

**TNO-rapport**

96MI-00734/SCE/SCE

SO 97-61

TNO Industrie

**Standplaats**

Laan van Westenenk 501  
Postbus 541  
7300 AM Apeldoorn

Telefoon 055 5493337  
Fax 055 5493272

Opdrachtgever

**BVM/PMP project 'TECHNIEKEN VOOR  
SCHADE-ONDERZOEK IN HET VELD'**  
Deelproject 3: Evaluatie van resultaten in het veld  
Taak 3D: Criteria voor monsternamen in het veld

Datum  
23 april 1997

Auteur(s)  
ing. E.W. Schuring (TNO Industrie)  
dhr. J. Godschalk (DSM-MPS)

PMP  
Postbus 541  
7300 AM Apeldoorn

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

Opdrachtnummer: 001560371  
Uw referentienummer: --  
Oplaat: 25

onderzoek

toepassing de Algemene  
TNO Industrie is een fusie van TNO Kunststoffen en  
aan TNO,  
Rubber Instituut/Branchecentra, TNO Metaal Instituut  
Arrondissementsrechtbank  
en TNO Productcentrum  
Gravenhage.



Nederlandse organisatie voor  
toegepast-natuurwetenschappelijk

Op opdrachten aan TNO zijn van  
Voorwaarden voor onderzoeksopdrachten  
zoals gedeponeerd bij de  
en de Kamer van Koophandel te 's

## SAMENVATTING

Binnen het kader van het PMP/BVM project 'TECHNIEKEN VOOR SCHADEONDERZOEK IN HET VELD', is in de taak 3D een overzicht samengesteld van criteria (kwaliteitseisen en beoordelingsaspecten) voor monstername. Vanaf het moment van monstername zal het schadeonderzoek in het laboratorium worden voortgezet.

Voordat de criteria zijn opgesteld, is nagegaan wanneer er redenen zijn een monster te nemen en voor welke onderzoekstechnieken een monster kan worden genomen. Vervolgens zijn hiervoor de criteria opgesteld. Daarbij is dezelfde onderverdeling in onderzoeksdoelstelling genomen als in taak 3C: 'KWALITEITSCRITERIA', en aangevuld met typische laboratoriumtechnieken waarvoor monstername altijd noodzakelijk zal zijn.

Het resultaat is een overzicht in tabelvorm van de kwaliteitscriteria per onderzoekstechniek en per onderzoeksaspect. Een onderscheid naar onderzoeksdoelstelling blijkt daarbij niet zinvol te zijn, omdat aan de monstername dezelfde criteria worden gesteld.

Tevens wordt kort ingegaan op de wijze van monstername. Dit zal meer in detail gebeuren in deelproject 4, taak 4D 'PRAKTIJKAANBEVELINGEN MONSTERNAME'. Daarbij blijkt dat de wijze van monstername de eigenschappen van de monsters op veel manieren en in verschillende mate kan beïnvloeden.

Tot slot is getracht om objectieve beoordelingsaspecten op te stellen aan de hand waarvan **in het veld** een monster(name) kan worden beoordeeld op bruikbaarheid met in acht neming van de kwaliteitscriteria die de meest kritische/zwaarwegende onderzoekstechniek uit het **werkplan** aan de monstername stelt. Uiteindelijk wordt geconcludeerd dat het altijd het beste is om te streven naar een monster met een zo hoog mogelijke kwaliteit. De monstername/het monster kan in het veld namelijk slechts aan de hand van een globale inschatting worden beoordeeld op zijn algemene betrouwbaarheid.

**Inhoud**

	pagina
SAMENVATTING	i
1 INLEIDING	1
2 DOELSTELLING	3
3 UITVOERING VAN TAAK D	4
4 BEOORDELINGSASPECTEN EN KWALITEITSCRITERIA VOOR HET NEMEN VAN MONSTERS	8
4.1 Beoordelingsaspecten en kwaliteitscriteria uitgaande van de onderzoeksdoelstellingen	8
4.2 Kwaliteitscriteria uitgaande van de onderzoekstechniek	9
4.3 Wijze van monstername	15
5 BEOORDELINGSASPECTEN VOOR MONSTERNAME EN MONSTERS.	17
6 CONCLUSIES	21
LITERATUUR	22

## 1 INLEIDING

In het kader van het BvM/PMP-project Schade-analyse en schadepreventie, Technieken voor schade-onderzoek "in het veld", wordt deelproject 3 uitgevoerd. Dit deelproject getiteld "Evaluatie van resultaten in het veld" is opgebouwd uit een zevental taken, t.w.:

- A: Stand van zaken; verzamelen van inzichten en raadplegen van externe deskundigen en opstellen van een overzicht van onderzoekstechnieken en randvoorwaarden c.q beperkingen.
- B: Kwaliteitsdoelstellingen; Overzicht van bruikbare veldtechnieken, beperkende factoren van geselecteerde veldtechnieken, lijst van mogelijke doelstellingen waarmee een veldonderzoek wordt uitgevoerd, haalbare kwaliteit van het onderzoek
- C: Kwaliteitscriteria; Overzicht van vereiste en haalbare kwaliteit van onderzoekstechnieken in relatie tot de onderzoeksdoelstelling.
- D: *Criteria voor monstername in het veld;*  
Opstellen van beoordelingscriteria t.a.v. monstername en overzicht van reden/doel van monstername en de vereiste kwaliteit
- E: Toetsing; Toetsing van de resultaten uit taken A t/m D aan de hand van een schade-onderzoek.
- F: Algemene richtlijn; Opstellen van een algemene richtlijn voor het uitvoeren van schade-onderzoek in het veld.
- G: Eindrapportage

Dit deelrapport gaat in op taak 3D 'Criteria voor monstername in het veld', en sluit aan op een moment in het schade-onderzoek waarop besloten wordt dat het onderzoek (gedeeltelijk) moet worden voortgezet in het laboratorium. Dit is tevens een moment waarop in feite het veldonderzoek wordt afgesloten. Het proces waarin de beslissing tot het nemen van monsters wordt genomen is beschreven in SO96-43 'Beslisstructuur' (Resultaat taak 4A/4B).

Naar aanleiding van de specifieke vraagstelling en/of opdracht tot onderzoek dient een onderzoeksdoelstelling en een werkplan geformuleerd te worden, waarin rekening gehouden moet worden met de noodzaak tot monstername. Het opstellen van een werkplan en het vaststellen van het moment waarop en hoe monsters worden genomen is beschreven in SO 97-60 'Algemene Richtlijn' en SO 97-56 'Praktijkaanbevelingen Monsternamen'. De technische eisen (betrouwbaarheid, representativiteit enz.) worden besproken in de rapporten SO 96-50 'Evaluatie van de Resultaten in het Veld' (taak 3A en 3B) en SO 96-53 'Kwaliteitscriteria' (taak 3C).

Als alleen met veldonderzoek de in het werkplan gedefinieerde onderzoeksdoelstelling kan worden gerealiseerd, is de noodzaak om monsters te nemen niet aanwezig.

Vanuit het werkplan volgen twee mogelijkheden met betrekking tot monsternamen:

- 1- de monsternamen zijn in het werkplan voorzien,
- 2- er zijn geen monsternamen in het werkplan voorzien.

Als monsternamen in het werkplan zijn voorzien, dan moet hiermee bij het uitvoeren van het veldonderzoek rekening worden gehouden. Daarnaast zullen de monsternamen en de te nemen monsters moeten voldoen aan een aantal kwaliteitscriteria die volgen uit het beoogde uit te voeren laboratoriumonderzoek, (SO 97-60 'Algemene Richtlijn').

Is monsternamen NIET voorzien in het werkplan, dan zal het veldonderzoek worden gestart zonder met monsternamen rekening te houden, het veldonderzoek wordt niet beperkt door kwaliteitscriteria die aan monsternamen worden gesteld. Mocht achteraf toch blijken dat monsternamen nodig zijn, dan moet het werkplan worden aangepast en moet worden nagegaan of het reeds uitgevoerde veldonderzoek de bruikbaarheid van te nemen monsters beïnvloedt. Dit is de derde situatie waarin monsternamen volgen:

- 3- tijdens de uitvoering blijkt pas dat de kwaliteit van het veldonderzoek niet voldoende is om de doelstelling te kunnen halen.

Als de kwaliteitscriteria (welke kunnen worden afgeleid uit de rapporten SO 96-50 en SO 96-53) te stellen aan de monsternamen en dus aan het monster, duidelijk zijn dient men achteraf, op een objectieve wijze, het monster te kunnen beoordelen aan de hand van een aantal aspecten die ingegeven worden door deze kwaliteitscriteria. Dit zal dan bij voorkeur in het veld moeten gebeuren.

Hoe de monsternamen moet plaatsvinden hangt sterk af van de laboratoriumactiviteiten die nodig zijn om de gedefinieerde onderzoeksdoelstelling te halen. Met andere woorden: **de kwaliteit van de monsternamen en dus van de monsters is bepalend voor de resultaten die te halen zijn met het laboratoriumonderzoek.**

## 2 DOELSTELLING

Het bepalen van kwalitatieve criteria voor het al of niet uitnemen van monsters en het kiezen van monsterlokaties.

Oftewel: In deze taak 3D is het de bedoeling te komen tot een eenduidige relatie tussen de kwaliteitscriteria die aan de monsternamen en een monster gesteld moeten worden en de laboratoriumtechnieken/activiteiten die moeten worden toegepast om de onderzoeksdoelstelling te verwezenlijken. Pas als deze kwaliteitscriteria duidelijk zijn kunnen objectieve beoordelingsaspecten worden beschreven waarmee kan worden bepaald of de monsternamen met het vereiste kwaliteitsniveau is uitgevoerd. Deze beoordeling zal in het veld moeten kunnen gebeuren.

### 3 UITVOERING VAN TAAK D

Bij het uitnemen van monsters moet met verschillende aspecten rekening worden gehouden, zoals:

- Waarom monstername
- Wat is de onderzoeksdoelstelling
- Welke onderzoekstechnieken zijn nodig
- Wat is er beschikbaar
- enz

Al deze aspecten hebben hun invloed op elkaar, het uit te voeren veldonderzoek en de eisen die aan monsters worden gesteld. In deze taak 3D zullen daarom deze aspecten aan elkaar worden gekoppeld, zodat het mogelijk wordt een monster te beoordelen op zijn kwaliteit en zijn bruikbaarheid voor het onderzoek aan de hand van één of meerdere beoordelings- en kwaliteitscriteria.

Eerst zal kort op de genoemde aspecten worden ingegaan.

#### *Waarom monstername:*

De beslissing tot monstername kan opgenomen zijn in het werkplan of genomen worden tijdens het uitvoeren van het veldonderzoek omdat blijkt dat alleen met veldonderzoek de onderzoeksdoelstelling niet kan worden gehaald. Voor monstername kunnen dus twee redenen zijn:

- 1- de benodigde onderzoekstechnieken zijn niet in het veld toepasbaar. Dit volgt direct uit het werkplan.
- 2- als blijkt dat de doelstelling met het veldonderzoek niet kan worden gehaald omdat tijdens het veldonderzoek onvoorziene aspecten naar voren zijn gekomen.  
(Monstername is dus niet voorzien in het werkplan).

#### ad. 1:

Als bij het opstellen van het werkplan blijkt dat monstername noodzakelijk is, dan moet bij het uit te voeren veldonderzoek rekening worden gehouden met de (latere) monstername. Dat wil zeggen: als een veldonderzoek op een te bemonsteren plaats moet worden uitgevoerd, dan kan dat alleen als er geen onomkeerbare beschadiging van deze plaats optreedt, zodanig dat het laboratoriumonderzoek niet meer kan worden uitgevoerd met de gewenste kwaliteit.

ad. 2:

In dit geval hoeft het niet bij het opstellen van het werkplan bekend te zijn dat monstername noodzakelijk is, maar dit kan blijken tijdens de uitvoering van het veldonderzoek.

Wat betreft de veldtechnieken, heeft monstername in dit geval alleen zin, als laboratoriumonderzoek (met dezelfde techniek) betere, nauwkeurigere en/of betrouwbaardere resultaten oplevert. Ook kan achteraf blijken dat er bepaalde specifieke laboratoriumtechnieken/activiteiten nodig zijn om het onderzoeksdoel te halen.

In beide gevallen zal dit leiden tot een wijziging van het werkplan, wat in overleg met de opdrachtgever zal moeten gebeuren volgens de procedure beschreven in de 'Algemene Richtlijn', SO 97-60.

Een monster zal altijd moeten voldoen aan een aantal kwaliteitscriteria, die als toets kunnen dienen of:

- monstername zinvol is in verband met mogelijk vernietiging van bewijsmateriaal
- het uit te voeren veldonderzoek mogelijke monstername in de weg staat.

*Wat is de onderzoeksdoelstelling:*

Hierop is ingegaan in de taken 3A, B en C van dit deelproject (zie SO 96050 en SO 96 53). Daarbij is in taak 3C (SO 96-53) vastgesteld dat de gedefinieerde onderzoeksdoelstelling globaal in twee groepen zijn te verdelen, n.l.

- *Registratie & Conditiebewaking*, voor vastleggen van het algemene beeld.
- *Karakterisering type schade, Bepaling schade-oorzaak & Arbitrage*, hierbij wordt specifiek gezocht naar afwijkingen die kunnen hebben geleid tot het falen.

Beide groepen stellen in principe verschillende eisen aan de locatie(s) van de monstername. De kwaliteitscriteria voor de monstername zullen voor beide groepen in feite hetzelfde zijn.



*Welke onderzoekstechnieken:*

Hierbij kan onderscheid gemaakt worden tussen de onderzoekstechnieken die (ook) in het veld toepasbaar zijn en onderzoekstechnieken die alleen in het laboratorium uit te voeren zijn.

De in het veld toepasbare onderzoekstechnieken zijn allen al besproken in de taken 3A en B (SO 96-50).

De 'typische' laboratoriumtechnieken zijn:

- mechanische beproevingen (trekproeven, kerfslagproeven, kruipproeven, COD)  
Deze moeten doorgaans worden uitgevoerd met genormeerde proefstaven en volgens genormeerde beproevingsrichtlijnen (DIN, ASTM, ISO). Hieruit zijn direct de minimale monstergroottes af te leiden

- analyse technieken

Daarbij valt te denken aan: SEM/EDX-WDX

OCE

SIMS

nat chemische analyse

Sommige analysetechnieken vragen om minimale hoeveelheden en/of afmetingen

- microstructuuronderzoek met:

Lichtmicroscopie (LM), TEM en/of SEM

- topografisch onderzoek met:

TEM, SEM en ruwheidsmetingen

- corrosieproeven

- Uit te voeren volgens genormeerde methoden (DIN, ASTM, ISO). De monsters worden bepaald door de normen
- Niet genormeerde methoden: de onderzoeker moet zelf het monster kiezen. Hierbij is het o.a. belangrijk of het monster reeds in de praktijk geëxposeerde oppervlakken moet bevatten of niet.

Over het algemeen kan gesteld worden dat deze onderzoekstechnieken de hoogste eisen stellen aan de monsternamen en dat veranderingen in eigenschappen, chemische samenstelling (w.o. verontreinigingen), topografie en microstructuur, als gevolg van de monsternamen de representativiteit beïnvloeden.

Om de monstername en de monsters te kunnen beoordelen zal/zullen daarom:

- de beoordelingsaspecten worden opgesteld aan de hand van de onderzoeksdoelstellingen.
- een aantal kwaliteitscriteria per onderzoekstechniek/lab-activiteit worden opgesteld waaraan de monstername en de monsters moeten voldoen
- kort worden ingegaan op de interacties tussen de wijze van monstername en de beïnvloeding daarvan op de eigenschappen van het monstermateriaal. Zie ook deelproject 4, waarin hierop nader zal worden ingaan in de vorm van praktijkaanbevelingen voor het nemen van de monsters in taak 4D: 'PRAKTIJKAANBEVELINGEN MONSTERNAME', SO 97-56.
- worden ingegaan op de aspecten die dienen voor de beoordeling in het veld van de monstername/het monster op zijn bruikbaarheid, betrouwbaarheid en representativiteit. Kortom, voldoet het monster aan de kwaliteitscriteria voor de beoogde onderzoekstechniek/lab-activiteit.

## 4 BEOORDELINGSASPECTEN EN KWALITEITSCRITERIA VOOR HET NEMEN VAN MONSTERS

### 4.1 Beoordelingsaspecten en kwaliteitscriteria uitgaande van de onderzoeksdoelstellingen

De Amerikaanse norm ASTM E3-80 (Standard methods of preparation of metallographic specimens) en de VDI 3822 richtlijn geven enkele selectie criteria voor het nemen van monsters voor schade-onderzoek. Hieruit kunnen met betrekking tot de in dit project opgestelde onderzoeksdoelstellingen de volgende algemene beoordelingsaspecten worden afgeleid ten aanzien van de locatie(s) van de monsternamen bij:

#### *Registratie & Conditiebewaking;*

Monsters nemen van locaties waarvan een zo groot mogelijke diversiviteit mag worden verwacht, zodat elke mogelijke toestand kan worden vastgelegd/onderzocht. Daarbij wordt gestreefd naar een zo gering mogelijke beïnvloeding van de monstereigenschappen. Een wat beperkte representativiteit is doorgaans wel acceptabel omdat vaak meerdere monsters worden genomen.

#### *Karakterisering type schade, Bepaling schade-oorzaak & Arbitrage;*

Monsters nemen van locaties:

- zo dicht mogelijk bij (initiatie van) de schade
- van een intact deel, ter vergelijking van b.v. structuur, eigenschappen, chemische samenstelling.
- in de directe omgeving van de schade, omdat daar vaak beginstadiën van het schadeverloop te vinden zijn.

Deze doelstellingen stellen zeer hoge eisen aan de monsters. Veranderingen in de monsters t.g.v. de monsternamen zijn over het algemeen niet acceptabel. Indien dit niet te vermijden is, is het absoluut noodzakelijk te vermelden dat het monster/de monsters een beperkte representativiteit kan/kunnen hebben, zie ook SO 97-60 'Algemene

✓ Richtlijn!

## 4.2 Kwaliteitscriteria uitgaande van de onderzoekstechniek

Voor een aantal onderzoekstechnieken geldt dat zowel veldonderzoek als laboratoriumonderzoek mogelijk is. Vaak zal een laboratoriumonderzoek vergelijkbare resultaten of ten hoogste een grotere nauwkeurigheid opleveren. In feite is er dan dus sprake van een herhaling van een veldonderzoek zonder meerwaarde. Monstername is in deze gevallen NIET zinvol, tenzij een grotere nauwkeurigheid vereist wordt.

Voor een aantal onderzoekstechnieken zal een laboratoriumonderzoek echter meer informatie opleveren dan eenzelfde onderzoekstechniek in het veld. In die gevallen heeft het zin om over te gaan tot monstername, zie taak 3C (SO 96-53).

Daarnaast zijn er natuurlijk nog de typische laboratoriumtechnieken waarvoor monstername noodzakelijk is om de uitvoering mogelijk te kunnen maken, zie ook hoofdstuk 3 van dit rapport.

In dit hoofdstuk wordt alleen ingegaan op de onderzoekstechnieken voorzover onderzoek in het laboratorium meer informatie oplevert of als het onderzoeks- technieken betreft die typische lab-technieken omvatten. De resultaten zijn uitgezet in tabel I met de kwaliteitscriteria v.s. de onderzoekstechniek. Daarbij is geen onderscheid gemaakt in de kwaliteitseisen per onderzoeksdoelstelling. Dit omdat het doorgaans evenveel moeite zal kosten om een monster 'slecht' of 'goed' uit te nemen. Pas als het monster beschikbaar is, is een weging tegen de doelstelling van het onderzoek zinvol. Het is de bedoeling dat met de opgestelde kwaliteitseisen globaal kan worden vastgesteld hoeveel het monster afwijkt van het 'ideale' monster, zoals dat in de tabel I (zie hierna) beschreven is.

TABEL I: Kwaliteitscriteria vs. techniek c.q. reden/doel bemonstering.

Techniek cq reden/doel bemonstering	Kwaliteitscriteria
<b>VASTLEGGEN SCHADEBEELD</b>	
• macro fotografie	- in de aangetroffen toestand aanleveren (zie ook deelproject 1, rapport SO 96-42)
• micro fotografie	- in de aangetroffen toestand aanleveren (zie ook deelproject 1, rapport SO 96-42)
<b>METINGEN VAN DE GEOMETRIE</b>	
• ruwheidsmeting	- schoon (ontvet enz.) - onbeschadigd en gesleten oppervlak
• Schroefdraad, tandwiel enz.	- minimaal enkele gangen van de draad of enkele tanden - onbeschadigd
<b>NIET-DESTRUCTIEF ONDERZOEK</b>	
• potential drop scheurdiepte meting	- hele scheur in monster - voldoende groot, let op voorgeschreven afstand tussen de elektroden - scheur moet voldoende openstaan en schoon zijn, anders doorsnede maken. Met Potential drop kan eventueel de plaats met de grootste scheurdiepte bepaald worden
• Spanningsmetingen	- monster moet groot genoeg zijn, spanningen 'gefixeerd' - monster mag als gevolg van de uitname niet spanningsarm gegloeid zijn • on- en laaggelegeerd staal: <250°C • aluminium: <100°C??
• NDO algemeen	- bij voorkeur gehele defect - nadere karakterisering van het defect
<b>MICROSCOPISCH ONDERZOEK</b>	
• breukvlakken/scheuren	- hele scheur (VOORKEUR) - minimaal initiatiepunt - zodanig dat eventuele structuurdefecten die breuk inleiden kunnen worden onderzocht b.v.: • overlappingsen/overwalsingen • textuur en/of plastische oppervlakte deformatie • op- en/of ontkoling - secundaire scheuren in het monster (denk aan eventueel openbreken) - voorkom eventuele verdere corrosie (deelproject 1, rapport SO 96-42) <b>NDO:</b> - GEEN NDO in initiatiegebied - middelen gebruikt bij NDO kunnen corrosieve producten bevatten, monster bijvoorkeur van een ander gebied nemen. Is dit niet mogelijk dan GEEN NDO.

## Vervolg

Techniek	Kwaliteitscriteria
<ul style="list-style-type: none"> <li>• microstructuur</li> </ul>	<p><b>METALEN en KUNSTSTOFFEN:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- vrij van deformaties in het te prepareren vlak, eventuele deformaties moeten middels prepareren te verwijderen zijn zonder verlies van informatie</li> <li>- geen structuurveranderingen/-omzettingen in het te onderzoeken deel t.g.v. warmtebeïnvloeding bij het uitnemen. Temperaturen beneden transformatie-/ontlaattemperaturen.</li> <li>- geen scheuren als gevolg van het uitnemen</li> <li>- juiste aanzicht met betrekking tot te beoordelen aspect: b.v. textuur, walsrichting, scheurgroei enz. (zie ook ASTM E3)</li> </ul> <p><b>KUNSTSTOFFEN: [6]</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- geschikt voor het maken van ca 10mm dikke doorsneden voor doorvallend LM-onderzoek (microtom)</li> <li>- met name in vezelversterkte kunststoffen kunnen bij de uitname geïnduceerde scheuren zeer ver doorlopen, dit MOET voorkomen worden. Gebruik b.v. een beugelzaag</li> </ul>
<b>FERRIETMETINGEN</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• magnetisch / magne gage</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- voldoende groot/massa: het monster mag niet door de magneet worden opgetild. Zie voor de afmetingen SO 96-50</li> <li>- geen structuurbeïnvloeding</li> <li>- planparallel of planparallel te maken</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• structuur / doorsnede</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- geen structuurbeïnvloeding</li> <li>- juiste locatie/uitname richting (b.v. WBZ-las)</li> </ul>
<b>HARDHEIDSMETINGEN</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• standaardmethode</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- voldoende massa/dikte: <ul style="list-style-type: none"> <li>• de normen (ASTM E10, 18, 92, DIN, ISO) stellen de minimale monsterdikte voor b.v.: Vickers: dikte <math>\geq 1,5x</math> diagonaal indrukking</li> <li>Brinell: dikte <math>\geq 10x</math> indringdiepte</li> </ul> </li> <li>• 3-5 metingen moeten kunnen worden uitgevoerd</li> <li>- geen of te verwijderen plastische deformatie</li> <li>- geen extra warmte beïnvloeding (WBZ) in te meten vlak: <ul style="list-style-type: none"> <li>• geen verkleuring van het oppervlak <ul style="list-style-type: none"> <li>• on- en laaggeleegd: geen blauw-verkleuring</li> </ul> </li> <li>• plasma/autogeen uit de hand: <ul style="list-style-type: none"> <li>• staal (algemeen): WBZ van ca 5mm</li> <li>• aluminium: WBZ van 50-100mm</li> </ul> </li> </ul> </li> </ul>

## Vervolg

Techniek	Kwaliteitscriteria
<b>MATERIAAL-ANALYSE:</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• SEM/EDX-WDX</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- grootte: vanaf enkele tienden van mm.</li> <li>- oppervlak mag niet verontreinigd zijn</li> <li>- materiaalanalyse op doorsnede of geschuurd oppervlak i.v.m. corrosie, uitloging</li> <li>- <b>NDO:</b> buiten zone van eventueel NDO onderzoek</li> <li>- eventueel op een 'replica' van corrosieproducten en/of vuil van het oppervlak</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• OCE/SIMS</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- zie ook SEM/EDX-WDX</li> <li>- zeer gevoelig voor vervuiling</li> <li>- monster niet aanraken</li> <li>- geen oxidatie t.g.v. het uitnemen (verhitting)</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• spectraal &amp; nat chemische analyse</li> <li>LECO</li> <li>ICP</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- monster voldoende groot</li> <li><b>Spectraal analyse:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 3 analyses mogelijk</li> <li>• bij voorkeur in de plaatdikte (i.v.m. segregatie)</li> <li>• voldoende dik; geen verkleuring aan de bovenzijde na analyse:               <ul style="list-style-type: none"> <li>• staal minimaal ca 0,2mm</li> <li>• aluminium minimaal ca 0,5mm</li> </ul> </li> </ul> </li> <li><b>Nat chemisch:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 3-5 analyses per te analyseren element mogelijk</li> <li>• per analyse per element minimaal ca 1g nodig (homogeen monster)</li> </ul> </li> <li><b>LECO:</b> • speciaal voor C en S: ca 2g materiaal nodig.</li> <li><b>ICP:</b> • ca 2g voor volledige analyse</li> <li>- geen ont-/opkoling, oxidatie, uitloging elementen enz. Dit moet eventueel uit een monster kunnen worden verwijderd vóór analyse</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• kunststoffen</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- zie deelproject 2, rapport: SO 96-27</li> <li>- boek: 'Kunststoffschadenanalyse', G.W. Ehrenstein [6]           <ul style="list-style-type: none"> <li>• DTA, DSC; hoeveelheid: enkele mg</li> <li>• IR-spectroscopie; hoeveelheid: enkele 1/10mm tot mm</li> </ul> </li> </ul>

## Vervolg

Techniek	Kwaliteitscriteria
<b>CORROSIEONDERZOEK</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• onderzoek t.b.v. microbiële aantasting</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- afhankelijk van het type microbiële aantasting moet het monster vochtig worden bewaard</li> <li>- monsters afsluiten tegen besmetting van buiten (toegevoegde waarde lab.: ook andere bacteriën dan SRB vast te stellen)</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• meenemen corrosieproducten en/of monster van het milieu</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- vastleggen locatie wat 'onder-' en 'bovenzijde' is → contactvlak met aangetaste materiaal</li> <li>- beschermen tegen besmetting van buiten</li> <li>- voor analyse op zware metalen e.d. minimaal ca 100ml</li> <li>- voor analyse van chemisch zuurstof verbruik (zgn CZV-analyse), o.a. toegepast op afvalwater: minimaal ca 500ml</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• bepaling bv. Cl-bepaling</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- monster afsluiten tegen besmetting van buiten</li> <li>- schone (steriele) houders gebruiken</li> <li>- minimaal ca 100ml</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• corrosieonderzoek gecorrodeerd materiaal</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- monster van aangetaste en niet-aangetaste locaties</li> <li>- monster afzonderlijk verpakken</li> <li>- geen koelmiddelen gebruiken bij uitname. Deze kunnen de corrosieproducten verontreinigen en de analyse hiervan bemoeilijken</li> <li>- <b>NDO:</b> niet van locatie waar NDO is uitgevoerd, i.v.m. verontreiniging corrosieproducten</li> <li>- voor corrosieonderzoek (zoutsprei enz.) geen structuurveranderingen, warmtebeïnvloeding van het te onderzoeken materiaal</li> </ul>
<b>MECHANISCHE BEPROEVING</b>	
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- beproeving in drie-voud mogelijk</li> <li>- monsters moeten voldoen aan betreffende normen of aan speciaal opgestelde beproevingen.</li> </ul>
<b>TRANSMISSIE ELECTRONEN MICROSCOPISCH ONDERZOEK</b>	
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- absoluut geen structuurveranderingen</li> </ul>



## Vervolg

Techniek	Kwaliteitscriteria
<b>FYSISCHE EIGENSCHAPPEN VAN KUNSTSTOFFEN</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Dichtheid</b> DIN 53.479, 53.420</li> </ul>	<p><b>Vol kunststof:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• ca 0,5g</li> <li>• granulaat: porievrij, eventueel a.d.h.v. doorsnede vast te stellen</li> <li>• vezelversterkt: slechts een benadering, ongeschikt voor continu vezelversterkt</li> <li>• onderdelen: enkele mm<sup>3</sup>, verdeeld over meerdere stukken monsters niet verhitten eventueel kern en oppervlak apart meten</li> <li>• folie: ca 4x4mm</li> </ul> <p><b>Vullingsgraad:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• in gebruikte staat</li> <li>• liefst als een fijn vermaald poeder of kleine snippers en gedroogd in exicator voor meten.</li> </ul> <p><i>Monstergrootte bij meting van:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• weekmaker: 1-2g</li> <li>• roetgehalte: 20-50mg</li> <li>• vezelgehalte: <ul style="list-style-type: none"> <li>- aramide: &gt;5 monster van in totaal minimaal 2g</li> <li>- koolstof: meerdere monsters van in totaal minimaal 2g</li> <li>- glasvezel en vulstof (EN60): 2g en ca 5mm dik</li> </ul> </li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Viscositeit</b> DIN 51.550</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- b.v. voor PA ca 250mg</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Wateropname PA.</b> DIN 53.714 ISO 1110</li> </ul>	<p><b>Monstergrootte:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- gewicht 0,2-200g, e.e.a. afhankelijk van de afleesnauwkeurigheid van de weegschaal, deze moet minimaal op 0,005% nauwkeurig zijn.</li> <li>- methoden: <ul style="list-style-type: none"> <li>• wegen vóór en na drogen: watergehalte <sup>3</sup>0,1%</li> <li>• infraroot drogen: watergehalte <sup>3</sup>0,01%</li> <li>• dampdrukmeting: praktisch te meten watergehalte <sup>3</sup>0,05%</li> <li>• Karf-Fischer Titratie (KF-Titratie): watergehalte tussen mm en 65mg.</li> </ul> </li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Smeltindex</b></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- monsters van ca 10-20mm lang, in drievoud uit te voeren</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Uithardingsgraad</b> UP en EP</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- UP: Styrol gehalte: 0,5-2g, ca 1cm lange stukken (gedroogd)</li> <li>- DSC: 20mg</li> </ul>

### 4.3 Wijze van monstername

De manier waarop een monster wordt uitgenomen heeft direct gevolgen voor de eigenschappen van het monstermateriaal. Bij de monstername moet daarmee rekening worden gehouden met het oog op het voorziene laboratoriumonderzoek/activiteit. De aspecten die bij de monstername van invloed kunnen zijn op het monstermateriaal zijn:

- de mate van warmtebeïnvloeding
- de mate van kouddeformatie
- de mate waarin een verandering van de chemische samenstelling optreedt
- de mate van beschadiging van het monster (krassen, putten afbladdering enz.)
- materiaalsoort (C-staal, CrNi-staal, aluminium enz.) De materiaalsoort bepaalt onder andere de mate van warmtebeïnvloeding en kouddeformatie.

In onderstaand overzicht is weergegeven welk aspect van de monstername invloed heeft op welke materiaaleigenschap en/of onderzoekstechniek middels een grijs gekleurd vlak.

Materiaaleigenschap/ onderzoekstechniek	aspect van de wijze van monstername			
	warmtebeïnvloeding oxidatie enz.	kouddeformatie	chemische samenstelling	beschadiging
macroscopisch onderzoek	evt. verkleuringen			
microscopisch onderzoek (breukvlak)				
geometrische metingen				
microstructuur (LM, SEM, TEM)				
hardheid				
chemische samenstelling				
corrosie				
mechanisch onderzoek				
NDO (afhankelijk van soort NDO)				

Tot in welke mate de verschillende aspecten van de monsternametechniek de verschillende materiaaleigenschappen en onderzoekstechnieken beïnvloeden, is sterk afhankelijk van de daadwerkelijke uitname. Bijvoorbeeld het uitnemen van een monster middels uitslijpen:

Als er voorzichtig wordt gewerkt, bijvoorbeeld met een kleine aanzet en tussentijds het werkstuk laten koelen, kan de warmteïnbreng (voldoende) worden beperkt. Daar tegenover staat dan weer dat bij ruig werken de warmteïnbreng aanzienlijk zal toenemen. Dit betekent dus een verschil in de mate waarin bijvoorbeeld de microstructuur wordt beïnvloed.

Het zal uit bovenstaande duidelijk zijn dat de wijze van uitname op veel manieren de eigenschappen en daarmee de onderzoeksmogelijkheden kan beïnvloeden. Voor nadere informatie wordt verwezen naar SO 97-56 'Praktijkaanbevelingen Monsternametechniek'.

## 5 BEOORDELINGSASPECTEN VOOR MONSTERNAME EN MONSTERS.

Bij het opstellen van de beoordelingsaspecten van de monstername en de monsters moet ermee rekening gehouden worden dat deze beoordeling in het veld moet kunnen worden uitgevoerd. Dat betekent dus dat de monstername beoordeeld moet worden:

- met de beschikbare veldtechnieken,
- aan de hand van de kwaliteitscriteria uit tabel I (Hfdst 4.2) en
- rekeninghoudend met de beïnvloeding van de monsternamemateriaaleigenschappen (Hfdst. 4.3).

Wat betreft de kwaliteitscriteria, zijn die van de meest kritische/zwaarwegende onderzoekstechniek/lab.activiteit, zoals opgesteld in het (gewijzigde) **werkplan** maatgevend.

Het probleem bij het opstellen van de beoordelingsaspecten is:

dat een monster in het veld onvoldoende nauwkeurig is te beoordelen op zijn kwaliteit, vlak na de monstername.

Dit kan het beste worden geïllustreerd aan de hand van voorbeelden. Als voorbeelden wordt gekozen voor monstername voor onderzoek van de microstructuur en materiaalanalyse. Dit omdat dit twee van de meest voorkomende redenen zijn voor monstername.

### *Microstructuuronderzoek*

Als kwaliteitscriterium geldt:

**dat als gevolg van de monstername de microstructuur op geen enkele wijze mag veranderen.**

Ook TEM-onderzoek e.d. moet mogelijk blijven. Verder geldt dit criterium met name in het geval van arbitrage. Daarbij moet bedacht worden dat uiteindelijk elk schadeonderzoek kan uitmonden in een arbitrage zaak. Tot slot moet worden bedacht dat achteraf op geen enkele wijze met 100% zekerheid is vast te stellen of een microstructuur van een monster het gevolg is van de toepassing of de wijze van monstername. Hoogstens kan in die gevallen aan de hand van ervaring een afschatting van de beïnvloeding worden gemaakt, waaruit direct een aantal onzekerheden volgen.

Beoordelingsaspecten aan de hand waarvan **in het veld** een monster op zijn bruikbaarheid kan worden beoordeeld zijn:

- verkleuring aan het oppervlak:

deze is het gevolg van de vorming van dunne oxidelagen als gevolg van verhitting. Bij C-staal en RVS geven bepaalde kleuren informatie over de maximale temperatuur waaraan het materiaal is blootgesteld. Echter, in het geval van bijvoorbeeld aluminium geeft deze methode geen uitsluitsel, omdat bij aluminium geen verkleuring optreedt bij verhitting.

Verder geeft een eventuele verkleuring **geen** informatie over:

- de diepte van de warmtebeïnvloeding. Deze is sterk afhankelijk van de materiaalsoort/legering.
- de duur van de verhitting

Een andere manier om een indicatie van de bereikte temperatuur te krijgen is het gebruik van zgn. temperatuurkrijt. Er bestaat zgn omslagkrijt en krijt dat gaat smelten. Het temperatuurbereik waarbinnen dit krijt bruikbaar is ligt tussen ca. 100 en 800°C.

- hardheid:

Om aan de hand van de hardheid een beïnvloeding te kunnen bepalen, moet eerst de hardheid zijn bepaald voordat tot monsternamen wordt overgegaan. Waarbij bedacht moet worden dat een hardheidsmeting in het veld doorgaans al minder nauwkeurig is. En moet er rekening mee worden gehouden dat als gevolg van bijvoorbeeld een oververoudering dezelfde hardheid kan worden gemeten met een toch totaal veranderde structuur. Dus ook de structuur zal moeten worden vastgelegd alvorens tot monsternamen over te gaan. Tot slot kunnen structuurveranderingen zo subtiel zijn dat ze niet middels een hardheidsmeting tot uitdrukking komen. Daarnaast hoeven hardheidsveranderingen niet samen te gaan met lichtmicroscopisch waarneembare structuurveranderingen (denk bijvoorbeeld aan één fase legeringen als aluminium en austenitisch RVS).

Elektronenmicroscopisch (TEM) onderzoek laat dan wel structuurveranderingen zien.

- micro-structuur zelf:

Om veranderingen t.g.v. de monsternamen vast te kunnen stellen, moet de structuur eerst worden vastgelegd. Dit kan in het veld echter alleen:

- lichtmicroscopisch
- aan het oppervlak

Dit betekent dat dit dus slechts in beperkte mate mogelijk is, en niet geschikt is voor de beoordeling van monsters bedoeld voor elektronenmicroscopisch onderzoek (TEM).

Verder zijn zaken als bijvoorbeeld hardingsscheurtjes als gevolg van het uitnemen niet altijd met zekerheid te onderscheiden van hardingsscheurtjes als gevolg van een verkeerd uitgevoerde warmtebehandeling.

Uit het voorgaande moet worden afgeleid dat het vaststellen van de bruikbaarheid van een monster in het veld niet of nauwelijks mogelijk is, als ervan uitgegaan wordt dat er absoluut geen structuurveranderingen mogen optreden. Uiteraard is het zo dat met lichtmicroscopie het niveau waarop nog structuurveranderingen waarneembaar zijn, anders ligt dan met elektronenmicroscopie. Monsters waarvan verwacht wordt dat er slechts elektronenmicroscopisch waarneembare structuurveranderingen zijn opgetreden, zijn dus toch geschikt voor lichtmicroscopisch onderzoek. Kortom, als in het werkplan alleen sprake is van lichtmicroscopisch onderzoek, mag monsternamen geen beïnvloeding geven van de lichtmicroscopisch waarneembare structuur. Dit zal met name een rol spelen als het uitnemen van monster volgens de zwaarste eis (absoluut geen structuurveranderingen) te hoge kosten in verhouding tot het schadeonderzoek met zich meebrengt.

#### *Materiaalanalyse*

Als belangrijkste criteria gelden:

**er mag geen verandering in de chemische samenstelling zijn opgetreden in het te meten gebied, en de locatie moet representatief zijn.**

De chemische samenstelling kan bijvoorbeeld veranderen als gevolg van:

- opkoling/ontkoling
- oxidatie
- uitloging van elementen

Opkoling kan ook een gevolg zijn van de wijze van uitnemen (autogeen snijden). De locatie van de opkoling zal wel verschillen. Opkoling als gevolg van de toepassing zal aan het buitenoppervlak optreden, terwijl opkoling als gevolg van de monsternamen zich zal voordoen aan het snedevlak. Dit geldt ook voor oxidatie

In beide gevallen echter zal voor een materiaalanalyse (b.v. spectraal analyse of SEM-EDX) een niet-beïnvloed stuk materiaal moeten worden genomen.

Of en in welke mate de chemische samenstelling (aan het oppervlak) is veranderd is alleen in een doorsnede vast te stellen. Kortom het is beter om er zeker van te zijn dat de monstername geen veranderingen in de chemische samenstelling veroorzaakt (heeft).

Ander beoordelingsaspecten voor monster ten bate van materiaalanalyses zijn;

- grootte
- dikte

Deze zijn in het veld wel redelijk vast te stellen.

**Samenvattend:**

Het beoordelen van de monstername in het veld is afhankelijk van veel met elkaar samenhangende factoren en aspecten. Gelet op:

- kosten
- betrouwbaarheid/zekerheid en
- bruikbaarheid

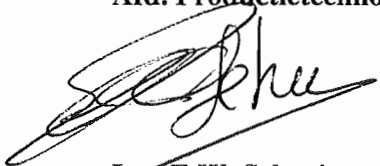
is het beter om ten alle tijde een zo goed mogelijk monster uit te nemen en daarbij te bedenken dat een 100% beoordeling op de kwaliteit **in het veld** in de meeste gevallen NIET praktisch uitvoerbaar is.

## 6 CONCLUSIES

Aan de hand van de bekende nauwkeurigheden en betrouwbaarheid van laboratoriumtechnieken, is het mogelijk de kwaliteitscriteria waaraan monsters moeten voldoen op te stellen. Voor een kwaliteitscontrole van de monsters in het veld zal men gebruik moeten maken van veldtechnieken. Dit leidt tot de volgende conclusies:

- Bij het opstellen van de beoordelingsaspecten is gebleken dat de onnauwkeurigheden en beperkingen van de beschikbare veldtechnieken het vrijwel onmogelijk maken met 100% zekerheid vast te stellen dat een monster aan de <sup>af</sup>stelde kwaliteitscriteria voldoet. De kwaliteitscriteria waaraan een monster moet voldoen kunnen slechts met globale beoordelingsaspecten worden beoordeeld (b.v.: wel/niet verkleurd).
- Bij de monsternamen is representativiteit van het grootste belang. Er zal dus altijd naar gestreefd moeten worden een 100% representatief monster uit te nemen, ook al zal dit meer kosten met zich meebrengen.
- De (laboratorium)-onderzoekstechniek, die de hoogste kwaliteitseisen aan het monster stelt, is maatgevend voor de kwaliteitscriteria waaraan het monster moet voldoen.

**TNO-INDUSTRIE**  
**Afd. Productietechnologie**



**Ing. E.W. Schuring**



**Ir H.A.M. van Stiphout**



## LITERATUUR

- [1] ASTM E3-80  
Standard methods of preparation of metallic specimens
- [2] VDI 3822 blatt 1  
Schadeanalyse; Grundlage, Begriffe und Definitionen Ablauf einer Schadensanalyse  
VDI-Gesellschaft Werkstofftechnik
- [3] BvM/PMP project 'Schade-analyse en schadepreventie, Technieken voor schade-onderzoek "in het veld".  
Resultaat deelproject 2, taak 2B "Middelen voor registratie  
rapport nr. PMP SO 95-17
- [4] BvM/PMP project 'Schade-analyse en schadepreventie, Technieken voor schade-onderzoek "in het veld".  
Eindrapportage van Deelproject 1: "Beoordelen en consolideren van toestand na schade".  
rapport nr. PMP SO 96-42
- [5] BvM/PMP project 'Schade-analyse en schadepreventie, Technieken voor schade-onderzoek "in het veld".  
Deelrapport van deelproject 2C: "Technieken voor identificatie van polymeren"  
rapport nr. PMP SO 96-27
- [6] G.W. Ehrenstein  
Kunststoffschadenanalyse, Methoden und Verfahren  
Carl Hanser Verlag, München Wien, 1992  
ISBN 3-446-17329-3
- [7] BvM/PMP project 'Schade-analyse en schadepreventie, Technieken voor schade-onderzoek "in het veld".  
Resultaat Taak 4A en 4B: "Beslissingstructuur"  
rapport nr. PMP SO 96-43.

- [8] BvM/PMP project 'Schade-analyse en schadepreventie, Technieken voor schade-onderzoek "in het veld"'.  
Deelrapport van deelproject 3A en B: "Evaluatie van resultaten in het veld"  
rapport nr. PMP SO 96-50.
- [9] BvM/PMP project 'Schade-analyse en schadepreventie, Technieken voor schade-onderzoek "in het veld"'.  
Resultaat Taak 3C: "Kwaliteitscriteria"  
rapport nr. PMP SO 96-53.
- [10] BvM/PMP project 'Schade-analyse en schadepreventie, Technieken voor schade-onderzoek "in het veld"'.  
Resultaat Taak 4D: "Praktijkaanbevelingen Monstername"  
rapport nr. PMP SO 97-56.
- [11] BvM/PMP project 'Schade-analyse en schadepreventie, Technieken voor schade-onderzoek "in het veld"'.  
Resultaat Taak 3F en 4E: "Algemene Richtlijn"  
rapport nr. PMP SO 97-60.