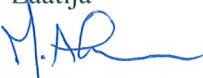

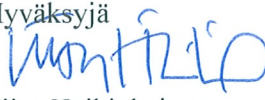




Ympäristön ja muodonmuutosnopeuden vaikutus austeniittisten materiaalien murtumisvastuskäyttäytymiseen

Kirjoittajat: Matias Ahonen

Luottamuksellisuus: julkinen

Raportin nimi Ympäristön ja muodonmuutosnopeuden vaikutus austeniittisten materiaalien murtumisvastuskäyttäytymiseen	
Asiakkaan nimi VYR, VTT	Asiakkaan viite KTM Dno 23/1007/SAF, 16.3.2007
Projektin nimi Materiaalin tilan, ympäristön ja muodonmuutosnopeuden vaikutus austeniittisten yv-materiaalien ympäristövaikutteiseen murtumiseen (SAFIR 2010)	
Projektin numero/lyhytnimi 24028/DEF SPEED 08	
Raportin laatija(t) Matias Ahonen	Sivujen/liitesivujen lukumäärä 64
Avainsanat Jännityskorroosio, austeniittiset materiaalit, painevesireaktori, matalan lämpötilan särönkasvu	Raportin numero VTT-R-06172-08
Tiivistelmä <p>Tämä diplomityö on tehty VTT:n Materiaalien käytettävyys ja elinikä yksikössä osana projektin SAFIR 2010 alaprojektia DEF SPEED. Työn tarkoituksena oli tutkia austeniittisten materiaalien käyttäytymistä matalan lämpötilan vetytöissä vedessä.</p> <p>Työn kirjallisuusosassa on tarkasteltu painevesireaktoriolosuhteissa esiintyviä jännityskorroosioilmiöitä. Primääriin jännityskorroosioilmiöt voidaan jakaa korkeissa (n. 300 °C) ja matalissa (n. 50 - 150 °C) lämpötiloissa tapahtuviin ilmiöihin. Korkeissa lämpötiloissa primäärivedessä ilmenevään jännityskorroosioon (PWSCC) vaikuttavia tekijöitä ovat mm. kemiallinen ympäristö, lämpötila, materiaalin mikrorakenne ja muokkaustila sekä kuormitustyyppi. Matalan lämpötilan särönkasvun (LTCP) oletetaan olevan vetyhaurausmekanismilla toimiva ilmiö, josta oleva tieto on peräisin ainoastaan laboratorio-olosuhteissa tehdyistä kokeista. LTCP:n mekanismin kannalta on olennaista, kuinka suurella kuormitusnopeudella materiaalia kuormitetaan, sillä mekanismi tarvitsee toimiakseen aikaa.</p> <p>Työn kokeellisessa osassa tutkittiin eripariliitoksissa käytettyjen nikkeliseosten Alloy 52 ja Alloy 182 sekä herkistyneen austeniittisen ruostumattoman teräksen AISI 304 murtumissitkeyksiä kolmipistetaivutuskoesauvoilla sekä ilmassa että matalan lämpötilan (55 °C) vetytöissä vedessä. Näytteet irrotettiin hitsatuista eripariliitoksista. Suoritettujen koetulosten perusteella materiaaleille määritettiin voima-siirtymäkäyrät sekä J-R-käyrät. Kokeissa käytettiin kolmea hieman erilaista ympäristöä sekä kahta kuormitusnopeutta, jotka olivat 6,7 mm/h ja 0,1 mm/h. Kokeiden aikana särönkasvua mitattiin potential drop-menetelmällä. J-R-käyrien määrittämistä varten koesauvojen todelliset särönkasvut mitattiin murtopinnoilta optisen mikroskoopin sekä pyyhkäyselektronimikroskoopin (SEM) avulla. Koosauvojen murtumismekanismia selvitettiin SEM-tarkastelun avulla.</p> <p>J-R-käyrien perusteella todettiin käytettyjen koemateriaalien käyttäytyvän eri tavoin vetytöissä matalan lämpötilan vedessä. Materiaaleista nikkeliseos Alloy 182 oli ainoa, jossa oli havaittavissa osassa kokeista ympäristövaikutteista jännityskorroosiomurtumista. Ympäristövaikutteista murtumista tapahtui ainoastaan kuormitusnopeudella 0,1 mm/h. Murtumismekanismien ja murtumisvastuksen välillä todettiin olevan yhteys; dendriittirajamurtumaa havaittiin koosauvoissa, joiden murtumissitkeys oli alhaisin. Nikkeliseoksen Alloy 52 sekä austeniittisen ruostumattoman teräksen AISI 304 murtumissitkeyskäyttäytyminen vaikutti olevan samantyyppistä sekä ilmassa että ympäristössä suoritetuissa kokeissa, eikä käytetyillä kuormitusnopeuksilla ollut merkittävää vaikutusta tuloksiin.</p>	
Luottamuksellisuus	julkinen
Espoo 15.10.2008 Laatija  Matias Ahonen tutkija	Tarkastaja  Seppo Tähtinen erikoistutkija
	Hyväksyjä  Liisa Heikinheimo teknologiapäällikkö
VTT:n yhteystiedot PL 1000, 02044 VTT	
Jakelu (asiakkaat ja VTT) Safir 2010, TR6 jäsenet, 3kpl VTT arkisto, 5 kpl, Ulla Ehrnsten, VTT, 1 kpl, Matias Ahonen, VTT, 1 kpl	
<i>VTT:n nimen käyttäminen mainonnassa tai tämän raportin osittainen julkaiseminen on sallittu vain VTT:ltä saadun kirjallisen luvan perusteella.</i>	

Alkusanat

DEF SPEED – projekti on osa kansallista ydinturvallisuusprojektia SAFIR 2010. Tämä tutkimusraportti vastaa kokonaisuudessaan diplomityötä, joka on tehty VTT:n Materiaalien käytettävyys ja elinikä yksikössä syksyn 2007 ja kevään 2008 aikana. Työn tarkoituksena oli tutkia austeniittisten materiaalien käyttäytymistä matalan lämpötilan vetypitoisessa vedessä.

DEF SPEED – projektin rahoittajina toimivat VYR (Valtion Ydinjäterahasto) ja VTT. Projektia valvovan tukiryhmän (TR6) puheenjohtajana toimii Matti Vilpas (STUK). Tukiryhmän jäsenten edustamat organisaatiot ovat STUK, Fortum Power and Heat, Fortum Nuclear Service, TVO, TKK ja VTT. Tukiryhmän lisäksi kiitokset ansaitsevat VTT:n henkilökunnasta erityisesti Seppo Tähtinen, Ulla Ehrnstén, Esko Arilahti, Aki Toivonen ja Marketta Mattila sekä TKK:n Koneenrakennuksen materiaalitekniikan professori Hannu Hänninen.

Espoo 15.10.2008

Matias Ahonen

Sisällysluettelo

Alkusanat.....	2
Sisällysluettelo.....	3
Merkinnät.....	4
1 Johdanto.....	5
2 Työn tavoite.....	6
2.1 Jännityskorroosiomekanismeja PWR-ympäristössä	6
2.1.1 Sisäinen hapettuminen	7
2.1.2 Vetyhauraus.....	8
3 Austeniittisten materiaalien PWSCC	9
3.1 Ydinvoimalaitoskomponenteissa käytetyt nikkeliseokset	9
3.2 Kuormitustyyppin vaikutus	10
3.3 Kylmämuokkaus.....	11
3.4 Valssaussuunta.....	13
3.5 Herkistyminen, lämpökäsittelyt ja mikrorakenne	14
3.6 Ympäristön vaikutus.....	17
3.7 Lämpötila	21
4 LTCP-riski PWR-ympäristössä	22
4.1 Mikrorakenteen vaikutus	25
4.2 Kuormitusnopeuden vaikutus.....	26
5 Koemateriaalit ja -menetelmät	27
5.1 Koemateriaalit.....	27
5.2 Kokeellinen tutkimus	31
5.2.1 Koelaitteisto	31
5.2.2 Kokeiden suoritus	32
6 Tulokset.....	34
6.1 Tehdyt laskelmat.....	34
6.1.1 Voima-siirtymäkäyrän laskeminen	34
6.1.2 Murtumisvastuskäyrien laskeminen	34
6.2 Voima-siirtymäkäyrät	37
6.3 Murtopinnat.....	41
6.4 Murtumisvastuskäyrät.....	48
7 Tulosten tarkastelu	52
7.1 Voima-siirtymäkäyrät	52
7.2 Murtopinnat.....	53
7.3 Murtumisvastuskäyrät.....	53
8 Johtopäätökset	55
Lähdeviitteet	56
Liite A: Sitkeiden (ductile) materiaalien murtumissitkeyden määrittäminen J–R- kokeen avulla.....	62

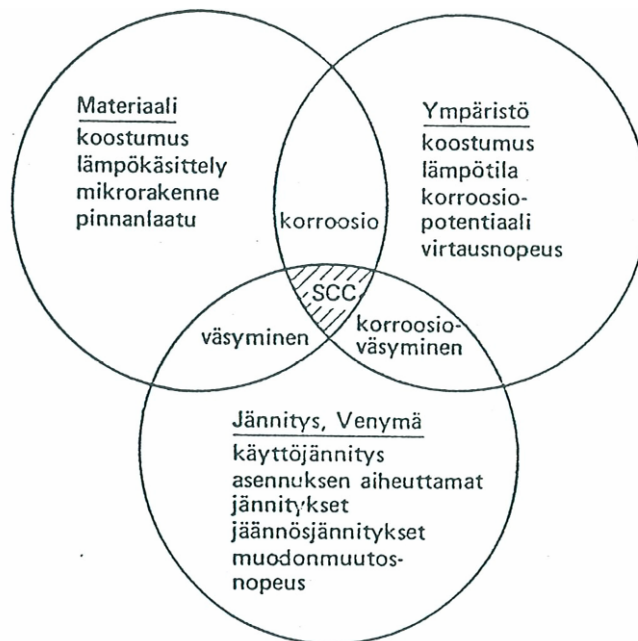
Merkinnot

a	särönpituus
a_0	särön alkupituus
Δa	särönkasvu
A	palkeen tehollinen pinta-ala
A_{pl}	voima-siirtymäkäyrän alle jäävä pinta-ala
b_0	alkuperäisen ligamentin pituus
B	koesauvan paksuus
B_e	koesauvan tehollinen paksuus
B_n	koesauvan nettopaksuus
C_{LL}	elastinen kulmakerroin
CTOD	engl. crack tip opening displacement, särön kärjen avauma
e_p	palkeen paineen systemaattinen virhe
E	kimmokerroin
J	J-integraali
J_{el}	J-integraalin elastinen komponentti
J_{IC}	stabiilisti etenevän murtuman liikkeellelhtöä kuvaava J-integraalin arvo
J_{pl}	J-integraalin plastinen komponentti
J_Q	tilapäinen stabiilisti etenevän murtuman liikkeellelhtöä kuvaava J-integraalin arvo
K	jännitysintensiiviteettitekijä
K_{IC}	standardin ASTM E 399 mukaan määritelty murtumissitkeys
M	0,2 mm offset-suoran kulmakerroin
p_{mit}	mitattu paineen arvo
p_{ymp}	palkeen ulkopuolinen paine
P	sauvaan kohdistuva voima
P_f	ASTM-standardin mukaisen kuormitusnopeuden määrittämiseksi tarvittava voiman arvo
P_{norm}	normalisoitu kuorma
S	kuormituslaitteiston tukien välinen etäisyys
SEM	engl. scanning electron microscope, pyyhkäisyelektronimikroskooppi
T	repeämiskerroin
U	hetkellinen pd-mittausjohtimien välinen jännite-ero
U_0	alkuperäinen pd-mittausjohtimien välinen jännite-ero
V_{pl}	siirtymän plastinen komponentti
W	koesauvan leveys
y	pd-mittausjohtimien etäisyys särötasosta
δ	kuormituslinjan suuntainen siirtymä
δ_{norm}	normalisoitu kuormituslinjan suuntainen siirtymä
v	Poissonin vakio
σ_0	muodonmuutoslujuus

1 Johdanto

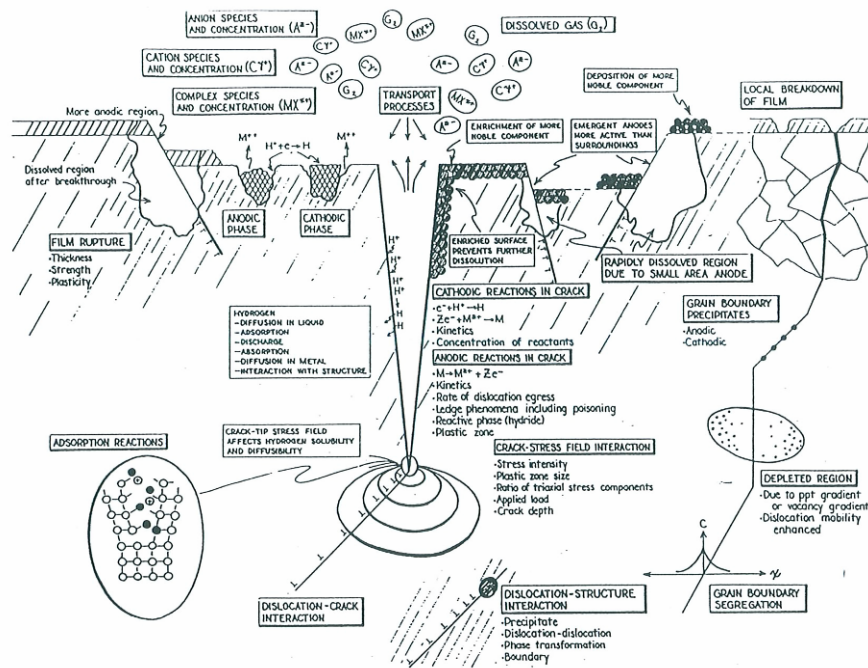
Nikkelipohjaisista seoksista ja austeniittisista teräksistä valmistettuja komponentteja käytetään painevesireaktoreissa (PWR) laajalti. Painevesireaktorin primääripiirin vedessä ilmenevän jännityskorroosion (Primary Water Stress Corrosion Cracking, PWSCC) on todettu olevan mahdollinen riskitekijä austeniittisista materiaaleista valmistetuissa komponenteissa.

Jännityskorroosio (Stress Corrosion Cracking, SCC) on ympäristövaikutteisen murtumisen laji. Ympäristövaikutteisella murtumisella (Environment Assisted Cracking, EAC) tarkoitetaan murtumista, jossa rakenneaine vaurioituu ympäristön ja jännityksen yhteisvaikutuksesta alhaisemmilla jännitysintensiteettitekijän K_{IC} :n arvoilla kuin mikä materiaalin tyypillinen murtumaan vaadittu arvo on. Ympäristö alentaa materiaalin murtumissitkeyttä edesauttamalla särönkasvua. Tyypillisimmät EAC:n muodot metalleilla ovat vetyhauraus, jännityskorroosio ja sulametallihauraus [1]. Jännityskorroosioon vaikuttavia muuttujia on esitetty kuvassa 1.



Kuva 1. Jännityskorroosion esiintymisen edellytykset [2].

Jännityskorroosiomurtumat ovat metalleissa joko rakeiden läpi eteneviä jännityskorroosiomurtumia (Transgranular Stress Corrosion Cracking, TGSCC), raerajoja pitkin eteneviä (Intergranular Stress Corrosion Cracking, IGSCC) tai näiden kahden yhdistelmiä. Sama materiaali voi samassa metallurgisessa tilassa murtua joko rakeiden läpi tai raerajoja pitkin eri ympäristössä tai eri korroosio- ja jännityskorkeuksilla. Jännityskorroosion ilmenemiseen vaikuttavat mm. materiaalin kemiallinen koostumus, epäpuhtaudet, mikrorakenne ja epäpuhtauksien suotautuminen raerajoille. Ympäristön vaikutus jännityskorroosion esiintymiseen riippuu mm. ympäröivän liuoksen konsentraatiosta, lämpötilasta, hapettavuudesta, potentiaalista ja pH:sta. Jännityksen vaikutus riippuu sen laadusta ja suuruudesta [3]. Jännityskorroosioon vaikuttavia tekijöitä on esitetty kuvassa 2.



Kuva 2. Jännityskorroosion esiintymiseen vaikuttavia tekijöitä [4].

Jännityskorroosiota esiintyy tyypillisesti myös sellaisilla sitkeillä materiaaleilla, joiden yleisen korroosion kesto on erinomainen niiden pintaan muodostuvan passiivisen oksidikerroksen vuoksi. Tämän vuoksi SCC:n ennustaminen on vaikeaa, koska vaurioita voi syntyä materiaaleissa, joissa ei esiinny kauttaaltaan havaittavissa olevaa kuormankantokykyä vähentävää korroosiota [3].

Matalan lämpötilan (noin 50 - 150 °C) vetypitoisessa vedessä on viimeaikaisten tutkimusten mukaan joillakin nikkelseoksilla olemassa mahdollinen riski hauralle särönkasvulle, josta käytetään nimitystä matalan lämpötilan särönkasvu (Low Temperature Crack Propagation, LTCP). Tämän työn kokeellisessa osassa pyritään selvittämään austeniittisten materiaalien käyttäytymistä tekemällä kolmipistetaivutuskokeita vetypitoisessa vedessä lämpötilassa 55 °C.

2 Työn tavoite

Tässä kirjallisuustyössä on tarkoitus perehtyä painevesireaktorin primääripiirin materiaaleissa havaittuihin jännityskorroosioilmiöihin sekä tutkia niiden taustalla toimivia mekanismeja. Ilmiöitä tarkastellaan korkeissa lämpötiloissa (n. 300 °C), jotka edustavat painevesireaktorin normaalia toimintalämpötilaa, sekä tämän lisäksi tarkastellaan nikkelseosten käyttäytymistä matalissa lämpötiloissa (n. 50 - 150 °C), joihin painevesireaktorin primääripiirin materiaalit joutuvat seisokkien ja alasajojen aikana. Työn kokeellisessa osassa keskitytään austeniittisten materiaalien matalalämpötilakäyttäytymisen tutkimiseen.

2.1 Jännityskorroosiomekanismeja PWR-ympäristössä

Jännityskorroosiota tapahtuu PWR-ympäristössä käytetyissä austeniittisissa materiaaleissa [5 - 15]. SCC:n aiheuttamia säröjä on havaittu laboratoriokokeiden lisäksi myös useissa voimalaitoksissa [14].

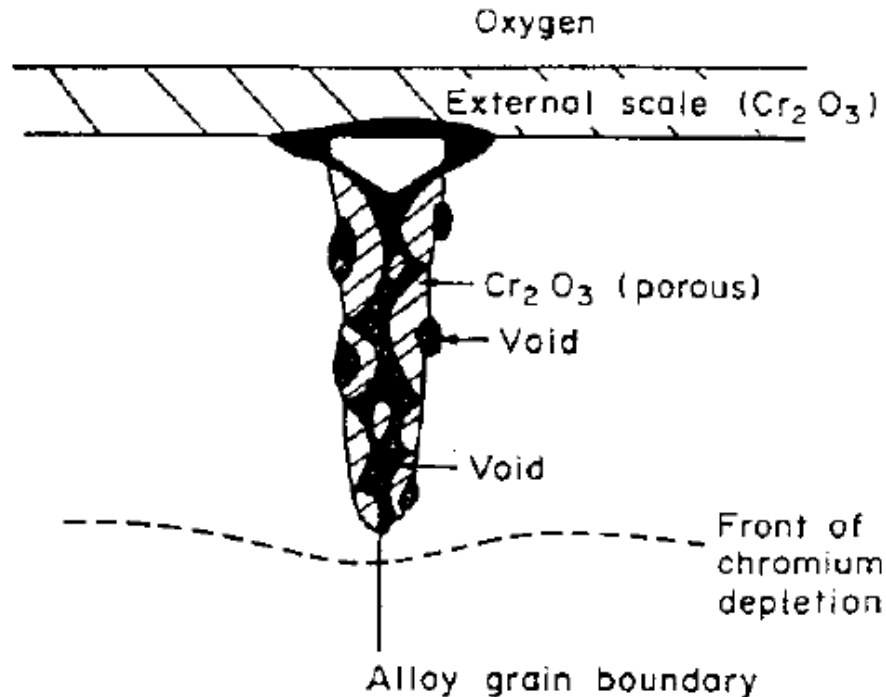
Austeniittisten materiaalien jännityskorroosiokäyttäytymistä voidaan ennustaa ja tutkia jännityskorroosiomallien avulla. Erilaisia jännityskorroosiomalleja on useita. Tärkeimpinä näistä voidaan pitää slip-oxidation-, coupled environment fracture -, enhanced surface mobility -, internal oxidation -, selective dissolution-vacancy creep -, film-induced cleavage - ja crack tip strain rate -malleja sekä vetyvaikutukseen perustuvia malleja. Näistä slip-oxidation -, coupled environment fracture - ja film-induced cleavage -malleissa särönkärjen venymänopeus on keskeisessä asemassa särönkasvunopeuden kvantitatiivisessa ennustamisessa. Enhanced surface mobility -mallissa osallisena on särönkärjen jännitys. Muut edellä mainitut mallit eivät soveltuvuutensa tai kehittymättömyytensä vuoksi pysty kvantitatiivisesti ennustamaan austeniittisten materiaalien särönkasvunopeutta korkean lämpötilan vedessä [16].

Perus - ja hitsiaineissa tapahtuvat jännityskorroosion vaikutuksesta tapahtuvat ilmiöt pystytään yleensä karakterisoimaan melko hyvin, mutta ilmiöiden taustalla toimivista mekanismeista ollaan toistaiseksi erimielisiä. Young et al. [12] rajaa mahdolliset puhtaassa korkean lämpötilan vedessä toimivat jännityskorroosiomekanismit sellaisiin, joissa särönkasvua kontrolloivia tekijöitä ovat haurastuminen ja raerajojen sidosvoimien pienentyminen. Tämä rajaus perustuu mikrorakennetutkimukseen, jossa SCC-säröjen todettiin olevan teräviä ja etenevän kyseisessä ympäristössä raerajoja pitkin, eikä särönkärjen alueella ollut viitteitä plastisen venymän aiheuttamasta dislokaatiotiheyden kasvusta. Tämän tyyppisesti toimivia mekanismeja ovat seuraavassa esitetyt sisäinen hapettuminen vetyhauraus.

2.1.1 Sisäinen hapettuminen

Scott [18] - [19] on käsitellyt nikkelseoksen Alloy 600 raerajajännityskorroosiota PWR-ympäristössä. Hänen mukaansa kyseisen materiaalin raerajamurtumisen mekanismi on sisäinen hapettuminen (Internal Oxidation). Was ja Capell [20] ovat myöhemmin tutkineet samaa ilmiötä käyttäen nimitystä valikoiva sisäinen hapettuminen (Selective Internal Oxidation, SIO). Heidän tutkimuksessaan käsiteltiin erilaisten nikkelseosten ominaisuuksia vetypitoisessa höyryssä lämpötilassa 400 °C.

Sisäisen hapettumisen mekanismin oletetaan toimivan seuraavasti seoksessa Alloy 600: Kun korroosiopotentiaali on Ni/NiO-tasapainon kohdalla tai sen alapuolella, materiaalin pintaan ei muodostu uutta suojaavaa kromioksidikerrosta, jos ilmassa syntynyt kerros tuhoutuu. Myöskään nikkelioksidikerrosta ei muodostu, jos potentiaali on liian alhainen. Tämän vuoksi happi pääsee vapaasti kulkeutumaan materiaalin raerajoja pitkin hapettaen siellä olevaa kromia Cr₂O₃:ksi. Näin raerajan ympäristöön syntyy ohut, noin 10 nm:n paksuinen huokoinen vyöhyke, joka kuljettaa happea edelleen syvemmälle materiaalin raerajoja pitkin. Tämä prosessi ilmenee särön edellä aiheuttaen materiaalin haurastumista [20]. SIO-mekanismin aikaansaama raerajan morfologia on esitetty kuvassa 3.



Kuva 3. Skemaattinen kuva sisäisen hapettumisen aikaansaamasta huokoisesta kromioksidia sisältävästä alueesta raerajalla [19].

SIO-mekanismin pätevyyttä on perusteltu lähteessä [20] vertaamalla sitä IGSCC-malleihin. Lähteen mukaan ruostumattomasta teräksestä valmistettujen kiehutusvesireaktorin (Boiling Water Reactor, BWR) komponenttien eliniän arvioinnissa käytetyn slip-oxidation-mallin mekanistinen tulkinta ei vastaa kaikilta osiltaan painevesireaktorin primäärivesiympäristössä havaittuja ilmiöitä. Tämä väite perustuu siihen, että korroosipotentialin ja särönkasvunopeuden välillä on seoksessa Alloy 600 todettu olevan yhteys, jota ei slip-oxidation-mallin avulla voida havaita. Särönkasvunopeus on suurin korroosipotentialin ollessa Ni/NiO-tasapainon kohdalla. SIO-mekanismin todetaan olevan johdonmukaisempi kuvaamaan edellä mainittua yhteyttä. Muina perusteluina mekanismin pätevyydestä todetaan särönkasvun aikana mitattu aktivaatioenergia, joka on tyypillisempi diffuusiomekanismille kuin liukenemismekanismille [20], sekä raerajojen kromioksidin morfologia [18].

2.1.2 Vetyhauraus

Vetyhauraus on mahdollinen nikkelseosten jännityskorroosion osatekijä vetypitoisessa painevesireaktorin vedessä. Young et al. [12] on tutkinut nikkelseoksen Alloy X-750 jännityskorroosiokäyttäytymistä puhtaassa korkean lämpötilan vedessä. Vetypitoisessa painevesireaktorin vedessä vetypitoisuuden on todettu olevan särön kärjen alueella suurempi kuin ympäristössä. Tämä voi olla merkki siitä, että vety on kerääntynyt särönkärjen jännityskenttään haurastaen sen. Kuitenkaan tästä ei voida olla varmoja, sillä kohonneen vetypitoisuuden on saattanut aiheuttaa myös materiaalin hapettuminen [12].

Lisäksi on pohdittu vetyhaurauden mahdollisuutta toimia materiaalin Alloy 600 SCC-mekanismina vertailemalla erilaisten vetyyn liittyvien reaktioiden ja SCC:n aktivaatioenergioita. Vedyn liukeneminen tai diffuusio ei näytä yksin pystyvän aktivaatioenergioiden perusteella aiheuttamaan SCC:ta, sillä aktivaatioenergiat

näille reaktioille (~15,8 - 21,0 kJ/mol ja 42,4 - 49,0 kJ/mol) ovat huomattavasti Youngin et al. nikkeliseokselle Alloy 600 mittaamaa aktivaatioenergiaa (91,2 kJ/mol ± 27,4 kJ/mol) pienempiä. Sen sijaan voi olla mahdollista, että SCC:ta aiheuttava mekanismi ei olekaan ainoastaan yksi reaktio, vaan vedyn kulkeutuminen materiaaliin kokonaisuudessaan. Tämä koostuu useasta reaktiosta, joita voivat olla korrosio, vedyn liukeneminen ja diffuusio. Näiden reaktioiden yhteenlaskettu aktivaatioenergia on noin 102 kJ/mol, joka vastaa hyvin materiaalin Alloy 600 SCC:n aktivaatioenergiaa 91,2 kJ/mol ± 27,4 kJ/mol [12].

3 Austeniittisten materiaalien PWSCC

Jännityskorroosiota tapahtuu PWR-ympäristössä niin austeniittisilla teräksillä kuin nikkeliseoksillakin [21]. Nikkeliseoksia käytetään primääripiirin komponenteissa nykyisin austeniittisiä ruostumattomia teräksiä enemmän niiden paremman kuumalujuuden ja yleisen korroosionkeston vuoksi. Nikkeliseokset soveltuvat eripariliitosten hitsiaineiksi ruostumattomia teräksiä paremmin, minkä vuoksi hitsiaineet Alloy 182/82 ja Alloy 152/52 ovat hyvin yleisesti käytettyjä.

Pitkäaikainen nikkelipohjaisten seosten käyttö painevesireaktoreissa sekä laboratoriotutkimukset ovat osoittaneet, että nikkelipohjaisista seoksista Alloy X-750, Alloy 600 sekä sen hitsiaineet Alloy 182 ja Alloy 82 ovat alttiita jännityskorroosiolle painevesireaktorin primäärivedessä korkeassa lämpötilassa [5, 6, 15, 22]. Matalan lämpötilan PWR-vedessä seosten Alloy 690 ja Alloy 600 jännityskorroosioalttius on vähäisempi kuin muiden kyseisessä ympäristössä käytettyjen nikkeliseosten. Alloy X-750:ssa sekä hitsiaineissa Alloy 182/82 ja Alloy 152/52 tapahtuu matalan lämpötilan vedessä merkittävää murtumissitkeyden alenemista [23].

3.1 Ydinvoimalaitoskomponenteissa käytetyt nikkeliseokset

Ydinvoimalaitoskomponenteissa käytetyt nikkelipohjaiset seokset ovat yleensä Fe-Cr-Ni -seoksia. Niiden korkea nikkelipitoisuus stabiloi austeniittista kiderakennetta, minkä vuoksi materiaaliin ei pääse syntymään deltaferriittiä eikä muokausmartensiittia. Nikkelipohjaisten seosten erityispiirteitä ovat erinomainen korroosionkestävyys syövyttävissä liuksissa sekä hyvä jännityskorroosionkestävyys kloridipitoisessa ympäristössä.

Lujimpien nikkelipohjaisten seosten hyvät mekaaniset ominaisuudet korkeissa lämpötiloissa perustuvat ensisijaisesti niissä lämpökäsittelyjen tuloksena tapahtuviin erkautumisreaktioihin. Lujittumismekanismeina nikkeliseoksessa voi toimia myös karbidierkautuminen, liuoslujittuminen sekä muokkauslujittuminen. Liuoslujitettuja nikkeliseoksia ovat mm. Alloy 600, Alloy 800, Alloy 625 ja Alloy 690 ja erkautuskarkenevia seoksia ovat mm. Alloy X-750 ja 718. Liuoslujitetuissa nikkeliseoksissa merkittävimmät austeniittista faasia lujittavat seosaineet ovat kromi ja molybdeeni. Muita liuoslujittavia seosaineita ovat titaani, alumiini, niobi ja wolframi. Erkautuskarkenemisen aiheuttavia seosaineita ovat alumiini, titaani ja niobi.

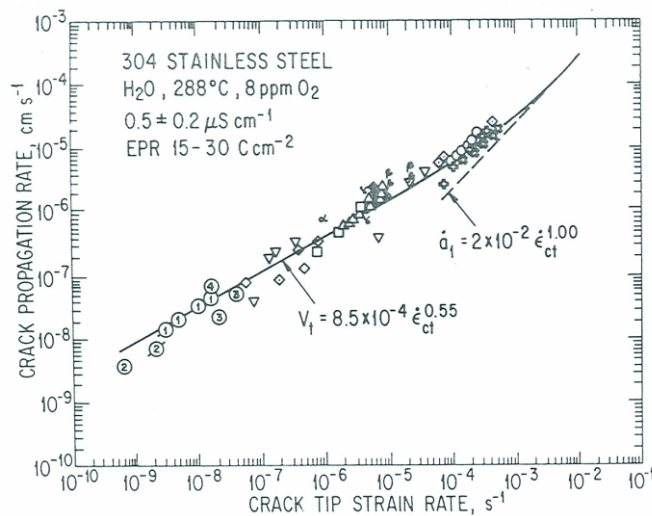
Nikkeliseoksissa esiintyy MC-tyyppisiä karbideja, joissa metalli on yleensä titaani, molybdeeni, niobi, vanadiini, zirkonium tai tantaali. Lisäksi voi esiintyä

M₆C- ja M₇C₃ -tyyppisiä karbideja. M₆C karbidien erkautuminen on mahdollista vain, jos seoksen molybdeenipitoisuus on korkea. Korroosionkestävyyden kannalta tärkein karbidityyppi on M₂₃C₆, joka erkautuu materiaalin raerajoille. Nikkeliseosten käyttölämpötiloissa erkautuessaan M₂₃C₆ on kromivalentainen karbidi.

3.2 Kuormitustyyppin vaikutus

Materiaalien koestuksessa käytetyt kuormitustavat voidaan jakaa staattiseen ja dynaamiseen kuormitustyyppiin. Staattisesti materiaalia voidaan kuormittaa vakiovoima- tai vakiovenymäkokeella. Dynaamisia kokeita ovat mm. vakiovetonopeuskoe (CERT, SSRT), särönkasvunopeuskoe sekä syklisellä kuormituksella tehdyt kokeet.

Särönkärjen venymänopeudella ja SCC-särönkasvunopeudella on todettu olevan kuvan 4 mukainen yhteys AISI 304 -tyyppisellä ruostumattomalla teräksellä happipitoisessa vedessä. Kuvan kokeellinen aineisto on saatu vakiovoimakokeista, vakiovetonopeuskokeista sekä syklisellä kuormituksella tehdyistä kokeista. Kuormitustavasta riippumatta kokeellisesti todettu yhteys venymänopeuden ja särönkasvunopeuden välillä on yhtäpitävä teoreettisen melko lineaarisen yhteyden kanssa [23].



Kuva 4. Särönkasvunopeuden ja särön kärjen venymänopeuden välinen yhteys kokeellisesti ja teoreettisesti määritettynä herkistetyille AISI 304 -tyyppiselle teräkselle happipitoisessa vedessä lämpötilassa 288 °C [23].

Raquet et al. toteaa kylmämuokattujen austeniittisten ruostumattomien terästen SCC-herkkyyden olevan hyvin alhainen vakiovoimakokeessa simuloidussa PWR-ympäristössä. 7000 tunnin kuormituksen jälkeen suurin havaittu särönpituus oli alle 20 μm, ja tyypiltään ydintynyt särö oli rakeiden läpi etenevä. Myöskään vakiovenymäkokeessa ei havaittu särönkasvua vaan ainoastaan pintavikojen ydintymistä. Toisaalta vakiovetonopeuskokeessa (CERT) havaittiin ruostumattomien terästen olevan hyvin alttiita SCC -särön kasvulle. Tämä viittaa Raquet'n mukaan siihen, että SCC-särönkasvu PWR-olosuhteissa riippuu särön kärjen deformaationopeudesta, joka on vakiovoimakokeessa liian pieni ylläpitämään särönkasvua [10].

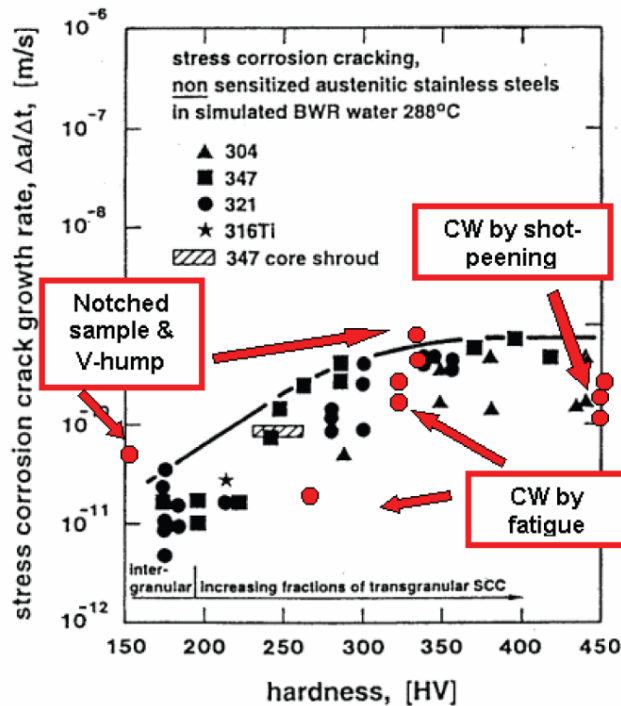
Tice et al. [11] havaitsi kylmämuokatun ruostumattoman teräksen olevan altis SCC-särönkasvulle syklisen trapetsoidisen kuormituksen alaisena PWR-ympäristössä. Jännityskorroosiosärö kasvoi helpoimmin tapauksissa, joissa esiväsytyssärö eteni valmiiksi raerajoja pitkin. Tämän lisäksi yhdessä kokeessa havaittiin, että IGSCC-särönkasvu jatkuu ainakin muutaman sadan tunnin ajan myös vakiovoimalla. Vielä ei kuitenkaan tiedetä, kuinka kauan särönkasvu todellisuudessa jatkuisi vakiovoimalla, koska riittävän pitkäkestoisia kokeita ei ole suoritettu.

3.3 Kylmämuokkaus

Kylmämuokkauksella tarkoitetaan pysyvän muodonmuutoksen aikaansaamista materiaaliin lämpötilassa, joka on sen rekristalisaatiolämpötilaa alhaisempi. Plastisen muodonmuutoksen vaikutuksesta materiaalin kovuus ja lujuus kasvavat eli materiaali muokkauslujittuu. Muokkausasteella eli reduktiolla tarkoitetaan poikkipinnan prosentuaalista pienenemistä muokkauksessa [25].

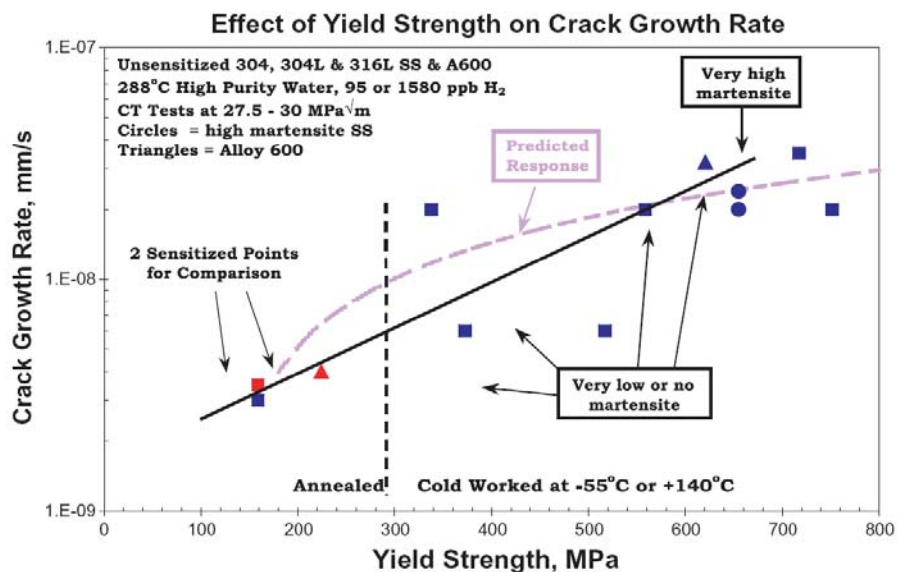
Raquet et al. on tutkinut kylmämuokkauksen vaikutusta austeniittisten ruostumattomien terästen jännityskorroosioon [10]. Hänen mukaansa kylmämuokkauksen vaikutus riippuu erityisesti kylmämuokkaustavasta ja muokkausasteesta. Kylmämuokkaustavoista sellaiset, jotka jossain muokkausprosessin vaiheessa aiheuttavat materiaalin plastisen muodonmuutoksen aiheuttavaa puristusjännitystä, näyttäisivät toistaiseksi tuntemattomasta syystä lisäävän materiaalin SCC-herkkyyttä CERT-kokeessa. Kyseisessä tutkimuksessa käytetyistä kylmämuokausmenetelmistä tällaisia olivat kuulapuhallus ja väsytytys. Sen sijaan jyräminen ja kylmävalssaus eivät näytä aiheuttavan SCC-herkkyyden kasvua.

Samassa tutkimuksessa on kuvattu kylmämuokkausasteen kasvun vaikutusta SCC:oon kovuuden avulla. Materiaalin kovuuden kasvaessa CERT-kokeessa mitattu särönkasvunopeus kasvaa. SCC-herkkyyttä lisääväksi minimikovuudeksi esitetään 300 ± 10 HV (0,49N). Kuvassa 5 on verrattu herkistymättömille austeniittisille ruostumattomille teräksille PWR-ympäristössä saatuja kovuuden funktiona esitettyjä särönkasvunopeuksia (punaiset pisteet) BWR-ympäristön vastaaviin tuloksiin (mustat merkinnät). Kylmämuokkaus on saatu aikaan väsyttämällä (kuvassa fatigue), kuulapuhalluksella (shot-peening) ja taivuttamalla saavaan V-muoto (V-hump). Lisäksi on käytetty lovetta, kylmämuokkaamatonta koesauvaa (notched sample) [10].



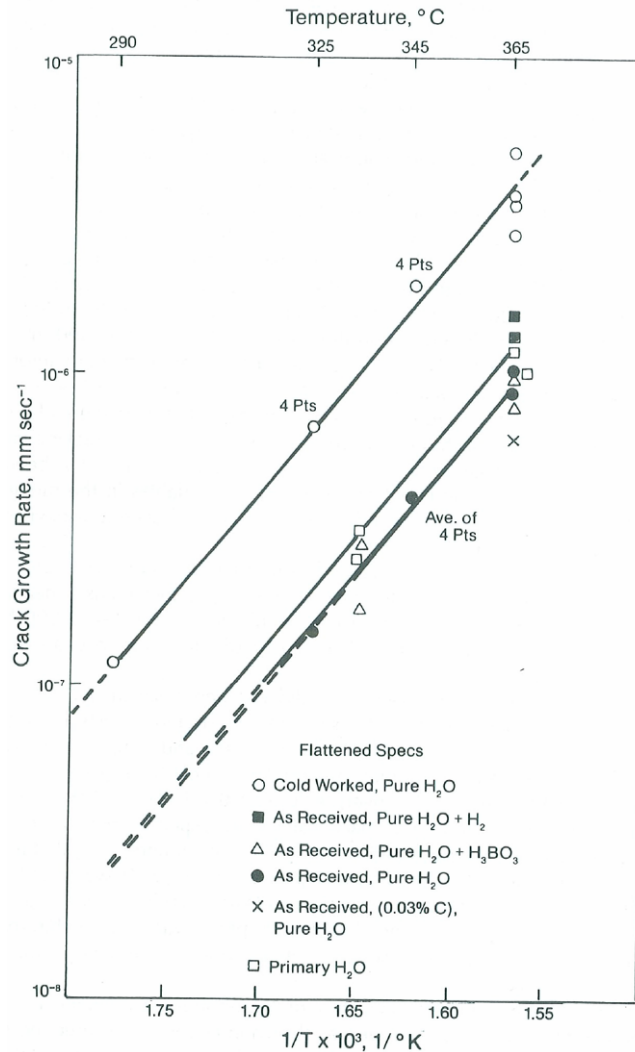
Kuva 5. Kovuuden vaikutus SCC-särönkasvunopeuteen [10].

Andresen et al. [26] esittää särönkasvunopeuden kasvavan myötölujuuden noustessa (kuva 6). Koemateriaaleina on käytetty herkistymättömiä austeniittisia ruostumattomia teräksiä AISI 304, 304L ja 316L sekä nikkelseosta Alloy 600. Samalla on pyritty selvittämään muokkausmartensiitin vaikutusta edellä mainittujen terästen särönkasvunopeuteen kylmämuokkaamalla niitä lämpötiloissa 140 - 240 °C, jolloin muokkausmartensiittia syntyy hyvin vähän sekä lämpötilassa -55 °C, jolloin muokkausmartensiittia syntyy runsaasti, noin 50 %. Nikkeliseoksessa Alloy 600 kylmämuokkaus ei saa aikaan muokkausmartensiitin syntymistä. Saatujen tulosten perusteella martensiittipitoisuudella ei kuitenkaan näytä olevan johdonmukaista vaikutusta särönkasvunopeuteen.



Kuva 6. Myötölujuuden ja muokkausmartensiitin vaikutus jännityskorroosiosärönkasvunopeuteen 95 tai 1580 ppb vetyä sisältävässä puhtaassa vedessä lämpötilassa 288 °C [26].

Van Rooyen ja Bandy [27] ovat todenneet kylmämuokkauksen vaikuttavan haitallisesti nikkelseoksen Alloy 600 jännityskorroosionkestävyyteen. Kylmämuokatun materiaalin vaurioon johtanut aika oli vakiovoimakokeessa useita kertoja lyhyempi kuin muokkaamattomilla näytteillä. Vakiovetonopeuskokeessa saadut särönkasvunopeudet olivat kylmämuokatuissa materiaaleissa noin nelinkertaisia verrattuna muokkaamattomaan materiaaliin (kuva 7).



Kuva 7. Nikkelseoksen Alloy 600 särönkasvunopeus lämpötilan funktiona kylmämuokatussa ja hehkutetussa tilassa erilaisia lisäyksiä sisältävissä vesiympäristöissä [3].

3.4 Valssaussuunta

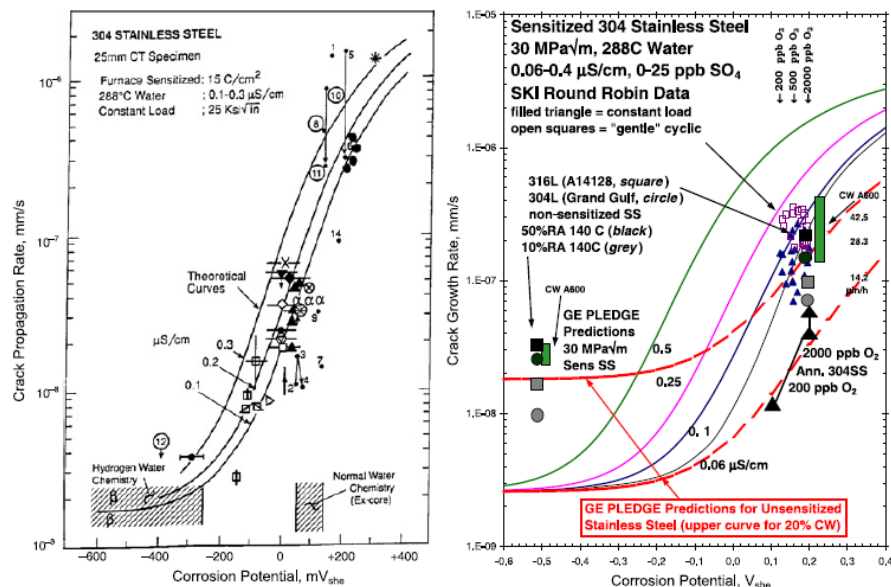
Arioka et al. on tutkinut valssaussuunnan vaikutusta austeniittisten ruostumattomien terästen SCC-käyttäytymiseen korkean lämpötilan vetypitoisessa vedessä. Valssaussuunnan vaikutusta tarkasteltiin koesauvojen avulla, joista osa oli T–L-orientaatiossa ja osa T–S-orientaatiossa valssaussuunnan suhteen. Särönkasvun todettiin olevan voimakkainta T–L-orientaation koesauvoissa, joissa särönkasvusuunta on valssaussuunnan kanssa samansuuntainen. T–S-orientaation koesauvoissa särönkasvu kallistui hieman valssaussuuntaa kohti, ja särönkasvunopeus oli huomattavasti edellä mainittua hitaampi. Raerajoja pitkin etenevä jännityskorroosiosärö kasvaa siis nopeimmin valssaussuunnassa. Alun perin johonkin muu-

hun suuntaan ydintyneet säröt pyrkivät kallistumaan valssaussuuntaa kohti, koska valssaussuunnassa tapahtuva särönkasvu on energeettisesti edullisinta [28].

3.5 Herkistyminen, lämpökäsittelyt ja mikrorakenne

Austeniittiseen ruostumattomaan teräkseen syntyy kromikarbidiierkaumia tavallisesti 450 - 750 °C:een lämpötiloissa. Kromikarbidiierkaumat syntyvät raerajoille, minkä seurauksena kromipitoisuus raerajavyöhykkeellä laskee huomattavasti, ja materiaali altistuu helpommin korroosiolle. Tätä ilmiötä kutsutaan herkistymiseksi [25]. Hitsauksen yhteydessä lämpövyöhykkeen materiaali kuumenee herkistymisen lämpötila-alueelle, ja raerajoille alkaa muodostua hienojakoisia kromikarbideja. Herkistyminen voi jatkua edelleen materiaalin jäähtymisen jälkeen, jos materiaalin lämpötilaa korotetaan noin 300 °C:een. Tällöin ei synny uusia karbideja, mutta olemassa olevat hienojakoiset karbidit alkavat kasvaa. Tätä ilmiötä kutsutaan matalan lämpötilan herkistymiseksi (Low Temperature Sensitization, LTS). LTS voi aiheuttaa austeniittisissa ruostumattomissa teräksissä merkittävää herkistymistä ja IGSCC-riskin kasvua, jos materiaalia pidetään kauan aikaa 300 °C:een lämpötilassa [29].

Austeniittisten ruostumattomien terästen sekä nikkelseosten SCC-särönkasvunopeus on riippuvainen korroosipotentiaalista. Kuvassa 8 on esitetty SCC-särönkasvunopeus korroosipotentiaalın funktiona 288 °C:ssa puhtaassa vedessä. Materiaalit ovat pääosin herkistyneitä AISI 304 -tyyppisiä ruostumattomia teräksiä. Oikeanpuoleisessa kuvaajassa on herkistyneen ruostumattoman teräksen lisäksi herkistymättömiä kylmämuokattuja ja hehkutettuja ruostumattomia teräksiä, joille on piirretty punaisiin katkoviivoin käyrät ennustamaan niiden särönkasvunopeuksia. PWR-ympäristön olosuhteet sijoittuvat vasemmanpuoleisen kuvaajan osoittamalle vetyvesikemian alueelle, jossa korroosipotentiaali on matala ja särönkasvunopeudet erittäin hitaita. Korkean happipitoisuuden vedessä sen sijaan potentiaalit ovat korkeita ja särönkasvu nopeampaa [26].



Kuva 8. Jännityskorroosiosärönkasvunopeus korroosipotentiaalın funktiona lämpötilassa 288 °C:ssa puhtaassa vedessä [26].

Oikeanpuoleisen kuvan särönkasvunopeuksia ennustavien käyrien mukaan jännityskorroosiosäröt kasvavat herkistyneessä materiaalissa hehkutettua nopeammin, jos potentiaali on korkea. Matalan potentiaalinalueella eroa ei juurikaan ole näiden välillä [26].

Raekoko ja karbidijakauma määräävät suurelta osin seoksesta Alloy 600 valmistettujen ydinvoimalaitoskomponenttien mekaaniset ominaisuudet ja korroosioikätytymisen. Raekokoon ja karbidijakaumaan eniten vaikuttavia tekijöitä ovat seoksen hiilipitoisuus ja hehkutuslämpötila [30]. Lämpökäsittely lämpötilavälillä 550 - 850 °C aiheuttaa seoksella Alloy 600 samantyyppisen kromikarbidien erkautumisen raerajoille kuin austeniittisilla ruostumattomilla teräksillä, minkä seurauksena materiaali voi altistua raerajakorroosiolle. Matalammasta hiilen liukoisuudesta johtuen nikkelseosten herkistyminen tapahtuu ruostumattomia teräksiä nopeammin. Hiilipitoisuuden alentaminenkaan alle 0,03 %:iin, joka on hiilen liukoisuus seokseen Alloy 600 lämpötilassa 700 °C, ei poista herkistymisen vaikutuksia samassa määrin kuin austeniittisten ruostumattomien terästen tapauksessa. Korkeimpien nikkelpitoisuuksien seoksissa, kuten seoksessa Alloy 600, erkautuva karbidi on tyyppiä Cr₇C₃; vähemmän nikkeliä sisältävissä seoksissa, kuten Alloy 800:ssa, erkautuva karbidi on ruostumattomien terästen tapaan tyyppiä Cr₂₃C₆ [3].

Nikkelseoksen Alloy 600 herkistymisen aiheuttamista korroosionkestävyyteen liittyviä haittavaikutuksia voidaan vähentää joko lämpökäsittelyllä, pienentämällä hiilipitoisuutta tai kasvattamalla kromipitoisuutta. Lämpökäsittely, jolla herkistyneen seoksen Alloy 600 IGSCC-herkkyttä voidaan vähentää, on ns. thermal treatment, jossa materiaalin kromikarbidien annetaan täysin erkautua [3].

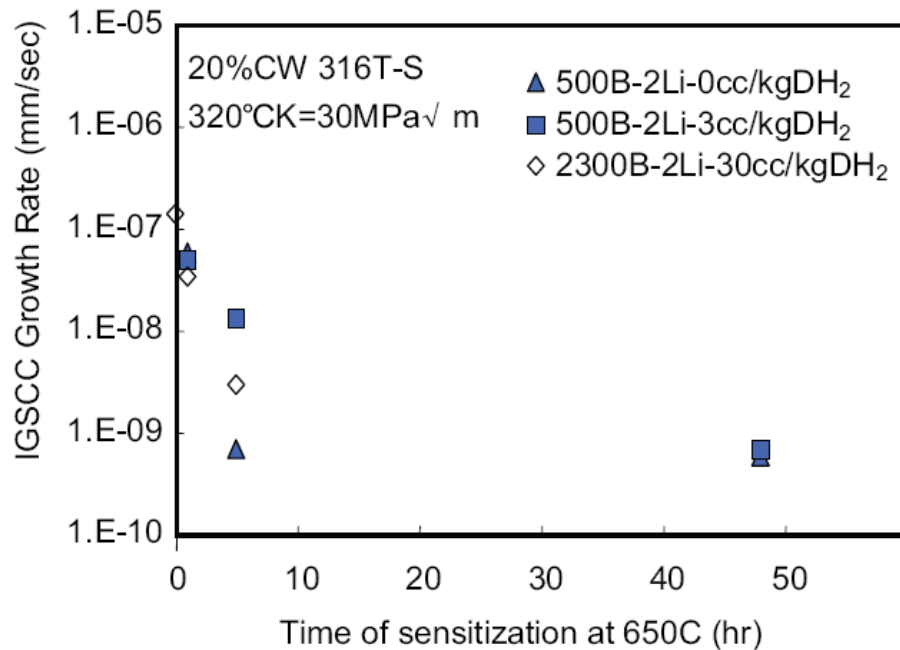
Skeldon ja Hurst ovat tutkineet erkautuskarkaistun nikkelseoksen Alloy X-750 mikrorakenteen vaikutusta materiaalin jännityskorroosioikätytymiseen. Seoksen Alloy X-750 mikrorakenteeseen voidaan vaikuttaa merkittävästi erilaisilla lämpökäsittelyillä. Simuloidussa PWR-vedessä tehdyissä kokeissa todettiin, että materiaalin EAC-herkkyys on riippuvainen suoritetusta lämpökäsittelystä. Paras EAC:n kestävyys saadaan lämpökäsittelyllä, jossa suoritettiin liuoshehkutus korkeassa lämpötilassa (noin 1100 °C) ja yksivaiheinen 20 h kestävä päästö lämpötilassa 704 °C [31].

Käytetyt lämpökäsittelyt vaikuttavat raerajakarbidien tyyppiin ja määrään sekä raekokoon. Nikkelseoksessa Alloy X-750 on erotettavissa kaksi erilaista karbidityyppiä: MC-tyyppi ja M₂₃C₆-tyyppi. MC-tyypin karbidit ovat suhteellisen suuriokoisia, kun taas M₂₃C₆-tyyppiset karbidit ovat liuskamaisia ja pienempikokoisia kuin MC-tyyppiset karbidit. MC-tyypin titaanikarbidit toimivat vetyloukkuina. Ne voivat aiheuttaa vedyn pysymisen vian syntyalueella tavanomaista pidempään, jolloin jännityskorroosio vaurio ydintyy nopeammin. M₂₃C₆-tyypin karbideilla voi sen sijaan olla SCC-särön ydintymistä ehkäisevä vaikutus korkean lämpötilan vedessä. Tämän arvellaan johtuvan karbidien aiheuttamasta paikallisesta puristusjännityksestä ja kemiallisista eroista raerajoilla. Raerajakarbidien vaikutusta SCC-särön etenemiseen ei kuitenkaan vielä tunneta [22].

Tutkimuksen [22] mukaan edellä mainitun kaltaisessa lämpökäsittelyssä raerajoille suotautuneen boorin ja fosforin määrä jää vähäiseksi. Boorin ei todettu vaikuttavan SCC-käyttämiseen. Sen sijaan fosforilla on selkeä SCC:ta edesauttava

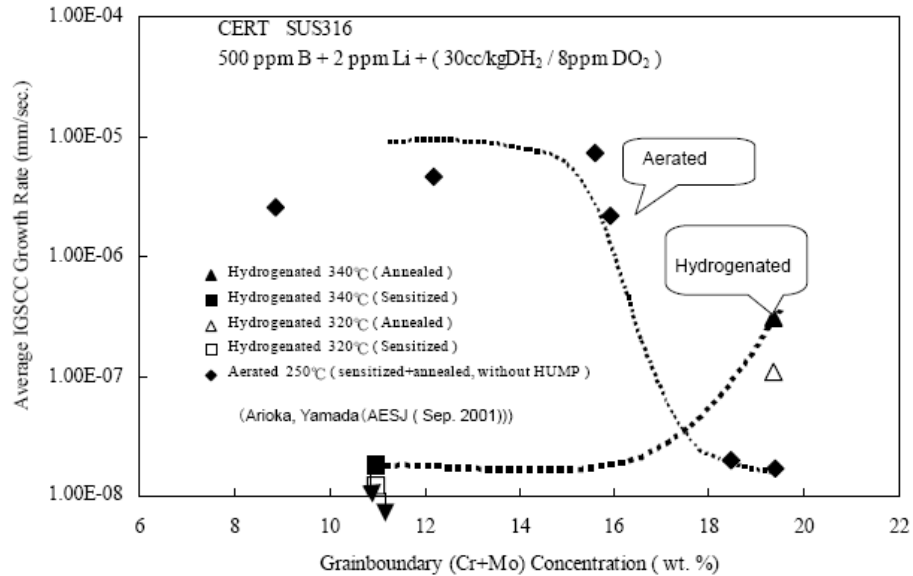
vaikutus. Fosforilla on tärkeä osuus särön ydintymisessä, mutta särön etenemisessä sen vaikutus ei liene yhtä oleellinen [22].

Ariokan et al. vetypitoisessa PWR-ympäristössä tekemät kokeet osoittavat, että austeniittisen ruostumattoman teräksen jännityskorroosionkestävyys paranee herkistymisen myötä karbidierkaumien ansiosta kyseisessä ympäristössä. Tutkimuksessa todettu herkistymisajan vaikutus SCC-särönkasvunopeuteen 20 %:n reduktioon kylmämuokatussa austeniittisessä ruostumattomassa AISI 316 -tyypin teräksessä on esitetty kuvassa 9. Kuvasta käy ilmi, että vetypitoisuudesta riippumatta pidemmällä herkistymisajalla raerajajännityskorroosion särönkasvu on hitaampaa kuin lyhyellä herkistymisajalla [28, 32].



Kuva 9. Herkistymisajan vaikutus IGSCC:oon korkean lämpötilan vetypitoisessa vedessä [28].

Austeniittisen ruostumattoman teräksen IGSCC:n kestävyys vetypitoisessa vedessä riippuu Ariokan et al. mukaan enemmän raerajojen karbidierkaumista kuin kemiallisesta koostumuksesta, minkä vuoksi herkistymisellä voi olla IGSCC:n vastustuskykyä parantava vaikutus. Happipitoisessa korkean lämpötilan vedessä tilanne on täysin toinen; herkistyminen heikentää materiaalin IGSCC-ominaisuuksia [28, 32]. Kyseinen ero tulee selkeästi esille kuvassa 10.



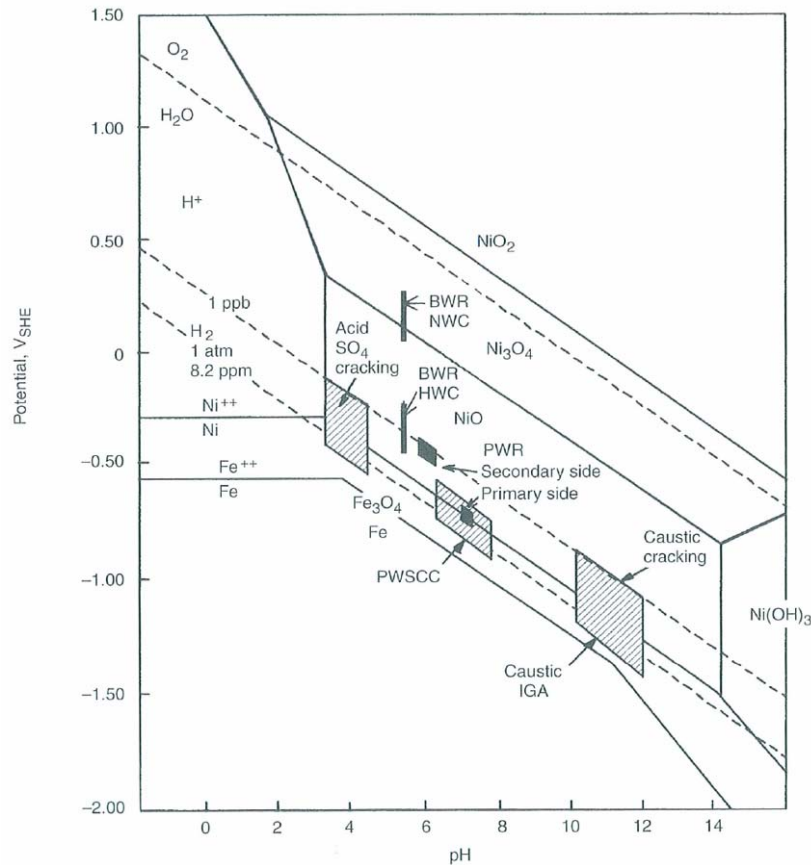
Kuva 10. Herkistymisen aikaansaaman yhteenlasketun kromi- ja molybdeenipitoisuuden pienenemisen vaikutus AISI 316 -tyypin teräksen IGSCC-särönkasvunopeuteen happipitoisessa ja vetypitoisessa korkean lämpötilan vedessä [32].

Happipitoisen ja vetypitoisen veden jännityskorroosiokäyttäytymisen ero on selitetty erilaisella karbidien liukenemisella kyseisissä ympäristöissä. Karbidien liukenemista tapahtuu kromiköyhällä vyöhykkeellä vetypitoisessa korkean lämpötilan vedessä happipitoisen veden tilannetta vähemmän. Karbidierkaumat estävät aktiivisesti raerajaliukumista. Raerajaliukumisella oletetaan olevan merkittävä suora tai välillinen materiaalin virumista ja IGSCC:ta edesauttava vaikutus [28].

3.6 Ympäristön vaikutus

PWR-ympäristössä vesikemia ja korroosiopotentiaali ovat tärkeitä ympäristötekijöitä materiaalien jännityskorroosion kannalta. Pourbaix-diagrammi on termodynaaminen tasapainopiirros, jonka avulla voidaan tarkastella metallien pintojen reaktioita vesiliuoksissa. Diagrammin avulla voidaan määrittellä rajat olosuhteille, joissa metalli on reagoimaton ympäristön kanssa, liukenee tai muodostaa yhdisteitä.

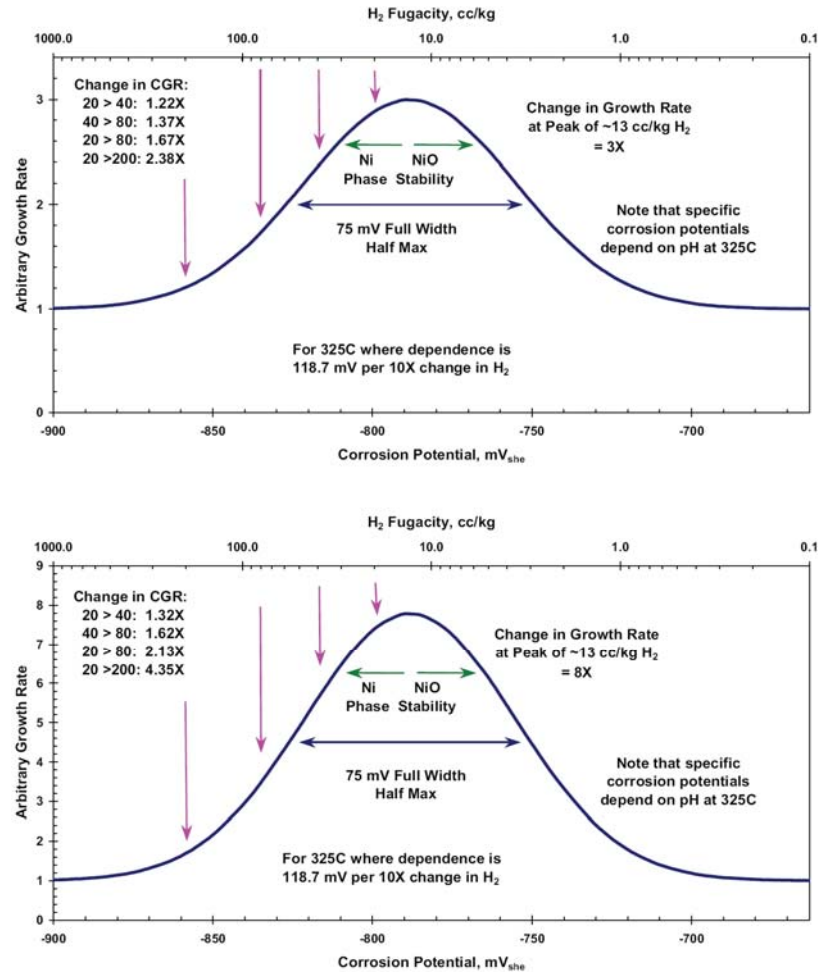
Kuvassa 11 on esitetty painevesireaktorin primääri- ja sekundääripiirin olosuhteita kuvaava Pourbaix-diagrammi. Piirros vastaa tilannetta lämpötilassa 300 °C, joka edustaa primääripiirissä normaalin tehokäytön aikaista lämpötilaa. Painevesireaktorin primääripiirin pH on säädetty alueelle 6,8 - 7,4 käyttämällä litiumhydroksidia ja boorihappoa.



Kuva 11. Nikkelin ja raudan Pourbaix-diagrammi lämpötilassa 300 °C. Kuvaan on merkitty painevesireaktorin primääri- ja sekundääriveden alueet, kiehutusvesireaktorin normaalivesikemian (NWC) ja vetyvesikemian (HWC) alueet sekä seoksen Alloy 600 SCC-tyypit eri pH–potentiaali-yhdistelmillä [33].

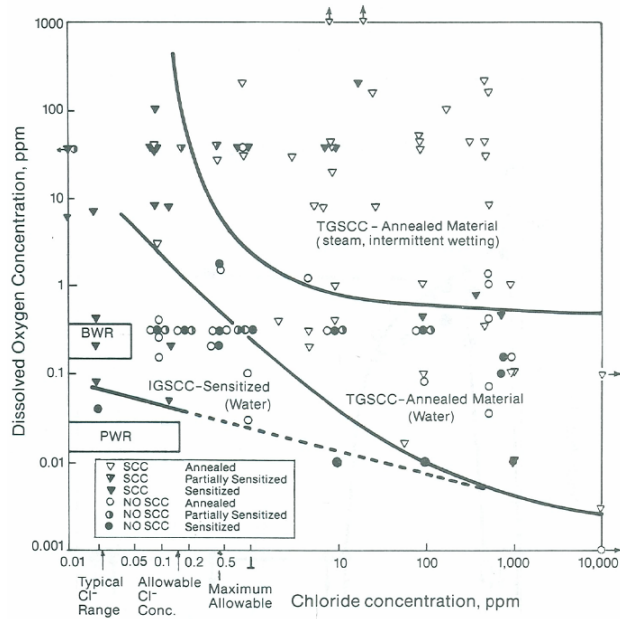
IGSCC:ta esiintyy Scottin [18] mukaan eniten alueella, jossa korroosipotentiaali on lähellä Ni/NiO-rajaa. IGSCC-herkkyys pysyy korkeana rajan molemmien puolin noin 80 mV:n alueella ja laskee selkeästi, kun mennään tätä korkeampiin tai matalampiin potentiaaleihin.

Andresen et al. [21, 26, 34] on kuvannut särönkasvunopeuden riippuvuutta korroosipotentiaalista sekä vetypitoisuudesta, joka siirtää potentiaalia negatiiviseen suuntaan. Kuvan 12 mukaan nikkeliseosten särönkasvunopeudessa on havaittavissa paikallinen huippu matalissa potentiaaleissa Ni/NiO-tasapainon kohdalla, mikä PWR-olosuhteissa vastaa noin 13 cc H₂/kg H₂O vetypitoisuutta. Ylempi kuva esittää seoksen Alloy 600 ja alempi seoksen Alloy X-750 tapausta.



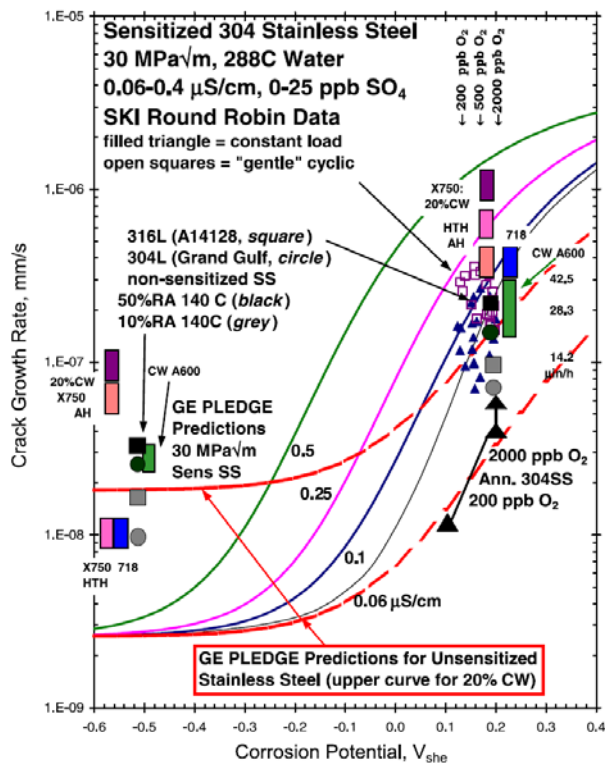
Kuva 12. Seoksen Alloy 600 (ylempi kuvaaja) ja seoksen Alloy X-750:n suhteellinen särönkasvunopeus korroosiopotentiaalinvetypitoisuuden funktiona [21].

Austeniittisten ruostumattomien terästen jännityskorroosioherkkyyden on todettu olevan riippuvainen kloridi-ionikonsentraatiosta ja happipitoisuudesta. Tämän on kuvannut Gordon [35] kuvassa 13. Kuvassa on esitetty pitoisuusarvoja, joissa säröilyä on tapahtunut (kolmiot) sekä arvoja, joilla säröilyä ei ole havaittu (ympyrät). Lisäksi kuvassa on tehty ero sille, onko vaurio tyypillisesti edennyt rakeiden lävitse vai raerajoja pitkin. Kuvan mukaan millä tahansa kloridipitoisuudella SCC-herkkyys kasvaa happipitoisuuden noustessa. Kuvan mukaan PWR-ympäristö on jännityskorroosionkestävyyden kannalta hieman edullisempi kuin BWR -ympäristö, jossa happipitoisuus on korkeampi. Molemmassa edellä mainituissa ympäristöissä jännityskorroosio on tyypillisesti raerajajännityskorroosiota.



Kuva 13. Happipitoisuuden ja kloridikonsentraation vaikutus austeniittisten ruostumattomien terästen jännityskorroosioon korkean lämpötilan (250 - 350 °C) vedessä [35].

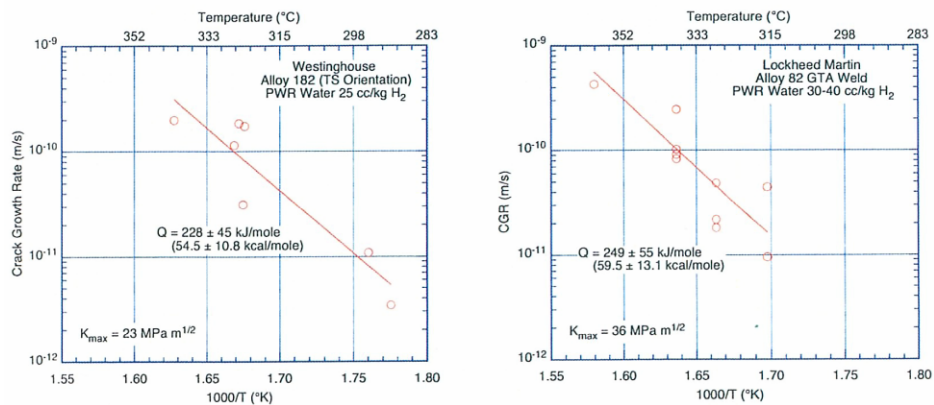
Veden johtokyvyn lisääntyessä austeniittisten materiaalien SCC-särönkasvunopeus kasvaa [26]. Kuvassa 14 on esitetty ruostumattomien terästen sekä muutamien nikkelseosten särönkasvunopeuksia korroosiopotentiaalin funktiona. Eriväriset laskennalliset ennustekäyrät kuvaavat särönkasvunopeuksia veden epäpuhdistustason vaihdelta siten, että kauimpana oikealla oleva käyrä kuvaa vettä, jossa epäpuhdistuksia on vähiten.



Kuva 14. Austeniittisen ruostumattoman teräksen ja nikkelseosten särönkasvunopeuksia korroosiopotentiaalin funktiona [26].

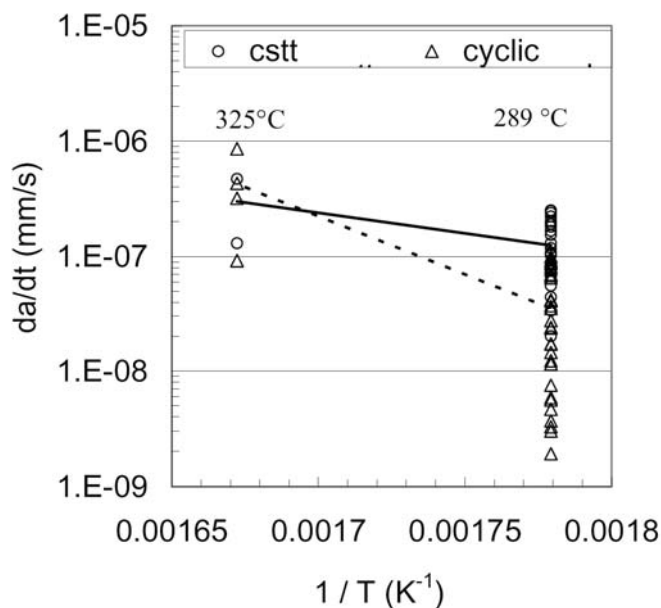
3.7 Lämpötila

Lämpötilan noustessa niin ruostumattomien terästen kuin nikkelseostenkin SCC-särönkasvu nopeutuu. Nikkelseosten Alloy 600 ja Alloy 182 särönkasvunopeus on selkeästi riippuvainen lämpötilasta. Nikkelseoksen Alloy 600 särönkasvun aktivaatioenergiaksi on arvioitu 130 kJ/mol [36]. Tutkimuksessa [37] (kuva 15) on esitetty hitsiaineiden 182 ja 82 särönkasvunopeuksia logaritmisella asteikolla lämpötilan käänteisluvun funktiona, jolloin näiden välille saadaan lineaarinen riippuvuus. Kuvien perusteella voidaan olettaa edellä mainittujen hitsiaineiden särönkasvun aktivaatioenergioiden olevan hieman seoksen Alloy 600 aktivaatioenergiaa korkeampia.



Kuva 15. Hitsiaineiden Alloy 182 ja 82 särönkasvunopeudet lämpötilan funktiona [37].

Austeniittisten ruostumattomien terästen tapauksessa lämpötilariippuvuus on samantapainen kuin nikkelseosten tapauksessa (kuva 16). Aktivaatioenergiaksi austeniittisille ruostumattomille teräksille on ilmoitettu noin 65 kJ/mol [38].



Kuva 16. Austeniittisen ruostumattoman teräksen SCC-särönkasvunopeuden lämpötilariippuvuus [38].

4 LTCP-riski PWR-ympäristössä

Painevesireaktoreissa käytetään paljon nikkelpohjaisia seoksia. Mahdollisia LTCP:lle riskialttiita komponentteja oletetaan olevan paineastian ja paineastimen yhteen, jäädytyspiiri, höyrystimen putket ja jakolevy sekä reaktoripaineastian sisäosat. Materiaalien LTCP-herkkyys perustuu pelkästään laboratoriokokeista saatuun informaatioon, sillä yhtään LTCP:n seurauksena syntynyttä vauriota ei ole raportoitu tapahtuneen. Kuitenkaan sen riskiä ei voida vähätellä, koska laboratorio-olosuhteissa todettuja ilmiöitä voi myöhemmin tapahtua myös reaktoriolosuhteissa [23].

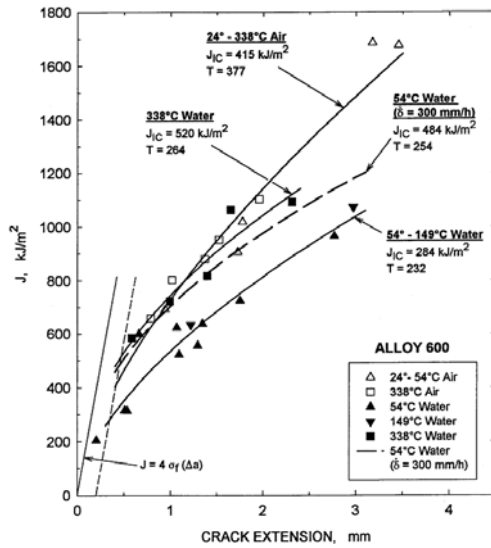
Yleisimmät painevesireaktoreissa käytetyt seokset lueteltuna nousevan LTCP-kestävyyden järjestyksessä ovat Alloy X-750, Alloy 82 ja Alloy 182, Alloy 52 ja Alloy 152, Alloy 690 ja Alloy 600. Seokset Alloy 82/182 sekä Alloy 52/152 ovat hitsiaineita, Alloy 690 ja Alloy 600 ovat perusaineita ja Alloy X-750 on erikoisluja erkautuskarkaistu seos [23].

Mills luokittelee ydinvoimalaitosten materiaalien murtumissitkeydet kolmeen kategoriaan sitkeän murtumisen liikkeellelähtöä edustavan murtumisvastuksen J_{IC} ja repeämiskertoimen T perusteella seuraavasti [39]:

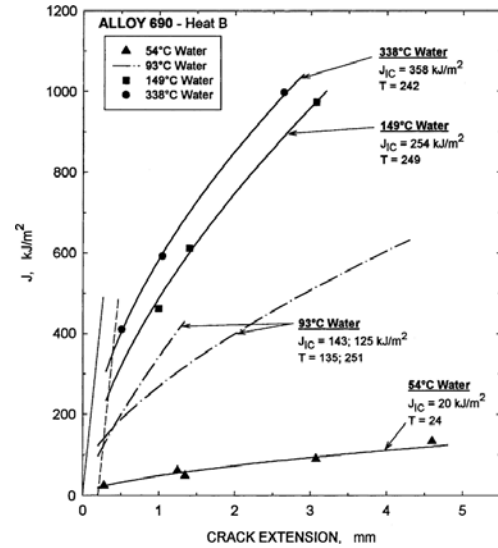
1. $J_{IC} < 30 \text{ kJ/m}^2$ ja $T < 10$
2. J_{IC} välillä $30 \text{ kJ/m}^2 - 150 \text{ kJ/m}^2$ ja T välillä $10 - 100$
3. $J_{IC} > 150 \text{ kJ/m}^2$ ja $T > 100$.

Jos pysytään 2. ja 3. kategorian sitkeysalueilla, murtumissitkeyttä ei tavallisesti pidetä suurena huolenaiheena rakenteiden ja komponenttien suunnittelussa. Sellaisien materiaalien käyttö, joilla ilmenee 1. kategorian murtumissitkeysarvoja, sitä vastoin vaatii tarkkoja analyyseja [39].

Painevesireaktoreissa matalien lämpötilojen kanssa joudutaan tekemisiin alasajon aikana. Varsinkin jos vetypitoisuus on tällöin korkea, useilla nikkelpohjaisilla materiaaleilla on olemassa riski altistua LTCP:lle. Kuvat 17 - 18 esittävät nikkeliseosten Alloy 600 ja Alloy 690 murtumissitkeyksiä vetypitoisessa vedessä (vetypitoisuus $150 \text{ cm}^3 \text{ H}_2/\text{kg H}_2\text{O}$) ja ilmassa lämpötilojen ollessa välillä $24 \text{ }^\circ\text{C} - 338 \text{ }^\circ\text{C}$. Ilmakokeissa murtumissitkeyden on oletettu olevan sama kaikissa lämpötiloissa, joten murtumissitkeysikäyrät on yhdistetty yhdeksi yhteiseksi käyräksi. Kokeet on suoritettu hitaalla kuormitusnopeudella, noin $4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m/h}}$ lämpötilassa $54 \text{ }^\circ\text{C}$ ja $0,4 - 2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m/h}}$ lämpötilassa $338 \text{ }^\circ\text{C}$, ellei kuvassa ole toisin ilmoitettu [40].



Kuva 17. Nikkeliseoksen Alloy 600 murtumisvastuskäyriä vedessä ja ilmassa eri lämpötiloissa [40].



Kuva 18. Nikkeliseoksen Alloy 690 murtumisvastuskäyriä vedessä eri lämpötiloissa [39].

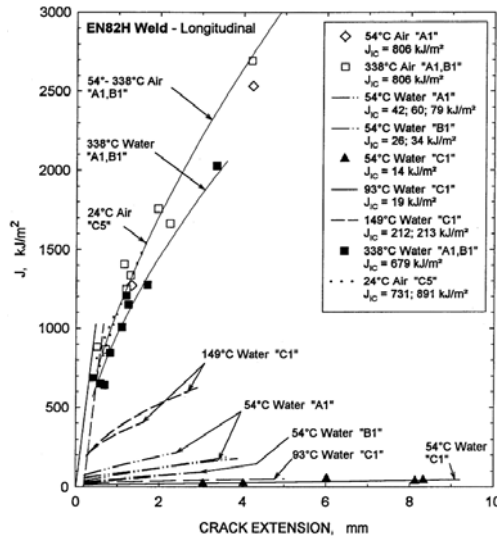
Seos Alloy 600 säilyttää murtumissitkeysominaisuutensa melko hyvin eri lämpötiloissa, kuten kuvasta 17 nähdään. Seoksen murtumissitkeysarvojen on todettu olevan ilmassa lämpötilasta riippumattomia. Kuuma vesi ei juurikaan vaikuta murtumissitkeyteen, ja ominaisuudet pysyvät hyvinä matalan lämpötilan vedessäkin, sillä J_{IC} laskee vain 30 % [40]. Alloy 600 on matalan lämpötilan murtumissitkeyden kannalta tässä työssä mainituista nikkeliseoksista luotettavin materiaali ilma- ja vesiympäristöissä.

Kuvista 17 - 18 huomataan, että seoksen Alloy 690 murtumissitkeys on huomattavasti alttiimpi vesiympäristön vaikutukselle kuin seoksen Alloy 600. Seoksen Alloy 690 repeämiskerroin ja J_{IC} ovat molemmat alhaisia 54 °C:ssa vedessä. Sitkeysominaisuudet vedessä paranevat huomattavasti siirryttäessä 54 °C:sta 93 °C:een ja palautuvat täysin 149 °C:ssa. Särönkasvu matalissa lämpötiloissa on täten ongelma seoksen Alloy 690 tapauksessa vain alle 93 °C:een lämpötiloissa, ja silloinkin kyseinen materiaali säilyttää kohtalaiset sitkeysominaisuudet [41, 42].

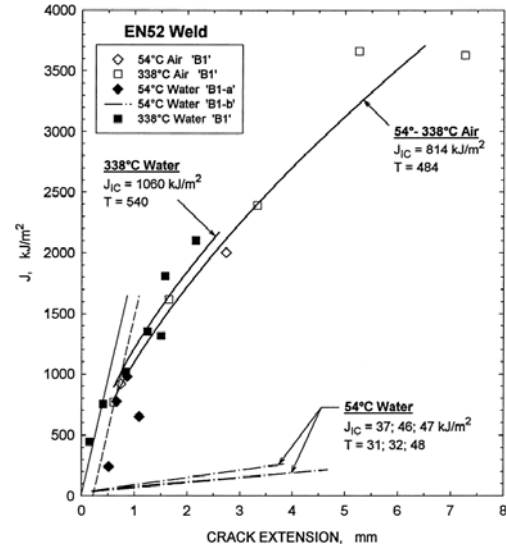
Millsin ja Brownin [40] mukaan hitsiaineessa Alloy 82 tapahtuu dramaattinen sitkeyden aleneminen matalan lämpötilan vedessä saman lämpöiseen ilmaan verrattuna. J_{IC}:n ja T:n arvot putoavat yhdellä tai kahdella suuruusluokalla, eli noin 90 - 99 %. Ominaisuudet palautuvat, kun lämpötila nousee 149 °C:een. McIlree et al. [44] on saanut hieman korkeampia murtumissitkeyden arvoja tutkiessaan hitsiaineita Alloy 182, mutta murtumissitkeyden aleneminen on näissäkin tuloksissa merkittävää. Kyseisissä tutkimuksissa alkusäröt on aikaansaatu esiväsytyksellä. McIlreen et al. mukaan jännityskorroosion aiheuttamalla alkusäröillä murtumissitkeydet ovat noin 40 - 50 % matalampia, jolloin hitsiaineen Alloy 182 kohdalla LTCP:n esiintyminen on hyvin mahdollista.

Alloy 152 hitsiaineen murtumissitkeysarvot ovat jonkin verran paremmat ja ne pysyvät McIlreen et al. saamien koetulosten mukaan alkusärötyypistä huolimatta tasolla, jolla materiaali säilyttää kohtalaiset murtumissitkeysominaisuudet. Murtumissitkeyden lasku on merkittävä, mutta repeämiskertoimet ovat melko samantyyppiset sekä ilmassa että eri koeympäristöissä [44].

Kuvissa 19 ja 20 on esitetty eri valmistajien Alloy 82 ja Alloy 52 hitsiaineiden murtumisvastuskäyriä, jotka on julkaistu tutkimuksissa [40] ja [41]. Kokeet on suoritettu vetypitoisessa vedessä (vetypitoisuus $150 \text{ cm}^3 \text{ H}_2/\text{kg H}_2\text{O}$) ja ilmassa lämpötiloissa, jotka vaihtelevat välillä $24 - 338 \text{ }^\circ\text{C}$. Kuormitusnopeus kokeissa oli hidas, noin $4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m/h}}$ lämpötilassa $24 \text{ }^\circ\text{C}$ ja $0,4 - 2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m/h}}$ lämpötilassa $338 \text{ }^\circ\text{C}$.



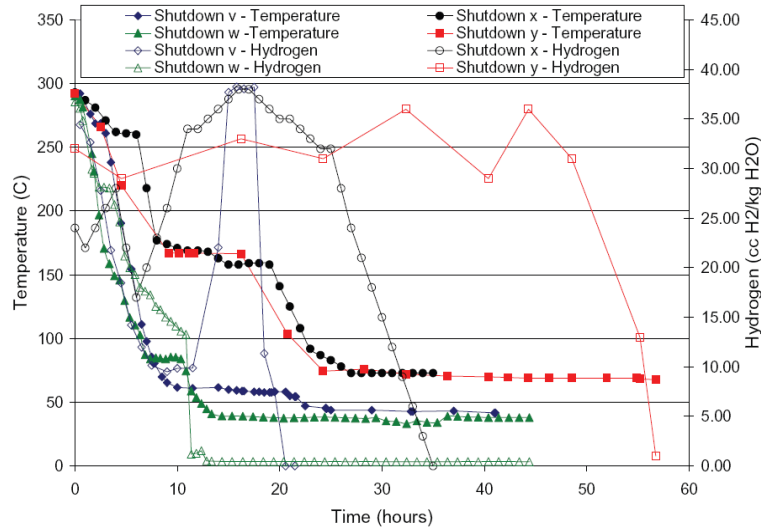
Kuva 19. Alloy 82 hitsiaineen murtumisvastuskäyriä vedessä ja ilmassa eri lämpötiloissa [40].



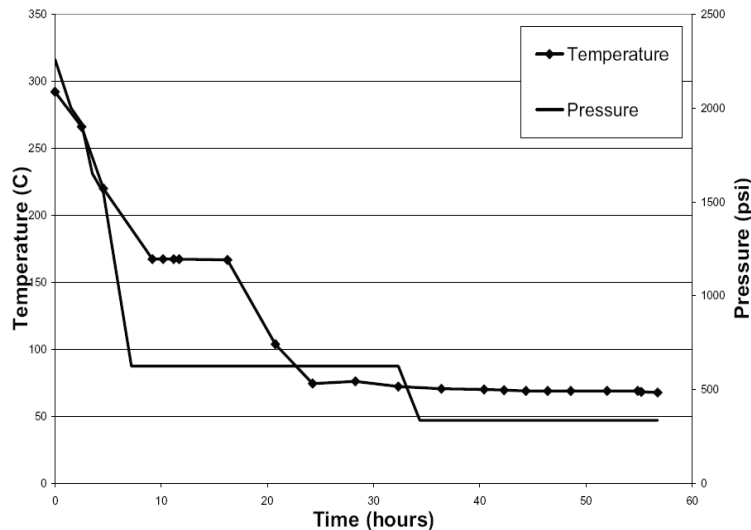
Kuva 20. Alloy 52 hitsiaineen murtumisvastuskäyriä vedessä ja ilmassa eri lämpötiloissa [41].

Millsin et al. [45] mukaan veden vetypitoisuutta laskemalla arvosta 150 cm^3 arvoon $15 \text{ cm}^3 \text{ H}_2/\text{kg H}_2\text{O}$ saadaan Alloy 82 hitsiaineen LTCP:n kestävyudessa vain pieni parannus, joten korroosioreaktioissa syntyvä vety riittää LTCP:n aikaansaamiseksi Alloy 82 hitsiaineessa. Materiaaliin valmistusvaiheessa päässyt vety aiheuttaa murtumissitkeyden alenemista niin vedessä kuin ilmassakin. Esimerkiksi 5 % vetyä sisältävästä Ar-suojakaasusta Alloy 82 hitsiaineeseen kulkeutunut vety aiheuttaa ilmassa mitatussa murtumissitkeydessä laskun alle kymmenesosaan verrattuna hitsiaineeseen, jossa on suojakaasuna käytetty pelkkää argonia. Hitsauksen yhteydessä metalliin joutunut vety aiheuttaa murtumismekanismien muutoksen sitkeästä hauraaksi, kuten vedessä tapahtuvan LTCP:n tapauksessakin. Alloy 52 hitsiaineessa vetyä sisältävän suojakaasun vaikutus on huomattavasti lievempi [46].

Vetypitoisuus alasajon yhteydessä riippuu laitoksen alasajokäytännöstä, joissa on eroja eri laitosten välillä (kuva 21). Vetypitoisuuden pitäminen korkeana alasajon aikana on perusteltua, koska vety pitää ympäristön pelkistävä. Toisaalta joissakin laitoksissa vetypitoisuutta lasketaan nopeasti, jolloin alasajoon kuluva aika on lyhyempi. Kuvasta 22 huomataan, että jokaisessa esimerkkitapauksessa (v, w, x ja y) ollaan jossain vaiheessa alasajoa tilanteessa, jossa lämpötila on alle $150 \text{ }^\circ\text{C}$:een vetypitoisuuden ollessa merkittävä. Näin on myös kuvan 22 esimerkissä, jossa vetypitoisuus on $30 \text{ cm}^3 \text{ H}_2/\text{kg H}_2\text{O}$ [23].



Kuva 21. Esimerkkejä eräiden PWR - laitosten (v, w, x ja y) alasajonaikaisista vetypitoisuuksista ja lämpötiloista ajan funktiona [23].



Kuva 22. Esimerkki erään PWR - laitoksen alasajonaikaisesta paineesta ja lämpötilasta ajan funktiona. Vetypitoisuus alasajon aikana on $30 \text{ cm}^3 \text{ H}_2/\text{kg H}_2\text{O}$ [23].

Materiaalien LTCP-herkkyys perustuu pelkästään laboratoriokokeista saatuun informaatioon, sillä yhtään LTCP:n seurauksena syntynyttä vauriota ei ole raportoitu tapahtuneen [23]. Kuitenkaan sen riskiä ei voida vähätellä, koska laboratorio-olosuhteissa saatujen tulosten kaltaisia ilmiöitä voi tapahtua myöhemmin reaktoriolosuhteissakin.

4.1 Mikrorakenteen vaikutus

Materiaalin mikrorakenteella on merkittävä osuus LTCP-riskin muodostumisessa. Raerajojen morfologia vaikuttaa mm. siihen, kuinka helposti ympäristöstä tullut vety jää raerajoille [23].

Hitsien ja perusaineiden mikrorakenne on erilainen. Osittain tämän seurauksena myös niiden sitkeysominaisuudet ovat erilaisia. Hitsiaineen Alloy 52 murtumisvastukset ilmassa ovat suurempia kuin perusaineen Alloy 690, koska hitsissä ei

ole suuria MC-tyyppisiä erkaumia kuten muokatuissa seoksissa. Suurten MC-tyyppisten erkaumien ympärille kehittyvät suhteellisen suuria mikrohuokosia, mikä vähentää materiaalin murtumissitkeyttä. Jos suuria erkaumia ei ole, mikrohuokosten syntyminen vaatii enemmän energiaa [41]. Toisaalta hienojakoisemmat erkaumat hitseissä edesauttavat LTCP:a [45]. Tämä selittää omalta osaltaan hitsien perusaineita suuremman LTCP-herkkyyden.

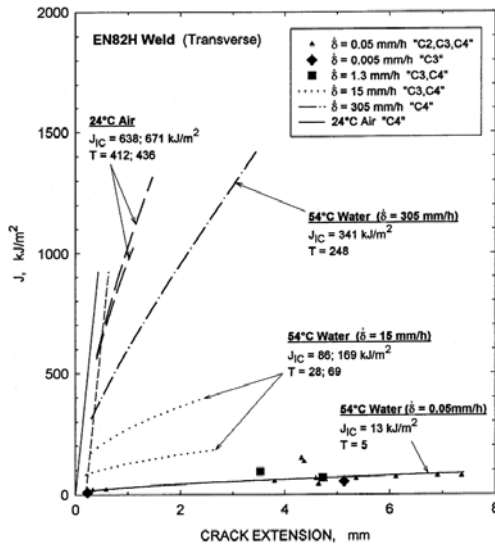
Monipalkkohitseissä jo kiteytyneiden palkojen rekristallisoituminen aiheuttaa muutoksia LTCP:n kestävyudessa. Rekristallisoituneet alueet vähentävät hitsin vetyhauraudenkestävyyttä, koska niiden lujuus on dentriittistä hitsiainetta pienempi ja deformaatio paikallistuu niihin. Tämä edistää vedyn lokalisaatiota materiaalissa [47].

Hitsauksen jälkeisessä tilassa nikkelpohjaisella lisäaineella hitsatussa hitsissä on raerajoilla erittäin hienojakoisia MC-tyyppisiä karbonitridierkaumia, jotka sisältävät raerajoille suotautunutta niobia ja titaania. Hitsien murtumissitkeyttä 54 °C:ssa vedessä voidaan parantaa 1093 °C:ssa suoritettulla hehkutuksella ja hitaalla jäädytyksellä uunissa. Tällöin raerajojen morfologia muuttuu sellaiseksi, että materiaali kestää paremmin vetyhaurauden aikaansaamaa raerajamurtumista. Hehkutuksessa suurin osa raerajalla sijaitsevasta erkaumasta liukenee matriisiin, jolloin saadaan selvästi suurempia murtumissitkeyden arvoja. Hehkutuksen seurauksena materiaalin dislokaatiitiheys pienenee, minkä seurauksena myötölujuus pienenee. Tämä ei kuitenkaan ole Millsin ym. mukaan pääasiallinen syy parantuneeseen LTCP:n kestävyteen, vaan parempi murtumissitkeys matalan lämpötilan vedessä johtuu muutoksista raerajojen mikrorakenteesta. LTCP:n kannalta ratkaisevinta on siis mikrorakenne, eikä niinkään materiaalin lujuus. LTCP:n perimmäinen syy näyttäisi olevan hienojakoiset Nb- ja Ti-pitoiset erkaumat raerajoilla, jotka toimivat vetyloukkuina. Hitaan jäähtymisen aikana raerajoille erkautuu suurempikokoisia kromipitoisia M_7C_3 - ja $M_{23}C_6$ -erkaumia. Niiden vaikutus on Millsin et al. mukaan LTCP:tä vastustava [45].

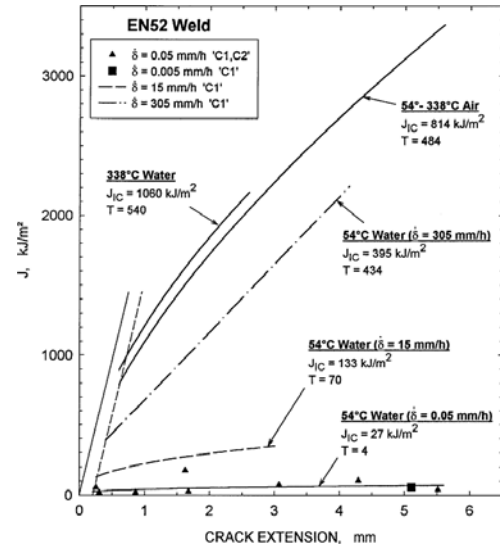
4.2 Kuormitusnopeuden vaikutus

Kuormitusnopeus vaikuttaa LTCP:lle alttiiden materiaalien vedessä mitattuun murtumissitkeyteen, koska vetyhaurausmekanismi tarvitsee toimiakseen aikaa. Mitä hitaampi kuormitusnopeus on, sitä tehokkaammin vety ehtii haurastuttamaan raerajat, mistä seurauksena on murtumissitkeyden lasku [40].

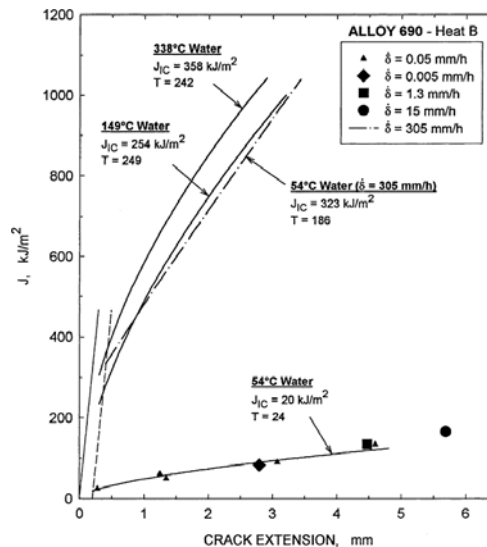
Kun kuormitusnopeutta hidastetaan riittävästi, voidaan löytää arvo, jonka alapuolella murtumissitkeys ei enää oleellisesti pienene. Millsin ja Brownin suorittamien kokeiden perusteella Alloy 82 hitsiaineelle tällainen kuormitusnopeus on 1,3 mm/h. Kuormitusnopeuksilla 0,005 mm/h ja 0,05 mm/h saadut tulokset eivät merkittävästi poikkea kuormitusnopeudella 1,3 mm/h saaduista tuloksista. Kuormitusnopeutta nostettaessa arvoon 15 mm/h saadaan murtumissitkeyttä nostettua jonkin verran, ja kuormitusnopeudella 305 mm/h saatu murtumissitkeys on huomattavasti korkeampi. Tämä käy ilmi kuvasta 23 [40]. Hitsiaineen Alloy 52 on todettu käyttäytyvän samansuuntaisesti (kuva 24). Muokatulla nikkelpohjaisella seoksella Alloy 690 vastaavanlaisessa kokeessa saadut tulokset osoittavat, että kyseisellä seoksella kuormitusnopeus ei oleellisesti vaikuta murtumissitkeysarvoihin, kun kuormitusnopeus on alle 15 mm/h (kuva 25). Kuvissa 23 - 25 esitetyt kokeet on suoritettu vedessä, jossa vetypitoisuus oli $150 \text{ cm}^3 \text{ H}_2/\text{kg H}_2\text{O}$ [41].



Kuva 23. Alloy 82 hitsiaineen murtumisvastuskäyriä eri kuormitusnopeuksilla [40].



Kuva 24. Alloy 52 hitsiaineen murtumisvastuskäyriä eri kuormitusnopeuksilla [41].



Kuva 25. Seoksen Alloy 690 murtumisvastuskäyriä eri kuormitusnopeuksilla [41].

5 Koemateriaalit ja -menetelmät

Työn kokeellinen osa koostui kolmipistetaivutussauvoilla tehdyistä siirtymäohjatuista murtumisvastuskokeista, joilla pyrittiin selvittämään koemateriaalien käyttäytymistä matalan lämpötilan vetytitoisessa vedessä. Ennen ympäristökokeita tehtiin kullekin materiaalille murtumisvastuskoe ilmassa.

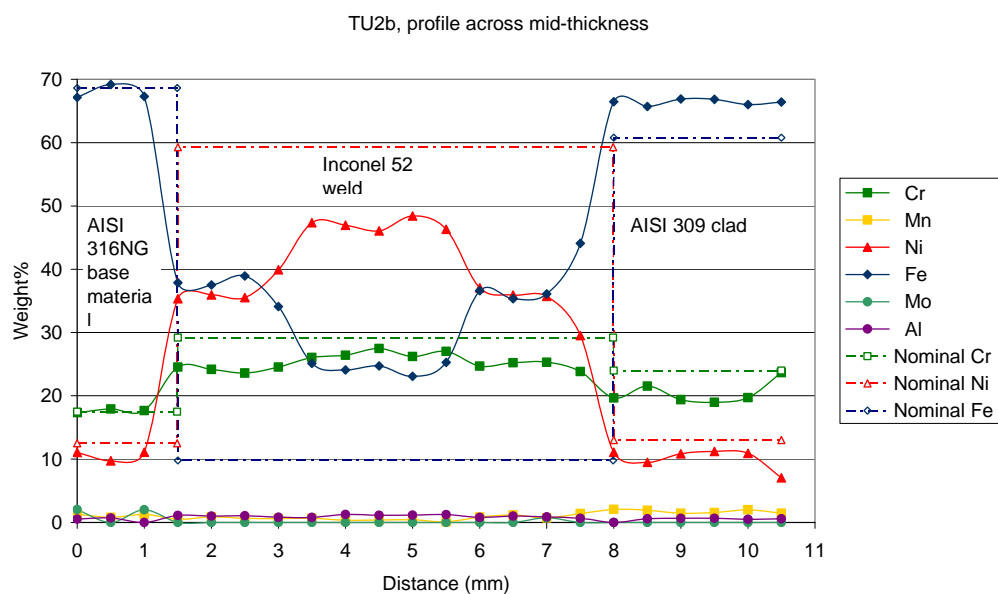
5.1 Koemateriaalit

Koemateriaaleina käytettiin austeniittisia materiaaleja. Materiaaleista yksi oli herkistynyt austeniittinen ruostumaton teräs AISI 304, ja muut kolme olivat nikkeli-pohjaisia seoksia. Lähtömateriaalien nimitykset ovat TU2 (hitsiaineena Alloy 52), TV (hitsiaineena Alloy 182), NO (tutkittavassa osassa hitsiaineena Alloy 182) ja SS (herkistynyt austeniittinen ruostumaton teräs AISI 304).

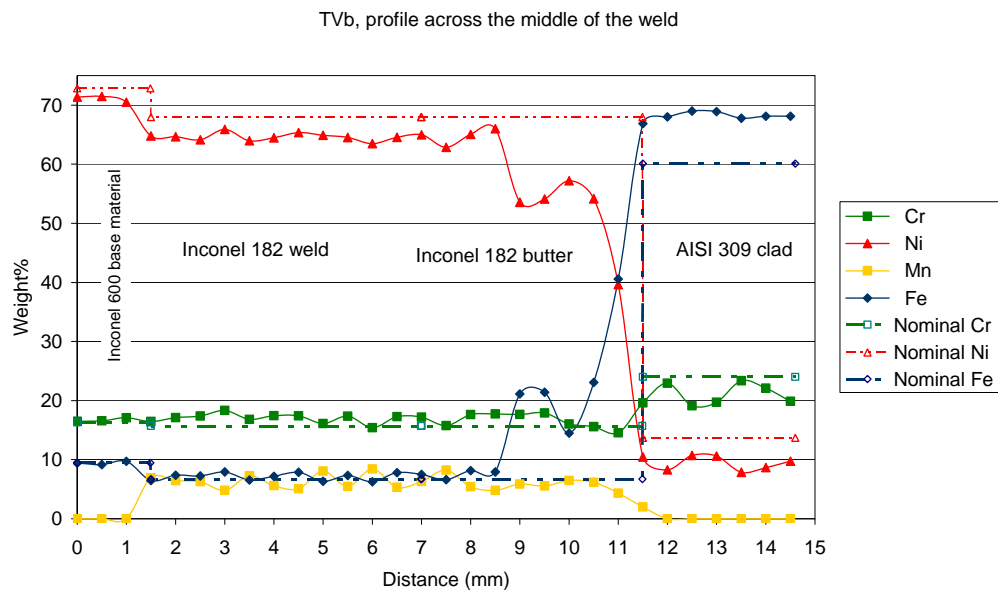
Ruostumattomat terässauvat valmistettiin herkistetystä putkisegmentistä, joka on karakterisoitu lähteessä [48]. Nikkeliseoshitsit on karakterisoitu lähteessä [49]. Hitsien seosainepitoisuudet eivät vastaa täysin nimellisiä lisäainekoostumuksia hitsauksen yhteydessä tapahtuneen hitsiaineen ja perusaineen sekoittumisen vuoksi. Materiaalien nimelliset kemialliset koostumukset on esitetty taulukossa 1. Hitsien TV ja NO₂ seosaineprofiilit on analysoitu lähteessä [50] ja esitetty kuvissa 26 - 27. Materiaalille Alloy 182 (NO) ei ole toistaiseksi tehty analyysiä [50].

Taulukko 1. Koemateriaalien nimelliset kemialliset koostumukset [48, 49].

	304	Alloy 182	Alloy 52
C	0,048	0,03	0,03
Si	0,45	0,8	0,13
Mn	0,75	6,5	0,24
P	0,030	0,01	<0,001
S	0,011	0,003	<0,001
Cr	18,4	15,7	29,2
Mo	0,22	-	0,03
Ni	11,1	68	59,28
Nb	-	1,8	Nb + Ta < 0,02
Ti	-	0,1	0,51
Fe	68,8	6,7	9,8
Al	-	-	0,72
Co	0,14	-	0,009
Cu	-	<0,01	0,04
N	0,037	-	-

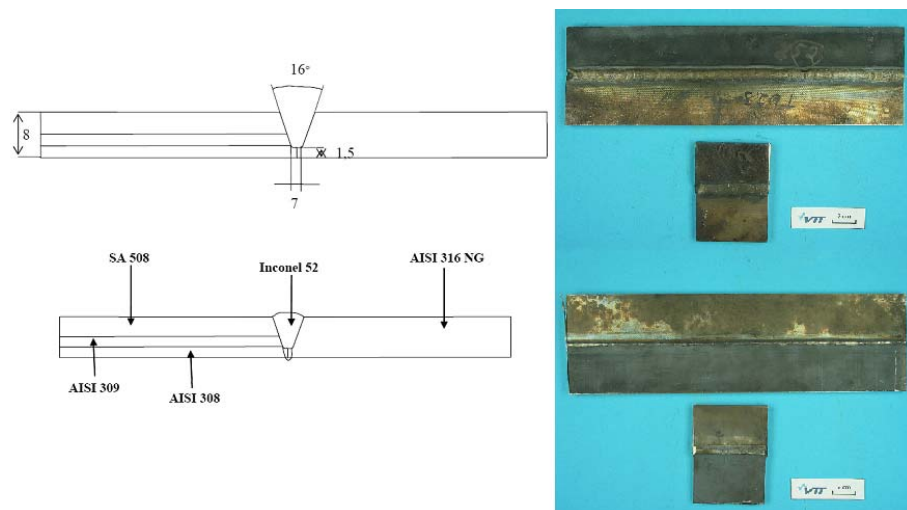


Kuva 26. Materiaalin Alloy 52 (TU2) kemiallinen koostumus perusaineiden ja hitsin alueilla. Lisäaineiden pitoisuudet on esitetty paksuussuunnassa keskeltä hitsiä [50].

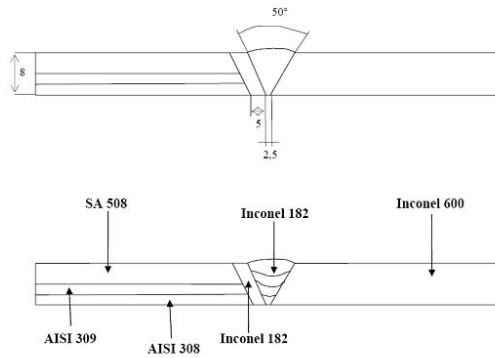


Kuva 27. Materiaalin Alloy 182 (TV) kemiallinen koostumus perusaineiden ja hitsin alueilla. Lisäaineiden pitoisuudet on esitetty paksuussuunnassa keskeltä hitsiä [50].

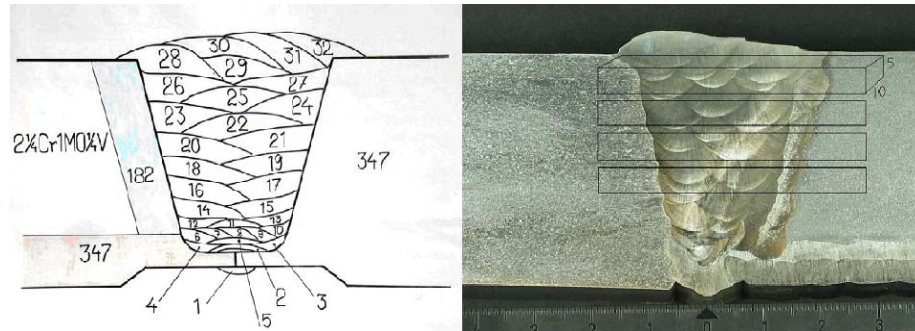
Seuraavassa (kuvat 28 - 30) on esitetty materiaalia SS lukuun ottamatta kappaleet, joista koesauvat on valmistettu. Taulukossa 2 on esitetty materiaalien lujuudet, koesauvojen lukumäärä ja dimensiot.



Kuva 28. Näyte TU2. Piirros hitsistä sekä kuva hitsatusta kappaleesta ylä- ja alapuolelta.



Kuva 29. Näyte TV. Piirros hitsistä sekä kuva hitsatusta kappaleesta ylä- ja alapuolelta.



Kuva 30. Näyte NO. Vasemmanpuoleisessa kuvassa palkojen hitsausjärjestys ja hitsiä ympäröivät materiaalit. Hitsipaloissa 1 - 5 lisäaineena on 347 Si, paloissa 6 - 13 Inconel 82 ja paloissa 13 - 32 Inconel 182. Oikeanpuoleisessa kuvassa makrokuva valmiista hitsistä, johon on skemaattisesti piirretty siitä otetut koetsauvat [49].

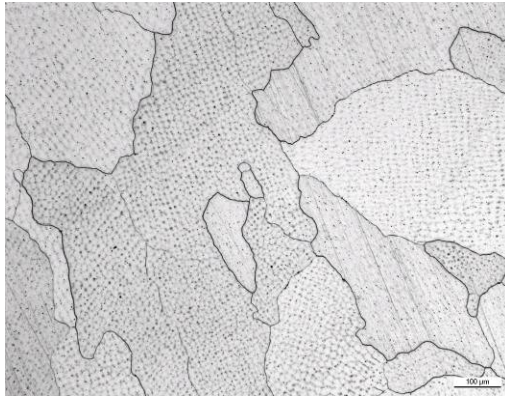
Taulukko 2. Koemateriaalien lujuudet ja dimensiot [51, 52].

Materiaali	Materiaalin nimitys	Myötölujuus, murtolujuus [MPa]	Koetsauvojen dimensiot [mm] (B, W, L)
304	SS	205, 515	10, 10, 55
Alloy 52	TU2	300, 539	5, 10, 55
Alloy 182	TV, NO	375, 641	5, 10, 55

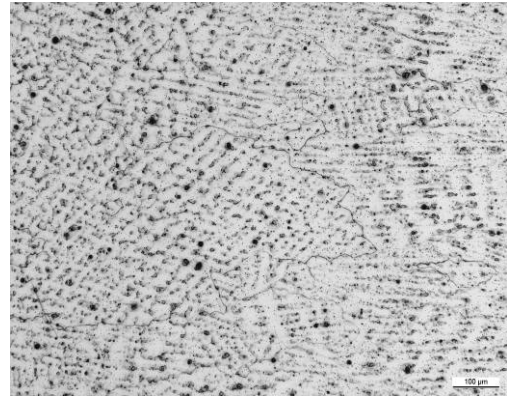
Työssä käytettiin SE(B) -taivutuskoetsauvoja, joiden pituus (L) oli 55 mm ja leveys särönkasvuunnessa (W) 10 mm. Paksuus (B) nikkeliseoshitsisauvoissa oli 5 mm ja ruostumattomissa terässauvoissa 10 mm. Kaikkiin koetsauvoihin tehtiin 10 %:n sivu-urat. Kaikkien hitsimateriaalista valmistettujen koetsauvojen orientaatio on sama.

Materiaalien mikrorakennetta tarkasteltiin optisen mikroskoopin avulla. Materiaaleista TV, TU2 ja NO otetut kuvat 31 - 33 on otettu keskeltä hitsiä kuvan tason ollessa kohtisuorassa särönkasvuunntaa vastaan. Kuvassa 34 on esitetty materiaa-

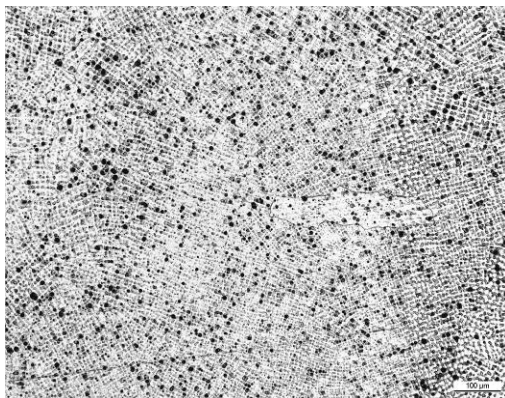
lin SS mikrorakenne. Kuvasta 31 on selkeästi erotettavissa Alloy 52 hitsiaineen dendriittinen kiderakenne. Samantyyppinen rakenne on erotettavissa myös Alloy 182 hitsiaineesta valmistetuissa hitseissä (kuvat 32 - 33). Perusaineen AISI 304 mikrorakenteessa (kuva 34) on havaittavissa pieni määrä deltaferriittiä ja jonkin verran sulkeumia.



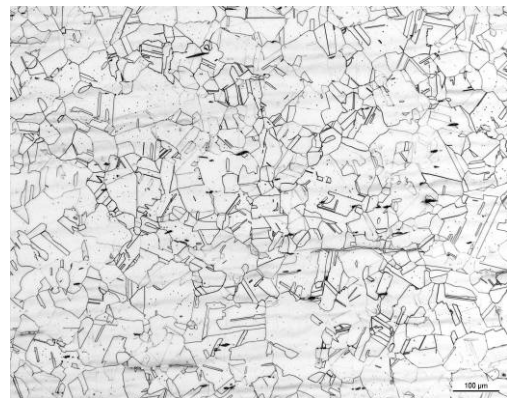
Kuva 31. Hitsiaine Alloy 52 (TU2).



Kuva 32. Hitsiaine Alloy 182 (TV).



Kuva 33. Hitsiaine Alloy 182 (NO).



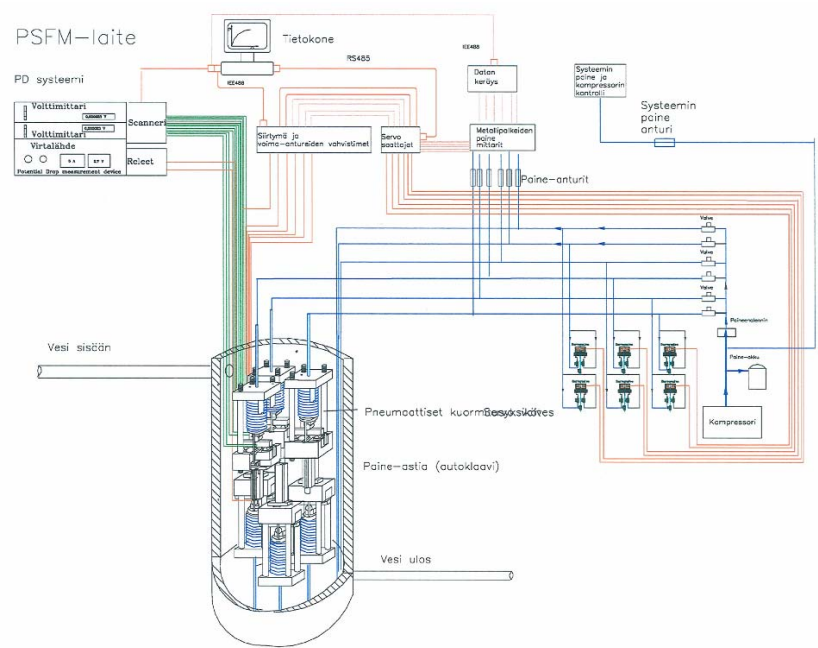
Kuva 34. Perusaine AISI 304 (SS).

5.2 Kokeellinen tutkimus

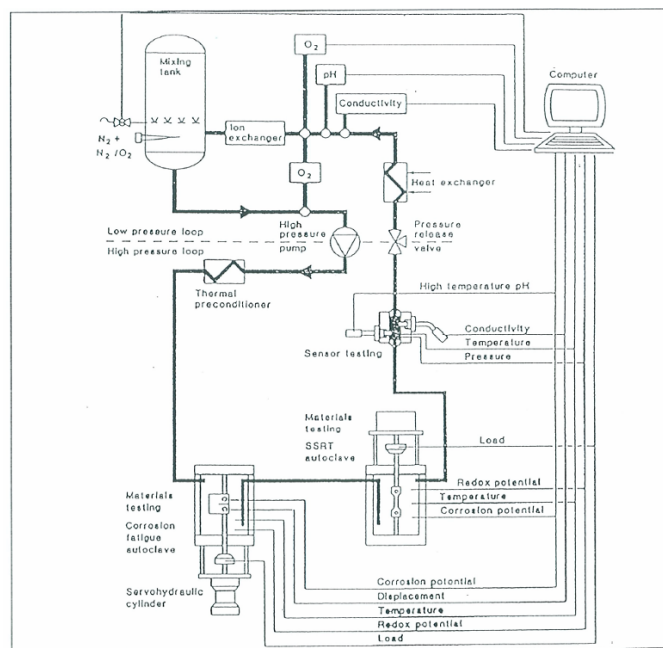
5.2.1 Koelaitteisto

Murtumisvastuskokeet suoritettiin VTT:n materiaalien tutkimushallissa. Ilmakoikeissa käytettiin pneumaattista servo-ohjattua kuormituslaitteistoa. Ympäristökokeet tehtiin samalla kuormituslaitteistolla autoklaavissa vetypitoisessa vedessä.

Koelaitteisto koostui erillisestä autoklaavilaitteistosta sekä pneumaattisesta kuormituslaitteistosta. Autoklaavilaitteistossa vesikemia tehtiin halutunlaiseksi kierto-vesipiirin matalapainepuolella olevassa sekoitussäiliössä. Veden ominaisuuksia valvottiin mittaamalla veden pH - arvoa, lämpötilaa, happipitoisuutta, vetypitoisuutta sekä johtokykyä. Käytetty pneumaattinen kuormituslaitteisto on kuvattu kaaviollisesti kuvassa 35. Autoklaavilaitteiston periaatekuva on esitetty kuvassa 36.



Kuva 35. Pneumaattisen kuormituslaitteiston kaaviokuva [53].



Kuva 36. Autoklaavilaitteiston periaatekuva [54].

5.2.2 Kokeiden suoritus

Jokaiselle materiaalille suoritettiin sekä ilma - että ympäristökokeita kuormitusnopeuksilla 0,1 mm/h ja 6,7 mm/h. Kuormitusnopeuksien valinta perustui Millsin ja Brownin [40] - [41] saamiin koetuloksiin sekä käytettävän laitteiston asettamiin rajoituksiin. Standardin ASTM E 1820 - 01 -mukainen kuormitusnopeus on välillä, jolla voiman arvo P_f saavutetaan ajassa 0,1 - 10 min. Voima P_f on määritelty seuraavasti:

$$P_f = \frac{0,5Bb_0\sigma_0}{S}, \quad (1)$$

missä S on kuormituslaitteiston rullien välinen etäisyys ja σ_0 on muodonmuutoslujuus.

Hidas kuormitusnopeus (0,1 mm/h) on standardinmukaista kuormitusnopeutta hitaampi, koska P_f :n saavuttamiseen kuluu aikaa noin 30 min. Nopeampi kuormitusnopeus on sen sijaan standardin mukainen, sillä P_f :n saavuttamiseen kuluu aikaa noin puoli minuuttia.

Kolmipistetäivutuskokeessa koesauvaa kuormitetaan painamalla sitä yläpuolelta keskeltä ja tukemalla alapuolelta kahdella rullalla, jotka sijaitsevat tyypillisesti neljä kertaa sauvan leveyden W suuruisen etäisyyden päässä toisistaan. Tässä työssä koe suoritettiin siirtymäohjatusti, ja kokeen aikana mitattiin sauvan (todellisuudessa sitä kuormittavan palkeen) kuormituslinjan suuntaista siirtymää sekä sauvaa kuormittavan palkeen sisäistä ja ulkoista painetta.

Kokeen aikana koesauvojen särönkasvua mitattiin potential drop-menetelmällä käyttäen 5 A:n tasavirtaa (DC-pd).

Ilmakokeiden jälkeen suoritettiin ensimmäinen ympäristökoesarja autoklaavissa. Koeympäristönä oli vetypitoinen puhdas vesi (lämpötila 55 °C), jossa oli vetyä noin 64 cm³/kg H₂O. Toisen koesarjan ympäristöä varten vetypitoisuus nostettiin tasolle 100 cm³/kg H₂O, ja tämän lisäksi veteen lisättiin boorihappoa 200 ppm sekä litiumhydroksidia 2,1 ppm, jolloin liuoksen pH oli 7,4. Kolmas koesarja suoritettiin samalla vesikemialla, mutta ennen koetta autoklaavin lämpötila nostettiin noin 300 °C:een ja pidettiin kyseisessä lämpötilassa noin vuorokausi. Tämän jälkeen lämpötilan annettiin laskea noin 55 °C:een, jonka jälkeen kokeet suoritettiin. Taulukossa 3 on esitetty koeympäristö ja kuormitusnopeus kullekin koesauvalle.

Taulukko 3. Koesauvojen tunnuksat, koeympäristöt ja kuormitusnopeudet.

Materiaali	Koesauvan tunnus	Ympäristö (55 °C vesi)				Kuormitusnopeus [mm/h]
		H ₂ [cm ³ /kg H ₂ O]	pH	LiOH [ppm]	H ₃ BO ₃ [ppm]	
304 (SS)	A1	Ilma				0,1
	A2	64	7	-	-	0,1
	A3	100	7,4	2,1	200	0,1
Alloy 52 (TU2)	B1	Ilma				6,7
	B2	Ilma				0,1
	B3	64	7	-	-	0,1
	B4	100	7,4	2,1	200	6,7
	B5	100	7,4	2,1	200	0,1
Alloy 182 (TV)	C1	Ilma				6,7
	C2	Ilma				0,1
	C3	64	7	-	-	0,1
	C4	64	7	-	-	0,1
	C5	100	7,4	2,1	200	6,7
	C6	100	7,4	2,1	200	0,1
	C7	100	7,4	2,1	200	0,1
	C8	100	7,4	2,1	200	0,1
Alloy 182 (NO)	D1	Ilma				6,7
	D2	Ilma				0,1
	D3	100	7,4	2,1	200	6,7
	D4	100	7,4	2,1	200	0,1

6 Tulokset

Tämän työn kokeellisen osan tulokset koostuvat voima-siirtymäkäyristä sekä murtumisvastuskäyristä. Seuraavassa on esitetty käyrien muodostamiseen tarvittavat laskelmat.

6.1 Tehdyt laskelmat

6.1.1 Voima-siirtymäkäyrän laskeminen

Kokeista saatiin tuloksena ajan funktiona lineaarinen siirtymä sekä siirtymän aikaansaamiseksi tarvittava paine sauvaa kuormittavassa pneumaattisessa palkeessa. Mittauksessa saadusta paineen arvosta P_{mit} [bar] laskettiin sauvaa kuormittava voima P [N] jokaisella siirtymän d arvolla yhtälön mukaisesti:

$$P = (P_{mit} - (y \cdot \delta) - e_p - P_{ymp}) \cdot \frac{A}{10}, \quad (2)$$

missä y on palkeen oma jäykkyys [bar/mm], δ on siirtymä [mm], e_p on palkeen paineen systemaattinen virhe [bar], P_{ymp} on palkeen ulkoinen paine [bar] ja A on palkeen tehollinen pinta-ala [mm²].

Voima-siirtymäkäyrät normalisoitiin käyttämällä seuraavia yhtälöitä:

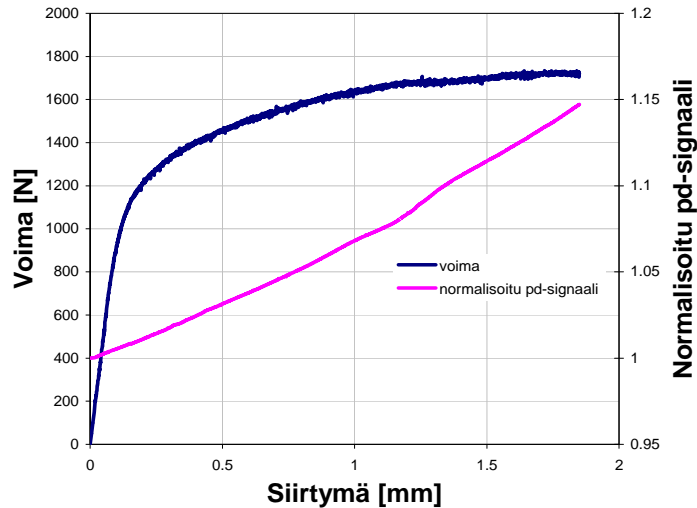
$$P_{norm} = \frac{P \cdot W}{B_n (W - a_0)^2} \quad (3)$$

$$\delta_{norm} = \frac{\delta}{W}, \quad (4)$$

missä P_{norm} on normalisoitu kuorma ja δ_{norm} on normalisoitu siirtymä. Normalisoinnin ansiosta myös erikokoisilla koesauvoilla saadut tulokset ovat suoraan vertailukelpoisia keskenään.

6.1.2 Murtumisvastuskäyrien laskeminen

Kuvassa 37 on esitetty tyypillinen mittaustulos, josta tulokset on laskettu tässä luvussa esitettyjen yhtälöiden mukaan. Kuvassa on esitetty normalisoitu pd-mittaustulos (U/U_0) sekä voima siirtymän funktiona.



Kuva 37. Tyypillinen mittaustulos. Kuvaajassa on esitetty voima sekä normalisoitu pd-mittaussignaali siirtymän funktiona.

Särönpituudet laskettiin pd-signaaleista käyttäen seuraavaa standardissa ASTM E 1820 - 99 esitettyä yhtälöä:

$$\frac{a}{W} = \frac{2}{\pi} \cos^{-1} \left[\frac{\cosh\left(\frac{\pi y}{2W}\right)}{\cosh\left[\left(\frac{U}{U_0}\right) \cosh^{-1} \left[\frac{\cosh\left(\frac{\pi y}{2W}\right)}{\cos\left(\frac{\pi a_0}{2W}\right)} \right] \right]} \right], \quad (5)$$

missä y on pd-mittausjohtimien etäisyys särötasosta, U on hetkellinen johtimien välinen jännite-ero ja U_0 on johtimien alkuperäinen jännite-ero. Tällä menetelmällä laskettu särönpituus korjattiin lopuksi vastaamaan todellista loppusärönpituutta mittaamalla todellinen loppusärönpituus tarkastelemalla murtopintaa optisella mikroskoopilla ja pyyhkäiselektronimikroskoopilla (SEM). Mittauksessa käytettiin Cracklength-ohjelmaa, joka laskee särönpituuden standardin ASTM E 1820 mukaisesti kuvaan merkittävien mittauspisteiden perusteella (kuva 38).



Kuva 38. Särönpituuden määrittäminen Cracklength-ohjelmalla.

Murtumisvastuskäyrät laskettiin standardin ASTM E 1820 - 01 mukaisesti käyttäen voima-siirtymä- sekä särönpituusdataa. J-integraalin arvo saadaan laskettua kussakin mittauspisteessä yhtälöllä:

$$J_{(i)} = \frac{K_{(i)}^2(1-\nu^2)}{E} + J_{pl(i)}, \quad (6)$$

missä

$$K_{(i)} = \left[\frac{P_i S}{(BB_n)^{1/2} W^{3/2}} \right] f\left(\frac{a_i}{W}\right), \quad (7)$$

missä funktio $f(a_i/W)$ on:

$$f\left(\frac{a_i}{W}\right) = \frac{3\left(\frac{a_i}{W}\right)^{1/2} \left[1,99 - \left(\frac{a_i}{W}\right) \left(1 - \left(\frac{a_i}{W}\right)\right) \left(2,15 - 3,93\left(\frac{a_i}{W}\right) + 2,7\left(\frac{a_i}{W}\right)^2 \right) \right]}{2\left(1 + 2\left(\frac{a_i}{W}\right)\right) \left(1 - \left(\frac{a_i}{W}\right)\right)^{3/2}}. \quad (8)$$

$J_{(i)}$:n plastinen komponentti $J_{pl(i)}$ on:

$$J_{pl(i)} = \left[J_{pl(i-1)} + \left(\frac{2}{b_{(i-1)}}\right) \left(\frac{A_{pl(i)} - A_{pl(i-1)}}{B_n}\right) \right] \left[1 - \frac{a_{(i)} - a_{(i-1)}}{b_{(i-1)}} \right]. \quad (9)$$

Voima-siirtymäkäyrän alapuolelle jäävä plastinen pinta-ala $A_{pl(i)}$ saadaan yhtälöstä:

$$A_{pl(i)} = A_{pl(i)} + \frac{[P_{(i)} + P_{(i-1)}][V_{pl(i)} - V_{pl(i-1)}]}{2}, \quad (10)$$

missä siirtymän plastinen komponentti $V_{pl(i)}$ on:

$$V_{pl(i)} = V_{(i)} - P_{(i)} C_{LL(i)}, \quad (11)$$

missä $C_{LL(i)}$ eli elastinen kulmakerroin on määritelty seuraavasti:

$$C_{LL(i)} = \frac{1}{E' B_e} \left(\frac{S}{W - a_i} \right)^2 \quad (12)$$

$$\left[1,193 - 1,98 \left(\frac{a_i}{W} \right) + 4,478 \left(\frac{a_i}{W} \right)^2 - 4,443 \left(\frac{a_i}{W} \right)^3 + 1,739 \left(\frac{a_i}{W} \right)^4 \right]$$

missä

$$E' = \frac{E}{1 - \nu^2} \quad (13)$$

ja tehollinen paksuus B_e on:

$$B_e = B - \frac{(B - B_n)^2}{B}, \quad (14)$$

missä B_n on sauvan nettopaksuus eli mitta, jossa nimellisestä paksuudesta B on vähennetty sivu-urien syvyys.

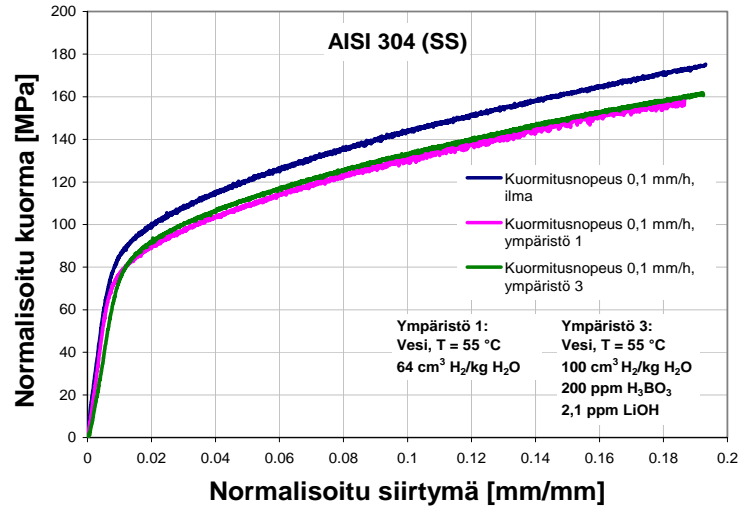
Murtumisvastuksia esittäviin kuviin piirrettiin 0,2 mm offset-suorat J_Q :n määrittämiseksi. J_Q määritellään kyseisen suoran ja J–R-käyrän leikkauspisteen arvona. Suoran yhtälö on:

$$J = M \sigma_0 \Delta a, \quad (15)$$

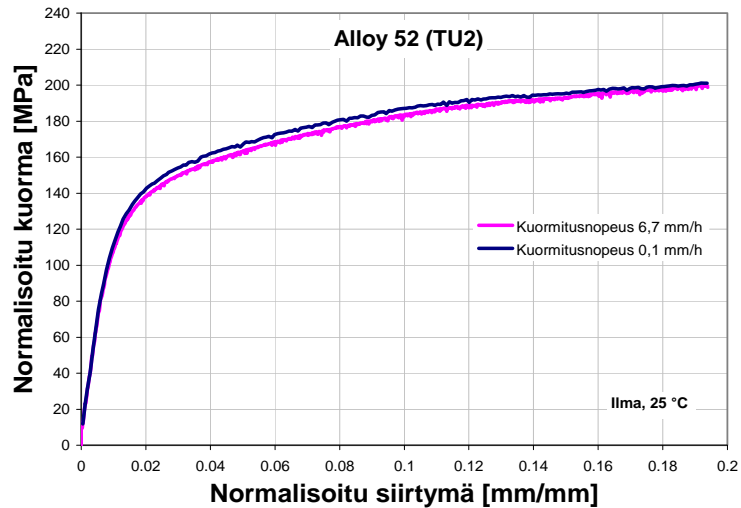
missä kulmakerroin M on 2 tai vaihtoehtoisesti määritettävissä J–R-käyrän alkuosan jyrkkyyden mukaan. Käytetty M :n arvo oli 4 materiaaleilla Alloy 52 ja AISI 304 ja 2 materiaalilla Alloy 182.

6.2 Voima-siirtymäkäyrät

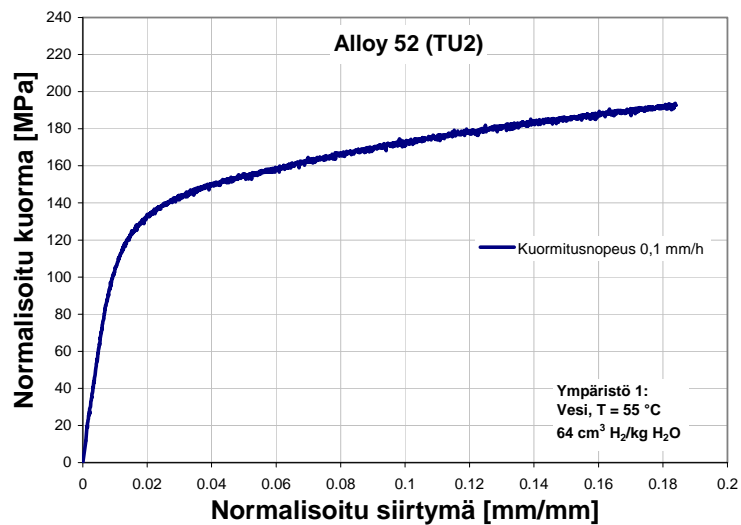
Kolmipistetäivutuskokeiden tuloksena saadut voima-siirtymäkäyrät on esitetty kuvissa 39 - 48. Kuvaajissa on ilmoitettu kunkin kokeen kuormitusnopeus sekä koeympäristö. Tulosten esittämisessä on pääpiirteittäin noudatettu jaottelua, jossa yhdelle materiaalille tietyssä ympäristössä saadut koetulokset nopealla (6,7 mm/h) ja hitaalla (0,1 mm/h) kuormitusnopeudella on esitetty samassa kuvaajassa. Poikkeuksena tästä on materiaalille AISI 304 (SS) saadut tulokset, jotka on kaikki esitetty samassa kuvaajassa. Huomioitavaa on myös, että materiaalille Alloy 182 (TV) tehtiin ympäristössä 2 kokeita ainoastaan hitaalla kuormitusnopeudella. Kuvassa 13 esitetyt käyrät edustavat täten rinnakkaisia kokeita. Materiaalille Alloy 52 (TU2) ympäristössä 1 sekä materiaalille Alloy 182 (TV) ympäristössä 3 tehtiin ainoastaan koe hitaalla kuormitusnopeudella (kuvat 10 ja 15).



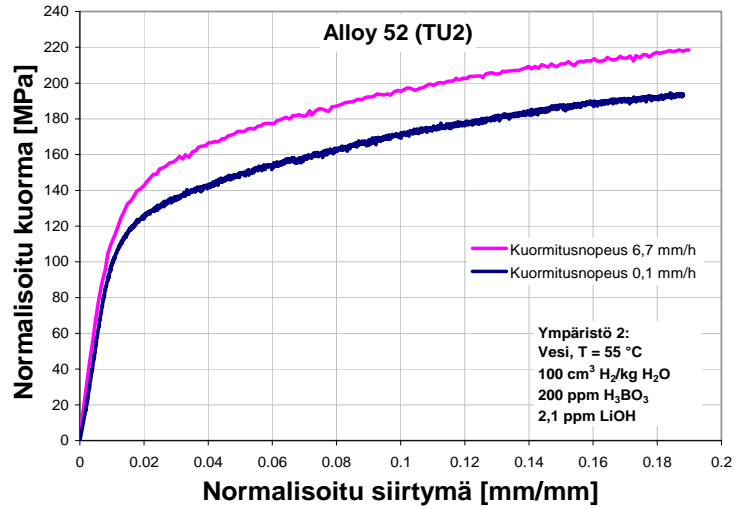
Kuva 39. Austeniittisen ruostumattoman teräksen AISI 304 normalisoidut voima-siirtymäkäyrät ilmassa sekä ympäristöissä 1 ja 3.



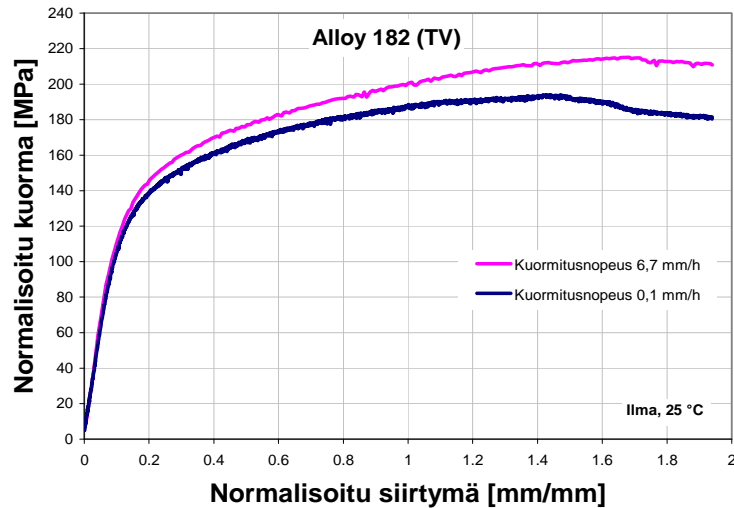
Kuva 40. Hitsiaineen Alloy 52 (TU2) normalisoidut voima-siirtymäkäyrät ilmassa.



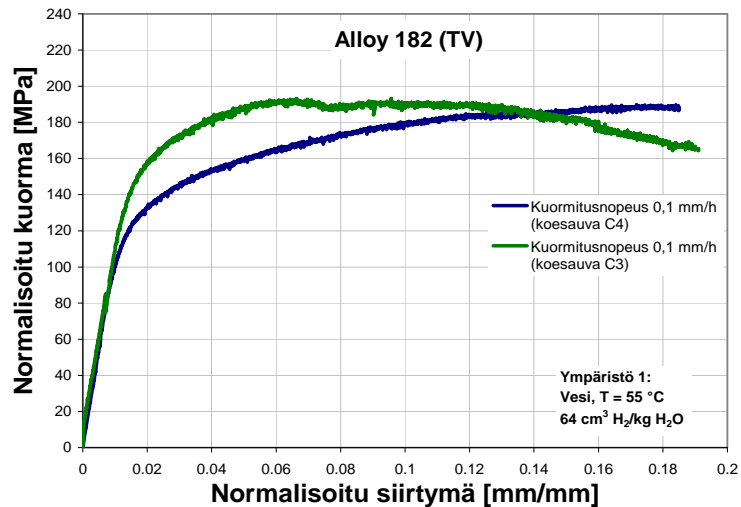
Kuva 41. Hitsiaineen Alloy 52 (TU2) normalisoitu voima-siirtymäkäyrä ympäristössä 1.



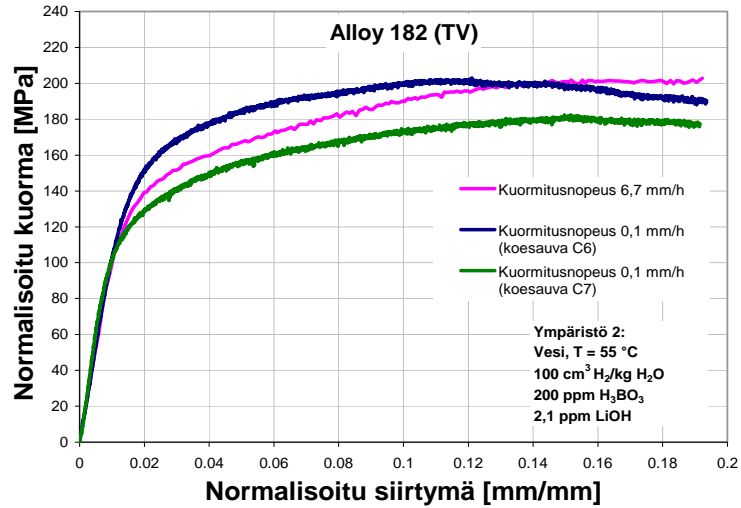
Kuva 42. Hitsiaineen Alloy 52 (TU2) normalisoidut voima-siirtymäkäyrät ympäristössä 2.



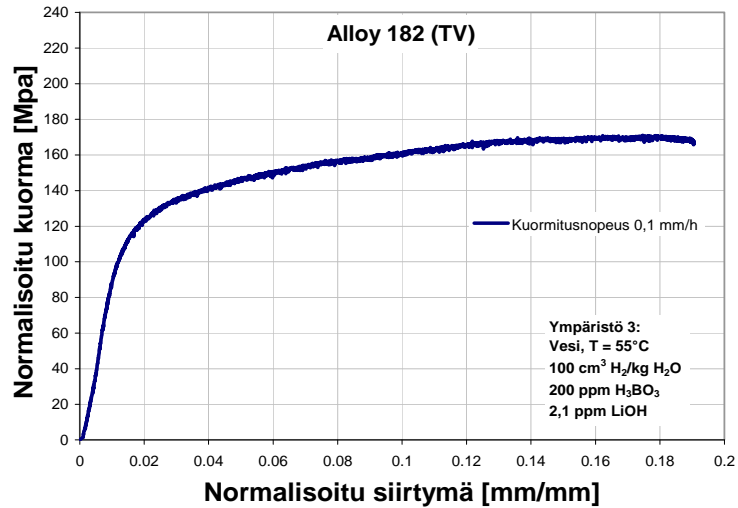
Kuva 43. Hitsiaineen Alloy 182 (TV) normalisoidut voima-siirtymäkäyrät ilmassa.



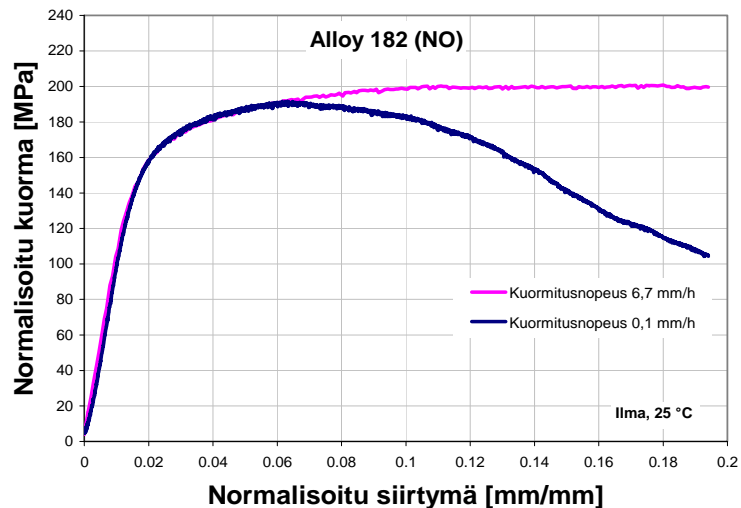
Kuva 44. Hitsiaineen Alloy 182 (TV) normalisoidut voima-siirtymäkäyrät ympäristössä 1.



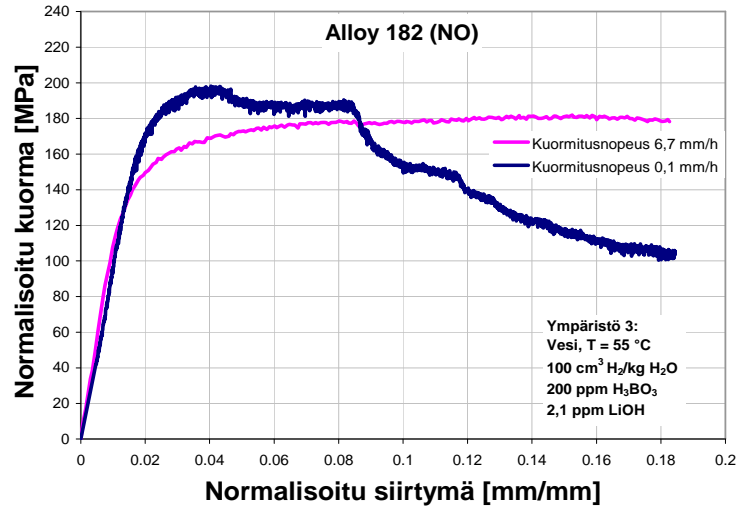
Kuva 45. Hitsiaineen Alloy 182 (TV) normalisoidut voima-siirtymäkäyrät ympäristössä 2.



Kuva 46. Hitsiaineen Alloy 182 (TV) normalisoitu voima-siirtymäkäyrä ympäristössä 3.



Kuva 47. Hitsiaineen Alloy 182 (NO) normalisoidut voima-siirtymäkäyrät ilmassa.

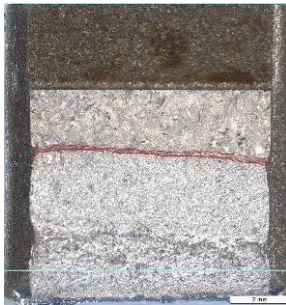


Kuva 48. Hitsiaineen Alloy 182 (NO) normalisoidut voima-siirtymäkäyrät ympäristössä 3.

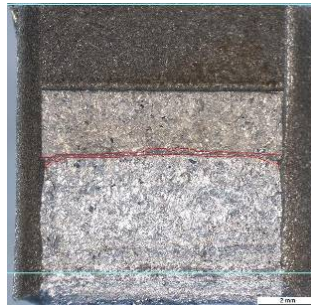
6.3 Murtopinnat

Koekappaleiden murtopintoja tarkasteltiin optisella mikroskoopilla sekä pyyhkäisyelektronimikroskoopilla (SEM). Tarkastelun tarkoituksena oli selvittää koesauvojen särönkasvu, murtumismekanismeja sekä mikrorakennetta. SEM-tarkastelussa keskityttiin erityisesti vertailemaan mahdollisia eroja, jotka aiheuttivat erilaisia tuloksia rinnakkaiskokeissa.

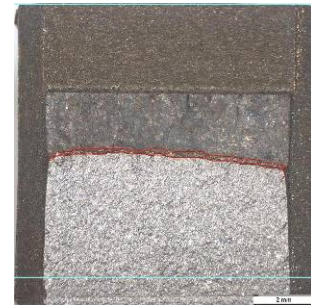
Kuvissa 49 - 68 on esitetty kaikkien tässä työssä käsiteltyjen koesauvojen murtopintojen makrokuvat ja taulukossa 4 kustakin koesauvasta kuvan ja SEM-tarkastelun avulla mitattu särönpituus. Kokeen aikana saatu särönkasvu on rajattu kuviin punaisiin viivoihin. Särön etenemissuunta on kuvissa alaspäin.



Kuva 49. Koesauva A1. AISI 304 (SS), ilmakoe, kuormitusnopeus 0,1 mm/h.



Kuva 50. Koesauva A2. AISI 304 (SS), koeympäristö 1, kuormitusnopeus 0,1 mm/h.



Kuva 51. Koesauva A3. AISI 304 (SS), koeympäristö 3, kuormitusnopeus 0,1 mm/h.



*Kuva 52. Koesauva B1.
Alloy 52 (TU2), ilmakoe,
kuormitusnopeus
6,7 mm/h.*



*Kuva 53. Koesauva B2.
Alloy 52 (TU2), ilmakoe,
kuormitusnopeus
0,1 mm/h.*



*Kuva 54. Koesauva B3.
Alloy 52 (TU2), koeym-
päristö 1, kuormitusno-
peus 0,1 mm/h.*



*Kuva 55. Koesauva B4.
Alloy 52 (TU2), koeym-
päristö 2, kuormitusno-
peus 6,7 mm/h.*



*Kuva 56. Koesauva B5.
Alloy 52 (TU2), koeym-
päristö 2, kuormitusno-
peus 0,1 mm/h.*



Kuva 57. Koesauva C1. Alloy 182 (TV), ilmakoe, kuormitusnopeus 6,7 mm/h.



Kuva 58. Koesauva C2. Alloy 182 (TV), ilmakoe, kuormitusnopeus 0,1 mm/h.



Kuva 59. Koesauva C3. Alloy 182 (TV), koeympäristö 1, kuormitusnopeus 0,1 mm/h.



Kuva 60. Koesauva C4. Alloy 182 (TV), koeympäristö 1, kuormitusnopeus 0,1 mm/h.



Kuva 61. Koesauva C5. Alloy 182 (TV), koeympäristö 2, kuormitusnopeus 6,7 mm/h.



Kuva 62. Koesauva C6. Alloy 182 (TV), koeympäristö 2, kuormitusnopeus 0,1 mm/h.



*Kuva 63. Koesauva C7.
Alloy 182 (TV), koeympäristö 2, kuormitusnopeus 0,1 mm/h.*



*Kuva 64. Koesauva C8.
Alloy 182 (TV), koeympäristö 3, kuormitusnopeus 0,1 mm/h.*



*Kuva 65. Koesauva D1.
Alloy 182 (NO), ilmakoe, kuormitusnopeus 6,7 mm/h.*



*Kuva 66. Koesauva D2.
Alloy 182 (NO), ilmakoe, kuormitusnopeus 0,1 mm/h.*



Kuva 67. Koesauva D3. Alloy 182 (NO), ympäristö 3, kuormitusnopeus 6,7 mm/h.

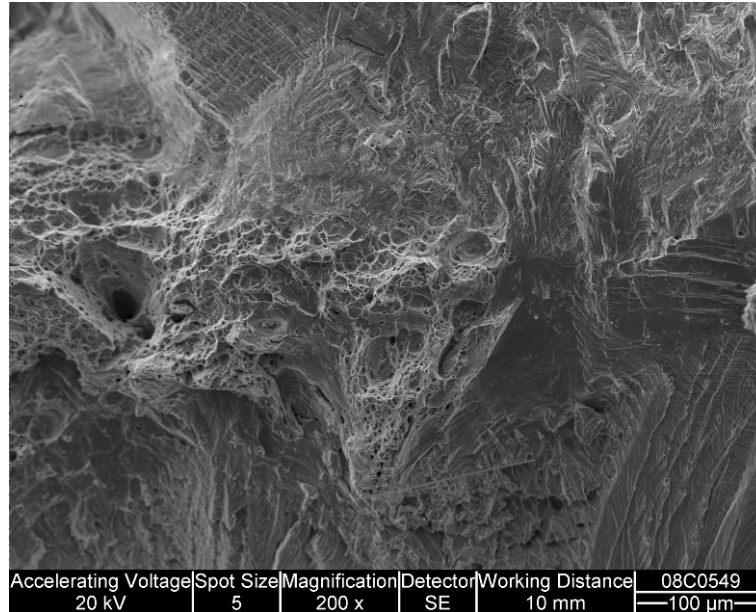


Kuva 68. Koesauva D4. Alloy 182 (NO), ympäristö 3, kuormitusnopeus 0,1 mm/h.

Taulukko 4. Koesauvojen alku- ja loppusärönpituudet sekä särönkasvut.

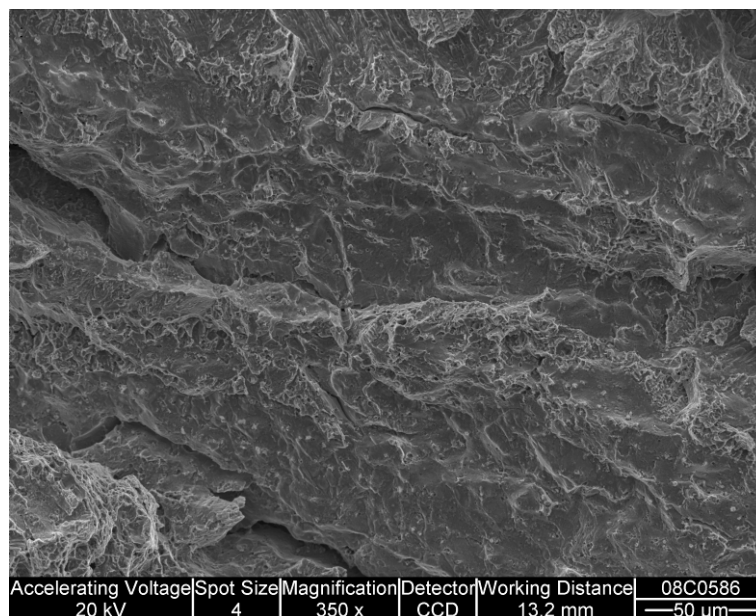
Materiaali	Koesauvan tunnus	Alkusärönpituus a_0 [mm]	Loppusärönpituus a_f [mm]	Särönkasvu Δa [mm]
304 (SS)	A1	4,95	5,12	0,17
	A2	4,98	5,15	0,17
	A3	4,92	4,11	0,19
Alloy 52 (TU2)	B1	5,49	5,80	0,31
	B2	5,38	5,69	0,31
	B3	5,23	5,47	0,24
	B4	5,42	5,68	0,26
	B5	5,18	5,47	0,29
Alloy 182 (TV)	C1	5,43	6,01	0,58
	C2	5,05	5,74	0,69
	C3	5,74	6,66	0,92
	C4	5,22	5,78	0,56
	C5	5,39	5,91	0,54
	C6	4,99	5,87	0,88
	C7	5,23	6,02	0,79
	C8	5,03	5,78	0,75
Alloy 182 (NO)	D1	4,84	5,56	0,72
	D2	4,90	7,07	2,17
	D3	4,84	5,69	0,85
	D4	5,03	7,40	2,37

Materiaaleissa AISI 304 (SS) ja Alloy 52 (TU2) oli havaittavissa ainoastaan sitkeää murtumista. Kuvassa 69 on esimerkki koesauvan B5 murtopinnalta. Kuvassa on havaittavissa sitkeälle murtumalle tyypillisiä kuoppia.

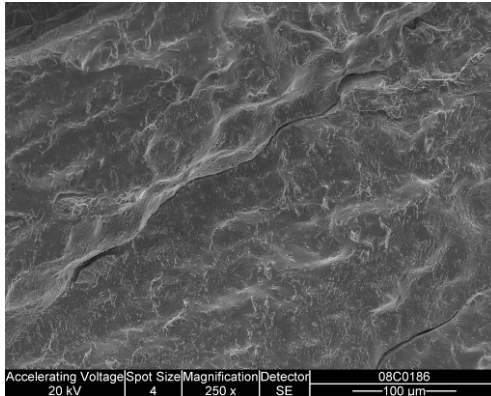


Kuva 69. SEM-kuva materiaalin Alloy 52 (TU2) murtopinnalta. Kokeen aikana syntynyt sitkeä murtuma on kuvan keskellä.

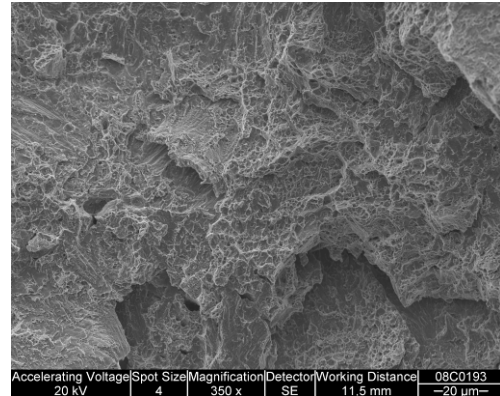
Nikkeliseoksen Alloy 182 (TV ja NO) murtopinnoilla oli havaittavissa joko pelkästään sitkeää murtumaa tai sekä tyypillistä sitkeää murtumaa että dendriittirajamurtumaa. Esimerkki jälkimmäisestä tapauksesta on esitetty koesauvasta C6 otetussa kuvassa 70. Kuvissa 71 - 72 on esitetty esimerkit molemmista murtumatyypeistä. Kuvat on otettu rinnakkaiskokeista C3 (dendriittirajamurtuman alueelta) ja C4 (sitkeää murtumaa).



Kuva 70. SEM-kuva koesauvan C7 murtopinnalta. Kuvassa nähdään sekä sitkeää että dendriittirajamurtumaa.

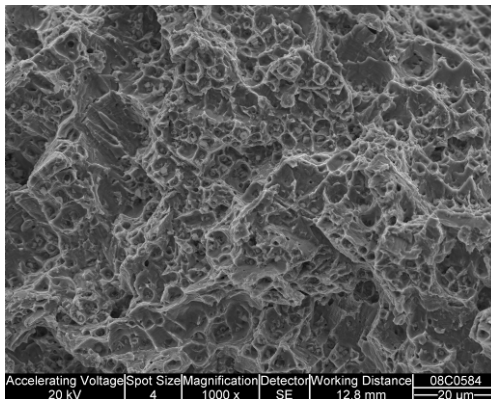


Kuva 71. SEM-kuva koesauvan C3 murtopinnalta. Kuvan alueella murtuma on tapahtunut enimmäkseen dendriittirajoja pitkin.

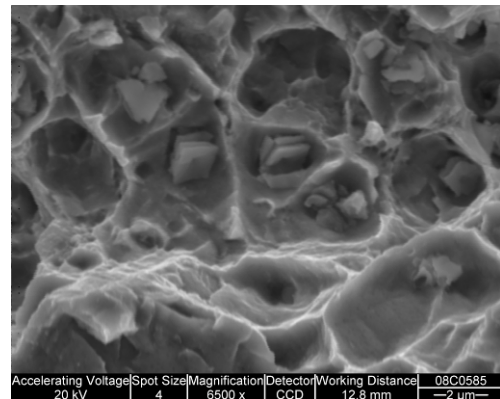


Kuva 72. SEM-kuva koesauvan C4 murtopinnalta. Murtuminen on tapahtunut sitkeällä mekanismilla.

Materiaalista TV valmistettujen koesauvojen murtopintojen sitkeästi murtuneilla alueilla oli monin paikoin havaittavissa erittäin paljon liuskamaisia partikkeleja, joiden ympärille sitkeä murtuma on alun perin alkanut ydintyä. Tästä on esimerkiksi kuvissa 73 - 74 esitetyt SEM -kuvat koesauvan C4 murtopinnalta. Partikkelit ovat kokoluokkaa 1 - 3 μm . Murtopinnalta tehtiin koostumusanalyysit partikkelin kohdalta sekä alueelta, jossa partikkeleja ei ollut näkyvissä. Koostumusanalyysi on esitetty taulukossa 5.



Kuva 73. SEM-kuva koesauvan C4 murtopinnalta.

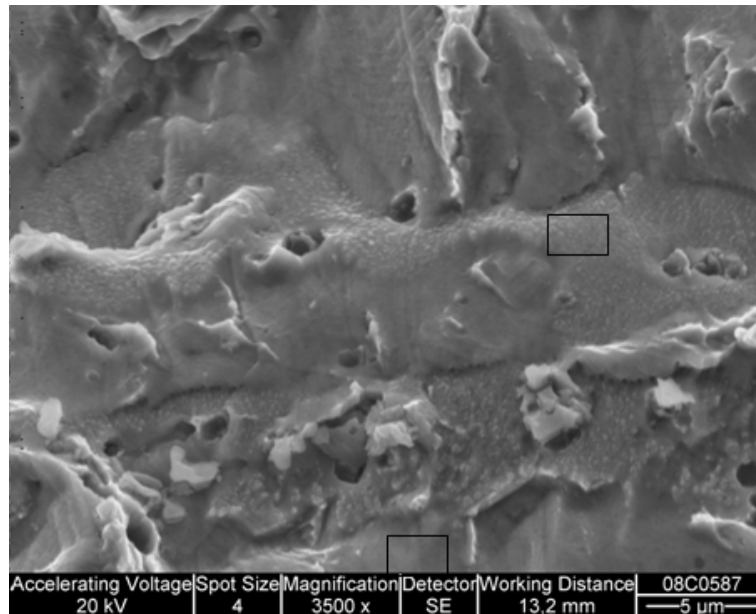


Kuva 74. SEM-kuva koesauvan C4 murtopinnalta.

Taulukko 5. Koesauvan C6 sitkeästi murtuneen murtopinnan kemiallinen koostumus.

Alkuaine	Partikkelin kohdalta tehty analyysi	Analyysi alueelta, jossa ei ole havaittavissa partikkeleja
Si	0.62	0.51
Ti	1.37	-
Cr	11.13	16.86
Mn	5.34	8.85
Fe	4.54	6.40
Ni	38.36	64.58
Nb	38.64	2.80

Dendriittirajamurtuman alueilla on murtopinnalla havaittavissa erittäin hienojakoisia partikkeleita. Niiden määrä vaihtelee murtopinnan eri kohdissa, kuten kuvasta 75 ilmenee. Koesauvan C7 murtopinnan dendriittirajamurtuman alueelta tehtiin koostumusanalyysit siten, että toinen näytealue on alueelta, jossa on nähtävissä paljon erittäin pieniä partikkeleita ja toinen alueelta, jossa partikkeleita ei juurikaan näy. Näytealueet on rajattu kuvaan. Koostumusanalyysien tulos on esitetty taulukossa 6.



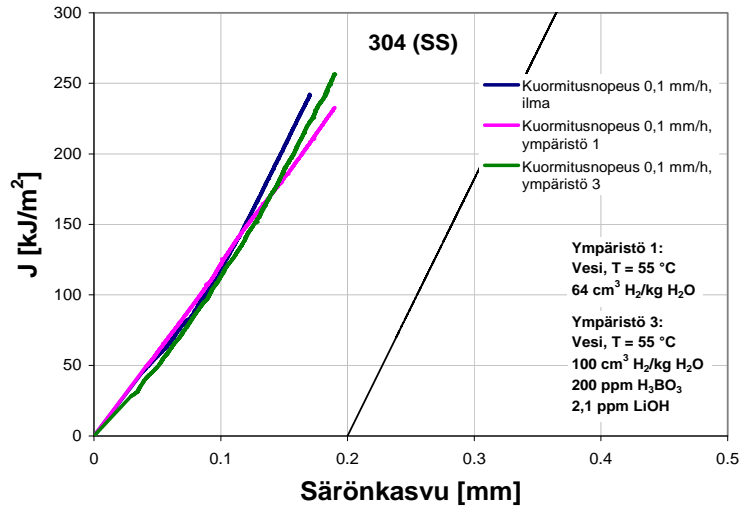
Kuva 75. SEM -kuva koesauvan C7 murtopinnalta. Kuvaan on merkitty suorakulmioilla alueet, joilta kemialliset analyysit on otettu.

Taulukko 6. Koesauvan C7 murtopinnan kemiallinen koostumus kuvaan 75 merkityiltä dendriittirajamurtuman alueilta.

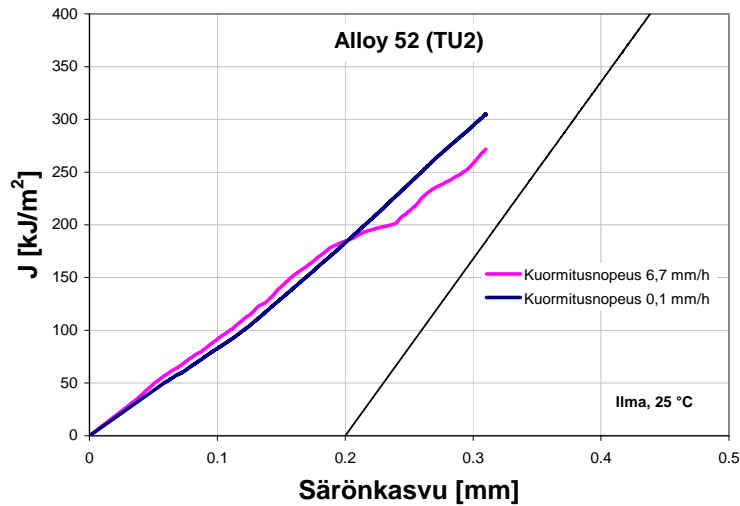
Alkuaine	Alue, jossa runsaasti pieniä partikkeleita	Alue, jossa vain vähän partikkeleita
Al	-	0.13
Si	0.96	0.68
Cr	16.21	17.46
Mn	7.07	5.14
Fe	6.97	8.32
Ni	65.30	66.80
Nb	3.48	1.48

6.4 Murtumisvastuskäyrät

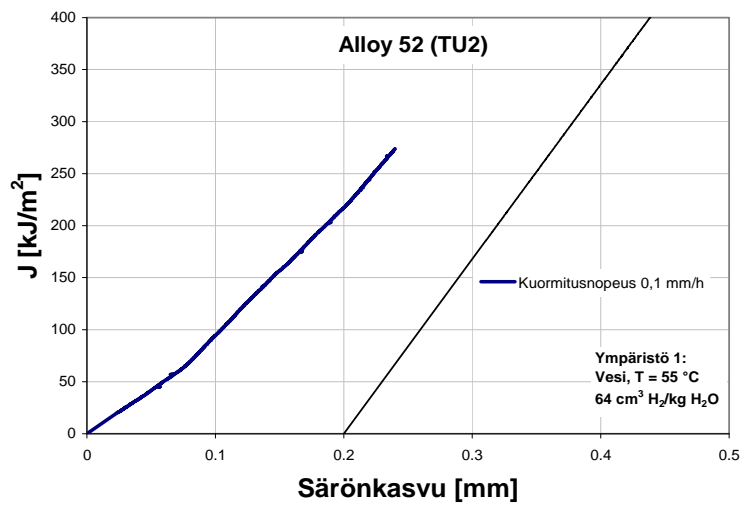
Seuraavassa on esitetty murtumisvastuskokeiden tuloksena saadut J–R-käyrät. Tulosten esittämisessä on käytetty samaa jaottelua kuin voima-siirtymäkäyrien tapauksessa. Alustava murtumissitkeys J_Q on ilmoitettu niissä tapauksissa, joissa se voitiin määrittää. Murtumissitkeydestä puhuttaessa käytetään tässä J_Q :ta, koska sauvakoko on kyseisille materiaaleille standardin ASTM E 1820 - 01 mukaan liian pieni, jotta J_Q soveltuisi J_{IC} :ksi, joka on sauvakoosta riippumaton materiaaliarvo. Materiaalin TV murtumisvastuskäyrää ympäristössä 3 ei voitu määrittää käyttäen pd-mittausdataa mittauksen katkaisseeseen tuntemattoman häiriön vuoksi.



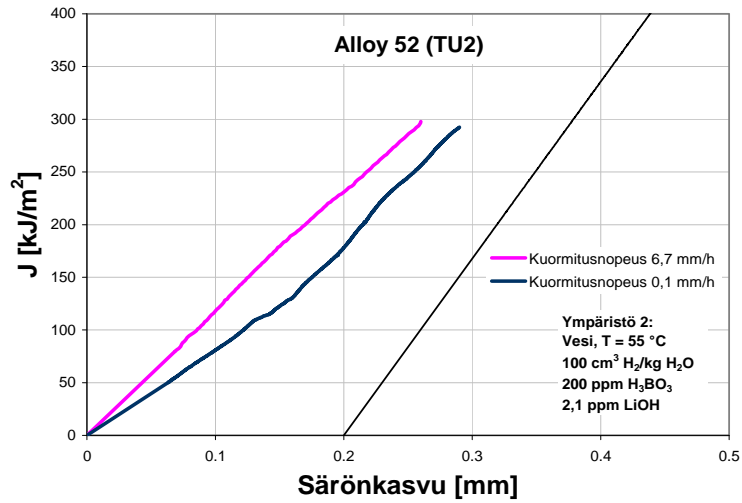
Kuva 76. Austeniittisen ruostumattoman teräksen AISI 304 murtumisvastuskäyrät ilmassa sekä ympäristöissä 1 ja 3.



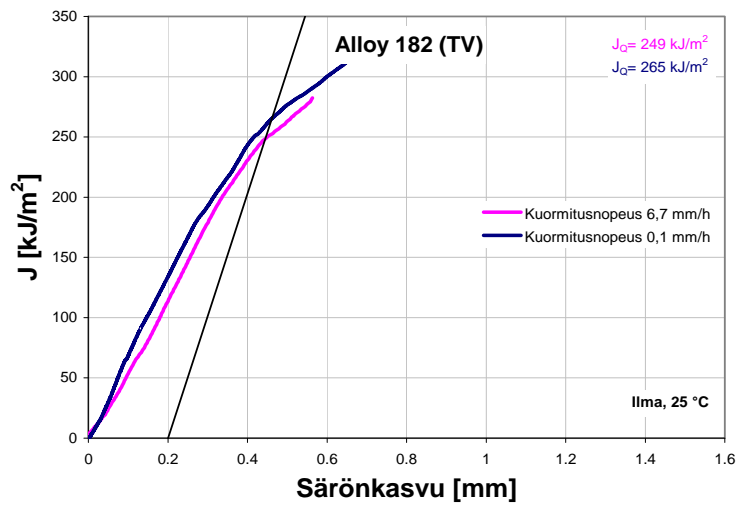
Kuva 77. Hitsiaineen Alloy 52 murtumisvastuskäyrät ilmassa.



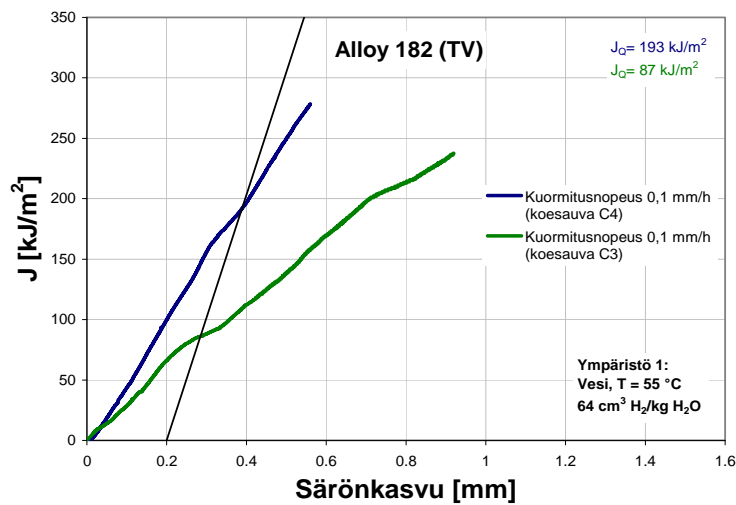
Kuva 78. Hitsiaineen Alloy 52 murtumisvastuskäyrä ympäristössä 1.



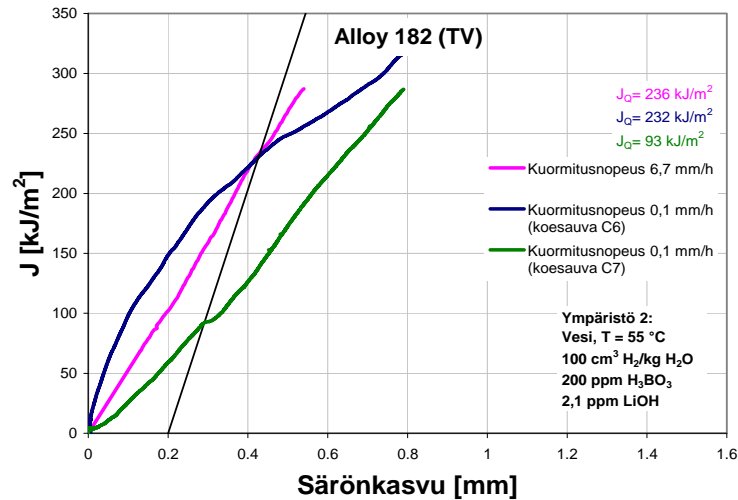
Kuva 79. Hitsiaineen Alloy 52 murtumisvastuskäyrät ympäristössä 2.



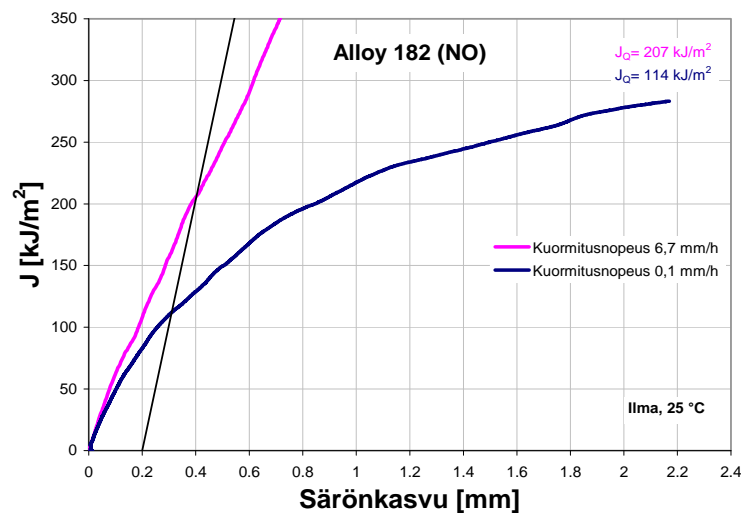
Kuva 80. Hitsiaineen Alloy 182 (TV) murtumisvastuskäyrät ilmassa.



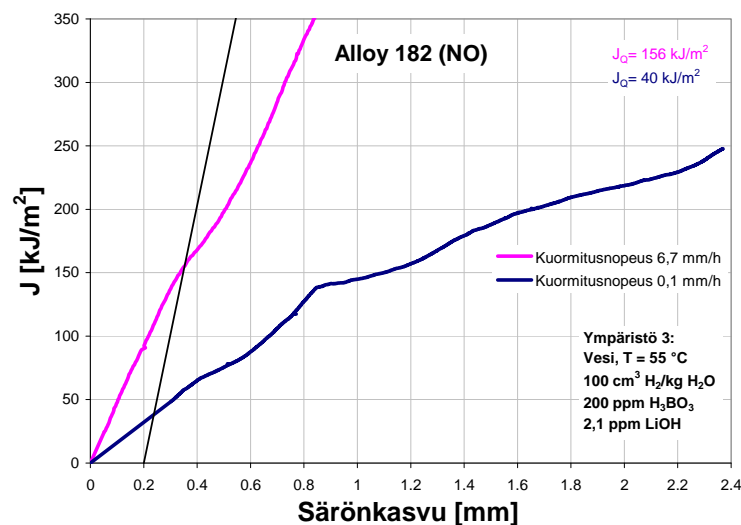
Kuva 81. Hitsiaineen Alloy 182 (TV) murtumisvastuskäyrät ympäristössä 1.



Kuva 82. Hitsiaineen Alloy 182 (TV) murtumisvastuskäyrät ympäristössä 2.



Kuva 83. Hitsiaineen Alloy 182 (NO) murtumisvastuskäyrät ilmassa.

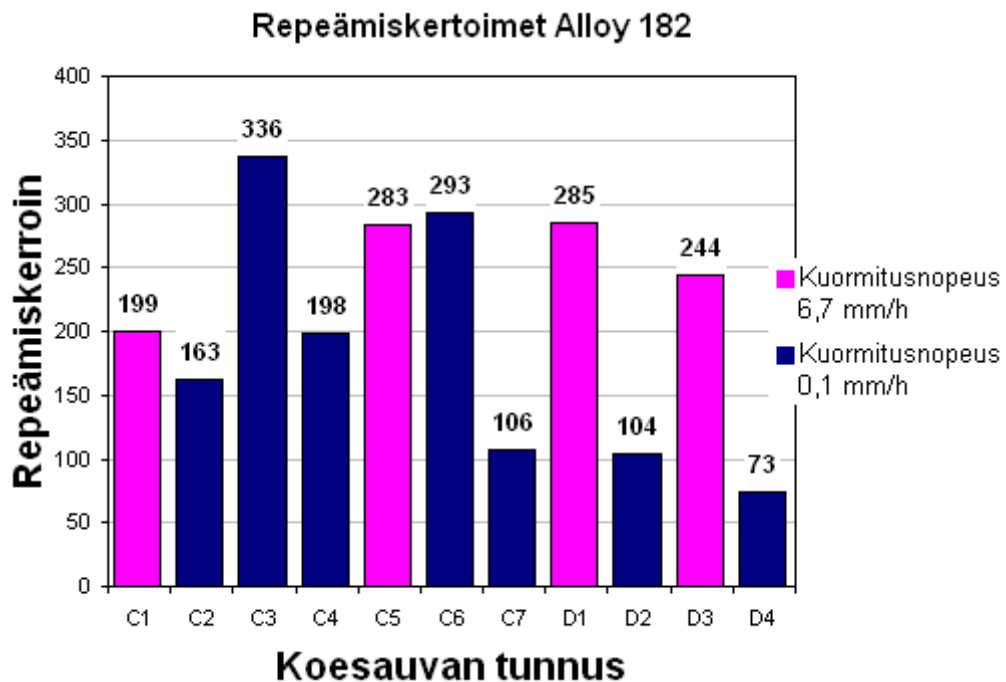


Kuva 84. Hitsiaineen Alloy 182 (NO) murtumisvastuskäyrät ympäristössä 3.

Hitsiaineesta Alloy 182 valmistetuille koemateriaaleille TV ja NO määritettiin repeämiskertoimet seuraavan yhtälön mukaan:

$$T = \frac{E}{\sigma_0^2} \left(\frac{dJ}{da} \right) \quad (16)$$

Tulokset on esitetty kuvassa 85. Muille materiaaleille repeämiskertoimia ei voitu määrittää, sillä niiden murtumisvastuskäyrät eivät saavuttaneet arvoa J_Q . Vertailukelpoisuuden vuoksi kaikki repeämiskertoimet on määritelty samalla särönkasvulla 0,5 mm. Kirjallisuudessa on tyypillisesti käytetty suurempaa särönkasvun arvoa, kuten lähteessä [43] arvoa 1,3 mm. Koelaitteiston asettamien rajoitusten vuoksi särönkasvu jäi tässä työssä useiden koesauvojen tapauksessa alle 1,3 mm:n, joten käytännöllisempää on käyttää arvoa, jota voidaan soveltaa mahdollisimman moneen koetulokseen. Verrattaessa saatuja tuloksia kirjallisuudessa esitettyihin tuloksiin on huomattava, että 1,3 mm:n särönkasvulla lasketut repeämiskertoimen arvot ovat tyypillisesti pienempiä kuin 0,5 mm:n särönkasvulla lasketut, koska murtumisvastuskäyrien jyrkkyys laskee jokseenkin jatkuvasti $J_{IC:n}$ (tässä vastaavasti $J_{Q:n}$) jälkeen.



Kuva 85. Hitsiaineen Alloy 182 (TV ja NO) repeämiskertoimet.

7 Tulosten tarkastelu

7.1 Voima-siirtymäkäyrät

Voima-siirtymäkäyrästä saadaan ilman murtumisvastuskäyrien määrittämistä viitteitä siitä, minkä tyyppisesti materiaali käyttäytyy. Käyrästä voidaan erottaa elastinen ja plastinen osa. Elastisella osalla voima kasvaa lineaarisesti siirtymän funktiona. Käyrä alkaa kaartua, kun materiaali alkaa myötää eli muokkautua plastisesti. Särönkasvun voi todeta käyrän laskuna materiaalin myötäämisen alkamisen jälkeen. Jos materiaalissa tapahtuu ainoastaan särön tylpistymistä, käyrä on kasvava koko matkaltaan.

Kokeellisessa työssä saatujen voima-siirtymäkäyrien perusteella voidaan olettaa, että eniten särönkasvua ilmenee hitsiaineesta Alloy 182 valmistetuissa koesauvoissa, erityisesti materiaalissa NO (kuvat 16 ja 17). Sen sijaan materiaalit Alloy 52 (TU2) ja AISI 304 (SS) käyttäytyvät erittäin sitkeästi (kuvat 8 - 11), eikä niissä tapahdu varsinaista särönkasvua.

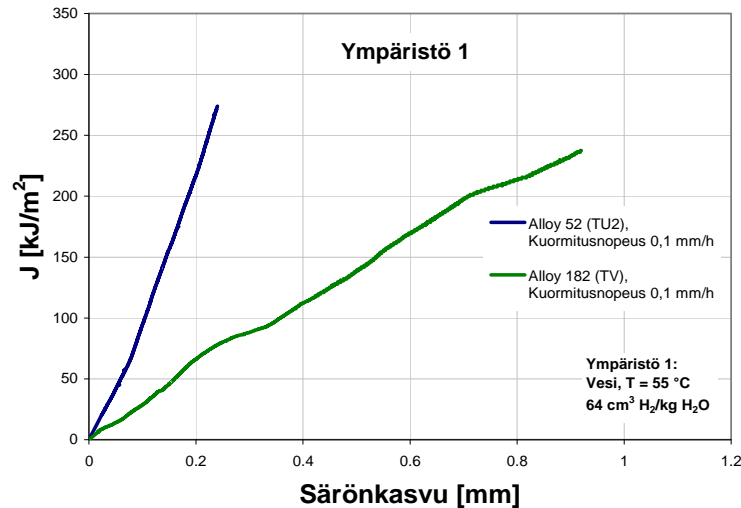
7.2 Murtopinnat

Rinnakkaiskokeista C6 ja C7 sekä C3 ja C4 saatuja toisistaan eroavia tuloksia pyrittiin selvittämään murtopintojen SEM-tarkastelun avulla. Tarkastelu osoitti, että sitkeämmin käyttäytyneissä koesauvoissa (C4 ja C6) ei juurikaan ollut havaittavissa dendriittirajamurtumaa. Sen sijaan koesauvoissa, joiden murtumis-sitkeydet olivat selvästi matalampia kuin niitä vastaavissa ilmakokeissa, oli selkeästi havaittavissa jonkin verran dendriittirajamurtumaa.

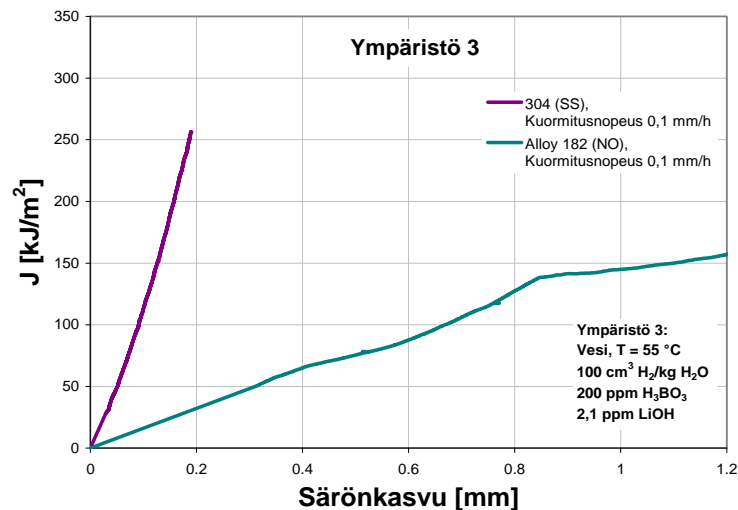
Koesauvan C4 sitkeältä murtopinnalta (kuva 74) sekä koesauvan C7 dendriittimurtuman alueelta (kuva 75) tehtyjä koostumusanalyysyjä (taulukot 5 ja 6) tarkasteltaessa huomataan, että molemmissa tapauksissa merkittävin ero partikkelialueiden ja vähemmän partikkeleja sisältävien alueiden koostumuksien välillä on niobipitoisuudessa. Tämän perusteella näyttäisi siltä, että hienojakoiset partikkelit ovat niobipitoisia dendriittirajoille erkautuneita karbideja ja myös suuremmat liuskamaiset partikkelit ovat niobipitoisia karbideja. Dendriittirajoja pitkin edennyttä murtumaa esittävässä kuvassa 75 esiintyy matriisiin hautautuneena suurempikokoisia partikkeleita, mitkä vaikuttaisivat olevan samaa liuskamaista tyyppiä kuin sitkeää murtumaa esittävässä kuvassa 74 olevat partikkelit.

7.3 Murtumisvastuskäyrät

Murtumisvastuskäyristä voidaan havaita, että käytetyillä koeympäristöillä ja kuormitusnopeuksilla on vaikutusta hitsiaineen Alloy 182 eli materiaalien TV ja NO murtumisvastuskäyttäytymiseen. Materiaalin TV murtumissitkeys J_Q oli alimmillaan ympäristössä 1 laskenut noin kolmasosaan ilmakokeen vastaavasta arvosta. Materiaalin NO murtumissitkeys hitaalla kuormitusnopeudella ympäristössä 3 oli niin ikään noin kolmasosa ilmakokeen vastaavasta arvosta. Sen sijaan materiaalit AISI 304 (SS) ja Alloy 52 (TU2) käyttäytyivät erittäin sitkeästi ja samantapaisesti ympäristöstä tai kuormitusnopeudesta riippumatta. Nikkeliseoksen Alloy 52 (TU2) ero nikkeliseokseen Alloy 182 (TV) koeympäristössä 1 on esitetty kuvassa 86, ja austeniittisen ruostumattoman teräksen AISI 304 (SS) ero nikkeliseokseen Alloy 182 (NO) koeympäristössä 3 on esitetty kuvassa 87.



Kuva 86. Materiaalien Alloy 52 (TU2) ja Alloy 182 (TV) murtumisvastuskäyrät ympäristössä 1.



Kuva 87. Materiaalien AISI 304 (SS) ja Alloy 182 (NO) murtumisvastuskäyrät ympäristössä 3.

Vaikka materiaalin Alloy 182 (TV ja NO) todettiin olevan altis LTCP:lle vetypitoisessa vedessä, murtumissitkeyden lasku ei kuitenkaan suurimmillaankaan ole yhtä suuri kuin esimerkiksi Youngin et al. [43] esittämä murtumissitkeyden lasku ilmakokeen arvosta 180 kJ/m² tämän työn ympäristöä 2 vastaavissa olosuhteissa saatuun arvoon 20 kJ/m². Mills ja Brown [40] ovat saaneet vieläkin alhaisempia murtumissitkeyden arvoja materiaalille Alloy 82.

Materiaalille Alloy 182 (TV) ympäristöissä 1 ja 2 määritellyistä murtumisvastuskäyrästä (kuvat 81 ja 82) nähdään, että kyseisellä materiaalilla on havaittavissa hajontaa rinnakkaiskokeiden kesken niin murtumissitkeyden J_Q arvoissa kuin repeämiskertoimissakin. Osassa kokeista ei ole juurikaan havaittavissa ympäristövaikutteista murtumissitkeyden alenemista, kun taas toisissa murtumissitkeys laskee merkittävästi.

Kirjallisuudessa [39, 41, 42, 44 ja 46] on esitetty materiaalin Alloy 52 murtumisvastuksen laskevan merkittävästi matalan lämpötilan vetypitoisessa vedessä. Tässä työssä materiaalin Alloy 52 (TU2) minkäänasteista LTCP-herkkyyttä ei

pystytty osoittamaan. Toisaalta käytettyjen koeympäristöjen vaikutusta kyseisen materiaalin murtumisvastuskäyttäytymiseen ei voida tehtyjen kokeiden perusteella sulkea pois, koska materiaalille ei saatu käytetyn koelaitteiston rajoitusten vuoksi määritettyä murtumissitkeyttä. Ympäristökokeet osoittivat kuitenkin sen, että materiaalin Alloy 52 (TU2) murtumissitkeys J_Q on matalan lämpötilan vetypitoisessa vedessä selvästi yli 250 kJ/m^2 , mikä on joka tapauksessa varsin korkea murtumissitkeyden arvo. Samanlainen tulos saatiin myös austeniittiselle ruostumattomalle teräkselle AISI 304 (SS).

Mahdollinen selitys sille, että materiaalilla Alloy 52 (TU2) ei havaittu LTCP:a, voi olla materiaalin koostumuksen poikkeavuus nimellisestä koostumuksesta. Kirjallisuudessa tutkitut materiaalit ovat tyypillisesti melko puhdasta hitsiainetta, kun taas tässä työssä tutkittu Alloy 52 (TU2) on hitsiaineen ja perusaineen sekoitus. Tämän voi havaita kuvasta 26, jonka mukaan koesauvan särönkasvualueella (keskellä hitsiä) rautapitoisuus on noin 24 %, kun materiaalin Alloy 52 nimellinen rautapitoisuus on noin 10 %. Korkeampi rautapitoisuus siis saattaa vaikuttaa Alloy 52 seoksen LTCP:n vastustuskykyä parantavasti.

Murtumisvastuskäyrät osoittavat, että kuormitusnopeudella on merkittävä vaikutus materiaalin Alloy 182 murtumisvastuskäyttäytymiseen. Kuormitusnopeudella $6,7 \text{ mm/h}$ ei ollut havaittavissa merkittävää murtumissitkeyden alenemista ympäristöissä, joissa hitaammalla kuormitusnopeudella $0,1 \text{ mm/h}$ saatiin osassa kokeista selkeästi ilmakokeita alhaisempia murtumissitkeyden arvoja. Tämä tulos on samansuuntainen kirjallisuuden kanssa [40, 41].

8 Johtopäätökset

Koemateriaalien LTCP-herkkyyttä tutkittiin J–R-kokeilla. Saatujen koetulosten perusteella voidaan todeta koemateriaalien käyttäytyvän hyvin eri tavoin matalan lämpötilan vetypitoisessa vedessä. LTCP -herkkyyden olemassaolo todettiin materiaaleilla Alloy 182 (TV) ja Alloy 182 (NO). Sen sijaan materiaaleissa Alloy 52 (TU2) ja AISI 304 (SS) ei ole havaittavissa haurastumista kyseisessä ympäristössä. Tässä on tosin huomattava, että materiaalien TU2 ja SS murtumissitkeyksiä J_Q ei voitu määrittää, koska kokeissa aikaansaatu särönkasvu ei ollut materiaalin suuren sitkeyden vuoksi riittävä. J–R-käyristä voidaan päätellä, että kyseiset materiaalit ovat erittäin sitkeitä sekä koeympäristöissä että ilmassa ($J_Q > 250 \text{ kJ/m}^2$), mutta vertailua ilmakokeiden ja ympäristön välillä ei voida tehdä.

Murtopintojen SEM-tarkastelu osoitti murtumissitkeyden ja murtumismekanismin yhteyden. Koesauvoissa, joissa murtumisvastus oli selvästi ilmakokeessa saatua tulosta alhaisempi, oli havaittavissa paikoitellen dendriittirajamurtumaa sitkeästi murtuneiden alueiden lomassa. Dendriittirajamurtopinnalla havaittiin olevan paikoitellen runsaasti pieniä niobipitoisia karbideja sekä matriisiin hautautuneena suurempikokoisia NbC-partikkeleita. Sitkeällä murtopinnalla todettiin olevan runsaasti suurempikokoisia liuskamaisia niobipitoisia karbideja.

Kuormitusnopeudella on merkittävä vaikutus materiaalin Alloy 182 murtumisvastuskäyttäytymiseen vetypitoisessa matalan lämpötilan vedessä. Kuormitusnopeudella $6,7 \text{ mm/h}$ ei ollut havaittavissa merkittävää murtumissitkeyden alenemista ympäristöissä, joissa hitaammalla kuormitusnopeudella $0,1 \text{ mm/h}$ saatiin

osassa kokeista selkeästi ilmakokeita alhaisempia murtumissitkeyden arvoja. Tämä viittaa siihen, että haurastumismekanismi vaatii aikaa, jotta sen vaikutus olisi havaittavissa.

Lähdeviitteet

1. Hertzberg, R.W. Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials. 4. painos. USA: John Wiley & Sons, Inc., 1996. 786 s. ISBN 0-471-01214-9.
2. Aho-Mantila, I. & Hänninen, H. Raerajajännityskorroosiosäröjen kasvu kiehutusvesireaktorien austeniittisissa ruostumattomissa teräsputkistoissa. Espoo: Valtion teknillinen tutkimuskeskus, 1986. VTT Tiedotteita 643. 67 s.
3. Macdonald, D.D. & Cragolino, G.A. Corrosion of Steam Cycle Materials. Teoksessa: Cohen, P. (toim.). The ASME Handbook on Water Technology for Thermal Power Systems. USA: The American Society of Mechanical Engineers, 1989. S. 659 - 1032. ISBN 0-7918-0300-7.
4. Staehle, R.W. Montagne of processes operating during stress corrosion cracking. Corrosion, 23 (1967) 7, s. 202 - 203.
5. Kubo, T., Saito, N., Sakamoto, H., & Tanaka, S. Evaluation of Sensitization of Ni-base Weld Metal by the EPR Method. Teoksessa: Proceedings of the 10th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2001. USA: NACE International, 2002.
6. Amzallag, C., Boursier, J.-M., Pagès, C. & Gimond, C. Stress Corrosion Life Assessment of 182 and 82 Welds Used in PWR Components. Teoksessa: Proceedings of the 10th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2001. USA: NACE International, 2002.
7. Peng, Q., Yamauchi, H. & Shoji, T. Dendrite Boundary Microchemistry in Alloy 182 Weld Metal. Teoksessa: Proceedings of the 11th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2003. USA: ANS, Inc., 2003.
8. Mills, W.J. & Brown, C.M. Stress Corrosion Crack Growth Rates for Alloy 82H Welds in High Temperature Water. Teoksessa: Proceedings of the 11th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2003. USA: ANS, Inc., 2003.
9. Kanzaki, M., Noda, T. & Anadal, H. Behavior and Role of Hydrogen and Oxygen in PWSCC of Alloy 600MA and Alloy 600TT. Teoksessa: Proceedings of the 11th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2003. USA: ANS, Inc., 2003.

10. Raquet, O., Herms, E., Vaillant, F., Couvant, T. & Boursier, J.-M. SCC of Cold-Worked Austenitic Stainless Steels in PWR Conditions. Teoksessa: Proceedings of the 12th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2005. USA: TMS, 2005.
11. Tice, D., Platts, N., Rigby, K., Stairmand, J. & Fairbrother, H. Environmentally Assisted Crack Growth of Cold-Worked Type 304 Stainless Steel in PWR Environments. Teoksessa: Proceedings of the 12th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2005. USA: TMS, 2005.
12. Young, G.A., Wilkening, W.W., Morton, D.S., Richey, E. & N. Lewis. The Mechanism and Modeling of Intergranular Stress Corrosion Cracking of Nickel-Chromium- Iron Alloys Exposed to High Purity Water. Teoksessa: Proceedings of the 12th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2005. USA: TMS, 2005.
13. Norring, K., Konig, M. & Lagerstrom, J. Stress Intensity and Temperature Dependence for Crack Growth Rate in Weld Metal Alloy 182 in Primary PWR Environment. Teoksessa: Proceedings of the 12th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2005. USA: TMS, 2005.
14. Bamford, W.H., Foster, J., Hsu, K.R., Tunon-Sanjur, L. & A. McIlree. Alloy 182 Weld Crack Growth, and its Impact on Service-Induced Cracking in Operating PWR Plant Piping. Teoksessa: Proceedings of the 10th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2001. USA: NACE International, 2002.
15. Hong, S.L., Boursier, J.M., Amzallag, C. & J. Daret Measurements of Stress Corrosion Cracking Growth Rates in Weld Alloy 182 in Primary Water of PWR. Teoksessa: Proceedings of the 10th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2001. USA: NACE International, 2002.
16. Toivonen, A. Stress Corrosion Crack Growth Rate Measurement on High Temperature Water Using Small Pre-cracked Specimens. Espoo: VTT, 2004. VTT Publications 531. 206 s.
17. Mills, W.J., Lebo, M.R. & J.J. Kearns. Hydrogen Embrittlement, Grain Boundary Segregation, and Stress Corrosion Cracking of Alloy X-750 in Low- and High-Temperature Water. Metallurgical and Materials Transactions A, 30 A (1999) 6, s.1579 - 1596.
18. Scott, P.M. An Overview of Internal Oxidation as a Possible Explanation of Intergranular Stress Corrosion Cracking of Alloy 600 in PWRs. Teoksessa: Proceedings of the 9th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 1999. USA: TMS, 1999.

19. Scott, P.M. & Combrade, P. On the Mechanism of Stress Corrosion Crack Initiation and Growth in Alloy 600 Exposed to PWR Primary Water. Teoksessa: Proceedings of the 11th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2003. USA: ANS, Inc., 2003.
20. Was, G.S. & Capell, B.M. Selective Internal Oxidation in Ni-Cr-Fe - Alloys during Exposure in Hydrogenated Steam. Teoksessa: Proceedings of the 13th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2007. Canada: CNS-SNC, 2007.
21. Andresen, P.L., Emigh, P.W., Morra, M.M. & Hickling, J. Effects of PWR Primary Water Chemistry and Deaerated Water on SCC. Teoksessa: Proceedings of the 12th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2005. USA: TMS, 2005.
22. Grove, C.A. & Petzold, L.D. Mechanisms of Stress-Corrosion Cracking of Alloy X-750 in High-Purity Water. *J. Materials for Energy Systems*, 7 (1987) 2, s.147 - 162.
23. Demma, A., McIlree, A. & Herrera, M. Low Temperature Crack Propagation Evaluation in Pressurized Water Reactor Service. Teoksessa: Proceedings of the 12th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2005. USA: TMS, 2005.
24. Ford, F.P. The Crack-Tip System and its Relevance to the Prediction of Cracking on Aqueous Environments. Teoksessa: Proceedings of the First International Conference on Environment-Induced Cracking of Metals. 1988. USA: NACE, 1990.
25. Lindroos, V., Sulonen, M. & Veistinen, M. Uudistettu Miekk-ojan metallioppi. Keuruu: Otava, 1986. 841 s. ISBN 951-666-216-1.
26. Andresen, P.L. & Morra M.M. IGSCC of Non-Sensitized Stainless steels in High Temperature Water. *Journal of Nuclear Materials*, (2007). doi:10.1016/j.jnucmat.2007.09.057. (Article in press, corrected proof).
27. Bandy, R. & Van Rooyen, D. Stress Corrosion Cracking of Inconel Alloy 600 in High Temperature Water - An Update. *Corrosion*, 40 (1984) 8, s. 425 - 430.
28. Arioka, K., Yamada, T., Terachi, T. & Chiba, G. Influence of Carbide Precipitation and Rolling Direction on IGSCC Growth Behaviors of Austenitic Stainless Steels in Hydrogenated High Temperature Water. Teoksessa: Proceedings of the 12th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2005. USA: TMS, 2005.
29. Povich, M.J. & Rao, P. Low temperature sensitization of welded type 304 stainless steel. *Corrosion*, 34 (1978), s. 269 - 275.

30. Gorman, J.A. PWR Steam Generator Tubes. Teoksessa: Shah, V.N. & Macdonald, P.E. (toim.). Aging and Life Extension of Major Light Water Reactor Components. USA: Elsevier Science Publishers B.V., 1993. S. 248 - 306. ISBN 0-444-89448-9.
31. Skeldon, P. & Hurst, P. Environmentally Assisted Cracking of Inconel X750. Teoksessa: Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 1988. USA: The Metallurgical Society, 1988.
32. Arioka, K., Kaneshima, Y., Yamada, T. & Terachi, T. Influence of Boric Acid, Hydrogen Concentration and Grain Boundary Carbide on IGSCC Behaviors of SUS 316 under PWR Primary Water. Teoksessa: Proceedings of the 11th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2003. USA: ANS, Inc., 2003.
33. Scott, P.M. & Combrade, P. Corrosion in Pressurized Water Reactors. Teoksessa: Cramer, S.D & Covino, B.S. Jr. (toim.). ASM Handbook, Volume 13 C, Corrosion: Environments and Industries. USA: ASM International, 2006. S. 362 - 385. ISBN 978-0-87170-709-3.
34. Andresen P.L., Hickling, J., Ahluwalia, K.S. & Wilson, J.A. Effects of PWR Primary Chemistry on PWSCC of Ni Alloys. Teoksessa: Proceedings of the 13th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2007. Canada: CNS-SNC, 2007.
35. Gordon, B.M. The Effect of Chloride and Oxygen on the Stress Corrosion Cracking of Stainless Steels: Review of Literature. Materials Performance, 19 (1980) 4, s. 29 - 38.
36. White, G.A., Hickling, J. & Mathews L.K. Crack Growth Rates for Evaluating PWSCC of Thick-Wall Alloy 600 Material. Teoksessa: Proceedings of the 11th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2003. USA: ANS, Inc., 2003.
37. Alexandreanu, B., Chopra, O.K. & Shack W.J. Crack Growth Rates of Nickel Alloy Welds in a PWR Environment. USA: Argonne National Laboratory, 2006. NUREG/CR-6907. 83 s.
38. Guerre, C., Raquet, O., Herms, E., Le Calvar, M. & Turluer, G. SCC Growth Behavior of Austenitic Stainless Steels in PWR Primary Water Conditions. Teoksessa: Proceedings of the 12th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2005. USA: TMS, 2005.
39. Mills, W.J., Brown, C.M. Fracture Behavior on Nickel-based Alloys in Water. Teoksessa: Proceedings of the 9th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 1999. USA: TMS, 1999.

40. Mills, W.J. & Brown, C.M. Fracture Toughness of Alloy 600 and EN82H Weld in Air and Water. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32A (2001) 5, s. 1161 - 1174.
41. Brown, C.M. & Mills, W.J. Fracture Toughness of Alloy 690 and EN52 Welds in Air and Water. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33A (2002) 6, s. 1725 - 1735.
42. Brown, C.M. & Mills, W.J. Effect of Water on Mechanical Properties and Stress Corrosion Behavior of Alloy 600, Alloy 690, EN82H Welds, and EN52 Welds. *Corrosion*, 55 (1999) 2, s. 173 - 186.
43. Young, B.A., McIlree, A. & King, P.J. Reduction of Toughness Results for Weld Metal 182 in a PWR Primary Water Environment with Varying Dissolved Hydrogen, Lithium Hydroxide and Boric Acid Concentrations. Teoksessa: Proceedings of the 12th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2005. USA: TMS, 2005.
44. McIlree, A., Demma, A., Peng, J. & King, P.J. Effects of Dissolved Hydrogen and Temperature on the Fracture Resistance of Weld Metals 182 and 52 in Simulated PWR Shutdown Environment. Teoksessa: Proceedings of the 13th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2007. Canada: CNS-SNC, 2007.
45. Mills, W.J., Brown, C.M. & Burke, M.G. Effect of Microstructure on Low Temperature Cracking Behavior of EN82H Welds. Teoksessa: Proceedings of the 10th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2001. USA: NACE International, 2002.
46. Brown, C.M. & Mills, W.J. Load Path Effects on the Fracture Toughness of Alloy 82H and 52 Welds in Low Temperature Water. Teoksessa: Proceedings of the 12th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors. 2005. USA: TMS, 2005.
47. Young, G.A., Battige, C.K., Lewis, N., Penik, M.A., Kikel, J., Silvia, A.J. & C.K. McDonald. Factors Affecting the Hydrogen Embrittlement Resistance of Ni-Cr-Mn-Nb Welds. Teoksessa: 6th International Trends in Welding Research Conference Proceedings. 2002. USA: ASM International, 2003.
48. Ehrnstén, Ulla. Interin Report on Super Slow Strain Rate Tests of Austenitic Materials in LWR Environments. VTT tutkimusraportti 00795. 2008.
49. Hänninen, H., Brederholm, A., Saukkonen, T., Gripenberg, H., Toivonen, A., Ehrnstén, U. & Aaltonen, P. Hot Cracking and Environment-assisted Cracking Susceptibility of Dissimilar Metal Welds. Espoo: Valtion teknillinen tutkimuskeskus, 2007. VTT Tiedotteita 2399. 181 s.
50. Julkaisematon, projektista: Performance and Ageing of Dissimilar Metal Joints.

51. Mills, W.J. Fracture Toughness of Type 304 and 316 Stainless Steels and Their Welds. *International Materials Reviews*, 42 (1997) 2, s. 45 - 82.
52. Boursier, J., Valliant, F. & Yrieix, B. A Review of PWSCC Behaviour of Nickel Weld Metals Containing 15 to 30% Chromium. Teoksessa: *Pressure Vessels and Piping Conference*. 2004. USA: ASME/JSME, 2004.
53. Moilanen, Pekka. Pneumaattinen servo-ohjattu materiaalien testauslaitteisto. VTT työraportti AVAL67-021143. 2002.
54. Moilanen, Pekka. Pneumaattinen servo-ohjattu murtumisvastusmittauslaitteisto. Diplomityö. Teknillinen korkeakoulu, Konetekniikan osasto. Espoo, 1995. 87 s.
55. Anderson, T.L. *Fracture Mechanics, Fundamentals and Applications*. 2. painos. USA: CRS Press, 1995. 688 s. ISBN 0-8493-8974-7.

Liite A: Sitkeiden (ductile) materiaalien murtumissitkeyden määrittäminen J–R-kokeen avulla

Tässä työssä austeniittisten materiaalien murtumissitkeyksiä tarkasteltiin J–R-käyrien avulla. Austeniittiset materiaalit ovat tyypillisesti sitkeitä (ductile), eli ne muokkautuvat plastisesti ennen murtumaansa. Tämän vuoksi austeniittisten materiaalien murtumissitkeyksistä ei saada totuudenmukaista kuvaa lineaaris-elastisen murtumismekaniikan avulla.

Säröä ajavaksi voimaksi G kutsutaan ulkoista kuormitusta, joka pyrkii kasvattamaan säröä. Lineaariselastisessa murtumismekaniikassa G on määritelty potentiaalienergian muutoksena särön pinta-alaa kohden. Särö kasvaa, kun tämä kuormitus ylittää materiaalin kyvyn vastustaa särön etenemistä. Tätä vastustuskykyä kutsutaan materiaalin murtumisvastukseksi eli murtumissitkeydeksi. Murtumissitkeyttä voidaan kuvata mm. kriittisellä säröä ajavalla voimalla G_C , jännitysintensiteettitekijällä K_I , J-integraalilla tai särönkärjen avaumalla (Crack tip opening displacement, CTOD) [55].

Materiaalin murtumiskäyttäytymistä voidaan tutkia lineaaris-elastisen murtumismekaniikan keinoin, kun plastinen muodonmuutos on vähäistä [55]. Lineaariselastisessa tapauksessa materiaaliin varastoitunut elastinen kimmoenergia on palautuvaa, eli kappale palautuu kuormituksen loputtua alkuperäiseen muotoonsa. Kun särön kärjen läheisyydessä oleva plastisen muodonmuutoksen vyöhyke kasvaa, jännitysintensiteettitekijä K_I ei enää pysty kuvaamaan särönkärjen jännityskenttää. Tämän vuoksi sitkeiden materiaalien murtumissitkeyksien määrittelyyn on otettava avuksi muita keinoja.

J-integraali

Elastis-plastinen murtumismekaniikka soveltuu myös materiaaleille, joilla tapahtuu merkittävää plastista deformaatiota. Yleisimmät murtumissitkeyttä kuvaavat parametrit ovat J-integraali ja särönkärjen avauma CTOD. Näillä parametreilla kuvataan särön kärjen tilaa elastis-plastisissa materiaaleissa. Niiden käyttö soveltuu hyvin erikokoisille koekappaleille, koska saadut tulokset ovat yleensä melko riippumattomia testattavan kappaleen koosta [55]

J-integraali on energiaan perustuva murtumissitkeyttä kuvaava parametri, joka kuvaa särön kasvattamiseen tarvittavaa työtä. Sitä voidaan käyttää sekä hauralle että sitkeälle murtumalle, koska sillä pystytään ottamaan huomioon materiaalissa tapahtuva plastinen muodonmuutos. J-integraali useille koekappalegeometrioille voidaan määrittää yhtälöstä [55]:

$$J = \frac{\eta U_C}{Bb}, \quad (17)$$

missä η on vakio, joka määräytyy koekappaleen geometriasta, U_C on kappaleeseen venymän vaikutuksesta varastoitunut energia, B on koesauvan paksuus ja b on murtumattoman ligamentin pituus. Yhtälö (1) esittää J-integraalin energiana, joka on varastoitunut kappaleen murtumattomaan ligamenttiin, kerrottuna geometrisella kertoimella η . J voidaan jakaa elastiseen ja plastiseen komponenttiin, ja J on

kokonaisuudessaan näiden kahden osan summa, eli $J = J_{el} + J_{pl}$. Elastinen komponentti on johdettu elastisesta jännitysintensiteetistä, ja se on [55]:

$$J_{el} = \frac{K^2(1-\nu^2)}{E}, \quad (18)$$

missä K on jännitysintensiteettitekijä, ν on Poisson vakio ja E on materiaalin kimmokerroin. Yhtälö (2) esittää K :n ja J -integraalin yhteyden elastisessa tapauksessa. Plastinen osa on [55]:

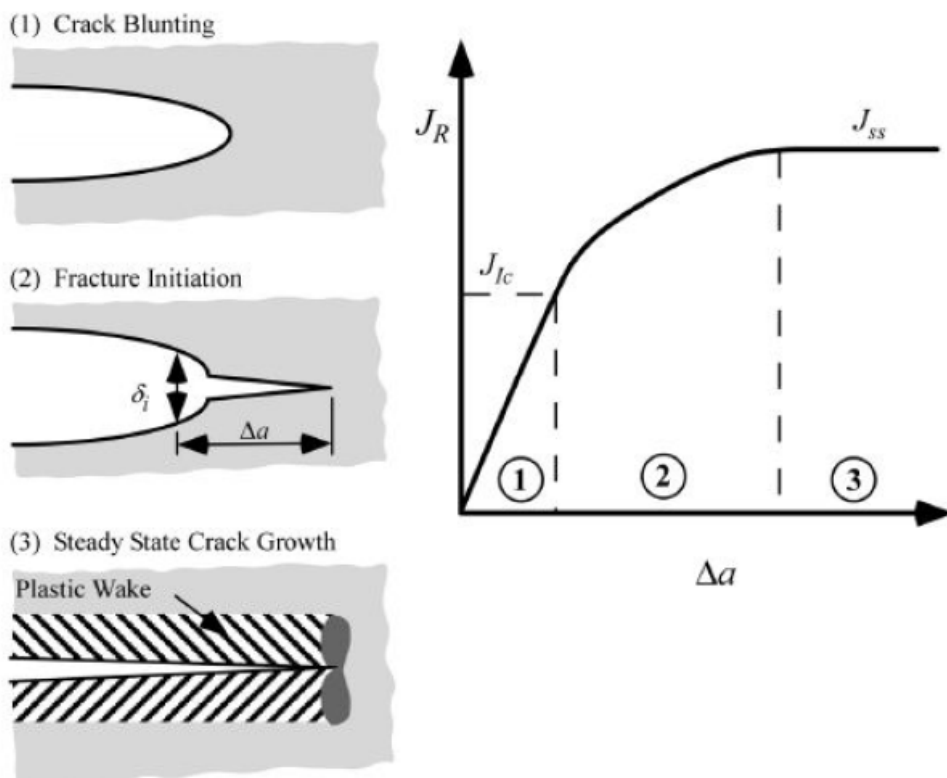
$$J_{pl} = \frac{\eta A_{pl}}{B_n b_0}, \quad (19)$$

missä A_{pl} on voima-siirtymä -käyrän alle jäävä pinta-ala, joka vastaa kappaleeseen kokeen aikana sitoutunutta plastista energiaa, B_n on koekappaleen nettopaksuus ja b_0 on alkuperäisen ligamentin pituus.

J–R-käyrä murtumisestkeyden mittaajana

J–R-käyrä eli murtumisvastuskäyrä kuvaa materiaalin kykyä vastustaa särönkasvua. Käyrä esittää J -integraalin arvon särönkasvun Δa funktiona. Käyrän muodosta voidaan siis päätellä, minkälainen on materiaalin kyky vastustaa särönkasvua. Sitkeillä materiaaleilla J–R-käyrä on nouseva, jolloin J ja CTOD kasvavat särön kasvaessa.

J–R-käyrä voidaan jakaa kolmeen osaan särönkasvun vaiheiden perusteella. Kuva 88 esittää skemaattisesti nämä särönkasvun vaiheet.



Kuva 88. Sitkeän särönkasvun vaiheiden yhteys murtumisvastuskäyrään [55].

Kun sitkeässä materiaalissa olevaan alkusäröön kohdistuu ulkoinen kuormitus, se muokkautuu plastisesti ennen kuin se alkaa varsinaisesti kasvaa. Tätä J–R-käyrästä havaittavaa ensimmäistä vaihetta kutsutaan särönkärjen tylpistymisvaiheeksi (kuvassa vaihe 1). Tylpistymisen aikanakin särö oikeastaan kasvaa hieman, mutta sen vaikutus ei ole merkittävä verrattuna särön ydintymisen jälkeisiin särönkasvun vaiheisiin. Tylpistymisvaiheessa J-integraalin arvo nousee voimakkaasti.

Toinen vaihe (kuvan vaihe 2) alkaa pisteessä J_{IC} , jota kutsutaan stabiilisti etenevän murtuman liikkeelleläähtöä luonnehtivaksi J-integraalin arvoksi, tai usein yksinkertaisemmin materiaalin murtumissitkeydeksi. Tässä kohdassa tylpistyminen loppuu ja särö ydintyy ja alkaa kasvaa. Sitkeille (ductile) materiaaleille on tyypillistä, että särö kasvaa ainakin alkuvaiheessa stabiilisti. Tällä tarkoitetaan sitä, että särön kasvattamiseksi on koko ajan tehtävä lisää työtä. Tämän aiheuttaa särön kärjen edellä tapahtuva muokkauslujittuminen. Kun plastinen muodonmuutos on vähäistä, J–R-käyrä riippuu ainoastaan särön etenemisestä, mikä osoittaa J–R-käyrän olevan materiaaliominaisuus [55].

J–R-käyrän perusteella voidaan todeta, että sitkeillä (engl. ductile) materiaaleilla, joilla murtovenymä on huomattava, murtumissitkeys (fracture toughness) ei ole vakio tietyissä olosuhteissa vaan se kasvaa plastisen muokkautumisen myötä. Materiaalin sitkeys (toughness) on sitä suurempi, mitä suurempi J-integraalin arvo materiaalilla on. Kun materiaali muokkauslujittuu, särön etenemiseen tarvitaan enemmän energiaa. Tämän vuoksi materiaalien sitkeyksiä (toughness) vertailtaessa on järkevää käyttää J-integraalin arvoa J_{IC} , jolla särö ydintyy. Todellisen käsityksen materiaalin murtumissitkeyden käyttäytymisestä saa kuitenkin vain tarkastelemalla koko murtumisvastuskäyrää. Murtumissitkeyttä kuvaamaan voidaan ottaa joissain tapauksissa J_{IC} :n lisäksi myös J–R-käyrän stabiilin särönkasvun osan kulmakerroin T , jota kutsutaan repeämiskertoimeksi. Repeämiskertoimen määrittelmä on esitetty yhtälössä 16. Repeämiskerroin ei ole yksikäsitteinen materiaaliominaisuus, koska murtumisvastus ei aina kasva lineaarisesti särönkasvun funktiona.

Sitkeän särönkasvun kolmas vaihe (kuvassa vaihe 3) on ns. steady state -vaihe, jolloin plastinen vyöhyke särön kärjen läheisyydessä on kooltaan vakio. Särön jälkeen jää plastisesti muokkautunut alue, joka kulkee läpi materiaalin. Tässä vaiheessa J-integraalin arvo pysyy vakiona. Tätä J–R-käyrän kolmatta vaihetta ei kuitenkaan yleensä havaita sitkeillä materiaaleilla laboratorio-olosuhteissa, koska särö yleensä saavuttaa koekappaleen reunan ollessaan vielä stabiilin särönkasvun vaiheessa [55].

Murtumisvastuskäyrä voidaan muodostaa materiaalille kokeellisesti käyttämällä joko yhtä tai useita koekappaleita. Koekappaleisiin voidaan tehdä sivu-urat, joilla varmistetaan särön kasvu haluttuun suuntaan ja etenemisrintaman pysyminen tasaisena. [55].