

111

material +technik

83/2

Juni 1983
11. Jahrgang

Schweizerische Zeitschrift für Werkstoffe, Betriebsstoffe, Materialprüfung und Messtechnik

Revue suisse pour la science des matériaux et les techniques d'essai et de mesure



Messgitter zur optischen Risslängenbestimmung

K. F. Stärk/J. Denk/G. Kiesling

Risslängenmessungen sind bei bruchmechanischen Prüfungen im Labor eine häufig gestellte Aufgabe. Unter schwierigen Bedingungen (korrosive Umgebungsmedien, hohe oder zyklisch wechselnde Temperaturen) oder zu Eichzwecken für elektrische Methoden ist oft eine genaue optische Messung erforderlich. Mit Hilfe von Fotolacken lassen sich Messgitter einfach und schnell auf polierte oder geschliffene Probenoberflächen aufbringen. Das Einätzen des Messgitters ist zusätzlich ebenso möglich wie das Aufgalvanisieren. Einige Beispiele verdeutlichen die Applikation und die Anwendung der Messgitter bei Ermüdungsrisswachstumsmessungen und Spannungsrisskorrosionsuntersuchungen.

Quadrillage pour la mesure optique de la longueur des fissures. La mesure de la longueur de fissures est un problème fréquent pour tous les laboratoires qui traitent des questions de la mécanique de rupture. En cas difficiles (environnements corrosifs, températures élevées ou à variations cycliques) ou pour l'étalonnage de méthodes électriques on a souvent recours à une mesure optique précise. A l'aide d'un vernis sensible à la lumière U. V. il est possible d'appliquer rapidement un quadrillage de mesure sur une surface polie d'une éprouvette. La reproduction du quadrillage se fait, soit par attaque chimique, soit par dépôt galvanique. Quelques exemples montrent l'application de cette méthode et l'utilisation du quadrillage pour la mesure de croissance de fissures de fatigue et en cas d'essais de corrosion fissurante.

Einleitung

Die Ermittlung der Risswachstumsrate $\Delta a/\Delta N$ von Rissen bei Schwingbeanspruchung (Ermüdungsrisswachstum ERW mit a = Risslänge, N = Lastspielzahl) als Funktion der Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK bzw. der Risswachstumsgeschwindigkeit $\Delta a/\Delta t$ unter Spannungsrisskorrosionsbedingungen (SRK) ist in der Bruchmechanik eine häufig gestellte Aufgabe.

Die ASTM-Norm E 647-81 [1] sieht als Versuchsproben die mittig angerissene Zugprobe (center cracked tension, CCT-Probe) und die Kompaktprobe (compact tension, CT-Probe) vor, lässt jedoch auch andere Probenformen zu, sofern die Geometrie-Korrekturfunktion für die Spannungsintensität bekannt ist und Maximallast und Probenabmessungen ein überwiegend elastisches Werkstoffverhalten gewährleisten [2...5]. Oft wird für Risswachstumsmessungen die aus *Abbildung 1* ersichtliche Doppelhebelprobe (double cantilever beam, DCB-Probe) bevorzugt, da deren Abmessungen die Beobachtung des Rissfortschrittes über einen grösseren Bereich gestattet und relativ geringe Kräfte zur Erzeugung der erforderlichen Spannungsintensität benötigt.

Die Messmethode für die Ermüdungsrisslänge ist in der ASTM-Norm nicht vorgeschrieben; es wird jedoch eine Empfindlichkeit von $\leq 0,1$ mm bzw. $0,002 W$ (W = Ligamentlänge, siehe *Abb. 1*) verlangt. Neben Potentialmethoden werden vorwiegend optische Messverfahren eingesetzt, wobei hier zwischen der direkten Risslängen-

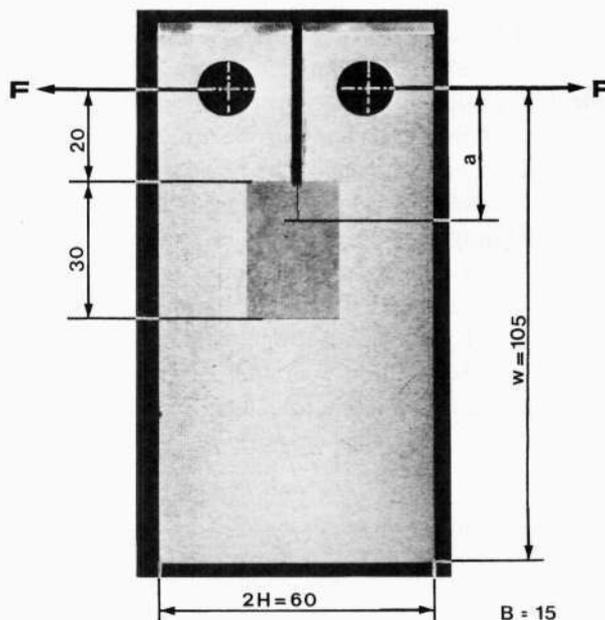


Abb. 1 Double-Cantilever-Beam-(DCB)Probe mit eingetätztem Messgitter (Abmessungen in mm)

messung mittels einer auf der Probe aufgetragenen Strichmarkierung und der indirekten Messung des Verschiebungsweges eines Mikroskopschlittens zu unterscheiden ist.

Häufig ist zur Kalibrierung und Überprüfung von elektrischen Risswachstumsmessungen (Gleich- oder Wechselstromverfahren) bzw. zur Ermittlung von Ausgangs-

risslängen bei K_{Ic} - und J_{Ic} -Bestimmungen eine zusätzliche optische Risslängenmessung erforderlich.

Im folgenden werden eine einfache universell einsetzbare Methode zum Aufbringen eines Messgitters auf eine DCB-Probe beschrieben und Anwendungsbeispiele vorgestellt.

Fotolackverfahren

Die Methode beruht auf der Anwendung der bewährten Fotolacktechnik [6, 7].

Fotolacke sind organische Verbindungen, die bei einer Belichtung mit ultraviolettem Licht (UV) ihre physikalisch-chemischen Eigenschaften, insbesondere ihre Löslichkeit, ändern. Man unterscheidet zwischen Positivlacken, die nach der Bestrahlung mit UV-Licht in geeigneten Entwicklern löslich sind, und Negativlacken, die nur an den belichteten Stellen schwerlöslich werden. Die Fotolacke können durch Streichen, Tauchen, Schleudern oder Spritzen bei normalem Tages- oder Kunstlicht auf eine Oberfläche aufgetragen werden. Durch eine sogenannte Maske, die die gewünschte Struktur aufweist, wird der Fotolack mit UV-Licht belichtet. Im unbelichteten Zustand sind direkte Sonneneinstrahlung, lange Lagerzeiten und Staub zu vermeiden. In einem geeigneten Entwickler werden bei Positivlacken die belichteten und bei Negativlacken die unbelichteten Bereiche herausgelöst.

Für den speziellen Fall der Applikation eines Messgitters auf einer Bruchmechanikprobe zur Risslängenmessung wurden zwei handelsübliche Positiv-Fotolacke getestet [8]. In *Tabelle 1* sind die Arbeitsgänge für Beschichtung, Belichtung und Entwicklung aufgeführt.

Das Original der Messgitterstruktur wurde im Massstab 25:1 auf einem Präzisionsschneidetisch als Folie (Rubilyt, Fa. E. Affolter, Wangen bei Dübendorf) geschnitten und Schrift und Symbole durch Reibebuchstaben (Letraset/England) ergänzt, siehe *Abbildung 2*. Foto-

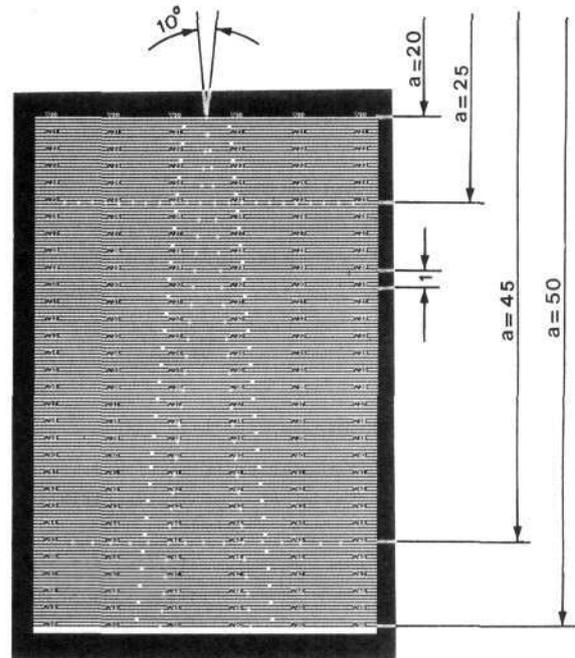


Abb. 2 Maske des Messgitters für DCB-Proben (Abmessungen in mm)

graphisch wurde diese Vorlage auf die in der Halbleiterindustrie üblichen Poliar-Platten (Fa. Mettler-Optik, Greifensee) übertragen. Bei der Belichtung wird das UV-Licht an den eisenoxid-beschichteten Stellen vollständig zurückgehalten und so das Messgitter mit hoher Genauigkeit auf den Fotolack bzw. die Probenoberfläche übertragen. Die im vorliegenden Fall gewählte Linienbreite des Fotolack-Gitters bzw. der Zwischenräume betrug 0,1 mm.

Applikation

Abbildung 3 zeigt die mit den beiden Lacken erzeugten Messgitter auf polierten DCB-Proben mit Ermüdungsris-

Tab. 1 Eigenschaften und Verarbeitung der Fotolacke Kontakt 20 und AZ-1350

Bezeichnung	Lack 1 Kontakt 20	Lack 2 AZ-1350
Hersteller, Lieferant	Kontakt-Chemie/Rastatt	Shilpey/Biel
Vorbehandlung der Proben	Entfetten (Azeton) Trocknen	Entfetten (Azeton) Trocknen
Aufbringen der Lackschicht	Sprühen	Streichen, Schleudern, Spritzen
Farbe	grün bis blau	rot
Trocknung	30 min, 75°C	30 min, 75°C oder 12h, 20°C
Schichtdicke	7-10 µm	10-12 µm
Belichtung	UV-Lampe, Philips HPR 125 5-7 min Abstand 30 cm	UV-Lampe Philips HPR 125 10-12 min Abstand 30 cm
Entwicklung	Natronlauge bei RT (10g NaOH/l) ca. 1-2 min	Natronlauge bei RT (10g NaOH/l) ca. 1-2 min

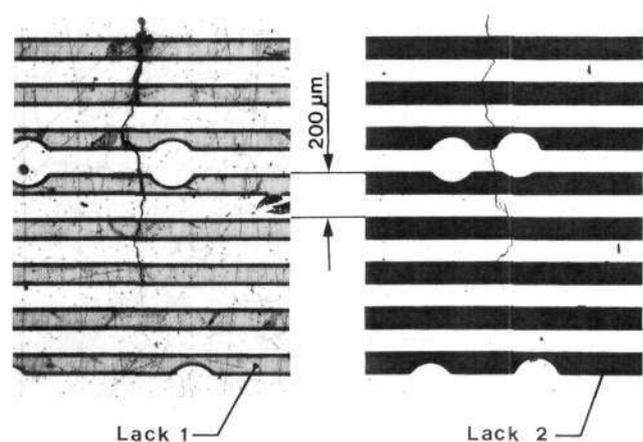


Abb. 3 Fotolack 1 und 2 auf polierter Stahloberfläche

sen. Um die in der ASTM-Norm geforderte Auflösung von 0,1 mm zu erreichen, müssen keine hohen Anforderungen an die Oberflächenqualität der Proben gestellt werden. Wie aus *Abbildung 4* hervorgeht, genügen im allgemeinen feingeschliffene Oberflächen. Es ist allerdings darauf zu achten, dass die Schleifrichtung zur besseren Unterscheidung zwischen Riss und Schleifriefen senkrecht zur Rissausbreitungsrichtung liegt.

Die Anwendung der Fotolacktechnik bietet ferner die Möglichkeit, die nach dem Entwickeln lackfreien Bereiche durch geeignete Säuren anzuätzen [9] oder auf diesen elektrisch leitenden Stellen galvanische Schichten abzuschneiden [10]. *Abbildung 5* gibt ein in die Oberfläche einer Probe eingezähtes Messgitter (Ätztiefe ca. 6...7µm) wieder. Das für den jeweiligen Werkstoff günstigste Ätzmittel sowie die Ätzbedingungen (Dauer, Temperatur) sind der Literatur zu entnehmen oder durch Vorversuche zu erproben, um eine ausreichende Ätztiefe zu erzielen, ohne die verbleibende Fotolackschicht zu unterätzen.

In *Tabelle 2* sind einige gebräuchliche Ätzmittel für verschiedene Werkstoffe zusammengestellt.

Diese geätzten Messgitter sind vorteilhaft dort einzusetzen, wo die Versuchsbedingungen die direkte Verwen-

dung des Fotolackgitters begrenzen. Gründe hierfür sind Temperaturen über 150°C und korrosive Medien. *Abbildung 6* zeigt die Rissspitze eines Korrosionsermüdungsrisses in einem eingezähten Messgitter. Es ist selbstver-

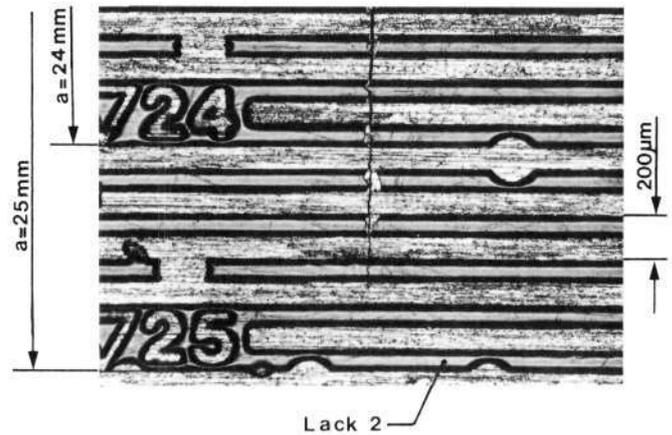


Abb. 4 Fotolack 2 auf einer geschliffenen Stahloberfläche

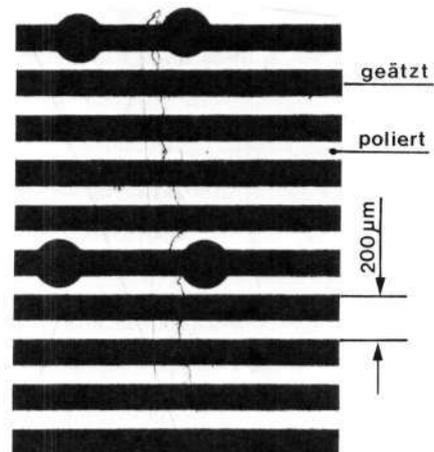


Abb. 5 In eine polierte Oberfläche eingezähtes Messgitter

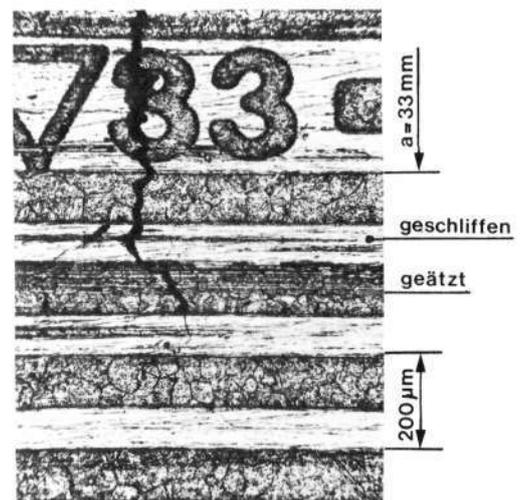


Abb. 6 Korrosionsermüdungsriss in einem (niedrig angelassenen) 12%-Chromstahl (Messgitter geätzt)

Tab. 2 Zusammensetzung der Ätzmittel. 1) Volumenprozent, Rest jeweils destilliertes Wasser.

Werkstoff	Variante	Ätzmittel 1)
Niedriglegierter Stahl, Gusseisen	1.	10% HCl 5-10% HF
	2.	10% H ₂ SO ₄ 5-10% HF
	3.	5% HCl 5% H ₂ SO ₄ 3- 5% HF
Legierter Stahl, Chromnickelstähle	4.	35% HNO ₃ 10% HCl 10% H ₃ PO ₄ 45% CH ₃ COOH
	5.	20% HCl 10% HNO ₃ Temperatur 60°C
	6.	36% HCl 5% HNO ₃ 8-10% HF
	7.	2- 5% HCl 2- 4% HNO ₃ 15-25% H ₃ PO ₄ Temperatur 75-100°C
Nickel und Nickellegierungen	8.	30% HNO ₃ 10% H ₂ SO ₄ 10% H ₃ PO ₄ 50% CH ₃ COOH Temperatur 85-95°C
	9.	60-70% CH ₃ COOH 30-40% HNO ₃ 0,5% HCl
	10.	21% H ₂ SO ₄ 52% H ₃ PO ₄ 12% HNO ₃
Titan und Titanlegierungen	11.	18% HNO ₃ 25% HF
	12.	50% HF 32% HCl
Aluminium und Aluminiumlegierungen	13.	100 g/l NaOH
	14.	10% HNO ₃ 10% HF
	15.	50 g/l NaOH 40 g/l NaF

ständig, dass insbesondere bei der Untersuchung von Risswachstum unter Spannungsrissskorrosionsbedingungen (SRK) bei der Ätzung oder Galvanisierung Vorsicht geboten ist (Wasserstoffdiffusion bzw. Elementbildung) und in jedem Fall der Ausgangsschwingriss erst nach der Ätzung bzw. Galvanisierung einzubringen ist.

Für Risswachstumsmessungen bei hohen Temperaturen oberhalb 150°C und im Bereich der Anlauf- und Zündertemperatur des zu untersuchenden Werkstoffes bietet sich die Anwendung eines galvanisch aufgetragenen Messgitters an. *Abbildung 7* zeigt ein Nickel-Messgitter auf einer vorverkupferten DCB-Probe nach einem 10stündigen Versuch bei 500°C. Die Schichtdicke der Überzüge betrug weniger als 10 µm, um ein Nach- oder Voreilen des Risses in den abgeschiedenen Metallschichten gering zu halten.

Abbildung 8 zeigt einen typischen Verlauf der Risswachstumsrate als Funktion der Schwingbreite der Spannungsintensität bei R -Werten von $R = F_u/F_o = 0,1$ bzw. 0,5 an einem ausscheidungshärtenden Schaufelstahl mit hoher Streckgrenze (X 8 CrNiMoCu 15 5). Die Versuche wurden bei 75°C in einer Chloridlösung (pH=5,5) durchgeführt. Andere Risswachstumsmessmethoden sind unter diesen Bedingungen nicht, oder nur unter Vorbehalten, anwendbar.

Die Farbunterschiede zwischen der metallischen Probe und dem Fotolack bzw. den galvanischen Schichten lassen die Messgitter häufig noch kontrastreicher erscheinen, als es in den Schwarzweissbildern zum Ausdruck kommt.

Die Ablesung der absoluten Risslänge a wird durch die im Messgitter gekennzeichneten Millimeterlinien sehr vereinfacht und erleichtert, da sich ein Abzählen von mm-Strichmarkierungen erübrigt. Dies setzt eine Positionierung der Belichtungsmasken zum Zentrum der Belastungsbohrungen auf der Probe voraus, welche durch An-

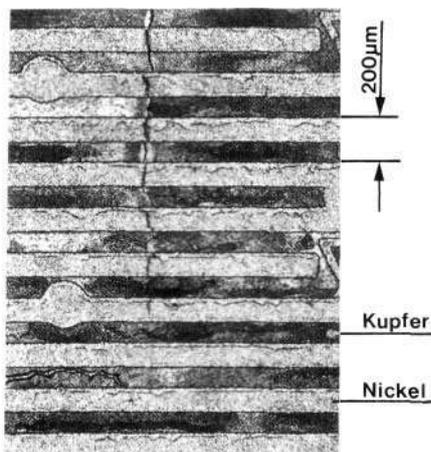


Abb. 7 Messgitter aus aufgalvanisiertem Kupfer und Nickel nach 10 h Glühung bei 500°C

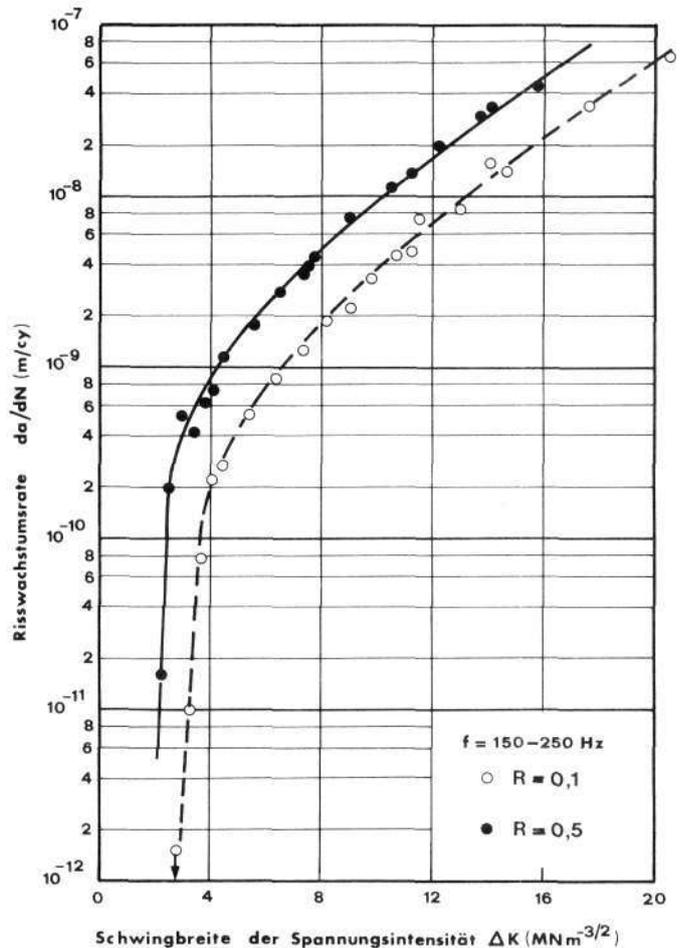


Abb. 8 Ermüdungsrisswachstum eines Schaufelstahles (X 8 CrNiMoCu 15 5) bei 75°C in Chloridlösung

schlagschablonen vorgenommen wird. Bei einer 40fachen Messmikroskopvergrößerung ist bei der verwendeten Maske (s. *Abb. 2*) gewährleistet, dass sich zur einfachen Risslängenfeststellung immer eine Millimeterlängenangabe im Sichtfeld befindet. Bei Ermüdungsrisswachstumsmessungen bei Prüffrequenzen grösser als ca. 10 Hz erleichtert ein Stroboskop die Erkennung der Risspitze bei Oberlast bzw. maximal geöffneten Rissflanken. Das Messgitter wird generell auf beiden Probenseiten aufgebracht und der Mittelwert aus beiden Messungen zur Errechnung der Risslänge a und der Spannungsintensität K benutzt.

Fehlerbetrachtung

Die Messgenauigkeit der Risslängenmessung lässt sich aus den gezeigten Bildern abschätzen. Als realistische Angaben hierzu dienen die aus *Tabelle 3* ersichtlichen Werte. Geht man von einem Risswachstum von 1 mm pro Laststufe aus, so ergeben sich die aufgeführten relativen Messfehler für die Risswachstumsrate $\Delta a/\Delta N$ (Ermü-

dungsrisswachstum) bzw. Rissgeschwindigkeit $\Delta a/\Delta t$ (Spannungsrisskorrosion), wobei zu berücksichtigen ist, dass zur Ermittlung des Rissfortschrittes zwei Einzelmessungen der Risslänge notwendig sind (Differenzmessung Δa).

Aus *Tabelle 3* geht ferner der durch die Risslängenmessung bedingte relative Fehler der Spannungsintensität hervor. Hierbei wird der Ablesefehler bei der Bestimmung der absoluten Risslänge überlagert durch den Fehler, der beim Positionieren der Maske auf der Probe eingebracht wurde (ca. $\pm 0,2$ mm).

Der relative Fehler der Spannungsintensität ist risslängenabhängig. In der *Tabelle 3* ist deshalb das Fehlerinter-

Geeignete Schutzlacke oder -folien für das Messgitter gegen korrosive Umgebungsmedien bei langen Prüfzeiten sind noch in der Erprobung.

K. F. Stärk, Dr.-Ing./J. Denk, Dipl.-Ing. (FH)/G. Kiesling, Zentral-Labor, Brown Boveri & Cie, CH-5401 Baden

Anmerkung: Kopien von den Master-Polierplatten mit dem Messgitter sind von den Autoren (Abtlg. ZLM-WB) erhältlich.

(Eingang des Manuskriptes: 23. Dezember 1982)

Tab. 3 Auflösung und Messgenauigkeit der Messgitter

Oberflächenzustand der Probe und Art des Messgitters	Ablesegenauigkeit (μm)	rel. Fehler der Risswachstumsgeschwindigkeit (%)	rel. Fehler der Spannungsintensität (durch Risslängenmessung bedingt) (%)
poliert	± 20	± 4	$\pm 0,5 \div \pm 0,4$
geschliffen	± 40	± 8	$\pm 0,6 \div \pm 0,4$
geätzt bzw. galvanisiert	± 60	± 12	$\pm 0,6 \div \pm 0,4$

vall für die untersuchte DCB-Probe (Risslängenbereich 20 bis 45 mm) angegeben.

Eine weitere Erhöhung der Stereomikroskopvergrößerung bzw. eine Verringerung der Linienbreite des Messgitters (Teilung) ist leicht möglich. Die Schwierigkeit der genauen Rissspitzenerkennung bzw. -definition verhindert jedoch, insbesondere bei korrosiven Medien oder hohen Temperaturen, eine wesentliche Verbesserung der Ablesegenauigkeit.

Literaturverzeichnis

- 1 Constant-Load-Amplitude Fatigue Crack Growth Rates above 10^{-8} m/cycle. ASTM-E 647-81, Annual Book of ASTM Standards, Part 10 and ASTM E 24.04 Working Document.
- 2 *Rocke, D. P./Cartwright, D. J.*: Stress Intensity Factor Solutions. AGARDograph No. 176.
- 3 *Strawley, J. E./Gross, B.*: Stress Intensity Factors for Crackline-Loaded Edge-Crack Specimens. Mater. Res. Stands., 7 (1967) 4, S. 155-162.
- 4 *Schwalbe, K. H.*: Bruchmechanik metallischer Werkstoffe. Carl Hanser Verlag München/Wien 1980.
- 5 *Bucci, R. J.*: Development of a Proposed ASTM Standard Test Method for Near-Threshold Fatigue Crack Growth Rate Measurement. Fatigue Crack Growth Measurement and Data Analysis, ASTM STP 738, S.J. Hudak, Jr. and R.J. Bucci, Eds., ASTM, 1081, pp 5-28.
- 6 *Rosshaupter, E./Hundt, D.*: Fotolacke, Chemie in unserer Zeit. Heft 5, 1971, S. 147-153.
- 7 *Dorenwendt, K./Krüger, R./Kunzmann, H./Lüdicke, F.*: Dehnungsmessungen mit Lasern. Feinwerktechnik + Messtechnik 88 (1980) 1, S. 31-33.
- 8 Firmeninformation: Gedruckte Schaltungen selber machen! Kontakt Chemie, Rastatt.
- 9 *Straschill, M.*: Neuzeitliches Beizen von Metallen. 1972, Bd. 8, Schriftenreihe Galvanotechnik, Eugen G. Leuze-Verlag, Saulgau.
- 10 Praktische Galvanotechnik. Lehrbuchreihe Galvanotechnik, Eugen G. Leuze-Verlag, Saulgau.