

Positiv materialidentifikasjon (PMI)

Helt fra offshorevirksomheten startet har man hatt behov for å sikkerstille at rett materiale benyttes på rett plass. Forveksling av materialer kan få katastrofale følger og kan medføre både fare for menneskeliv og store ekstrakostnader. En uforutsett stans i oljeproduksjonen kan komme opp i svimlende summer. Forveksling av materialer har da også skjedd og derfor har man innført krav til positiv materialidentifikasjon (PMI) både i produksjonsfasen og vedlikeholdsfasen.

Nedenfor er beskrevet de to mest brukte teknikkene i forbindelse med positiv materialidentifikasjon.

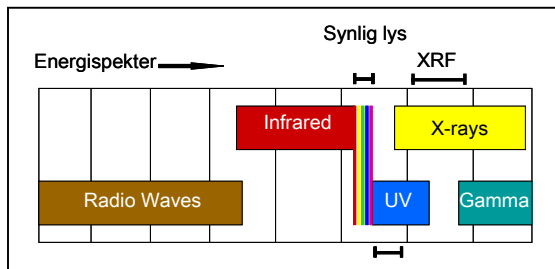


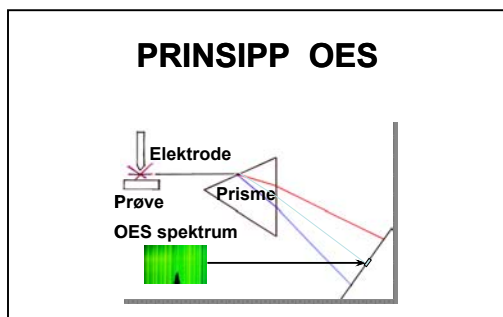
Fig.1 Forskjellige energiområder

De fleste analyseteknikker handler om å frigjøre energi fra materialet som skal analyseres. For eksempel ved å brenne et materiale, så vil hvert grunnstoff avgi en karakteristisk farge (eller bølgelengde). Slik kan man ta i bruk forskjellige eksitasjonsteknikker og frigjøre energi ved hjelp av radiobølger, oppvarming, laser, røntgen- og gammastråler etc. Figur 1 viser forskjellige energiområder som benyttes.

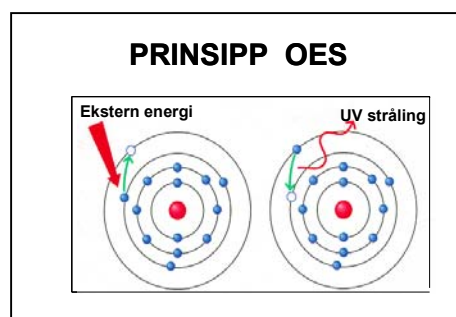
Optisk emisjonspektrometri (OES)

Ved å slå en gnist mellom en elektrode og prøven som skal analyseres, så produseres tilsynelatende hvitt lys. Dette lyset sendes så videre, gjerne via fiberoptikk, eller direkte, til et spektrometer. På figur 2 nedenfor har vi visualisert dette ved å sende lyset til ett prisme. Her vil det blå lyset brytes mer enn det røde og slik produseres et fargespekter som er karakteristisk for de komponentene materialet inneholder. Ved å analysere spekteret så kan man bestemme hvilke grunnstoffer som er tilstede i prøven. Denne teknikken forutsetter at prøven er elektrisk ledende og gir best resultat hvis prøveoverflaten prepareres (slipes).

Figur 3 viser at ved å tilføre energi i form av forbrenning så vil et elektron hoppe fra ett skall innenfor og ut. I det elektronet returnerer til sitt opprinnelige skall, frigis energi i form av lys som er karakteristisk for grunnstoffene i prøven.



Figur 2



Figur 3

Feltinstrumenter, som er basert på teknikken OES, egner seg til å analysere de fleste metallegeringer. Jern og stål legeringer, nikkel-, aluminium-, kobber-, sink-, titan- og koboltlegeringer etc. Typiske elementer som bestemmes med OES er:

Be (beryllium) B (bor), C (karbon), Mg (magnesium) Al (aluminium), Si (silisium), P (fosfor), S (svovel), Ca (kalsium) Ti (titan), V (Vanadium), Cr (krom), Mn (mangan), Fe (jern) Co (kobolt), Ni (nikkel), Cu (kobber), Zn (sink) Zr (zirkon), Nb (niob), Mo (molybden), Pd (palladium), Cd (kadmium), Sn (tinn), W (wolfram) Pb (bly) mfl.

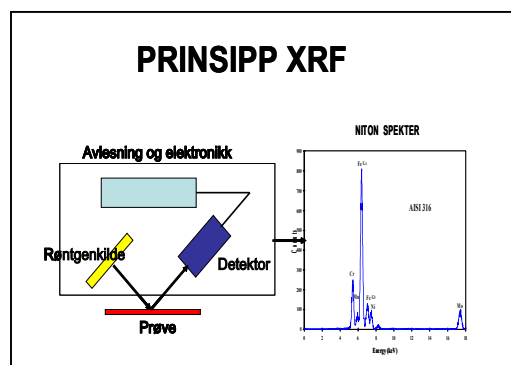
Fordelen med teknikken er at man kan analysere de fleste metallegeringer, lette og tunge elementer, lave og høye konsentrasjoner

Ulempene med teknikken er at instrumentene er relativt store og tunge, (10-25 kg) krever argongass og prøven må slipes. Dessuten avsetter man et brennmerke på materialet som analyseres. Det finnes også mindre OES instrumenter (2,5kg) som ikke benytter argongass, men disse er mer å regne som grovsorteringsinstrumenter og klarer ikke C (karbon), S (svovel) og P (fosfor).

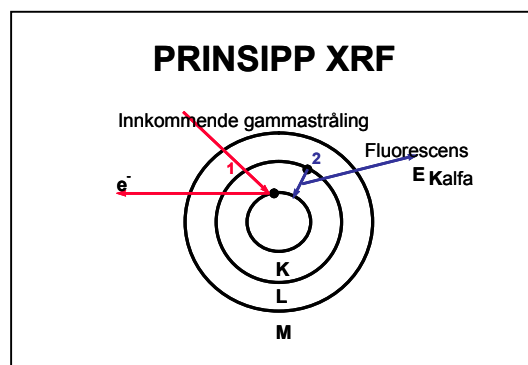
EDXRF (Energidispersiv røntgenfluorescens)

Røntgen- eller gammastråler skytes mot prøven som skal analyseres. (fig.4) Det frigjøres energier som er karakteristisk for grunnstoffene i prøven. Disse fluorescerende røntgenstrålene tas i mot av detektoren og en multikanalanalysator skaper dette om til et energidispersivt spekter. Ved å analysere spekteret så kan man bestemme hvilke grunnstoffer som er tilstede i prøven. Denne teknikken kan benyttes både på ledende og ikke ledende materialer og benyttes også til en rekke applikasjoner utenom metallanalyse.

Figur 5 viser at innkommende gammastråler sparker et elektron ut fra det innerste skallet og det oppstår en ledig plass Et elektron fra skallet utenfor forsøker å utligne dette ved å hoppe inn og fylle tomrommet. Det oppstår røntgenfluorescens stråler



Figur 4



Figur 5

Moderne feltinstrumenter i dag har enten en "evigvarende" isotop eller et røntgenrør som energikilde og egner seg til å analysere svært mange metallegeringer som legerte stallegeringer, nikkellegeringer, en del aluminiumslegeringer, de fleste kobber- sink og blylegeringer, en del titanlegeringer, koboltlegeringer etc. Typiske elementer som bestemmes med EDXRF i forbindelse med metallanalyse er:

Ti (titan), V (Vanadium), Cr (krom), Mn (mangan), Fe (jern) Co (kobolt), Ni (nikkel), Cu (kobber), Zn (sink) Se (selen), Zr (zirkon), Nb (niob), Mo (molybden), Pd (palladium), Ag (sølv), Sn (tinn), Sb (antimon), W (wolfram) Pb (bly) Bi (vismut) mfl.

Fordelen med teknikken er at instrumentene er små og lette (1-2 kg), enkle å bruke, og metoden er ikke destruktiv. De egner seg svært godt til høylegerte materialer og det kreves beskjeden preparering av prøven (overflaten tørkes men maling må fjernes). De kan også analysere små detaljer, sveisetråd, fresespon etc.

Ulempene med teknikken er at den egner seg dårligere til lave konsentrasjoner (< 0,1 %) og har problemer med å bestemme lette elementene [C (karbon), Mg (magnesium) Al (aluminium), Si (silisium), P (fosfor), S (svovel)] Det medfører derfor noen begrensninger når det gjelder en del titan-, aluminium- og kobberlegeringer.

NYHET!

Årsaken til at EDXRF teknikken egner seg dårlig til de lette elementene er at energien, som frigis i det lavere energispekteret, stoppes i luft og ikke når fram til detektoren. Det lanseres i disse dager et instrument som kan tilkoples Helium for å spyle området omkring detektor, røntgenkilde og prøve. Det settes da større krav til prøveprepareringen men med denne opsjonen så vil man kunne bestemme også Mg (magnesium) Al (aluminium) og Si (silisium) og dermed utføre en betydelig bedre identifikasjon av titan-, aluminium- og kobberlegeringer.

EDXRF teknikken er mest brukt i Norge

Mer enn 95 % av alle PMI instrumenter i Norge baserer seg på røntgenfluorescens. Innenfor offshoreindustrien benytter man stort sett "edle" materialer som inneholder høye konsentrasjoner av de innlegerte grunnstoffer. Tabell 1 nedenfor viser et utdrag av mye brukte materialer listet i NORSOK Standard M-001 og man ser at majoriteten av elementene er typiske EDXRF elementer. Alle disse materialene lar seg derfor skille med EDXRF.

Men om man for eksempel ønsket å skille 316 fra en L kvalitet av 316 (noen hundredeler forskjell i C) vil det ikke vært mulig med EDXRF. OES teknikken vil klare dette, men man må ta spesielle forholdsregler, utføre nøye prøvepreparering og være en erfaren operatør.

Om man for eksempel ønsket å skille Ti grade 2 fra Ti grade 4 (tillater 0,2 % mer Fe) ville det bare for noen få år siden vært umulig med EDXRF. Med dagens instrumenter lar dette seg gjøre, men også her må man ta spesielle forholdsregler, preparere prøven og ha erfaring.

Det finnes ingen feltteknikker i dag for å bestemme gassene H (hydrogen), N (nitrogen) og O (oksygen)

Type	% C	% Cr	% Ni	% Mo	% Fe	andre
310		25	20		rest	
316	< 0,035	17	12	2,5	rest	
6Mo		20	18	6	rest	N = 0,2
904		21	25	4,5	rest	Cu = 1,5
Superaustenite		24	17	4 to 5	rest	Mn = 6
22Cr Duplex		22	5,5	3	rest	
25Cr S-Duplex		25	5,5	3,5	rest	
Inco 625		22	rest	9		Nb = 4
Ti grade 2	< 0,10				< 0,30	N max. 0,03 O max. 0,25 Ti rest

Tabell 1 Utdrag fra NORSOK Standard M-001

Uansett metode så vil det være knyttet usikkerhetsfaktorer til en kjemisk analyse utført i felt. Et laboratorium investerer millioner av kroner både i analyse- og prøveprepareringsutrustning. Det er derfor forståelig at et bærbart instrument vanskelig kan overprøve en analyse utført på lab. Det er da heller ikke meningen med PMI. Man er ute etter å positivt identifisere at materialet har tilhørighet til sertifikatet. Det er derfor viktig å kjenne til instrumentenes begrensninger og at kravene som stilles ikke overgår disse.

Det finnes ingen sertifiseringsordning i Norge av PMI operatører. Man er i første rekke prisgitt kompetansen og opplæringen man får fra leverandøren av utstyret, samt den erfaring man selv får i bruk over tid. Selv om utstyret etter hvert er svært enkelt i bruk er det likevel en del fallgruver å gå i. Det har derfor dukket opp en del spørsmål i forbindelse med utførelse av PMI.

- Er det behov for å øke kompetansen på PMI operatørene?
- Hvordan skal i så fall dette gjennomføres?
- Bør man innføre en sertifiseringsordning?
- Skal oljeselskapene sette større krav?

Jeg har ikke forsøkt å svare på disse spørsmålene, men kanskje kan man få i gang en konstruktiv debatt som kan belyse situasjonen. Kanskje er det bra nok som det er i dag.

Arne K. Bjerklund, Holger Teknologi AS
a.k.bjerklund@holger.no