

Mechanische Relaxation der plastischen  
Zone vor Rissspitzen in technischen  
Al-Legierungen

VON

THORSTEN WERNER LOEWENHOFF

Diplomarbeit in Physik

angefertigt im

Helmholtz-Institut für Strahlen- und Kernphysik

vorgelegt der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät  
der RHEINISCHEN FRIEDRICH-WILHELMS-UNIVERSITÄT zu Bonn

Juni 2008



## **Erklärung**

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

Referent: Prof. Dr. K. Maier  
Koreferent: PD Dr. Reiner Vianden



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>3</b>
2.1	Defekte im Festkörper . . . . .	3
2.1.1	Punktdefekte . . . . .	3
2.1.2	Versetzungen . . . . .	3
2.1.3	Höherdimensionale Fehlstellen . . . . .	5
2.2	Verformung . . . . .	6
2.2.1	Spannungs-Dehnungs-Verhalten . . . . .	6
2.2.2	Elastische Deformation . . . . .	8
2.2.3	Anelastisches Verhalten . . . . .	8
2.2.4	Plastische Verformung . . . . .	10
2.2.5	Wechselverformung . . . . .	11
2.3	Bruchmechanik . . . . .	12
2.4	Wasserstoff in Metallen . . . . .	14
<b>3</b>	<b>Experimentelle Grundlagen</b>	<b>17</b>
3.1	Risserzeugung an CT-Proben . . . . .	17
3.1.1	Aluminiumlegierung AA2024 . . . . .	18
3.1.2	Aluminiumlegierung AA6013 . . . . .	18
3.1.3	Das korrosive Medium . . . . .	18
3.2	Die Wechselverformungsmaschine . . . . .	19
3.2.1	Überprüfung der Kraftmessdose . . . . .	21
3.2.2	Steuerung und Datenverarbeitung . . . . .	24
<b>4</b>	<b>Messungen &amp; Diskussion</b>	<b>33</b>
4.1	Messung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit . . . . .	33
4.2	Messung der Spannungsrelaxation . . . . .	35

4.3	Diskussion der Ergebnisse . . . . .	40
4.4	Zusammenfassung und Ausblick . . . . .	45
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>47</b>

# 1 Einleitung

Das Verhalten von Legierungen bei wechselnder mechanischer Beanspruchung unter korrosiven Bedingungen ist von großer technischer und wirtschaftlicher Bedeutung. Ein Beispiel ist der Betrieb von Anlagen, Maschinen und Fahrzeugen in und auf dem Meer bzw. in Küstennähe, aber auch der simple Bruch einer Fahrradspeiche kann darauf zurückzuführen sein. Bekannt ist, dass Legierungen je nach Zusammensetzung unterschiedlich empfindlich auf eine korrosive Umgebung reagieren. Das infolgedessen auftretende Phänomen der Spannungsrisskorrosion kann ein Verspröden und damit ein Materialversagen mit u. U. katastrophalen Auswirkungen zur Folge haben, wie der durch Spannungsrisskorrosion verursachte Einsturz der Betondecke eines Hallenbades in Uster (Schweiz) am 09. Mai 1985 gezeigt hat. Die der Spannungsrisskorrosion zugrunde liegenden Mechanismen sind noch nicht vollständig verstanden.

In dieser Arbeit werden zwei technische Aluminiumlegierungen untersucht. Die Legierung AA2024 ist seit vielen Jahrzehnten im Flugzeugbau im Einsatz, hat allerdings den Nachteil dass sie nicht schweißbar ist. Dass sie genietet und verklebt werden muss führt zu einem höheren Gewicht als bei einer schweißbaren Legierung erreichbar wäre. Daher wird die in den achtziger Jahren entwickelte schweißbare Legierung AA6013 neuerdings auch für den Flugzeugbau genutzt. Sie besitzt ähnliche mechanische Eigenschaften wie AA2024. In der vorliegenden Arbeit soll das Verhalten der Spannungsrelaxation der beiden Legierungen unter normalen und korrosiven Bedingungen untersucht werden. Dieses soll Aufschluß über mikroskopische Prozesse geben, die ein besseres Verständnis für das Phänomen der Spannungsrisskorrosion liefern.

Der experimentelle Aufbau, die Wechselverformungsmaschine, die 1997 in der Arbeit [Wid97] entstand, musste dazu erweitert werden. Es wurde eine neue AD/DA-Wandlerkarte zur Maschinenansteuerung eingesetzt und eine komplett neue Ansteuerungssoftware entwickelt.



**Abbildung 1.1:** Befestigungsbügel der abgehängten Decke des Hallenbades Uster nach Spannungsrisskorrosion und anschließendem Sprödebruch [Fal00].



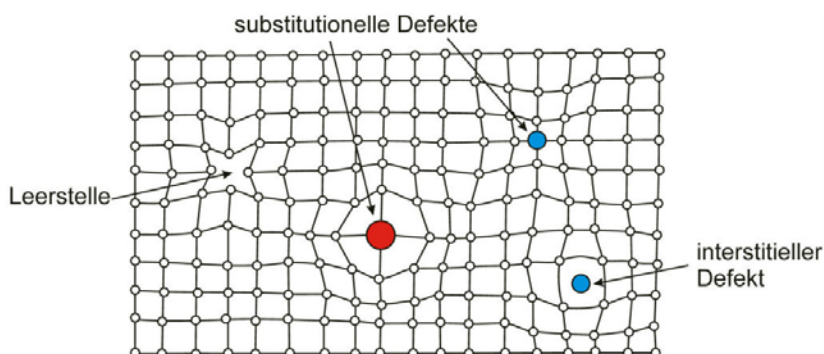


## 2 Theoretische Grundlagen

### 2.1 Defekte im Festkörper

#### 2.1.1 Punktdefekte

Unter Punktdefekte fasst man atomare Leerstellen, Zwischengitteratome und Fremdatome auf interstitiellen oder substitutionellen Plätzen zusammen. Diese sind Ausgangspunkte für Verzerrungsfelder im Gitter (Abb. 2.1).

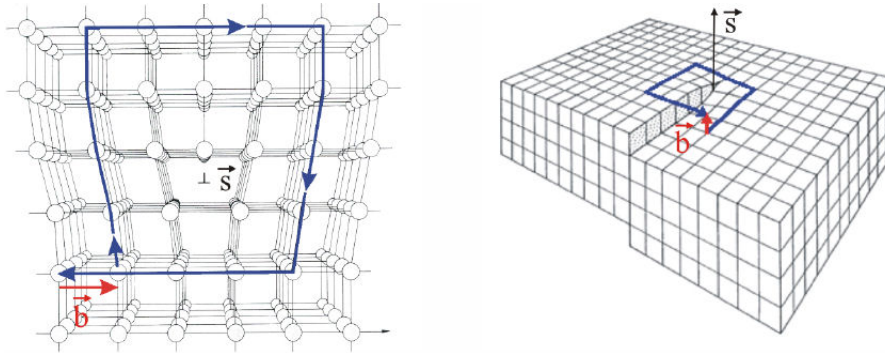


**Abbildung 2.1: Beispiele verschiedener Punktdefekte im Gitter.** Wie schematisch dargestellt, können weitreichende elastische Verzerrungsfelder um die Defekte entstehen [Joh92].

#### 2.1.2 Versetzungen

Als Versetzungen bezeichnet man linienförmige (eindimensionale) Defekte des Kristallgitters. Die Versetzungslinie endet immer an Korngrenzen, der Kristalloberfläche, oder sie bildet einen Ring. Das durch Versetzungen erzeugte Spannungsfeld im Kristallgitter vermittelt eine Wechselwirkung der Versetzungen untereinander und zwischen Versetzungen und anderen Defekten, wie Ausscheidungen oder Punktdefekten.

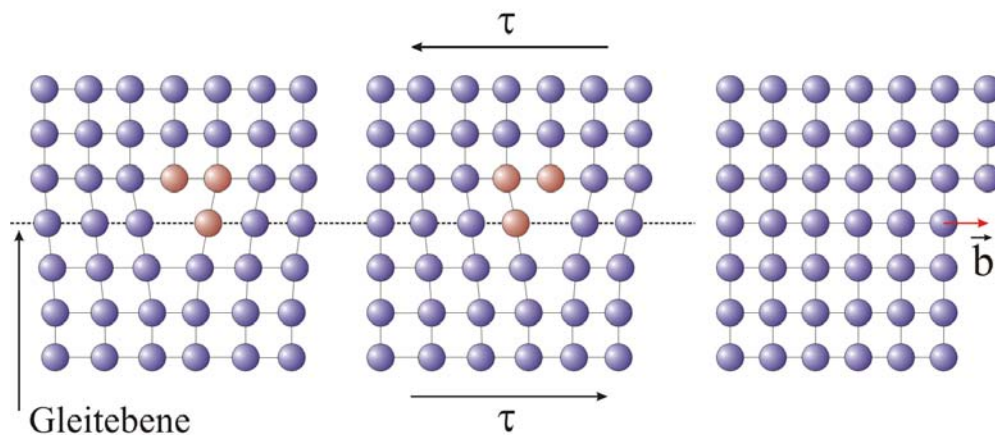
Man unterscheidet zwei Versetzungstypen: Die Stufen- und die Schraubenversetzung, wobei meist Mischungen aus beiden Typen auftreten. Die Stufenversetzung kann man sich vorstellen als eine zusätzliche Gitterebene, die entlang der Versetzungslinie eingeschoben wird, während bei einer Schraubenversetzung die Gitterebene spiralförmig entlang der Versetzungslinie durch den Kristall ansteigt (Abb. 2.2).



**Abbildung 2.2: Stufen- und Schraubenversetzung.** Die linke Abbildung zeigt eine Stufenversetzung („von oben“ eingeschobene Halbebene, die Versetzungslinie zeigt in die Ebene hinein), die Versetzungslinie zeigt in die Ebene hinein), die rechte eine Schraubenversetzung. Der Burgers-Vektor  $\vec{b}$  steht senkrecht (Stufenversetzung) bzw. parallel (Schraubenversetzung) zur Versetzungslinie  $\vec{s}$  [Haa74].

Zur Beschreibung verwendet man zusätzlich zur Versetzungslinie  $\vec{s}$  den Burgers-Vektor  $\vec{b}$ , der durch den Burgers-Umlauf um  $\vec{s}$  beschrieben wird (blaue Linie in Abb. 2.2). Dabei werden  $n$  Gitterplätze in eine Richtung  $\vec{n}$  und  $m$  Gitterplätze in eine dazu senkrechte Richtung  $\vec{m}$  überstrichen. Zum Abschließen des Umlaufs werden anschließend wieder  $n$  Gitterplätze in Richtung  $-\vec{n}$  und  $m$  Gitterplätze in Richtung  $-\vec{m}$  überstrichen. Der letztendliche Schließungsfehler definiert den Burgers-Vektor  $\vec{b}$  (rot in Abb. 2.2). Steht  $\vec{b}$  senkrecht auf  $\vec{s}$  handelt es sich um eine Stufenversetzung, sind  $\vec{b}$  und  $\vec{s}$  parallel zueinander liegt eine Schraubenversetzung vor.

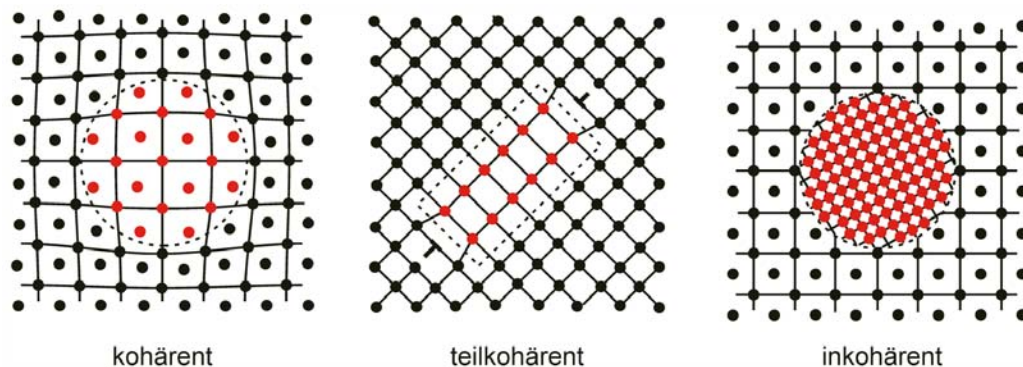
Wirkt eine äußere Kraft, bewegen sich Versetzungen vorzugsweise auf so genannten Gleitebenen. Die Gleitebene einer Versetzung wird aufgespannt durch  $\vec{s}$  und  $\vec{b}$ , so dass sie für Stufenversetzungen wohldefiniert ist. Das Wandern (Abgleiten) einer Stufenversetzung infolge einer äußeren Scherspannung  $\tau$  stellt einen energetisch effizienten Prozess dar, um Gitterebenen gegeneinander zu verschieben (Abb. 2.3), da nur wenige Atombindungen aufgebrochen und neu gebildet werden müssen. Versetzungsbewegungen und ihre Auswirkungen sind von zentraler Bedeutung für die Verformung von kristallinen Festkörpern (Kap. 2.2). In vollständig ausgeheilten Metallen beträgt die Versetzungsdichte  $\rho \approx 10^{10} \frac{1}{\text{m}^2}$  bis  $\rho \approx 10^{12} \frac{1}{\text{m}^2}$  und kann bei Verformung auf Werte von  $\rho \approx 10^{16} \frac{1}{\text{m}^2}$  ansteigen [Joh92].



**Abbildung 2.3: Versetzungsbewegung** (Abgleiten) aufgrund einer äußeren Scherspannung  $\tau$ . Vergleichsweise wenige Atombindungen müssen gelöst werden, damit sich die Versetzung durch das Gitter bewegt.

### 2.1.3 Höherdimensionale Fehlstellen

Zweidimensionale Defekte sind innere Grenzflächen (Korngrenzen, Phasengrenzflächen) und die Kristalloberfläche. Ausscheidungen und ebenso Ansammlungen von Leerstellen (Leerstellenagglomerate) bilden dreidimensionale Defekte. Ausscheidungen sind Ansammlungen von Fremdatomen, häufig auch mit von der Matrix abweichender Kristallstruktur. Abb. 2.4 zeigt verschiedene Möglichkeiten der Orientierung solcher Ansammlungen in der Matrix.



**Abbildung 2.4: Ausscheidungen:** Bei kohärenten Ausscheidungen setzen sich die Gitterebenen der Matrix in der Ausscheidung fort (ähnliche Gitterkonstanten), bei teilkohärenten Ausscheidungen setzt sich die Orientierung der Ebenen fort, allerdings bilden sich Anpassversetzungen um die elastischen Verzerrungen zu kompensieren, die aufgrund der unterschiedlichen Gitterkonstanten entstehen. Inkohärente Ausscheidungen bilden ihre eigene, in willkürlicher Orientierung liegende Kristallstruktur [Got98].

Korngrenzen und Ausscheidungen bilden Verzerrungsfelder im Kristallgitter, welche

eine potentielle Energie besitzen. Der Kristall ist daher nicht im energetisch günstigsten Zustand. Um einen günstigeren Zustand zu erreichen, lagern sich Leerstellen und Versetzungen im Umfeld von Ausscheidungen und Korngrenzen an [Vol89].

## 2.2 Verformung

### 2.2.1 Spannungs-Dehnungs-Verhalten

Zur Charakterisierung der Verformung von Materialien benutzt man die Größen Spannung  $\sigma$  und Dehnung (Stauchung)  $\epsilon$  im Falle von senkrecht auf die Oberfläche wirkenden Kräften (*Normalspannung*). Die Dehnung  $\epsilon$  beschreibt die relative Längenänderung des Werkstücks:

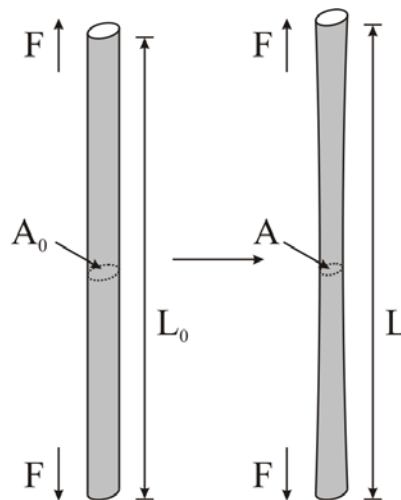
$$\epsilon = \frac{L - L_0}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (2.1)$$

Dabei ist  $L_0$  die Anfangslänge und  $L$  die Länge zum Zeitpunkt der Messung der Dehnung. Die Spannung errechnet sich aus der auf die Probe wirkenden (Normal)Kraft und der Fläche der Probe:

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

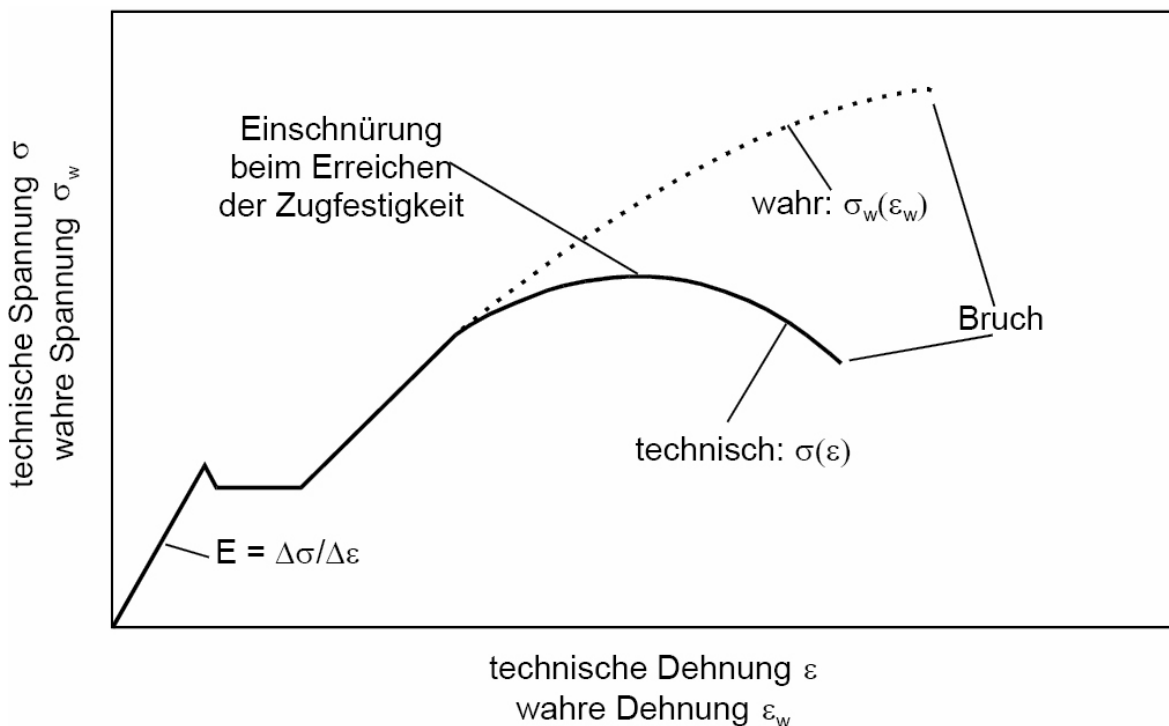
$$\sigma_p = \frac{F}{A} \quad (2.3)$$

Dabei ist  $F$  die Kraft und  $A_0$  die Anfangsquerschnittsfläche. Die Querschnittsfläche  $A$  kann sich während der Dehnung / Stauchung durch Querkontraktion und / oder Einschnürung ändern. Wird diese Änderung beachtet, spricht man von der physikalischen oder wahren Spannung  $\sigma_p$ , wird sie vernachlässigt spricht man von der technischen Spannung  $\sigma_t$ .



**Abbildung 2.5: Zugversuch:** Ein einfacher Stab wird axial durch die Kraft  $\vec{F}$  belastet. Seine Länge  $L$  nimmt dabei zu, während sein Durchmesser  $A$  abnimmt.

Abb. 2.5 veranschaulicht die Parameter in einem Zug- / Druckversuch an einem einfachen Stab. In Abb. 2.6 ist ein typisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines solchen Versuchs gezeigt. Zu Beginn tritt elastisches Verhalten auf (Kap. 2.2.2), dann zeigt das Abknicken der Kurve den zunehmenden Einfluss plastischer Prozesse (Kap. 2.2.4) bis es schließlich zum Bruch kommt.



**Abbildung 2.6: Technische und wahre Spannungs-Dehnungs-Kurve** im einfachen Zugversuch. Zunächst verformt sich das Material makroskopisch reversibel, Spannung und Dehnung sind einander proportional (*Hookescher* Bereich). Bei höheren Spannungen spielen zunehmend irreversible plastische Prozesse eine Rolle. Es kommt zur Einschnürung der Probe und damit zu einer Verkleinerung des Querschnitts. Da sich die technische Spannung auf einen konstanten Querschnitt bezieht, fällt sie nach Erreichen der Zugfestigkeit bis zum Bruch ab. Nach [Mit79].

Der Beginn des plastischen Bereichs wird durch die Streckgrenze oder Fließspannung  $\sigma_0$  gekennzeichnet. Diese ist praktisch schwierig zu ermitteln, daher wird meist eine kleine aber gut messbare plastische Verformung durchgeführt und die zugehörige Spannung als  $R_p$  bezeichnet. Die vereinbarte Bezugsdehnung (häufig  $\epsilon = 0,2\%$ ) wird an die Bezeichnung angefügt:  $R_{p0,2}$ . In Abb. 2.6 ist  $R_{p0,2}$  mit der alten Bezeichnung  $\sigma_{0,2}$  eingezeichnet.

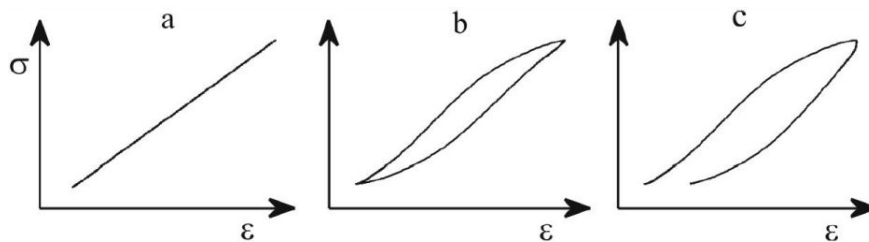
Die Spannung erreicht im plastischen Bereich ein Maximum (Zugfestigkeit), nach welchem sich die Probe zunehmend einschnürt und bricht [Hor01][Ber91].

## 2.2.2 Elastische Deformation

Elastische Deformation zeichnet sich durch die makroskopische Reversibilität der Dehnung aus. Die durch Dehnen geleistete Arbeit wird durch das Material vollständig wieder abgegeben, d.h. im Spannungs-Dehnungs-Diagramm tritt keine mechanische Hysterese auf (Abb. 2.7a). Dieses linear-elastische Verhalten liegt im Allgemeinen bei kleinen Dehnungen vor. Der lineare Zusammenhang zwischen Dehnung  $\epsilon$  und Spannung  $\sigma$  wird durch das *Hook'sche* Gesetz beschrieben:

$$\epsilon = \frac{1}{E}\sigma \quad (2.4)$$

Dabei ist  $E$  der Elastizitätsmodul, eine materialabhängige Konstante [Ber91]. Der *Hook'sche* Bereich erstreckt sich jedoch weiter als der Bereich linear-elastischer Verformung, denn die nicht-linear-elastische Verformung ist makroskopisch ebenfalls reversibel (Abb. 2.7). Ein Werkstück kann daher nach vielfacher Be- und Entlastung Risse entwickeln und brechen, obwohl nach jedem einzelnen Belastungszyklus keine verbleibende Dehnung zu beobachten ist.



**Abbildung 2.7: Spannungs-Dehnungs-Diagramm:** a) linear, b) nicht-linear-elastische (anelastische) Verformung und c) plastische Verformung. Die Fläche der Hysterese bemisst die für die Verformung verbrauchte Energie. Im Falle plastischer Verformung bleibt nach Rücknahme der Spannung eine Dehnung zurück, was hier an der offenen Kurve c) zu sehen ist. Bei nicht-linear-elastischer Verformung fließt die aufgebrauchte Arbeit in mikroskopische Prozesse wie Versetzungsbildung und -wanderung oder Aufbau potentieller Energie in Spannungsfeldern bzw. durch Wandern interstitieller Defekte.

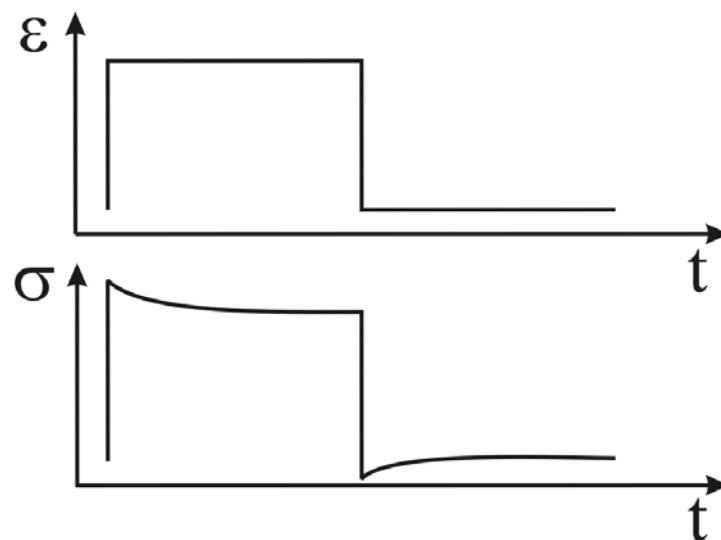
## 2.2.3 Anelastisches Verhalten

Anelastisches Verhalten tritt häufig bei Verformungen auf und ist gekennzeichnet durch eine Spannungs-Dehnungs-Hysterese (Abb. 2.7b) obwohl sich das Material makroskopisch wie eine Feder verhält und keine verbleibende Dehnung zu beobachten ist. Die aufgewandte Dehnungsarbeit fließt in mikroskopische Prozesse wie Versetzungsbewegung und andere plastische Effekte (s. Kap. 2.2.4), Bewegung interstitieller Defekte (*Snoek- & Gorsky-Effekt*, [Sno41][Gor35]) und weitere Effekte wie Korngrenzgleiten und Ausbauchen von Subkorngrenzen.

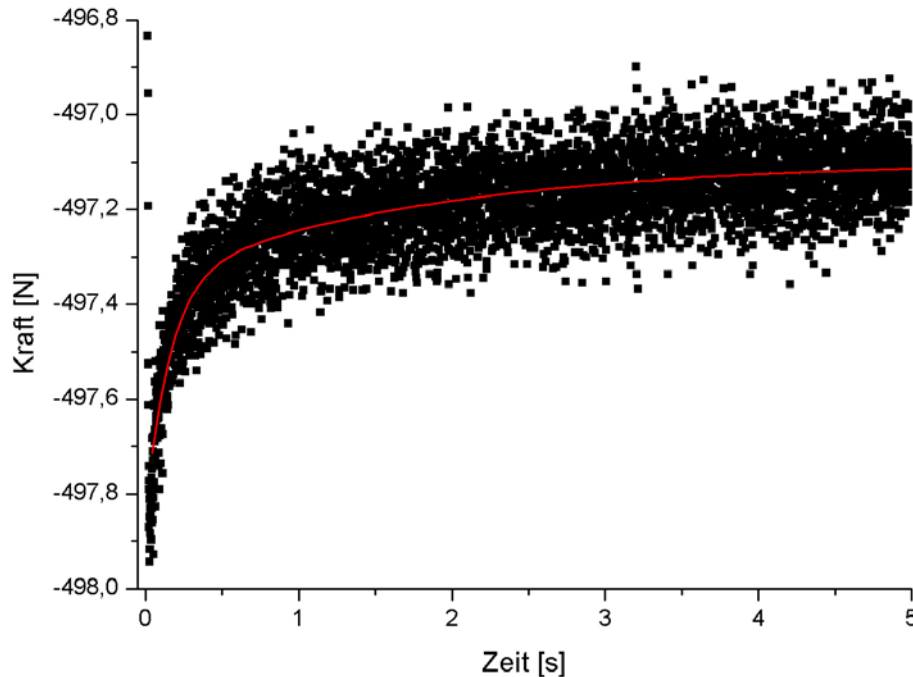
Die Bewegung interstitieller Defekte hat ihre Ursache in der energetisch günstigeren Position, zu der z. B. interstitielle Kohlenstoffatome in Stahl wandern (sog. *Snoek*-Effekt) [Vol89]. Diese Bereiche befinden sich dort, wo der Abstand der Matrixatome durch die angelegte Dehnung etwas vergrößert wurde. Bei dieser Umordnung handelt es sich um eine diffusive Bewegung, die Zeit und Energie benötigt. Wird das Material entspannt, verschwindet die Dehnung und damit auch die energetisch günstigen Positionen. Es beginnt eine erneute Diffusion hin zum alten Gleichgewicht.

Im Fall von Wasserstoffatomen spricht man vom *Gorsky*-Effekt. Da Wasserstoff eine wesentlich größere Diffusionsgeschwindigkeit als Kohlenstoff hat, stellen sich die jeweiligen Gleichgewichte schneller ein.

Sowohl der diffusive Prozess der Umordnung bei instantanem Anlegen einer Dehnung, als auch die Rückdiffusion bei instantaner Rücknahme dieser Dehnung ist in einer Relaxation der Spannung beobachtbar (Abb. 2.8 & 2.9). Die Zeitkonstante der Spannungsrelaxation ist abhängig von der Diffusionsgeschwindigkeit der Zwischengitteratome. Das Ausbauchen von Versetzungslinien um Hindernisse wie Ausscheidungen beeinflusst ebenfalls die Zeitkonstante.



**Abbildung 2.8: Relaxation der Spannung** bei Anlegen einer instantanen Dehnung (schematisch). Die Spannung zeigt eine exponentielle Annäherung an einen Spannungsgrenzwert.



**Abbildung 2.9: Relaxation der Kraft** bei Anlegen einer instantanen Dehnung, Ausschnittvergrößerung einer realen Messreihe. Links sind noch einige Punkte der instantanen Verformung zu sehen. Das negative Vorzeichen der Kraft zeigt eine Zugbelastung an. Die rote Linie stellt eine angepasste Exponentialfunktion dar, die hier jedoch nur der Veranschaulichung dienen soll. Einzelheiten zu Versuchsparametern, Auswertung, Anpassfunktion usw. finden sich in Kap. 4.2.

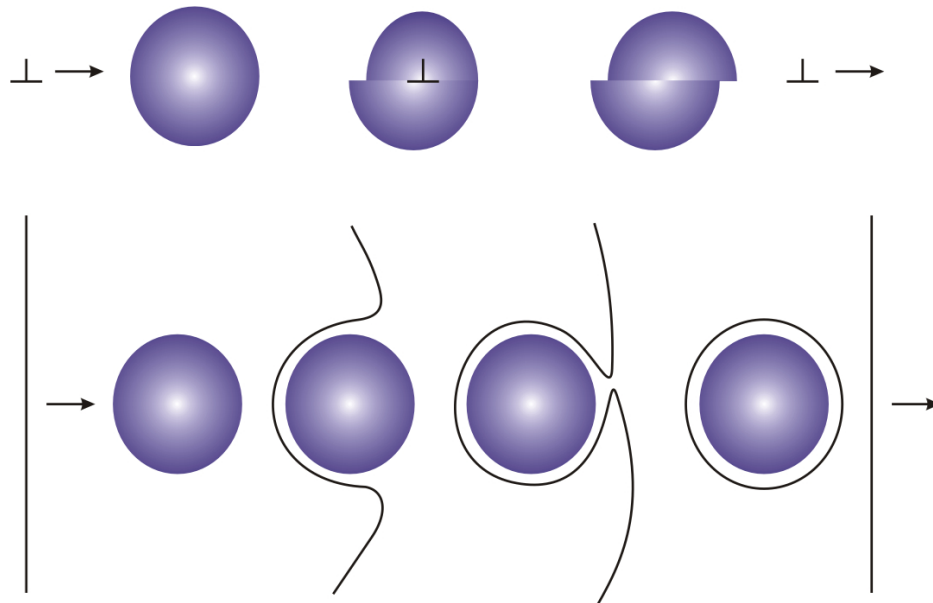
## 2.2.4 Plastische Verformung

Makroskopisch betrachtet folgt auf den Bereich elastischer (reversibler) Verformung ein Bereich der zunehmend von irreversiblen Materialveränderungen geprägt ist. Es bleibt daher nach einer Verformung eine makroskopische Dehnung zurück (Abb. 2.7c). Dieser plastische Bereich lässt sich nicht durch einen linearen Zusammenhang zwischen Spannung  $\sigma$  und Dehnung  $\epsilon$  charakterisieren. Mikroskopisch finden diese Materialveränderungen zum Teil schon im makroskopisch elastischen und damit (scheinbar) reversiblen Bereich statt. Besonders von Bedeutung ist dies bei Ermüdungsbrüchen (Kap. 2.3) unter Wechselperformungsbeanspruchung (Kap. 2.2.5).

Der in Kap. 2.1.2 beschriebene Mechanismus der Versetzungsbewegung (Abgleiten) spielt hierbei eine wichtige Rolle. Er wird bei genügend hoher Spannung aktiviert (kritische Schubspannung), so dass Versetzungslinien durch das Material wandern. Treffen diese auf Ausscheidungen, andere Versetzungen oder sonstige Hindernisse erhöht sich die kritische Schubspannung die notwendig ist, damit die Versetzungslinie das Hindernis passiert (Frank-Read-Mechanismus, Orowan-Prozess [Oro34]). Ausscheidungen besitzen daher eine große Bedeutung bei der Erhöhung der mechanischen Festigkeit eines Werkstoffs. Eine Versetzungslinie kann ein Hindernis passieren indem es das Hindernis schneidet (möglich bei kohärenten oder zumindest teilkohärenten Ausscheidungen)



oder indem es um das Hindernis ausbaucht bis sich hinter dem Hindernis Teile der Versetzung treffen und verschmelzen. Es bleibt ein Versetzungsring um das Hindernis zurück (Orowan-Prozess, Abb. 2.10). Die Versetzungsdichte nimmt aufgrund dieser Prozesse zu, also auch die Dichte von Hindernissen für die Versetzungsbewegung. Dies führt zu einer Anhäufung von unbeweglichen Hindernissen, was eine makroskopische Verfestigung des Materials zur Folge hat [Vol89].

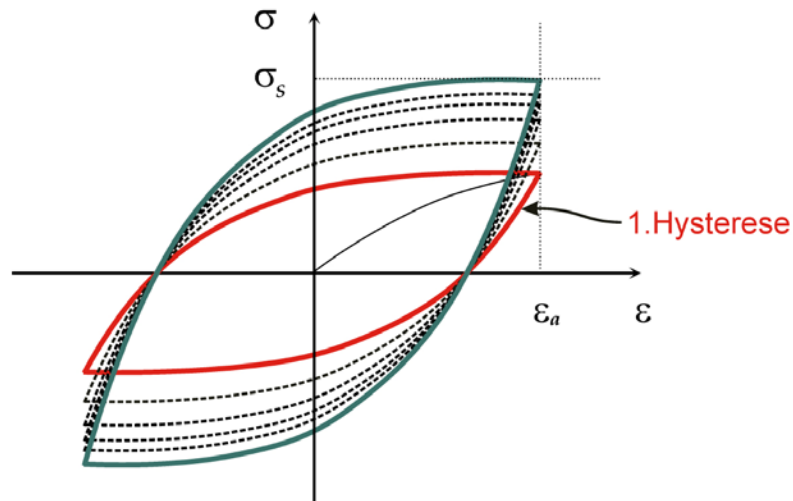


**Abbildung 2.10: Schneiden und Umlaufen** von Versetzungslinien (zeitliche Entwicklung von links nach rechts). Beim Schneiden (oben) blickt man hier entlang der Versetzungslinie.

### 2.2.5 Wechselverformung

Zur Simulation einer zyklischen Belastung von Bauteilen wird eine Probe abwechselnd zug- und druckbelastet. Dies geschieht mit einer bestimmten Dehnungs- oder Spannungsamplitude und Frequenz. Wird dabei die Dehnungsamplitude konstant gehalten spricht man von einem dehnungskontrollierten Versuch, wird die Spannungsamplitude festgelegt handelt es sich um eine spannungskontrollierte Wechselverformung. Die angelegte Dehnung ist üblicherweise so gering, dass die entstehende Verformung im makroskopisch elastischen Bereich ist.

Die Entwicklung des Spannungs-Dehnungs-Diagramms eines Wechselverformungsexperiments ist in Abb. 2.11 zu sehen. Mit zunehmender Zyklenzahl verfestigt sich das Material, was zu einer wachsenden Spannung  $\sigma$  führt, die aufgewendet werden muss, um eine bestimmte Dehnung  $\epsilon_a$  aufrecht zu erhalten. Umgekehrt würde in einem spannungskontrollierten Versuch mit konstanter Spannung  $\sigma$  eine immer geringere Dehnung erreicht. Bei fortlaufender Belastung kann es zu einem Ermüdungsbruch kommen (Kap. 2.3).



**Abbildung 2.11: Spannungs-Dehnungs-Diagramm** im Verlauf eines dehnungskontrollierten Wechselverformungsversuchs:  $\epsilon_a$  ist die vorgegebene Dehnung. Die (idealisierte) Hysteresekurve zeigt in rot den ersten Belastungszyklus mit geringer maximaler Spannung und in grün die Hysterese nach maximaler Verfestigung (max. Spannung  $\sigma_s$ ).

## 2.3 Bruchmechanik

Beanspruchte Bauteile können unter bestimmten Bedingungen brechen. Man unterscheidet verschiedene Brucharten je nach Werkstoffzustand (z. B. Temperatur) und Belastung.

### Sprödbbruch

Einige harte Materialien wie Gläser, gehärtete Stähle oder manche Keramiken brechen wenn eine Grenzbelastung kurzzeitig überschritten wird. Nach dem elastischen Bereich folgt entweder eine sehr kurze oder gar keine plastische Verformung.

### Duktilbruch

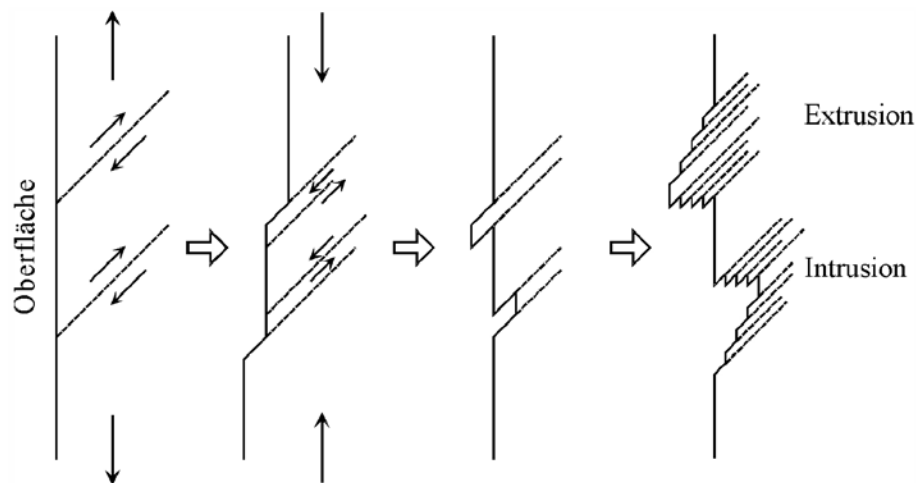
Zähere Materialien können ebenfalls nach nur kurzzeitigem Überschreiten einer Grenzbelastung brechen, allerdings geht beim duktilen Bruch eine Phase plastischer Verformung voran. Beispiele für solche Materialien sind Buntmetalle, (ungehärtete) Stähle oder Blei.

### Kriechbruch

Bei einer Belastung unter erhöhter Temperatur kann es zum Kriechen kommen. Nach einer Phase der Verfestigung beginnt eine ausgedehnte Phase der Dehnungszunahme proportional zur Zeit (stationäre Kriechrate) bei konstanter Spannung bis zum Bruch.

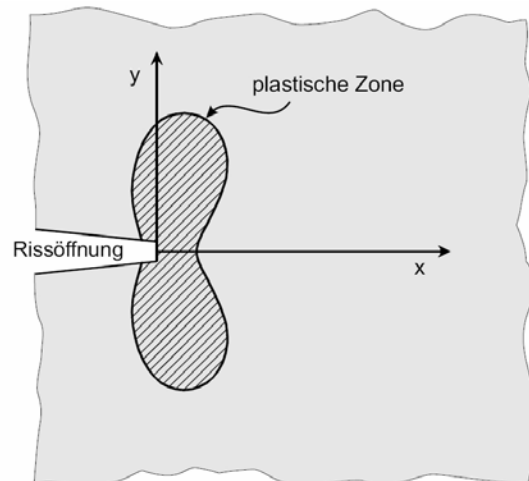
### Ermüdungsbruch

Wird eine Probe wechselverformt (Kap. 2.2.5) kann es, abhängig von der angelegten Spannungsamplitude, nach  $N$  Lastzyklen zum Bruch kommen. Die mikroskopischen Veränderungen während der Wechselverformung führen zunächst zu einer Verfestigung und zur Bildung von Gleitbändern. Nach einem Modell von Wood entstehen bei Dehnung einer Probe Abgleitungen, die auf der Oberfläche in Form von Stufen erscheinen. Ein Zurückgleiten auf der gleichen Ebene bei Rücknahme der Dehnung wird durch Oberflächenoxidation und / oder Verfestigung verhindert. Stattdessen kann die Abgleitung auf einer parallelen Ebene stattfinden. Abbildung 2.12 zeigt diesen Prozess, der nach mehreren Lastzyklen zur Bildung von Extrusionen und Intrusionen führt [Woo58]. Diese und praktisch alle anderen Störungen der Oberfläche, wie Kerben, Kratzer, Grate, Einschlüsse usw., können als Keime für Risse wirken, da sich an ihnen lokale Spannungsmaxima ergeben können.



**Abbildung 2.12: Entstehung von Extrusionen & Intrusionen nach Wood:** Die Abscherung von Gleitebenen führt zu Extrusionen & Intrusionen, da die Gleitebenen aufgrund von Oberflächenoxidation und / oder Verfestigung nicht (immer) zurückgleiten können. Extrusionen & Intrusionen können als Risskeime wirken [Woo58].

Entsteht ein Ermüdungsriss, so liegt vor der Rissspitze eine verfestigte Zone stark erhöhter Versetzungs- und Leerstellenkonzentration, die plastische Zone. Die Form dieser Zone wurde in [Dug60] berechnet (Abb. 2.13) und mittlerweile auch experimentell nachgewiesen, z. B. in [Zam02]



**Abbildung 2.13: Plastische Zone** vor einer Risspitze eines Ermüdungsrisses, berechnet nach [Dug60].

## 2.4 Wasserstoff in Metallen

Wasserstoff spielt bei der Spannungsrelaxation eine wichtige Rolle, zum einen aufgrund des schon erwähnten *Gorsky*-Effekts (Kap. 2.2.3), zum anderen dadurch, dass Leerstellen und Versetzungen ein attraktives Potential bilden, in dem Wasserstoffatome eingefangen werden bzw. mit einer Versetzung „mitlaufen“.

Wasserstoffatome geben innerhalb von Metallen ihr Valenzelektron an das Leitungsband ab, wodurch sich die elektronische Bandstruktur des Metalls verändert. Das Proton bewegt sich anschließend auf Zwischengitterplätzen, wobei es von einer Wolke von Leitungselektronen begleitet wird, die seine positive Ladung abschirmen. Die Wechselwirkung des Protons mit dem Gitter führt zu einer lokalen Aufweitung, was die potentielle Energie des Protons absenkt. Diesen Effekt nennt man „Selbstlokalisierung“ [Sch97].

Das Proton zusammen mit der Abschirmwolke aus Elektronen und seinem Verzerrungsfeld wird als Quasiteilchen behandelt. Von diesem Quasiteilchen ist die Rede, wenn von „Wasserstoff in Metallen“ gesprochen wird [Maj00].

Die Bewegung des Wasserstoffs durch das Zwischengitter kann als temperaturabhängige Diffusion beschrieben werden („3D-Random-Walk“). Die klassische Vorstellung geht dabei von Sprüngen über eine Potentialbarriere aus, die durch thermische Energieschwankungen ermöglicht wird. Diese Beschreibung lässt bei tieferen Temperaturen kaum noch Diffusion zu. Die dennoch zu beobachtende Diffusion ist auf quantenmechanische Tunnelprozesse durch die Potentialbarriere zurückzuführen. Eine genauere Beschreibung findet sich in [Sch97].

Atomarer Wasserstoff kann in Leerstellen oder Versetzungslinien eingefangen werden. Treffen dort (oder im Zwischengitter) zwei Wasserstoffatome aufeinander, kann sich molekularer Wasserstoff bilden. Dieser ist unbeweglicher und verursacht ein Span-

nungsfeld das das Gitter weiter aufweitet. Wasserstoffbesetzte Leerstellen weisen ebenfalls eine erhöhte Wanderungsenthalpie auf, so dass eine Ausheilung der Leerstellen behindert wird. An Versetzungslinien anhaftende Wasserstoffatome behindern die Bewegung der Versetzung. Diese Vorgänge führen zu einer Versprödung und zur wasserstoffinduzierten Spannungsrisskorrosion (s. Kap. 4.3).





befanden sich die Proben im jeweiligen Medium. Die korrosive Lösung ist weiter unten (Kap. 3.1.3) beschrieben.

### 3.1.1 Aluminiumlegierung AA2024

Die Aluminiumlegierung AA2024 wird traditionell im Flugzeug- und Fahrzeugbau für Bauteile verwendet, bei denen die Ermüdungsbeanspruchung im Zugbereich dominiert. Sie ist nicht schweißbar und wird daher genietet oder verklebt. Ihre Komponenten sind Kupfer (4,4 Gew. % bzw. 1,99 At. %) und Magnesium (1,6 Gew. % bzw. 1,8 At. %) [Tem01].

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Legierung AA2024 im Fertigungszustand T351 untersucht. Dieser Zustand läßt sich durch Lösungsglühen bei 490°C unter Argon-Schutzatmosphäre und anschließendem Abschrecken auf Raumtemperatur erreichen. Nach dem Abschrecken liegt ein übersättigter Mischkristall vor, wodurch sich die Legierung in einem metastabilen Zustand befindet. Bei Raumtemperatur setzt eine Entmischung ein, die zur Bildung von Ausscheidungen (Guinier-Preston-Zonen) führt. Die Festigkeit der Legierung nimmt dadurch stark zu. Nach vier Tagen Auslagern bei Raumtemperatur läßt sich keine weitere Härtesteigerung mehr feststellen und der Zustand T351 ist erreicht [ASM98].

### 3.1.2 Aluminiumlegierung AA6013

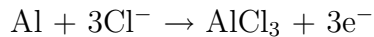
Die Aluminiumlegierung AA6013 wurde erst in den 80er Jahren entwickelt und läßt sich im Gegensatz zu AA2024 schweißen. Zudem weist AA6013 eine um 3% geringere Dichte auf. Aus diesen Gründen eignet sie sich besonders für moderne kostensparende Fertigungsprozesse (z. B. Laser-Schweißverfahren) im Flugzeugbau [Zam02]. Ihre zulegierten Elemente sind: Magnesium (1 Gew. % bzw. 1,11 At. %), Kupfer (0,9 Gew. % bzw. 0,38 At. %) und Silizium (0,8 Gew. % bzw. 0,77 At. %) [Tem01].

AA6013 wird im Zustand maximaler Festigkeit T6 verwendet, der durch Lösungsglühen bei 560°C, Abschrecken und anschließender Warmauslagerung (4 Stunden bei 190°C) erreicht wird [Tem01] [ASM98]. Auch bei AA6013 liegt nach dem Abschrecken ein übersättigter Mischkristall vor. Im Vergleich zu AA2024 (Kaltauslagerung bei RT) entstehen aufgrund des Warmauslagerns jedoch größere Ausscheidungen. Die Materialeigenschaften ähneln denen von AA2024.

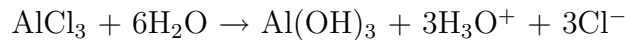
### 3.1.3 Das korrosive Medium

Die Lösung, die im Standardprüfverfahren von Airbus zur Untersuchung von Legierungen in korrosiver Umgebung verwendet wird, enthält 3,5 % NaCl, sowie 0,2 %  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  und 0,2 %  $\text{Na}_2\text{CrO}_4$  als Korrosionsinhibitoren, die eine zu starke Korrosion während der langen Messzeiten verhindern sollen. Bei der Korrosion wird aufgrund einer Kette chemischer Reaktionen atomarer Wasserstoff an der Metalloberfläche frei. In chloridhaltigen Medien ist eine Auflösung des Aluminiums möglich.

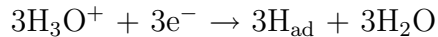




Das  $\text{AlCl}_3$  wird aufgrund seiner guten Löslichkeit zu  $\text{Al}(\text{OH})_3$  umgesetzt:



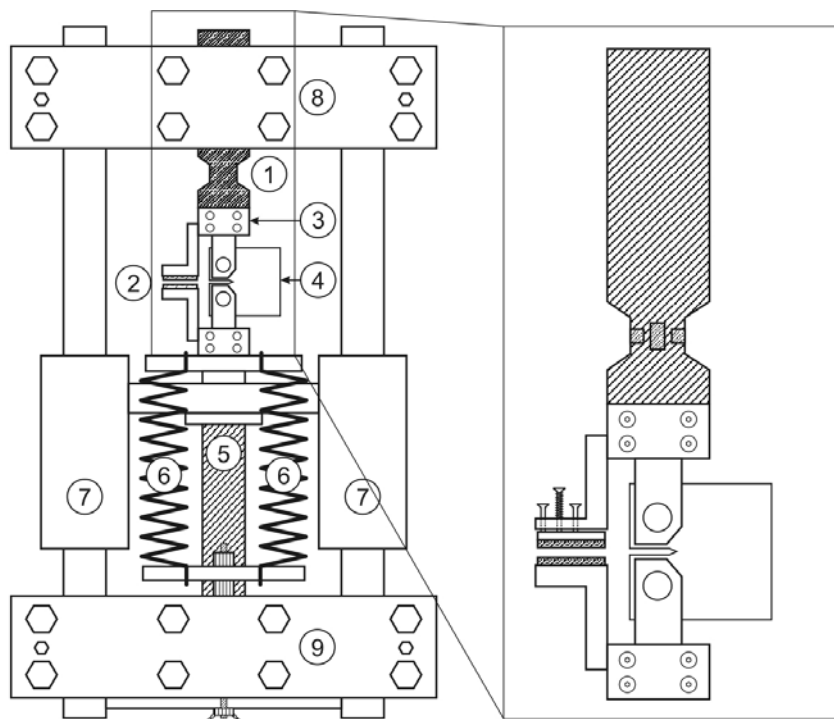
Die entstehenden Hydroniumionen stehen in direktem Kontakt mit der Metalloberfläche, so dass Elektronen zur Bildung atomaren Wasserstoffs zur Verfügung stehen:



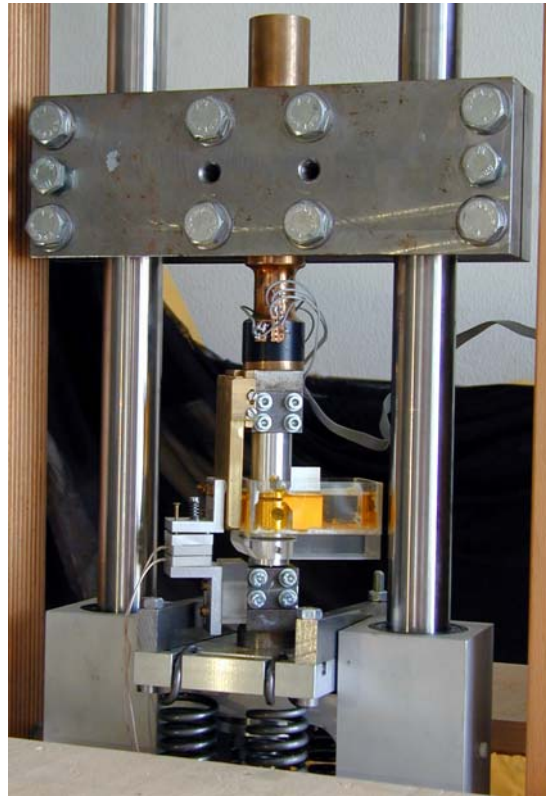
Der entstandene Wasserstoff kann in der Metall eindringen, vorausgesetzt es hat sich keine schützende Aluminiumoxidschicht gebildet [Haa01].

## 3.2 Die Wechselverformungsmaschine

Die Wechselverformungsmaschine ist in Abb. 3.2 schematisch dargestellt, Abb. 3.3 zeigt ein Bild der Maschine. Sie wurde konstruiert um standardisierte Proben kontrolliert im Mikrometerbereich zu verformen. Das obere und untere Joch sowie der Rahmen sind starr, ein Piezotranslator drückt die Probe nach oben, die vorgespannten Edelstahlfedern üben dagegen die Zugkräfte auf die Probe aus. Der maximale Stellweg des Piezotranslators beläuft sich auf insgesamt 300  $\mu\text{m}$  im unbelasteten Zustand.



**Abbildung 3.2: Wechselverformungsmaschine:** (1) Kraftmessdose, (2) kapazitiver Sensor, (3) Spannbacken, (4) Probe (CT-Geometrie), (5) Piezotranslator, (6) Edelstahlfedern, (7) bewegliches Mitteljoch, (8) & (9) oberes und unteres Joch



**Abbildung 3.3: Wechselverformungsmaschine:** Man erkennt die in der schematischen Darstellung (Abb. 3.2) beschriebenen Baugruppen. Ebenfalls zu sehen ist eine eingebaute CT-Probe, welche in der korrosiven Lösung verformt wird. Die Plexiglaswanne, in die die Lösung gefüllt wurde, ist an der unteren Spannbacke befestigt, so dass sie der Bewegung folgt. Eine ständige Benetzung der Probe muss dabei durch einen genügend hohen Füllstand gewährleistet sein.

Dabei nutzt man einen Spannungsbereich von  $-750\text{ V}$  bis  $+250\text{ V}$ . Der Nullpunkt der Wechselverformung liegt damit bei  $-250\text{ V}$  Piezospannung. Eine Piezokeramik weist ein mechanisches Hystereseverhalten auf, das  $10 - 15\%$  des maximalen Hubes ausmacht. Um dieses nichtlineare Verhalten auszugleichen ist eine Regelung notwendig die in Kap. 3.2.2 beschrieben ist.

Um kontrollierte Verformungsexperimente durchführen zu können, müssen die auf die Probe wirkende Kraft und die Dehnung gemessen werden. Die Messung der wirkenden Kraft erfolgt über eine Kraftmessdose, der Stellweg wird über einen kapazitiven Sensor erfasst. Eine Plexiglaswanne (Abb. 3.3) nimmt die korrosive Lösung auf, in der die Proben verformt werden. Diese Teile des Aufbaus wurden in dieser Arbeit nicht verändert aber zum Teil überprüft. Näheres zu den einzelnen Komponenten findet sich in [Wid97][Zam02].

### 3.2.1 Überprüfung der Kraftmessdose

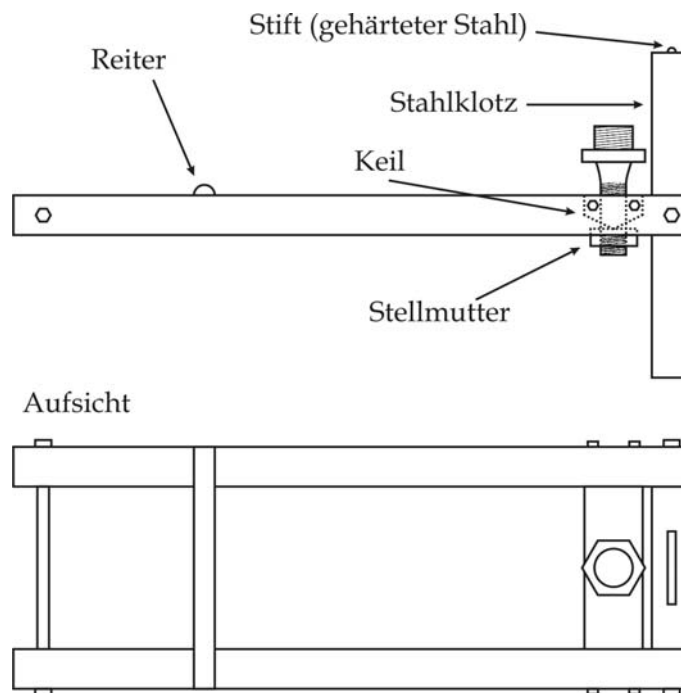
Die Kraftmessdose ist ein bronzener Zylinder mit einem verjüngten Abschnitt, der sich unter axialer Belastung im linear-elastischen Bereich geringfügig verformt. Diese Verformung kann mit Hilfe von aufgeklebten Dehnmessstreifen (DMS) gemessen werden. Die DMS verändern bei Längenänderung ihren elektrischen Widerstand. Vier solcher DMS sind in Form einer Wheatstoneschen Brückenschaltung angeordnet. Diese läßt eine empfindliche Messung der Veränderungen des Widerstands und damit der relativen Längenänderung der DMS zu. Ist die Brückenschaltung für den unbelasteten Fall im abgeglichenen Zustand (Mittelabgriff spannungsfrei), so tritt bei Belastung eine Spannung auf, die im Einsatzbereich dieses Aufbaus zur Kraft proportional ist. In [Wid97] wurde diese Proportionalität überprüft und die Proportionalitätskonstante zwischen Ausgangsspannung  $U$  des elektronischen Verstärkers und einwirkender Kraft  $F$  gemessen. Die Regression der Daten lieferte

$$F[\text{N}] = 470,5(2) \frac{\text{N}}{\text{V}} \cdot U[\text{V}] \quad (3.1)$$

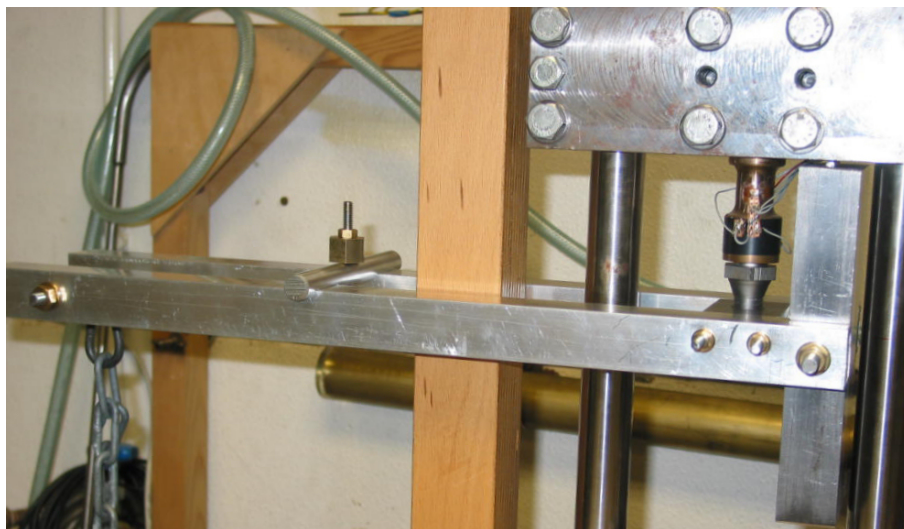
wobei der Achsenabschnitt hier weggelassen wurde, da ein konstanter Offset durch Abgleichen vor einer Messung vermieden werden kann.

Um nun diese vor über 10 Jahren ermittelte lineare Beziehung und die Proportionalitätskonstante zu überprüfen wurde ein Hebel gebaut, der es erlaubt axiale Kräfte von 1000 N und mehr auf die Kraftmessdose auszuüben ohne sie aus der Wechselverformungsmaschine auszubauen und ohne die Notwendigkeit schwerer Massstücke. Die Abbildungen 3.4 und 3.5 zeigen den Aufbau und ein Bild der Hebelkonstruktion.

Der Hebel liegt auf einer Keilspitze auf, auf diese Weise erhält man einen definierten Drehpunkt. Die Konstruktion wird waagrecht eingebaut und ein Stahlklotz auf der einen Hebelseite definiert einen weiteren Drehpunkt. Da es hier nur von Interesse ist, Kräfte auszuüben, wird der Hebel auf diese Weise zwischen beiden Drehpunkten fixiert. Werden nun Gewichte auf die andere Hebelseite angehängt, übt der Hebel über die Keilspitze eine senkrecht nach unten gerichtete Kraft auf die Stellmutter aus. Diese ist auf ein Gewinde aufgeschraubt das wiederum in die Kraftmessdose eingeschraubt ist (s. Abb. 3.5). Als Gewicht auf einer der Hebelseiten wurden unterschiedliche, abgewogene Mengen Wasser in einen angehängten Eimer gefüllt.



**Abbildung 3.4: Schematischer Aufbau der Hebelkonstruktion:** Drehpunkt des Hebels ist die Keilspitze die auf der Stellmutter aufliegt. Durch drehen der Stellmutter kann die Neigung verändert werden (Feineinstellung über den Reiter), bis die Konstruktion waagrecht steht, denn der Stahlklotz wird gegen das obere Joch der Wechselverformungsmaschine gepresst. Der Stift aus gehärtetem Stahl definiert dabei eine genaue Auflagelinie



**Abbildung 3.5: Hebelkonstruktion** zur axialen Belastung der Kraftmessdose, die rechts im Bild erkennbar ist. Am linken Ende des Hebels ist die Kette erkennbar an der das Prüfgewicht angehängt wird. Ebenfalls zu sehen ist der Reiter zur Feineinstellung des Gleichgewichts vor der Messung.

Der letzte Schritt war die Messung der Hebelverstärkung. Die Hebelverstärkung wurde über Messung kleiner Auslenkungen aus der waagerechten Lage gemessen. Dazu wurde die Hebelkonstruktion auf eine Fräsbank gestellt, mit welcher mikrometeregenaue Wege angesteuert werden können (Abb. 3.6). Der auf beiden Seiten zurückgelegte Weg wurde mittels mechanischer Wegmesser aufgenommen.

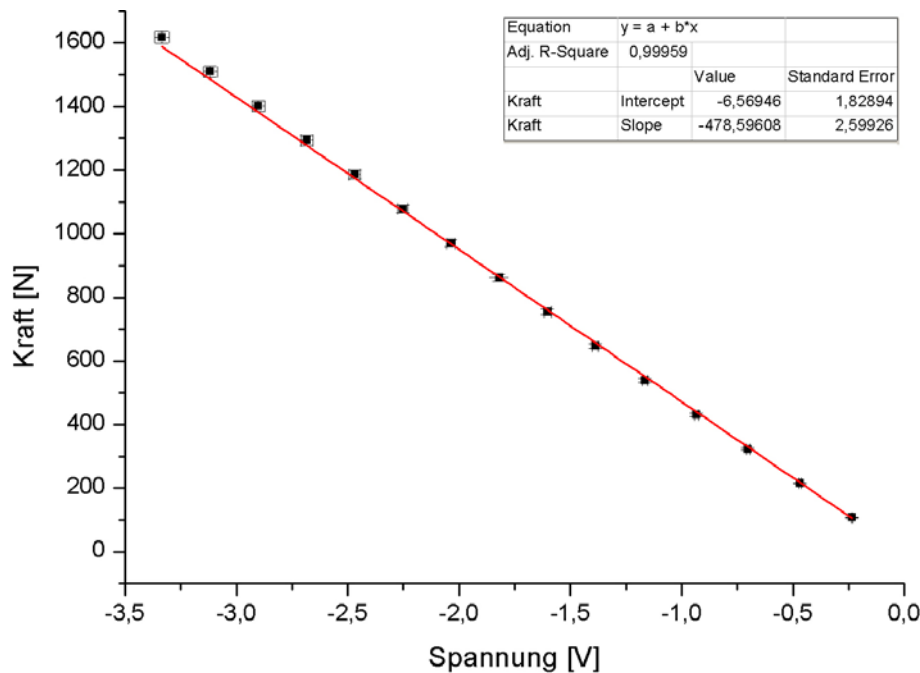


**Abbildung 3.6: Aufbau zur Messung der Hebelverstärkung:** Links und rechts sind die Wegmesser zu erkennen. Eine geringe Auslenkung aus der Waagerechten durch Verstellen des Frästisches führt zu einer (verstärkten) Auslenkung auf der linken Seite.

Das Verhältnis der zurückgelegten Wege auf beiden Seiten des Hebels ergab eine Hebelverstärkung von  $10,99 \pm 0,07$ . Anschließend folgten die Messungen an der Wechselverformungsmaschine. Es ergab sich der in Abb. 3.7 gezeigte lineare Zusammenhang zwischen Ausgangsspannung und Kraft. Die Anpassung an die Daten liefert

$$F[\text{N}] = 479(3) \frac{\text{N}}{\text{V}} \cdot U[\text{V}] - 7(2)\text{N} \quad (3.2)$$

Die Proportionalitätskonstante von  $(479 \pm 3) \frac{\text{N}}{\text{V}}$  liegt nahe an der in [Wid97] gemessenen.



**Abbildung 3.7: Messung der Zusammenhangs zwischen Ausgangsspannung und Kraft:** Der Zusammenhang ist linear. Die Regression liefert eine Steigung von  $(479 \pm 3) \frac{\text{N}}{\text{V}}$

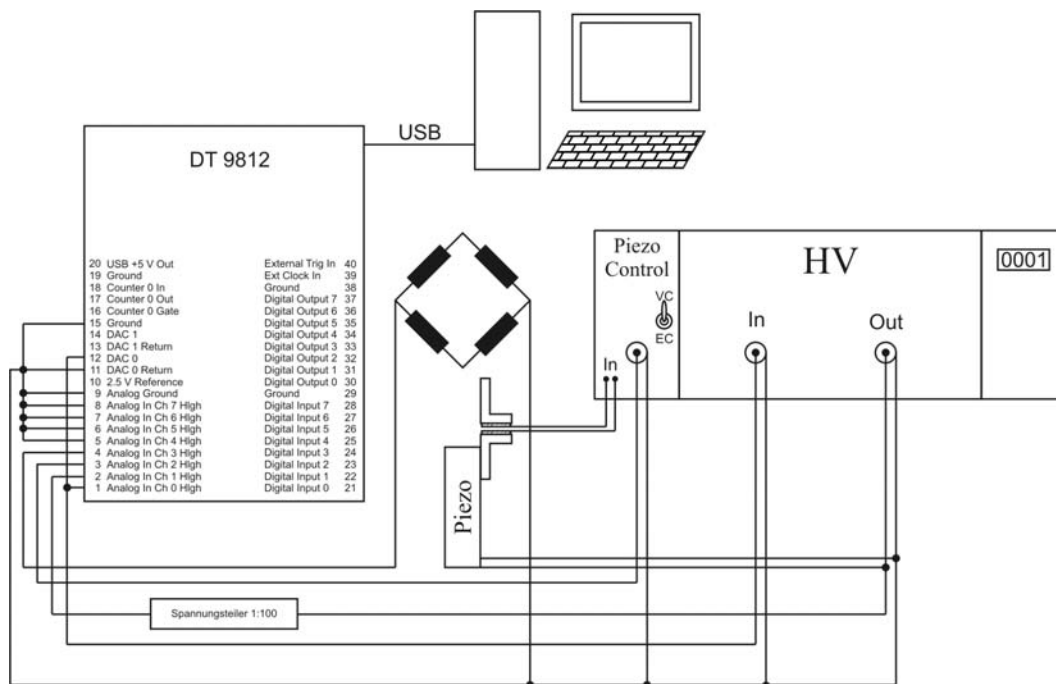
### 3.2.2 Steuerung und Datenverarbeitung

Die Verformungsmaschine wird gesteuert über die Bewegung des Piezotranslators, dieser wiederum wird von einem Hochspannungsverstärker (HV) versorgt. Der Verstärker erhält von einer AD/DA-Wandlertarte ein Spannungssignal (im Folgenden „Inputsignal“), welches um den Faktor -100 verstärkt und an den Piezotranslator angelegt wird (die Nullposition von -250 V wird z. B. durch ein Inputsignal von +2,5 V angesteuert). Dies gilt im spannungskontrollierten Fall (*voltage control* - VC). Im dehnungskontrollierten (*expansion control* - EC) Modus wird das Inputsignal genutzt um eine „Soll“-Dehnung (=Piezoauslenkung) vorzugeben. Die vom HV an den Piezotranslator angelegte Spannung wird dann so weit geregelt, dass die mit Hilfe des Kondensators messbare „Ist“-Dehnung der vorgegebenen „Soll“-Dehnung entspricht. Diese Regelung übernimmt das *Piezo Control* Modul (s. Abb. 3.8). Sie bildet einen geschlossenen Regelkreis, da Wegänderungen sofort über die kapazitive Wegmessung zurückgekoppelt werden. Auf diese Weise werden eventuelle elastische Anteile der Apparatur, sowie die oben bereits erwähnte mechanische Hysterese des Piezotranslators automatisch ausgeglichen. Im EC-Modus wird eine durch das Inputsignal vorgegebene Längenänderung direkt auf die Probe übertragen, da die Wegmessung die Längenänderung der Probe misst, nicht die Auslenkung des Piezos. Zwischen VC- und EC-Modus kann mit einem Kipphebel am *Piezo Control* Modul des HV gewechselt werden.

Wie in [Wid97] bereits erwähnt wird, bietet der Antrieb durch einen Piezotranslator die Möglichkeit hoher Verformungsfrequenzen, die mit Standardverformungsmaschinen

nicht erreichbar sind. Zusätzlich sind Verformungssignale mit guter Flankensteilheit möglich. Diese beiden bislang ungenutzten Möglichkeiten wurden mit Hilfe der im Rahmen dieser Arbeit ausgetauschten Ansterelektronik und neu erstellten Software erschlossen. Ziele waren dabei insgesamt

- den für Wechselverformungen nutzbaren Frequenzbereich auf 0,1 - 50 Hz zu erweitern,
- Verformungsfunktionen mit guter Flankensteilheit zur Verfügung zu stellen (Abb. 3.13),
- die Zuverlässigkeit des Steuerprogramms zu verbessern,
- die Möglichkeiten bei der Wahl der Verformungsfunktionen zu erweitern,
- und die Datenverarbeitung / -speicherung zu erweitern.



**Abbildung 3.8:** Verkabelung der AD/DA-Wandlerkarte zur Ansteuerung und Datenaufnahme bei der Verformungsapparatur. Das Inputsignal wird an den HV angelegt und gleichzeitig auf Input-Kanal 1 überwacht. Auf Input-Kanal 2 wird (über einen Spannungsteiler) das HV-Signal aufgenommen. Die für Messungen relevanten Größen Kraft und Weg (Dehnung) erreichen als Spannungssignale die Kanäle 3 & 4. Über USB kommunizieren Wandlerkarte und Computer miteinander.

In [Wid97] wurde bereits abgeschätzt, dass die Leistung des HV knapp ausreicht um Versuche mit Wechselverformungsfrequenzen bis 50 Hz zu realisieren. Auch die Reso-



nanzfrequenz des bewegten Teils der Apparatur liegt mit  $f_{res} = 500$  Hz eine Größenordnung über der maximalen Verformungsfrequenz. Aufgrunddessen wurde das Programm für Frequenzen bis 50 Hz ausgelegt.

Zunächst wurde eine neue AD/DA-Wandlerkarte<sup>1</sup> zur Ansteuerung installiert. Diese erlaubt Signalausgabe und -aufnahme mit Frequenzen bis 50 kHz. Diese teilt sich auf maximal 4 Kanäle auf ( $\rightarrow 12500$  Hz pro Kanal), was mehr als genug ist um z. B. eine einzelne Sinusschwingung auch bei Verformungsfrequenzen von 50 Hz mit mindestens 100 Datenpunkten abzurastern. Ein Schema der Verkabelung ist in Abb. 3.8 zu sehen. Im Gegensatz zum früheren Aufbau werden nicht nur das Spannungssignal der Kraftmessdose und des Wegaufnehmers gemessen, sondern auch das Inputsignal und die Hochspannung überwacht. Die AD/DA-Wandlerkarte ist mit einem Computer verbunden, auf dem die Steuersoftware läuft, die dem Benutzer die Kontrolle der Versuchsparameter ermöglicht. Die Auflösung der neuen Wandlerkarte von 12 Bit ist identisch mit der der alten Steuerkarte. Sie ist also ebenfalls in der Lage quasi kontinuierliche Spannungskurven zu produzieren.

Die Aufgaben der Steuersoftware sind

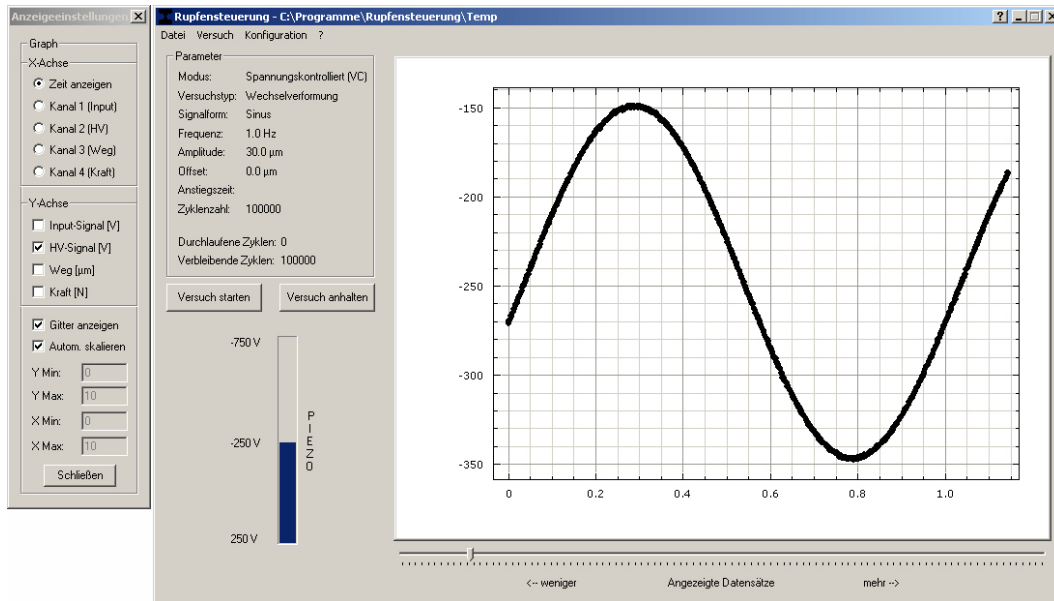
- Definition und Änderung der Versuchsparameter
- Steuerung der Piezobewegung
- graphische Darstellung der Messwerte
- Speicherung der Messwerte zur späteren Analyse

Abb. 3.9 zeigt die grafische Oberfläche des Steuerprogramms. Neben dem Hauptfenster kann ein Fenster zur Einstellung der grafischen Darstellung der Messdaten (rechts im Hauptfenster) eingeblendet werden. Im Hauptfenster werden zudem noch die Versuchsparameter aufgeführt. Unterhalb der grafischen Darstellung befindet sich ein Regler zur Veränderung der angezeigten Datenmenge. Zur grafischen Darstellung wurde ein Programmmodul (FastPlot-Klasse [Haa08]) genutzt, das auf flexible Art und Weise auch größere Datenmengen anzeigen kann.

---

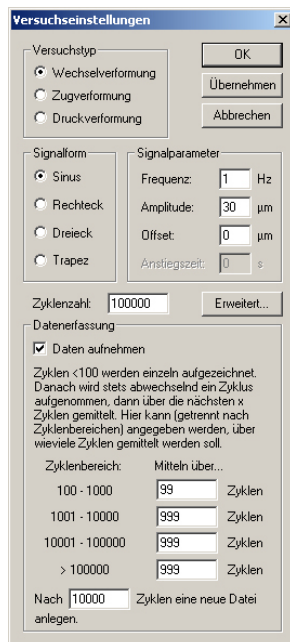
<sup>1</sup>DT9812-10V der Firma Data Translation





**Abbildung 3.9: Grafische Oberfläche des Steuerprogramms:** Links ist das Steuerfenster für die grafische Darstellung der Messdaten zu sehen. Es kann über den Menüpunkt „Konfiguration“ → „Anzeigeeinstellungen“ ein- und ausgeblendet werden.

### Definition und Änderung der Versuchsparameter

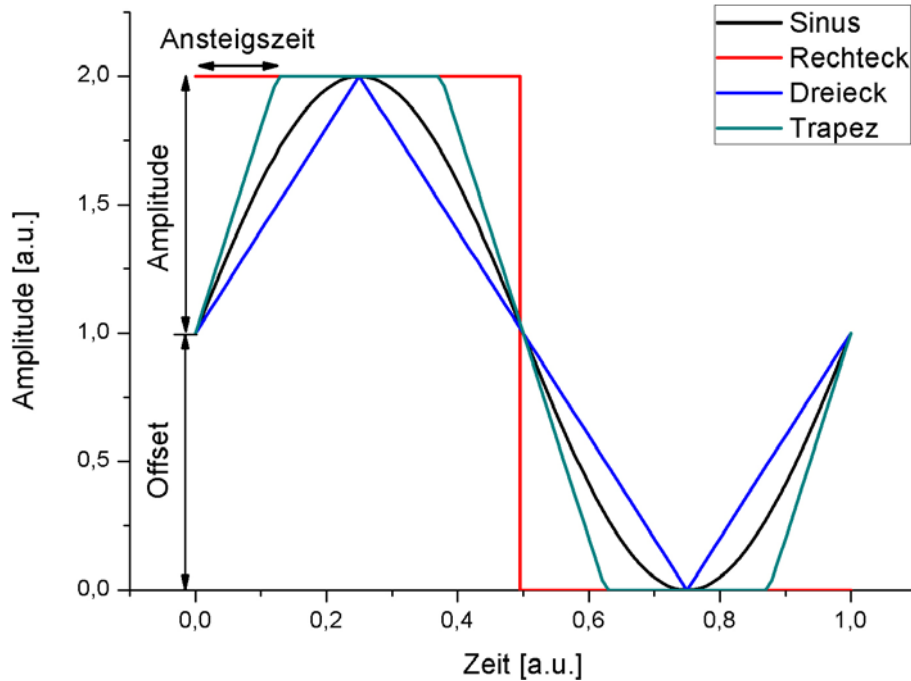


**Abbildung 3.10: Fenster „Versuchseinstellungen“**

Unter dem Menüpunkt „Konfiguration“ erhält man Zugriff auf den Unterpunkt „Versuchseinstellungen“ der ein Fenster öffnet, in dem die Parameter des Versuchs eingegeben und verändert werden können (Abb. 3.10). Dabei kann eine einsinnige Verformung durchgeführt werden (Zug- bzw. Druckversuch), die jedoch aufgrund des Stellwegs nur begrenzt möglich ist, oder eine Wechselverformung. Bei einsinniger Verformung wird eine Sollfunktion mit positiver bzw. negativer Steigung angelegt, die Form (Sinus, Rechteck oder Rampe) kann frei gewählt werden. Über die Angabe von Anstiegszeit und Amplitude (max. Dehnung) wird der exakte Funktionsverlauf festgelegt. Für symmetrische Wechselverformungen stehen die Funktionsformen Sinus, Rechteck, Dreieck und Trapez zur Verfügung. Die verschiedenen Schwingungsformen und ihre relevanten Funktionsparameter sind in Abb. 3.11 dargestellt.

Durch Angabe von Frequenz, Amplitude und Achsversatz (Offset) wird die Funktion festgelegt. Einzige

Ausnahme ist die trapezförmige Verformung die über den zusätzlichen Parameter Anstiegszeit unterschiedlich steile Rampen zulässt. Sie stellt einen Übergang zwischen der Rechteckfunktion und der Dreieckfunktion dar.



**Abbildung 3.11: Schwingungsformen** bei zyklischen Wechselerformungsversuchen. Mit Hilfe der Parameter Frequenz, Amplitude und Offset werden die Kurvenformen Sinus, Rechteck und Dreieck festgelegt. Beim Trapez kommt zusätzlich die Anstiegszeit hinzu.

Der Parameter Zyklenzahl legt fest, wie oft die gewählte Funktion durchlaufen werden soll. Er kann auch während eines laufenden Versuchs verändert werden.

Zu beachten ist außerdem, dass es möglich ist, den Nullpunkt der Kraftmessung und auch den Nullpunkt der Wegmessung frei festzulegen. Dazu wählt man (wenn kein Versuch läuft) den Menüpunkt „Konfiguration“ → „Kalibrieren“ → „Weg“ (oder „Kraft“). Dadurch wird der aktuelle Wert des Weges bzw. der Kraft als Offset gespeichert und stets automatisch von den Messwerten abgezogen.

### Steuerung der Verformung und Messwerterfassung

Eingaben durch den Benutzer erfolgen in physikalischen Einheiten (z. B.  $\mu\text{m}$ ). Diese müssen gegebenenfalls in Spannungen umgerechnet werden. Ebenso müssen die in Volt aufgenommenen Werte für den zurückgelegten Weg und die wirkende Kraft umgerechnet werden. Dazu sind die Proportionalitätskonstanten im Programm eingespeichert. Im Fall der Kraftmessdose wurde in Kap. 3.2.1 diese Konstante neu bestimmt zu  $(479 \pm 2) \frac{\text{N}}{\text{V}}$ . Bei der Messung des Weges erlaubt der kapazitive Wegsensor eine Messgenauigkeit von  $0,1 \mu\text{m}$  bei einem Meßbereich von  $\pm 150 \mu\text{m}$  um den Nominalabstand.

Dieser Weg wird (linear) abgebildet auf eine Ausgangsspannung von  $\pm 5$  V, so dass sich auf diese Weise bauartbedingt eine Proportionalitätskonstante von  $30 \frac{\mu\text{m}}{\text{V}}$  ergibt. Auch diese Konstante wurde überprüft, indem über einen mechanischen Wegmesser mit Mikrometergenauigkeit die Bewegung der Maschine direkt verfolgt wurde (Abb. 3.12).

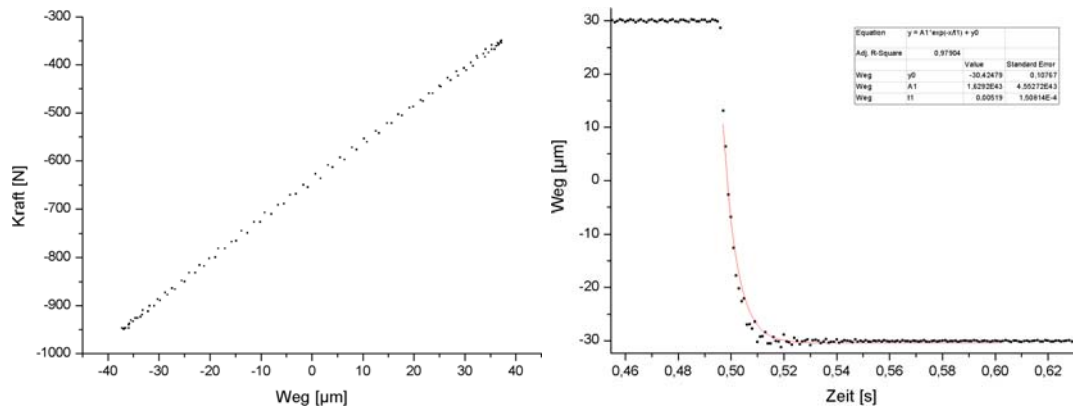


**Abbildung 3.12: Wegmessung:** Innerhalb des roten Kreises ist der Messfinger des Wegmessgerätes zu sehen, der auf dem unteren (beweglichen) Teil der Wechselverformungsmaschine ruht und seine Bewegung verfolgt.

Zu Versuchsbeginn wird zunächst die vom Benutzer vorgegebene Sollfunktion diskretisiert. Bei der Ausgabe arbeitet die AD/DA-Wandlerkarte mit einer Frequenz von 5000 Hz, so dass selbst eine Sollfunktion mit der maximalen Frequenz von 50 Hz noch mit 100 Punkten aufgelöst wird. Die diskretisierten Sollwerte werden in einem Puffer gespeichert, welcher der Steuerkarte übergeben wird. Diese durchläuft nun zyklisch den Pufferspeicher mit der vorgegebenen Frequenz von 5000 Hz. Im Fall einer einmaligen Zug- oder Druckverformung wird die berechnete Funktion nur einmal durchlaufen.

Unabhängig von der Ausgabe der Sollfunktion (deren korrekte Umsetzung durch das *Piezo Control* Modul überwacht wird), läuft das Einlesen von Meßdaten permanent, wenn das Steuerprogramm läuft. So kann auch während des Einbaus einer Probe die Position des Piezotranslators oder die wirkende Kraft überwacht werden. Die aufgenommenen Werte für Kraft und Weg werden, ebenso wie die Werte für das Inputsignal und das HV-Signal, intern von der Steuerkarte an die Software gesendet. Dabei wird eine Taktfrequenz von 5000 Hz pro Kanal benutzt. Die Software speichert diese Daten in einem Ringbuffer. Die Arbeitsweise eines solchen Speichers kann man sich wie das Verhalten eines Modulraums vorstellen: ist man beim letzten Element angekommen, führt ein weiterer Schritt wieder zum ersten Element, also zum ersten Speicherplatz.

Auf diese Weise werden stets die ältesten vorhandenen Daten überschrieben. Die grafische Darstellung des Programms greift auf diesen Speicher zu, um die aktuellen Werte anzuzeigen. Wie weit dabei „in die Vergangenheit“ geschaut wird, lässt sich über den weiter oben schon erwähnten Regler im Hauptfenster einstellen. In der aktuellen Programmversion können die Daten der letzten 20 Sekunden angezeigt werden, was bei der langsamsten möglichen Frequenz von 0,1 Hz zwei Verformungszyklen entspricht.



**Abbildung 3.13: Hystereseschleife & Rechteckflanke:** Links eine bei der Wechselverformung von AA6013 aufgenommene einzelne Hysteresekurve (10 Hz Verformungsfrequenz), rechts die abfallende Flanke einer rechteckförmigen Verformung (Daten gemittelt über 99 Zyklen), beides im EC-Modus. Angepasst wurde hier eine Funktion der Form  $y = A_1 \cdot \exp\left(\frac{-x}{T_1}\right) + y_0$ , wobei die Zeitkonstante  $T_1$  die Steilheit des Signals charakterisiert. Sie liegt stets bei  $\approx 5$  ms und wird verursacht durch die elastischen Anteile der Apparatur sowie den Regelkreis (*Piezo Control* Modul).

Eine Datenaufnahme im Sinne der Abspeicherung auf die Festplatte zur späteren Analyse führt das Programm während eines laufenden Versuchs durch. Falls die Daten nicht benötigt werden, kann die Datenaufnahme auch deaktiviert werden (s. Abb. 3.10). Aus Gründen der Datenreduktion werden standardmäßig nur die ersten 100 Zyklen einzeln abgespeichert. Anschließend wird stets ein einzelner Zyklus aufgenommen, gefolgt von einem Zyklus der über  $x$  Zyklen gemittelt wird. Die Zahl  $x$  kann vom Benutzer bestimmt und für verschiedene Zyklenbereiche unterschiedlich eingestellt werden (ebenefalls in Abb. 3.10 zu sehen). Die Voreinstellung speichert den 100. Zyklus, mittelt dann über 99 Zyklen, speichert den 200. Zyklus, mittelt über die nächsten 99 Zyklen, usw.; ab dem 1000. Zyklus wird über 999 Zyklen gemittelt.

Über den Menüpunkt „Datei“  $\rightarrow$  „Neuer Versuch“ kann ein Name für den aktuellen Versuch bestimmt werden. Das Programm legt dann einen Ordner dieses Namens an und speichert darin die Messdaten in Dateien der Form „Versuchsname\_0000.txt“, „Versuchsname\_0001.txt“, usw. Nach wievielen Zyklen eine neue Datei begonnen wird, kann vom Benutzer bestimmt werden (Abb. 3.10). Diese Aufteilung in mehrere Dateien dient der Datensicherheit (beim Stromausfall o.ä. gehen nicht sämtliche Daten verloren).

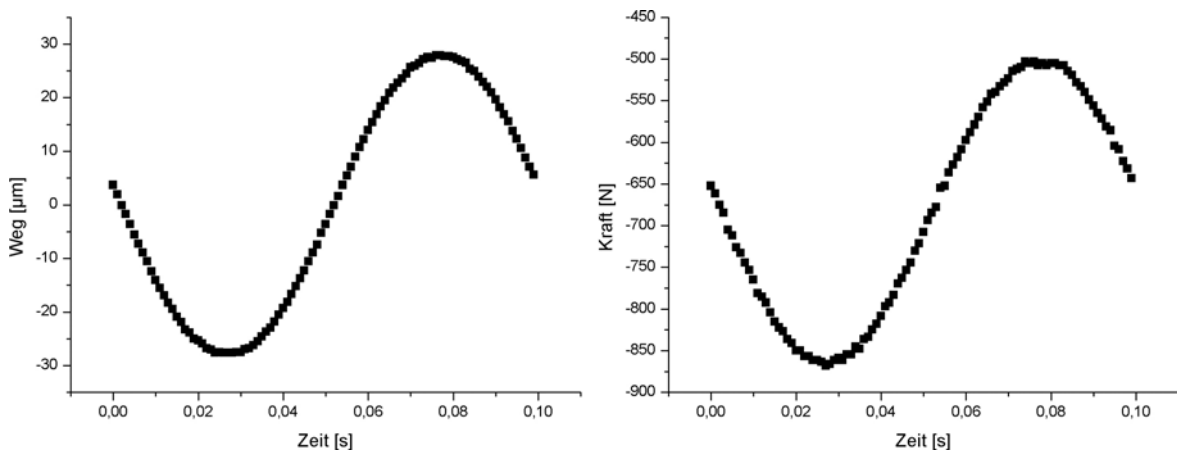
Außerdem werden eine Datei „ForceMinMax.txt“ und eine „Versuchsname\_Info.txt“ angelegt. „ForceMinMax.txt“ enthält die in jedem Zyklus auftretende maximale und minimale Kraft auf die Probe. Die „Info“-Datei ist vorgesehen für beliebige zusätzliche Informationen die vom Benutzer über den Menüpunkt „Datei“ → „Text in Info-Datei eingeben“ eingefügt werden können (z. B. was für eine Probe verformt wird, unter welchen Bedingungen ect.).



# 4 Messungen & Diskussion

## 4.1 Messung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit

In allen Versuchen wurden die Proben wie in Kap. 3.1 beschrieben behandelt. Zur Erzeugung eines Risses wurden sie mit einer Frequenz von 10 Hz und einer Amplitude von 30  $\mu\text{m}$  (AA6013) bzw. 40  $\mu\text{m}$  (AA2024) sinusförmig wechselverformt. Diese Verformung geschah unter Vorspannung, d. h. die Probe befand sich stets unter Zugspannung. Abb. 4.1 zeigt exemplarisch einen Verformungszyklus.



**Abbildung 4.1: Gemessene Wechselverformung** mit einer Amplitude von 30  $\mu\text{m}$  im dehnungskontrollierten Modus zur Erzeugung eines Risses. Links die angelegte Längenänderung, rechts die auf die Probe (Zug-)Kraft zu Beginn des Versuchs. Die Probe ist stets mit mindestens 500 N Zugkraft belastet.

Von beiden Legierungen wurden zwei Proben angefertigt. Jeweils eine wurde mit, eine ohne korrosives Medium untersucht. Sämtliche Versuche fanden bei Raumtemperatur statt. Um die Rissausbreitungsgeschwindigkeit zu bestimmen wurde die Risslänge mit Hilfe eines Lichtmikroskops mit Okularskala beobachtet und gegen die Zyklenzahl aufgenommen. Die Daten sind in Tabelle 4.1 aufgelistet und in Abb. 4.2 dargestellt.

AA6013					AA2024				
Luft		NaCl-Lsg.			Luft		NaCl-Lsg.		
Zyklen	$\ell$ [mm]	Zyklen	$\ell$ [mm]	Zyklen	$\ell$ [mm]	Zyklen	$\ell$ [mm]	Zyklen	$\ell$ [mm]
31000	2	100000	5,9	39000	3,9	290000	1,7	55000	2,6
36000	2,2	105000	6,1	45000	4,2	340000	1,9	61000	2,8
41000	2,5	110000	6,4	50000	4,7	500000	2,2	75000	3,6
46000	2,7	110000	6,4	55000	5,2	520000	2,4	80000	4
51000	3	115000	6,6	60000	5,8	560000	2,6	85000	4,4
56000	3,3	120000	6,9	65000	6,3	600000	2,8	90000	4,8
61000	3,5	125000	7,1	70000	6,8	700000	3,1	95000	5,2
66000	3,8	130000	7,4	75000	7,4			100000	5,6
71000	4,1	130000	7,4	77500	7,7			105000	6
76000	4,4	135000	7,6					110000	6,4
81000	4,8							115000	6,8
86000	5							120000	7,2
95000	5,6							125000	7,6

Tabelle 4.1: Messung der Risslänge  $\ell$  der vier verschiedenen Proben gegen die Zahl der Belastungszyklen.

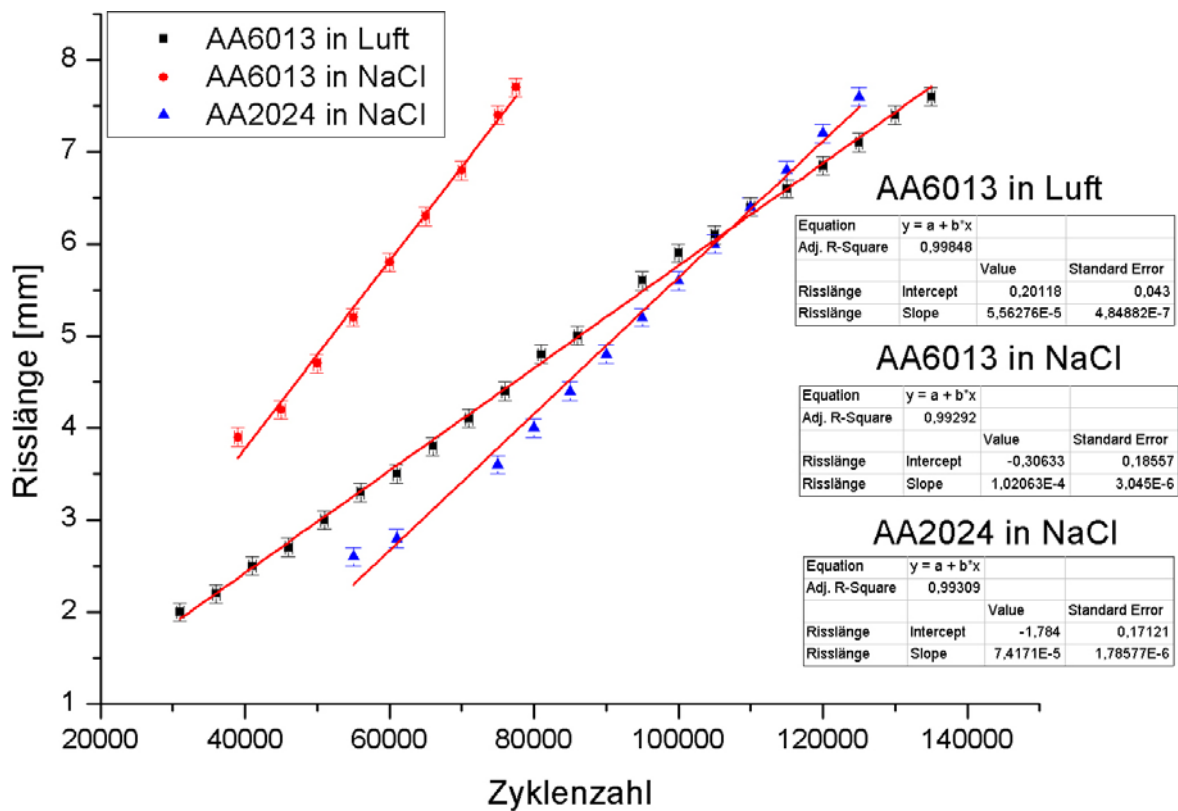


Abbildung 4.2: Gemessene Risslänge aufgetragen gegen die Zahl der Belastungszyklen. Die roten Linien stellen lineare Anpassungsgeraden dar.



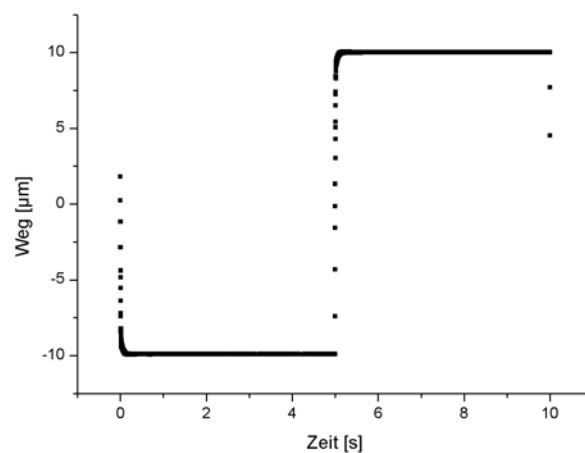
Durch eine lineare Regression der gemessenen Daten erhält man die mittlere Rissausbreitungsgeschwindigkeit (Tab. 4.2). Es zeigt sich, dass beide Legierungen eine erhöhte Rissausbreitungsgeschwindigkeit in korrosiver Lösung aufweisen. AA6013 weist 84 % Zuwachs auf. Die Daten für AA2024 in Luft sind nicht zuverlässig und wurden daher in Tabelle 4.2 nicht aufgenommen.

Medium	AA6013	AA2024
Luft	$5,56 \pm 0,05$	
NaCl-Lsg.	$10,21 \pm 0,3$	$7,42 \pm 0,18$

**Tabelle 4.2:** Gemessene Rissausbreitungsgeschwindigkeit der vier verschiedenen Proben in [ $10^{-5}$  mm/Zyklus].

## 4.2 Messung der Spannungsrelaxation

Nach Erzeugung eines Risses durchlief jede Probe einen Serie von dehnungskontrollierten Wechselverformungsversuchen mit Rechtecksignalen. Dabei wurde die Amplitude der Verformung auf  $10 \mu\text{m}$  herabgesetzt, so dass kein messbarer Rissfortschritt auftritt. Auf diese Weise bleibt der Probenquerschnitt und damit der Spannungsintensitätsfaktor  $K$  konstant und die Analyse der Relaxation der Kraft ist zur Analyse der Spannungsrelaxation proportional. Mit Hilfe eines Lichtmikroskops konnte kontrolliert werden, dass tatsächlich kein Rissfortschritt zu beobachten war.

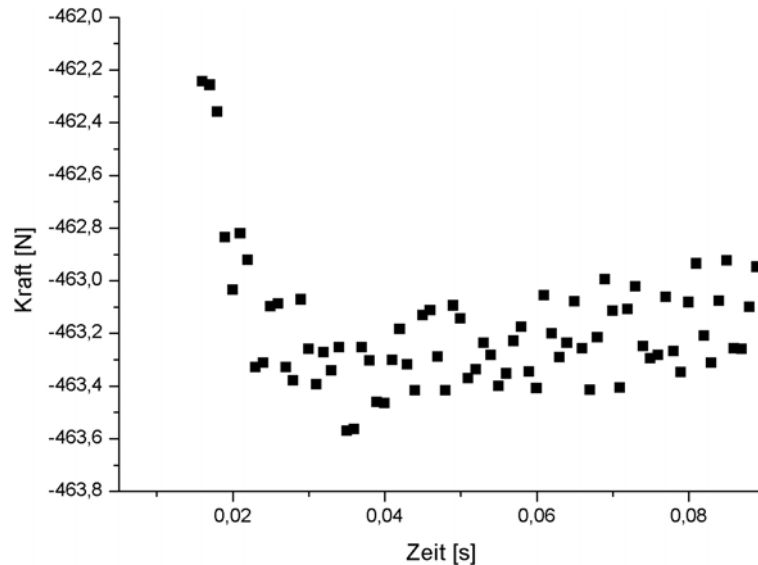


**Abbildung 4.3:** Angelegte Längenänderung mit einer Haltezeit von 5 Sekunden und einer Amplitude von  $10 \mu\text{m}$  im dehnungskontrollierten Wechselverformungsversuch.

Eine Versuchsserie bestand aus drei mal jeweils 1000 Wechselverformungszyklen, der erste davon mit einer Frequenz von 5 Hz, der zweite mit 1 Hz und der dritte mit

0,1 Hz. Das entspricht Haltezeiten von 0,1 s, 0,5 s und 5 s. Die Haltezeit ist die Zeit, in der die Probe relaxieren kann, in der also keine Dehnungsänderung stattfindet. Abb. 4.3 zeigt exemplarisch die an die Probe angelegte Längenänderung bei einer Haltezeit von 5 Sekunden.

Die Relaxation der Kraft wurde gemittelt über die 1000 Zyklen gemessen, die Daten aller vier Proben sind in den Abb. 4.4 bis 4.9 dargestellt. Dabei ist stets ein vergrößerter Ausschnitt zum Zeitpunkt der instantanen Erhöhung der Dehnung zu sehen (in Abb. 4.3 bei  $t = 0$  s).



**Abbildung 4.4: Relaxation der Kraft der AA6013 Probe an Luft mit 0,1 Sek. Haltezeit.** Es ist bereits ein leichte Relaxation erkennbar, die Haltezeit ist jedoch zu kurz. Es ließ sich keine Exponentialfunktion an die Daten anpassen, daher wurden Messungen mit dieser Haltezeit nicht weiter verwendet.

Messungen mit 0,1 Sek. Haltezeit erwiesen sich als zu schnell, die Probe kann kaum relaxieren und eine Regression der Daten war nicht durchführbar. Gut erkennbar ist in Abb. 4.4 hingegen eine exponentiell abfallende Charakteristik, die von den elastischen Anteilen der Apparatur stammt (mit der weiter oben schon erwähnten Zeitkonstante von  $\approx 5$  ms). Dies kann man bei allen Messungen beobachten, daher beginnen die Anpassungen stets mit den Daten ab 4,7 ms nach Beginn der Flanke, wenn der Einfluss dieser Funktion größtenteils abgeklungen ist.

Bei einer Haltezeit von 0,5 Sekunden ist die Relaxation bereits gut erkennbar und eine Regression der Daten ist prinzipiell möglich. Die Fehler sind allerdings so groß, dass auch diese Daten keine sinnvollen Ergebnisse liefern. Die Ergebnisse der Messungen mit 5 Sekunden Haltezeit zeigen eine deutliche Relaxation, die sich gut durch eine Anpassung der Funktion

$$y = y_0 + A_1 \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_1}}\right) + A_2 \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_2}}\right) \quad (4.1)$$

beschreiben lassen.

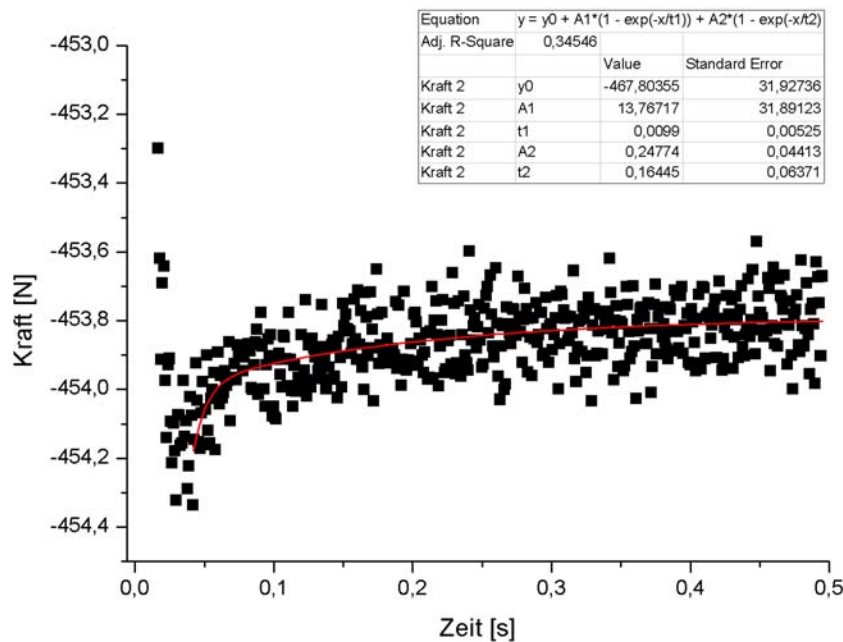


Abbildung 4.5: Relaxation der Kraft der AA6013 Probe an Luft mit **0,5 Sek. Haltezeit**. Hier ist die Relaxation schon deutlich zu sehen, die Haltezeit ist jedoch immer noch zu kurz. Es ließ sich eine Funktion der Form 4.1 an die Daten anpassen. Die entstehenden Fehler sind jedoch sehr groß, da die Haltezeit für die längere Komponente noch zu kurz ist, daher wurden Messungen mit dieser Haltezeit nicht weiter verwendet.

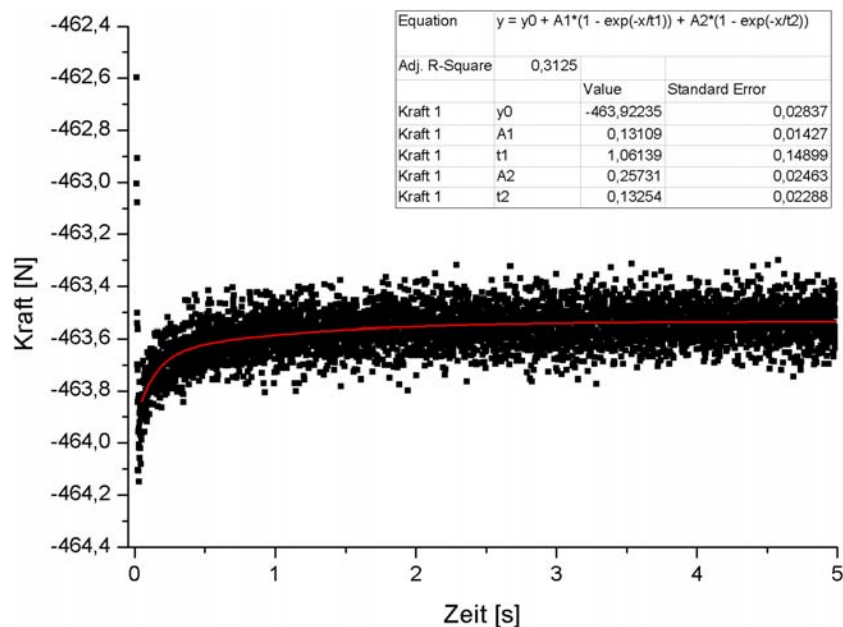


Abbildung 4.6: Relaxation der Kraft der AA6013 Probe an Luft mit **5 Sek. Haltezeit**. Die Relaxation ist deutlich ausgeprägt. Eine Regression der Daten durch die Funktion 4.1 liefert zwei unterschiedliche Zeitkonstanten, in diesem Fall  $t_1 = 1,06 \pm 0,15$  s und  $t_2 = 0,13 \pm 0,02$  s.

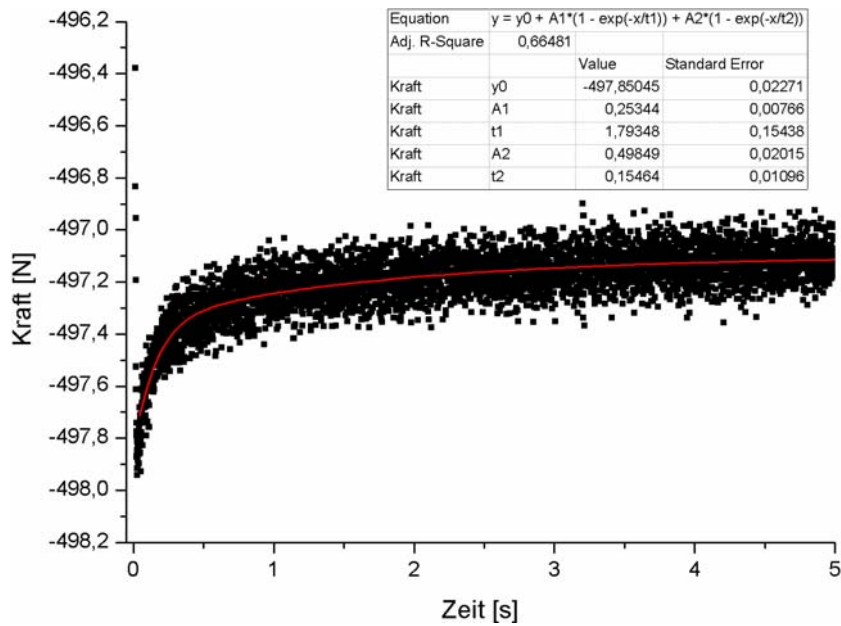


Abbildung 4.7: Relaxation der Kraft der AA6013 Probe an NaCl-Lösung mit 5 Sek. Haltezeit. Eine Regression der Daten durch die Funktion 4.1 liefert die Zeitkonstanten  $t_1 = 1,79 \pm 0,15$  s und  $t_2 = 0,15 \pm 0,01$  s.

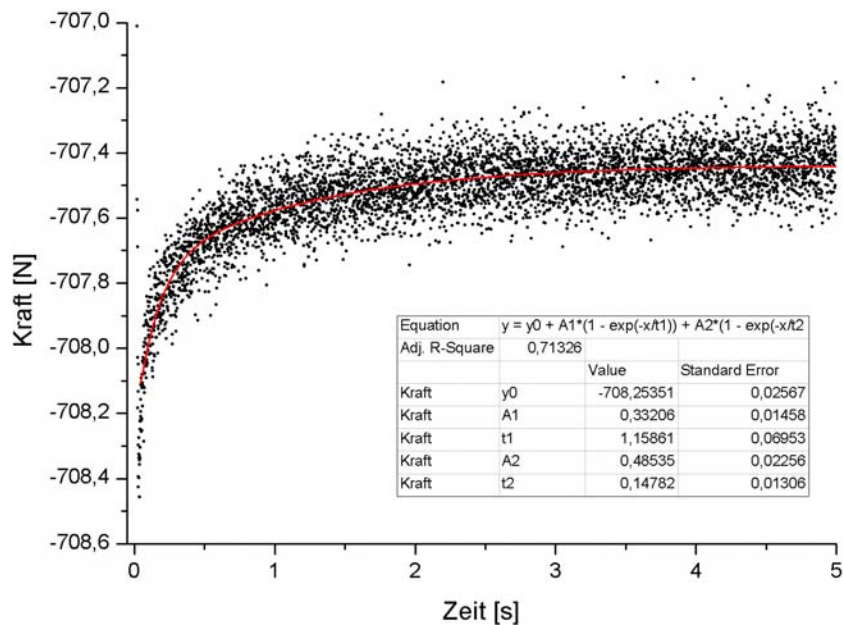


Abbildung 4.8: Relaxation der Kraft der AA2024 Probe an Luft mit 5 Sek. Haltezeit. Eine Regression der Daten durch die Funktion 4.1 liefert die Zeitkonstanten  $t_1 = 1,16 \pm 0,07$  s und  $t_2 = 0,15 \pm 0,01$  s.

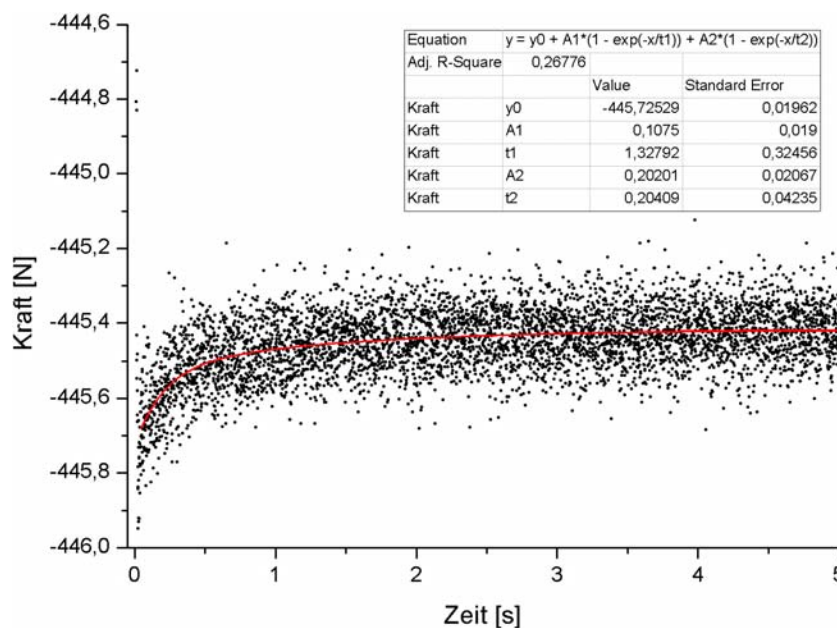


Abbildung 4.9: Relaxation der Kraft der AA2024 Probe an NaCl-Lösung mit 5 Sek. Haltezeit. Eine Regression der Daten durch die Funktion 4.1 liefert die Zeitkonstanten  $t_1 = 1,33 \pm 0,32$  s und  $t_2 = 0,2 \pm 0,04$  s.

### Zusammenfassung

Insgesamt ergeben sich folgende Ergebnisse der Anpassungen für die Zeitkonstanten  $t_1$  und  $t_2$  und die Amplituden  $A_1$  und  $A_2$ :

		AA6013	AA2024
Luft	$t_1$ [s]	$1,06 \pm 0,15$	$1,16 \pm 0,07$
	$t_2$ [s]	$0,13 \pm 0,02$	$0,15 \pm 0,01$
NaCl-Lsg.	$t_1$ [s]	$1,79 \pm 0,15$	$1,33 \pm 0,32$
	$t_2$ [s]	$0,15 \pm 0,11$	$0,2 \pm 0,04$

Tabelle 4.3: Zeitkonstanten der Kraftrelaxation von AA6013 und AA2024 in Luft bzw. korrosiver Lösung.

		AA6013	AA2024
Luft	$A_1$ [N]	$0,13 \pm 0,01$	$0,33 \pm 0,01$
	$A_2$ [N]	$0,26 \pm 0,02$	$0,49 \pm 0,02$
NaCl-Lsg.	$A_1$ [N]	$0,25 \pm 0,01$	$0,11 \pm 0,02$
	$A_2$ [N]	$0,5 \pm 0,02$	$0,2 \pm 0,02$

Tabelle 4.4: Amplituden der Kraftrelaxation von AA6013 und AA2024 in Luft bzw. korrosiver Lösung.

Zunächst kann festgehalten werden, dass sich die beiden Legierungen untereinander und auch in der korrosiven Lösung in Bezug auf die Zeitkonstante  $t_2$  nicht signifikant unterscheiden. Die Zeitkonstante  $t_1$  ist bei AA2024 und AA6013 in Luft ebenfalls im Rahmen der Fehler identisch. Bei Verformung im korrosiven Medium steigt  $t_1$  in AA2024 um knapp 15 % an, allerdings ist der Wert für  $t_1$  in NaCl-Lsg. stark fehlerbehaftet, so dass dies nicht mit endgültiger Sicherheit gesagt werden kann. Das Ergebnis stimmt mit dem von [Son02] überein, dort wurde ein Anstieg um 14 % gemessen. AA6013 zeigt ebenfalls einen Anstieg der Zeitkonstanten  $t_1$  in korrosiver Lösung. Dieser fällt mit 69 % sehr deutlich aus und ist auch im Rahmen der Fehler signifikant. Die Tendenz dieses Wertes stimmt mit dem in [Son02] gemessenen überein.

Für die Amplituden dieser Komponenten ergibt sich eine Erhöhung von 92 % bei AA6013, während die in Luft wesentlich höheren Amplituden der Legierung AA2024 in korrosiver Umgebung um 67 % ( $A_1$ ) bzw. um 59 % ( $A_2$ ) abfallen.

## 4.3 Diskussion der Ergebnisse

### Vorüberlegungen

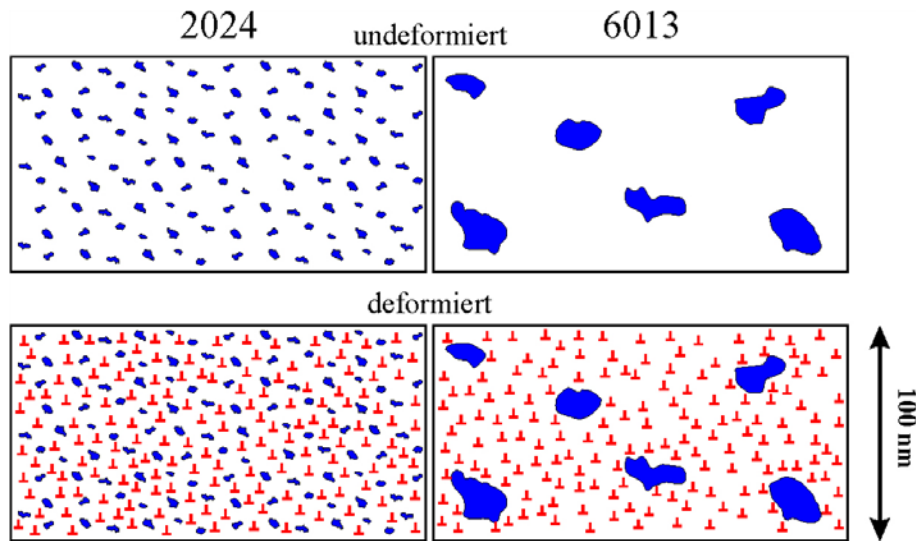
Um die Beobachtungen zu erklären sind zunächst Vorüberlegungen notwendig. Dazu werden einige, in früheren Arbeiten erarbeitete Ergebnisse zu den beiden Legierungen AA6013 und AA2024 zusammengefasst. Außerdem sollte beachtet werden, dass die Beobachtungen des Relaxationsverhaltens von den Vorgängen in der plastischen Zone vor der Rissspitze dominiert werden, da dort aufgrund der Probengeometrie die stärkste Dehnung auftritt. Bereiche weiter vor der Rissspitze liefern einen zunehmend geringeren Anteil. Die plastische Zone ist eine Zone maximaler Deformation, daher herrscht dort eine extrem hohe Leerstellen- und Versetzungsdichte. Aufgrunddessen kann nicht erwartet werden, dass individuelle Defekte anhand von Messdaten unterschieden werden können.

### Struktur der Legierungen AA6013 und AA2024

Die untersuchten Legierungen unterscheiden sich nicht nur in der Zusammensetzung der zulegierten Elemente, sondern auch in der Anzahl und Größe der Ausscheidungen (Abb. 4.10). In AA6013 sind diese im Mittel 20 - 30 nm groß, in AA2024 2 - 3 nm.

### Wasserstoff und dessen Diffusion in der plastischen Zone

In [Len06] wurde nachgewiesen, dass bei einer Verformung im korrosiven Medium tatsächlich Wasserstoff in die plastische Zone (beider Legierungen) eindringt. Dieser setzt sich nach den Beobachtungen von [Zam02] in Leerstellen (attraktives Potential) und führt zu einem stark verzögerten Ausheilverhalten bei Raumtemperatur. Dies betrifft die Legierung AA2024 in geringerem Maße als AA6013, was auf eine geringere Mobilität des Wasserstoffs in AA2024 hindeutet.



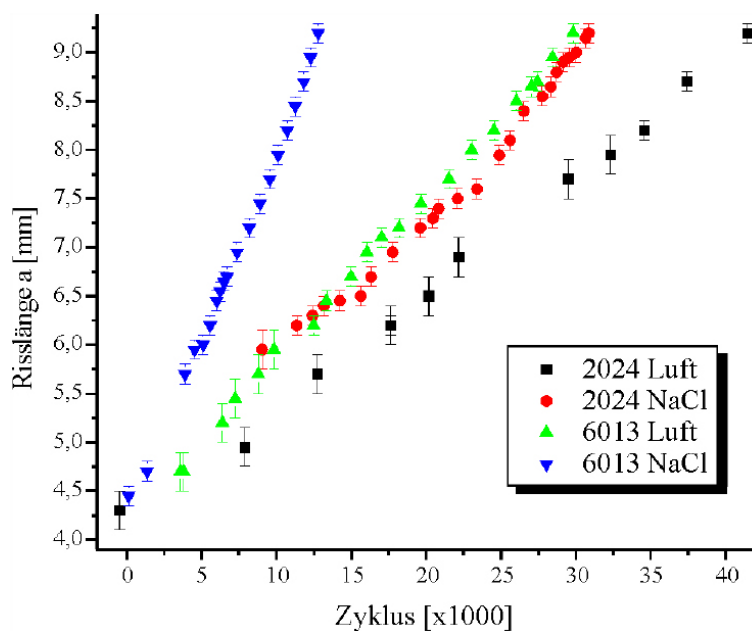
**Abbildung 4.10: Schematische Darstellung von AA6013 und AA2024.** In blau sind die Ausscheidungen, die aufgrund der unterschiedlichen Temperaturbehandlung und Legierungszusammensetzung unterschiedlich groß und unterschiedlich verteilt sind, in rot Versetzungen dargestellt [Son02].

Der Mechanismus der Freisetzung atomaren Wasserstoffs wurde in Kap. 3.1.3 beschrieben. Ein Eindiffundieren von Wasserstoff in die Probe ist möglich, wenn durch Zugspannung und Rissfortschritt frische Aluminiumoberflächen entstehen. Ansonsten würde die  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Passivierungsschicht ein Eindringen verhindern.

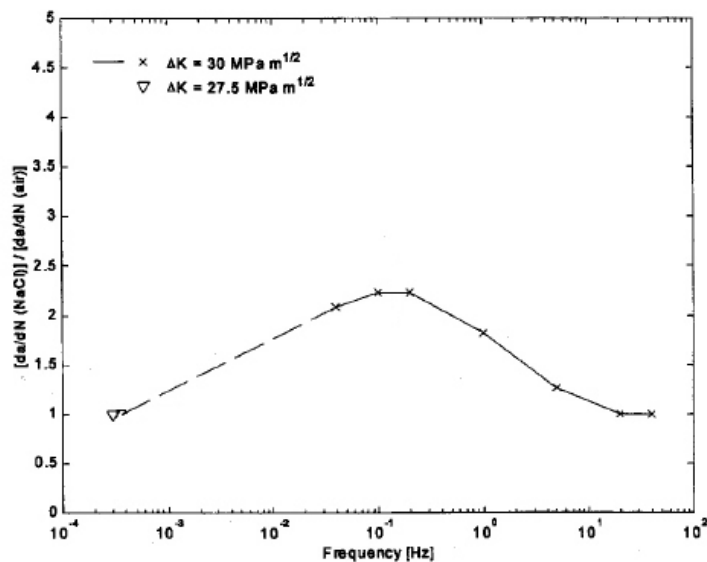
### Risswachstumsgeschwindigkeit

Beide Legierungen zeigen eine erhöhte Risswachstumsgeschwindigkeit in korrosivem Medium (Abb. 4.11 und Abb. 4.2), allerdings ist diese Erhöhung bei AA2024 wesentlich geringer (33 %) als in AA6013 (127 %) [Son02]. Der in dieser Arbeit gemessene Wert von 84 % für AA6013 stimmt damit tendenziell überein (s.Kap. 4.1). Der Unterschied ist durch die etwas anders gewählte Spannungsamplitude und Frequenz bedingt, da die Risswachstumsgeschwindigkeit von beidem abhängt.

[Haa01] und [Noc00] stellten eine frequenzabhängige Wasserstoffaufnahme, ebenso wie eine frequenzabhängige Rissausbreitungsgeschwindigkeit der Legierung AA6013 fest. Diese ist in Abb. 4.12 dargestellt. AA2024 zeigt diese Frequenzabhängigkeit nicht [Mai08].



**Abbildung 4.11: Risswachstumsgeschwindigkeit von AA6013 und AA2024 in korrosivem Medium und in Luft.** Die Risse wurden unter den Bedingungen wie die in dieser Arbeit erzeugten hergestellt, allerdings bei einer Verformungsfrequenz von 1 Hz, einer max. Kraft von 500 N und einer min. Kraft von 50 N [Son02].



**Abbildung 4.12: Risswachstumsgeschwindigkeit von AA6013 in korrosivem Medium normalisiert auf die Risswachstumsgeschwindigkeit an Luft bei 20 Hz abhängig von der Frequenz.** Zu erkennen ist ein Maximum im Bereich von  $\approx 0,1$  Hz. Nach [Noc00].



### Spannungsrissskorrosion

Spannungsrissskorrosion ist ein Korrosionsmechanismus, der bei Legierungen in unterschiedlich starkem Maße auftritt. Voraussetzungen sind zunächst eine korrosive Umgebung, sowie eine statische oder von Zugschwellspannungen überlagerte Zugspannung. Es kommt zu transkristalliner oder interkristalliner Rissbildung bis zum Bruch. Bei wasserstoffinduzierter Spannungsrissskorrosion diffundiert atomarer Wasserstoff in das Materialgefüge ein und weitet das Gitter auf, besonders in Bereichen die ohnehin offenes Volumen aufweisen und daher ein attraktives Potential darstellen (Leerstellen, Versetzungen, Phasengrenzflächen z.B. an Ausscheidungen).

### Mechanische Relaxation in AA6013 und AA2024

Die mit  $t_2$  bezeichneten Komponenten stammen aus einem Relaxationsprozess der nicht durch den Wasserstoff beeinflusst wird und auch nicht von der Legierung abhängt. Es handelt sich um eine Bewegung oder ein Ausbauchen von Versetzungen die auf Hindernisse treffen.

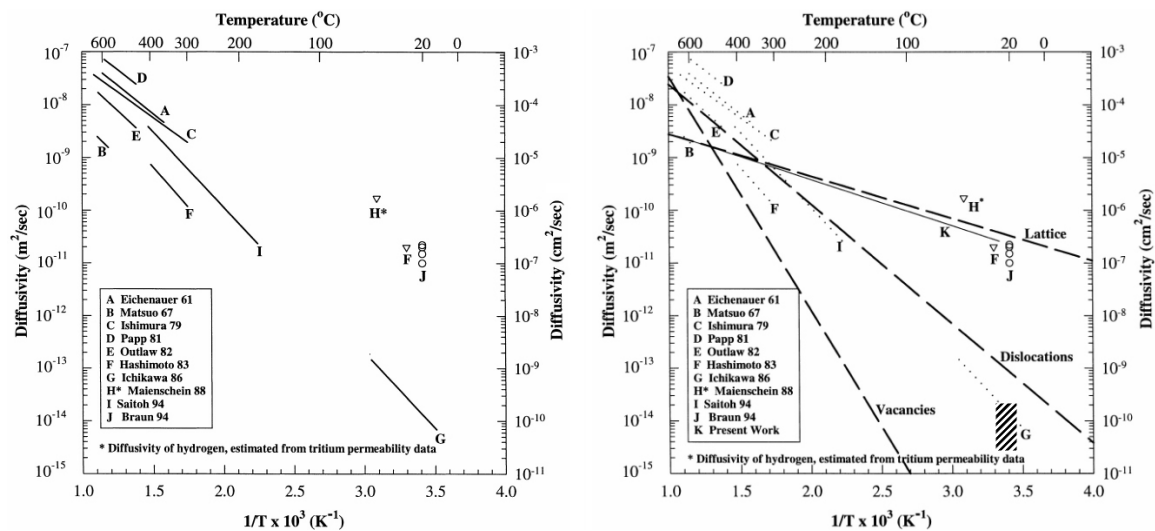
Die starke Erhöhung der Zeitkonstante  $t_1$  in AA6013 im Gegensatz zu AA2024 in korrosiver Umgebung zeigt, dass der eindiffundierte Wasserstoff einen zusätzlichen Relaxationsmechanismus einbringt. Dieser versprödet das Material und führt zu einer erhöhten Rissausbreitungsgeschwindigkeit, während der Wasserstoff in AA2024 immobil ist und daher keine (oder nur eine geringe) Wirkung dieser Art hat. Gestützt wird diese These durch das Verhalten der Amplitude, die sich um 92 % (bei AA6013 in korrosiver Umgebung) erhöht, d.h. es findet in verstärktem Maß Relaxation statt. In AA2024 verringert sich die Amplitude  $A_1$ , da der vorhandene Wasserstoff eine statische Verspannung erzeugt, die die Versetzungsbewegung behindert.

Der in die Legierungen eindringende Wasserstoff hat in beiden Fällen eine wasserstoffinduzierte Spannungsrissskorrosion zur Folge. Dies ist ein allgemeines Phänomen und daher zunächst nicht überraschend. Die Wirkung ist jedoch bei AA6013 aufgrund der Beweglichkeit des Wasserstoffs stark, während sie in AA2024 durch die Immobilität aufgrund des feinen Gefüges abgemildert wird (Abb. 4.10).

Bei größeren Ausscheidungen (AA6013) wird der Mechanismus des Versetzungsumlaufs (Orowan-Prozess) gegenüber dem Versetzungsschneiden bevorzugt. Beim Orowan-Prozess kann es zu einem Aufstau von Versetzungen vor einer Ausscheidung kommen. Dieser Versetzungsstau bietet freies Volumen, in den Wasserstoff eindiffundieren und das Gitter zusätzlich aufweiten kann. Unter zyklischer Last verlagert sich dieses freie Volumen an den Ausscheidungen und der Wasserstoff folgt durch rasche Diffusion. Dieser Prozess erzeugt sehr wahrscheinlich über die zusätzliche Gitteraufweitung den zusätzlichen Relaxationsmechanismus und ist verantwortlich für die starke Zunahme der Risswachstumsgeschwindigkeit im korrosiven Medium bei AA6013 (Abb. 4.2, 4.11 & 4.12).

Interessant wäre in diesem Zusammenhang die mittlere Diffusionslänge  $L$  die Wasserstoff in Aluminium innerhalb einer Sekunde (Größenordnung von  $t_1$ ) zurücklegt. Dies

kann jedoch nur schwer abgeschätzt werden, da die Diffusionskonstante nur ungenau bekannt ist. Außerdem ist sie stark abhängig von der Versetzungs- und Leerstellendichte im Material (Abb. 4.13) und wird durch Ausscheidungen ebenfalls beeinflusst. Da die plastische Zone sehr hohe Defektdichten aufweist, wird die Abschätzung der Diffusionskonstanten zusätzlich erschwert und variiert bei Raumtemperatur in einem Bereich von mehreren Größenordnungen. Das führt zu einer Variation der Diffusionslänge von wenigen Nanometern bis zu einigen Mikrometern pro Sekunde. Bei Raumtemperatur ist in der extrem geschädigten plastischen Zone ein Diffusionskoeffizient von  $10^{-14}$  bis  $10^{-15} \frac{m^2}{s}$  zu erwarten (schraffierte Fläche in Abb. 4.13 rechts). Daraus ergeben sich Diffusionswege von einigen hundert Nanometern die ausreichend groß sind, dass der Wasserstoff im Zeitrahmen von Sekunden der zeitlichen Veränderung der Gitterverzerrung folgen kann.



**Abbildung 4.13: Diffusionskonstante von Wasserstoff in Aluminium** von Messungen verschiedener Autoren (links). Zusätzlich als gestrichelte Linien eingetragen die durch Versetzungen und Fehlstellen dominierten Diffusionsprozesse (rechts). Die schraffierte Fläche stellt eine Abschätzung des Bereichs dar in dem man die Diffusionskonstante für die stark geschädigte plastische Zone erwarten kann. Nach [You98].

## 4.4 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit habe ich das Relaxationsverhalten der technischen Aluminiumlegierungen AA6013 und AA2024 untersucht. Zu diesem Zweck wurde der experimentelle Aufbau, die Wechselverformungsmaschine, „überholt“, d.h. die Funktion der Kraftmessdose der Apparatur überprüft, eine neue AD/DA-Steuerkarte zur Ansteuerung eingesetzt und eine neue Software zur Bedienung entwickelt. Die neuen Komponenten erlauben es nun statt mit maximal 4 Hz mit bis zu 50 Hz Wechselverformungsexperimente durchzuführen. Die neue Software bietet auch verschiedene Signalformen (Sinus, Rechteck, Dreieck, Trapez) zur Verformung. Außerdem konnte das Potential des experimentellen Aufbaus für Wechselverformungen mit starker Flankensteilheit erschlossen werden (Rechtecksignal). Dies ist die Funktion, die bei der Untersuchung anelastischen Verhaltens benötigt wird.

Es konnten zum Abschluss der Arbeit einige Messungen zum Relaxationsverhalten an den beiden genannten Al-Legierungen in normaler und in korrosiver Umgebung durchgeführt werden. Alle Ergebnisse zeigen eine qualitative Übereinstimmung mit den in [Son02] ermittelten. An dem dort beobachteten Effekt bezüglich der Relaxation bestanden bisher erhebliche Zweifel, da die experimentellen Voraussetzungen dieser Messungen unzureichend waren. Die Legierung AA6013 relaxiert in korrosiver Umgebung in stärkerem Maße als AA2024. Dies deutet darauf hin, dass ein zusätzlicher Relaxationsmechanismus auftritt. Verbindet man diese Beobachtung mit den Ergebnissen von [Zam02] über die Mobilität des eindiffundierten Wasserstoffs und den Abschätzungen zur Diffusionslänge des Wasserstoffs in der beobachteten Relaxationszeit, liegt die Vermutung nahe, dass dieser Mechanismus durch den Wasserstoff verursacht sein muss.

Die neuen Möglichkeiten der Wechselverformungsmaschine erlauben für die Zukunft weitere Untersuchungen des Relaxationsverhaltens. Interessant wäre beispielsweise eine temperaturabhängige Versuchsreihe aufgrund des starken Einflusses der Temperatur auf die Wasserstoffdiffusion. Ebenso sind Versuche zu frequenz- und signalformabhängigen Messungen denkbar, natürlich auch mit anderen Legierungen. Die Maschine kann zusätzlich als „Probenlieferant“ genutzt werden, um definiert verformte Proben für andere Experimente wie die „HSaw“ (s. [Len06]) oder die Bonner Positronen-Mikrosonde (s. [Haa03] [Hue08]) zu liefern.



# Literaturverzeichnis

- [ASM98] ASM Metals Handbook, fifth printing (1998)
- [Bar04] Bargel, H.; Schulze, G.: Werkstoffkunde, 8. Auflage, Springer-Verlag (2004)
- [Ber91] Bergmann, L.; Schaefer, C.: Lehrbuch der Experimentalphysik, Bd. 6, Festkörper (1991)
- [Dug60] Dugdale, D.: Jour. Mech. Phys. Soc. A, 8, 100 (1960)
- [Fal00] Faller, M.; Richner, P.: Sicherheitsrelevante Bauteile in Hallenbädern - Werkstoffwahl und Kontrollierbarkeit, Schweizer Ingenieur und Architekt, Vol. 118 (2000)
- [Gor35] Gorsky, W.S.: Phys. Z., Sowjetunion, 8, S. 457 (1935)
- [Got98] Gottstein, G.: Physikalische Grundlagen der Materialkunde, Springer-Verlag (1998)
- [Haa01] Haase, I.; Nocke, K.; Worch, H.; Zouhar, G.; Tempus, G.: Prakt. Metallogr. 38, S. 3, 119 (2001)
- [Haa03] Haaks, M.: Positronenspektroskopie an Ermüdungsrissen und Spanwurzeln, Dissertation, Universität Bonn (2003)
- [Haa08] Haaks, M.: persönliche Mitteilung
- [Haa74] Haasen, P.: Physikalische Metallkunde, Springer-Verlag (1974)
- [Hor01] Hornbogen, E.; Warlimont, H.: Metallkunde, 4. Auflage, Springer-Verlag (2001)
- [Hue08] Hühne, S.-M.: Einzelfehlstellennachweis mit einem Positronen-Mikrostrahl, Diplomarbeit, Universität Bonn (2008)
- [Joh92] John, V.: Introduction to Engineering Materials, 3rd ed., MacMillian Press (1992)
- [Len06] Lenk, Ch.: Ortsaufgelöster Deuteriumnachweis in metallischen Werkstoffen (2006)

- [Mai08] Maier, K.: persönliche Mitteilung
- [Maj00] Majer, G.: Die Methoden der Kernspinresonanz zum Studium der Diffusion von Wasserstoff in Metallen und in intermetallischen Verbindungen, Habilitationsschrift, Cuvillier Verlag Göttingen (2000)
- [Mit79] Mitchell, M.: Fundamentals of Modern Fatigue Analysis for Design, in [ASM98]
- [Noc00] Nocke, K.; Bergner, F.; Bersch, H.; Haase, I.; Worch, H.; Tempus, G.; Loechelt, E.: Materials and Corrosion 51, S. 628-634 (2000)
- [Oro34] Orowan, E.: Zeitschrift für Physik 89, S. 634 (1934)
- [Sch97] Schatz, G.; Weidinger, A.: Nukleare Festkörperphysik, B.G. Teubner Stuttgart (1997)
- [Sno41] Snoek, J. L.: Effect of Small Quantities of Carbon and Nitrogen on the Elastic and Plastic Properties of Iron: Physica 8, S. 711-733 (1941)
- [Son02] Sonneberger, S.: Verformungsverhalten von technischen Aluminiumlegierungen, Diplomarbeit, Universität Bonn (2002)
- [Tem01] Tempus, G.: persönliche Mitteilung an Ch. Zamponi aus [Zam02]
- [Vol89] Vollertsen, F.; Vogler, S.: Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur (1989)
- [Wid97] Wider, T.: In situ Positronenspektroskopie an ermüdetem Kupfer, Diplomarbeit, Universität Bonn (1997)
- [Wid99] Wider, T.; Maier, K.; Holzwarth, U.: Phys. Rev. B. 60 (1999), S. 179
- [Woo58] Wood, W.: Recent observations on fatigue fracture in metals, ASTM STP 237, 110-121 (1958)
- [You98] Young jr., G. A.; Scully, J. R.: The diffusion and trapping of hydrogen in high purity Aluminum, Acta mater. Vol. 46, No. 18, pp. 6337 - 6349
- [Zam02] Zamponi, Ch.: Positronenspektroskopie an plastischen Zonen in Al-Legierungen und GaAs-Wafern, Dissertation, Universität Bonn (2002)

# Danksagung

Zuerst möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. Karl Maier ganz herzlich bedanken, der mich bereitwillig in seine Arbeitsgruppe aufgenommen hat, obwohl die schon so stark besetzt war. Das Arbeiten in der entspannten Atmosphäre und bei der netten Betreuung hat großen Spass gemacht und war sehr lehrreich. Nach jedem Gespräch mit ihm habe ich entweder fachliches oder Allgemeinwissen hinzu gewonnen, außer wenn es um Fussball ging, denn davon habe ich keine Ahnung und das wird wohl auch so bleiben. Ich danke auch der „Chefin“ Frau Maier für ihre Freundlichkeit und Gastfreundschaft.

Für die bereitwillige und unkomplizierte Übernahme des Koreferats und die Möglichkeit an der ERASMUS summer school 2008 teilzunehmen danke ich Herrn PD Reiner Vianden.

Ein ganz großes Dankeschön geht an Dr. Matz Haaks von dem ich sehr viel über Positronen und Programmieren gelernt habe und der bei kniffligen Programmierproblemen immer mit Rat und Tat zur Seite stand. Für meine Software durfte ich seine in jahrelanger Arbeit entwickelte Klasse FastPlot nutzen. Außerdem habe ich dank ihm den größten Monitor im Büro. Ihm und Dr. Torsten Staab danke ich auch dafür, dass sie mit ihrer Vorlesung mein Interesse geweckt, mich in die Gruppe gelockt haben und fortan immer bereit waren bei Fragen und Problemen zu helfen.

Danken möchte ich auch der ganzen netten Maiergruppe: Leo, mit dem die Zusammenarbeit stets sehr lustig und erfolgreich war; EnMa der jede Menge gute Fotos gemacht und bei TeX-Fragen geholfen hat; Benedikt und Patrick, die die Mittagspausen sehr unterhaltsam mit lustigen Grimassen, Geräuschen und Flüchen gefüllt haben; Judith, die durch lustig-verrückte Kommentare Verwirrung und Belustigung hervorrief; Marius der Stickstofftierchendompteur; der weibliche Anteil der Shaun-Fangemeinde: Christiane und Sarah; Christiane und Christian außerdem für die schönen Skatabende und überhaupt allen, auch den mittlerweile Ehemaligen, für interessante und angenehme Gespräche beim Kuchenessen oder zwischendurch auf dem Gang, im Labor und im Büro. Ein besonderer Dank geht an diejenigen die mich in den letzten Wochen durch Korrekturlesen meiner Arbeit, das Spenden von Essen oder einfach durch das Anbieten ihrer Hilfe unterstützt haben.

Ich danke den Mitarbeitern der feinmechanischen Werkstatt und der Elektronikwerkstatt für ihre schnelle, kompetente und freundliche Hilfe bei allen kleineren und größeren Projekten.

Ebenso danke ich Frau Balci, Frau Mosblech, Frau Paus, Frau Schwenk und Frau Zapf die einem die Last des bürokratischen Papierkriegs mehr als erleichtern.

Mein abschließender Dank geht an meine Familie und Freunde die durch ihre Unterstützung, Liebe und Freundschaft mein Leben so bereichern.