



Onderbouwing Schade-onderzoek

Technieken voor schade-analyse en fractografie

Rapport van deelproject IV

Procedures voor schade-onderzoek

contactgroep Fractografie

oktober 1991

PROCEDURES VOOR SCHADE-ONDERZOEK

DEELPROJECT IV VAN HET PROJECT
"ONDERBOUWING SCHADE-ONDERZOEK: TECHNIEKEN
VOOR SCHADE-ANALYSE EN FRACTOGRAFIE"

door

A. Oldersma en R.J.H Wanhill

Nationaal Lucht- en Ruimtevaartlaboratorium NLR

Amsterdam

Inhoudsopgave

1. Inleiding	1
2. Oriënterende fase	3
<u>2.1</u> In-situ inspectie	3
<u>2.2</u> Demonteren en veiligstellen van beschadigde onderdelen	3
<u>2.3</u> Verzamelen van informatie door de opdrachtgever	5
<u>2.4</u> Overleg en afspraken m.b.t het onderzoek	6
<u>2.5</u> Opstellen van een onderzoeksschema	8
<u>2.6</u> Verzamelen van informatie door de onderzoeker(s)	8
3. Het onderzoeksproces	10
<u>3.1</u> Inleiding	10
<u>3.2</u> Macroscopisch onderzoek	11
<u>3.2.1</u> Visueel onderzoek	11
<u>3.2.2</u> Schoonmaken	11
<u>3.2.3</u> Niet Destructief Onderzoek (NDO)	12
<u>3.3</u> Microscopisch onderzoek	14
<u>3.3.1</u> Optische microscoop	14
<u>3.3.2</u> Rasterelektronenmicroscoop	14
<u>3.3.3</u> Transmissie-elektronenmicroscoop	17
<u>3.4</u> Metallografisch onderzoek	19
<u>3.4.1</u> Het maken van metallografische preparaten	19
<u>3.4.2</u> Onderzoeksmethoden	22
<u>3.5</u> Overig onderzoek	23
4. Rapportage	25
figuren	27
Bijlage: Overzicht van het project "Onderbouwing schade-onderzoek"	33

1. Inleiding

Het deelproject IV, procedures schade-onderzoek, is een van de deelprojecten opgezet in het kader van het project "Onderbouwing schade-onderzoek; technieken voor schade-analyse en fractografie". Het deelproject IV richt zich op schade-onderzoek in de meest algemene zin.

*doel
deelproject*

Het doel van dit deelproject is tweeledig. Allereerst is het de bedoeling om te komen tot een aantal richtlijnen m.b.t. het systematisch voorbereiden, uitvoeren en afronden van schade-onderzoek. Ten tweede wordt een overzicht gegeven van de mogelijkheden op het gebied van schade-onderzoek. In dit overzicht zal ook de plaats van de overige deelprojecten worden aangegeven.

*schade-
onderzoek
en schade-
preventie*

Schade-onderzoek: omvat het geheel van werkzaamheden dat moet worden uitgevoerd om de oorzaak van het falen van een (werktuigbouwkundige) constructie te achterhalen. Dit kan tot doel hebben het oplossen van de schuldvraag in verband met kosten en garantie. Schade-onderzoek wordt eveneens uitgevoerd om het falen van constructies in de toekomst te kunnen voorkomen. Een hoofddoel van schade-onderzoek is dus **schade-preventie**. Hiermee wordt de veiligheid bevorderd en wordt tegelijk een belangrijke waarde toegekend aan de economische aspecten. Schade-onderzoek is dus een essentiële terugkoppeling naar ontwerp, fabricage, onderhoud en gebruik.

*primaire en
secundaire
schade*

Definities van schade: In het algemeen kan gesteld worden dat er sprake is van schade, als er iets niet naar behoren functioneert. Enkele vormen van schade zijn: breuk, corrosie, erosie, slijtage, vervorming, smeltverschijnselen, cavitatie. Schade kan in de praktijk worden ontdekt door een **incident** of **ongeval**, tijdens een voorgeschreven inspectie of min of meer toevallig. Hierbij moet men denken aan **primaire** schade, die een incident of ongeval kan veroorzaken, en **secundaire** schade. Secundaire schade is het gevolg van primaire schade.

Maar het is soms mogelijk dat schade, die in een bepaald geval secundair is, in een ander geval een incident of ongeval veroorzaakt; m.a.w. een secundaire schade voor één geval kan een primaire schade zijn voor een ander geval. Verder moet al in een zo vroeg mogelijk stadium de vraag gesteld (en zo mogelijk beantwoord) worden of het een eenmalige gebeurtenis of een te verwachten meer voorkomend probleem is en wat de gevolgschade kan zijn.

*onderzoeks-
fasen*

De afhandeling van schade-onderzoek kan in drie fasen verdeeld worden; een oriënterende fase, het uitvoeren van het onderzoek, en het afronden van het onderzoek. Een overzicht hiervan wordt getoond in figuur 1. In de oriënterende fase wordt informatie verzameld, vindt overleg plaats tussen opdrachtgever en onderzoeker(s), en worden voorbereidingen getroffen voor de onderzoeksfase. Deze oriënterende fase wordt in hoofdstuk 2 beschreven. De tweede fase heeft betrekking op het systematisch uitvoeren van schade-onderzoek. Deze onderzoeksfase wordt in hoofdstuk 3 beschreven. De laatste fase is het afronden van schade-onderzoek d.m.v. rapportage. Hoofdstuk 4 geeft een opsomming van de onderwerpen die aan de orde komen in een schade-onderzoeksrapport.

Hoewel volgens figuur 1 een vrij uitgebreid scala van activiteiten kan behoren tot schade-onderzoek, moet men bedenken dat er in de meeste gevallen geen uitgebreid schade-onderzoek zal plaatsvinden. Meestal zal volstaan worden met reparatie of vervanging. Dit hangt onder andere samen met de veiligheid, de economische aspecten en mogelijke juridische zaken (inclusief schadeclaims).

2. Oriënterende fase

2.1 In-situ inspectie

De inspectie ter plaatse vormt een belangrijke bron van informatie. Het betreft zowel inspectie van het beschadigde onderdeel als van de omgeving. Naast het *vaststellen* van uiterlijk waarneembare kenmerken zoals:

- vaststellen*
en
vastleggen
- plaats van het onderdeel in de constructie
 - schade-kenmerken zoals vervorming, beschadiging, corrosie etc. aanwezig op het onderdeel of in de omgeving
 - plaats en verdeling van evt. brokstukken
 - gevolgen van de schade
 - gevolgschade,

is ook van belang het *vastleggen* van de situatie, bij voorkeur m.b.v. foto's. Het kan zijn dat in een later stadium blijkt dat een overzicht van de situatie nog waardevolle informatie bevat. Indien de mogelijkheden aanwezig zijn kan bij de in-situ inspectie ook gebruik gemaakt worden van NDO technieken. De in-situ inspectie wordt in het algemeen uitgevoerd door de gebruiker, bij voorkeur in samenwerking met de onderzoeker(s), indien mogelijk.

NDO

2.2 Demonteren en veiligstellen van beschadigde onderdelen

Het primaire doel van het veiligstellen van beschadigde onderdelen is het voorkomen van verdere beschadiging of aantasting waardoor waardevolle informatie verloren zou kunnen gaan.

Het is dus zaak om onderdelen zo snel mogelijk na het ontstaan of ontdekken van de schade op de juiste wijze te beschermen en eventueel schoon te maken. Vooral bij breukvlakken kan door aantasting waardevolle informatie verloren gaan. Belangrijk is ook om beide breukvlakken veilig

te stellen, indien mogelijk. Op één breukhelpt kunnen kenmerken aanwezig zijn die op de tegenhelpt ontbreken of beschadigd zijn. Breukvlakken kunnen zowel mechanisch als chemisch beschadigd worden. Enige vorm van mechanische schade is vaak aanwezig, doordat beide breukhelpten tijdens het optreden van de breuk soms over elkaar wrijven. Daarnaast kan een breukvlak mechanisch beschadigd worden door:

*mechanische
schade*

- het in elkaar passen van twee breukhelpten; dus niet doen!
- gebeurtenissen na een schadegeval en tijdens verpakking, opslag en transport
- pogingen om het breukvlak te reinigen met behulp van mechanische hulpmiddelen, bijv. gritstralen.

Chemische aantasting van een breukvlak kan veroorzaakt worden door de omringende lucht, water, chemische reinigingsmiddelen en bijvoorbeeld door aanraking met de handen. Het is zaak om breukvlakken voorafgaand aan het laboratoriumonderzoek zorgvuldig tegen corrosie te beschermen. Soms is het voldoende de delen te bewaren in een zeer droge omgeving. Stalen breukvlakken echter moet men bij voorkeur afdekken met een waterverdrijvend middel.

*chemische
aantasting*

Als breukvlakken uit een corrosieve omgeving komen is goed spoelen met schoon water noodzakelijk om verdere aantasting te voorkomen, gevolgd door spoelen met alcohol of aceton en drogen met gefiltreerde perslucht of m.b.v. een föhn. Daarna moeten de breukvlakken in een zeer droge omgeving bewaard worden of bedekt worden met een goed oplosbare lak- of vetlaag. Deze laag mag natuurlijk het breukvlak niet aantasten. Bovendien kan het aanbrengen van een laag het eventuele onderzoek van aanwezige corrosieproducten bemoeilijken. N.B. Corrosie van breukvlakken kan ook plaatsvinden door het bezwijkmechanisme, zoals spanningscorrosie of corrosievermoeding.

*bescherming
van
breukvlakken*

In gevallen waarbij demontage niet mogelijk of niet voldoende is, kan het noodzakelijk zijn zaagsnedes te maken. Het is belangrijk de oorspronkelijke situatie en de plaats van de

verzagen

zaagsnedes goed vast te leggen, fotografisch of met behulp van tekeningen of schetsen. Bij het maken van zaagsnedes moet beschadiging of aantasting zoveel mogelijk vermeden worden. Bijvoorbeeld door het zorgvuldig kiezen van een geschikte plaats voor het maken van een zaagsnede en het gebruik van verfijnde zaag- en slijpparaatuur.

2.3 Verzamelen van informatie door de opdrachtgever

De opdrachtgever speelt een belangrijke rol in het verkrijgen van informatie. Het betreft hier:

- achtergrond informatie over het systeem of onderdeel zoals functie, type, registratienummers etc.
- informatie over het gebruik en de bedrijfscondities van het systeem/onderdeel
- informatie over het ontstaan of constateren van de schade en de geschiedenis na het optreden van de schade.

acties

opdrachtgever

Bijvoorbeeld bij het ontstaan van brand kunnen onderdelen beschadigd worden door oxidatie bij hoge temperaturen en door water of chemische blusmiddelen

- informatie verkregen uit de in-situ inspectie
- informatie over het ontwerp. Het gaat hierbij om ontwerpbelastingen, de constructie, het materiaal en de fabricage van het onderdeel.

Figuur 2 geeft een overzicht van bovenstaande punten.

In het algemeen beschikt de opdrachtgever niet over alle informatie maar bevindt zich, door contacten met gebruiker, leverancier of fabricant, in de beste positie om deze informatie te verzamelen.

De verzamelde gegevens vormen een basis bij het overleg met de onderzoeker(s). In het overleg tussen opdrachtgever en onderzoeker(s) zullen er ongetwijfeld nog onduidelijkheden of vragen naar boven komen, waarbij de opdrachtgever om aanvullende informatie gevraagd wordt.

2.4 Overleg en afspraken m.b.t. het onderzoek

*overleg
en
afspraken*

Het is van essentieel belang dat goede afspraken gemaakt worden tussen opdrachtgever en onderzoeker(s). Er zijn echter geen afspraken te maken zonder dat beide partijen in voldoende mate op de hoogte zijn van de schade. Er zal eerst overleg plaatsvinden waarbij de opdrachtgever uitleg van zaken geeft en de door hem verzamelde informatie naar voren brengt. Het maken van afspraken staat daarbij ook niet op zichzelf. Er zal altijd een wisselwerking zijn tussen het verkrijgen van informatie, uit gesprekken of (voor)onderzoek, het maken van initiële afspraken bij het starten van een onderzoek en het bijstellen van deze afspraken tijdens het onderzoek.

Om onduidelijkheden of onvolkomenheden te voorkomen is het belangrijk wederzijdse afspraken vast te leggen in besprekingsverslagen en deze ter verificatie aan de opdrachtgever te zenden. Uiteindelijke afspraken met betrekking tot punten van onderzoek, verslaggeving etc. zullen vastgelegd worden in een offerte.

*contact-
personen*

Voor een efficiënte communicatie tussen opdrachtgever en onderzoeker(s) is het van belang dat beide partijen een contactpersoon hebben. Aan de onderzoekskant zal dit in het algemeen de projectleider zijn. Deze zal niet alleen extern maar ook intern goed op de hoogte moeten zijn en blijven, en veelal aanwezig moeten zijn bij deelonderzoekingen waarbij gericht gezocht kan worden naar de oorzaak. Ook is het belangrijk dat de projectleider goed op de hoogte is van beperkingen in de onderzoeksmethoden en/of resultaten.

Veelal zullen er afspraken gemaakt kunnen worden nadat een inspectie van de schade heeft plaatsgevonden. Dit geldt voornamelijk afspraken met betrekking op het onderzoeksplan en het daarbij behorende tijdsplan en kostenplaatje. Deze drie aspecten zullen in de beginfase voor een groot deel gebaseerd worden op de ervaring van de schade-onderzoeker(s)

en de instemming van de opdrachtgever. Naarmate het onderzoek vordert zullen ze steeds vastere vorm aannemen.

*onderzoeks-
plan*

Het onderzoeksplan zal veelal in de loop van het onderzoek bijgesteld moeten worden, met de eventueel daarbij behorende consequenties voor het tijdsplan en de kosten. Juist in die gevallen waarbij blijkt dat van speciale apparatuur en/of speciale technieken gebruik gemaakt moet worden zal dit vaak extra kosten met zich mee brengen. Het is dus zaak om hierover tijdig en regelmatig contact te onderhouden en afspraken te maken.

afspraken

Er kunnen ook beperkingen opgelegd worden in verband met mogelijke schadeclaims. Dit kan problemen geven met het, soms noodzakelijke, verzagen van onderdelen voor microscopisch onderzoek en het maken van metallografische preparaten. Tevens moet duidelijk zijn wat met de onderzochte objecten moet gebeuren. Bijvoorbeeld:

*m.b.t.
schade-
onderdelen*

- Worden deze geretourneerd of bewaard door de onderzoeksinstelling?
- Hoelang dienen de onderzochte delen bewaard te blijven?
- Als niet alles van het schadegeval ter beschikking gesteld wordt, wat gebeurt er met de rest van de beschadigde constructie?
- Moeten essentiële onderdelen bewaard blijven voor de duur van het onderzoek, zodat hieruit geput kan worden voor nader onderzoek of inspectie?

rapportage

Besprekingspunten zijn verder: de vorm waarin de resultaten gepresenteerd worden en de status van het document. Afhankelijk van het belang, de grootte en de aard van het onderzoek kan het variëren van een brief met bevindingen tot een uitgebreid rapport. Tevens kan de verspreiding van de resultaten beperkt worden, variërend van dienstgeheim (restricted) tot zeer geheim (top secret). Ook is het mogelijk dat verslaggeving in een vreemde taal, bijvoorbeeld Engels, nodig is in verband met contact met derden.

*algemene
zaken*

Algemene zaken met betrekking tot aanbidding en uitvoering van opdrachten, geheimhouding, kennisbescherming, aansprakelijkheid e.d. liggen bij onderzoeksinstellingen in het algemeen al schriftelijk vast, in de vorm van leveringsvoorwaarden. Derhalve zal hier niet verder op ingegaan worden, behalve dat, indien het een onderzoek betreft dat intern word uitgevoerd, er veel zaken eenvoudiger en directer geregeld kunnen worden.

2.5 Opstellen van een onderzoeksschema

*onderzoeks-
schema's en
logic
networks*

Aan de hand van de ter beschikking gestelde informatie, de visuele inspectie en de gemaakte afspraken zal een plan gemaakt worden voor verder onderzoek. Na elke onderzoeksstap zal, afhankelijk van de resultaten, het onderzoeksschema bijgesteld worden. Hierbij dient vermeld te worden dat er bekende methodes zijn (zgn. Failure Analysis Logic Networks, FALN's) om de onderzoeksstappen in de juiste volgorde uit te voeren. Figuur 3 geeft een voorbeeld van een FALN. Het onderzoeksproces wordt hierbij in een stroomdiagram weergegeven. De bedoeling is om te voorkomen dat bewijsmateriaal wordt vernietigd voordat het -voor zover mogelijk- volledig onderzocht is. Naast deze 'conservatieve' uitvoering van het onderzoek is het ook van belang dat veranderingen door de manier van onderzoek of monsternamen zoveel mogelijk voorkomen moeten worden. Verder moet men rekening houden met negatieve deelresultaten. In hoofdstuk 3 worden de onderzoeksstappen in een logische volgorde behandeld.

2.6 Verzamelen van informatie door de onderzoeker(s)

Naast de opdrachtgever zal ook de onderzoeker(s) de literatuur raadplegen om gegevens te verkrijgen die kunnen bijdragen tot het achterhalen van de oorzaak. Hierbij valt te denken aan materiaaleigenschappen, bijvoorbeeld een slechte

lasbaarheid of gevoeligheid voor spanningscorrosie, schades bij vergelijkbare onderdelen of schades met vergelijkbare schade-kenmerken.

3. Het onderzoeksproces

3.1 Inleiding

Het uitvoeren van *gericht* schade-onderzoek vormt het zwaartepunt bij het afhandelen van een schadegeval. M.a.w. men moet voorkomen dat overbodige werkzaamheden, die kostenverhogend zijn, worden verricht. Dit lijkt vanzelfsprekend, maar is vaak moeilijk te beoordelen, vooral in de beginfase van het onderzoek.

*algemene
volgorde
onderzoeks-
proces*

De omvang en de gebruikte onderzoeksmethoden kunnen bij schade-onderzoek sterk variëren. Toch is een algemene lijn te onderkennen in volgorde van onderzoek. Het is gericht op het niet verloren laten gaan van belangrijke informatie. Het doel is in een bepaalde onderzoeksfase alle mogelijke informatie te verzamelen en vast te leggen voordat naar een volgende onderzoeksfase wordt overgegaan. In veel gevallen is er namelijk geen weg terug. Het houdt ook in dat men niet direkt te detailistisch te werk moet gaan. Het is beter om vanaf een overzichtsbeeld met steeds toenemende vergroting naar bepaalde details toe te werken.

De volgende stappen zijn te onderscheiden:

- macroscopisch onderzoek
- microscopisch onderzoek
- metallografisch onderzoek
- overig onderzoek.

Dit wil niet zeggen dat elke stap noodzakelijkerwijs wordt uitgevoerd.

Onderzoek aan breukvlakken wordt nader beschreven in de deelprojecten I en V, waarbij deelproject I breukvlakonderzoek en breukmechanismen in kunststoffen behandelt en deelproject V breukvlakonderzoek en breukmechanismen in metalen.

3.2 Macroscopisch onderzoek

3.2.1 Visueel onderzoek

in-situ
onderzoek Een globaal onderzoek van het onderdeel en de omgeving is uitgevoerd bij de in-situ inspectie. Verder zal bij het overleg tussen opdrachtgever en onderzoeker(s) en bij het opstellen van het onderzoeksschema het beschadigde deel al nader bekeken zijn. Een grondig visueel onderzoek is echter nodig voor het vaststellen van macroscopische kenmerken zoals:

- vervorming
- verkleuring
- beschadigingen
- vorm en mate van corrosie
- ontstane temperatuureffecten
- opgetreden slijtage, en

bij breuk:

- karakter van de breuk
- plaats waar de breuk is ontstaan
- scheurverloop.

laboratorium
onderzoek Hierbij wordt gebruik gemaakt van de in het laboratorium aanwezige hulpmiddelen, waarbij het gebruik van de stereoloupe onmisbaar is. Het is belangrijk de gevonden kenmerken goed vast te leggen, bij voorkeur met foto's.

eerst
niet
schoonmaken Er dient opgemerkt te worden dat de visuele inspectie in eerste instantie plaatsvindt *in de toestand waarin het onderdeel aangeleverd is*. Aanwezig vuil en verontreinigingen kunnen belangrijke informatie bevatten m.b.t. de oorzaak van de schade. Nadat het onderdeel schoongemaakt is, wordt het nogmaals geïnspecteerd, en de aanwezige kenmerken vastgelegd.

3.2.2 Schoonmaken

Mocht schoonmaken noodzakelijk zijn voor het schade-

onderzoek, is het belangrijk bepaalde details vóór het schoonmaken zorgvuldig fotografisch vast te leggen. Deze details kunnen later van essentieel belang zijn.

*schoonmaak
technieken*

Losliggend vuil kan eventueel verwijderd worden met behulp van een zachte kwast. Verder schoonmaken kan gebeuren door ultrasoon reinigen in een organisch oplosmiddel of met behulp van replicahars of -tape. Dit laatste gebeurt door het veelvuldig aanbrengen en verwijderen van replicahars of -tape. Bij verwijderen blijven verontreinigingen en losse oxide-deeltjes op de replica achter. Deze procedure wordt herhaald tot een schone replica wordt verkregen. Het voordeel van deze verwijderingsmethode is dat verwijderde deeltjes beschikbaar blijven voor eventueel nader onderzoek.

3.2.3 Niet Destructief Onderzoek (NDO)

NDO wordt niet alleen gebruikt voor het vaststellen van de omvang van de schade, bijvoorbeeld aanwezigheid van secundaire scheuren of delaminaties in composietmateriaal, maar kan ook gebruikt worden ter controle van bepaalde materiaal- en produktkenmerken.

*NDO
methodes*

De meest gebruikte NDO methodes zijn:

- visueel onderzoek
- penetrant onderzoek
- magnetisch onderzoek
- wervelstroom onderzoek
- ultrasoon onderzoek
- radiografisch onderzoek.

Iedere methode heeft zijn specifieke mogelijkheden en beperkingen. De meeste methodes zijn beperkt tot het opsporen van fouten aan of bij het oppervlak. Ultrasoon en radiografisch onderzoek bieden echter de mogelijkheid inwendige fouten op te sporen.

Voor materiaal- en produktcontrole wordt voornamelijk wervelstroom en ultrasoon onderzoek gebruikt. Het gaat

hierbij om wand- en laagdiktemetingen, structuurbepaling en het achterhalen van bepaalde materiaaleigenschappen.

*replica's
als
NDO*

Ook het gebruik van replica's kan als NDO methode aangemerkt worden. Indien deling van een onderdeel, noodzakelijk voor verder onderzoek, niet mogelijk is vanwege b.v. schadeclaims, of demontage problemen geeft, dan kan gebruik gemaakt worden van replica's. De replicatechniek is noodzakelijk voor onderzoek met de transmissie-elektronenmicroscop (TEM), maar kan ook gebruikt worden voor onderzoek met de optische microscoop en de rasterelektronenmicroscop (SEM). De procedure voor het vervaardigen van replica's voor onderzoek m.b.v. de optische microscoop en de SEM komt overeen met het vervaardigen van replica's voor TEM onderzoek. Bij de bespreking van het TEM onderzoek wordt nader ingegaan op het vervaardigen van replica's.

*hardheids-
metingen*

Belangrijk voor materiaalcontrole zijn ook de *hardheidsmetingen*. De schade die bij hardheidsmetingen aangebracht wordt is zo gering dat hardheidsmetingen vaak als NDO methode aangemerkt worden. Hardheidsmetingen zijn eenvoudig en snel uit te voeren en kunnen o.a. dienen ter controle van de warmtebehandeling door vergelijk met gespecificeerde hardheden of gebruikt worden voor het schatten van de sterkte van staal.

Het is belangrijk de hardheidsmeting al in een vroeg stadium uit te voeren. Dit kan voorkomen dat (wellicht onnodig) tijdrovend en kostbaar (microscopisch) onderzoek wordt uitgevoerd.

magneet

Er resteert een heel eenvoudige NDO methode: namelijk het gebruik van een magneet om te constateren of het materiaal wel of niet een ongelegeerd of laaggelegeerd staal is of gietijzer.

3.3 Microscopisch onderzoek

Bij onderzoek met hogere vergrotingen kan gebruik gemaakt worden van een optische microscoop of van een elektronen-microscoop, raster- of transmissie-elektronenmicroscoop. Figuur 4 geeft een overzicht van de vergrotingsbereiken die met de verschillende instrumenten realiseerbaar zijn. Geen van de instrumenten vervangt een van de andere geheel.

3.3.1 Optische microscoop

bependingen van de optische microscoop voor breukvlak onderzoek

Voor onderzoek bij vergrotingen van ca. 50X tot maximaal 1500X kan gebruik gemaakt worden van de optische microscoop. Er zijn twee factoren die het gebruik van de optische microscoop beperken:

- de werkafstand (afstand van proefstuk tot lens) wordt kleiner naarmate een groter oplossend vermogen wordt gevraagd
- de scherptediepte wordt bij grotere vergrotingen erg klein.

Deze twee factoren veroorzaken vaak grote problemen bij het gebruik van de optische microscoop voor het onderzoeken van breukvlakken die in het algemeen ruw en onregelmatig van vorm zijn. De rol van de optische microscoop in de directe bestudering van breukvlakken is dan ook voor een groot deel overgenomen door de elektronenmicroscoop.

metallografie

De kleine werkafstand en het kleine scherptedieptebereik levert echter geen probleem op bij de bestudering van metallografische preparaten. Hiervoor is de optische microscoop nog steeds een onmisbaar hulpmiddel. Bij het behandelen van metallografisch onderzoek zal de optische microscoop nader besproken worden, zie punt 3.4.

3.3.2 Rasterelektronenmicroscoop

Het grote voordeel van de rasterelektronenmicroscoop

*voordelen
SEM voor
breukvlak-
onderzoek*

(Scanning Electron Microscope SEM) is het enorme vergrotingsbereik (ca. 10X tot 50.000X). Deze overlapt grotendeels het vergrotingsbereik van de lichtmicroscop en dat van de transmissie-elektronenmicroscop. De scherptediepte van de rasterelektronenmicroscop is door de kleine openingshoek van de elektronenoptische lenzen bijzonder groot. De beeldvorming is direct, de preparaten worden zelf onderzocht. Als analyse mogelijkheid heeft de rasterelektronenmicroscop de röntgen micro-analyse.

Op de plaats waar de elektronenbundel het preparaat treft worden door de botsende elektronen verschillende signalen opgewekt, zie figuur 5. De belangrijkste zijn de door elastische botsingen (elektron-elektron) teruggekaatste elektronen, en de secundaire elektronen en röntgenstraling, als gevolg van inelastische botsingen (elektron-kern).

beeldvorming

Het conventionele SEM-beeld wordt afgebeeld met secundaire electronen. Het voordeel van het kunnen onderscheiden van teruggekaatste en secundaire electronen ligt echter in het feit dat teruggekaatste elektronen informatie bevatten over de topografie en de samenstelling van het preparaat. De hoeveelheid elektronen dat door een proefstuk teruggekaast wordt neemt toe met het atoomgewicht van het materiaal ter plaatse. Bij schade-onderzoek kan het bijvoorbeeld gebruikt worden voor onderzoek van segregaties of van defecten in plateerlagen.

Micro-analyse apparatuur

*energie
dispersieve
analyse van
röntgen-
straling*

De meest gebruikte micro-analyse methode in combinatie met de SEM is de energie dispersieve analyse van röntgenstraling. Onder invloed van de primaire elektronenbundel wordt in het preparaat röntgenstraling van verschillende golflengte opgewekt, waarvan de energieniveaus karakteristiek zijn voor de aanwezige elementen. Deze röntgenstraling wordt met behulp van een speciale detector opgevangen en via een analysator worden de aanwezige elementen geïdentificeerd. Detectie is

mogelijk van elementen met elementnr.9 en hoger vanaf een concentratie van 0.1 %, en alle elementen kunnen gelijktijdig geanalyseerd worden. Bij schade-onderzoek kan het belangrijk zijn de chemische samenstelling van bepaalde bestanddelen te bepalen. Voorbeelden hiervan zijn:

- de vraag naar de samenstelling van insluitfels of korrelgrens-uitscheidingen
- het bepalen van een verloop in de chemische samenstelling; bijvoorbeeld ten gevolge van diffusie
- de oorzaak van een verkleuring op het breukvlak, bijvoorbeeld als gevolg van een inslag van één of ander onderdeel.

Effect van preparaat/microscoop geometrie

De geometrie van het preparaat, de elektron-optische as en de plaatsing van de detectoren beïnvloeden het verkrijgen van gegevens. Het preparaat kan verplaatst (x,y,z richting), gekanteld of gerooteerd worden. Voor analyse van röntgenstraling moet het preparaat zich op het niveau van de detector bevinden, omdat röntgenstralen een rechte baan volgen. Door het preparaat te kantelen richting de detector kan de hoeveelheid opgevangen electronen of straling vergroot worden, wat de kwaliteit van het beeld vergroot.

*optimaliseren
van beeld-
vorming en
metingen*

Vervaardigen van een preparaat

Ook hiervoor geldt dat een plan en een doelstelling voorhanden moet zijn. De belangrijkste eisen die aan een preparaat gesteld worden voor onderzoek in de SEM zijn dat het preparaat schoon, geleidend en klein genoeg moet zijn. Hierbij dient opgemerkt te worden dat sommige SEM's beschikken over een grote poort, die preparaten toestaat van enkele centimeters in omvang. Dit kan een belangrijke overweging zijn bij de aanschaf en gebruik van een SEM.

Mocht het toch noodzakelijk zijn om onderdelen te verzagen omdat ze te groot zijn voor onderzoek in de SEM, dan geldt

hier ook dat beschadiging of aantasting van het te onderzoeken oppervlak en/of structuurverandering door warmteïnbreng voorkomen moet worden. De plaats van elk preparaat moet goed vastgelegd worden.

schoon

Het is belangrijk dat het preparaat voldoende schoon is omdat het verdampen van bepaalde deeltjes of verontreinigingen invloed heeft op het vacuüm en daarmee op de kwaliteit van het beeld.

geleidend

Het is ook noodzakelijk dat het preparaat geleidend is. Bij niet geleidende preparaten wordt er een negatieve lading in het preparaat opgebouwd die de beeldvorming beïnvloedt. Het preparaat kan geleidend gemaakt worden door een coating aan te brengen. Goud en chroom coatings hebben de voorkeur als het gaat om het verkrijgen van een goed SEM beeld. Koolstof coatings worden gebruikt bij analyse van röntgenstraling omdat zij vrijwel doorlatend zijn voor röntgenstraling.

overzicht

Om bij het onderzoek de oriëntatie te behouden is het aan te bevelen een macrofoto of een goede schets te gebruiken waarop tevens de plaats van foto's en micro-analyses aangegeven kan worden. Als aan de hand van eerder gevonden kenmerken onderzoek op een bepaalde plaats wenselijk is, kan door het aanbrengen van merktekens de plaats eenvoudiger teruggevonden worden.

3.3.3 Transmissie-elektronen microscoop

beeldvorming

Voor de komst van de rasterelektronenmicroscoop werd voor de microfractografie gebruikt gemaakt van de transmissie-elektronenmicroscoop (TEM). Het gebruik van de TEM is tegenwoordig teruggebracht tot het bestuderen van zeer fijne details, die bij SEM onderzoek niet of onvoldoende waargenomen kunnen worden. Bijvoorbeeld bij het tellen van striations waarvan het SEM beeld onvoldoende is. In de TEM is het echter uitgesloten het oppervlak van een monster

rechtstreeks te bestuderen. Men is verplicht van het monster een zo getrouw mogelijke afdruk (replica) te maken, die in de microscoop kan worden gebracht. Deze replica moet dun genoeg zijn, zodat de elektronenstralen er zonder veel hinder doorheen kunnen dringen, maar zij moet tevens een waarheidsgetrouw en voldoende contrastrijk beeld vormen op een fluorescerend scherm. Het vergrotingsbereik van de TEM loopt van 1000X tot ca. 300.000X. Ook bij de TEM is de scherptediepte erg groot.

replica's Bij schade-onderzoek wordt in het algemeen de voorkeur gegeven aan tweestaps-replica's. Hierbij wordt eerst een plastic afdruk van het breukvlak gemaakt. Van deze afdruk wordt een koolstofreplica gemaakt. Deze heeft een voldoende hoge resolutie voor het gebruik bij schade-onderzoek en het grote voordeel dat het oorspronkelijke breukoppervlak niet beschadigd wordt. Hierdoor is het mogelijk meerdere replica's te maken. Figuur 6 toont schematisch de vervaardiging van een tweestaps-replica.

Het resultaat van het TEM onderzoek is afhankelijk van de kwaliteit van de replica. Breukvlakkenmerken worden geaccentueerd door het in een bepaalde richting opdampen van een metaal (zgn. "shadowing"). Of kenmerken wel of niet zichtbaar zijn is sterk afhankelijk van de richting van het schaduwen. Het is aan te bevelen de replica zo te oriënteren dat de schaduwrichting overeenkomt met de scheurgroeirichting. Als schaduw-veroorzakend metaal wordt vaak palladium of germanium gebruikt.

artifacts Kenmerken op de replica die zich niet bevinden op het oorspronkelijke breukoppervlak worden aangeduid als "artifacts". Deze kunnen het gevolg zijn van onvoldoende contact tussen breukoppervlak en plastic of van rekken, scheuren of schuren tijdens het verwijderen van het plastic van het breukoppervlak. Soms zijn de "artifacts" erg subtiel en moeilijk te herkennen; een tamelijk grote ervaring is vereist naast het raadplegen van de literatuur.

3.4 Metallografisch onderzoek

*het nut van
metallo-
grafisch
onderzoek*

Het uitvoeren van metallografisch onderzoek is een van de standaard methoden in schade-onderzoek. Het biedt de mogelijkheid om materiaalafwijkingen te vinden die ontstaan bij fabricage of het resultaat zijn van gebruik bij bepaalde bedrijfsomstandigheden of in bepaalde milieus die mogelijk de oorzaak van het bezwijken zijn. Er kan hierbij gedacht worden aan insluitels, segregaties, onjuiste warmtebehandeling, interkristallijne corrosie, plaatselijke vervormingen etc. Ook als er geen materiaalafwijkingen zijn, kan metallografisch onderzoek waardevolle informatie geven zoals dikte van coatings, korrelgrootte of warmte-beïnvloede zones, naast lassen, die mogelijk verband houdt met de schade-oorzaak.

procedures

In het metallografisch onderzoek zijn verschillende stappen te onderkennen:

- maken van metallografisch preparaten
 - selecteren en maken van doorsnedes
 - inbedden
 - schuren en polijsten
 - etsen
- onderzoek.

Het onderwerp 'metallografische technieken voor metalen' wordt nader uitgewerkt in deelproject III.

3.4.1 Het maken van metallografische preparaten

Selecteren en maken van doorsnedes

*doorsnedes
van
breukvlakken*

Bij het maken van doorsnedes zal altijd enige schade ontstaan. De schade die ontstaat is afhankelijk van het materiaal en de gebruikte apparatuur. Het kiezen van de geschikte apparatuur moet vervorming of structuurverandering door warmteïnbreng voorkomen.

De plaats van de doorsnedes is afhankelijk van de resultaten van eerder onderzoek. Hierbij is een doorsnede door het eventuele initiatiepunt van de schade standaard (na voldoende vastleggen van de breukkenmerken).

Inbedden van monsters

Alhoewel handzame preparaten zonder inbedden verder bewerkt kunnen worden en bepaalde preparaten ook mechanisch ingeklemd kunnen worden, is het gebruikelijk preparaten in te bedden in een kunsthars. In het bijzonder als het om kleine preparaten of preparaten met een ingewikkelde geometrie gaat, of bij gebruik van geautomatiseerde systemen voor schuren en polijsten die bepaalde preparaatafmetingen vereisen.

Bij de verschillende kunststoffen die gebruikt kunnen worden zijn zowel koud uithardende harsen als harsen die warmte en druk nodig hebben voor uitharden. De keuze van de hars is afhankelijk van verschillende factoren:

- | | |
|------------------|--|
| <i>kunsthars</i> | • tijd benodigd voor het uitharden |
| <i>als</i> | • benodigde druk |
| <i>inbed-</i> | • benodigde temperatuur |
| <i>materiaal</i> | • speciale wensen zoals; geleidend inbedmateriaal, bijvoorbeeld voor electrolytisch polijsten of SEM onderzoek; transparant inbedmateriaal |
| | • krimp van het inbedmateriaal |
| | • bescherming bieden tegen het afronden van preparaatranden |
| | • de toe te passen polijst- en etstechnieken en -materialen. |

De mate waarin het afvlakken van preparaatranden of breukvlakken plaatsvindt is afhankelijk van het inbedmateriaal. De meest effectieve methode om randen of breukvlakken te beschermen is het plateren van het breukvlak met bijvoorbeeld nikkel. Bovendien wordt hiermee het contrast tussen preparaat en inbedmateriaal vergroot.

Schuren en polijsten

*oppervlakken
zo krasvrij
mogelijk*

Het uiteindelijke doel van schuren en polijsten is tot een vlak en krasvrij oppervlak te komen. Elke stap heeft als doel het minimaliseren van mechanische oppervlakte schade die door de volgende stap verwijderd moet worden. Schade in de vorm van krassen en vervorming van de oppervlaktelaag zal na elke stap aanwezig blijven. Gepolijste oppervlakken kunnen in de optische microscoop schadevrij lijken maar in de SEM toch schade tonen, of na het etsen krassen vertonen. De schade wordt in dit laatste geval door het etsen vergroot of getoond in groter contrast.

*mechanisch-
chemisch
polijsten*

Om de schade te minimaliseren is er naast het mechanisch polijsten ook mechanisch-chemisch polijsten waarbij de polijstvloeistof chemisch reageert met het materiaal en de polijstdeeltjes de functie hebben de ontstane oppervlaktefilms te verwijderen en een snelle en uniforme oplossing van het oppervlak te bewerkstelligen.

*electro-
lytisch
polijsten*

Een speciale methode is het electrolytisch polijsten waarbij het proefstuk de anode vormt in een electrolytische cel.

Etsen

*contrast
verhoging*

Etsen heeft primair tot doel om met de optische microscoop een beeld te verkrijgen van de microstructuur van een materiaal. In de gepolijste conditie kunnen scheuren, porositeiten, putten en insluitsels gevonden worden. Etsen geeft een beeld van korrelvorm en -grootte en maakt identificatie van fasen mogelijk. Om de microstructuur zichtbaar te maken moet het contrast aanzienlijk worden verhoogd. Dit gebeurt meestal door chemische of electrochemische etstechnieken die het preparaatcontrast verbeteren door reliëf in de oppervlaktestructuur van het preparaat te brengen of door gekleurde reactieproducten die neerslaan op bepaalde deeltjes of fasen.

3.4.2 Onderzoeksmethoden

Optische microscoop

Onderzoek van metallografische preparaten gebeurt in het algemeen met de optische (metaal)microscoop. Preparaten worden zowel voor als na het etsen bekeken waarbij volgens het algemene principe met een kleine vergroting begonnen wordt.

*helder veld
belichting*

*micro-
hardheids-
metingen*

Bij het onderzoek zijn verschillende belichtingstechnieken mogelijk waarbij de bright-field (helder veld)belichting de meest gangbare is. Belangrijk voor schade-onderzoek in combinatie met de optische microscoop is de mogelijkheid van *micro-hardheids* meting waarbij de mate van indrukking (van een bepaalde vorm en massa) informatie geeft over de locale hardheid.

SEM onderzoek

*hoge
vergroting*

Bij schade-onderzoek is het gebruik van de SEM bij metallografisch onderzoek beperkt. Het gaat voornamelijk om onderzoek bij hogere vergroting en het analyseren van bepaalde deeltjes (insluitels) met behulp van het EDX systeem.

*maatregelen:
schoon en
geleidend*

Voor onderzoek in de SEM zijn een aantal, al eerder besproken (punt 3.3.2), maatregelen nodig met betrekking tot het schoon en geleidend zijn van het preparaat. Het geleidend maken gebeurt door het aanbrengen van een coating die gekozen wordt in overeenstemming met het doel van het onderzoek.

Kwantitatieve metallografie

Kwantitatieve metallografie heeft tot doel meting in het twee-dimensionale vlak van de doorsnede te relateren aan drie-dimensionale kenmerken in de microstructuur. Het biedt de mogelijkheid de microstructuur kwantitatief te

specificeren en te controleren.

geen
standaard
procedure
bij schade-
onderzoek

Kwantitatieve metallografie is geen standaard procedure bij het uitvoeren van schade-onderzoek. Het kan gebruikt worden om gevonden afwijkingen zoals bijvoorbeeld korrelgrootte of verdeling van deeltjes kwantitatief vast te leggen.

In deelproject II wordt nader ingegaan op het onderwerp 'kwantitatieve metallografie'.

3.5 Overig onderzoek

Aanvullend onderzoek wordt gebruikt om meer gegevens te verkrijgen over samenstelling van het materiaal, optredende belastingen, gedrag onder fabricage/bedrijfsomstandigheden etc.

chemische
analyse

Veel gebruikt, en vaak als standaard methode toegepast, is de *chemische analyse*. Deze wordt toegepast om te verifiëren of het materiaal inderdaad het gespecificeerde materiaal is. In slechts een klein deel van de schade-gevallen kan het gebruik van materiaal dat niet voldoet aan de materiaalspecificatie als directe oorzaak van een schadegeval aangemerkt worden. Een schade-onderzoek kan dan ook zelden volstaan met enkel een chemische analyse.

hardheid,
mechanische
proeven

Hardheidsmetingen, als eenvoudige *mechanische beproeving*, worden al in het begin van het onderzoeksproces uitgevoerd zie punt 3.2.3. Er kan aanleiding zijn (onderzoeksresultaten of een vraag van de opdrachtgever) voor het uitvoeren van andere mechanische beproevingen, bijvoorbeeld trekproeven, kerfslagproeven e.d., om te bevestigen dat het materiaal voldoet aan de specificaties. Het is hiervoor noodzakelijk dat er voldoende materiaal beschikbaar is voor de fabricage van (standaard)proefstukken. Het gevonden materiaalgedrag is echter moeilijk of niet te vertalen naar het gedrag van een grotere constructie of het gedrag bij bedrijfsomstandigheden.

De beproevingen kunnen in het algemeen parallel plaatsvinden met andere onderzoeken.

Voorbeelden van onderzoeken die kunnen plaatsvinden naast het 'algemene' onderzoek zijn:

- lasbaarheidsonderzoek
- corrosieonderzoek
- sterkteberekeningen
- spanningsanalysen en breukmechanica.

4. Rapportage

In afspraken met de opdrachtgever is reeds de aard en status van het onderzoeksrapport vastgelegd. Onafhankelijk van de vorm en de omvang zal het rapport een aantal onderdelen bevatten. Dit zijn standaard onderdelen die in het algemeen in elk technisch rapport voorkomen. De opbouw van het rapport is als volgt:

- titelpagina
- samenvatting, waarin ook de conclusies en aanbevelingen
- inhoudsopgave
- inleiding; de inleiding vormt de sleutel tot het rapport.

Er zijn drie hoofdlijnen in te herkennen:

1• *nadere informatie over het onderwerp*

Een deel van de informatie, verzameld in de oriënterende fase, wordt hier gepresenteerd. Het betreft algemene informatie zoals; gebruiker, registratienr.'s, datum van optreden/constateren van de schade etc. en informatie om het probleem te schetsen; positie van het onderdeel, materiaal etc.

2• *beschrijving van het doel van het rapport*

3• *beschrijving van de opbouw van de tekst*

Op deze plaats wordt de grote lijn van het rapport duidelijk gemaakt.

- verslaggeving van het onderzoek; hierin wordt de werkwijze en uitvoering van het onderzoek besproken. Aan de orde komen; onderzoeksmethode, gebruikte apparatuur en beperkingen van methode en/of apparatuur.
- onderzoeksresultaten met eventuele beperkingen of betrouwbaarheid
- discussie; hier komen de bevindingen aan de orde die leiden tot de conclusies
- conclusies
- aanbevelingen voor inspectie of ter voorkoming van herhaling van deze schade in vergelijkbare constructies en componenten
- referenties

- tabellen en figuren
- bijlagen

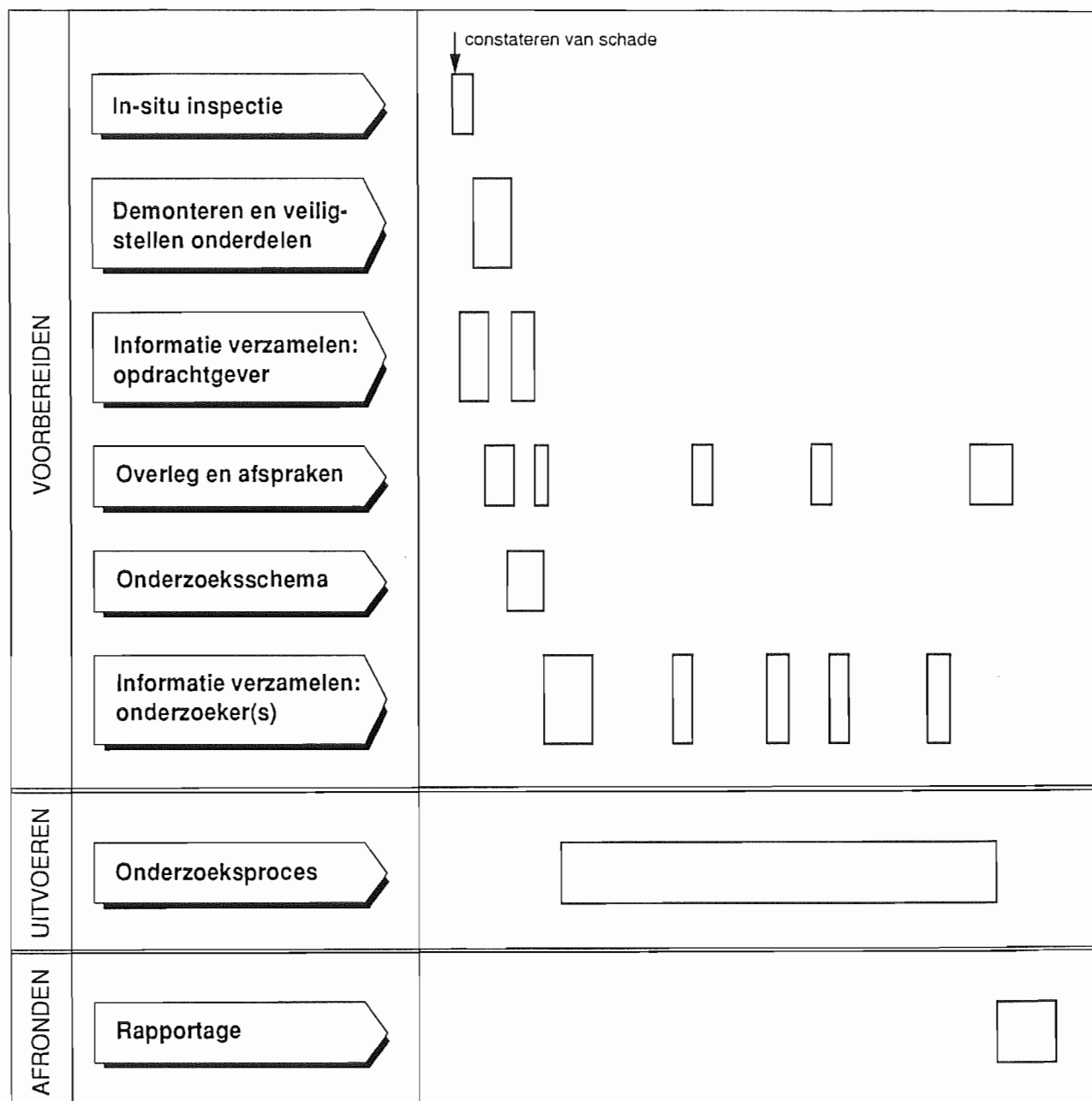


Fig. 1 Overzicht van de algemene procedures bij schade-onderzoek

SYSTEEM	<ul style="list-style-type: none"> ● Functie ● Constructie/positie onderdeel ● Gebruiker ● Registratienummer ● Type
ONDERDEEL	<ul style="list-style-type: none"> ● Ontwerp ● Produkt <ul style="list-style-type: none"> ● Belastingen <ul style="list-style-type: none"> ● Mechanisch ● Thermisch ● Chemisch ● Constructie ● Materiaal ● Fabricage <ul style="list-style-type: none"> ● Bewerkingen ● Assemblage ● Warmtebehandeling ● Oppervlaktebehandeling ● Onderhoud <ul style="list-style-type: none"> ● Gebruiksuren ● Schadeverleden ● Reparaties ● Modificaties
SCHADE	<ul style="list-style-type: none"> ● Tijd en plaats van optreden/constateren ● Getuigenverklaringen ● Geschiedenis vanaf het optreden van de schade ● Gevolgschade
LITERATUUR	<ul style="list-style-type: none"> ● Materiaaleigenschappen ● Schade bij vergelijkbare onderdelen ● Vergelijkbare schadekenmerken

Fig. 2 Het verzamelen van informatie in de oriënterende fase

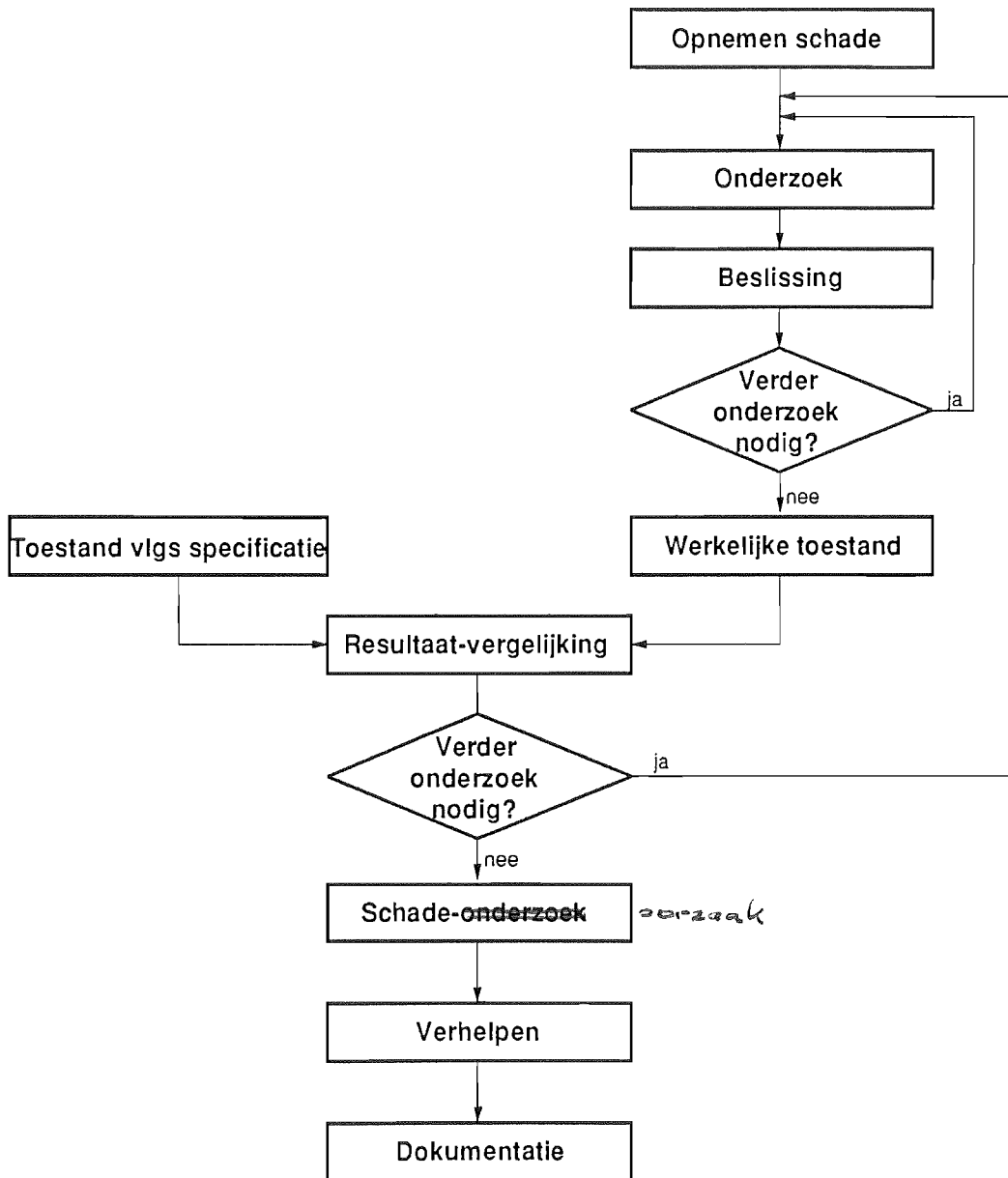


Fig. 3 FALN schade-onderzoek

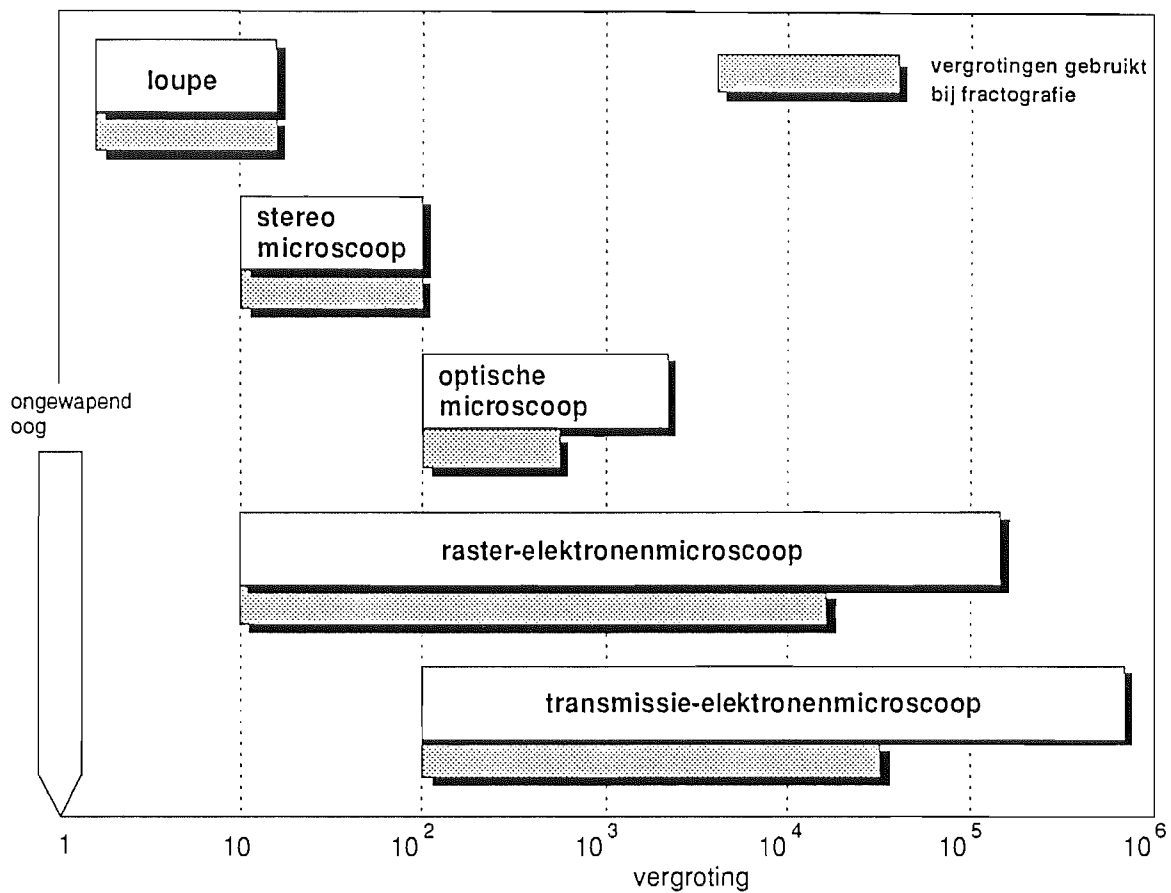


Fig. 4 Overzicht van vergrotingsbereiken van de verschillende instrumenten

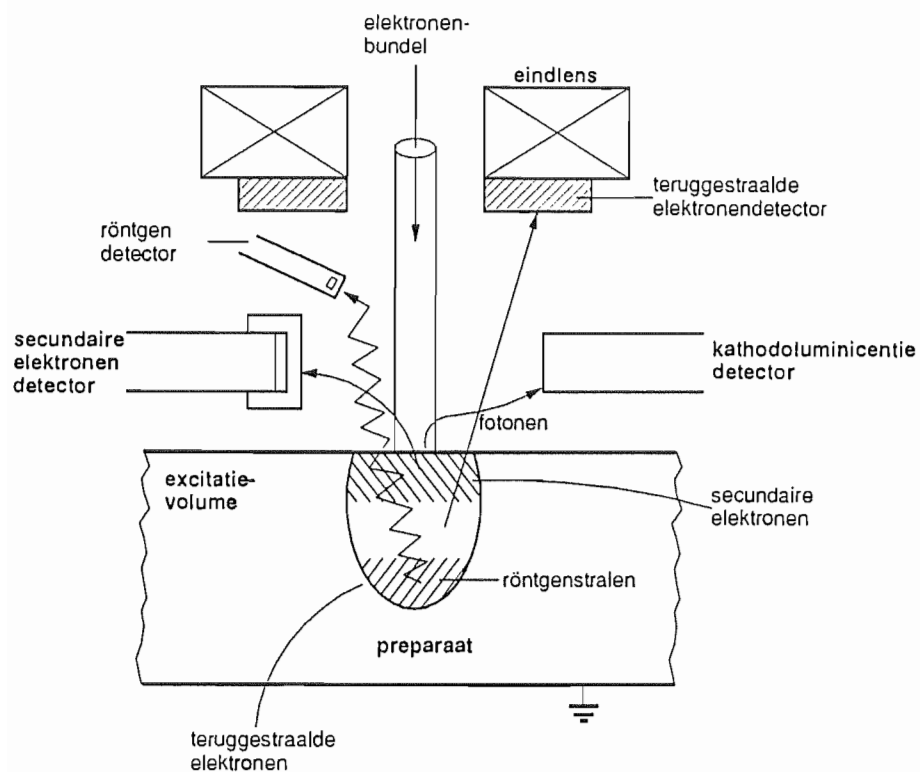


Fig. 5 Oorsprong en detectie van gebruikte signalen

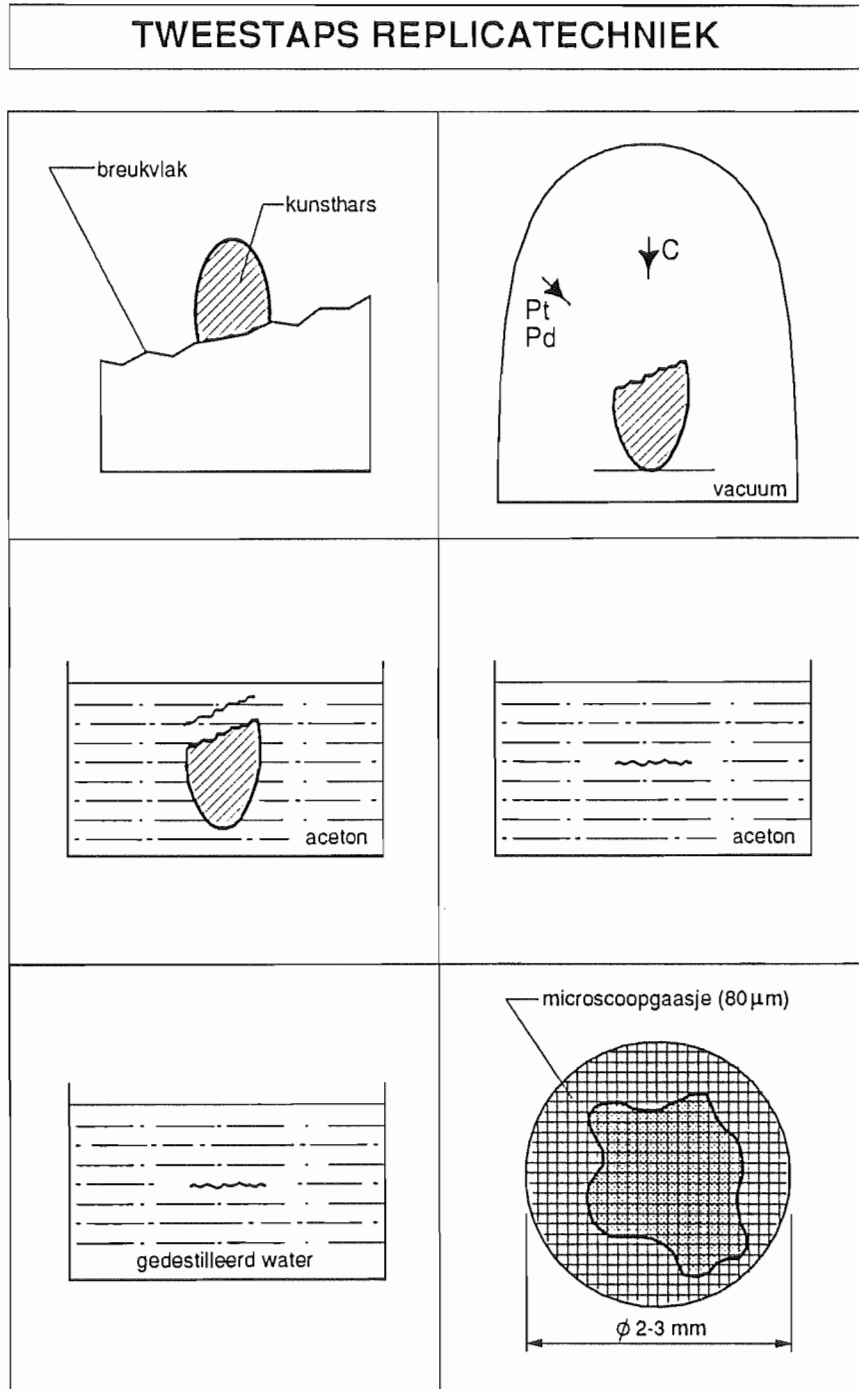


Fig. 6 Schematische weergave van de vervaardiging van een tweestaps-replica

BIJLAGE: Overzicht van het project "Onderbouwing schade-onderzoek"

Het deelproject IV, 'Procedures voor schade-onderzoek', dient als basis en raamwerk voor de overige deelprojecten. De (voorlopige) programma's voor de deelprojecten zien er als volgt uit:

breuk in kunststoffen Deelproject I: Breukvlakonderzoek en breukmechanismen van kunststoffen.

- Breukmechanismen van kunststofmaterialen
- Topografische fenomenen die zich voordoen tijdens breukvlakanalyse.

kwantitatieve metallografie Deelproject II: Kwantitatieve metallografie.

- Vooronderzoek:
Theorie en historie, point counting, inventarisatie
- (Semi-) automatische beeldanalyse:
Bepaling van volumefractie, oriëntatie en aspect-ratio met de bij de deelnemers in gebruik zijnde apparatuur.
Kwantitatieve fractografie.
- Opstellen van werkvoorschriften:
Preparaatvoorbereiding, etstechnieken voor optimaal contrast, beeldbewerkingen.

metallografische technieken Deelproject III: Metallografische technieken voor metalen.

- Visueel onderzoek/informatieverzameling
- Macroscopisch onderzoek
- NDO - replica's
- Monsternamen
- Inbedtechnieken
- Schuur- en polijsttechnieken
- Etstechnieken
- Microscopische technieken
- SEM onderzoek.

Deelproject V: Breukvlakonderzoek en breukmechanismen van metalen.

- breuk in metalen*
- Herkenning van breukvlakken
 - Relatie breukvlak, breukproces
 - Herkenning van beschadigingen van een breukvlak
 - Herkenning, identificatie van neerslagen en corrosieproducten
 - Reinigingstechnieken.

'witte vlekken'

De verschillende deelprojecten vullen het raamwerk niet geheel op. Als reactie op het concept 'Procedures voor schade-onderzoek' werden reeds de volgende 'witte vlekken' aangegeven:

Veiligstellen van beschadigde onderdelen, met name breukvlakken:

- veiligstellen schades*
- Beschermen van breukvlakken van zowel metalen (ferro en non-ferro) als kunststoffen
 - voor- en nadelen van beschermende coatings en het gebruik hiervan (aanbrengen en verwijderen)
 - overzicht van beschermende middelen
 - beperkingen in verband met onderzoek (bijv. onderzoek corrosieproducten)
 - gebruik van vacuïtainers, desiccators.

Schoonmaken van onderdelen:

- schoonmaken*
- schoonmaaktechnieken en -materialen voor metalen en kunststoffen
 - technieken voor het verwijderen van corrosie.

- analyse en beproevingsmethoden*
- Chemische analyse en mechanische beproeving:
- overzicht van analysemethoden met voor- en nadelen
 - overzicht van mechanische beproevingsmethoden en hun beperkingen.

Micro-analyse:

- invloed van de topografie op de micro-analyse

- micro-analyse*
- mogelijkheden en beperkingen van micro-analyse systemen
 - vervaardigen van preparaten, met betrekking tot geleidbaarheid (aanbrengen van coatings) en het schoonmaken
 - invloed van versnelspanning en atoomgewicht.

