


# REPLICATECHNIEK STEEDS MEER TOEGEPAST [DEEL 1]

## DEFINITIE, VERGELIJKING EN BEWERKINGEN

De replicatechniek wordt steeds meer bekend en toegepast in de industrie, vanwege zijn niet destructieve aard en relatief grote snelheid van uitvoering. In dit eerste artikel wordt besproken wat replicatechniek inhoudt en wordt de techniek vergeleken met het destructieve metallografische onderzoek. Ook worden de diverse stappen uitgelegd, waarin replicaname geschiedt. Dit om vele misverstanden weg te helpen op het praktische vlak. In deel 2 worden enkele toepassingen gegeven die het belang aantonen.

 Vandeuyver Andries, ing. Belgisch Instituut voor Lastechniek



**Figuur 1:** Replica's kunnen genomen worden in besloten ruimten (zoals in een oven). Drie tassen aan materiaal worden meegenomen, voor replicaname op koolstofstaal. De replicalocatie moet bereikbaar zijn met het blote oog

## DEFINITIE REPLICATECHNIEK

Replicatetechniek is de vaardigheid om een afdruk te maken van een metaalstructuur aan het oppervlak, na het polijsten en eventueel aantesten van het oppervlak. Stel u voor: een detective vindt een onbekend voetspoor in de aarde en wil hiervan een afdruk maken. Dit om later een bewijs te hebben van één of andere onregelmatigheid in de voetsool. Daartoe kan hij een gipsafdruk maken: hij bekomt hierdoor een negatief van de voetafdruk, in het gips.

Bij replicatetechniek gebeurt iets gelijkaardigs op microschaal. Men wenst de metaalstructuur te kennen van een of ander materiaal, of men wenst een bewijs te hebben van mogelijke onregelmatigheden, zoals men ze zou kunnen zien op het gepolijste (en eventueel aangeëte) oppervlak, met behulp van een optische microscoop. In plaats van gips wordt er een celluloseacetaatfilm gebruikt (een plastic folie).

Met behulp van deze film maakt men een afdruk. De film wordt week gemaakt met behulp van aceton en wordt tijdens het opdrogen of verdampen van de aceton tegen het oppervlak aan gedrukt (of aangezogen). Deze film wordt na enkele verdere bewerkingen (replicatetechniek) een metallografisch preparaat dat men onder de optische microscoop kan leggen en bestuderen.

## REPLICAONDERZOEK T.O.V. (GEWOON) METALLO- GRAFISCH ONDERZOEK

Bij het metallografische onderzoek is het de bedoeling om na het fijnpolijsten en aanetsen van het oppervlak, structuren en/of onregelmatigheden (bijvoorbeeld scheuren) onder de microscoop te bestuderen.

Aangezien men niet zomaar eender welk stuk onder de microscoop kan brengen, poogt men een klein stukje uit het materiaal te nemen. Na enkele metallografische bewerkingen (o.a. inbedden in een preparaat, polijsten en aanetsen) bekomt men een preparaat dat men onder de microscoop kan leggen en bestuderen.

Dit preparaat wordt een metallografisch monster genoemd of een metallografische doorsnede. Men spreekt van een micro voor onderzoek op microschaal bij vergrotingen van 12 tot 1000 x, of van een macro voor onderzoek op macroschaal, louter visueel of met behulp van een binoculaire microscoop, vergroting tot max. 50 x.

Bij een metallografisch onderzoek tracht men steeds om een metallografische doorsnede te bekomen, aangezien men hierop verschillende bewerkingen kan uitvoeren:

- Men kan hardheidsmetingen uitvoeren over de volledige wanddikte van het materiaal. Dit met verschillende gewichten: een klein gewicht voor metingen

op een welbepaalde zone, een groot gewicht voor benaderende omzetting naar de treksterkte van het materiaal.

- Men kan een doorsnede met de elektronenmicroscoop bekijken en EDX-analyses (een benaderende chemische analyse) uitvoeren, eventueel in scheuren of op een oxidehuid. Een metallografische doorsnede biedt het voordeel dat men meerdere keren kan polijsten. Zo kan men verschillende etstechnieken toepassen (chemisch etsen of elektrolytisch) om verschillende fasen naar voren te brengen. Of men kan een bekrast of onvoldoende gepolijst monster opnieuw polijsten. Ook wanneer een uitlopen van etsmiddel optreedt of een oxidatie na enige bewaartijd, dan kan men nog steeds een doorsnede opnieuw polijsten. Bij een replicaname kan men maar één keer polijsten en etsen, met name op het moment van de replicaname.

Belangrijk blijft dus de regel: indien men een metallografische doorsnede kan nemen, dan geniet dit de voorkeur. Aangezien men niet altijd een destructief onderzoek kan uitvoeren, biedt replicatetechniek een belangrijke oplossing om toch een metallografisch onderzoek te kunnen uitvoeren. Het is echter niet altijd mogelijk om in eender welke situatie een replica te nemen. Hiertoe is het nodig om de bewerkingen voor het vervaardigen van een replica enigszins te verstaan. Deze bewerkingen kan men

onderverdelen in een zestal stappen. Ze worden hieronder gecomentarieerd met welbepaalde aandachtspunten. Hieronder bespreken we bewerkingen voor het vervaardigen van replica's en begeleidend onderzoek.

## POLIJSTEN

### Slijpen

Eerst worden aanwezige oxides en groeven verwijderd met een haakse slijper. Men begint met een oppervlak van de grootteorde van een microscoopdekglasje (2,5 x 7,5 cm) blank te maken. De uiteindelijke replicagrootte zal ongeveer 2 x 3 cm bedragen. Bij deze bewerking treden vonken op. Dit betekent gevaar in explosieve ruimten. Er is een bijzondere werkvergunning nodig in de petrochemische industrie, in gevarenczones (H<sub>2</sub>S, HF).

### Schuren

De replicalocatie wordt fijn geschuurd met een miniatuurpolijstapparaat met een korrelgrootte van achtereenvolgens 120, 220, 400, 800 en 1.200. De schuurpapierjes hebben een diameter van 32 mm, de grootteorde van een replicalocatie. Bij elke polijstbewerking worden de polijstlijnen van de vorige stap weggewerkt. Indien één van deze bewerkingen niet goed wordt uitgevoerd, dan bekomt men een gepolijst oppervlak met ruwe krassen en onregelmatigheden (artefacten), wat verdere

interpretatie bemoeilijkt. Het miniatuurpolijstapparaatje heeft dezelfde handgreep en uiterlijk als het polijstapparaat dat een tandarts gebruikt bij het vullen van een tand. Met het beeld van de tandarts voor ogen kan men inzien dat een locatie die ruimtelijk niet bereikbaar is met behulp van een dergelijke handgreep onmogelijk gepolijst kan worden. Bovendien moet de locatie met het hoofd bereikbaar zijn op een afstand van 30 cm. Dit om polijstlijnen te kunnen zien. Heel dikwijls wordt de bereikbaarheid over het hoofd gezien bij een aanvraag tot replicaname.

### Fijnpolijsten

Met hetzelfde polijstapparaat wordt vervolgens in plaats van een schuurpapierje een doek gebruikt, om de replicalocatie fijn te polijsten met een diamant van 3 micron. Men bekomt een perfect spiegellend oppervlak. Na al deze bewerkingen kan men stellen dat er een materiaalafname is tot op een diepte van 0,3 mm. Men zal op het einde dus steeds de microstructuur evalueren, ongeveer 0,3 mm onder het oppervlak.

Aangezien de rand ook wordt meegepolijst, kan men een evaluatie uitvoeren van 0 tot 0,3 mm onder de wand. Zo kan men ook de aantasting van de oxidehuid nagaan.

Alle apparatuur die het BIL gebruikt voor het nemen van replica's, werkt op batterijen. Dit maakt het mogelijk om donkere besloten ruimten zoals ovens en reactoren te betreden, zonder extra stroomvoorziening. **Zie figuur 1.**

### Electrolytisch polijsten?

In principe kan men na het schuren op korrel 400 elektrolytisch polijsten (materiaalafname door een

oplossen van metaalionen) en onmiddellijk een gepiegeld, gepolijst oppervlak bekomen, zonder fijn te polijsten met doek en diamant. Echter, bij het elektrolytisch polijsten worden microscheuren en holtes aanzienlijk opengetrokken, waardoor ze niet meer het gewenste detail tonen. Ook kunnen carbides of andere precipitaten uit het materiaal getrokken worden, wat men kan verwarren met kruip. Deze methode wordt niet gehanteerd door het BIL.

### Etsen

Om de metaalstructuur te kunnen zien, dient het gepolijste (= perfect vlak gemaakt en spiegellend) oppervlak te worden aangeëtsd. Men moet vooraf het materiaal enigszins kennen, aangezien het van het materiaal afhangt welk etsmiddel men moet gebruiken.

Koolstofstaal en staal met minder dan 5% chroom laat zich chemisch aanetsen door een relatief lichte zuuroplossing. Roestvast staal daarentegen kan men op de werf niet etsen met een sterk zuur, wegens het grote veiligheidsrisico. Roestvast staal wordt elektrolytisch geëtsd, met oxaalzuur. Dit vraagt een speciaal toestel en de aanmaak van vers oxaalzuur. Men moet dus bij een replicaanvraag steeds vermelden of het om roestvast staal gaat of niet. Soms wordt eerst een replica genomen op niet-geëtsd materiaal, dus op het gespiegelde oppervlak. Microscheuren of holtes (caviteiten bij kruip) op het niet-geëtsd oppervlak zijn met zekerheid geen carbides of andere precipitaten. Op een voldoende lang geëtsd oppervlak zijn caviteiten soms moeilijk te onderscheiden van carbides.

### Chemisch aanetsen

Er kan per replicaname echter

slechts één etstijd worden gehanteerd, en dit kan nadelig zijn. Men onderscheidt een lichte etsing, een voldoende etsing en een overetsing (te lange etstijd). Hele kleine scheurtjes of holtes worden bij het polijsten dichtgesmeerd en worden zichtbaar na een lichte etsing. Door het materiaal te etsen wordt namelijk een weinig materiaal afgenomen en worden de microscheurtjes zichtbaar. Bij een onderzoek op kruip wordt soms een replica genomen na licht etsen en een tweede replica na langer etsen. Dit is echter tijdrovend en men kan replica-artefacten inbrengen door tweemaal te etsen zonder opnieuw fijn te polijsten. Enkel na voldoende lang etsen worden de korrels en dus de ware microstructuur zichtbaar. Voor koolstofstaal is een etstijd van 60 seconden met nital 5% (salpeterzuur in alcohol) courant. Op het veld krijgt men vlugger een lichte oxidatie na het fijnpolijsten, waardoor men langere etstijden bekomt dan bij analoge bewerkingen in een laboratorium.

Door voldoende lang te etsen kunnen microscheuren moeilijker zichtbaar worden of kunnen andere gedeelten (de warmtebeïnvloede zone van een las) overetst worden. Met behulp van een miniatuurmicroscopie controleert men of men de ideale etstijd heeft gebruikt. Maar dit is niet altijd mogelijk, omdat zo'n toestel bv. niet kan geplaatst worden op de locatie, of omdat de gepolijste 'put' te diep is en er niet kan gefocust worden.

Hoewel men door ervaring kwalitatief hoge resultaten bereikt, is het soms onmogelijk om alle informatie in één etstijd te verzamelen.

### Electrolytisch aanetsen

Deze bewerking vraagt een apart toestel, dat bovendien

chromiumzuur bevat als elektrolyt. Het chromiumzuur dient vooraf vers aangemaakt te worden en de batterijen van het toestel dienen opgeladen te zijn. Een replicaanvraag voor roestvast staal vraagt dus zeker één dag voorbereiding.

Dit toestel dient men vrij horizontaal te houden en vraagt extra voorzichtigheid bij het verplaatsen op de werf.

Er worden cirkelvormige zones geëtsd, elk van een diameter 8 mm, met verschillende etstijden en mogelijk elkaar overlappend. Gedurende het etsen wordt met één hand een probe tegen het oppervlak gedrukt. Het oppervlak mag niet te bol zijn of er ontstaat lekkage.

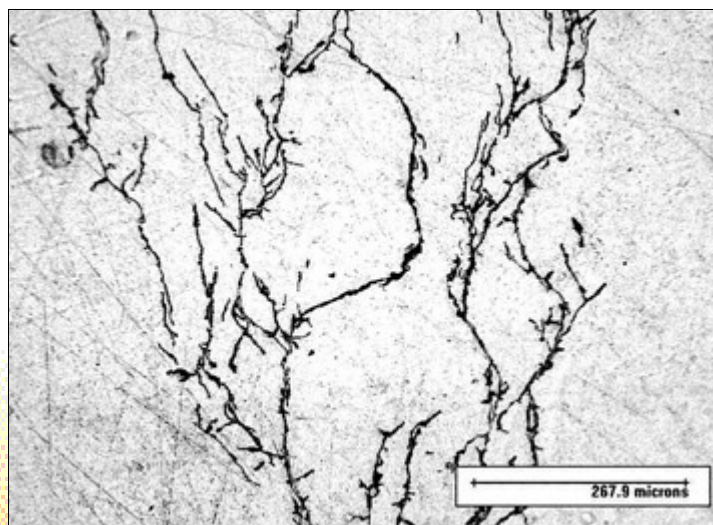
Er wordt een vacuüm aangezogen in de probe, waardoor elektrolyt doorheen de probe stroomt. Vervolgens wordt met de andere hand een positieve pool tegen het metaal gedrukt (metaalionen gaan in oplossing) en dient men de etstijd en de stroomsterkte in het oog te houden. Deze handeling is vrij lastig en vraagt een goede bereikbaarheid van de replicalocatie.

Een etstijd van 90 sec is nodig voor de sensitiviteit ASTM 262, practice A, d.i. voor het nagaan van de gevoeligheid voor intergranulaire corrosie aan de hand van de carbideprecipitatie op de korrelgrenzen. Electrolytisch etsen met chromiumzuur is een manier om verschillende soorten van hooggelegeerd staal aan te etsen. Bij lage temperaturen begint het oververzadigde elektrolyt zo erg neer te slaan dat de smalle leidingen verstopten en toevoer van vers elektrolyt onmogelijk wordt. De minimumtemperatuur kan gesteld worden op 4 °C.

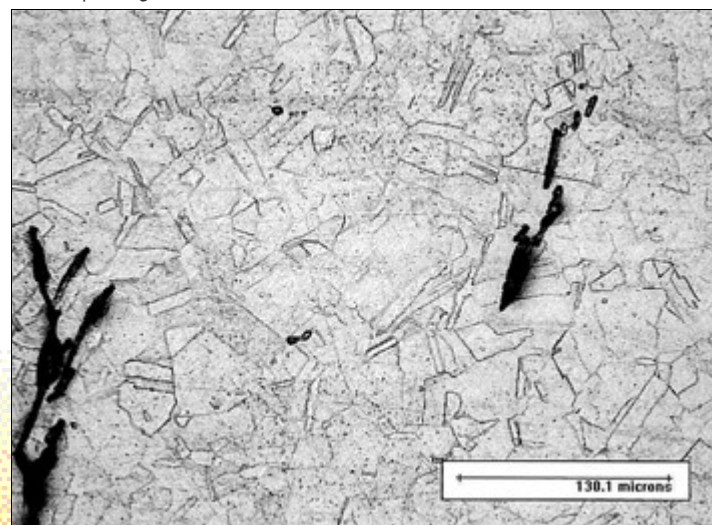
### Nemen van de replica

Het oppervlak wordt bevochtigd

**Figuur 2a:** Ongeëtsd bij vergroting 250 x



**Figuur 2b:** Na etsing verschijnen transkristallijne scheuren, een bewijs voor chloridespanningscorrosie 500 x



met aceton. Aangezien aceton snel verdampst dient de volgende bewerking zo snel mogelijk daarna te gebeuren: een celluloseacetaatfilm (minimum 1,5 x 2 cm) wordt in een vloeibare beweging op de aceton gelegd, zodanig dat er alleen aceton aanwezig is tussen de replica en het oppervlak. Er mogen geen druppels boven op de replica komen: dan lost de replica aan de druppel volledig op en trekt samen.

De replica wordt week ten gevolge van de aceton die zich (alleen) eronder bevindt, lost enigszins op, en bij het drogen van de aceton wordt de folie op het oppervlak aangedrukt. Na enige tijd is de replica droog en wordt deze verwijderd. Men heeft een afdruk van het oppervlak. Het is dus te begrijpen dat winderige omstandigheden de replicaname extreem bemoeilijken. Aceton droogt te snel, de replicafolie fladdert en kan moeilijk worden neergestreken op het oppervlak. Er is een maximale toegelaten temperatuur omdat de replicafolie niet mag smelten. De maximumtemperatuur kan gesteld worden op 40 °C.

Er is ook een minimumtemperatuur. Wegens het verdampen van de aceton verlaagt de temperatuur en kan bij lage temperatuur condensatie (of ijsvorming) optreden en bevindt er zich waterdamp in of tegen de replicafolie. Dergelijke replicanames geven een wazig beeld. De minimumtemperatuur kan gesteld worden op 4 °C. Ondertussen is het duidelijk dat men geen replica's kan nemen bij regen en/of veel wind, tenzij er een bescherming wordt geplaatst (lasparaplu, lichte overdekking).

### Hardheidsmetingen

Het gepolijste oppervlak van een replicalocatie is ideaal voor het uitvoeren van oppervlaktehardheidsmetingen op de werf. Hoewel draagbare hardheidsmeters niet dezelfde nauwkeurigheid kunnen aanbieden als een laboratoriumtoestel, geven zij toch een zeer betrouwbare gemiddelde waarde uit een reeks van een vijftien à twintig metingen. Hardheidsmetingen HV10 kunnen voor koolstofstaal een benadering geven van de treksterkte, volgens 18265 EN ISO 2003 (vergelijkbaar met de vroegere norm DIN 50 150).

### Digitale fotografie

Repicalocaties worden digitaal gefotografeerd. Dit levert doorgaans belangrijke bijkomende informatie op van een wel of niet aanwezig schadebeeld, zoals de aard van

de corrosie, aanwezige vervormingen, afwijkingen van oorspronkelijke plannen/schema's, nummeringen, lasfouten en dergelijke meer. Dikwijls wordt vastgesteld dat men met de digitale camera net iets meer zichtbaar kan maken dan met het blote oog.

### Opdampen

Wanneer men de replicafolie zomaar met de microscoop zou onderzoeken, dan zouden de lichtstralen hoofdzakelijk dwars doorheen de replicafolie stralen, en slechts een zeer klein deel zou weerkaatsen naar het objectief. Daarom wordt de replicafolie op een dekglaasje aangebracht en vervolgens opgedampt in een opdampapparaat. Hierbij wordt de replicafolie in een stolp gebracht die luchtledig wordt gemaakt.

In het vacuüm wordt vervolgens aluminium verdampt. Het aluminium slaat neer op de folie en brengt een zeer dun lichtreflecterend laagje aan. In de stolp kunnen slechts een vijftal replicas per beurt worden opgedampt, en het duurt enige tijd voordat er een voldoende groot vacuüm wordt bereikt. Dit betekent dat, wanneer de replicaname op één dag zou geschieden, de evaluatie slechts kan starten (voor enkele replica's) na minimum een halve dag.

### EDX analyse

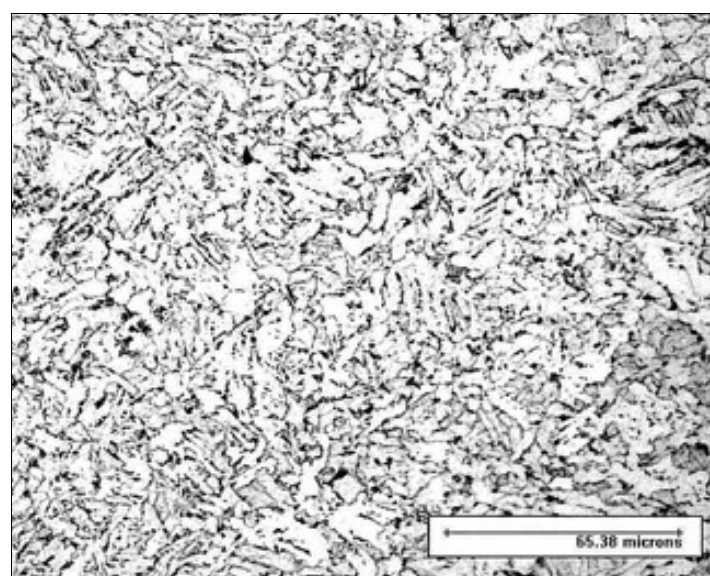
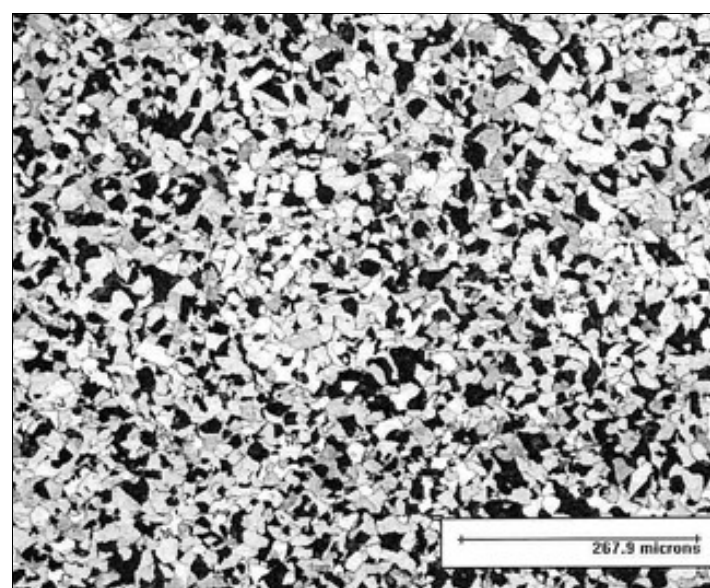
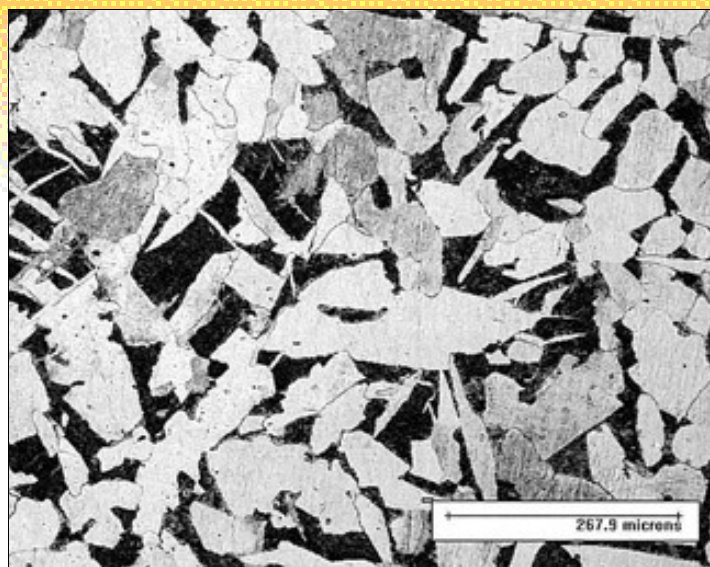
Soms wordt op een replica in vermoedelijke oxides of in scheuren een semikwantitatieve Energy Dispersive X-rayanalyse uitgevoerd (een benaderende chemische analyse met behulp van de elektronenmicroscoop). Bij replicaname wordt namelijk steeds wat materiaal afgestript uit scheuren of oxides (aan de rand van de replica). Aangezien de replica aangetast wordt bij het bestralen met x-stralen, kan deze bewerking slechts eenmaal worden uitgevoerd.

### Microscopisch onderzoek interpretatie, voorlopig besluit

Het nemen van replica's, het microscopische onderzoek en het geven van een voorlopig besluit kan door één persoon geschieden. De uiteindelijke interpretatie echter geschiedt steeds in teamverband.

### Twee voorbeelden

De **figuren 2 a en b** illustreren een replicaname op een roestvast staal, ten bewijze van chloride-spanningscorrosie. De **figuren 3 a-b-c** illustreren een replicaname op A105-flensmateriaal, ter controle van de korrelgrootte, en zo de gevoeligheid voor brosbreuk bij lage temperatuur (vriescou, tijdens shut-down). □



### Figuren 3 a, b en c

Microstructuren van koolstofstalen flenzen uit materiaal A105 voorspellen een mogelijk brosgedrag bij lage temperatuur, als de korrel te grof is. Hiertoe wordt de korrelgrootte berekend volgens ASTM E112 via het aantal doorsnijdingen op een cirkelomtrek.

**Boven (a):** grofkorrelig materiaal, ASTM 5,4 (ongunstig), bij 100 x

**Midden (b):** fijnkorrelig materiaal, ASTM 8,8 (gunstig), bij 100 x

**Onder (c):** na warmtebehandeling, een 'quenched and tempered' zeer fijnkorrelige bainitische microstructuur, ASTM 12, bij 500 x