



Struers A/S
Valhøjs Allé 176
DK-2610 Rødovre/Copenhagen
Denmark

Telephone +45 36 70 80 90
Telex 19625 strur dk
Telefax +45 314165 44
Postal cheque account 8 69 43 70
Bankers: Unibank A/S
Reg.No. 55730

12. november 1992

Materialografiske undersøgelser af revnedannelser

udfærdiget af

**Anders Aakerlund
Struers Tech A/S**

i forbindelse med **Vintermøde 1993 i Dansk Metallurgisk Selskab**

Abstract to:

Materialographic examination of cracks

Based on the examination of cracks, the materialographic examination of 3 types of materials (steel, ceramics, coatings) is performed.

The examination will include the following parts:

- Objective of examination.
- Requirements to the result.
- Sample taking/cutting.
- Mounting.
- Grinding.
- Polishing.

We will conclude with a series of slides showing a number of cases stories about cracks formation.

AKL1

"Materialografiske undersøgelser af revnedannelser."

Det er min hensigt først kort at redegøre for formålet med materialografisk undersøgelse, og i den forbindelse de krav, der stilles til de undersøgelser, der bliver foretaget ved brud og revnedannelser, for derefter at lægge hovedvægten på de procedurer og de forholdsregler, der indgår i den aktuelle undersøgelse.

Til at illustrere dette har jeg valgt tre materialetyper med flg. anvendelseseksempler:

Stål illustreret ved stål anvendt i et korrosivt miljø. Hårdhed: 250 HV

Keramik belyst ved Al_2O_3 . Hårdhed: 1500 HV.

Coatings nærmere bestemt plasma spray coating. Hårdhed: grundmateriale (stål): 500 HV, coating: 1700 HV.

Baggrunden for at vælge disse tre materialetyper/anvendelsesområder er, at der for hver enkelt eksempel er tale om specielle krav og særlige forholdsregler ved den materialografiske undersøgelse.

Formål med materialografisk undersøgelse og krav til resultat

Overordnet kan der anføres tre hovedårsager til materialografisk undersøgelse af revnedannelse.

- * Forskningsbaseret formål, hvor ønsket kan være en forklaring på et endnu ukendt fænomen, en undersøgelse af et nyt materiale, materiale type med videre.
- * Produktudviklingsformål, hvor en ny konstruktion afprøves, eller
- * Havariundersøgelse, hvor det drejer sig om:
 - At få fundet den eller de grunde, der har forårsaget havariet,
 - At få anført havaritidspunkt,
 - At få placeret ansvar eller skyld.

Jeg har valgt at koncentrere mig om sidstnævnte punkt nemlig havariundersøgelsen, da det er her, man kan indhente flest oplysninger om et materiale eller produkts "livsbane".

For at kunne finde årsag, tidspunkt og/eller placere ansvar/skyld for den opståede revnedannelse i forbindelse med en havariundersøgelse, er det nødvendigt at se nærmere på revnedannelsens form/type, det vil sige, hvorvidt det drejer sig om et sprødt eller sejt brud, og at få konstateret, hvor i materialets eller produktets "livscyklus" bruddet er opstået. Med produktets livscyklus menes de faser, hvori man kan dele produktets tilblivelse og anvendelse op i. For de valgte materialeeksempler vil det kunne dreje sig om flg. faser:

- * Planlægning og konstruktion, herunder følgende brudårsager:
 - Fejldimensionering
 - Forkert materialevalg
- * Smeltning, støbning og udhærdning af råmaterialet, hvor revnedannelse kan være forårsaget af:
 - Porer, porøsiteter
- * Varmebehandling og formgivning, med revnedannelse fra en:
 - Introduktion af spændinger under sintring
 - Introduktion af spændinger ved rulning, valsning etc.
- * Overfladebehandling af materialet, med brud fra:
 - Rensning og/eller bejdsning af materialet
- * Almindelig brug af produktet, hvor revner kan være opstået gennem:
 - Slid
 - Fejlbetjening

Af analysemetoder egnede til revner og brud kan nævnes SEM og optisk mikroskopi. Der vil i det følgende blive taget udgangspunkt i, at alle resultater skal undersøges under optisk mikroskop med en forstørrelsesgrad på op til 1200 gange.

Med udgangspunkt i denne type undersøgelse på de nævnte materialeeksempler, vil kravene til prøvepræparationsresultatet være en overflade, hvor der under selve præparationen forud for mikroskop undersøgelsen ikke er introduceret:

- * deformationer og ridser
- * indtrykte fremmede partikler
- * termisk eller kemisk beskadigelse
- * spalter og revner
- * porøsitet.

samt at overfladen er fri for:

- * relief eller kantafrundning

- * udtværing
- * udrivninger

For at imødekomme disse krav er der visse informationer om materialet (egenskaber, konstruktion, behandling og anvendelse), der er nødvendige at kende for at kunne definere de forholdsregler, der skal tages gennem hele den materialografiske proces, der som bekendt omfatter såvel skæring og indstøbning som slibning og polering.

Prøveudtagning/skæring

Generelt for prøveudtagning gælder at størrelse og type af emne afgør om skæring er påkrævet. Et valg mellem NDT eller DT vil foregå her. Her er forudsætningen DT (destructive testing). Det er altafgørende, at snittet er repræsentativt, det vil sige det definerer de oplysninger, der er nødvendige for undersøgelsen.

Under specielle forhold vil det for alle de tre valgte materialetyper være en fordel at området omkring revnen indstøbes, før man foretager den sidste skæring tæt på revnestedet. En sådan præimprægnering vil, hvis den foregår under vakuum (i Struers Epovac) sikre, at så mange oplysninger om brudet som muligt bevares. Disse oplysninger kan for eksempel være:

- * Korrosionsprodukter
 - Bruttidspunkt
 - Brudårsag
- * Partikler og andre fremmedlegemer
 - Bruttidspunkt
 - Brudårsag.

Derudover er det vigtigt at der under skæringen ikke påføres prøven skader, der kan lede til misfortolkning af det færdige resultat. Disse skader kan være:

1. Termisk deformation
 - Opvarmning af skæreflader som følge af forkert skæreskive eller manglende køling.
2. Udrevninger eller revner
 - Manglende understøtning under skæring

- Forkert skæreskive
- For hurtig fremføring af skæreskive mod emne.

Indstøbning

Hvornår er det nødvendigt at indstøbe emnet og hvilket formål tjener indstøbning ?

Prøven bør indstøbes i følgende situationer:

1. Når prøven indeholder kritiske revner og spalter. Dette gælder for både rustfrit stål, keramik og coatings. Ved at støbe prøven ind med en resin indeholdende et fluorescensstof (Struers Epofix med Epodye) vil det være muligt under senere mikroskopi at afgøre om disse revner og spalter har siddet i prøven hele tiden eller er påført prøven under slibningen og poleringen.
2. Når materialet i kraft af sin naturlige porøsitet vil kunne give problemer under den senere slibning og polering. For eksempel er det nødvendigt at keramik indstøbes (under vakuum), således at man opnår en massiv blok. Kun på den måde er det muligt at få et sandt billede af keramikens porøsitet.
3. Når man ønsker en god kantskarphed samt i tilfælde hvor man ønsker at beskytte et eller flere lag på prøven. Dette gør sig gældende for coatings, hvor kritiske parametre som lagtykkelse, vedhæftning etc. er nøgleoplysninger i opklaringen af årsager til revnedannelsen.

Slibning og polering

Der er her tale om en mekanisk aftagning af materiale fra prøveoverfladen ved at man lader prøven (fastspændt i en holder) rotere ovenpå en skive belagt med et egnet slibe- eller polermiddel.

Slibeprocessen har til formål at fjerne beskadiget og deformeret overflademateriale således, at man opnår en plan overflade med minimal beskadigelse. Polerprocessen har til opgave at fjerne de beskadigelser der er opstået under slibeprocessen.

Til planslibning kan der anvendes forskellige slibemidler afhængigt af prøvens hårdhed:

- * SiC papir vil kunne anvendes til blødere materialer, heriblandt rustfrit stål.
- * Diamanter diamantbelagt skive (Struers Diadiscs eller Diamantslibe)

skiver). Disse er egnet til hådere materialer så som keramer og coatings.

Prøven vil her blive kølet med vand.

Til finslibning anvendes idag mere og mere et special udviklet finslibe-underlag, der består af et hårdt klæde, et klæde med lav elasticitet/smidighed:

* Struers DP-Plan, DP-Pan eller DP-Dur. Disse klæder tilføres diamanter med større kornstørrelser samt en lubrikant for at køle prøven under den varmeudvikling

* Diamant Ved polering anvendes diamant som polermiddel; dette middel er valgt på grund af dets gode skæreegenskaber.

Under poleringen opstår der en kraftig varmeudvikling; for ikke at skade prøven køles med en lubrikant (Struers blå eller rød lubrikant). Struers blå lubrikant har lav viskositet, giver høj materialeaftagning og anvendes til de første slibe- og polertrin. Den røde lubrikant har højere viskositet og anvendes til slutpolering.

Under slibningen og poleringen skal man være ekstra opmærksom på at man ikke introducerer fejl der kan give anledning til fejlfortolkning af den færdige prøve. Disse fejl vil kunne være:

- * Deformation af overfladen. Dette kan optræde på alle de tre typer materialer og vil oftest skyldes at der ikke er kørt længe nok på det sidste trin i præparationen eller at et af de anvendte polerklæder har været forurenet med større partikler. Faren ved denne fejl består i, at de dybere deformationer kun kan ses efter at prøveoverfladen er blevet ætset.
- * Indtrykte korn. Disse korn kan være SiC partikler fra papiret eller diamanter fra klæderne som indtrykkes i den relativt seje rustfrie stål. Årsagerne til disse indtrykte korn kan enten være et for højt tryk på prøven eller at der anvendes et polerklæde med for lav elasticitet. Indtrykte korn vil give et forkert billede af materialets struktur.
- * Udrivninger af hårde partikler. Dette vil kunne forekomme både i keramer og på coatings, hvor disse partikler vil kunne rive sig løs. Der kan være flere grunde til at dette sker; hvis der anvendes for grove slibe- og polermidler ved et for højt tryk vil dette kunne få disse kritiske partikler ud. Derudover vil anvendelse af et langluvet

polerklæde kunne forårsage at partikler rives ud af grundmateriale. Udrevninger vil kunne give anledning til fejlfortolkning, idet man ikke kan være sikker på hvad de udrevne partikler har bestået af.

- * Ændring af prøvens naturlige porøsitet. Dette kan forekomme i keramer og coatings, hvor de tidlige trin i slibningen kan forværre prøvens naturlige porøsitet. Ved at observere prøven hver 2. min og først gå videre til næste trin i præparationen, når der ikke sker flere ændringer er det muligt at fjerne denne kilde til fejlfortolkning.
- * Udtværing af dele af prøveoverfladen. Dette vil kunne forekomme på rustfrit stål samt på coatings, hvor materialet bliver skubbet hen over overfladen istedet for at blive fjernet. Denne fejl skyldes at der anvendes et polerklæde med for høj elasticitet evt. i kombination med for lidt dosering af lubrikant. Fejlen vil kunne give anledning til en fejlfortolkning af strukturen i materialet.
- * Relief eller kantafrunding. Dette vil kunne optræde på coatings. Fejlen opstår ved at der anvendes et polerklæde med for høj elasticitet. For lange polertider i kombination med for højt tryk på prøverne vil også kunne resultere i denne fejl, der vil kunne give et fejlagtigt billede af lagets karakteristika.
- * Revner. Denne centrale fejl kan for alle tre materiale typer vedkommende optræde når man efter slibning og polering kommer længere ned i materialet. Hvis revnen ikke haft forbindelse med overfladen vil det være umuligt for indstøbningsresinen at trænge ind og fylde revnen ud. I dette tilfælde vil det være nødvendigt at reimprægnere under vakuum efter at have rensset prøven grundigt (evt. i ultralydsbad). Revner vil kunne opstå under slibning og polering, hvis der anvendes for høje tryk eller for store kornstørrelser af slibe- og polermidler.

Alle disse fejl, der vil kunne give anledning til fejlfortolkning vil ofte optræde flere ad gangen. Det kan meget vel ske at prøven udviser både revner og spalter. I disse tilfælde er det nødvendigt at gå systematisk til værks, således at alle fejl fjernes uden at nye opstår. Denne systematik er en simpel nødvendighed specielt ved materialer hvor det kan være svært at se præparationsfejlene (f.eks ved keramik).

Med udgangspunkt i de nævnte tre materiale typer, stål, keramik og coatings, vil jeg afslutningsvis ved hjælp af en serie lysbilleder anskueliggøre

gøre hvornår og hvordan revner i disse materialer kan opstå.

* Stål

Her har jeg valgt to eksempler.

Det ene er et gear tandhjul, hvor en af tænderne er brækket af ved roden. Det første billede (makrofoto) viser et udsnit af brudfladen; et antal porøsiteter ses i den halvcirkelformede kontur. Dette indikerer at brudet skyldes udmattelse. Det næste billede (mikrofoto) viser den slebne, polerede og ætsede overflade af den indre del af tanden. Strukturen er uhomogen; der ses både ferrit og perlit. Dette indikerer at materialet ikke er varmebehandlet ordentligt. De førnævnte porøsiteter der også en følge af forkert varmebehandling, vil derudover kunne bidrage med en kærsvirkning der fremskynder bruddet.

Det andet eksempel jeg har valgt at vise er en zink belagt stål bolt, med drejet gevind. Det første billede (mikrofoto) viser det område hvor revnen har sit udspring. Prøven er blevet vakuumindstøbt og slebet, poleret og ætset således at strukturen af den udglødede kulstof stål træder frem. Det næste billede (mikrofoto) viser et slebet og poleret udsnit af gevindbunden; det ses hvordan zinken er trængt ind i små revner i siden. Disse revner er altså blevet tilført boltens før zinklaget blev pålagt. Revnerne stammer fra drejningen af gevindet, da de ligger i drejeretningen og parallelt med de små inklusioner af magnesium sulfid der ligger i længderetningen af boltens. Det er sandsynligt at inklusionerne boltens under rensningen (bejsning) forud for overfladebehandlingen er blevet ætset. Dette har givet en udvikling af brint. Den følgende brintskørhed har bidraget til revnedannelsen.

* Keramer

Her har jeg valgt at vise et billede af Al_2O_3 der er blevet indstøbt under vakuum med resin tilsat flourescensstof. Dette bevirker at revnen efter endt slibning og polering giver os oplysninger der indikerer at revnen er opstået under sintringen af materialet. Det ses hvordan resinene er trængt dybt ind i de mindste kroge af revnen.

* Coatings

Her vil jeg vise to billeder (mikrofotos) af en plasma spray coating. Det første viser at revnen mellem coatingen og grundmaterialet er opstået ved mekanisk påvirkning, da laget slipper hele vejen hen. Revnen kan være sket under skæringen af prøven. Det næste billede viser hvordan revnen er fyldt op med resin med farvestof. Dette indikerer at revnen er opstået før indstøbningen.

Jeg har i mit indlæg bl.a. anvendt materiale fra Struers nye håndbog i materialografisk prøvepræparation, Metalog Guide. Specielt har jeg anvendt de dele af bogen der behandler de fejl og uønskede præparations-effekter der kan opstå på prøven.

AKL9