Liite 1

# Sularänniselvitys – alustava raportti, 14.8.2019



## ASIAKASRAPORTTI

DRAFT- VTT-CR-00609-19 | 14.8.2019

# Sulakourujen materiaalitutkimus

Kirjoittajat:	Sanni Yli-Olli, Satu Tuurna, Aino Mäntyranta
Luottamuksellisuus:	Luottamuksellinen





Raportin nimi								
Sulakourujen materiaalitutkimus								
Asiakkaan nimi, yhteyshenkilö ja yhteystiedot		Asiakkaan viite						
Suomen Soodakattilayhdistys								
Desistein nimi								
PS18 Sularannit		121633						
Thristenna								
Espoo 14.8.2019								
Laatija	Hyväksyjä							
Sanni Yli Olli	Satu Tuurna							
Erikoistutkija	Tiimipäällikkö							
VTT:n yhteystiedot	•							
PL 1000, 02044 VTT, puh. 020-722111, sähköp	osti: <u>etunimi.suku</u>	<u>unimi@vtt.fi</u>						
Jakelu (asiakkaat ja VTT)								
Asiakas 1 kpl								
VTT (arkisto) 1 kpl								
VTT:n nimen käyttäminen mainonnassa tai tämän	raportin osittainen ju	Ilkaiseminen on sallittu vain						
Teknologian tutkimuskeskus VTT Oy:ltä saadun kirjallisen luvan perusteella.								



# Sisällysluettelo

1.	Toimeksiannon kuvaus ja tavoitteet							
2.	Menetelmät	4						
3.	Tulokset	4						
	3.1 Joutseno	4						
	3.2 Kaukaa	6						
	3.3 Kemi	8						
	3.4 Kotkamills	27						
	3.5 Oulu	30						
	3.6 Pietarsaari	46						
	3.7 Sunila	63						
	3.8 Veitsiluoto	65						
	3.9 Äänekoski	67						
	3.10 Kaukopää	71						
4.	Johtopäätökset ja yhteenveto	88						



# 1. Toimeksiannon kuvaus ja tavoitteet

Tutkimuksen tavoitteena on selvittää soodakattiloiden sularännien turvallinen ajotavasta riippuva käyttöaika, sillä sulakourut eivät ole usealla laitoksella kestäneet suositeltua yhden vuoden ajojaksoa. Tätä varten kartoitetaan Suomen soodakattiloiden sularännien vaurioitumismekanismit metallurgisin keinoin ja selvitetään syyt erilaisten vaurioiden syntyyn eri kattiloilla. Tutkimuksessa tutkitaan erikseen sovituilta laitoksilta sularännejä Suomen Soodakattilayhdistyksen kestoisuustyöryhmän ohjeistuksen mukaisesti. Sularänneistä kartoitetaan ja raportoidaan niissä ilmenevät vauriot, näiden mekanismi, sijainti ja syvyys. Tämän lisäksi tutkimuksen toisessa osassa vedetään tulokset yhteen ja selvitetään juurisyy vaurioihin yhdessä soodakattilayhdistyksen ja kattilakäyttäjien kanssa.

Laitos	Lukumäärä	Kouru	Keskiarvo- kuorma	Veden lämpötila sisään/ulos	Virtaus- nopeus	Muuta
Joutseno	2	Andritz, pinnoitettu				
Kaukaa	6	Andritz, pinnoitettu	680 tka/vrk	59/65 °C	2,2 l/s	
Kemi	2	Valmet, musta, pinnoitettu pääty	500 tka/vrk	58/58 °C		
Kotkamills	2	Andritz, pinnoitettu	500 tka/vrk	78/83 °C	2,7/2,8 I/s	Ei alipainetta
Oulu	2	Andritz, pinnoitettu	515 tka/vrk	63/63 °C	2 l/s	
Pietarsaari	2 + 1 uusi	Andritz, pinnoitettu, hitsattu	570 tka/vrk	51/53-53 °C	2-2,5 I/s	Vaihtoväli 1,5 vuotta
Sunila	2 (SK10 ja SK11)	Musta + pinnoitettu pääty	415 ja 575 tka/vrk	60/62 °C	max. 2,5 (SK10) ja 2,25 (SK11) I/s	
Veitsiluoto	2 (1 ja 3)	Andritz, pinnoitettu	500 tka/vrk	ulos 62 °C	4 l/s	
Äänekoski	3 (5, 6 ja 7)	Valmet, musta, pinnoitettu pääty, hitsauspinnoite puuttuu	710 tka/vrk	65/67 °C	4 l/s	
Kaukopää	2 (SK5, SK6)	Andritz, pinnoitettu (SK5) Valmet, musta, pinnoitettu pääty (SK6)		50/54 °C (SK6)	2 l/s	

Taulukko 1. Tutkimuksiin toimitetut sularännit (täydennetään)



# 2. Menetelmät

Kaikki VTT:lle tutkimuksiin toimitetut sulakourut tutkittiin visuaalisesti ja dokumentoitiin. Näiden perusteella SKY:n kestoisuusryhmä päätti, minkä laitosten kourut tutkitaan tarkemmin. Kaikista tarkemmin tutkituista kouruista valmistettiin kolme metallografista poikkileikkausnäytettä, yksi kourun pohjalta, yksi kourun seinämältä ja yksi kourun jättöpäästä. Säröjen syvyydet ja sijainnit, materiaalien mikrorakenne sekä havaittujen sisäpuolisten kerrostumien paksuudet määritettiin. Tarvittaessa kerrostumia analysoitiin tarkemmin pyyhkäisyelektronimikroskoopilla (SEM) sekä siihen liitetyllä energiadispersiivisellä röntgenanalysaattorilla (EDX). Kovuudet määritettiin valituista poikkileikkausnäytteistä Vickers yksiköissä.

## 3. Tulokset

VTT:lle toimitettiin tutkimukseen sulakouruja 10 eri laitokselta, joista tarkemmin päätettiin tutkia Kaukopään (SK5 ja SK6), Oulun, Kemin ja Pietarsaaren sulakouruja. Alla kaikkien sulakourujen tulokset laitoskohtaisesti.

#### 3.1 Joutseno

Tutkimuksiin toimitettiin rännit 2 ja 6, tästä eteenpäin nimetty Joutseno 2 ja Joutseno 6 (Kuva 1 ja Kuva 2). Kouruissa oli aiemmin havaittu ongelmia, joiden syyksi määriteltiin liian lämpimän veden aiheuttama säröily. Nyt tutkimuksiin toimitetuilla sulakouruilla oli takanaan vain noin 6 kuukauden ajojakso, minkä takia näissä ränneissä ei havaittu kuin pieniä säröjä sulakourun reunoilla.





Kuva 1. Tutkimuksiin toimitettu sulakouru (Joutseno 2)





Kuva 2. Tutkimuksiin toimitettu sulakouru (Joutseno 6)

# 3.2 Kaukaa

Tarkasteltavaksi toimitettiin rännit 1-6, joista tutkimuksiin valittiin rännit 3 ja 5, tästä eteenpäin Kaukaa 3 ja Kaukaa 5 (Kuva 3 ja Kuva 4). Kaukaalla oli edellisellä ajojaksolla ollut ongelmia suolakourujen kestävyyden kanssa, jonka vuoksi ne on jouduttu vaihtamaan. Näin ollen tutkimuksiin toimitetut sulakourut olivat olleet käytössä vain noin puoli vuotta. Visuaalisessa tarkastuksessa ei havaittu ongelmia sulakouruissa, ainoastaan pientä kulumista jättöpäässä.





Kuva 3. Tutkimuksiin toimitettu sulakouru (Kaukaa 3)





Kuva 4. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Kaukaa 5)

# 3.3 Kemi

Tutkimuksiin toimitettiin sulakourut 3 ja 5, tästä eteenpäin Kemi 3 ja Kemi 5 (Kuva 5 ja Kuva 6). Visuaalisen tarkastuksen aikana kouruissa havaittiin säröjä molempien rännien pohjalla (Kuva 7). Säröily oli voimakkaampaa ja syvempää rännissä 3, jossa sitä havaittiin myös pinnoitetussa päädyssä. Kemi 3 jättöpäädyssä havaittiin myös syöpymää.





Kuva 5. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Kemi 3)





Kuva 6. Tutkimuksiin toimitettu sulakouru (Kemi 5)



Kuva 7. Yksityiskohta Kemi 3 (Kuva 5)

Kemin sulakouruille päätettiin tehdä tarkempi tutkimus. Kemi 3 sulakourun pohjalta tehdystä poikkileikkausnäytteestä havaittiin säröjä sekä syvempiä kuoppia. Säröjen syvyys oli noin 150 - 250 µm. Säröjen sisällä havaittiin oksidi/korroosiotuotetta. Kourun pohjalla sisäpinnalla havaittiin noin 75 µm paksu oksidikerros. Kourun mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen eikä siinä havaittu lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista (Kuva 8 - Kuva 11).





Kuva 8. Kemi 3 poikkileikkaus kourun pohjalta



Kuva 9. Kemi 3 säröjä kourun pohjalla





Kuva 10. Kemi 3 sisäpinnan pohjanäytteen oksidi



Kuva 11. Kemi 3 mikrorakenne kourun pohjalta

Kemi 3 sulakourun seinämältä tehdystä poikkileikkausnäytteestä ei havaittu säröjä. Ulkopinta oli verrattain tasainen ja siinä havaittiin vain paikoitellen korroosiotuote/sulajäämiä. Kourun seinällä sisäpinnalla havaittiin noin 150 µm paksu oksidikerros. Kourun mikrorakenne oli



ferriittis-perliittinen eikä siinä havaittu lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista (Kuva 12 - Kuva 15).



Kuva 12. Kemi 3 poikkileikkaus kourun seinämältä, sisäpinta (vesikierronpuoleinen pinta) alhaalla



Kuva 13. Kemi 3 ulkopintaa seinämältä





Kuva 14. Kemi 3 sisäpinnan oksidi seinämän kohdalta



Kuva 15. Kemi 3 mikrorakenne seinämältä

Kemi 3 sulakourun jättöpäädystä tehdystä poikkileikkausnäytteestä havaittiin syöpymää perusaineelle asti. Syöpymä sisälsi happea, magnesiumia, alumiinia, piitä, rikkiä, klooria, kalsiumia, kromia, mangaania, rautaa ja molybdeenia (Kuva 21). Tällä kohtaa sisäpinnalla



havaittiin noin 160 µm paksu oksidikerros, joka koostui hapesta, fluorista, alumiinista, piistä, rikistä, kloorista, titaanista, mangaanista ja raudasta (Kuva 22). Kourun mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen, ja siinä havaittiin lievää lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista muutosvyöhykkeen ulkopuolella (Kuva 16 - Kuva 20). Jättöpäädyn ulkopinnalla havaittiin ohuehko oksidikerros, joka koostui hapesta, raudasta, natriumista, magnesiumista, alumiinista, piistä, rikistä, kloorista, kalsiumista, kromista, mangaanista, raudasta ja nikkelistä (Kuva 23).



Kuva 16. Kemi 3 sulakourun jättöpään poikkileikkaus





Kuva 17. Kemi 3, kerrostumaa pinnoitteen ja perusaineen rajalla



Kuva 18. Kemi 3, jättöpäädyn sisäpinnan (vesikierronpuoleinen pinta) oksidi





Kuva 19. Kemi 3 jättöpäädyn perusaineen mikrorakenne, muutosvyöhykkeen ulkopuolelta läheltä syöpynyttä kohtaa



Kuva 20. Yksityiskohta Kuva 19



10 µm	Err = WD =	15.00 kV SI	gral A = 5E2 ag = 500 X	Date :20 Jun : 19D5532 iff	2019			6	•	15	50 µr	35535 n
	0	Mg	AI	Si	S	CI	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Мо
1	-	-	-	0,5	-	-	-	15,6	-	35,3	43,5	5,0
2	-	-	-	0,7	0,2	-	-	-	1,3	97,8	-	-
3	34,9	-	-	0,2	2,4	-	0,3	-	-	62,2	-	-
4	40,3	-	-	-	4,1	-	0,4	-	-	55,2	-	-
5	33,7	-	-	-	3,9	-	-	-	-	62,3	-	-
6	31,2	3,2	1,9	2,3	1,3	-	1,2	1,8	2,5	52,9	-	1,6
7	39,1	-	-	-	0,7	-	0,3	-	-	58,2	-	1,8
8	39,3	1,0	8,0	9,4	2,1	2,0	1,3	-	-	36,9	-	-

Kuva 21. Kemi 3 jättöpäädyn syöpymän koostumus (paino-%)

100 mm	EFT = 15.00 M	Sized & SF2				193 9 7 8 7 8	e5635	
I	WD = 10.4 mm	Mag = 100 X	19D5534.bf	VII			· 25	ομm
	0	Al	Si	S	CI	Ti	Mn	Fe
1	-	-	0,4	-	-	-	-	99,6
2	29,4	-	0,5	0,4	-	-	-	69,8
3	21,0	-	-	0,2	-	-	-	78,8
4	31,7	-	0,5	0,9	-	-	-	66,9
5	28,6	-	1,4	-	0,5	-	-	69,5
6	29,7	-	1,8	-	0,5	-	-	68,0
7	29,4	0,2	0,6	-	-	-	-	69,8
8	29,7	-	0,7	-	-	2,9	1,2	65,4
9	25,2	-	-	-	-	-	-	74,8

Kuva 22. Kemi 3 jättöpäädyn sisäpinnan oksidikerroksen koostumus (paino -%)



20 µm EHT = 15.00 kV Signil A = 5E2 Date = 20 4ka 2019 VIII   WD = 10.4 mm Mag = 600 X 1905633.8f VIIII   O F Na Mg AI Si Si   1 - - - 0.44 -								Xr				15	et 50 µm	5535
	0	F	Na	Mg	AI	Si	S	CI	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Мо
1	-	-	-	-	-	0,4	-	-	-	15,4	0,9	32,6	44,9	5,9
2	55,4	-	0,9	2,3	1,1	0,7	1,9	-	29,6	-	2,1	2,3	3,6	-
3	55,7	-	-	1,8	11,0	9,2	-	1,3	18,2	-	-	2,9	-	-
4	8,4	1,5	-	2,9	0,7	1,3	5,2	-	1,5	14,9	3,0	25,7	35,0	-

Kuva 23. Kemi 3 jättöpäädyn ulkopinnan oksidikerroksen koostumus (paino -%)

Kemi 5 sulakourun pohjalta tehdystä poikkileikkausnäytteestä havaittiin säröjä. Yksi yksittäinen noin 300 µm sekä pienempiä, joiden syvyys oli noin 50 - 100 µm. Säröjä oli harvemmassa kuin Kemi 3 sularännin pohjalla. Säröjen sisällä havaittiin oksidi/korroosiotuotetta. Kourun pohjalla sisäpinnalla havaittiin noin 75 µm paksu oksidikerros. Kourun mikrorakenne oli ferriittisperliittinen eikä siinä havaittu lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista (Kuva 24 - Kuva 27).



Kuva 24. Kemi 5 poikkileikkaus kourun pohjalta, sisäpinta (vesikierronpuoleinen pinta) alhaalla





Kuva 25. Kemi 5 särö kourun pohjan ulkopinnalla



Kuva 26. Kemi 5 särö kourun pohjan sisäpinta (vesikierron puoleinen pinta)





Kuva 27. Kemi 5 mikrorakenne kourun pohjalta

Kemi 5 sulakourun seinältä tehdystä poikkileikkausnäytteestä ei havaittu säröjä. Ulkopinta oli tasainen ja siinä havaittiin paikoitellen sulajäämiä. Pohjalla sisäpinnalla havaittiin noin 50 µm paksu oksidikerros. Kourun mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen eikä siinä ollut havaittavissa lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista (Kuva 28 - Kuva 31).



Kuva 28. Kemi 5 poikkileikkaus seinämältä, kourun sisäpinta (vesikierron puoleinen pinta) alhaalla





Kuva 29. Kemi 5 seinämän ulkopinta



Kuva 30. Kemi 5 seinämän sisäpinnan (vesikierron puoleinen pinta) oksidi





Kuva 31. Kemi 5 mikrorakenne kourun seinämältä

Kemi 5 sulakourun jättöpäädystä tehdystä poikkileikkausnäytteestä ei havaittu kuoppamaista syöpymää. Ulkopinta oli hyvin tasainen ja sen pinnalla oli vain paikoitellen ohut oksidi/korroosiotuote kerros, joka sisälsi happea, fluoria, natriumia, magnesiumia, alumiinia, piitä, rikkiä, kaliumia, kalsiumia, kromia, rautaa, nikkeliä ja molybdeenia (Kuva 36) Tällä kohden sisäpinnalla havaittiin noin 80 µm paksu oksidikerros, joka koostui hapesta, rikistä, mangaanista ja raudasta (Kuva 37). Kourun mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen, eikä siinä havaittu lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista muutosvyöhykkeen ulkopuolella (Kuva 32 - Kuva 35).





Kuva 32. Kemi 5 jättöpäädyn poikkileikkaus



Kuva 33. Kemi 5 jättöpäädyn ulkopinta





Kuva 34. Kemi 5 jättöpäädyn sisäpinnan oksidi



Kuva 35. Kemi 5 jättöpäädyn mikrorakenne





Kuva 36. Kemi 5 jättöpäädyn ulkopinnan oksidikerroksen koostumus (paino-%)



Kuva 37. Kemi 5 sisäpinnan oksidikerroksen koostumus (paino -%)

Kemiallisten analyysien lisäksi Kemi 5 sulakourun jättöpään poikkileikkauksesta määritettiin kovuudet perusaineelle oli 188±12 HV10 ja pinnoitteelle 154±5 HV10, muutosvyöhykkeellä taitekohdassa kovuus oli selvästi suurempi, 213±13 HV10 (Kuva 38).





Kuva 38. Kovuusmittauksien kohdat Kemi5 sulakourulle

# 3.4 Kotkamills

Tutkimuksiin toimitettiin oikea ja vasen ränni, tästä eteenpäin Kotkamills oikea ja Kotkamills vasen (Kuva 39 ja Kuva 40). Vasemmasta rännistä oli irrotettu pala ennen toimitusta. Visuaalisessa tarkastuksessa molemmissa kouruissa havaittiin säröjä.





Kuva 39. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Kotkamills oikea)



# ASIAKASRAPORTTI VTT-CR-DRAFT-19 29 (88)



Kuva 40. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Kotkamills vasen)



# 3.5 Oulu

Tutkimuksiin toimitettiin rännit 1 ja 4, tästä lähtien Oulu 1 ja Oulu 4 (Kuva 41 ja Kuva 42). Visuaalisessa tarkastuksessa havaittiin kourussa Oulu 4 säröjä seinämillä ja kourussa Oulu 1 jättöpäässä syöpymää.



Kuva 41. Tutkimuksiin toimitettu sulakouru, Oulu 1





Kuva 42. Tutkimuksiin toimitettu sulakouru, Oulu 4

Oulun sulakouruille tehtiin tarkempi tutkimus. Oulu 1 sulakourun pohjan poikkileikkaus ja mikrorakennekuvat on esitetty Kuva 43 - Kuva 45. Kourun pohjalla mikrorakenne oli ferriittisperliittinen eikä siinä havaittu lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista. Oksidikerrosta ei kourun pohjalla oli <20  $\mu$ m paksu ja pinnoite-perusainerajapinnalla oli havaittavissa noin 140  $\mu$ m paksuinen hiilenkatokerros.





Kuva 43. Oulu 1 poikkileikkaus kourun pohjalta, sisäpinta (vesikierron puoleinen pinta) alhaalla



Kuva 44. Oulu 1 perusaineen mikrorakenne kourun pohjalta





Kuva 45. Oulu 1 pinnoite-perusainerajapinta kourun pohjalla

Oulu 1 sulakourun seinältä tehdystä poikkileikkausnäytteestä ei havaittu säröjä. Ulkopinta oli tasainen ja siinä havaittiin paikoitellen sulajäämiä. Sisäpinnalla (vesipiirin puoleisella pinnalla) havaittiin noin 220 µm paksu oksidikerros. Pinnoite-perusaine rajapinnalla havaittiin noin 80 µm paksu hiilenkatokerros. Kourun mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen eikä siinä ollut havaittavissa lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista (Kuva 46 - Kuva 49)



Kuva 46. Oulu 1 seinämän poikkileikkaus, vesipiirin puoleinen (sisäpinta) alhaalla





Kuva 47. Oulu 1 sisäpinnan (vesipiirin puolinen pinta) oksidikerros kourun seinämällä



Kuva 48. Oulu 1, pinnoite-perusainerajapinta kourun seinämällä




Kuva 49. Oulu 1, perusaineen mikrorakenne kourun seinämältä

Oulu 1 sulakourun jättöpäädystä tehdystä poikkileikkausnäytteessä havaittiin suuri kuoppamainen syöpymä. Syöpymäkuopan havaittiin yltävän reilusti perusaineen puolelle ja perusaineen pinnalla havaittiin paikoitellen paksuhkoa kerrostumaa, joka sisälsi rikkiä, magnesiumia ja natriumia, normaaleiden teräksen hapettumistuotteiden lisäksi. Pinnoitteen ulkopinta oli hyvin tasainen ja kuopassa pinnoitteen pinnalla oli vain paikoitellen pieniä korroosiotuotekerroksia, joka sisälsi magnesiumia, rikkiä, kaliumia, kalsiumia ja klooria, teräksen normaalien hapettumistuotteiden lisäksi. Tällä kohden sisäpinnalla (vesipiirin puolella) havaittiin noin 260 µm paksu oksidikerros, joka sisälsi normaalien teräksen hapettumistuotteiden lisäksi pieniä määriä rikkiä. Jättöpäädyssä kourun perusaineen mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen, eikä siinä havaittu lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista muutosvyöhykkeen ulkopuolella (Kuva 50-Kuva 57).

Kemiallisten analyysien lisäksi Oulu 1 sulakourun jättöpään poikkileikkauksesta määritettiin perusaineen kovuudeksi 206±15 HV10 ja pinnoitteen 140±14 HV10.





Kuva 50. Oulu1, jättöpäädyn poikkileikkaus



Kuva 51. Yksityiskohta Kuva 50





Kuva 52. Oulu1, jättöpäädyn syöpymäkuopan pohjalta



Kuva 53. Oulu1, jättöpäädyn syöpymäkuopasta kerrostumaa pinnoitteen päällä





Kuva 54. Oulu 1, jättöpäädyn perusaineen mikrorakenne

10 µm EHT = 15.00 kV Signel A = SE2 Date 20 Jun 2018   WD = 10.0 mm Kag = 500 X Date 20 Jun 2018 VIIII												
	0	Na	Mg	Si	S	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb	
1	-	-	-	-	-	0,4	19,9	3,0	5,9	68,1	2,7	
2	-	-	-	0,2	-	-	-	1,1	98,7	-	-	
3	24,8	-	-	0,4	1,2	-	-	-	73,6	-	-	
4	25,9	-	-	0,3	16,1	-	0,7	-	57,0	-	-	
5	33,9	1,0	-	-	4,8	-	-	-	60,3	-	-	
6	36,0	-	-	-	1,3	-	-	-	62,8	-	-	
7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
8	33,0	-	-	-	2,2	-	1,2	-	59,1	4,5	-	
9	27,5	-	0,7	0,4	3,0	-	2,2	-	54,1	12,0	-	
10	27,0	-	-	-	1,3	-	-	-	71,8	-	-	

Kuva 55. Oulu 1 jättöpäädyn syöpymäkuopan kerrostuman koostumus (paino-%)





Kuva 56. Oulu 1, jättöpäädyn syöpymäkuopan pinnoiteosan kerrostuman koostumus (paino-%)



Kuva 57. Oulu 1, jättöpäädyn sisäpinnan oksidikerroksen koostumus (paino-%)

Oulu 4 sulakourun pohjalta tehdystä poikkileikkausnäytteestä ei havaittu säröjä. Ulkopinta oli tasainen ja siinä havaittiin paikoitellen sulajäämiä. Vesikierron puoleisella pinnalla (sisäpinta) ei havaittu merkittävää oksidikerrosta. Pinnoite-perusainerajapinnalla havaittiin noin 120 µm paksu hiilenkatokerros. Kourun mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen eikä siinä ollut havaittavissa lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista (Kuva 58 - Kuva 61).





Kuva 58. Oulu 4, kourun pohjan poikkileikkaus, sisäpinta alhaalla



Kuva 59. Oulu 4, sisäpinta (vesipiirin puoleinen pinta) kourun pohjalla





Kuva 60. Oulu 4, pinnoite-perusainerajapinta kourun pohjalla



Kuva 61. Oulu 4, perusaineen mikrorakenne kourun pohjalla

Oulu 4 sulakourun seinämältä tehdystä poikkileikkausnäytteestä havaittiin useita säröjä, joista pisimmät ulottuivat pinnoitteen läpi perusaineeseen. Syvimpien, perusaineeseen ulottuvien säröjen syvyys oli yli 2100 µm. Pisimmissä säröissä oli havaittavissa sivusäröjä ja



oksidi/korroosiotuote perusaineen puolella. Kourun sisäpinnalla oli yhtenäinen noin 120 µm paksu oksidi kerros, minkä lisäksi paikoitellen oli jopa noin 350 µm syviä korroosiokuoppia. Pinnoite-perusaine rajapinnassa havaittiin noin 120 µm paksu hiilenkatokerros. Kourun mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen eikä siinä havaittu lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista (Kuva 62 - Kuva 65).



Kuva 62. Oulu 4, seinämän poikkileikkaus. Sisäpinta (vesikierron puoleinen pinta) alhaalla



Kuva 63. Oulu 4, särön eteneminen perusaineeseen (syövyte tulvii, otetaan uusi kuva)





Kuva 64. Oulu 4, sisäpinta kourun seinämällä (syövyte tulvii, otetaan uusi kuva)



Kuva 65. Oulu 4, perusaineen mikrorakenne kourun seinämällä

Oulu 4 kourun jättöpäädyssä ei havaittu syöpymäkuoppia. Pinnoitteen ja perusaineen välillä havaittiin jyrkimmän taitteen kohdalla valmistuksen aikaista liitoksen puutetta. Pinnoitteen



puolella ei havaittu ollenkaan oksidia/kerrostumaa ja kourun vesipiirin puolella (sisäpinnalla) havaittiin paikoitelle jopa noin 430 µm paksu oksidi, joka sisälsi teräkselle tyypillisten hapettumistuotteiden lisäksi pieniä määriä rikkiä ja klooria. Kourun mikrorakenne oli ferriittisperliittinen eikä siinä havaittu lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista (Kuva 66 - Kuva 69).



Kuva 66. Oulu 4, jättöpäädyn poikkileikkaus





Kuva 67. Yksityiskohta Kuva 66





Kuva 68. Oulu 4, sisäpinnan oksidi, jättöpäädyn kohdalla



Kuva 69. Oulu 4, jättöpäädyn sisäpinnan oksidikerroksen koostumus (paino-%)

#### 3.6 Pietarsaari

Tutkimuksiin toimitettiin kaksi käytössä ollutta ränniä (Pietarsaari X ja Pietarsaari Y) ja yksi uusi ränni (Kuva 70, Kuva 71 ja Kuva 72). Kourujen vaihtoväli on 1,5 vuotta. Aikaisemman käytön aikana rännien suuaukko oli syöpynyt kaksi kertaa peräkkäin seisokin välissä.



Syöpymien syyksi löydettiin liuottajan liian korkea pinta, jonka vuoksi rännien pääty pinnoitettiin. Alun kahden vuoden ajoajasta huolimatta, 14 vuoden aikana ongelmia on ollut kaksi kertaa. Visuaalisessa tarkastuksessa käytössä olleessa kourussa Pietarsaari X havaittiin säröjä.



Kuva 70. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Pietarsaari X)





Kuva 71. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Pietarsaari Y)





Kuva 72. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Pietarsaari uusi)

Pietarsaari X sulakourun pohjalta tehdystä poikkileikkausnäytteestä ei havaittu säröjä. Ulkopinta oli tasainen ja siinä havaittiin paikoitellen sulajäämiä. Vesikierron puoleisella pinnalla (sisäpinta) havaittiin yhtenäinen noin 40 µm paksu oksidikerros sekä noin 220 µm syviä syöpymäkuoppia. Pinnoite-perusainerajapinnalla havaittiin noin 95 µm paksu hiilenkatokerros. Kourun mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen eikä siinä ollut havaittavissa lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista (Kuva 73- Kuva 76).



Kuva 73. Pietarsaari X, kourun pohjan poikkileikkaus





Kuva 74. Pietarsaari X, sisäpinta (vesipiirin puoleinen pinta) kourun pohjalla



Kuva 75. Pietarsaari X, pinnoite-perusainerajapinta kourun pohjalta





Kuva 76. Pietarsaari X, mikrorakenne kourun pohjalta

Pietarsaari X sulakourun seinämältä tehdystä poikkileikkausnäytteestä havaittiin useita säröjä, joista pisimmät ulottuivat pinnoitteen läpi perusaineeseen. Syvimpien, perusaineeseen ulottuvien säröjen syvyys oli yli 3000 µm. Osassa pisimmissä säröissä oli havaittavissa sivusäröjä, ja osassa perusaine oli alkanut syöpyä pinnoitteen. Kourun sisäpinnalla ei havaittu yhtenäistä oksidikerrosta, mutta paikallisia oksidi saarekkeita ja noin 60 µm syviä korroosiokuoppia. Pinnoite-perusainerajapinnassa havaittiin noin 110 µm paksu hiilenkatokerros. Kourun mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen eikä siinä havaittu lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista (Kuva 77 - Kuva 81).



Kuva 77. Pietarsaari X, kourun seinämän poikkileikkaus





Kuva 78. Pietarsaari X, särön eteneminen perusaineessa kourun seinämällä



Kuva 79. Pietarsaari X, särön eteneminen perusaineessa kourun seinämällä





Kuva 80. Pietarsaari X, sisäpinnan oksidikerros kourun seinämällä



Kuva 81. Pietarsaari X, perusaineen mikrorakenne kourun seinämällä

Pietarsaari Y sulakourun pohjalta tehdystä poikkileikkausnäytteestä ei havaittu säröjä. Ulkopinta oli tasainen ja siinä havaittiin paikoitellen sulajäämiä. Vesikierron puoleisella pinnalla



(sisäpinta) havaittiin yhtenäinen alle 20 µm paksu oksidikerros sekä paikoitellen noin 200 µm syviä syöpymäkuoppia. Pinnoitteen aiheuttama muutosvyöhyke oli noin 900 µm paksu ja sen jälkeen kourun perusaineen mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen eikä siinä ollut havaittavissa lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista (Kuva 82-Kuva 86). Otetaan vielä paremmat kuvat rajapinnasta, niin että syövytetään myös pinnoite.



Kuva 82. Pietarsaari Y, kourun pohjan poikkileikkaus. Sisäpinta (vesikierron puoleinen pinta) alhaalla



Kuva 83. Pietarsaari Y, muutosvyöhyke





Kuva 84. Pietarsaari Y muutosvyöhyke



Kuva 85. Pietarsaari Y, sisäpinnan oksidi kourun pohjan kohdalta





Kuva 86. Pietarsaari Y, perusaineen mikrorakenne kourun pohjalta (pitää ottaa uusi kuva, tämä osittain muutosvyöhykkeeltä)

Pietarsaari Y sulakourun seinämältä tehdystä poikkileikkausnäytteestä havaittiin satunnaisia säröjä, jotka eivät ulottuneet perusaineeseen. Useimmat säröistä olivat lyhyitä noin 150 µm, ja yksi pidempi noin 1,8 mm. Osassa pisimmissä säröissä oli havaittavissa sivusäröjä, ja osassa perusaine oli alkanut syöpyä pinnoitteen. Kourun sisäpinnalla oli alle 20 µm paksu yhtenäinen oksidikerros, jonka lisäksi havaittiin hieman paksumpia oksidisaarekkeita ja noin 40 - 60 µm syviä korroosiokuoppia. Muutosvyöhykkeen paksuus vaihteli myös seinämällä noin 900 - 1050 µm välillä. Kourun perusaineen mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen eikä siinä havaittu lämpökuorman aiheuttamaa rakenteen hajaantumista (Kuva 87 - Kuva 91).



Kuva 87. Pietarsaari Y, poikkileikkaus kourun seinämältä. Sisäpinta (vesikierron puoleinen pinta) alhaalla





Kuva 88. Pietarsaari Y, särön kasvua pinnoitteessa kourun seinämällä



Kuva 89. Pietarsaari Y, sisäpinnan oksidi kourun seinämällä





Kuva 90. Pietarsaari Y, muutosvyöhyke kourun seinämällä



Kuva 91. Pietarsaari Y, perusaineen mikrorakenne kourun seinämällä

Pietarsaaren uuden sulakourun pohjalta tehdystä poikkileikkausnäytteestä ei havaittu säröjä. Ulkopinta oli tasainen ja siinä havaittiin paikoitellen sulajäämiä. Vesikierron puoleisella pinnalla



(sisäpinta) havaittiin yksittäisiä noin 50 µm paksuja oksidisaarekkeita. Pinnoiteperusainerajapinta yli tiivis ja yhtenäinen, ja perusaineen puolella havaittiin tyypillinen noin 95 µm paksu hiilenkatokerros. Kourun perusaineen mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen (Kuva 92 - Kuva 95).



Kuva 92. Pietarsaaren uuden sulakourun poikkileikkaus. Sisäpinta (vesikierron puoleinen pinta) alhaalla





Kuva 93. Pietarsaaren uuden sulakourun sisäpinta pohjalta



Kuva 94. Pietarsaaren uuden sulakourun pinnoite-perusaineenrajapinta kourun pohjalta





Kuva 95. Pietarsaaren uuden rännin perusaineen mikrorakenne kourun pohjalla

Pietarsaaren uuden sulakourun seinämältä tehdystä poikkileikkausnäytteestä havaittiin tiivis pinnoite, joka oli hyvin kiinnittynyt perusaineeseen poikkileikkauksen kohdalta. Kourun sisäpinnalla ei havaittu yhtenäistä oksidikerrosta, ainoastaan pientä valmistuksen aiheuttamaa epätasaisuutta. Pinnoite-perusainerajapinnassa havaittiin noin 110 µm paksu hiilenkatokerros. Kourun perusaineen mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen (Kuva 96 - Kuva 99).



Kuva 96. Pietarsaaren uuden sulakourun poikkileikkaus seinämältä





Kuva 97. Pietarsaaren uuden sulakourun sisäpinta (vesikierron puoleisella pinta)



Kuva 98. Pietarsaaren uuden rännin pinnoite-perusainerajapinta kourun seinämältä





Kuva 99. Pietarsaaren uuden sulakourun perusaineen mikrorakenne kourun seinämältä

#### 3.7 Sunila

Sunilasta tutkimuksiin toimitettiin kaksi ränniä, SK10:stä ja SK11:sta, tästä eteenpäin Sunila SK10 ja Sunila SK11 (Kuva 100 ja Kuva 101). Visuaalisessa tarkastuksessa havaittiin syöpymiä Sunila SK11:n jättöpäässä.





Kuva 100. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Sunila SK10)





Kuva 101. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Sunila SK11)

# 3.8 Veitsiluoto

Veitsiluodosta tutkimuksiin toimitettiin rännit 1 ja 3, tästä eteenpäin Veitsiluoto 1 ja Veitsiluoto 3 (Kuva 102 ja Kuva 103). Visuaalisessa tarkastuksessa rännien kouruissa havaittiin säröjä.





Kuva 102. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Veitsiluoto 1)





Kuva 103. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Veitsiluoto 3)

# 3.9 Äänekoski

Äänekoskelta tutkimuksiin toimitettiin rännit 5, 6 ja 7, tästä lähtien Äänekoski 5, Äänekoski 6 ja Äänekoski 7 (Kuva 104, Kuva 105 ja Kuva 106). Sulakouruissa oli hitsauspinnoite jättöpäädyssä, mutta se puuttui kouruosalta. Kaikkien kourujen jättöpäädyissä havaittiin



syöpymiä. Tämän lisäksi tulpatussa kourussa Äänekoski 6, havaittiin säröjä kourun pohjalla lähellä jättöpäätyä.



Kuva 104. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Äänekoski 5)



### ASIAKASRAPORTTI VTT-CR-DRAFT-19 69 (88)



Kuva 105. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Äänekoski 6)



### ASIAKASRAPORTTI VTT-CR-DRAFT-19 70 (88)



Kuva 106. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Äänekoski 7)


# 3.10 Kaukopää

Kaukopäästä tutkimuksiin toimitettiin kaksi ränniä yksi SK5:lta ja yksi SK6:lta, tästä lähtien Kaukopää SK5 ja Kaukopää SK6 (Kuva 108). Kaukopää SK5:ssä havaittiin kourun seinämillä pieniä säröjä. Kaukopää SK6:ssa havaittiin jättöpäädyssä syöpymiä. Poikkileikkausnäytteet valmistettiin edustavilta kohdilta (Kuva 109 ja Kuva 110).



Kuva 107. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Kaukopää SK5)



# ASIAKASRAPORTTI VTT-CR-DRAFT-19 72 (88)



Kuva 108. Tutkimuksiin toimitettu ränni (Kaukopää SK6)





Kuva 109. Kaukopää SK5, näytteidenottokohdat merkitty



Kuva 110. Kaukopää SK6, näytteidenottokohdat merkitty

Koukopää SK5 pohjalta tehdyssä poikkileikkausnäytteessä havaittiin pinnoitteen puolella noin 55 µm matkalla karbideja raerajoilla. Pinnoitteen ulkopinta oli verrattain tasainen ja siinä havaittiin vain hyvin matalia pieniä säröjä. Pojan sisäpinnalla ei havaittu merkittävää oksidikerrosta. Mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen (joskin perliitti-alueita oli verrattain vähän viitaten niukkahiiliseen seokseen) eikä siinä havaittu mikrorakenteen hajaantumista (Kuva 111 - Kuva 114).





Kuva 111. Kaukopää SK5 poikkileikkaus sulakourun pohjalta, pinnoite syövytetty





Kuva 112. Yksityiskohta Kuva 111



Kuva 113. Kaukopää SK5, ulkopinta kourun pohjalta, syövyttämätön näyte





Kuva 114. Kaukopää SK5, perusaineen mikrorakenne kourun pohjalla

Kaukopää SK5 seinämältä tehdyssä poikkileikkausnäytteessä havaittiin pinnoitteen puolella noin 55 µm matkalla karbideja raerajoilla. Pinnoitteen ulkopinta oli verrattain tasainen ja siinä havaittiin vain hyvin matalia pieniä säröjä. Seinämän sisäpinnalla (vesikierron puoleisella pinnalla) havaittiin ohut < 10 µm yhtenäinen oksidikerros, ja lisäksi satunnaisia noin 75 µm paksuja oksidisaarekkeita. Mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen (joskin perliittialueita oli verrattain vähän viitaten niukkahiiliseen seokseen) eikä siinä havaittu mikrorakeen hajaantumista (Kuva 115 - Kuva 119).





Kuva 115. Kaukopää SK5, poikkileikkaus kourun seinämältä, pinnoite ylhäällä syövytetty



Kuva 116. Yksityiskohta Kuva 115





Kuva 117. Kaukopää SK5, kourun ulkopinta seinämän kohdalla



Kuva 118. Kaukopää SK5, sisäpinnan (vesikierron puoleinen pinta) oksidi





Kuva 119. Kaukopää SK5, perusaineen mikrorakenne kourun seinämältä

Kaukopään SK5 kourun jättöpään poikkileikkauksessa ei havaittu syöpymä kuoppia. Pinnoitteen ja perusaineen liitoksessa havaittiin tiukimmassa mutkakohdassa pari aluetta, jossa pinnoite ei ollut tarttunut perusaineeseen kiinni, liitoksen muuten ollessa tiivis ja yhtenäinen. Sisäpinnalla (vesikierron puoleisella pinnalla) ei havaittu merkittävää oksidia, ja ulkopinta oli sileä. Mikrorakenne perusaineessa oli ferriittis-perliittinen eikä siinä havaittu mikrorakenteen hajaantumista (Kuva 120 ja Kuva 121).





Kuva 120. Kaukopää SK5, sulakourun jättöpään poikkileikkaus, perusaine syövytetty





Kuva 121. Yksityiskohta Kuva 120

Kaukopää SK6 pohjalta tehdyssä poikkileikkausnäytteessä havaittiin ulkopinnalla suolakerrostumia sekä hyvin pieniä matalia säröjä. Pohjan sisäpinnalla havaittiin <20 µm paksu yhtenäinen oksidi sekä laajoja noin 100 µm paksuja oksidisaarekkeita. Mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen eikä siinä havaittu mikrorakeen hajaantumista (Kuva 122 - Kuva 125).





Kuva 122. Kaukopää SK6, ulkopinnan kerrostumaa kourun pohjalla



Kuva 123. Kaukopää SK6, ulkopinnan kerrostumaa kourun pohjalla, syövyttämätön näyte





Kuva 124. Kaukopää SK6, sisäpinnan (vesikierronpuoleinen pinta) oksidi kourun pohjalla



Kuva 125. Kaukopää SK6, mikrorakenne kourun pohjalla

Kaukopää SK6 seinämältä tehdyssä poikkileikkausnäytteessä havaittiin ulkopinnalla suolakerrostumia, säröjä ei havaittu poikkileikkauksen alueella. Pohjan sisäpinnalla havaittiin



noin 30 µm paksu yhtenäinen oksidi sekä laajoja noin 120 µm paksuja oksidisaarekkeita. Mikrorakenne oli ferriittis-perliittinen eikä siinä havaittu mikrorakeen hajaantumista (Kuva 126 - Kuva 128).



Kuva 126. Kaukopää SK6, ulkopinta kourun seinämällä, syövyttämätön näyte





Kuva 127. Kaukopää SK6, sisäpinnan (vesikierron puoleinen pinta) oksidi kourun seinämältä



Kuva 128. Kaukopää SK6, mikrorakenne kourun seinämältä

Kaukopää SK6:n jättöpään poikkileikkauksessa havaittiin suuri syöpymäkuoppa, joka ulottui syvälle pinnoitteen alle perusaineeseen. Pinnoitteen pinnalla ei havaittu jäämiä kerrostumista,



mutta kuopan pohjalla perusaineen pinnalla havaittiin paksuhkoja kerrostumia, jotka sisälsivät rautaoksidin lisäksi pieniä määriä rikkiä. Mikrorakenne perusaineessa muutosvyöhykkeen ulkopuolella oli ferriittis-perliittinen eikä siinä havaittu merkkejä hajaantumisesta (Kuva 129 - Kuva 131).



Kuva 129. Kaukopää SK6 jättöpään poikkileikkaus





Kuva 130. Kaukopää SK6, kerrostumaa jättöpään syöpymäkuopan pohjalla



Kuva 131. Kaukopää SK6, jättöpään syöpymässä olevan kerrostuman koostumus (paino-%)



# 4. Johtopäätökset ja yhteenveto

Tutkimuksen tavoitteena on selvittää soodakattiloiden sularännien turvallinen ajotavasta riippuva käyttöaika, sillä sulakourut eivät ole usealla laitoksella kestäneet suositeltua yhden vuoden ajojaksoa.

Kouruissa havaitut säröt - termistä väsymistä, korroosion kiihdyttämää. Sisäpinnan kerrostumat nostavat materiaalilämpötilaa, jonka vuoksi materiaali heikkenee ajan myötä. Säröily näyttää riippuvan käytetystä kuormasta sekä rännimateriaalista.

Jättöpäädyt - sulapyörteet & liuottajan hönkä, päädyn muodolla iso vaikutus, materiaalilla myös (siksi pinnoitetut), paksut sisäpinnankerrostumat

Liite 2

Materiaalisuosituksen päivitys: Putken kuorinta ja S0-linjaus – alustava raportti



Luottamuksellinen Versio 1.0

# Kompound putken pinnoitehitsin tunkeuman vaikutus päittäishitsin mekaanisiin ominaisuuksiin



#### VERSIOHISTORIA

Versio	tila	pvm	tekijä	selite	katselmointi
1.0	Hyväksytty	1.5.2019	Timo Kauppi	Muokattu asiakkaan kommenttien perusteella	-
0.3	Luonnos	17.4.2019	Timo Kauppi	Dokumentti lähetetty asiakkaalle katselmoitavaksi	asap
0.2	Luonnos	15.4.2019	Timo Kauppi	Dokumenttia täydennetty Tampereella 4.4.2019 pidetyn palaverin kommenttien perusteella	
0.1	Luonnos	20.3.2019	Timo Kauppi	dokumentti luotu	-



# SISÄLLYSLUETTELO

1	JOHD	ANTO1
2	KOEM	ATERIAALIT JA MENETELMÄT2
2.1	1 Ko	mpound putket2
	2.1.1	Sandvik 4L72
	2.1.2	Sandvik 3R123
	2.1.3	Sanicro 384
2.2	2 Hit	sauslisäaineet5
	2.2.1	OK Tigrod 13.095
	2.2.2	OK 67.60
	2.2.3	NICRO 31/276
2.1	1 Ko	ehitsaukset7
2.2	2 Te	staus8
	2.2.1	Korotetun lämpötilan vetokokeet8
	2.2.2	Iskukokeet8
	2.2.3	Kovuusmittaukset9
	2.2.4	Tunkeuma9
	2.2.5	Mikrorakenne10
	2.2.6	Hitsin ferriittipitoisuus10
	2.2.7	Hitsiaineen kemiallinen koostumus10
2.3	3 Te	stauksen laadunvarmistus11



TEKNINEN RAPORTTI 2019-05-01

3 3.1 Venymisraja korotetuissa lämpötiloissa .....12 Iskuenergia ......12 3.2 3.3 3.4 Tunkeuman syvyys.....14 3.5 Hitsin ferriittipitoisuus......14 4 4.1 Kemiallinen koostumus......15 4.2 Korotetun lämpötilan venymisraja .....15 4.3 16 Kovuudet......17 4.4 4.5 Pinnoitteen hitsin tunkeuma ......17 4.1 4.2 4.3 5 5.1 Hitsin lujuuteen ja sitkeyteen vaikuttavat tekijät......25 5.2 5.3 5.4 5.5 5.6 

University of Oulu, materials and mechanical engineering research unit, Pentti Kaiterankatu 1, Linnanmaa

Timo Kauppi, IWE, TkL



	-	TEKNINEN RAPORTTI	Luottamuksellinen
Tir	no Kauppi, IWE, TkL	2019-05-01	Versio 1.0
6	JOHTOPÄÄTÖKSET		
7	LÄHDELUETTELO		40



# 1 JOHDANTO

Tässä teknisessä raportissa käydään läpi kompound putkille tehtyjen hitsauskokeiden tulokset ja niiden analysointi. Tutkimuksen tavoitteena oli selvittää täyttyvätkö standardin SEF-EN 12952-6:2011 liitteen A vaatimukset, kun kompound putken päittäishitsissä pinnoitteen hitsi tunkeutuu ferriittiseen painetta kantavaan sisäosaan.

Tutkimus tehtiin aikavälillä 1.1. – 30.4.2019. Tutkimuksen päätoteuttajana toimi Oulun yliopiston Materiaali- ja konetekniikan tutkimusyksikkö. Koehitsaukset tehtiin Nordic Power Service Oy:n toimesta Varkaudessa. Tutkimuksen tilaaja oli Suomen Soodakattilayhdistys ry.



# 2 KOEMATERIAALIT JA MENETELMÄT

# 2.1 Kompound putket

Projektissa tutkittiin kahden tyyppisen komposiittiputken jatkohitsien ominaisuuksia. Komposiittiputkien materiaalit olivat: 1. Sandvik 3R12 ja Sandvik 4L7 ja 2. Sanicro 38 ja Sandvik 4L7.

## 2.1.1 Sandvik 4L7

Molemmissa putkissa oleva ferriittinen painetta kantava osa Sandvik 4L7 teräs vastaa saumatonta painelaiteteräsputkea P265GH (EN 1.0425). Se on yleisesti käytetty seostamaton saumaton painelaiteteräsputki, jonka tekniset toimitusehdot on määritelty standardissa SFS-EN 10216-2:2014. Teräs on teknisen raportin CEN ISO/TR 15608:2017 ryhmittelyn mukaisesti ryhmään 1.1 kuuluva. Standardin mukainen kemiallinen koostumus on annettu taulukossa 2.1, mekaaniset ominaisuudet taulukossa 2.2 ja venymisrajan R<sub>p0.2</sub> vähimmäisvaatimukset korotetuissa lämpötiloissa taulukossa 2.3.

Taulukko 2.1 – Saumattoman	P265GH painelaiteteräsputken	kemiallinen koostumus.
(SFS-EN 10216-2 2014, 24)		

Teräs	laji	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Мо	Ni	Altot	Cu	Nb	Ti max	V	Cr+Cu+Mo+
Nimike	Numero- tunnus				max	max					a				Ni
P265GH	1.0425	≤ 0.20	≤ 0.40	≤ 1.40	≤ 0.025	≤ 0.010	≤ 0.30	≤ 0.08	≤ 0.30	≥ 0.020	≤ 0.30	≤ 0.020	0.04	≤ 0.02	≤ 0.70
Sandvik 4L7	1.0425	≤ 0.20	0.3	0.7	≤ 0.025	≤ 0.020	-	-	-	-	-	-		-	-

Taulukko 2.2 - Saumattoman P265GH painelaiteteräsputken mekaaniset ominaisuudet. (SFS-EN 10216-2 2014, 30)

Terä	islaji		Lujuusominaisuudet huoneenlämpötilassa										), b)
Nimike	Numero tunnus	Ylempi myötör tai Rp0,2 seini	aja tai ve imänpaks	enymisraja suudella T	ReH min.	Murtoluju us Rm	Murtov min. 9	enymä A %a), h)	Ke vähin	eskimää tään KV	räinen i ⁄h)Jlä 2	skuener mpötilas	rgia sa °C
		T ≤ 16	16 < T≤ 40	40 < T≤ 60	60 < T≤ 100		I	t		Т		1	t
		MPa	MPa	MPa	MPa	MPa			20	0	-10	20	0
P265GH	1.0425	265	255	245		410570	23	21	-	40	28	-	27



Taulukko 2.3 - Saumattoman P265GH painelaiteteräsputken venymisrajan  $R_{p0.2}$  vähimmäisarvot korotetuissa lämpötiloissa. (SFS-EN 10216-2 2014, 32)

Teräs	slaji	Т	Venyn	Venymisrajan Rp0,2 vähimmäisarvot MPa lämpötilassa °C										
ac		mm						a a				0		
Nimike	Numero-		100	150	200	250	300	350	400	450	500	550	600	
	tunnus													
P195GH	1.0348	≤ 16	175	165	150	130	113	102	94	-	-	-	-	
P235GH	1.0345	≤ 60	198	187	170	150	132	120	112	108		-	_	
P265GH	1.0425	≤ 60	226	213	192	171	154	141	134	128	<u> </u>	<u>(14</u> 3)		

#### 2.1.2 Sandvik 3R12

Sandvik 3R12 vastaa saumatonta austeniittista ruostumatonta X2CrNi19-11 (EN 1.4306) painelaiteteräsputkea, jonka tekniset toimitusehdot on määritelty standardissa SFS-EN 10216-5:2014. Teräs on teknisen raportin CEN ISO/TR 15608:2017 ryhmittelyn mukaisesti ryhmään 8.1 kuuluva. Standardin mukainen kemiallinen koostumus on annettu taulukossa 2.4, mekaaniset ominaisuudet taulukossa 2.5 ja venymisrajan R<sub>p0.2</sub> vähimmäisvaatimukset korotetuissa lämpötiloissa taulukossa 2.6.

Taulukko 2.4 - Saumattoman austeniittisen ruostumattoman X2CrNi19-11 painelaiteteräsputken kemiallinen koostumus. (SFS-EN 10216-5 2014, 20)

Teräs	laji	1 1000	0.000		2.52	1.4.12	0.0		1000
Nimike	numero- tunnus	С	Si	Mn	Р	S	N	Cr	Ni
X2CrNi19-11	1.4306	≤ 0.03	≤ 1.00	≤ 2.00	≤ 0.040	≤ 0.015	≤ 0.10	18.0 - 20.0	10.0 - 12.0
Sandvik 3R12	1.4306	≤ 0.03	0.5	1.3	≤ 0.030	≤ 0.015	-	18.5	10.0



Taulukko 2.5 – Saumattoman X2CrNi19-11 painelaiteteräsputken mekaaniset ominaisuudet. (SFS-EN 10216-5 2014, 28)

Teräsla	ji	Lujuusom	inaisuudet	huoneenlä	mpötilassa		lskusitkeys- ominaisuudet					
		Venymisraja	a	Murto-	Murtov	/enymä	Vähimmäi	s- iskuene	rgia KV2 J			
		Rp0,2 min	Rp1,0 min	lujuus Rm	A mi	n (%)	Huor lämpö	–196 °C				
Nimike	Numero- tunnus	MPa	MPa	MPa	L	t		t	t			
X2CrNi19-11	1.4306	180	215	460680	40	35	100	60	60			

Taulukko 2.6 - Saumattoman austeniittisen ruostumattoman X2CrNi19-11 painelaiteteräsputken venymisrajan  $R_{p0.2}$  ja  $R_{p1.0}$  vähimmäisarvot korotetuissa lämpötiloissa. (SFS-EN 10216-5 2014, 34)

Teräs	Teräslaji Rp0,2, min MPa lämpötilassa (°C)								Rp1,0, min MPa lämpötilassa (°C)														
Nimike	Numero- tunnus	50	100	150	200	250	300	350	400	450	500	550	50	100	150	200	250	300	350	400	450	500	550
X2CrNi19-11	1.4306	165	145	130	118	108	100	94	89	85	81	80	200	180	160	145	135	127	121	116	112	109	108

#### 2.1.3 Sanicro 38

Sanicro 38 vastaa modifioitua Alloy 825 Ni-Fe-Cr seosta, joka on erittäin rankkoihin korroosio-olosuhteisiin kehitetty teräs. Se vastaa eurooppalaista W.Nr. 2.4858 terästä. Teräs on teknisen raportin CEN ISO/TR 15608:2017 ryhmittelyn mukaisesti ryhmään 45 kuuluva. Standardin mukainen ja Sandvik Sanicro 38 tyypillinen kemiallinen koostumus on annettu taulukossa 2.7 ja standardin ASTM B424 mukaiset mekaaniset ominaisuudet taulukossa 2.8.

Taulukko 2.7 – Sanicro 38 tyypillinen kemiallinen koostumus.

Teräslaji		<u> </u>						
Sulatus n:o	UNS	max	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	Π
ASTM B 424	N08825	0.05	≤ 0.50	≤ 1.00	19.5-23.5	38.0-46.0	1.5-3.0	0.6-1.2
Sanicro 38	N08825	0.030	≤ 0.50	0.80	20.0	38.0	1.7	0.7



#### **TEKNINEN RAPORTTI** 2019-05-01

Taulukko 2.8 – UNS N08825 teräksen mekaaniset ominaisuudet. (ASTM B424 2005)

Teräslaji	R <sub>p0,2</sub> min	R <sub>m</sub> min	Murtovenymä A min
	MPa	MPa	%
UNS N08825	241	586	30

### 2.2 Hitsauslisäaineet

Koehitsauksissa käytettiin kolmea (3) lisäainetta:

- OK Tigrod 13.09 ja OK 67.60 Sandvik 3R12 / 4L7 putkille (6 kpl)
- OK Tigrod 13.09 ja Lincoln NiCro 31/27 Sanicro 38 / Sandvik 4L7 putkille (6 kpl) sekä Sandvik 3R12/4L7 putkille (6 kpl)

#### 2.2.1 OK Tigrod 13.09

OK Tigrod 13.09 on molybdeenillä seostettu hitsauslanka kuumalujien terästen TIGhitsaukseen. Luokittelumerkintä on EN ISO 21952-A W MoSi. (ESAB a 2019)

Standardin mukainen ja valmistajan ilmoittama tyypillinen kemiallinen koostumus on annettu taulukossa 2.9. Standardin mukainen puhtaan hitsiaineen myötölujuus  $R_{p0.2}$  on vähintään 355 MPa.

Taulukko 2.9 – OK Tigrod 13.09 puhtaan hitsiaineen kemiallisia koostumuksia. (ESAB a 2019)

kemiallinen koostumus ISO 21952-A	с	Si	Mn	Ρ	s	Ni	Cr	Мо
MoSi	0.08-0.15	0.50-0.80	0.70-1.30	0.020	0.020	1.7	1075	0.40-0.60
OK Tigrod 13.09	0.094	0.61	1.09	-	1.5	0.05	0.05	0.45



#### 2.2.2 OK 67.60

OK 67.60 on hapan-rutiilipäällysteinen 23Cr-13Ni-seosteinen ruostumaton, ns. yliseostettu (309L), hitsauspuikko. Se on tarkoitettu ensi sijassa seostamattoman tai niukkaseosteisen teräksen hitsaukseen ruostumattomaan teräkseen eli musta/ruostumaton-eripariliitosten hitsaukseen. Luokittelumerkintä on EN ISO 3581-A E 23 12 L R 3 2. (ESAB b 2019)

Standardin ja ainestodistuksen mukaiset kemialliset koostumukset on annettu taulukossa 2.10. Standardin mukainen hitsiaineen myötölujuus  $R_{p0.2}$  on vähintään 320 MPa. Hitsiaineen ferriittipitoisuus FN = 10 – 22.

kemiallinen koostumus ISO 3581-A	с	Si	Mn	Р	s	Cr	Ni	Мо	FN
E 23 12 L R 2 32	≤0.04	≤1.2	≤2.5	≤0.030	≤0.025	22.0-25.0	11.0-14.0	≤0.75	10-22
OK 67.60	0.03	0.8	0.9	-	-	23.7	12.4	(-)	15

#### 2.2.3 NICRO 31/27

Hapan-rutiili päällysteinen, täysin austeniittinen lisäaine Mo ja Cu seosteisten Ni-Cr-Fe – seosteisten terästen hitsaukseen. Luokittelumerkintä on EN ISO 3581-A E 27 31 4 Cu L R 12. Standardin mukainen ja valmistajan ilmoittama tyypillinen kemiallinen koostumus on annettu taulukossa 2.11. Standardin mukainen puhtaan hitsiaineen myötölujuus  $R_{p0.2}$  on vähintään 240 MPa. Hitsiaineen ferriittipitoisuus FN = 0.

Taulukko 2.11 – NICRO 31/27 puhtaan hitsiaineen kemiallisia koostumuksia.

kemiallinen koostumus ISO 3581-A	с	Si	Mn	Р	s	Cr	Ni	Мо	Cu	FN
E 27 31 4 L R 12	≤0.04	≤1.2	≤2.5	≤0.030	≤0.025	26.0-29.0	30.0-33.0	3.0-4.5	0.60-1.50	100
Lincoln NICRO 31/27	0.02	0.9	0.8	2 <b>-</b> 2	1-1	27.1	31.0	3.5	0.9	0



# 2.1 Koehitsaukset

Tutkimuksia varten hitsattiin 18 koehitsiä. Tavoitteena oli saada aikaan päittäishitsejä, joissa pinnoitteen hitsin tunkeuma  $S_0$  – alueelle on 1 – 1.5 mm. Hitsaukset tehtiin Nordic Power Service Oy:n toimesta Varkaudessa. Koehitsit numeroitiin juoksevalla numerolla 1 – 18 (ks. taulukko 2.12). Jatkossa viitataan koehitsin juoksevaan numeroon.

n:o	ID	lisäaine	putki	asento
1	NPS10	67.60	Compound	PC
2	NPS10	67.60	Compound	PH
3	NPS10	NiCro	Compound	PC
4	NPS10	NiCro	Compound	PH
5	NPS10	NiCro	Sanicro	PC
6	NPS10	NiCro	Sanicro	PH
7	NPS70	67.60	Compound	PC
8	NPS70	67.60	Compound	PH
9	NPS70	NiCro	Compound	PC
10	NPS70	NiCro	Compound	PH
11	NPS70	NiCro	Sanicro	PC
12	NPS70	NiCro	Sanicro	PH
13	NPS71	67.60	Compound	PC
14	NPS71	67.60	Compound	PH
15	NPS71	NiCro	Compound	PC
16	NPS71	NiCro	Compound	PH
17	NPS71	NiCro	Sanicro	PC
18	NPS71	NiCro	Sanicro	PH

Taulukko 2.12 – Koehitsit ja niiden identifiointi.

Hitsaukset tehtiin alustavien hitsausohjeiden pWPS 141-111-04 ja pWPS 141-111-06 mukaan. Putkien päät kuorittiin mittaan 4.19 mm, mikä vastaa Kymin soodakattilan  $S_0$  – mittaa.

Koehitsauksista ei taltioitu toteutuneita hitsausarvoja. Alustavien hitsausohjeiden perusteella lämmöntuonti vaihteli taulukossa 2.12 annettujen arvojen mukaisesti. Taulukon



viimeiseen sarakkeeseen on laskettu  $t_{8/5}$  ajat standardin SFS-EN 1011-2:2011 liitteessä D annetun kaavan mukaisesti:

$$t_{8/5} = (4300 - 4,3T_0) \times 10^5 \times \frac{Q^2}{d^2} \times \left(\frac{1}{(500 - T_0)^2} - \frac{1}{(800 - T_0)^2}\right) \times F_2 (1)$$

missä päittäisliitoksen muotokerroin F2 = 0.9.

Taulukko 2.13 – Koehitsauksien ohjeelliset lämmöntuonnit ja niistä lasketut t<sub>8/5</sub> - ajat.

pWPS	materiaali	hitsaus- prosessi	lisäaine [mm]	hitsaus- asento	palko	Q [kJ/mm]	t <sub>8/5</sub> [s]
141-111-04	3R12/4L7	141	2.4	PC	1-3	0.50-1.31	5.0-35.0
141-111-04	3R12/4L7	111	2.5	PC	4-n	0.23-0.58	1.2-6.7
141-111-04	3R12/4L7	111	2.0	PC	4-n	0.18-0.54	0.6-5.9
141-111-04	3R12/4L7	141	2.4	PH	1-3	0.50-1.31	5.0-35.0
141-111-04	3R12/4L7	111	2.5	PH	4-n	0.42-1.25	3.5-31.7
141-111-04	3R12/4L7	111	2.0	PH	4-n	0.36-1.26	2.6-32.1
141-111-06	San38/4L7	141	2.4	PC	1-3	0.57-1.31	6.5-35
141-111-06	San38/4L7	111	2.5	PC	4-n	0.28-0.56	1.6-6.3
141-111-06	San38/4L7	141	2.4	PH	1-3	0.57-1.31	6.5-35
141-111-06	San38/4L7	111	2.5	PH	4-n	0.46-1.08	4.3-23.3

## 2.2 Testaus

#### 2.2.1 Korotetun lämpötilan vetokokeet

Korotetun lämpötilan (T = 380°C) hitsin poikittaiset vetokokeet tehtiin DEKRA Industrial Oy:n rikkovan aineenkoetuksen laboratoriossa Oulussa. Vetokokeet tehtiin standardin SFS-EN ISO 6892-2:2011 mukaisesti.

#### 2.2.2 Iskukokeet

Iskukokeet tehtiin DEKRA Industrial Oy:n rikkovan aineenkoetuksen laboratoriossa Oulussa. Niissä käytettiin standardin SFS-EN ISO 148-1:2016 mukaisia 5 mm paksuja



erikoiskoesauvoja. Lovi oli hitsiaineessa (VWT 0/1 tyypin sauvat) standardin SFS-EN ISO 9016:2012 vaatimusten mukaisesti. Iskukokeet tehtiin lämpötilassa T = 20°C ja T = 0°C.

# 2.2.3 Kovuusmittaukset

Kovuusmittaukset tehtiin Lapin ammattikorkeakoulun Kemin materiaalien tutkimuslaboratoriossa. Kovuudet mitattiin standardien SFS-EN ISO 9015-1:2011 ja SFS-EN ISO 6507-1:2018 mukaisesti 98.07 N koevoimalla (HV10). Mittauksissa tehtiin kolme (3) painumariviä (ks. kuva 2.1).



Kuva 2.1 – Kovuusmittausten painumarivit (PR).

## 2.2.4 Tunkeuma

Pinnoitteen hitsin tunkeuma määritettiin stereomikroskoopilla otetuista kuvista kuvan 2.2 mukaisesti mittaamalla ferriittisen painetta kantavan osuuden paksuus  $S_{\alpha}$  millimetreinä ja laskemalla sen ero  $\Delta S_0$  vaatimuksena olevaan vähimmäisseinämänpaksuuteen  $S_{\theta}$  ( $\Delta S_0 = S_0 - S_{\alpha}$ ).



#### **TEKNINEN RAPORTTI** 2019-05-01

Luottamuksellinen Versio 1.0



Kuva 2.2 – Pinnoitteen hitsin tunkeuman  $S_{\alpha}$  mittaus.

#### 2.2.5 Mikrorakenne

Hitseistä leikattiin poikkileikkausnäytteitä mikrorakennetarkasteluja varten. Näytteet valettiin Struersin Polyfast kuumavaluaineeseen. Näytteet hiottiin, kiillotettiin ja syövytettiin kahdessa vaiheessa: 1. 3% Nitaliin upottamalla ja 2. elektrolyyttisesti 10N NaOH vesiliuoksessa (U = 3 V, T = RT).

Mikrorakenteet tutkittiin ja valokuvattiin Leica IDM 5000M käänteismikroskoopilla.

#### 2.2.6 Hitsin ferriittipitoisuus

Hitsiaineen ferriittipitoisuus määritettiin kuva-analyysiohjelmistolla (ImageJ ver. 1.52a) elektrolyyttisesti syövytetystä hieestä otetutuista mikrokuvista. Ferriittipitoisuudet määritettiin myös Fischer Ferritscope mittarilla standardin SFS-EN ISO 8249:2018 vaatimusten mukaisesti.

#### 2.2.7 Hitsiaineen kemiallinen koostumus

Hitsiaineen kemiallinen koostumus määritettiin optisella emissiospektrometrilla (OES) DEKRA Industrial Oy:n Turun testauslaboratoriossa. Kemiallinen koostumus määritettiin

Oulun yliopisto, materiaali- ja tuotantotekniikan tutkimusyksikkö, Pentti Kaiterankatu 1, Linnanmaa



**TEKNINEN RAPORTTI** 2019-05-01

kaikista OK 67.60 lisäaineella hitsatuista koehitseistä (koehitsit nro 1, 2, 7, 8, 13 ja 14) ja neljästä (4) NICRO 31/27 lisäaineella hitsatusta koehitsistä (koehitsit nro 5, 6, 15 ja 16).

# 2.3 Testauksen laadunvarmistus

Lapin ammattikorkeakoululla tehdyissä testauksissa noudatettiin kansainvälistä ISO/IEC 17025:2005 laboratoriostandardia.



# **3 VAATIMUKSET**

Testituloksille olivat voimassa seuraavat vaatimukset.

# 3.1 Venymisraja korotetuissa lämpötiloissa

Venymisrajan R<sub>p0.2</sub> vähimmäisarvot on määritelty standardissa SFS-EN 10216-2:2014 taulukossa 5.

Taulukko ei anna täsmällistä arvoa T = 380°C lämpötilassa (ks. taulukko 2.3). Se voidaan 97.8% prosentin varmuudella laskea lämpötilavälillä 100 – 450° C kaavasta:

 $\sigma = -71.13 \times \ln(T) + 561.96 = 139 MPa$ 

Tästä seuraa vaatimus koehitsien venymisrajalle lämpötilassa T = 380°C, jossa:

R<sub>p0.2</sub> ≥ 139 MPa.

# 3.2 Iskuenergia

Standardissa SFS-EN 12952-6:2011 on vaatimus Charpy-V iskukokeille kohdassa 6.2.2.4:

Ferriittisille teräksille:

Charpy-V -iskukoe hitsiaineessa

 keskiarvon vähimmäisarvo: hitsausohjeen hyväksyntään käytetylle perusaineelle määritetty keskimääräinen arvo koelämpötilassa (huoneen lämpötila)

 pienin yksittäinen arvo: yksi yksittäinen arvo voi olla alhaisempi kuin keskimääräisen arvon tulee vähintään olla, mutta se ei saa olla alhaisempi kuin 70 % keskimääräisen arvon vähimmäisarvosta.


**TEKNINEN RAPORTTI** 2019-05-01 Luottamuksellinen Versio 1.0

Timo Kauppi, IWE, TkL

Standardin SFS-EN 10216-2:2014 vaatimus Charpy-V kokeessa rekisteröitävälle poikittaiselle iskuenergialle KV<sub>2</sub> lämpötilassa T = 0°C on 27 J. Koska testauksessa käytettiin 5 mm paksuja erikoiskoesauvoja pitää kokeessa määritetty iskuenergia (KV<sub>p</sub>) muuttaa lasketuksi iskuenergiaksi (KV<sub>c</sub>) käyttäen seuraavaa kaavaa:

$$KV_c = \frac{10 \times KV_p}{w}$$

missä

KV<sub>c</sub> on laskettu iskuenergia, J

KVp on määritetty iskuenergia, J

w on koesauvan leveys, mm (SFS-EN 10216-2 2014, 60)

Lasketun iskuenergian KVc on täytettävä esitetty vaatimus, eli:

$$KV_c \geq \frac{10 \times KV_p}{w} \geq 27 J$$

#### 3.3 Kovuudet

Standardissa SFS-EN 12952-6:2011 on esitetty kovuudelle vaatimus kohdassa 6.2.2.5:

"Riippuen perusaineesta ja siitä, vaaditaanko standardin EN 12952-5:2011 kohdan 10.4. mukaan hitsauksen jälkeinen lämpökäsittely, tulee kovuusarvojen olla kuten standardissa EN ISO 15614-1:2004 määritetään."

Standardissa SFS-EN ISO 15614-1:2004 on annettu seuraava vaatimus: Teräsryhmä 1, lämpökäsittelemätön, kovuuden enimmäisarvo on 380 HV10. Teräsryhmille 8 ja 45 ei ole vaatimuksia.



### 3.4 Tunkeuman syvyys

Pinnoitteen hitsin tunkeuman syvyys ferriittiseen painetta kantavaan putken sisäosaan ja hitsiin mitattiin syövytetystä poikkileikkaushieestä.

Standardin SFS-EN 12952-6:2011 liitteessä A annetaan seuraavat vaatimukset pinnoitteen hitsin tunkeumalle ferriittiseen painetta kantavaan sisäosaan tai hitsiin:

- Pinnoitteen hitsi voi tunkeutua lasketun ferriittiseen painetta kantavaan sisäosaan vähimmäispaksuuteen asti seuraavissa tapauksissa:
  - a) lisäaineen ja hitsiaineen lujuus- ja sitkeysominaisuudet täyttävät ferriittisen painetta kantavan sisäosan materiaaliominaisuudet;
  - b) hitsausohjeiden hyväksyntä vastaa standardin EN ISO 15614-1 sekä standardissa EN 12952 esitettyjä lisävaatimuksia;
  - c) pinnoitteen hitsin enimmäistunkeuma laskettuun ferriittisen painetta kantavan sisäosan vähimmäispaksuuteen on 1.5 mm;
  - d) ennen tuotantoa tehdään työkoe. Käsinhitsauksessa jokainen hitsaaja tekee työkokeen. Mekanisoidussa hitsauksessa tehdään yksi työkoe kutakin hitsausohjetta kohti;
  - e) rikkomaton aineenkoetus suoritetaan päällehitsauksen jälkeen standardin EN 12952 mukaisesti.

Ferriittisen painetta kantavan putken osan vähimmäispaksuuden arvo pitää olla:

 $S_0 \ge 4.19$  mm.

### 3.5 Hitsin ferriittipitoisuus

ASME BPVC.II.D.C-2015 kohdassa A-207 on käyty läpi ruostumattomille teräksille tyypillistä haurausilmiötä 475°C – haurautta, joka vaikuttaa ensisijaisesti ferriittisten ja austeniittis-ferriittisten ruostumattomien terästen iskusitkeyteen heikentäen sitä. Hitsin ferriittipitoisuudelle on esitetty suositukset ASME Section IID taulukossa A-360.



# **4 TULOKSET**

### 4.1 Kemiallinen koostumus

Ainestodistusten perusteella perusaineiden ja hitsauslisäaineiden kemialliset koostumukset olivat standardien vaatimusten mukaisia.

### 4.2 Korotetun lämpötilan venymisraja

Koehitsien vetokokeiden tulokset on annettu taulukossa 4.1. Taulukon mukaan kaikkien koehitsien korotetun lämpötilan venymislujuus ( $R_{p0.2}$ ) täytti kohdassa 3.1 määritellyt vaatimukset. Jokainen liitos murtui perusaineesta ja venymisraja oli keskimäärin n. 60% vaatimusta ( $R_{p0.2} \ge 139$  MPa) suurempi. Sitkeyttä kuvaava murtovenymän (A) arvo oli keskimäärin 29% ja vaihtelu välillä 25 – 33%.

Taulukko 4.1 – Koehitsien korotetun lämpötilan (T =  $380^{\circ}$ C) venymislujuus (R<sub>p0.2</sub>), murtolujuus (R<sub>m</sub>) ja murtovenymä (A).

n:0	ID	lisäaine	putki	asento	murtumis	R <sub>P0.2</sub>	R <sub>m</sub>	А
				c 83	kohta	[MPa]	[MPa]	[%]
1	NPS10	67.60	3R12/4L7	PC	PA	200	438	28
2	NPS10	67.60	3R12/4L7	PH	PA	226	428	30
3	NPS10	NiCro	3R12/4L7	PC	PA	243	417	30
4	NPS10	NiCro	3R12/4L7	PH	PA	219	446	29
5	NPS10	NiCro	Sanic ro 38/4L7	PC	PA	220	468	33
6	NPS10	NiCro	Sanic ro 38/4L7	PH	PA	218	459	30
7	NPS70	67.60	3R12/4L7	PC	PA	200	463	25
8	NPS70	67.60	3R12/4L7	PH	PA	207	422	28
9	NPS70	NiCro	3R12/4L7	PC	PA	223	438	27
10	NPS70	NiCro	3R12/4L7	PH	PA	224	434	29
11	NPS70	NiCro	Sanic ro 38/4L7	PC	PA	220	463	29
12	NPS70	NiCro	Sanic ro 38/4L7	PH	PA	212	448	31
13	NPS71	67.60	3R12/4L7	PC	PA	210	423	27
14	NPS71	67.60	3R12/4L7	PH	PA	223	431	28
15	NPS71	NiCro	3R12/4L7	PC	PA	204	423	30
16	NPS71	NiCro	3R12/4L7	PH	PA	230	442	28
17	NPS71	NiCro	Sanic ro 38/4L7	PC	PA	265	455	27
18	NPS71	NiCro	Sanic ro 38/4L7	PH	PA	237	457	28



### 4.3 Iskukokeet

Koehitsien iskukoetulosten keskiarvot on annettu taulukossa 4.2. Täydelliset tulokset on esitetty erillisessä liitteessä (LIITE 1). Taulukon perusteella kaikkien koehitsien KV<sub>c</sub> - arvo on selvästi vaatimusta (27 J) suurempi.

Taulukko 4.2 – Koehitsien iskukoetulosten keskiarvot testauslämpötiloissa T =  $20^{\circ}$ C (KV<sub>c</sub>@ $20^{\circ}$ C) ja T =  $0^{\circ}$ C (KV<sub>c</sub>@ $0^{\circ}$ C).

n:o	ID	lisäaine	putki	asento	KV≎	KV≎
					@20°C	@0°C
					[J]	[J]
1	NPS10	67.60	3R12/4L7	PC	152	
2	NPS10	67.60	3R12/4L7	PH	130	
3	NPS10	NiCro	3R12/4L7	PC	176	
4	NPS10	NiCro	3R12/4L7	PH	133	130
5	NPS10	NiCro	Sanicro 38/4L7	PC	161	
6	NPS10	NiCro	Sanicro 38/4L7	PH	153	
7	NPS70	67.60	3R12/4L7	PC	141	169
8	NPS70	67.60	3R12/4L7	PH	135	103
9	NPS70	NiCro	3R12/4L7	PC	167	
10	NPS70	NiCro	3R12/4L7	PH	164	
11	NPS70	NiCro	Sanicro 38/4L7	PC	161	146
12	NPS70	NiCro	Sanicro 38/4L7	PH	142	
13	NPS71	67.60	3R12/4L7	PC	162	
14	NPS71	67.60	3R12/4L7	PH	150	
15	NPS71	NiCro	3R12/4L7	PC	169	
16	NPS71	NiCro	3R12/4L7	PH	161	179
17	NPS71	NiCro	Sanicro 38/4L7	PC	144	
18	NPS71	NiCro	Sanicro 38/4L7	PH	136	
				k.a.	152	145

Iskukokeet tehtiin väärinkäsityksen takia ensin huoneenlämpötilassa (T = 20°C), vaikka standardissa SFS-EN 10216-2:2011 vaatimus on annettu lämpötilassa T = 0°C. Koska ferriittisen teräksen iskusitkeys on herkkä lämpötilalle ja iskuenergian arvo voi muuttua lämpötilan laskiessa 20°C, tehtiin viidelle koehitsille lisäkokeet lämpötilassa T = 0°C.



Taulukon 4.2 viimeisellä rivillä esitetyt lasketun iskuenergian KV<sub>c</sub> keskiarvot molemmissa testauslämpötiloissa. Alemmassa lämpötilassa (T = 0°C) testattujen sauvojen KV<sub>c</sub>:n keskiarvo on n. 95% ylemmässä lämpötilassa (T = 20°C). Tämän tuloksen perusteella voidaan todeta, että koehitsien iskusitkeys täyttää vaatimukset.

### 4.4 Kovuudet

Kovuusmittausten painumarivien kovuuden keskiarvot on annettu taulukossa 4.3. Täydelliset kovuusmittaustulokset on annettu erillisessä liitteessä (LIITE 2). Kovuudet vaihtelivat välillä 137 – 196 HV10. Kaikki arvot olivat standardin SFS-EN ISO 15614-1:2004 määrittelemän enimmäisarvon (380 HV10) alapuolella.

n:o	ID	lisäaine	putki	asento	PR_1	PR_1	PR_1	PR_2	PR_2	PR_2	PR_3	PR_3	PR_3
					HAZ_1	hitsi	HAZ_2	HAZ_1	hitsi	HAZ_2	HAZ_1	hitsi	HAZ_2
1	NPS10	67.60	3R12/4L7	PC	149	196	151	165	193	172	152	172	155
2	NPS10	67.60	3R12/4L7	PH	164	185	168	162	178	170	149	179	150
3	NPS10	NiCro	3R12/4L7	PC	170	170	173	165	169	178	144	157	144
4	NPS10	NiCro	3R12/4L7	PH	171	170	164	168	166	177	148	168	151
5	NPS10	NiCro	Sanicro 38/4L7	PC	159	176	158	168	173	163	146	151	144
6	NPS10	NiCro	Sanicro 38/4L7	PH	163	173	166	169	160	166	151	168	149
7	NPS70	67.60	3R12/4L7	PC	149	188	154	172	183	165	144	159	137
8	NPS70	67.60	3R12/4L7	PH	158	185	180	177	183	176	144	163	148
9	NPS70	NiCro	3R12/4L7	PC	165	182	178	193	173	167	152	183	155
10	NPS70	NiCro	3R12/4L7	PH	140	175	161	160	146	163	140	150	142
11	NPS70	NiCro	Sanicro 38/4L7	PC	147	171	144	163	171	163	147	172	148
12	NPS70	NiCro	Sanicro 38/4L7	PH	170	174	173	169	161	168	148	164	146
13	NPS71	67.60	3R12/4L7	PC	161	185	179	180	191	168	142	158	137
14	NPS71	67.60	3R12/4L7	PH	175	186	182	180	188	186	151	153	146
15	NPS71	NiCro	3R12/4L7	PC	162	181	173	181	179	179	143	157	146
16	NPS71	NiCro	3R12/4L7	PH	173	177	181	184	180	190	150	175	151
17	NPS71	NiCro	Sanicro 38/4L7	PC	183	190	177	175	183	179	155	161	153
18	NPS71	NiCro	Sanicro 38/4L7	PH	162	167	164	172	172	176	153	156	145

Taulukko 4.3 – Koehitsien keskimääräiset kovuudet.

### 4.5 Pinnoitteen hitsin tunkeuma

Koehitseistä mitatut  $S_{\alpha}$  – arvot ja siitä laskettu eromitta ( $\Delta S_0$ ) sallittuun arvoon ( $S_0$  = 4.19 mm) on annettu taulukossa 4.4. Kun eromitta  $\Delta S_0$  < 0, on pinnoitteen hitsi tunkeutunut yli minimipaksuuden painetta kantavaan ferriittiseen osaan. Tunkeuma  $S_0$  – alueelle vaihteli



välillä 0 – 1.06 mm. Asennossa PH hitsattujen koehitsien tunkeuma oli suurempi, mikä oli odotettavissa, koska lämmöntuonti on pienempi asennossa PC.

n:o	ID	lisäaine	putki	asento	Sα	∆S <sub>0</sub>
					mm	mm
1	NPS10	67.60	3R12/4L7	PC	4.01	-0.18
2	NPS10	67.60	3R12/4L7	PH	3.94	-0.25
3	NPS10	NiCro	3R12/4L7	PC	4.25	0.06
4	NPS10	NiCro	3R12/4L7	PH	3.87	-0.32
5	NPS10	NiCro	Sanic ro 38/4L7	PC	4.14	-0.05
6	NPS10	NiCro	Sanic ro 38/4L7	PH	4.11	-0.08
7	NPS70	67.60	3R12/4L7	PC	4.12	-0.07
8	NPS70	67.60	3R12/4L7	PH	3.67	-0.52
9	NPS70	NiCro	3R12/4L7	PC	3.87	-0.32
10	NPS70	NiCro	3R12/4L7	PH	3.72	-0.47
11	NPS70	NiCro	Sanic ro 38/4L7	PC	3.79	-0.40
12	NPS70	NiCro	Sanic ro 38/4L7	PH	3.13	-1.06
13	NPS71	67.60	3R12/4L7	PC	3.96	-0.23
14	NPS71	67.60	3R12/4L7	PH	3.86	-0.33
15	NPS71	NiCro	3R12/4L7	PC	4.21	0.02
16	NPS71	NiCro	3R12/4L7	PH	4.15	-0.04
17	NPS71	NiCro	Sanic ro 38/4L7	PC	3.94	-0.25
18	NPS71	NiCro	Sanic ro 38/4L7	PH	3.56	-0.63

Taulukko 4.4 – Koehitsien pinnoitehitsin tunkeumaa kuvaavat mitat  $S_{\alpha}$  ja  $\Delta S_0$ .

### 4.1 Mikrorakenne

Mikrorakennetutkimuksella selvitettiin mahdollisen martensiittialueen esiintymistä ja sen leveyttä OK 67.60 lisäaineella hitsatuista koehitseistä. Kuvissa 4.1 – 4.6 on esitetty 3R12/4L7 putkien hitsiaineen OK 67.60 / OK 13.09 palkojen välinen sularaja. Kaikissa koehitseissä esiintyi syöpymätön alue sularajasta pinnoitteen hitsiin päin mentäessä. Kuvissa on nähtävissä alueen leveyttä kuvaavat mittajanat.





Kuva 4.1 – Koehitsi nro 1, OK 67.60 / OK 13.09 palkojen rajapinta.



Kuva 4.2 – Koehitsi nro 2, OK 67.60 / OK 13.09 palkojen rajapinta.





Kuva 4.3 - Koehitsi nro 7, OK 67.60 / OK 13.09 palkojen rajapinta.



Kuva 4.4 - Koehitsi nro 8, OK 67.60 / OK 13.09 palkojen rajapinta.



#### **TEKNINEN RAPORTTI** 2019-05-01

Luottamuksellinen Versio 1.0



Kuva 4.5 - Koehitsi nro 13, OK 67.60 / OK 13.09 palkojen rajapinta.



Kuva 4.6 - Koehitsi nro 14, OK 67.60 / OK 13.09 palkojen rajapinta.



Vyöhykkeen leveys määritettiin kuvien mukaisesti käänteismikroskoopin kuva-

analysointiohjelmistolla. Mittaustulokset on annettu taulukossa 4.5. Leveys vaihteli välillä

13 – 104 µm.

Taulukko 4.5 – Syöpymättömän vyöhykkeen leveydet.

		Näyte	/ vyöhykk	een levey	s [µm]	
	1	2	7	8	13	14
	24	36	18	61	19	31
	32	27	20	34	21	32
	25	26	19	27	20	22
	27	25	17	31	24	22
	30	34	17	31	31	28
	26		57	31	28	27
	26		56	18	27	23
	25		57	27	23	50
	23		60	32	21	59
	24	Ĵ.	33	42	25	61
			29	33	21	60
			20	24	20	52
			22	23	19	37
			22	22	16	44
			20	20	16	45
			18	23	13	70
			19	28	68	66
			104	25	62	29
		3	71	27	44	76
			48	26	31	84
			44	32	30	
			41	45	21	
				46	20	
	20	8 8		41	19	
				35	18	
				32	20	
				26	20	1
				27	22	
					27	
					23	1
					24	1
k.a.:	26	30	37	31	26	46
haj.	2.8	5.0	23.0	9.2	12.0	19.4

NICRO 31/27 lisäaineella hitsatuissa näytteissä ei esiintynyt vastaavanlaista syöpymätöntä aluetta.



**TEKNINEN RAPORTTI** 2019-05-01

### 4.2 Pinnoitteen hitsin ferriittipitoisuus

Ferritscopella mitatut ja metallografisten mittausten perusteella määritetyt ferriittipitoisuudet on annettu taulukossa 4.4. Lisäaineella 67.60 hitsatuissa koehitseissä ferriittipitoisuus vaihteli Ferritscope mittausten perusteella välillä 4.1 – 14.9% ja metallografisten mittausten perusteella välillä 8.4 – 29.7%. Lisäaineella NICRO 31/27 hitsatuissa koehitseissä ferriittipitoisuus vaihteli välillä 0.26 – 0.79%.

Taulukko 4.6 – Koehitsien  $\delta$ -ferriittipitoisuudet.

<b>D</b> :0	п	licăging	putki	aconto	δ-	%
11.0	ID.	lisaaliie	putki	asenio	FS	mikrok.
1	NPS10	67.60	Compound	PC	9.0	29.7
2	NPS10	67.60	Compound	PH	11.6	28.6
3	NPS10	NiCro	Compound	PC	0.4	
4	NPS10	NiCro	Compound	PH	0.3	
5	NPS10	NiCro	Sanicro	PC	0.3	
6	NPS10	NiCro	Sanicro	PH	0.4	
7	NPS70	67.60	Compound	PC	14.1	24.2
8	NPS70	67.60	Compound	PH	14.9	29.0
9	NPS70	NiCro	Compound	PC	0.4	
10	NPS70	NiCro	Compound	PH	0.3	
11	NPS70	NiCro	Sanicro	PC	0.3	
12	NPS70	NiCro	Sanicro	PH	0.4	
13	NPS71	67.60	Compound	PC	4.1	23.2
14	NPS71	67.60	Compound	PH	6.1	8.4
15	NPS71	NiCro	Compound	PC	0.5	
16	NPS71	NiCro	Compound	PH	0.5	
17	NPS71	NiCro	Sanicro	PC	0.8	
18	NPS71	NiCro	Sanicro	PH	0.3	

### 4.3 Hitsiaineen kemiallinen koostumus

OES – analyysitulokset on annettu taulukossa 4.7. Lisäaineella OK 67.60 hitsattujen liitosten hitsiaineen hiilipitoisuus vaihteli välillä 0.034 – 0.044 p-%, kromipitoisuus välillä 20.8 – 23.2 p-% ja nikkelipitoisuus välillä 10.7 – 11.9 p-%. Kromiekvivalentin arvo vaihteli välillä 21.84 – 24.30 ja nikkeliekvivalentin arvo välillä 12.39 – 13.61. Koehitseissä nro 13 ja

Oulun yliopisto, materiaali- ja tuotantotekniikan tutkimusyksikkö, Pentti Kaiterankatu 1, Linnanmaa



14 hitsiaineen kromipitoisuus jäi alle standardin SFS-EN ISO 3581:2016 vaatimuksen (%Cr = 22.0 - 25.0). Tämä johtui todennäköisesti hitsin jähmettymisen yhteydessä tapahtuvasta seosaineiden suotautumisesta.

Lisäaineella NICRO 31/27 hitsattujen liitosten hitsiaineen hiilipitoisuus vaihteli välillä 0.026 – 0.038 p-%, kromipitoisuus välillä 22.52 – 25.39 p-% ja nikkelipitoisuus välillä 26.85 – 30.34 p-%. Kromiekvivalentin arvo vaihteli välillä 26.29 – 29.50 ja nikkeliekvivalentin arvo välillä 28.33 – 31.63. Hitsiaineiden kromi- ja nikkelipitoisuudet jäivät alle standardin SFS-EN ISO 3581:2016 vaatimuksen.

Taulukko 4.7 – Hitsiaineiden OES – analyysitulokset.

n:o	ID	lisäaine	asento	%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%Ni	%Nb	%Ti	Crekv.	Niekv.
1	NPS10	67.60	PC	0.041	0.671	0.870	22.960	0.090	11.940	0.010	0.017	24.06	13.61
2	NPS10	67.60	PH	0.039	0.654	0.831	23.200	0.091	11.900	0.012	0.016	24.28	13.49
5	NPS10	NiCro	PC	0.031	0.760	0.725	25.260	3.008	30.340	0.044	0.023	29.43	31.63
6	NPS10	NiCro	PH	0.038	0.690	0.687	22.520	2.737	26.850	0.005	0.024	26.29	28.33
7	NPS70	67.60	PC	0.034	0.648	0.869	23.230	0.089	11.780	0.013	0.017	24.30	13.23
8	NPS70	67.60	PH	0.039	0.574	0.825	22.940	0.097	11.320	0.016	0.016	23.91	12.90
13	NPS71	67.60	PC	0.044	0.599	0.804	20.820	0.117	10.670	0.014	0.014	21.84	12.39
14	NPS71	67.60	PH	0.041	0.610	0.812	22.150	0.098	10.820	0.013	0.016	23.17	12.46
15	NPS71	NiCro	PC	0.026	0.774	0.727	25.390	2.928	29.110	0.049	0.023	29.50	30.25
16	NPS71	NiCro	PH	0.030	0.746	0.755	24.380	2.853	28.670	0.050	0.023	28.38	29.95



## **5 TULOSTEN TARKASTELU**

Tutkimuksen tavoitteena oli selvittää, onko kompoundputkien pinnoitteen hitsin tunkeumalla vaikutusta liitoksen lujuuteen. Kattilaputkistandardin SFS-EN 12952-6:2011 kohdassa A.2.2.2.1 on seuraava vaatimus: "Tunkeuma ei saa olla olennaisesti ferriittisen painetta kantavan sisäosan pinnan alapuolella. Ilman tunkeumaa olevan alueen täytyy aina olla vähimmäispaksuuden suuruinen. Pinnoitteen hitsi voi tunkeutua lasketun ferriittiseen painetta kantavaan sisäosaan vähimmäispaksuuteen asti, jos lisäaineen ja hitsiaineen lujuus- ja sitkeysominaisuudet täyttävät ferriittisen painetta kantavan sisäosan materiaaliominaisuudet ja pinnoitteen hitsin enimmäistunkeuma laskettuun ferriittisen painetta kantavan sisäosan vähimmäispaksuuteen on 1.5 mm."

### 5.1 Hitsin lujuuteen ja sitkeyteen vaikuttavat tekijät

Luvun 4.2 tulosten perusteella voidaan todeta, että hitsausasennolla (PC/PH) tai tunkeumalla ei ollut vaikutusta liitosten lujuuteen, koska kaikki vetosauvat murtuivat perusaineesta. Korotetun lämpötilan (T=380°C) vetolujuus (R<sub>p0.2</sub>) vaihteli välillä 200 – 265 MPa ja oli keskimäärin 60% vaatimusta (131 MPa) korkeampi.

Jos asiaa tarkastellaan ottamalla huomioon lisäaineiden ja perusaineen huoneenlämpötilan lujuudet, havaitaan että murtuman sijainti hitsiaineessa on erittäin epätodennäköistä. Taulukossa 5.1 on annettu standardien ja ainestodistusten mukaiset lujuudet. Ainoastaan NICRO 31/27 lisäaineen standardin mukainen myötölujuus on yhtä suuri kuin sitä vastaavan perusaineen Sanicro 38. Lisäaineiden ainestodistusten mukaiset myötölujuudet ovat 40 – 60% korkeampia kuin putken perusaineen. Tämän perusteella on erittäin epätodennäköistä, että hitsin vetokokeessa vetosauva alkaisi myötymään hitsiaineesta.

Menetelmäkokeessa hitsiliitoksen murtolujuuden pitää olla vähintään sama kuin perusaineen. Taulukon 5.1 ainestodistusten arvojen perusteella lisäaineilla on 20 – 30%

Oulun yliopisto, materiaali- ja tuotantotekniikan tutkimusyksikkö, Pentti Kaiterankatu 1, Linnanmaa



suuremmat murtolujuudet eli vetosauvan murtuminen hitsin vetokokeessa tapahtuu todennäköisesti perusaineen puolelta.

		stand	dardin vaa	timus	ainestodistus		
Teräs/lisäaine	std	R <sub>p0.2</sub> [MPa]	R <sub>m</sub> [MPa]	A [%]	R <sub>p0.2</sub> [MPa]	R <sub>m</sub> [MPa]	A [%]
4L7 (P265GH)	EN 10216-2	≥265	410 - 570	≥25	-	-	-
3R12 (EN 1.4306)	EN 10216-5	≥215	460 - 680	≥40	-	-	-
Sanicro 38	UNS N08825	≥241	≥586	≥30	-	-	-
3R12/4L7	-	<u> </u>	-	<u> </u>	292	503	39
San38/4L7	-	-	-	-	316	490	34
OK 13.09	EN 21952-A	≥355	≥510	≥22	490	600	30
OK 67.60	ISO 3581-A	≥350	≥550	≥25	470	580	32
NICRO 31/27	ISO 3581-A	≥240	≥500	≥25	440	640	38

Taulukko 5.1 – Testattujen perus- ja lisäaineiden mekaanisia ominaisuuksia.

Koehitsien iskusitkeys oli hyvä. Iskuenergian arvot (KV<sub>c</sub> = 130 - 176) ovat selkeästi terästen iskusitkeyskäyttäytymistä kuvaavan sitoutunut energia/lämpötila kuvaajan ylätason alueella (ks. kuva 5.1).







### 5.2 Pinnoitteen hitsin ferriittipitoisuus

Metallografisten mittausten perusteella OK 67.60 lisäaineella hitsatuissa koehitseissä ferriittipitoisuus vaihteli välillä n. 8 – 30%. Mittaukset tehtiin myös Fischerin Ferritscope mittarilla, jolloin pitoisuudet olivat paljon matalampia ja olivat välillä 4 – 15%. Metallografinen määritystapa on tarkempi ja luotettavampi analysointimenetelmä. Ainetta rikkovana menetelmänä sillä on kuitenkin rajoituksensa ja se on huomattavasti työläämpi tehdä kuin Ferritscope mittaus.

NICRO 31/27 lisäaineella hitsatuista koehitseistä mittaus tehtiin vain Ferritscopella, ferriittipitoisuus oli kaikissa tapauksissa alle 0.8%.

Austeniittisten ruostumattomien terästen hitsauslisäaineissa on normaalisti deltaferriittiä, koska se vähentää merkittävästi kuumahalkeiluriskiä. Hitsissä oleva deltaferriitti voi kuitenkin altistaa hitsin nk. 475°C – hauraudelle, jonka johdosta materiaalin sitkeys heikkenee paikallisesti.

Hitsiaineen ferriittipitoisuutta voidaan arvioida erilaisten ferriittidiagrammien (mm. Schaeffler, DeLong, Bystram ja WRC1992) avulla.

Kuvassa 5.2 on esitetty OK 67.60 (ISO 3581-A E 23 12 L R 3 2) lisäaineen sijainti Schaeffler – diagrammissa. kemiallisesta koostumuksesta lasketut kromi- ja nikkeliekvivalentin arvot ovat: Cr<sub>ekv.</sub> = 24.9 ja Ni<sub>ekv.</sub> = 13.75. Kuvan mukaan hitsiaineessa on n. 16% deltaferriittiä.

Hitsin jäähtymisnopeus vaikuttaa merkittävästi syntyvän  $\delta$ -ferriitin määrään. Kuvassa 5.3 on esitetty lämmöntuonnin vaikutus  $\delta$ -ferriitin määrään ER 308L tyyppisellä lisäaineella, jonka kemiallisesta koostumuksesta lasketut kromi- ja nikkeliekvivalentin arvot ovat: Cr<sub>ekv.</sub> = 20.0 ja Ni<sub>ekv.</sub> = 12.0. (Sejc 2011)

Alustavien hitsausohjeiden perusteella 3R12/4L7 putkien tapauksessa pinnoitteen hitsin lämmöntuonnit saavat vaihdella välillä 0.18-1.26 kJ/mm. Kuvan 5.3 mukaan  $\delta$ -

Oulun yliopisto, materiaali- ja tuotantotekniikan tutkimusyksikkö, Pentti Kaiterankatu 1, Linnanmaa



ferriittipitoisuus kasvaa, kun lämmöntuonti pienenee ollen n. 20% kuvan pienimmällä lämmöntuonnin arvolla Q = 0.77 kJ/mm.



Kuva 5.2 – 3R12/4L7 putken hitsin ferriittipitoisuus (Material 1 = OK 67.60, Material 2 = OK TIGROD 13.09).



Kuva 5.3 – Lämmöntuonnin vaikutus ER 308L tyyppisen lisäaineen  $\delta$ -ferriittipitoisuuteen. (Sejc 2011, 14)



**TEKNINEN RAPORTTI** 2019-05-01

Timo Kauppi, IWE, TkL

ASME Section IID mukaiset  $\delta$ -ferriittipitoisuuden suositusarvot on annettu taulukossa 5.2. Lämpötilan kasvaessa sallittu  $\delta$ -ferriittipitoisuus pienenee. Kattila-alueella sen pitäisi olla taulukon mukaan alle 20%, kun lämpötila on luokkaa 380°C. Tämän perusteella hitsauksessa pitäisi välttää pientä lämmöntuontia.

Taulukko 5.2 – Sallitun  $\delta$  – ferriittipitoisuuden ohjearvot. (ASME 2011, 863)

S0/	lämpötila, °C										
0%	260	315	370	425	480	540	≥595				
0	15	-	1.70			15	С				
5	12		123		622	12	С				
10	-	-	-	-	С	С	C				
15	-	-	-	С	С	С	С				
20	15	-	С	С	С	С	С				
25	1	С	С	С	С	С	С				
30	-	С	С	С	С	С	С				
35	С	С	С	С	С	С	С				
40	С	С	С	С	С	С	С				

Kuvan 5.3 perusteella NICRO 31/27 lisäaineella hitsattaessa  $\delta$  – ferriittiä ei muodostu.



Kuva 5.4 – Sanicro 38/4L7 putken hitsin ferriittipitoisuus (Material 1 = OK NICRO 31/27, Material 2 = OK TIGROD 13.09).



### 5.3 Martensiitin muodostuminen

Austeniittisen ruostumattoman ja ferriittisen C-Mn teräksen välisessä sekaliitoksessa on olemassa riski siihen, että hitsiaineeseen muodostuu martensiittia. Kirjallisuuden ja kokemusperäisen tiedon perusteella martensiitin syntyminen sekoittumisvyöhykkeelle voi aiheuttaa liitoksen säröilyä korkean lämpötilan käytössä. Gittos ja Gooch havaitsivat tutkimuksessaan martensiitin aiheuttavan säröilyä hitsin sivutaivutuskokeessa (Mäkelä 2019; Gittos ja Gooch 1992, 469).

Hitsiaineen koostumus ja mikrorakenne määräytyvät sulaneiden perusaineiden koostumuksista ja sulaneen lisäaineen koostumuksesta sekoittumisasteen osoittamassa suhteessa. Sekoittumisasteella tarkoitetaan sulaneiden perusaineiden osuutta hitsiaineessa (ks. kuva 5.5). Sekoittumisella ja sekoittumisasteella on eripariliitosten hitsauksessa paljon suurempi merkityskuin samapariliitosten hitsauksessa, koska se vaikuttaa merkittävästi syntyvän hitsiaineen koostumukseen ja siten ominaisuuksiin. (Lukkari ym. 2016, 334-335)



Kuva 5.5 – Sekoittumisaste. (Lukkari ym. 2016, 334)

Sekoittumisaste riippuu hitsausprosessista ja on TIG – hitsaukselle (prosessi 141) 20 – 40% ja puikkohitsaukselle (prosessi 111) 15 – 30%.



**TEKNINEN RAPORTTI** 2019-05-01

Timo Kauppi, IWE, TkL

Ferriittipitoisuuden lisäksi Schaefflerin diagrammilla voidaan ennustaa hitsiaineen koostumusta. Diagrammiin sijoitetaan tällöin perusaineiden ja lisäaineen pisteet paikoilleen. Diagrammissa eriparihitsiainetta kuvaava piste sijaitsee viivalla, joka yhdistää käytettävän lisäaineen ja perusaineiden pisteiden yhdistysjanan. Eriparihitsiaineen paikka tällä viivalla riippuu sekoittumisasteesta, jota numerot (= %-luvut) kuvassa esittävät. Jos sekoittumisaste on esim. tyypillinen 30%, niin kuvassa 5.6 hitsiaineen mikrorakenne on austeniittinen, jossa on noin 10% ferriittiä. (Lukkari ym. 2016, 337)



Kuva 5.6 - Eriparihitsin koostumuksen muodostuminen Schaefflerin diagrammissa.

Sekoittumisasteen pienentyessä martensiitin syntymisen todennäköisyys kasvaa ja päinvastoin.



Jos käytetään enimmäissekoittumisastetta (30%) ja tehdään sen perusteella Schaefflerin diagrammi ainestodistusten mukaisilla kemiallisilla koostumuksilla, saadaan kuvan 5.6 mukainen tulos. Eli martensiittia voi syntyä hitsiaineeseen suurilla sekoittumisasteilla.



Kuva 5.7 – Ainestodistusten mukaisilla koostumuksilla laskettu Schaefflerin diagrammi, sekoittumisasteen ollessa 30% (Material 1 = 4L7, Material 2 = 3R12, Weld metal = OK 67.60).

Kuvassa 5.8 on esitetty, miten lisäaineen standardin SFS-EN ISO 3581:2016 mukainen koostumuksen vaihtelu vaikuttaa hitsiaineen mikrorakenteeseen. Kuvan perusteella on epätodennäköistä, että liitokseen syntyy martensiittia sekoittumisasteen ollessa 30% tai vähemmän. Tämä merkitsee sitä, että esim. prosessilla 141 hitsattaessa lisäaineen koostumuksen ollessa standardin alarajalla, martensiitin syntyminen on huomioitava vakavana riskinä.



#### **TEKNINEN RAPORTTI** 2019-05-01



% Cr eqv = %Cr + %Mo + 1,5 x %Si + 0,5 x %Nb

Kuva 5.8 – Lisäaineen standardin mukaisen koostumusvaihtelun vaikutus hitsiaineen mikrorakenteeseen.

Mikrorakennetarkastelu osoitti, että OK 67.60 lisäaineella hitsattujen näytteiden mikrorakenteessa oli vyöhyke, joka ei syöpynyt kummallakaan käytetyllä syövytteellä (ks. luku 4.1). Tästä vyöhykkeestä tehtiin mikrokovuusmittauksia, jotka osoittivat, että kovuus oli siinä huomattavasti korkeampi kuin ympäristössä. Kuvassa 5.9 nähdään kyseinen vyöhyke, jonka leveys on luokkaa 25 µm. Kuvan mukaan vyöhykkeen kovuus on 314 HV0.1, kun taas kovuudet sen vieressä ovat huomattavasti pienempiä. Tämän perusteella mikrorakenne on tällä kohdalla epähomogeeninen ja kovuudessa on huomattavaa eroa.

Kirjallisuuden mukaan martensiitti aiheuttaa suurta vaihtelua mikrorakenteessa ja liitoksen mekaanisissa ominaisuuksissa. Tämä puolestaan kasvattaa riskiä liitoksen ennenaikaisiin vaurioihin korkean lämpötilan käytössä. (DuPont ja Kusko 2007, 51)

Kaikista OK 67.60 lisäaineella hitsatuista näytteistä (näytteet 1, 2, 7, 8, 13 ja 14) mitattiin mikrokovuudet kuvan 5.10 periaatteen mukaisesti.

Oulun yliopisto, materiaali- ja tuotantotekniikan tutkimusyksikkö, Pentti Kaiterankatu 1, Linnanmaa





Kuva 5.9 – Syöpymätön vyöhyke OK 13.09/OK 67.60 sularajalla.



Kuva 5.10 – Mikrokovuusmittausten paikoituksen periaate.



Mikrokovuusmittausten tulokset on annettu taulukossa 5.3, jonka mukaan vyöhykkeen 2 kovuus vaihteli välillä 259 – 405 HV0.1. Tämä on selvä osoitus siitä, että mikrorakenteeseen on muodostunut martensiittia lisäaineiden väliseen osittain sekoittuneeseen vyöhykkeeseen. Tulos vastaa mm. DuPont ja Kusko, Nelson ym. sekä Gittos ja Gooch havaintoja. (DuPont ja Kusko 2007; Nelson ym. 1998; Gittos ja Gooch 1992)

Taulukko 5.3 – Mikrokovuusmittausten tulokset.

näyte	kovuus [HV0.1]								
	1	2	3						
1	197	313	220						
1	0	310							
1		305							
1		327							
2	198	316	213						
2	2	405							
2		396							
2		338							
7	192	326	225						
7		389							
7		363							
8	166	259	200						
8		263							
8		276							
13	176	336	233						
13	0	329							
13		322							
14	173	350	252						
14		310							
14		294							
k.a.:	184	326	224						
haj.:	14	40	18						

Tehtyjen tutkimusten perusteella ei voida esittää sitä, mitkä tekijät vaikuttavat martensiittialueen syntymiseen ja sen laajuuteen. Kirjallisuuden perusteella



sekoittumisaste on olennainen muuttuja, mutta muillakin hitsausparametreillä on vaikutusta. On selvää, että martensiitin aiheuttama mikrorakenteen ja mekaanisten ominaisuuksien epähomogeenisuus on riski pitkäaikaisessa käytössä ja todennäköisesti lyhentää rakenteen elinikää. Ilmiön tarkempi analysointi vaatisi lisätutkimuksia ja toisenlaisen koematriisin.

NICRO 31/27 lisäaineella hitsatuissa näytteissä samasta kohdasta mitatut mikrokovuudet olivat n. 200 HV0.1 eli sekoittumisvyöhykkeessä ei ollut martensiittia. Tämä tukee mikrorakennetutkimuksen havaintoja. Kuvan 5.4 perusteella martensiitin muodostumiseen vaadittaisiin yli 50% sekoittumisaste. Puikkohitsauksella tällainen ei ole mahdollista. TIG – hitsauksella siihen on olemassa riski. Eri hitsausprosesseille tyypilliset sekoittumisasteet ovat (Lukkari ym. 2016, 335):

- puikkohitsaus (111): 15-30 %
- täytelankahitsaus ilman suojakaasua (114): 15-35 %
- jauhekaarihitsaus (12): 30-70 %
- MIG/MAG-umpilankahitsaus (131 ja 135): 25-40 %
- MAG-jauhetäytelankahitsaus (136): 15-35 %
- MAG-metallitäytelankahitsaus (138): 20-40 %
- TIG-hitsaus lisäaineella (141): 20-40 %
- TIG-hitsaus ilman lisäainetta (142): 100 %

### 5.4 Hitsiaineen kemiallinen koostumus

Hitsiaineen kemiallisen koostumuksen analysointi osoitti sen, että seosaineiden pitoisuudet vaihtelivat hitseissä. Lisäaineella OK 67.60 hitsattujen pinnoitteiden kromipitoisuus oli OES – analyysien perusteella koehitsissä nro 13 alle standardin salliman alarajan (%Cr = 22.0). Tehtyjen tutkimusten perusteella tälle ei voida esittää selvää syytä. Kromi rikastuu jähmettymisen yhteydessä muodostuvaan δ-ferriittiin, mikä johtaa paikallisiin koostumuseroihin. Periaatteessa on mahdollista, että OES – analysaattorin

Oulun yliopisto, materiaali- ja tuotantotekniikan tutkimusyksikkö, Pentti Kaiterankatu 1, Linnanmaa



**TEKNINEN RAPORTTI** 2019-05-01

Timo Kauppi, IWE, TkL

polttojälki osuu sellaiseen alueeseen, jossa on vähän deltaferriittiä ja analyysin kromipitoisuus jää tästä syystä keskimääräistä matalammaksi. Asian tarkempi selvittäminen vaatisi jatkotutkimuksia.

Mitattujen kemiallisten koostumusten perusteella lasketut kromiekvivalentin arvot vaihtelivat välillä 21.84 – 24.30 ja nikkeliekvivalentin arvot välillä 12.39 – 13.61. Kuvassa 5.11 on esitetty mikä on sekoittumisvyöhykkeen odotettu mikrorakenne näillä kromi- ja nikkeliekvivalentin vaihteluväleillä. Kuvan perusteella martensiitin syntyminen sekoittumisvyöhykkeeseen on todennäköistä käytetyllä lisäaineella, minkä myös koehitsien mikrorakennetarkastelu osoitti.





Kuva 5.11 – Koehitsien todennäköinen mikrorakenne eri sekoittumisasteilla.

### 5.5 Lisäainesuositus

Tulosten perusteella 3R12/4L7 putkille käytettävä ISO 3581-A E 23 12 L R 2 32 tyyppinen lisäaine (OK 67.60) voi aiheuttaa hitsiliitoksen mekaanisten ominaisuuksien heikkenemistä



sekoittumisvyöhykkeelle muodostuvan martensiitin takia. Tämä puolestaan kasvattaa riskiä hitsiliitoksen käytönaikaiseen säröilyyn. Hitsausparametrien optimointi martensiitin syntymisen välttämiseksi vaatisi jatkotutkimuksia.

Kun käytetään ISO 3581-A E 27 31 4 L R 12 tyyppistä lisäainetta, kuten NICRO 31/27, martensiitin muodostumisesta ei ole vaaraa. Tätä lisäainetta käytettäessä myöskään korkean  $\delta$ -ferriittipitoisuuden aiheuttamista riskeistä ei ole vaaraa. Tässä tutkimuksessa osa 3R12/4L7 putkien hitsauksista tehtiin onnistuneesti NICRO 31/27 lisäaineella, joten sen käytölle ei ole mitään esteitä.

### 5.6 Jatkotutkimukset

Tehtyjen tutkimusten päätulos oli se, että pinnoitteen hitsin tunkeumalla ei ollut vaikutusta päittäishitsin lujuuteen ja sitkeyteen. Tämä johtui kuitenkin siitä, että kaikki testatut hitsit murtuivat vetokokeessa perusaineesta. Mikrorakennetutkimuksessa löydettiin OK 67.60 lisäaineella hitsatuissa näytteissä eripariliitoksen rajapinnalta kapea martensiittinen vyöhyke, joka nostaa halkeilurikiä käytön aikana. OK 67.60 lisäaineella hitsatussa liitoksessa hitsiaineen deltaferriittipitoisuudella voi olla vaikutusta hitsin sitkeyteen 475°C haurauden vuoksi.

Nämä havainnot huomioiden on syytä tutkia lisää seuraavia aiheita:

- 1. Hitsiaineen koostumuksen ja lämmöntuonnin vaikutus eripariliitoksen rajaviivalla esiintyvään martensiittivyöhykkeeseen sekä hitsiaineen deltaferriittipitoisuuteen.
- 2. Hitausarvojen vaikutus hitsiaineen kemialliseen koostumukseen.
- 3. Käyttöiän vaikutus putkien hitsin mikrorakenteeseen ja sitkeyteen.
- 4. Pinnoitteen hitsin tunkeuman vaikutus hitsiaineen lujuuteen ja sitkeyteen erikoisvetokoesauvoja testaamalla (muodonmuutoksen ohjaaminen hitsiaineeseen).



# 6 JOHTOPÄÄTÖKSET

Tutkimuksen ensisijaisena tavoitteena oli selvittää vaikuttaako kompound putken pinnoitteen hitsin tunkeuma painetta kantavaan ferriittiseen putken osaan liitoksen lujuuteen, siten että standardin SFS-EN 12952-2:2011 kohdan A.2.2.2.1 vaatimukset eivät täyty. Tehtyjen tutkimusten perusteella voidaan todeta seuraavaa:

- 1. Pinnoitteen hitsin tunkeumalla ei ollut vaikutusta korotetun lämpötilan venymislujuuteen, koehitsit olivat keskimäärin 60% standardin vaatimusta lujempia.
- 2. Koehitsien murtovenymät ja iskusitkeys olivat vaatimusten mukaisia.
- Mekaanisien ominaisuuksien puolesta pinnoitteen hitsi voi tunkeutua painetta kantavaan ferriittiseen osaan standardin SFS-EN 12952-6:2011 liitteen A sallimissa rajoissa eli pinnoitteen hitsin enimmäistunkeuma laskettuun ferriittisen painetta kantavan sisäosan vähimmäispaksuuteen (S<sub>0</sub>) saa olla enintään 1.5 mm.
- 4. OK 67.60 lisäaineella hitsattaessa riskinä on martensiitin muodostuminen ferriittisen perus- ja/tai hitsiaineen sularajan viereen sekoittumisvyöhykkeelle, mikä heikentää liitoksen korkean lämpötilan ominaisuuksia ja kasvattaa käytönaikaisen säröilyn riskiä.
- Toisena riskinä OK 67.60 lisäaineen käytössä on liian korkea hitsin δferriittipitoisuus, joka haurastuttaa hitsiaineen 475°C – haurauden takia.
- Hitsin kestävyyden kannalta on järkevintä käyttää E 27 31 4 L R 12 tyyppistä lisäainetta (esim. Lincoln Electricin NICRO 31/27) molemmille 3R12/4L7 ja Sanicro38/4L7 putkille.



# 7 LÄHDELUETTELO

ASME. 2011. Boiler and Pressure Vessel Code. Section II. Part D.

ASTM. 2005. B424. Standard Specification for Ni-Fe-Cr-Mo-Cu Alloy (UNS N08825 and UNS N08221)\* Plate, Sheet, and Strip.

DuPont J. N., Kusko C.S. Technical Note: Martensite Formation in Austenitic/Ferritic Dissimilar Alloy Welds. Welding Journal. 2007. pp. 51 – 54.

ESAB a. 2019. OK Tigrod 13.09. Tekniset tiedot. Web-sivu. Luettu 14.3.2019. <URL>: <u>https://www.esab.fi/fi/fi/products/filler-metals/tig-rods-gtaw/low-alloy-rods/ok-tigrod-13-09.cfm</u>

ESAB b. 2019. OK 67.60. Tekniset tiedot. Web-sivu. Luettu 10.3.2019. <URL>: <u>https://www.esab.fi/fi/fi/products/filler-metals/covered-stick-electrodes-smaw/stainless-</u> <u>steel-electrodes/ok-67-60.cfm</u>

Gittos M. F., Gooch T. G. The Interface below Stainless Steel and Nickel-Alloy Claddings. Welding Research Supplement. December. 1992. pp. 461 – 472.

Lukkari J., Kyröläinen A., Kauppi T. Hitsauksen materiaalioppi. Osa 2. SHY ry. 2016. 380 s.

Nelson T. W., Lippold J. C., Mills M. J. Investigation of boundaries and structures in dissimilar metal welds. Science and Technology of Welding and Joining. 1998. Vol. 3. No. 5. pp. 249 – 255.

Mäkelä K. Luottamuksellinen tiedonanto. 4.4.2019. Tampere.

SEJČ P., KUBÍČEK R. Influence of Heat Input on the Content of Delta Ferrite in the Structure of 304L Stainless Steel GTA Welded Joints. SCIENTIFIC PROCEEDINGS 2011. Faculty of Mechanical Engineering. STU. Bratislava. DOI: 0.2478/v10228-011-0002-3.

SFS-EN ISO 148-1. 2016. Metallien Charpyn iskukoe. Osa 1: Menetelmä.

SFS-EN 10216-2. 2014. Saumattomat painelaiteteräsputket. Tekniset toimitusehdot. Osa 2: Kuumalujat seostamattomat ja seostetut teräsputket.

SFS-EN 10216-5. 2014. Saumattomat painelaiteteräsputket. Tekniset toimitusehdot. Osa 5: Ruostumattomat teräsputket.

Oulun yliopisto, materiaali- ja tuotantotekniikan tutkimusyksikkö, Pentti Kaiterankatu 1, Linnanmaa



## TEKNINEN RAPORTTI

2019-05-01

Luottamuksellinen Versio 1.0

Timo Kauppi (Lic. Tech.), IWE FI-00630 Welding Metallurgy & Failure Analysis University lecturer / Principal Lecturer University of Oulu / Lapland University of Applied Sciences Materials and Mechanical Engineering / Arctic Natural Resources and Economy

Tel. +358 50 325 8331, +358 50 438 1287 timo.a.kauppi@oulu.fi, timo.kauppi@lapinamk.fi

