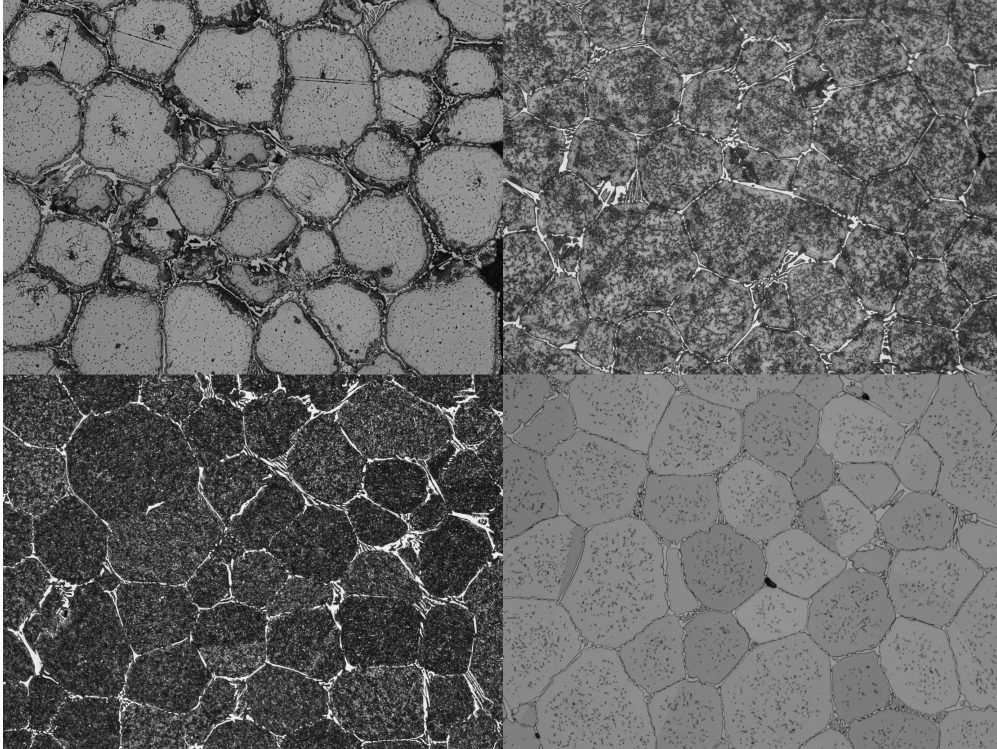




CHALMERS



Karakterisering av additivt tillverkat martensitiskt rostfritt stål

Kandidatarbete TIFX11-VT26-09A

Marcus Balaban
Anton Forssén
Mihai-Victor Popescu
David Pütter

INSTITUTIONEN FÖR FYSIK OCH ASTRONOMI

CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA
Göteborg 2026
www.chalmers.se

KANDIDATARBETE 2026

**Karakterisering av additivt tillverkat martensitiskt
rostfritt stål**

Marcus Balaban

Anton Forssén

Mihai-Victor Popescu

David Pütter



CHALMERS

Institutionen för fysik och astronomi
CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA
Göteborg 2026

Karakterisering av additivt tillverkat martensitiskt rostfritt stål

Characterisation of additively manufactured martensitic stainless steel

MARCUS BALABAN
ANTON FORSSÉN
MIHAI-VICTOR POPESCU
DAVID PÜTTER

©

Marcus Balaban
Anton Forssén
Mihai-Victor Popescu
David Pütter, 2026.

Handledare: Seyed Hosseini, Mattias Thuvander
Examinator: Magnus Hörnqvist Colliander

Kandidatarbete 2026
Institutionen för fysik och astronomi
Chalmers Tekniska Högskola
SE-412 96 Göteborg
Telefon +46 31 772 1000

Institutionen för fysik och astronomi
Chalmers Tekniska Högskola

Omslagsbild: Ett collage av resultat från arbetet.

Skriven i L^AT_EX
Göteborg 2026

Abstract

Metal Binder Jetting (MBJ) is an additive manufacturing process that enables the production of complex metal components. However, the relationship between the manufacturing process, heat treatment, microstructure and mechanical properties still requires further understanding. In this report, MBJ-manufactured martensitic stainless steel was investigated with the aim of characterizing the microstructure after different heat treatment cycles and relating these changes to the mechanical properties.

Four samples that had undergone different heat treatment processes were analyzed. The microstructure was examined using light optical microscopy (LOM), X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), and energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS). Hardness measurements were performed to evaluate how the different treatments affected the mechanical properties. Grain size, carbide distribution, crystal structure, and chemical composition were studied and compared between the samples.

The results show that heat treatment has a clear influence on both microstructure and hardness. Samples that had only been sintered exhibited lower hardness and a more heterogeneous microstructure, whereas normalization contributed to more distinct grain boundaries and a more stable microstructure. The sample that had undergone normalization followed by austenitizing and tempering (process 411) showed the highest hardness, just below 700 HV 1. This could be related to a combination of favorable carbide distribution, relatively controlled grain size and the presence of martensite. The XRD analysis revealed differences in crystal structure between the samples, where the normalized samples showed an increased fraction of BCC-related phases. In contrast, the EDS results showed only minor differences in chemical composition, indicating that the differences in hardness are primarily due to the effect of heat treatment on the microstructure rather than variations in alloy composition.

In summary, this report shows that MBJ-manufactured martensitic stainless steel requires a well-adapted heat treatment cycle in order to achieve high hardness and a favorable microstructure. Among the investigated treatments, normalization followed by process 411 appears to be the most promising route for achieving the desired properties. This report is written in Swedish.

Sammandrag

Metal Binder Jetting (MBJ) är en additiv tillverkningsprocess som möjliggör framställning av komplexa metallkomponenter, men sambandet mellan tillverkningsprocess, värmebehandling, mikrostruktur och mekaniska egenskaper behöver fortfarande förstås bättre. I detta arbete har MBJ-tillverkat martensitiskt rostfritt stål undersökts med syfte att karakterisera mikrostrukturen efter olika värmebehandlingscykler och koppla dessa förändringar till mekaniska egenskaper.

Fyra prover som genomgått olika värmebehandlingsprocesser analyserades. Mikrostrukturen undersöktes med ljusoptisk mikroskopi (LOM), röntgendifraktion (XRD), svepelektronmikroskopi (SEM) och energidispersiv röntgenspektroskopi (EDS). Hårdhetsmätningar utfördes för att utvärdera hur de olika behandlingarna påverkade de mekaniska egenskaperna. Kornstorlek, karbidfördelning, kristallstruktur och kemisk sammansättning studerades och jämfördes mellan proverna.

Resultaten visar att värmebehandlingen har en tydlig påverkan på både mikrostruktur och hårdhet. Prover som endast sintrats uppvisade lägre hårdhet och mer heterogen mikrostruktur, medan de som fick genomgå normalisering bidrog till tydligare korngränser och en ännu mer stabil mikrostruktur. Det prov som genomgått normalisering följt av austenitisering och anlöpning (process 411) uppvisade den högsta hårdheten, strax under 700 HV 1. Detta kunde kopplas till en kombination av gynnsam karbidfördelning, relativt kontrollerad kornstorlek och förekomst av martensit. XRD-analysen visade skillnader i kristallstruktur mellan proverna, där normaliserade prover hade en ökad andel BCC-relaterade faser. EDS-resultaten visade däremot små skillnader i kemisk sammansättning, vilket indikerar att skillnaderna i hårdhet främst beror på värmebehandlingens påverkan på mikrostrukturen snarare än lokala variationer i sammansättning.

Sammanfattningsvis visar arbetet att MBJ-tillverkat martensitiskt rostfritt stål kräver en väl anpassad värmebehandlingscykel för att uppnå hög hårdhet och gynnsam mikrostruktur. Av de undersökta behandlingarna framstår normalisering följt av process 411 som den mest lovande vägen för att uppnå önskade egenskaper.

Förord

Vi vill rikta ett stort tack till våra handledare, Seyed Hosseini från SKF och Mattias Thuvander från Chalmers, för att alltid ha gjort sitt yttersta för att stödja oss i vårt arbete, tålmodigt besvarat våra frågor och gett oss värdefulla insikter i hur det är att arbeta i praktiken.

Ett stort tack riktas även till Chalmers och SKF för tillgången till olika mätinstrument, vilket möjliggjorde både mätningarna och hela arbetet. Vi hade aldrig överlevt utan SKF:s sponsrade luncher samt de oändliga mängderna kaffe och varm choklad.

Författarna, Göteborg, maj 2026

Akronymer

Nedan följer en lista över förkortningar som används i denna rapport, sorterade i alfabetisk ordning:

BCC	Body-Centered Cubic (Rymdcentrerad kubisk)
BCT	Body-Centered Tetragonal (Rymdcentrerad tetragonal)
CCT	Continuous Cooling Transformation (Kontinuerlig kylomvandling)
DED	Directed Energy Deposition (Riktad energideposition)
EBSD	Electron Backscatter Diffraction (Elektronbakåtspridningsdiffraktion)
FCC	Face-Centered Cubic (Ytcentrerad kubisk)
LB-PBF	Laser Beam Powder Bed Fusion (Selektiv laserpulverbäddsmältning)
LOM	Light Optical Microscopy (Ljusoptisk mikroskopi)
MBJ	Metal Binder Jetting
PBF	Powder Bed Fusion (Pulverbäddsmältning)
SEM	Scanning Electron Microscopy (Svepelektronmikroskopi)
XRD	X-Ray Diffraction (Röntgendiffraktion)

Innehåll

Akronymer	ix
1 Inledning	1
1.1 Syfte	3
1.2 Mål	3
1.3 Avgränsningar	3
1.4 Användning av AI	3
2 Teori	5
2.1 Rullningslager och dess användningsområden	5
2.2 Kristallografi och diffraktion	6
2.2.1 Kristallstrukturer	6
2.2.2 Braggs lag	7
2.3 Rostfria stål	8
2.3.1 Rostfria martensitiska stål	10
2.3.2 Värmebehandling	11
2.4 Additiv tillverkning	12
2.4.1 Metal Binder Jetting (MBJ)	13
2.4.1.1 Utskriftscykeln	13
2.4.1.2 Torkning	14
2.4.1.3 Avpulvring	14
2.4.1.4 Avbränning och sintring	14
2.5 Metoder för mikrostrukturell karakterisering	16
2.5.1 Svepelektronmikroskopi (SEM)	16
2.5.2 Energidispersiv röntgenspektroskopi (EDS)	17
2.5.3 Röntgendiffraktion (XRD)	17
3 Metod	19
3.1 Hårdhetsmätning	19
3.2 Ljusoptisk mikroskopi (LOM)	19
3.3 Kemisk etsning	20
3.4 Röntgendiffraktion (XRD)	21
3.4.1 Kristallitstorlek	21
3.5 Svepelektronmikroskopi (SEM)	22
3.6 Energidispersiv röntgenspektroskopi (EDS)	22
4 Resultat	23
4.1 Hårdhetsmätning	23
4.2 Ljusoptisk mikroskopi (LOM)	24

4.3	Röntgendiffraktion (XRD)	25
4.4	Svepelektronmikroskopi och energidispersiv röntgenspektroskopi (SEM och EDS)	27
5	Diskussion	31
6	Slutsatser	33
	Bibliography	35
A	Appendix 1	I
A.1	Hårdhetsmätning	I
A.1.1	Centermätning	II
A.1.2	Eutektisk mätning	II
A.1.3	Korngränsmätning	II
A.1.3.1	Horisontell	III
A.1.3.2	Vertikal	III
A.1.4	Ljusoptisk mikroskopi (LOM)	IV
A.1.5	Röntgendiffraktion (XRD)	V
A.2	Energidispersiv röntgenspektroskopi (EDS)	VII

1

Inledning

Additiv tillverkning av stålkomponenter har under de senaste åren blivit ett snabbt växande forskningsområde, där nya metoder kontinuerligt utvecklas för att förbättra materialens mekaniska egenskaper och produktionskapacitet [1]. En av dessa metoder är Metal Binder Jetting (MBJ) som erbjuder hög produktionshastighet och flexibilitet, men som samtidigt innebär utmaningar vad gäller att uppnå önskade materialegenskaper. MBJ bygger på att fördela ut ett tunt lager av metallpulver för att sedan applicera bindemedlet selektivt där komponenten ska byggas, lager på lager. Efter att bindemedlet har härdats och allt löst pulver tagits bort, hettas metallen upp till den temperaturen då bindningsmedlet förångas. I nästföljande steg ökas temperaturen ytterligare tills pulverpartiklarna binder med varandra och bildar korn i en process som kallas sintring. Ett av de större problemen som identifierats är att det martensitiska stålet som framställs med MBJ uppvisar otillräcklig hårdhet, särskilt när målvärdena ligger i intervallet 700–750 HV 1. Denna bristande hårdhet riskerar att begränsa metodens användbarhet i applikationer där hög slitstyrka och hållfasthet efterfrågas då materialets hårdhet och struktur i hög grad påverkar dess slitage- och korrosionsbeständighet.

Arbetet är särskilt aktuellt för SKF, som främst verkar inom tillverkning av högpresterande rullningslager där materialens mekaniska egenskaper är avgörande för produktens livslängd och driftsäkerhet. För att kunna ligga i framkant inom teknikutveckling och innovation krävs en kontinuerlig utvärdering av nya tillverkningsmetoder som både kan förbättra produktionsflöden och minska kostnader. Additiv tillverkning, och i synnerhet MBJ, erbjuder stora möjligheter vad gäller produktionshastighet, geometrisk frihet och materialeffektivitet, men det finns fortfarande en del frågor kopplade till materialets struktur och egenskaper efter sintring och efterföljande värmebehandlingar.

Detta arbete handlar om att bygga en djupare förståelse kring mikrostrukturen som kan erhållas för MBJ-processen, där strukturen både efter sintring men också efter olika värmebehandlingsprocesser analyseras. Mer specifikt kommer fyra olika prover att studeras, vilka har genomgått olika värmebehandlingsprocesser, se tabell 1.1. Undersökningen inkluderar ljusoptisk mikroskopi, röntgendiffraktion, hårdhetsanalys och svepelektronmikroskopering. Arbetet bidrar därmed till att klarlägga vilka steg i produktionsprocessen som är mest kritiska för att uppnå de materialegenskaper som krävs i avancerade komponenter, och ger underlag för framtida processoptimering och teknikutveckling.

Tabell 1.1: Beskrivning av de undersökta proverna och deras specifika egenskaper.

Prov 1	Sintrad
Prov 2	Sintrad och normaliserad
Prov 3	Sintrad, normaliserad och process 411*
Prov 4	Stegvis sintrad

Svårigheten att uppnå tillräcklig hårdhet i MBJ-producerat stål beror på flera faktorer. Bland annat påverkar relativ densitet (porositet) och den mikrostruktur som skapas under solidifieringen i sintringssteget. Med hänsyn till den mikrostruktur som erhålls efter sintring, är värmebehandlingsstegen ännu inte etablerade för MBJ och det rostfria martensitiska stålet. Detta innebär att de egenskaper som förväntas har inte kunnat uppnås vad gäller till exempel hårdhet, restaustenit, och karbidmorfologi.

Utifrån ett akademiskt perspektiv är ämnet högst relevant eftersom värmebehandling fortfarande är en central faktor som styr mikrostruktur och därmed de mekaniska egenskaperna. MBJ representerar ett område där kunskapsluckor fortfarande finns, särskilt kring hur processparametrar, sintring och efterföljande värmebehandling samverkar.

Från ett tekniskt perspektiv är det viktigt att förstå sambanden mellan önskade materialegenskaper och tillverkningsmetod eftersom additiv tillverkning blir allt mer integrerad i avancerad industri. För att MBJ ska kunna konkurrera med andra additiva tillverkningsmetoder, såsom pulverbäddtekniken (PBF) krävs en djupare processkontroll och förbättrade metoder för att uppnå likvärdiga eller bättre egenskaper.

MBJ har ännu inte fått samma industriella genomslag som mer etablerade additiva tillverkningsprocesser [2]. Därför är det av betydelse att studera olika aspekter av MBJ för att utvärdera om metoden kan vidareutvecklas till en nivå där den blir ett realistiskt alternativ för framtida industriella applikationer. Om MBJ i framtiden kan producera produkter med hög relativ hårdhet, densitet och goda egenskaper öppnas det upp för andra och fler användningsområden inom till exempel fordonsindustrin, verkstadsindustrin och energisektorn. På ett bredare plan kan detta öka tillgängligheten av bättre och kostnadseffektiva komponenter, vilket i sin tur kan gynna både samhälle och teknologisk utveckling.

Utvecklingen av additiva tillverkningsmetoder sker i nära samspel med globala trender som digitalisering, hållbar produktion och resurseffektivitet. MBJ har potential att bidra till mer energieffektiv och materialbesparande tillverkning, vilket gör forskningen kring metodens begränsningar och möjligheter relevant även i ett större miljömässigt och ekonomiskt sammanhang. Att förstå och lösa till exempel hårdhetsproblematiken eller mikrostrukturen är därför inte bara viktigt ur ett materialvetenskapligt perspektiv, utan även för framtida hållbarhetsmål och industrins övergripande utveckling.

* Process 411 inkluderar austenitiserings och anlöpnings. Ytterligare processparametrar redovisas inte.

1.1 Syfte

Syftet med arbetet är att karaktärisera och identifiera mikrostrukturen hos det martensitiska rostfria stålet och hur den förändrar sig efter olika värmebehandlinger för att kunna i sin tur koppla den till olika mekaniska egenskaper. Eftersom MBJ fortfarande är en relativt ny metod för tillverkning av högpresterande stålkomponenter är det av stor betydelse att förstå hur processparametrar och efterföljande värmebehandling påverkar mikrostrukturen och därmed hårdheten.

Projektet syftar till att föreslå en rekommenderad värmebehandlingscykel som möjliggör att MBJ-tillverkat martensitiskt stål uppnår hög hårdhet (gärna högre än 700 HV 1) och önskad karbidmorfologi.

1.2 Mål

För att uppnå huvudsyftet ingår följande delmål:

- Karaktärisera mikrostrukturen (kornstorlek, hårdhet, karbidnätverk, etc.) hos det martensitiska rostfria materialet efter sintring.
- Studera mikrostrukturen efter olika värmebehandlingscykler.
- Föreslå baserat på genomförd analys värmebehandlingscykler för att uppnå rätt egenskaper.

1.3 Avgränsningar

Studien begränsas till att endast undersöka martensitiskt stål som tillverkats med MBJ-tekniken. Endast ett urval av värmebehandlinger analyseras, och de mekaniska testerna fokuserar på hårdhet; andra tester som dragprovning eller utmattning ingår inte. Arbetet avgränsas också till mikrostrukturell analys via ljusoptisk mikroskopering (LOM), röntgendiffraktion (XRD), svepelektron-mikroskopering (SEM) samt energidispersiv röntgenspektroskopi (EDS). Dessa avgränsningar motiveras av projektets tidsramar och tillgängliga utrustning, samt behovet av att möjliggöra fördjupad analys inom respektive område.

1.4 Användning av AI

AI har i detta arbete främst använts för att generera L^AT_EX-kod för tabeller och figurer, men även för att korrigera grammatik och förbättra formuleringar i text som ursprungligen har skrivits av gruppen. Det har också använts för att ge förslag på pålitliga källor inom det område som arbetet handlar om. Känslig information, såsom företagsnamn och specifika värmebehandlingsprocesser, har anonymiserats och ersatts med mer generella beteckningar, exempelvis "Företag 1" och "Process 2". Det AI-verktyget som har huvudsakligen använts är Microsoft Copilot med företagsskydd.

2

Teori

För att förstå vilka mekaniska egenskaper som är önskvärda för det MBJ-tillverkade martensitiska stålet krävs en viss teoretisk bakgrund kring rullningslager, rostfria stål, värmebehandlingar och additiv tillverkning samt de metoder som kan användas för att analysera dessa egenskaper.

2.1 Rullningslager och dess användningsområden

Rullningslager används idag över hela världen och finns i många olika varianter, men har alla samma mål: att minimera friktionsförluster mellan roterande och fasta delar. De återfinns exempelvis i fordon, industriprocesser och hushållsapparater. Det mest kända rullningslagret är kullagret, se figur 2.1, och generellt består ett rulllager av yttering, innerring och rullkroppar (kulor eller rullar) för att överföra last samt hållare för rullkropparna så de inte är i kontakt med varandra.

Rullningslager utsätts huvudsakligen för två typer av belastningar: radiell last, som verkar vinkelrätt mot axeln, och axiell last, som verkar längs axelns riktning. I många tillämpningar dominerar radiell last, exempelvis i elmotorer eller remdrivna system, medan axiell last är mer framträdande i pumpar, turbiner eller skruvdomkrafter. Beroende på lasttyp och storlek väljs lagertyper som är optimerade för respektive belastningsfall. Kullager kan bära både radiell och måttlig axiell last medan rullager ofta klarar högre radiella laster men är begränsade i axiell riktning. Oavsett lasttyp utsätts kontaktytorna för rullkontaktutmattning, vilket ställer höga krav på materialens hårdhet, mikrostrukturella stabilitet och renhet [3].

Den mest använda legeringen för rullningslager som används globalt är genomhärdat kromstål 100Cr6, det vill säga stål med 1 % kol och 1,5 % krom [4]. Anledningen till att den används så frekvent är att den ger en optimal balans mellan hårdhet och seghet då materialet måste vara tillräckligt hårt för att inte deformeras under last, men tillräckligt segt för att inte spricka. Trots materialets breda användning finns applikationer där 100Cr6 inte erbjuder tillräcklig prestanda, exempelvis vid högre axiella laster, korrosiva miljöer, höga temperaturer eller där dimensionell stabilitet är avgörande. I sådana fall kan andra legeringar vara mer lämpliga.



Figur 2.1: En DGBB (Deep Groove Ball Bearing) där innerring, hållare, kulor och yttering visas. Med tillstånd av SKF.

2.2 Kristallografi och diffraktion

Kristallografi och diffraktion utgör grundläggande verktyg för att förstå sambandet mellan ett materials atomära struktur och dess makroskopiska egenskaper. Genom att beskriva hur atomer är placerade i kristallina gitter och hur denna placering kan undersökas experimentellt, möjliggörs en vidare analys av metallers mekaniska beteende, fasomvandlingar och mikrostrukturella egenskaper.

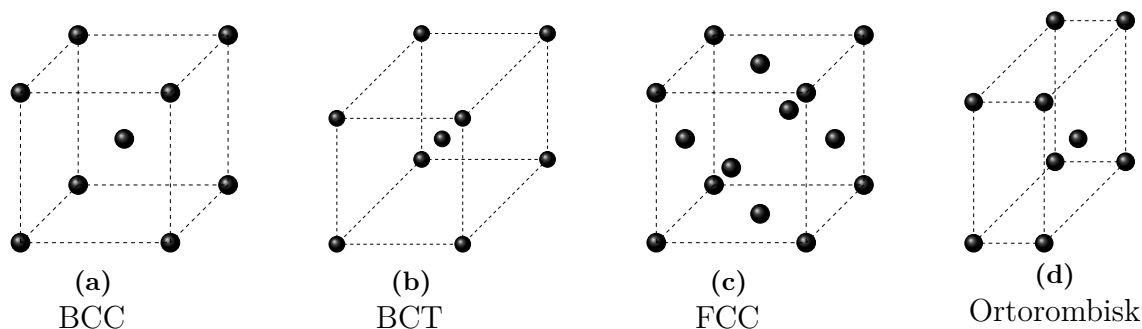
I detta avsnitt introduceras först de vanligaste kristallstrukturerna i metalliska material och deras betydelse för materialegenskaper. Därefter behandlas grunderna i röntgendiffraktion med utgångspunkt i Braggs lag. Vidare diskuteras strukturfaktorns roll och hur kristallsymmetri ger upphov till urvalsregler i diffraktionsmönster, vilka är centrala för identifiering av kristallstruktur och faser i experimentella analyser.

2.2.1 Kristallstrukturer

Kristallstrukturen beskriver hur atomer är ordnade i ett periodiskt gitter i fasta material och har en stor betydelse för materialets mekaniska och fysikaliska egenskaper. I metaller är de vanligaste kristallstrukturerna rymdcentrerad kubisk (BCC), ytcentrerad kubisk (FCC) samt rymdcentrerad tetragonal (BCT), se figur 2.2. Dessa strukturer skiljer sig åt i hur atomerna är placerade i enhetscellen, vilket i sin tur påverkar egenskaper såsom packningstäthet, dislokationsrörelse och därmed materialets hållfasthet och duktilitet.

I en BCC-struktur är atomer placerade i kubens hörn samt en atom i centrum av enhetscellen, vilket ger en relativt låg packningstäthet. Detta resulterar ofta i hög hållfasthet men begränsad duktilitet. FCC-strukturen har i stället atomer i hörnen samt i mitten av varje sidoyta, vilket ger en högre packningstäthet och därmed generellt god duktilitet och formbarhet. BCT-strukturen kan betraktas som en deformation av BCC-strukturen där enhetscellen är utdragen i en riktning, och förekommer exempelvis i martensitiska faser i stål.

Utöver de metalliska kristallstrukturerna förekommer även sekundära faser i form av karbider i legeringar, särskilt i järnbaserade material. Karbider är föreningar mellan kol och metallatomer och bildas ofta vid stelning eller värmebehandling. Vanliga exempel är $M_{23}C_6$ och M_7C_3 , där M representerar metallatomer såsom krom eller järn. $M_{23}C_6$ har en FCC-kristallstruktur medan M_7C_3 har en mer komplex ortorombisk eller hexagonal kristallstruktur. Karbider karakteriseras av hög hårdhet, vilket har en stor betydelse för materialets slitstyrka och sprödhet [5].



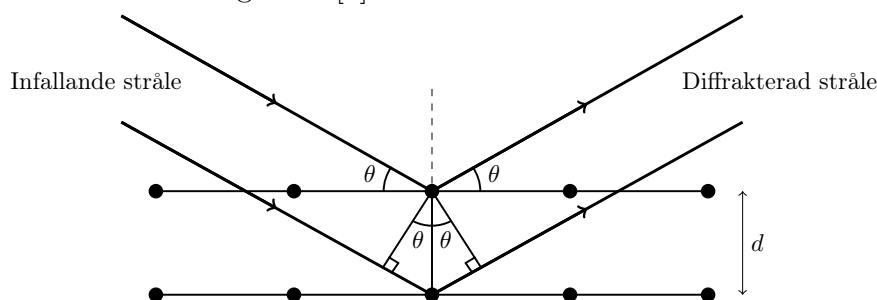
Figur 2.2: Visualisering av vanliga kristallstrukturer i metaller och legeringar. I (a) visas BCC-struktur, (b) BCT-struktur, (c) FCC-struktur och (d) ett exempel på en ortorombisk struktur.

2.2.2 Braggs lag

Braggs lag beskriver villkoret för konstruktiv interferens vid röntgendiffraktion i kristaller. Bragg modellerade diffraktionen som spegelreflektion mot parallella kristallplan separerade med avståndet d . Konstruktiv interferens uppstår när våglängdsskillnaden mellan strålar som reflekteras från intilliggande plan är en heltalsmultipel av våglängden λ , se figur 2.3. Detta ger Braggvillkoret

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad (2.1)$$

där n är ett heltal och θ är infallsvinkeln mot kristallplanet. När detta villkor är uppfyllt förstärks den diffrakterade intensiteten kraftigt, eftersom många parallella plan bidrar koherent till signalen [6].



Figur 2.3: Illustration av Braggs lag för röntgendiffraktion i en kristall med planavstånd d och infallsvinkel θ .

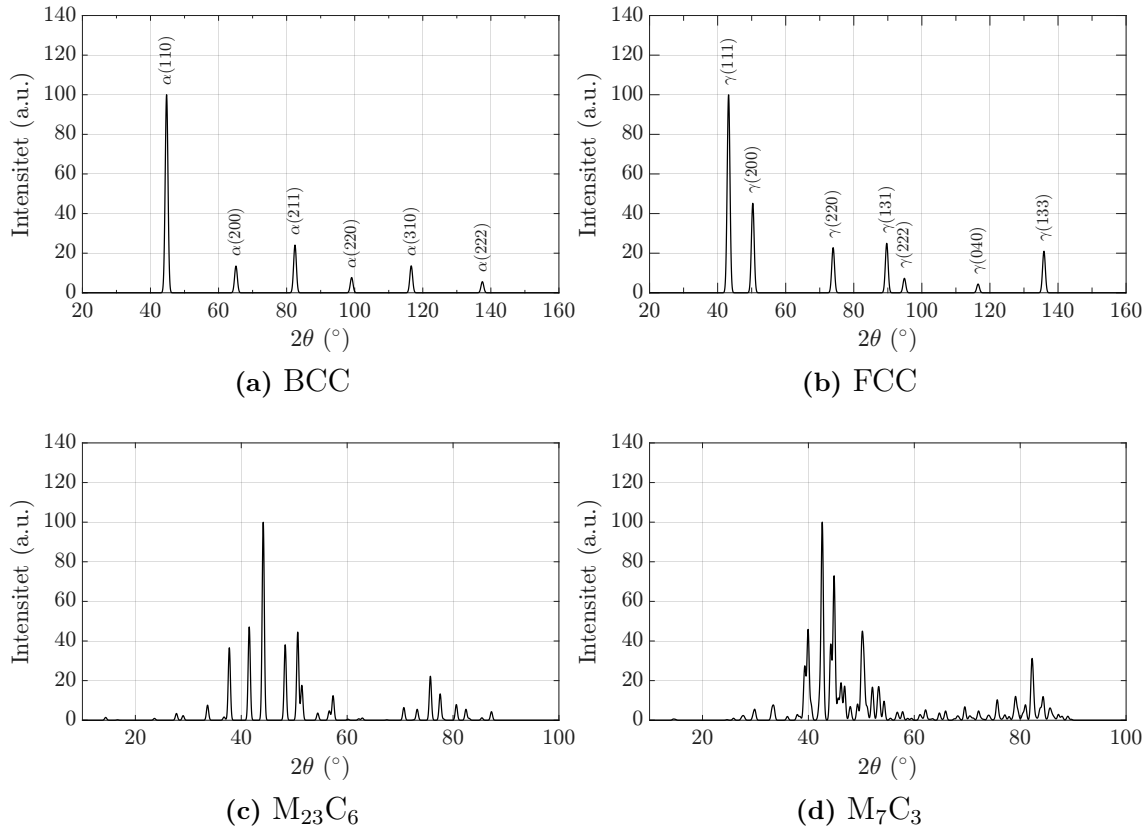
Strukturfaktorn S_{hkl} beskriver hur atomerna i enhetscellen bidrar till diffraktionen och ges av

$$S_{hkl} = \sum_{j=1}^N f_j e^{-2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)}, \quad (2.2)$$

där summan går över alla atomer i enhetscellen, f_j är atomens spridningsfaktor och (x_j, y_j, z_j) dess position. Indexen h , k och l utgör de så kallade Millerindexen och beskriver orienteringen av de kristallplan som ger upphov till diffraktionen.

Strukturfaktorn bestämmer intensiteten hos en diffrakterad stråle, där intensiteten är proportionell mot $|S_{hkl}|^2$. För vissa (hkl) blir strukturfaktorn noll, vilket ger

systematiska utsläckningar beroende på kristallens symmetri. För BCC uppstår diffraction endast då $h + k + l$ är jämn, medan FCC kräver att h , k och l alla är jämna eller alla udda enligt ekvation (2.2). Dessa urvalsregler förklarar diffractionstopparna i figur 2.4.



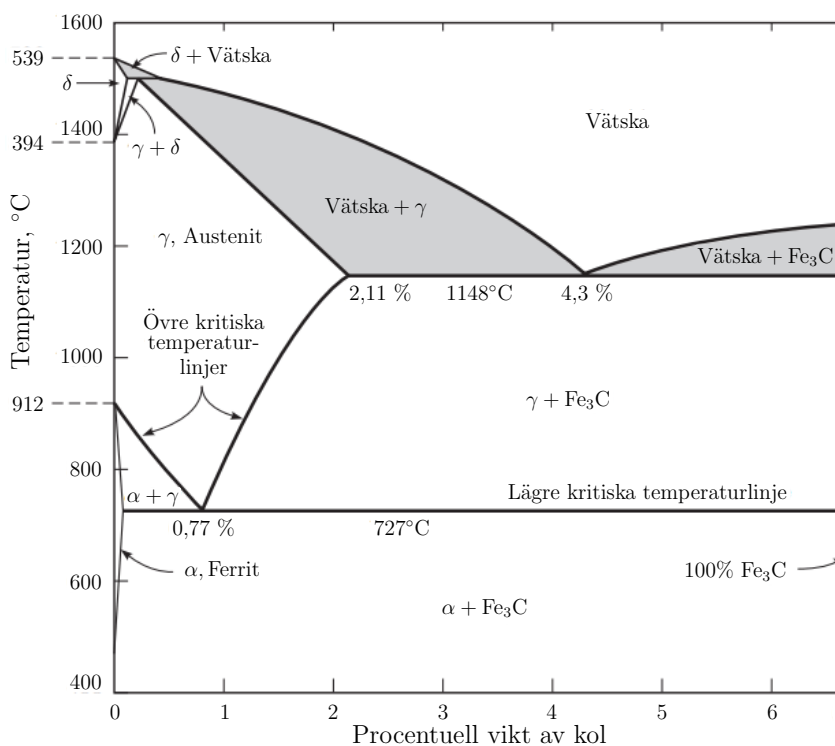
Figur 2.4: XRD-diffraktionsmönstret som uppstår när olika kristallstrukturer bestrålas av en Cu K_α -källa. I (a) visas diffraktionsmönstret för en BCC-struktur, medan (b) visar motsvarande mönster för en FCC-struktur. Dessutom visas diffraktionsmönstret för vanliga karbider som kan förekomma i stål, se (c) och (d). Figuren visar intensiteten som funktion av diffraktionsvinkeln 2θ och illustrerar de tillåtna diffraktionstopparna enligt respektive kristallstrukturursvalsregler [7].

2.3 Rostfria stål

När en viss mängd kol (mellan 0,02 % och 2,1 %) blandas in i järn och bildar stål förbättras dess mekaniska egenskaper avsevärt. Dessa egenskaper kan också fritt justeras genom att tillsätta ytterligare metaller och andra ämnen. En vanlig sådan stålsort är rostfritt stål som karakteriseras av en kromhalt över 10,5 %. Detta skapar ett självläkande lager av oxider på stålet vilket skyddar det från korrosion [8].

De tre typerna av rostfritt stål som används mest idag är austenitiska, ferritiska och martensitiska stål. De olika grupperna karakteriseras av vilken fas som är stabil vid rumstemperatur [8]. Den austenitiska fasen har en FCC-struktur och betecknas med γ , ferritiska fasen har BCC-struktur och betecknas med α och den martensitiska fasen har BCT-struktur och betecknas med α' . Beroende på hur mycket kol stålet innehåller ändras temperaturerna då de olika faserna är stabila. Detta beror

på att de olika kristallstrukturerna töjs olika mycket av att ha kolatomer i sig, en ansträngning som också är temperaturberoende. I ferrit får det till exempel bara plats 0,02 w% kol vid 723 °C, vilket bara minskar då temperaturen sänks. De resterande kolatomerna kan tillsammans med järnatomer bilda fasen cementit, Fe_3C . Vilken fas som är stabil för olika temperaturer och kolhalter kan visualiseras i ett så kallat fasdiagram, se figur 2.5.



Figur 2.5: Järn–kol-fasdiagram som visar stabila faser och fasområden som funktion av temperatur och kolhalt (w% C). Diagrammet illustrerar förekomsten av ferrit (α), austenit (γ), cementit (Fe_3C). Viktiga kritiska temperaturer och sammansättningar, inklusive den eutektiska punkten vid 4,3 w% C och 1148 °C samt den eutektioida punkten vid 0,77 w% C och 727 °C, har markerats [9].

När temperaturen sänks från ett område i fasdiagrammet där austenit är stabilt bildas det en blandning av ferrit och cementit. Hur denna blandning ser ut beror på kolhalten hos stålet. Om kolhalten är 0,8 w% C bildas ferrit och cementit samtidigt och skapar alternerande lager. Detta kallas perlit och kan delas in i två grupper, fin och grov perlit. Fin perlit är starkare och hårdare men kräver högre temperatur och snabbare nedkylning för att bildas. Grov perlit bildas vid långsammare nedkylning och är mjukt och duktilt, vilket gör det användbart vid omformning av stålet. Om kolhalten är under 0,8 w% transformeras först en del av austeniten till ferrit varefter resterande austenit blir till perlit efter vidare temperatursänkning. För kolhalter över 0,8 w% bildas först cementit innan resterande austenit blir till perlit [10].

För att skapa austenit som är stabil vid rumstemperatur krävs det att minst 16 w% krom och 6 w% nickel tillsätts, vilket sänker omvandlingstemperaturen då stålet i vanliga fall hade övergått till perlit. Detta beror på att utan nickel hade den fria energin varit lägre för perlit vid rumstemperatur, vilket hade gjort det till den stabila fasen [8]. För att visualisera villkoren för olika fasomvandlingar används ofta ett så

kallat kontinuerligt kylomvandlingsdiagram (CCT-diagram). CCT-diagrammet för stål presenteras i avsnitt 2.3.1. Austenitiska stål kännetecknas oftast av en mycket hög duktilitet och seghet [10]. Ytterligare ämnen så som molybden och titan kan även adderas för att vidare förbättra stålets mekaniska egenskaper och korrosions-resistens [8].

Ferritiska stål kräver väldigt lite eller ingen nickel för att vara stabila vid rumstemperatur. De kännetecknas av en bra duktilitet men lägre seghet än austenit. Övergången mellan austenit och ferrit sker genom så kallad diffusion, rörelsen av atomer inuti materialet. Fasdiagrammet ovan antar att atomerna har oändligt med tid att röra sig för att skapa den mest stabila fasen. Eftersom detta aldrig är fallet i verkligheten leder detta till bildandet av metastabila strukturer såsom martensit [10].

Mikrostrukturen hos polykristallina material som stål är oftast små korn bestående av små kristalliter med gemensam orientering. Dessa korn skiljs åt av korngränser som kan innehålla karbider, föreningar av kol och metaller. De karbider som utgör korngränserna kallas de primära karbiderna och bildar ett uniformt nätverk genom metallen. Genom värmebehandling kan kolatomer reagera med metallatomer för att bilda små cirkelformade karbider inuti kornen [11]. Dessa kallas sekundära karbider och bildas främst genom anlöpning som diskuteras i kapitel 2.3.2. När och hur kornen bildas beror på tillverkningsprocessen men gemensamt är att kristalliter börjar växa när metallen kyls. Hur kornen bildas i MBJ-tillverkat stål kommer diskuteras närmare i kapitel 2.4.1.

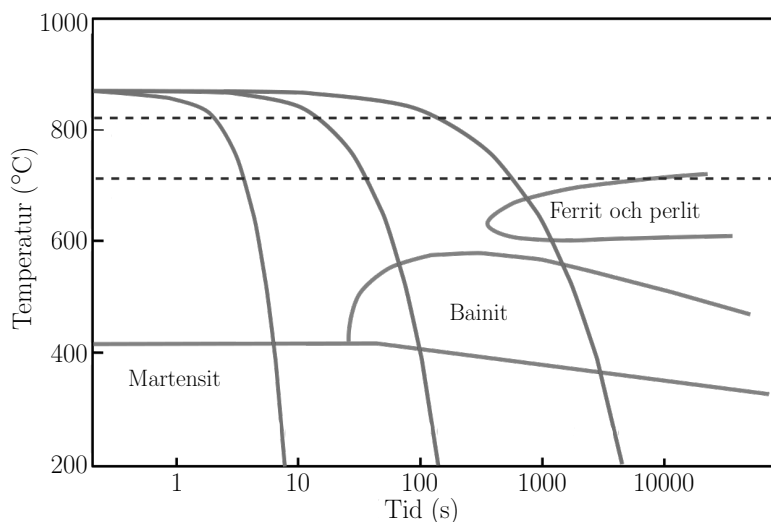
2.3.1 Rostfria martensitiska stål

Martensit är en metastruktur, vilket innebär att det inte är en stabil fas men kvarstår på grund av atomernas brist på rörelse. Martensit bildas när austeniten kyls så snabbt att kolatomerna i stålet inte hinner röra sig ut från FCC-strukturen för att skapa cementit. Den här processen kallas härdning. Detta gör att järnatomerna inte lyckas bilda en ferritisk BCC-struktur och i stället skapar ett BCT-gitter, en övergång som är diffusionslös för stål. På grund av detta sker övergången nästan omedelbart när stålet når starttemperaturen för martensitbildning (M_s). Beroende på kolhalten kan mikrostrukturen se ut som smala lattor (lattmartensit) eller större plattor (plattmartensit).

Eftersom temperaturminskningen måste vara tillräckligt snabb för att martensit ska bildas ritas ofta ett CCT-diagram som beskriver vilka faser som bildas om stålet kyls med en konstant temperaturändring. Figur 2.6 är ett exempel på ett sådant diagram. Det avläses genom att följa den kurva som representerar den sökta temperaturändringen (kylhastigheten). När kurvan passerar genom ett område bildar en del av austeniten den fasen. För de kurvor som går igenom alla fyra områden kan alltså en blandning av ferrit, perlit, bainit och martensit bildas, men om kylningen är tillräckligt långsam bildas bara den första fasen. Om syftet är att få ett stål som till stor del består av martensit är sådana temperaturändringar inte att föredra, eftersom det endast är den resterande austeniten som transformeras och när kurvan når martensitområdet finns det inte mycket sådan kvar. För metallen som diagrammet är baserat på behöver stålet därför kylas med minst 14 °C/s för

att få ren martensit [10].

Eftersom det inte alltid är möjligt att kyla austeniten tillräckligt snabbt kan så kallade austenitstabilisatorer tillsättas, till exempel mangan eller molybden. Detta gör att ferrit-, perlit- och bainitområdena flyttas till höger i diagrammet och det går då att få martensitomvandling med en lägre kylhastighet. Ytterligare ämnen kan adderas för att vidare förändra stålets egenskaper, till exempel nickel för att öka styrkan och minska sprödheten eller kisel för att öka korrosionsresistansen [10].



Figur 2.6: CCT-diagram för stål som visar fasomvandlingar från austenit vid kontinuerlig avkyllning. Områden för bildning av ferrit, perlit, bainit och martensit framgår som funktion av temperatur och tid. Kurvorna representerar start och slut för respektive omvandling vid olika kylningshastigheter [12].

2.3.2 Värmebehandling

Kolatomerna i martensiten som låser dislokationerna vid transformationen ökar hårdheten i martensiten, som samtidigt blir spröd. Då detta inte är optimalt för komponenter som ska ha lång livslängd används olika former av värmebehandling för att ändra stålets egenskaper.

En behandling som nästan alltid görs på härdat stål är anlöpning. Detta innebär att stålet värms till runt 200–600 °C och hålls där i en viss tid, normalt några timmar, innan det långsamt kyls ner. Temperaturen är inte tillräcklig för att bilda austenit men tillåter kolatomerna att diffundera till vakanser, dislokationer och andra platser i materialet. Då kolatomerna diffunderar, minskas en av axlarna i BCT-strukturen och en BCC-struktur erhålls i stället. Beroende på tid och temperatur bildas olika sekundära karbider så som ϵ , η , och θ (cementit) som i sin tur ger stålet olika egenskaper. I princip kan martensiten betraktas som ferrit med hög kolhalt som samexisterar med olika utskiljningar som har en relativ hög hårdhet och god seghet (mindre sprött) [10]. Hur förhållandet mellan dessa egenskaper ser ut kan justeras genom att ändra temperaturen och tiden som stålet värms. En låg temperatur under kort tid gör att hårdheten från härdningen bevaras och att segheten inte ökas nämnvärt. Om temperaturen höjs och tiden ökas blir stålet segare men också mjukare [13].

En annan behandling som ibland används är glödning, där stålet värms upp till den austenitiska regionen och sedan långsamt kyls ner. Detta gör att kolatomerna har tillräckligt med tid att arrangera sig i en BCC-struktur och bilda grov perlit. Glödning görs oftast innan vidare bearbetning av stålet eftersom den nya mikrostrukturen gör det mjukt och duktilt.

Normalisering liknar glödning men innebär en större temperaturökning och en snabbare nedkyllning, oftast i luft. Detta låter kornen omformas till fin perlit, en BCC-struktur utan inre spänningar, vilket gör stålet mer duktilt. På grund av den högre temperaturen och snabbare kylningen blir det normaliserade stålet mindre duktilt, men inte lika mjukt som stålet som genomgått glödning [14]. För marten-sitiska stål är normalisering ofta ett föredrag över glödning på grund av den lägre minskningen i hårdhet [15].

2.4 Additiv tillverkning

De flesta tillverkningsprocesser kan delas in i två huvudsakliga grupper: subtraktiva och additiva metoder. Subtraktiva metoder innebär att material bearbetas bort stegvis tills den önskade formen har uppnåtts. Dessa metoder har använts under en lång tid och har därför hunnit utvecklas och etableras som standard inom industrin. Exempel på subtraktiva processer är svarvning, fräsning och borrar.

Additiv tillverkning innebär i stället att den önskade geometrin byggs upp lager för lager, det vill säga att material "adderas" tills komponenten är färdig. Metoden används i kombination med 3D-modelleringsprogram samt slicer-program, som är en typ av mjukvara där modellen delas upp i skikt och omvandlas till styrkod som beskriver hur maskinen ska röra sig under tillverkningen. Detta tankesätt har funnits i teoretisk form sedan 1902, men praktiska maskiner och material som möjliggjorde additiv tillverkning började först utvecklas omkring 1987 [16].

Även om additiv tillverkning är ett relativt nytt tillverkningskoncept, har utvecklingen gått snabbt och dess fördelar har visat sig tydligt. En viktig fördel är materialbesparingen som orsakas av att endast den mängd material som krävs för den färdiga komponenten används. Lite eller ingen efterbearbetning behövs, vilket innebär att spill och därmed även behovet av återvinning eller avfallshantering minimeras. Dessutom möjliggörs komplexa geometrier utan behov av avancerade och kostsamma verktyg. Dessa egenskaper gör tekniken särskilt lämpad för prototyp-tillverkning och har bidragit till snabbare produktutvecklingsprocesser.

Den del av branschen som hittills utvecklats snabbast är additiv tillverkning med polymera material. Utöver polymerer har även flera metoder för additiv tillverkning av metaller utvecklats. Förutom MBJ finns det exempelvis pulverbäddsfusion (PBF) och riktad energideposition (DED).

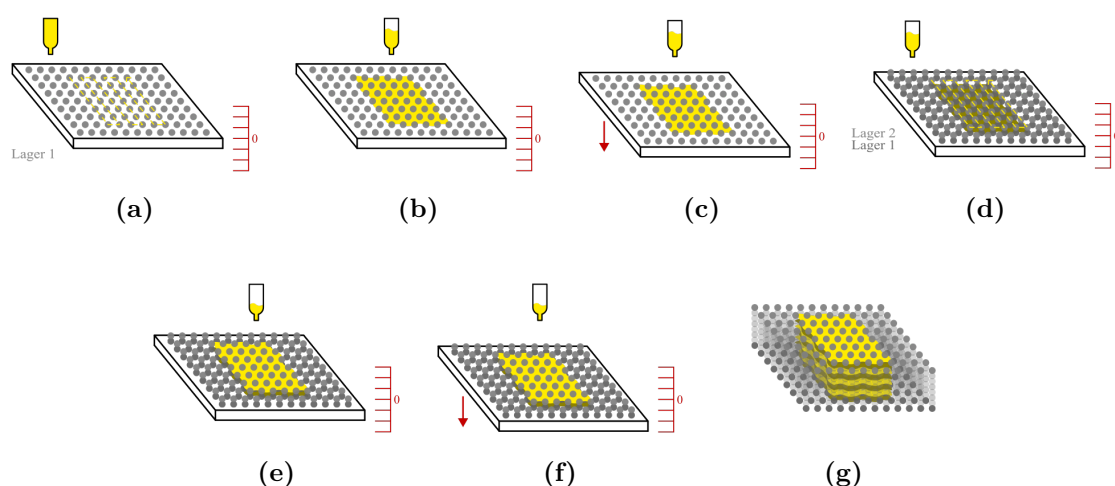
2.4.1 Metal Binder Jetting (MBJ)

Grundprincipen bakom MBJ är att ett metallpulver selektivt sammanfogas med hjälp av ett flytande bindemedel för att skapa en önskad geometri. Bindemedlet appliceras lokalt och fungerar som en temporär sammanhållande struktur mellan metallpartiklarna, både inom ett skikt och mellan efterföljande skikt. Tekniken kan användas för olika material, såsom sand, metaller och polymerer, men processtegen skiljer sig avsevärt. Polymerkomponenter kan i vissa fall användas direkt efter utskrift, medan metallkomponenter kräver flera efterföljande termiska behandlingar innan de uppnår slutgiltig densitet och mekaniska egenskaper. I detta arbete ligger fokus på metallbaserad binder jetting. Processen har vissa likheter med PBF, då båda teknikerna bygger på en pulverbädd. Den avgörande skillnaden är dock att MBJ inte använder en högenergikälla för att smälta eller sintra pulvret under byggprocessen. I stället tillförs energin indirekt genom efterföljande termiska behandlingar i ugn. Nedan följer en detaljerad beskrivning av processen, från pulver till produkt.

2.4.1.1 Utskriftscykeln

Processen inleds med att byggplattformen täcks av ett tunt lager metallpulver. Ett skrivhuvud rör sig sedan över ytan enligt en förprogrammerad bana och deponerar bindemedel selektivt där komponentens tvärsnitt ska bildas.

När ett skikt är färdigställt sänks byggplattformen ned en lagertjocklek, vartefter ett nytt pulveralager appliceras. Denna sekvens upprepas tills samtliga skikt har byggts upp och den tredimensionella strukturen är färdig. Resultatet är ett pulverblock bestående av två distinkta regioner: obundet löst pulver och bundet pulver som utgör komponenten. Den bundna strukturen inuti pulverbädden benämns grönkropp. Grönkroppen har låg mekanisk hållfasthet och kräver därför vidare behandling innan den kan hanteras. Ovanstående steg illustreras i figur 2.7 för att ge en tydligare bild av processen.



Figur 2.7: Visualisering av utskriftscykeln där (a)–(c) respektive (d)–(f) visar utskrivningen av det första respektive det andra skiktet. Sedan visar (g) slutresultatet efter utskriftsprocessen. I figuren motsvarar gult bindemedlet och grått pulverpartiklarna.

2.4.1.2 Torkning

Torkningens syfte är att stabilisera grönkroppen genom att stelna eller delvis polymerisera bindemedlet. Processen sker vid relativt låga temperaturer, vanligtvis i intervallet 150–250°C beroende på bindemedlets kemiska sammansättning.

Temperaturen hålls under metallpulvrets sintringstemperatur för att undvika oavsiktlig partikelbindning. För bindningsmedlet innebär uppvärmningen att polymerisation eller tvärbinding sker, vilket ökar den mekaniska stabiliteten hos grönkroppen genom bildning av mer robusta polymernätverk. En kontrollerad uppvärmning är avgörande eftersom en alltför snabb temperaturökning kan orsaka inre tryckuppbyggnad, sprickbildning eller deformation. Processparametrar, såsom uppvärmningshastighet och hålltider, måste därför optimeras för att bevara dimensionsprecisionen.

Atmosfären i ugnen har också stor betydelse. Den kan bestå av luft, inert gas (t.ex. kväve eller argon) eller vakuum beroende på material och bindemedel. Luft kan vara tillräcklig för vissa material men medför risk för oxidation av metallpulvret, vilket kan påverka efterföljande sintring negativt. För reaktiva material, såsom titanlegeringar, används ofta inert atmosfär för att minimera oönskade kemiska reaktioner. Vakuum kan tillämpas när hög kemisk renhet krävs och för att ytterligare reducera oxidationsrisk [17].

2.4.1.3 Avpulvring

Avpulvring innebär att det lösa pulvret som omger den härdade grönkroppen avlägsnas. Detta utförs vanligtvis med tryckluft, vibration eller andra mekaniska metoder. Den avpulvrade komponenten benämns brunkropp.

Det avlägsnade pulvret kan i många fall återanvändas i efterföljande byggprocesser. Upprepad återanvändning kan dock påverka pulvregenskaper såsom partikelstorleksfördelning, flytbarhet och oxidationsgrad. För att säkerställa stabil processkvalitet blandas därför ofta återvunnet pulver med en viss andel nytt pulver och siktas därefter om [18].

2.4.1.4 Avbränning och sintring

Avbränning och sintring är delsteg som vanligtvis genomförs sekventiellt i samma ugnsystem under en längre termisk cykel. Innan sintringen kan påbörjas måste bindemedlet avlägsnas från strukturen för att minimera restföreningar och möjliggöra effektiv kontakt mellan metallkornen.

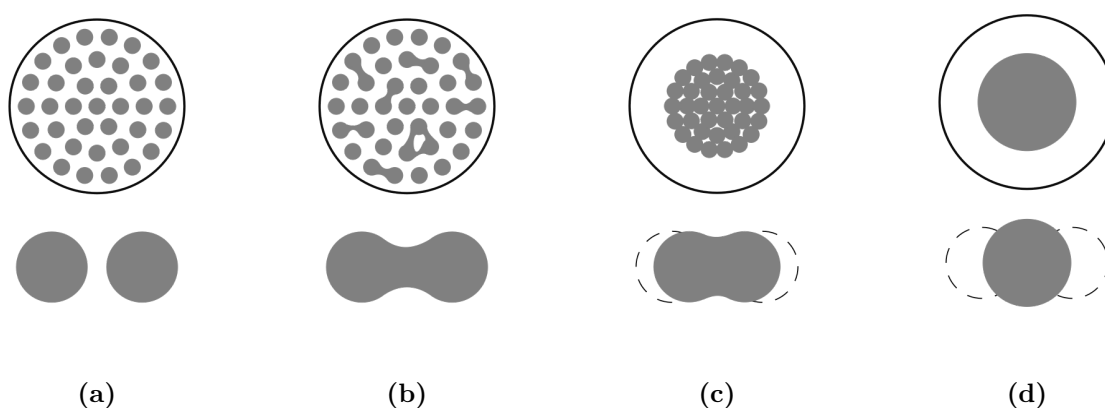
Avbränning kan ske genom förångning eller kemisk nedbrytning beroende på bindemedlets sammansättning. Vid termisk förångning bryts bindemedlet ned och övergår till gasfas vid förhöjda temperaturer, vanligtvis inom intervallet 200–500 °C. Uppvärmningen måste ske kontrollerat för att undvika att bindemedlet avlägsnas för snabbt, vilket kan leda till inre tryckuppbyggnad, sprickbildning eller deformation av brunkroppen. Processen sker i en ugn med kontrollerad atmosfär och ofta med ett kontinuerligt gasflöde som transporterar bort de förångade nedbrytningsprodukterna. Atmosfären i ugnen är vanligen inert för att minimera oxidation av

metallpulvret. Vid kemisk nedbrytning reagerar bindemedlet med den omgivande gasen och omvandlas till mindre molekyler som därefter kan avlägsnas genom diffusion och gastransport [19].

Transporten av nedbrytningsprodukterna inom komponenten sker genom ett sammanhängande por nätverk i strukturen. Om nätverket inte är tillräckligt öppet kan gaser kapslas in, vilket kan orsaka defekter i slutliga produkten. När bindemedlet har avlägsnats, återstår en porös metallstruktur med begränsad mekanisk hållfasthet som är redo för sintring.

Sintring är en termisk process där metallpulvret upphettas till en temperatur under dess smältpunkt, varvid atomär diffusion leder till partikelbindning och densifiering utan att materialet övergår till flytande fas. När temperaturen ökar stiger atomernas vibrationsenergi, vilket möjliggör diffusion längs ytor, korngränser och genom brunkroppens volym. Systemet strävar mot att minska sin fria energi genom att reducera den totala ytenergin, vilket driver sammanväxning mellan partiklar.

Sintringsprocessen delas vanligtvis in i tre stadier: halsbildning, densifiering och kornsammanväxning. Under det första stadiet bildas små sammanfogade områden mellan angränsande partiklar genom ytdiffusion och korngränsdiffusion. De områdena fungerar i detta sammanhang som en materialbrygga mellan två pulverpartiklar och möjliggör materialtransport mellan dem. Detta utgör det första steget i sammanväxningen av de ursprungligen separata partiklarna. I detta stadium är densitetsökningen begränsad och krympningen relativt liten. Det andra stadiet kännetecknas av att de sammanfogade områdena tilltar och att porerna krymper, vilket leder till en betydande volymminskning (cirka 20 %) och en ökning av materialets densitet. Det tredje och sista stadiet karakteriseras av slutlig densifiering och kornsammanväxning. Porerna isoleras och krymper ytterligare samtidigt som korntillväxt sker, vilket innebär att större korn växer på bekostnad av mindre korn [19]. Dessa stadier visualiseras i figur 2.8.



Figur 2.8: (a) representerar brunkroppens struktur innan avbränning och sintring. (b) visar första stadiet av sintringsprocessen då sammanbindande områden bildas mellan pulverpartiklarna. (c) visar andra stadiet av sintringsprocessen då en kraftig volymminskning sker. (d) visar det sista stadiet av sintringsprocessen då slutlig densifiering samt korntillväxt sker.

För ställegeringar sker sintring typiskt vid temperaturer omkring 1120–1538 °C,

beroende på legeringssammansättning. Det är viktigt att kontrollera hålltiden vid maximal temperatur eftersom omfattande korntillväxt kan ske om komponenten exponeras för höga temperaturer under för lång tid. Större kornstorlek leder generellt till minskad hållfasthet och sträckgräns, vilket innebär att balansen mellan densitet och kornstorlek är väsentlig för att få en slutlig produkt med de önskade egenskaperna [20].

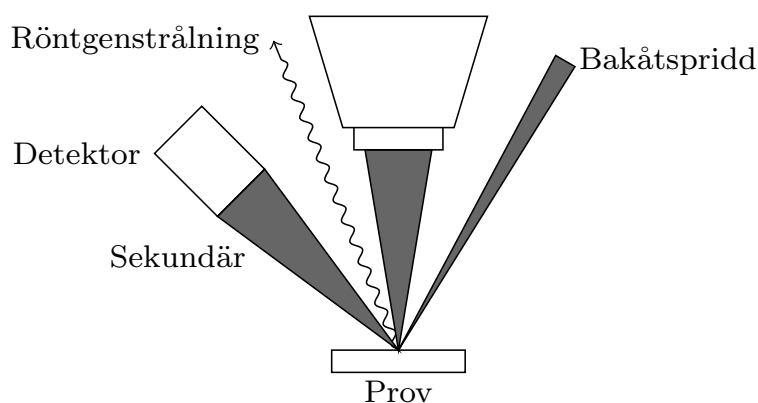
2.5 Metoder för mikrostrukturell karakterisering

För att på djupet karakterisera mikrostrukturen hos metalliska material tillverkade med MBJ används SEM i kombination med EDS samt XRD. Dessa tekniker möjliggör analys av den kemiska sammansättningen och kristallografi, vilket är avgörande för att förstå sambandet mellan additiv tillverkning, värmebehandling och mekaniska egenskaper hos kullagermaterial.

2.5.1 Svepelektronmikroskopi (SEM)

SEM används för mikrostrukturell karakterisering av metalliska material och i detta arbete för analys av yt- och tvärsnittsmikrostruktur hos material tillverkade med MBJ. Metoden kombinerar hög upplösning och stort skärpedjup, vilket möjliggör analys av exempelvis porositet, partikelbindning, kornstruktur och defekter efter sintring och värmebehandling.

Principen för SEM, enligt figur 2.9, bygger på att en fokuserad elektronstråle sveps över provytan. När elektronerna interagerar med materialet genereras främst sekundär- och bakåtspridda elektroner, vilka detekteras för att skapa en bild av mikrostrukturen. Undersökningen sker under vakuum och kräver att provet är elektriskt ledande [21]. Sekundärelektroner används främst för att analysera ytans topografi och morfologi, medan bakåtspridda elektroner ger kontrast baserad på kemisk sammansättning och används för att identifiera faser och inhomogeniteter [21].



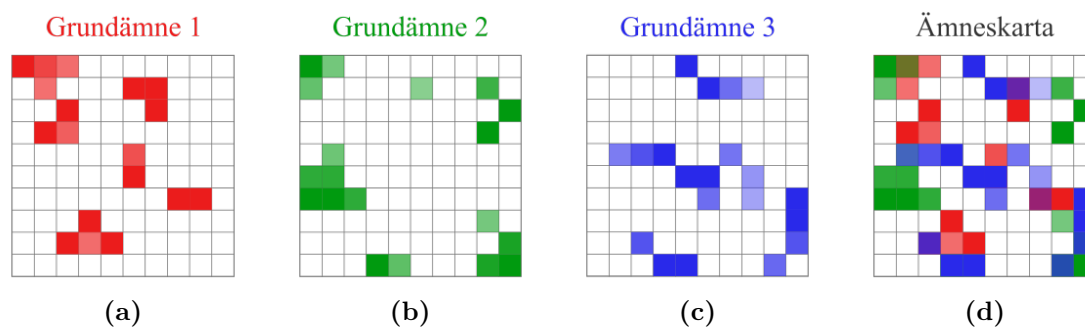
Figur 2.9: Schematisk illustration av principen för SEM. En fokuserad elektronstråle träffar provytan och genererar olika signaler. Primära elektroner träffar provet, vilket ger upphov till sekundärelektroner och bakåtspridda elektroner som detekteras för att skapa mikrostrukturbilder med information om topografi och materialkontrast. Dessutom skapas karakteristisk röntgenstrålning från interaktionen mellan elektroner och materia.

2.5.2 Energidispersiv röntgenspektroskopi (EDS)

EDS är en analysmetod som används för att bestämma den kemiska sammansättningen i ett material. Analysen kräver en EDS-detektor som integreras i ett SEM då metoden baseras på röntgenstrålningen som genereras när atomer i provet exciteras med en elektronstråle.

När en elektronstråle träffar provet kan elektroner i atomernas innerskal slås ut, vilket ger upphov till en vakans. Denna vakans fylls av en elektron från ett yttre skal med högre energinivå. I samband med denna övergång emitteras en röntgenstrålning vars energi motsvarar skillnaden mellan de två elektronskalen och deras respektive energinivåer. Denna skillnad är unik för varje grundämne och därför kan energin hos röntgenstrålningen användas för att identifiera provets sammansättning. Genom att mäta energin som emitteras med en EDS-detektor kan de grundämnen som finns i provet urskiljas. Signalens intensitet är dessutom relaterad till mängden av respektive grundämne, vilket möjliggör en uppskattning av deras relativa halter [22].

EDS-data kan visualiseras som en ämneskarta, där varje pixel motsvarar en mät-punkt på provets yta. För varje grundämne genereras en separat intensitetskarta där färgstyrkan i varje pixel representerar signalstyrkan och därmed mängden av det aktuella ämnet. Dessa kartor tilldelas olika färger och kombineras till en sammansatt bild, vilket ger en översikt av grundämnenas fördelning i provet. Detta illustreras i figur 2.10.



Figur 2.10: (a)–(c) representerar intensitetskartorna för grundämnena 1–3, erhållna från en mätning med en upplösning på 10x10 pixlar. Underfigur (d) visar den sammansatta ämneskartan.

2.5.3 Röntgendiffraktion (XRD)

XRD används i stor utsträckning för att analysera fasta materials kristallografiska struktur. Ett prov belyses med röntgenstrålning som sprids och registreras av en detektor. Strålningen genereras i ett röntgenrör där elektroner emitteras från en katod, accelereras av hög spänning och bromsas i en anod. Enligt Braggs lag, se ekvation (2.1), uppstår diffraktion när skillnaden i sträcka mellan två intilliggande kristallplan motsvarar ett helt antal våglängder. Detta leder till konstruktiv interferens och en intensitetstopp i detektorn. I praktiken är oftast endast första ordningens topp tillräckligt stark för att urskiljas, vilket gör att varje kristallplan ger upphov till en diskret topp. Genom att variera infallsvinkeln kan flera toppar detekteras och därmed information om materialets kristallstruktur erhållas.

3

Metod

Vid karakterisering av material används flera olika metoder, där vardera ger ny kunskap om materialets egenskaper. Att applicera dessa metoder på alla prover kan därmed ge en uppfattning av vad som skiljer dem åt, vilka för- och nackdelar de olika värmebehandlingarna har och vilka prover som är av intresse att fortsätta analysera.

3.1 Hårdhetsmätning

Ett materials hårdhet är direkt kopplat till vilken belastning den kan utsättas för och därmed potentiellt vilka applikationer ett material kan användas för. Material som är för hårda tenderar att också vara spröda medan för mjuka material inte kan motstå spänning. Hårdhetsmätningen på proverna genomfördes hos SKF med instrumentet Qness Q10 A+.

Mätningarna som genomfördes bestod av tio mätpunkter vardera. För varje prov utfördes först en *standardmätning* med målet att få en överblick av provernas genomsnittliga hårdhet. Den utfördes genom en horisontell, vertikal och diagonal mätserie med HV 1. Därefter genomfördes en *centermätning* där mätpunkterna placerades i mitten av korn med olika storlek, även denna med HV 1. För att få en överblick över korngränsernas struktur gjordes en *korngränsmätning* där två mätserier utfördes tvärs över och längs med korngränser. Enheten HK 0,1 användes eftersom den gav indenteringar som liknade korngränsernas tjocklek och påverkades mindre av den inhomogena hårdheten. Sist utfördes en *eutektisk mätning* där mätpunkter placerades i områden med mycket karbider då flera korngränser möttes, där användes HV 0,5 eftersom den gav en mindre indentering som fick plats i de samlade gränserna.

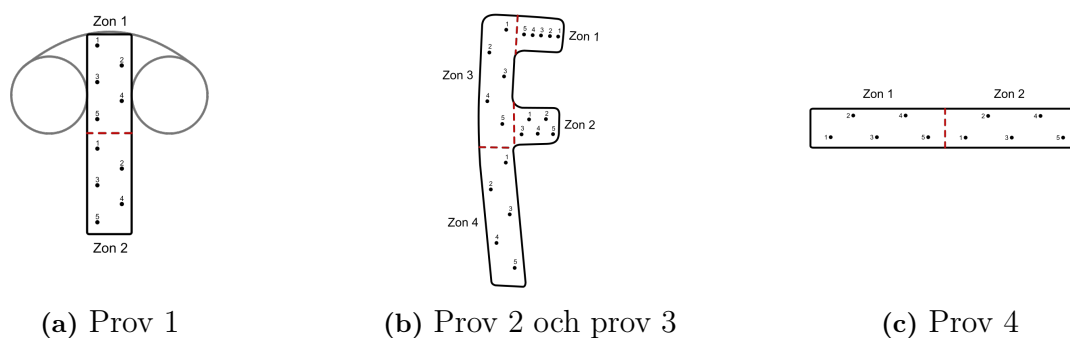
3.2 Ljusoptisk mikroskopi (LOM)

Ljusoptisk mikroskopi (LOM) var ett av de andra analysverktygen som används på SKF och utgörs i praktiken av ett ljusmikroskop. LOM användes inledningsvis och löpande under projektets gång för att skapa en översiktlig bild av de fyra proverna. Genom att analysera dessa kunde skillnader i utseende och mikrostrukturella drag identifieras och kopplas till deras mekaniska egenskaper, exempelvis variationer i hårdhet och karbidnätverk.

Inför varje mätning ställdes mikroskopet in på 10x- eller 20x-förstoring beroende på provets dimensioner och behovet av detaljupplösning. Filter, såsom A-filter, applicerades för att erhålla optimal visualisering. I mikroskopets mjukvara justerades därefter ljusparametrar, bland annat kontrast och intensitet för att generera tydliga och jämförbara bilder. Grundinställningen för ljus- och kontrastspredning var linjär

inställning. För varje prov togs två bilder, en med inlagd skala och en utan, vilket säkerställde både mätbarhet och rapportvänligt bildmaterial. Därefter utformades en mätstrategi för respektive prov anpassad efter provets geometri. Eftersom vissa prover är kvadratisk formade och andra har en F-liknande form, se figur 3.1, varierades mätpunkternas placering mellan proverna. Däremot valdes punkter alltid för att få så stor överblick som möjligt över hela provet. Vid behov kunde bildmaterialet efterbehandlas i kompletterande mjukvara för att ytterligare förbättra skärpa och tydlighet.

För att beräkna den genomsnittliga kornstorleken för varje prov användes LOM-bilderna enligt ASTM E112 med linjär interceptmetod. Två diagonala linjer drogs över varje mikrostruktur och deras längd mättes. Genom att dividera linjelängden med antalet korngränser som respektive linje korsade erhöles en genomsnittlig kornstorlek för den aktuella linjen. Därefter medelvärdesbildades resultaten från de två linjerna. Proceduren upprepades för fyra olika bilder från olika zoner av provet, varefter resultaten medelvärdesbildades ytterligare en gång. På så sätt erhöles en genomsnittlig kornstorlek för varje prov.



Figur 3.1: Illustration av provbitar analyserade med LOM. (a)–(c) visar prov 1, prov 2 och prov 3 samt prov 4, där respektive bild visar inlagda mätpunkter och karakteristiska mikrostrukturer för de olika proven.

3.3 Kemisk etsning

Efter de initiala hårdhetsmätningarna preparerades samtliga prover för kemisk etsning för att vidare utvärdera provernas mikrostruktur i LOM. Ytprepareringen inleddes med en noggrann polering för att uppnå en spegelblank yta. När en god ytfinhet hade uppnåtts applicerades etsningsmedlet Vilella som består av 100 ml etanol, 5 ml saltsyra och 1 g pirkinsyra [23]. Det kemiska etsmedlet fungerar genom att selektivt lösa upp områden med högre energi, såsom korngränser, varvid en topografisk kontrast uppstår. Genom denna process framkallades materialets inre struktur vilket möjliggjorde en mer detaljerad mikroskopisk utvärdering och efterföljande bildokumentation i LOM.

3.4 Röntgendiffraktion (XRD)

Mätningarna genomfördes vid Chalmers med en Bruker D8 DISCOVER röntgendiffraktometer. Inför varje mätning kalibrerades proverna baserat på dess form. Varje mätning utfördes under 10 minuter och omfattade 876 steg med en steglängd på $0,02^\circ$ samt en mättid på 0,6 s per steg. Vinkeln θ , se figur 2.3, varierades mellan 5° och $22,5^\circ$.

Den uppmätta XRD-datan, erhållen med molybdenstrålning ($\text{Mo } K_\alpha$), omvandlades till motsvarande data för kopparstrålning ($\text{Cu } K_\alpha$). Detta gjordes för att möjliggöra jämförelse med referensdata, vilka vanligtvis rapporteras för kopparstrålning. Omräkningen av diffraktionsvinklarna utfördes med hjälp av Braggs lag enligt ekvation (2.1), där samma gitteravstånd (d) antogs gälla. Genom att relatera vinklarna för de två olika våglängderna erhöles sambandet

$$\theta_{\text{Cu}} = \arcsin\left(\frac{\lambda_{\text{Mo}}}{\lambda_{\text{Cu}}} \sin \theta_{\text{Mo}}\right), \quad (3.1)$$

vilket användes för att transformera de uppmätta vinklarna till motsvarande värden för kopparstrålning.

3.4.1 Kristallitstorlek

För att uppskatta kristallitstorleken analyserades linjebreddningen hos diffraktionstopparna från XRD-mätningarna. Breddningen påverkas både av den finita kristallitstorleken och av mikrotöjning i kristallstrukturen. För att separera dessa bidrag användes Williamson–Hall-metoden enligt ekvation (3.2). Kristallitstorleken uppskattades även med hjälp av Scherrers ekvation, se ekvation (3.3).

Diffraktionstoppar identifierades och deras fulla bredd vid halva maximum (FWHM), β , bestämdes. Värdena korrigerades för instrumentell breddning och omvandlades från grader till radianer. Braggvinkeln θ erhöles från topparnas positioner.

Williamson–Hall-metoden baseras på sambandet

$$\beta \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} + 4\varepsilon \sin \theta, \quad (3.2)$$

där β är toppbredden, θ är Braggvinkeln, k är formfaktorn, λ är röntgenstrålningens våglängd, D är kristallitstorleken och ε representerar mikrotöjning.

En graf av $\beta \cos \theta$ som funktion av $4 \sin \theta$ konstruerades. Därefter utfördes en linjär anpassning, där lutningen motsvarar 4ε och skärningen av den vertikala axeln ges av $k\lambda/D$. Kristallitstorleken kunde därmed bestämmas genom att lösa ut D . Samtliga beräkningar och linjära anpassningar genomfördes i programvaran OriginLab.

För jämförelse uppskattades kristallitstorleken även med Scherrers ekvation,

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}. \quad (3.3)$$

3.5 Svepelektronmikroskopi (SEM)

SEM-mätningarna utfördes på SKF med ett svepelektronmikroskop inställt på spänningen 20 kV. För varje prov togs fyra bilder: två med 500x- och 2000x-förstoring med sekundärelektron-detektor, samt två vid motsvarande förstoringar med bakåtspridd elektron-detektor. För att generera bilder med tillräcklig kontrast och upplösning justerades relevanta instrumentparametrar, såsom accelerationsspänning, arbetsavstånd och detektorinställningar. Syftet med bildtagningen var att möjliggöra en jämförelse med motsvarande bilder från LOM samt att identifiera ytterligare mikrostrukturella detaljer som inte är synliga med optiska metoder. Den mjukvara som användes för datainsamling och analys var AZtec.

3.6 Energidispersiv röntgenspektroskopi (EDS)

Kemisk karakterisering av proverna genomfördes med hjälp av en EDS-modul på SKF, kopplad till ett svepelektronmikroskop. Analysen utfördes på två nivåer: en översiktlig analys samt en mer detaljerad lokal analys.

Den översiktliga analysen baserades på mätningar med 500x-förstoring för att generera en ämneskarta över ett större område, vilket möjliggjorde en övergripande bedömning av provets sammansättning. Den detaljerade analysen utgick från mätningar som utfördes med 2000x-förstoring och omfattade både linjemätningar och punktmätningar. Linjemätningar användes för att analysera variationer i elementfördelning längs definierade linjer, exempelvis över korngränser. Punktmätningar utfördes för att bestämma den lokala elementära sammansättningen i specifika zoner, såsom inuti korn, korngränser, upplösta korngränser samt karbider som befinner sig i korn. Grundämnen som var i fokus under denna analys var järn (Fe), krom (Cr), kol (C), mangan (Mn), kisel (Si), nickel (Ni) och vanadin (V). Mjukvaran som användes för datainsamling och analys var AZtec.

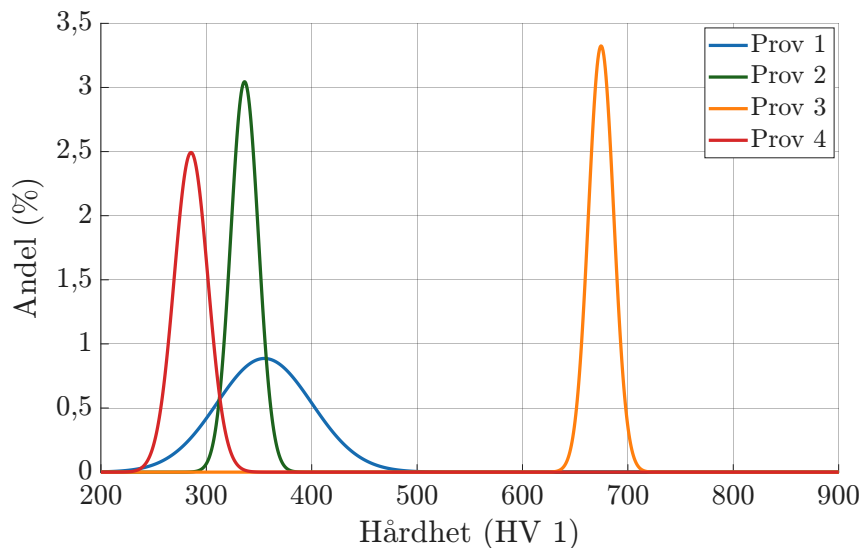
4

Resultat

I detta kapitel presenteras resultaten från de genomförda materialanalyserna. Proverna analyserades med avseende på hårdhet samt mikrostrukturella egenskaper med hjälp av LOM, XRD, SEM samt EDS. Begränsningar i tillgänglig tid och tillgång till mätutrustning påverkade omfattningen av de analyser som kunde genomföras. Trots detta bedöms resultaten från de fyra proverna vara tillräckliga för att möjliggöra en relevant jämförelse och för att uppfylla arbetets syfte.

4.1 Hårdhetsmätning

Resultaten från hårdhetsmätningarna presenteras i form av grafer, där mätdata för respektive prov visualiseras med normalfördelningskurvor. En standardmätning har genomförts, se figur 4.1, samt fyra riktade mätningar i specifika zoner inom varje prov, se appendix A.1. Resultaten visar att prov 3 uppvisar högst hårdhet, med ett medelvärde omkring 670 HV 1. Prov 1, prov 2 och prov 4 är betydligt mjukare, med medelvärden på cirka 360 HV 1, 340 HV 1 respektive 290 HV 1. För prov 1 är standardavvikelsen dessutom avsevärt större än för övriga prov. Samma övergripande mönster återfinns i de riktade mätningarna i korncentrum, vid korngränser och i eutektiska zoner. Ett undantag är att prov 2 uppvisar något högre hårdhet än prov 1 i korncentrum, vilket framgår av figur A.5 i appendix.

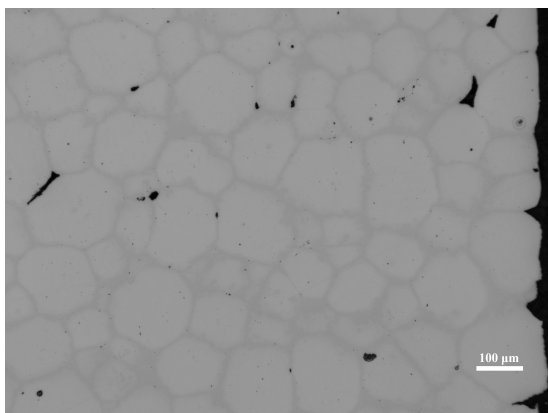


Figur 4.1: Normalfördelningskurvor anpassade till uppmätt hårdhet (HV 1) för fyra olika prover. Varje kurva baseras på 30 mätpunkter per prov, erhållna genom tre mätserier (horisontell, vertikal och diagonal) med tio mätpunkter vardera (dessa mätningar tillsammans kallas för standardmätning).

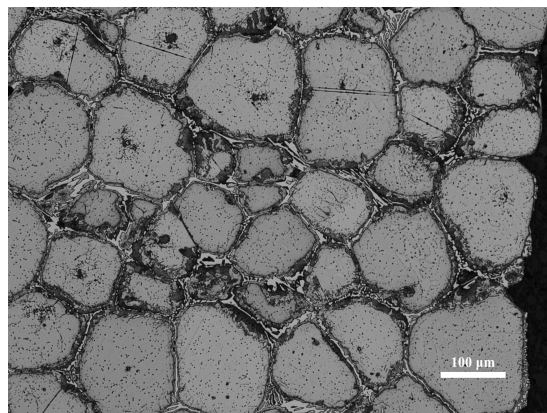
4.2 Ljusoptisk mikroskopi (LOM)

LOM-undersökningen resulterade i totalt 140 bilder. I detta kapitel presenteras fem utvalda bilder som bedömdes vara mest relevanta för analysen, se figur 4.2. Urvalet gjordes för att ge en representativ och jämförbar bild av mikrostrukturen i samtliga prover. För prov 1 inkluderas både en oetsad och en etsad bild, i syfte att illustrera skillnaden mellan det opåverkade utseendet och den framträdande kornstrukturen efter etsning. För prov 2–4 redovisas enbart etsade bilder, då dessa ger mer detaljerad information om korngränser och därmed är mer relevanta för kornstorleksanalysen. Vidare har bilder utan synliga hårdhetsintryck valts, för att undvika störningar i mikrostrukturen och säkerställa en mer tillförlitlig analys. Ett urval av ytterligare bilder återfinns i figur A.6 i appendix.

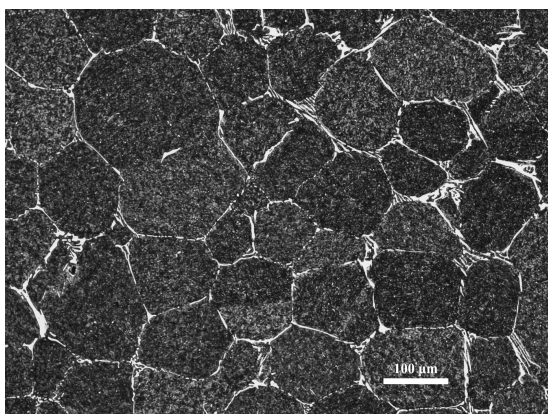
I figurerna 4.2a och 4.2e kan det urskiljas små svarta regioner, främst där flera korngränser möts. Dessa kan identifieras som porer som blivit kvar efter sintringsprocessen. I de etsade proverna kan man även se små prickar inuti kornen, dessa är de sekundära karbiderna. Det kan observeras att de flesta karbiderna ligger en bit ifrån korngränserna, detta är särskilt tydligt i figur 4.2e. I samma figur finns det även tecken på tvillingbildning, vilket innebär att ett kristallkorn utvecklar en region med spegelsymmetrisk kristallorientering i förhållande till moderkornet. Att vissa av bilderna är mörkare än andra beror på att inställningarna på mikroskopets inte hölls konstanta mellan proverna, vilket var nödvändigt eftersom proverna hade olika höjd.



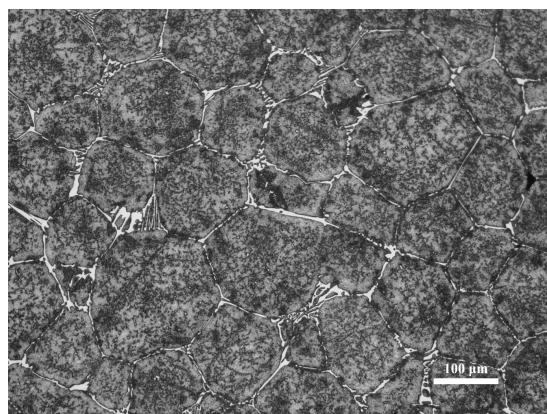
(a) Prov 1, oetsad



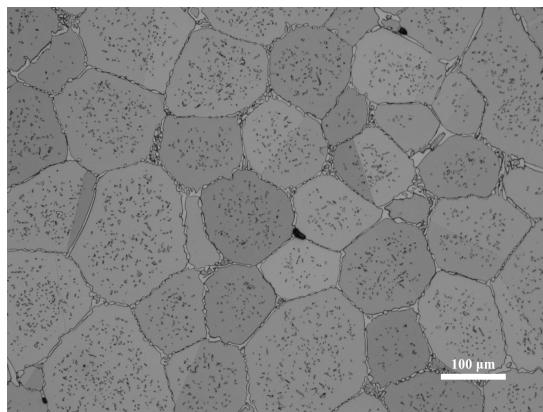
(b) Prov 1, etsad



(c) Prov 2, etsad



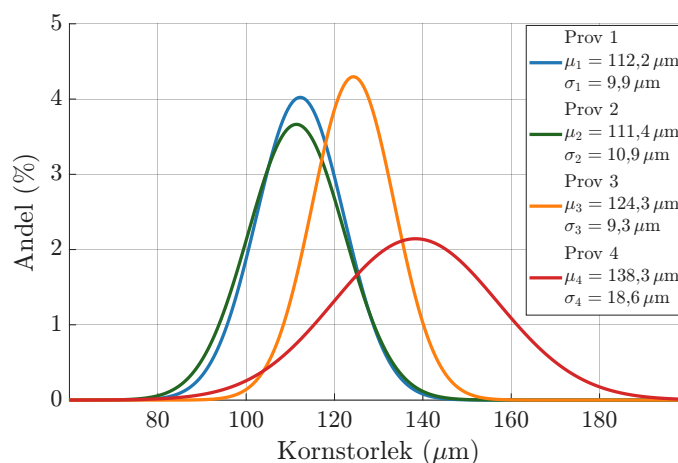
(d) Prov 3, etsad



(e) Prov 4, etsad

Figur 4.2: (a) och (b) representerar prov 1 i oetsad respektive etsad tillstånd. (c)–(e) representerar prov 2–4 i sina etsade tillstånd. Bilderna togs med 100x-förstoring.

Genom metoden som beskrevs i kapitel 3.2 beräknades de genomsnittliga kornstorlekarna för respektive prov, resultaten från detta redovisas i figur 4.3. Prov 1 och 2 påvisar liknande kornstorlekar, runt $112\ \mu\text{m}$, prov 3 har en kornstorlek runt $124\ \mu\text{m}$ och prov 4 har ännu större korn, $138\ \mu\text{m}$, dock med en större standardavvikelse.



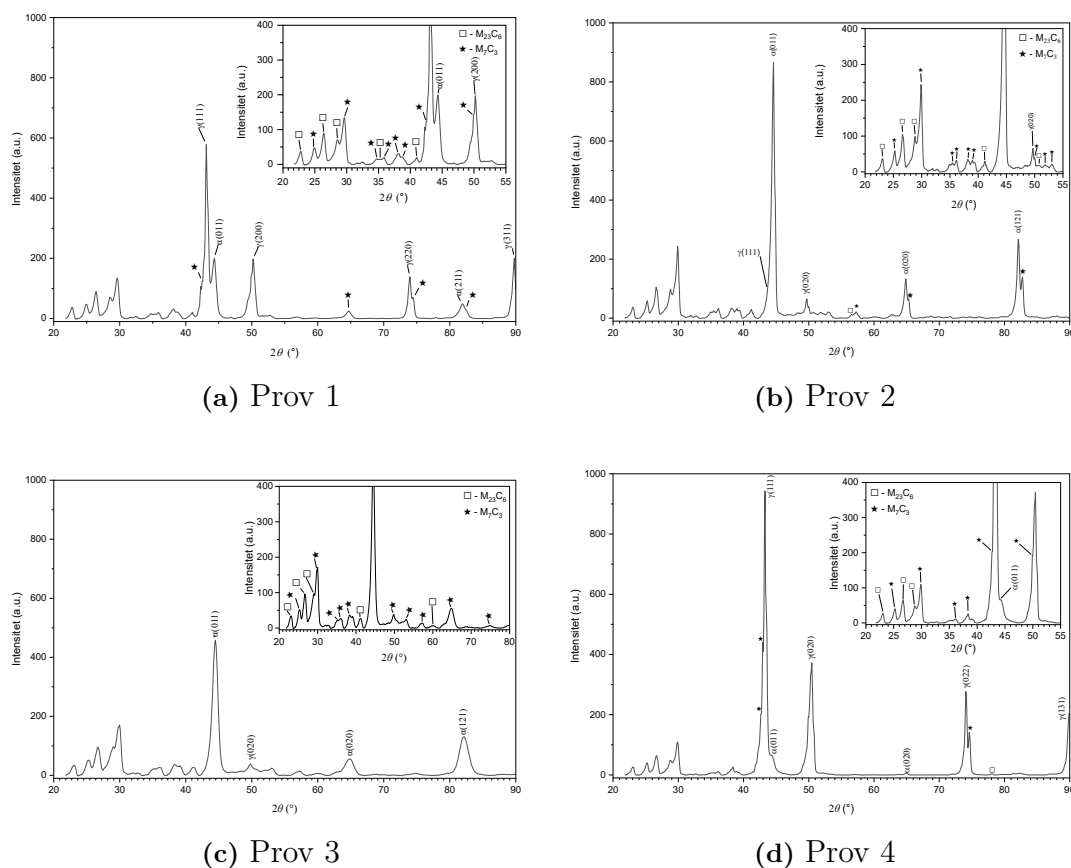
Figur 4.3: Normalfördelningskurvor anpassade till uppmätta kornstorlekar för de fyra proverna. Kornstorleken har uppskattats (enligt ASTM E-112) genom att räkna antalet gånger en diagonal linje korsar korngränser i respektive prov. Resultaten visar att prov 1 och prov 2 har minst korn, prov 3 har lite större och prov 4 har störst, dock med en större standardavvikelse.

4.3 Röntgendiffraktion (XRD)

Resultaten från XRD-analysen presenteras i grafer med markerade och indexerade toppar. XRD-datan för de fyra proverna visas i figur 4.4. Topparna har identifierats som FCC (austenit, γ), BCC (ferrit, α , alternativt bainit eller martensit) samt de metalliska karbiderna M_7C_3 och M_{23}C_6 (markerade med stjärna/kvadrat). Huvudgraferna visar främst FCC- och BCC-toppar medan delgraferna fokuserar på karbidtoppar. Diffraktionsvinkeln (2θ) har begränsats till 90° då inga ytterligare

signifikanta toppar identifierades vid högre vinklar.

I figur 4.4 framgår det att prov 1 och prov 4 har mestadels austenitiska toppar medan dessa har minskat i prov 2 och prov 3 och i stället ersatts med högre ferrit-toppar. Prov 2 och prov 3 har dessutom högre karbidtoppar, särskilt mellan 20° – 40° .



Figur 4.4: XRD-diffraktionsmönster för prov 1–4 uppmätta med Mo K_{α} -strålning och omräknade till Cu K_{α} -strålning. Figuren visar intensiteten som funktion av diffraktionsvinkeln 2θ . De identifierade topparna har kopplats till ferrit (BCC) och austenit (FCC) genom deras respektive kristallplan. Prov 1 och prov 4 domineras främst av austenitiska toppar medan prov 2 och prov 3 innehåller en större andel ferritiska toppar. Samtliga prover uppvisar även inslag av karbider, främst $M_{23}C_6$ och M_7C_3 , vilka bidrar med extra diffraktionstoppar. Full storlek hänvisas till Appendix A.1.5.

Kristallitstorlekar utvärderades med Williamsson–Hall-metoden och Scherrers ekvation. Den insamlade XRD-datan bedömdes dock inte vara av tillräcklig kvalitet för att ge rimliga kristallitstorlekar och kristallinitet, och resultatet redovisas därför inte vidare.

4.4 Svepelektronmikroskopi och energidispersiv röntgenspektroskopi (SEM och EDS)

I detta delkapitel presenteras bilder från SEM samt data från EDS-analysen som genomförts på de olika proverna. Två olika förstoringar har använts genomgående för att möjliggöra en direkt jämförande analys mellan proverna, 500x och 2000x. Från 500x-förstoring visas de relevanta elementen från EDS-analysen för att studera sammansättningen och den förändring som eventuellt kan finnas efter de olika genomföra värmebehandlingarna. Vidare visas figurer med 2000x-förstoring tillsammans med tillhörande tabelldata som illustrerar exempelvis ämnessammansättningen över och i korngränser samt inuti kornen.

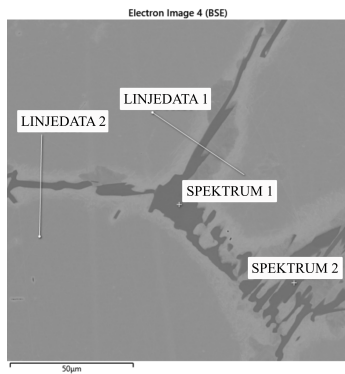
Enligt tabell 4.1 kan det observeras att järn är det klart dominerande ämnet för alla prover, följt av krom och till sist små mängder kisel, mangan och nickel. Ämnessammansättningen är i stort sett likadan för varje prov. Detta är rimligt eftersom det enda som skiljer proverna är värmebehandlingarna de har genomgått, inga nya ämnen har tillförts eller tagits bort.

Tabell 4.1: Ämnessammansättningen med 500x-förstoring för respektive prover.

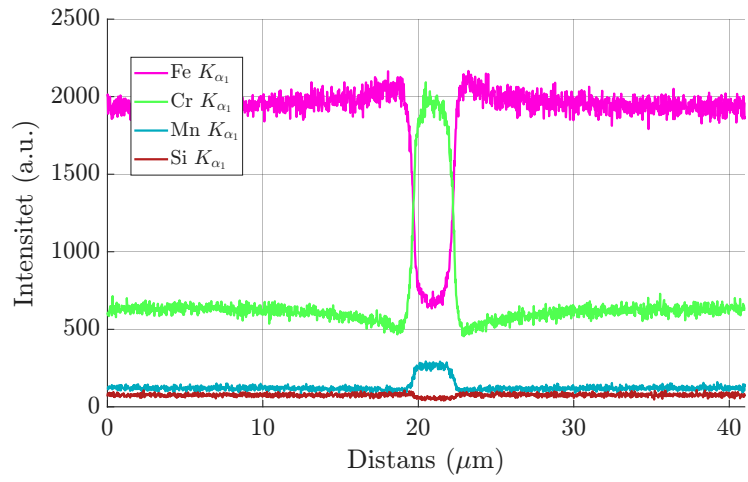
	Prov 1	Prov 2	Prov 3	Prov 4
Fe (wt%)	81,2	81,3	81,1	80,9
Cr (wt%)	17,6	17,4	17,5	17,8
Si (wt%)	0,5	0,5	0,5	0,5
Mn (wt%)	0,5	0,6	0,6	0,5
Ni (wt%)	0,2	0,2	0,3	0,3

Figur 4.5 visar inzoomade bilder av varje prov, tagna med hjälp av bakåtspridda elektroner där exempel på eutektiska zoner, korngränser och upplösta korngränser kan identifieras. Graferna presenterar även utvalda linjemätningar. Notera hur de mörka korngränserna i prov 1 omges av områden som är lite ljusare än insidan av kornen. I prov 2–4 så har det ljusa området ersatts med en minimidistans mellan de upplösta korngränserna samt de intragranulära karbiderna. Genom att analysera alla spektrum som befinner sig inom en korngräns kan det observeras att den genomsnittliga sammansättningen är 30,3 % järn, 61,7 % krom och 7,0 % kol. Figur 4.5b visar hur sammansättningen ändras över en av dessa linjer, markerad ”Linjedata 2”. Strax innan korngränsen, i de ljusare områdena som nämndes tidigare, märks en svag ökning i mängden järn samt en minskning av krom, något som är unikt för prov 1. I alla provernas korngränser minskar mängden järn samtidigt som mängden krom och mangan ökar.

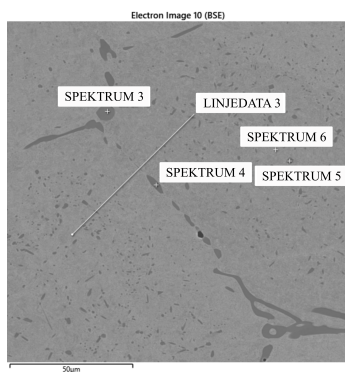
EDS-datan som presenteras i figur 4.6 visar hur kornen främst består av järn medan korngränserna innehåller en stor mängd krom. Korngränserna innehåller också en viss del kol och mangan samtidigt som alla prov även innehåller en liten mängd kisel. EDS-bilderna för de sistnämnda ämnena finns att hitta i figur A.9 i appendix.



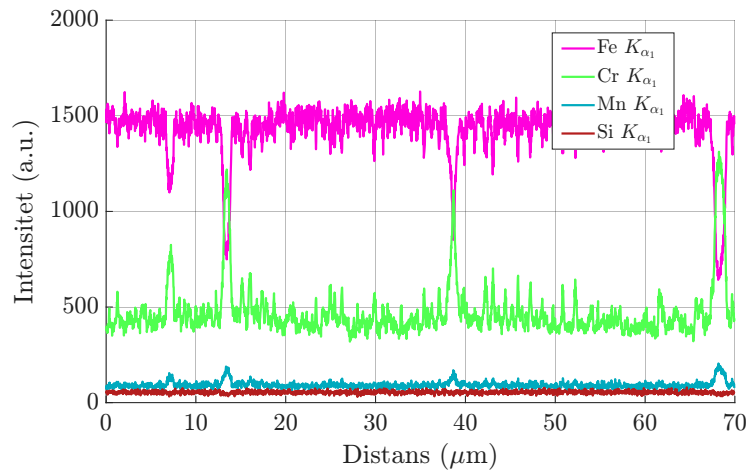
(a) BSE - Prov 1



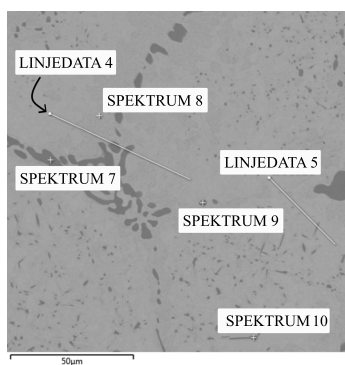
(b) Linjedata 2



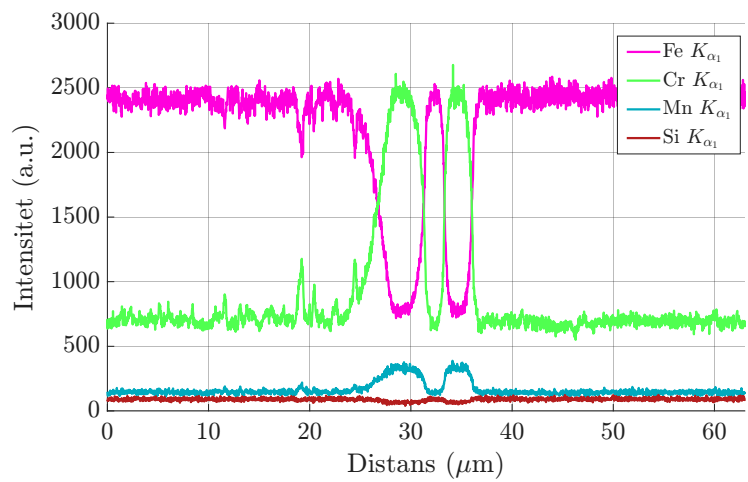
(c) BSE - Prov 2



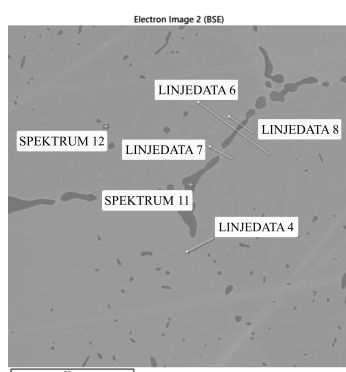
(d) Linjedata 3



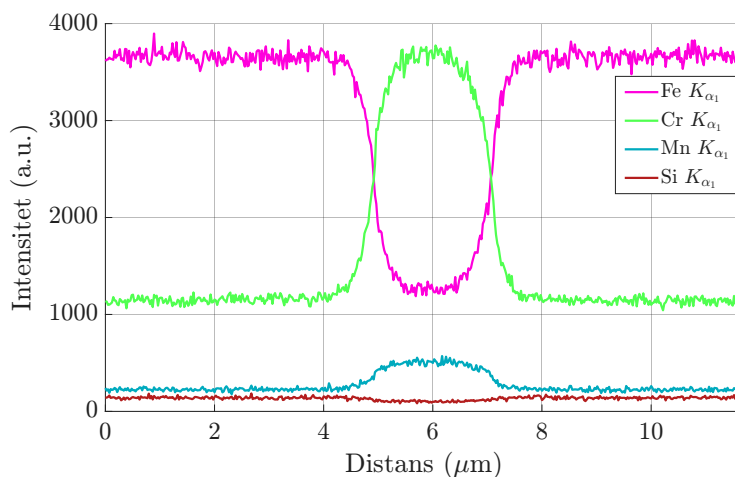
(e) BSE - Prov 3



(f) Linjedata 4



(g) BSE - Prov 4



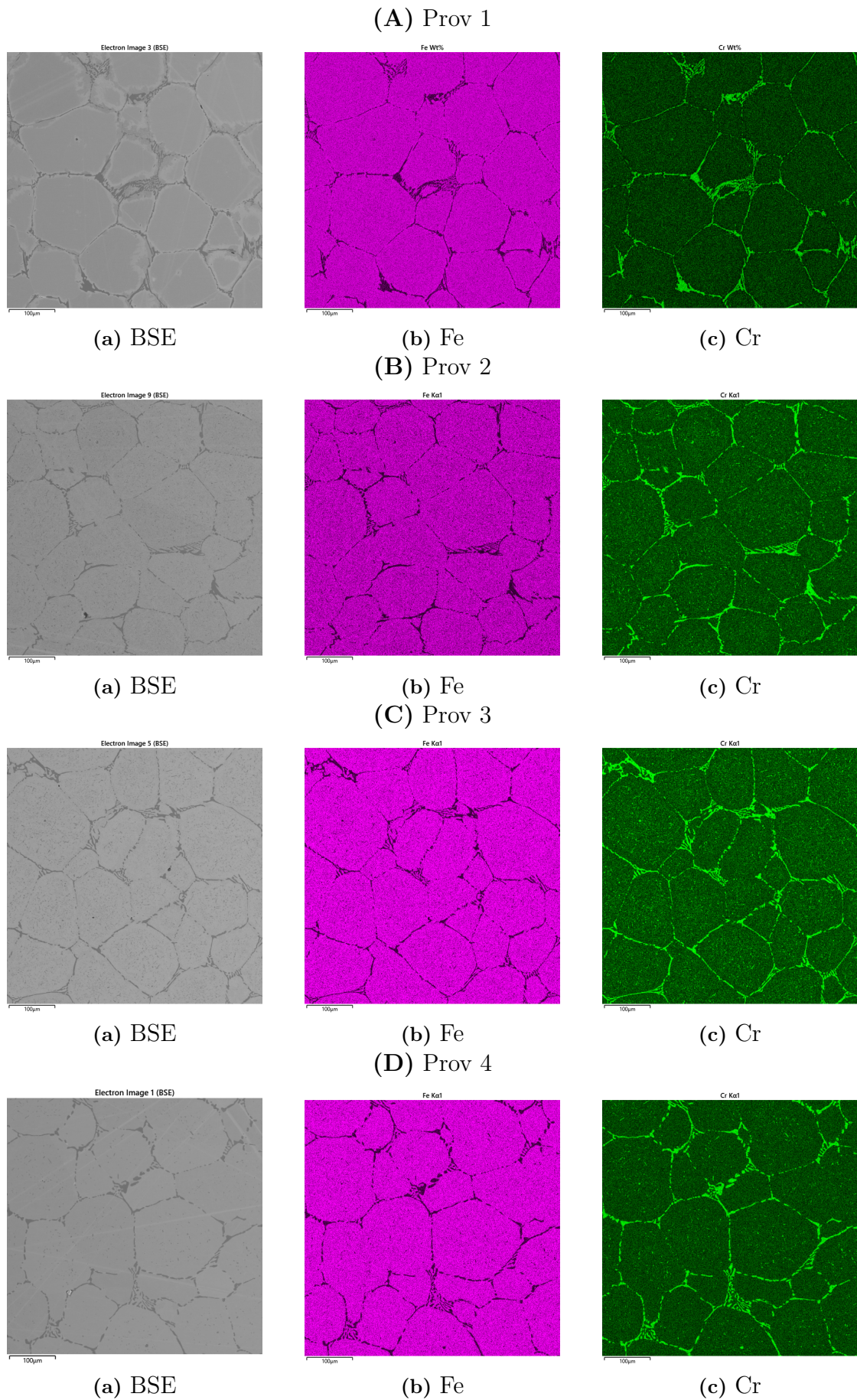
(h) Linjedata 8

Figur 4.5: BSE-bilder och motsvarande linjedata för respektive prov i fallande ordning. Vänsterkolumnen visar mätlinjernas placering i BSE-bilden medan högerkolumnen visar intensitetsprofilerna längs linjerna. Notera hur intensiteten för järn går upp och intensiteten för krom går ner runt korngränsen i prov 1, vilket inte sker i något av de andra proven.

Tabell 4.2: Sammanslagna resultat från lokal analys för samtliga prov. Spektrum betecknas S1–S12. S1 och S2 togs i prov 1, S3–S6 i prov 2, S7–S10 i prov 3 och S11–S12 i prov 4. De mätningarna som resulterade i cirka 30 wt% Fe, 60 wt% Cr och 7 wt% C är tagna i karbider medan de som visar en högre järnhalt är tagna inuti kornen. Eftersom fördelningen är ungefär lika för alla prover tyder detta på att deras sammansättning inte har några större skillnader.

	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11	S12
Fe (wt%)	30,3	32,5	29,5	28,9	29,6	83,5	29,2	82,3	32,3	38,0	30,1	31,9
Cr (wt%)	61,7	59,3	62,2	63,0	62,4	12,0	62,9	13,0	59,9	54,4	61,9	60,1
C* (wt%)	7,1	7,2	7,2	7,1	7,1	3,5	6,9	3,7	6,7	6,5	7,0	7,1
Si (wt%)	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,5	0,0	0,5	0,0	0,0	0,1	0,1
Mn (wt%)	0,7	0,7	0,8	0,7	0,7	0,5	0,7	0,5	0,8	0,7	0,7	0,7
V (wt%)	0,0	0,0	0,2	0,2	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2	0,2

* Bestämningen av kol (C) är osäker eftersom analysmetoden har begränsad precision för lätta grundämnen, vilket gäller samtliga analyserade prover.



Figur 4.6: BSE-bilder och intensitetskartor för prov 1–4 visas i (A)–(D). Bild (a) visar EDS-bilden, medan (b) och (c) visar intensitetskartor för Fe respektive Cr.

5

Diskussion

I detta kapitel diskuteras resultaten från hårdhetsmätningar, LOM, XRD, SEM samt EDS i relation till studiens syfte att förstå hur olika värmebehandlingar påverkar mikrostrukturen hos MBJ-tillverkat martensitiskt rostfritt stål och hur dessa förändringar styr materialets mekaniska egenskaper. Prov 3 utsattes för 411-processen, vilket innebär austenitisering, följt av släckning, djupkylning och anlöpning.

Den mikrostrukturella analysen med LOM och SEM visar tydliga skillnader mellan det as-printade provet och de värmebehandlade proverna. Kornstorleksmätningarna visar att prov 1 och prov 2 har liknande genomsnittlig kornstorlek på omkring 112 μm , medan prov 3 uppvisar cirka 124 μm och prov 4 den största med cirka 138 μm . Resultaten indikerar att längre processtider och vissa värmebehandlingar gynnar kornväxt, vilket är särskilt tydligt för prov 4.

Mikrostrukturen i prov 1 kännetecknas av relativt diffusa korngränser, vilket kan tolkas som ett resultat av det as-printade tillståndet där mikrostrukturen inte har homogeniserats och austenit med FCC-struktur fortfarande utgör en betydande andel. Detta stöds av XRD-analysen som visar en dominans av FCC-toppar i prov 1, se figur 4.4a. Den inhomogena mikrostrukturen återspeglas även i en bred spridning i hårdhetsvärden, se figur 4.1. I figur 4.2b kan även små svarta prickar observeras inuti kornen. Dessa bedöms sannolikt inte vara ets-effekter utan snarare små utskiljningar, troligen karbider, vilket stöds av SEM-observationer där liknande partiklar framträder tydligt i mitten av kornen efter normalisering.

Efter normalisering, som i prov 2, erhålls en mer homogen mikrostruktur med tydligare korngränser, se figur 4.2c. I prov 2 observeras även små ljusa intragranulära karbider inne i kornen, vilka kan fungera som effektiva hinder för dislokationsrörelse. Liknande intragranulära karbider identifieras i prov 3 och prov 4, och ett återkommande mönster är att dessa bildas på ett visst avstånd från korngränserna snarare än direkt vid dem. Tätheten av intragranulära karbider är lägre i prov 2 än i prov 3 och prov 4, vilket indikerar att ytterligare värmebehandling eller längre processtid främjar karbidtillväxt inuti kornen.

Prov 4 uppvisar tvillingbildning och mer oregelbundna, sicksack-formade korngränser, se figur 4.2e. Detta kan tolkas som att karbider delvis hämmat kornrörelsen lokalt under kornväxten.

XRD-analysen visar att prov 1 och prov 4 domineras av FCC-toppar, medan prov 2 och prov 3 uppvisar en ökad andel BCC-toppar, se figur 4.4, i linje med att normalisering och process 411 gynnar omvandling till martensit. Särskilt prov 3 kan tydligt tolkas som martensitiskt, vilket indikerar att materialet vid något skede har svalnat snabbt från austenitområdet, i enlighet med den utförda släckningen i 411-processen.

Prov 2 uppvisar däremot en betydligt lägre hårdhet och kan därmed tolkas som huvudsakligen ferritiskt. Detta indikerar att svalningen i detta prov har skett långsammare, vilket möjliggjort omvandling till ferrit i stället för martensit. Även om detta inte nödvändigtvis motsvarar den avsedda processen, visar resultaten att ferrit har bildats i det undersökta provet.

Analysen visar även att korngränserna består till 66 % av karbidtypen M_7C_3 medan resterande består av $M_{23}C_6$ för samtliga prover. Beräkningar av kristallitstorlek med Williamson–Hall-metoden och Scherrers ekvation bedömdes som otillförlitliga på grund av låg intensitet och peaköverlapp i XRD-data.

EDS-analysen visar att samtliga prover har mycket likartad sammansättning, med järn som dominerande element och endast små variationer i kromhalt, se tabell 4.1. Skillnader i hårdhet och mikrostruktur kan därmed inte förklaras av variationer i kemisk sammansättning utan måste kopplas till kristallstruktur. Punktmätningar på karbider i olika positioner uppvisar huvudsakligen likartad kemisk sammansättning, vilket indikerar att de intragranulära karbiderna sannolikt är av samma typ som de ursprungliga korngränskarbiderna, se tabell 4.2.

Linjemätningen i prov 1, se figur 4.5b, visar en förhöjd mängd järn och mangan samt en minskning av krom och kisel i området kring korngränserna. Detta är karakteristiskt för sintringsprocessen: när korngränsen bildas ackumuleras legeringsämnen, framför allt krom, från det omgivande området in mot gränsen, vilket lämnar en kromfattig zon i närheten. Denna ojämnheter i elementfördelning kvarstår i prov 1 eftersom diffusionen har inte hunnit fördela ämnena jämnt. I de övriga proverna är denna ojämnheter inte längre synlig, vilket tyder på att värmebehandlingarna samt den stegvisa sintringsprocessen möjliggör diffusion under längre tid och därmed en mer homogen elementfördelning.

Hårdhetsmätningarna visar att prov 3 uppvisar den högsta hårdheten med ett medelvärde strax under 700 HV 1 och en smal fördelning, se figur 4.1, medan prov 1, prov 2 och prov 4 ligger i intervallet 250–450 HV 1. Skillnaden mellan prov 2 och prov 3 är särskilt betydelsefull: trots liknande kornstorlek är prov 3 avsevärt hårdare, vilket visar att kornförfining i sig inte är tillräcklig för att uppnå hög hårdhet och att process 411 spelar en avgörande roll. Prov 4, med liknande karbidhalt som prov 3 men större och mer ojämna korn, uppvisar den lägsta hårdheten, se figur 4.3. Sammantaget visar resultaten att hög hårdhet kräver en kombination av kontrollerad kornstorlek, gynnsam karbidmorfologi och martensitbildning.

6

Slutsatser

Denna studie har undersökt hur olika värmebehandlingscykler påverkar mikrostruktur och hårdhet hos MBJ-tillverkat martensitiskt rostfritt stål. Fyra prover med varierande värmebehandling har analyserats med fokus på kornstorlek, karbidmorfologi, kristallstruktur och hårdhet.

Resultaten visar att prov 1 och prov 4, som endast har sintrats, uppvisar bristfälliga mekaniska egenskaper i form av låg hårdhet och större spridning i mätvärdena. Dessa prover domineras även av FCC-relaterade faser, vilket tyder på att sintring i sig inte är tillräckligt för att skapa en gynnsam martensitisk mikrostruktur. Normalisering, som tillämpats på prov 2 och prov 3, bidrar till en mer homogen mikrostruktur med tydligare korngränser och ökad andel BCC-relaterade faser. Prov 2 uppvisar dock endast måttlig hårdhet, vilket visar att normalisering ensam inte är tillräcklig för att uppnå hög hårdhet, trots relativt liten kornstorlek och förekomst av intragranulära karbider.

Prov 3, som utöver normalisering även genomgått process 411, uppvisar den högsta hårdheten med ett medelvärde strax under 700 HV 1 samt en smal spridning i hårdhetsmätningarna. Detta kan kopplas till en kombination av kontrollerad kornstorlek, gynnsam karbidfördelning och förekomst av martensit inom kornen. Resultaten visar därmed att hög hårdhet inte enbart styrs av kornstorlek, utan även av fasomvandling och värmebehandlingssekvens.

XRD-analysen visar skillnader i kristallstruktur mellan proverna men påvisar brister i upplösning, vilket påverkade de beräknade kristallitstorlekarna, därav att värdena blev orimligt små. Bristerna gjorde det även svårt att avgöra topparnas kristallstrukturer, då de motsvarande tabellerade värdena var förskjutna relativt datan. EDS-analysen visar att proverna har likartad kemisk sammansättning, vilket innebär att skillnaderna i hårdhet och mikrostruktur främst kan kopplas till värmebehandlingens påverkan på kristallstruktur, kornstorlek och karbidfördelning snarare än till variationer i legeringshalt.

Sammanfattningsvis visar studien att MBJ-tillverkat martensitiskt rostfritt stål kräver en väl tillämpad värmebehandlingscykel för att uppnå önskade mekaniska egenskaper. Av de undersökta fallen framstår normalisering följt av process 411 som den mest lovande behandlingen. För vidare studier rekommenderas EBSD och synrotronbaserad röntgendiffraktion för att mer noggrant kunna bestämma korn- och kristallitstorlekar samt stärka kopplingen mellan mikrostruktur och mekaniska egenskaper.

Litteraturförteckning

- [1] L. Zhou, J. Miller, J. Vezza, M. Mayster, M. Raffay, Q. Justice, Z. Al Tamimi, G. Hansotte, L. D. Sunkara och J. Bernat, *Additive manufacturing: A comprehensive review*, Apr. 24 2024, <https://doi.org/10.3390/s24092668>
- [2] AM Academy, *Maturity of metal processes* Jul. 10, 2024. [Online]. Available: <https://additive-manufacturing-training.com/maturity-metal/> [Accessed: May 11, 2026].
- [3] J. Tang, *Motor sizing basics part 4 – how to calculate radial load and axial load*, *Engineering Notes, Oriental Motor*, Apr. 27, 2022.
- [4] SKF Group, *SKF steel and heat treatment solutions* 2022.
- [5] D. Hetzner and W. Van Geertruyden, *Crystallography and metallography of carbides in high alloy steels* Jul. 2, 2007. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580307002501>
- [6] P. Hofmann, *Solid State Physics: An Introduction*, 3rd ed. Weinheim, Germany: Wiley-VCH, 2020.
- [7] Materials Project, *The Materials Project: A materials genome approach to accelerating materials innovation*, 2013, [Online]. Available: <https://legacy.materialsproject.org/materials/mp-1196316/xrd-panel>
- [8] J. Pearson, *Atlas Steels Technical Handbook of Stainless Steels*, 2021.
- [9] Civil Engineering Courses *Iron Carbon Phase Diagram*(2026)
- [10] W. D. Callister Jr, D. G. Rethwisch *Materials Science and Engineering: An Introduction*. Hoboken, NJ : Wiley, [2018]. ISBN-13: 9781119321590
- [11] S. H. Salleh, M. N. Derman, M. Z. Omar, J. Syarif och S. Abdullah, *Microstructure and properties of heat-treated 440C martensitic stainless steel* Feb. 13, 2013. [Online]. Available: <https://www.scientific.net/DDF.334-335.105>
- [12] Wikimedia Commons *CCT curve steel diagram* <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:CCT-curve-steel.svg> 2009
- [13] LangHe Industry Ltd, *Martensite tempering* 2026.
- [14] Thermex Metal Treating LTD, *What is normalizing* 2026.
- [15] Specialty Steel Treating Inc, *Steel normalizing vs. annealing*, 2021.
- [16] Y. Li, H. Keng, B. Brian, D. Francisco, M. Mamballykalathil och S. Wohlers, *Additive Manufacturing of Metals: The Technology, Materials, Design and Production*. Cham, Switzerland: Springer, 2017. doi: 10.1007/978-3-319-55128-9.
- [17] K. J., T. R. och C. E., *Investigation on curing strategies for metal binder jetting with Ti-6Al-4V* Apr. 2025. doi: 10.1016/j.addlet.2025.100272.
- [18] P. B., R. A. och K. E., *Powder reusability in metal binder jetting* Jan. 3, 2023. doi: 10.1177/09544089221147778.
- [19] Desktop Metal, *Thermal debinding and sintering 101* 2021. [Online]. Available: <https://www.desktopmetal.com/resources/sintering-101>
- [20] *Influence of grain size on metallurgical properties* [Online]. Available: <https://www.geartechnology.com/influence-of-grain-size-on-metallurgical-properties>

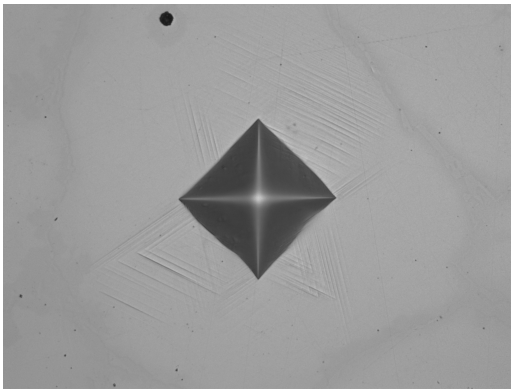
- [21] W. Zhou, R. Apkarian, Z. L. Wang och D. Joy, *Fundamentals of Scanning Electron Microscopy (SEM)*, 2006.
- [22] Bruker, *What is EDS/EDX? Introducing energy dispersive X-ray spectroscopy* 2024. [Online]. Available: <https://www.bruker.com/en/landingpages/bna/technology/what-is-eds.html>
- [23] G. Vander Voort and E. P. Manilova, *Hints for imaging phases in steels Advanced Materials and Processes*, 2005.
- [24] Microscopy Australia och MyScope Australia, *Energy dispersive spectroscopy* May 2026. [Online]. Available: <https://myscope.training/EDS-Limitations-of-quantitative-analysis>

A

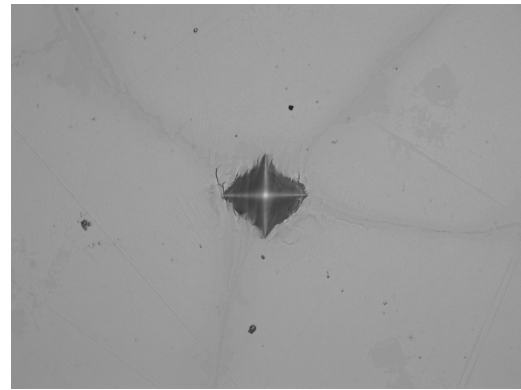
Appendix 1

A.1 Hårdhetsmätning

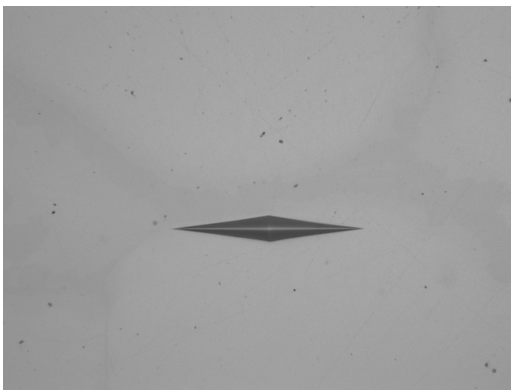
Nedan presenteras först bilder på hårdhetsintrycken från de resterande mätningarna, se figur A.1, följt av tillhörande grafer i kommande underavsnitt, vilka inte inkluderades i resultatavsnittet eftersom de inte ansågs tillföra någon ytterligare information. Endast bilder från prov 1 redovisas då motsvarande bilder för övriga prover uppvisade liknande utseende. Graferna omfattar däremot samtliga prover för att möjliggöra jämförelse mellan dessa.



(a) Centermätning



(b) Eutektisk mätning



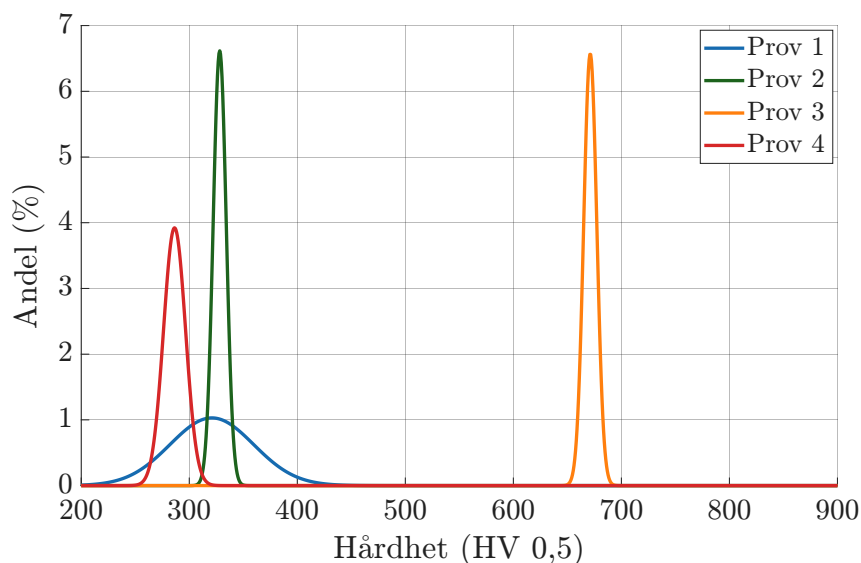
(c) Korngränsmätning horisontell



(d) Korngränsmätning vertikal

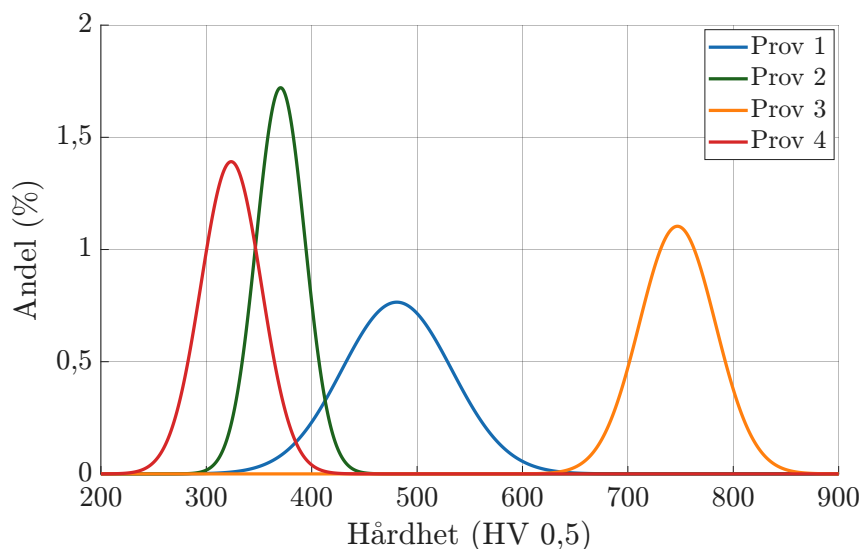
Figur A.1: Hårdhetsmätningar utförda på prov 1 där (a) visar en centermätning med HV 1, (b) en eutektisk mätning med HV 0,5 samt (c) och (d) korngränsmätningar med HK 0,1 i horisontell respektive vertikal riktning.

A.1.1 Centermätning



Figur A.2: Normalfördelningskurvor anpassade till uppmätt hårdhet (HV 1) för fyra olika prover. Varje kurva baseras på 10 mätpunkter per prov, där mätningarna utförts i mitten av korn med varierande storlek.

A.1.2 Eutektisk mätning

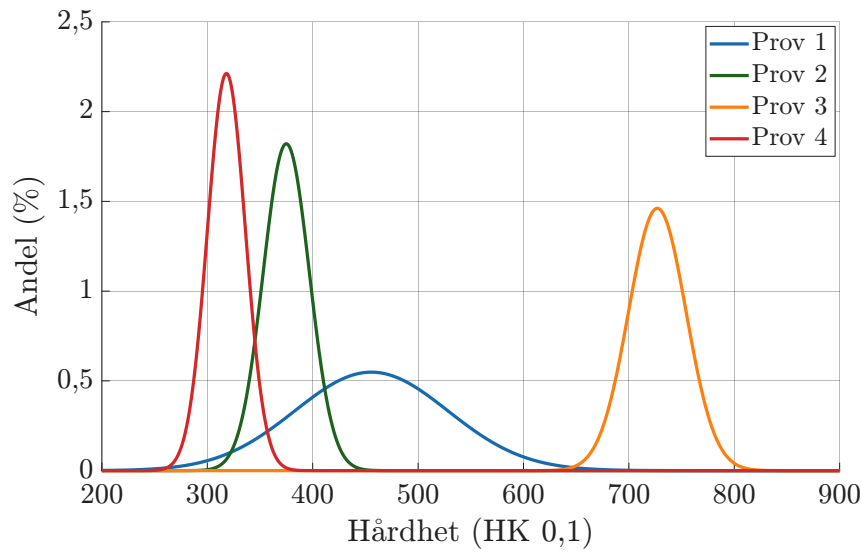


Figur A.3: Normalfördelningskurva anpassad till uppmätt hårdhet (HV 0,5) för fyra olika prover. Varje kurva baseras på mätpunkter erhållna från områden med hög karbidtäthet, där flera korngränser möts.

A.1.3 Korngränsmätning

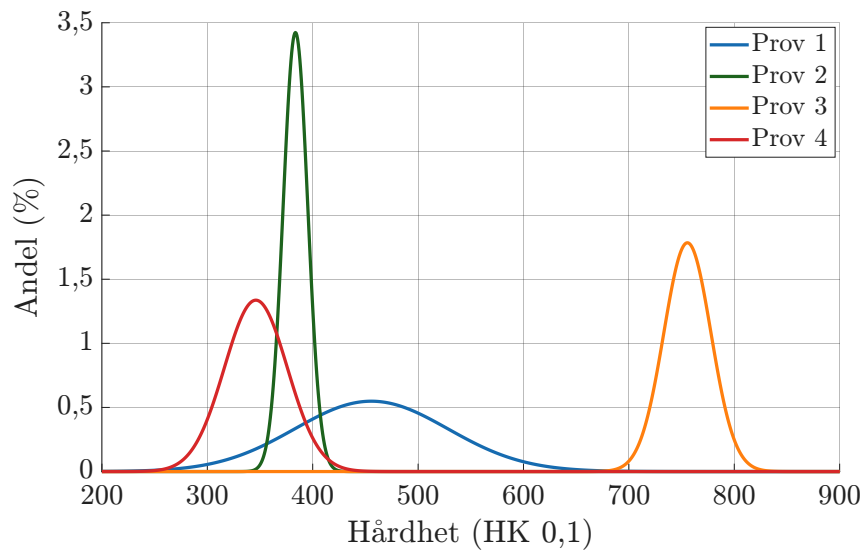
I detta avsnitt presenteras korngränsmätningar utförda i både horisontell och vertikal riktning för att undersöka eventuella skillnader i hårdhet beroende på mätorientering.

A.1.3.1 Horisontell



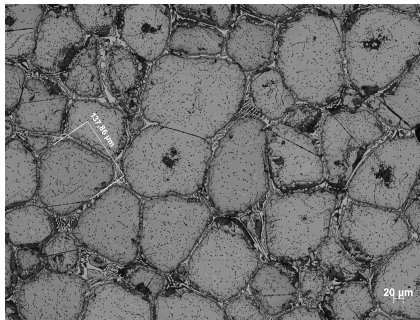
Figur A.4: Normalfördelningskurvor anpassade till uppmätt hårdhet (HK 0,1) för fyra olika prover. Varje kurva baseras på mätpunkter erhållna från en mätserie utförd tvärs över korngränser.

A.1.3.2 Vertikal

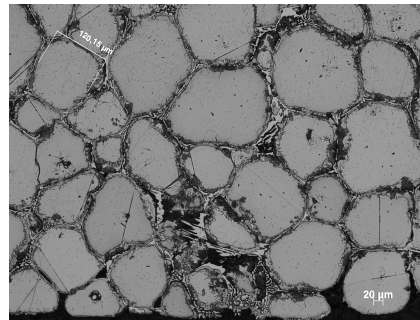


Figur A.5: Normalfördelningskurvor anpassade till uppmätt hårdhet (HK 0,1) för fyra olika prover. Varje kurva baseras på mätpunkter erhållna från en mätserie utförd längs med korngränser.

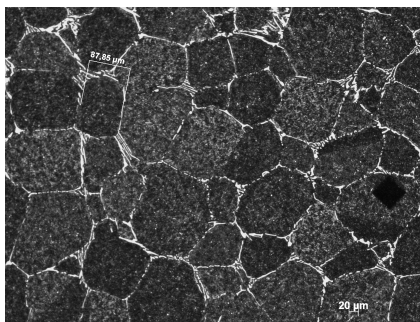
A.1.4 Ljusoptisk mikroskopi (LOM)



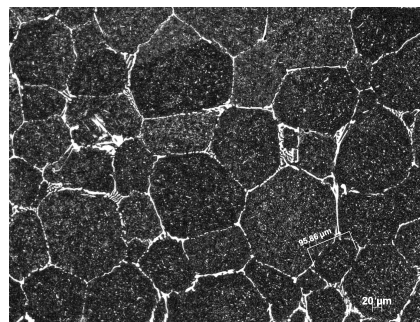
(a) Prov 1, zon 1



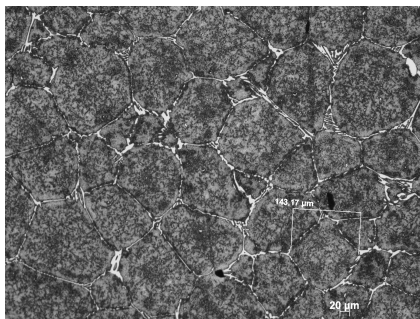
(b) Prov 1, zon 2



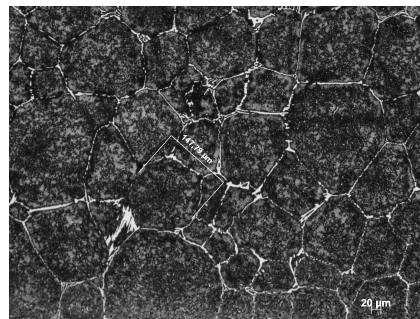
(c) Prov 2, zon 1



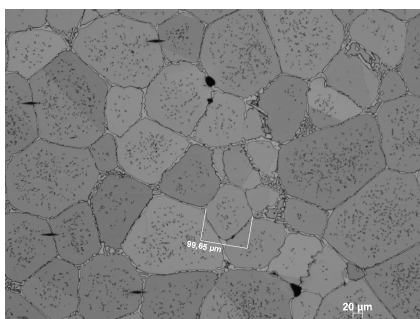
(d) Prov 2, zon 2



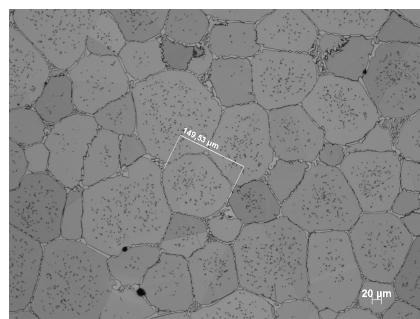
(e) Prov 3, zon 1



(f) Prov 3, zon 2



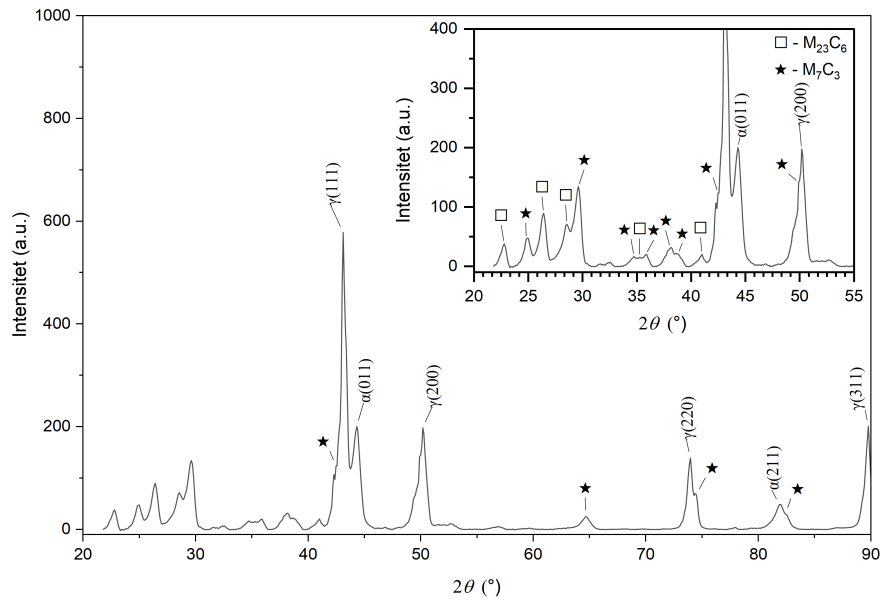
(g) Prov 4, zon 1



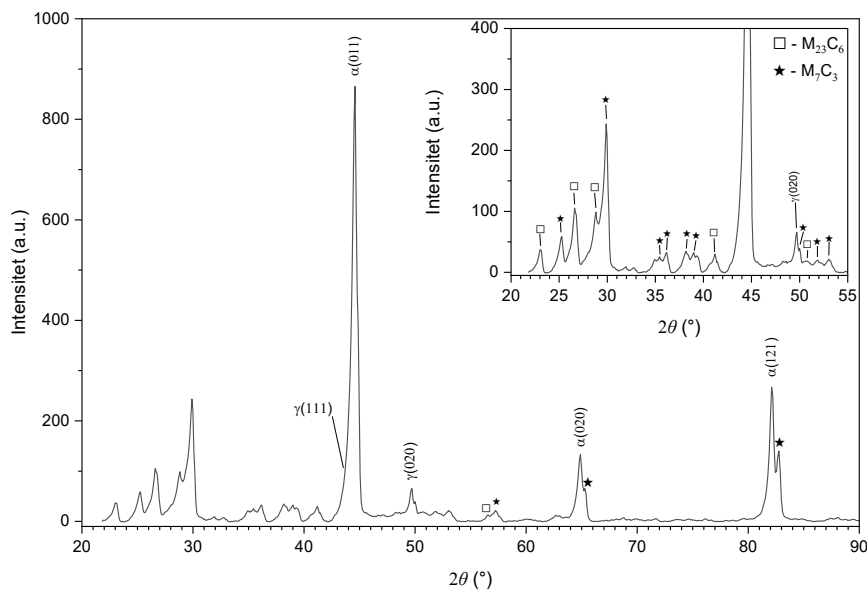
(h) Prov 4, zon 2

Figur A.6: LOM-bilder för samtliga prover där (a) och (b) visar prov 1, (c) och (d) visar prov 2, (e) och (f) visar prov 3 samt (g) och (h) visar prov 4.

A.1.5 Röntgendiffraktion (XRD)

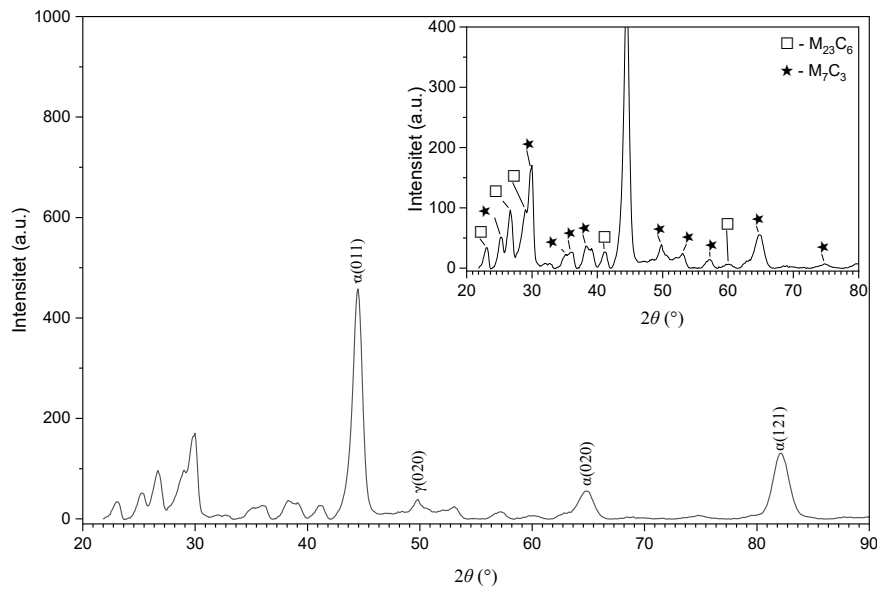


(a) Prov 1

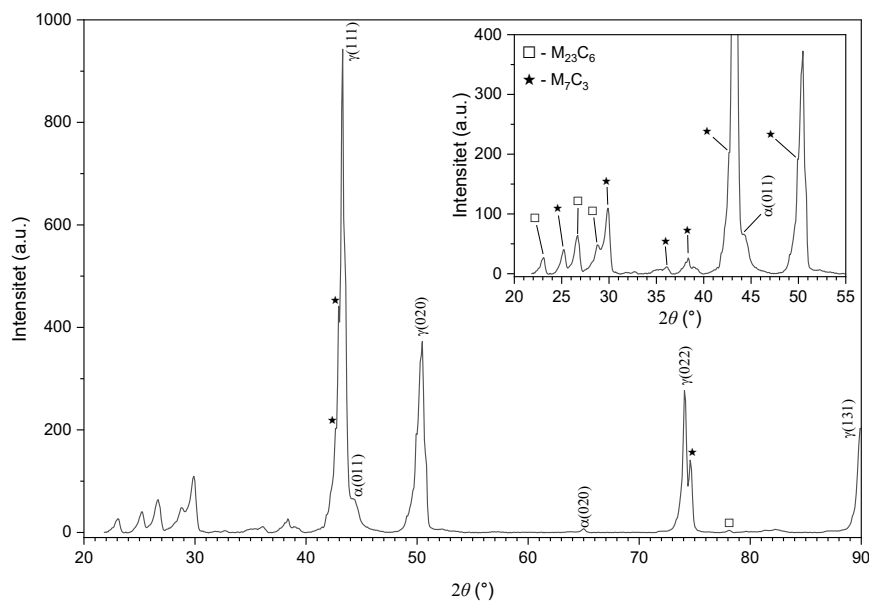


(b) Prov 2

Figur A.7: XRD-diffraktionsmönster för prov 1 och prov 2 uppmätta med Mo K_{α} -strålning och omräknade till Cu K_{α} -strålning. Figuren visar intensiteten som funktion av diffraktionsvinkeln 2θ . De identifierade topparna har kopplats till ferrit (BCC) och austenit (FCC) genom deras respektive kristallplan. Prov 1 domineras främst av austenitiska toppar medan prov 2 innehåller en större andel ferritiska toppar. Mindre bidrag från karbider, främst $M_{23}C_6$ och M_7C_3 , kan även förekomma.



(a) Prov 3

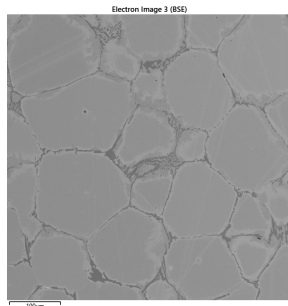


(b) Prov 4

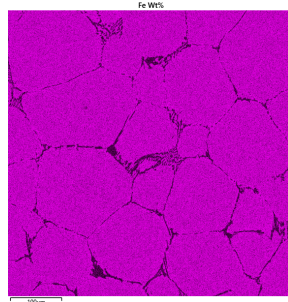
Figur A.8: XRD-diffraktionsmönster för prov 3 och prov 4 uppmätta med Mo K_α -strålning och omräknade till Cu K_α -strålning. Figuren visar intensiteten som funktion av diffraktionsvinkeln 2θ . Prov 3 uppvisar främst ferritiska (BCC) toppar medan prov 4 domineras av austenitiska (FCC) strukturer. Båda proverna visar även inslag av karbider såsom $M_{23}C_6$ och M_7C_3 , vilka bidrar med extra diffraktionstoppar.

A.2 Energidispersiv röntgenspektroskopi (EDS)

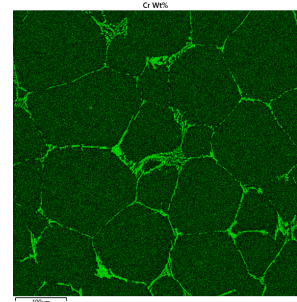
(A) Prov 1



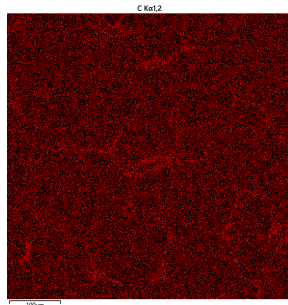
(a) BSE



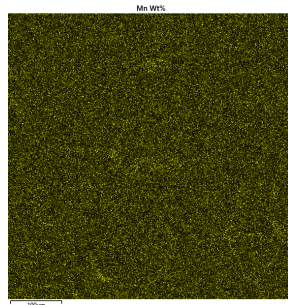
(b) Fe



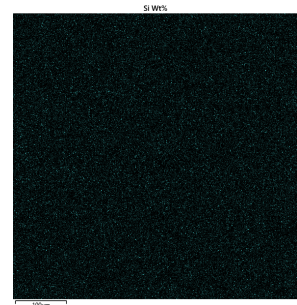
(c) Cr



(d) C

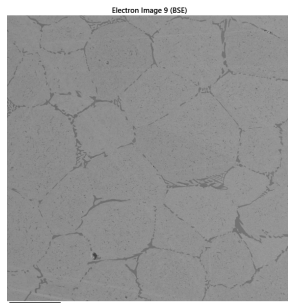


(e) Mn

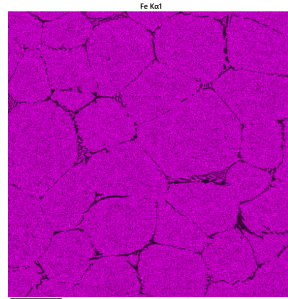


(f) Si

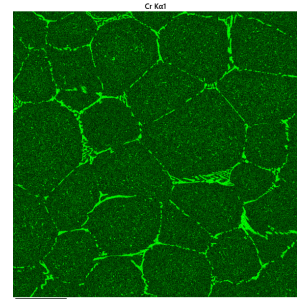
(B) Prov 2



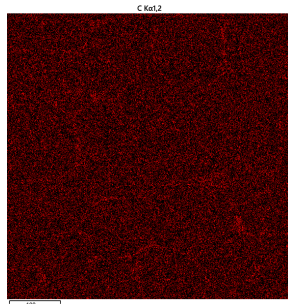
(a) BSE



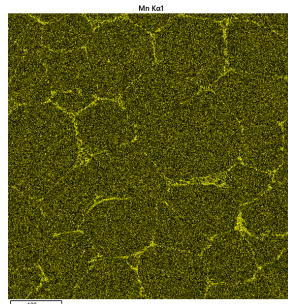
(b) Fe



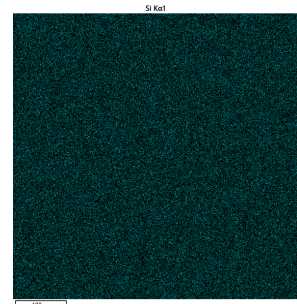
(c) Cr



(d) C

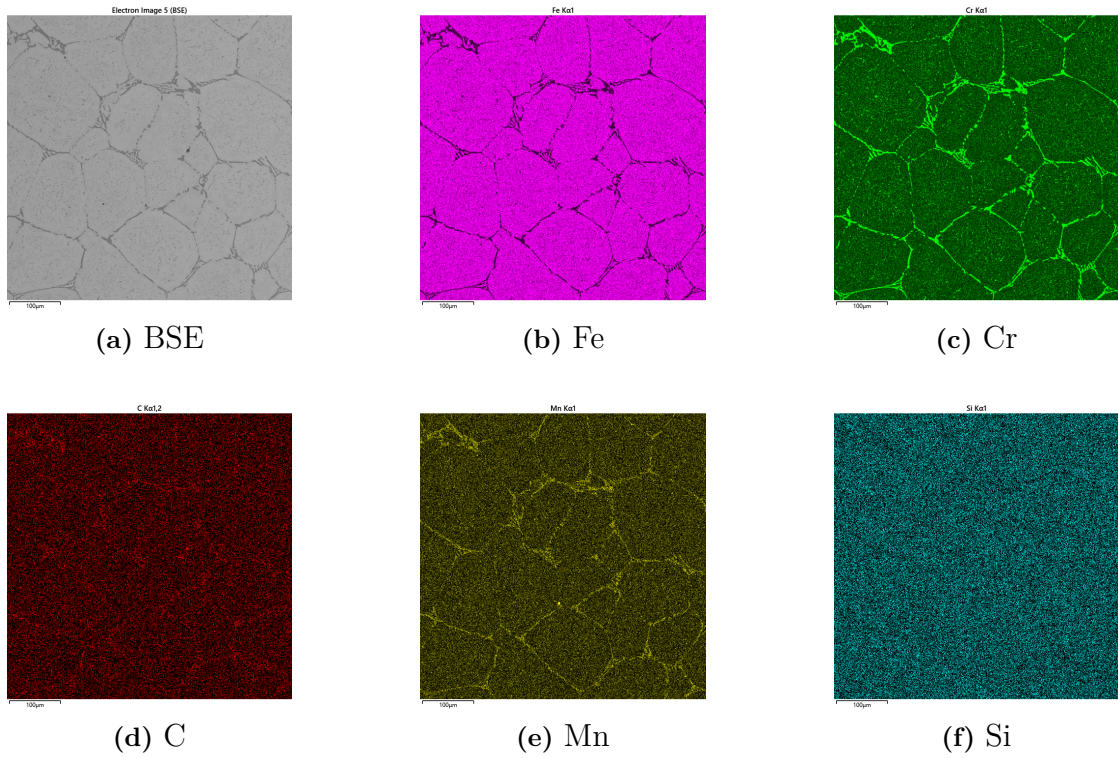


(e) Mn

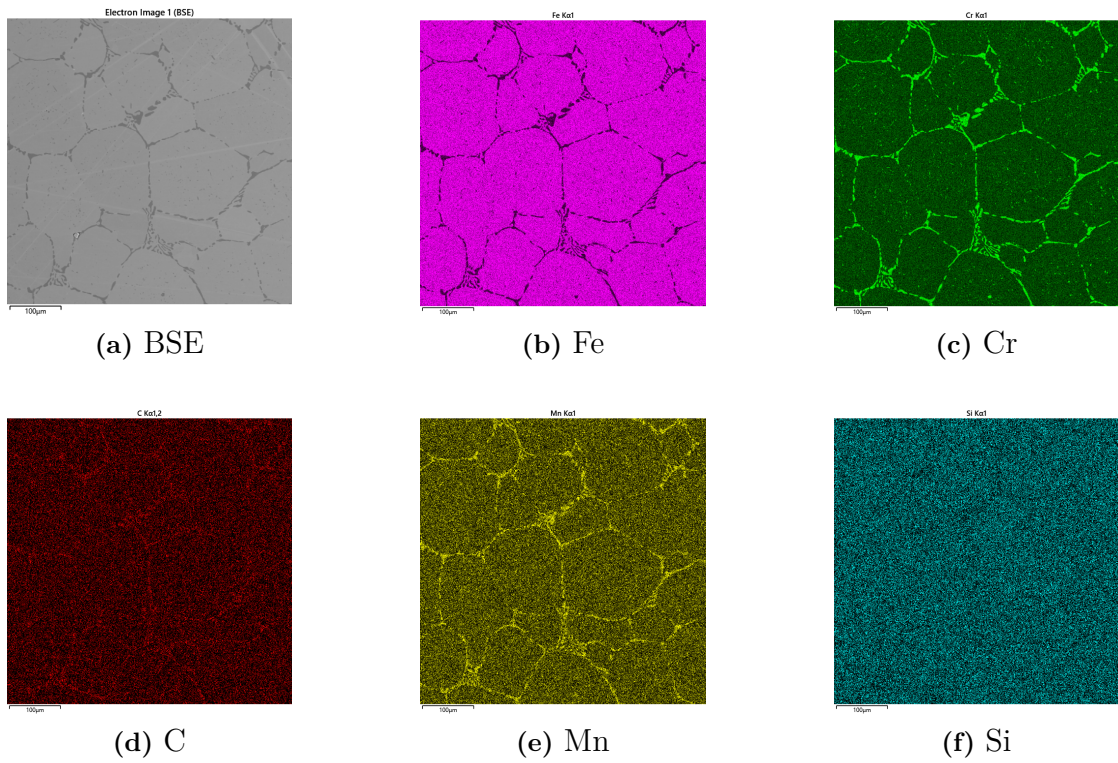


(f) Si

(C) Prov 3



(D) Prov 4



Figur A.9: BSE-bilder och intensitetskartor för prov 1–4 där (a) visar EDS-bilden, medan (b)–(f) visar intensitetskartor för elementen Fe, Cr, C, Mn och Si.



CHALMERS