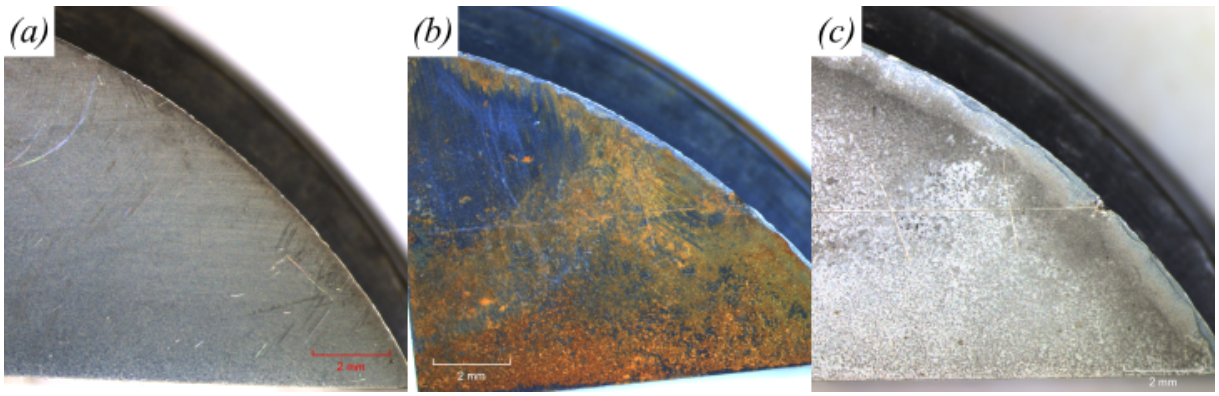
4.2 Korrosjonstest og rensing av polerte prøver

Dette delkapittelet viser resultat fra korrosjonstesting i ulike eksponeringstider (ett døgn, en uke og en måned), samt rensing med rensemidlene; Alconox (10-15 min), 10% og 20% inhibert HCl (1-2 min). Til slutt i delkapittelet blir det presentert en sammenligning av de ulike eksponeringstidene uavhengig av rensemiddelene. De polerte prøvene er alle kuttet ut fra samme polerte bolt (Fig. 3.1). Det ble tatt bilder i stereomikroskop og SEM før og etter rensing. Markeringen observert på prøvene i SEM (x200) ble gravert på bruddflaten for orientering, og er rundt 100 µm bred.

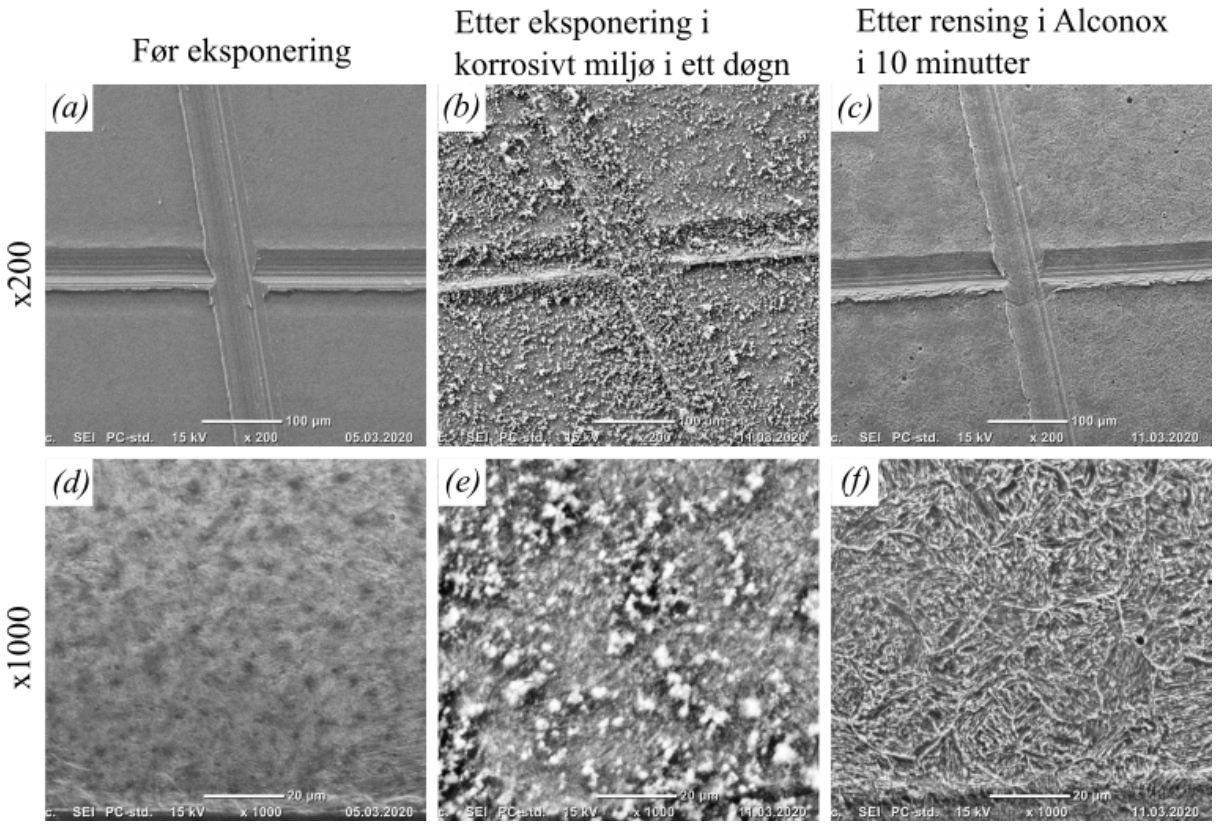
4.2.1 Døgneksponert polerte prøver i korrosivt miljø

4.2.1.1 Døgneksponert polert prøve: Alconox (10 min)

Figurene 4.13 og 4.14 viser henholdsvis bildene tatt av polert prøve før og etter korrosjonstest (ett døgn), samt bilder etter rensing (Alconox 10 min). Figur 4.13 *(b)* viser et jevnt lag med korrosjon på store deler av prøven. Markeringer gjort på prøven var synlige under rustlaget. Renseprosessen i Alconox (10 min) fjernet korrosjonsproduktene på overflaten (Fig. 4.13 *(c)*), men etterlot en tilsynelatende grovere struktur. Figur 4.14 *(b)* og *(e)* viser et jevnt rustlag på overflaten. Etter rensing ble det observert en grovere struktur og små hull i basemetallet (Fig. 4.14 *(c)* og *(f)*).



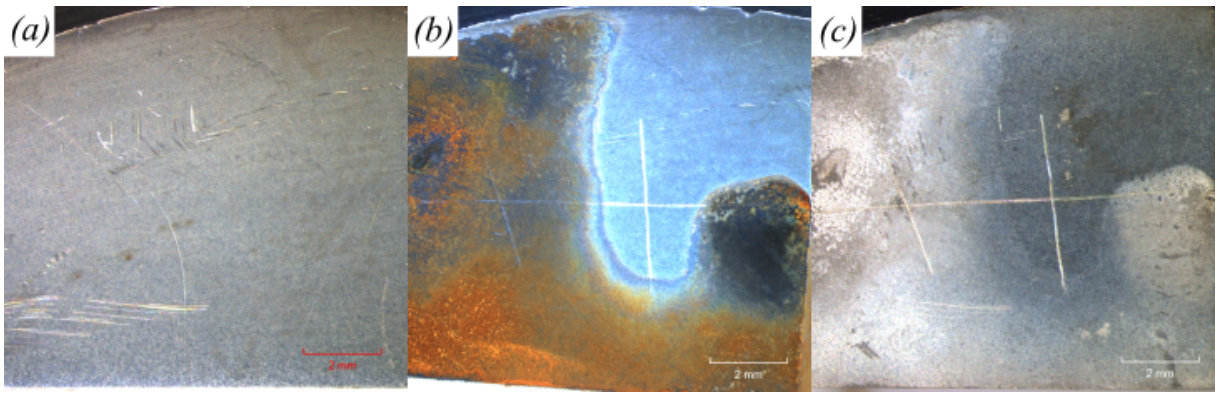
Figur 4.13: Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) *(b)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter *(c)*. Etter ett døgn i korrosivt miljø ble det observert et tynt lag med korrosjon på store deler av overflaten. Rensing resulterte i en overflate uten rust, men med tilsynelatende grovere struktur.



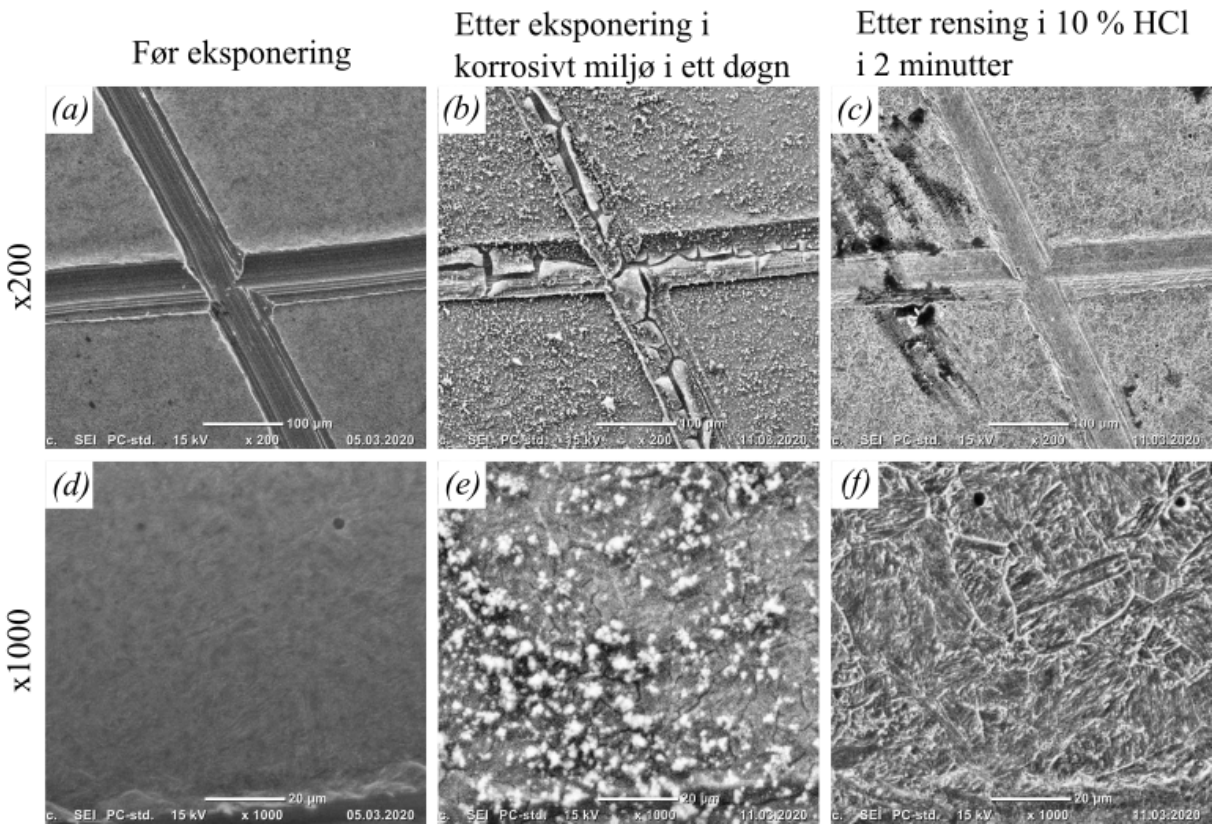
Figur 4.14: SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Et tynt lag med rust ble observert etter ett døgn i korrosivt miljø. Korrosjonen var borte etter renseprosessen. Små hull og grovere struktur ble observert på overflaten etter rensing

4.2.1.2 Døgneksponert polert prøve: 10% HCl (2 min)

Figurene 4.15 og 4.16 viser henholdsvis bildene tatt av polert prøve før og etter korrosjonstest (ett døgn), samt bilder etter rensing med 10% HCl (2 min). Observasjon utført under rensing viste at korrosjonen forsvant i løpet av noen sekunder. I Figur 4.15 *(b)* kan et jevnt lag med korrosjon og delvis mørkt belegg på deler av prøven observeres. Det var ikke korrosjon på prøven etter rensing, men der korrosjonsangrepet ble observert hadde overlaten fått en grovere struktur (Fig.4.15 *(c)*). Figur 4.16 *(d)* viser en polerte overflate med skiftende gråtoner. Det ble observert to små hull øverst i Figur 4.16 *(b)* før rensing og Figur 4.16 *(e)* etter rensing. Et tynt lag med korrosjon ble observert utenfor markeringen. Markeringen hadde korrodert kraftigere og det ble observert et tykkere oppsprukket lag av korrosjon (Fig. 4.16 *(b)*). Rensing av prøven fjernet alt av korrosjon fra overflaten. Det ble observert en grovere overflate og større hull etter rensing (Fig. 4.16*(f)* og *(d)*).



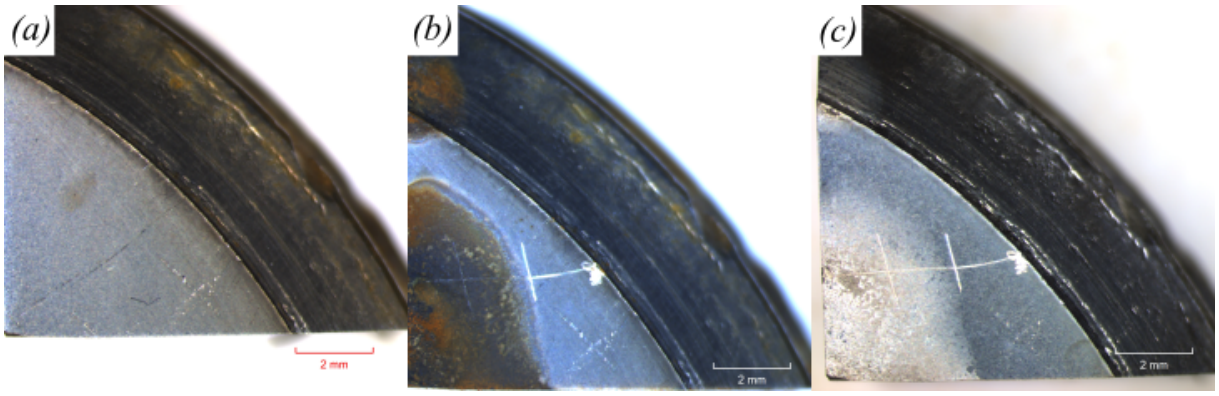
Figur 4.15: Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 2 minutter *(c)*. Det ble observert et mørkt rustlag som delvis dekket overflaten. Rensing av overflaten viste en overflate uten rust, men med tilsynelatende grovere struktur.



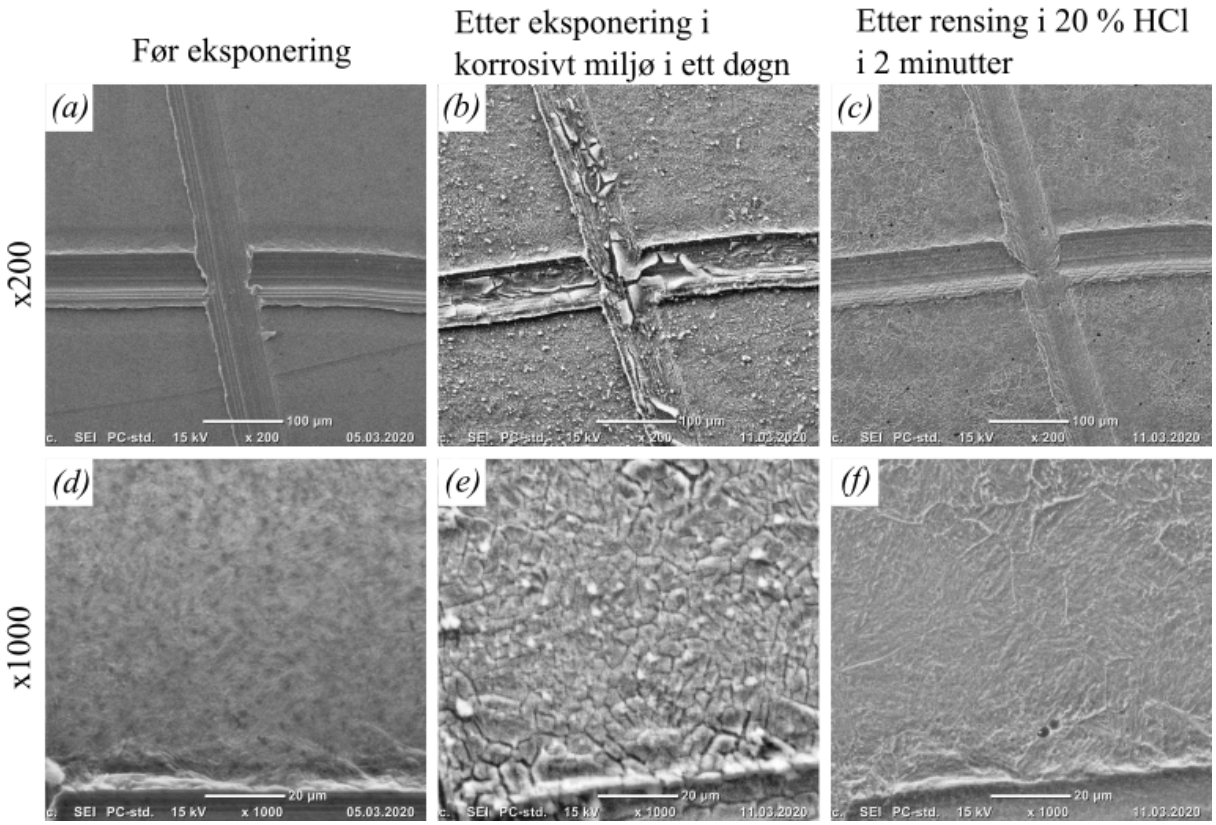
Figur 4.16: SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 2 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Den polerte overflaten før eksponering viste tydelig markering, samt to hull ved størrelse x1000. Et tynt lag av korrosjon ble observert utenfor markeringen på prøven. Markeringen hadde korrodert kraftigere. Rensing av prøven fjernet tilsynelatende alt av korrosjon fra overflaten. Det det ble observert en grovere struktur på overflaten og større hull etter rensing.

4.2.1.3 Døgneksponert polert prøve: 20% HCl (2 min)

Figurene 4.17-4.18 viser henholdsvis bildene som ble tatt av polert prøve før og etter korrosjonstest (ett døgn), samt bilder etter rensing med 20% HCl (2 min). Observasjon utført under rensing viste at korrosjonen forsvant i løpet av noen sekunder. I Figur 4.17 *(b)* kan det observeres et jevnt lag med mørk korrosjon på deler av prøven. Det ble ikke observert korrosjon på prøven etter rensing. Korrosjonsangrepet område hadde fått en tilsynelatende grovere struktur (Fig. 4.17 *(c)*) etter rensing. Figur 4.18 *(d)* viser den polerte overflaten med skiftende gråtoner. Figur 4.18 *(b)* viste at markeringen hadde korrodert kraftig, slik at det ble dannet et sprukket lag av korrosjon. Korrosjonsproduktet som ble observert på overflaten (Fig. 4.18 *(e)*) viste et jevnt og delvis sprukket lag med korrosjon. Rensing av prøven fjernet alt av korrosjon fra overflaten. Det ble observert en grovere struktur på overflaten og små hull (Fig. 4.18 *(f)* og *(d)*) etter rensing.



Figur 4.17: Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 2 minutter *(c)*. Den korroderte overflaten viste et jevnt og delvis sprukket lag med korrosjon etter eksponering. Det ble observert en grovere overflate og små hull etter rensing.

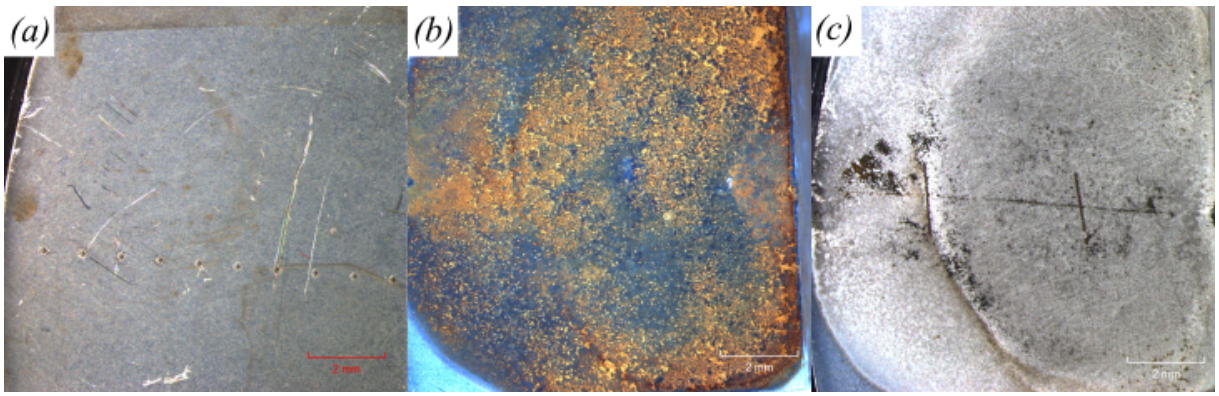


Figur 4.18: SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) (ett døgn) ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 2 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Markeringen korroderte kraftigere, og det ble dannet et tynt sprukket lag av korrosjon på resten av overflaten. Det ble observert en grovere struktur på overflaten og små hull etter rensing.

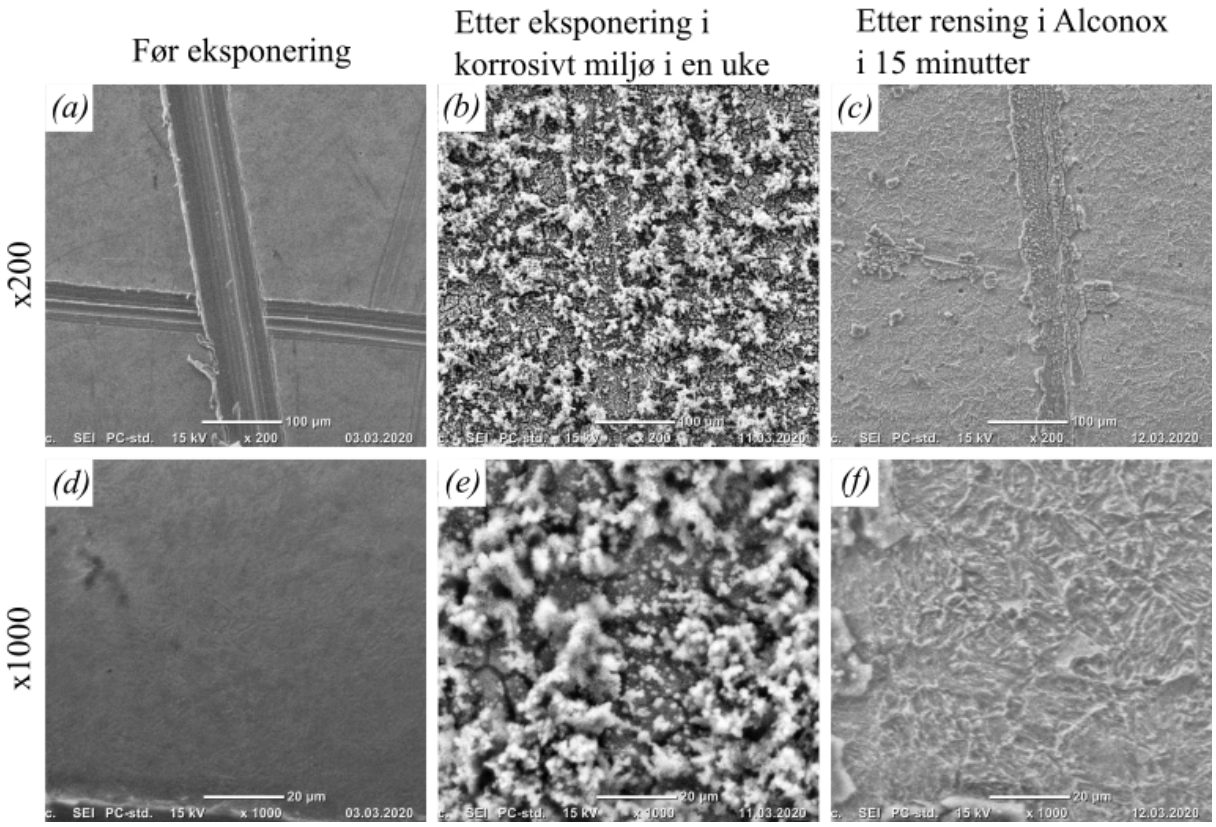
4.2.2 Ukeseksponert polerte prøver i korrosivt miljø

4.2.2.1 Ukeseksponert polert prøve: Alconox (15 min)

Figurene 4.19-4.20 viser henholdsvis bildene som ble tatt av polert prøve før og etter korrosjonstest (en uke), samt bilder etter rensing med Alconox (15 minutt). Stereomikroskopbilde (Fig. 4.19 *(b)*) viser et jevnt lag med mørk brun/ svart og oransje korrosjon på overflaten. Etter rensing ((Fig. 4.19 *(c)*) ble det observert små områder med mørkt oksidlag i markering på prøven. Figur 4.20 *(b)* og *(e)* viser et lag med rust med delvis oppsprekking på overflaten av prøven. Etter rensing (Fig. 4.20 *(c)* og *(f)*) ble det fortsatt observert korrosjon i markeringen, og en grovere struktur på overflaten.



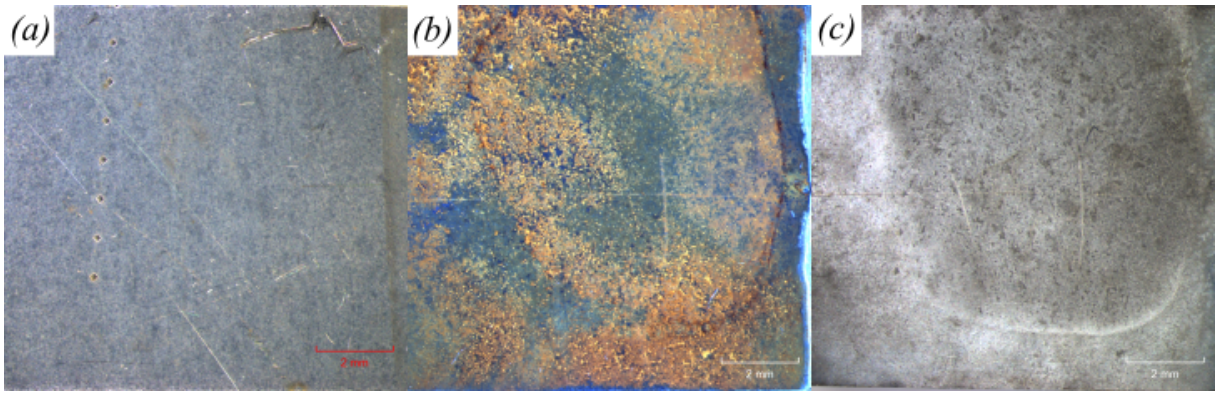
Figur 4.19: Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i Alconox i 15 minutter *(c)*. Et jevnt lag med mørk brun/ svart og oransje korrosjon dekket overflaten etter eksponering. Det ble observeret mørk korrosjon på små områder av prøven og i markeringen. Strukturen til prøven ble tilsynelatende grovere etter rensing.



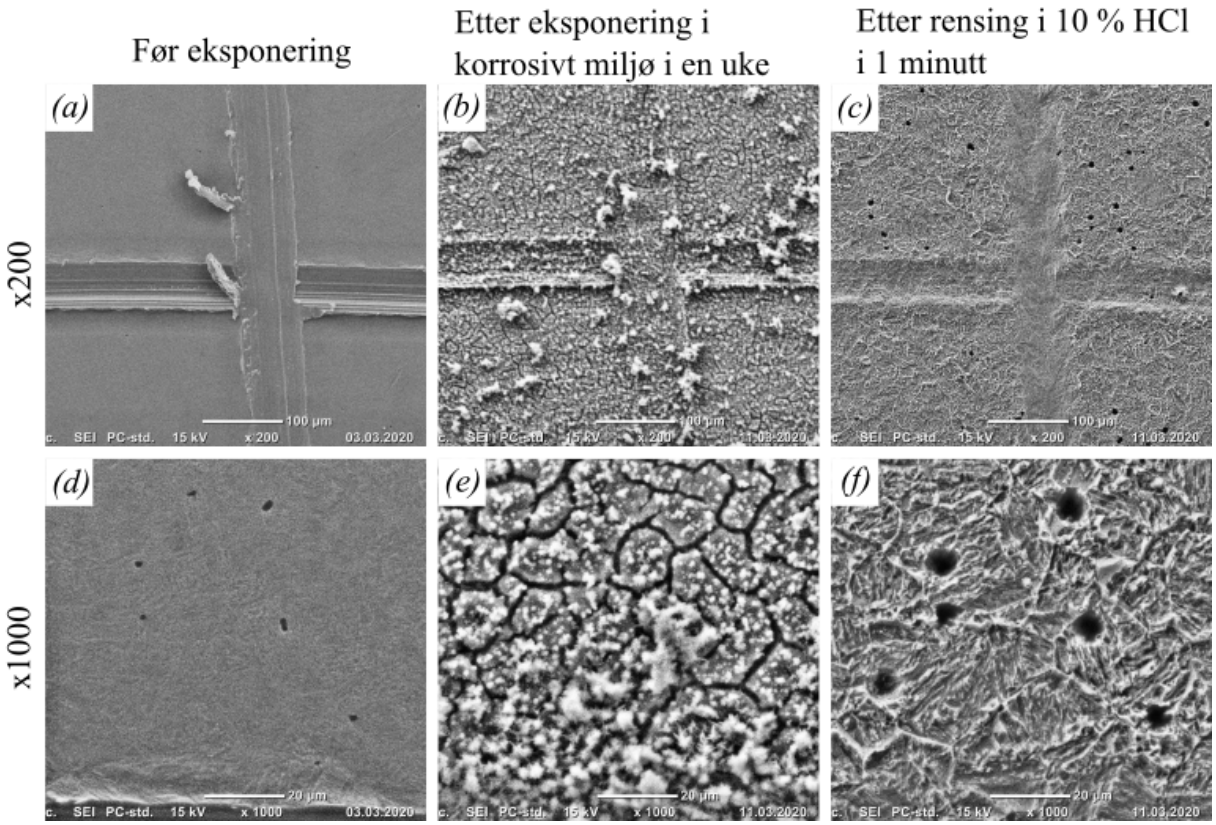
Figur 4.20: SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 15 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Det ble observert et lag med rust og delvis oppsprekking av overflaten på prøven. Etter rensing ble korrosjon i markeringen, samt en generell forgroving av overflaten obsevert.

4.2.2.2 Ukeseksponert polert prøve: 10% HCl (1 min)

Figurene 4.21-4.22 viser henholdsvis bildene som ble tatt av polert prøve før og etter korrosjonstest (en uke), samt bilder etter rensing med 10% HCL i 1 minutt. Observasjon gjort under rensing viste at korrosjonen forsvant etter omtrent 20 sekunder i HCl. Figur 4.21 *(b)* viser at overflaten etter korrosjonstest var dekket av et jevnt lag med mørk brun/svart og oransje korrosjon. Etter rensing ble korrosjonsproduktet fjernet og overflaten ble tilsynelatende mindre grovere (Fig. 4.21 *(c)*) Figur 4.22 *(d)* viser et tilstedevær av hull i overflaten før korrosjonstest. Etter korrosjonstesten ble prøven dekket av et jevnt lag med oppsprukket korrosjon (Fig. 4.21 *(b)* og *(e)*). Rensing av prøven resulterte i en grovere overflate med økt tilstedeværelse av større hull ((Fig. 4.21 *(c)* og *(f)*).



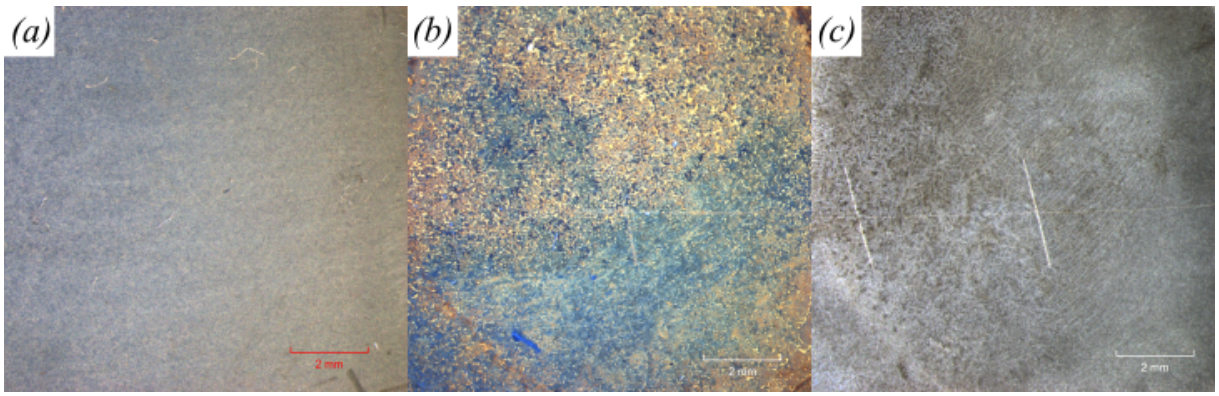
Figur 4.21: Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. Prøven var dekket av et jevnt lag med mørk brun/svart og oransje korrosjon på overflaten etter korrosjonstest. Prøven var tilsynelatende mindre grov etter rensing.



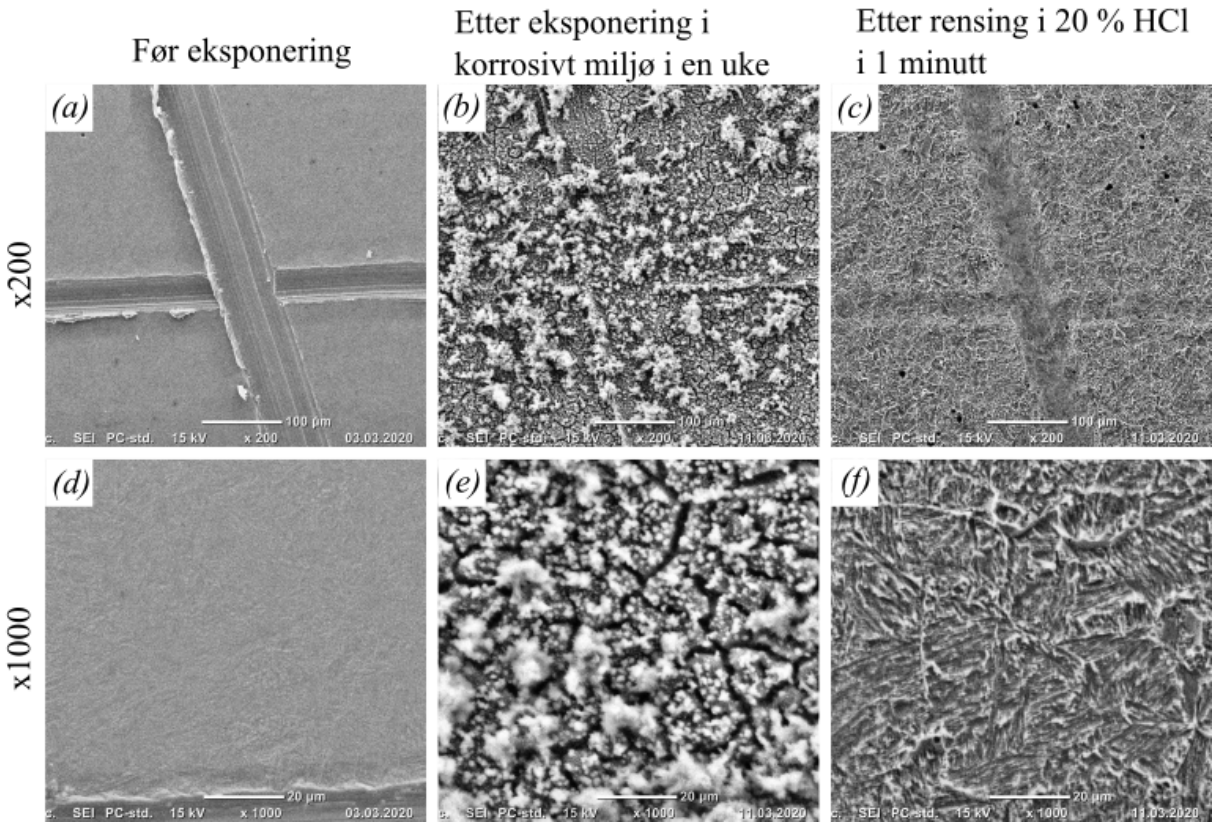
Figur 4.22: SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Det var tilstedeværelse av hull på prøven før korrosjonstest. Omfanget og størrelsen på disse hullene økte etter korrosjonstest og rensing. Prøven var dekket av et jevnt oppsprukket lag med rust. Rensing av prøven resulterte i en grovere overflate.

4.2.2.3 Ukeseksponert polert prøve: 20% HCl (1 min)

Figurene 4.23-4.24 viser henholdsvis bildene som ble tatt av polert prøve før og etter korrosjonstest (en uke), samt bilder etter rensing med 20% HCL (1 min). Observasjon gjort under rensing viste at korrosjonen forsvant etter omtrent 20 sekunder i HCl. Stereomikroskopbilde (Fig.4.23 *(b)*) viser et jevnt lag med mørk brun/ svart og oransje korrosjon på overflaten. Det ble ikke observert oransje korrosjon på prøven etter rensing (Fig.4.23 *(c)*). Figur 4.24 *(b)* og *(e)* viser et jevnt oppsprukket lag med korrosjon på overflaten av prøven etter korrosjonstest. Rensing av overflaten viste en overflate uten rust, men med grovere struktur (Fig.4.24 *(c)* og *(f)*).



Figur 4.23: Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. Prøven var dekket av et jevnt lag med mørk brun/svart og oransje korrosjon på overflaten. Rensing av prøven viste tilsynelatende ingen oransje korrosjon, men en tidvis mørkt flekkete overflate.

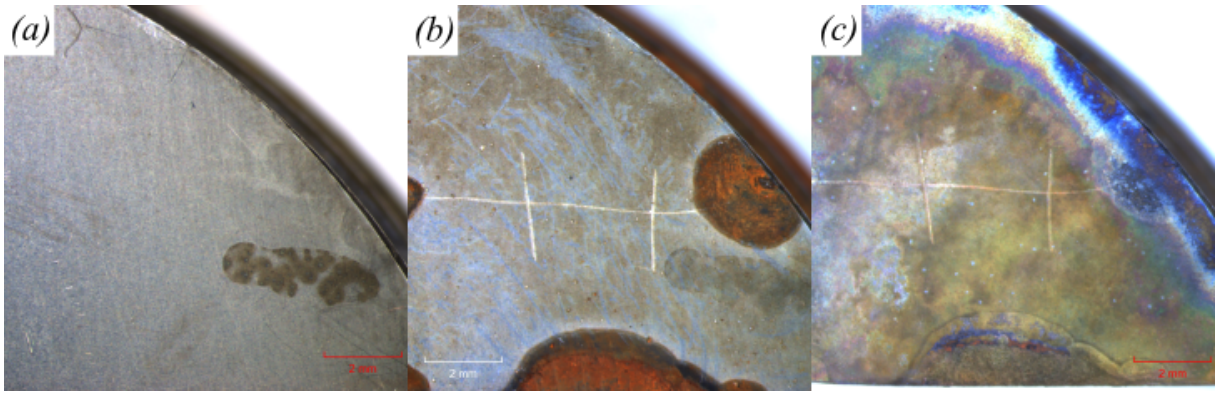


Figur 4.24: SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Det ble observert et jevnt oppsprukket lag med korrosjon på overflaten av prøven etter korrosjonstest. Rensing av overflaten viste en overflate tilsynelatende uten rust, men med grovere struktur.

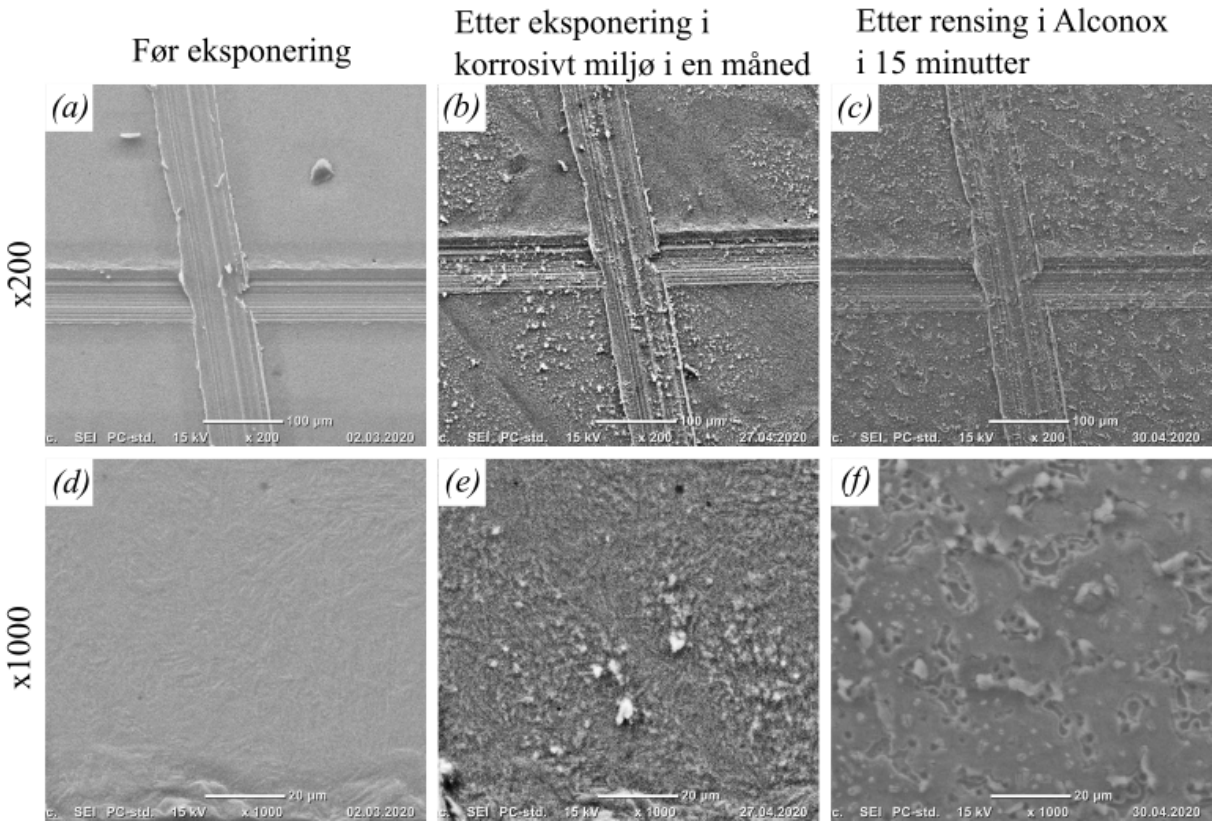
4.2.3 Månedseksponert polerte prøver i korrosivt miljø

4.2.3.1 Månedseksponert polert prøve: Alconox (15 min)

Figurene 4.25-4.26 viser henholdsvis bildene som ble tatt av polert prøve før og etter korrosjonstest (en måned), samt bilder etter rensing med Alconox (15 min). Figur 4.25*(b)* viser et ujevnt lag av rust med mindre områder av korrosjon på kantene av prøven. Det ble observert en grovere overflate på områder utsatt for korrosjon etter rensing (Fig. 4.25*(c)*). I Figur 4.26*(e)* kan det observeres mindre opphopninger av korrosjon, synlig som små groper etter rensing (Fig. 4.26*(f)*).



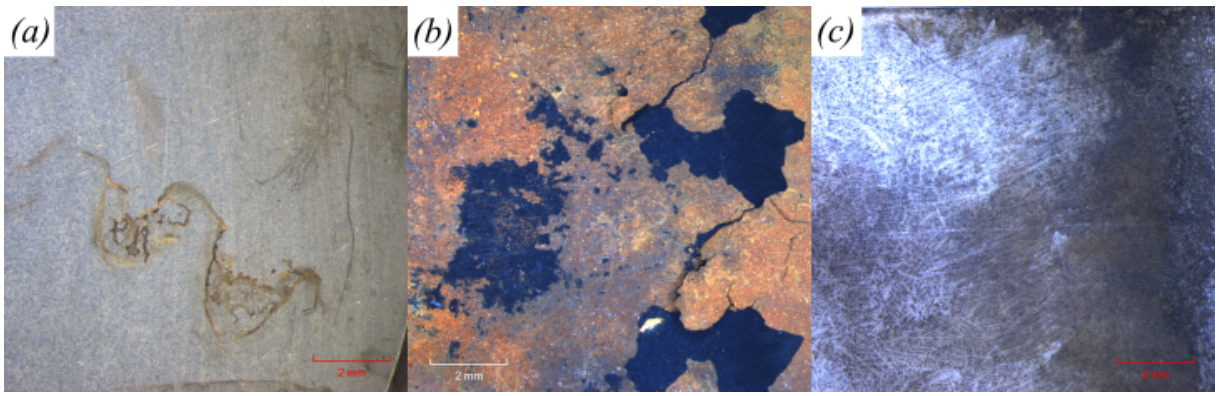
Figur 4.25: Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i Alconox i 15 minutter *(c)*. Et ujevnt lag av rust dekket mindre områder av korrosjon og var lokalisert på kantene av prøven. Det ble observert en grovere overflate på områdene utsatt for korrosjon etter rensing.



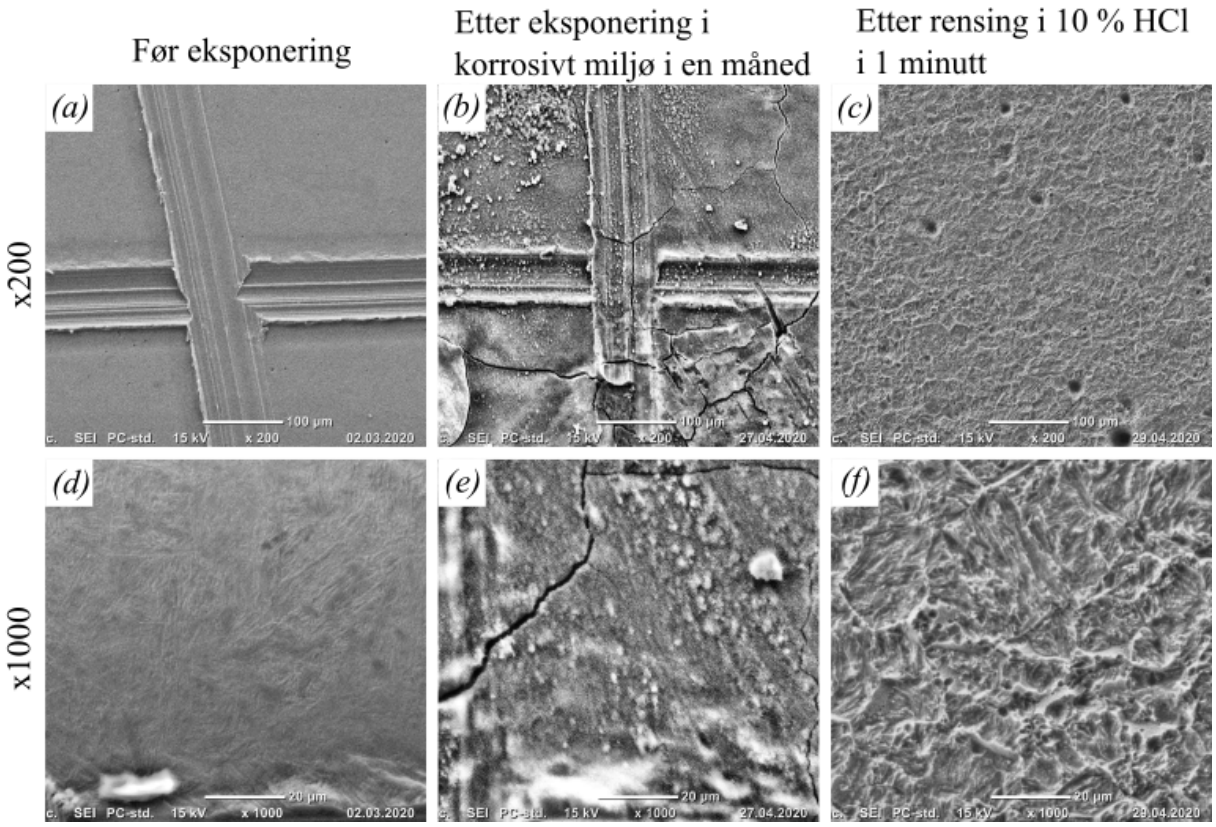
Figur 4.26: SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 15 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Det ble observert mindre opphopninger av korrosjon, synlig som små groper etter rensing

4.2.3.2 Månedseksponert polert prøve: 10% HCl (1 min)

Figurene 4.27-4.28 viser henholdsvis bildene som ble tatt av polert prøve før og etter korrosjonstest (en måned), samt bilder etter rensing med 10% HCL i 1 minutt. Observasjon gjort under rensing viste at korrosjon forsvant etter omtrent ett halvt minutt ved rensing i 10% HCl. Figur 4.27 *(b)* viser et jevnt lag med mørk og oransje korrosjon på prøven. Den oransje korrosjonen ligger tilsynelatende som et tynt lag på den mørkere korrosjonen. Etter rensing (Fig.4.27 *(c)*) ble korrosjonen antatt fjernet, men der overflaten fortsatt hadde en mørkere farge. I Figur 4.28*(b)* og *(e)* ble det observert at korrosjonen dekket hele overflaten og hadde dannet sprekker. Rensing av prøven (Fig.4.28 *(c)* resulterte i en grovere overflate med økt tilstedeværelse av større hull. Markeringen på prøven var ikke synlig etter rensing. Det ble dannet mindre groper i overflaten ved større forstørrelse etter rens (Fig.4.28 *(f)*).



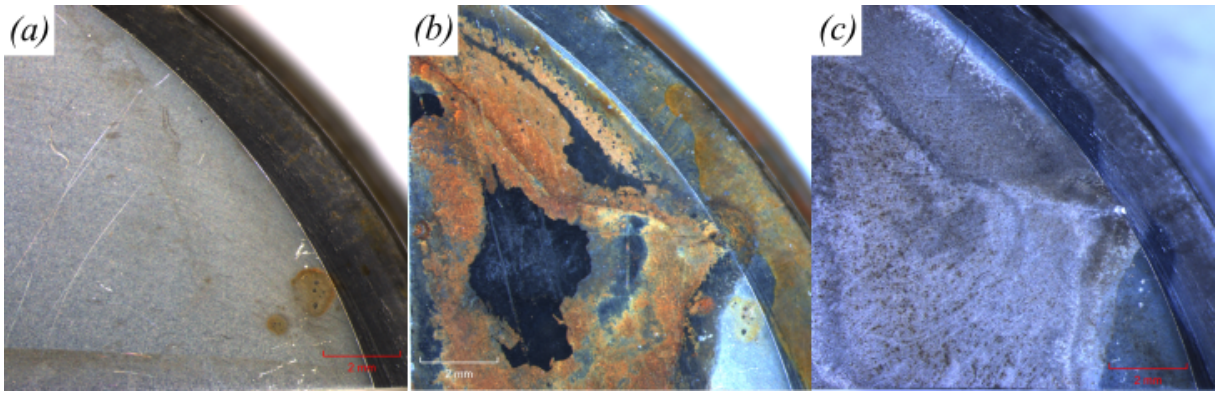
Figur 4.27: Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. Overflaten ble dekket av et jevnt lag med mørk og oransje korrosjon. Etter rensing var korrosjonen antatt fjernet, men overflaten hadde fortsatt en mørkere farge.



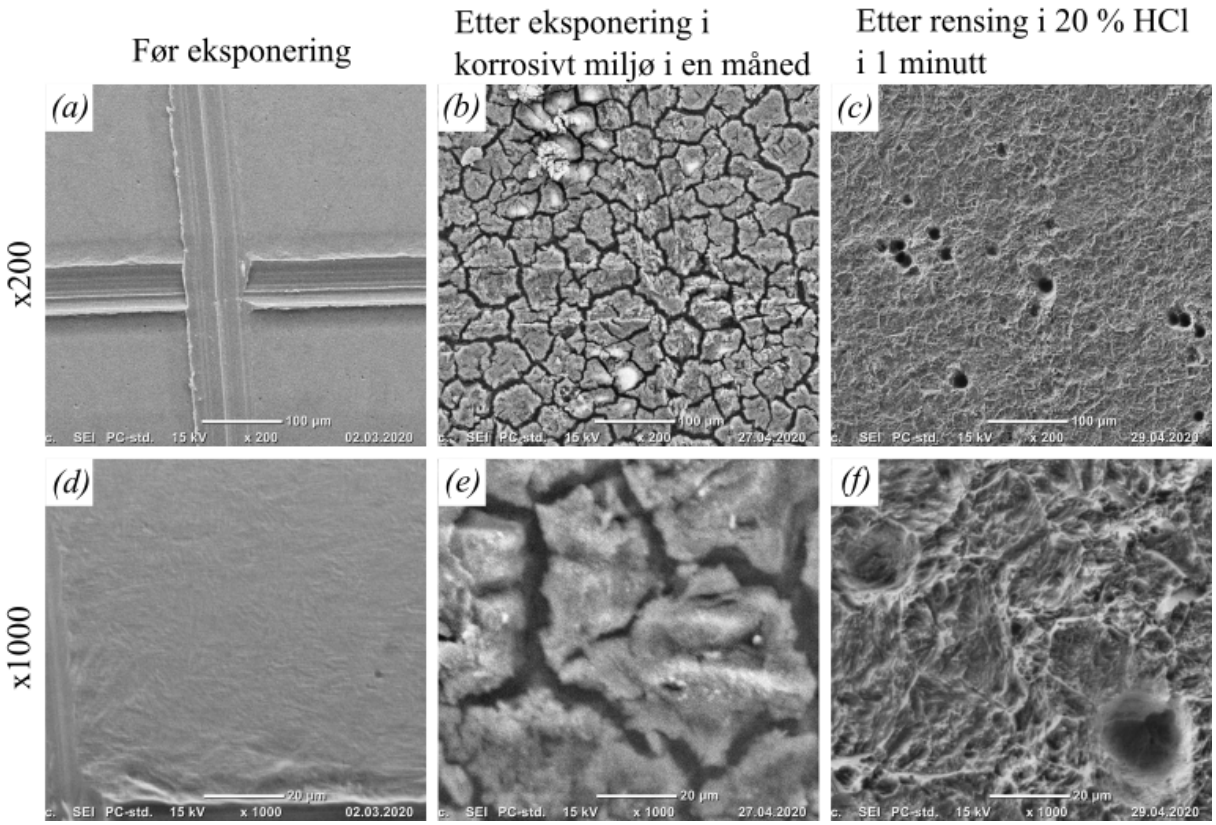
Figur 4.28: SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Korrosjonen dekket hele overflaten, og dannet sprekker. Etter rensing (x200) ble bruddflaten preget av en grovere overflate med økt tilstedeværelse av større hull. Markeringen på prøven var ikke synlig etter rensing. Det ble dannet mindre groper i overflaten ved større forstørrelse (x1000) etter rens.

4.2.3.3 Månedseksponert polert prøve: 20% HCl (1 min)

Figurene 4.29-4.30 viser henholdsvis bildene som ble tatt av polert prøve før og etter korrosjonstest (en måned), samt bilder etter rensing med 20% HCL (1 min). Observasjon gjort under rensing viste at korrosjon forsvant etter omtrent 30 sekunder ved rensing i 10% HCl. Figur 4.29*(b)* viser at overflaten etter korrosjonstest var dekket av et jevnt lag med mørk brun/svart og oransje korrosjon. Den oransje korrosjonen lå tilsynelatende som et tynt lag på den mørkere korrosjonen. Etter rensing (Fig.4.29 *(c)*) ble korrosjonen antatt fjernet, og det ble observert grovere områder som tidligere hadde vært dekket av korrosjon.
I Figur 4.30 *(b)* og *(e)* dekker korrosjonen hele overflaten og har dannet sprekker. Markeringen på prøven var ikke synlig etter rensing. Figur 4.30*(c)* og *(f)* viser en grovere overflate med store groper i overflaten.



Figur 4.29: Stereomikroskopbilde av polert overflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. Overflaten var dekket av et jevnt lag med mørk brun/svart og oransje korrosjon etter korrosjonstest. Områdene tidligere dekket av korrosjon ble observert grovere etter rensing.



Figur 4.30: SEM av polert overflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Korrosjonen dekket hele overflaten og bidro i dannelse av sprekker. Markeringen på prøven var ikke synlig etter rensing. Etter rens ble det observert en grovere overflate med store groper.

4.2.4 Sammenlikning av polerte prøver uavhengig av rensemiddel

Figur 1 og 2 i Vedlegg D viser polerte prøver ved ulike de eksponeringstidene samlet i en matrise. I Figur 1 (Vedlegg D) er stereomikroskopbilder og SEM-bilder(x200) vist henholdsvis før korrosjonseksponering og etter rensing ved de ulike eksponeringstidene presentert. Figur 1 (Vedlegg D) er et utvalg av de polerte prøvene og viser degradering over tid, uavhengig av rensemiddel. Lite degradering av makromønsteret ble observert i stereomikroskopbildene. Overflatene etter rensing hadde ingen store forskjeller, og det kan se ut som at mønstrene ble påvirket likt. I SEM (x200) kan større degradering observeres, da markeringen gradvis forsvinner ved lengre korrosjonseksponering. Markeringen er synlig etter eksponering i ett døgn og en uke, men er mer eller mindre borte etter en måned. Antallet og størrelsen på groper og hull på overflaten økte ved lengre tidseksponeringer. Hull kan observeres etter ett døgn.

Figur 2 i Vedlegg D viser SEM-bilder(x1000) av polerte prøver, og en økende grad av degradering av overflaten ved økende korrosjonseksponering. Dette sammenfaller med observasjonen gjort ved forstørrelse x200 i Figur 1 (Vedlegg D). Korrosjonsmønsteret på overflaten etter rensing ble grovere jo lengre prøven ble eksponert. Etter eksponering i ett døgn var overflaten preget av finere linjer og mønster. Eksponering i en uke ga grovere struktur med mer forhøyede og klare linjer. Etter en måned kan man se en tendens til dannelse av dypere groper og dimpel-liknende strukturer.

Figur 3 i Vedlegg D viser korrosjonsomfanget for et utvalg polerte prøver ved hver eksponeringstid. Det er vist stereomikroskopbilde og SEM-bilder (x200 og x1000) av korrosjonen. Etter ett døgn var overflatene lett angrepet, og dominert av oransje korrosjon. Den oransje korrosjonen hadde lav heft og framkom som "hvite skyer" på overflaten i SEM. Etter en uke hadde overflaten fortsatt mye oransje korrosjon, men og et mørkere belegg kom fram, antatt å være korrosjon. I SEM ble det observert at bruddflaten var preget av sprekker og hvite skyer. Etter en måned ble den mørke korrosjonen mer omfattende. SEM-bildene viste at overflaten hadde sprukket mer opp.

4.3 Korrosjonstest og rensing av duktile bruddflater

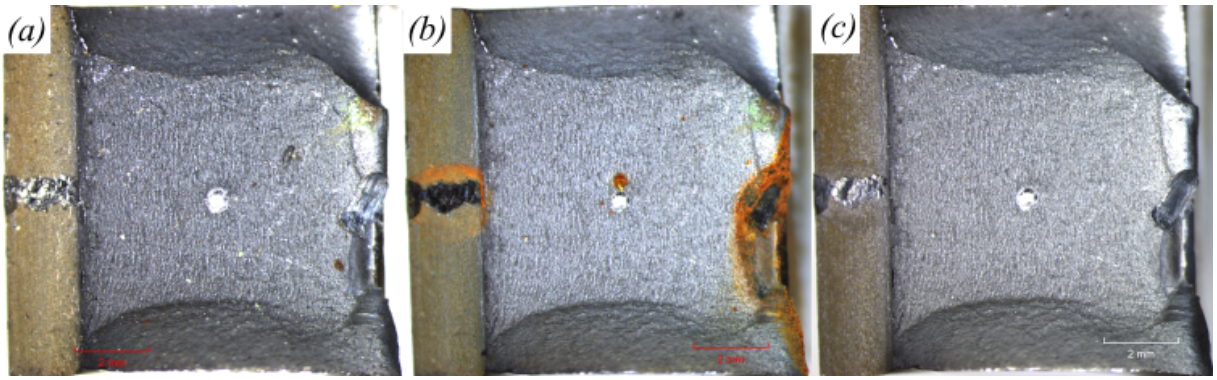
Dette delkapittelet viser resultater fra korrosjonstesting i ulike eksponeringstider (ett døgn, en uke og en måned), samt rensing med rensemidlene; Alconox (5-10 min), 10% og 20% inhibert HCl (1 min). Til slutt i delkapittelet blir det presentert en sammenligning av de ulike eksponeringstidene uavhengig av rensemiddelene.

4.3.1 Døgneksponert duktile bruddflater i korrosivt miljø

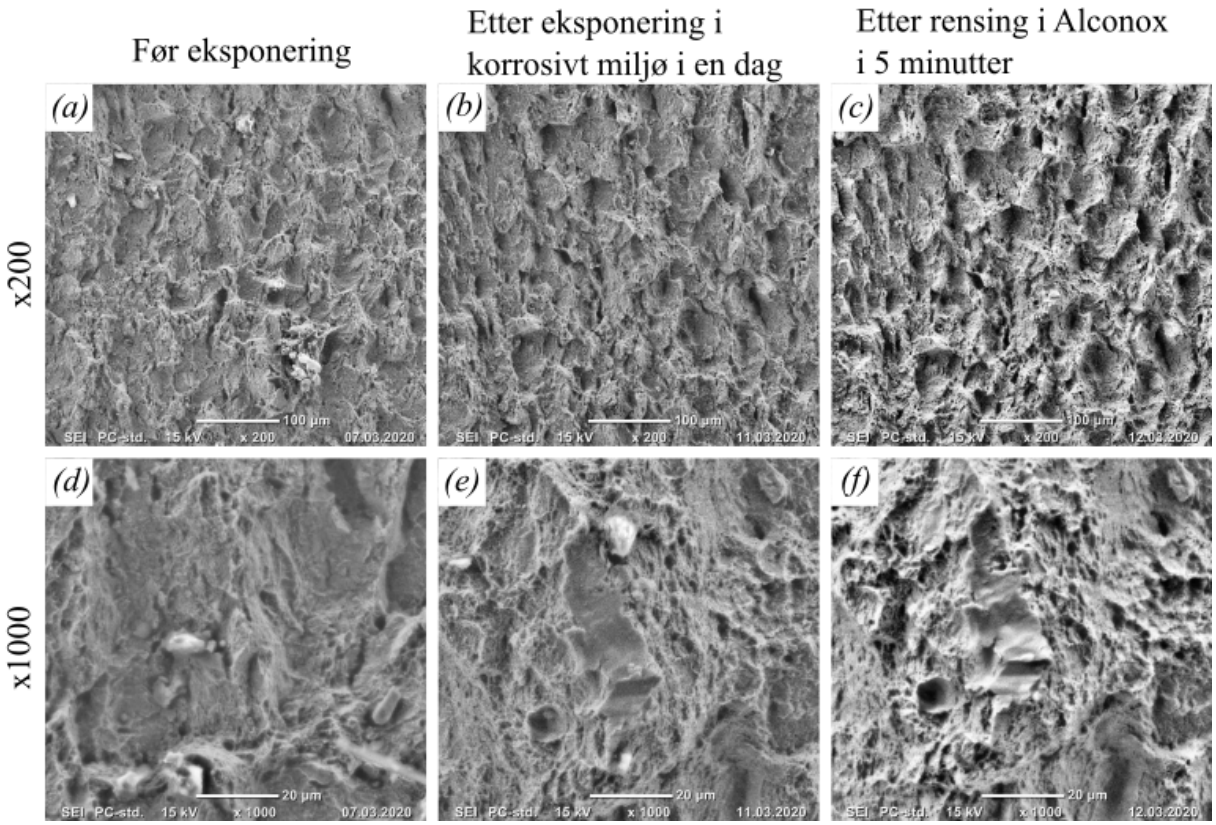
4.3.1.1 Døgneksponert duktil bruddflate: Alconox (5 min)

Figurene 4.31-4.32 viser henholdsvis bildene som ble tatt av duktil bruddflate før og etter korrosjonstest (ett døgn), samt bilder etter rensing med Alconox i 5 minutter. Rensing av Alconox (5 min) ble vurdert ut ifra korrosjonsomfanget på prøven.

Figur 4.31 viser hovedsaklig korrosjon på markering og kanten av prøven. Det ble ikke observert nevneverdig makroskopisk forskjell på bruddflaten før og etter korrosjonseksponering og rensing. Fibrøs struktur med en generell enveisorientering og dimpler på topper ble observert i Figur 4.32*(a)*. Høyere forstørrelse (x1000) (Fig.4.32*(d)*) viser dimpler og rivninger. Det ble ikke observert korrosjon i bildene tatt etter korrosjonstest (Fig.4.32*(b)* og *(e)*). Etter rensing (Fig. 4.32*(c)* og *(f)*) ble det ikke observert nevneverdig forskjell på mikromønstrene før og etter korrosjonstest og rensing.



Figur 4.31: Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i Alconox i 5 minutter *(c)*. Makrokarakteristikker som fibrøs struktur og skjær ble observert på bruddflaten. Noe korrosjon ble lokalisert ved markeringer og kanter på prøven. Det ble ikke observert nevneverdig forskjell før og etter korrosjon og rensing.

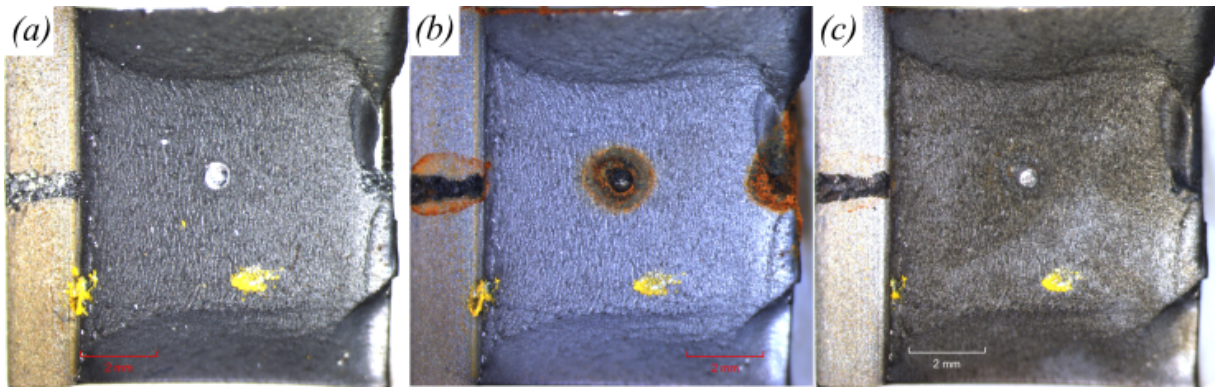


Figur 4.32: SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 5 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Fibrøs struktur med en generell enveisorientering og dimpler på topper ble observert ved x200, samt dimpler og rivninger ved x1000. Det ble ikke observert korrosjon på prøven etter korrosjonstest. Det ble ikke observert nevneverdig forskjell på mikromønstrene før og etter korrosjonstest og rensing.

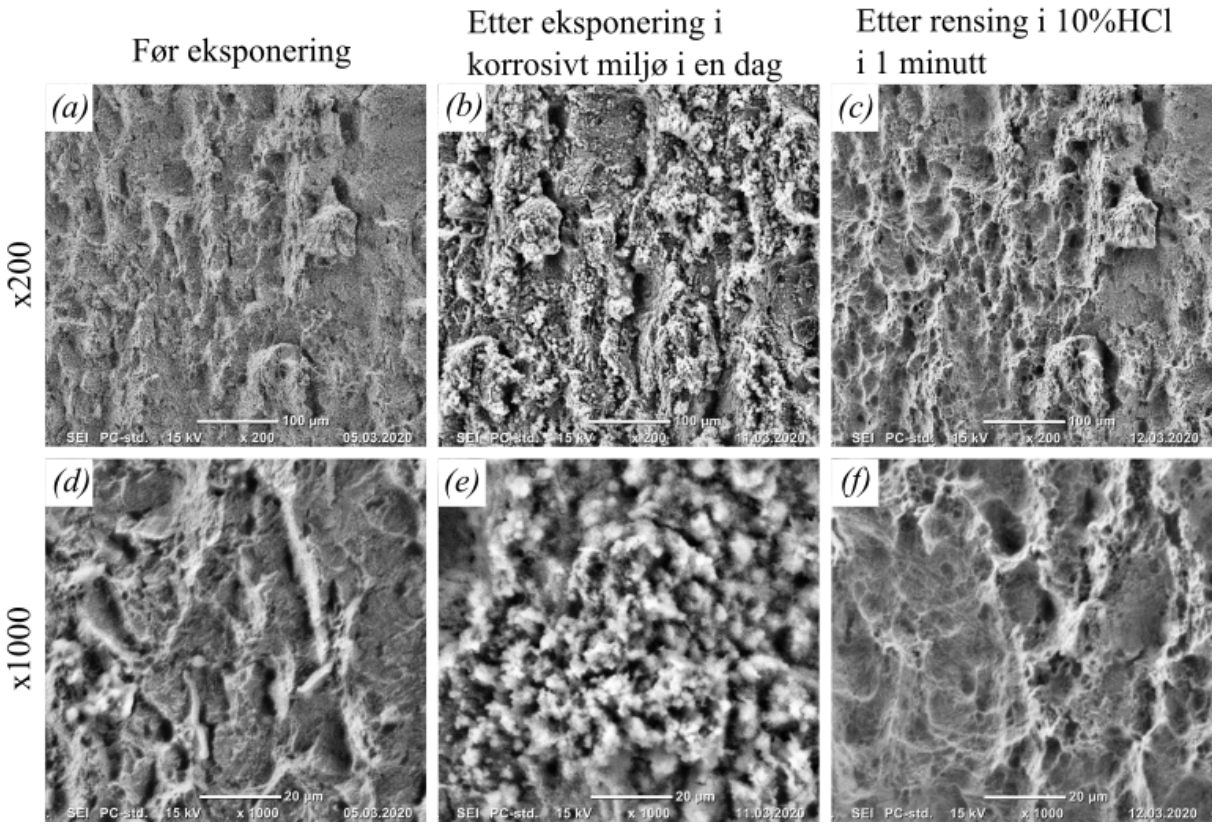
4.3.1.2 Døgneksponert duktil bruddflate: 10% HCl (1 min)

Figurene 4.33-4.34 viser henholdsvis bildene som ble tatt av duktil bruddflate før og etter korrosjonstest (en uke), samt bilder etter rensing med 10% HCl (1 min). Prøven hadde et lettere lag med korrosjon ved markeringer. Observasjon under rensing med 10% HCl viste at korrosjonen forsvant i løpet av få sekunder ved rensing. Det ble ikke observert nevneverdig makroskopisk forskjell på bruddflaten i stereomikroskopet (Fig.4.33) før og etter korrosjonseksponering og rensing.

Figur 4.34 *(a)* og *(b)* viser fibrøs struktur med en generell enveisorientering og dimpler på topper ved x200, samt dimpler og rivninger ved x1000. Tynt lag med korrosjon korrosjonen er observert i Figur 4.34 *(b)* og *(e)*. Etter rens (Fig. 4.34 *(c)* og *(f)*) var bruddflaten gjenkjennelig, men mønsteret identifisert før korrosjon var delvis borte. Fibrøs struktur med enveisorientering og dimpler ved x200, samt dimpler og rivninger ved x1000 var synlig på mindre korrosjonsutsatte deler av bruddflaten.



Figur 4.33: Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. Makrokarakteristikker som fibrøs struktur og skjær ble observert på bruddflaten. Prøven hadde et lettere lag med korrosjon på markeringer. Det ble ikke observert nevneverdig makroskopisk forskjell på bruddflaten.

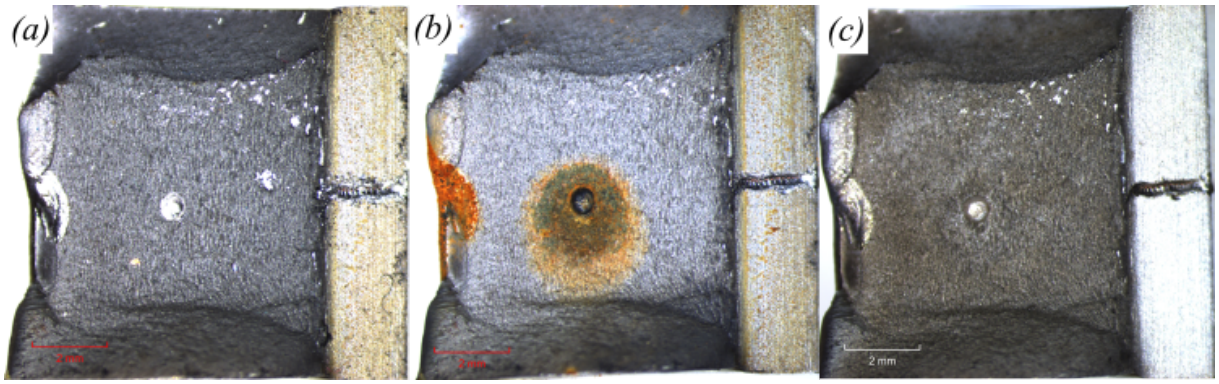


Figur 4.34: SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Bruddflaten viste fibrøs struktur med en generell enveisorientering og dimpler på topper ved x200, samt dimpler og rivninger ved x1000. Det ble observert lett korrosjon på bruddflaten. Deler av mikromønstrene identifisert før korrosjonstest og rensing var borte etter en uke korrosjonstest. Fibrøs struktur med enveisorientering og dimpler ved x200, samt dimpler og rivninger ved x1000 var synlig på mindre korrosjonsutsatte deler av bruddflaten.

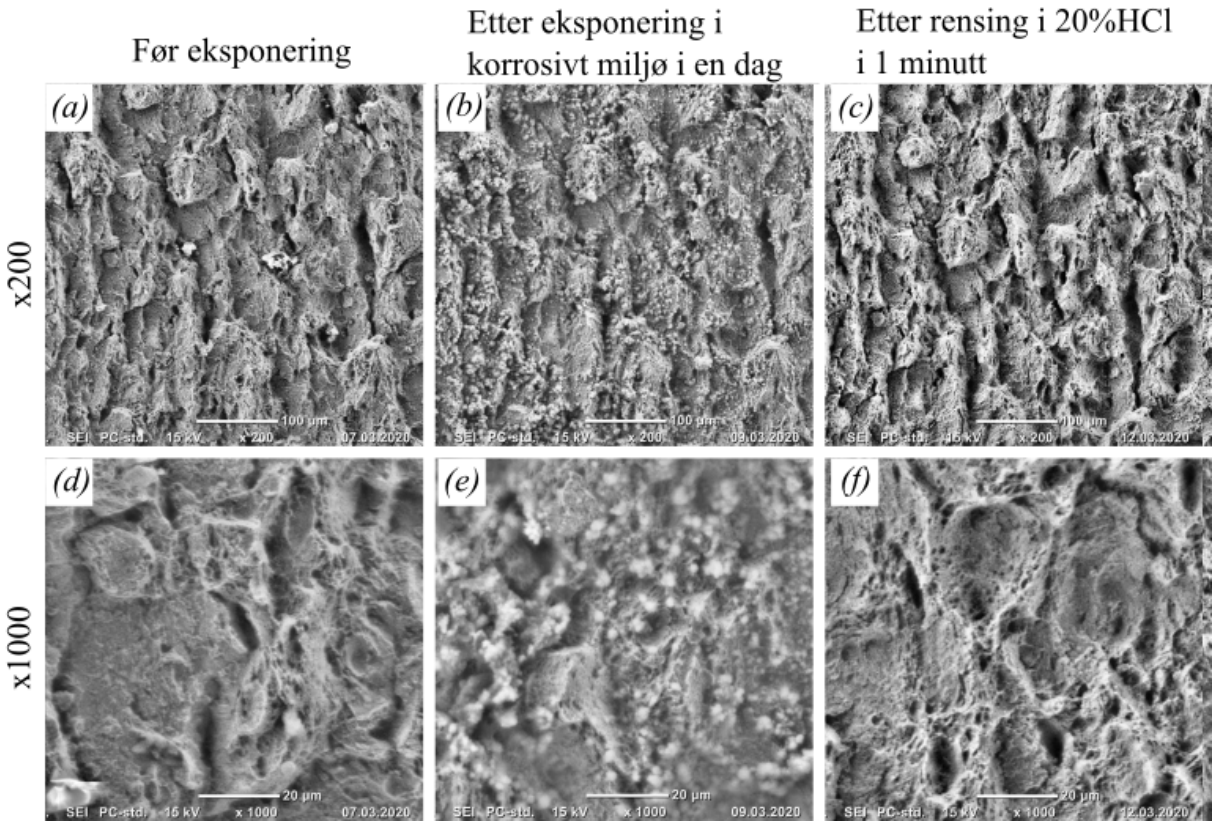
4.3.1.3 Døgneksponert duktil bruddflate: 20% HCl (1 min)

Figurene 4.35-4.36 viser henholdsvis bildene som ble tatt av duktil bruddflate før og etter korrosjonstest (ett døgn), samt bilder etter rensing med 20% HCl (1 min). Prøven hadde korrodert på mindre områder rundt markeringer. Observasjon under rensing med 20%HCl viste at korrosjonen forsvant i løpet av få sekunder ved rensing.

Figur 4.35 viser makrokarakteristikker som fibrøs struktur og skjær på bruddflaten. Det ble ikke observert nevneverdig makroskopisk forskjell før og etter korrosjonstest og rensing. Figur 4.36*(a)* og *(b)* viser mikrokarakteristikker som dimpler og rivninger (x1000), dimpler var også synlig ved forstørrelse x200. Et lett lag med korrosjon dekker overflaten i Figur 4.36*(b)* og *(e)*. Dimpler var delvis synlig under korrosjonen ved forstørrelse x1000. Etter rensing (Fig.4.36*(c)* og *(f)*) var dimpler og rivninger synlige.



Figur 4.35: Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. Prøven hadde korrodert på mindre områder rundt markeringer. Makrokarakteristikker som fibrøs struktur og skjær ble observert på bruddflaten. Bruddflaten var tilsynelatende intakt før og etter korrosjonstest og rensing.

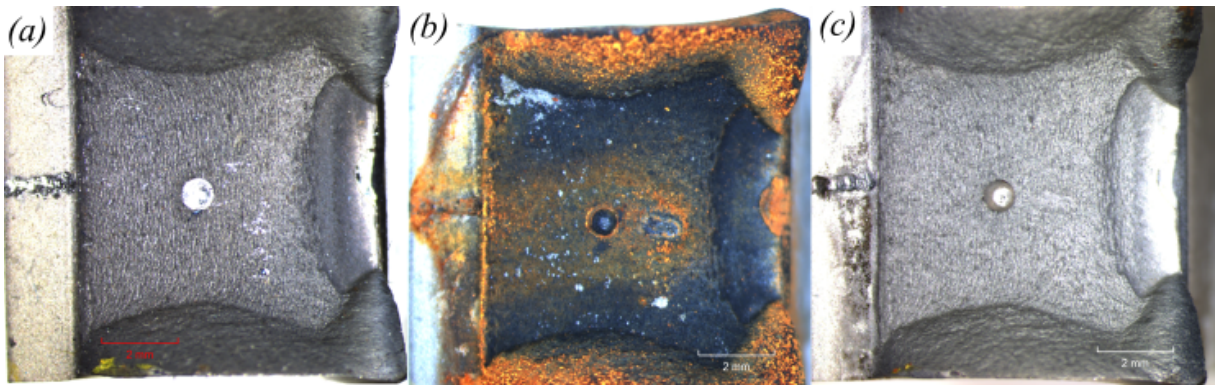


Figur 4.36: SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Et lett lag med korrosjon dekket overflaten. Mikromønstrene dimpler og rivninger ble observert før, under og etter korrosjon og rensing.

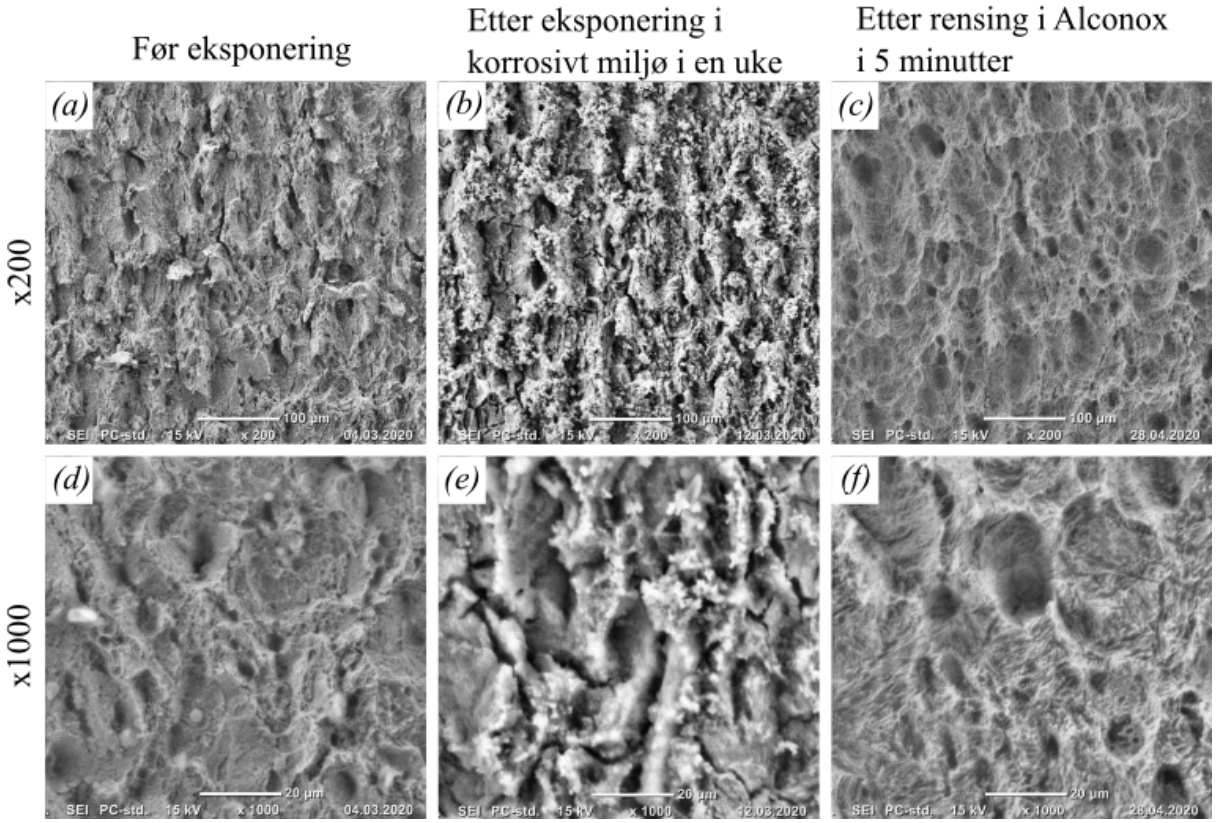
4.3.2 Ukeseksponert duktile bruddflater i korrosivt miljø

4.3.2.1 Ukeseksponert duktil bruddflate: Alconox (5 min)

Figurene 4.37-4.38 viser henholdsvis bildene som ble tatt av duktil bruddflate før og etter korrosjonstest (en uke), samt bilder etter rensing med Alconox (5 min). Stereomikroskopbildene (Fig.4.37) *(b)* viser at prøven korroderte jevnt med mørk og oransje korrosjon. Makromønster som fibrøs struktur og skjær ble observert på bruddflaten (Fig.4.37) *(a)*). Etter rensing var makromønster gjenkjennelig, men overflaten hadde blitt grovere (Fig.4.37)*(c)*). Mikromønstrene dimpler og rivninger ble observert før korrosjonstest i Figur 4.38*(d)*, samt fibrøs struktur i Figur 4.38*(a)*. Figur 4.38 *(b)* og *(e)* viser at korrosjonen dekket mikromønsteret og bruddflaten slik at bruddet ikke kunne karakteriseres. Korrosjonsproduktet ble observert å ha sprukket ved forstørrelse x1000 (Fig. 4.38 *(e)*). SEM av bruddflatene etter rensing (Fig. 4.38 *(c)* og*(f)*) viser at mikromønsteret ikke kunne observeres. Ved forstørrelse på x200 (Fig.4.38*(c)*) var groper og forhøyninger tilsynelatende gjenkjennelig. I Figur 4.38 *(f)* ble det observert antydninger til dimpler på mindre eksponerte områder, men dette kan også forveksles med groper dannet ved punktkorrosjon.



Figur 4.37: Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i Alconox i 5 minutter *(c)*. Makrokarakteristikker som fibrøs struktur og skjær ble observert på bruddflaten. Prøven hadde korrodert jevnt, med både mørk og oransje korrosjon. Bruddflaten var gjenkjennelig etter rensing, men ble observert som grovere.

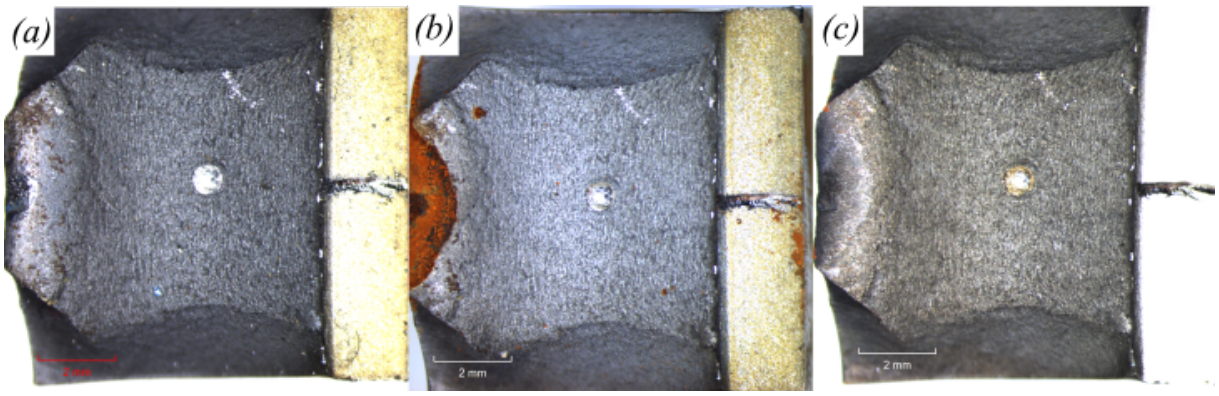


Figur 4.38: SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 5 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Mikromønstrene dimpler og rivninger ble observert før korrosjon og rensing. Et lag med korrosjon dekket overflaten. Korrosjonen var tilsynelatende oppsprukket. Groper og daler vsr delvis gjenkjennelig på bruddflaten etter rens (x200). Det ble observert dimpler på mindre eksponerte områder.

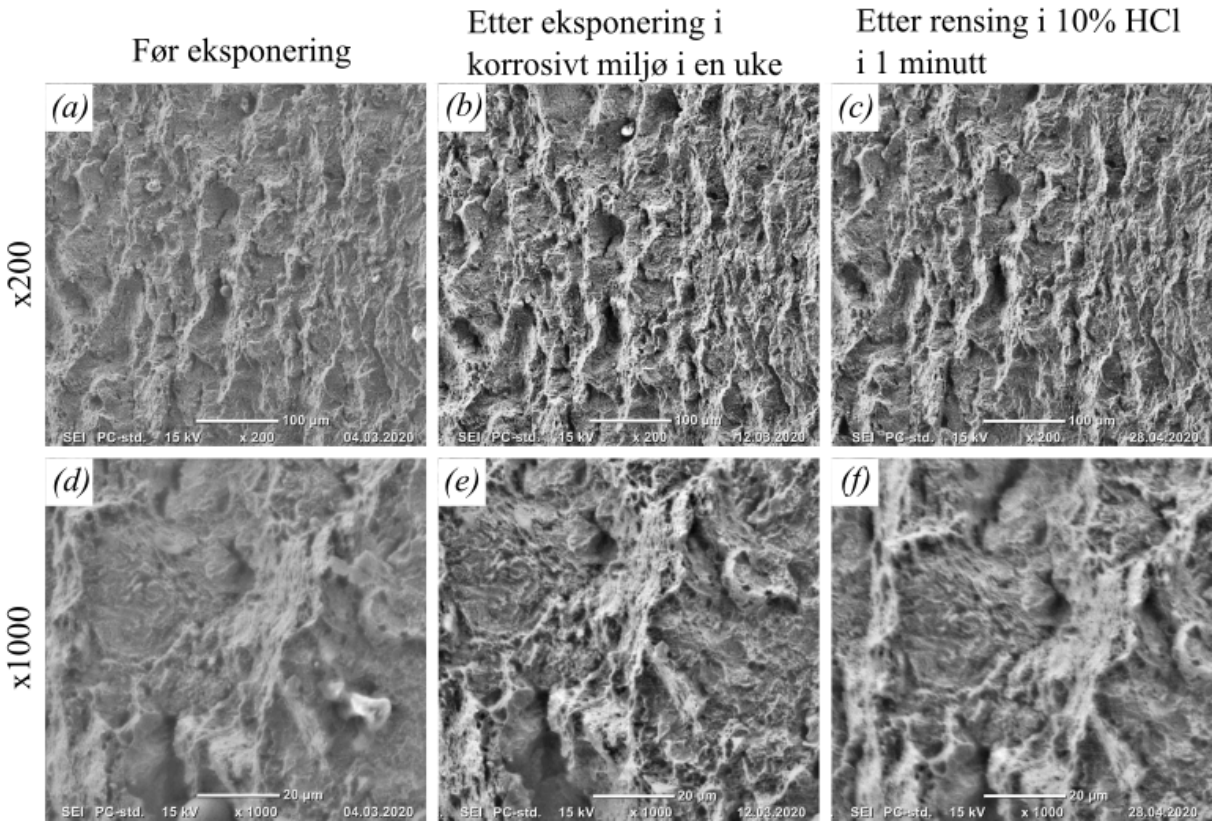
4.3.2.2 Ukeseksponert duktil bruddflate: 10% HCl (1 min)

Figurene 4.39-4.40 viser henholdsvis bildene som ble tatt av duktil bruddflate før og etter korrosjonstest (en uke), samt bilder etter rensing med 10% HCl (1 minutt). Observasjon gjort under rensing med HCl indikerte at korrosjonen forsvant etter omtrent 20 sekunder.

Figur 4.39 *(b)* viser korrosjon på kanten av prøven og enkelte små områder på bruddflaten. Det ble ikke observert nevneverdig makroskopisk forskjell på bruddflaten før og etter korrosjonseksponering og rensing. Rivninger og dimpler ble observert på SEM-bildene før korrosjon (Fig.4.40 *(a)* og *(d)*). Etter rensing av bruddet var rivninger gjenkjennelig, og dimpler gjenkjennelig på deler av prøven ((Fig.4.40 *(a)* og *(d)*).



Figur 4.39: Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. Det ble observert korrosjon på skjær og enkelte små områder på bruddflaten. Det ble ikke observert nevneverdig makroskopisk forskjell på bruddflaten før og etter korrosjonseksponering og rensing.

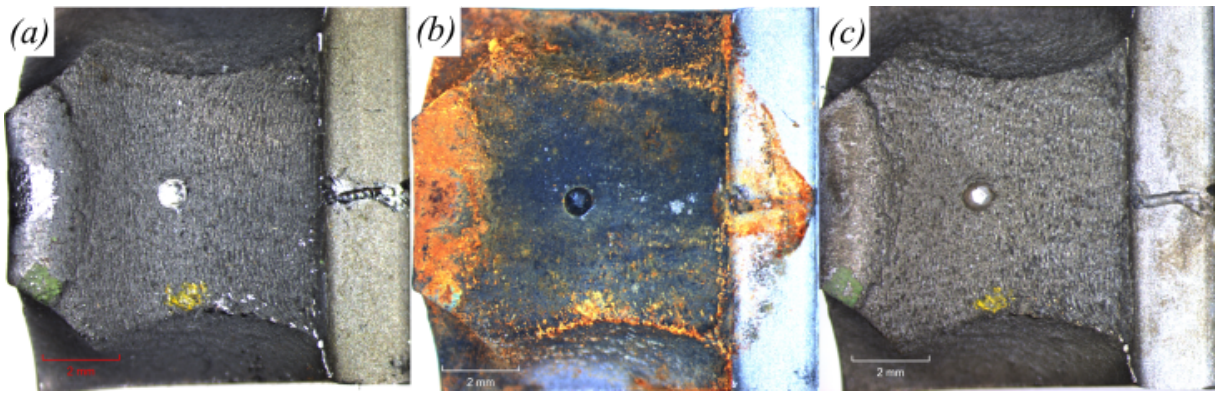


Figur 4.40: SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Mikromønster som dimpler og rivninger ble observert på prøven. Etter rensing av bruddet var rivninger gjenkjennelig, og dimpler gjenkjennelig på deler av prøven

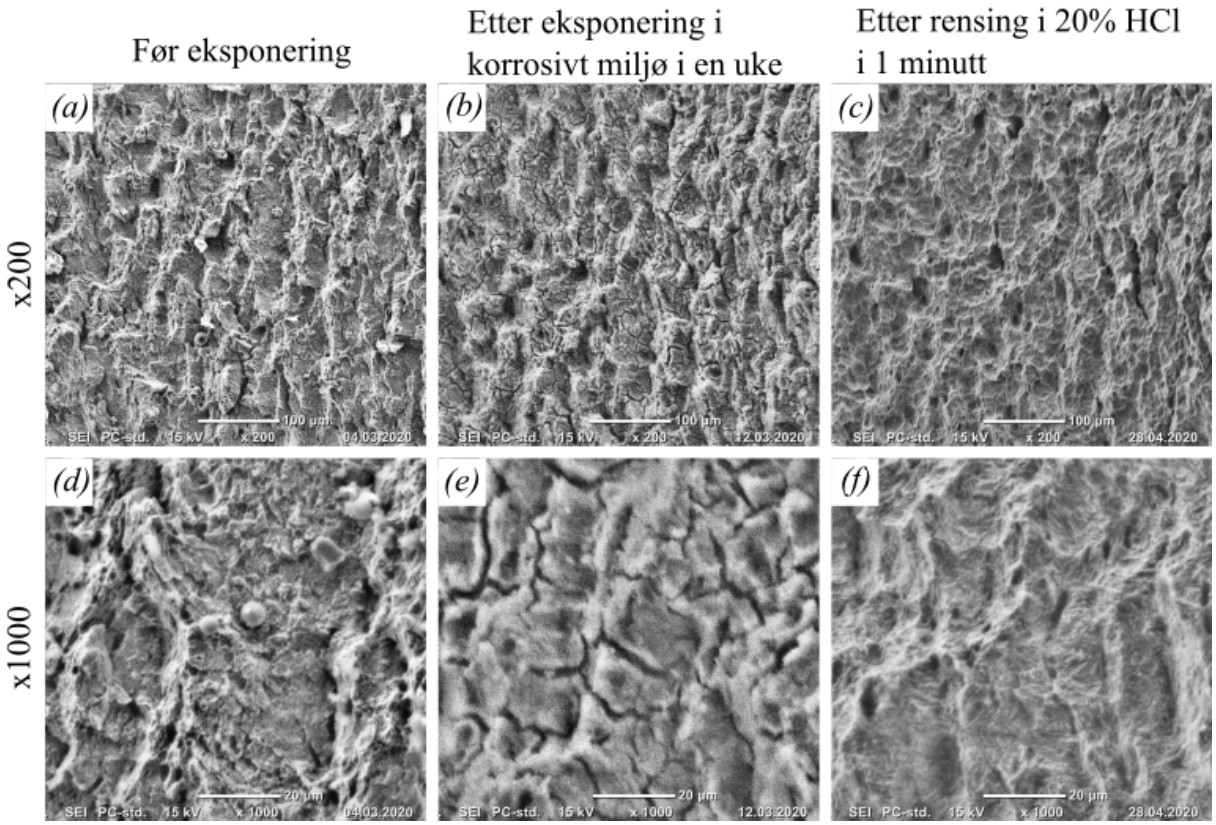
4.3.2.3 Ukeseksponert duktil bruddflate: 20% HCl (1 min)

Figurene 4.41-4.42 viser henholdsvis bildene som ble tatt av duktil bruddflate før og etter korrosjonstest (en uke), samt bilder etter rensing med 20% HCl (1 min). Observasjon gjort under rensing med 20% HCl indikerte at korrosjonen forsvant etter omtrent 20 sekunder.

Makromønster som fibrøs struktur og skjær ble observert på bruddflaten på bilder tatt i stereomikroskop (Fig.4.41*(a)*). Figur 4.41*(b)* viser at prøven hadde korrodert jevnt, og at mørk og oransje korrosjon hadde lagt seg på bruddflaten. Etter rensing var bruddflaten renset for korrosjon (Fig.4.41*(c)*). Det makroskopiske mønstret var fortsatt synlig etter rensing, men bruddflaten hadde fått en grovere struktur. Figur 4.42 *(a)* og *(d)* viser mikroskopiske mønster som rivninger og dimpler. Det hadde lagt seg et lag med oppsprukket korrosjon på bruddoverflaten (Fig. 4.42*(b)* og *(e)*) som dekket mikromønsteret slik at bruddet ikke kunne karakteriseres. Etter rensing (Fig.4.42 *(c)* kunne dimpler og rivninger gjenkjennes ved x200 forstørrelse, men de disse gjenkjennelsene var svake. I Figur 4.42 *(f)* kan man se antydninger til dimpler på mindre eksponerte områder.



Figur 4.41: Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. Makrokarakteristikker som fibrøs struktur og skjær ble observert på bruddflaten. Prøven hadde korrodert jevnt med mørk og oransje korrosjon. Rensing av bruddflaten ga en forgroving av makromønstrene observert før korrosjonstest og rensing. Bruddflaten var gjenkjennelig før og etter korrosjonstest og rensing.



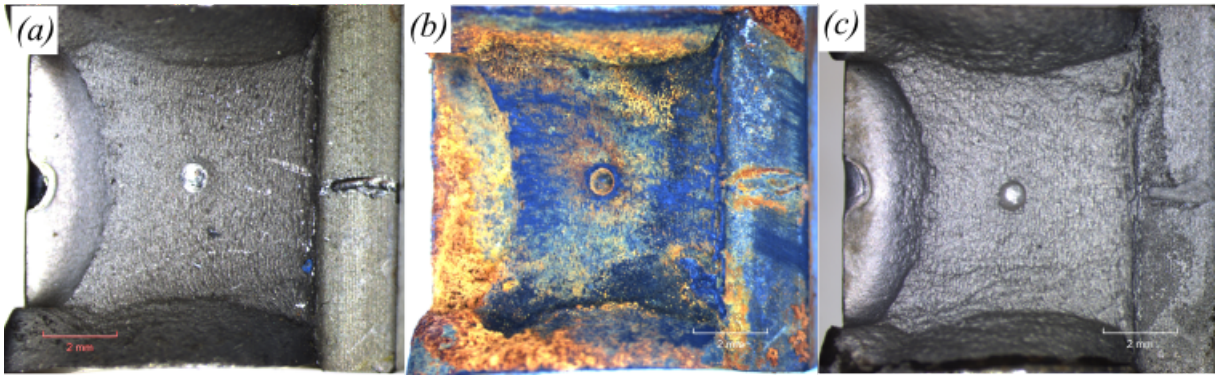
Figur 4.42: SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Mikromønster som dimpler og rivninger ble observert før korrosjonstest. Det hadde lagt seg et lag med oppsprukket korrosjon på bruddoverflaten som dekket mikromønsteret. Etter rensing ble grove strukturer som topper og daler gjenkjent. Det ble observert dimpler på mindre utsatte områder etter rens.

4.3.3 Månedseksponert duktile bruddflater i korrosivt miljø

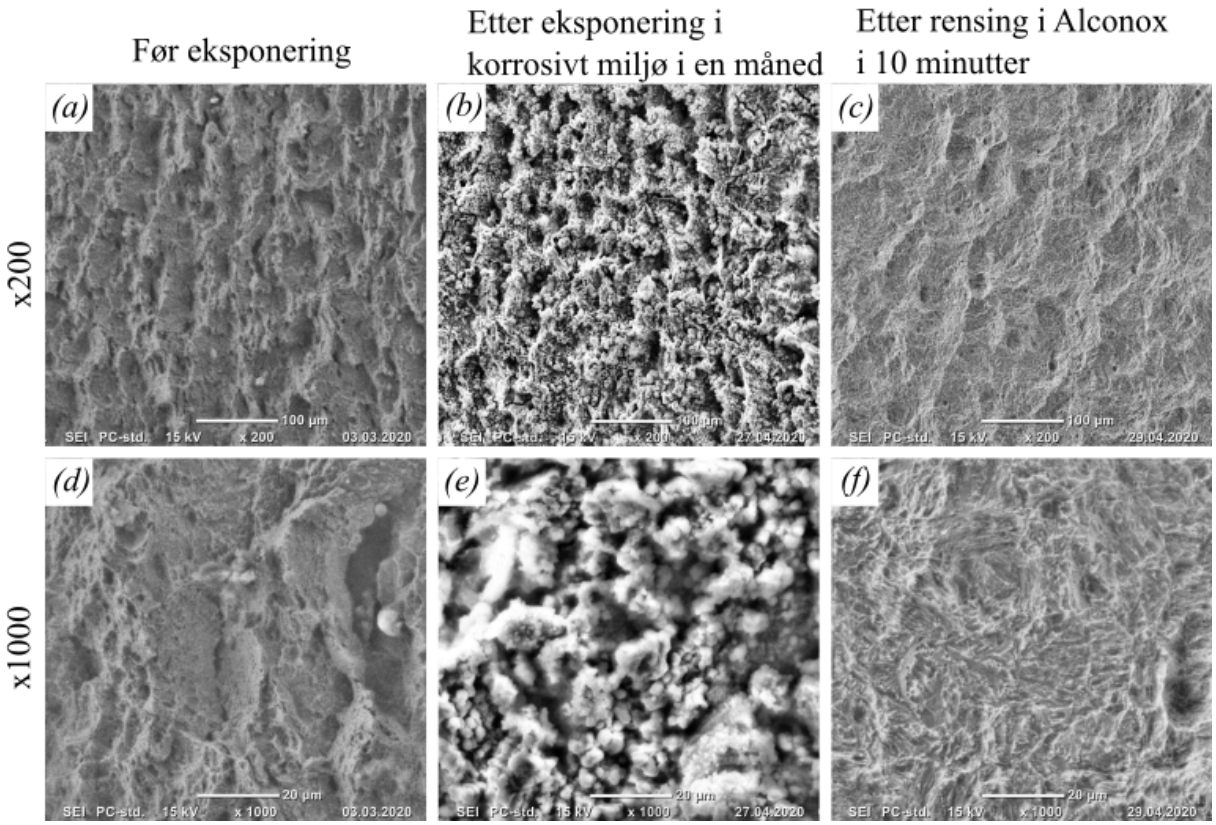
4.3.3.1 Månedseksponert duktil bruddflate: Alconox (10 min)

Figurene 4.43-4.44 viser henholdsvis bildene som ble tatt av duktil bruddflate før og etter korrosjonstest (en måned), samt bilder etter rensing med Alconox (10 min).

I Figur 4.43*(a)* kan fibrøs struktur og skjær gjenkjennes på bruddflaten. Bruddflaten var dekket av et jevnt lag med mørk og oransje korrosjon (Fig.4.43*(b)*). Etter rensing var markeringer og makromønster mindre definerte, men gjenkjennelige. Mikroskopiske karakteristikker som dimpler og rivninger ble observert i SEM før korrosjonstest og rensing (Fig.4.44*(a)* og*(d)*). SEM av bruddflater med korrosjon (Fig.4.44*(b)* og *(e)*) viste at korrosjonen angrep toppene i fraktografien. I Figur 4.44 kan man se en grovere overflate fra før eksponering i korrosivt miljø (*(a)* og *(d)*) og etter rensing (*(c)* og *(f)*). Dette gjorde topografien etter rensing generelt flatere, og ga få tegn på plastisk deformasjon. Det var ikke mulig å gjenkjenne mikromønstrene etter rensing.



Figur 4.43: Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter *(c)*. Makromønster som fibrøs struktur og skjær ble gjenkjent på bruddflaten før korrosjonstest. Bruddflaten var dekket av et lag med mørk og oransje korrosjon. Etter rensing var markeringer og makromønster mindre definerte.

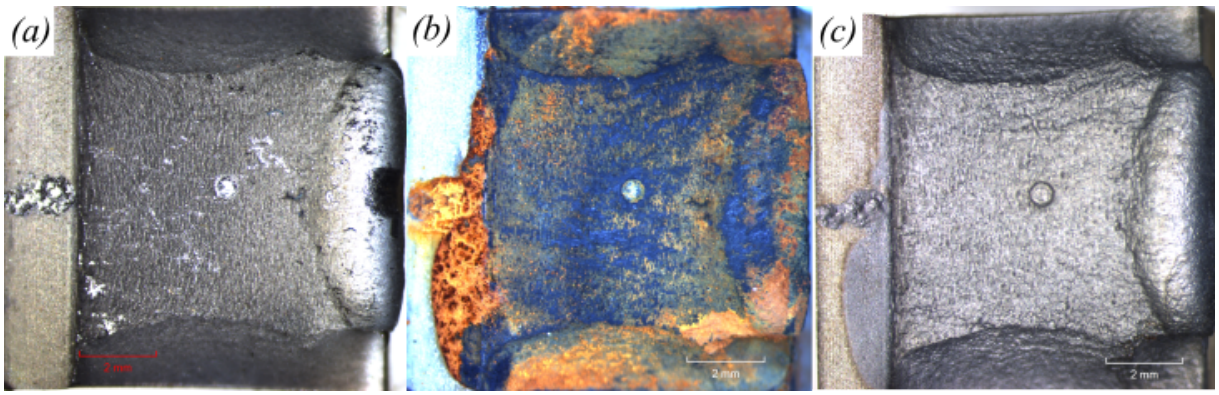


Figur 4.44: SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Dimpler og rivninger ble gjenkjent før korrosjonstest. Korrosjonen dekket overflaten og la seg på fraktografiske topper. Topografiene til bruddflaten hadde blitt flatere etter rensing og mikromønstrene var ikke gjenkjennelig.

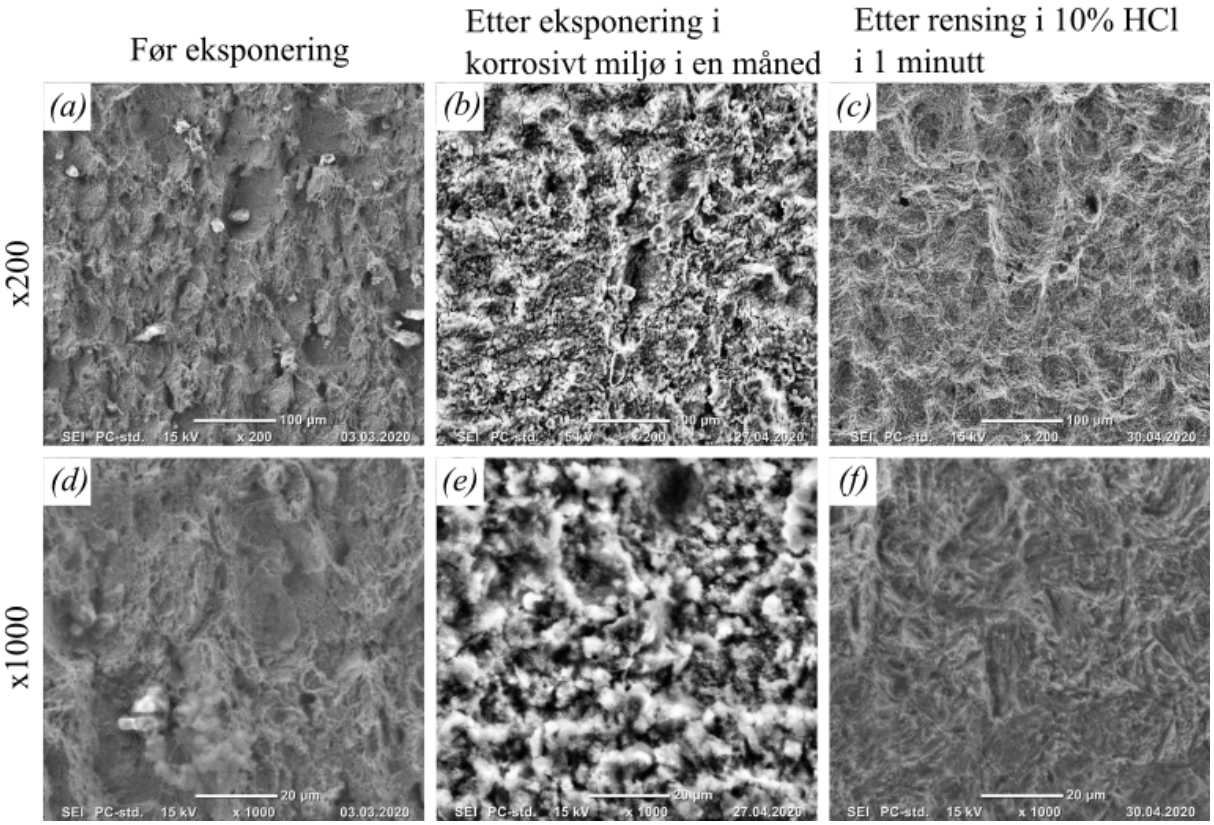
4.3.3.2 Månedseksponert duktil bruddflate: 10% HCl (1 min)

Figurene 4.45-4.46 viser henholdsvis bildene som ble tatt av duktil bruddflate før og etter korrosjonstest (en måned), samt bilder etter rensing med 10% HCl (1 min). Observasjoner gjort under rensing i 10% HCl antydet at korrosjonen forsvant etter omtrent 40 sekunder.

Bruddflaten hadde korrodert jevnt, og viste en mørk og oransje korrosjon (Fig.4.45*(b)*). Makromønster som fibrøs struktur og skjær kunne gjenkjennes på bruddflaten før og etter korrosjonstest (Fig.4.45 *(a)* og *(c)*). SEM av bruddflaten viser mikromønster som dimpler og rivning (Fig.4.46*(a)* og *(d)*). Bruddflaten var dekket av et lag med delvis oppsprukket korrosjon (Fig.4.46*(b)* og *(e)*). Etter korrosjon (Fig.4.46 *(c)* var de mikroskopiske karakteristikkene ikke gjenkjennelig. Topografien til bruddflaten var også blitt flatere og hadde få tegn på plastisk deformasjon. Ny ukjent struktur ble observert på bruddflaten etter rensing (Fig. 4.46*(f)*.



Figur 4.45: Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. Bruddflaten var dekket av et jevnt mørkt og oransje lag med rust. Bruddflaten hadde fått en grovere struktur etter rensing. Makromønstrene som skjær og fibrøs struktur var gjenkjennelig før og etter korrosjonstest og rensing.

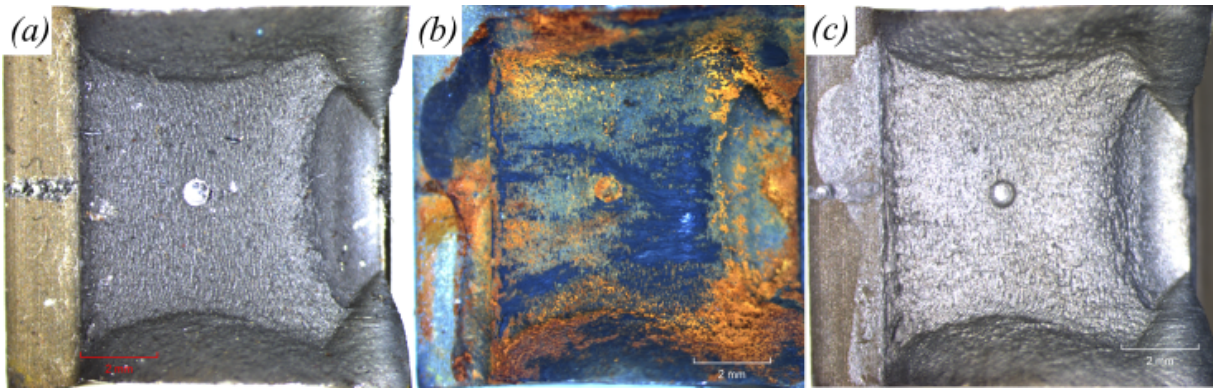


Figur 4.46: SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Mikroskopiske karakteristikker som dimpler og rivninger var synlige før korrosjonstest. Korrosjonen la seg på topografiske topper på bruddflaten. Bruddflaten var ikke gjenkjennelig etter rensing da topografien hadde blitt jevnere og mikromønstrene ikke lenger var synlig.

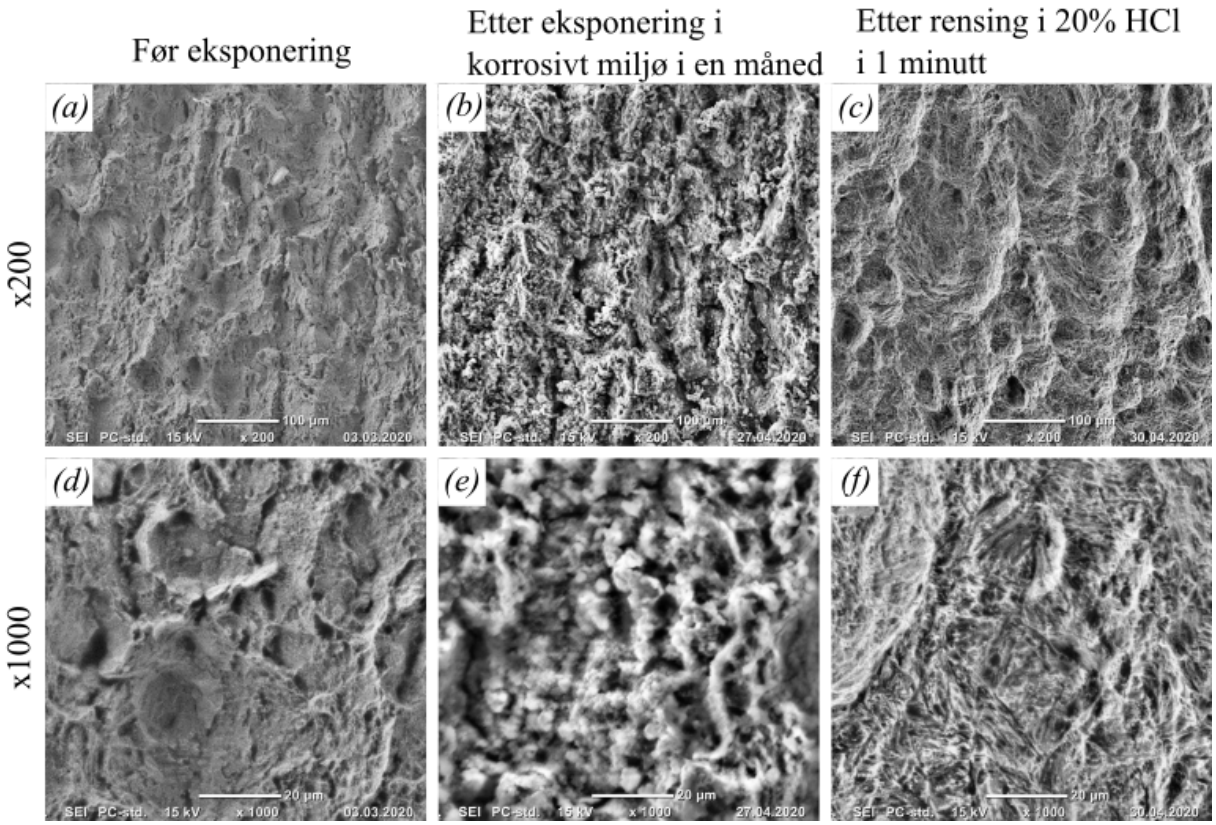
4.3.3.3 Månedseksponert duktil bruddflate: 20% HCl (1 min)

Figurene 4.47-4.48 viser henholdsvis bildene som ble tatt av duktil bruddflate før og etter korrosjonstest, samt bilder etter rensing med 20% HCl (1 min). Observasjoner gjort under rensing i 20% HCl antydet at korrosjonen forsvant etter omtrent 40 sekunder.

Figur 4.47 viser makrokarakteristikker som fibrøs struktur og skjær på bruddflaten. Makromønster kunne gjenkjennes før og etter korrosjonstest (Fig.4.47 *(a)* og *(c)*), men hadde blitt med utydelig. Figur 4.48*(a)* og *(d)* viser mikrokarakteristikker som dimpler og rivninger (x1000). Dimpler var også synlig ved forstørrelse x200. Et lag med korrosjon dekket overflaten i Figur 4.48*(b)* og *(e)*. Dimpler er ikke synlig under korrosjonen ved forstørrelse x1000. Etter rensing (Fig.4.48*(c)* og *(f)*) var dimpler og rivninger ikke lenger synlige. Ny ukjent struktur ble observert på bruddflaten etter rensing (Fig. 4.48*(f)*.



Figur 4.47: Stereomikroskopbilde av duktil bruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. Skjær og fibrøs makrokarakteristikk var synlig. Et jevnt lag med korrosjon med mørk og oransje korrosjon dekket overflaten. Makromønsteret var synlig, men svekket etter rensing.



Figur 4.48: SEM av duktil bruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Rivninger og dimpler var synlig før korrosjonstest. Korrosjon dekket overflaten slik at mikrostrukturen ikke kunne skimtes under korrosjonen. Ukjent ny struktur kunne ses på overflaten etter rensing (x1000).

4.3.4 Sammenlikning av duktile bruddflater uavhengig av rensemiddel

Figur 4 og 5 i Vedlegg D viser henholdsvis duktile bruddflater ved de ulike eksponeringstidene satt opp mot hverandre. I Figur 4 er stereomikroskopbilder og SEM-bilder ved x200 forstørrelse før korrosjonseksponering og etter rensing presentert. Det er tatt ut et utvalg av de duktile prøvene uavhengig av rensemiddel for å illustrere degraderingen som følge av korrosjon. Stereomikrospopbildene viser en mulig utvikling i degradering av bruddoverflaten makroskopisk. Prøven utsatt for korrosjon i en måned ser ut til å få en grovere overflate ved sammenlikning fra før eksponering til etter rensing. Utviklingen i degradering blir tydeligere ved x200 forstørrelse. Etter ett døgn korrosjonseksponering var overflaten tilsynelatende lik før og etter. Etter en uke var overflaten kraftig endret og det flere store groper hadde blitt dannet. Overflaten etter en uke med korrosjonseksponering var ikke lenger gjenkjennelig. Overflaten hadde fortsatt dimpler og tegn på rivninger. Etter en måned eksponering var overflaten blitt mye flatere og jevnere. Bildet etter rensing viser en relativt flat overflate, med få indikasjoner på plastisk deformasjon. Etter en måneds korrosjonseksponering er den duktile overflaten ikke lenger gjenkjennelig.

Figur 5 i Vedlegg D viser SEM-bilder ved x1000 forstørrelse av duktile bruddflater etter rensing ved de ulike eksponeringstidene. Etter ett døgns eksponering var overflaten gjenkjennelig som duktil. Man kan enda se karakteristikker som dimpler og rivninger. Etter en ukes korrosjonseksponering var overflaten tydelig mer degradert. Ukjent mønster, referert til som korrosjonsmønsteret, var synlig og karakteristikker var svake. Både dimpler og rivninger var sterkt

reduserte. Etter en måned korrosjonseksponering var mikromønsteret forsvunnet. Bildene viser en forholdsvis flat overflate, der korrosjonsmønsteret er godt synlig. Etter en måned var ikke bruddoverflaten lenger gjenkjennelig ved x1000 forstørrelse og typiske karakteristikker var forsvunnet.

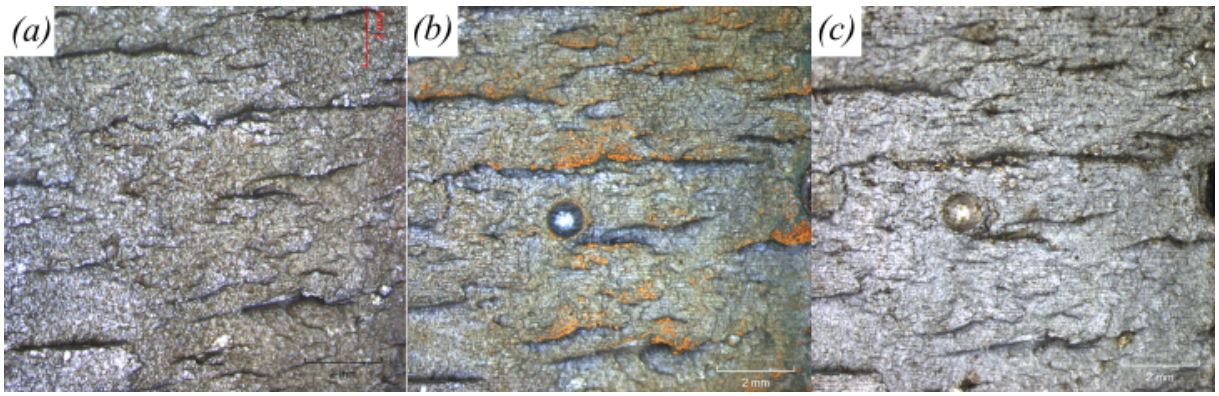
4.4 Korrosjonstest og rensing av utmattingsbruddflater

Dette delkapittelet viser resultater fra korrosjonstesting i ulike eksponeringstider (ett døgn, en uke og en måned), samt rensing med rensemidlene; Alconox (5 min), 10% og 20% inhibert HCl (1 min). Til slutt i delkapittelet blir det presentert en sammenligning av de ulike eksponeringstidene uavhengig av rensemiddelene. Utmattingsbruddflatene kommer fra et større utmattingsbrudd som ble delt opp i seksjoner, vist i Figur 3.2 i kap. 3.

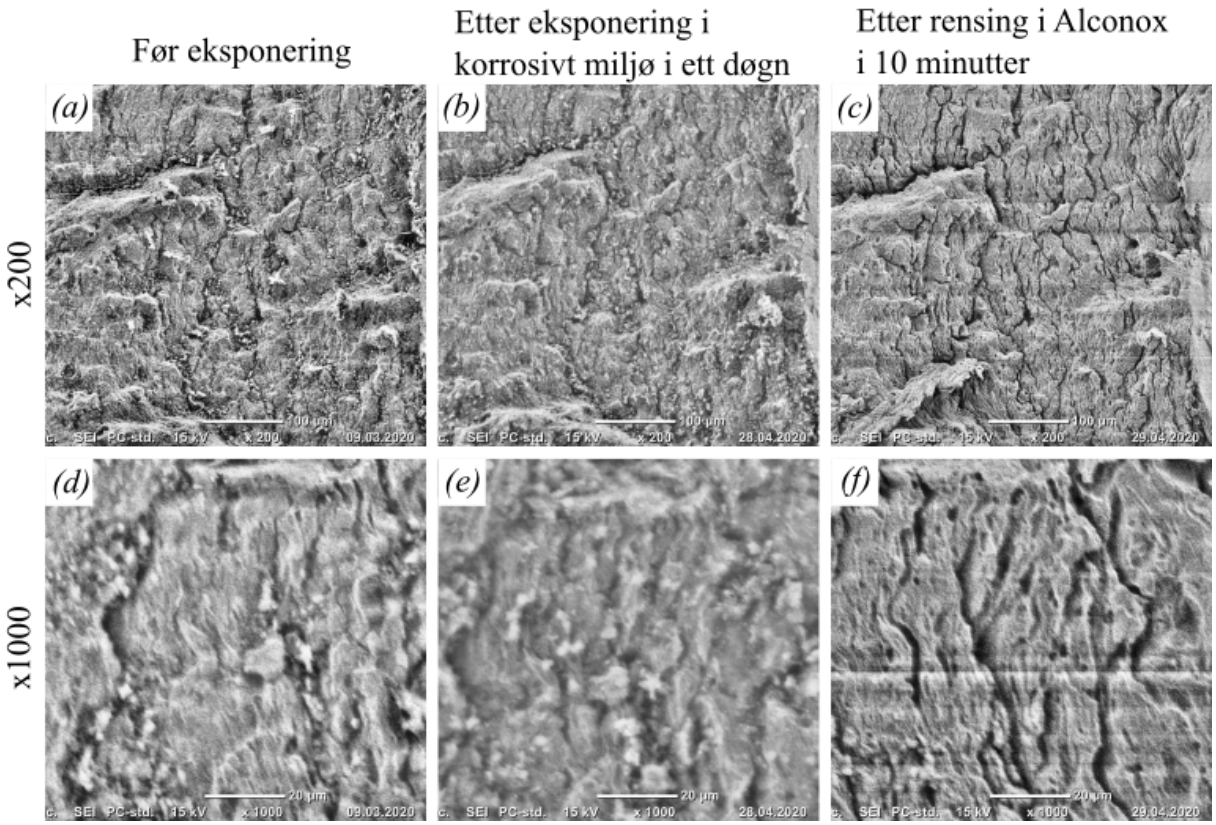
4.4.1 Døgneksponert utmattingsbrudd i korrosivt miljø

4.4.1.1 Døgneksponert utmattingsbrudd: Alconox (10 min)

Figurene 4.49-4.50 viser henholdsvis bildene som ble tatt av utmattingsbruddflate før og etter korrosjonstest (ett døgn), samt bilder etter rensing med Alconox (10 min). I Figur 4.49 kan den generelle enveisorienteringen og hyller observeres før og etter korrosjonstest. Bruddflaten ble dekket av et lett lag med korrosjon med større konsentrasjon på definerte kanter på sprekker. Det ble ikke observert endring i overflaten før og etter korrosjon og rensing. I Figur 4.50*(a)* - *(c)* kan enveisorienteringen til bruddet gjenkjennes da sprekker har lagt seg i samme orientering. Mikromønsteret, antatt å være hvilelinjer, kan observeres i Figur 4.50*(d)*. Etter korrosjon (Fig.4.50*(c)* og 4.50*(f)*) ble sprekker mer definerte og gropere. Enkelte hvilelinjer kan fortsatt observeres etter korrosjon ved forstørrelse (x1000) i Figur 4.50*(f)*.



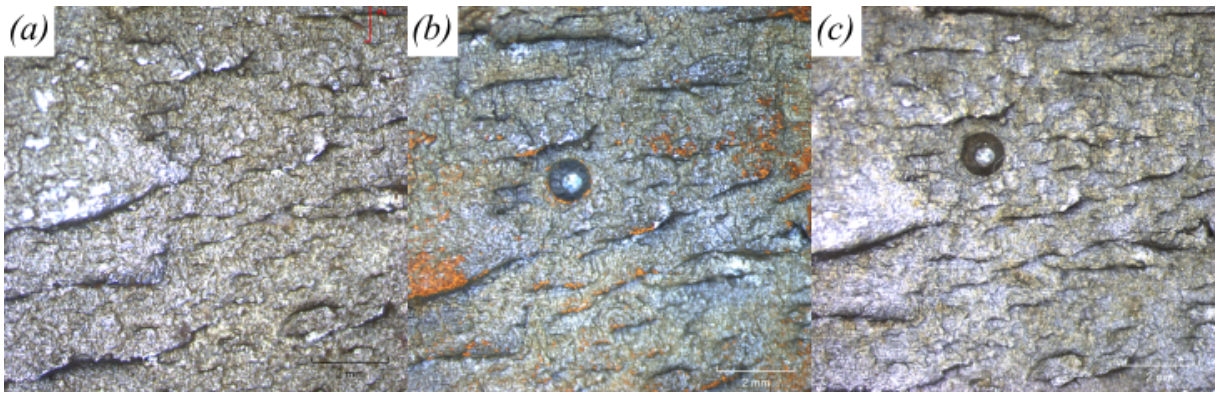
Figur 4.49: Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter *(c)*. Prøven hadde et tynt lag med korrosjon med fokusert angrep på kanter på mønstrene på bruddflaten. Det ble ikke observert nevneverdig endring i makromønsteret på prøven før og etter korrosjon. Det sirkulære avtrykket observert på prøven etter korrosjonstest var en markering gjort på prøven for bedre orientering.



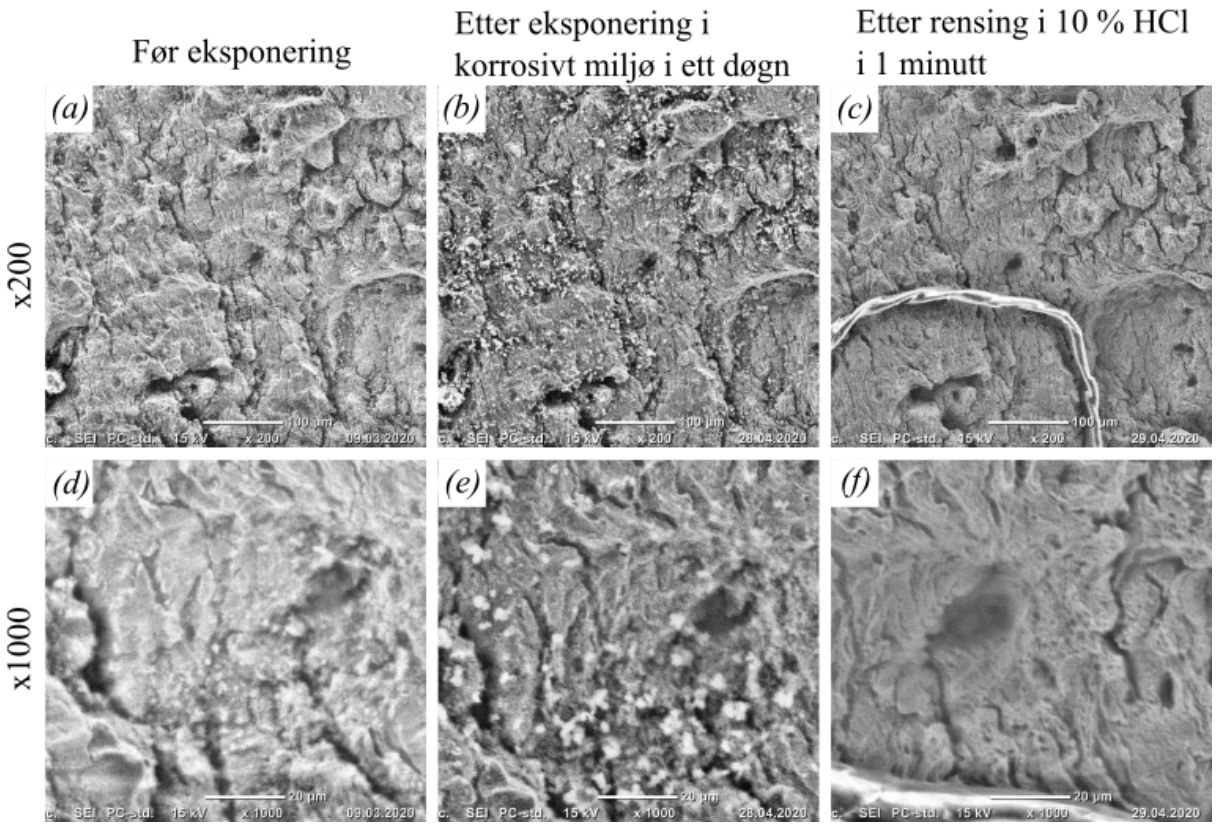
Figur 4.50: SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Sprekker og antatte hvilelinjer kan observeres på prøven før korrosjonstest ved høy forstørrelse. Etter korrosjonstest var bruddflaten korrodert med er tynt lag. Korrosjonstest og rensing hadde ført til tydeligere sprekker og små hull i prøven. Hvilelinjene observert før korrosjonstest var delvis synlige etter rensing.

4.4.1.2 Døgneksponert utmattingsbrudd: 10% HCl (1 min)

Figurene 4.51-4.52 viser henholdsvis bildene som ble tatt av utmattingsbruddflate før og etter korrosjonstest (ett døgn), samt bilder etter rensing med 10% HCl (1 min). Observasjon gjort under rensing viste at korrosjonen på prøvene forsvant i løpet av få sekunder ved rensing i 10% HCl. I Figur 4.51 kan den generelle enveisorienteringen og hyller observeres før og etter korrosjonstest. Bruddflaten ble dekket av et lett lag med korrosjon med større konsentrasjon på definerte kanter på sprekker. Det ble ikke observert endring i overflaten før og etter korrosjon og rensing. Figur 4.52*(a)* renset i 10% HCl har sprekker som orienteres langs enveisorienteringen til bruddet. Sprekker og forhøyninger er delvis synlige i Figur 4.52*(d)*. Det kan virke som om bruddflaten var dekket av et tynt lag med korrosjon før korrosjonstest. Etter ett døgn (Fig.4.52*(b)* og *(e)*) i NaCl-løsningen hadde det lagt seg et lett lag av korrosjon på bruddflaten. Mikromønstrene kunne skimtes gjennom rustlaget ved forstørrelse på x200. Rensing av bruddflaten resulterte i mer definerte sprekker (Fig.4.52*(c)*). På bruddoverflaten (Fig 4.52*(f)*) kunne små hull observeres etter rensing av stålet. Hullene hindret ikke observasjon av mikromønster. Mikromønstrene observert før korrosjon var tilsynelatende ikke skadet og om mulig mer synlige etter korrosjon og rensing i 10% HCl.



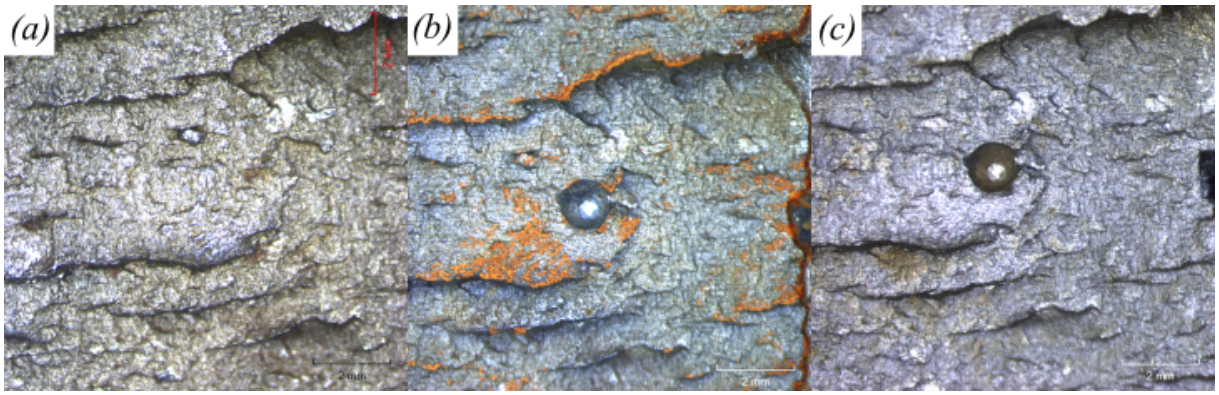
Figur 4.51: Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. Prøven hadde et tynt lag med et korrosjonsfokusert angrep på kanter i mønstrene på bruddflaten. Det ble ikke observert nevneverdig endring i makromønsteret på prøven før og etter korrosjon. Det sirkulære avtrykket observert på prøven etter korrosjonstest var en markering gjort på prøven for bedre orientering.



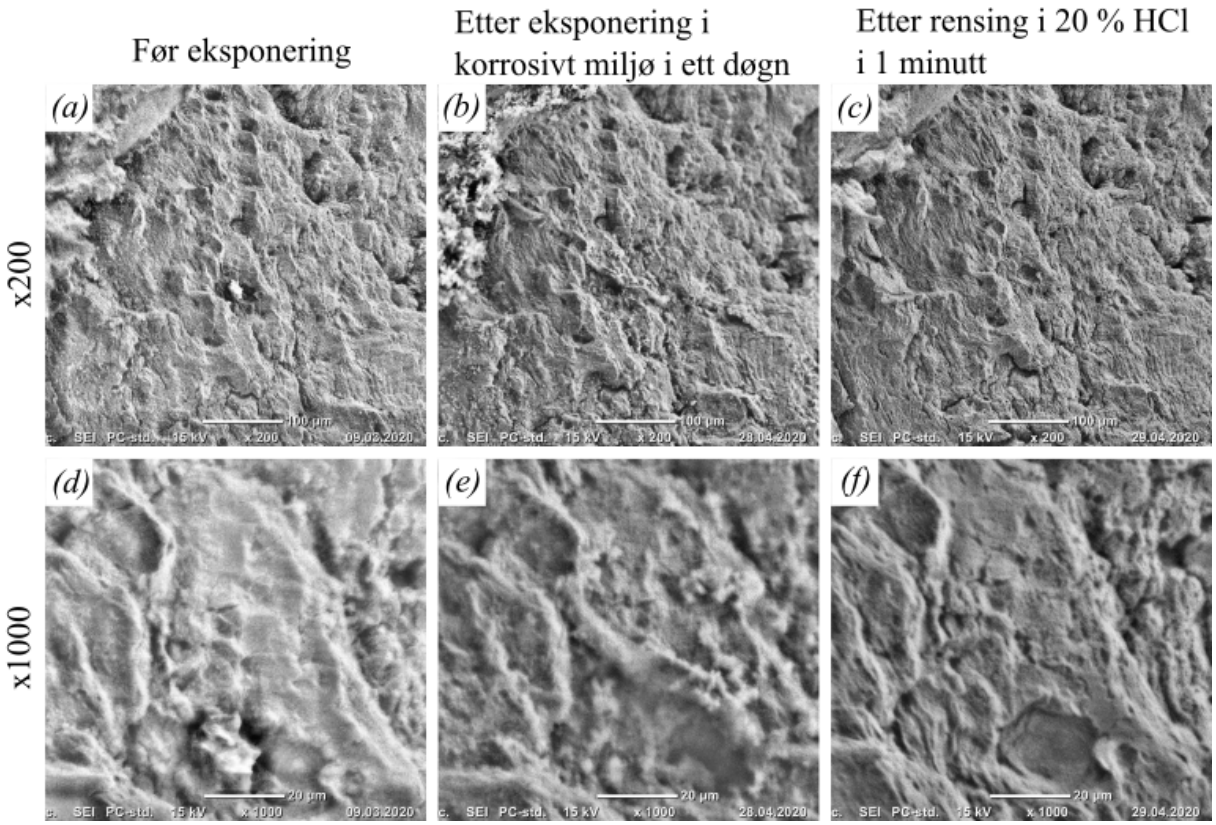
Figur 4.52: SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Definerte sprekker og små hull kunne observeres etter rensing. Hullene hindret ikke observasjon av mikromønster. Mikromønstrene observert før korrosjon var tilsynelatende ikke skadet og om mulig mer synlige etter korrosjon og rensing i 10% HCl

4.4.1.3 Døgneksponert utmattingsbrudd: 20% HCl (1 min)

Figurene 4.53-4.54 viser henholdsvis bildene som ble tatt av utmattingsbruddflate før og etter korrosjonstest (ett døgn), samt bilder etter rensing med 20% HCl (1 min). Observasjon under rensing viste at korrosjonen på prøvene forsvant i løpet av få sekunder ved rensing i 20% HCl. I Figur 4.53 kan den generelle enveisorienteringen og hyller observeres før og etter korrosjonstest. Bruddflaten var dekket av et lett lag med korrosjon, med større konsentrasjon på definerte kanter på sprekker og prøven. Det ble ikke observert endring i overflaten før og etter korrosjon og rensing. I Figur 4.54*(a)* og *(b)* kunne det observeres sprekker orientert etter enveisorienteringen til bruddflaten. Bildet tatt før korrosjonstest (Fig.4.54*(d)*) viste lite karakteristiske mikromønster. Etter rensing (Fig.4.54*(f)*) ble hvilelinjer og små hull i bruddflaten, som ikke ble observert før korrosjonstest, observert.



Figur 4.53: Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. Korrosjon langs kanter på bruddmønsteret og prøven ble observert. Det ble ikke observert endring i det makroskopiske mønstret før og etter korrosjonstest og rensing.

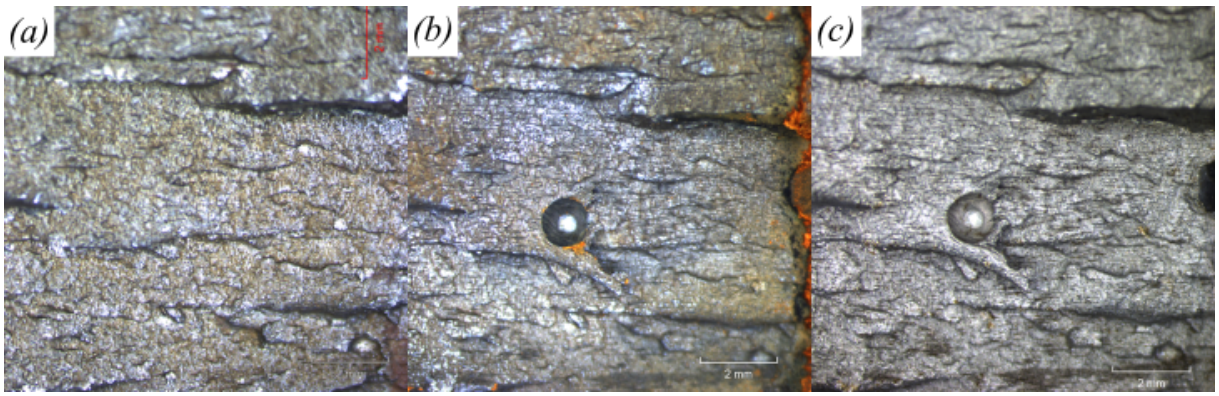


Figur 4.54: SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i ett døgn ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Bruddflaten viste lite karakteristiske mikromønster, men små sprekker orientert etter enveisorienteringen til bruddflaten. Etter rensing kunne større detaljer observeres, slik som hvilelinjer og små hull i bruddflaten.

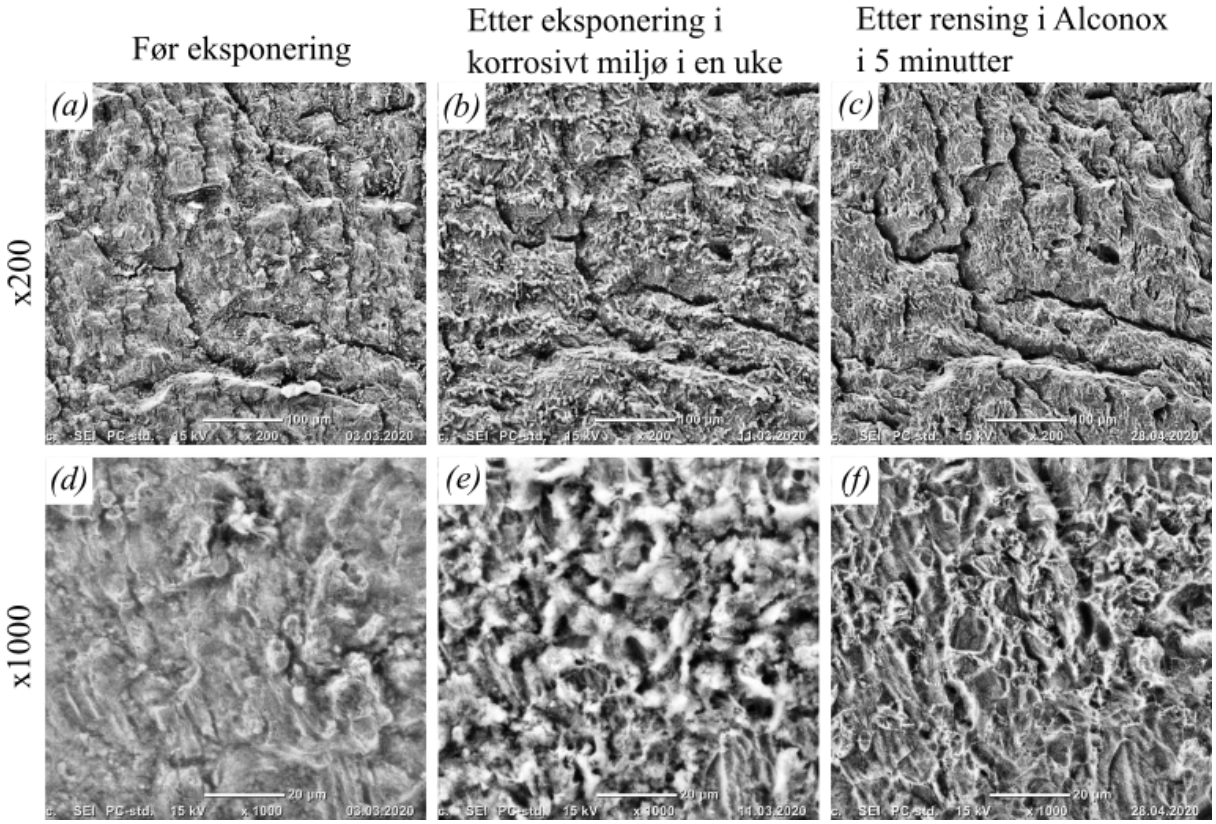
4.4.2 Ukeseksponert utmattingsbrudd i korrosivt miljø

4.4.2.1 Ukeseksponert utmattingsbrudd: Alconox (5 min)

Figurene 4.55-4.56 viser henholdsvis bildene som ble tatt av utmattingsbruddflate før og etter korrosjonstest (en uke), samt bilder etter rensing med Alconox (5 min). I Figur 4.55 kan enveisorientering og hyller observeres før og etter korrosjonstest. Bruddflaten var dekket av lett rust der større konsentrasjon har lagt seg på definerte kanter på prøven. Det ble ikke observert endring i overflaten før og etter korrosjon og rensing. Figur 4.56 *(d)* viser mulige antydninger til hvilelinjer ved forstørrelse på x1000. Etter 5 min rensing i Alconox var ikke mikromønsteret lenger synlig (Fig.4.56*(c)*) og bruddflaten lenger gjenkjennelig. Sprekker og kanter var mer fremtredende i Figur4.56*(c)*.



Figur 4.55: Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i Alcnonox i 5 minutter *(c)*. Det var lite korrosjon på prøven etter en uke korrosjonstest. Det ble ikke observert endring på prøven etter korrosjonstest og rensing.

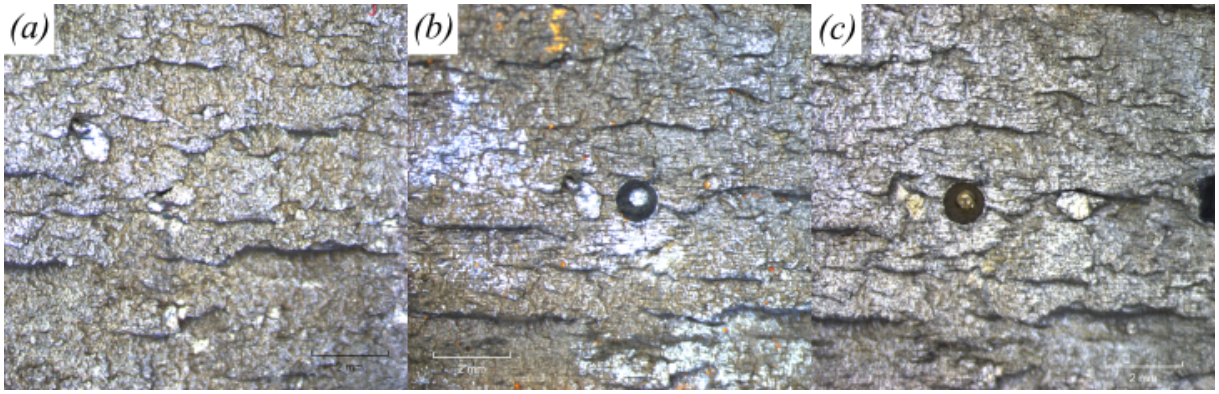


Figur 4.56: SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 5 minutter ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Sprekker ble mer definerte etter korrosjon og rensing. Etter korrosjon ble det dannet et nytt ukjent mønster på bruddflaten.

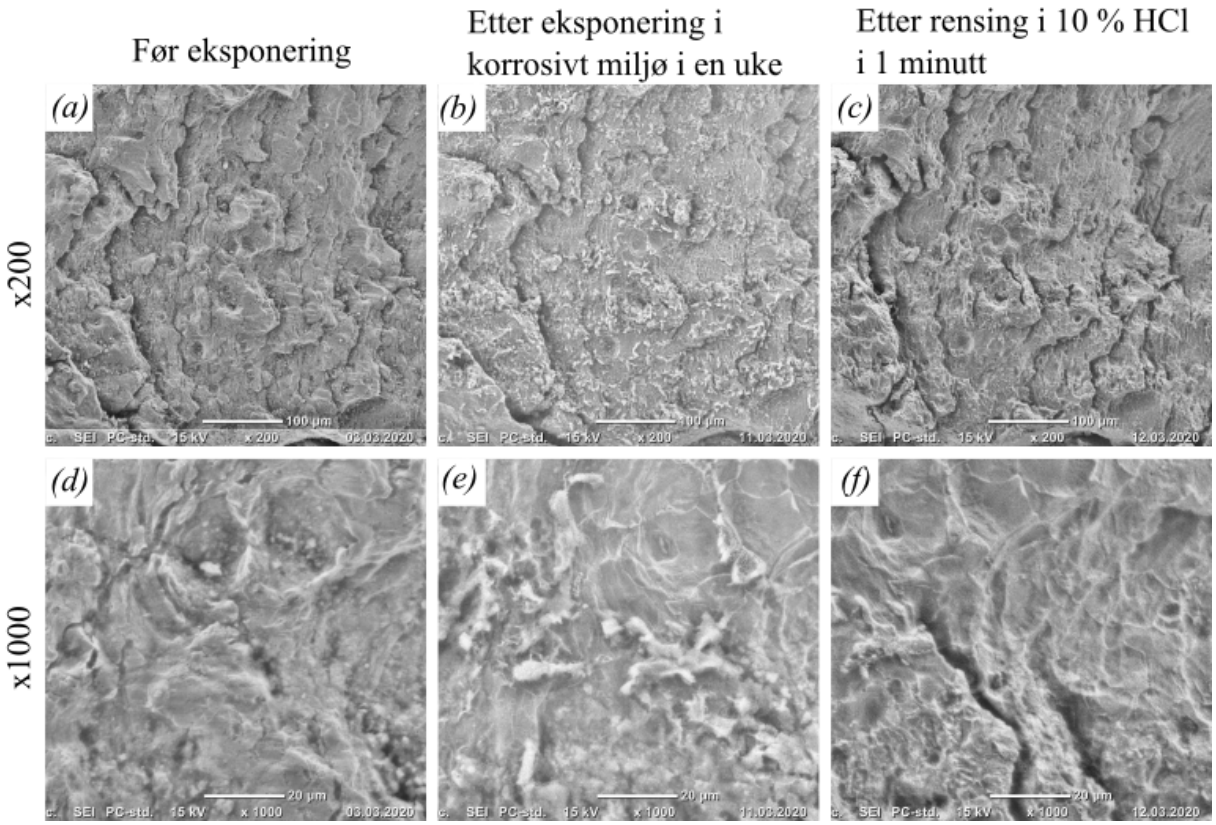
4.4.2.2 Ukeseksponert utmattingsbrudd: 10% HCl (1 min)

Figurene 4.57-4.58 viser bildene som ble tatt av utmattingsbruddflate før og etter korrosjonstest (en uke), samt bilder etter rensing med 10% HCl i 1 minutt. Observasjon under rensing med HCl viste at korrosjon forsvant i løpet av 20 sekunder. I Figur 4.57 kan enveisorienteringen og hyller

observeres før og etter korrosjonstest. Bruddflaten var tilsynelatende ikke dekket av korrosjon etter en uke korrosjonstest. Det ble ikke observert endring i overflaten før og etter korrosjon og rensing. Figur 4.58*(b)* viser utmattingsprøven dekket av et lett lag med korrosjon. Mikrosprekker orientert i enveisorientering observert i stereomikroskop vises før og etter rensing av prøven. Ved forstørrelse x200 (Fig4.58) etter korrosjon ble det observert mer definerte sprekker samt små groper på prøven.



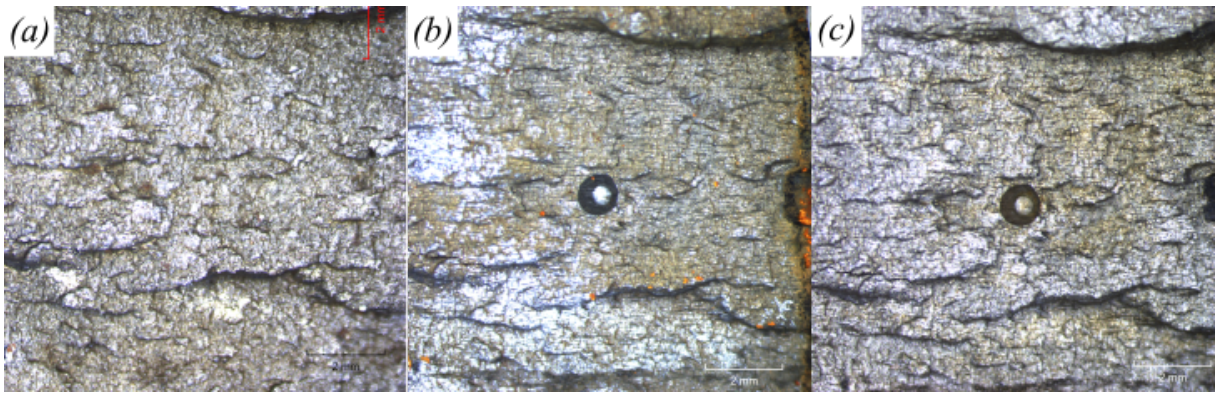
Figur 4.57: Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. Det var lite korrosjon på prøven etter en uke korrosjonstest. Det ble ikke observert endring på prøven etter korrosjonstest og rensing.



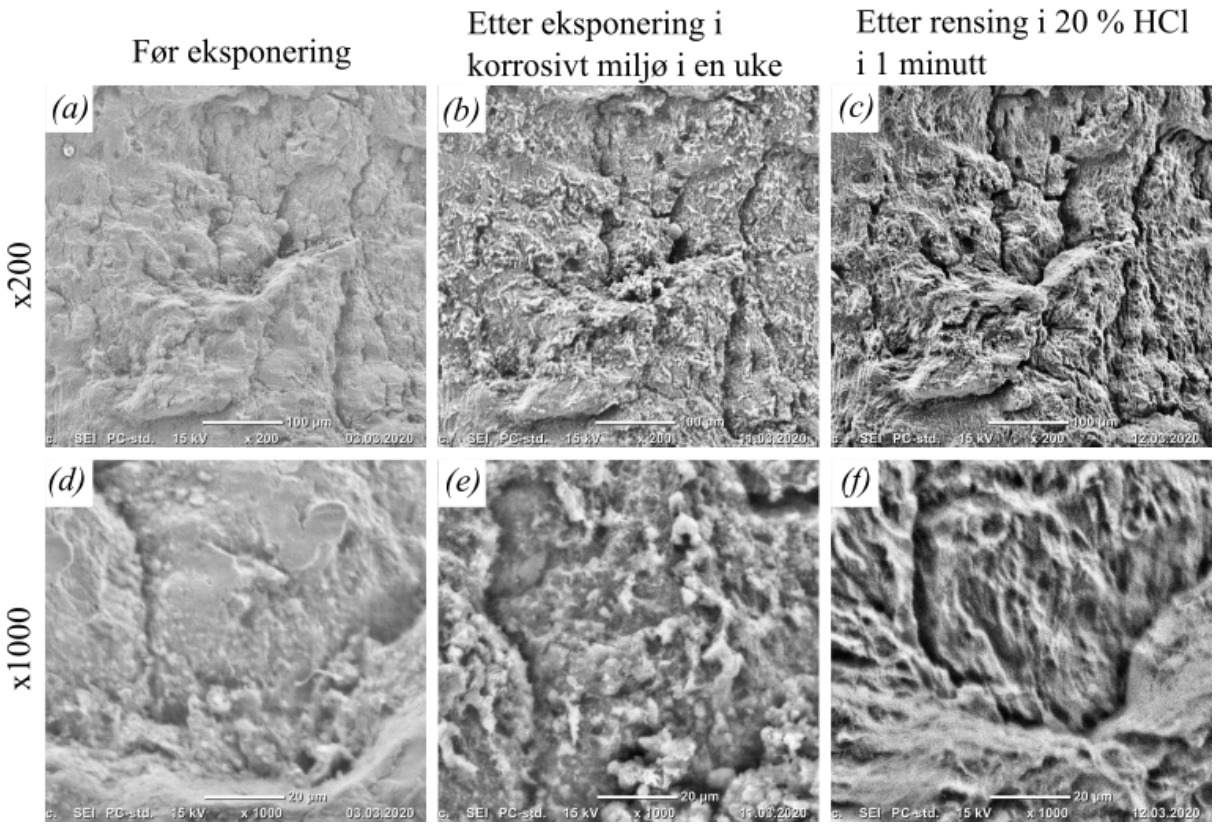
Figur 4.58: SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Det ble observert lite korrosjon på prøven etter korrosjonstest. Sprekker observert før korrosjonstest var mer definerte etter rensing og korrosjonstest. Små groper hadde dannet seg på enkelte steder på bruddflaten etter rensing.

4.4.2.3 Ukeseksponert utmattingsbrudd: 20% HCl (1 min)

Figurene 4.59-4.60 viser bildene som ble tatt av utmattingsbruddflate før og etter korrosjonstest (en uke), samt bilder etter rensing med 20% HCl (1 min). Observasjon under rensing med HCl viste at korrosjon forsvant i løpet av 20 sekunder. I Figur 4.59 kan den enveisorientering og hyller observeres før og etter korrosjonstest. Bruddflaten hadde nesten ikke rustet, men noe rust var synlig på definerte kanter på bruddflaten og prøven. Det ble ikke observert endring i overflaten før og etter korrosjon og rensing. Figur 4.60*(b)* og 4.60*(e)* viser at prøven hadde et lett korrosjonslag, der korrosjonen var mest aggressiv mot kanter og sprekker. Etter rensing (Fig.4.54*(c)*) hadde bruddflaten tydeligere sprekker. Større omfang groper (Fig. 4.54*(c)*) dannet en dimpel-liknende topografi ved x1000, og bruddflaten var ikke lenger gjenkjennelig.



Figur 4.59: Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. Makromønster i form av enveisorientering og hyller kunne observeres før og etter korrosjonstest. Bruddflaten hadde nesten ikke rustet. Korrosjonen var synlig på definerte kanter på bruddflaten og prøven. Det ble ikke observert endring i overflaten før og etter korrosjon og rensing.

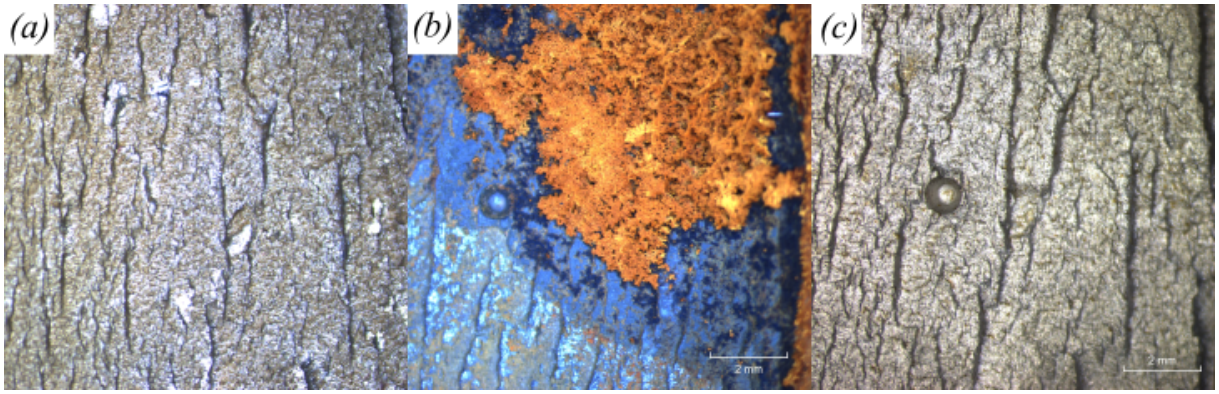


Figur 4.60: SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en uke ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Bruddflaten hadde et lett korrosjonslag. Etter rensing fikk bruddflaten tydeligere sprekker. Større omfang groper dannet en dimpel-liknende topografi ved x1000 slik at bruddmønstrene ikke lenger var gjenkjennelig.

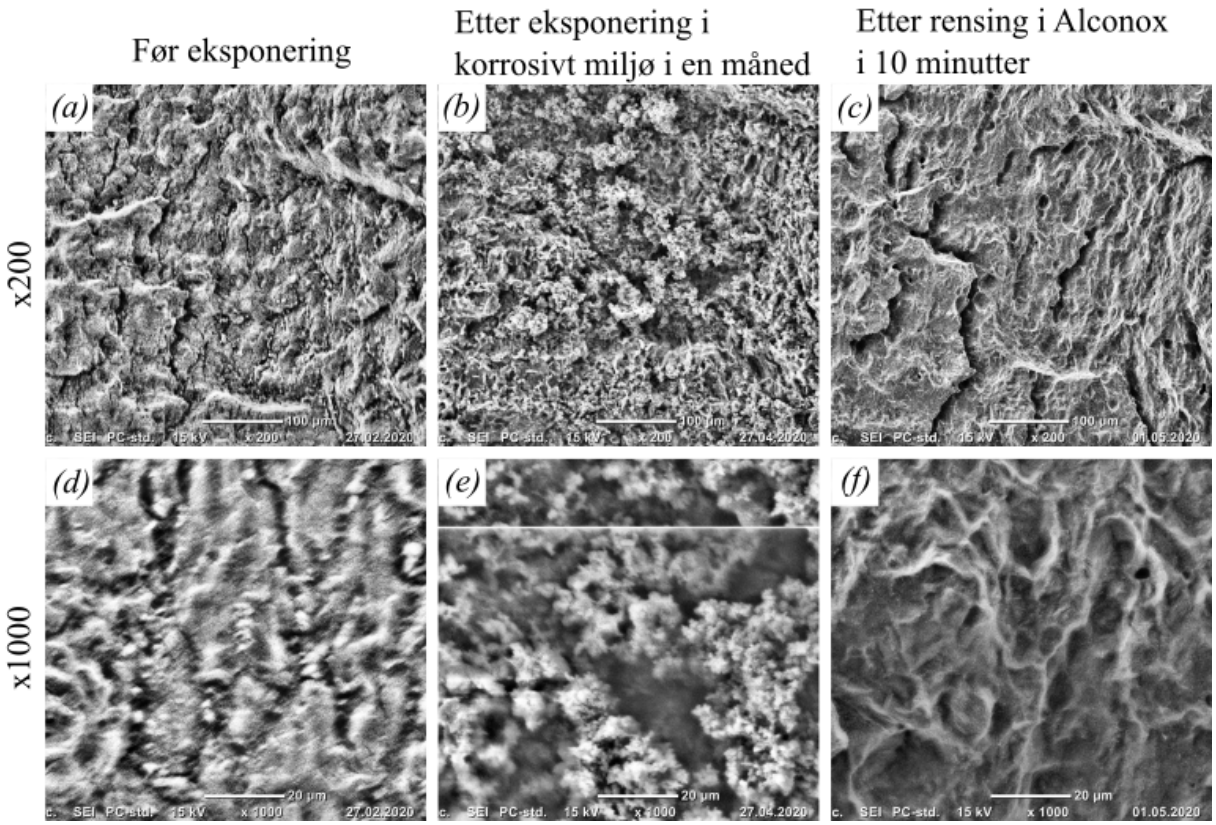
4.4.3 Månedseksponert utmattingsbrudd i korrosivt miljø

4.4.3.1 Månedseksponert utmattingsbrudd: Alconox (5 min)

Figurene 4.61-4.62 viser henholdsvis bildene som ble tatt av utmattingsbruddflate før og etter korrosjonstest (en måned), samt bilder etter rensing med Alconox (5 min). I Figur 4.61 kan enveisorienteringen og hyller observeres før korrosjonstest. Bruddflaten var dekket av et jevnt lag med korrosjon. Etter korrosjonstest og rensing var hyllene og enveisorienteringen fortsatt synlig. Figur 4.62*(a)* og *(b)* hadde sprekker i en enveisorientering, lik den observert i stereomikroskopet. Etter rensing (Fig.4.62*(c)*) var kanter, sprekker og groper mer definerte. I Figur 4.62 *(f)* ved forstørrelse x1000 før korrosjonseksponering *(d)* var bruddflaten ikke lenger gjenkjennelig, og det var dannet en struktur som likner plastisk deformering.



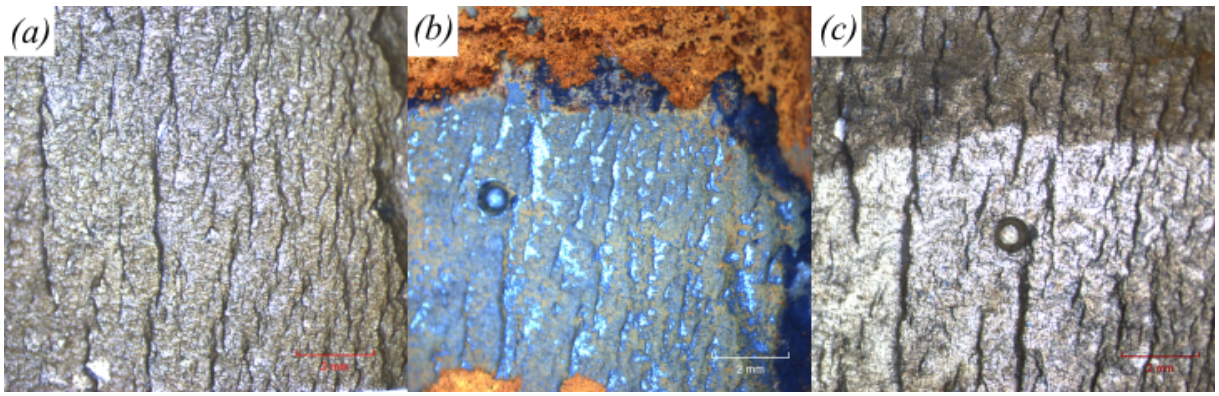
Figur 4.61: Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i Alconox i 10 minutter *(c)*. Sprekker ble mer definerte etter korrosjonstest og rensing. Det ble ikke observert nevneverdig endring i bruddflaten ved makroskopisk undersøkelse.



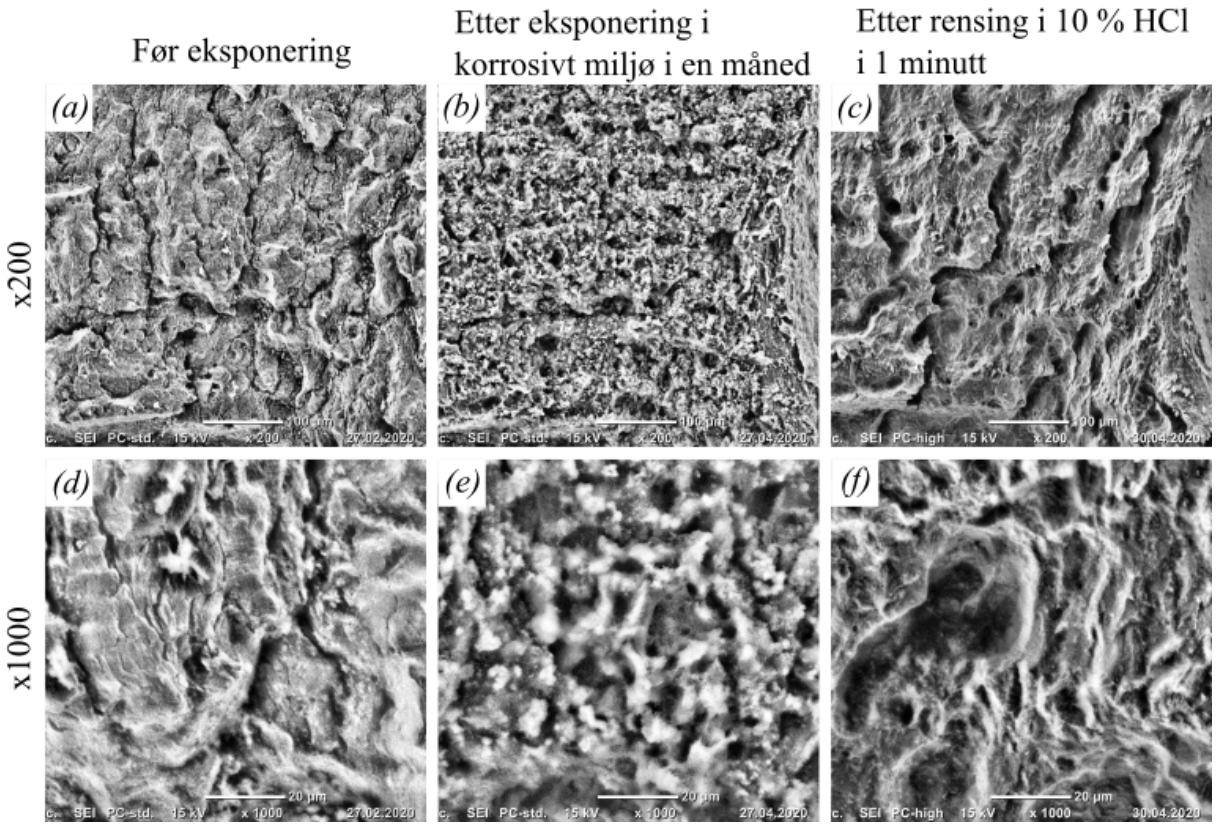
Figur 4.62: SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i Alconox i 10 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Ved forstørrelse på 200x ble kanter, sprekker og groper mer definerte etter korrosjonstest og rensing. På x1000 forstørrelse var bruddflaten ikke lenger gjenkjennelig og hadde dannet struktur som likner plastisk deformering.

4.4.3.2 Månedseksponert utmattingsbrudd: 10% HCl (1 min)

Figurene 4.63-4.64 viser henholdsvis bildene som ble tatt av utmattingsbruddflate før og etter korrosjonstest (en måned), samt bilder etter rensing med 10% HCl (1 min). Observasjon under rensing med HCl viste at korrosjonen forsvant i løpet av omtrent 30 sekunder. I Figur 4.61 kan enveisorienteringen og hyller observeres før korrosjonstest. Bruddflaten var dekket av et jevnt lag med korrosjon. Etter korrosjonstest og rensing var hyllene og enveisorienteringen fortsatt synlig, men litt utydelige. I Figur 4.64*(a)* ble det observert en ujevn overflate med kanter, hvilelinjer og sprekker med lik orientering. Korrosjonstest resulterte i korrosjon på bruddflaten som dekket mikromønstrene (Fig.4.64*(b)* og *(e)*). Etter rensing (Fig.4.64*(c)*) hadde bruddflaten fått grove sprekker og flere groper. Den overordnede retningen til bruddet var synlig, men ikke mikromønsteret. I Figur 4.64*(f)*, som viser overflaten ved x1000, er bruddflaten ikke lenger gjenkjennelig. Bruddflaten hadde fått et ukjent mønster med groper.



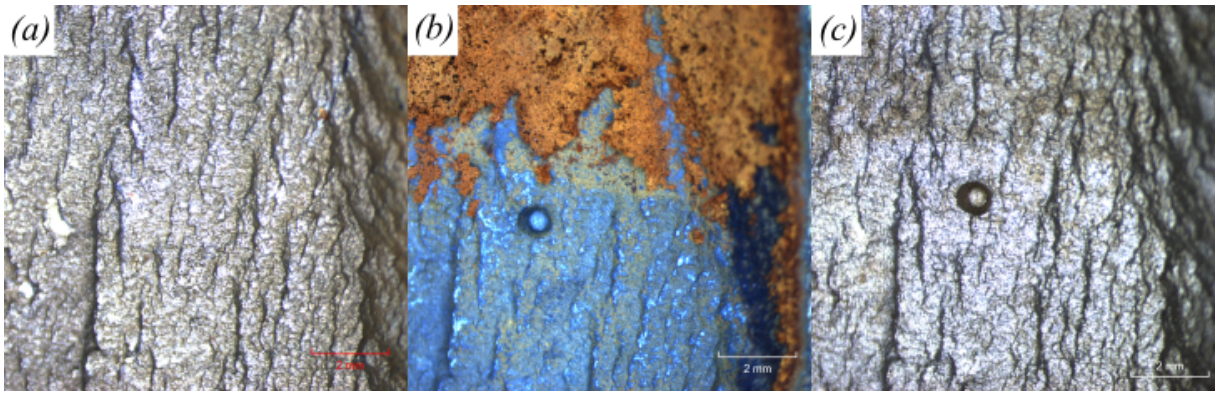
Figur 4.63: Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt *(c)*. Et jevnt lag med korrosjon dekket bruddflaten. Hyller og enveisorientert mønster kunne observeres på bruddflaten før og var noe redusert etter korrosjonstest og rensing.



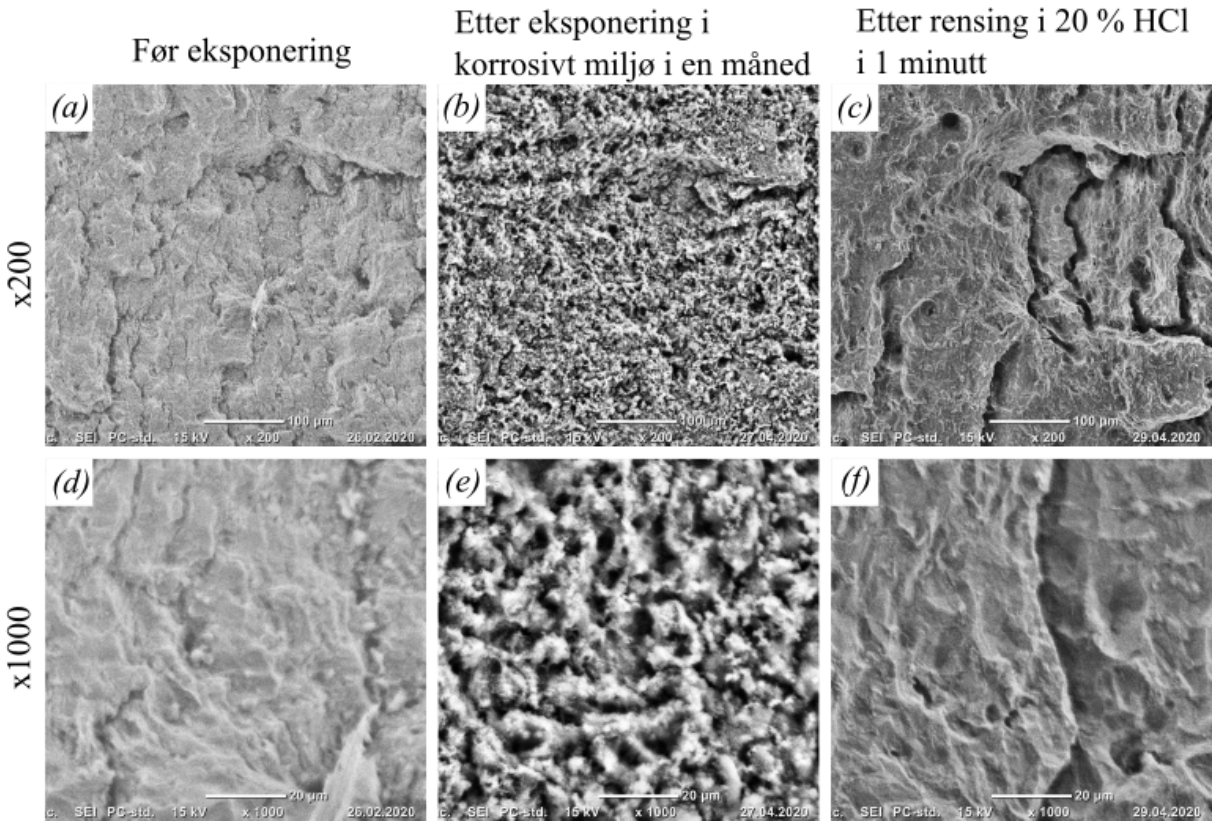
Figur 4.64: SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 10% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Bruddflaten var ujevn med kanter og sprekker med lik orientering. Korrosjonstest ga jevn korrosjon på bruddflaten som dekket mikromønsteret. Etter rensing hadde bruddflaten fått grove sprekker og groper. Forstørrelse på x1000 viste at overflaten ikke lenger var gjenkjennelig. Bruddflaten hadde fått et ukjent mønster med groper.

4.4.3.3 Månedseksponert utmattingsbrudd: 20% HCl (1 min)

Figurene 4.65-4.66 viser bildene som ble tatt av utmattingsbruddflate før og etter korrosjonstest (en måned), samt bilder etter rensing med 20% HCl (1 min). Observasjon under rensing med HCl viste at korrosjonen forsvant i løpet av omtrent 30 sekunder. I Figur 4.65 kan den enveisorientering og hyller observeres før og etter korrosjonstest. Bruddflaten hadde jevn korrosjon. Det ble ikke observert store endring i overflaten før og etter korrosjon og rensing. Figur 4.66*(b)* og 4.66*(e)* viser at prøven korroderte jevnt og dekket mikromønsteret på bruddflaten. Kanter og sprekker kunne observeres før (Fig.4.66*((a)* og *(d))* og etter rensing, men ble tydeligere og større etter rensing (Fig. 4.66*(c)*). Større groper ble observert ved x1000 (Fig.4.66*(f)*) og bruddflaten var ikke lenger gjenkjennelig.



Figur 4.65: Stereomikroskopbilde av utmattingsbruddflate før eksponering *(a)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned *(b)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt *(c)*. Et jevnt lag med korrosjon dekket bruddflaten. Hyller og enveisorientert mønster kunne observeres på bruddflaten før, men ble noe redusert etter korrosjonstest og rensing.



Figur 4.66: SEM av utmattingsbruddflate før eksponering ved x200 *(a)* og x1000 forstørrelse *(d)*, etter eksponering i korrosivt miljø (3,5% NaCl-løsning) i en måned ved x200 *(b)* og x1000 forstørrelse *(e)*, etter rensing i 20% HCl i 1 minutt ved x200 *(c)* og x1000 forstørrelse *(f)*. Forstørrelse 200x viste at kanter, sprekker og groper ble mer definerte etter korrosjonstest og rensing. Ved forstørrelse x1000 var bruddflaten ikke lenger gjenkjennelig, og hadde dannet en struktur som likner plastisk deformering.

4.4.4 Sammenlikning av utmattingsbruddflater uavhengig av rensemiddel

Figur 6 og 7 i Vedlegg D viser utmattingsbruddflater ved de ulike eksponeringstidene satt opp mot hverandre. I Figur 6 (Vedlegg D) er stereomikroskopbilder og SEM-bilder ved x200 forstørrelse før korrosjonseksponering og etter rensing presentert. Det er tatt ut et utvalg av utmattingsprøvene uavhengig av rensemiddel for å illustrere degraderingen som følge av korrosjon. Utmattingsbruddene ser forholdsvis like ut før og etter på stereomikroskopbildene. Det er dermed ikke mulig å se noen degradering makroskopisk. Utvikling i degradering av overflaten kommer først frem ved x200 forstørrelse i SEM. Etter ett døgn med korrosjon var overflaten tilsynelatende lik. Forskjellen mellom før og etter var minimal, og det ser kun ut som at mindre smuss og korrosjon som var tilstede fra før var blitt fjernet. Etter en uke korrosjonseksponering hadde det blitt dannet tydeligere sprekker og hyller på overflaten. Korrosjonsmønsteret på overflaten var også mer fremtredende. Etter en måned var det større endringer fra før og etter. Kanter og sprekker som ikke var synlige før ble tydelige etter rensing. I tillegg ble det dannet enkelte groper i overflaten, og flatene ble glattere.

Figur 7 i Vedlegg D viser SEM-bilder ved x1000 forstørrelse av utmattingsbruddflatene etter rens ved de ulike eksponeringstidene. Etter ett døgn med korrosjonseksponering var det lite tegn til degradering av mikromønsteret. Korrosjonsmønster var ikke synlig, og sekundærsprekker og hvilelinjer var fortsatt synlige. Etter en uke eksponering kom korrosjonsmønsteret tydeligere fram og overflaten hadde degradert betydeligere. Grove linjer ble dannet i overflaten av korro-

sjonen og typiske karakteristikker var ikke lenger gjenkjennelige. Månedseksponering viste enda kraftige degradering av overflaten. Det hadde blitt fremprovosert nye strukturer som tidligere ikke var tilstede, og det hadde blitt dannet noe som kan minne om dimpler og rivningsliknende struktur.

5 Diskusjon

I dette kapittelet diskuteres resultatene fra rensemiddeltesten, innvirkning på mikromønstre og anbefalt rensetid. Deretter diskuteres resultater fra korrosjonstest (ett døgn, en uke, en måned) og rensing (Alconox, 10 og 20% Hcl) med tanke på degradering og tvetydige mønstre. Korrosjonsomfang og grad av degradering diskuteres opp mot gjennomføring av korrosjonstest og parametere som kan ha påvirket resultatet.

5.1 Effekt av og eksponeringstider i rensemiddel

Før det eksperimentelle arbeidet ble igangsatt ble det satt opp forslag til rensetider ut ifra anbefalinger i Metals Handbook og fra oppdragsgiver. Metals Handbook [72] anbefaler en maksimal rensetid for Alconox på 30 minutter og for rensing i inhibert saltsyre bør rensetiden begrenses så mye som mulig.

5.1.1 Rensing med Alconox

Rensetest med Alconox viste ingen nevneverdig endring i mikromønster, kun støv og forurensninger på prøven ble fjernet. Det var forventet at bruddflaten ikke ville få degradering ved rensing i 15 minutter da Alconox er et sagt å være et mildt rensemiddel [72]. Tidligere forsøk av R.S. Vecchio og R.W. Hertzberg sier at bruddflater ikke blir degradert etter 15 minutter i Alconox [76]. Test av rensemiddel viste samme resultat som Vecchio og Hertzberg, og antyder ingen degradering ved 15 minutter eksponeringstid. Den observerte degraderingen på bruddflaten ble dermed antatt å ikke komme av rensing i Alconox.

Korrosjonstest og rensing av polerte prøver viste et mørkt belegg, antatt å være mørk korrosjon. Dette belegget ble observert å være vanskeligere å fjerne fra overflaten dersom det ble benyttet Alconox. Forsøk gjort av R.S. Vecchio og R.W. Hertzberg sier at Alconox vil kunne fjerne tettsittende korrosjonsprodukter ved å rense lenger enn den anbefalte rensetiden på 15 minutter, men påpeker at det da vil kunne etse overflaten og skade eventuelle rester av makromønstrene [76]. Det antas derfor at det bør brukes et sterkere rensemiddel enn Alconox ved mer aggressive korrosjonsangrep, som vil kunne fjerne tettsittende korrosjon enklere. En mulig grunn til at det ble observert lavere effekt ved rensing i Alconox var endring i rensetemperatur. Det ble brukt 80°C istedenfor 95°C som anbefalt i Metals Handbook [72] da tilgjengelig ultralydbad ikke kunne varmes opp tilstrekkelig. Dette kan ha ført til lavere renseeffekt enn forventet ved de ulike eksponeringstidene.

Under planleggingen av det eksperimentelle arbeidet ble det bestemt at bruddflatene skulle renses i Alconox i 5 minutters intervaller. Målet var å finne en "optimal" rensetid basert på korrosjonsomfang. Bruddflatene ble eksponert for samme tidsintervall i rensemidlene, der oppgitt rensetid var total eksponering i rensemiddelet. Månedseksponerte prøver ble renset 10 minutter, og de fleste døgn- og ukeseksponerte i 5 minutter. Det mest tettsittende korrosjonsbelegget (mørk korrosjon) ble ikke fjernet ved bruk av Alconox, slik observert på ukeseksponert polert prøve, med mindre man utvidet rensetiden over 15 minutter. Da Alconox er et mildt rensemiddel [72], gjorde dette at prøver eksponert i korrosivt miljø over lengre tid måtte renses lenger for å bli kvitt mesteparten av korrosjonen. Forsøket utført i 1984 av R.S. Vecchio og R.W. Hertzberg for ASTM på eksponeringstider i Alconox konkluderte med at 15 minutters rensing ikke ville skade overflaten [76]. En rensetid på 15 minutter kan derfor sies å være maksimal rensetid i Alconox.

Siden den mest tettsittende korrosjon krevde lengre eksponering kan dette tyde på at det bør benyttes sterkere rensemiddel på prøver som har korrodert over lengre tid. Et mildere rensemiddel, som Alconox, kan være et godt rensealternativ ved rensing av prøver som ikke har omfattende korrosjon.

5.1.2 Rensing inhibert saltsyre

Inhibert saltsyre er et sterkere rensemiddel enn Alconox, og blir anbefalt som rensemiddel ved aggressive korrosjonsangrep i Metals Handbook [72]. Rensetesten med 10% og 20% HCl viste ingen nevneverdig degradering etter 1 minutt eksponering. Dette stemmer ikke overens med

forsøket utført av Stork Climax Research Services, der det konkluderes med at 1 minutt rensing i 20% HCl vil degradere bruddflaten [80]. Dette gjaldt imidlertid for undersøkelser ved høy forstørrelse. Bildene ved x1000 forstørrelse fra rensetesten viste ingen merkbar endring i mikromønsteret, noe som kan tyde på at 1 minutts rensetid likevel er akseptabelt og ikke vil degradere bruddflaten. Dette viser også at inhibitoren fungerer som den skal da basemetallet ikke er blitt angrepet. Forsøk gjort av Bayol *et al.* [79] konkluderer med at heksametylentetramin vil beskytte stål selv i lang eksponeringstid i HCl, uavhengig av konsentrasjon.

Ved rensing av polerte prøver var det en økning i antall og størrelse hull på overflaten etter rensing, særlig for uke- og månedseksponerte prøver. Dette gjaldt både ved rensing i 10% og 20% HCl. For polerte prøver eksponert i korrosivt miljø i ett døgn var hullene mindre fremtredende og kan tyde på at korrosjonsangrepet degraderte overflaten, og gjør den mer utsatt for dannelse av hull på overflaten. På polert ukeseksponert prøve renset med 10% HCl var det flere små groper tilstede på SEM-bildene før korrosjom. Disse hadde økt betydelig i størrelse etter korrosjonseksponering og rensing. Siden testing av syreløsningene på rene bruddflater viste lite til ingen effekt på mikromønsteret, tyder dette på at gropene kom av korrosjon eller var til stede på overflaten fra før korrosjonstest. Da det tyder på at prøvene kun var degradert som følge av korrosjon, vil ikke rensemetode være betydelig for degraderingen av mikromønsteret ved den brukte rensetiden.

Stereo- og SEM-bilder tatt av bruddflatene renset med 10% og 20% HCl viste at all korrosjon ble fjernet i løpet av 1 minutt eksponering. Visuell observasjon under rensing viste antydning til at mesteparten av korrosjonen for døgneksponerte prøver løsnet fra bruddflaten etter noen sekunder i ultralydbadet. Dette stemmer overens med resultatene til Stork Climax Research Services fra 2007, som viser at korrosjon forsvant i løpet av få sekunder på en prøve som var korrodert i ett døgn [80]. Dette betyr at ved rensing av døgneksponerte prøver kan rensetiden reduseres betydelig. Forskningen til Stork Climax Research Services konkluderer med at en rensetid på 15 sekunder er tilstrekkelig for prøver som har korrodert i ett døgn [80]. Da visuell observasjon av både polerte-, duktile- og utmattingsprøver korrodert i ett døgn viste at korrosjonen forsvant i løpet av få sekunder under rensing, kan dermed en rensetid på 15 sekunder være optimal. Testingen av rensemiddel viste derimot ikke tegn til degradering etter rensing i 1 minutt, og det kan derfor tenkes at det ikke er kritisk om bruddoverflaten eksponeres lenger enn 15 sekund.

På prøvene som hadde korrodert i henholdsvis en uke og en måned viste observasjon under rensing at det tok lengre tid før korrosjonen forsvant, opptil 40 sekunder for månedskorroderte duktile prøver. I forsøket utført av Lane og Ellis [81] anbefales en rensetid på 1-15 minutter med korte perioder på 5 sekunder i ultralydbad. Forsøket viser også at rensing av bruddflaten utover anbefaling (ikke spesifisert tid) vil gi lite degradering av de fraktografiske detaljene på en bruddflate. Da både forsøket til Lane og Ellis og testing av rensemiddel viser at rensing over lenger tid ikke vil skade bruddflatene, er rensetid på 1 minutt tilstrekkelig for både uke- og månedseksponerte prøver. Dette vil rense bruddflatene tilstrekkelig da det ble observert at korrosjon forsvant for de fleste prøvene etter omtrent 30 sekunder.

5.2 Degradering av mikromønster

Degraderingen av mikromønsteret blir sett på uavhengig av rensemiddel, da det i rensemiddeltesten ble konkludert med at rensemidlene ikke ville bidra til degradering. Utviklingen i degradering av overflaten er tatt ut ifra sammenlikningsmatriser i Vedlegg D.

Degradering av et metall avhenger av materialegenskaper, belastning, overflateforhold og miljøet rundt komponenten. Alle karakteristikker på både duktile- og utmattingsbruddflater kan forenkles til å være forhøyninger. Karakteristikker på utmattingsbruddflatene (hvilelinjer, striasjoner, sekundærsprekker) kan ses på som mikroskopiske forhøyninger. Kanter og topper vil få økt korrosjonshastighet og bli kraftigere angrepet. Ved økt ruhet vil topografiske fordypninger ha økt tilgang til elektroner, noe som fører til økt potensiale i motsetning til topper og rivninger [65]. Utviklingen i degraderingen på overflaten ble derfor observert ved at karakteristikker som dimpler på duktile prøver ble redusert i høyde. Hvilelinjer og kanter på utmattingsbruddflatene ble flatere og jevnet ut. De duktile prøvene hadde tilsynelatende større ruhet på overflaten enn utmattingsbruddflatene. Høydeforskjellen mellom topper og daler vil føre til ujevnt potensial, og større høydeforskjell vil føre til større korrosjonshastighet [66]. Det var derfor forventet at de duktile bruddflatene ville få en enklere observert utvikling i degradering enn utmattingsbruddflatene.

5.2.1 Degradering av polerte overflater

Omfanget og utviklingen i degraderingen som følge av korrosjon på de polerte prøvene kommer frem i sammenlikningen av prøvene før og etter rens ved de ulike eksponeringstidene i korrosjonstest. Det tydeligste tegnet på at overflaten degraderte var at markering gradvis forsvant ved lengre eksponeringer. Markeringen på ca. 100 µm var fortsatt synlig etter ett døgn, men ble mer utydelig ettersom eksponeringstiden økte. Den forsvant helt ved eksponeringstid på en måned. De fleste av de polerte prøvene var dekket av et jevnt lag med korrosjon slik at angrepet hadde skjedd uniformt over overflaten. Enkelte steder var tilsynelatende mer angrepet der mørk korrosjon var mer fremtredende, da det var dannet groper i overflaten.

Degraderingen av døgneksponerte overflater var liten da markeringene fortsatt var intakte og det kun var små korrosjonsmønstre på overflatene. Selve overflatene var lite preget av et lag med sprukket korrosjon, men det var kun i markering. Tapet av metall ble derfor minimalt. Dette tyder på at etter ett døgn eksponering i korrosjonstest vil en overflate fortsatt være gjenkjennelig, og bruddflater kan karakteriseres etter ett døgn. Degraderingen som følge av korrosjon ser ut til å ikke fjerne mye av metallet slik at karakteristikker fortsatt vil være tilstede.

Utviklingen fra ett døgn til en uke ble tydeliggjort ved at markeringene hadde blitt utydelige. Fra SEM-bildene av de polerte overflatene med korrosjon hadde kantene på og rundt markering blitt kraftig angrepet, noe som førte til at markeringene ble kraftig redusert. I motsetning til etter ett døgn var korrosjonsangrepet på selve overflaten etter en uke dominert av et sprukket lag. Dette sprukne laget dekket hele overflaten, og førte til at en stor del av det øverste overflatemetallet ble fjernet. Overflatene fikk også kraftigere korrosjonsmønster, og preg av større groper. Flere av gropene var tilstede før korrosjonseksponering som små punkter i overflaten, men ble synlige og store etterpå. Korrosjonen fremprovoserte og dannet groper på den polerte overflaten, noe som kan det tyde på at nye strukturer og korrosjonsmønster kan komme på bruddoverflater. Dette kan gjøre karakterisering verre da andre ukjente karakteristikker kan forvrenge det faktiske mikromønsteret. Etter en uke eksponering tyder de polerte overflatene på at karakterisering vil være betydelig verre enn etter døgneksponering, da store deler av overflaten er skadet, og små karakteristikker representert som markeringen kan forsvinne.

Etter en måned i korrosjonstest er markeringene på de polerte prøvene mer eller mindre borte, noe som igjen betyr at korrosjonen har fjernet det øverste laget med metall. Korrosjonsangrepet var preget av sprekker. Det var sprukne laget ble fjernet ved rensingen. Det øverste laget på overflaten til en bruddflate ødelegges etter en måned, og med korrosjonen vil mye av topo-

grafien gå tapt. Viktige karakteristikker som er nødvendige for å karakterisere bruddtype vil da også forsvinne. Resultatene fra de månedseksponerte polerte overflatene tyder derfor på at karakterisering ikke vil være mulig etter en måned da hele overflaten ble degradert.

5.2.2 Degradering av duktile bruddflater

Dimpler og rivninger er tydelige tegn på plastisk deformasjon og er nødvendige karakteristikker for å kunne karakterisere et duktilt brudd [16]. Døgneksponerte prøver var nærmest intakte etter rensing, og både dimpler og rivninger var gjenkjennelige. Dette gjør at karakterisering av bruddtypen var mulig etter ett døgn korrosjonseksponering.

De ukeseksponerte prøvene hadde svakere dimpler og forhøyninger, noe som viser at korrosjonen angriper disse mer aggressivt. Dette var forventet da topper vil få en akselerert korrosjonshastighet i motsetning til daler [66]. Korrosjon førte til at bruddflaten ble flatere da høyden på dimpler og rivninger ble redusert. Reduksjon i høyde vil også gjøre det vanskeligere å si noe om hvor mye plastisk deformasjon som har skjedd, og hvilken kraft det har skjedd ved. Geometrien til dimplene ble endret, noe som gjør det vanskeligere å se om det er strekk- eller skjærspenninger som har blitt påført bruddet. Etter en uke eksponering i korrosjonstest er det likevel tilstrekkelig tegn på plastisk deformasjon til å kunne karakterisere bruddtypen.

Månedseksponerte prøver viste tegn til stor degradering. Det var nesten umulig å kunne skildre de opprinnelige karakteristikkene ved sammenlikning fra før korrosjonseksponering og etter rensing. Etter en måned hadde dimpler og rivninger blitt så kraftig degradert at bruddflaten nærmet seg flat i struktur. Dette førte til at karakterisering av spenning og belastning var umulig, i tillegg til at karakterisering av bruddtype nesten var umulig.

Kritisk grense for karakterisering av duktile brudd er etter en uke. I forsøket til Lane og Ellis var det duktile bruddflater som hadde best bevarte karakteristikker etter en uke korrosjonseksponering [81]. De duktile bruddflatene ga nok informasjon etter en uke eksponering i korrosjonstest til at karakteridering av duktil bruddflate var mulig. Ved eksponering i korrosivt miljø lenger enn en uke vil karakteristikker i mikromønsteret degraderes så kraftig at det ikke lenger vil være mulig å karakterisere bruddflaten med sikkerhet.

5.2.3 Degradering av utmattingsbruddflater

Hvilelinjer, sekundærsprekker og striasjoner er typiske karakteristikker for utmattingsbrudd, som er viktige for karakterisering og analyse av bruddet. Den overordnede orienteringen til bruddet er også viktig for karakterisering av bruddtype. Både hvilelinjer, sekundærsprekker og striasjoner er små karakteristikker som kun er mulig å se ved stor forstørrelse (x1000-x2000).

Etter ett døgn eksponering viste utmattingsbruddflatene lite antydning til degradering, og karakterisering ble tidvis bedre etter rensing. Dette kan skyldes at det ble observert antydning til korrosjon på prøven før korrosjonstest. Dette resulterte i at bildene tatt før eksponering viste en bruddflate som allerede var korrodert. Det ble derfor vanskelig å sammenlikne før- og etterbildene, og dermed si noe sikkert om degraderingen til metallet etter ett døgn. Etter ett døgn eksponering var fortsatt hvilelinjer tilstede på overflaten, og bruddet kunne dermed karakteriseres.

Resultatene fra de polerte prøvene tydet på at små karakteristikker ville forsvinne etter ukeseksponering da mye av overflaten var dekket av sprukket korrosjon. Dette stemte overens med utmattingsbruddene da korrosjonstest i en uke ikke hadde stor likhet med før korrosjonseksponering og etter rens. På bruddoverflaten var det dannet et kraftig korrosjonsmønster, og alt av

typiske små karakteristikker som hvilelinjer og sekundærsprekker var borte. Korrosjonsmønsteret virket ikke til å følge bruddmønsteret, og dermed ble heller ikke korrosjonsmønsteret tydbart for å antyde hvor karakteristikkene har vært. Etter en uke korrosjonseksponering vil analyse og karakterisering av utmattingsbruddet være vanskelig, og kan ikke utføres med sikkerhet.

Månedseksponerte utmattingsbrudd viste antydning til stor degradering, og overflaten ved x1000 forstørrelse er ikke gjenkjennelig. Korrosjonen hadde fremprovosert dannelse av groper og nye strukturer, slik som ble observert for polerte prøver ved eksponering over en uke. Kanter og sprekker på bruddflaten ble tydeligere og kunne fortsatt gi informasjon om orienteringen av bruddet. Karakterisering av månedseksponerte utmattingsbruddflater var umulig da alle typiske karakteristikker var degradert, og mikromønsteret ødelagt.

For å kunne utføre en analyse og karakterisering av utmattingsbrudd bør ikke bruddet ha korrodert i mer enn ett døgn. Ved eksponering etter en uke forsvant karakteristikker som er nødvendige for analyse.

5.2.4 Tvetydighet og karakterisering av brudd

Bildene tatt med høy førstørrelse (x1000) av utmattingsbruddene etter rensing likner på bildene tatt av månedseksponerte polerte prøver i samme forstørrelse. De polerte prøvene fikk en ujevn overflate og det ble dannet groper. Overflaten på utmattingsprøvene hadde flere groper i overflaten og det var dannet små dimpel- og rivningsliknende topografi. Dette kan skyldes at økt ruhet fremmer gropkorrosjon [85]. Liknende overflate ble dannet da de duktile prøvene hadde korrodert i en uke, da dimpler og rivninger hadde blitt sterkt degraderte. Etter en måned korrosjonseksponering kan derfor utmattingsbruddflater likne duktil ved høy forstørrelse. I slike tilfeller konkluderer Lane og Ellis [81] at bruddflaten renses og undersøkes for områder som ikke har blitt eksponert like kraftig for mulig å identifisere bruddtypen. Derfor bør bruddflatene undersøkes ved lavere forstørrelse først for å finne områder med mulig tydeligere karakteristikker. En utmattingsbruddflate vil ha ulik alder på de ulike delene av bruddflaten. Området nærmest initiering vil ha blitt utsatt lengst for både korrosiv atmosfære, men også mer dynamisk belastning. Her vil mikromønsteret være slitt ned og kan forsvinne. For å karakterisere et utmattingsbrudd som er korrodert vil det derfor være hensiktsmessig å lete i området der sprekkvekst har nådd kritisk sprekklengde, nært sluttbrudd. Her vil bruddflaten være "ferskere" og kunne ha mer intakt utmattingsliknende struktur og karakteristikker. Bruddveksten er tidsavhengig, derfor vil en utmattingsbruddflate alltid ha områder som er mindre eksponert enn andre. For et utmattingsbrudd vil derfor korrosjonseksponering være mer kritisk, fordi mye informasjon, som mikromønster, vil gå tapt under sprekkvekst.

Bruddflater som har korrodert i en måned har generelt degradert sterkt og kun makroskopiske karakteristikker er synlige. Både dimpler og rivninger for duktile brudd er nesten totalt forsvunnet, mens hvilelinjer og sekundærsprekker for utmattingsbrudd forsvinner etter en uke. Karakterisering og undersøkelse av brudd vil dermed være nesten umulig.

5.2.5 Undersøkelse av bruddflater i SEM

Kvaliteten på SEM var varierende da brukstiden til filamentet varierte, noe som førte til bytting av filament flere ganger i løpet av prosjekttiden. Bildekvaliteten varierte etter filamentytelsen, noe som tidvis gjorde det vanskelig å sammenlikne og se på effekten av de ulike stadiene i prosessen. Som et resultat av dette måtte innstillinger endres etter ytelsen til filamentet, slik at de ikke ble holdt konstant. Ulike innstillinger kan ha ført til et dårligere sammenlikningsgrunnlag, da både fokus og kontrast o.l. ble stilt inn manuelt. Særlig karakteristikker på utmattingsprøvene kommer kun frem ved høyere forstørrelse, og dårlige innstillinger kan ha ført til at disse ikke

har blitt tydelige nok på bilder til å bli observert. Effekten av korrosjon og rensemiddel ble undersøkt i SEM. Det er viktig å påpeke at det ikke er mulig å analysere et brudd med hensyn på tredimensjonalparametere i et todimensjonalt SEM-bilde med mindre antagelser blir tatt. Resultatene utarbeidet i dette forsøket er dermed bygget på subjektive antagelser, og kan kun gi en indikasjon på de faktiske omstendighetene.

5.3 Korrosjonstest og degradering som følge av korrosjon

Det ble observert varierende omfang korrosjonsprodukter for prøver med lik komposisjon og eksponeringstid. Det varierende omfanget kan skyldes at det var blitt dannet et oksidlag på metallet under oppbevaring. Stålprøvene var av ukjent alder, og eksponering for milde korrosive miljø kan ha forårsaket dannelse av oksidlag. Tynne lag med korrosjon kan hemme initiering og vekst av videre korrosjon, da det ikke er kilde til rent basemetall. Korrosjon ble tilsynelatende hyppigere observert rundt og på markeringer. En mulig årsak til dette kan være at markeringene ga tilgang til rent basemetall, noe som antagelig fremmet den elektrokjemiske reaksjonen. Ulike korrosjonstyper kan være med på å hindre eller forsterke korrosjon, som for eksempel gropkorrosjon. Gropkorrosjon kan komme av lokaliserte feil i et passivt lag dannet på metallet. Når gropkorrosjon er initiert vil katode- og anodeområde være stabile og dermed ikke lenger føre til generell korrosjon på bruddflaten [41]. Månedseksponert polert prøve renset i Alconox ga mindre degradering av overflaten enn de andre månedseksponerte polerte prøvene. Korrosjonen hadde angrepet overflaten mer lokalt, og etter rens kom det frem groper i overflaten som tyder på gropkorrosjon. Korrosjonsangrepet likner Figur 2.14 *(a)* (som er presentert i teoridelen), med samme små grupperinger av groper på overflaten etter rens. Basemetallet var tilsynelatende lite degradert, og bygger opp om at flaten var utsatt for gropkorrosjon. Sammenliknet med de to andre polerte overflatene etter en måned korrosjon var prøven utsatt for gropkorrosjon mye mindre degradert. Dette viser at gropkorrosjon ikke vil degradere mikromønsteret like kraftig som generell korrosjon, noe som gjør at flatene fortsatt kan karakteriseres dersom de har blitt utsatt for gropkorrosjon.

I korrosjonstesten ble 3,5%-NaCl-løsning brukt. Saltløsningen hadde en pH på 8,15, og var dermed innenfor gjennomsnitts-pH (7,5-8,3) målt for sjøvann [37]. Det ble benyttet springvann for å lage saltløsningen. Ved å benytte destillert vann hadde elementinnholdet i vannet vært kontrollerbart. Destillert vann kan derimot ha gitt en lavere pH i korrosjonstesten da det er naturlig surt [86]. Underveis i forsøket ble det byttet og tilført saltvannsløsning. Dette ble gjort for å vedlikeholde vannstanden, da deler av løsningen fordampet, samt for å unngå økt konsentrasjon av jernioner da dette ville senket korrosjonshastigheten [71]. Grunnet Covid-19 ble laboratoriet stengt, noe som førte til at det ikke ble byttet vann de siste to ukene av korrosjonstesten, og som kan ha ført til nedsatt korrosjonshastighet.

I forsøket ble det benyttet trykkluft, som ble koblet opp i karet, for å få sirkulasjon. Trykkluften ble koblet opp i det ene hjørnet og antatt å gi en sirkulasjon i karet. Påkoblingen i det ene hjørnet kan ha ført til ujevn oksygentilførsel i eksponering av prøvene, noe som igjen kan ha ført til at prøvene korroderte ulikt. Oksygendiffusjon i vann nevnes som en av de viktigste drivende korrosjonsmekanismene tidlig i korrosjonsprosessen av Melcher, da tilgangen på oksygen er begrensende faktor for korrosjonshastigheten [40]. Bruken av trykkluft gir lite kontroll på det kjemiske innholdet i luften tilsatt i korrosjonstesten. Dette gjorde at andel tilførsel av oksygen- og karbondioksid under korrosjonstesten ikke var sikker. Vann tar naturlig opp CO_2 fra luften, noe som gjør vannet surere [86]. pH-verdien i karet ble kun målt ved oppstart og ikke senere i forsøket. Det kunne dermed ikke bli sagt noe om pH-utviklingen i karet og eventuell virkning av det. Temperaturen i karet ble kun målt ved oppstart (18°C) og ikke senere, og kunne dermed heller fastslå noe om stabiliteten i temperatur i karet og eventuell virkning av det.

Forsøk gjort av Koshelev og Rozenfeld [69] og Forgeson, *et al.* [68] som omhandlet langtidseksponering i kaldt og varmt sjøvann viser en sammenheng mellom temperatur og overflateruhet. Effekten av overflateruhet på korrosjon er relativt liten ved eksponering for varmt sjøvann, men vil gi større utslag i kaldere sjøvann. Dette kan ha påvirket korrosjonsomfanget under eksperimentelt arbeid og gitt en mindre forskjell mellom polerte prøver og bruddflater. Den kjemiske sammensetningen av prøvene var ikke kjent og det ble dermed utført EDS-analyser (vedlagt i Vedlegg A), for å bestemme innholdet og type stål. Det var ikke mulig å bestemme karboninnhold i prøvene da analysen er forholdsvis unøyaktig, siden SEM som ble benyttet var "karbonforurenset". Det ble ikke utført EDS-analyse av alle de duktile prøvene, kun et utvalg. Dermed kan det heller ikke bli fastslått med sikkerhet hva som er den faktiske sammensetningen i alle prøvene. EDS-analysen av de duktile prøvene kunne tyde på at det var lavlegert stål kalt chromoly-stål. Noen av de duktile bruddflatene korroderte betydelig mindre enn andre prøver ved samme eksponeringstid. Disse prøvene korroderte, og var dermed ikke rustfrie, men kan ha hatt et høyere legeringsinnhold enn resten. Til videre arbeid kan det legges fokus på sammenlikning i degradering av ulike ståltyper, eller ha mer sikkerhet på at alle prøver er av samme type stål for å gi et bedre sammenlikningsgrunnlag. Utmattingbruddene hadde en annen kjemisk sammensetning enn de duktile, der EDS-analysen viste et manganinnhold på 1,4 wt%. Stålet i utmattingsbruddet ble derfor antatt å være et lav-karbonmanganstål. Det er også vanlig med et lavt silisiuminnhold på omtrent 0,5 wt%. Dette kan stemme overens med resultatet fra EDS-analysen da toppene mellom 1 og 2 keV stemmer overens med toppene til silisium. Det ble ikke tatt i vurdering grunnstoff med lettere atomnummer, aluminium og silisium, da prøveholderen (aluminium) og andre forurensninger kan ha ført til utslag i EDS-analysen.

5.3.1 Degradering som følge av korrosjonsomfang

Før utmattingsprøvene ble eksponert for korrosivt miljø ble det observert et tynt lag med rust på prøvene på SEM-bildene. Dette gjør det vanskelig å observere effekten av korrosjonsprodukt og rensemiddel på mikromønster på bruddflaten. I ASTM G31 anbefales det å etse overflater ("pickle") før de utsettes for korrosjonstest dersom et oksidlag er tilstede [83]. Tatt i betraktning at alderen og oppbevaringsmiljøet til prøvene var ukjent, ville en behandling med etsning av overflater vært hensiktsmessig. Dette kunne ha gitt et jevnere utgangspunkt blant prøvene. Da rensetest med både Alconox og inhibert saltsyre viste at det ikke ville skje degradering ved rensing i disse eksponeringstidene, kunne de også bli benyttet som en forbehandling av prøver. Rensemidlene fjernet smuss og forurensninger, slik at en tilsynelatende ikke-korrodert prøve fikk mer synlige kjennetegn.

Det ble observert ulikt korrosjonsomfang på prøver med samme eksponeringstid i korrosjonstesten. Korrosjon med lys oransje farge og belegg antatt å være mørk brun/svart korrosjon behøvde ulik rensetid da mørkere korrosjon viste seg å ha større heft. Mørk korrosjon ble observert hos nesten alle polerte prøver fra eksponeringstid ett døgn til en måned. Omfanget minket derimot med redusert eksponeringstid, og ble kun observert som små områder på prøver eksponert i ett døgn. Oransje og mørk korrosjon har ulik morfologi på SEM-bildene ved de ulike eksponeringstidene. Eksponering i ett døgn ga et tynt lag med rust som ble observert som små "skyer" og hvite områder. Eksponering i en uke viste et tykkere sprukket lag av rust, samt små hvite skyer. Eksponering i en måned viste et tykt og oppsprukket lag av rust. Det kan antas at den mest skadelige mørke korrosjonen opptrer som et tykt sprukket lag på SEM-bilder. SEM-bilder viser at denne typen korrosjon degraderer bruddflaten til større grad enn oransje.
Forsøk utført av Lane og Ellis i sier at prøver utsatt for mørkere korrosjon får et fullstendig tap av fraktografisk mønster. Områder med mer oransje korrosjon ga derimot kun lettere degradering [81]. Alle ukes- og månedseksponerte prøver (polerte-, duktile- og utmattingsprøver) med større mengde mørk korrosjon, hadde mye til total degradering av mikromønsteret. Dette

gjenspeiler resultatene til Lane og Ellis. Degraderingen gjorde det vanskeligere å karakterisere brudd eksponert over en uke ved mikroskopisk analyse da karakteristikker var forsvunnet.

I forsøket ble det benyttet 3,5% NaCl-løsning i korrosjonstesten. Forskning gjort av Møller *et al.* [61] viser at nedsenking (i 21 °C) av SAE 1006 stål er nesten fire ganger større i NaCl-løsninger enn i naturlig sjøvann. Samme forsøk gjort i syntetisk sjøvann viste en relativt lik korrosjonshastighet som naturlig sjøvann. Bruddflater vil dermed mulig kunne stå lenger i sjøvann (både naturlig og syntetisk) og likevel kunne identifiseres og kategoriseres. Det kunne derfor vært hensiktsmessig å utføre en korrosjonstest i for eksempel syntetisk sjøvann. Forholdene som bruddflatene ble eksponert i kan dermed ha vært mer aggressive enn det de reelt ville opplevd. Dette gjør at korrosjonsomfanget og degraderingen av mikromønsteret etter de gitte tidene kun er en antakelse for hvordan det reelt vil være. Det er også viktig å påpeke viktigheten av bakterier ved reelle forhold. Innslag av bakterier vil ha en effekt på korrosjon over lenger tid, og fremme korrosjonsvekst da biofilm kan dannes [42]. Det er derfor mulig at bakterier også vil ha en effekt på degradering av mikromønster da korrosjon vil være mer aggressiv.

For å kunne se en mer sammenhengende utvikling i degradering burde det blitt benyttet kortere intervaller mellom korrosjonseksponeringene. Intervaller fra ett døgn og til en uke hadde vært hensiktsmessig å teste, da det er i dette tidsrommet store deler av karakteristikkene tilsynelatende degraderes mest. I tillegg burde det vært kjørt flere paralleller ved korrosjonstidene, for å gi et bedre sammenlikningsgrunnlag og et riktigere korrosjonsomfang etter de gitte tidene. Noen av de duktile prøvene hadde lite korrosjon, og også ikke uniform korrosjon. Her kunne flere paralleller ført til et bredere utvalg av prøver som kunne sammenliknes. Ved å ha kortere intervaller og flere paralleller vil det være mulig å vise en mer kvantifiserbar utvikling av mikromønsteret.

6 Konklusjon

Formålet med oppgaven var å se på utvikling i degradering av mikromønster på duktile- og utmattingsbruddflater som følge av korrosjon. Degraderingen av mikromønsteret på en bruddflate var avhengig av eksponeringstid og omfanget av korrosjon på overflaten. Mørk korrosjon var mer tettsittende, tærte sterkere på bruddflaten, og økte proporsjonalt med eksponeringstid. Etter ett døgn i korrosivt miljø var det mulig å karakterisere bruddflatene, da store deler av mikromønsteret var intakt. Bruddflater utsatt for korrosivt miljø i en uke eller mer ble imidlertid observert som sterkt degraderte, og dette forverret karakterisering. Duktile brudd var enda karakteriserbare etter en uke. Etter en måned i korrosivt miljø var ingen karakteristikker på bruddflatene gjenkjennelige, og bruddflatene var sterkt degraderte. Resultatene fra forsøket viser at kritisk eksponeringstid i sjøvann er en uke for å fortsatt kunne karakterisere bruddflater. Ved analyse av bruddflater eksponert i mer enn en uke anbefales det derfor å lete etter områder på prøven som har vært mindre eksponert og dermed mindre degradert.

Tre ulike rensemiddel ble også testet for å finne rensemidlenes virkning på mikromønsteret. Det ble ikke observert nevneverdig degradering av bruddflaten som følge av rensing ved rensetidene som ble benyttet. Valg av rensemiddel og rensetid ville derimot være avhengig av korrosjonsomfang. Rensing med 10% og 20% inhibert HCl i 1 minutt ble observert å være tilstrekkelig for alle prøver uavhengig av eksponeringstid i sjøvann. Rensing av korrosjon ved bruk av Alconox bør begrenses til under 15 minutter og kun benyttes for lettere korroderte prøver, da lenger rensetid kan føre til ytterlig skade av overflaten.

7 Videre arbeid

På bakgrunn av det eksperimentelle arbeidet i oppgaven ble det satt opp som mulige forslag til hva som kan gjøres av videre arbeid. Forslagene vil være med på å bygge opp en mer detaljert dokumentasjon av degradering og utviklingen av den.

- Flere parallelle prøver på samme korrosjonstid vil kunne gi en bedre pekepinn på korrosjonsomfang etter de ulike eksponeringstidene, og vil også gi et bedre sammenliknings-grunnlag. Det vil også være en mulighet å se på ulike materialtyper for å undersøke forskjellen i degradering mellom dem. Dette kan for eksempel være å se på forskjellen i konstruksjonsstål og mer legerte stål.
- Innføre kortere intervaller mellom korrosjonseksponeringene, alt fra ett døgn til en uke. Man kan da få en bedre antakelse om hvor lenge mikromønsteret er mulig å definere og når enkelte karakteristikker forsvinner. Fra forsøket virket det som at det var i dette tidsrommet at den største utviklingen i degradering skjedde. Kobles denne sammen med at man har flere paralleller vil man kunne få en god oversikt over utviklingen av degraderingen.
- Det kan være nyttig å introdusere andre parametere i korrosjonstesten for å simulere ulike miljø. Dette kan være endring i temperatur, tilgang på luft og eksponering i andre soner en neddykket, som skvalpesone. Det kan også benytte for eksempel syntetisk sjøvann eller annen korrosjonstest.
- Videre og mer systematisk testing av rensemidlene bør gjøres for å finne et optimalt rensemiddel og rensetid for hver eksponeringstid. Det ville vært nyttig å finne ut forskjell i effekt av 10% og 20% inhibert saltsyre.

Bibliografi

[1] Failure Analysis and Prevention. ASM International; 2002. Available from: https://doi.org/10.31399/asm.hb.v11.9781627081801.

[2] P F Wilson GFA L D Dell. Root Cause Analysis: A Tool for Total Quality Management. ASQ Quality Press. 1993;p. 7.

[3] Lyman T, American Society for M. Metals handbook : 10 : Failure analysis and prevention. vol. 10. 8th ed. Metals Park, Ohio: ASM; 1975.

[4] Latino RJ, Latino KC, Latino MA. Root Cause Analysis Improving Performance for Bottom-Line Results. Taylor & Francis; 1999. Available from: https://books.google.no/books?id=DdBTAAAAMAAJ.

[5] H P Bloch FKG. Practical Machinery Management for Process Plants. vol. Vol 2 of Machinery Failure Analysis and Troubleshooting. Gulf Publishing Co.; 1983.

[6] Hossain F, Scutti J. Four fundamental root causes of machinery failures: case histories. In: 53 rd Meeting of the Society for Machinery Failure Prevention Technology;. p. 185–195.

[7] Vander Voort GF, Davis JR, Committee ASMIH. Metals handbook : Vol. 9 : Metallography and microstructures. vol. Vol. 9. 10th ed. Materials Park, OH: ASM International; 2004.

[8] Hertzberg RW. Deformation and fracture mechanics of engineering materials. 4th ed. New York: Wiley; 1996.

[9] Liu AF. Mechanics and mechanisms of fracture : an introduction. Materials Park, Ohio: ASM International; 2005.

[10] C A Zapffe MCJ. Fractography–A New Tool for Metallurgical Research. American Society for Metals. 1944;Preprint 36.

[11] Sachs N. Understanding the surface features of fatigue fractures: How they describe the failure cause and the failure history [Journal Article]. Journal of Failure Analysis and Prevention. 2005;5(2):11–15.

[12] Fractography. ASM International; 1987. Available from: https://doi.org/10.31399/asm.hb.v12.9781627081818.

[13] Picard YN. Scanning Electron Microscopy. ASM International; 2019. Available from: https://doi.org/10.31399/asm.hb.v10.a0006668.

[14] Gabriel BL. Scanning Electron Microscopy. ASM International; 1987. Hentet: 11.02.2020. Available from: https://doi.org/10.31399/asm.hb.v12.a0001835.

[15] Exner HE, Weinbruch S. Scanning Electron Microscopy. ASM International; 2004. Available from: https://doi.org/10.31399/asm.hb.v09.a0003755.

[16] Callister WD, Rethwisch DG. Materials science and engineering. 9th ed. Hoboken, N.J: Wiley; 2015.

[17] Chen JH, Cao R. Micromechanism of cleavage fracture of metals: a comprehensive microphysical model for cleavage cracking in metals; 2014.

[18] [Web Page];. Hentet: 24.03.2020. Available from: https://www.nuclear-power.net/nuclear-engineering/materials-science/material-properties/strength/stress-strain-curve-stress-strain-diagram/stress-strain-curve-of-brittle-material/.

[19] Yoo MH. Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals [Journal Article]. Metallurgical Transactions A. 1981;12(3):409–418. Available from: https://doi.org/10.1007/BF02648537.

[20] Stone RHV, Cox TB, Low JR, Psioda JA. Microstructural aspects of fracture by dimpled rupture [Journal Article]. International Metals Reviews. 1985;30(1):157–180. Available from: https://doi.org/10.1179/imtr.1985.30.1.157.

[21] Beachem CD. Electron Fractographic Studies of Mechanical Fracture Processes in Metals [Journal Article]. Journal of Basic Engineering. 1965;87(2):299–306. Available from: https://doi.org/10.1115/1.3650544.

[22] Clemintime B. Ductile Fracture Surface; 2019. Hentet: 18.03.2020. Available from: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Ductile_Fracture_Surface_6061-T6_Al_SEM.png.

[23] B Y. Intergranular fracture of interstitial-free steels under cyclic loading and its effect on fatigue life [Journal Article]. Iron & Steel Society. 1996;Vol. 33:pp. 101–114.

[24] Gilman JJ. Trans Met Soc AIME. 1958;(212):310.

[25] Chattopadhyay R. Surface wear: analysis, treatment, and prevention. ASM international; 2001.

[26] Gauthier P, De Rabaudy H, Auvinet J. Secondary cracking process during fatigue crack propagation [Journal Article]. Engineering Fracture Mechanics. 1973;5(4):977–981. Available from: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0013794473900623.

[27] Marcus P. In: Cramer SD, Covino J Bernard S, editors. Introduction to the Fundamentals of Corrosion. vol. 13A. ASM International; 2003. p. 0. Available from: https://doi.org/10.31399/asm.hb.v13a.a0003577.

[28] Shoesmith DW. In: Cramer SD, Covino J Bernard S, editors. Kinetics of Aqueous Corrosion. vol. 13A. ASM International; 2003. p. 0. Available from: https://doi.org/10.31399/asm.hb.v13a.a0003583.

[29] Li W, Li DY. Influence of surface morphology on corrosion and electronic behavior [Journal Article]. Acta Materialia. 2006;54(2):445–452. Available from: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645405005410.

[30] Marcus P. In: Cramer SD, Covino J Bernard S, editors. Introduction to Fundamentals of Corrosion Thermodynamics. vol. 13A. ASM International; 2003. p. 0. Available from: https://doi.org/10.31399/asm.hb.v13a.a0003715.

[31] Protopopoff E, Marcus P. In: Cramer SD, Covino J Bernard S, editors. Potential versus pH (Pourbaix) Diagrams. vol. 13A. ASM International; 2003. p. 0. Available from: https://doi.org/10.31399/asm.hb.v13a.a0003580.

[32] BY-SA) IC. Stål [Web Page]; 2018. Hentet 22.04.2020. Available from: https://ndla.no/nb/subjects/subject:28/topic:1:24813/topic:1:60015.

[33] Xu K. 14 - Hydrogen embrittlement of carbon steels and their welds. In: Gangloff RP, Somerday BP, editors. Gaseous Hydrogen Embrittlement of Materials in Energy Technologies. vol. 2 of Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering. Woodhead Publishing; 2012. p. 526 – 561. Available from: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9781845696771500144.

[34] Services CA. 41xx; 2020. Hentet: 07.04.2020. Available from: https://www.contalloy.com/tags/41xx.

[35] Inc MI. What is Chromoly?; 2016. Hentet: 23.04.2020. Available from: https://www.metalsupermarkets.com/what-is-chromoly/.

[36] Melchers R. Modeling of marine immersion corrosion for mild and low-alloy steels—Part 1: Phenomenological model. Corrosion. 2003;59(4):319–334.

[37] Dexter SC. In: Cramer SD, Covino J Bernard S, editors. Corrosion in Seawater. vol. 13C. ASM International; 2006. p. 0. Available from: https://doi.org/10.31399/asm.hb.v13c.a0004105.

[38] Melchers RE. Long-term corrosion of steels exposed to marine environments [Journal Article]. European Journal of Environmental and Civil Engineering. 2009;13(5):527–546. Available from: https://doi.org/10.1080/19648189.2009.9693132.

[39] Jones DA. Principles and prevention of corrosion. Macmillan; 1992.

[40] Melchers RE. Progress in developing realistic corrosion models [Journal Article]. Structure and Infrastructure Engineering. 2018;14(7):843–853. Available from: https://doi.org/10.1080/15732479.2018.1436570.

[41] Baboian R, France W, Rowe L, Rynewicz J. Galvanic and Pitting Corrosion–Field and Laboratory Studies. American Society for Testing and Materials; 1976. .

[42] Melchers R, Jeffrey R. The critical involvement of anaerobic bacterial activity in modelling the corrosion behaviour of mild steel in marine environments [Journal Article]. Electrochimica Acta. 2008;54(1):80–85. Available from: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0013468608003290.

[43] Shi J, Sun W, Jiang J, Zhang Y. Influence of chloride concentration and pre-passivation on the pitting corrosion resistance of low-alloy reinforcing steel in simulated concrete pore solution [Journal Article]. Construction and Building Materials. 2016;111:805–813. Available from: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061816301659.

[44] Williams PD, Guilyardi E, Madec G, Gualdi S, Scoccimarro E. The role of mean ocean salinity in climate [Journal Article]. Dynamics of Atmospheres and Oceans. 2010;49(2):108–123. Available from: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0377026509000189.

[45] Ww Kirk SJP. Seawater Corrosivity Around the World: Results from Three Years of Testing Corrosion in Natural Waters. West Conshohocken, PA: ASTM International; 1990. Available from: https://compass.astm.org/DIGITAL_LIBRARY/STP/PAGES/STP26099S.htm.

[46] Weiss RF. The solubility of nitrogen, oxygen and argon in water and seawater [Journal Article]. Deep Sea Research and Oceanographic Abstracts. 1970;17(4):721–735. Available from: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0011747170900379.

[47] Revie RW. Corrosion and corrosion control: an introduction to corrosion science and engineering. John Wiley & Sons; 2008.

[48] Bs Phull SJPRMK. Seawater Corrosivity Around The World: Results From Five Years of Testing Corrosion Testing in Natural Waters: Second Volume. West Conshohocken, PA: ASTM International; 1997. Available from: https://compass.astm.org/DIGITAL_LIBRARY/STP/PAGES/STP11357S.htm.

[49] Graedel TE. Corrosion Mechanisms for Iron and Low Alloy Steels Exposed to the Atmosphere [Journal Article]. Journal of The Electrochemical Society. 1990;137(8):2385. Available from: http://dx.doi.org/10.1149/1.2086948.

[50] Espada L, Merino P, Sanchez A, Gonzalez AM. Environmental factors affecting atmospheric corrosion of low carbon steel. A mathematical model [Journal Article]. Revista de Metalurgia (Madrid). 1989;25(1):5–16. Available from: https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-0024480396&partnerID=40&md5=e7380a89ae45f6e6da131e9c0dad25e8.

[51] Ismail A, Noor FM, Razali AA. Corrosion Rate of Carbon Steel in Seawater: Effect of Exposure Angles. 2019;5:82–86.

[52] Liu H, Schonberger KD, Peng CY, Ferguson JF, Desormeaux E, Meyerhofer P, et al. Effects of blending of desalinated and conventionally treated surface water on iron corrosion and its release from corroding surfaces and pre-existing scales [Journal Article]. Water Res. 2013;47(11):3817–26.

[53] Rérolle VM, Floquet CF, Mowlem MC, Connelly DP, Achterberg EP, Bellerby RR. Seawater-pH measurements for ocean-acidification observations. TrAC Trends in Analytical Chemistry. 2012;40:146–157.

[54] Tomašov ND, Tytell BH, Preiser HS, Geld I. Theory of corrosion and protection of metals : the science of corrosion. New York: Macmillan; 1966.

[55] Characklis W, Marshall K. Biofilms. 1990;.

[56] V Ashworth PJB [Journal Article]. Corros Sci. 1970;10:709.

[57] Ijsseling F. General guidelines for corrosion testing of materials for marine applications: Literature review on sea water as test environment. British Corrosion Journal. 1989;24(1):53–78.

[58] Melchers RE. Effect of temperature on the marine immersion corrosion of carbon steels. Corrosion. 2002 09;58(9):768. Copyright - Copyright National Association of Corrosion Engineers Sep 2002; Last updated - 2016-07-23. Available from: https://search.proquest.com/docview/223116006?accountid=12870.

[59] Schumacher MM. Seawater corrosion handbook. 1979 1;.

[60] Jones DA. Principles and prevention of corrosion. Macmillan; 1992.

[61] Mï H, et al. The corrosion behaviour of a low carbon steel in natural and synthetic seawaters. Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy. 2006;106(8):585–592.

[62] Thomas TR. Rough surfaces. London; New York: Longman; 1982.

[63] Montero-Ocampo C, Veleva L. Effect of Cold Reduction on Corrosion of Carbon Steel in Aerated 3% Sodium Chloride [Journal Article]. CORROSION. 2002;58(7):601–607. Available from: https://corrosionjournal.org/doi/abs/10.5006/1.3277651.

[64] Lu XC, Shi K, Li SZ, Jiang XX. Effects of surface deformation on corrosive wear of stainless steel in sulfuric acid solution [Journal Article]. Wear. 1999;225-229(I):537–543. Available from: https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-5444266632&doi=10.1016%2fS0043-1648%2899%2900019-8&partnerID=40&md5=09e364d5c20141e017203146737a0f4f.

[65] Smoluchowski R. Anisotropy of the Electronic Work Function of Metals. Phys Rev. 1941 Nov;60:661–674. Available from: https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRev.60.661.

[66] Kim SK, Park IJ, Lee DY, Kim JG. Influence of surface roughness on the electrochemical behavior of carbon steel [Journal Article]. Journal of Applied Electrochemistry. 2013;43(5):507–514. Available from: https://doi.org/10.1007/s10800-013-0534-5.

[67] Wang B, Yin Y, Gao Z, Hou Z, Jiang W. Influence of the ultrasonic surface rolling process on stress corrosion cracking susceptibility of high strength pipeline steel in neutral pH environment. RSC advances. 2017;7(59):36876–36885.

[68] Forgeson B, Southwell C, Alexander A. Corrosion of metals in tropical environments—Part 3—Underwater corrosion of ten structural steels. Corrosion. 1960;16(3):87–96.

[69] G G Koshelev ILR. Tr Inst Fiz Khim. 1960;8:333–344.

[70] Melchers R, Jeffrey R. Surface "Roughness" effect on marine immersion corrosion of mild steel. Corrosion. 2004;60(7):697–703.

[71] Roberge PR. In: Cramer SD, Covino J Bernard S, editors. Designing, Planning, and Preparing Corrosion Tests. vol. 13A. ASM International; 2003. p. 0. Available from: https://doi.org/10.31399/asm.hb.v13a.a0003640.

[72] Zipp RD, Dahlberg EP. Preparation and Preservation of Fracture Specimens. ASM International; 1987. Hentet: 03.02.2020. Available from: https://doi.org/10.31399/asm.hb.v12.a0001832.

[73] Hancock J. Ultrasonic Cleaning. In: Surface Engineering. ASM International; 1994. Hentet: 27.02.2020. Available from: https://doi.org/10.31399/asm.hb.v05.a0001226.

[74] Corporation UP. BRINGING THE HEAT IN ULTRASONIC CLEANING. Ultrasonic Power Corporation; 2019. Hentet: 17.04.2020. Available from: https://www.upcorp.com/blog/category/ultrasonic-cleaning-2/.

[75] Alconox I. ALCONOX, Powdered Precision Cleaner. Alconox, Inc; 2018. Hentet: 21.02.2020. Available from: https://alconox.com/resources/standarddocuments/tb/techbull_alconox.pdf.

[76] Mecholsky JJ. Fractography of ceramic and metal failures. Philadelphia, Pa: ASTM; 1984. Hentet: 21.02.2020.

[77] Masters JE, Au JJ. Fractography of Modern Engineering Materials: Composites and Metals. No. v. 1 in ASTM STP 948. ASTM; 1987. Hentet: 20.02.2020. Available from: https://books.google.no/books?id=HUQAM2o7rDkC.

[78] Scienceline U. If rust is found on metal, does acid eliminate the rust and if so what kind of acid?; 2009. Hentet: 07.04.2020. Available from: http://scienceline.ucsb.edu/getkey.php?key=1933.

[79] Bayol E, Kayakırılmaz K, Erbil M. The inhibitive effect of hexamethylenetetramine on the acid corrosion of steel. Materials Chemistry and Physics. 2007 07;104:74–82.

[80] Services SCR. Fracture Surface Analysis; 2007. Hentet: 26.03.2020. Available from: https://www.asminternational.org/documents/10192/1894865/amp16512p021.pdf/2732e95c-08c6-4b71-a321-488356641445/AMP16512P021.

[81] Lane G, Ellis J. The examination of corroded fracture surfaces in the scanning electron microscope. Corrosion science. 1971;11(9):661–663.

[82] H De Leiris PaJ E Mencarelli. Memoires Scientifques Rev Met. 1966;p. 463–472.

[83] International A. NACE/ASTMG31-12a Standard Guide for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals. ASTM International; 2012. Hentet: 24.02.2020. Available from: https://doi.org/10.1520/NACEASTMG0031-12A.

[84] International A. G131-96(2016)e1 Standard Practice for Cleaning of Materials and Components by Ultrasonic Techniques. ASTM International; 2016. Hentet: 24.02.2020. Available from: https://compass.astm.org/EDIT/html_annot.cgi?G131+96(2016)e1.

[85] Friend N. Deterioration of structures of timber, metal and concrete exposed to the action of seawater, 15th and 18th Reports. The Institution of Civil Engineers, London. 1940;.

[86] Deziel C. What Is the pH of Distilled Water?; 2018. Hentet: 26.04.2020. Available from: https://sciencing.com/ph-distilled-water-4623914.html.

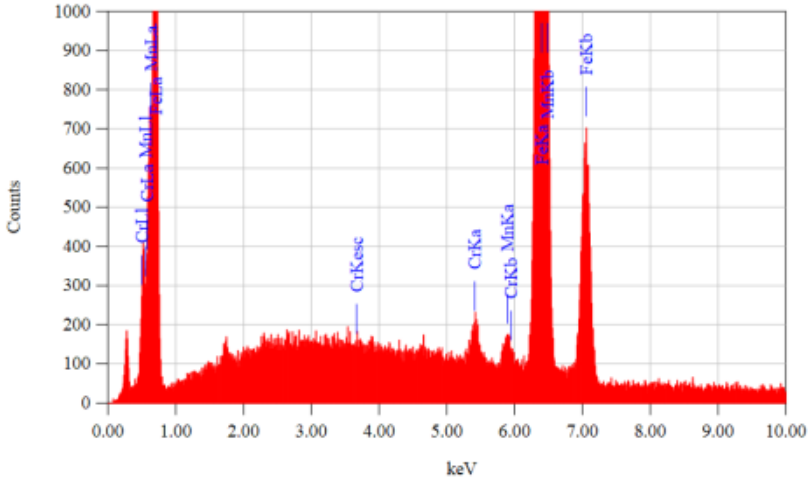
Vedlegg

A EDS-analyser

EDS-analyser

Polerte prøver:

EDS-analysen av polerte prøver er vist i Figur 1. Analysen viser et krominnhold på 1,1 wt% og manganinnhold på 0,8 wt%.



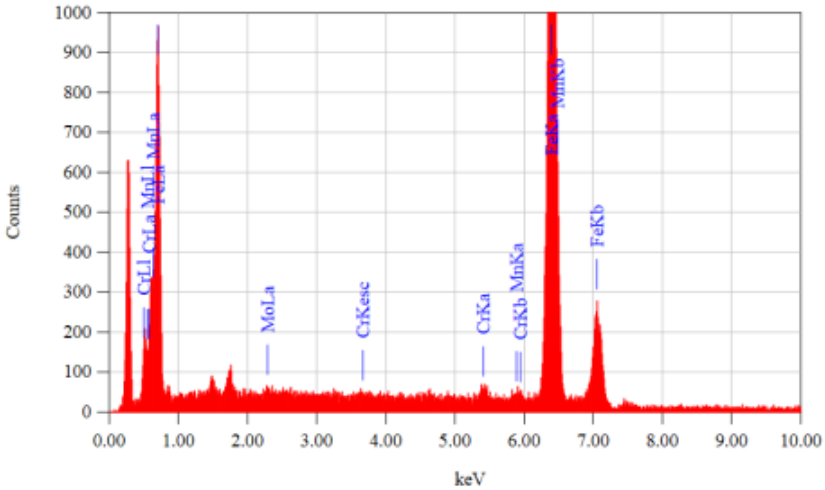
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.0438

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Mn K*	5.894	0.8	0.1	0.9				0.8275
Cr K	5.411	1.1	0.0	1.2				1.2227
Fe K	6.398	98.1	0.2	98.0				97.9498
Total		100.0		100.0				

Figur 1: EDS-analyse av polert prøve.

Duktile prøver:

EDS-analysen av duktil prøve er vist i Figur 2. Analysen viser et krominnhold på 1,1 wt%, manganinnhold på 0,7 wt% og molybden på 0,5 wt%.



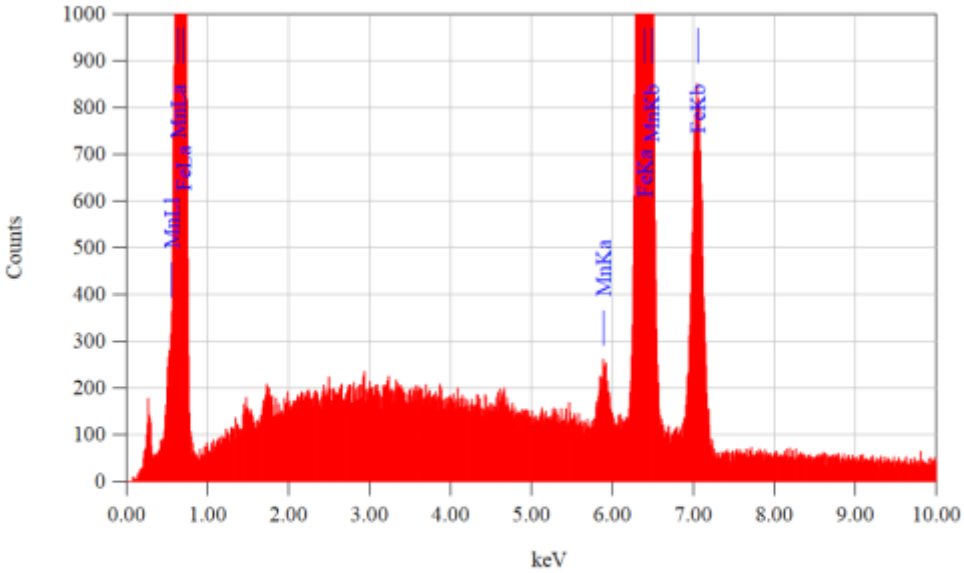
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.1167

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Mo L*	2.293	0.5	0.1	0.3				0.2859
Mn K*	5.894	0.7	0.1	0.7				0.6974
Cr K	5.411	1.1	0.1	1.1				1.1909
Fe K	6.398	97.7	0.6	97.8				97.8258
Total		100.0		100.0				

Figur 2: EDS-analyse av duktil prøve.

Utmattingsbrudd:

EDS-analysen av utmattingsbruddene er vist i Figur 3. Analysen viser et innhold av mangan på 1,4 wt% og et mulig innhold av silisium (som ikke er uthevet) mellom 1 og 2 keV.



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.0301

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Mn K*	5.894	1.4	0.0	1.4				1.3682
Fe K	6.398	98.6	0.2	98.6				98.6318
Total		100.0		100.0				

Figur 3: EDS-analyse av utmattingsprøve.

B Oversikt over prøver, korrosjonstid og behandling

Oversikt over prøver, korrosjonstid og rensebehandling

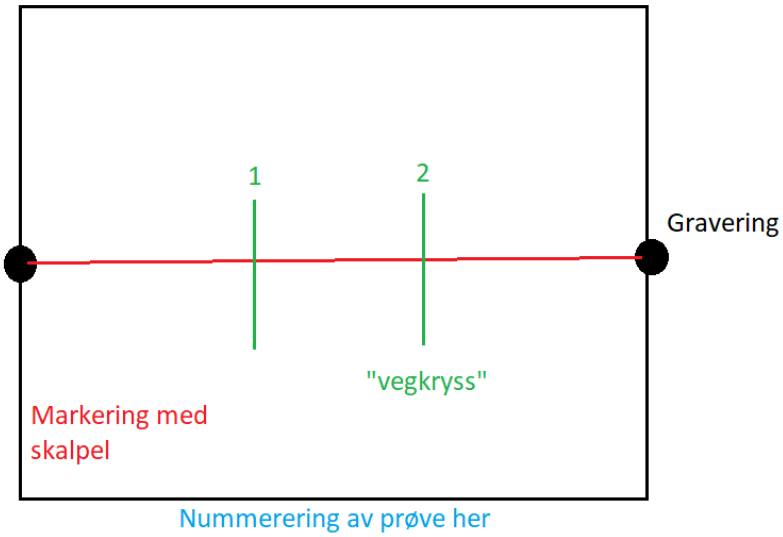
Korr.tid	Prøvetype	Prøvenr.	Behandling utført på prøve:			Etter rens:	
			Alconox	HCL (10 %)	HCl (20 %)	Destvann:	Isopropanol
1 måned	Polert	P3A	15 min			2 min	2 min
1 måned	Polert	P3B		1 min		2 min	2 min
1 måned	Polert	P3C			1 min	2 min	2 min
1 måned	Utmatting	4B	10 min			2 min	2 min
1 måned	Utmatting	4C		1 min		2 min	2 min
1 måned	Utmatting	4D			1 min	2 min	2 min
1 måned	Duktil	I025_A	10 min			2 min	2 min
1 måned	Duktil	I025_B		1 min		2 min	2 min
1 måned	Duktil	A091_A			1 min	2 min	2 min
1 uke	Polert	P3D	15 min			2 min	2 min
1 uke	Polert	P3E		1 min		2 min	2 min
1 uke	Polert	P3F			1 min	2 min	2 min
1 uke	Utmatting	3B	5 min			2 min	2 min
1 uke	Utmatting	3C		1 min		2 min	2 min
1 uke	Utmatting	3D			1 min	2 min	2 min
1 uke	Duktil	KO28_A	5 min			2 min	2 min
1 uke	Duktil	KO28_B			1 min	2 min	2 min
1 uke	Duktil	A091_B		1 min		2 min	2 min
1 dag	Polert	P3G	10 min			2 min	2 min
1 dag	Polert	P3H		2 min		2 min	2 min
1 dag	Polert	P3I			2 min	2 min	2 min
1 dag	Utmatting	2B	10 min			2 min	2 min
1 dag	Utmatting	2C		1 min		2 min	2 min
1 dag	Utmatting	2D			1 min	2 min	2 min
1 dag	Duktil	B055_B	5 min			2 min	2 min
1 dag	Duktil	C037_A		1 min		2 min	2 min
1 dag	Duktil	C037_B			1 min	2 min	2 min
Uten korro	Utmatting	1D	15 min			2 min	2 min
Uten korro	Utmatting	2F		1 min		2 min	2 min
Uten korro	Utmatting	3F			1 min	2 min	2 min
Uten korro	Duktil	5BT	15 min			2 min	2 min
Uten korro	Duktil	B055_A		1 min		2 min	2 min
Uten korro	Duktil	BT5			1 min	2 min	2 min

C Prosedyre for markering og bildetaking

Prosedyre for markering av prøver og bildetaking i SEM

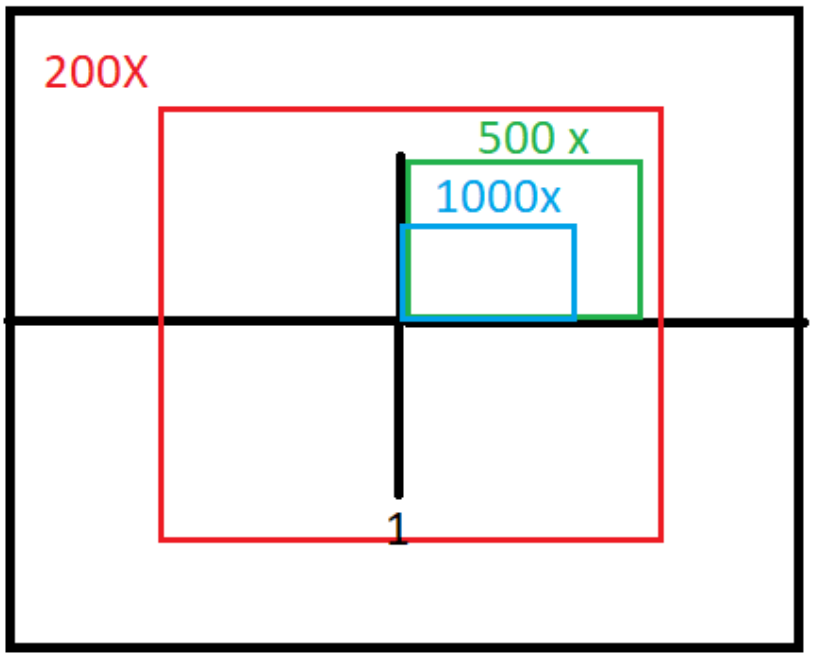
Polerte prøver:

Polerte prøver ble markert på tvers med en skalpell. Det ble lagd to «vegkryss» på tverslinjen. Skisse av hvordan markeringen ble gjort er vist i Figur 1.



Figur 1: Skisse av markering av polerte prøver.

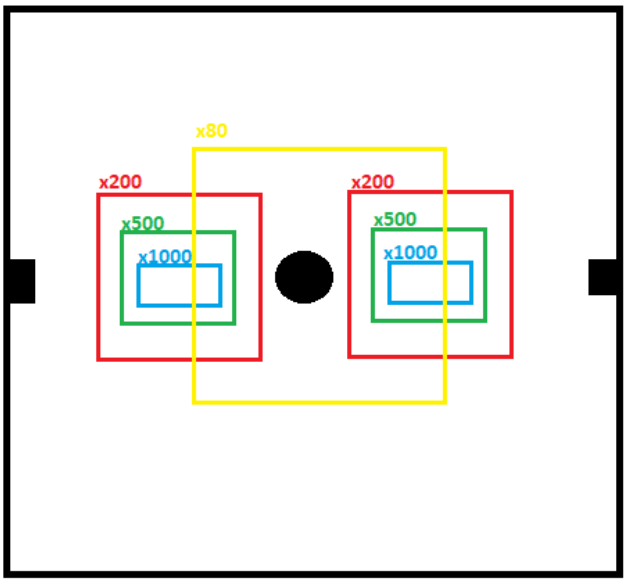
Bildene av polerte prøver ble tatt i «vegkryssene». Først et oversiktsbilde på x200 forstørrelse over krysset. Deretter et x500 i øvre høyre hjørne av krysset, for så et x1000 bilde i samme hjørne. I Figur 2 er bildetakingsprosedyren presentert.



Figur 2: Metode for billedtaking av polerte prøver.

Duktile bruddflater:

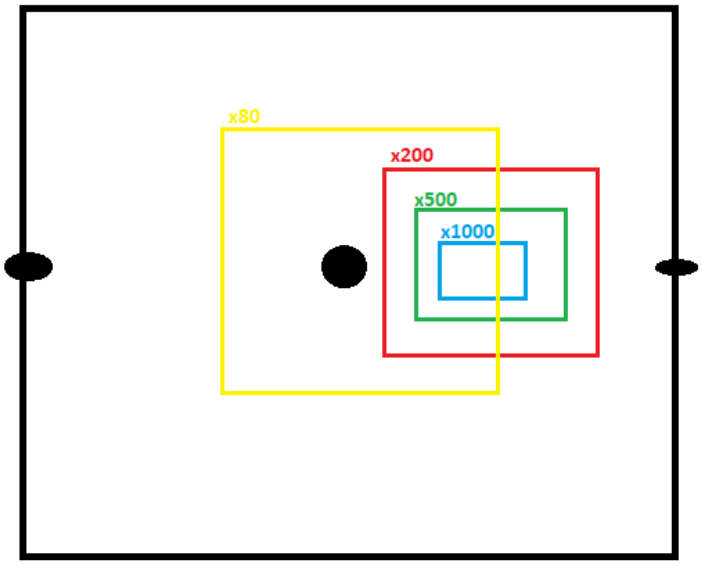
De duktile bruddflatene ble markert ved syl i midten av prøven. Det ble også lagd et merke på to motstående kanter for bedre orientering av prøven. Først ble det tatt et oversiktsbilde over markeringen med x80 forstørrelse. Det ble tatt bilder på begge sider av sylmarkeringen. Først x200, så x500 og x1000. Figur 3 viser en skisse av hvordan bildene ble tatt på duktile prøver.



Figur 3: Prosedyre for billedtaking av duktile prøver.

Utmattingsbruddflater:

Utmattingsbruddflatene ble markert med syl i midten av prøven og merker på to motstående kanter. Det ble tatt oversiktsbilde på x80 forstørrelse. Bilder ble tatt på begge sider av sylmarkeringen. Figur 4 viser prosedyren brukt for billedtaking av utmattingsbruddene.



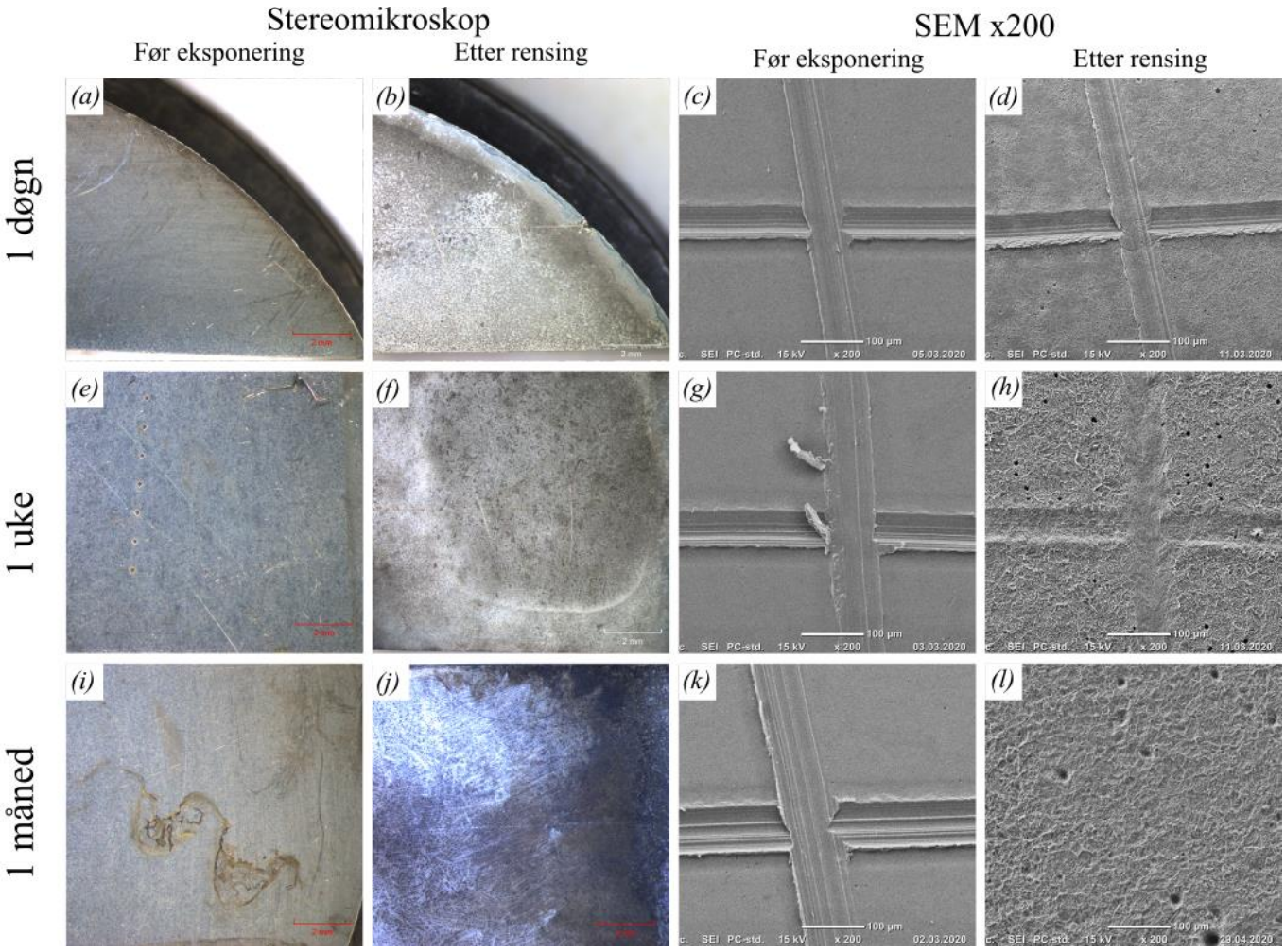
Figur 4: Prosedyre for billedtaking av utmattingsbrudd.

D Sammenlikning av bruddflater ved ulike korrosjonstider

Sammenlikning av prøver etter ulik korrosjonseksponering

Polerte prøver – stereomikroskopbilder og SEM-bilder ved x200, før korrosjon og etter rens

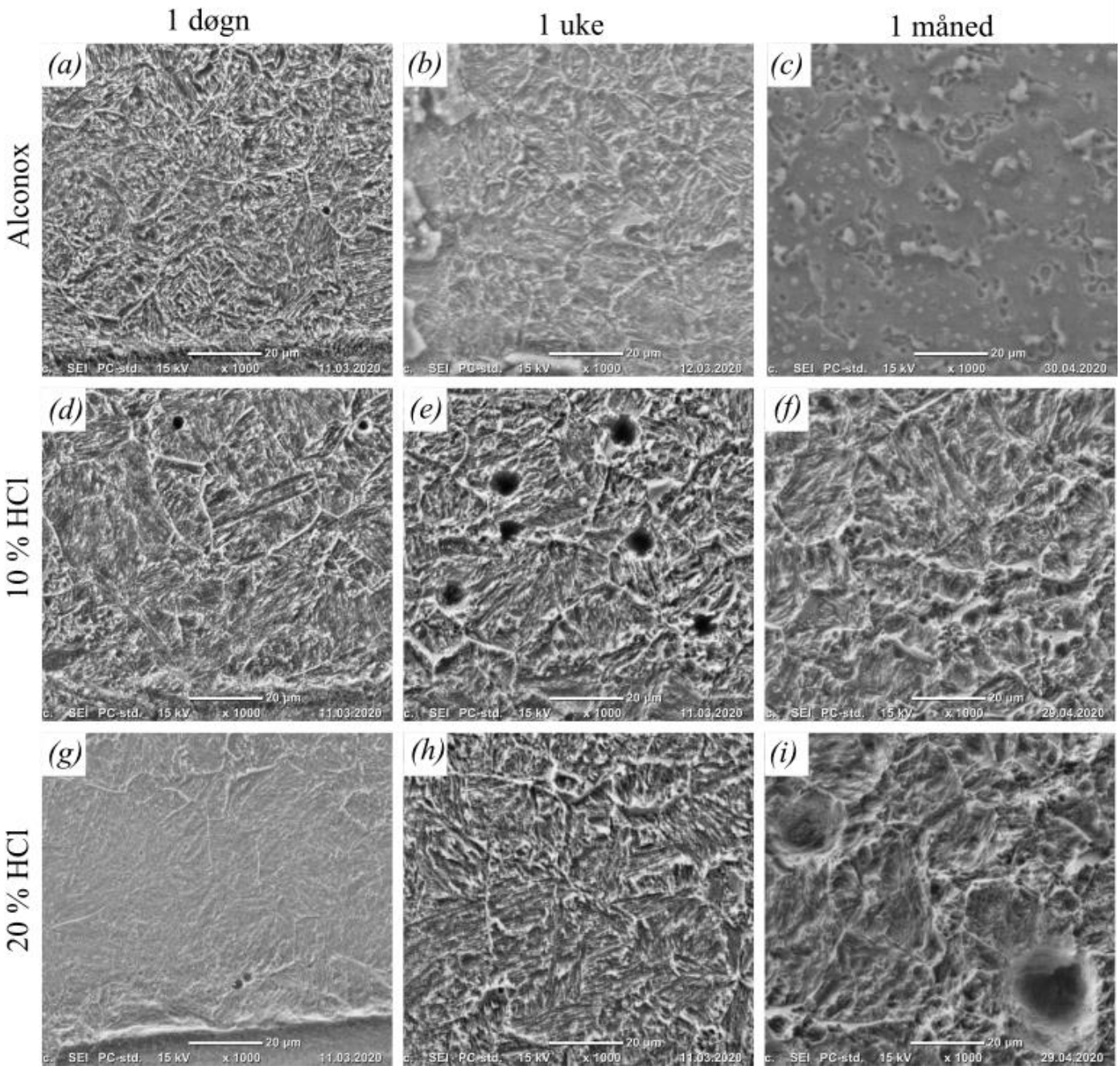
I Figur 1 er en prøve fra hver eksponeringstid valgt ut og satt opp med før og etterbilder av stereomikroskop og ved x200 forstørrelse.



Figur 1: Stereobilder og SEM-bilder ved x200 forstørrelse av et utvalg polerte prøver før korrosjonseksponering og etter rensing.

Polerte prøver – x1000 forstørrelse etter rens

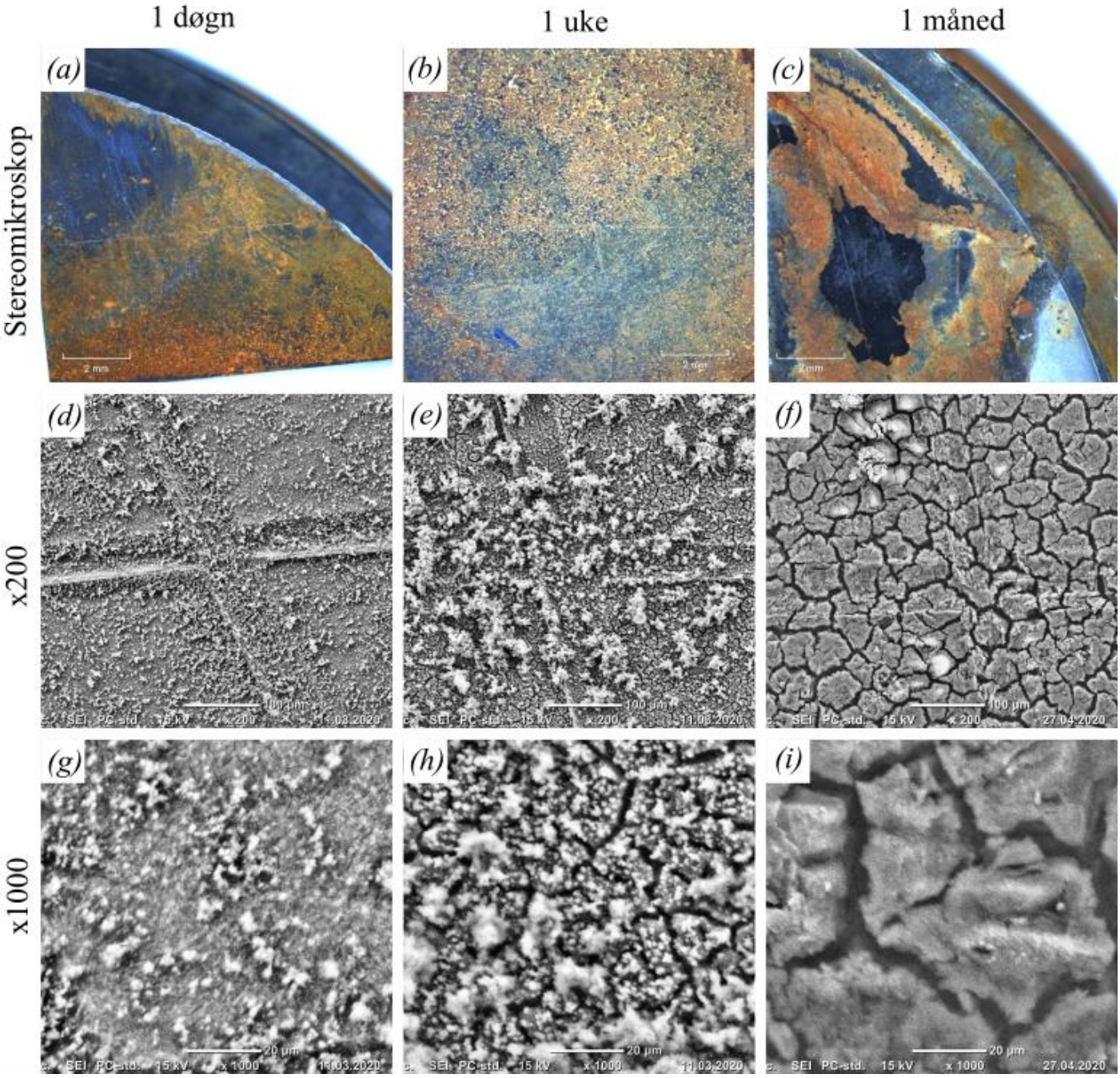
I Figur 2 er SEM-bilde av alle polerte prøver ved x1000 forstørrelse etter rensing satt opp etter rensemetode og eksponeringstid. Figuren viser degradering ved høy forstørrelse over tid.



Figur 2: SEM-bilder ved x1000 forstørrelse av polerte prøver etter rensing.

Utvikling av korrosjonsomfang på polerte prøver

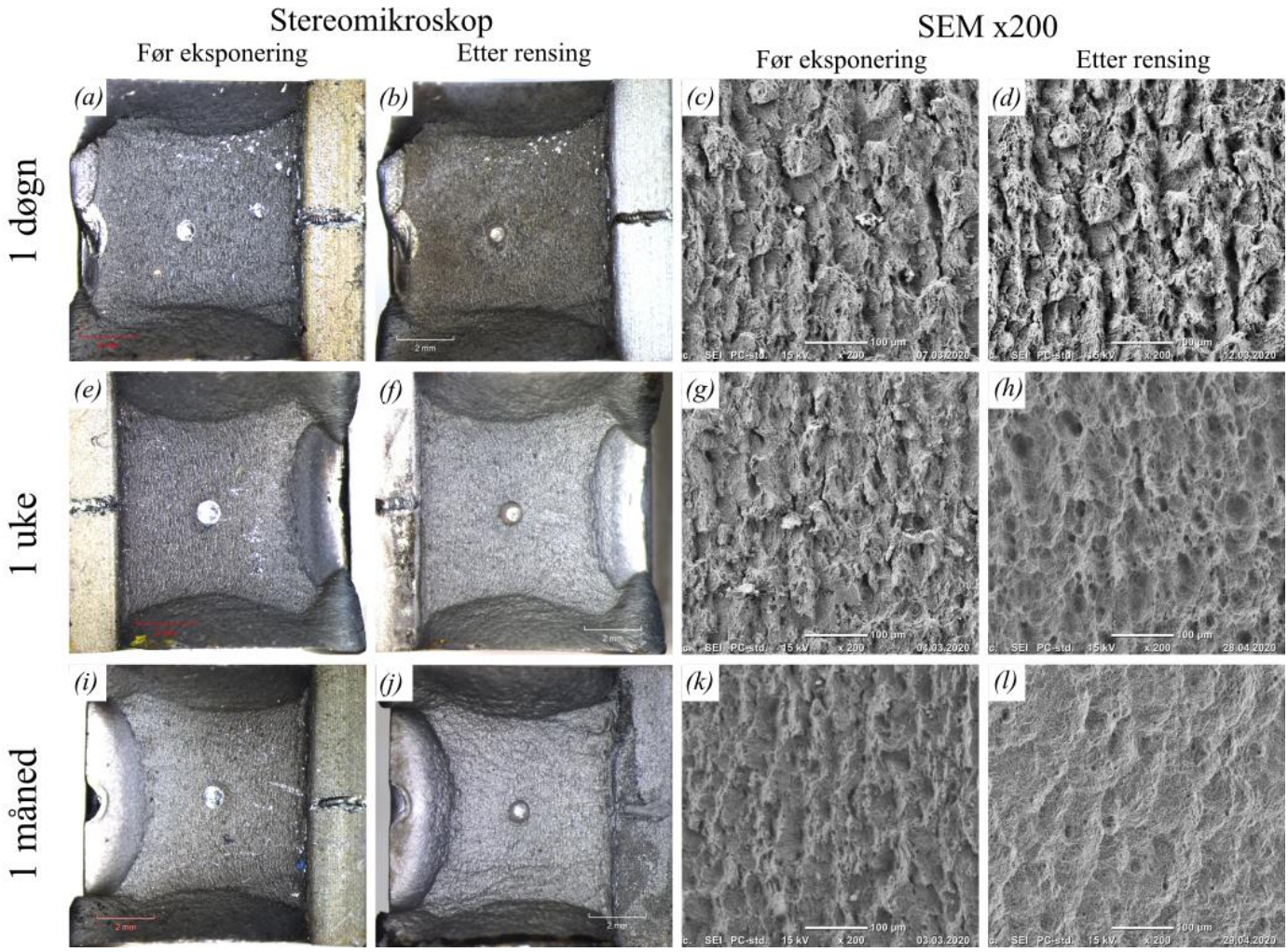
Figur 3 viser korrosjonsomfanget på et utvalg av de polerte prøvene, en ved hver eksponeringstid. Figuren viser hvordan korrosjonen og utseende på overflatene endrer seg over tid.



Figur 3: Stereomikroskopbilder og SEM-bilder av korrosjon på polerte prøver etter ulike eksponeringstider.

Duktile bruddflater - stereomikroskopbilder og SEM-bilder ved x200, før korrosjon og etter rens

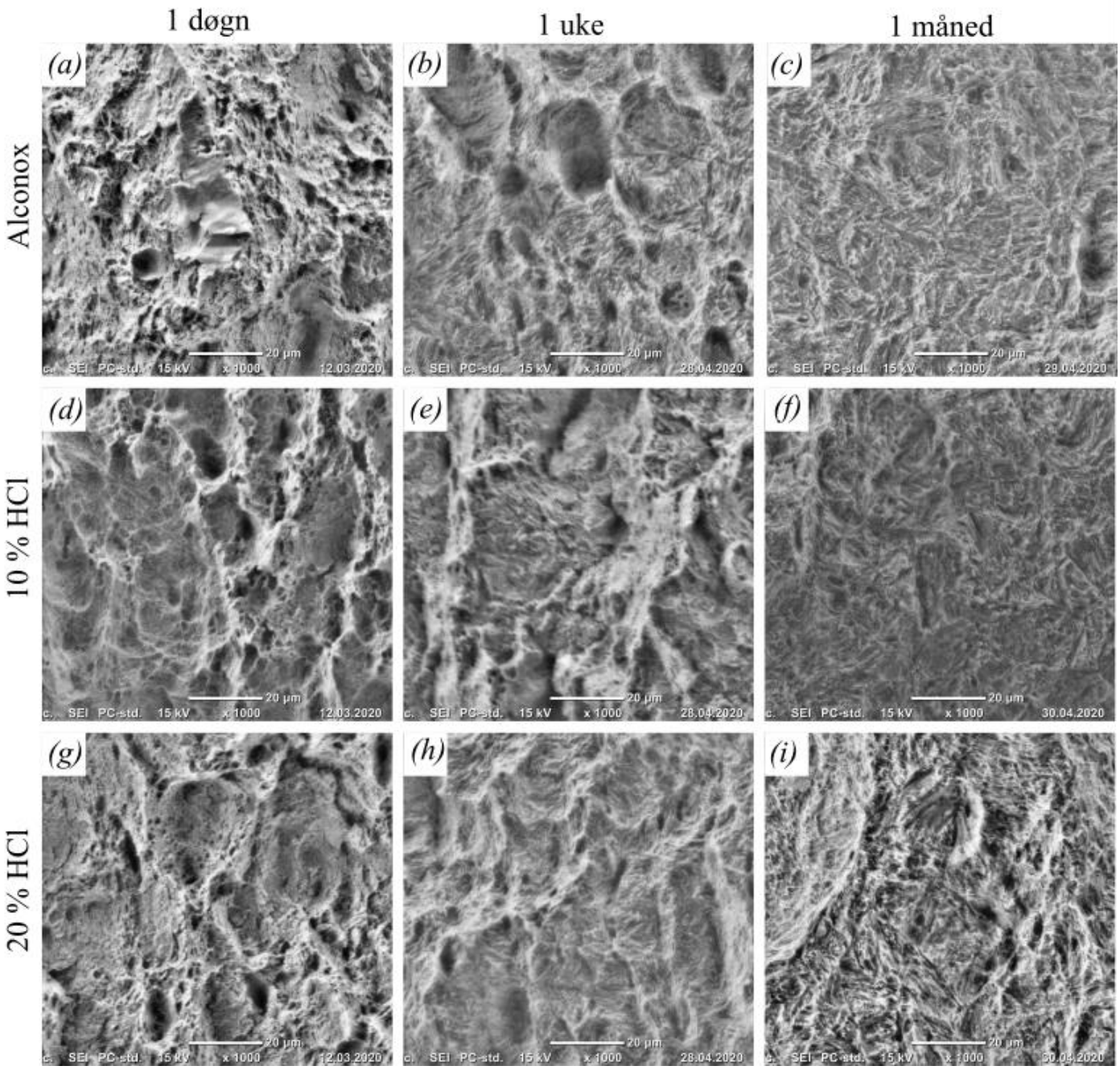
I Figur 4 er et utvalg av duktile bruddflater vist for å vise utviklingen i degraderingen av overflaten ved lengre eksponeringstider i korrosivt miljø. I Figuren er stereomikroskopbilder og SEM-bilder ved x200 forstørrelse fra før eksponering og etter rensing presentert.



Figur 4: Stereomikroskopbilder og SEM-bilder ved x200 forstørrelse av duktile prøver fra før korrosjonseksponering og etter rensing.

Duktile bruddflater - x1000 forstørrelse etter rens

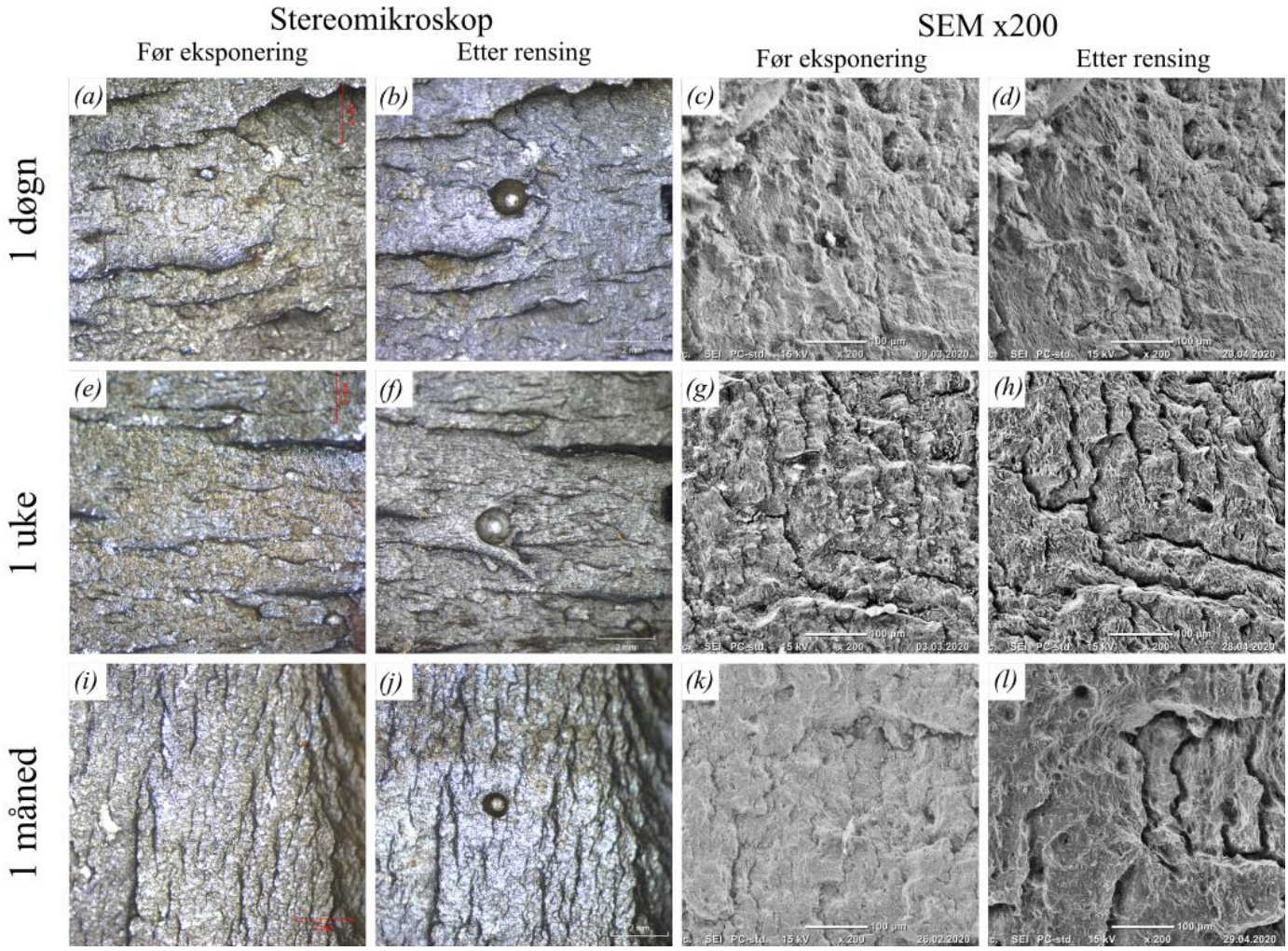
I Figur 5 er SEM-bilder ved x1000 forstørrelse av duktile bruddflater etter rensing presentert. Figuren viser utviklingen i degradering av mikromønsteret ved økende grad av korrosjonseksponering.



Figur 5: SEM-bilder ved x1000 forstørrelse av duktile bruddflater etter rensing.

Utmattingsbruddflater - stereomikroskopbilder og SEM-bilder ved x200, før korrosjon og etter rens

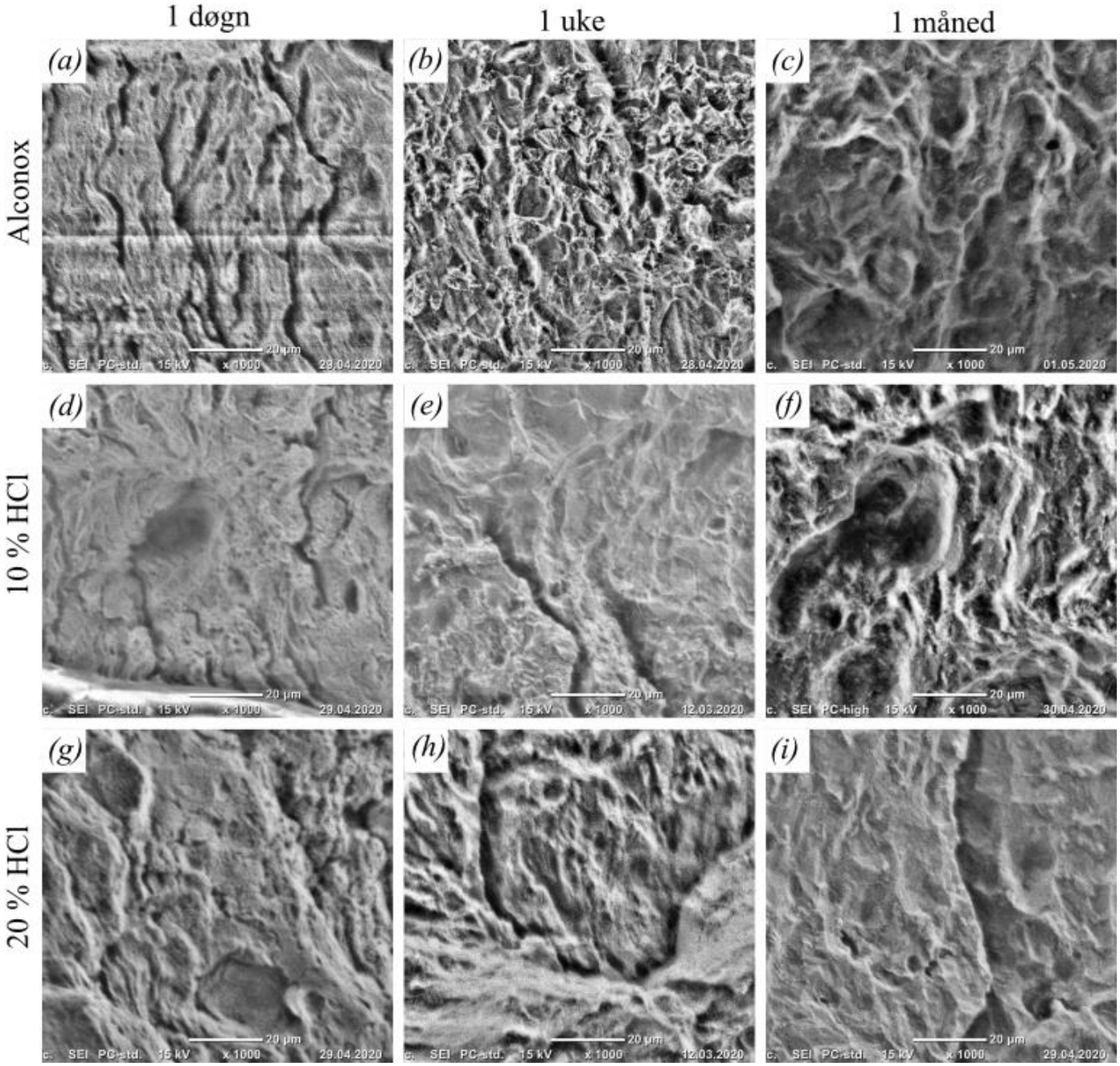
I Figur 6 er et utvalg av utmattingsbruddene vist for å vise utviklingen i degraderingen av overflaten ved lengre eksponeringstider i korrosivt miljø. I Figuren er stereomikroskopbilder og SEM-bilder ved x200 forstørrelse fra før eksponering og etter rensing presentert.



Figur 6: Stereomikroskopbilder og SEM-bilder ved x200 forstørrelse av utmattingsprøver fra før korrosjonseksponering og etter rensing.

Utmattingsbruddflater - x1000 forstørrelse etter rens

Figur 7 viser SEM-bilder ved x1000 forstørrelse av utmattingsbruddflater etter rensing. Figuren viser utviklingen i degradering av mikromønsteret ved økende grad av korrosjonseksponering.



Figur 7: SEM-bilder ved x1000 forstørrelse av utmattingsbruddflater etter rensing.

E Populærvitenskapelig artikkel

Degradering av mikromønstre på bruddflater som følge av korrosjon

Inga Lein Staven og Kristian Nesse

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet, Institutt for materialteknologi, Trondheim

Industri og infrastruktur er ofte basert nært kysten. Stål er et mye benyttet material i slike strukturer da det har lav kostnad og allsidige mekaniske egenskaper, og velges derfor ofte over mer korrosjonsbestandige legeringer. Det er forbundet store kostnader dersom det oppstår feil og skadehendelser, og det er derfor ønskelig å utarbeide bakgrunnen og årsak til feil. Marint miljø er et utfordrende miljø og vil være en hindring ved analyse av utsatte flater. [1]

Skadeanalyse

Fraktografisk analyse av bruddflater kan gi mye viktig informasjon om skademekanismer og materialdefekter for et brudd. Ved analyse kan man finne hva som kan ha forårsaket feilen. Korrosjon på bruddflater av stål utgjør ofte en utfordring ved fraktografiske undersøkelser. For å kunne studere bruddflatene må korrosjonsprodukter fjernes for at mikromønstre skal bli synlige. I mange tilfeller vil mikromønsteret være utydelig, tvetydig eller helt ødelagt. [2]

Figur 1: Duktilt brudd dannet ved strekktest. [3]

Hensikt og gjennomføring

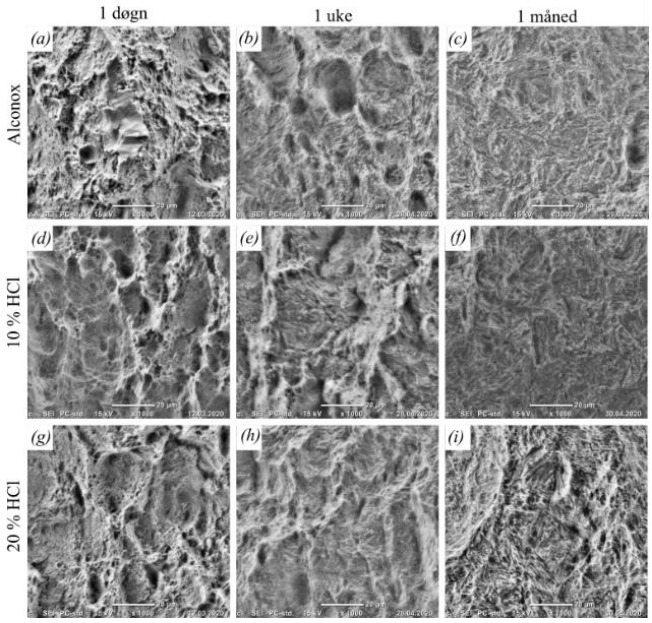
Det brukes ulike rensemiddel for å fjerne korrosjon og i denne undersøkelsen er Alconox, 10 og 20% inhibert saltsyre testet ut. Undersøkelsen så på degraderingen av mikromønstre som følge av korrosjonen, men også skaden som rensemidlene eventuelt påførte. Det ble sett på duktile og utmattingsbrudd.

Bruddflatene ble eksponert i en 3,5% NaCl-løsning for å simulere korrosjon ved ulike tider. Det ble brukt ett døgn, en uke og en måned som eksponeringstider. Bruddflatene ble så renset for korrosjon og studert i SEM.

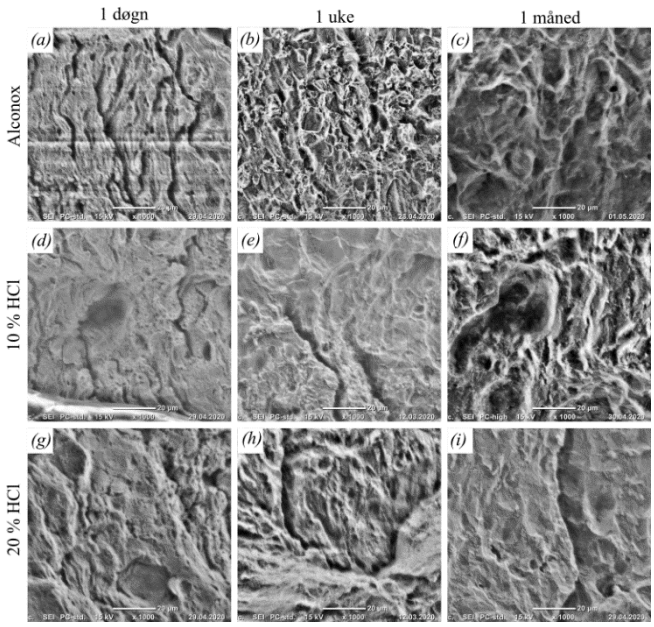
Resultater

Grad og omfang av korrosjon spilte en sentral rolle i hvordan overflaten degraderte, der mørkere korrosjon tærte mest på bruddflaten. Denne korrosjonen er mer tettsittende og er mer fremtredende for eksponeringer lengre enn ett døgn. Bruddflater som var utsatt for korrosivt miljø i ett døgn var dermed mulig å karakterisere da mye av mikromønsteret var intakt.

For de duktile bruddflatene ble det observert en klar utvikling av degradering i mikromønster ved lengre eksponeringstider for korrosjon. Karakteristikker som dimpler og rivninger var gjenkjennelige etter ett døgn. Etter en uke var karakteristikker sterkt degradert, men enda synlige. Etter en måned eksponering var de duktile bruddflatene ikke lenger mulig å karakterisere.



Figur 2: Bruddflaten til de duktile bruddene etter rensing ved de ulike eksponeringstidene i korrosivt miljø. Bildene er tatt ved x1000 forstørrelse i SEM.



Figur 3: x1000 SEM-bilder av utmattingsbruddflatene etter rensing av korrosjon.

Utmattingsbruddene hadde karakteristikker som hvilelinjer, sekundærsprekker og striasjoner. Etter ett døgn eksponering var disse karakteristikkene fortsatt gjenkjennelige og gjorde karakterisering mulig. Etter en uke ble bruddflatene betydelig mer degradert og karakteristikker var ikke gjenkjennelige. Etter en måneds eksponering ble bruddflatene kraftig degradert slik at nye mønster og strukturer ble dannet. Det ble dannet dimpel- og rivningsliknende struktur som kunne forveksle bruddflaten med et duktilt brudd.

Rensetid avhengte av eksponeringstid for korrosivt miljø og korrosjonsomfang på prøven. 1 minutt rensing i 10 eller 20% HCl var tilstrekkelig for prøver som hadde korrodert i opptil en måned. Ved rensing av korroderte prøver i Alconox bør rensetiden begrenses til under 15 minutter og kun benyttes for lettere korroderte prøver.

Referanser

1. James J. Scutti, W.J.M., William T. Becker, Roch J. Shipley, *"Introduction to Failure Analysis and Prevention"*. ASM Metals Handbook, 2002. 11 Failure Analysis and Prevention.
2. Richard D. Zipp, E.P.D., *"Preparation and Preservation of Fracture Specimens"*. ASM Metals Handbook, 1987. 12 Fractography.
3. BradleyGrillo, *fig ductile fracture*, DuctileFailure.jpg, 2007: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:DuctileFailure.jpg.

F Risikovurdering

NTNU	Kartlegging av risikofylt aktivitet	Utarbeidet av	Nummer	Dato
		HMS-avd.	HMSRV2601	22.03.2011
		Godkjent av	Side	Erstatter
HMS		Rektor		01.12.2006

Enhet: IMA **Dato:** 27.01.2020

Linjeleder: Tor Grande

Deltakere ved kartleggingen (m/ funksjon):
(Ansv. veileder, student, evt. medveiledere, evt. andre m. kompetanse)
Roald Lilletvedt, Mario Søfferud, Gard Sviggum, Inga Lein Staven, Kristian Nedrebø Nesse, Olav Johansen Vad, Hilde Marie Syvertsen

Kort beskrivelse av hovedaktivitet/hovedprosess:
Etablere en systematisk utarbeidelse for analyse av bruddflater utsatt for korrosjon samt se på degradering av mikromønsteret i bruddflater ved kjemisk fjerning av korrosjonsproduktet.

Er oppgaven er rent teoretisk? *(JA/NEI)* NEI

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

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

"JA" betyr separat risikovurdering av prøvene individuelt

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

Signaturer: *Ansvarlig veileder:* Roald Lilletvedt *Student:* Inga Lein Staven

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

5	SEM	Student	Instruksjoner	PPE		
6	Ultralydbad	Student	Instruksjoner	PPE, Ventelering/avtrekk		Hansker, briller og labfrakk til håndtering av prøver. Utstyr til håndreting av prøver ved 80 grader.
7	Polering	Student	Instruksjoner	PPE		Hansker, briller og labfrakk til håndtering av prøver.
8	Korrosjonstest	Student	Instruksjoner	PPE		Hansker, briller og labfrakk til håndtering av prøver.
9	Transport av prøver	Student	n/a	n/a	Trafikkreglene	Klargjøring av prøver (tørke og avslutte korrosjonsprosess). Godt innpakket prøve og student.
10	Preparering av prøver med sirkelsag	Student	Instruksjoner	Sikringer i sirkelsag		

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

Enhet: *IMA* **Dato:** 27.01.2020

Linjeleder: *Tor Grande*

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

(Ansv. veileder, student, evt. medveiledere, evt. andre m. kompetanse) Inga Lein Staven, Kristian Nedrebø Nesse, Olav Johansen Vad, Hilde Marie Syvertsen

Risikovurderingen gjelder hovedaktivitet: Laboratoriearbeid og prøvehåndtering

Signaturer: *Ansvarlig veileder:* Roald Lilletvedt *Student:* Ingakin Staven

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

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

7		Vannskade	1						Hindre søl og feil bruk av maskin. God opplæring.
8	Transport av prøver	Fall	2	A				A2	God tid. Ta hensyn til årstid. Stødige sko. Planlegge ruten.
8		Ødelegge prøver	2						Unngå rushtid/full buss. Bruk god tid og vær oppmerksom på trafikken/personer.
8		Påkjørsel	1	C				C1	Følge trafikkreglene
9	Preparering av prøver med sirkelsag	Klemfare	1	A				A1	God tid. God kommunikasjon. Oppmerksomhet.
9		Sårskade	2	A				A2	Plasser prøver forsiktig.
9		Alvorlig sårskade	1	B				B1	Plasser prøver forsiktig.
10	Preparering og håndtering av Etanol	Øyeirritasjon	2	A				A2	Verneutstyr. Øyeskyll lett tilgjengelig.

NTNU

Kunnskap for en bedre verden