

# Ortsaufgelöster Wasserstoffnachweis in technischen Legierungen

von  
Hans Martin Hövel

Diplomarbeit in Physik

angefertigt am

Helmholtz–Institut für Strahlen– und Kernphysik

vorgelegt der

Mathematisch–Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich–Wilhelms–Universität Bonn

im Dezember 2004



Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt sowie die Zitate als solche kenntlich gemacht habe.

Referent: Prof. Dr. K. Maier  
Korreferent: Prof. Dr. P. Herzog



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einführung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>5</b>
2.1	Fehlstellen in Festkörpern . . . . .	5
2.1.1	Punktdefekte . . . . .	5
2.1.2	Versetzungen . . . . .	6
2.1.3	Höherdimensionale Fehlstellen . . . . .	7
2.2	Plastische Verformung . . . . .	7
2.2.1	Zugversuch . . . . .	7
2.2.2	Wechselverformung . . . . .	9
2.3	Bruchmechanik . . . . .	9
2.4	Guinier-Preston-Zonen (GP-Zonen) . . . . .	11
2.5	Wasserstoff in Metallen . . . . .	14
2.5.1	Diffusion . . . . .	14
2.5.2	Abschätzung der Diffusionslänge . . . . .	16
2.6	Das Probenmaterial . . . . .	18
2.6.1	Die Eigenschaften der Legierung 2024 . . . . .	18
2.6.2	Die Eigenschaften der Legierung 6013 . . . . .	19
2.6.3	Probenstandard . . . . .	19
<b>3</b>	<b>Der Aufbau der Wasserstoffsäge</b>	<b>21</b>
3.1	Antrieb des Sägeblattes . . . . .	24
3.2	Vorschub der Probe . . . . .	24
3.3	Kühlfalle und Kühlung . . . . .	28
3.4	Span-Abstreifer . . . . .	29
3.5	Das Trichtersystem . . . . .	30
3.6	Nachweis des Wasserstoffs . . . . .	31
3.6.1	Messung der Wasserstoffkonzentration . . . . .	33
3.6.2	Nachweisgrenze der Wasserstoffsäge . . . . .	33
<b>4</b>	<b>Risserzeugung an Compact-Tension-Proben</b>	<b>37</b>
<b>5</b>	<b>Änderungen und erste Messungen</b>	<b>41</b>
5.1	Spanausbeute . . . . .	42

5.2	Die Säge . . . . .	42
5.3	Computer-Steuerung . . . . .	43
5.4	Test der Kühlfalle . . . . .	44
5.5	Druckänderung aufgrund von Spänen . . . . .	45
5.6	Probe ohne Wasserstoff . . . . .	46
5.7	Die erste Steg-Probe . . . . .	49
5.8	Die zweite Steg-Probe . . . . .	52
5.9	Die erste Kratz-Probe . . . . .	55
5.10	Der Span-Abstreifer . . . . .	57
5.11	Die zweite Kratz-Probe . . . . .	58
5.12	Streifen-Probe . . . . .	62
5.13	Diskussion der ersten Test-Messungen . . . . .	65
<b>6</b>	<b>Messungen der CT-Proben</b>	<b>67</b>
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>73</b>
<b>8</b>	<b>Ausblick</b>	<b>75</b>

# Kapitel 1

## Einführung

Die mechanische Festigkeit eines Festkörpers hängt neben der Mikrostruktur von der Konzentration der Fehlstellen ab. Bei mechanischer Verformung bewegen sich die Versetzungen auf sogenannten Gleitebenen. Die Beweglichkeit der Versetzungen bestimmt im wesentlichen das Verformungsverhalten des Festkörpers.

Versetzungen führen zu einer Verzerrung des Gitters, die mechanische Spannungsfelder hervorrufen. Über diese Spannungsfelder können diese Versetzungen untereinander in Wechselwirkung treten, und z. B. zu unbeweglichen Hindernissen führen. Dies hat eine makroskopische Verfestigung des Materials zur Folge.

Solche Verfestigungen führen in duktilen Materialien bei weiterer mechanischer Beanspruchung zur Entstehung und Ausbreitung von Rissen.

Für den Bau mechanisch beanspruchter Bauteile, wie die Außenhaut eines Flugzeuges, ist das Wissen über das Ermüdungsverhalten und die Rissausbreitung von höchster Bedeutung. Während jedes Start- und Landevorganges wird die Flugzeugaußenhaut, bedingt durch den äußeren Druckunterschied, einem Verformungszyklus ausgesetzt, wodurch eine Ermüdung oder Rissbildung an besonders belasteten Bereichen begünstigt wird. Zur Abschätzung der Lebensdauer des Flugzeuges ist eine genaue Kenntnis des Ermüdungsverhaltens auch unter korrosiven Bedingungen erforderlich.

Im Flugzeugbau wird seit ca. 40 Jahren die Al-Cu-Mg-Legierung AA2024 im Rumpf- und Flügelbereich verwendet. Sie wird im kaltausgehärteten Zustand in Niet- bzw. Klebbauweise eingesetzt. Durch den langen Einsatz dieser Legierung gibt es heute viele Erfahrungswerte über ihr Ermüdungsverhalten.

Durch ein im letzten Jahrzehnt entwickeltes Laserschweiß-Verfahren kann diese konventionelle Bauweise revolutioniert werden. Dies führt zu einer Gewichts- und Kostenreduzierung. Da sich die Legierung 2024 nur unzureichend schweißen lässt, wird für die neue Fertigungstechnik eine schweißbare, aber weniger gut untersuchte Al-Mg-Si-Cu-Legierung wie z. B. AA6013 verwendet. Die mechanischen Eigenschaften wie Streckgrenze, Härte und Zugfestigkeit der Legierung 6013 im warmausgehärteten Zustand sind mit denen der nicht schweißbaren Legierung 2024 im kaltausgelagerten Zustand vergleichbar. Ein fundiertes Verständnis der schweißbaren Legierung 6013 ist für einen zukünftigen sicheren Einsatz von großer Bedeutung.

Es hat sich gezeigt, dass sowohl die Rissausbreitungsgeschwindigkeit als auch das Ausheilen der Leerstellen in der plastischen Zone davon abhängen, ob die Entstehung des Ermüdungsrisses in Luft oder in korrosiver Umgebung (3,5%ige NaCl-Lösung) stattfindet. [Zam04]

Zur Untersuchung des Ermüdungsverhaltens einer Probe wird diese zyklisch verformt. Dabei kommt es zu einer Rissbildung an der durch die Probengeometrie (Compact-Tension-Probe; siehe Kapitel 4) vorgegebenen Stelle. Die Fehlstellendichte in der plastischen Zone kann über die Messung des sogenannten  $S$ -Parameters der Positronenspektroskopie erschlossen werden.

Mit Hilfe der Bonner Positronenmikrosonde [Gre97, Haa03] ist es möglich, den  $S$ -Parameter orts aufgelöst zu messen und so eine zweidimensionale Karte der Fehlstellendichte zu erhalten.

Abbildung 1.1 zeigt die Fehlstellendichte einer Compact-Tension(CT)-Probe, die in korrosiver Lösung (3,5%ige NaCl-Lösung) zyklisch verformt wurde.

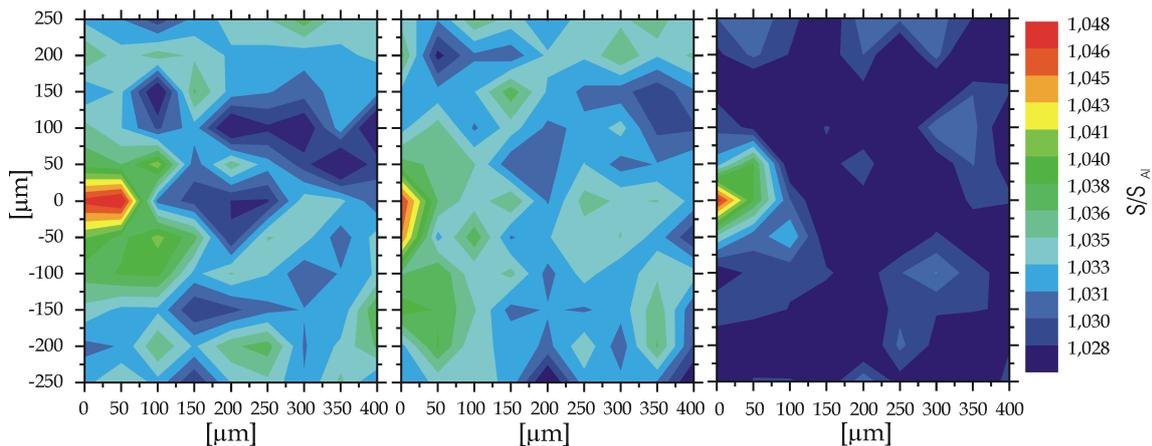


Abbildung 1.1: Risspitzenbereich einer AA6013 CT-Probe, die unter 3,5%iger NaCl-Lösung ermüdet wurde. Zu sehen ist eine Falschfarbendarstellung des  $S$ -Parameters der gleichen Probe zu verschiedenen Zeitpunkten nach dem Ermüden. Die Risspitze liegt bei den Koordinaten  $x = y = 0 \mu\text{m}$ . Der Riss wurde direkt nach der Ermüdung (links) und im zeitlichen Abstand von drei Wochen (Mitte) bzw. neun Wochen (rechts) auf Fehlstellen untersucht. Der Bereich, in dem ein Einfang der Positronen in Fehlstellen stattfindet, nimmt im zeitlichen Verlauf ab, d. h. die plastische Zone wird kleiner. Der hier aufgetragene  $S$ -Parameter bezieht sich auf undeformiertes reines Aluminium (99,999 %). [Zam04]

Die plastische Zone wurde direkt nach der Verformung (linkes Bild), nach drei Wochen (mittleres Bild) und nach neun Wochen (rechtes Bild) vermessen. Die über

neun Wochen gemessene Zeitabhängigkeit deutet auf einen Ausheilungsprozess der Positronenhafstellen hin.

Vergleichsmessungen von Proben, die unter normaler Atmosphäre zyklisch verformt worden sind, zeigen, dass Einzelleerstellen sofort ausheilen oder mit gelösten Fremdatomen Komplexe bilden. [Zam02]

Bei der Risserzeugung entstehen an der Rissspitze neue Oberflächen, die keine Passivierungsschicht besitzen. Ohne die schützende Oxidschicht kann atomarer Wasserstoff aus der Lösung durch die Aluminiumoberfläche diffundieren. Im Werkstoff geben die Wasserstoffatome jeweils ihr Valenzelektron ab. Die positive Ladung jedes Protons wird durch eine Wolke von Leitungselektronen abgeschirmt. Diese Komplexe aus Protonen und negativ geladenen Wolken diffundieren auf Zwischengitterplätzen durch den Festkörper und werden von Leerstellen, Versetzungen, Korngrenzen und auch Phasengrenzen eingefangen. Wird der Wasserstoff in einer Leerstelle eingefangen, so bewirkt er, dass die thermisch aktivierte Bewegung dieser Leerstelle behindert wird.

Das Gebilde aus Leerstelle und Wasserstoff ist bis zu einer Temperatur von 295 K stabil. Erst bei höheren Temperaturen wird die Leerstelle, durch Abgabe des Wasserstoffs, wieder beweglich. [Eic61, Lin86]

Wenn der Effekt des verzögerten Ausheilens einer Probe, die unter korrosiven Bedingungen verformt wurde, tatsächlich durch Wasserstoff verursacht wird, der an der Rissspitze in das Material diffundiert, so sollte in der plastischen Zone eine erhöhte Wasserstoffkonzentration nachweisbar sein.

Die Möglichkeiten, den Wasserstoff in Metallen nachzuweisen, sind sehr beschränkt. Zudem ist die Ausdehnung der hier zu untersuchenden plastischen Zone nur wenige 100  $\mu\text{m}$  groß. Damit ist die erhöhte Wasserstoffkonzentration lokal stark begrenzt. Es stehen mehrere etablierte Methoden zur Verfügung, die jedoch einige Nachteile mit sich bringen.

### Neutronenstreuung

Bei der Neutronenstreuung haben Protonen einen sehr viel größeren Streuwirkungsquerschnitt ( $\approx 80 \text{ barn}^1$ ) im Vergleich zu anderen Elementen (ca. 4 barn) und können so nachgewiesen werden. [Ros97]

### Elastic Recoil Detection Analysis (ERDA)

Wenn ein Projektil einen Atomkern in der Probe trifft, dann kommt es zu einem elastischen Streuprozess. Ein Teil der Energie des Projektils geht dabei auf den herausgeschlagenen Atomkern über. Über Messung der Energie und der Geschwindigkeit des gestoßenen Atomkerns kann das Element identifiziert werden. Die Konzentration eines Elementes kann aus der gemessenen Zahl der

---

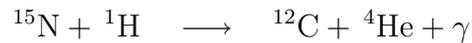
<sup>1</sup>1 barn =  $10^{-28} \text{ m}^2$

vorwärtsgestreuten Probenatome berechnet werden.

Nähere Informationen zu dieser Methode finden sich in [Sch97].

### Nuclear Reaction Analysis (NRA)

Zur Untersuchung des Wasserstoffgehaltes mittels dieser Technik wird die zu untersuchende Probe mit einem  $^{15}\text{N}$  Ionenstrahl beschossen. Bei einer Kollision mit einem Proton wird über die Reaktion



ein Gamma-Quant von 4,44 MeV emittiert. Wird ein Gamma-Quant mit dieser Energie in einem Detektor registriert, kann somit auf die obige Reaktion und damit auf Wasserstoff geschlossen werden. [Sch97]

### Nuclear Magnetic Resonance (NMR)

Das Problem der Messung von Wasserstoff über das Prinzip der NMR liegt darin, dass dieses Verfahren für unpolarisierte Protonen viel zu unempfindlich und somit für eine Messung des hier nachzuweisenden Wasserstoffs nicht geeignet ist. Anders verhält es sich jedoch, wenn der Wasserstoff nicht im Magnetfeld polarisiert werden muss, sondern bereits polarisiert in die Probe implantiert wird. [Bom04]

Neben den hier genannten Methoden gibt es noch weitere Möglichkeiten den Wasserstoff nachzuweisen. Dazu gehört z. B. der indirekte Nachweis mit Hilfe des Gorsky-Effektes. Für eine Auflistung weiterer Methoden sei an [LB3-26] verwiesen.

Jede der hier vorgestellten Methoden liefert für die Messung der Wasserstoffkonzentration in Metallen nur unbefriedigende Resultate im Bezug auf Auflösung bzw. Empfindlichkeit.

Eine neue Möglichkeit, den Wasserstoff mit hoher Ortsauflösung direkt zu messen, soll im Rahmen dieser Diplomarbeit vorgestellt werden.

Sie beruht auf dem bewährten Prinzip der Wasserstoffdesorption. Das heißt, dass der Wasserstoff bei hohen Temperaturen aus der Probe ausdiffundiert wird. Findet dieser Prozess unter Vakuum statt, so kann durch die Druckveränderung auf die Menge des ausdiffundierten Gases geschlossen werden. Obwohl für das ausdiffundierte Gas zum überwiegenden Teil nur Wasserstoff in Frage kommt, hält diese Messmethode die Option offen, das Gas mit einem Massenspektrometer zu untersuchen.

Durch dieses Verfahren kann man den gesamten Wasserstoffgehalt in der erhitzten Probe messen. Um ein Wasserstoffprofil der Probe zu erhalten, muss man sich eines Tricks bedienen. Man sägt aus der Probe kleine Späne heraus, die dann über das oben beschriebene Verfahren auf Wasserstoff untersucht werden. So ist die Ortsauflösung des Verfahrens nur durch die Größe der Späne und die apparaturbedingte Nachweisgrenze für Wasserstoff beschränkt. Da dieses Verfahren jedoch den Wasserstoffgehalt im Span misst, ist es für die Vergleichbarkeit der Messwerte notwendig, dass die Späne näherungsweise gleich groß sind.

# Kapitel 2

## Theoretische Grundlagen

### 2.1 Fehlstellen in Festkörpern

Ein realer Kristall ist nie frei von Gitterfehlern bzw. Leerstellen. Diese Fehler beeinflussen maßgeblich die elektrischen und mechanischen Eigenschaften des Materials. Für die hier vorgestellten Messungen ist die Eigenschaft, dass Gitterfehler –speziell Leerstellen– ein attraktives Potential für Wasserstoff darstellen können, von besonderer Bedeutung.

Zur Beschreibung von Fehlertypen bietet es sich an, diese nach ihrer Dimensionalität zu ordnen.

#### 2.1.1 Punktdefekte

Unter dem Begriff Punktdefekte versteht man Fehlstellen wie zum Beispiel atomare Leerstellen, Zwischengitteratome oder auch Fremdatome (siehe Abb. 2.1).

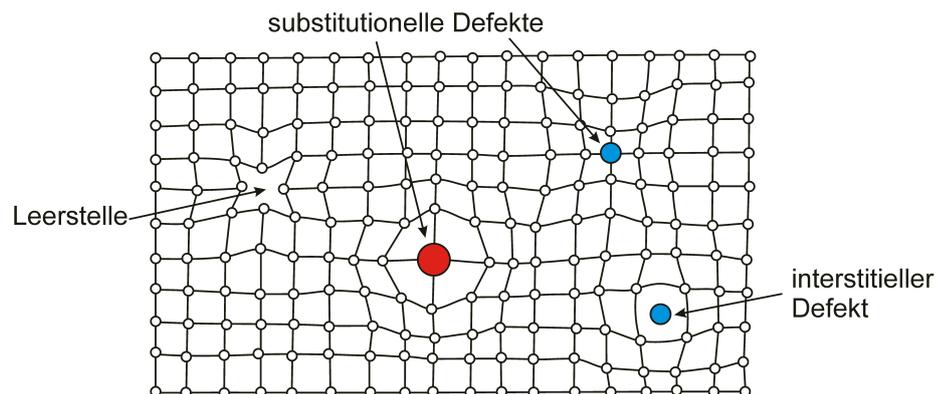


Abbildung 2.1: Schema eines einfachen Gitters mit unterschiedlichen Punktdefekten. Gitterfehler können zu einer weitreichenden elastischen Verzerrung des Gitters führen. [Joh92]

Leerstellen und Zwischengitteratome im Nichtgleichgewicht können sowohl durch plastische Verformung, Teilchenbestrahlung als auch durch Temperaturbehandlung und anschließendes Abschrecken entstehen.

Bei ausreichend hohen Temperaturen können die Leerstellen durch Platzwechselprozesse durch den Festkörper diffundieren.

### 2.1.2 Versetzungen

Versetzungen sind linienförmige Defekte des Kristallgitters. Da sie keinen Endpunkt im Inneren des Gitters haben können, sind sie entweder ringförmig, oder sie enden an einer Grenzfläche bzw. an der Oberfläche des Kristalls (Abb. 2.2).

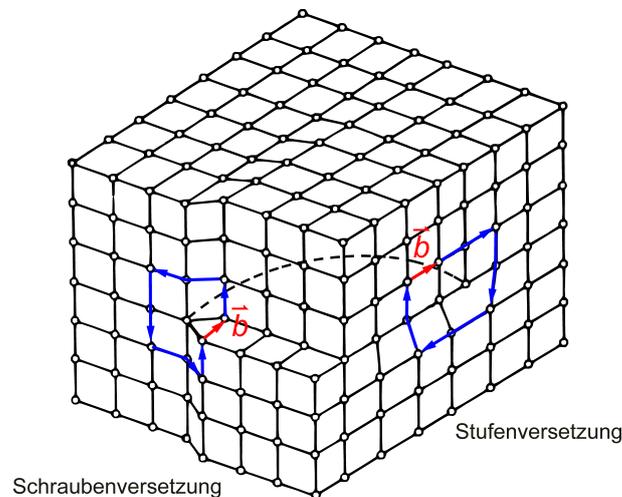


Abbildung 2.2: Versetzungslinien können nicht im Inneren des Gitters enden. Sie bilden entweder sogenannte Versetzungsringe, oder enden an der Oberfläche des Kristalls. Je nachdem, ob der Burgersvektor  $\vec{b}$  und die Versetzungslinie (gestrichelt) parallel oder senkrecht zueinander stehen, unterscheidet man zwischen Schraubenversetzung oder Stufenversetzung. (Nach [Joh92])

Je nachdem, ob der Burgersvektor  $\vec{b}$  (siehe Abb. 2.2) und die Versetzungslinie parallel oder senkrecht zueinander stehen, unterscheidet man zwischen Schraubenversetzung oder Stufenversetzung.

Unter Einwirkung einer äußeren Kraft bewegen sich die Versetzungen vorzugsweise auf sogenannten Gleitebenen.

Versetzungen erzeugen ein weitreichendes elastisches Spannungsfeld, wodurch es zu Wechselwirkungen mit anderen Versetzungen oder Ausscheidungen kommt. Die dabei entstehenden Komplexe sind teilweise unbeweglich und stellen Hindernisse für die weitere Versetzungsbewegung dar. [Hul84, See65]

Durch Anhäufung solcher unbeweglicher Hindernisse während einer plastischen Verformung kommt es zu einer makroskopischen Verfestigung des Festkörpers. [Vol89]

### 2.1.3 Höherdimensionale Fehlstellen

Neben den bis jetzt gezeigten Punkt- und Liniendefekten gibt es auch höherdimensionale Fehlstellen. Zu den zweidimensionalen Defekten gehören z. B. Korngrenzen und Phasengrenzflächen. Korngrenzen trennen Bereiche unterschiedlicher Gitterorientierung. Dabei wird je nach Winkel des Orientierungsunterschieds zwischen Klein- und Großwinkelkorngrenzen unterschieden. Haben die angrenzenden Kristallite zudem eine andere chemische Zusammensetzung, so spricht man von Phasengrenzen.

Zu den dreidimensionalen Defekten gehören z. B. Leerstellencluster oder Ausscheidungen. Diese entstehen durch Zusammenlagerung von beweglichen Leerstellen bzw. Fremdatomen oder Mischkristallkomponenten, wenn diese in einer höheren Konzentration als der thermodynamischen Gleichgewichtskonzentration vorliegen.

Sowohl die Leerstellencluster als auch die Ausscheidungen sind bei Raumtemperatur unbeweglich und sorgen so für höhere Festigkeit des Materials. Aufgrund dieser höheren Festigkeit haben Ausscheidungen eine große technische Bedeutung (siehe auch Kapitel 2.4).

## 2.2 Plastische Verformung

Das Verformen von Metallen beinhaltet makroskopisch einen reversiblen elastischen und einen irreversiblen plastischen Anteil. Der plastische Anteil beruht auf der Bewegung und Erzeugung von Versetzungen. Ein Material verhält sich während einer Verformung im elastischen Bereich makroskopisch wie eine Feder. Mikroskopisch treten bei vielen Lastzyklen jedoch bleibende Veränderungen auf. Diese sind die Ursache für das Phänomen der Materialermüdung. Der Verformungszustand eines Materials ist verantwortlich für technisch wichtige Eigenschaften wie Härte, Zugfestigkeit oder Zerspanbarkeit.

Zur Charakterisierung des plastischen Verhaltens lassen sich verschiedene Verfahren anwenden, die physikalisch definierte Größen liefern. Dazu gehören z. B. der Zug- oder Druckversuch sowie das Wechselverformungsexperiment. Prüfverfahren wie z. B. die Härteprüfung nach *Vickers* oder *Brinell*, liefern nicht so exakt zu definierende Größen, sind aber für die praktische Charakterisierung der Werkstoffe von großer Bedeutung. [DIN00, Haa03]

### 2.2.1 Zugversuch

Beim Zugversuch wird die Probe einer langsam und stetig zunehmenden Verlängerung  $\Delta L$  unterworfen. Die dazu erforderliche Kraft  $F$  wird gemessen. Die Dehnrates

$$\dot{\epsilon} = \frac{d}{dt} \left( \frac{\Delta L}{L} \right) \quad (2.1)$$

wird dabei so gering gewählt, dass die Versetzungsbewegung annähernd im Gleichgewicht erfolgt. Die zur Längenänderung nötige technische Zugspannung  $\sigma$  wird aus der Kraft  $F$  und dem Ausgangsquerschnitt  $A_0$  der Probe über

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (2.2)$$

bestimmt.

Dabei wird die Einschnürung der Probe und damit die Querschnittsänderung während des Versuchs vernachlässigt. Abbildung 2.3 zeigt den typischen Verlauf der technischen Spannungs-Dehnungs-Kurve.

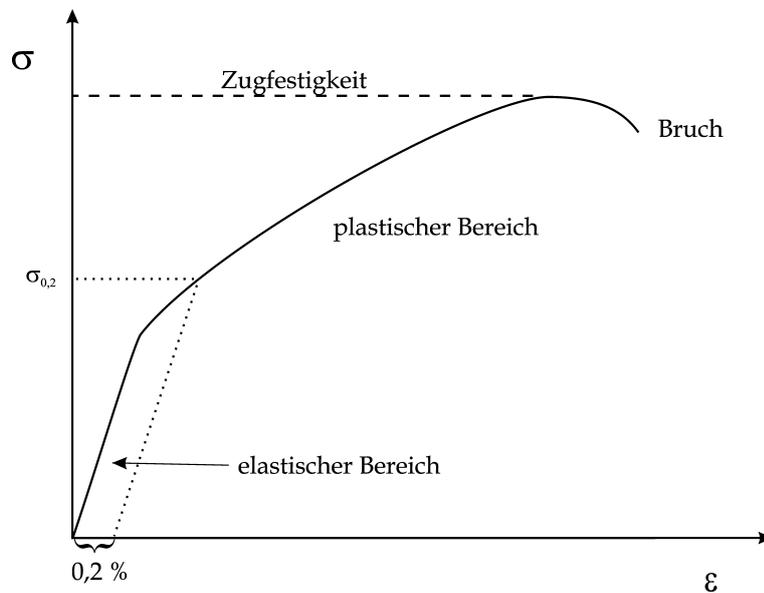


Abbildung 2.3: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurve beim Zugversuch. Bei kleinen Spannungen vor dem Erreichen der Streckgrenze  $\sigma_{0,2}$  verformt sich das Material makroskopisch reversibel nach dem *Hook*'schen Gesetz. Bei höheren Spannungen setzt die plastische Verformung ein. Es kommt zur Einschnürung des Materials und somit zu einer Verkleinerung des Querschnittes der Probe. Da die technische Spannung sich jedoch auf eine konstante Querschnittsfläche bezieht, fällt sie nach Erreichen der Zugfestigkeit bis zum Bruch kontinuierlich ab.

Der Bereich, in dem Spannung und Dehnung proportional sind, ist der elastische Bereich (*Hook*'scher-Bereich).

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (2.3)$$

Die Proportionalitätskonstante ist der Elastizitätsmodul  $E$ . Die Proportionalitätsgrenze gibt die Spannung  $\sigma_p$  an, bis zu welcher die Dehnung proportional mit der Spannung wächst. Da  $\sigma_p$  schwer zu bestimmen ist, wurde die Streckgrenze als die Spannung eingeführt, bei der eine bestimmte bleibende Dehnung nach Entlastung auftritt, z. B. 0,2% ( $\sigma_{0,2}$ ). [Ber92]

### 2.2.2 Wechselverformung

Als Modell von zyklisch belasteten Bauteilen dient eine Wechselverformung, bei der die Probe mit einer bestimmten Dehnungsamplitude und Frequenz verformt wird. Die angelegte Spannung ist üblicherweise so gering, dass der *Hook*'sche-Bereich nicht überschritten wird (typisch sind ca. 60% der Streckgrenze) und die dadurch entstehende Verformung makroskopisch betrachtet elastisch ist. Man unterscheidet zwischen dehnungskontrollierter Wechselverformung, bei der die maximale Dehnung konstant bleibt und spannungskontrollierter Wechselverformung, bei der die maximale Spannung konstant bleibt.

Als Spannungs-Dehnungskurve einer dehnungskontrollierten Wechselverformung ergibt sich eine Hysterese (siehe Abbildung 2.4), die auf die mikroskopisch irreversiblen Prozesse während der plastischen Verformung zurückzuführen ist.

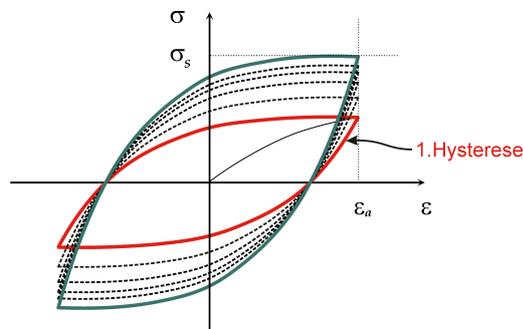


Abbildung 2.4: Idealisierte Hysteresekurven bei einem dehnungskontrollierten Wechselverformungsversuch. Die erste Hysteresekurve ist rot dargestellt. Während des Versuchs steigt die maximale Spannung in der Hysteresekurve aufgrund der Verfestigung bis zu einem Maximum an. Die Hysteresekurve bei maximaler Festigkeit des Materials ist grün dargestellt. (Nach [Haa03])

Durch diese plastischen Verformungen verfestigt sich das Material, wobei die maximale Dehnungsspannung  $\sigma_s$ , die benötigt wird, um die Dehnungsamplitude  $\varepsilon_a$  aufrecht zu erhalten, mit der Zyklenzahl ansteigt.

## 2.3 Bruchmechanik

Bei mechanisch beanspruchten Bauteilen kommt es unter hinreichend großer Belastung zum Bruch. Dieses Werkstoffversagen wird je nach Werkstoffzustand und Art der Belastung in unterschiedliche Kategorien eingeteilt:

### Sprödbbruch

Einem Sprödbbruch ist nur eine kurzzeitige Belastung vorausgegangen. Die plastische Verformung ist dabei nur sehr gering. Das Material ist üblicherweise sehr hart (Keramik, gehärteter Stahl).

**Duktilbruch**

Ähnlich wie beim Spröbruch, ist auch dem Duktilbruch nur eine kurzzeitige Belastung vorausgegangen. Dabei kommt es jedoch zu einer deutlich größeren plastischen Verformung als beim Spröbruch. Typische Materialien, bei denen ein Duktilbruch auftreten kann, sind zähe Materialien wie z. B. Aluminium, Baustahl oder Blei.

**Kriechbruch**

Einem Kriechbruch geht eine lang andauernde, einseitige Belastung voraus. (Typische Materialien sind Polymere)

**Ermüdungsbruch**

Einem Ermüdungsbruch geht eine andauernde Wechselbeanspruchung voraus, deren Spannungsamplitude im *Hook*'schen-Bereich liegt.

Hier soll nur auf den Ermüdungsbruch eingegangen werden. Eine genaue Darstellung der anderen Fälle findet sich in [Bro78, Dub97, Got98, Wöh58].

Das Stadium der Rissbildung und der Rissausbreitung geht dem Ermüdungsbruch voraus. Mit Ausnahme von oberflächengehärteten Werkstoffen und Verbundmaterialien beginnt die Rissbildung fast immer an der Oberfläche des Werkstücks. Störungen der Oberfläche wie Kerben, Kratzer, Grate und Einschlüsse dienen als Risskeime, da sich an ihnen während des Verformens lokale Spannungsmaxima bilden.

Nach einem Modell von *Wood* kann das Zurückgleiten von Stufen, die aus der Oberfläche ausgetreten sind, von Oberflächenoxidationen bzw. Verfestigungen verhindert werden. Bei Lastumkehr kommt es dann zu einem Abgleiten auf einer parallelen Gleitebene. Die so entstehenden Extrusionen bzw. Intrusionen können ebenfalls als Risskeime wirken. [Woo58]

Die Rissausbreitung kann in drei Stadien unterteilt werden. Im ersten Stadium breiten sich in der Umgebung des Risskeimes kleine Mikrorisse in Richtung der maximalen Schubspannung ( $45^\circ$  zur Lastrichtung) aus. Wenn der Riss eine hinreichende Länge erreicht hat, kommt es zu einer Änderung des Spannungszustandes (von Schubspannung zu Normalspannung) und der Riss schwenkt in die Richtung senkrecht zur äußeren Lastrichtung um. Dies ist der Beginn des zweiten Stadiums, in dem der Rissfortschritt von der Spannungskonzentration an der Rissspitze bestimmt wird. Vor der Rissspitze bildet sich die sogenannte plastische Zone (Abb. 2.5), die ein Bereich mit hoher Versetzungsdichte ist. [Irw58, Bro78]

In den ersten beiden Stadien ist zur Vergrößerung des Risses eine Zunahme der wahren Spannung nötig. Man spricht hier von einer stabilen Rissausbreitung. Dabei hängt der Rissfortschritt pro Verformungszyklus von Faktoren wie der Probengeometrie, dem Risstyp und dem Material ab. Bei speziell genormten Proben, wie z. B. der CT-Probe (siehe Kapitel 4), kann der Einfluss der Probengeometrie abgeschätzt werden.

Im dritten Stadium kommt es dann ohne weitere Erhöhung der Spannung zu einem Fortschreiten des Risses bis zum Bruch. Dieses instabile Verhalten lässt sich

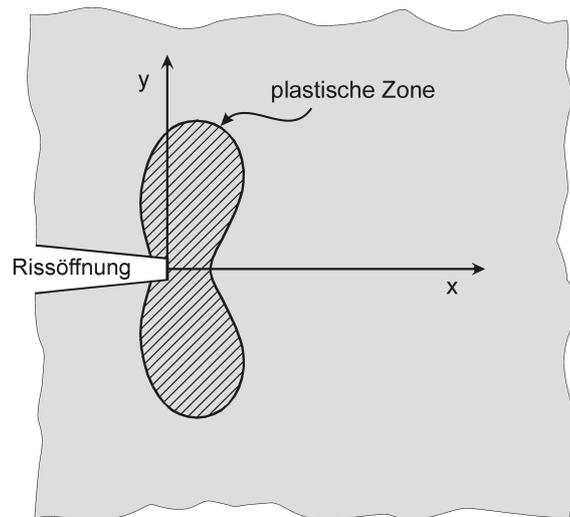


Abbildung 2.5: Typische berechnete Form der plastischen Zone vor einem Ermüdungsriss nach *Dugdale*. [Dug60]

dadurch erklären, dass sich der tragende Querschnitt soweit verringert hat, dass im Restquerschnitt die Zugfestigkeit des Materials überschritten ist. [Ber97, Fin80]

## 2.4 Guinier-Preston-Zonen (GP-Zonen)

Guinier-Preston-Zonen sind geordnete Gefügebereiche, die sich unter bestimmten Bedingungen in Aluminium-Legierungen bilden können.

Als Beispiel sei hier die Bildung von GP-Zonen in Al-Cu-Legierungen beschrieben: Die maximale Löslichkeit von Cu in Al beträgt 5,65 Gew. % bei 548°C (Abb. 2.6). Unterhalb einer Temperatur von 300°C ist die Löslichkeit kleiner als ein Prozent. [Got98]

Um durch Ausscheidungsbildung eine Härtung des Materials zu erlangen, wird eine Zusammensetzung verwendet, die bei hohen Temperaturen als Mischkristall  $\alpha$ , bei tieferen Temperaturen jedoch als Phasengemenge  $\alpha + \theta$  vorliegt. Dabei ist  $\theta$  die intermetallische Phase  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , die eine tetragonale Kristallstruktur hat. Schreckt man den Mischkristall  $\alpha$  von den oben genannten 548°C auf Raumtemperatur ab, so entsteht ein übersättigter Mischkristall, welcher durch Auslagern bei Raumtemperatur beträchtlich an Härte gewinnt.

Da die  $\theta$ -Phase eine Kristallstruktur hat, die von der Aluminiummatrix verschieden ist, wäre die Phasengrenzfläche inkohärent (siehe Abb. 2.7 rechts). Wegen der damit verbundenen hohen Grenzflächenenergie ist die Keimbildungsarbeit sehr groß. Besonders bei tiefen Temperaturen ist somit die Keimbildung stark behindert. Dies ist der Grund, warum es beim Phasenübergang  $\alpha \rightarrow \alpha + \theta$  nicht direkt zur Bildung

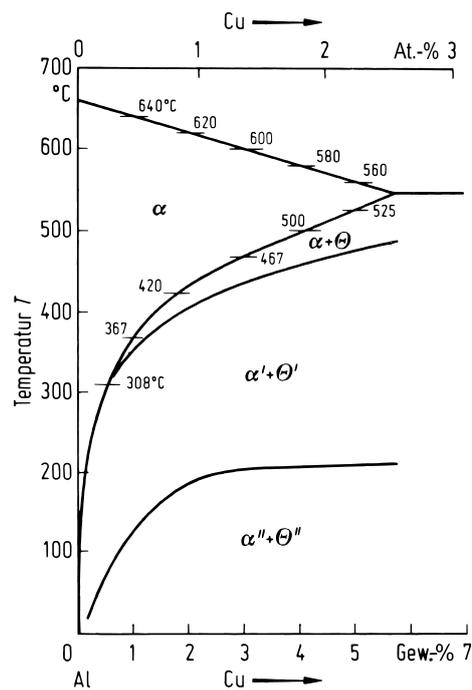


Abbildung 2.6: Löslichkeit von Cu in Al. Ebenfalls eingezeichnet sind die metastabilen Phasen  $\theta''$  und  $\theta'$ . [Haa74]

von einer  $\theta$ -Phase kommt. Vielmehr kommt es zu einem Durchlaufen von metastabilen Phasen, deren Grenzflächen entweder kohärent, oder teilkohärent sind (siehe Abb. 2.7).

Diese Phasen heißen  $\theta''$  und  $\theta'$  (Guinier-Preston(GP)-Zone I und GP II), die in dieser Reihenfolge beim Auslagern durchlaufen werden und schließlich zur Gleichgewichtsphase  $\theta$  führen.

Diese GP-Zonen sind geordnete Gefügebereiche, die aufgrund ihrer elastischen Spannung im Material die Versetzungsbewegung behindern ([Gui39, Pre38]) und so zu einer Verfestigung des Materials führen. Die GP I-Zonen sind einschichtige Atomlagen von Cu auf  $\{100\}$ -Ebenen der Aluminium-Matrix. GP II-Zonen sind Anhäufungen von mehreren parallelen Cu-Schichten auf  $\{100\}$ -Ebenen (Abb. 2.8), die zu einer tetragonalen Verzerrung führen. [Haa74, Got98]

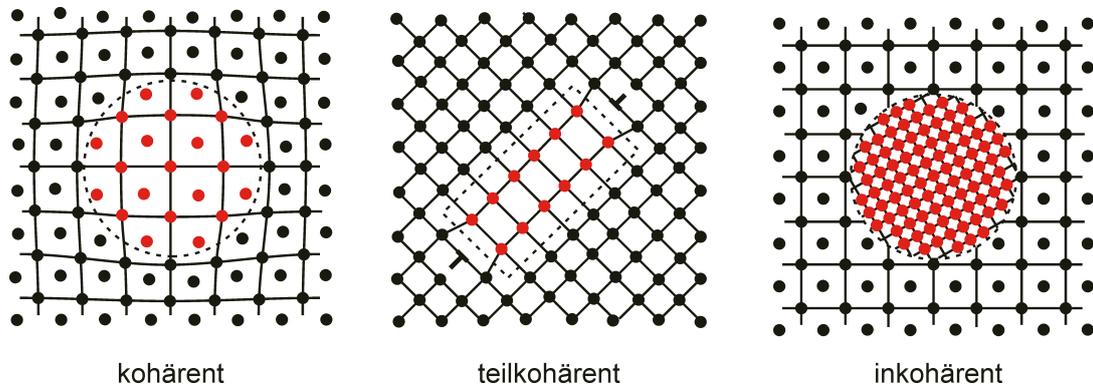


Abbildung 2.7: Bei *kohärenten* Ausscheidungen setzen sich die Gitterebenen der Matrix stetig in der Ausscheidung fort. Bei *teilkohärenten* Ausscheidungen kommt es zur Bildung von Stufenversetzungen, die die elastischen Verzerrungen in den Grenzflächen kompensieren. Bei *inkohärenten* Ausscheidungen sind die Kristallstrukturen der beiden Phasen unterschiedlich. [Got98]

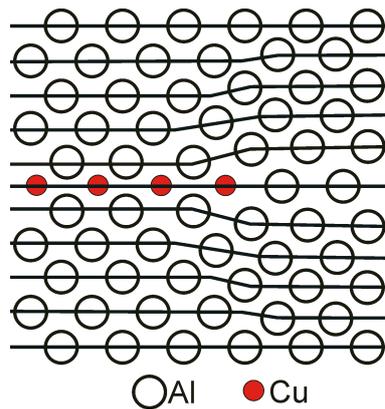


Abbildung 2.8: Schnitt durch eine GP I-Zone in Al-Cu. [Got98]

## 2.5 Wasserstoff in Metallen

Wasserstoffatome geben in Metallen jeweils ihr Valenzelektron an das Leitungsband ab und bewegen sich auf Zwischengitterplätzen. Dabei wird die elektronische Bandstruktur des Metalls verändert und die positive Ladung des Wasserstoffs wird durch eine Wolke von Leitungselektronen abgeschirmt. Durch die elektrostatische Wechselwirkung des Wasserstoffs mit dem Gitter wird dieses lokal aufgeweitet und dadurch die potentielle Energie des Wasserstoffs abgesenkt. Man spricht von einer sogenannten „Selbstlokalisierung“. [Sch97]

Der Wasserstoffkern bildet zusammen mit seiner Abschirmwolke und seinem Verzerrungsfeld ein Quasiteilchen. Dieses Quasiteilchen ist gemeint, wenn von Wasserstoff in Metallen die Rede ist. [Maj00]

### 2.5.1 Diffusion

Wasserstoff diffundiert auf Zwischengitterplätzen durch den Festkörper und hat dabei eine temperaturabhängige, sehr hohe Beweglichkeit.

Die klassische Vorstellung von der Diffusion eines interstitiellen Teilchens im Festkörper ist schematisch in Abb. 2.9 zu sehen.

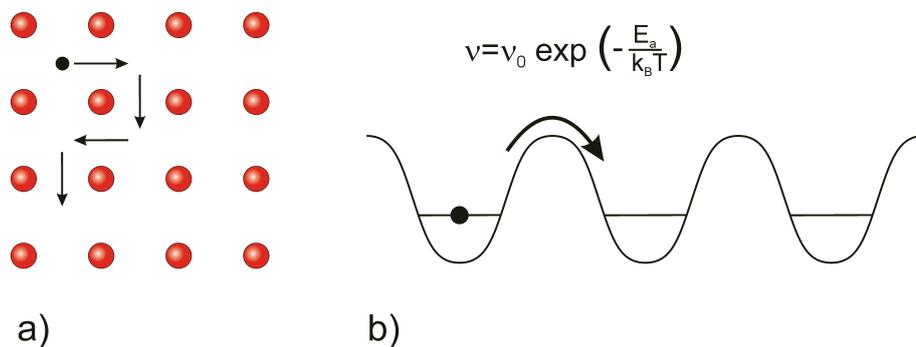


Abbildung 2.9: a) Diffusion von Wasserstoff als interstitielles Teilchen im Festkörper b) Bei der klassischen Modellvorstellung der Diffusion geht man von Sprüngen über eine Potentialbarriere der Energie  $E_a$  aus. Als Maß für die Diffusion kann die Sprungfrequenz  $\nu$  angegeben werden.  $\nu_0$  bezeichnet man als Versuchsfrequenz. (Nach [Sch97])

Die Zwischengitterplätze sind in der Abb. 2.9 b) als Potentialminima dargestellt. Um von einem Gitterplatz zum nächsten zu kommen muss der Wasserstoff über eine Potentialbarriere springen. Die Höhe der zu überwindenden Potentialbarriere sei hier mit  $E_a$  bezeichnet. Die Wahrscheinlichkeit, dass der Wasserstoff dafür genügend Energie besitzt, wird über eine Boltzmann-Verteilung angegeben. Als Maß für die Diffusion kann die Verweildauer  $\tau$  oder die damit verknüpfte Sprungfrequenz  $\nu = 1/\tau$

angegeben werden. Für die Sprungfrequenz  $\nu$  und den Diffusionskoeffizienten  $D$  erhält man ein Arrhenius-Gesetz [Sch97]:

$$\nu = \nu_0 \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{k_B T}\right) \quad (2.4)$$

$$D = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{k_B T}\right) \quad (2.5)$$

$D_0$  ist ein temperaturunabhängiger Vorfaktor.  $\nu_0$  bezeichnet man als Versuchsfrequenz. Sie hat einen Wert in der Größenordnung der Debye-Frequenz.

Im Rahmen des klassischen Modells sollte die Sprungfrequenz (2.4) bei tiefen Temperaturen (in vielen Fällen ab Zimmertemperatur oder etwas tiefer) so klein sein, dass es praktisch zu keiner Diffusion mehr kommen sollte.

Die dennoch stattfindende Diffusion bei tieferen Temperaturen erfolgt über den Tunnelprozess. Bevor es zu einem Tunneln durch die Potentialbarriere kommen kann, muss zunächst die Selbstlokalisierung bzw. die damit verbundene Absenkung des Potentials aufgehoben werden. Dies geschieht z. B. durch Gitterschwingungen, die zu statistischen Fluktuationen des Teilchenpotentials führen. Dabei können sogenannte Koinzidenzkonfigurationen entstehen, bei denen Ausgangs- und Endzustand übereinstimmen, wodurch ein Tunnelprozess ermöglicht wird. Nach dem Tunneln relaxiert das Gitter um die neue Gleichgewichtslage (Abb. 2.10). [Maj00, Sch97]

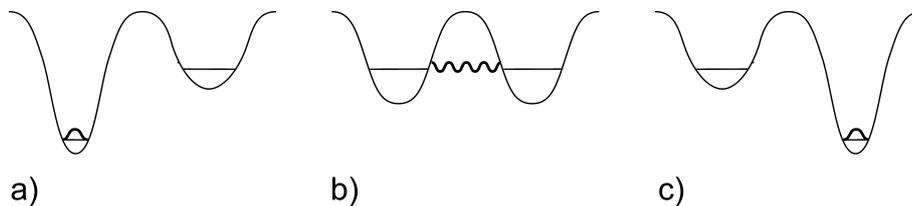


Abbildung 2.10: Schematische Darstellung des inkohärenten Tunnelprozesses. Aufgrund der Selbstlokalisierung und der damit verbundenen Absenkung des Potentials (a) kann es nicht direkt zu einem Tunneln zum Nachbarplatz kommen. Die Selbstlokalisierung muss zuerst durch thermisch angeregte Schwingungen der Gitteratome aufgehoben werden (b), bevor es zu einem Tunneln durch die Potentialbarriere kommen kann. (Nach [Sch97])

Die Gesamtwahrscheinlichkeit für einen solchen Tunnelprozess ist das Produkt der Wahrscheinlichkeit einer Koinzidenzkonfiguration  $W_K$  und der Tunnelwahrscheinlichkeit  $W_T$ .

Die Wahrscheinlichkeit für eine Koinzidenzkonfiguration  $W_K$  wird bei nicht zu kleinen Temperaturen im wesentlichen durch ein Arrhenius-Gesetz gegeben:

$$W_K \propto \exp\left(-\frac{E'_a}{k_B T}\right) \quad (2.6)$$

Dabei ist die Aktivierungsenergie  $E'_a$  wesentlich kleiner als für Sprünge über die Barriere ( $E_a$ ).

Die Tunnelwahrscheinlichkeit wird nach der Störungsrechnung durch das Quadrat des Tunnelmatrixelements  $J$  bestimmt. Demnach gilt:

$$W_T \propto J^2 \quad (2.7)$$

Die Gesamtwahrscheinlichkeit der Sprungrate  $\nu$  ist somit [Sch97]:

$$\nu \propto J^2 \exp\left(-\frac{E'_a}{k_B T}\right) \quad (2.8)$$

### 2.5.2 Abschätzung der Diffusionslänge

Die folgende Abschätzung soll der Bestimmung der Diffusionslänge  $L$  von Wasserstoff in Metallen dienen. Dabei soll diese Rechnung als eine Abschätzung der Größenordnung verstanden werden.

Die Diffusionslänge  $L$  von Wasserstoff berechnet sich nach folgender Gleichung:

$$L = \sqrt{6 D \cdot t} \quad \begin{array}{l} D: \text{ Diffusionskoeffizient} \\ t: \text{ Zeit} \end{array} \quad (2.9)$$

Dabei ist der Diffusionskoeffizient  $D$ , wie in dem vorherigen Kapitel gezeigt, eine Funktion der Temperatur. Es gibt leider nur sehr wenige Messungen, die den Diffusionskoeffizienten von Wasserstoff in Aluminium bei Raumtemperatur beschreiben. Eine Zusammenstellung von verschiedenen Messungen verschiedener Autoren ist in [Wip97] abgedruckt und hier in der Abbildung 2.11 wiedergegeben.

Die gestrichelte rote Gerade wurde zur Abschätzung des Diffusionskoeffizienten als Funktion der Temperatur per Hand in das Diagramm gezeichnet.

Die folgende Gleichung beschreibt die abschätzende Gerade hinreichend gut:

$$D(T) = e^{-4000/T} \cdot 0,08 \quad (2.10)$$

Über die Gleichung (2.9) erhält man eine Abschätzung der Diffusionslänge für eine bestimmte Temperatur. Dies ist in der Abbildung 2.12 exemplarisch für eine Temperatur von  $T = 100^\circ\text{C}$  dargestellt.

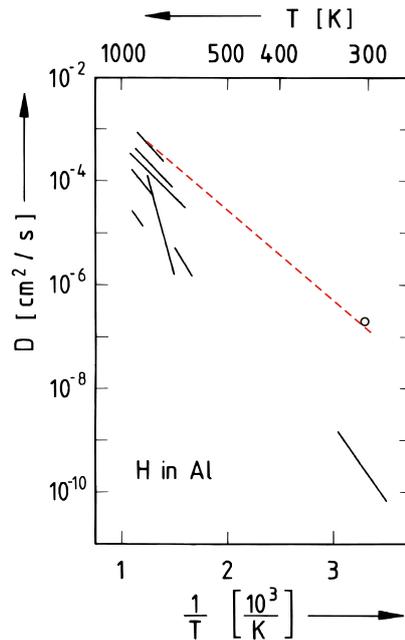


Abbildung 2.11: Diffusionskoeffizient für Wasserstoff in Aluminium von Messungen verschiedener Autoren aus [Wip97]. Die gestrichelte rote Gerade wurde zur Abschätzung des Diffusionskoeffizienten als Funktion der Temperatur per Hand in das Diagramm gelegt. Sie dient als Basis für die weitere Betrachtung.

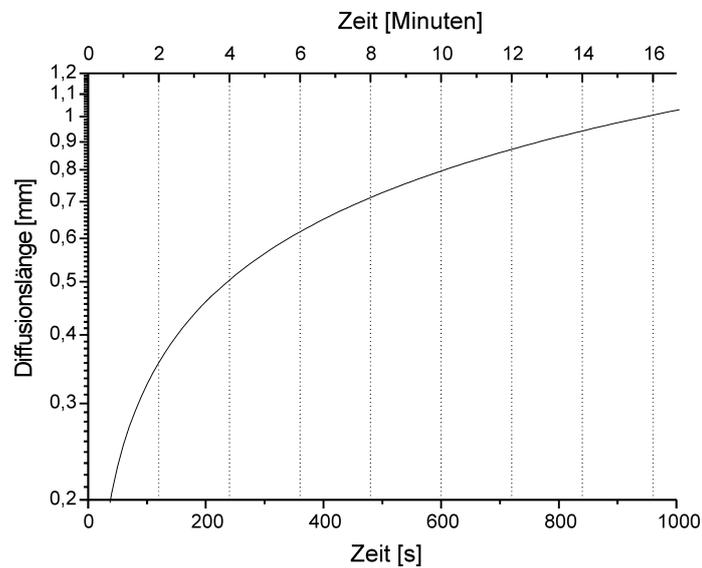


Abbildung 2.12: Abschätzung der Diffusionslänge von Wasserstoff in Aluminium bei 100°C. Die mittlere Diffusionslänge hat nach 15 Minuten einen Wert von etwa einem Millimeter.

## 2.6 Das Probenmaterial

Als Probenmaterial wurden die beiden Aluminiumlegierungen AA2024 und AA6013 verwendet.

Die Legierung AA2024 wird traditionell im Flugzeugbau verwendet. Da sie nicht schweißbar ist, wird sie im kaltausgehärteten Zustand in Niet- bzw. Klebbauweise verwendet. Zwecks Gewichtsreduzierung soll in Zukunft jedoch vermehrt die schweißbare Legierung AA6013 verarbeitet werden. Die mechanischen Eigenschaften wie Streckgrenze, Härte und Zugfestigkeit der Legierung 6013 im warmausgehärteten Zustand sind mit denen der nicht schweißbaren Legierung 2024 im kaltausgelagerten Zustand vergleichbar.

Entscheidend für den zukünftigen sicheren Einsatz der schweißbaren Legierung 6013 ist ein fundiertes Verständnis ihres Ermüdungsverhaltens. Aus diesem Grunde wird in dieser Diplomarbeit das Hauptaugenmerk auf die Legierung 6013 gelegt.

Legierung	Kupfer		Magnesium		Silizium	
	Gew.%	At.%	Gew.%	At.%	Gew.%	At.%
AA2024	4,4	1,99	1,6	1,8	–	–
AA6013	0,9	0,38	1	1,1	0,8	0,77

Tabelle 2.1: Legierungskomponenten der Legierungen AA2024 und AA6013

### 2.6.1 Die Eigenschaften der Legierung 2024

Im kaltausgelagerten Zustand T3, wie sie im Flugzeugbau verwendet wird, hat die AA2024-Legierung eine mittlere Festigkeit und sehr gute Schadenstoleranz-Eigenschaften bei Ermüdung, Rissfortschritt und Bruchzähigkeit. Die minimale Streckgrenze dieser Legierung liegt bei 300 MPa quer zur Walzrichtung bzw. 315 MPa längs der Walzrichtung. Die minimale Zugfestigkeit quer zur Walzrichtung beträgt 420 MPa bzw. 430 MPa längs zur Walzrichtung. Die maximale Dehnung beträgt 17% bzw. 19%. [Tem01]

Der Zustand T3 lässt sich in dieser Legierung durch Lösungsglühen bei 490°C und anschließendes Abschrecken auf Raumtemperatur erreichen (siehe Abb. 2.6). Beim Lösungsglühen entsteht ein homogener Mischkristall. Nach dem Abschrecken befindet sich die Legierung in einem metastabilen Zustand, d. h., es liegt ein übersättigter Mischkristall vor. Durch Auslagern bei Raumtemperatur kommt es zur Bildung der GP-Zonen, wie sie im Kapitel 2.4 beschrieben sind, wodurch die Festigkeit der Legierung stark zunimmt. Nach vier Tagen Auslagern bei Raumtemperatur lässt sich keine weitere Härtesteigerung feststellen und der Zustand T3 ist erreicht. [Zam02]

### 2.6.2 Die Eigenschaften der Legierung 6013

Anders als die Al-Cu-Mg-Legierung AA2024, lässt sich die Al-Mg-Si-Cu-Legierung AA6013 schweißen und besitzt zudem günstige Strangpress-Eigenschaften. Des Weiteren weist dieser Werkstoff im Vergleich zu AA2024 eine um 3% geringere Dichte auf. Aus diesen Gründen eignet er sich als Alternative für moderne Fertigungsprozesse wie z. B. das Laserschweiß-Verfahren. Anders als die Legierung 2024 wird diese Legierung im Zustand maximaler Festigkeit (T6) verarbeitet. Die Materialeigenschaften der beiden Werkstoffe sind dann ungefähr gleich. Die minimale Streckgrenze quer zur Walzrichtung liegt bei 340 MPa bzw. bei 360 MPa längs zur Walzrichtung. Die minimalen Zugfestigkeiten betragen 395 MPa (quer) und 400 MPa (längs). Die maximale Dehnung beträgt 15%. [Tem01]

Der Zustand T6 lässt sich in dieser Legierung wie folgt erreichen:

Beim Lösungsglühen bei 560°C entsteht, ähnlich wie bei der Legierung 2024 beschrieben, ein Mischkristall. Durch Abschrecken auf Raumtemperatur bildet sich ein übersättigter Mischkristall. Nach vier Stunden Auslagern bei 190°C ist der maximale Härtegrad T6 erreicht. [Zam02]

### 2.6.3 Probenstandard

Als Probenstandard wird eine 1,6 mm dicke CT-Proben-Form (siehe Kapitel 4) verwendet.

Während des Herstellungsprozesses werden die Flugzeugbleche gewalzt, lösungsgelüht und anschließend abgeschreckt. Die beim Abschrecken entstandenen Unebenheiten werden durch Recken der Bleche ( $\epsilon < 3\%$ ) im noch nicht ausgehärteten Zustand beseitigt. Sie haben nach vier Tagen bei Raumtemperatur (AA2024) bzw. nach 4 h bei 190°C (AA6013) ihren geforderten Härtegrad und somit ihren Verarbeitungszustand erreicht.

Um zu vermeiden, dass durch das Recken entstandene plastische Deformationen einen Einfluss auf die Messungen haben, wurden die Proben nach dem Bearbeiten (Fräsen und Polieren) erneut lösungsgelüht, abgeschreckt und ausgelagert.

Aus technischen Gründen wurden die Proben jedoch nicht im eigentlichen Sinne abgeschreckt, sondern nur über eine Luftkühlung innerhalb von wenigen Minuten auf Raumtemperatur gebracht. Dies war zum einen innerhalb des gegebenen Zeitrahmens technisch einfacher zu realisieren, zum anderen ist für eine Messung der Wasserstoffkonzentration das Abschrecken nicht von Bedeutung.

Bei den Testmessungen (siehe Kapitel 5) wurde die hier beschriebene Behandlung der Proben nicht vorgenommen, da ein definierter Probenstandard dafür nicht erforderlich war. Bei den verwendeten Proben handelt es sich um AA6013 „ab Werk“. Um zu vermeiden, dass bei der Untersuchung Fett oder Dreckpartikel die Messungen stören, wurden alle Proben kurz vor ihrer Messung für 15 Minuten in einem Ultraschallbad mit Ethanol gereinigt.



## Kapitel 3

# Der Aufbau der Wasserstoffsäge

Die Wasserstoffsäge besteht im wesentlichen aus zwei Vakuumrezipienten (siehe Abb. 3.1), die über ein Zwischenventil verbunden sind. Im oberen Rezipienten befindet sich die Säge und die zu untersuchende Probe. Während die Achse der Säge fixiert ist, kann die Probe über einen linearen Vorschub von außen bewegt werden. Sägt nun das Sägeblatt aus der Probe kleine Späne heraus, werden diese von einem Trichter aufgefangen und gelangen durch das Zwischenventil in den unteren Rezipienten. Hier werden sie über einen zweiten Trichter in einen beheizbaren Tiegel geleitet. Über die Heizung kann der Tiegel und somit auch die darin enthaltenen Späne auf eine Temperatur von etwa 700°C erhitzt werden. Der Wasserstoff, der dabei aus den Spänen ausdiffundiert, erhöht den Druck im unteren Rezipienten, was über ein Druckmessgerät nachgewiesen werden kann. Durch den Vorschub der Probe kann ein Profil des Wasserstoffgehalts der Probe entlang des Sägeschnittes gemessen werden. Während die Abbildung 3.1 zur Verdeutlichung des Prinzips dient, zeigt die Abbildung 3.2 eine Skizze der tatsächlichen Ausführung der Wasserstoffsäge.

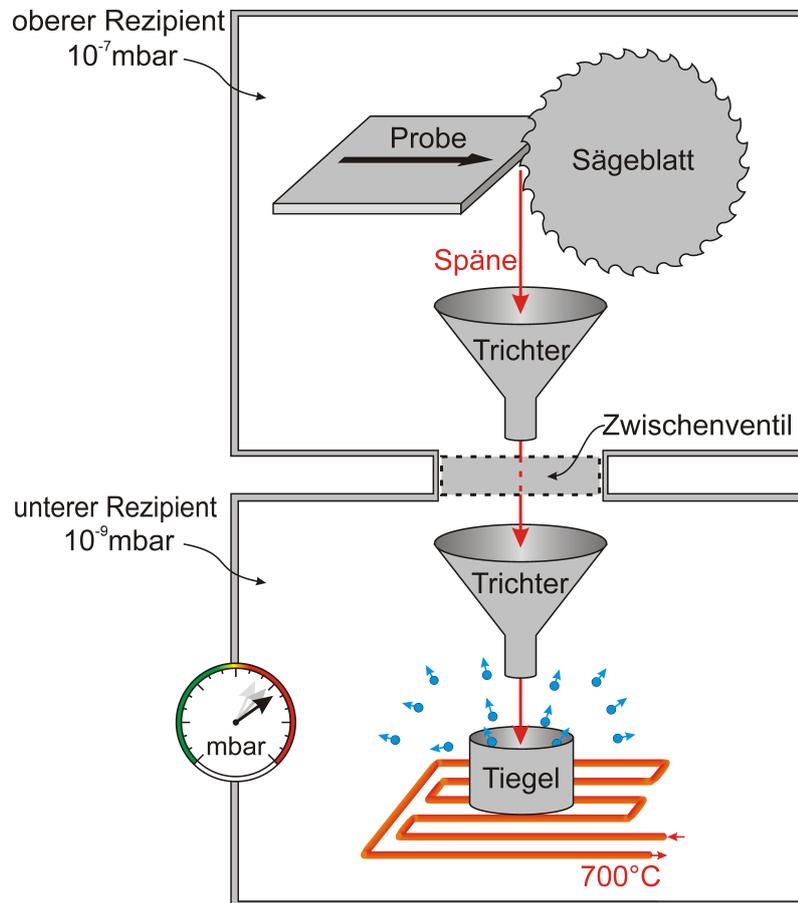


Abbildung 3.1: Im oberen Rezipienten werden aus der Probe kleine Späne gesägt, die durch ein Trichtersystem in einen auf  $700^{\circ}\text{C}$  beheizten Tiegel fallen. Beim Erwärmen der Späne wird ihr Wasserstoffgehalt in das Ultrahochvakuum des unteren Rezipienten ausdiffundiert, wodurch es einen über das Druckmessgerät nachweisbaren Druckanstieg gibt. Dieser Druckanstieg lässt Schlüsse auf die Wasserstoffkonzentration im Span zu. Durch den Vorschub der Probe kann ein Profil der Wasserstoffkonzentration der Probe entlang des Sägeschlitzes erstellt werden.

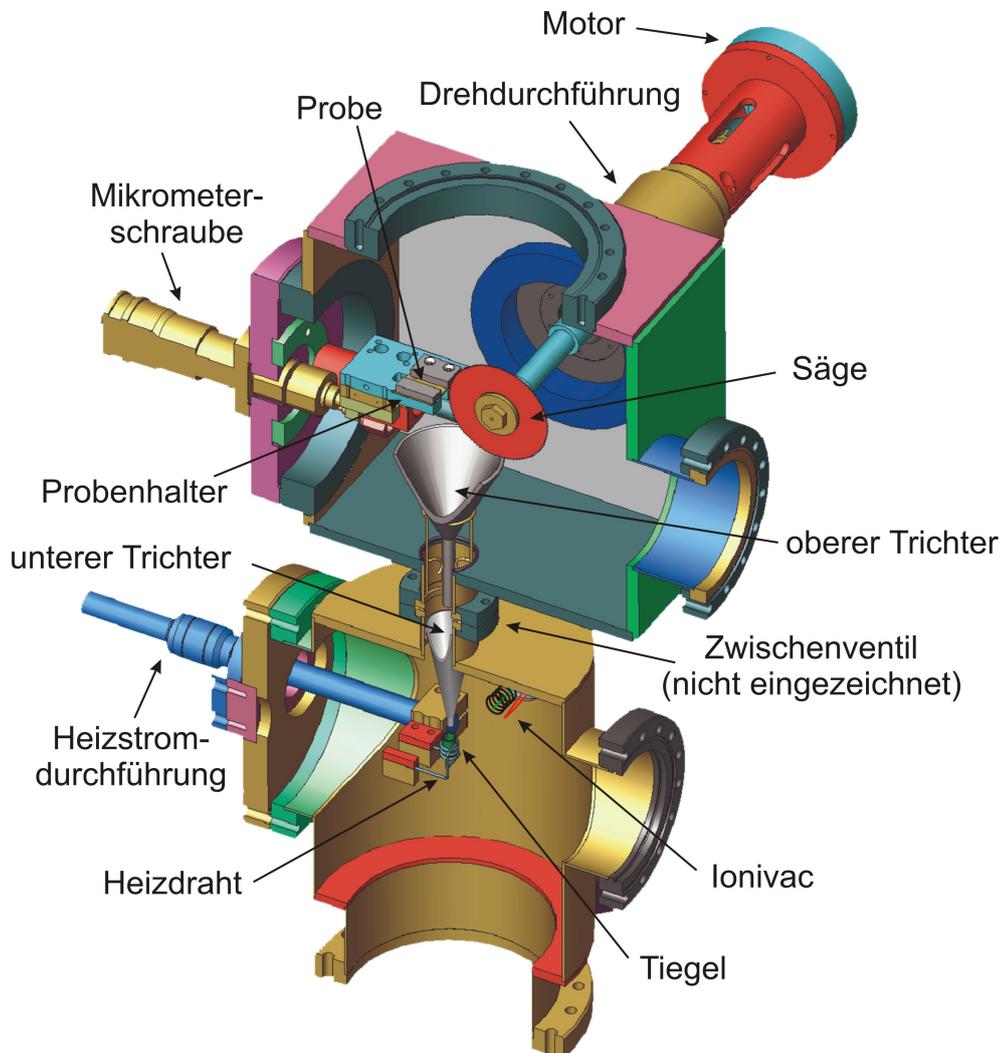


Abbildung 3.2: Über eine Mikrometerschraube kann der Vorschub der Probe von außen gesteuert werden. Die Säge wird von einem Motor über eine Drehdurchführung betrieben. Die Späne werden aus der Probe gesägt, vom oberen Trichter aufgefangen und fallen in den unteren Rezipienten. Hier werden sie vom unteren Trichter zum Tiegel geführt, wo sie erhitzt werden und der enthaltene Wasserstoff ausdiffundiert. Der Heizdraht wird über eine Stromdurchführung mit Strom versorgt und fungiert gleichzeitig als Halterung für den Tiegel. Der durch den Wasserstoff erhöhte Druck im unteren Rezipienten kann über ein Ionisations-Vakuummeter (Ionivac) gemessen werden.

### 3.1 Antrieb des Sägeblattes

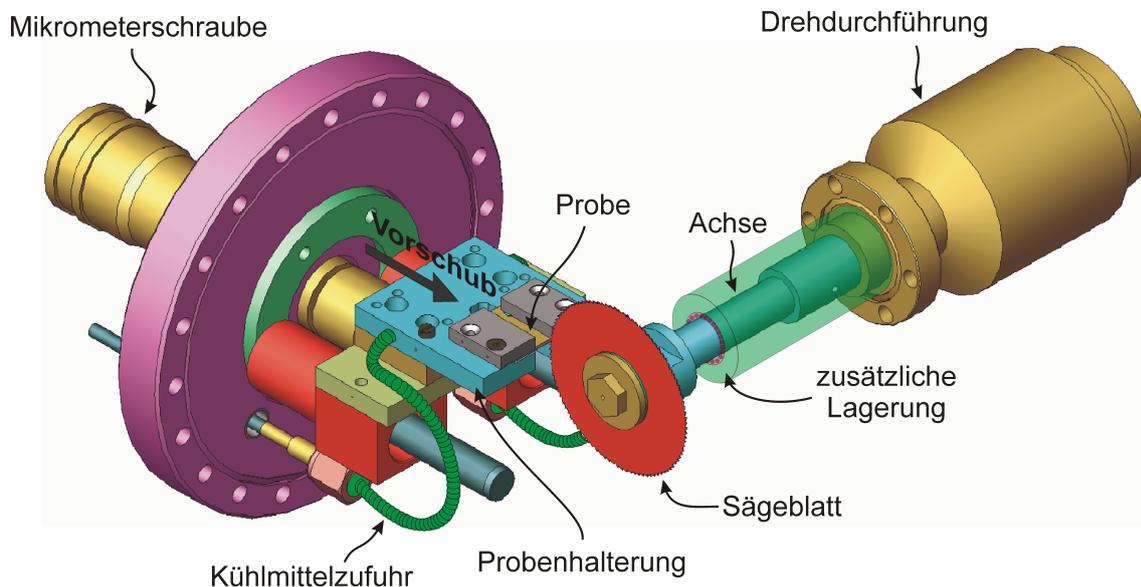


Abbildung 3.3: Die Drehbewegung des Motors wird mittels einer speziellen Vakuum-Drehdurchführung auf die eingezeichnete Achse und somit auf das Sägeblatt übertragen. Die zusätzliche Lagerung wurde erst nachträglich angebracht und ist in dieser Zeichnung transparent gehalten. Der Probenhalter kann von außen durch die Mikrometerschraube bewegt werden. Zur Kühlung der Proben kann der Probenhalter von Kühlflüssigkeit durchflossen werden.

Die Drehung der Säge ist über ihre Versorgungsspannung  $U_{\text{Säge}}$  in einem Frequenzbereich zwischen 0 Hz und 1,6 Hz stufenlos einstellbar. Im unteren Frequenzbereich ist jedoch die Kraftübertragung vom Motor auf das Sägeblatt unzureichend, um ein konstantes Drehen des Sägeblattes zu gewährleisten. Es hat sich herausgestellt, dass eine Frequenz von ca. 0,8 Hz ( $U_{\text{Säge}} = 17$  Volt) ausreichend ist.

Damit der Motor der Säge selbst bei so kleinen Geschwindigkeiten ein ausreichend hohes Drehmoment übertragen kann, ist der Motor mit einem Schneckengetriebe im Verhältnis 50:1 untersetzt.

Beim Sägeblatt handelt es sich um ein Vollhartmetall-Sägeblatt mit seitlichem Hohl-schliff. Es hat einen Durchmesser von 80 mm, eine Dicke von 0,5 mm und 64 Zähne.

### 3.2 Vorschub der Probe

Die Probe wird auf einem kleinen Schraubstock (Probenhalter) im oberen Rezipienten befestigt. Durch die in Abb. 3.3 eingezeichnete Kühlmittelzufuhr kann die Probe gekühlt werden. Um ein durch das Sägen bedingtes Wackeln der Probe zu vermei-

den, wird die Probe auf beiden Seiten eingespannt. Der Halter ist so konzipiert, dass er die Form einer Compact-Tension(CT)-Probe aufnehmen kann.

Da die Position der Säge fest ist, muss die Probe inklusive Probenhalter beweglich sein. Darum ist der komplette Probenhalter an einer linearen Durchführung mit Mikrometerschraube befestigt. Über diese Mikrometerschraube kann man die Probe auf das sich drehende Sägeblatt zubewegen. Über eine Skala auf der Mikrometerschraube kann die relative Position abgelesen werden, von der gerade Späne aus der Probe gesägt werden. Um gleich große Späne zu erhalten, sollte der Vorschub möglichst konstant sein. Dieser wird daher von einem Schrittmotor gesteuert, der mit einer 8:1 Getriebe-Untersetzung eine minimale Schrittweite von  $0,045^\circ$  hat. Dies entspricht einem effektiven Vorschub der Probe von  $0,125 \mu\text{m}$  pro Schritt.

Durch die Mikrometerschraube kann der Probenhalter um 5 cm im Rezipienten bewegt werden. Gleichzeitig bewegt sich die Mikrometerschraube außen um 2,5 cm. Die Bewegung der Mikrometerschraube muss bei der Ankopplung des Schrittmotors an diese berücksichtigt werden. Die Abbildung 3.4 zeigt, dass der Schrittmotor selbst auf einem Schlitten in einem U-Profil gehalten wird, was ihn entlang des U-Profils beweglich macht. Da der Motor samt Schlitten relativ leicht in dem Profil bewegt werden kann, genügt es, wenn der Schrittmotor sich selbst hinter der Mikrometerschraube herzieht.

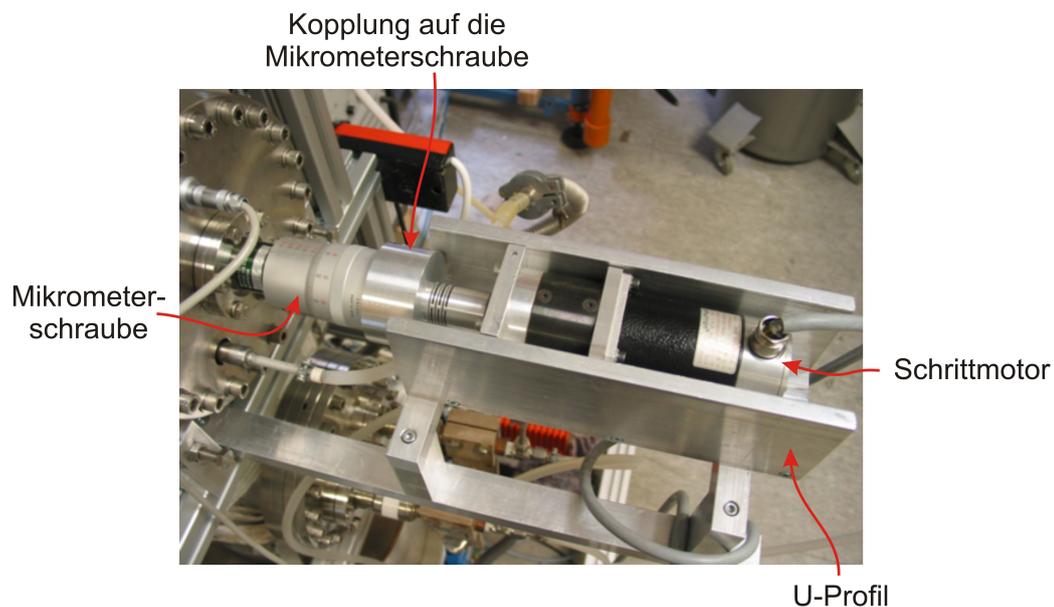


Abbildung 3.4: Der Schrittmotor ist auf einem Schlitten in einem U-Profil gelagert, um der Bewegung der Mikrometerschraube zu folgen.

Um einen Stopp des Vorschubs beim Stillstand der Säge (entweder durch Hängenbleiben oder durch sonstige Probleme) zu gewährleisten und gleichzeitig den schrittwei-

sen Vorschub mit der Geschwindigkeit der Säge zu synchronisieren, ist die Achse der Säge mit einer Lochscheibe und einer Gabellichtschranke versehen (Abb. 3.5). Die zugehörige Elektronik liefert ein 5 Volt-Signal, das über die parallele Schnittstelle an einen Computer weitergeleitet wird. Ein speziell für die Wasserstoffsäge geschriebenes Steuerungsprogramm regelt durch dieses Signal den Vorschub des Schrittmotors.

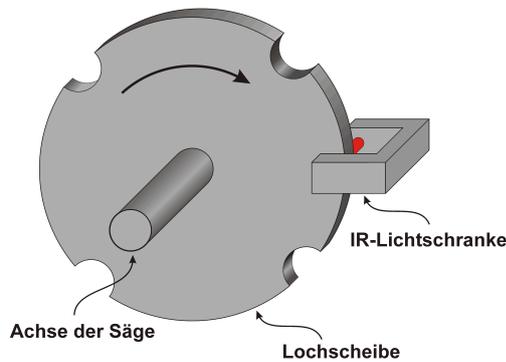


Abbildung 3.5: Die Achse der Säge ist mit einer Lochscheibe und einer Gabellichtschranke versehen. Dreht sich die Achse mit der montierten Lochscheibe, so fällt auf den Phototransistor in der Gabellichtschranke immer genau dann Licht, wenn sich ein Loch zwischen LED und Phototransistor befindet. Dies erlaubt die Synchronisation der Geschwindigkeit der Säge und des Vortriebs.

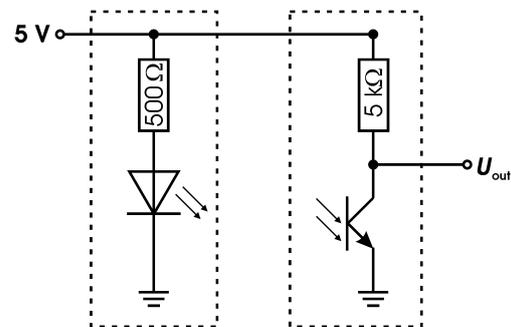


Abbildung 3.6: Schaltbild der Lichtschranke. Der Sender ist eine infrarote LED. Der Empfänger ist ein Phototransistor. Wenn auf den Phototransistor kein Licht fällt, dann ist der Widerstand des Phototransistors weit größer als  $5\text{ k}\Omega$ . Somit fällt fast die gesamte Spannung über dem Phototransistor ab. Für die Ausgangsspannung gilt  $U_{\text{out}} \approx 5\text{ V}$ . Bei Lichteinfall wird der Phototransistor leitend und sein Widerstand wird gegenüber dem  $5\text{ k}\Omega$ -Widerstand klein. Somit ist  $U_{\text{out}} \approx 0\text{ V}$ .

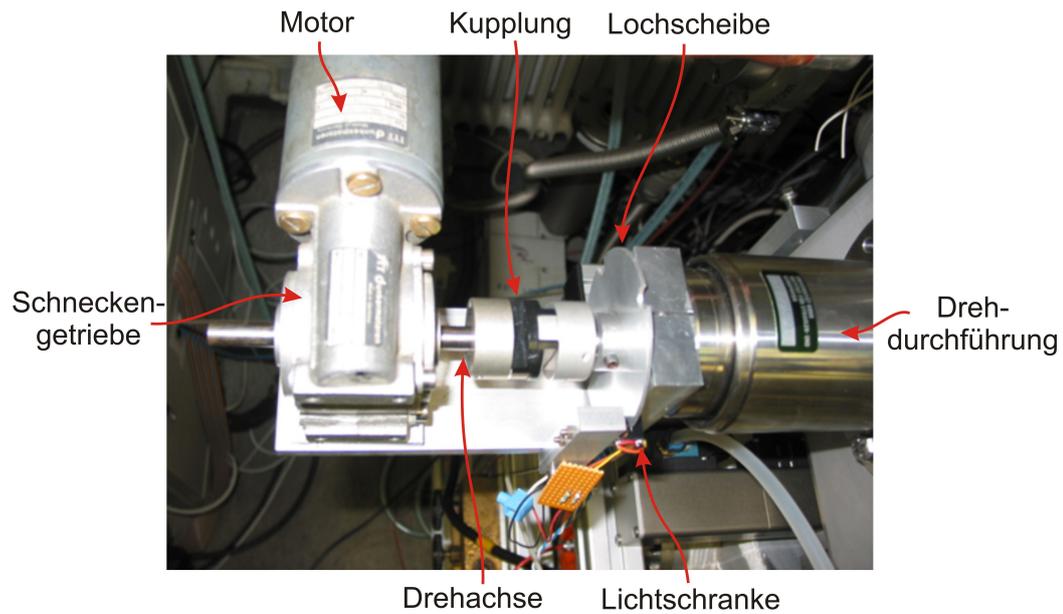


Abbildung 3.7: Um ein größeres Drehmoment auf die Säge übertragen zu können, läuft der Motor mit einer Drehzahl von 40 Umdrehungen pro Sekunde. Über ein Schneckengetriebe wird dies auf 0,8 Umdrehungen pro Sekunde heruntersetzt. Eine relativ weiche Kupplung zwischen Getriebe und Achse der Säge fängt radiale Kräfte auf. Über eine Vakuumdurchführung wird die Drehung auf das Sägeblatt im Rezipienten übertragen. An der Achse ist eine Lochscheibe befestigt, die durch eine Gabellichtschranke läuft. Diese Lichtschranke sendet bei Drehung der Lochscheibe laufend Triggersignale an ein Steuerungsprogramm. Auf diese Weise kann der Vortrieb mit der Drehgeschwindigkeit der Säge synchronisiert werden.

### 3.3 Kühlfalle und Kühlung

Da im unteren Vakuumrezipienten Wasserstoff nachgewiesen werden soll, muss in diesem Bereich ein Ultrahochvakuum ( $\approx 10^{-9}$  mbar) vorherrschen.

Der obere Vakuumrezipient hingegen muss zum Probenwechseln jeweils geöffnet werden. Obwohl in diesem Rezipienten ein Hochvakuum ( $10^{-7}$  mbar bis  $10^{-6}$  mbar) ausreicht, ist er mit einer Kühlfalle ausgestattet, die es erlaubt, den benötigten Druck in etwa 30 Minuten zu erreichen (siehe Kapitel 5.4).



Abbildung 3.8: Zur schnelleren Druckreduzierung im oberen Rezipienten dient eine Kühlfalle, die aus einer Kupfer-Kapillare besteht und von flüssigem Stickstoff durchflossen wird.

Es handelt sich hierbei im wesentlichen um eine Kupferkapillare, die von flüssigem Stickstoff durchflossen wird (Abb. 3.8). Auf der kalten Oberfläche der Kapillare kondensiert ein großer Teil des Wasserdampfes. Dadurch wird der Druck von  $10^{-5}$  mbar auf  $10^{-6}$  mbar bzw.  $10^{-7}$  mbar sehr schnell reduziert.

Beim Sägen wird durch Reibung Wärme erzeugt, die zum größten Teil durch Wärmeleitung in die Probe übertragen wird. Da allerdings die mittlere Diffusionslänge von Wasserstoff temperaturabhängig ist, muss die Probe, um einen Verlust von Wasserstoff durch Diffusion zu vermeiden, gekühlt werden. In Abbildung 3.3 ist die Kühlmittelzufuhr zum Probenhalter zu erkennen. Dieser kann von einer Kühlflüssigkeit durchflossen werden und sorgt so für eine Kühlung der Probe.

Zur Zeit wird der Probenhalter und damit die Probe über flüssigen Stickstoff gekühlt. Um sicherzustellen, dass das Restgas in der Kammer nicht auf der Probe, sondern auf der Kühlfalle kondensiert, muss die Kühlfalle zuerst gekühlt werden. Dies wird dadurch gewährleistet, dass erst die Kühlfalle und dann der Probenhalter in einem Kreislauf nacheinander von flüssigem Stickstoff durchflossen werden. Dies gewährleistet auch, dass die Kühlfalle stärker gekühlt wird als die Probe.

Die Temperatur der Probe kann während des Sägens mit einem NiCr-Ni-Thermoelement gemessen werden.

### 3.4 Span-Abstreifer

Aufgrund der duktilen Eigenschaften von Aluminium bleiben einige Späne an den Sägezähnen hängen. Ohne Span-Abstreifer werden diese Späne nach einer weiteren Drehung auf der Oberseite der Probe abgestreift. Fallen diese nun mit einer zeitlichen Verzögerung in den Trichter, wird ihr Wasserstoffgehalt im unteren Rezipienten nachgewiesen und der aktuellen Position der Probe zugeordnet, was die Messung verfälscht.

Der installierte Span-Abstreifer arbeitet passiv durch zwei Rasierklingen, die auf beiden Seiten unter einem sehr spitzen Winkel an dem Sägeblatt anliegen (Abb. 3.9).

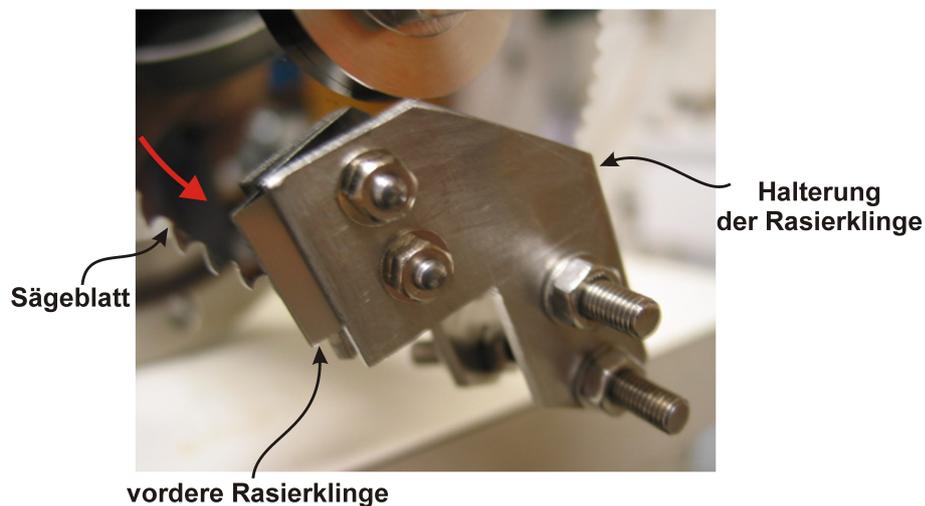


Abbildung 3.9: Zum Abstreifen von Spänen dienen zwei Rasierklingen, die jeweils auf einer Seite des Sägeblattes unter einem spitzen Winkel gegen das Blatt drücken. So wird verhindert, dass an den Zähnen hängen gebliebene Späne nach einem Umlauf des Sägeblattes auf der Probe abgestreift werden und zu einem späteren Zeitpunkt in den Trichter fallen, was die Messung verfälschen würde.

Der Abstreifer ist so befestigt, dass die abgestreiften Späne in den Trichter fallen und somit ihr Wasserstoffgehalt zum korrekten Zeitpunkt nachgewiesen wird.

### 3.5 Das Trichtersystem

Die Späne werden aus der Probe gesägt und vom oberen Trichter aufgefangen (siehe Abb. 3.10). Die glatte Oberfläche des Glstrichters gewährleistet, dass die Späne nicht hängen bleiben.

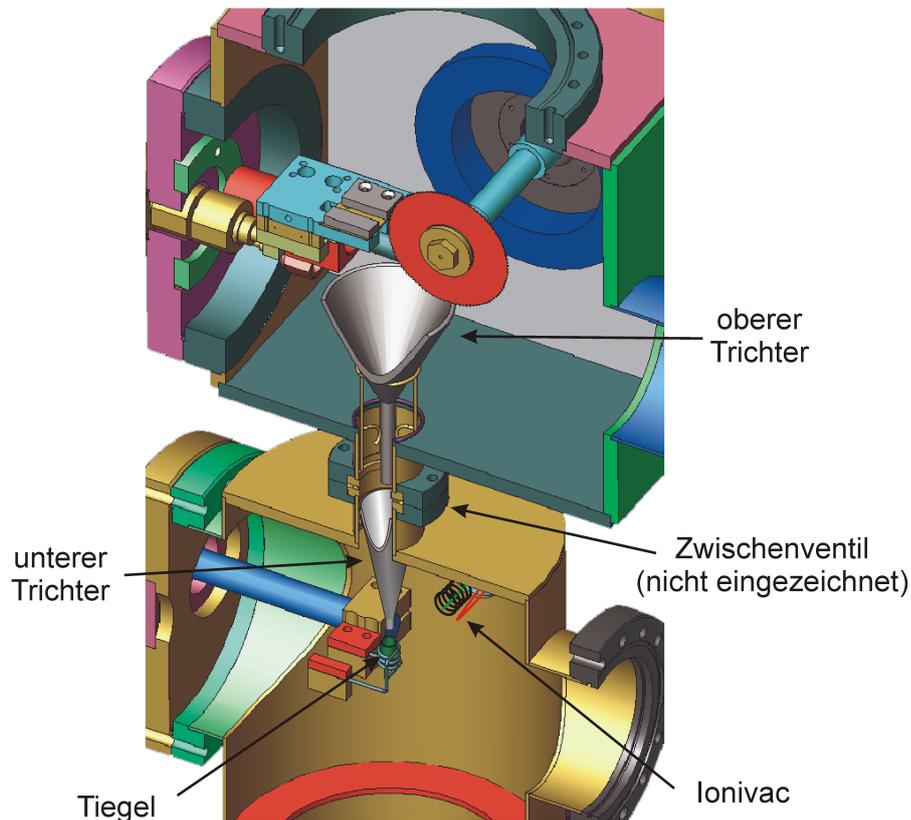


Abbildung 3.10: Die Späne werden aus der Probe gesägt und vom oberen Trichter aufgefangen. Durch das geöffnete Zwischenventil gelangen sie in den unteren Trichter und damit in den Tiegel.

Damit beim Belüften der Sägekammer (oberer Rezipient) das Vakuum in der unteren Kammer erhalten bleibt, gibt es zwischen den beiden Rezipienten ein Ventil (in der Abbildung nicht eingezeichnet). Aus diesem Grunde kann der obere Trichter nicht bis in den unteren Rezipienten hineinreichen.

Der untere Trichter hat einen Durchmesser von 35 mm, womit er den Übergangsfansch zwischen dem oberen und dem unteren Rezipienten fast ganz ausfüllt. Beim Übergang zwischen den beiden Trichtern ist somit kein Verlust an Spänen zu erwarten.

Die Form des zweiten Trichters ist absichtlich recht schlank gehalten, da die Späne auf dem Weg in den Tiegel nur noch leicht geführt werden müssen.

### 3.6 Nachweis des Wasserstoffs

Die Späne fallen in einen Tiegel, der von einem zwei Millimeter dicken Tantaldraht umwickelt ist, der sowohl als Halterung als auch als Heizung für den Tiegel fungiert (Abb. 3.11). Fließt durch diesen Draht ein Strom von mehr als 35 Ampere, so beginnt er zu glühen (das entspricht einer Drahttemperatur von ca. 600°C). Im Messbetrieb wird üblicherweise ein Strom von 40 Ampere verwendet, was etwa 700°C entspricht (siehe Abb. 3.12).

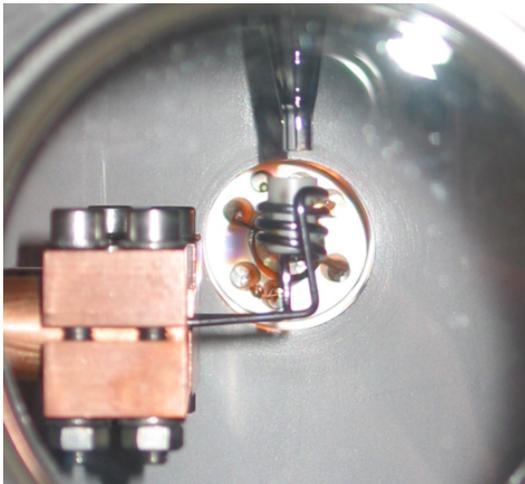


Abbildung 3.11: Geführt durch den Trichter fallen die Späne in einen Tiegel (Innendurchmesser: 8 mm), der von einem zwei Millimeter Tantaldraht gehalten wird.

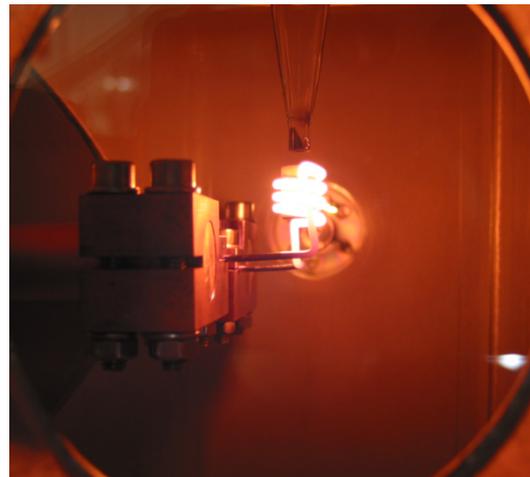


Abbildung 3.12: Im Messbetrieb wird der Tantaldraht von 40 Ampere durchflossen und dient so als Heizung des Tiegels. Die Späne fallen in den Tiegel, wo sie auf etwa 700°C erhitzt werden. Dabei wird der in den Spänen enthaltene Wasserstoff ausdiffundiert.

Der Tiegel besteht aus Zirkonoxid (teilstabilisiert mit  $Y_2O_3$ ) und hat eine Temperaturbeständigkeit bis 1500°C. Durch seine Säurebeständigkeit ist er leicht zu reinigen und somit wiederverwendbar.

Bei der Temperatur wie sie im Tiegel vorherrscht, wird atomarer Wasserstoff in den Spänen sehr beweglich und diffundiert an die Oberfläche, wo er in das Ultrahochvakuum ausdiffundiert. Durch diesen Effekt sollte der Druck im unteren Rezipienten messbar erhöht werden.

Als Nachweis für Wasserstoff, der aus der Probe ausdiffundiert, dient ein Ionisations-Vakuummeter (Ionivac), das den Druck im Ultrahochvakuum(UHV)-Bereich anzeigt. Der Nachteil hiervon ist, dass Wasserstoff nicht von anderen Gasen separiert werden kann und somit keine eindeutige Identifizierung des Gases stattfindet.

Der Druck wird über den General Purpose Interface Bus (GPIB) von dem Ionivac auf einen Computer übertragen und hier zusammen mit der Position der Probe<sup>1</sup> in eine Datei geschrieben.

Es hat sich herausgestellt, dass der anfängliche UHV-Druck zum größten Teil wiederhergestellt ist, bevor die nächsten Späne in den Tiegel fallen.

Das Funktionsprinzip eines Ionisations-Vakuummeters nach Bayard-Alpert ist in Abbildung 3.13 zu sehen.

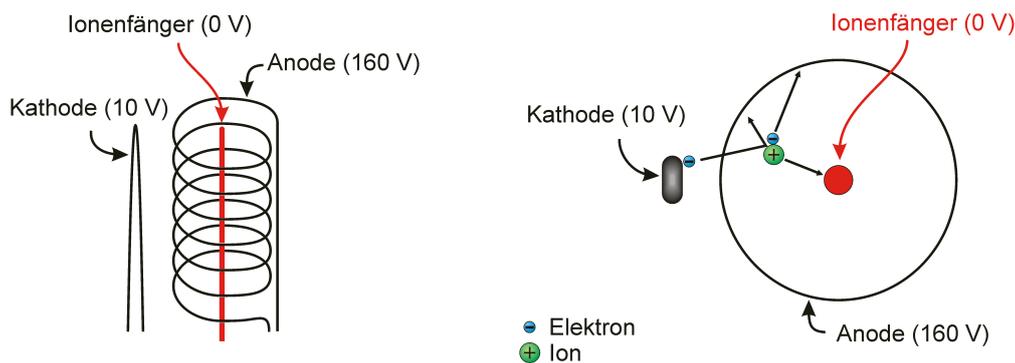


Abbildung 3.13: Aufbau eines Ionisations-Vakuummeters nach Bayard-Alpert. Die Elektronen werden von der Glühkathode in Richtung Anode mit 150 V beschleunigt. Dabei nehmen sie aus dem elektrischen Feld genügend Energie auf, um das Gas, in dem sich das Elektrodensystem befindet, zu ionisieren. Die gebildeten positiven Gasionen gelangen auf den bezüglich der Kathode negativen Ionenfänger und geben hier ihre Ladung ab. [HV200, GA406]

Die Elektronen werden von der Glühkathode in Richtung Anode mit 150 Volt beschleunigt. Dabei nehmen sie aus dem elektrischen Feld genügend Energie auf, um das Gas, in dem sich das Elektrodensystem befindet, zu ionisieren. Die gebildeten positiven Gasionen gelangen auf den bezüglich der Kathode negativen Ionenfänger und geben hier ihre Ladung ab.

Um Linearität zwischen Gasdruck und Ionenstrom über einen möglichst großen Druckbereich zu gewährleisten, muss der Röntgeneffekt<sup>2</sup> so weit wie möglich unterdrückt werden. Dies geschieht in der Elektrodenanordnung nach Bayard-Alpert dadurch, dass die heiße Kathode außerhalb der Anode liegt und der Ionenfänger als dünner Faden die Achse des Elektrodensystems bildet. Der Röntgeneffekt wird durch

<sup>1</sup>Die relative Position der Probe ist über die Ansteuerung des Schrittmotors gegeben.

<sup>2</sup>Zur Erklärung des Röntgeneffektes: Treffen die beschleunigten Elektronen auf die Anode, so werden Röntgenquanten emittiert. Treffen diese Röntgenquanten auf den Ionenfänger, werden Photoelektronen ausgelöst, die zur Anode gelangen und hier für einen erhöhten Strom sorgen. Dies sorgt für eine vorgetäuschte untere Druckmeßgrenze.

die Verkleinerung der Oberfläche des Ionenfängers um zwei bis drei Zehnerpotenzen verringert. [HV200]

### 3.6.1 Messung der Wasserstoffkonzentration

Mit der Wasserstoffsäge kann nur der Wasserstoffgehalt der Späne, nicht jedoch deren Wasserstoffkonzentration gemessen werden. Auf letztere kann jedoch durch Messung des Wasserstoffgehalts geschlossen werden.

Fällt ein Span in den heißen Tiegel, so wird näherungsweise sein kompletter Wasserstoffgehalt in das Vakuum des Rezipienten abgegeben. Durch die messbare Druckerhöhung kann auf die Anzahl der hinzugekommenen Wasserstoffatome im Rezipienten geschlossen werden (siehe hierzu auch die Berechnungen im folgenden Kapitel über die Nachweisgrenze der Wasserstoffsäge). Wenn die Größe des Spans bekannt ist, ist auch die Wasserstoffkonzentration, die sich vorher im Span befand, zugänglich. Dies entspricht der Wasserstoffkonzentration  $c_H$  der Probe an der Stelle, wo der Span war.

In der Praxis betrachtet man jedoch nicht nur einen einzelnen Span, sondern einen „Fluss“ von Spänen. Das heißt also eine gewisse Anzahl  $n$  von Spänen, die in der Zeit  $t$  in den Tiegel fallen. Somit ist auch die zeitliche Spanausbeute  $\frac{n}{t}$  für den gemessenen Wasserstoff im Rezipienten relevant.

Wenn weder die Größe der Späne noch die Spanausbeute bekannt sind, aber beide Größen konstant sind, so kann zwar kein absoluter Wert für  $c_H$  angegeben werden. Jedoch können die Wasserstoffkonzentrationen über den untersuchten Bereich verglichen und so lokale Änderungen der Wasserstoffkonzentration nachgewiesen werden. Die Messungen untereinander bleiben vergleichbar, solange die mittlere Spangröße und die Spanausbeute über alle Messungen hinweg konstant bleibt.

### 3.6.2 Nachweisgrenze der Wasserstoffsäge

Zur Abschätzung der Nachweisgrenze der Wasserstoffsäge sind die folgenden Überlegungen erforderlich:

Der Druck in der Ofenkammer (unterer Rezipient) hat eine Größenordnung von  $10^{-9}$  mbar. Das Ionisations-Vakuummeter hat eine Genauigkeit von  $1 \cdot 10^{-10}$  mbar. Somit kann eine Druckänderung von

$$\Delta p_{\min} = 1 \cdot 10^{-10} \text{ mbar} \quad (3.1)$$

nachgewiesen werden.

Die allgemeine Gasgleichung kann wie folgt geschrieben werden:

$$pV = N k_B T, \quad (3.2)$$

Wie die Gleichung (3.2) zeigt, steigt der Druck  $p$  linear zur Teilchenzahl  $N$ . Es gilt also:

$$\Delta p = \frac{k_B T}{V} \cdot \Delta N \quad (3.3)$$

Das Volumen  $V$  ist das Volumen der Ofenkammer und beträgt etwa  $14 \text{ dm}^3$ . Die Abschätzung der Temperatur  $T$  in der Ofenkammer benötigt folgende Überlegung:

Tiegel und Heizdraht haben beide eine Temperatur von etwa  $700^\circ\text{C}$ . Aufgrund des geringen Drucks kann man jedoch nicht von einer normalen Gasketik ausgehen, sondern muss die Wahrscheinlichkeit einer Kollision betrachten. Bei der kleinen Oberfläche von Tiegel und Heizdraht ist ein Zusammenstoß von den Gasatomen mit diesen heißen Komponenten im Vergleich mit einem Zusammenstoß mit der Rezipientenwand so unwahrscheinlich, dass man davon ausgehen kann, dass die Temperatur des Gases in der Ofenkammer etwa Raumtemperatur ( $T = 293 \text{ K}$ ) entspricht.

Mit einer nachweisbaren Druckänderung von  $\Delta p_{\min} = 1 \cdot 10^{-10} \text{ mbar}$ , ist es nach Gl. (3.3) möglich, noch eine Teilchenzahländerung von  $\Delta N_{\min}$  nachzuweisen.

$$\Delta N_{\min} \approx 3.5 \cdot 10^{10} \quad (3.4)$$

Um eine Vorstellung davon zu erhalten, was dies im Bezug auf den Wasserstoffgehalt eines Spans bedeutet, muss man folgende Überlegung anstellen:

Die Abmaße eines Spans betragen im Mittel etwa  $1,0 \text{ mm} \cdot 0,5 \text{ mm} \cdot 40 \text{ }\mu\text{m}$ . Das entspricht einem mittleren Volumen von  $V_{\text{Span}}$ .

$$V_{\text{Span}} = 0,02 \text{ mm}^3$$

Mit der Dichte von Aluminium

$$\rho = 2,7 \text{ g/cm}^3$$

hat ein Span ein mittleres Gewicht von  $M_{\text{Span}}$ .

$$\begin{aligned} M_{\text{Span}} &= \rho \cdot V_{\text{Span}} \\ &= 54 \text{ }\mu\text{g} \end{aligned}$$

Ein Mol Aluminium hat eine Masse von  $27 \text{ g}$ . Somit hat ein Span im Mittel eine Molzahl von  $n_{\text{Span}}$ .

$$n_{\text{Span}} = 2 \cdot 10^{-6} \text{ mol}$$

Über die Avogadrokonstante  $N_A = 6,0221367 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$  erhält man so die mittlere Anzahl der Aluminiumatomen pro Span:

$$N_{\text{Span}} = n_{\text{Span}} \cdot N_A = 1,2 \cdot 10^{18} \quad (3.5)$$

Die minimal messbare Wasserstoffkonzentration  $c_{\text{H, min}}$  ergibt sich nun als Quotient von  $N_{\text{min}}$  (Gl. (3.4)) und der Teilchenzahl pro Span (Gl. (3.5)).

$$c_{\text{H, min}} = \frac{\Delta N_{\text{min}}}{N_{\text{Span}}} \approx 3 \cdot 10^{-8} \quad (3.6)$$

$$\approx 0,03 \text{ ppm} \quad (3.7)$$

Dies ist die theoretische untere Grenze für die Wasserstoffkonzentration, die in der Aluminiumprobe mit der Wasserstoffsäge nachgewiesen werden kann.

Analog sollte eine Druckerhöhung um  $1 \cdot 10^{-8}$  mbar einer Wasserstoffkonzentration von 3 ppm entsprechen. Eine solch einfache Umrechnung setzt natürlich voraus, dass es nicht zu einer Überlagerung von zwei bzw. mehreren Peaks im Druck-Profil kommt.



# Kapitel 4

## Risserzeugung an Compact-Tension-Proben

Mit Hilfe einer Wechselverformungsmaschine kann in einer standardisierten Probe, wie z. B. der hier verwendeten Compact-Tension(CT)-Probe (Abb. 4.1), ein Ermüdungsriss erzeugt werden.

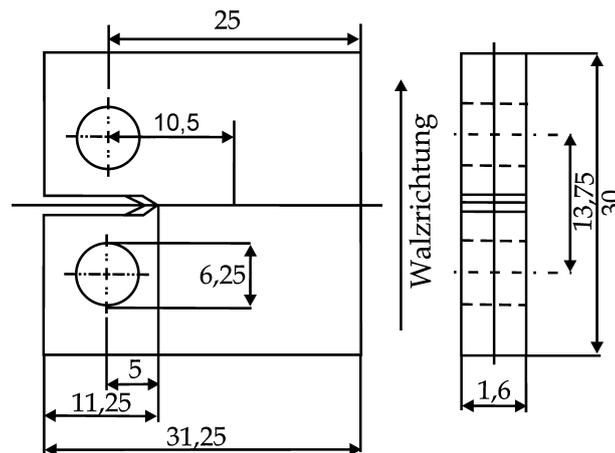


Abbildung 4.1: Probengeometrie der Compact-Tension(CT)-Probe

Das Herzstück der Maschine ist ein Piezostellelement, welches sich durch eine angelegte elektrische Spannung ausdehnt. Die Probe ist zwischen diesem Stellelement und einem unbeweglichen Joch eingespannt (siehe Abb. 4.2) und kann sowohl gedehnt als auch gestaucht werden. Die Dehnungsamplitude kann dabei über einen kapazitiven Wegaufnehmer gemessen werden. Mit Hilfe eines Steuerungsprogramms kann die Probe einer Wechselverformung mit konstanter Dehnungsamplitude ausgesetzt werden. Die dafür notwendige Kraft kann über eine Kraftmessdose, die sich zwischen Probe und Joch befindet, gemessen werden. Der Aufbau dieser Maschine ist in der Diplomarbeit von T. Wider [Wid97] ausführlich beschrieben.

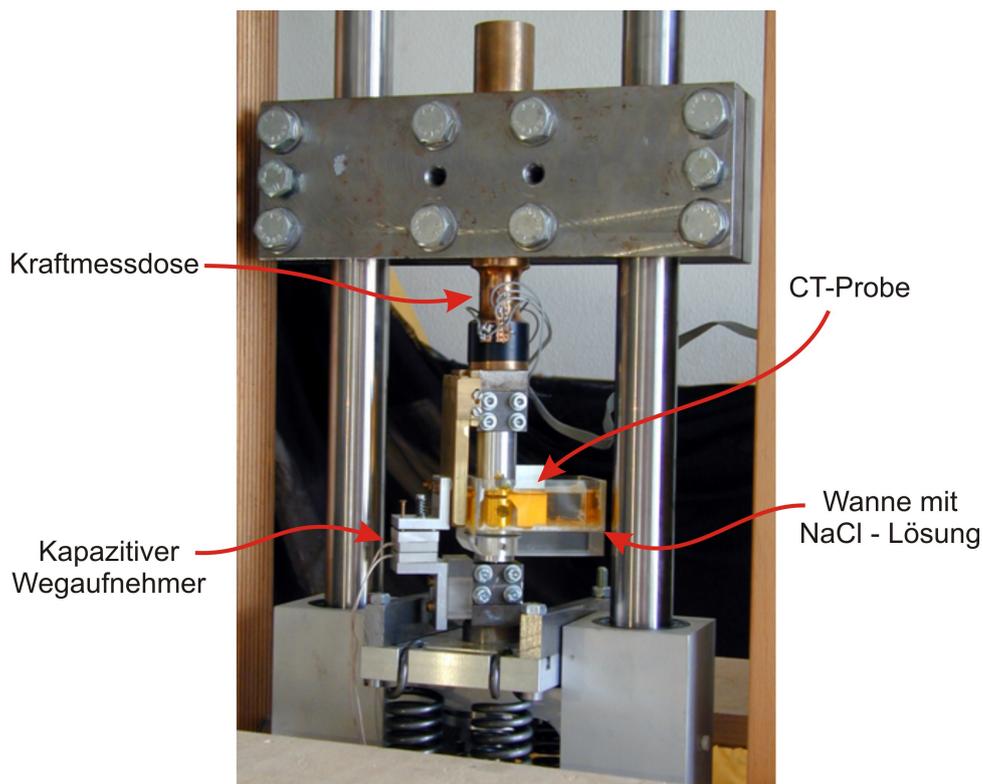


Abbildung 4.2: Während der Verformung in der Wechselverformungsmaschine bleibt das obere Joch unbeweglich. Die untere Plattform wird von einem Piezostellenelement nach oben gedrückt. Die Edelstahlfedern fungieren als rückstellende Kraft. Zu erkennen ist eine CT-Probe, die unter korrosiven Bedingungen ermüdet wird. Die Wanne mit der NaCl-Lösung gewährleistet eine ständige Benetzung der Probe. [Zam02]

Von besonderem Interesse ist die Untersuchung von Ermüdungsrissen, die unter korrosiven Bedingungen in das Material eingebracht werden, da bei ihnen eine nicht homogene Wasserstoffverteilung vermutet wird.

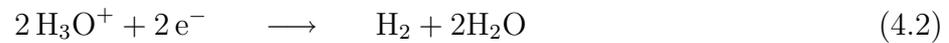
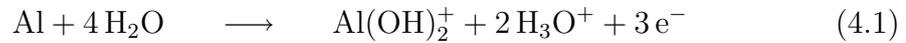
Aus diesem Grunde wurden die CT-Proben während der Rissbildung einer Lösung mit 3,5% Natriumchlorid, 0,2%  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  und 0,2%  $\text{Na}_2\text{CrO}_4$  (pH-Wert  $\approx 6$ ) ausgesetzt.

Damit es mit dem Sauerstoff der Luft nicht zu einer Bildung von chemisch sehr resistentem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kommt, muss sichergestellt werden, dass die Rissregion der CT-Probe ständig mit der Natriumchloridlösung benetzt wird.

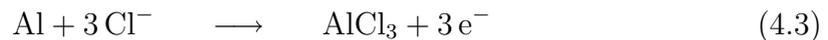
Bei einer zyklischen Beanspruchung kommt es bei jedem mechanischen Zyklus zur Bildung einer neuen metallischen Oberfläche.

Durch eine solche frische Oberfläche kann Wasserstoff, der bei einer chemischen Reaktion an der Al-Oberfläche in atomarer Form entsteht, vom Material absorbiert und durch Diffusion in die plastische Zone vor der Risspitze gelangen.

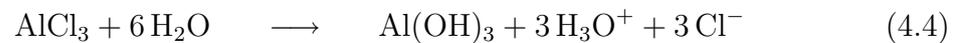
In sauren Elektrolytlösungen folgt die Aluminiumauflösung den bekannten Gleichungen [Haa01]



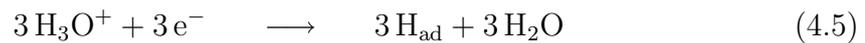
In chloridhaltigen Medien ist in stark sauren Lösungen eine Auflösung nach



möglich. Dieses Korrosionsprodukt ( $\text{AlCl}_3$ ) wird aufgrund seiner leichten Löslichkeit unter Bildung von  $\text{Al}(\text{OH})_3$  umgesetzt.



Die entstehenden Wasserstoffionen stehen in direktem Kontakt mit dem Metall und erhalten von ihm die Elektronen für die Bildung von atomarem Wasserstoff.



Die Chloridionen stellen bei diesem Prozess die „Brücken“ zum Wasserstoffeintritt in die Aluminiumlegierung dar.



## Kapitel 5

# Änderungen des Versuchsaufbaus und erste Messungen

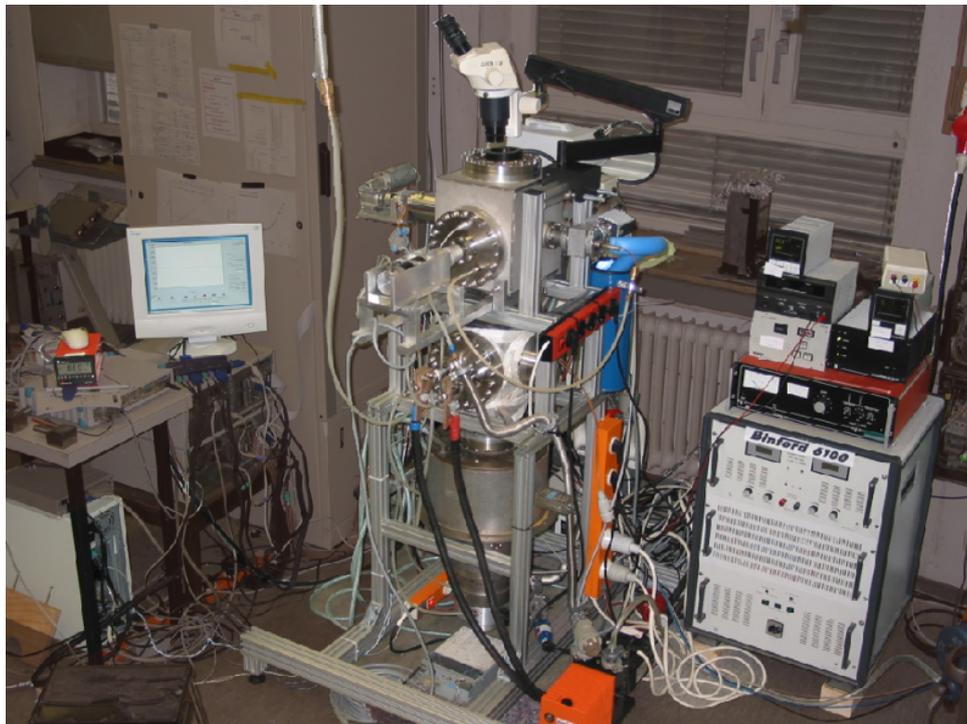


Abbildung 5.1: Das derzeitige Aussehen der Wasserstoffsäge. Im Rahmen dieser Arbeit sind einige Komponenten hinzugekommen, auf deren Funktionsweise in diesem Kapitel eingegangen wird.

In den frühen Anfängen dieser Diplomarbeit hatte die Wasserstoffsäge noch ein etwas anderes Aussehen. Da sie noch nicht computergesteuert war, konnte sie nur manuell bedient werden. Zudem fehlten ihr Komponenten wie z. B. der Trichter im unteren

Rezipienten, der Spanabstreifer und die Kühlfalle, die ursprünglich nicht vorgesehen waren und erst später nachgerüstet wurden. Diese Komponenten sind bei der Beschreibung der Wasserstoffsäge (Kapitel 3) über den Aufbau und die Funktionsweise bereits beschrieben worden. Dieses Kapitel zeigt die ersten Test-Messungen und die zum Teil daraus resultierenden Verbesserungen in chronologischer Reihenfolge.

## 5.1 Spanausbeute

Bei den ersten Sägeversuchen stellte sich heraus, dass die Anzahl der Späne, die den Tiegel erreichten, viel zu klein war. Das Problem lag darin, dass die Späne nach dem Trichter im oberen Rezipienten keine weitere Führung mehr hatten. Obwohl sie im Vakuum keine Ablenkung durch Gase erlitten, reichte ein kleiner seitlicher Impuls der Späne aus, um den knapp 10 cm tiefer liegenden Tiegel, dessen Öffnung nur 8 mm beträgt, zu verfehlen.

Im unteren Rezipienten wurde daher ein Trichter (siehe Abb. 3.10) eingebaut, dessen obere Öffnung den Verbindungsflansch der beiden Kammern fast vollständig ausfüllt und dessen untere Öffnung einen Innendurchmesser von 4 mm hat. Seine Länge ist so konzipiert, dass er nur wenige Millimeter über dem Tiegel endet. So ist gewährleistet, dass fast alle Späne, die in den unteren Rezipienten fallen, auch im Tiegel landen. Bei der Gestaltung des Trichters musste ein Kompromiss zwischen der Effektivität des Trichters und der Anzahl der Gasatome gefunden werden, die im Betrieb aus dem Tiegel austreten und nach Möglichkeit nicht in den Trichter, sondern in den Rezipienten und so zu dem Druckmesser gelangen sollten. Dies ist auch der Grund dafür, warum der Trichter nicht direkt bis auf den Tiegel reicht.

Um eine Abschätzung zu bekommen wie viele Späne effektiv im Tiegel landen, wurde das Gewicht einer Probe (4,2728 g) vor und nach dem Sägen (4,2550 g) mit dem Gewicht der Späne (0,0107 g), die im Tiegel gelandet sind, verglichen. Die Messung ergab, dass knapp 50 % aller Späne im Tiegel landen. Wie sich erst später herausstellte, geschah diese Messung jedoch unter ungünstigen Bedingungen, da der Tiegel nicht exakt unter dem Trichter positioniert war. So liegt der wahre Wert wahrscheinlich deutlich höher. Der Spanabstreifer trägt zu einer weiteren Erhöhung dieser Rate bei. Eine noch größere Spanausbeute würde man nur erreichen, wenn man das Spanauffangkonzept in der Sägekammer (oberer Rezipient) komplett verändert (zur Zeit befindet sich nur ein einfacher Trichter unter dem Sägeblatt), oder die Drehgeschwindigkeit des Sägeblattes herabsetzt. Letzteres würde aber, aufgrund der damit verbundenen niedrigeren Schnittgeschwindigkeit, nicht den idealen Zerspanungsbedingungen für das Probenmaterial entsprechen.

## 5.2 Die Säge

Es hat sich schnell herausgestellt, dass der Antrieb für die Säge nicht zuverlässig war. Die Achse des Sägeblattes hatte aufgrund unzureichender Lagerung eine Un-

wucht und das Sägeblatt blieb aufgrund der nicht hinreichenden Motorleistung öfters hängen.

Das Hängenbleiben wurde durch die Unwucht der Achse noch begünstigt, da das Sägeblatt im Sägeschlitz unruhig lief. Dies verursachte Schwingungen in der Probe, die insgesamt zu einem unruhigen und geräuschvollem Laufen der Säge sowie teilweise zum Verkanten der Sägezähne führte. Dass die benutzten Sägeblätter aus Vollhartmetall und somit spröde sind, zeigte sich in der kurzen Lebensdauer eines Sägeblattes.



Abbildung 5.2: Über Drahterosion wurden von diesem Sägeblatt alle bis auf vier Zähne entfernt. Aufgrund der fehlenden Zähne verfügt es im Sägeschlitz über zuwenig Führung.

Versuche, bei denen ein Sägeblatt über Drahterosion auf vier symmetrisch liegende Zähne reduziert wurde (das normale Sägeblatt hat 64 Zähne), um möglichst gezielt einige wenige Späne abzuschlagen, schlugen fehl. Es stellte sich heraus, dass die 64 Zähne erforderlich sind, da sie das Sägeblatt im Sägeschlitz führen und so stabilisieren. Durch das Fehlen der Stabilisierung bei diesem Sägeblatt kam es sehr schnell zu einer Schwingung von Sägeblatt und Probe, die sich auf das Sägeblatt kontraproduktiv auswirkte (siehe Abb. 5.2).

Die Achse der Säge wurde überarbeitet und erhielt eine weitere Lagerung (diese ist in Abbildung 3.3 zu erkennen). Der Motor und das zugehörige Getriebe wurden gegen eine leistungsstärkere Version mit einer größeren Untersetzung ersetzt, wodurch nun ein viel größeres Drehmoment auf das Sägeblatt übertragen werden kann.

Das anfangs 0,3 mm dicke Sägeblatt wurde gegen ein 0,5 mm dickes Sägeblatt ersetzt. Dies war bereits eine deutliche Verbesserung für das stabile Laufen des Sägeblattes, doch kann rückblickend gesagt werden, dass ein gleichmässiges Laufen der Säge erst durch den Einbau des Spanabstreifers erreicht wurde.

## 5.3 Computer-Steuerung

Das im unteren Rezipienten befindliche Druckmessgerät, das gleichzeitig als Nachweis für Wasserstoff dient, konnte über den GPIB-Bus an einen Computer angeschlossen werden. So konnte der Druck von einem Programm aufgenommen und als zeitlicher Verlauf gespeichert werden. Die Samplerate, mit der der Druck gelesen wird, ist bei der benutzten Druckmessung abhängig von der aktuellen Druckänderungsgeschwindigkeit und liegt zwischen 20 und 50 Hz.

Um neben dem zeitlichen Druckverlauf auch eine Information über die Position

der Probe bezüglich des Sägeblattes zu bekommen, musste der Vortrieb ebenfalls automatisiert und mit dem Steuerungsprogramm verbunden werden. Dies wurde über einen Schrittmotor realisiert, der über den Parallel-Port (LPT) des Computers angesteuert wird. Der Schrittmotor wurde zwar über eine Kupplung mit der Mikrometerschraube verbunden, jedoch musste er selbst noch beweglich gelagert werden, da sich die Mikrometerschraube auch längs ihrer Achse bewegt. Siehe hierzu auch das Kapitel 3.2 über den Vorschub der Probe.

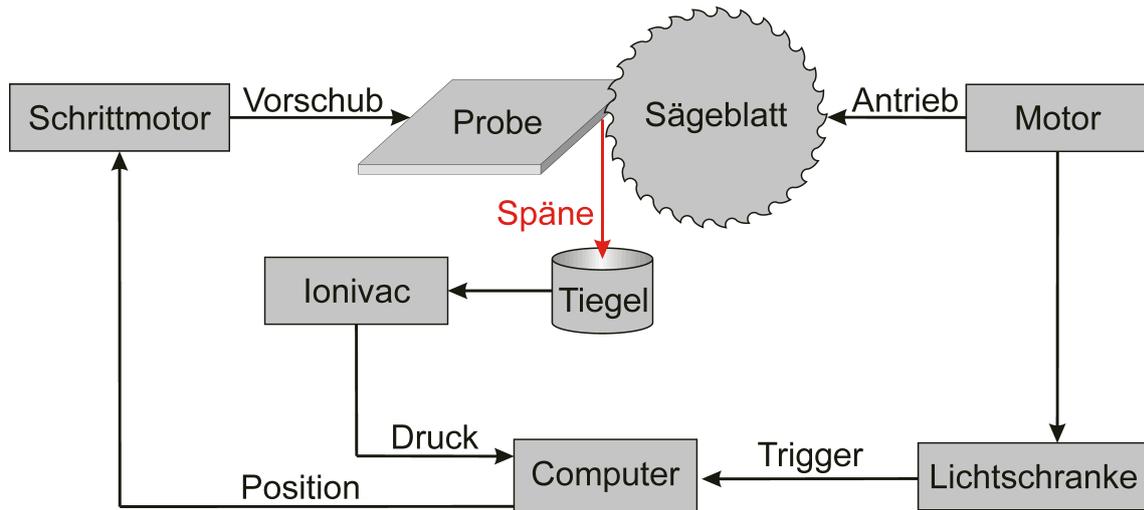


Abbildung 5.3: Die Steuerung läuft größtenteils über einen Computer, der die Drehung des Sägeblattes überwacht, den Schrittmotor für den Vorschub der Probe steuert und den Druck des Ionivacs protokolliert.

Um zu verhindern, dass der Vorschub die Probe weiter gegen das Sägeblatt drückt, wenn dieses hängen bleibt, musste der Vorschub und die Drehung des Sägeblattes synchronisiert werden. Dies geschah mit Hilfe einer Lochscheibe, die an der Achse der Säge befestigt ist, und einer Lichtschranke, deren Licht nur durch jeweils eines der vier Löcher in der Lochscheibe auf einen Phototransistor fallen kann (siehe hierzu auch Kapitel 3.2). Das Signal des Phototransistors geht über den Parallelport in den Computer und wird vom Steuerungsprogramm als Trigger-Signal für den Vorschub verwendet.

Die Lochscheibe hat vier Löcher, da sie ursprünglich für das Sägeblatt mit den vier Zähnen konzipiert war (Abb. 5.2). Diese Löcher waren so angebracht, dass jeweils ein Trigger-Signal erfolgte, bevor der nächste Zahn die Probe erreichte.

## 5.4 Test der Kühlfalle

Der Nachweis des Wasserstoffs findet im unteren Rezipienten statt. Aus diesem Grund sollte der Druck in diesem Rezipienten möglichst klein sein ( $10^{-9}$  mbar).

Da das Zwischenventil zwischen den beiden Rezipienten während des Sägens offen sein muss, stellt die Anforderung eines UHV-Vakuums im unteren Rezipienten auch hohe Ansprüche an das Vakuum im oberen Rezipienten ( $< 1 \cdot 10^{-6}$  mbar). Um nach dem Belüften für das Probenwechseln, möglichst schnell diese Bedingung zu erfüllen, wurde die in Kapitel 3.3 bereits beschriebene Kühlfalle eingebaut.

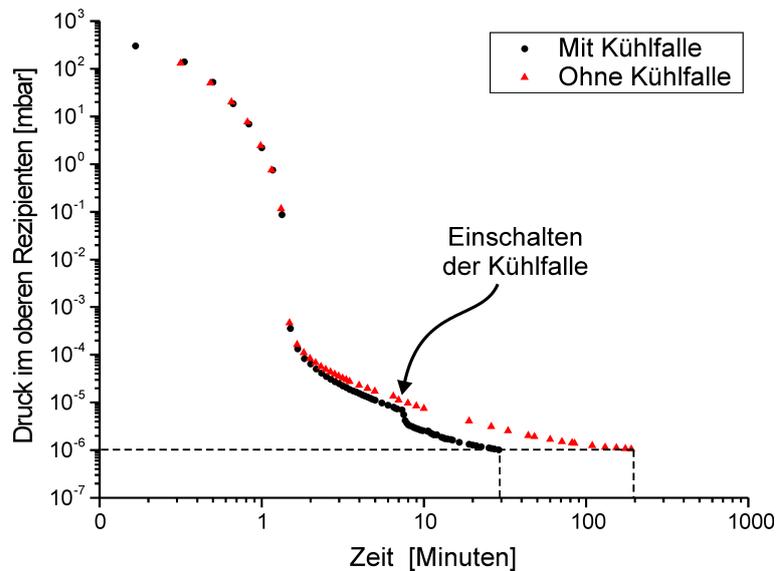


Abbildung 5.4: Wirkung der Kühlfalle beim Abpumpen des oberen Rezipienten bis zu einem Druck von  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar. Vorpumpe und Turbopumpe wurden zur Zeit  $t = 0$  gleichzeitig eingeschaltet. Zur Demonstration des Einflusses der Kühlfalle wurde bei einer der beiden Messung nach 7 Minuten die Kühlfalle eingeschaltet. Durch ihren Einfluss wird die Abpumpzeit von ursprünglich zwei bis drei Stunden auf etwa 30 Minuten reduziert. Zu beachten ist die doppellogarithmische Darstellung.

## 5.5 Druckänderung aufgrund von Spänen

In einem der ersten Tests der Wasserstoffsäge wurde festgestellt, dass in den beheizten Tiegel fallende Späne tatsächlich eine Druckänderung im unteren Rezipienten hervorrufen. Ein Anstieg des Drucks konnte bei ausgeschalteter Tiegelheizung nicht verzeichnet werden. Dies zeigt eindeutig, dass das Signal weder durch das Herunterfallen der Späne alleine, noch durch Vibrationen der Säge, sondern durch die in den heißen Tiegel fallenden Späne bzw. das damit verbundene Ausdiffundieren von Wasserstoff verursacht wird.

## 5.6 Probe ohne Wasserstoff

Ebenso wie alle folgenden Proben war die hier verwendete Probe aus der Legierung AA6013 „ab Werk“ hergestellt. Sie wurde nicht extra mit Wasserstoff beladen und hatte eine unbekannte Verteilung der Wasserstoffkonzentration, die als homogen angenommen werden kann. In Abbildung 5.5 ist das Positions-Druck-Profil der Messung dargestellt.

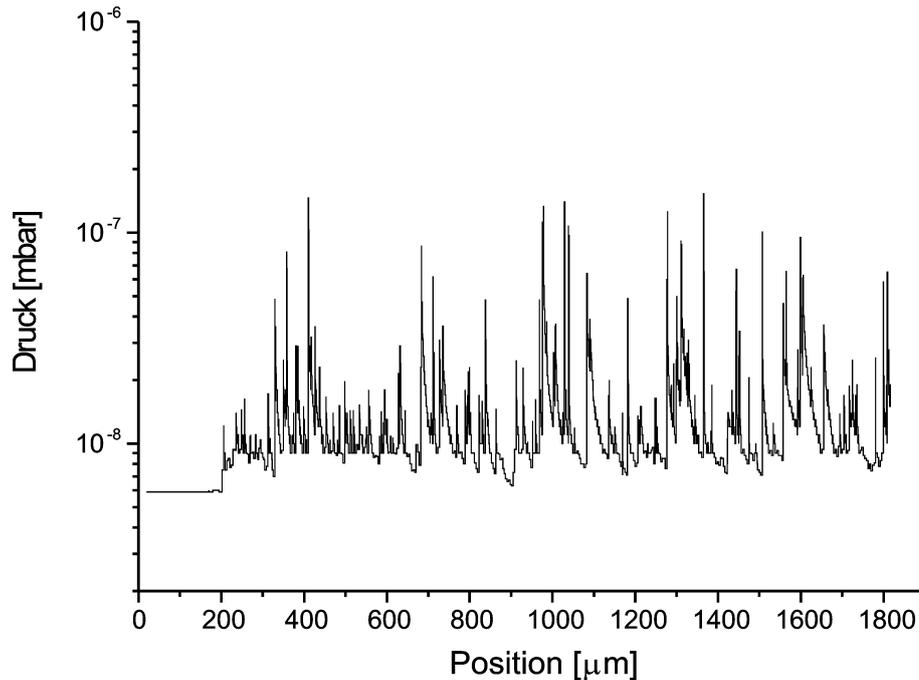


Abbildung 5.5: Positions-Druck-Profil einer AA6013 Probe, die eine homogene Verteilung der Wasserstoffkonzentration aufweisen sollte.

Wie man anhand der Abb. 5.6 sieht, erzeugt jeder Span einen abrupten Druckanstieg und einen langsamen Abfall, der dadurch bedingt ist, dass das ausdiffundierte Gas über die Turbopumpe abgepumpt werden muss.

Vergleicht man die Signale der Späne untereinander, so stellt man fest, dass sie zum Teil stark unterschiedliche Peakhöhen im Druck-Profil aufweisen. Dies kann zum einen dadurch bedingt sein, dass in den Spänen unterschiedlich hohe Wasserstoffkonzentrationen vorhanden sind, zum anderen aber auch einfach dadurch, dass die Spangröße variiert. Die Wasserstoffsäge kann demnach nicht unterscheiden, ob es sich um einen großen Span mit einer geringen Wasserstoffkonzentration, oder um einen kleinen Span mit einer sehr hohen Wasserstoffkonzentration handelt.

Eine direkte Deutung der in Abb. 5.5 gezeigten Daten ist dadurch sehr schwierig. Wenn man jedoch annimmt, dass die Spangröße um einen Mittelwert schwankt, so sollte eine Mittelung über mehrere Späne, d. h. über eine definiert große Schnittlänge,

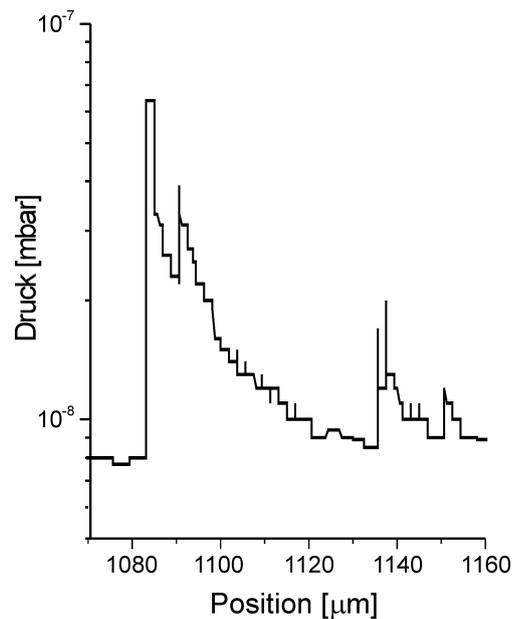


Abbildung 5.6: Eine Vergrößerung des Positions-Druck-Profiles zeigt den abrupten Druckanstieg, wenn der Span in den Tiegel fällt, und den durch die Pumpleistung bedingten Druckabfall. Der Peak des Spans, der bei  $1083 \mu\text{m}$  in den Tiegel fiel, wird noch von einem kleineren Peak bei  $1090 \mu\text{m}$  überlagert.

eine aussagekräftige Größe dafür sein wie groß die Wasserstoffkonzentration in dieser Schnitt-Region ist. Dies wird dadurch realisiert, dass über alle gemessenen Drücke in einem Bereich von jeweils  $100 \mu\text{m}$  gemittelt wird. Das Ergebnis dieser Auswertung ist in Abbildung 5.7 zu sehen. Da sich dieses Verfahren als sinnvoll herausgestellt hat, wird es im weiteren Verlauf dieser Arbeit angewendet.

Die entsprechenden Diagramme sind an der Ordinate jeweils mit „gemittelter Druck“ gekennzeichnet.

Wie man anhand der beiden Abbildungen 5.5 und 5.7 sieht, lag der Anfangsdruck bei ca.  $6 \cdot 10^{-9}$  mbar und stieg bei etwa  $200 \mu\text{m}$  –wo das Sägeblatt anfang die Probe zu sägen– schlagartig an. Die Verteilung der gemittelten Messpunkte sieht relativ flach aus. Da jeder der in das Diagramm eingetragenen Punkte eine Mittelung der Druckmesswerte über mehrere durch Späne hervorgerufene Peaks darstellt, ist eine Angabe von einem Fehler für die einzelnen Punkte nicht möglich. Um dennoch eine Abschätzung der Genauigkeit der Messung zu erhalten, muss man die statistische Schwankung der in dem Diagramm 5.7 eingetragenen Werte betrachten. Diese schwanken um einen mittleren Druck von  $p = (1,25 \cdot 10^{-8} \pm 0,07 \cdot 10^{-8})$  mbar. Innerhalb dieses Rahmens kann man die Verteilung der gemittelten Druckwerte in Diagramm 5.7 als flach und damit die Verteilung der Wasserstoffkonzentration in der Probe als homogen betrachten.

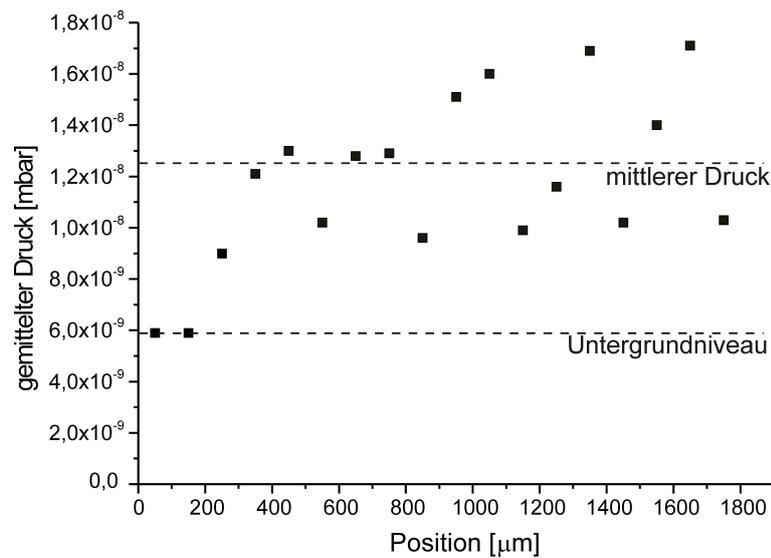


Abbildung 5.7: Die in Abbildung 5.5 gezeigten Daten wurden über jeweils eine Strecke von  $100 \mu\text{m}$  gemittelt. Wie zu erwartet sieht man, dass diese Probe keine signifikanten Variationen in der Wasserstoffkonzentration (Untergrund-Messung) aufzeigt. Eine Angabe von Fehlerbalken ist nicht möglich.

Bei der Berechnung des Mittelwertes wurden die ersten drei gemittelten Messpunkte in der Abbildung 5.7 nicht berücksichtigt, da die ersten zwei Punkte eindeutig noch vor der Probe liegen und in den dritten gemittelten Messpunkt bei  $250 \mu\text{m}$  zum Teil auch Messwerte eingehen, bei denen noch nicht die volle Probenstärke gesägt wurde. Um die Herkunft der statistischen Schwankungen zu verstehen, denen die gemittelten Messpunkte unterliegen, muss man bedenken, dass die Druckmesswerte über mehrere Späne gemittelt wurden, um im Mittel eine konstante Spangröße zu erhalten und die Messwerte dadurch vergleichbar zu machen. Da allerdings die Spangröße trotz einer Mittelung über jeweils  $100 \mu\text{m}$  statistischen Schwankungen unterworfen war, spiegelt sich diese statistische Schwankung in den Messpunkten im Diagramm 5.7 wieder. Eine Vergrößerung des Bereiches, über den gemittelt wird, würde zwar die statistischen Schwankungen reduzieren, jedoch würde man damit eine schlechtere Auflösung bekommen und eine lokal erhöhte Wasserstoffkonzentration könnte durch die Mittelung unbemerkt bleiben.

Obwohl die Probe für 15 Minuten in einem Ultraschallbad mit Ethanol gereinigt wurde, kann man auch Verunreinigungen auf der Probe für die Schwankungen im gemittelten Druck-Profil nicht ausschließen.

In diesem Stadium der Wasserstoffsäge variierten sowohl die Drehgeschwindigkeit der Säge als auch die Geschwindigkeit des Proben-Vorschubs von Messung zu Messung. Die damit verbundene Änderung der Spanausbeute macht einen Vergleich

der Messungen untereinander sehr schwierig. Dies hängt damit zusammen, dass die Wasserstoffsäge eigentlich nicht die Wasserstoffkonzentration, sondern den Wasserstoffgehalt in den Spänen misst (siehe hierzu das Kapitel 3.6.1). Erst wenn sowohl die Größe der Späne als auch die Spanausbeute bekannt sind, kann man somit auf die Wasserstoffkonzentration schließen. Da weder eine Messung der Spangröße noch der Spanausbeute möglich ist, bleibt nur die Annahme, dass beide Größen konstant sind. Dies eröffnet zwar nicht die Möglichkeit, die absolute Wasserstoffkonzentration zu messen, dafür aber Schwankungen der selbigen über den untersuchten Bereich festzustellen.

Da sowohl die Spanausbeute als auch die Spangröße von der Drehgeschwindigkeit der Säge und der Geschwindigkeit des Vorschubs abhängen, können Messungen, die mit unterschiedlichen Einstellungen gemacht worden sind, nicht direkt verglichen werden.

## 5.7 Die erste Steg-Probe

Um diese Methode des Wasserstoffnachweises zu testen, galt es eine Probe mit Wasserstoff zu beladen und zu sägen. Im Positions-Druck-Profil sollte dann in dem Bereich, wo sich Wasserstoff befindet, eine messbare Erhöhung des Druckes abzeichnen. Zu diesem Zweck wurden verschiedene Proben vorbereitet.

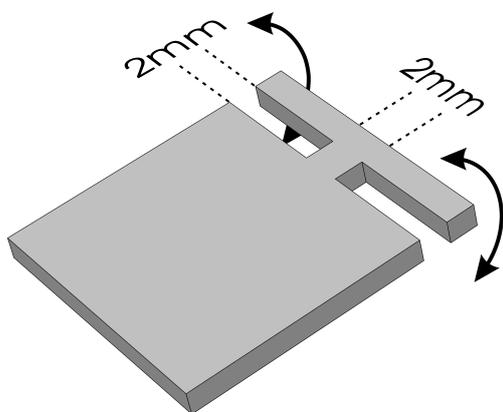


Abbildung 5.8: Um den Steg der Probe mit Wasserstoff zu beladen wurde die Probe in 5%iger Schwefelsäure bei 100°C entsprechend den Pfeilen für 15 Minuten hin und her gebogen.

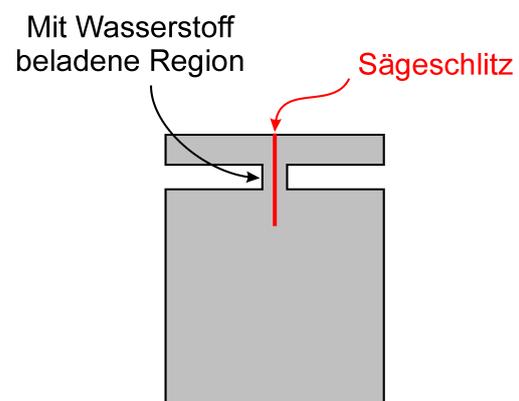


Abbildung 5.9: Anschließend wurde die Probe entlang dem hier eingezeichneten Sägeschlitz mit der Wasserstoffsäge gesägt.

Aus der Aluminium-Legierung AA6013 wurde eine Probe in der Form, wie sie Abbildung 5.8 zeigt, hergestellt und entsprechend den Pfeilen in der Abbildung mehrfach hin und her gebogen. Das Biegen sollte bewirken, dass die Oberfläche – speziell die Oxidschicht des Aluminiums – an dem dünnen Steg aufbricht. Um dabei eine

Diffusion von Wasserstoff in den Steg zu erlangen wurde die Probe nicht in Luft, sondern in 5%iger Schwefelsäure bei 100°C über eine Zeit von 15 Minuten hin und her gebogen.

Die von der Schwefelsäure abgegebenen Protonen können dabei in das Aluminium diffundieren. Der Wasserstoff hat bei 100°C und 15 Minuten eine mittlere Diffusionslänge in der Größenordnung um einen Millimeter (siehe Kapitel 2.5.2).

Die Probe wurde mit der Wasserstoffsäge entlang dem in Abb. 5.9 gezeigten Sägeschlitz gesägt. Das Ergebnis ist in Abbildung 5.10 auf Seite 51 gezeigt.

Wie man anhand von dieser Abbildung sieht, ist in dem vermeintlich mit Wasserstoff beladenen Steg kein signifikanter Peak im Druck-Profil zu erkennen. Dies könnte unter anderem daran liegen, dass es sehr schwierig war, die Probe in einem Säurebad mit zwei Zangen zu biegen. Was man erkennt ist jedoch ein konstanter Druckabfall über die Zeit, die mit der Positionsangabe linear korreliert ist.

Wie später festgestellt wurde, ist ein Druckabfall im oberen Rezipienten von z. B.  $4 \cdot 10^{-6}$  mbar auf  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar ebenfalls im Druck des unteren Rezipienten und somit in den Druck-Profilen zu verzeichnen. Der Druckverlauf im oberen Rezipienten wurde bei dieser Messung nicht protokolliert. Deshalb könnte es gut sein, dass das Vakuum im oberen Rezipienten mit der Zeit besser wurde und im unteren Rezipienten einen ebenfalls messbaren Druckabfall verursacht hat.

Der Peak bei etwa 5000  $\mu\text{m}$  ist sowohl bei dem gemessenen Druck als auch bei dem gemittelten Druck sehr deutlich zu sehen. Eine Erklärung hierfür ist leider nicht offensichtlich. Rückblickend betrachtet könnte es jedoch gut sein, dass an dieser Stelle eine Anhäufung von Spänen in den Tiegel gefallen ist wie sie sich links und rechts vom Sägespalt manchmal ansammelt. Diese Ansammlung kommt dadurch zustande, dass einige Späne an dem Sägeblatt hängen bleiben und beim nächsten Durchlauf durch den Sägeschlitz an der Oberseite der Probe abgestreift werden. Diese Ansammlung von Spänen kann sich durch eine leichte Erschütterung der Probe durch das Sägeblatt lösen und gegebenenfalls in den Tiegel fallen. Dieses Problem wird bei späteren Messungen erneut auftreten.

Zunächst galt es, diese Messung der Steg-Probe zu wiederholen und dabei den Steg nach Möglichkeit durch stärkeres Biegen in der Schwefelsäure mit mehr Wasserstoff zu beladen.

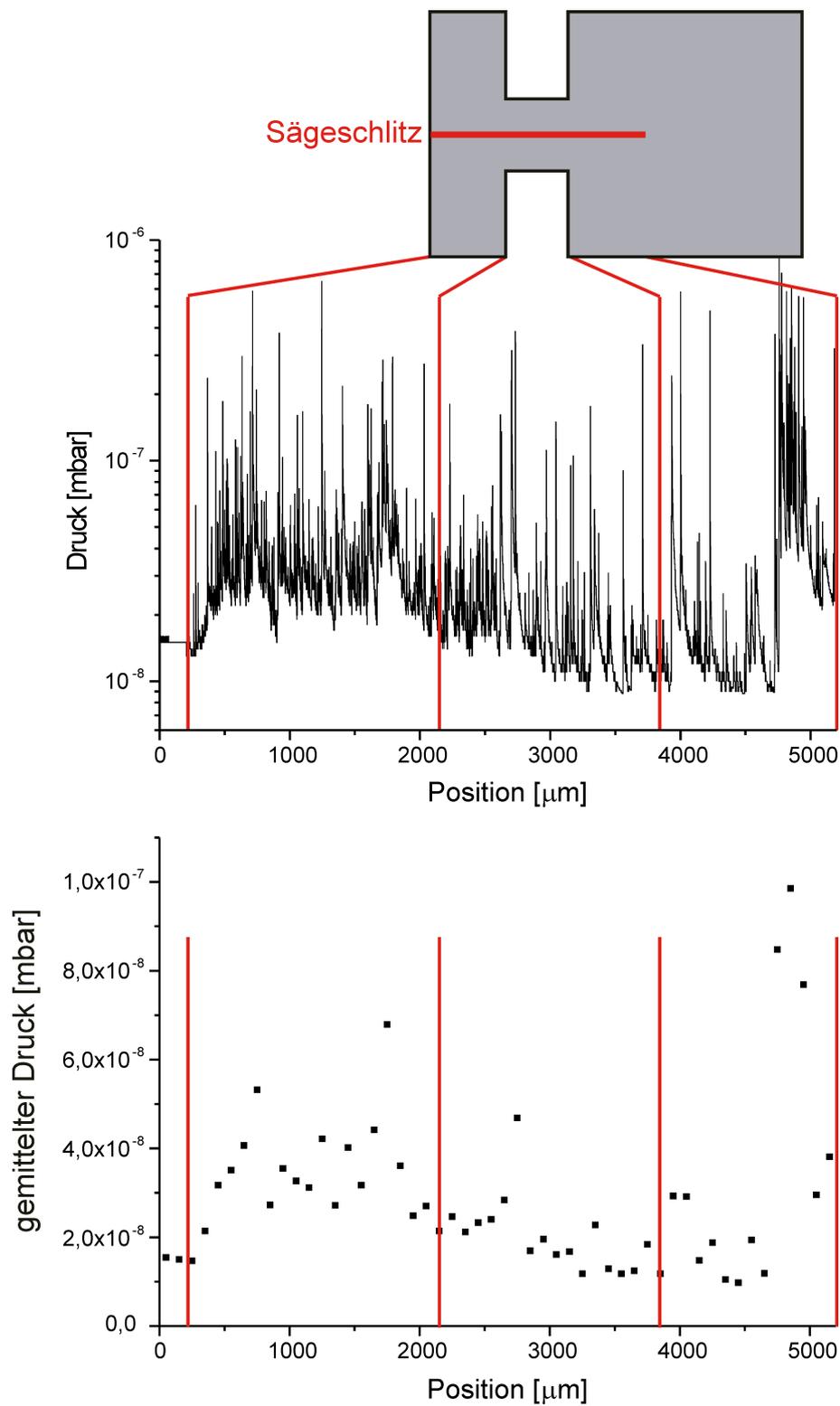


Abbildung 5.10: Bei der ersten Messung einer Steg-Probe war in dem vermeintlich mit Wasserstoff beladenen Steg kein signifikanter Peak im Druck-Profil zu erkennen.

## 5.8 Die zweite Steg-Probe (stärker gebogen)

Wie man in dem letzten Abschnitt gesehen hat, war die erste Steg-Probe wohl nicht ausreichend mit Wasserstoff beladen. Dies sollte bei der zweiten Steg-Probe geändert werden. Die relevanten Abmaße der zweiten Steg-Probe waren mit der ersten identisch und sind den Abbildungen 5.8 und 5.9 zu entnehmen. Dieses Mal wurde jedoch versucht, die Probe mit den Zangen über einen größeren Winkel zu biegen als vorher. Das Ergebnis der Messung ist in Abb. 5.11 auf Seite 53 zu sehen. Wie man in dieser Abbildung sieht, hat das Positions-Druck-Profil an der Stelle des Steges einen Peak. Dieser erhöhte Druck könnte zum einen auf Wasserstoff an dieser Stelle hindeuten. Zum anderen könnte der gemessene Peak aber auch durch die Probeform bedingt sein. Das Sägen war im Steg-Bereich deutlich lauter, was darauf hindeutet, dass die Probe bzw. der Steg mehr in Schwingung geriet und so auch gegen das Sägeblatt schlug, was das Geräusch erklären würde.

Durch diese vermehrte Schwingung könnte es zu einem der folgenden Effekte gekommen sein, die alle den Peak im Druck-Profil erklären würden:

- Durch die Schläge der schwingenden Probe gegen das Sägeblatt konnten sich Späne von dem Sägeblatt lösen, die ansonsten am Sägeblatt hängen geblieben wären und nicht in dem Trichter, sondern z. B. auf der Oberfläche der Probe gelandet wären.
- Späne, die bereits vorher auf der Oberfläche der Probe gelandet sind, „tanzten“ auf der schwingenden Probe hin und her, bis sie im Trichter gelandet sind.
- Durch die Schwingung der Probe hat die Säge größere Späne aus der Probe gesägt. Diese haben aufgrund ihrer größeren Masse eine andere Flugbahn. Diese Flugbahn könnte die Spanausbeute positiv beeinflussen.

Dies zeigt, dass die hier verwendete Probengeometrie nicht unbedingt einen eindeutigen Schluss auf eine erhöhte Wasserstoffkonzentration im Steg zulässt. Eine homogene Probengeometrie wäre zum Testen der Wasserstoffsäge besser geeignet.

Betrachtet man den erhöhten Druck in den ersten zwei Millimetern der Probe, so könnte dieser auf eine erhöhte Wasserstoffkonzentration schliessen lassen. Diese erhöhte Wasserstoffkonzentration könnte, so die damalige Annahme, durch Kratzspuren der Zange an dieser Stelle der Probe erklärt werden (siehe Abb. 5.12). Durch die Zange, die verwendet wurde um die Probe in der Säure zu biegen, wurde die schützende  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht an dieser Stelle der Probe verletzt, wodurch Wasserstoff in die Probe hinein diffundieren konnte.

Wenn man davon ausgeht, dass die Kratzspuren für den erhöhten Wasserstoffgehalt in den ersten zwei Millimetern in der Probe verantwortlich sind, dann öffnet sich über diesen Weg eine einfache Testmöglichkeit der Wasserstoffsäge, bei der die Probengeometrie homogen sein kann.

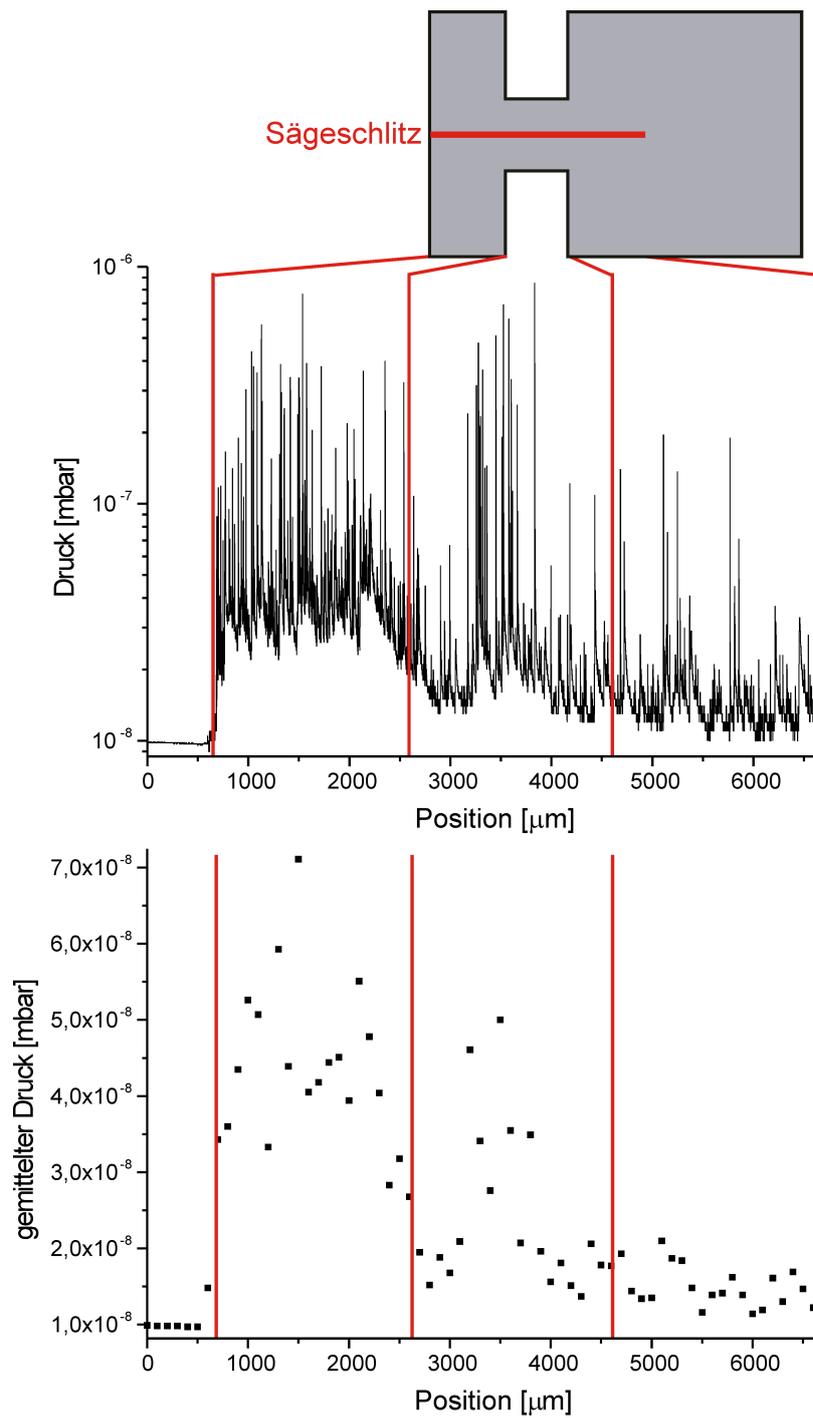


Abbildung 5.11: Bei der zweiten Messung einer Steg-Probe war in dem mit Wasserstoff beladenen Steg tatsächlich ein Peak im Druck-Profil zu erkennen. Der erhöhte Druck in den ersten zwei Millimetern der Messung kommt evtl. dadurch, dass durch die Kratzspuren der Zange die Oberfläche so verletzt wurde, dass ebenfalls Wasserstoff in das Material eindringen konnte.

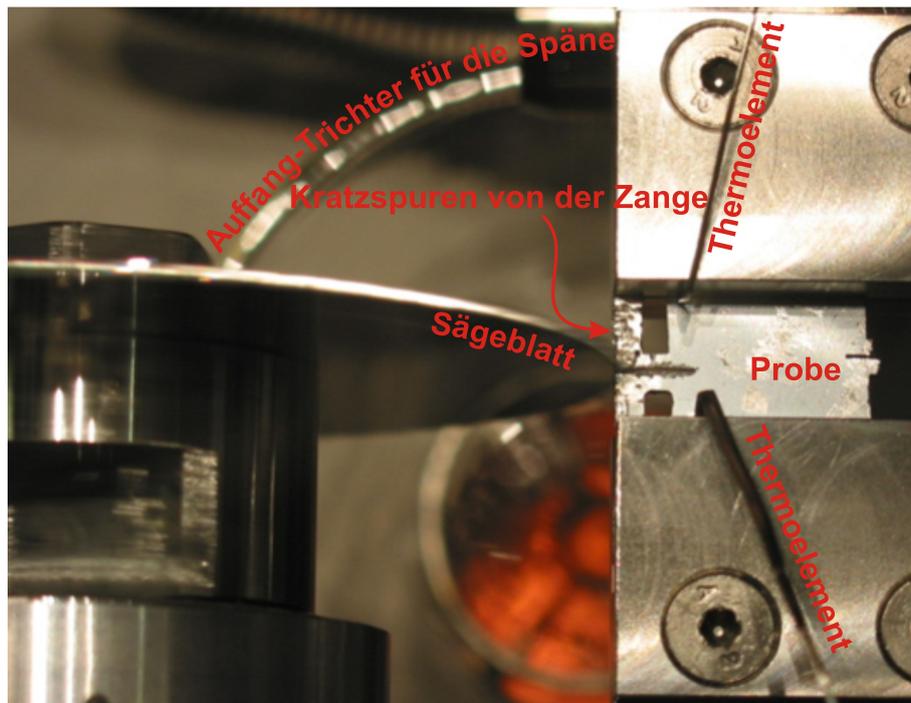


Abbildung 5.12: Die Steg-Probe zeigt in den ersten zwei Millimetern der Probe deutliche Kratzspuren, die von der zum Biegen benutzten Zange herrühren. Diese Kratzspuren haben evtl. die Oberfläche des Aluminiums soweit verletzt, dass Wasserstoff hinein diffundieren konnte. Dies würde den erhöhten Druck in den ersten zwei Millimetern in der Abb. 5.11 erklären.

## 5.9 Die erste Kratz-Probe

Wie man in dem vorherigen Abschnitt gesehen hat, ließen die Messungen aufgrund der nicht homogenen Probenform keine eindeutigen Schlüsse zu. Wenn es jedoch gelingt, die Oxid-Schicht auf dem Aluminium durch Kratzen an der Oberfläche soweit zu beschädigen, dass Wasserstoff in das Material hinein diffundieren kann, so könnte eine homogene Probenform verwendet werden.

Aus diesem Grund habe ich eine Probe vorbereitet, die 15 Minuten in 5%iger Schwefelsäure bei 100°C mit einem spitzen Eisenstab gekratzt worden ist.

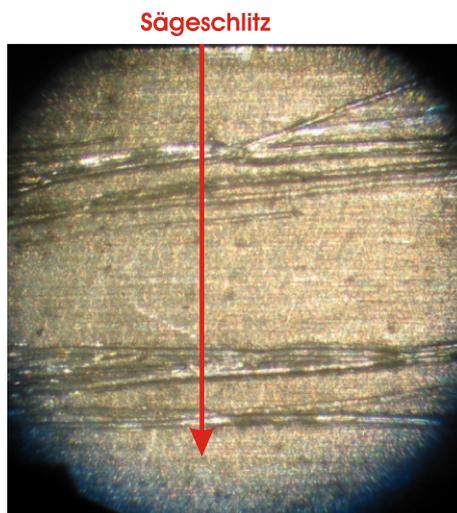


Abbildung 5.13: Die Probe wurde 15 Minuten lang in 5%iger Schwefelsäure bei 100°C mit einem spitzen Eisenstab gekratzt. Das Ergebnis der Messung befindet sich in Abbildung 5.14.

ist der erhöhte Druck in den ersten Millimetern.

Bevor eine weitere Kratz-Probe gemessen wurde, wurde der Wasserstoffsäge ein weiteres wichtiges Detail hinzugefügt.

Die links stehende Abbildung zeigt die gekratzte Probe vor dem Sägen. Leider war es mit dem Eisenkratzer, der selber mit der Schwefelsäure reagiert, nicht so einfach, immer denselben Kratzer zu treffen. So erhielt ich anstelle von einigen wenigen aber sehr tiefen Kratzern, wie ich es gehofft hatte, mehrere nicht ganz so tiefe Kratzer. Diese Kratzer kann man abhängig von der Position des Sägeschlitzes in Kratzer-Regionen unterteilen. Dies ist in der Skizze auf Seite 56 zu sehen. Die Ergebnisse dieser Messung befinden sich ebenfalls auf Seite 56 in Abbildung 5.14.

Betrachtet man das untere der beiden Diagramme, welches den gemittelten Druck als Funktion der Position zeigt, so erkennt man bis auf einen Wert bei 4800  $\mu\text{m}$  keine direkte Übereinstimmung mit den gekratzten Regionen. Wenn man jedoch davon ausgeht, dass der Wasserstoff nur sehr langsam aus dem unteren Rezipienten abgepumpt wird, so könnten die ersten beiden mit rot gekennzeichneten Kratzer-Regionen zusammen den breiten Peak in der Messung um 2250  $\mu\text{m}$  erklären. Auffällig bei dieser Messung

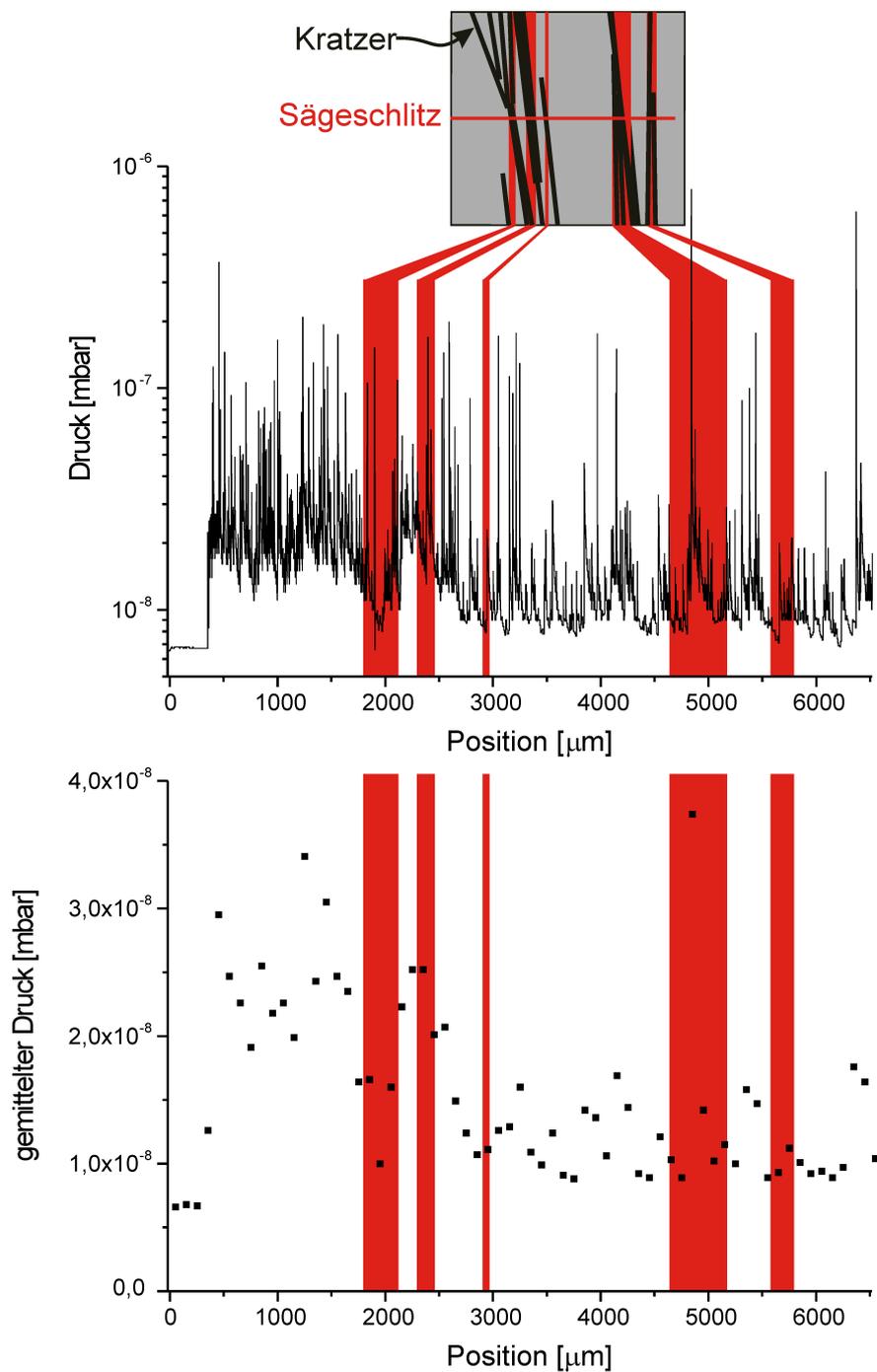


Abbildung 5.14: Eine Skizze der Probe befindet sich über der Messung (siehe auch Abb. 5.13). Die gekratzten Regionen sind mit roter Farbe unterlegt. Bis auf eine Ausnahme bei 4800  $\mu\text{m}$  sieht man an den gekratzten Stellen keine erhöhte Wasserstoffkonzentration. Wenn das System jedoch relativ träge auf Wasserstoff reagiert, dann könnte auch der breite Peak um 2250  $\mu\text{m}$  durch die ersten beiden gekratzten Regionen kommen.

## 5.10 Der Span-Abstreifer

Bei den bisherigen Messungen ist jeweils aufgefallen, dass in den ersten Millimetern ein erhöhter Druck gemessen wurde.

Ein Grund, der zumindest zum Teil für diesen Effekt verantwortlich sein könnte, sei im folgenden erklärt:

Während des Sägens sind einige recht große Späne am Sägeblatt hängen geblieben und wurden beim nächsten Durchlauf an der Oberseite der Probe abgestreift. Ein solcher großer Span ist z. B. in der Abb. 5.15 zu erkennen. Die Späne, die auf der Probe gelandet sind, bewegten sich aufgrund der Erschütterung der Probe hin und her. Befanden sich die Späne noch am Anfang der Probe, so hatten sie eine höhere Wahrscheinlichkeit, von der Probe in den Trichter und damit in den Tiegel zu fallen. Wenn also das Sägeblatt noch in den ersten paar Millimetern der Probe sägte, so fielen im Mittel mehr Späne in den Trichter und erzeugten somit ein höheres Signal im Druck.

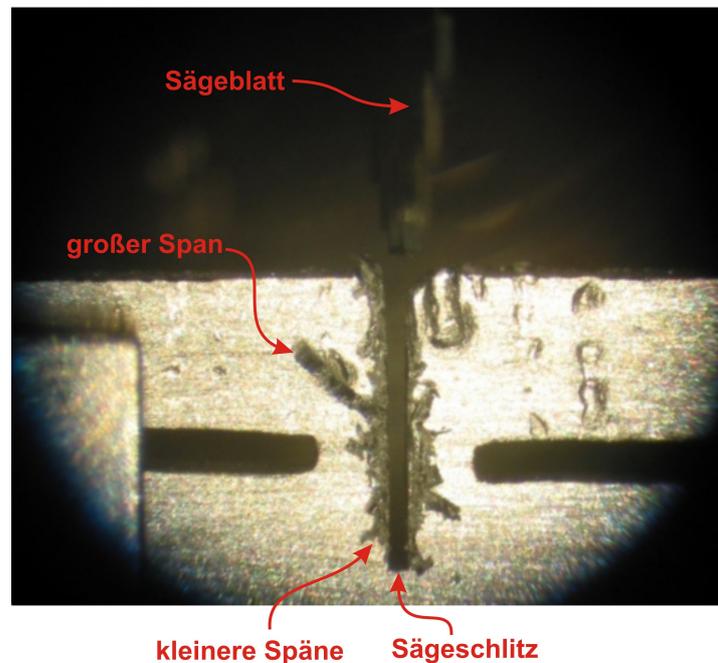


Abbildung 5.15: Beim Sägen einer Probe (das Foto zeigt eine „Steg-Probe“ nach dem Sägen) kam es öfters dazu, dass große Späne am Sägeblatt hängen blieben und auf der Oberseite der Probe abgestreift wurden. Diese großen Späne haben sowohl die Messung verfälscht als auch zum Teil das Sägeblatt blockiert.

Dies kann mit ein Grund dafür sein, dass der gemessene Druck in den ersten paar Millimetern in den gezeigten Messungen erhöht ist.

Die am Sägeblatt hängen gebliebenen Spänen haben sich zum Teil zwischen Sägeblatt und Sägeschlitz verkantet. Dies machte das Sägen sehr unruhig und sorgte

dafür, dass das Sägeblatt von Zeit zu Zeit in der Probe hängen blieb.

Die Lösung für das Problem war der bereits in Kapitel 3.4 beschriebene Spanabstreifer.

Seit der Installation dieses Spanabstreifers landen auf der Oberfläche viel weniger kleine und überhaupt keine großen Späne mehr. Da gerade die großen Späne der Grund für das Verkanten und Hängenbleiben des Sägeblattes waren, läuft das Sägeblatt mit Spanabstreifer deutlich ruhiger und das Sägen ist gleichmäßiger.

Rückblickend muss man jedoch sagen, dass trotz der Lösung dieses Problems der erhöhte Druck in der Anfangsregion der Probe noch immer zu verzeichnen ist.

Es kommt nach wie vor dazu, dass sich kleinere Späne an der Seite des Sägeschlitzes anlagern. Diese können vom Spanabstreifer nicht abgestreift werden, da sie sich nur auf der Stirnseite des Sägeblattes befinden. Beim Abstreifen auf der Probe gelangen sie dann an die Seite des Sägeschlitzes.

## 5.11 Die zweite Kratz-Probe (stärker gekratzt)

Die zweite Kratz-Probe wurde, genau wie die erste, über eine Zeitspanne von 15 Minuten bei 100°C in 5%iger Schwefelsäure gekratzt. Dieses Mal habe ich versucht, möglichst wenige und dafür tiefe Kratzer zu erzeugen. Zudem habe ich in der Schwefelsäure mit einer Eisenfeile den ersten Millimeter der Probe so angefeilt, dass die Oxidschicht des Aluminiums in dieser Region größtenteils aufgebrochen bzw. entfernt war.

Ein Foto der Probe ist in Abbildung 5.16 zu sehen. Das Messergebnis zusammen mit einer Skizze der Kratzer auf der Probe ist in der Abbildung 5.17 auf Seite 60 zu sehen.

Bei dem Druck-Profil sowie bei dem gemittelten Druck in der Abbildung 5.17 fehlt der Bereich von 1080  $\mu\text{m}$  bis 1240  $\mu\text{m}$ . Ein Ausfall der Kühlfalle an dieser Stelle hatte zur Folge, dass der Druck sowohl im oberen als auch im unteren Rezipienten stark anstieg. Da der Druck in diesem Bereich somit nicht repräsentativ ist, wurden alle Daten aus diesem Bereich bei der Auswertung entfernt.

Der Peak bei 750  $\mu\text{m}$ , der im angefeilten Anfangsbereich der Probe liegt, kann angesichts des Druckverlaufs, wie man ihn in der ersten Kratz-Probe (Abb. 5.14) sieht, nicht zweifelsfrei einer erhöhten Wasserstoffkonzentration durch das Anfeilen zugeschrieben werden.

An dem Druck-Profil ist sehr auffällig, dass der Druck bei 2760  $\mu\text{m}$  einen Sprung von  $4,2 \cdot 10^{-9}$  mbar auf  $5,5 \cdot 10^{-8}$  mbar aufweist und anschließend nur sehr langsam wieder abfällt. Zudem fällt diese Position in einen der Kratzer. Wenn man jedoch die Form dieses Peaks mit der Form in der Abb. 5.18 vergleicht, so erscheint es wahrscheinlich, dass sich in beiden Messungen einige angesammelte Späne gelöst haben und in den Trichter gefallen sind.

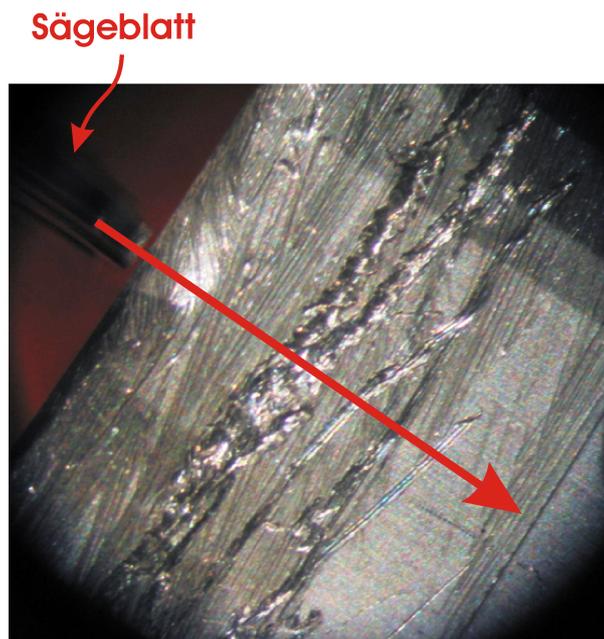


Abbildung 5.16: Die zweite Kratz-Probe wurde über eine Zeitspanne von 15 Minuten bei 100°C in 5%iger Schwefelsäure gekratzt und dann in Pfeilrichtung gesägt.

Abbildung 5.18 zeigt die Messung einer unbehandelten Probe (Untergrund), wobei jedoch zwei Peaks sehr herausstechen und den selben Druckverlauf zeigen wie die hier untersuchte Kratz-Probe. Bei dieser Untergrund-Messung konnte ich durch ein an der Wasserstoffsäge befestigtes Lichtmikroskop (siehe Abbildung 5.1) beobachten, dass sich während des Sägens eine größere Anzahl von kleineren Spänen entlang des Sägeschlitzes angelagert hatten. Ein Teil davon konnte sich als größere Klumpen lösen. Diese bewegten sich, durch die vom Sägen verursachten Vibrationen angetrieben, auf der Probe hin und her. Zu einem späteren Zeitpunkt waren diese Klumpen nicht mehr durch das Mikroskop auszumachen. So ist es wahrscheinlich, dass sie von der Probe in den oberen Auffangtrichter und damit letztendlich in den Tiegel gefallen sind.

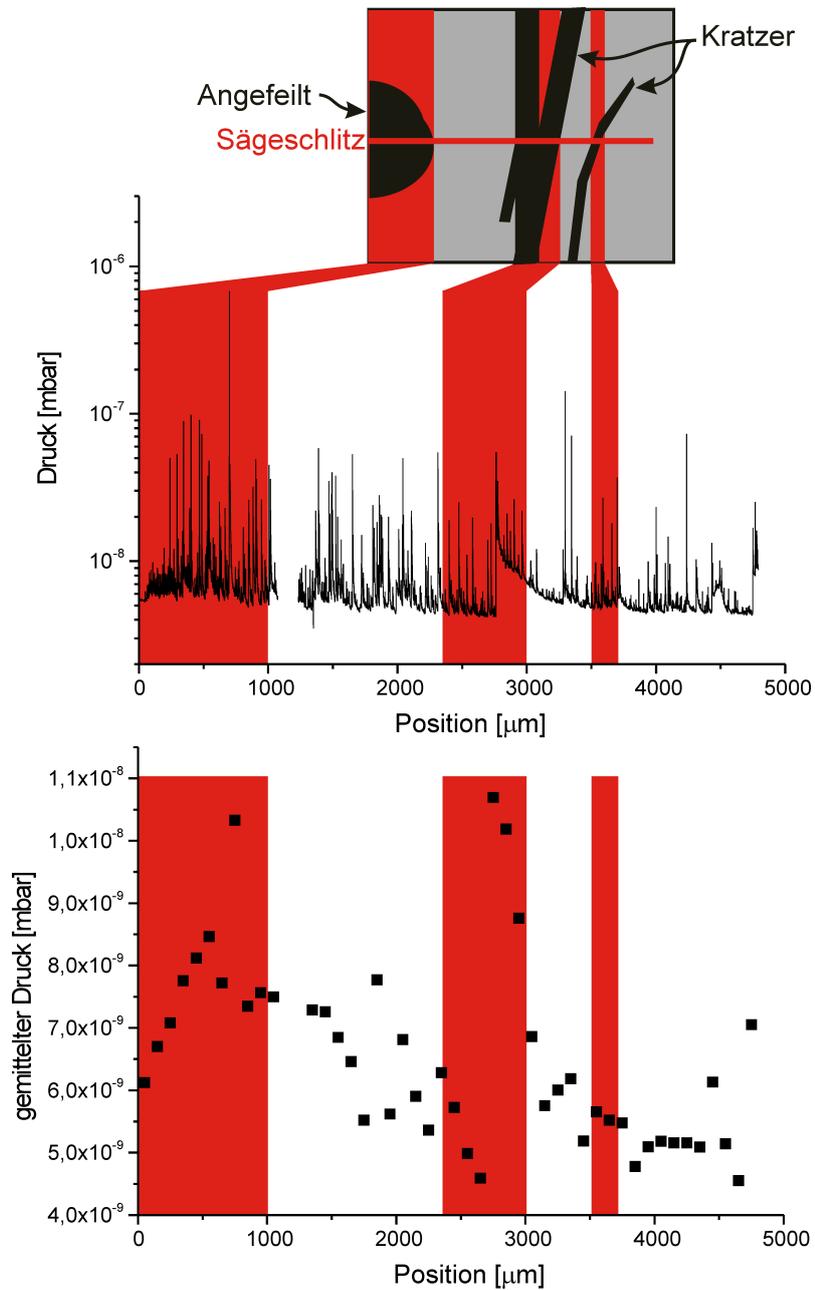


Abbildung 5.17: Eine Skizze der Probe befindet sich über der Messung (siehe auch das Foto in Abb. 5.16). Die gekratzten Regionen sind mit roter Farbe unterlegt. Der abrupte Anstieg bei  $2760 \mu\text{m}$  könnte entweder am Wasserstoff in dem Bereich des Kratzers liegen, oder durch eine Ansammlung von Spänen kommen, die bedingt durch eine größere Erschütterung sich gelöst und von der Probe in den Tiegel gefallen sind. Siehe auch die Form des Druckverlaufes in Abb. 5.18

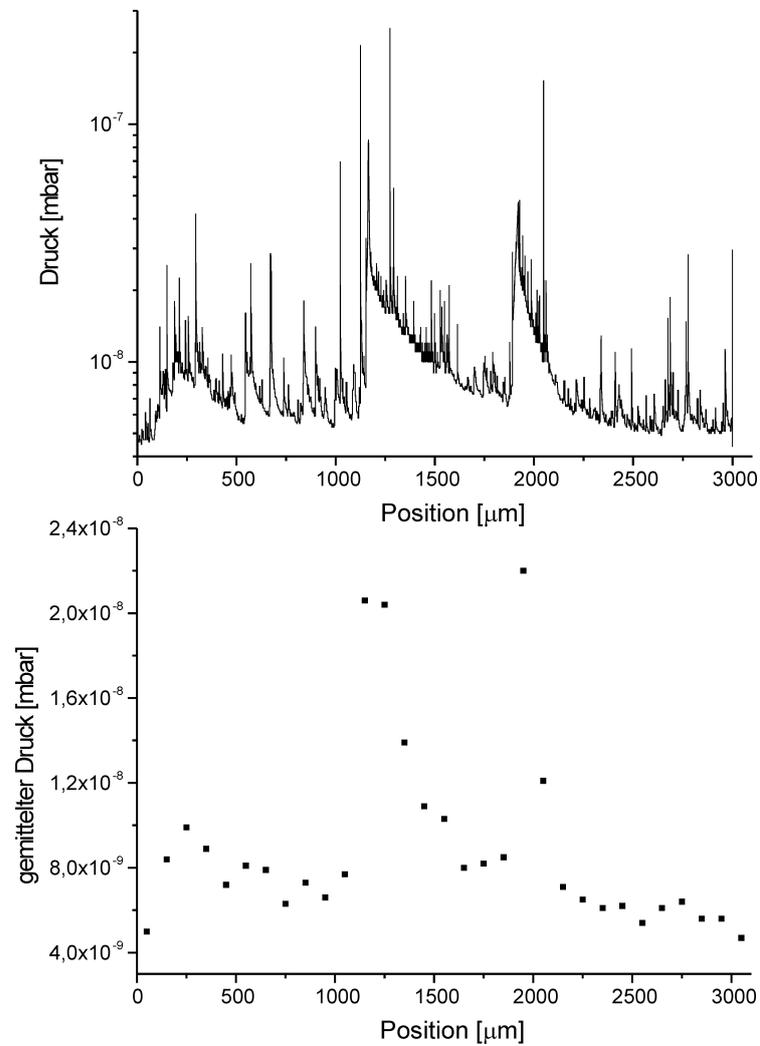


Abbildung 5.18: Bei dieser Probe, die keine lokal erhöhte Wasserstoffkonzentration aufweisen sollte, hat sich bei 1150 µm und 1890 µm jeweils eine Ansammlung von kleinen Spänen gelöst und ist in den Trichter gefallen. Diese kleinen Späne kommen von der Stirnseite des Sägeblattes, werden auf der Probe abgestreift und lagern sich links und rechts des Sägeschlitzes an.

## 5.12 Streifen-Probe

Im nächsten Versuch wurden zwei Streifen aus der Aluminium-Legierung AA6013 hintereinander durchgesägt. Davon wurde ein Streifen analog zu den Proben vorher in 5%iger Schwefelsäure bei 100°C für 15 Minuten gekratzt, während der andere Streifen weder gekratzt noch in Schwefelsäure gelegt wurde.

Ziel dieses Versuches war es, bei der Messung einen Unterschied zwischen den beiden Streifen im direkten Vergleich zusehen. Dafür wurden die etwa vier Millimeter breiten Streifen mit einem Abstand von ca. einem Millimeter den Probenhalter eingebaut.

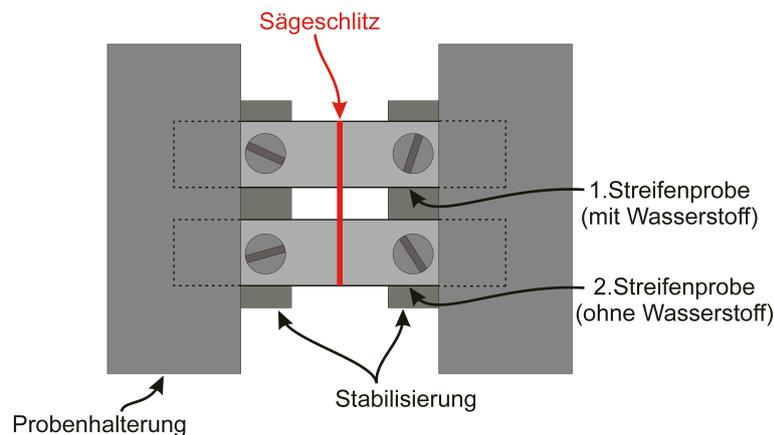


Abbildung 5.19: Nur der erste Streifen war durch Kratzen in 5%iger Schwefelsäure bei 100°C für 15 Minuten mit Wasserstoff beladen.

Der erste Streifen war durch Kratzer in Schwefelsäure mit Wasserstoff beladen.

Wie man in Abbildung 5.19 sieht, wurden zusätzlich zwei Edelstahl-Streifen mit den Proben verschraubt. Dies diente zur Stabilisierung der Streifen-Proben untereinander. Versuche ohne diese Stabilisierung haben gezeigt, dass sich ansonsten ein Streifen lösen kann.

Das Ergebnis der Messung ist in der Abb. 5.20 auf Seite 64 zu sehen.

Der in Abbildung 5.20 markierte Bereich von 1950  $\mu\text{m}$  bis 2960  $\mu\text{m}$  kann leider zur Auswertung nicht verwendet werden, da zu diesem Zeitpunkt die Kühlfalle versagt hatte. Dies hatte eine Steigerung des Drucks im oberen Rezipienten und durch Diffusion des Gases durch das geöffnete Zwischenventil auch einen erhöhten Druck im unteren Rezipienten zur Folge.

Die Anfangs- und die Endpositionen der beiden Streifen sind im Diagramm gekennzeichnet. Man erkennt deutlich, wie sich der Druck zwischen den beiden ersten Streifen erholt. Jedoch ist nach dem Durchsägen des zweiten Streifens keine solche Erholung zu erkennen. Statt dessen ist im Druck-Profil bei 9620  $\mu\text{m}$  sogar ein Peak zu verzeichnen. Dieses Verhalten erklärt sich vielleicht dadurch, dass nach dem

Durchsägen des zweiten Streifens dieser, trotz der zusätzlichen Versteifung, rapide an Stabilität verloren hat und in Schwingung geraten ist bzw. das Sägeblatt zum Teil eingeklemmt hat.

Auffallend an der Messung ist, dass es sowohl beim ersten als auch beim zweiten Streifen zu einem erhöhten Druck im Anfangsbereich des jeweiligen Streifens kommt. Dieser Effekt ist ebenfalls bei den vorherigen Messungen zu beobachten. Anhand der hier vorliegenden zwei Streifen, die nacheinander durchgesägt worden sind, sieht man, dass es sich bei diesem Phänomen nicht um ein „Anlaufproblem“ der Wasserstoffsäge handeln kann.

Abgesehen von dem erhöhten Druck im Anfangsbereich erkennt man leider keine erhöhte Wasserstoffkonzentration. Allerdings muss man sagen, dass der größte Teil des gekratzten und damit vermeintlich mit Wasserstoff beladenen Bereiches in der Mitte der ersten Probe liegt. Dieser Bereich fällt ziemlich genau mit dem Bereich zusammen, an dem die Kühlfalle versagt hatte.

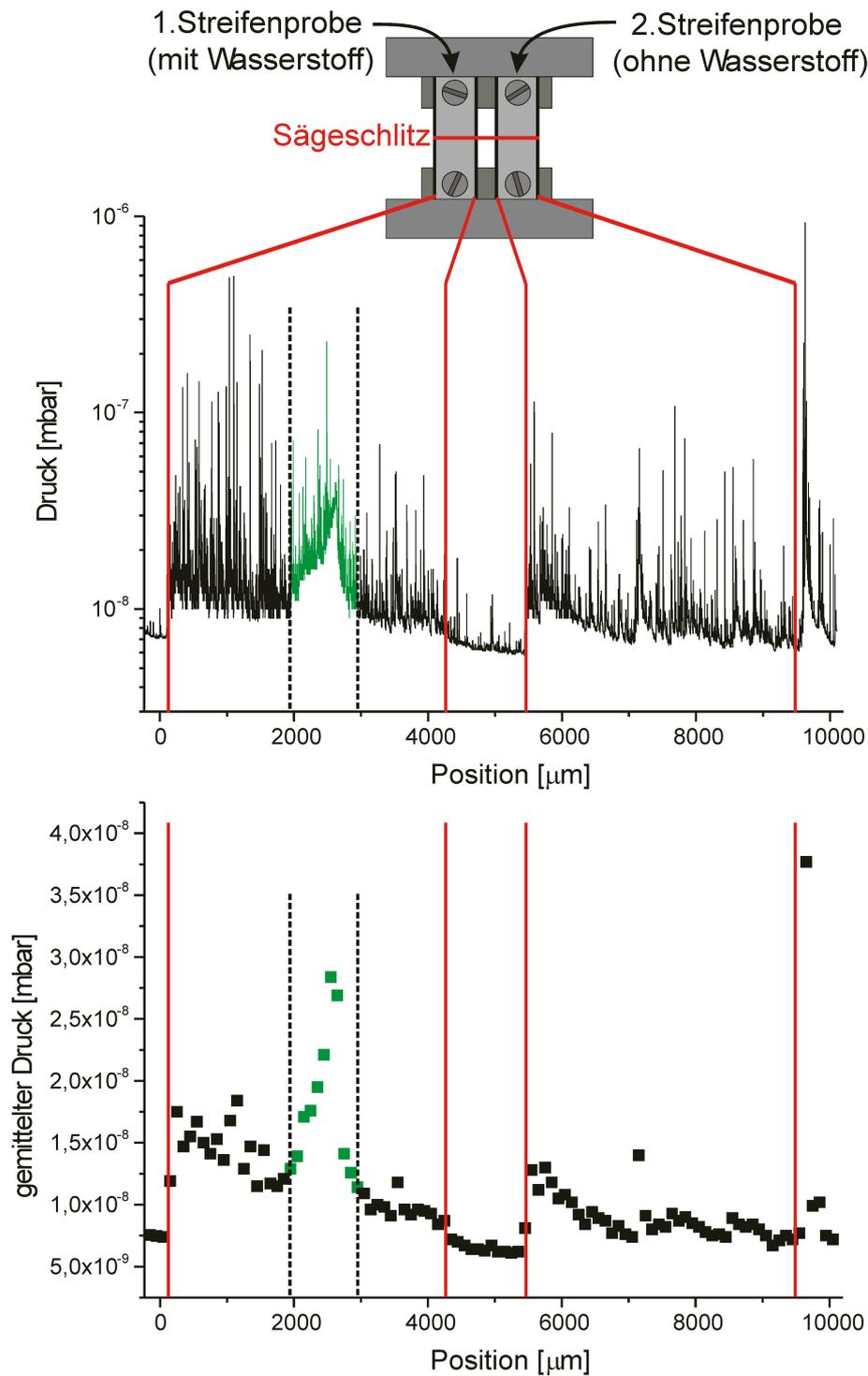


Abbildung 5.20: Eine Skizze der Probe befindet sich über der Messung (siehe auch Abb. 5.19). Im Bereich von 1950  $\mu\text{m}$  bis 2960  $\mu\text{m}$  ist die Kühlfalle ausgefallen. Dieser Bereich kann zur Auswertung nicht verwendet werden.

## 5.13 Diskussion der ersten Test-Messungen

In den vorherigen Kapiteln wurde eine Reihe von Test-Messungen gezeigt, bei denen lokal eine erhöhte Wasserstoffkonzentration zu erwarten war. Insgesamt muss man sagen, dass der Wasserstoff in den Proben nicht eindeutig nachgewiesen werden konnte. Bei jeder der gemessenen Proben konnte man bei den Bereichen der erhöhten Wasserstoffkonzentration mehr oder weniger auch einen Anstieg im Druck verzeichnen. Allerdings kann man diesen Druckanstieg in keinem der hier gezeigten Fälle eindeutig mit der erhöhten Wasserstoffkonzentration in Verbindung bringen. Bei der zweiten Steg-Probe z. B. könnte die Geometrie der Probe für einen Anstieg des Druckes an der erwarteten Stelle verantwortlich sein (siehe Abschnitt 5.8).

Bei der zweiten Kratzprobe könnten größere Spanansammlungen, die sich auf der Oberfläche der Probe angesammelt haben, in den Tiegel gefallen sein (siehe Abschnitt 5.11). Da die Wasserstoffsäge keine Information über die Größe der Späne liefert, kann dieser Effekt nicht von einer lokal erhöhten Wasserstoffkonzentration unterschieden werden.

Auffällig ist der erhöhte Druckanstieg, der jeweils in den ersten beiden Millimetern zu verzeichnen ist. Die Messung der Streifen-Probe (Abb. 5.20) zeigt deutlich, dass es bei zwei Streifen, die hintereinander gesägt werden, in beiden Streifen jeweils zu einem erhöhten Druck in den ersten Millimetern kommt. So kann es sich nicht um Verunreinigungen handeln, die vom Sägeblatt in den ersten Millimetern abgestreift werden. Wäre dies der Fall, so würde man bei dem zweiten Streifen keinen erhöhten Anfangsdruck erkennen.

Interessant ist in diesem Zusammenhang, dass die Länge der einzelnen Zähne des Sägeblattes etwa zwei Millimeter beträgt. Aufschlussreich wäre vielleicht eine Messung der Spanausbeute am Anfang der Probe im Vergleich zur Spanausbeute nach mehreren Millimetern Sägeweg.

Alle hier vorgestellten Messungen wurden an Proben gemacht, die in 100°C heißer Schwefelsäure mit Wasserstoff beladen worden sind.

Problematisch für die Wasserstoffbeladung ist die große Unsicherheit der Wasserstoffdiffusionsraten. Betrachtet man die Messwerte des Diffusionskoeffizienten von Wasserstoff in Aluminium (Abb. 2.11) etwas kritischer als es in Kapitel 2.5.2 geschehen ist, so muss man von einem Diffusionskoeffizienten ausgehen, der bis zu zwei Größenordnungen kleiner ist als vorher angenommen. Da die Diffusionslänge von der Wurzel des Diffusionskoeffizienten abhängt (Gl. (2.9)) ergibt sich somit eine um Faktor 10 kleinere Diffusionslänge. Bei 100°C beträgt die Diffusionslänge für 15 Minuten dann nicht mehr ein Millimeter sondern nur noch 0,1 Millimeter. Mit dieser Diffusionslänge ist es fraglich, ob es überhaupt möglich ist, die Probe auf diese Weise mit Wasserstoff zu beladen.



# Kapitel 6

## Messungen der CT-Proben

Das Ziel dieser Diplomarbeit war der Nachweis von Wasserstoff in der plastischen Zone eines Ermüdungsrisse. Obwohl die Weiterentwicklung der Wasserstoffsäge nach den ersten Test-Messungen noch immer nicht abgeschlossen ist, sollen in diesem Kapitel Messungen von CT-Riss-Proben gezeigt werden.

Zur Erzeugung eines Ermüdungsrisse in CT-Proben wurde die in Kapitel 4 vorgestellte Wechselverformungs-Maschine benutzt.

Die Erzeugung des Risse fand dabei in 3,5%iger Natriumchloridlösung (pH-Wert  $\approx 6$ ) statt. Bei der Messung der ersten Probe wurde entlang des Risse in die plastische Zone gesägt. Die Diagramme in Abbildung 6.1 zeigen das Messergebnis. Das Rissende bei  $2500\ \mu\text{m}$  ist durch die rote Linie gekennzeichnet. Man erkennt in den Diagrammen deutlich, dass es in den ersten beiden Millimetern der Probe zu erhöhten Druckmesswerten kommt. Dieses Verhalten kann auch in den vorher gezeigten Test-Messungen erkannt werden und wird, wie weiter unten gezeigt, nicht durch eine erhöhte Wasserstoffkonzentration in der Rissregion hervorgerufen.

Der Wasserstoff, der aus den Spänen diffundiert, sorgt für eine Druckerhöhung im unteren Rezipienten. Trotz des permanenten Abpumpens dauert es einige Minuten, bis der Anfangsdruck wiederhergestellt ist. Um zu vermeiden, dass der erhöhte Druck sich auf die Messwerte der nachfolgenden Späne auswirkt, wird der Vorschub nach jeweils  $100\ \mu\text{m}$  ( $\approx 70\ \text{s}$  Sägezeit) gestoppt.

Vor dem Sägen der nächsten  $100\ \mu\text{m}$  wird gewartet, bis sich der Druck stabilisiert hat bzw. bis er sich in einer Zeitspanne von 70 Sekunden so wenig ändert, dass er als konstant angesehen werden kann. Dies gewährleistet, dass die gemessenen Druckänderungen durch die Späne aus dem aktuellen Sägeabschnitt hervorgerufen werden und nicht durch vorherige Sägeabschnitte beeinflusst werden.

Für die Auswertung wird der Druck, analog zu den Messungen vorher, jeweils über einen Sägeabschnitt ( $100\ \mu\text{m}$ ) gemittelt. Da der Anfangsdruck in den Sägeabschnitten jeweils als konstant angesehen werden kann, wird er vom gemittelten Druck des Abschnittes abgezogen. Man erhält so für den jeweiligen Sägeabschnitt die gemittelte Druckänderung. Diese ist in den nachfolgenden Messungen jeweils in dem unteren Diagramm aufgetragen.

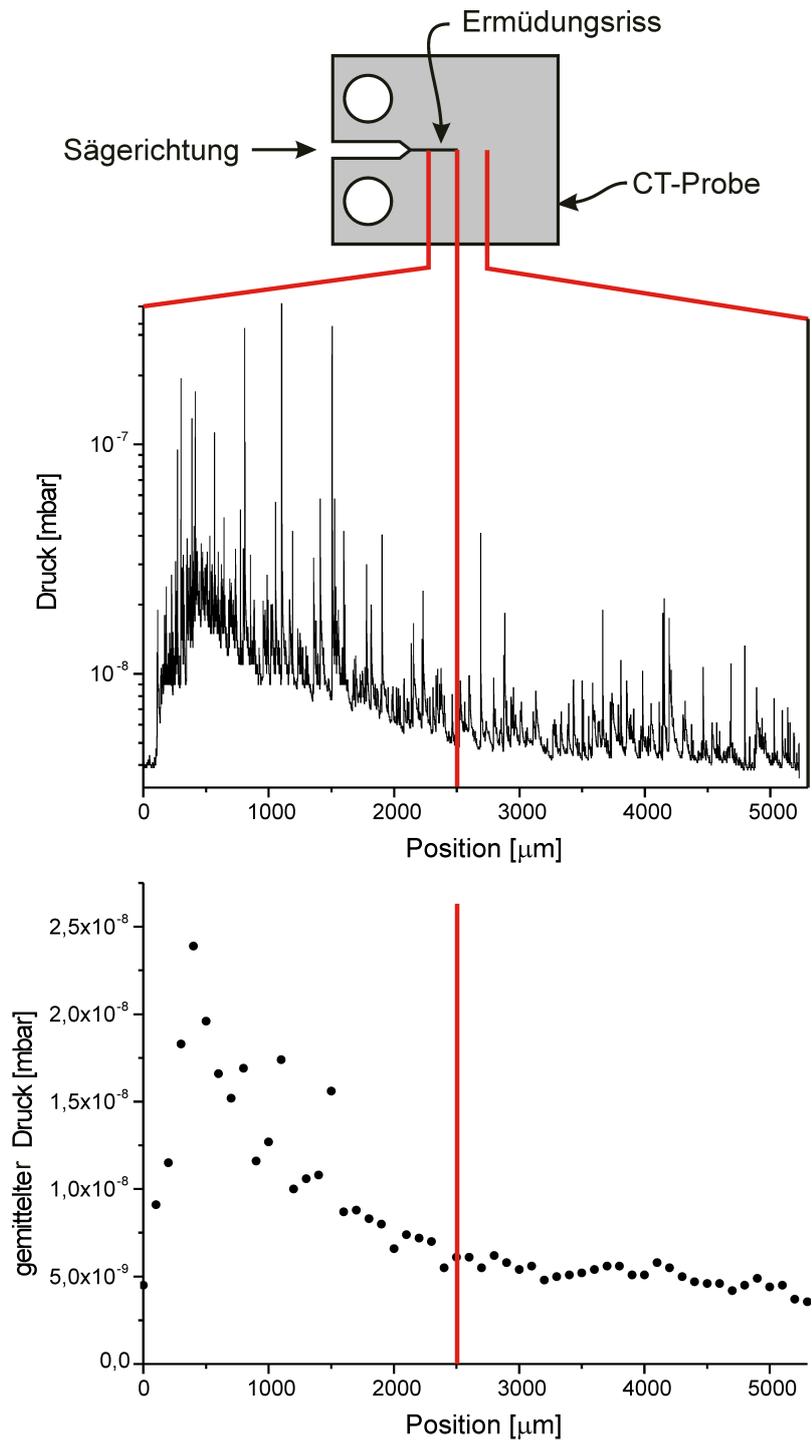


Abbildung 6.1: Messung einer CT-Probe, die unter korrosiver Lösung ermüdet wurde. Mit der Wasserstoffsäge wurde entlang des Risses gesägt. Das Rissende liegt bei 2500  $\mu\text{m}$ .

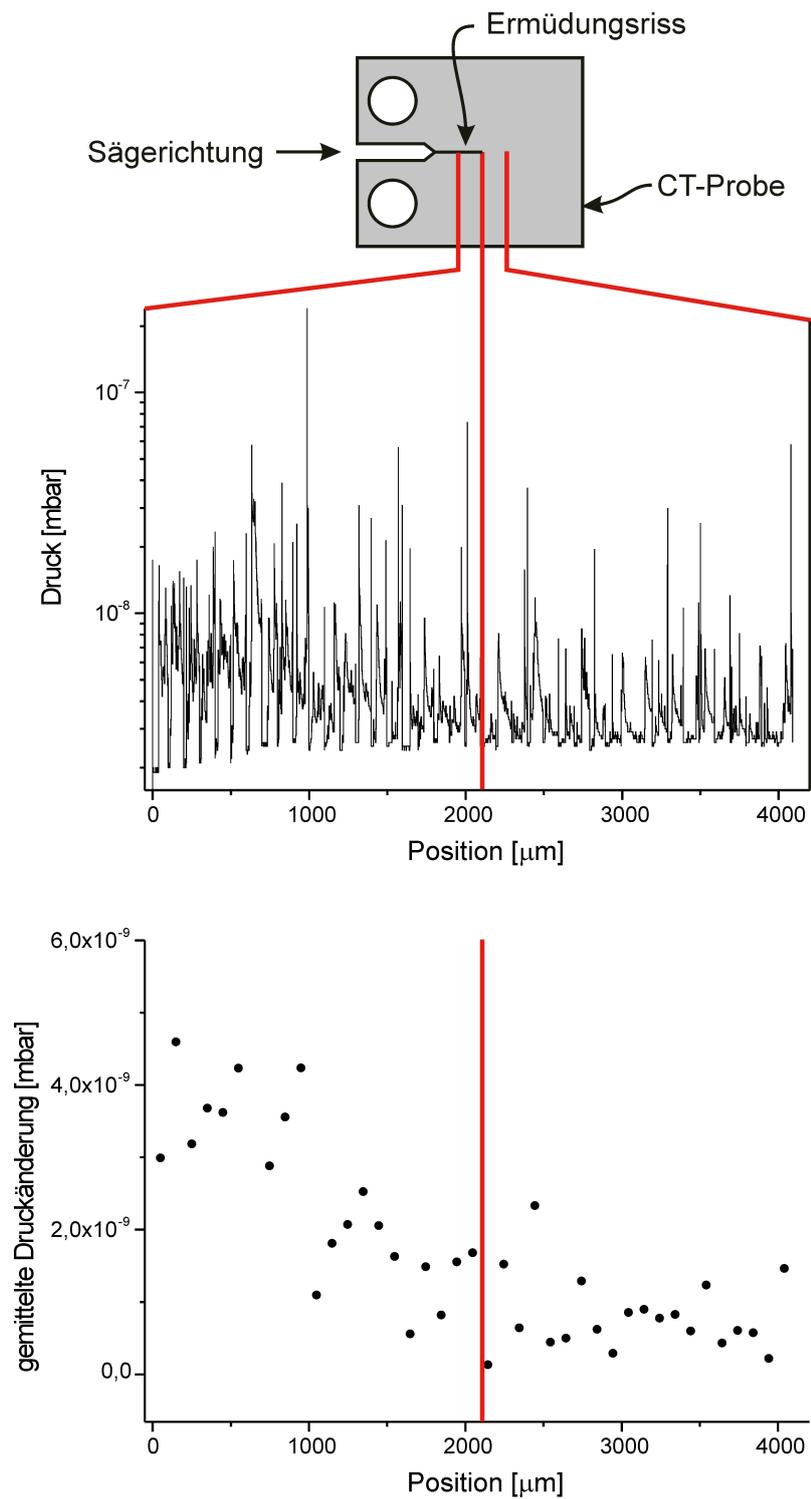


Abbildung 6.2: Messung einer CT-Probe, die unter korrosiver Lösung ermüdet wurde. Nach jeweils 100 µm wurde der Vorschub gestoppt, bis der Druck sich stabilisiert hatte. Mit der Wasserstoffsäge wurde entlang des Risses gesägt. Das Rissende liegt bei 2094 µm.

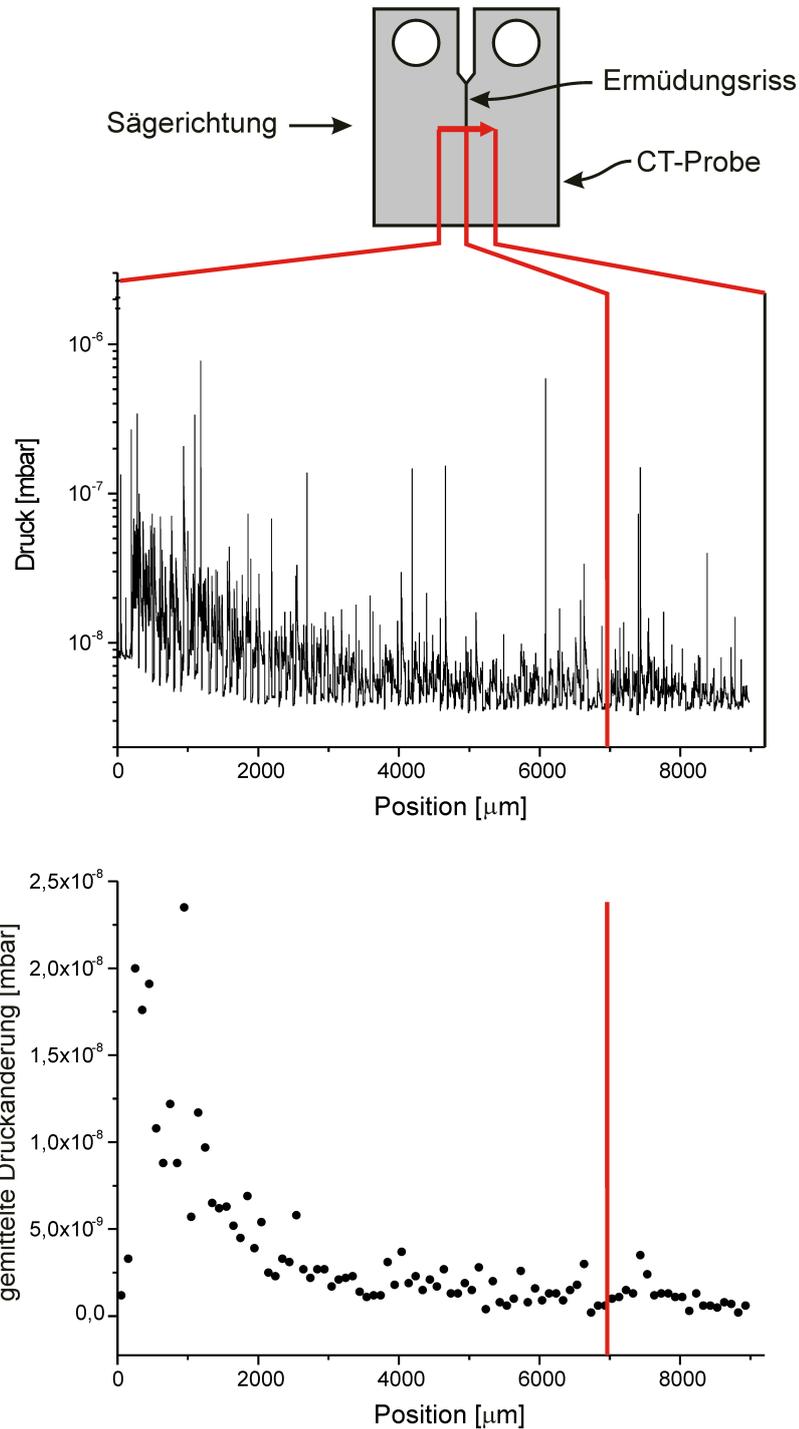


Abbildung 6.3: Messung einer CT-Probe, die unter Atmosphäre ermüdet wurde. Nach jeweils 100  $\mu\text{m}$  wurde der Vorschub gestoppt, bis der Druck sich stabilisiert hatte. Mit der Wasserstoffsäge wurde quer durch die Risspitze gesägt. Die Risspitze ist bei 6982  $\mu\text{m}$ .

Man erkennt in jedem der hier gezeigten Diagramme deutlich einen erhöhten Druck in den ersten ein bis zwei Millimetern der jeweiligen Probe. Die Ursache für diesen Anstieg ist bis dato noch nicht geklärt. Dieses Phänomen ist sowohl in den CT-Proben als auch in den Test-Messungen zu beobachten. Die Messung der quer zum Ermüdungsriss gesägten Probe (Abb. 6.3) zeigt eindeutig, dass der erhöhte Druck in den ersten Millimetern nicht durch Wasserstoff in der Rissregion verursacht wird.

Wenn man von dieser Druckerhöhung absieht, so sieht man bei allen CT-Proben eine flache Verteilung der gemittelten Druck-Messwerte. Dies wird ebenfalls in der quer zum Ermüdungsriss gesägten CT-Probe (Abb. 6.3) besonders deutlich. Somit ist bei keiner der hier vorgestellten Proben ein signifikanter Druckanstieg aufgrund von Wasserstoff zu erkennen. Dies könnte z. B. daran liegen, dass die Änderung der Wasserstoffkonzentration in der plastischen Zone zu gering ist, um sie mit dieser Methode nachweisen zu können.



# Kapitel 7

## Zusammenfassung

Der Nachweis von Wasserstoff in Metallen und sein Einfluss auf die Materialermüdung ist schon lange ein Brennpunkt der Forschung. Dennoch gibt es bis heute keine Methode, die den Wasserstoff in den hier erwarteten Konzentrationen ortsauflöst nachweisen kann. Dass dieses Problem nicht im sehr begrenzten Rahmen einer Diplomarbeit vollständig gelöst werden kann, ist somit verständlich.

Neben den ersten Test-Messungen stand vor allem die Entwicklung der Wasserstoffsäge im Vordergrund.

In diesem Rahmen habe ich dafür gesorgt, dass das Sägeblatt der Wasserstoffsäge ruhig und gleichmäßig läuft. Dazu wurde die Achse der Säge überarbeitet und mit einer weiteren Lagerung zur Stabilisierung versehen. Den Motor und das zugehörige Getriebe habe ich gegen einen leistungsstärkeren Motor mit einer größeren Untersetzung ausgetauscht.

Zur Verbesserung des Vakuums in der Sägekammer (oberer Rezipient) wurde eine Kühlfalle entwickelt und eingebaut.

Über ein nachträglich angebrachtes Thermoelement kann die Temperatur der gekühlten Probe während des Sägens gemessen werden.

Der Vorschub, der die zu sägende Probe auf das Sägeblatt zu bewegt, wurde mit einem Schrittmotor und einem dafür geschriebenen Steuerungsprogramm automatisiert.

Zur Synchronisation des Vorschubs mit der Drehgeschwindigkeit des Sägeblattes habe ich eine Gabellichtschranke eingebaut, die bei Drehung des Sägeblattes Triggersignale an einen Computer bzw. an das oben erwähnte Steuerungsprogramm sendet. Am Sägeblatt hängen gebliebene Späne werden von einem selbst entwickelten Spanabstreifer abgestreift, was das häufige Verkanten und Hängenbleiben des Sägeblattes verhindert.

Die aus der Probe gesägten Späne fallen durch ein Trichtersystem, das mit einem zusätzlichen, speziell angefertigten Trichter erweitert und verbessert wurde. Die Späne werden im Ultrahochvakuum (unterer Rezipient) erhitzt und der Wasserstoff ausdiffundiert. Das Steuerungsprogramm steuert den Vorschub der Probe und nimmt gleichzeitig den durch Wasserstoff bedingten Druckanstieg im unteren Rezipienten auf.

Zum Testen der Wasserstoffsäge wurden Aluminium-Proben auf unterschiedliche Weise mit Wasserstoff beladen und mit der Wasserstoffsäge gemessen.

Zu diesen Proben gehörte die schweißbare Aluminium Legierung AA6013, die im Flugzeugbau verwendet wird und unter korrosiven Medien wechselverformt wurde. Es wurde sowohl quer als auch längs des dabei entstandenen Ermüdungsrisses gesägt.

Die in dieser Arbeit vorgestellten Messungen haben ergeben, dass man mit dem jetzigen Stand der Wasserstoffsäge noch keine erhöhte Wasserstoffkonzentration in der plastischen Zone in Aluminium-Legierungen nachweisen kann.

Eine Ursache dafür könnte sein, dass die vorhandenen Wasserstoffkonzentrationen kleiner als erwartet sind und so unterhalb der Nachweisgrenze der Wasserstoffsäge liegen.

# Kapitel 8

## Ausblick

Nachdem die ersten direkten Messungen nicht das gewünschte Resultat, nämlich den Nachweis von Wasserstoff, geliefert haben, sind weitere Test-Messungen erforderlich. Zu diesen Tests gehört sicherlich das Ausdiffundieren des Wasserstoffs aus Partikeln mit bekannter Größe, die mit bekannten Wasserstoffmengen beladen sind. Durch die sich daraus ergebenden Druckanstiege wird man die wahre Empfindlichkeit bzw. Nachweisgrenze der Wasserstoffsäge erhalten, die hier nur theoretisch angegeben werden konnte.

Erforderlich ist es auch, eine Probe mit einer sehr hohen Wasserstoffkonzentration zu messen. So zum Beispiel eine Probe aus Palladium, welches für seine sehr hohe Speicherkapazität von Wasserstoff bekannt ist. Denkbar wäre die Messung einer Probe, die streifenförmig mit Palladium bedampft ist. Dies sollte im Positions-Druck-Profil eine Rechteckfunktion ergeben.

Es muss die Proportionalität zwischen der Signalhöhe des Drucks und dem Wasserstoffgehalt der Probe überprüft werden. Zudem sollte der Einfluss der Drehgeschwindigkeit der Säge bzw. der Schrittgröße des Probenvorschubs auf die Spangröße und die damit verbundene Peakhöhe der Druckmessungen untersucht werden.

Um sicher zu gehen, dass die Spanausbeute während des gesamten Sägevorgangs konstant ist, sollten die Späne von definiert großen Schnittlängen (z. B. jeweils zwei Millimeter) aufgefangen werden. Die einem Sägeabschnitt zugeordneten Späne können so in Größe und Anzahl bzw. Gesamtgewicht mit denen von anderen Sägeabschnitten verglichen werden. In diesem Zusammenhang ist es interessant zu überprüfen, ob die Spanausbeute in den ersten beiden Millimetern der Probe besonders hoch ist. Dies könnte den bei jeder Messung zu verzeichnenden erhöhten Druck in den ersten beiden Millimetern erklären.

Dieser Versuch sollte sowohl mit einem duktilen Material wie z. B. Aluminium, als auch mit einem spröderen Material wie z. B. Eisen, durchgeführt werden. Dabei sollte die Messung ergeben, dass die Spangröße der Eisen-Probe deutlich kleineren Schwankungen unterworfen ist als die der Aluminium-Probe.

Mit einer konstanten Spangröße kann man die Höhe des Signals eines jeden Spans

mit der Wasserstoffkonzentration direkt in Beziehung setzen.

Als Wasserstoffnachweis wird zur Zeit ein einfaches Druckmessgerät verwendet. Dies kann nur den Gesamtdruck, nicht jedoch die elementspezifischen Partialdrücke messen. In Zukunft wird ein Massenspektrometer diese Aufgabe übernehmen. Mit diesem wird es möglich sein, eine Restgasanalyse im UHV durchzuführen. Das aus den Spänen ausdiffundierte Gas kann so auf seine Elemente untersucht werden. Damit wird es möglich sein, Veränderungen der Zusammensetzung des Restgases sowie den Wasserstoffpartialdruck direkt zu messen.

Über die Verhältnisse der Gaskomponenten wird es möglich sein, den Wasserstoff viel empfindlicher zu messen und zudem eine direkte Information über die Spangröße und somit über die absolute Wasserstoffkonzentration zu erhalten.

# Literaturverzeichnis

- [Ale78a] G. Alefeld[Ed.], J. Völk[Ed.], Topics in Applied Physics, „Hydrogen in Metals I Basic Properties“, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1978)
- [Ale78b] G. Alefeld[Ed.], J. Völk[Ed.], Topics in Applied Physics, „Hydrogen in Metals II Application-Oriented Properties“, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1978)
- [Asm97] S. Lampman[Ed.], Metals Handbook, Vol 19: „Fatigue and Fracture“, Am. Soc. of Metallurgy (1997)
- [Ber92] R. Wilhelm[Ed.], Bergmann-Schaefer, „Lehrbuch der Experimentalphysik – Band 6 – Festkörper“, Walter de Gruyter (1992)
- [Ber97] C. Berger, A. Burr, K. Habig, G. Harsch, K. Kloos, H. Speckhardt, „Werkstofftechnik“ in [Dub97] E1
- [Bom04] Ch. Bommas, „Puls NMR mit hyperpolarisierten Protonen in Metallen“, Dissertation, Universität Bonn (2004)
- [Bro78] D. Broek, „Elementary Engineering Fracture Mechanics“, Sijthoff & Noordhoff, (1978)
- [DIN00] DIN Norm 50150, „Umwertung von Härtewerten“, Beuth Verlag (2000)
- [Dub97] H. Dubbel, „Taschenbuch für den Maschinenbau“, Springer (1997)
- [Dug60] D. Dugdale, Jour. Mech. Phys. Soc. A, 8 (1960) 100
- [Eic61] W. Eichenauer, K. Hattenbach, A. Pebler, Z. Metallkd. 52 (1961) 682
- [Fin80] M. Fine, Y. Chung, R. McCormick, „Fatigue Failure in Metals“, in [Asm97], p.63
- [GA406] Leybold Vacuum, „Ionivac Meßröhren und Einbau-Meßsysteme“, Gebrauchsanleitung (GA 09.406 / 6.01)
- [Got98] G. Gottstein, Physikalische Grundlagen der Materialkunde, Springer (1998)

- [Gre97] H. Greif, M. Haaks, U. Holzwarth, U. Männig, M. Tongbhoyai, T. Wider, K. Maier, Appl. Phys. Lett., 15 (1997) 2115
- [Gui39] A. Guinier, „La diffraction des rayons X aux très petits angles : Application a l'étude de phénomènes ultramicroscopiques“ Ann. Phys. 12 (1939) 161
- [Haa01] I. Haase, K. Nocke, H. Worch, G. Zouhar, G. Tempus, Praktische Metallographie 38 (2001), 119
- [Haa03] M. Haaks, „Positronenspektroskopie an Ermüdungsrissen und Spanwurzeln“, Dissertation, Universität Bonn (2003)
- [Haa74] P. Haasen, „Physikalische Metallkunde“, Springer Verlag Berlin Heidelberg (1974) M. Haaks, „Positronenspektroskopie an Ermüdungsrissen und Spanwurzeln“, Dissertation, Universität Bonn (2003)
- [Hul84] D. Hull, D. Bacon, „Introduction to Dislocations“, 3rd ed., Butterworth & Heinemann (1984)
- [HV200] Leybold-Heraeus, „Grundlagen der Vakuumtechnik Berechnungen und Tabellen“ (38.6.1 HV 200 Teil 15)
- [Irw58] G. Irwin, Fracture, in: „Handbuch der Physik“ Vol. 6, Springer (1958)
- [Joh92] V. John, „Introduction to Engineering Materials“, 3rd ed., MacMillian Press (1992)
- [LB3-26] H. Mehrer[Ed.], Landolt-Börnstein, Zahlenwerte u. Funktionen aus Naturwissenschaften u. Technik Neue Ser., Gr.III, Kristall-u. Festkörperphysik, „Diffusion in festen Metallen u. Legierungen“, III/26 (1990)
- [Lin86] S. Linderoth, H. Rajainmäki, R.M. Nieminen, Phys. Rev. B 35 (11) (1986) 5524
- [Maj00] G. Majer, „Die Methoden der Kernspinresonanz zum Studium der Diffusion von Wasserstoff in Metallen und intermetallischen Verbindungen“, Habilitationsschrift, Cuvillier Verlag Göttingen (2000)
- [Ori70] R.A. Oriani, The diffusion and trapping of hydrogen in steel, Acta Met., 18 (1970) 147
- [Pre38] G.D. Preston, „The Diffraction of X-rays by Age hardening Alloy of Aluminium and Copper. The Structure of an Intermediate Phase“ Phil. Mag. 26 (1938) 855
- [Ros97] D.K. Ross, „Neutron Scattering Studies of Metal Hydrogen Systems“, in [Wip97]

- [Sch97] G. Schatz, A. Weidinger, „Nukleare Festkörperphysik“, B.G. Teubner Stuttgart (1997)
- [See65] A. Seeger, „Moderne Probleme der Metallphysik“, Springer (1965)
- [Tem01] G. Tempus, persönliche Mitteilung an Ch. Zamponi aus [Zam02]
- [Vol89] F. Vollertsen, S. Vogler, „Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur“, Karl Hanser Verlag (1989)
- [Wid97] T. Wider, „In situ Positronenspektroskopie an ermüdetem Kupfer“, Diplomarbeit, Universität Bonn (1997)
- [Wip97] H. Wipf[Ed.], „Hydrogen in Metals III Properties and Applications“, Topics in Applied Physics Vol. 73, Springer (1997)
- [Wöh58] A. Wöhler, Zeitschrift f. Bauwesen, 8 (1858) 642
- [Woo58] W. Wood, ASTM STP, 237 (1958) 110
- [Zam02] Ch. Zamponi, „Positronenspektroskopie an plastischen Zonen in Al-Legierungen und GaAs-Wafern“, Dissertation, Universität Bonn (2002)
- [Zam04] Ch. Zamponi, St. Sonneberger, M. Haaks, I. Müller, T. Staab, G. Tempus, K. Maier, Journ. of material science, 39 (2004) 6951



# Danksagung

Besonderen Dank gilt Herrn Prof. Karl Maier für die interessante Aufgabenstellung. Er hat sich immer die Zeit für Erklärungen und Demonstrationen genommen und konnte dabei oft den entscheidenden Tipp für den richtigen Lösungsweg geben. Sein Engagement für die Gruppe ging weit über die Grenzen des Instituts hinaus und reichte von der ein oder anderen Festivität bis zu privaten Motorradstunden. Neben seiner fachlichen Kompetenz sorgte er so in der Gruppe für ein sehr angenehmes und aufgelockertes Arbeitsklima.

Herrn Prof. Herzog danke ich für die Übernahme des Korreferates dieser Diplomarbeit.

Mein Dank gebührt ebenfalls der gesamten Gruppe Maier, von denen jeder sehr hilfsbereit und immer offen für Fragen war.

Besonders hervorheben möchte ich dabei Matz Haaks, der mir jederzeit mit Rat und Tat zur Seite stand und mich bei der Lösung von vielen Problemen sehr unterstützt hat. Dazu gehörte unter anderem das nächtliche Löten einer 5-Cent-Dichtung.

Ebenso möchte ich Ingo Müller hervorheben, der bei Problemen immer der erste Ansprechpartner war. Neben seiner unglaublich ausdauernden Hilfsbereitschaft trug er entscheidend zum sehr guten Arbeitsklima bei!

Christiane Zamponi danke ich dafür, dass die als ehemaliges Mitglied der Gruppe Maier immer für Fragen und sich daraus ergebende Diskussionen offen war.

Herrn Rosendaal sowie Herrn Peithmann möchte ich für ihre Hilfsbereitschaft und die nette Zusammenarbeit danken.

Den Mitarbeitern der Feinmechanischen-Werkstatt sowie der Elektronikwerkstatt danke ich für die tatkräftige und schnelle Unterstützung bei dem Bau und der Weiterentwicklung der Wasserstoffsäge.

Stefan Birkenbach danke ich für die Hilfe bei der Besorgung aller benötigten Vakuumpomponenten sowie Pumpen und Steuerungsgeräten.

Herrn Tempus von Airbus danke ich für das Bereitstellen der Flugzeugaußenhaut-Bleche, aus denen meine Proben gefertigt wurden.

Ebenfalls möchte ich mich bei meinen Eltern bedanken, die mir ein sorgenfreies Studium ermöglicht haben und mich bei meinen Tätigkeiten immer unterstützt haben.

Ich danke allen, die mir während meines Studiums und meiner Diplomarbeit geholfen haben!