

TNO-rapport

MI-96-00428/SCE/SCE
SO 96-33

TNO Metaalinstituut

Laan van Westenenk 501
Postbus 541
7300 AM Apeldoorn

Telefoon 055 5493 493
Fax 055 5419 837

Opdrachtgever

Alle rechten voorbehouden.
Niets uit deze uitgave mag worden
vermenigvuldigd en/of openbaar gemaakt
door middel van druk, fotokopie, microfilm
of op welke andere wijze dan ook, zonder
voorafgaande toestemming van TNO.

Indien dit rapport in opdracht werd
uitgebracht, wordt voor de rechten en
verplichtingen van opdrachtgever en
opdrachtnemer verwezen naar de
'Algemene Voorwaarden voor Onderzoeks-
opdrachten aan TNO', dan wel de
betreffende terzake tussen partijen
gesloten overeenkomst.
Het ter inzage geven van het TNO-rapport
aan direct belanghebbenden is toegestaan.

© TNO

SCHADE-ONDERZOEK EN SCHADEPREVENTIE

Deelproject 2F: Replicatetechnieken voor bewerkte
en onbewerkte oppervlakken

Datum
7 maart 1996

Auteur(s)
ing. E.W. Schuring (TNO-MI)
m.m.v.:
ir. W.H.M. Welman (FDO-Mastec)
H. van Stiphout (MTS-Matcon)
ir. L.H. Brantsma (Schielab V.O.F.)

PMP
Postbus 541
7300 AM Apeldoorn

Opdrachtnummer: 01550171
Uw referentienummer: --
Oplaat: 25



SAMENVATTING

Dit rapport beschrijft de resultaten van het onderzoek uitgevoerd binnen deelproject 2, taak 2F "Replica-technieken voor bewerkte en onbewerkte oppervlakken" van het project 'SCHADE-ANALYSE EN SCHADEPREVENTIE, Technieken voor schadeonderzoek "in het veld"'.

Uit een inventarisatie van replicamateriaal die in gebruik zijn bij de deelnemers aan het project, komen een zestiental replicamaterialen naar voren. Deze zijn onder te verdelen in een groep:

- replicafolies (5 soorten), geschikt voor structuur-replica's in alle posities
- epoxy's (3 soorten, gietbaar), geschikt voor niet te ruwe breukvlakken, slijtage en geometriën tot maximaal verticale vlakken.
- siliconenrubbers (8 soorten, kneedbaar en/of gietbaar), geschikt voor ruwe oppervlakken en enkele in alle posities

De replicamaterialen zijn toegepast op een aantal geprepareerde oppervlakken voor structuuronderzoek en een aantal breukvlakken/slijtageschaden in metalen en kunststoffen (PE).

De resultaten van het replicaonderzoek zijn samengevat in een tabel.

Van de replicafolies is een drietal nader onderzocht, waarbij is vastgesteld dat een tweetal folies, triafol en cellulose-acetaat, de beste resultaten geven bij het maken van structuur-replica's. Deze folies zijn tevens geschikt voor het maken van replica's van niet te ruwe oppervlakken, zoals bijvoorbeeld vermoeiingsbreuken, slijtage en breuken in kunststoffen. De breuken in kunststoffen mogen niet te teer zijn, omdat het breukvlak anders bij het afnemen van de replica zal beschadigen.

Van de epoxy's is één type nader onderzocht (Technovit-3040). Hoewel deze epoxy als er geen lossingsmiddel wordt gebruikt moeilijk van een oppervlak is te verwijderen, is hij geschikt voor het maken van replica's van niet te ruwe breukvlakken en slijtageschade op metalen. Details vanaf 5-10µm worden dan goed overgenomen. Bij het gebruik van een lossingsmiddel kunnen replica's van ruwere oppervlakken worden gemaakt. Er worden dan minder details overgenomen en de replica is alleen geschikt voor een macroscopisch onderzoek. Technovit-3040 is niet geschikt voor gebruik op kunststoffen van PE.

Van de siliconenrubbers is een drietal (twee gietbare en één kneedbare) nader onderzocht. Van de gietbare siliconenrubbers blijkt er één (PS56) details vanaf ca 5 µm over te kunnen nemen van breukvlakken in metalen. Nadeel van het gebruik van deze siliconenrubber is de vrij lange verwerkingstijd (8-24uur) en de beperking aan de posities waarin het siliconenrubber kan worden gebruikt, tot verticale vlakken. Het gebruik van siliconenrubber op breuken in kunststoffen is niet onderzocht.

De kneedbare siliconenrubber (formasil II) blijkt replica's te leveren die geschikt zijn voor macroscopisch onderzoek. Dit siliconenrubber is in elke positie toe te passen.

Een tweede onderwerp van taak 2F is een vergelijkend onderzoek tussen elektrolytisch en mechanisch gepolijste oppervlakken. Uit dit onderzoek is naar voren gekomen dat, afgezien van het uitpolijsten van insluitsels zoals sulfiden, mechanisch en elektrolytisch gepolijste oppervlakken vergelijkbare resultaten geven. Voorwaarde daarbij is uiteraard dat het prepareren op de juiste wijze wordt uitgevoerd.

Inhoud	pagina
SAMENVATTING	i
1 INLEIDING	1
2 DOELSTELLING	2
3 UITVOERING	3
3.1 Fase 1: Inventarisatie	3
3.2 Fase 2: Literatuurstudie	4
3.3 Fase 3: Praktijkonderzoek	4
4 RESULTATEN	6
4.1 Fase 1: Inventarisatie	6
4.2 Fase 2: Literatuurstudie	7
4.3 Fase 3: Praktijkonderzoek	8
4.3.1 Metalen, <i>Replica's van bewerkte oppervlakken (structuurreplica's)</i>	8
4.3.2 Metalen, <i>Replica's van onbewerkte oppervlakken (breukvlakken)</i>	10
4.3.2.1 Epoxy; Gietbare harsen	11
4.3.2.2 Siliconenrubbers	12
4.3.2.3 Replica-folies	14
4.3.3 Kunststoffen <i>Replica's van onbewerkte oppervlakken (breukvlakken)</i>	14
4.3.3.1 Verricht onderzoek	14
4.3.3.2 Resultaten en discussie	15
4.4 Mechanisch vs elektrolytisch polijsten	18
4.4.1 Uitgevoerd onderzoek	19
4.4.2 Resultaten	20
4.4.3 Discussie.	21
5 CONCLUSIES	23

TABEL I en II

FIGUREN

1 INLEIDING

Het project 'SCHADE-ANALYSE EN SCHADEPREVENTIE, Technieken voor schadeonderzoek "in het veld"', is in Nationaal verband medio januari 1995 gestart. De doelstelling van het project is te komen tot een belangrijke beperking van de economische gevolgen van schade, door een betere en snellere onderbouwing van reparatiebeslissingen. Dit wordt bereikt door kennisopbouw en kennisverspreiding op het gebied van technieken voor schade-onderzoek voor gebruik in het veld, zowel voor conventionele constructiematerialen als voor moderne, zoals composieten. Het beoogde resultaat bestaat uit praktijkaanbevelingen voor de gebruikers van installaties voor consolidatie van het schadebeeld en het beperken van gevolgschade. Verder worden praktijkaanbevelingen en werkprocedures opgesteld voor de uitvoering van het schade-onderzoek en het gebruik van apparatuur en het uitnemen van monsters.

Om deze doelstellingen te bereiken zijn een 5-tal deelprojecten gedefinieerd, t.w.:

- 1- Beoordelen en consolideren van de toestand na schade
 - 2- Diagnose en beslissen over te gebruiken methoden en middelen
 - 3- Evaluatie van de resultaten tegen de doelstellingen
 - 4- Bepalen wanneer en hoe het onderzoek in het laboratorium moet worden voortgezet
 - 5- Nagaan van de waarde van computerhulpmiddelen in het stellen van de diagnose
- Binnen elk deelproject zijn een aantal taken vastgesteld en verdeeld over de verschillende deelnemers.

Dit rapport beschrijft de resultaten van een taak in deelproject-2. Deelproject-2 is onderverdeeld in de volgende taken:

- A- Bepalen van de randvoorwaarden
- B- Vaststellen van de middelen voor registratie van schadebeelden op lokatie
- C- Herkennen en klasseren van schadebeelden
- D- Prepareren van oppervlakken voor onderzoek
- E- Evaluatie van draagbare hardheidsmeters
- F- Replica-technieken voor bewerkte en onbewerkte oppervlakken
- G- Identificatie van risico's
- H- Eindrapportage

Dit rapport beschrijft de resultaten van taak-F: "*Replica-technieken voor bewerkte en onbewerkte oppervlakken*" in de vorm van een beschrijving van het gebruik van replicamaterialen op kunststoffen en metalen, zowel op onbewerkte oppervlakken (b.v. breukvlakken) als op geprepareerde oppervlakken (b.v. voor structuuronderzoek).

2 DOELSTELLING

De doelstelling van dit deelproject is te komen tot een overzicht van beschikbare replicamaterialen en -technieken die de schadeonderzoeker in het veld kan toepassen op de verschillende materialen.

Daarbij is het doel te komen tot een zo compleet mogelijk overzicht:

- wat betreft de beschikbare technieken
- en indien mogelijk per techniek en materiaal(soort) een geschikt replicamateriaal.

Verder wordt een vergelijking gemaakt tussen mechanisch en elektrolytisch polijsten, met als doel vast te stellen of door verschillen in bewerking verschillen in interpretatie ontstaan.

3 UITVOERING

Dit deelproject is in drie fasen opgezet:

- 1: inventarisatie van bekende en bij de deelnemers gebruikte replicamaterialen
- 2: literatuurstudie ten bate van het invullen van leemten in de kennis over de replicamaterialen
- 3: praktijkonderzoek met een aantal replicamaterialen op breukvlakken en gepolijste oppervlakken van kunststoffen en metalen

Eindresultaat van dit deelproject is een overzicht van replicamaterialen en technieken met hun beperkingen en mogelijkheden. Niet alle bij pt. 1 en 2 gevonden replicamaterialen kunnen bij het praktijkonderzoek onderzocht worden. Getracht wordt echter om per toepassingsgebied en materiaalsoort minstens één replicamateriaal te onderzoeken. De onder pt 1 en 2 gevonden replicamaterialen zijn grofweg in twee groepen te verdelen, t.w. replicamaterialen geschikt voor:

- 1- structuurreplica's (doorgaans foliën)
- 2- schadeonderzoek (doorgaans gietbare en/of kneedbare materialen) aan:
 - A: breukvlakken
 - B: oppervlakte schaden zoals slijtage

Per onderzocht replicamateriaal worden de volgende aspecten bekeken:

- geschiktheid voor gebruik op kunststoffen en op metalen. Met name voor replicamaterialen die gebruikt worden op kunststoffen geldt dat ze geen (chemische) reactie aan mogen gaan met de kunststof. In het geval van metalen is dit gevaar minder aanwezig.
- overname van de details
- gebruiksgemak

3.1 Fase 1: Inventarisatie

In de inventarisatiefase wordt vastgelegd met welke replicamaterialen de deelnemers aan het project ervaring hebben en wat deze ervaring inhoudt. Tevens wordt gebruik gemaakt van ervaring van leden van de contactgroep fractografie.

Het resultaat van de inventarisatie is een overzicht van bekende replicamaterialen met daarin witte vlekken voor wat betreft de toepassingsmogelijkheden c.q. -beperkingen.

3.2 Fase 2: Literatuurstudie

Middels de literatuurstudie wordt getracht een aantal witte plekken in het overzicht uit fase 1 in te vullen.

De literatuurstudie is uitgevoerd aan de hand van:

- 1- een literatuuronderzoek in een computer-databank
- 2- literatuur van deelnemers van deelproject 2

ad. 1

Voor het literatuuronderzoek zijn de volgende zoektermen gebruikt:

- REPLICA?(S)MICROSTRUCTURES?
- "FRACTURE"/DE (JANUARY 1969)
- "MICROSCOPIC EXAMINATION"/DE
- "MICROSTRUCTURAL EFFECTS"/DE
- "MICROSTRUCTURES"/DE
- "REPLICA TECHNIQUES"/DE (January 1973)
- "REPLICAS"/DE (January 1977)
- "REPLICATING/DE
- "SURFACE STRUCTURE"/DE (January 1969)

3.3 Fase 3: Praktijkonderzoek

Met een aantal replicamaterialen zullen experimenten (gedeeltelijk uit bestaand onderzoek van de deelnemers) worden gedaan op verschillende materialen (zowel metalen als kunststoffen) en condities, t.w.:

- bewerkte oppervlakken (alleen van metalen);
 - structuuronderzoek met replica's uit deelproject 2D,
- onbewerkte oppervlakken;
 - breukvlakken
 - slijtageoppervlakken

De praktijkproeven zijn uitgevoerd op:

Metalen:

- Geweldbreuk in een aluminium G-AlSi7Mg onderdeel
- Vermoeiingsbreuk in verenstaal
- Waterstofbreuk in C-staal
- Lasverbinding (waterstofbreuk), welke te lang in het DIP reinigingsmiddel heeft gelegen en daardoor is gecorrodeerd (Warmtebeïnvloede zone, WBZ)

Kunststoffen

- Opeengebroken scheuren in een viertal (zwart) PE-gaspijpleidingen

3.4 Mechanisch vs elektrolytisch polijsten

Binnen dit onderdeel wordt door Schielab een vergelijkend onderzoek uitgevoerd en gerapporteerd. Daarbij ligt de nadruk op mogelijke verschillen in onderzoeksresultaat bij het gebruik van één van beide polijstmethoden.

4 RESULTATEN

De resultaten van het replicaonderzoek staan samengevat in de tabellen I en II.

4.1 Fase 1: Inventarisatie

Uit de inventarisatieronde zijn de volgende materialen naar voren gekomen, deze materialen zijn tevens opgenomen in tabel I samen met hun toepassingsmogelijkheden:

I: Structuurreplica's

Folies:

- Triafol (niet meer leverbaar, maar bij enkele deelnemers nog in voorraad).
- Triphan (vervanger van triafol).
- Bioden 34-folie.
- Transcopy, groen.
(allen merknamen)
- Cellulose-acetaat (materiaal soort).

Het is niet bekend van welk materiaal de eerste 4 folies zijn gemaakt. Alle folies worden samen met een weekmaker op geprepareerde oppervlakken aangebracht, waarbij na verdampen van de weekmaker de folies weer verharden en de onderliggende structuur overnemen.

Als weekmakers voor deze folies komen in aanmerking:

- methylacetaat
- aceton
- ethylacetaat

II: Oppervlaktereplica's (onbewerkte oppervlakken):

Epoxy's:

- Technovit 3040 (2 componenten, op een basis van methyl methacrylaat) / giet.
- Technovit 5071, op een basis van methyl methacrylaat (speciaal voor gebruik in de SEM) / giet.
- Demotec 40 (2 componenten, op een basis van methyl methacrylaat) / giet.

Siliconenrubbers:

- Formasil II (2 componenten, snelhardend) / kneed.
- Siliconenrubber PS56 (2 componenten) / giet.
- Siliconenrubber 81020 (2 componenten) / giet en kneed.
- Siliconenrubber 'Bouwmarkt' (1 component, luchthardend) / opspuiten
- Epoplas (2 componenten, snelhardend) / kneed.
- Boetseerklei / kneed.
- Coltène PRESIDENT (een siliconenrubber, 2 componenten) / kneed.
- Silmark High contrast silicone (2 componenten, low viscosity grey) / kneed?

Voor niet te ruwe oppervlakken, zoals vermoeiingbreukvlakken, slijtage en gechromeerde oppervlakken, komen tevens de onder I genoemde replicamaterialen in aanmerking.

Overige:

- Profielkam, voor het vastleggen van een ruw verloop van een oppervlak/profiel.
- Plakband, voor het overnemen van bijvoorbeeld zwart/wit magnetisch onderzoek.

4.2 Fase 2: Literatuurstudie

Literatuuronderzoek, computerdata-bank

Het literatuuronderzoek met de zoektermen heeft geen bruikbare literatuur met aanvullende informatie opgeleverd. De gevonden literatuur beschrijft voornamelijk replicatechnieken voor laboratoriumonderzoek, zoals:

- koolstofreplica's voor onderzoek in de transmissie elektronenmicroscop (TEM)
- hoge resolutiereplica's voor microscopisch onderzoek van micro-elektronica.

Verder een tweetal artikelen die handelen over het meten van ruwheden op replica's en de betrouwbaarheid daarvan. De artikelen vermelden helaas niet welke replica-materialen zijn gebruikt, zodat geen conclusies kunnen worden getrokken met betrekking tot de in dit rapport behandelde replica-materialen in relatie tot daarop uitgevoerde ruwheidsmetingen.

Literatuur deelnemers

Dit heeft geresulteerd in een tweetal artikelen:

- 1- P.L. Threadgill and P.N. Hone
Fracture replicas for failure investigations
The welding institute research bulletin, december 1983 pp 395-398
- 2- Fracture surface replicas
The welding institute 1973
Abingdon Hall Abingdon Cambridge CB1 6AL

ad. 1:

Dit artikel behandelt het maken van replica's via een tweestappen methode. Daarbij wordt eerst met een siliconenrubber een negatief gemaakt, waarna hiervan met een epoxy-hars weer een positief wordt gegoten. Daarbij wordt opgemerkt dat het uiteraard van groot belang is om het breukvlak eerst grondig te reinigen voor replica-name. Vuil op het oppervlak wordt ook op de replica overgenomen en is achteraf zeer moeilijk als

een verontreiniging te herkennen. Analyse en onderscheid op basis van bijvoorbeeld de kleur is op de replica niet meer mogelijk.

Een tweede handeling die het replicaresultaat verbeterd is het ontgassen van de siliconenrubber en de epoxy voor het gieten. In het veld zal dit echter niet eenvoudig zijn.

Om het contrast van het epoxy-positief te verhogen wordt in dit artikel voor gesteld de epoxy te mengen met bijvoorbeeld een aluminiumpoeder, waardoor de replica een metallisch uiterlijk krijgt.

Met deze techniek is het mogelijk details vanaf ca 1µm over te nemen op het positief.

ad. 2:

Deze brochure beschrijft een aantal replica's die te verkrijgen zijn via 'The Welding Institute'. Het betreft breukvlakken van vermoeiings- en brosse breuken. Van elke replica, acht in totaal, wordt een beschrijving van het breukvlak gegeven.

4.3 Fase 3: Praktijkonderzoek

Binnen het praktijkonderzoek is onderscheid gemaakt tussen de metalen en de kunststoffen. En daarbinnen weer de volgende onderverdeling:

- Metalen:
 - replica's van bewerkte oppervlakken (structuurreplica's uit taak 2D)
 - replica's van onbewerkte oppervlakken (breukvlakken, slijtage enz.)
- Kunststoffen:
 - replica's van onbewerkte oppervlakken (breukvlakken)

Tabel II geeft een beknopt overzicht van het gebruik en de beperkingen van de verschillende replicamaterialen. Hierop wordt in dit hoofdstuk verder ingegaan.

Bij het maken van de replica's zijn de epoxy's en de siliconenrubbers niet van te voren ontgast, zoals wel wordt aanbevolen in de literatuur en de handleidingen. In het veld zal immers daarvoor meestal niet de benodigde apparatuur voorhanden zijn.

4.3.1 Metalen, *Replica's van bewerkte oppervlakken (structuurreplica's)*

Folies:

Niet alle replicamaterialen en alleen replica's van de mechanisch gepolijste oppervlakken zijn onderzocht. Dit in verband met de beschikbare tijd en het budget.

Bovendien is primair gekeken naar de kwaliteit van de replica in relatie tot het replicamateriaal en in relatie tot de overgenomen details.

Structuurreplica-materialen:

Onderzocht zijn de volgende replicamaterialen:

- Triafol (paars); weekmaker: methylacetaat,
- Transcopy (groen); weekmaker: ethylacetaat (bijgeleverd),
- Cellulose-acetaat; weekmaker: methylacetaat.

Voor een verhoging van het contrast zijn de replica's opgespatterd met goud (120s, 20mA). De Transcopy-replica is tevens in een niet opgespatterde toestand onderzocht. Deze replica is namelijk voorzien van een ingebouwde groen-filter en een reflecterende laag op de achterkant.

Al deze folies zijn in alle posities toe te passen.

Vergelijking Triafol, Transcopy en Cellulose-acetaat folies:

Voor een vergelijking tussen deze drie replicamaterialen, zijn hiermee replica's gemaakt van het in deelproject 2D mechanisch gepolijste 10CrMo9 10. Van de replica's zijn structuuroptnamen gemaakt bij vergrotingen van 200 en 500x, zie de figuren 1 en 2. Ter vergelijking met opnamen gemaakt van het oppervlak direct na polijsten, kunnen de foto's uit het deelrapport van deelproject 2D dienen.

De replica's van Triafol en Cellulose-acetaat zijn in kwaliteit vergelijkbaar (figuur 1, 2 a en b). De Triafol-replica geeft een iets contrastrijker beeld.

De Transcopy-replica geeft zonder opgespatterde goudlaag een laag contrast, de structuur is slechts vaag te zien, figuur 1, 2 c. Dit beeld is vergelijkbaar met of slechter dan de Triafol en de Cellulose-acetaat replica als deze niet zijn opgespatterd. Daarom is besloten om ook de Transcopy-replica te voorzien van een goudlaagje. Het contrast is nu aanzienlijk verbeterd, figuur 1, 2 d. Vergeleken met de Triafol- en de cellulose-acetaatreplica is het structuurbeeld minder contrastrijk. Bijvoorbeeld de korrelgrenzen worden wat breder weergegeven, figuur 1 en 2

Cellulose-acetaat replica's van AISI304, 20/32Nb en G-AlSi7Mg:

Om na te gaan of de in deelproject 2D mechanisch gepolijste oppervlakken geschikt zijn voor replicanamen, zijn met behulp van de cellulose-acetaat folie structuur-replica's gemaakt van AISI304, 20/32Nb en G-AlSi7Mg. Van de replica's zijn opnamen gemaakt bij 200 en 500x. De resultaten staan in de figuren 3, 4 en 5. Ter vergelijking met opnamen gemaakt van het oppervlak direct na polijsten, kunnen de foto's uit het deelrapport van deelproject 2D dienen.

AISI304, figuur 3;

De structuur wordt goed overgenomen. Details als tweelinggrenzen en carbide uitscheidingen met grootten van ca 1 μ m zijn goed te bestuderen. De nog aanwezige geringe bewerkingslaag lijkt zelfs wat geprononceerde te worden weergegeven.

20/32Nb, figuur 4;

Idem als bij AISI304. De structuur wordt gedetailleerd overgenomen. Een (bekend) nadeel van de replica is echter dat carbiden (en fasen in het algemeen) niet meer op grond van hun kleur kunnen worden beoordeeld.

G-AlSi7Mg, figuur 5;

Hier gelden weer dezelfde opmerkingen als bij AISI304 en 20/32Nb. De bij aluminium vaak toegepaste techniek voor het identificeren van fasen op grond van hun grijs tint is niet mogelijk. Wel vast te stellen is

- een mate van veredeling. Dit kan aan de hand van de mate van globulering van de structuurbestanddelen. Hierbij moet opgemerkt worden dat de replica doorgaans van het oppervlak wordt gemaakt, en dat de mate van veredeling tussen de bulk en het oppervlak aanzienlijk kan verschillen.
- eventuele vorm en daarmee tot op zekere hoogte de oorzaak van defecten, bij slinkholten of krimpscheuren.

4.3.2 Metalen, *Replica's van onbewerkte oppervlakken (breukvlakken)*

Replicamaterialen:

Voor dit onderdeel is gekozen voor de volgende replicamaterialen:

- Gietbare epoxy : Technovit 3040
- Siliconenrubbers : Formasil II
Siliconenrubber PS56 (met 2% harder C) + positief met technovit-3040
Siliconenrubber 81020 (met 10% of 5% snelle harder) + positief met technovit-3040
Siliconenrubber van een bouwmarkt
- Folies : triafol
blauwe replicafolie
transcopy

Deze keuze is gebaseerd op de volgende argumenten:

Technovit 3040 is een gietbare epoxy met het vermogen om fijne details over te nemen. Het middel is echter slechts bruikbaar onder een beperkt aantal posities, namelijk tot een hoek van ca 90° (bij het gebruik van een bakje van b.v. klei). Een verdere beperking wordt gevormd door de ruwheid van het oppervlak. Dit mag niet te ruw zijn.

Formasil II is een kneedbare siliconenrubber die bruikbaar is in elke positie en op ruwe oppervlakken.

Siliconenrubber PS56 en 81020 zijn gietbare siliconenrubbers. Ook deze replicamaterialen zijn dus bruikbaar tot verticale posities. Voordeel echter ten opzichte van bijvoorbeeld *technovit-3040* is dat van zeer ruwe oppervlakken replica's te maken zijn. Bovendien kan van de siliconenrubber-replica een positief worden gemaakt met gietbare epoxy's (b.v. *technovit-3040*).

Siliconenrubber 'bouwmarkt' vanwege de zeer eenvoudige verkrijgbaarheid en lage prijs. Deze siliconenrubber is verder in elke positie bruikbaar.

Folies deze hebben bewezen zeer fijne details over te kunnen nemen van niet te ruwe oppervlakken.

Om de replica's die gemaakt zijn met deze materialen in de SEM te kunnen onderzoeken moeten ze worden voorzien van een geleidende coating, bv. opgesputterd goud of platina. Dit verhoogt tevens het contrast, zodat het macroscopisch onderzoek van de replica's vergemakkelijkt wordt.

De geselecteerde replicamaterialen zijn getest op één of meerdere breukvlakken van de in Hfdst. 3 genoemde breukvlakken

4.3.2.1 *Epoxy; Gietbare harsen*

Technovit-3040

Van de breuk in verenstaal is alleen een redelijk lossende replica te maken als gebruik wordt gemaakt van een lossingsmiddel, zoals bijvoorbeeld siliconenspray, figuur 6b. De replica is dan alleen geschikt voor macroscopisch breukvlakonderzoek tot vergrotingen van ca 20x. Bij hogere vergrotingen wordt een structuur zichtbaar die doet denken aan een olielaag op het oppervlak, figuur 7b. *Technovit-3040* is in staat om fijne details tot in de grote orde van enkele micrometers over te nemen. Dit is niet te bereiken met het gebruik van een lossingsmiddel als siliconenspray. Zonder het gebruik van een siliconenspray zal het *technovit-3040* echter van een breukvlak gebikt moeten worden, waarbij de kans dat het breukvlak beschadigd wordt dus zeer groot is. Bovendien is nooit alle *technovit-3040* op deze wijze van het breukvlak te verwijderen. Als het echter noodzakelijk is om toch (delen) van het breukvlak met een replica van *technovit-3040* vast te leggen, dan kunnen restanten van het *technovit-3040* worden

opgelost door het breukvlak 24-48 uur in de aceton te leggen en daarna in aceton ultrasoon te reinigen.

Een afdruk met technovit-3040, zonder siliconenspray is te onderzoeken tot vergrotingen van ca 500-1000x daarbij zijn details tot een grootte van ca 5 μm herkenbaar, figuur 7c en 8b. Bij hogere vergrotingen is het niet meer mogelijk om de replica op breukmerken te onderzoeken.

De figuren 9, 10, 11 en 12 tonen opnamen van de originele breukvlakken en de technovit 3040 replica's daarvan bij een vergroting van 900x. Niet één replica geeft bij deze vergroting een identiek beeld in vergelijking met het origineel. Slechts details in de grootte orde van ca 15 μm zijn waarneembaar [1].

Uit ervaringen [1] is gebleken dat Technovit 3040 zeer geschikt is voor het vervaardigen van replica's aan gesletten oppervlakken, zoals assen of tandflanken van tandwielen en rondsels. Bij REM-onderzoek zijn nog details waarneembaar bij vergrotingen tot 2000x. Aan de hand van dergelijke detail kan de oorzaak van de slijtage (bijv. fretting, abrasieve of adhesieve slijtage) worden vastgesteld. Figuur 13 toont een opnamen van een technovit-3040 replica van een slijtage-oppervlak.

4.3.2.2 *Siliconenrubbers*

Formasil II / verenstaal

Met dit replicamateriaal is een goede afdruk te maken die geschikt is voor macroscopisch onderzoek, figuur 6c. De replica is na opsputteren met goud in de SEM te onderzoeken tot vergrotingen van ca 50x, figuur 14. Bij hogere vergrotingen zijn geen details meer waar te nemen.

Voordeel van Formasil II is dat het materiaal in elke positie te gebruiken is en een korte verwerkingstijd kent.

Siliconenrubber PS56 en 81020 / breuk in verenstaal en G-AlSi7Mg

Op het breukvlak blijven enkele zeer kleine restanten van het rubber achter. Deze zijn moeilijk te verwijderen. Zij vormen echter geen grote belemmering bij het bestuderen van het breukvlak na replicaname.

Siliconenrubber 81020 is wat hoger viskeus dan het PS56. Dit heeft gevolgen voor de over te nemen details, deze zijn minder goed bij het siliconenrubber 81020. Het voordeel van 81020 ten opzichte van PS56 is de kortere verwerkingstijd (de minimaal benodigde wachttijd voordat de replica kan worden afgenomen). De siliconenrubber is dan doorgaans nog niet volledig uitgehard (6-24uur).

Verenstaal

Macroscopisch is met beide rubbers een goede afdruk te maken die zeer gemakkelijk van het breukvlak is te verwijderen. Voor onderzoek is van de beide siliconenrubber negatieven, een positief gemaakt met technovit-3040. De technovit-3040 hecht niet aan het siliconenrubber. Om het positief goed te kunnen beoordelen is het nodig het contrast te verhogen door een reflecterende laag aan te brengen. In dit onderzoek is gekozen voor een opgesputterde goudlaag. Het scheurverloop is nu goed te onderzoeken, figuur 15.

De siliconenreplica zelf is slechts matig macroscopisch te onderzoeken in verband met de slechte reflectie van het rubber. Dit kan verbeterd worden door een reflecterende laag zoals bijvoorbeeld een opgesputterde goudlaag aan te brengen. Wat dit voor effect heeft op een eventueel te maken positief is niet onderzocht. Mogelijk is dit een punt van aandacht.

Microscopisch is met het siliconenrubber PS56 het beste resultaat bereikt. Details vanaf een grootte van ca 5 μm zijn te herkennen op het positief (technovit-3040), en de replica is te onderzoeken in de SEM tot vergroting van ca 500-2000x, figuur 16, 17 en 18. De replica gemaakt met het siliconenrubber 81020 met 10gew% snelle harder is niet geschikt voor microscopisch onderzoek (vergroting hoger dan ca 50x), figuur 16c. Dit is waarschijnlijk een gevolg van de hogere viscositeit van dit siliconenrubber bij het gieten in combinatie met de toegevoegde harder, die voor een snellere uitharding zorgt dan de harder gebruikt bij het PS56 siliconenrubber.

G-ALSi7Mg

Macroscopisch zie hiervoor de opmerkingen onder 'verenstaal'

Microscopisch is ook hier met het siliconenrubber PS56 het beste resultaat bereikt. Details vanaf een grootte van 1-5 μm zijn te herkennen op het technovit-3040 positief bij vergrotingen tot ca 500x. Aan de hand van de replica is vast te stellen om welk breuktype het gaat, taai of bros, figuur 19 en 20

De resultaten met het siliconenrubber type 81020 vallen weer tegen, ondanks het gebruik van minder harder (5% ipv. 10% zoals bij het verenstaal). Vanaf vergrotingen van 50x zijn geen details meer te zien, figuur 19c. Met dit siliconenrubber kunnen wel sneller afdrukken worden gemaakt, en volgens de leverancier zelfs op verticale vlakken.

Siliconenrubber 'Bouwmarkt'

Macroscopische zijn de afdrukken gemaakt met deze siliconenrubber geschikt voor onderzoek.

Microscopisch is het resultaat matig tot redelijk. Bij een vergroting van 900x is G-AlSi7Mg een redelijke fractografische opname te maken, figuur 21 [1]. De kwaliteit is vergelijkbaar met die van de technovit-3040 afdruk, figuur 10b. In het geval van de waterstofbreuk in de 12.9 bout, is bij 900x vergroting de breuk niet meer te herkennen als een waterstof- of interkristallijne breuk, figuur 22 [1]. Het resultaat is echter duidelijk minder dan met het PS56 siliconenrubber.

4.3.2.3 *Replica-folies*

Uit eigen ervaring [1] is gebleken dat slijtagebeelden, waarvan de sporen niet al te diep zijn, goed te repliceren zijn met de bekende blauwe replica-folie die voor structuuronderzoek wordt gebruikt. Deze folie neemt details over tot een diepte van enkele tientallen micrometers bij een resolutie van ca. 1 micron. Een voordeel van het gebruik van folie is dat het in alle posities toegepast kan worden terwijl bij vloeibare kunstharsen de toepassing beperkt blijft tot verticale vlakken.

Een ander toepassingsgebied van replica-folies is niet-destructief onderzoek van de oppervlakken van deklagen, zoals bijvoorbeeld het craquelé patroon van hard-chroomlagen.

4.3.3 Kunststoffen *Replica's van onbewerkte oppervlakken (breukvlakken)*

Bij MTS Matcon [2] en FDO-Mastec is replica-onderzoek uitgevoerd aan opengebroken scheuren in PE-kunststof gasbuizen. Deze buizen zijn beschikbaar gesteld door GASTEC. Het onderzochte materiaal is afkomstig uit 4 stuks langsgescheurde buis(stukken) van zogenaamde zwarte PE.

MTS Matcon en FDO-Mastec hebben met bij hen gebruikte middelen de mogelijkheden voor replicanamen van breukvlakken in kunststoffen onderzocht.

4.3.3.1 *Verricht onderzoek*

Op één geheel langsgescheurd buisstuk na zijn de buisstukken met langsscheuren na koeling in vloeibare stikstof opengebroken, zie tabel 1. Na visueel en macroscopisch onderzoek zijn de voor onderzoek bestemde scheuoppervlakken met goud opgedampt.

Met behulp van een raster elektronen microscoop (REM) zijn de scheuroppervlakken vervolgens onderzocht. Op bepaalde locaties zijn daarbij opnamen gemaakt voor vergelijking met de replica's. Hierna zijn van de scheuroppervlakken replica's genomen voor REM onderzoek, waarbij gebruik is gemaakt van:

- a) Triafol (dun/dik) replicafolie met aceton (MTS-Matcon).
- b) Transcopy replicamateriaal met ethylacetaat (MTS-Matcon).
- c) Blauwe replicafolie met aceton (FDO-Mastec).
- d) Technovit-3040 (FDO-Mastec).
- e) Siliconenrubber 'bouwmarkt' (FDO-Mastec).

De voor onderzoek ter beschikking gestelde gescheurde buizen (4 stuks) van zwarte PE staan vermeld in tabel 1.

TABEL 1: Overzicht van de voor onderzoek ter beschikking gestelde langsgescheurde buizen van zwarte PE.

Buis Nr.	Gemerkt	Dimensies (mm)	Scheurlengte (mm)	
			binnenzijde	buitenzijde
1	-	Ø110 x 10,5	overgehele lengte	-
2	PE2 NR3	t=8,0	16	11
3	PE6 NR13	t=9,5	13	8
4	PE8 NR16	t=9,5	18	12

4.3.3.2 Resultaten en discussie

Visueel en macroscopisch onderzoek

De scheuroppervlakken van de buizen zijn weergegeven in figuren 23 t/m 26. De scheuroppervlakken zijn in alle gevallen relatief glad en vlak, terwijl de restbreuk wat meer reliëf vertoont. De restbreuk onderscheidt zich van de scheur door een donkerder uiterlijk dan het scheuroppervlak.

Uit het scheurpatroon bij de buizen PE2 NR3 (figuur 24) en PE8 NR16 (figuur 26) valt op te maken dat deze scheuren aan de binnenzijde zijn geïnitieerd.

REM-onderzoek van scheuoppervlakken

Bij onderzoek van het scheuoppervlak van buis nr. 1 uit tabel 1 zijn bij kort (≈ 10 sec) en lang (≈ 100 sec) opdampen geen verschillen of nadelige effecten aangetroffen als gevolg van het opdampen! REM-opnamen van de scheuoppervlakken zijn weergegeven in figuren 27 t/m 34. Uit het REM-onderzoek blijkt dat de scheurtypen aan de hand van hun morfologie als volgt zijn te verdelen:

- a) Schubachtig; geweldbreuk bij lage temperatuur (figuren 32 en 34)
- b) Dimpelachtig; scheuoppervlak van buis nr. 1 (figuur 28a.)
- c) Vezelachtig; scheuoppervlak van buizen PE2 N3, PE6 NR13 en PE8 NR16 (figuren 30a en 34a)

Replicaname

Folies

Bij replicaname van buis nr. 1 in tabel 1 bleek dat zowel aceton (gebruikt bij Triafol en blauwe replica-folie) en het weekmaakmiddel geleverd bij het Transcopy replica-materiaal (op ethylacetaatbasis) het PE scheuoppervlak niet merkbaar hadden aangetast. Hierbij moet worden opgemerkt dat dit geldt voor kortstondig gebruik van de weekmakers en bij REM onderzoek tot ongeveer 1000x vergroting. Gezien het feit dat bij Triafol de replica niet met kracht op het oppervlak gedrukt behoeft te worden en bij het gebruik van het Transcopy-replicamateriaal wel (gevaar voor deformatie van het scheuoppervlak), is verder alleen van Triafol gebruik gemaakt.

Bij replicaname bleek dat de replica's in geval van een schubachtige (restbreuk bij lage temperatuur) en dimpelachtige (buis nr. 1 uit tabel 1) morfologie van het oppervlak een goede lossing vertoonden. Na replicaname is in deze gevallen geen merkbare verandering van het PE scheur/breukoppervlak aangetroffen (SEM tot 1000x). Na replicaname zijn op het scheuoppervlak geen resten van de replica aangetroffen.

Bij een vezelachtige morfologie van het oppervlak, zowel bij de initiatie als daarbuiten, was de lossing van de replica's zeer slecht. Door deze slechte lossing waarbij de replica's niet als een geheel konden worden afgenomen, werden zowel het scheuoppervlak als de replica beschadigd en vervormd (replica). De beschadiging van het scheuoppervlak liep uiteen van het geheel verloren gaan van details tot het wat "afplatten" van de vezelachtige structuur (figuur 31).

Technovit-3040 en siliconenrubber 'bouwmarkt'

De technovit-3040 replica neemt de structuur van het breukvlak onvoldoende over om geschikt te zijn voor microscopisch onderzoek, figuur 35. Mogelijk is e.e.a. een gevolg van een reactie tussen de bestanddelen van het technovit-3040 en de PE.

De siliconenreplica is in het geheel niet bruikbaar.

Vergelijking van scheuoppervlakken en replica's

Bij de replicaname van buis nr. 1 uit tabel 1 (dimpelachtige structuur) is geen verschil aangetroffen tussen de Triafol, de blauwe replicafolie en de Transcopy-replica's bij visueel, macroscopisch en REM onderzoek (tot 900x) van de replica's (figuren 28 en 29). De replica's van het dimpelachtige oppervlak vertoonden een goede gelijkenis tot zeker 100x vergroting (figuur 27). Als gevolg van de morfologie van het oppervlak (vergelijking van dimpels met bolletjes, zie figuren 28 en 29) was niet geheel aantoonbaar dat de dimpelstructuur ook bij hogere vergroting goed werd overgenomen door de replica. Gezien de resultaten van het onderzoek van de andere scheuren is echter duidelijk dat de bolletjes structuur geen artefact is.

Van de vezelachtige structuur welke gemakkelijk vervormbaar moet zijn, kan verwacht worden dat replicaname niet tot goede resultaten zal leiden. Bij REM onderzoek van deze replica's bleek dat ze eveneens een vezelachtige structuur vertoonden, echter niet gelijkend op het origineel (figuren 30 en 34). Door de slechte lossing waren slechts enkele delen van de gedeformeerde replica bruikbaar voor onderzoek. Bij visueel onderzoek was de gelijkenis daarom slecht. Bij macroscopisch onderzoek was plaatselijk, vooral daar waar het scheuoppervlak overging in de makkelijk lossende restbreuk, van een goede gelijkenis sprake (figuur 32).

In geval van een schubachtige structuur (restbreuk bij lage temperatuur) is tot ongeveer 200x vergroting een goede gelijkenis van het origineel met de replica aangetroffen (figuren 32 en 33). Slechts de op de schubben aanwezige substructuur werd niet of slechts gedeeltelijk overgenomen.

4.4 Mechanisch vs elektrolytisch polijsten [3]

Voor de uitvoering van replica-onderzoek en de beoordeling van de replica's in het kader van restlevensduurbepalingen worden veelal de normen/voorschriften DIN 54150, VdTUeV Merkblatt 451 en de Regels van de Dienst voor het Stoomwezen bladen T 0102 en T 0204 V gehanteerd.

Deze normen/voorschriften laten de keus voor de wijze van polijsten (elektrolytisch of mechanisch) ten behoeve van het vervaardigen van replica's aan de uitvoerder. Ook wanneer het replica-onderzoek met een ander doel dan restlevensduurbepaling (kruip-onderzoek) wordt toegepast is de uitvoerder niet gebonden aan een bepaalde manier van polijsten.

Schielab past beide methoden van polijsten toe. De keuze voor elektrolytisch of voor mechanisch polijsten wordt bepaald door het doel van het uit te voeren onderzoek en de aard van het te onderzoeken materiaal/object.

Bekend is dat het elektrolytisch polijsten behalve dat het een snellere manier van polijsten is dan het mechanisch polijsten, mogelijk ook resulteert in een geprononceerder beeld van structuurschade of in het uitetsen van structuurbestanddelen, bijvoorbeeld van sulfiden zoals getoond in figuur 36. Ook kunnen schadebeelden vertekend worden door de gekozen polijstmethode. Te denken valt aan het dichtsmen van bijvoorbeeld holten (voids) bij het mechanisch polijsten, waardoor die niet of nauwelijks kunnen worden aangetoond, het uitetsen van carbiden bij het elektrolytisch polijsten of het vertekenen van scheurtips.

Om hierover meer duidelijkheid te verkrijgen heeft Schielab meerdere vergelijkende onderzoeken uitgevoerd naar de aard van aangetroffen indicaties of schadebeelden en de mate waarin de manier van polijsten (elektrolytisch of mechanisch) invloed heeft op het resultaat van het onderzoek aan dergelijke indicaties of schadebeelden. Voor het vergelijken is uitgegaan van een mechanisch gepolijst oppervlak waarbij nagegaan is wat het effect van elektrolytisch polijsten is op dat oppervlak.

In dit rapport worden de resultaten van replica-onderzoek aan een monster las- en basismateriaal uit een op kruip belast onderdeel beschreven.

Doel van dit onderzoek was vooral om beide methoden van polijsten te vergelijken. Als onderwerp hiervoor is kruip-onderzoek (middels replica's) gebruikt.