



KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH GmbH

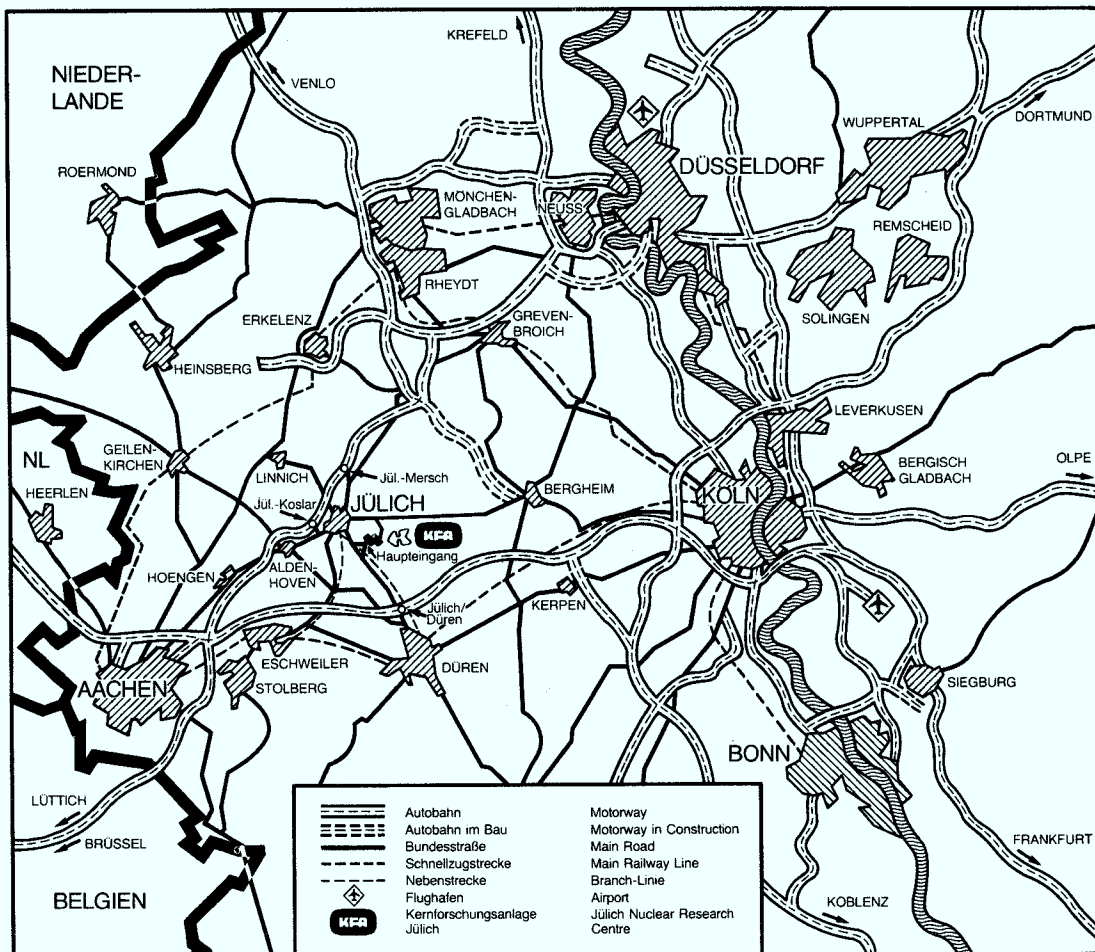
Institut für Festkörperforschung

**Flüssigmetallkorrosion
an Hüllwerkstoffen,
speziell Aluminium-Legierungen,
für Targetelemente
einer Spallations-Neutronenquelle**

von

A. Ribbens

**Jül - 2050
März 1986
ISSN 0366-0885**



Als Manuskript gedruckt

Berichte der Kernforschungsanlage Jülich – Nr. 2050

Institut für Festkörperforschung Jül - 2050

Zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich GmbH

Postfach 1913 · D-5170 Jülich (Bundesrepublik Deutschland)

Telefon: 02461/610 · Telex: 833556-0 kf d

**Flüssigmetallkorrosion
an Hüllwerkstoffen,
speziell Aluminium-Legierungen,
für Targetelemente
einer Spallations-Neutronenquelle**

von

A. Ribbens

D 82 (Diss. T.H. Aachen)

Abstract

Liquid metal corrosion and embrittlement have been investigated under conditions expected for the lead based target element of the spallation neutron source.

Emphasis has been put on the reaction between liquid lead and aluminium, as well as on the reaction of mercury, one of the spallation products, with the aluminium cladding of the target element.

Tensile tests after a pretreatment in liquid mercury show for an AlCuMg alloy a severe decrease of the ductility. For a thin sheet specimen of the Al 6061-T6 alloy a dramatic loss of the ductility was found.

Static isothermal corrosion tests show a severe attack of liquid lead on the aluminium alloys.

In cyclic loading tests of AlMgSi-alloys in mercury a decrease in cycles to fracture was found at higher stress levels, but the fatigue limit was unaffected.

Kurzfassung

In dieser Arbeit wurde Flüssigmetallkorrosion und -versprödung an Materialkombinationen des Bleitargetelementes unter erwarteten Bedingungen der Spallations-Neutronenquelle untersucht.

Ein Gesichtspunkt dabei war die Reaktion zwischen flüssigem Blei und Aluminium, der andere die Reaktion des Spallationsproduktes Quecksilber mit der Aluminiumhülle des Targetelementes.

Zugversuche nach einer Vorbehandlung in flüssigem Quecksilber zeigen für eine AlCuMg-Legierung einen deutlichen Abfall der Duktilität. Für Dünnsbandproben aus der Aluminium-Legierung Al 6061-T6 wurde ein drastischer Verlust der Duktilität gefunden.

Statische isotherme Korrosionsversuche zeigen einen starken Angriff des flüssigen Bleis auf die Aluminium-Legierungen.

In Wechsellastversuchen an AlMgSi-Legierungen in Quecksilber wurde eine Abnahme der Zyklen bis zum Bruch bei hohen Spannungsamplituden gefunden, während die Wechselfestigkeit unbeeinflusst bleibt.

Inhalt

1.	Einleitung und Problemstellung	1
1.1	Prinzipieller Aufbau der Spallations-Neutronenquelle	1
1.2	Konzeption des Targetrades	2
1.3	Belastungen der Targetelemente unter normalen Betriebsbedingungen der Spallations-Neutronenquelle	5
1.4	Belastungen der Targetelemente unter "gestörten" Betriebsbedingungen	8
1.5	Problemstellung	9
2.	Reaktionen zwischen Flüssig- und Festmetall	11
2.1	Flüssigmetallkorrosion	11
2.1.1	Mechanismen der Flüssigmetallkorrosion	11
2.1.2	Schädigungsraten der Flüssigmetallkorrosion	13
2.1.3	Anfällige Materialpaarungen	14
2.2	Flüssigmetallversprödung	14
2.2.1	Vorkommen der Flüssigmetallversprödung	16
2.2.2	Mögliche Mechanismen der Flüssigmetallversprödung	19
2.2.3	Effekte metallurgischer oder physikalischer Parameter	20
2.2.3.1	Effekte der Korngröße	20
2.2.3.2	Effekt der Temperatur	21
2.2.3.3	Effekte von Legierungselementen	22
2.2.3.4	Effekte der Härtungsmechanismen	22
2.2.3.5	Effekte durch Legieren des Flüssigmetalls	23
2.2.3.6	Oberflächenbeschaffenheit des festen Metalls	23
2.3	Schlußfolgerungen aus den Literaturdaten	24
2.3.1	Flüssigmetallkorrosion	24
2.3.2	Flüssigmetallversprödung	24
3.	Experimenteller Aufbau	26
3.1	Vorversuche	26
3.1.1	Versuche Aluminium-Legierungen / Quecksilber	27
3.1.1.1	Probengeometrie und Vorbehandlung	27
3.1.2	Versuche Aluminium-Legierungen Blei	28

3.2	Aufbau des Korrosionsversuchsstandes	29
3.2.1	Prinzipskizze und Beschreibung der Komponenten	29
3.2.2	Inbetriebnahme des Korrosionsversuchsstandes	37
3.2.3	Probenherstellung	37
3.2.4	Probenvorbereitung	37
3.2.5	Vorbereitung des Flüssigmetalls	39
3.3	Versuchsaufbau statische Korrosionsversuche an Zugproben	39
3.3.1	Probenherstellung und Geometrie	40
3.4	Versuche unter mechanischer Wechsellast	41
3.4.1	Aufbau der Versuche	41
3.4.2	Probengeometrie	46
3.4.3	Probenvorbereitung	47
4.	Auswerteverfahren	49
4.1	Bestimmung der Gewichtsänderung bei statischen Korrosionsproben	49
4.2	Optische Metallographie	51
4.3	Härtemessungen	52
4.4.	Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenanalyse	53
4.4.1	Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen an Proben aus statischen Korrosionsversuchen	53
4.4.2	Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen an Zugproben und Wechsellastproben	54
4.5	Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS)	54
4.6	Zugversuche	55
4.7	Wöhlerdiagramm	56
4.8	S/N-Diagramm nach Morrow	57
4.9	Diagramm nach Goodman	58
4.10	Messung der Rißausbreitungsgeschwindigkeit	59
5.	Ergebnisse und Diskussion	60
5.1	Vorversuche mit Tiegeln aus Aluminium-Legierungen in Kontakt mit Quecksilber	60
5.1.1	Probencharakterisierung	60
5.1.2	Ergebnisse	62

5.1.3	Härtemessungen	64
5.1.4	Interpretation der Ergebnisse	65
5.2	Statische Korrosionsversuche an Zugproben unter Einfluß von Flüssigmetall	66
5.2.1	Versuche an DIN-Rundproben	66
5.2.1.1	Probencharakterisierung	66
5.2.1.2	Zugversuchsdaten	68
5.2.1.3	Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen	77
5.2.1.4	Metallographische Untersuchungen	81
5.2.2	Statischer Korrosionsversuch an Dünnbandproben aus der AlMgSi-Legierung (6061)	82
5.2.3	Vergleich der Ergebnisse mit Literaturdaten	84
5.3	Ergebnisse der Korrosionsversuche Aluminium- Legierungen / Blei	86
5.3.1	Ergebnisse der Vorversuche Aluminium-Legierungen / Blei	86
5.3.1.1	Probencharakterisierung	86
5.3.1.2	Ergebnisse	88
5.3.2	Ergebnisse der statischen Korrosionsversuche Aluminium-Legierungen / Blei	89
5.3.3	Zusammenfassung der Resultate	111
5.4	Versuche unter mechanischer Wechsellast	115
5.4.1	Ergebnisse der Wechsellastversuche an AlMgSi0.5	118
5.4.1.1	Wechsellastversuche bei Raumtemperatur in Luft	118
5.4.1.2	Wechsellastversuche bei Raumtemperatur in Queck- silber	120
5.4.1.3	Wechsellastversuche bei 162°C in Luft	122
5.4.1.4	Wechsellastversuche bei 300°C in Luft	123
5.4.1.5	Wechsellastversuche bei 340°C in Blei	125
5.4.1.6	Wechsellastversuche eloxierter Proben bei Raumtempe- ratur in Luft	125
5.4.1.7	Wechsellastversuche eloxierter Proben bei Raumtempe- ratur in Quecksilber	129
5.4.1.8	S/N-Diagramm	130
5.4.1.9	Härtemessungen	131
5.4.2	Ergebnisse der Wechsellastversuche an AlMgSi1.0	133
5.4.2.1	Wechsellastversuche bei Raumtemperatur in Luft	133

5.4.2.2	Wechselastversuche bei Raumtemperatur in Quecksilber	134
5.4.2.3	Wechselastversuche bei 150°C in Luft	137
5.4.2.4	Wechselastversuche geätzter Proben bei Raumtemperatur in Luft	138
5.4.2.5	Wechselastversuche geätzter Proben bei Raumtemperatur in Quecksilber	140
5.4.2.6	S/N-Diagramm	141
5.4.2.7	Härtemessungen	142
5.4.3	Zusätzliche Auswertungen der Wechselastversuche an AlMgSi0.5 und AlMgSi1.0	143
6.	Zusammenfassung und Schlußfolgerungen	150
7.	Referenzen	153

1. Einleitung und Problemstellung

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit einem Teilaspekt des Materialuntersuchungsprogramms für die Targetstation des Projektes Spallations-Neutronenquelle (SNQ). Es wird daher ein kurzer Überblick über das Konzept der Spallations-Neutronenquelle gegeben, ausführlichere Darstellungen entnehme man z.B. /1,2/.

1.1 Prinzipieller Aufbau der Spallations-Neutronenquelle

Wie die schematische Darstellung in Abb.1-1 zeigt, besteht die Spallations-Neutronenquelle hauptsächlich aus zwei Komponenten:

- dem Protonenbeschleuniger
- der Targetstation

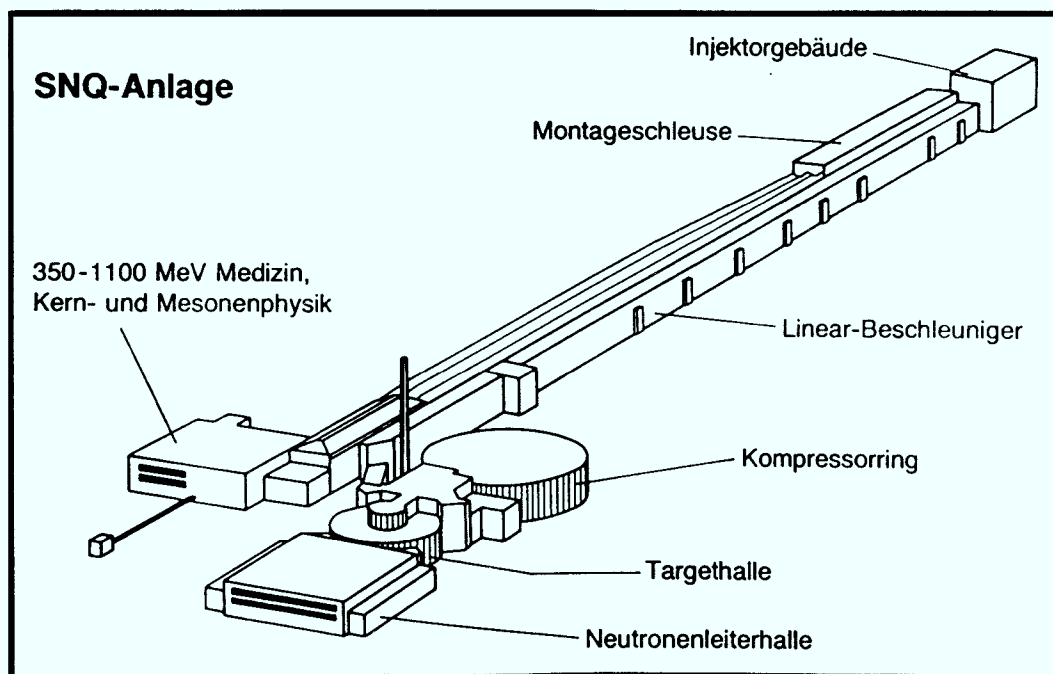


Abb.1-1 Schematische Darstellung der Spallations-Neutronenquelle

Die mittlere energetischen Protonen aus dem Beschleuniger treffen auf ein Target, wo sie die Atomkerne des Targetmaterials so anregen, daß diese

eine Vielzahl von Nukleonen (hauptsächlich Neutronen) abgeben. Nach Moderation dieser Neutronen auf thermische Energien können sie zu Forschungszwecken genutzt werden. Abb.1-2 gibt eine schematische Auflistung der möglichen Anwendungen der gewonnenen Teilchen.

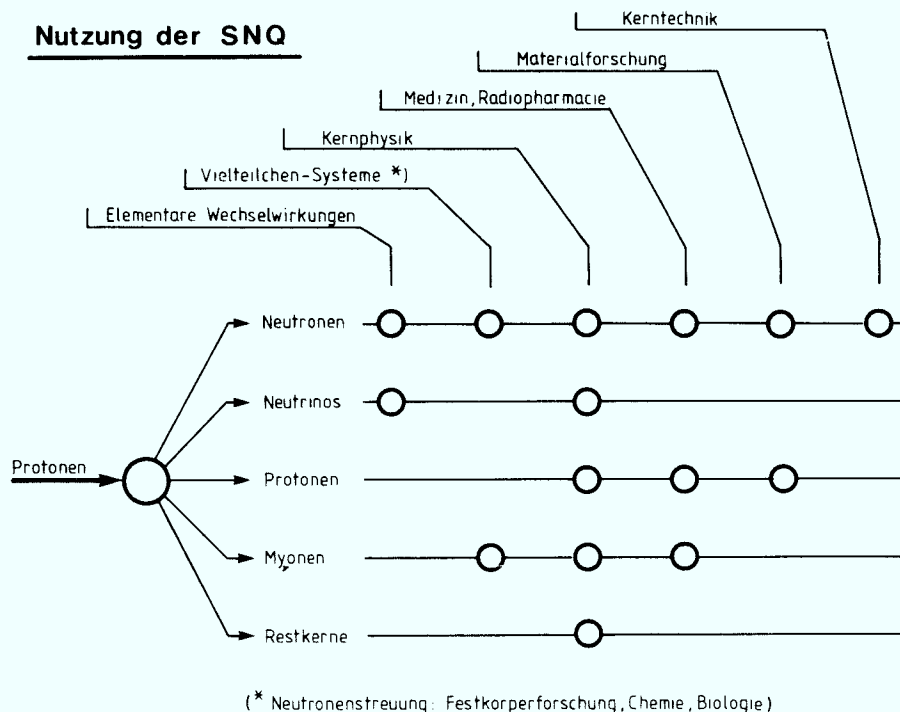


Abb.1-2 Nutzung der Spallations-Neutronenquelle

Um sehr hohe Neutronenausbeuten zu erhalten, müssen Targetmaterialien hoher Dichte eingesetzt werden. Dies sind z.B. Wolfram, Blei und angereichertes Uran.

1.2 Konzeption des Targetrades

Für das Target war wegen der hohen Protonenstrahlleistung, die die Kühlung von kompaktem stationärem Targetmaterial nicht zuließ, ein rotierendes Rad vorgesehen, wobei das Targetmaterial selbst in Form von einigen Tausend gekapselter Targetelemente über den Radumfang verteilt

sein sollte. Die Wärme- und Strahlenbelastung ist so gegenüber einem stationären Target um etwa den Faktor 200 reduziert. In Abb.1-3 ist eine schematische Darstellung des Targetrades zu sehen; die hochbelasteten Komponenten sind besonders markiert. Hohe Anforderungen sind an die Komponenten gestellt, die sich zeitweise oder dauernd im Protonenstrahl befinden:

1. ein stationäres Protonenstrahlfenster, auf das aber u.U. verzichtet werden kann,
2. das rotierende Protonenstrahlfenster (Targetradmantel)
3. die Targetelemente (Hüllmaterial, Kernmaterial, Verbund zwischen beiden)

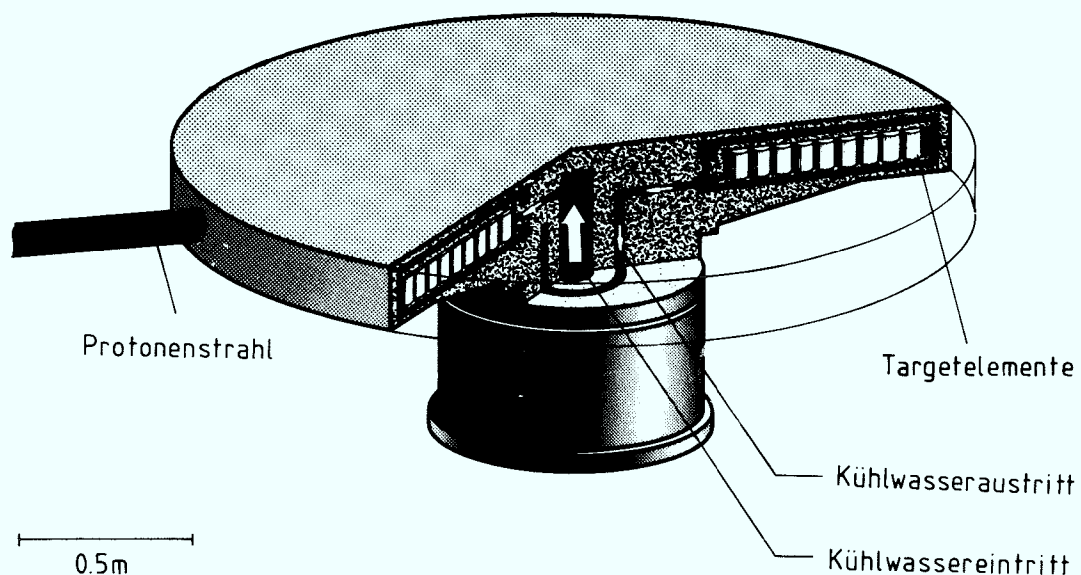


Abb.1-3 Schematische Darstellung des Targetrades

Aus diesem Grund spielt die Werkstoffauswahl eine wesentliche Rolle. Entscheidende Kriterien sind dabei:

1. geringe Anfälligkeit für Strahlenschädigung durch Protonen und Neutronen

2. hohe statische und dynamische mechanische und thermische Belastbarkeit
3. günstiges neutronisches Verhalten (geringer Absorptionsquerschnitt und niedrige Aktivierung)
4. hohe Korrosionsbeständigkeit des Hüll- und Strukturmaterials
5. gute Verträglichkeit sowohl von der Korrosions- als auch von den mechanischen und physikalischen Eigenschaften der Materialpaarungen für Hüll- und Targetmaterial
6. günstige technologische Eigenschaften (spanende Bearbeitung, Schweißbarkeit)

Mit diesen hier aufgeführten Forderungen ergibt sich die in Tab.1-1 wiedergegebene Materialauswahl, von der allerdings z.B. bezüglich der Stahlenresistenz im mittelenenergetischen Protonenstrahl bisher nur wenige Daten vorliegen. In /3/ werden erste Ergebnisse aus einem Bestrahlungsprogramm an den Aluminium-Legierungen dargestellt.

Targetmaterial	nicht spaltbar: Wolfram-Legierungen (W, Densimet 18) Blei (Pb 99.99)
	spaltbar: abgereichertes Uran, vorzugsweise -phasen-stabilisierte Legierungen wie U-10 Mo
Targetelementhülle	Aluminiumlegierungen: a) naturhart (AlMg) b) ausscheidungsgehärtet (AlMgSi)
	Zirkonlegierungen: Zircaloy-2
Targetrad-Struktur rotieren- des Strahlfenster	Aluminiumlegierungen
stationäres Strahlfenster	– Sinteraluminum-Verbundwerkstoffe SAP 7 / AlMgSi – metallische Gläser auf der Basis hochschmelzender Metalle

Tab.1-1 Vorgeschlagene Werkstoffe für hochbelastete Komponenten im Targetbereich

In /4/ wird ein Materialuntersuchungsprogramm vorgestellt, bei dem die vorgeschlagenen Werkstoffe mit und ohne Bestrahlung getestet werden.

Die vorliegende Arbeit befaßt sich mit Flüssigmetallkorrosion an Hüllwerkstoffen auf Aluminium-Basis, wie sie in Tab.1-1 vorgeschlagen wurden. Als Targetmaterial wird hier Blei betrachtet, da bei Wolfram- und Uran-Legierungen mit ihrem Schmelzpunkt weit über dem von Aluminium Flüssigmetallkorrosion nicht relevant ist.

1.3 Belastungen der Targetelemente unter normalen Betriebsbedingungen der Spallations-Neutronenquelle

Wie im vorhergehenden Abschnitt schon angedeutet, spalten sich die Belastungen der Targetelemente in folgende Hauptkomponenten, auf die im weiteren noch eingegangen wird:

1. hohe Strahlenbelastung durch mittelenenergetische Protonen und Neutronen
2. thermomechanische Wechselbelastung
3. "Korrosion" und mechanische Belastung durch Targetmaterial und Spallationsprodukte
4. Korrosion durch Kühlwasser

Über die Strahlenbelastung der Targetelemente wurde im vorhergehenden Abschnitt schon berichtet, eine ausführliche Darstellung der Problematik ist z.B. in /4/ gegeben. Die Protonen, die aus dem Beschleuniger austreten, haben in der Endausbaubaustufe eine Beschleunigungsspannung von 1.1 GeV und einen Strom von 5 mA erreicht und treffen mit dieser hohen Energie auf das Targetrad auf. Der nächste Protonenpuls trifft nicht die gleiche Stelle, trotzdem sind Wärmedeposition und Strahlenbelastung sehr hoch. Aus der Rotation des Targetrades resultiert die thermomechanische Belastung der Targetkomponenten. Es handelt sich hier um eine thermoschockähnliche Wechselbelastung, da beim Auftreffen des Protonenstrahls auf ein Targetelement die Energiedeposition schlagartig stattfindet, das Material sich aber nicht beliebig thermisch ausdehnen kann, was zu thermischen Spannungen führt. Untersuchungen zu

diesem Punkt sind ausführlich in /5/ besprochen. Die Temperaturerhöhung, die beim Auftreffen des Protonenstrahls stattfindet, ist von der Leistungsdichte im Material, von der Verweilzeit im Strahlbereich, der Wärmekapazität und der Dichte des Materials abhängig. Rechnungen der zu erwartenden Temperaturen sind in /6/ durchgeführt. In Abb. 1-4 ist ein solcher Temperaturverlauf dargestellt. Nach wenigen Umdrehungen des Targetrades ist ein quasistationäres Gleichgewicht erreicht. Der Temperaturhub an der heißesten Stelle des Bleitargets beträgt ca. 40 K. Zur Ermittlung der absoluten Temperatur muß man zu der maximalen Übertemperatur von 62 K noch die Kühlwassertemperatur von ca. 330 K hinzuaddieren, so daß man eine Maximaltemperatur von ca. 392 K erreicht. Aus den Rechnungen in /6/ ergeben sich die in der Tab.1-2 zusammengestellten Werte.

	Targetmaterial (Blei)	Targetelementhüllen (Aluminium)	Rotierendes Strahlfenster (Aluminium)
Maximaltemperatur $T_{\max} [^{\circ}\text{C}]$	123 (0.66 T_m)	91 (0.39 T_m)	74 (0.37 T_m)
Temperaturhub $\Delta T [^{\circ}\text{C}]$	42	24	11
Wiederholfrequenz der Temperaturzyklen [sec ⁻¹]	0.5		

Tab.1-2 Errechnete Werte für Temperaturen beim Normalbetrieb der Spallations-Neutronenquelle (Targetmaterial: Blei, Hüllmaterial: AlMg3; Protonen: 1.1 GeV, 5 mA); T_m Schmelztemperatur in K

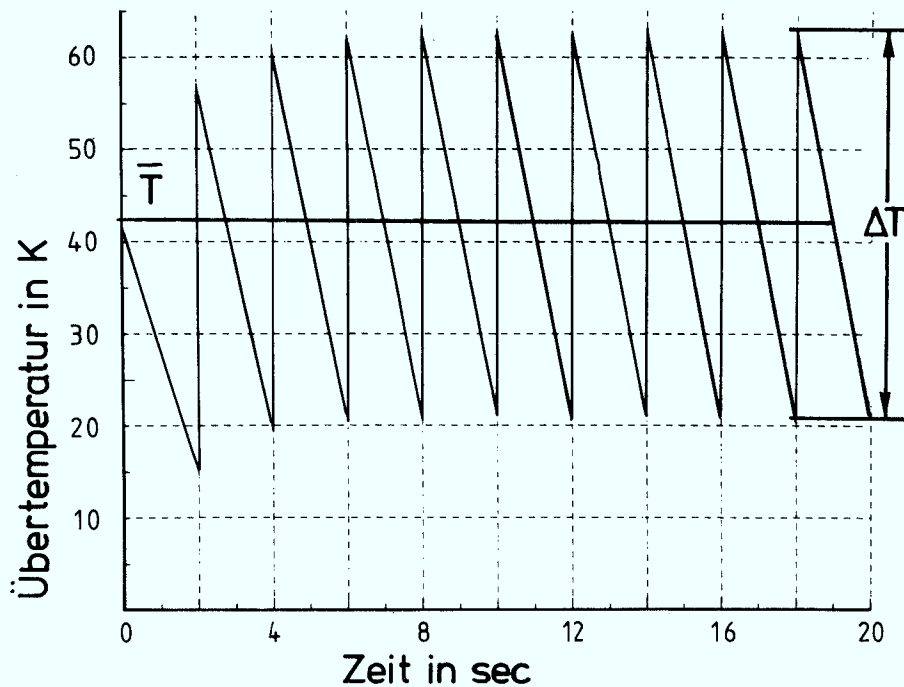


Abb.1-4 Errechneter Temperaturverlauf nach /6/; ΔT - Temperaturhub, $\bar{T}$ - mittlere Temperatur

Die gegenseitigen Einflüsse des Target- und des Hüllmaterials liegen z.B. in der Möglichkeit, Korrosionsprodukte bzw. intermetallische Phasen zu bilden oder durch unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten mechanische Spannungen zu erzeugen, bzw. die Bildung von Spalten zu initiieren, die die Wärmeabfuhr erschwert und die Temperatur ansteigen läßt. In dieser Arbeit wird der erste Punkt bezüglich des Spallationsproduktes Quecksilber betrachtet, desweiteren wird die außergewöhnliche Belastung bei unzureichender Kühlung behandelt.

Über mechanische Spannungen bzw. Bildung von Spalten wurden ausführliche Studien im Zusammenhang mit der Entwicklung des Bleitargetelementes durchgeführt, die wichtigsten Ergebnisse sind in /4/ und /7/ zusammengefaßt, im nächsten Abschnitt wird nochmal eingehender darüber berichtet.

Die Korrosion der Aluminiumhüllen durch das Kühlwasser bildete einen eigenen Schwerpunkt des Materialuntersuchungsprogramms, dessen Ergebnisse aus einem Korrosionstestkreislauf für Aluminium-Targetproben in /4/ und /8/ dargestellt sind.

1.4 Belastungen der Targetelemente unter "gestörten" Betriebsbedingungen

Mögliche Störungen der normalen Betriebsbedingungen wurden in Kapitel 1.3 schon angedeutet. Ein Ausfall der Antriebseinheit des Targetrades hätte eine Schnellabschaltung des Protonenbeschleunigers zur Folge, die innerhalb eines Protonenpulses wirksam wird. D.h. eine Temperaturerhöhung würde in dem beschriebenen Fall nicht auftreten. Das Targetrad würde vor der Wiedereinbetriebnahme überprüft werden.

Etwas Ähnliches gilt z.B. für den Fall, daß z.B. ein Leck im Kühlsystem auftritt und zumindest ein Teil des Kühlwassers verloren geht. Die Kühlung ist nicht mehr gewährleistet und man muß nach Abschaltung des Protonenstrahls mit einer erheblichen Nachwärmeproduktion rechnen, wobei Temperaturen bis ca. 500 °C erwartet werden /9/. Aus dieser Störung würde vor der erneuten Inbetriebnahme eine gründliche Überprüfung des Systems, wahrscheinlich sogar der Austausch des Targetrades resultieren.

Problematischer hingegen sind die Veränderungen, die keine Systemabschaltung zur Folge haben, weil sie z.B. nur in Teilbereichen des Targetrades stattfinden und deshalb global keine oder nur geringe Änderungen der überprüften Systemgrößen anzeigen.

Ein solcher Fall wäre z.B. die unzureichende Kühlung einzelner Targetelemente durch verstopfte Kühlkanäle; sei es durch abgelöste Teilchen oder durch mechanische Deformation einzelner Elemente. Rechnungen in /6/ zeigen zwar keine kritische Temperaturerhöhung, da im Aluminium 180 °C nicht überschritten werden und im Blei die Temperatur weit unter dem Schmelzpunkt von 327.4 °C bleibt. Hierbei wurde allerdings nur eine Herabsetzung des sonst ideal angenommenen Wärmeübergangskoeffizienten auf 1/10 angenommen. Da der Wärmeübergangskoeffizient z.B. durch natürliche Oxidschichten auf Aluminium und Blei und dem rein mechanischen Kontakt zwischen Target- und Hüllmaterial im Normalfall beim ersten Start der Anlage schon geringer wäre und sich während des Betriebes durch aufwachsende Oxidschichten auf den Targetelementen weiter verringert, müßten schon für die normalen Betriebsbedingungen höhere Temperaturen als die in Tab. 1-2 zusammengestellten angenommen werden. Das Aufwachsen der Oxidschichten wurde in einem Testkreislauf für realistische Strömungs-

verhältnisse untersucht und in /8/ dargestellt, allerdings wurde die Verringerung der Wärmeleitfähigkeit nicht zahlenmäßig ermittelt. Ist zusätzlich die Ankopplung zwischen Blei und Aluminium nicht ideal, kommt es hierdurch noch einmal zu einer Temperaturerhöhung. Geht man von einer Studie aus, die im Zusammenhang mit der Entwicklung des Blei-Targetelements durchgeführt wurde /10/, so zeigt sich, daß durch thermisches Zyklieren der ursprünglich gute Verbund zwischen Bleikern und Aluminiumhülle aufreißt und der Kern sich ganz löst. Dies kommt durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten und Temperaturen von Kern und Hülle zustande. Man würde zwar versuchen, diesen Effekt durch konstruktive Maßnahmen so weit wie möglich zu verhindern, doch läßt sich nicht ausschließen, daß bei einzelnen Targetelementen dieser unerwünschte Effekt trotzdem auftritt, und es somit zu einer Erhöhung der Temperatur im Bleikern kommt, die durch die unzureichende Wärmeabfuhr nach einigen Zyklen zum Schmelzen des Bleis führen könnte. Die Aluminiumhülle würde weiterhin durch die direkte Kühlung geringe Temperaturen im Vergleich zum Kern annehmen. Spätestens beim Erreichen des Schmelzpunktes von Blei würde sich das flüssige Blei an die kältere Hülle anlehnen und wieder erstarren. Ein solcher Vorgang würde sich periodisch wiederholen. Da der beschriebene Fall an einzelnen Targetelementen nicht feststellbar ist, wäre der Betrieb der Anlage nicht gestört und somit würde auch das Targetrad keiner expliziten Überprüfung unterzogen werden. Hieraus resultiert die Problemstellung dieser Arbeit, auf die im nächsten Abschnitt näher eingegangen wird.

1.5 Problemstellung

Die im vorigen Abschnitt besprochene Temperaturerhöhung, die zum Aufschmelzen des Bleikerns führen könnte, wirft einige Fragestellungen auf.

- Können durch den Kontakt flüssigen Bleis mit der Aluminiumhülle Versprödungs- oder Korrosionseffekte auftreten, die zu einer raschen Zerstörung des Aluminiums und somit Austritt des aktivierten Bleis und seiner Spallationsprodukte aus dem Targetelement in den Kühlkreislauf führen könnten?

- Wie wirken die Spallationsprodukte des Bleis, insbesondere Quecksilber, auf die Aluminiumhülle?

Zur Beantwortung dieser Fragen wurde zunächst ein intensives Literaturstudium betrieben, allerdings zeigten sich hier widersprüchliche Ergebnisse und eine experimentelle Überprüfung mit den für die Spallations-Neutronenquelle relevanten Materialien war unumgänglich. Die Versuche teilen sich in zwei Hauptgruppen einerseits Experimente ohne, andererseits mit mechanische Belastung. In den statischen Versuchen sollten prinzipiell die Reaktionen verschiedener Aluminium-Legierungen in Kontakt mit den für die Spallations-Neutronenquelle interessanten Flüssigmetalle getestet werden. Bei den Experimenten unter mechanischer Wechselbelastung sollten die bei den Targetelementen im Betrieb auftretenden Bedingungen nachvollzogen werden und eine Veränderung der Ermüdungseigenschaften bestimmt werden. Konzeption und Aufbau der Versuche sind in Kap. 3 ausführlich dargestellt.

2. Reaktionen zwischen Flüssig- und Festmetall

Die Reaktionen der Flüssigmetalle mit einem festen Metall werden in zwei Hauptgruppen eingeteilt:

- Korrosion durch das Flüssigmetall
- Versprödung durch das Flüssigmetall

2.1 Flüssigmetallkorrosion

Darunter wird hier der Angriff des Festmetalls durch ein Flüssigmetall im allgemeinen Sinn des Begriffs Korrosion verstanden /11/.

2.1.1 Mechanismen der Flüssigmetallkorrosion

Die Flüssigmetallkorrosion beinhaltet einige sehr bekannte Mechanismen. Einer davon ist der etwa gleichmäßige Angriff durch Löslichkeitseffekte. Hierbei spielt die Löslichkeit des festen Metalls in dem Flüssigmetall die entscheidende Rolle. Das Festmetall geht dabei in Lösung und wird so abgetragen. Ein klassisches Beispiel hierfür ist die Auflösung von festem Nickel in flüssigem Wismut.

Ein weiterer häufig auftretender Mechanismus ist die Bildung intermetallischer Phasen zwischen Fest- und Flüssigmetall. Hierbei werden durch Wechselwirkung zwischen Fest- und Flüssigmetall Oberflächenschichten und Diffusionszonen von intermetallischen Phasen oder Mischkristallen gebildet. Diese Schichten können sowohl als Barriere für die weitere Bildung der intermetallischen Phasen dienen, wie auch als lose haftende Schicht ausgebildet sein.

Die selektive Reaktion des Flüssigmetalls mit einzelnen Legierungsbestandteilen des festen Metalls führt häufig zum interkristallinen Angriff, die bis zu einer völligen Herauslösung dieses Legierungsbestandteiles führen kann. Der selektive Angriff über die Korngrenzen kann die physikalischen Eigenschaften des Materials drastisch ändern, ohne daß ein

Angriff äußerlich zu erkennen ist oder ein Gewichtsverlust bestimmt werden kann. Diese Form des Angriffs kann durch zusätzliches Anlegen einer mechanischen Belastung beschleunigt werden.

Eine weitere Form des Angriffs ist die Korrosion durch Verunreinigungen des Flüssigmetalls in stärkerem Maße als durch das Flüssigmetall selbst. Diese Sekundäranteile können z.B. Sauerstoff, Stickstoff oder Kohlenstoff enthalten, die in dem Flüssigmetall gelöst sind oder als Teil einer Komponente auftreten. Als Beispiel sei folgendes dargestellt: in einem System, in dem Sauerstoff gelöst ist, kann das feste Metall durch eine Schicht seines Oxides überzogen werden, vorausgesetzt, das eigene Oxid ist stabiler als das von dem Flüssigmetall gebildete. Die freie Energie der Oxidbildung weist darauf hin, ob die Bildung einer solchen Oxidschicht erwartet werden kann oder nicht. Wenn die Oxidschicht gut haftet, dient sie als Diffusionsbarriere, um so das Festmetall vor weiterem Angriff zu schützen. In Fällen, in denen die Oxidschicht nicht fest haftet, kann es allerdings durch ständige Neubildung zur völligen Umwandlung des Materials in sein Oxid kommen. Diese Gefahr besteht besonders unter dynamischen Bedingungen.

Die Erosions-Korrosion ist eine Form des Angriff, der hier ebenfalls erwähnt werden sollte. Es handelt sich hierbei um einen mechanischen Angriff des strömenden oder turbulenten Flüssigmetallmediums. Dadurch wird das Festmetall abgetragen, in extremen Fällen handelt es sich um Kavitation.

Obwohl Korrosion dabei nicht die entscheidende Rolle spielt, ist die Bildung von Diffusionsbindungsschichten und das Verschweißen von Festkörpern ein in der Praxis unerwünschter Effekt. Dieses "Selbstverschweißen" wird z.B. durch die Anwesenheit von Alkalimetallen gefördert und tritt verstärkt dann auf, wenn die Metalle unter Druck stehen. Der Effekt tritt um so häufiger auf, desto höher die Temperatur ist. Dieser Effekt wirkt sich besonders störend bei der Auslegung von Flüssigmetallkreisläufen aus, da die Funktionsweise der Pumpen etc. und der Temperaturbereich für den Einsatz stark beeinträchtigt werden kann.

Spezielles Interesse in Flüssigmetallsystemen besteht an einer Form von Materietransport, dem Temperatur-Gradient-Transfer. Hierbei wird natürlich vorausgesetzt, daß ein Temperaturgradient existiert und die Löslichkeit des Festmetalls in dem Flüssigmetall deutlich temperaturabhängig ist. Auch wenn die Löslichkeit gering ist, können relativ große Mengen des Materials gelöst werden, da das Material an Stellen höherer Temperatur gelöst wird und dann an Stellen niedriger Temperatur wieder abgeschieden wird. Da dieser Vorgang sich kontinuierlich wiederholt, können große Schäden entstehen, da einerseits der Korrosionsangriff an den heißen Stellen vorangetrieben wird, andererseits durch die Ablagerung des Materials an anderer Stelle Verengungen im Kreislauf auftreten können, die das System eventuell blockieren. Der Effekt ist größer als man von der Gleichgewichtslöslichkeit her erwarten würde. In manchen Systemen konnten erfolgreich Inhibitoren eingesetzt werden. Da Sauerstoff den Korrosionsangriff beschleunigt, versucht man den Sauerstoff zu binden und ein unlösliches Oxid herzustellen.

Eine weitere Art des Materietransports ist der Konzentrationsgradient-Transfer in einem System, das aus mehreren Materialien besteht. Dieser Massetransport kommt auch bei isothermen Systemen vor. Der Angriff schreitet auch dann voran, wenn die Gleichgewichtslöslichkeit des Flüssigmetalls mit einer Komponente des Metalls erreicht ist, wenn ein Legierungselement existiert, daß mit dem ersten intermetallische Phasen bilden kann. So gebildete Diffusionsschichten können, wie schon bei der Bildung intermetallischer Phasen erwähnt, als Barriere für weiteren Materietransport auftreten.

2.1.2 Schädigungsraten der Flüssigmetallkorrosion

In der Literatur /12/ ist angegeben, wie diese verschiedenen Arten des Korrosionsangriffs eingeordnet werden:

1. Erhebliche Schädigungsraten
 - a. Merkliche Löslichkeit des festen Metalls in dem Flüssigmetall
 - b. Interkristalliner Angriff

- c. Deutlicher Massetransport

- 2. Mittlere Schädigungsraten

- a. Legierungsbildung

- b. Bildung von Diffusionszwischenschichten

- 3. Geringe Schädigungsraten

- a. Entkohlung

- b. Verunreinigungsschichten an der Oberfläche

2.1.3 Anfällige Materialpaarungen

In /11/ ist die Anfälligkeit verschiedener Materialkombinationen für Flüssigmetallkorrosion in einer Übersicht angegeben. Es folgt daraus, daß Aluminium in Kombination mit folgenden Flüssigmetallen korrosionsanfällig ist. Neben den Materialkombinationen ist auch der kritische Temperaturbereich angegeben. Starke Korrosionsanfälligkeit über den gesamten Temperaturbereich wird für folgende Flüssigmetalle in Kombination mit Aluminium bzw. Aluminium-Legierungen angegeben: NaK, Li, Mg, Zn, Hg, Ga, Sn, Pb-Bi-Sn. Gegen folgende Flüssigmetalle sollen Aluminium-Legierungen bis 600°C gute Korrosionsresistenz aufweisen: Tl, Pb, Bi. Über die näheren Versuchsbedingungen sind in /11/ keine Angaben gemacht.

2.2 Flüssigmetallversprödung

Die zweite Kategorie Wechselwirkungen Flüssigmetall/ festes Metall ist die Flüssigmetallversprödung, die wie aus dem Namen hervorgeht, in einer Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften und des Bruchverhaltens des festen Metalls resultiert.

Steht ein Metall unter Einwirkung eines bestimmten Flüssigmetalls unter Zugspannung, so bricht die Probe unter Umständen schon bei Span-

nungen, die niedriger sind als die Bruchspannung in inerten Umgebungen. Zusätzlich zu der Abnahme der Zugfestigkeit, die nicht notwendigerweise bei Flüssigmetallversprödung auftritt, zeigt das versprödete Metall eine deutliche Abnahme der Bruchdehnung und der Brucheinschnürung sowie einer Änderung des Bruchverhaltens. Dieses Phänomen wird als Flüssigmetallversprödung oder in der englischsprachigen Literatur mit "Liquid Metal Embrittlement" (LME) bzw. mit "Liquid Metal Induced Embrittlement" (LMIE) bezeichnet.

Damit Flüssigmetallversprödung in der beschriebenen Form auftreten kann, müssen mindestens zwei Bedingungen erfüllt sein:

- Das Flüssigmetall muß die Oberfläche des festen Metalls benetzen.
- Das feste Metall muß unter Zugspannung stehen.

In dem Übersichtsartikel von Kamdar /14/ wird die zweite Grundbedingung näher spezifiziert. Der Autor behauptet, daß die Zugspannung unter der das feste Metall steht, so groß sein muß, daß mikroskopisch plastisches Fließen eintritt. Der Grund dafür liegt darin, daß die Rißbildung von der plastischen Deformation des unter Spannung stehenden Metalls abhängig ist. Die plastische Deformation wiederum wird durch das Flüssigmetall beeinflusst.

Hier sollte aber auch noch erwähnt werden, daß Versprödungseffekte in manchen Fällen unabhängig von der angelegten Spannung stattfinden, dabei handelt es sich allerdings um Diffusions- oder Korngrenzendiffusionsprozesse. Diese temperatur- und zeitabhängigen Prozesse werden allerdings nicht als primär für das Auftreten von Flüssigmetallversprödung verantwortlich gemacht, da in den meisten Fällen das Flüssigmetall nicht oder nur wenig in das feste Metall eindringt /13/.

Die Zugfestigkeit von Metallen wird durch Vorbehandlung in dem Flüssigmetall vor dem Zugversuch nur wenig beeinflusst /15/.

Sie ist ebenfalls unabhängig davon, ob das Flüssigmetall in reiner Form vorliegt oder mit Zusätzen des festen Metall gesättigt wurde /14/.

Häufig wird beobachtet, daß die Versprödung bei Temperaturen knapp oberhalb des Schmelzpunktes des Flüssigmetalls besonders heftig ist /13/.

In der Angriffszone des Flüssigmetalls müssen nicht unbedingt Korngrenzen liegen, damit Versprödung stattfinden kann, da auch Einkristalle durch Flüssigmetalle versprödet werden können. Der spröde Bruch erfolgt dann in Form eines Spaltbruchs /16/.

Im folgenden soll etwas näher auf die Bedingungen für das Auftreten von Flüssigmetallversprödung und auf mögliche Erklärungen des Mechanismus eingegangen werden. Zielsetzung dieser Arbeit ist die Gewinnung ingenieurmäßig verwertbarer Daten für die in Kap. 1.5 beschriebenen Bedingungen und nicht den Mikromechanismus der Flüssigmetallkorrosion bzw.-versprödung zu klären. Daher werden hier der Vollständigkeit halber einige Modelle erwähnt, bei den Auswertungen der Versuche werden diese Modelle aber nicht berücksichtigt.

2.2.1 Vorkommen der Flüssigmetallversprödung

Ein interessanter Aspekt ist, daß Flüssigmetallversprödung anscheinend nur bei speziellen Kombinationen Flüssig-/Festmetall auftritt /13,14/. Eine Untersuchung der Phasendiagramme der zu Versprödung neigenden Paarungen führt zu den folgenden empirischen Regeln, die es erlauben Vorhersagen zu treffen.

- Bilden zwei Metalle stabile hochschmelzende intermetallische Phasen im festen Zustand, so ist es unwahrscheinlich, daß sie eine Materialpaarung darstellen, die zu Flüssigmetallversprödung neigt.
- Flüssigmetallversprödung tritt nur selten bei Materialpaarungen auf, die eine deutliche gegenseitige Löslichkeit aufweisen. Der Grund dafür kann darin liegen, daß durch Zersetzungsprozesse der spröde Rißfortschritt behindert wird.

Andererseits ist es denkbar, daß bei kritischen Materialkombinationen, das feste Metall in der Nähe des Schmelzpunktes des niedriger schmelzenden so duktil ist, daß sprödes Bruchverhalten nicht möglich ist.

Wie bereits zu Beginn des Kapitels erwähnt wurde, ist eine wichtige Voraussetzung für das Auftreten von Flüssigmetallversprödung der innige Kontakt zwischen Flüssig- und Festmetall. Das Flüssigmetall muß dabei nicht nur die Oberfläche des festen Metalls benetzen, um versprödend zu wirken, sondern muß auch an der Rißspitze vorhanden sein, um ein Versagen des Werkstoffs zu verursachen. Flüssigkeiten verteilen sich üblicherweise leicht auf sauberen Metalloberflächen, d.h. wenn auch keine Löslichkeit existiert, so muß doch eine chemische Wechselwirkung zwischen Flüssig- und Festmetall stattfinden. Auf diesen Punkt wird in Kapitel 2.2.2 noch näher eingegangen. In der Literatur wurden eine Reihe Versuche unternommen, die Anfälligkeit verschiedener Materialpaarungen für Flüssigmetallversprödung vorherzusagen. So wurden z.B. die Differenz der Elektronegativität, die Mischungsenthalpie, die Atomdurchmesser oder die Grenzflächenwinkel zwischen Flüssig- und Festmetall als Parameter herangezogen. Jedoch lieferte keine dieser Methoden in allen Fällen befriedigende Ergebnisse.

In Abb.2-1 /13/ sind zwei Phasendiagramme abgebildet, die häufig bei Materialkombinationen, die zur Versprödung neigen, auftreten. Im Vergleich dazu sind in Abb.2-2 und 2-3 die Phasendiagramme von Al - Hg und Al - Pb dargestellt. Danach entsprechen diese Materialpaarungen Kombinationen, die für Versprödung anfällig sind. Al - Hg ist in der Literatur seit langem als zur Versprödung neigende Materialkombination bekannt /13/, während die Materialpaarung Al - Pb lange Zeit als unproblematisch angesehen wurde, erst in neuerer Zeit konnte die versprödende Tendenz unter bestimmten Bedingungen festgestellt werden /17,18/. In Kapitel 5 wird auf diese Problematik noch näher eingegangen.

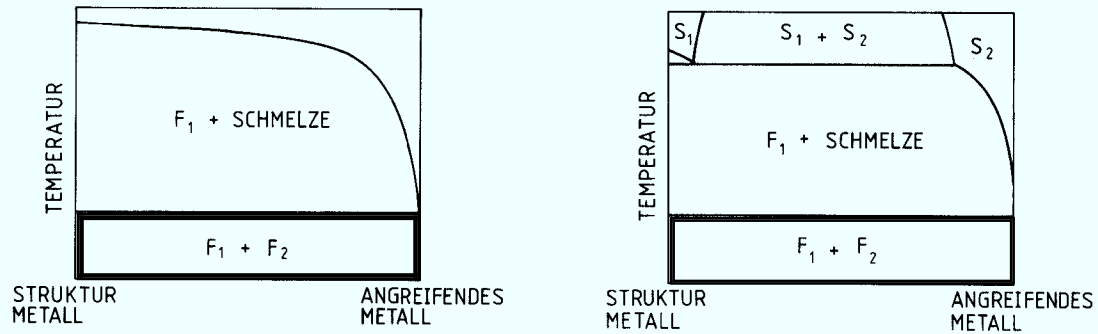


Abb.2-1 Phasendiagramme von typischerweise für Flüssigmetallversprödung anfälliger Materialkombinationen /13/; F_i - festes Metall, S_i - Schmelze

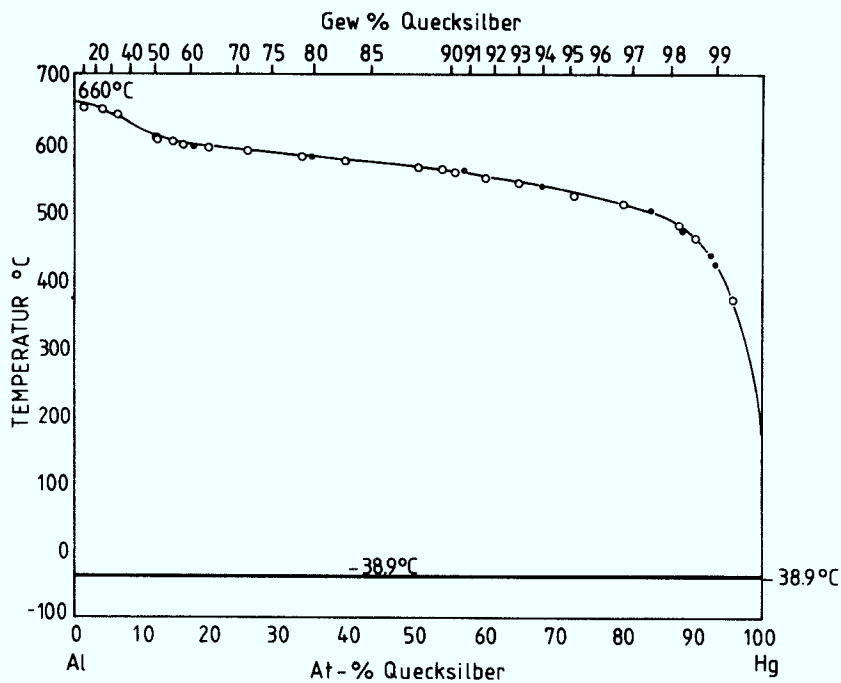


Abb.2-2 Phasendiagramm Al-Hg /19/

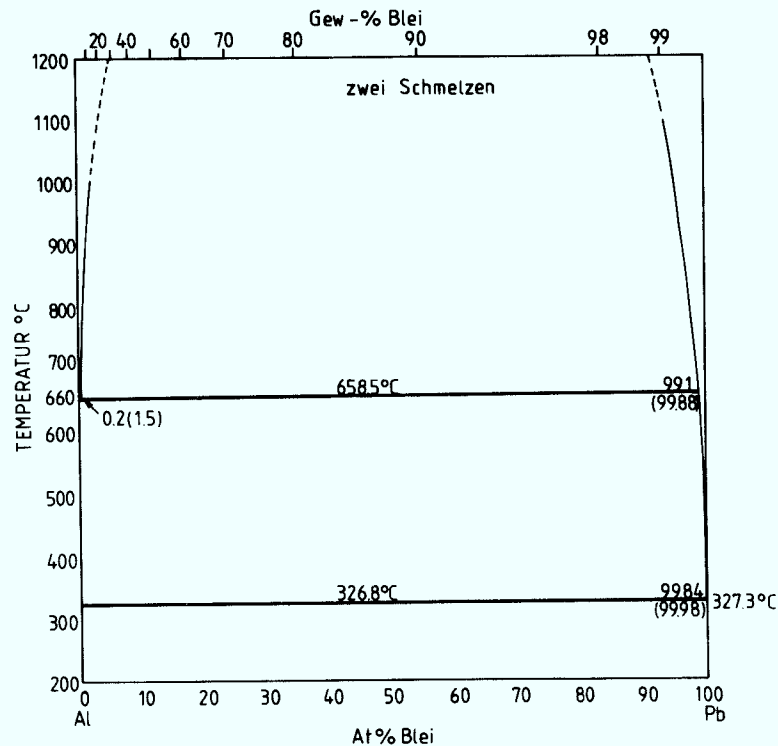


Abb.2-3 Phasendiagramm Al-Pb /19/

2.2.2 Mögliche Mechanismen der Flüssigmetallversprödung

Der Mechanismus der Flüssigmetallversprödung ist in einer Reihe Arbeiten, die z.B. in dem Übersichtsartikel von Nicholas und Old /20/ zusammengefaßt wurden, untersucht worden.

Flüssigmetallversprödung ist ein Prozeß, der aus mehreren Schritten besteht:

1. Wechselwirkungen an der Grenzfläche Flüssig- / Festmetall müssen stattfinden.
2. Das Flüssigmetall muß an die Bruchzone (Rißspitze) transportiert werden.

3. Eine Wechselwirkung zwischen Flüssig- und Festmetall muß an der Rißspitze auftreten und Rißwachstum bei niedrigeren Spannungen als in inerten Umgebungen verursachen.

Die meisten Veröffentlichungen betrachten nur den 3. Schritt, den Mikromechanismus zwischen festem und flüssigem Metall an der Rißspitze. In /21/ wird ein Modell, das einen schnellen Zersetzungsprozeß zu grunde legt, vorgeschlagen, in /22/ wird die Diffusion zu den Korngrenzen als wichtigster Mechanismus angesehen. In /23/ wird Flüssigmetallversprödung auf adsorptionsinduzierte Reduktion der Kohäsion zurückgeführt. Hier soll aber nicht näher auf den Mikromechanismus der Flüssigmetallversprödung eingegangen werden, da er zur Auswertung in Kapitel 5 nicht benötigt wird.

2.2.3 Effekte metallurgischer oder physikalischer Parameter

Einige Einflußgrößen der Flüssigmetallversprödung wurden bereits erwähnt. Hier sollen sie noch einmal ausführlicher dargestellt werden. Die gleichen Faktoren, die das Spröbruchverhalten in inerten Umgebungen beeinflussen, sind auch für Änderungen des Bruchverhaltens in Flüssigmetallumgebungen relevant.

2.2.3.1 Effekte der Korngröße

Die theoretischen Modelle, die Bruchvorgänge in Metallen beschreiben, basieren meist auf der Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Korngröße. Korngrenzen bilden Hindernisse für plastisches Fließen (Aufstau von Versetzungen). Daraus wurde in /24/ die Beziehung

$$\sigma_{UTS} \propto d^{-1/2}$$

zwischen der Zugfestigkeit σ_{UTS} und der mittleren Korngröße d abgeleitet. Diese Abhängigkeit konnte auch für Materialpaarungen beobachtet werden, bei denen Flüssigmetallversprödung auftritt /20,15/.

Bei vorverformten Proben tritt manchmal die umgekehrte Abhängigkeit auf, was mit komplizierten Beziehung zwischen der Aufstauung von Versetzungen und der Korngröße zusammenhängt /26/.

2.2.3.2 Effekt der Temperatur

Die Temperatur kann die Anfälligkeit eines Metalls für Flüssigmetallversprödung beeinflussen.

- die Rißspitze kann bei höheren Temperaturen entweder durch Ansteigen der Duktilität oder durch Zersetzungsprozesse an der Rißspitze verschlossen werden
- Kontrolle der Diffusionsrate der Flüssigmetallatome an der fortschreitenden Rißspitze

Bei manchen Materialkombinationen ist kein oder nur ein geringer Temperatureffekt festzustellen. Die Beobachtung, daß Versprödungseffekte kurz oberhalb des Schmelzpunktes besonders gravierend sind, bzw. daß die Flüssigmetallversprödung mit steigender Temperatur abnimmt, wird häufig als Indiz dafür gesehen, daß thermisch aktivierte Diffusionsprozesse bei Flüssigmetallversprödung keine Rolle spielen. Bei den meisten Materialkombinationen wird ein Spröde-Duktil-Übergang bei höheren Temperaturen beobachtet, der meist eine Unstetigkeit in der Zugfestigkeits-Temperatur-Kurve zur Folge hat. Mit abnehmender Korngröße oder steigt die Übergangstemperatur T_c des Spröde-Duktil-Übergangs.

Die Übergangstemperatur T_c hängt für manche Materialkombinationen, bei denen Flüssigmetallversprödung auftritt, nach einer modifizierten Petch-Stroh-Beziehung mit der mittleren Korngröße d zusammen /15/, wie sie für Spröde-Duktil-Übergänge in Metallen gefunden wurden.

$$T_c \propto d^{-1/2}$$

Andere Autoren geben einen logarithmischen Zusammenhang an /27/.

$$T_c \propto \log d$$

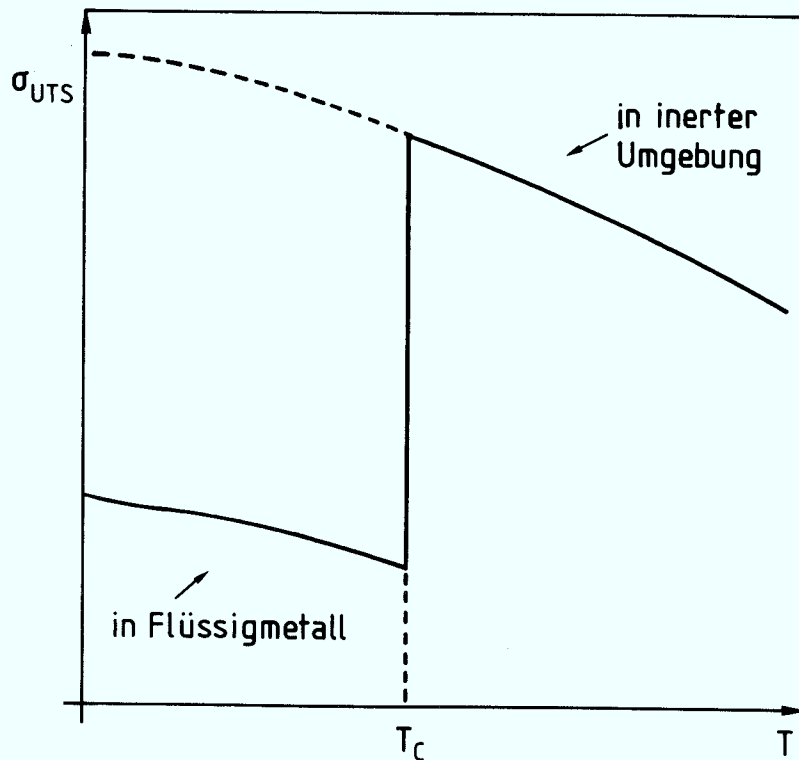


Abb.2-4 Spröde-Duktil-Übergang eines Metalls unter Einfluß von Flüssigmetall, schematische Darstellung

2.2.3.3 Effekte von Legierungselementen

Der Einfluß der Legierungselemente ist nicht vorhersehbar, denn es kann sowohl verstärkte Neigung zur Versprödung wie auch abgeschwächte auftreten. Hier spielen zu viele mikrostrukturelle Effekte eine Rolle, als daß man eine Prognose geben kann. Es besteht die gleiche Schwierigkeit, wie Vorhersagen über Neigung verschiedener Materialkombinationen zur Versprödung zu geben.

2.2.3.4 Effekte der Härtungsmechanismen

Es konnte experimentell gefunden werden, daß z.B. die Zugabe von Kupfer zu Mischkristallsystemen mit Aluminium, Zink u.a. die Anfälligkeit für Flüssigmetallversprödung in Quecksilber stark ansteigen läßt /14/. Dies wurde von einigen Autoren als Einfluß der Mischkristallhärtung auf das Versprödungsverhalten interpretiert.

Bei ausscheidungsgehärteten Legierungen ist der Versprödungseffekt bei Proben mit höherer Festigkeit stärker als bei Proben mit geringerer Festigkeit. Dies wurde in /13/ sowohl für Stähle wie auch für zahlreiche Aluminium-Legierungen nachgewiesen. Das Bruchverhalten ändert sich dabei von interkristallin zu transkristallin, wenn das Material in warmausgehärtetem Zustand vorliegt. Nach Lösungsglühen tritt wieder interkristallines Bruchverhalten auf.

Der Einfluß der Kaltverformung auf die Anfälligkeit für Flüssigmetallversprödung ist unterschiedlich. Neben einer erhöhten Anfälligkeit bei geringer Kaltverformung, kann es bei hohen Kaltverformungsgraden zu einer Abnahme der Versprödungsanfälligkeit kommen /28/. Besitzen die Legierungen kohärente Ausscheidungen ist der Versprödungseffekt stärker.

2.2.3.5 Effekte durch Legieren des Flüssigmetalls

Es existieren Legierungselemente, die als Inhibitoren wirken, aber auch solche, die den Versprödungseffekt vorantreiben.

Es gibt allerdings auch die Möglichkeit, daß bei Materialkombinationen, die alle Voraussetzungen für eine Flüssigmetallversprödung bilden, das eine Metall an dem Schmelzpunkt des niedriger schmelzenden so duktil ist, daß ein Versprödungseffekt nicht auftreten kann. Gibt man zu dem Flüssigmetall ein inertes zu, so daß der Schmelzpunkt erheblich gesenkt werden kann, so kann der Versprödungseffekt bei niedrigeren Temperaturen beobachtet werden kann.

2.2.3.6 Oberflächenbeschaffenheit des festen Metalls.

Über diesen Punkt sind in der Literatur keine Angaben gemacht, lediglich ist in /20/ die Bemerkung zu finden, daß Flüssigmetallversprödung bei Metallen, die an der Oberfläche oxidiert sind, verzögert stattfindet oder verhindert werden kann. Durch Anlegen einer mechanischen Spannung, die den Oxidfilm zum Reißen bringt, kann das Flüssigmetall mit der frischen Oberfläche des festen Metalls in Kontakt gebracht werden und so zur Flüssigmetallversprödung führen.

2.3 Schlußfolgerungen aus den Literaturdaten

Aus den in diesem Kapitel ausführlich dargestellten Literaturstudium ergeben sich folgende Schlußfolgerungen.

2.3.1 Flüssigmetallkorrosion

Aus der in Kap. 2.1 recherchierten Literatur kann nicht geklärt werden, ob die in Frage kommenden Materialpaarungen (Tab.1-1) zu Korrosion neigen oder nicht, da zu wenig Originalliteratur verfügbar war und daher die Versuchsbedingungen, in die u.a. Legierungszusammensetzung, Verunreinigungen des Flüssigmetalls, Temperatur, Oberflächenbehandlung und eventuell Fließbedingungen des Flüssigmetalls eingehen, nicht bekannt waren. Um das Korrosionsverhalten bei den relevanten Bedingungen zu klären, wurden die in Kap. 3 beschriebenen Versuche konzipiert.

2.3.2 Flüssigmetallversprödung

Über Flüssigmetallversprödung existieren eine Reihe von Arbeiten, die sich hauptsächlich damit befassen, die Grundlagen der Flüssigmetallversprödung zu klären. Die Ergebnisse dieser Versuche sind nicht übertragbar, da die Anfälligkeit z.B. durch die Legierungszusammensetzung stark beeinflusst wird. Die meisten Veröffentlichungen beschäftigen sich mit hochreinen Materialien. Über technische Legierungen existieren dagegen nur wenige Daten z.B./13,29/. Es handelt sich dabei um Legierungen, die nicht als Hüllwerkstoff der Targetelemente in Frage kommen. Meist werden Versuche unter statischen Lastbedingungen in der Literatur untersucht, es existieren kaum Arbeiten, in denen das Ermüdungsverhalten unter Flüssigmetalleinfluß beschrieben ist. In /13/ sind Ergebnisse einer zinkhaltigen Aluminium-Legierung in Quecksilber dargestellt. Hier ergibt sich eine deutliche Verringerung der Lebensdauer und eine Abnahme der Wechselfestigkeit.

Da die Auswirkungen der Flüssigmetallversprödung deutlich von der Legierungszusammensetzung abhängen, ist es unerläßlich Versuche mit definierten Bedingungen für die interessierenden Materialpaarungen durchzuführen.

Dies war ein weiterer Grund die im nächsten Kapitel beschriebenen Versuche durchzuführen.

3. Experimenteller Aufbau

Die Experimente können in mehrere Gruppen aufgeteilt werden. Ein Kriterium ist dabei, ob die Proben unter mechanischer Last dem Flüssigmetall ausgesetzt wurden oder nicht. Ein weiteres Unterscheidungskriterium ist die Zielsetzung des Versuches.

1. Statische isotherme Korrosionsversuche

a. Korrosionsversuche an Plättchen oder Tiegeln

1) Aluminium-Legierungen / Quecksilber

2) Aluminium-Legierungen / Blei

b. Korrosionsversuche an Rundzugproben nach DIN 50125 /30/

1) Aluminium-Legierungen / Quecksilber

2) Aluminium-Legierungen / Blei

2. Versuche unter mechanischer Wechsellast

a. Wechsellastversuche an AlMgSi1.0 /Quecksilber

b. Wechsellastversuche an AlMgSi0.5 /Quecksilber , Blei

3.1 Vorversuche

Im folgenden Abschnitt werden die einzelnen Versuche beschrieben und auf ihre Zielsetzung eingegangen.

Aus widersprüchlichen Angaben in der Literatur, die teilweise auf nicht näher spezifizierte Versuchsbedingungen zurückzuführen sind, ergab sich die Notwendigkeit, zunächst einfache Vorversuche aufzubauen. Aus den Ergebnissen dieser Versuche wurde dann die weitere Vorgehensweise geplant.

3.1.1 Versuche Aluminium-Legierungen / Quecksilber

Für die Versuche, die in der Aufzählung mit 1.a.1) bezeichnet werden, wurden Behälter aus Aluminium konzipiert, die 4 zylinderförmige Bohrungen aufwiesen, um 4 Tiegel (Abmaße in Abb.3-1) aus Aluminium-Legierungen aufzunehmen. Die Tiegel wurden so gefertigt, daß sie enganliegend in die Behälter paßten, um den Wärmeübergang bei Temperaturen oberhalb Raumtemperatur zu erhalten. Die Behälter konnten mit einem Heizband bis ca. 100 °C erwärmt werden, die Temperatur konnte in der Behältermitte über ein Widerstandsthermometer gemessen werden. Diese Versuchsanordnung wurde für die Materialkombination Aluminium-Legierungen / Quecksilber benutzt. Das Experiment sollte zur Klärung beitragen, ob in statischen Versuchen eine Tendenz zu Versprödungseffekten bzw. Korrosionsangriffen zu erkennen ist. In der Literatur sind die Angaben darüber unterschiedlich. Während in den meisten Arbeiten nur Kurzzeitversuche beschrieben sind, die keinen Hinweis auf eine Änderung der Materialeigenschaften geben, wurden hier Langzeitversuche durchgeführt. In einer Übersichtstabelle in /11/ ist angegeben, daß Aluminium keine Korrosionsresistenz gegenüber flüssigem Quecksilber hat, es wird allerdings nicht näher spezifiziert, ob es sich um statische oder dynamische Versuche handelt. Da die Änderungen der Materialeigenschaften, wenn Diffusionsvorgänge dabei eine Rolle spielen, nur über lange Zeiten einen merklichen Einfluß haben, wurden Langzeitversuche bei zwei Temperaturen (Raumtemperatur und 50 °C) durchgeführt. Die Versuchszeiten lagen zwischen 1000 h und 17000 h. Da die natürliche Oxidschicht Korrosionsangriff ohne äußere Spannung verhindert oder erschwert, wurden auch Versuche durchgeführt, bei denen die Oxidschicht teilweise durch Abätzen bzw. durch Aufkratzen unter der Quecksilberschicht zu entfernen bzw. zu beschädigen. Die Nachuntersuchungsmethoden und die Ergebnisse sind in den Kapiteln 4 und 5 dargestellt.

3.1.1.1 Probengeometrie und Vorbehandlung

Die Abmaße der Proben sind in Abb. 3-1 dargestellt. Die Proben wurden aus Rundstangen $\varnothing$ 15 mm gedreht und in der Mitte eine Bohrung $\varnothing$ 6 mm eingebracht. Es wurden keine besonderen Anforderungen an die Ober-

flächenqualität gestellt. Danach wurden die Proben im Ultraschallbad in Aceton entfettet und je nach Versuch geätzt. Bei einigen Versuchen wurde die Oxidschicht, nachdem das Quecksilber eingefüllt war, mit einem Diamantstift aufgekratzt.

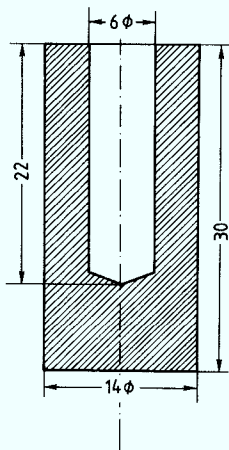


Abb.3-1 Abmaße der Tiegel für statische Korrosionsversuche mit Hg

3.1.2 Versuche Aluminium-Legierungen / Blei

Die Materialkombination Aluminium-Legierungen / Blei wurde ebenfalls zunächst in einem Vorversuch getestet, der dem Aufbau des endgültigen Versuchstandes sehr nahe kommt. Die Proben bestanden aus Blechen, mit den Abmaßen von ca. 20 × 42 mm. Die Dicke der Bleche und die Legierungszusammensetzungen sind Tab.3-1 zu entnehmen. Es wurde ein Vakuumbehälter gebaut, der einen Innenbehälter aus Aluminium enthält. Die Heizung erfolgte mittels eines Tiegelofens, in den der Behälter gestellt wurde. An einem Probenhalter, der ebenfalls aus einer Aluminium-Legierung gefertigt wurde, wurden für die ersten Vorversuch 11 Proben verschiedener Aluminium-Legierungen in der Bleischmelze getestet. Es wurde darauf geachtet, daß das Blei nur in unmittelbarem Kontakt mit Aluminium-Legierungen stand, damit nicht zusätzliche Verunreinigungen den Korrosionsangriff beeinflussen. Der Versuch sollte dazu dienen, Versuchszeiten, Temperaturen sowie die Stärke des Angriffs für weitere Versuche ungefähr abzuschätzen. Die Temperatur wurde dabei auf ca. 380 °C, die Versuchszeit in Übereinstimmung mit den bei Korrosionsversuchen üblichen Werten auf 2000 h festgelegt.

Proben- kennung	Legierung	Dicke
101	AlMg1	4.00 mm
202	AlMgSi (6063)	1.80 mm
301	AlMg1	2.05 mm
307A	AlMgSi1.0	2.07 mm
307B	AlMgSi1.0	2.07 mm
307C	AlMgSi1.0	3.45 mm
307D	AlMgSi1.0	3.95 mm
308A	AlMg2	2.45 mm
308B	AlMg2	4.05 mm
400	Al99.9	2.95 mm
403	AlMg3	2.95 mm
409	AlMgSi0.5	4.05 mm
703	AlMg3	2.05 mm
711	AlMg2.5	1.50 mm
712	AlMgSi0.8	2.05 mm
903	AlMg3	) *

*Tab.3-1 Legierungen für statische Korrosionsversuche in Blei) * unterschiedlich, da Proben schräg geschnitten*

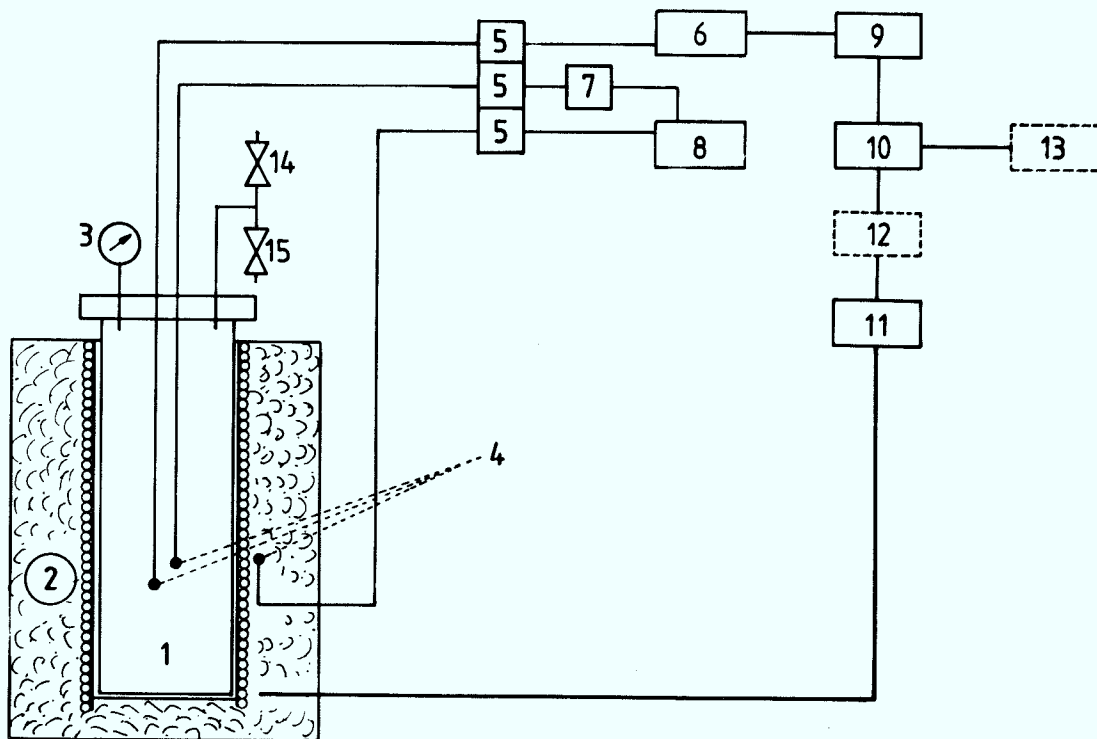
3.2 Aufbau des Korrosionsversuchsstandes

Basierend auf den Überlegungen und Ergebnissen der Vorversuche sollte ein Versuchsstand konzipiert werden, der es ermöglicht, mehrere Versuche parallel bei unterschiedlichen Temperaturen zu betreiben. Die Temperaturkonstanz sollte innerhalb des Probentiegels besser sein als bei den Vorversuchen und die Temperatur auch innerhalb des Tiegels meßbar sein und zur Temperaturregelung benutzt werden können. Eine weitere Forderung war, die Temperaturregelung besser auszulegen und eine Aufzeichnungsmöglichkeit für alle wichtigen Parameter, hauptsächlich Temperaturen und Steuerspannungen, und daher den Versuchsverlauf nachvollziehen zu können und die Versuchszeiten zwischen den Probeentnahmen genauer zu bestimmen.

3.2.1 Prinzipskizze und Beschreibung der Komponenten

In Abb.3-2 ist der schematische Aufbau des Flüssigmetallkorrosionsversuchsstandes dargestellt. Die gestrichelten Linien bedeuten, daß es sich dabei um Komponenten handelt, die später eingesetzt

wurden. Die Hauptkomponenten sind der Versuchsbehälter und der Rohrofen mit Temperatursteuerung. In Abb. 3-3 ist eine Aufnahme des Versuchstandes mit seiner Steuereinheit zu sehen.



- | | |
|---|--|
| 1. Versuchsbehälter | 9. PID-Regler |
| 2. Rohrofen | 10. Periodengruppensteuerung |
| 3. Druckanzeige | 11. Triac |
| 4. NiCr Ni-Thermoelemente | 12. elektronische Sicherheitsschaltung |
| 5. elektr. Bezugsmeßstelle | 13. Punktdrucker 6 Kanal |
| 6. Digitalmeßinstrument mit Analog =
ausgang 2V (Meßsignalverstärkung) | 14. Argon |
| 7. Anzeige in °C | 15. Pumpe |
| 8. Punktdrucker 12 Kanal | |

Abb.3-2 Schematischer Aufbau des Korrosionsversuchsstandes

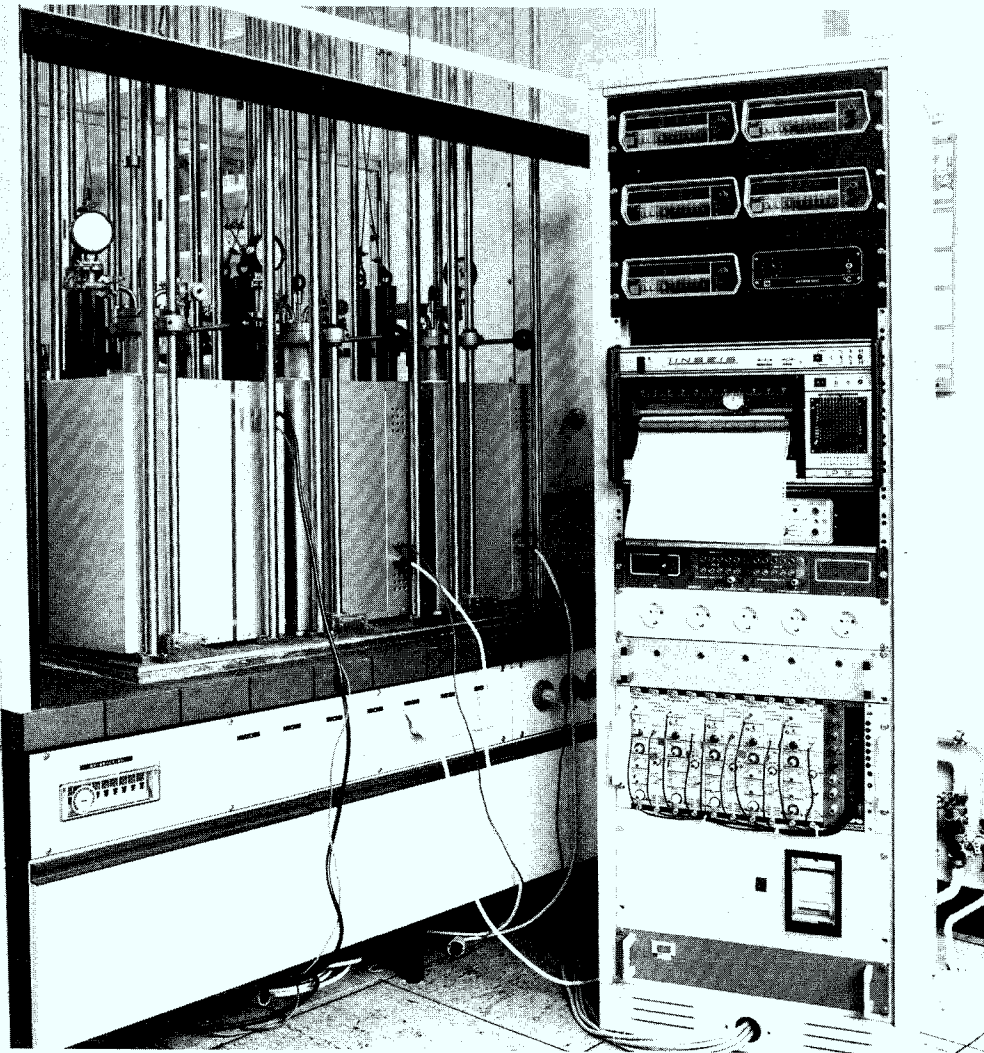


Abb.3-3 Korrosionsversuchsstand

Die Komponenten werden den Nummern aus Abb.3-2 nach einzeln besprochen.

1 Versuchsbehälter

Der äußere Versuchsbehälter besteht aus Edelstahl, der Deckelflansch hat das Maß 63 CF. In dem Edelstahltopf befindet sich ein austauschbarer Innenbehälter aus einer AlMgSi-Legierung. In den Deckelflansch sind zwei Rohre eingeschweißt, die den Anschluß einer Pumpe und einer Argonflasche über zwei Ventile zulassen. Der Deckelflansch enthält innen

ein Vorrichtung, die erlaubt, den Probenhalter mit einer Schraube zu befestigen. Die Proben werden an einer Aluminium-Flachstange befestigt und hängen im Deckelflansch. Die näheren konstruktiven Einzelheiten können der technischen Detailzeichnung entnommen werden (Abb.3-4). Der Außenbehälter einschließlich Flansch und Halterung ist aus Edelstahl gefertigt, die Teile, die in unmittelbarem Kontakt mit dem flüssigen Blei stehen, sind aus Aluminium-Legierungen gefertigt. Die Versuchseinrichtung ist so konzipiert, daß sowohl ein anderes Flüssigmetallmedium wie auch Proben aus anderen Materialien zur Untersuchung herangezogen werden können, indem Innenbehälter und Probenhalter ausgetauscht werden. Es wurde ein Einsatz gebaut, um Flüssigmetallkorrosionsuntersuchungen an kompletten Targetelementen auf Bleibasis zu untersuchen. Ergebnisse dieser Versuche werden aber nicht im Rahmen dieser Arbeit dargestellt, sondern werden zur Entwicklung und Überprüfung zerstörungsfreier Prüfverfahren benutzt /4,7/.

2 Rohrofen

Es handelt sich hierbei um einen Rohrofen, der speziell für die Geometrie und die Anforderungen des vorliegenden Anwendungsfalls konzipiert wurden. Damit das Temperaturprofil möglichst gleichmäßig über der Länge des Probenbehälters ist, wurde am unteren Ende des Rohres eine zweite Heizwicklung angebracht. Die Maximaltemperatur für Dauerbetrieb ist mit 1100 °C angegeben, der Anschlußwert beträgt 2.6 kW.

3 Manometer

An einem Rohrstutzen des Deckelflanschs ist ein mechanisches Manometer angebracht, es dient dazu den leichten Argonüberdruck zu überprüfen, der beim Fluten eingestellt wird. Normaler Arbeitsbereich nach dem Abpumpen mit einer Vorpumpe ist ca. 10^{-2} - 5×10^{-3} mbar.

4 Thermoelemente

Die Temperaturmessung und Regelung erfolgt über NiCr-Ni Thermoelemente. Ein Thermoelement befindet sich direkt an der Heizwicklung des Rohrofens, um die Ofentemperatur zu kontrollieren und normalerweise auch zu regeln. Die beiden anderen sind im Deckelflansch des Probenbehälters eingeklebt und ermöglichen die Temperaturmessung unmittelbar am Probenhalter bzw. an den Proben. Eines dieser

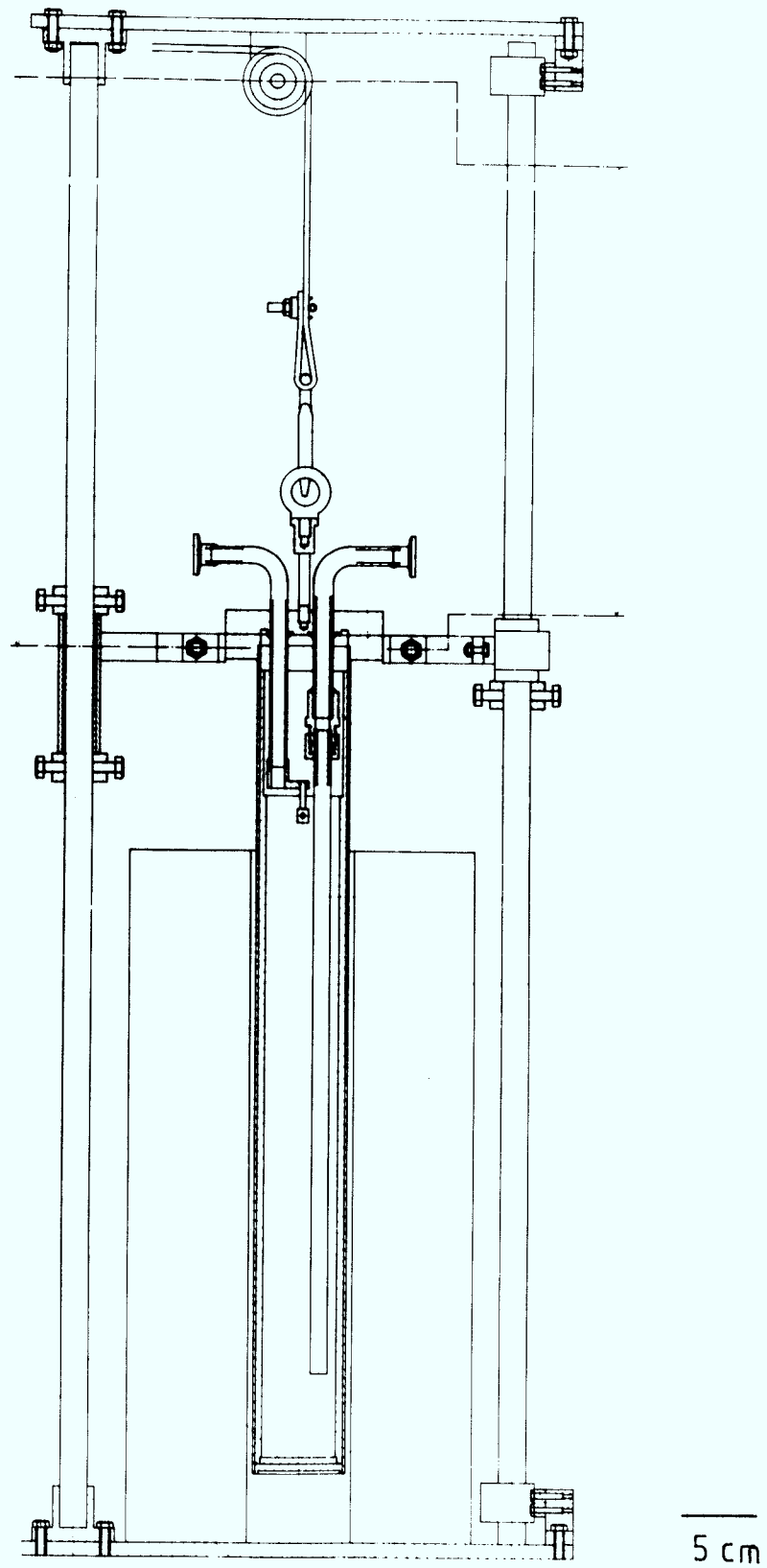


Abb.3-4 Technische Zeichnung des Versuchsplatzes

Thermoelemente wurde zur Temperaturregelung benutzt, da die Temperatur im Probenraum entscheidend für den Versuch ist und nicht die Ofentemperatur, besonders da das System sehr träge reagiert, wäre es schwierig den gewünschten Temperaturwert an den Proben einzustellen. Die Problematik, die sich dadurch ergibt, daß das Thermoelement im flüssigen Blei hängt, wurde berücksichtigt. Besonders bei Langzeitversuchen können sich Meßwertänderungen z.B. durch Oxidbildung oder Korrosionsangriff ergeben. Die Versuche bestätigen aber, daß diese Schwankungen kaum ins Gewicht fallen.

5 Elektronische Bezugsmeßstelle

Bei der Temperaturmessung durch Thermoelemente ist es notwendig eine Bezugsmeßstelle, die 0 °C entspricht, zu haben. Bei dem vorliegenden Versuchskonzept wird die Vergleichsspannung elektronisch erzeugt und die Thermospannung so korrigiert. Daher ist es möglich, die gemessenen Spannungswerte direkt mit Temperaturen zu vergleichen.

6 Digitalmeßgerät mit Analogausgang

Es wurden Vielfachmeßinstrumente mit digitaler Anzeige zur Erfassung der Thermospannung eingesetzt, die Anzeige ist in mV, muß also über eine Vergleichstabelle NiCr Ni Thermoelemente in °C umgerechnet werden. In den Meßinstrumenten wird das Eingangssignal umgeformt und auf einen Ausgang mit einer Analogspannung von maximal 2 V gelegt. Mit diesen Meßinstrumenten konnte sowohl die korrigierte Thermospannung des steuernden Thermoelementes abgelesen werden, wie auch das Meßsignal so weiterverarbeitet werden, daß es für die weitere Steuerung als Eingangsgröße verwendbar war, bzw. auf dem Schreiber im Volt-Bereich mitprotokolliert werden konnte.

7 Anzeigegerät für NiCr-Ni-Thermoelemente

Mit diesem Anzeigegerät konnte die Thermospannung direkt in °C abgelesen werden. Eine eingebaute elektronische Bezugsmeßstelle sorgte direkt für die Nullpunktkorrektur des Meßwertes. Das Gerät hat 12 Eingangskanäle, die nur nacheinander angezeigt werden können. Die Wahl des Anzeigekanals erfolgt durch einen Drehschalter. Dieses Gerät besitzt auch einen Analogausgang, der aber nur für den angezeigten Kanal verfügbar und weiterverarbeitbar ist.

8 12-Kanal-Punktendrucker

Mit diesem 12-Kanal-Punktendrucker wurden in Zeitabständen, die zwischen 1 und 99 sec einstellbar sind, die Meßwerte der einzelnen Kanäle nacheinander ausgedruckt. Normalerweise wurden über den Punktendrucker die Ofentemperatur und die über die Meßinstrumente verstärkten Thermospannungen, die zur Temperatursteuerung benutzt wurden, ausgegeben. Die Meßwertaufzeichnung dient dazu:

1. die Temperaturkonstanz über lange Zeiten zu kontrollieren
2. die Entnahmezeiten und somit die Versuchsdauer für die einzelnen Proben genau nachzuvollziehen
3. kurzzeitige Temperaturänderungen zu erkennen und somit einzelne Versuche eventuell aus der Auswertung auszuschließen.

9 PID-Regler

Der PID-Regler hat einen Istwerteingang für Analogspannungen, deren Maximalspannung von 0.05 bis 2 V einstellbar ist. Der Sollwert kann entweder extern zum Beispiel durch einen Rampengenerator vorgegeben werden oder an einem Wendepotentiometer fest eingestellt werden. Weiterhin kann der Proportionalbereich stufenlos zwischen 0.5 und 20% des vorgewählten Istwerts variiert werden. Mit dem Proportionalbereich wird der Bereich eingestellt um den der Sollwert den Istwert unterschreiten darf bis der Regler die Stellgröße zu 100 % öffnet. Außerdem sind Vorhalte- und Nachstellzeiten einstellbar. Die Nachstellzeit dient zur Einstellung der Integrationskonstante, die Vorhaltezeit zur Einstellung der Differentialzeitkonstanten. Der Regler funktioniert wie im folgenden beschrieben wird. Der Istwert wird mit dem am Wendepotentiometer eingestellten oder extern vorgegebenen Sollwert verglichen. Am Ausgang erscheint die Stellgröße als Analogsignal (0 - 10 V). Die Charakteristik des Stellwertes als Funktion der Abweichung vom Sollwert entspricht einem Proportional- (P), einem Proportional-Integral (P-I), einem Proportional-Differential (P-D) oder einem Proportional-Integral-Differential- Regler (PID). Bei dem Korrosionsversuchsstand wurden die Regler meist im Proportionalbereich betrieben, da das für eine gute Temperaturkonstanz ausreichend war.

10 Periodengruppensteuerung

Die Analogausgangsspannung, die von dem PID-Regler abgegeben wird, wird als Eingangsspannung benutzt, deren Spannungsbereich bis 10 V oder als positive oder negative TTL-Logik vorwählbar ist. Am Ausgang kann die getastete Steuerspannung abgegriffen werden. Aus dem Meßbereich und der anliegenden Steuerspannung ergibt sich das Verhältnis zwischen der Öffnungs- und der Sperrzeit.

11 Triac (triode alternating current switch)

Diese elektronischen Bausteine sind normalerweise in die Periodengruppensteuerung integriert, da aber eine hohe Leistung geschaltet werden muß, mußten die Bausteine in einem eigenen Einschub untergebracht werden. Die getaktete Spannung wird somit als Steuerspannung für die Triacs benutzt, weiterhin ist 220 V Wechselspannung als Eingang erforderlich. Am Ausgang steht die geregelte Wechselspannung an. Die Durchschaltung erfolgt zur Vermeidung von Funkstörungen immer im Nullpunkt. Die Periodendauer ist auf 2 sec eingestellt, d.h. bei Tastverhältnis 1 : 1 wird der Durchgang jeweils für eine Sekunde geöffnet und gesperrt.

12 Elektronische Sicherheitsschaltung

Diese Sicherheitsschaltung wurde eingebaut, nachdem wegen eines Thermoelementbruchs die Temperatur unkontrolliert anstieg und somit der Versuch nicht mehr auswertbar war. Die Schaltung überprüft, ob über eine fest eingestellte Zeit der Tastgrad der Periodengruppensteuerung 100% beträgt, was einen starken Temperaturanstieg zur Folge hätte. Falls die maximal zulässige Zeit überschritten wird, in der der Tastgrad 100% ist, schaltet die Sicherheitsschaltung den Ofen durch Sperren des Triacs ab. Im Falle des gewollten schnellen Aufheizens des Ofens, z.B. beim Neustart kann die Schaltung mittels eines Schalters überbrückt werden.

13 6-Kanal-Punktendrucker

Es handelt sich hierbei um einen kleinen Punktendrucker, der einen festen Eingangsspannungsbereich von 0 - 10 V umfaßt. Die Druckfrequenz ist ebenfalls fest vorgegeben. Mit diesem Punktendrucker wurde die Analogspannung des PID-Reglers aufgezeichnet.

3.2.2 Inbetriebnahme des Korrosionsversuchsstandes

Nach der Inbetriebnahme des Korrosionsversuchsstandes wurde zunächst das günstigste Regelverhalten der Temperatursteuerung ermittelt. Der Proportionalbereich wurde auf ca. 5 % und Vorhalte- und Nachstellzeiten nach längeren Testphasen ausgeschaltet, d.h. die Regler wurden im Proportionalbereich betrieben. Die Sollspannung, die mit dem Wendepotentiometer in % der Maximalspannung angegeben wurde, mußte so bestimmt werden, daß die gewünschten Sollwerte bei Versuchsbeginn sofort eingestellt werden konnten. Hier ergaben sich Differenzen zwischen den einzelnen Reglern. Ein Problem ergab sich bei Thermoelementbruch wie es bei der Beschreibung der elektronischen Sicherheitschaltung schon erwähnt wurde. Bei Thermoelementbruch wird die Thermospannung $\approx 0 \text{ V}$ an das Meßgerät weitergegeben und dadurch liegt ein Istwert von $\approx 0 \text{ V}$ an dem PID-Regler an, die Periodengruppensteuerung gibt daher eine Steuerspannung mit Tastgrad $\approx 100 \%$ ab, was in einem starken Temperaturanstieg resultiert. Die elektronische Sicherheitsschaltung konnte solche Fälle vermeiden, allerdings konnte bei einem Ausfall des Triacs nicht abgeschaltet werden.

3.2.3 Probenherstellung

Die Plättchen aus Aluminium-Legierungen wurden aus Blechen unterschiedlicher Dicken geschnitten mit den Abmaßen $20 \times 42 \text{ mm}$. Legierungen und Kennungen sind in Tab.3-1 aufgeführt. Die Kanten wurden nachgeschliffen und zwei Befestigungslöcher mit einem Durchmesser von 1 mm in die Proben gebohrt.

3.2.4 Probenvorbereitung

Die Proben wurden im allgemeinen entweder nach Verfahren A oder B, die nachstehend aufgelistet sind, behandelt.

A) Beizen

1. Entfetten in Aceton im Ultraschallbad

2. Entfetten in Frigen im Ultraschallbad
3. Ultraschallbehandlung in einer alkalischen Lösung
4. Beizvorgang in einem alkalischen Gemisch unter Zusatz von HNO_3
5. Spülen in normalem H_2O
6. Passivieren in HNO_3
7. Spülen in H_2O
8. Abwischen
9. Im Heißluftstrom trocknen

B) Ätzen

1. Entfetten im Ultraschallbad in Aceton
2. Trocknen
3. Ätzen in einer NaOH Lösung 11 g NaOH auf 100 ml H_2O
4. Spülen mit H_2O
5. Spülen mit Alkohol
6. Trocknen

Nach dieser Behandlung wurden die Proben nur noch mit Handschuhen angefaßt und mit Niobdraht (Nb 99.99%) an dem Probenhalter befestigt. Die Probenhalter hatten je Probe zwei Löcher, durch die der Draht durchgefädelt werden mußte, auf der Rückseite wurde er, um die Proben zu fixieren, verdreht. Niob wurde deshalb als Befestigungsmaterial gewählt, weil es von Blei nicht angegriffen wird und den im Blei gelösten Sauerstoff bindet und dabei allerdings versprödet (Kap. 5).

3.2.5 Vorbereitung des Flüssigmetalls

Die Bleistücke wurden in konzentrierter HNO_3 geätzt, anschließend getrocknet und dann unter Zustrom von Argon im Probenbehälter geschmolzen. Es wurde versucht den Oxidationsprozeß an der Oberfläche möglichst gering zu halten, es wurden aber keine gesonderten Maßnahmen zur zusätzlichen Reinigung des Bleis durchgeführt, da der Bau einer Reduktionsanlage sehr aufwendig gewesen wäre und im Fall der Targetelemente auch keine zusätzliche Reinigung des Targetmaterials stattgefunden hätte. Nachdem genügend Flüssigmetall vorhanden war, und das an der Oberfläche gebildete Oxid entfernt war, wurde der Deckelflansch mit dem Probenhalter und den Proben auf den Behälter aufgesetzt und die Schrauben angezogen. Der Ofen wurde ausgeschaltet und der Probenbehälter abgekühlt, danach wurde mit der Drehschieberpumpe ein Vorvakuum von ca. 10^{-2} mbar erzeugt. Wechselweise wurde dann mit Argon 99.99 geflutet und dann abgepumpt. Nach mehrmaligen Abpumpen / Fluten wurde ein Argondruck von knapp 1000 mbar eingestellt und die Temperaturregelung wieder eingeschaltet. Der Versuchsstand wurde bei Temperaturen zwischen 335 °C und 400 °C betrieben, die Parameter der Versuche sind in Kapitel 5 näher dargestellt. Die Versuchszeiten wurden so gewählt, daß die maximale Versuchsdauer ca. 2500 h betrug, aber in Abständen von 100 - 250 h Proben entnommen wurden.

3.3 Versuchsaufbau statische Korrosionsversuche an Zugproben

Der Aufbau der Versuche an Zugproben ist dem bereits für die Vorversuche Aluminium-Legierungen / Blei beschriebenen sehr ähnlich. Lediglich die Größe des Behälters ist unterschiedlich und der Probenhalter ist der Form der Proben angepaßt. Der innere Einsatz besteht aus zwei Platten mit aufgesetzten ca. 15 mm hohen Hülsen, in die die Zugproben eingesetzt werden konnten. Die Deckelplatte wurde so auf die Proben aufgesetzt, daß die Proben senkrecht zwischen den Platten standen. Die obere Platte wurde mit zwei Schrauben fixiert und in den Versuchsbehälter gesenkt.

3.3.1 Probenherstellung und Geometrie

Es wurden Zugproben nach DIN 50125 verwendet mit den Abmaßen $d_0=10$ mm, $L_0 = 5 d_0$ (Abb.3-5).

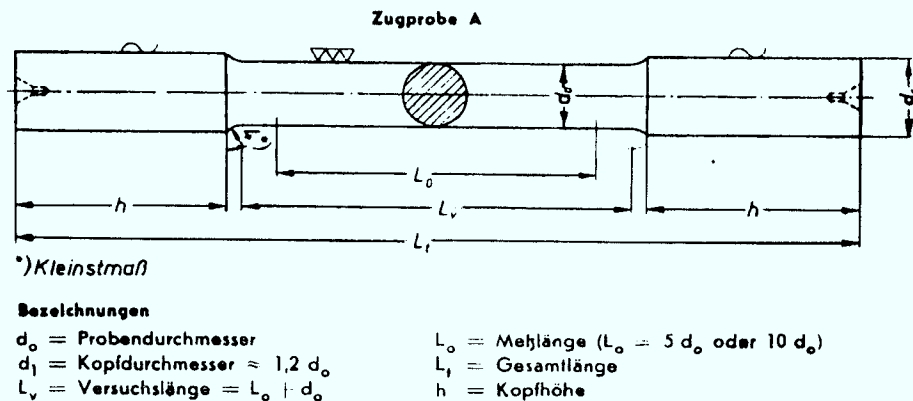


Abb.3-5 Rundzugprobe nach DIN 50125

Die Proben wurden aus Rundstäben mit einem Durchmesser von 15 mm gedreht. Vor dem Versuch wurden die Proben in Aceton entfettet. Die eingesetzten Legierungen sind in Kapitel 5.2.1 aufgeführt.

Die Probengeometrie der Dünnbandproben ist in Abb.3-6 dargestellt, das Herstellungsverfahren ist in /5/ dargestellt.

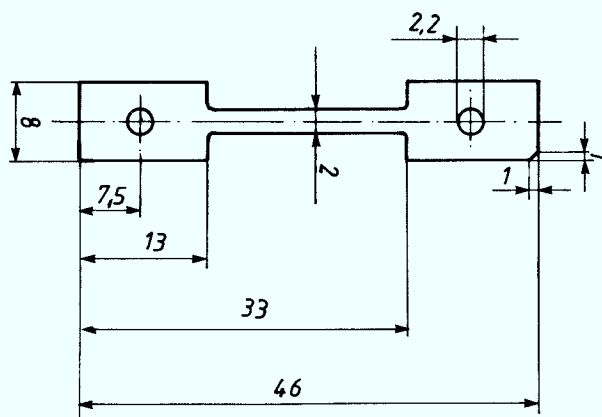


Abb.3-6 Geometrie der Dünnbandproben; Maße in mm

3.4 Versuche unter mechanischer Wechsellast

Die Targetelemente stehen während des Betriebes der Spallations-Neutronenquelle unter thermischer Wechsellast, die einem Temperaturhub wie in Kapitel 1.3 Tab.1-4 angegeben entsprechen. Apparaturen zur Messung des thermischen Wechsellastverhaltens existieren zwar mittlerweile, waren aber für die hier beschriebenen Versuche weder verfügbar noch geeignet. Die in /5/ beschriebene Apparatur dient der Ermittlung thermischer Ermüdungskurven von Dünnbandproben, die mit direktem Stromdurchgang aufgeheizt werden und ist deshalb nicht ohne weiteres für den Fall Aluminium-Proben im Flüssigmetallmedium anwendbar. Die in /31/ beschriebene Apparatur wäre zwar von der Probengeometrie her geeignet, da die thermische Wechsellast durch verschieden temperierte Wärmeträger, die durch eine innere Bohrung der Probe fließen, aufgebracht wird. Der entscheidende Nachteil des Verfahrens ist, daß die Methode sehr langsam ist (ca. 30 sec/Zyklus) und deshalb Ermüdungskurven bis zu hohen Zyklenzahlen nicht gefahren werden können.

Es wurde deshalb als Alternative mechanische Wechsellastversuche eingesetzt, die ebenfalls eine verwertbare Datenbasis liefern. Die höheren Frequenzen ermöglichen die Aufnahme kompletter Wöhlerkurven innerhalb relativ kurzer Zeiten. Da die Targetelemente im Normalfall keiner zusätzlichen axialen Zugbelastung unterliegen, wurden die Experimente im Zug-Druck-Bereich gefahren. Da die Datenbasis für die hier benutzten AlMgSi-Legierungen besonders bei höheren Temperaturen sehr unvollständig ist, wurden sowohl die Wöhlerkurven in Luft als Referenzdaten und im Flüssigmetallmedium ermittelt. Weiterhin wurde eine Temperaturabhängigkeit der Wechselfestigkeit ermittelt. Über diese Punkte wird noch ausführlicher in Kapitel 5 berichtet. Hier soll zunächst nur der Aufbau der Versuche und die benutzten apparativen Einrichtungen näher beschrieben werden.

3.4.1 Aufbau der Versuche

Für diese Versuche wurde ein beheizbarer Behälter konstruiert, in dem die Wechsellastprobe unter Einwirkung des Flüssigmetalls ermüdet werden kann. Die technische Zeichnung in Abb.3-7 gibt genauen Aufschluß über

die Konzeption des Behälters und der Probe. Der Zusammenbau der Probenbehälter erfolgt so, daß erst die Proben in die Einspannstücke geschraubt wird, wobei die Membran bereits zwischen Probe und Einspannstück geklemmt wird. Danach wird erst der Behälter aufgeschoben und befestigt. Würde die Probe in einen nur einseitig offenen Behälter eingeschraubt, ließe sich unter Umständen Beschädigungen nicht vermeiden. Die Einfüllung des Flüssigmetalls erfolgte immer im komplett zusammengebauten Zustand.

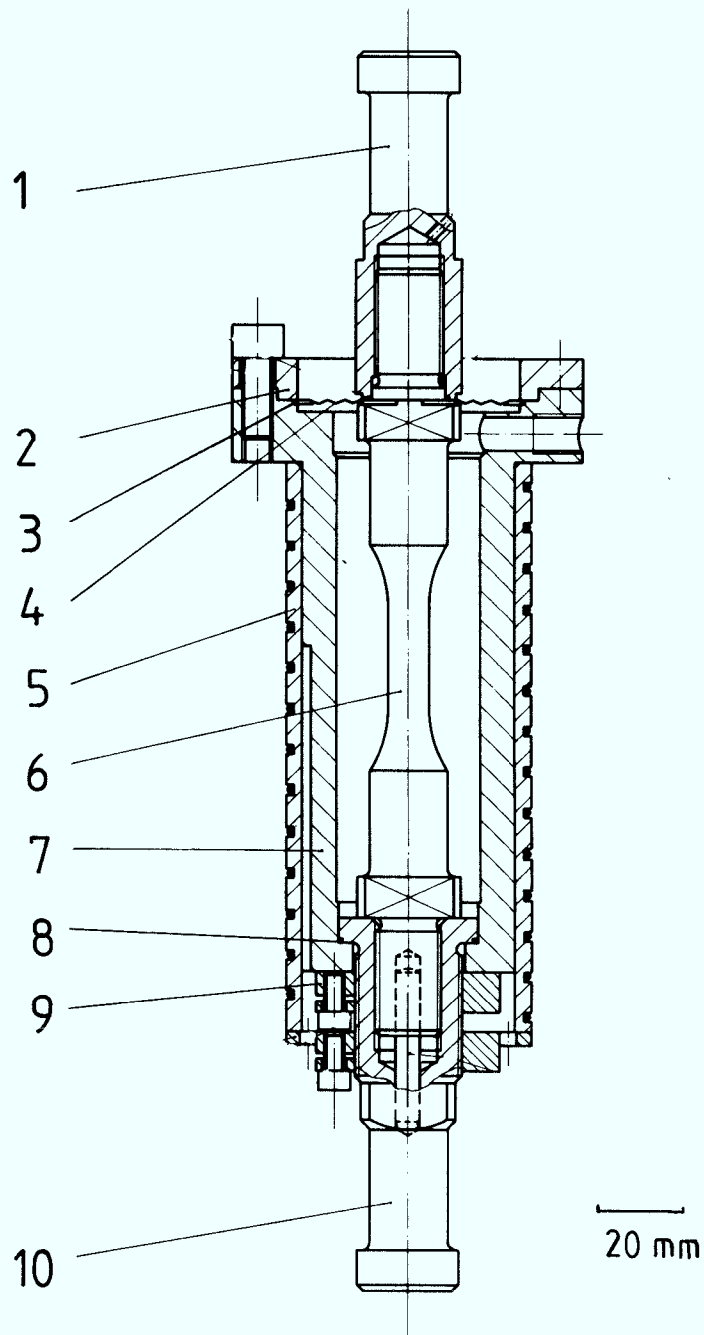


Abb.3-7 Behälter für Wechsellastversuche in Flüssigmetallumgebung

- | | |
|------------------|-------------------|
| 1 Einspannbolzen | 6 Probe |
| 2 Deckel | 7 Behälter |
| 3 Dichtung | 8 Dichtung |
| 4 Membran | 9 Kontermutter |
| 5 Heizmanschette | 10 Einspannbolzen |

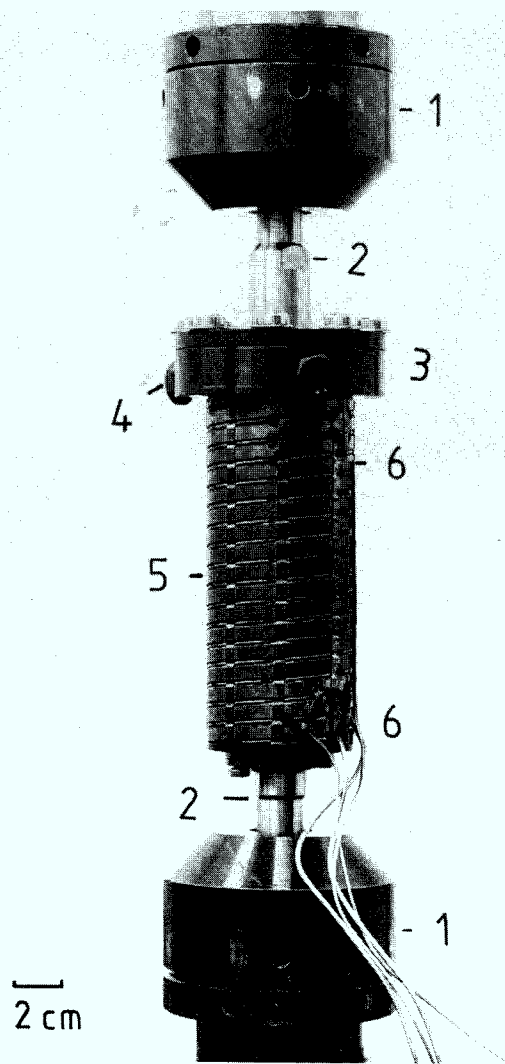


Abb.3-8 Probenbehälter

mit Heizmanschette

*1 Anpaßvorrichtung für
Prüfmaschine Instron 1603*

2 Einspannstücke

3 Deckelflansch mit Membran

4 Einfüll-/Ablaßstopfen

5 Heizmanschette

6 Thermoelemente

Abb.3-8 zeigt eine Aufnahme des Behälters mit der dazugehörenden Heizmanschette. Von den beiden NiCr Ni Thermoelementen dient eines der Regelung, das andere zur Temperaturmessung. Da keine Möglichkeit besteht während des Versuchs im Behälter die Temperatur zu bestimmen, wurden deshalb in Vorversuchen Eichkurven ermittelt. Die Vorrichtungen 1 wurden speziell gefertigt, um die Einspannvorrichtung an die benutzte Wechsellastmaschine anzupassen. Zur Einstellung der Probestemperaturen sind Proben mit einem Thermoelement in einer inneren Bohrung versehen worden und dann die Korrelation der Temperaturanzeigen des Thermoelementes an der Heizmanschette und in der Probe, sowie die Mindestaufheizzeit zum Erreichen der Temperatur bestimmt worden. Abb.3-9 zeigt den Probenbehälter eingebaut in die Wechsellastmaschine,

mit der die Versuche mit AlMgSi0.5 durchgeführt wurden. Die wichtigsten Daten der Wechsellastmaschine sind in der folgenden Liste aufgeführt /32/.

Hochfrequente Dauerschwingprüfmaschine Instron 1603

Maximalbelastung 100 kN

Frequenz im Resonanzbetrieb 90 - 300 Hz

Test im Druck-Zug-Bereich

Die Belastung wurde vorgegeben und ein Abschaltbereich bestimmt. Ergebnisse dieser Versuche sind in Kapitel 5 zusammengefaßt.

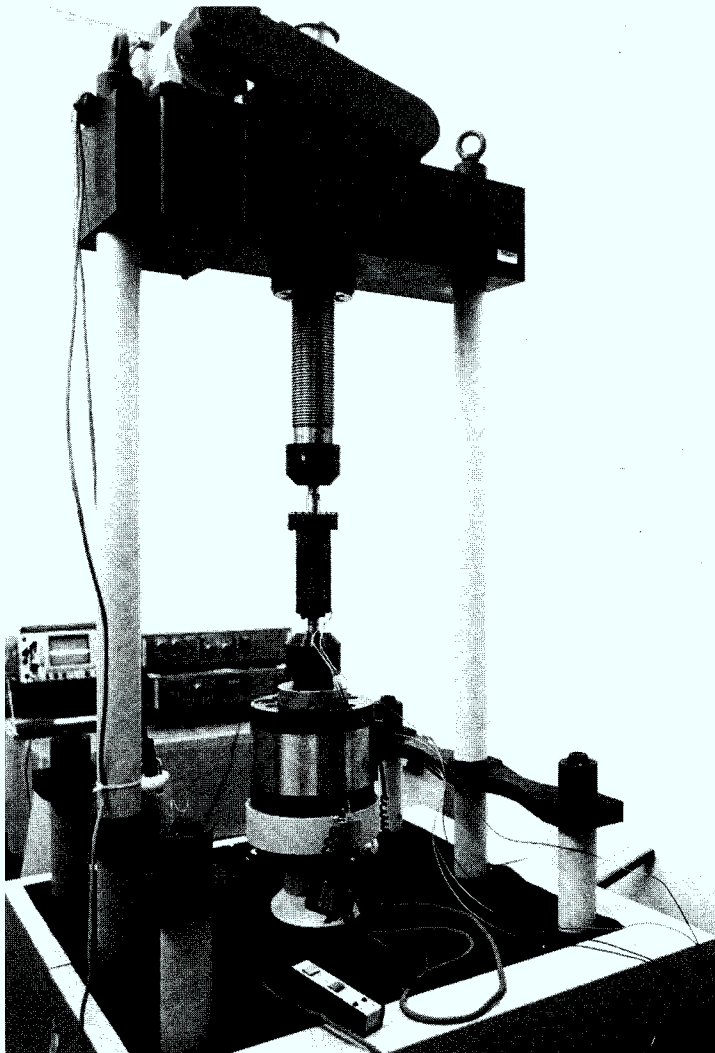


Abb.3-9 Instron-Prüfmaschine mit Probenhalter

Abb.3-10 zeigt den Probenbehälter eingebaut in den Vertikalpulser, in dem die Versuche mit AlMgSi1.0 durchgeführt wurden. Die wichtigsten Daten sind in nachfolgender Liste zusammengefaßt /33/.

Vertikalpulser Fa. Schenk

Lastbereich $\pm 3 \text{ kN}$ - $\pm 10 \text{ kN}$

Frequenzbereich 12 Hz - 100 Hz

Test im Druck-Zug-Bereich

Die Ergebnisse der Versuche sind in Kapitel 5 zusammengefaßt.

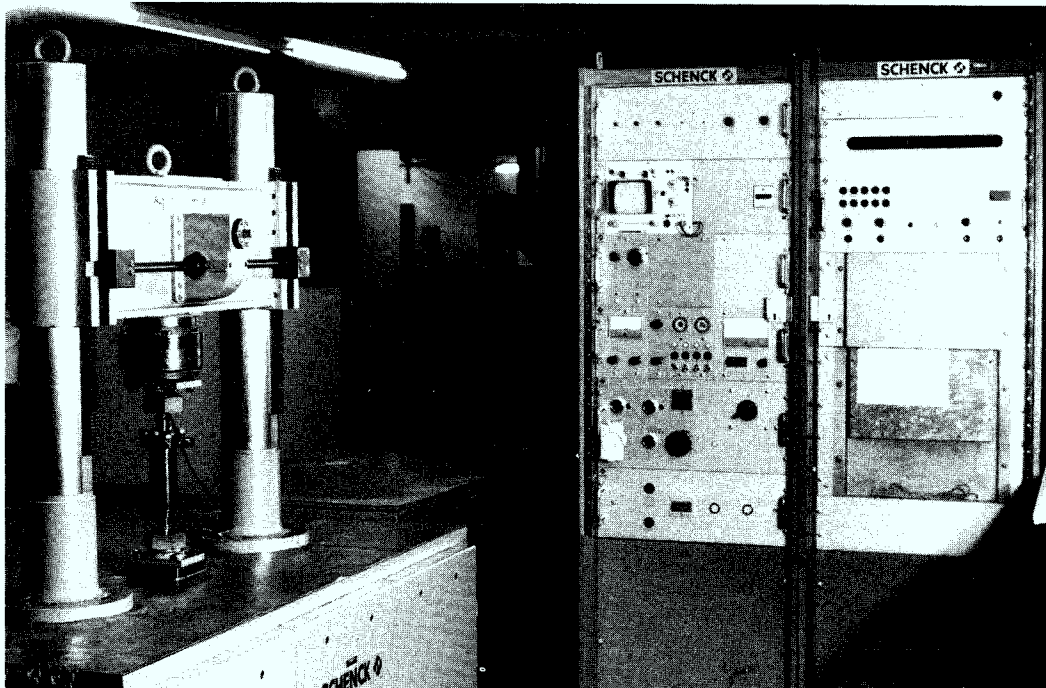


Abb.3-10 Schenck-Prüfmaschine mit Probenbehälter

3.4.2 Probengeometrie

Die Geometrie der AlMgSi0.5 Proben ist in Abb.3-11 dargestellt. Die AlMgSi1.0 Proben unterscheiden sich nur im Durchmesser ($d = 5 \text{ mm}$).

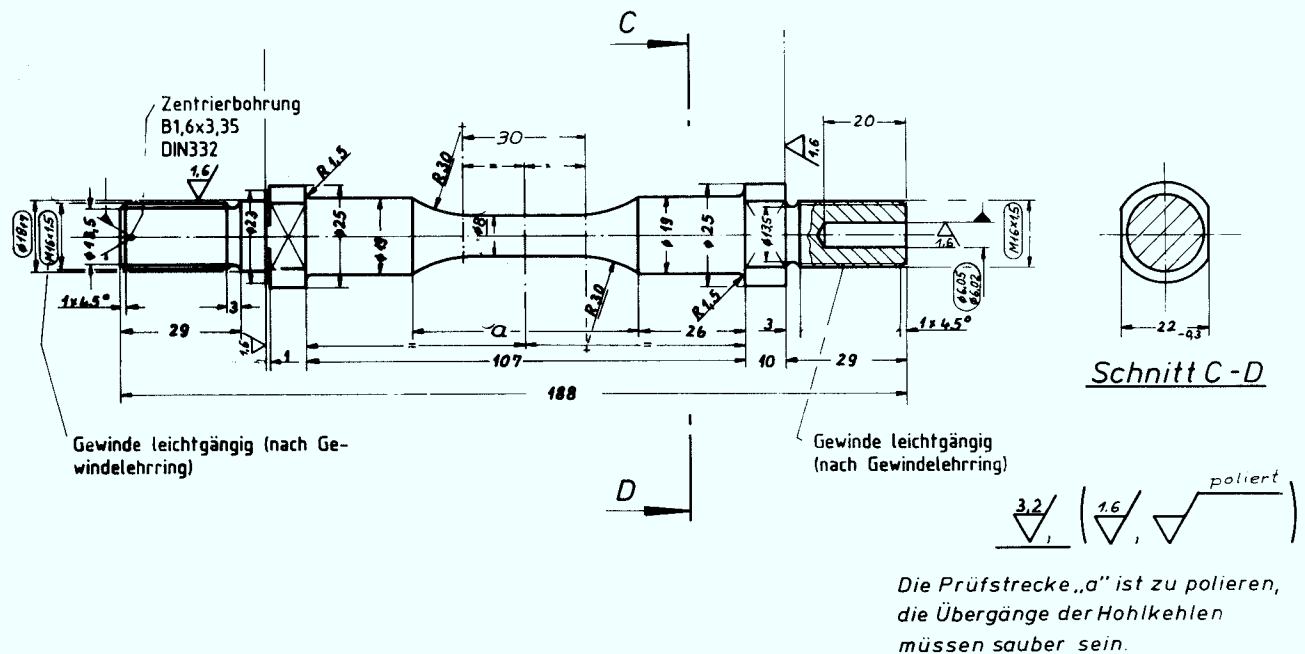


Abb.3-11 Probengeometrie der AlMgSi-Wechselastproben; Maße in mm

3.4.3 Probenvorbereitung

Die Proben wurden normalerweise vor dem Einbau entfettet. Bei Versuchen, die den Einfluß der Oberflächenbeschaffenheit der Proben bestimmen sollten, wurden die AlMgSi1.0 Proben in NaOH-Lösung geätzt, wie es in 3.2.4 beschrieben wurde. Die AlMgSi0.5 Proben wurden nach einem Verfahren eloxiert, daß hier kurz beschrieben werden soll.

Prozeß des technischen Eloxierens /34/

1. Entfetten in Nitratsbeize 50 - 60 °C
2. Ätzen in NaOH-Lauge
3. Wässern

4. Mit verdünnter HNO_3 behandeln
5. Gleichstromverfahren bei Raumtemperatur unter H_2SO_4
6. Wässern
7. Nachverdichten bei $95\text{ }^\circ\text{C}$

Die Temperatur der Proben überschreitet in keinem Fall $100\text{ }^\circ\text{C}$.

Die Ergebnisse der Versuche sind in Kapitel 5 beschrieben.

4. Auswerteverfahren

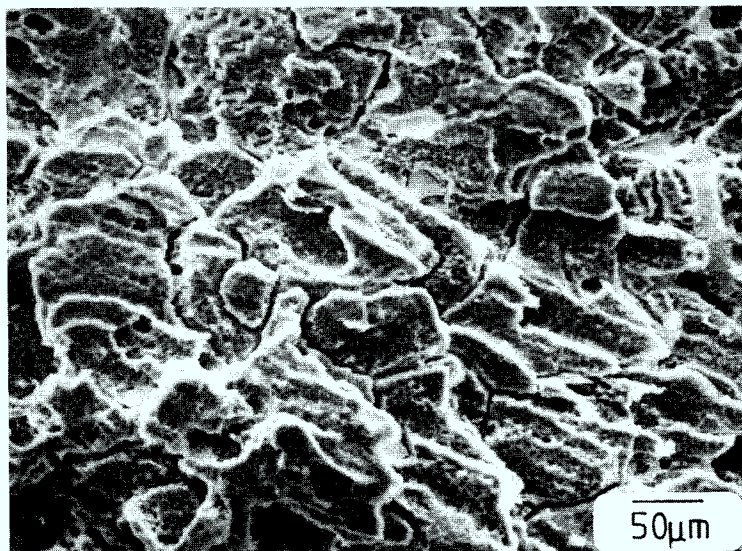
In diesem Kapitel werden die Auswerteverfahren erläutert, die angewendet wurden. Bei manchen Verfahren hat sich herausgestellt, daß sie für den vorliegenden Anwendungsfall keine brauchbaren Ergebnisse liefern.

Zunächst werden die Auswerteverfahren, die für die statischen Korrosionsversuche getestet wurden, dargestellt, im zweiten Teil folgen dann die Auswerteverfahren, die ausschließlich für die mechanischen Wechsellastversuche angewendet werden können. Natürlich gibt es einige Verfahren, die sowohl der Nachuntersuchung der Proben aus den statischen Korrosionsversuche wie auch denen aus den mechanischen Wechsellastversuchen dienen.

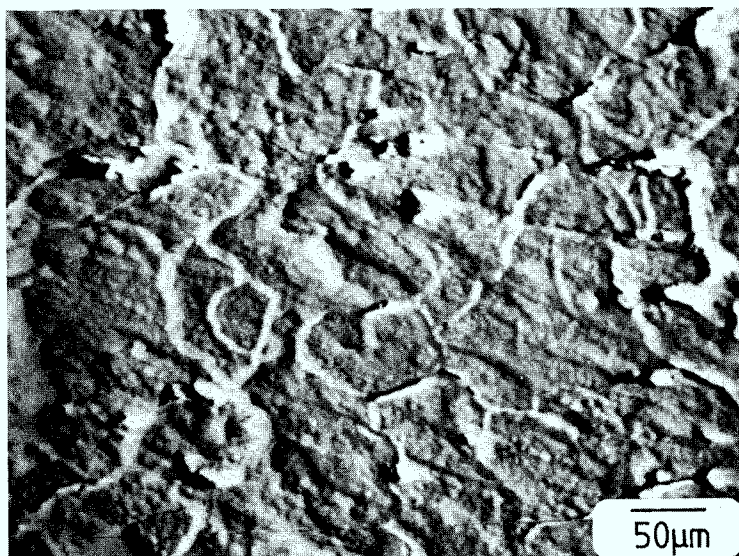
4.1 Bestimmung der Gewichtsänderung bei statischen Korrosionsproben

Bei chemischen bzw. elektrochemischen Korrosionsexperimenten ist die Aufnahme einer Gewichtsverlustkurve verbreitet. Das bedeutet, das Gewicht der Probe wird vor dem Versuch mit einer Analysenwaage bestimmt. Danach werden die Proben nach festen Versuchszeiten wieder gewogen und so eine Gewichtsverlustkurve bestimmt. Der Vorteil dieses Verfahrens ist, daß die Proben nach Bestimmung des Gewichtsverlusts wieder in den Versuch eingesetzt werden können und man so Aussagen über das Verhalten derselben Probe erhalten kann. Das flüssige Korrosionsmedium kann bei diesen Versuchen einfach entfernt werden. Genau hier liegt der Problembereich bei den Proben der Flüssigmetallkorrosion, die Entfernung des erstarrten Bleis. Die Proben wurden zunächst direkt nach der Entnahme aus dem Probenbehälter gewogen. Es ergab sich in den meisten Fällen durch das anhaftende Blei eine Gewichtszunahme, die keinerlei Korrelation zwischen Versuchsdauer und Angriff zuließ. Danach wurde bei einigen Proben versucht das Blei durch Ätzen zu entfernen. Als Ätzmittel wurde konzentrierte HNO_3 benutzt. Die Ätzdauer betrug insgesamt mehr als 20 Stunden. Nach ca. 30 Minuten wurde das Ätzmittel ausgetauscht, die Probe in Wasser gespült, danach in Alkohol getaucht und im Luftstrom getrocknet. Gewichtsbestimmungen ergaben anfänglich einen deutlichen Gewichtsverlust, der bei weiteren Ätzbehandlungen abnahm. Die Oberfläche der Proben wurde da-

nach im Rasterelektronenmikroskop untersucht. Aufnahmen im Sekundärelektronenbild (Abb.4-1) zeigen, daß die Oberfläche des Aluminium sehr zerklüftet ist, was durch das Ätzmittel verstärkt sein kann. Außerdem werden an einigen Stellen Reste von Blei vermutet. Im Rückstreuelektronenbild (Abb.4-2) kann diese Annahme bestätigt werden. Der Topographiekontrast verschwindet fast vollständig und im Materialkontrast können einige Bleiinseln, hauptsächlich an den Korngrenzen detektiert werden. Mit einer EDX-Analyse konnte an diesen Stellen eindeutig die Anwesenheit von Blei nachgewiesen werden. Ein metallographisches Schliffbild zeigt, daß das Blei aus den Korngrenzen nicht herausgelöst werden konnte (Abb 4-3).



*Abb.4-1 REM-Aufnahme
der Probenoberfläche
nach 24 h Ätzen in konz.
 HNO_3 (SE-Bild)*



*Abb.4-2 REM-Aufnahme
der gleichen Stelle wie
in Abb.4-1, (RE-Bild)*

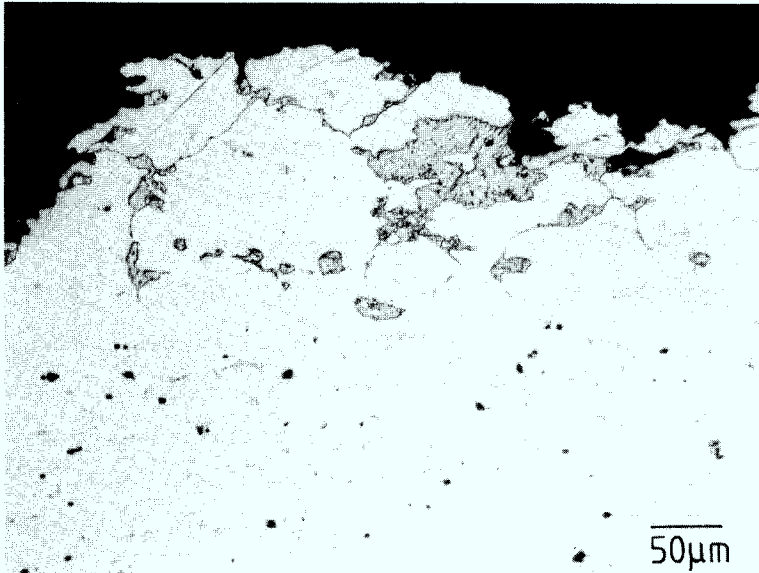


Abb.4-3 Schliffbild der gleichen Probe mit deutlichen Bleiresten

Aus diesen Versuchen ergab sich, daß die Methode der Gewichtsverlustbestimmung, wie schon in /11/ angedeutet, bei Flüssigmetallkorrosion eine ungeeignete Methode ist, da bei dem Versuch das erstarrte Flüssigmetall zu entfernen

1. die Proben selbst angegriffen werden können,
2. das Flüssigmetall auch bei längerer Ätzdauer nicht vollständig zu entfernen ist.

Diese Auswertemethode wurde deshalb nicht weiter praktiziert. Statt dessen werden die in den nächsten Abschnitten besprochenen Verfahren zur Auswertung herangezogen.

4.2 Optische Metallographie

Die Untersuchung der Proben mit optischer Metallographie wurde von Anfang an, also auch bei den Vorversuchen eingesetzt, allerdings mit einer etwas unterschiedlichen Zielsetzung. Während es bei den ersten Proben wichtig war, die Art des Angriffs zu untersuchen, wurde bei den Hauptversuchen die Schliffebene genau festgelegt, in der Regel wurden Querschliffe angefertigt. Die Festlegung der Schliffebene richtete sich danach, wie die Angriffstiefe visuell abgeschätzt werden konnte. Meist

wurden die Schliffebenen an die Stellen der stärksten Angriffe gelegt; waren diese nicht eindeutig festzulegen, wurden bis zu vier Schliffe von einer Probe angefertigt. Bei Proben, die keinen Anhalt boten, wurden teilweise eine rasterelektronenmikroskopische Untersuchung vor der metallographischen durchgeführt, um eventuelle Angriffe so zu detektieren. Die Präparation der Schliffe erfolgte konservativ. Auf Ätzen wurde wegen der unterschiedlichen Materialien Aluminium und Blei verzichtet. Die Untersuchung der Schliffe erfolgte dann im Lichtmikroskop. Meist wurden von den Proben Übersichtsaufnahmen und dann 1 - 2 Detailaufnahmen gemacht. Die Auswertung erfolgte dann durch Ausmessen der Schliffbilder. Die Korrelation zwischen maximaler Angriffstiefe, Restdicke der Proben und Versuchszeiten ist in den Ergebnistabellen und den graphischen Auftragungen in Kapitel 5 dargestellt.

Die Schliffpräparation der Wechsellastproben wurde ähnlich durchgeführt, der Unterschied bestand nur darin, daß die visuelle Prüfung wegfiel und die Proben an den in Abb 4-4 angegebenen Schnittebenen getrennt wurden. Lichtmikroskopische Untersuchungen wurden intensiver nur bei den eloxierten Wechsellastproben durchgeführt. Der Schwerpunkt der Untersuchungen lag bei den Wechsellastproben auf Rasterelektronenmikroskopie und Härtemessungen.

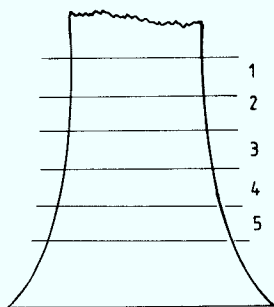


Abb.4-4 Schliffebenen bei den Wechsellastproben

4.3 Härtemessungen

Die Härtemessungen der Schliffproben wurden an einem Härteprüfer der Fa. Zwick Typ 3202 durchgeführt. Es handelt sich dabei um einen

Universalhärteprüfer, der für die Bestimmung der Vickershärte im Mikro- und Kleinlastbereich ausgelegt ist ($HV_{0.01}$ - HV_{10}). Die Auswertung erfolgt halbautomatisch über einen Härterechner.

Die Härtemessungen wurden durchgeführt, um Inhomogenitäten der Proben festzustellen und Änderungen der Härtewerte z.B. im Vergleich zu Referenzproben zu erkennen. Meist wurde die Vickershärte $HV_{0.05/30}$ an den metallographischen Schliffen bestimmt, hin und wieder wurden andere Lasten gewählt. Die Belastungszeit muß bei Aluminium-Legierungen genaustens eingehalten werden, da sich die Härtewerte besonders bei weichen Legierungen mit der Meßzeit ändern.

Härtemessungen wurden sowohl an den Vorversuchsproben der Kombination Aluminium-Legierung / Quecksilber wie auch an den Proben der statischen Korrosionsversuche mit Blei (hier in Abhängigkeit von der Versuchsdauer) sowie an Wechsellastproben durchgeführt.

In Kapitel 5 sind die Ergebnisse der Härtemessungen tabellarisch bzw. graphisch dargestellt.

4.4. Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenanalyse

Die Rasterelektronenmikroskopie gehört neben der optischen Metallographie zu den wichtigsten Untersuchungsmethoden der Korrosions- wie auch der Zug- und Wechsellastversuche. Im folgenden wird die Vorgehensweise näher beschrieben.

4.4.1 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen an Proben aus statischen Korrosionsversuchen

Diese Untersuchungen wurden wie schon in 4.2 angedeutet entweder an Proben durchgeführt, bei denen rein visuell kein Angriff zu erkennen war oder um Proben vor dem Einsatz in den Versuchsstand auf Oberflächenbeschaffenheit hin zu untersuchen.

Weiterhin wurden metallographische Schliffe, um Details besser zu erkennen, im Rasterelektronenmikroskop untersucht. Besonders bei den Tiegeln, die Quecksilbereinfluß ausgesetzt waren, spielte die Rasterelektronenmikroskopie eine Rolle, da die höhere Schärfentiefe dazu diente, die versprödeten Zonen besser aufzulösen.

Die EDX-Analyse wurde benutzt, um in Schliffen die Ausscheidungen zu identifizieren bzw. Blei in den Korngrenzen mittels eines Verteilungsbildes oder einer Linienanalyse nachzuweisen. EDX-Spektren wurden benutzt, um eine qualitative Elementverteilung z.B. in Ausscheidungen zu erhalten.

4.4.2 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen an Zugproben und Wechsellastproben

Hier diente das Rasterelektronenmikroskop in erster Linie der Untersuchung des Bruchverhaltens. Es wurde die Art des Bruches, der Grad der Einschnürung und das mikroskopische Aussehen des Bruches untersucht. Für die fraktographischen Untersuchungen wurde meist mit dem Sekundärelektronenbild gearbeitet, aber zum Auffinden von Schwermetallteilchen wurde auch das Rückstreuелеktronenbild wegen des verstärkten Materialkontrastes eingesetzt. Der letztendliche Nachweis erfolgte dann mittels EDX-Analyse. Verteilungsbilder der Linienanalysen wurden nur zur Dokumentation benutzt. Bei den Wechsellastproben erfolgte die Beurteilung der Bruchfläche und der Zone unterhalb des Bruches. Hier wurde nach besonderen Oberflächenveränderungen z.B. Anrissen gesucht. Die EDX-Analyse kam hier nicht zum Tragen, da die Proben direkt in der Flüssigmetallumgebung brachen und somit Reste des Flüssigmetalls auf der Bruchfläche zu erwarten waren. Auf eine chemische Entfernung dieser Reste wurde aus den in Kapitel 4.1 bereits genannten Gründen verzichtet.

Die Ergebnisse dieser Versuche sind in Kapitel 5 festgehalten.

4.5 Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS)

Bei speziellen Problemen, die mit Rasterelektronenmikroskopie und EDX nicht zu lösen waren, wurde SIMS eingesetzt.

Das Verfahren /35/ beruht darauf, daß eine Festkörperoberfläche mit Ionen einer bestimmten Energie beschossen wird. Die Ionen dringen ca. 5 nm tief in die Oberfläche ein, die Energie der Ionen wird durch Stöße mit Festkörperatomen abgegeben. Die Energie verteilt sich durch Sekundärstoßprozesse kaskadenartig im Gitter, Teilchen der direkten Oberfläche können durch diesen Prozeß zerstäubt werden. Die Informationstiefe

ist von der übertragenen Energie - also indirekt von der Primärenergie - abhängig und nimmt mit steigender Masse der Emissionsprodukte ab. Die Informationstiefe liegt meist unter 0.6 nm. Die Ionisierung eines emittierten Teilchens kann aufgrund verschiedener Prozesse erfolgen, z.B. durch Stoßionisation. Die Trennung der emittierten Teilchen erfolgt entsprechend ihres Masse-Ladungsverhältnisses. Die getrennten Ionen werden registriert und der Auswertung zugeführt.

Mit dieser Methode wurde versucht, Quecksilber in Schliffen, die Korngrenzenzerfall andeuteten, nachzuweisen. Die Nachweiswahrscheinlichkeit für Quecksilber erwies sich als zu gering, sodaß der Nachweis nicht gelungen ist. Mit dem EDX-System konnte die Hg M-Linie andeutungsweise gefunden werden.

Weiterhin konnten SiC-Teilchen (aus der Schliffpräparation) von Si-haltigen Ausscheidungen im Material unterschieden werden. Diese Unterscheidung kann mit dem zur Verfügung stehenden EDX-System nicht getroffen werden.

4.6 Zugversuche

Der Vollständigkeit halber sind hier noch Zugversuche erwähnt, die ein Auswerteverfahren für die statischen Korrosionsversuche an Zugproben darstellen. Die Daten, die aus den Zugversuchen gewonnen werden, sind die Zugfestigkeit σ_{UTS} , die technische Elastizitätsgrenze $\sigma_{0.2}$ und die Bruchdehnung δ .

Neben den Zugversuchen bei Raumtemperatur, die sowohl an Referenzproben wie an den Proben aus den Korrosionsversuchen durchgeführt wurden, wurden auch Warmzugversuche zur Ermittlung von Vergleichsdaten durchgeführt. Da die Warmzugeigenschaften von der Vorwärmdauer abhängig sind, wurde versucht, Literaturdaten und Experimente zu vergleichen, vor allen Dingen deshalb, da nicht für alle benutzten Materialien Zugversuche durchgeführt werden konnten.

In Kapitel 5 sind Literaturdaten mit eigenen Messungen verglichen.

Die Ergebnisse der in Flüssigmetall vorbehandelten Proben im Vergleich zu den Referenzproben werden ebenfalls in Kapitel 5 diskutiert.

4.7 Wöhlerdiagramm

Eine bewährte Darstellungsmethode von Ermüdungscharakteristika ist das Wöhlerdiagramm. Hierbei wird die Spannungsamplitude σ_a gegen Lastspielzahl N_f aufgetragen. Meist wird eine halblogarithmische Darstellung gewählt. Abb.4-5 zeigt ein solches Wöhlerdiagramm. Im ersten Bereich ist bei einer Abnahme der Spannungsamplitude eine deutliche Zunahme der Lebensdauer zu verzeichnen. Im zweiten Bereich verläuft die Kurve je nach Werkstoff weniger steil bzw. parallel der Zyklenzahlachse. Im zweiten Fall zeigt der Werkstoff eine eindeutige Ermüdungsgrenze, d.h. die Proben können bei dieser Belastung eine unendliche Anzahl von Lastspielen ertragen ohne zu Bruch zu gehen. Ausscheidungsgehärtete Aluminium-Legierungen zeigen nach [36] keine eindeutige Ermüdungsgrenze, während bei naturharten Aluminium-Legierungen eine Ermüdungsgrenze festgestellt werden konnte.

In Kapitel 5 sind die Wöhlerkurven für die mechanischen Wechsellastversuche an AlMgSi1.0 und AlMgSi0.5 dargestellt.

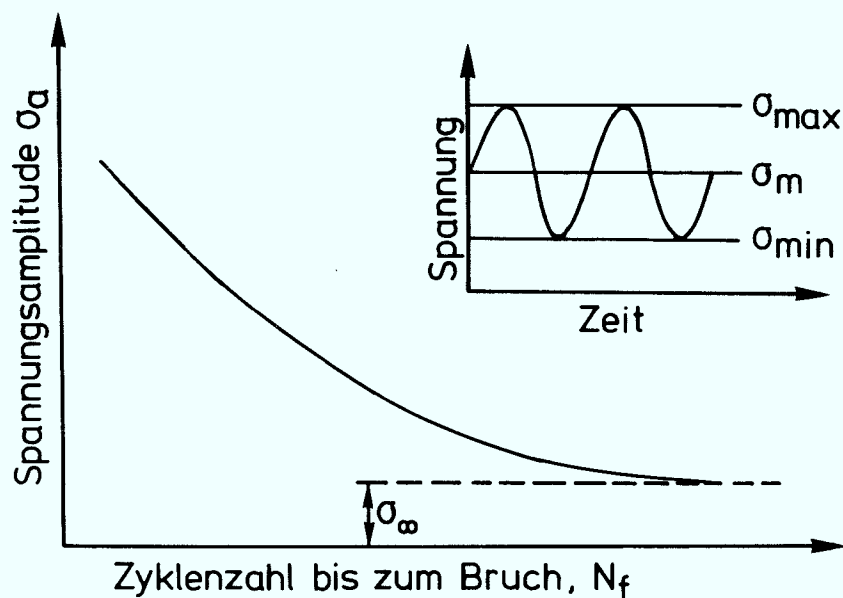


Abb.4-5 Wöhlerdiagramm, schematisch

4.8 S/N-Diagramm nach Morrow

Nach /37/ ergibt sich eine Beziehung der Spannungsamplitude σ_a , der Mittelspannung σ_m , der Zyklenzahl bis zum Bruch N_f , dem Ermüdungsfestigkeitsexponenten b und dem Ermüdungsfestigkeitskoeffizienten σ_f' .

$$\sigma_a = (\sigma_f' - \sigma_m) (2 N_f)^b$$

Nach /38/ gilt $\sigma_f' \sim \sigma_f$ mit σ_f wahre Bruchspannung aus Zugversuchsdaten.

$$S = \sigma_a / (\sigma_f - \sigma_m) = (2 N_f)^b$$

Aus der Überlegung, daß ein Zugversuch die Spannungsamplitude σ_a für $N_f < 1$ liefert, erhält man den Maximalwert $S = 1$. Vergleicht man das Spannungs-Dehnungs-Diagramm mit der Wechselbelastung, so kommt man zu dem Schluß, daß σ_a das Belastungsmaximum angibt, d.h. bei $N_f = 0.25$ erreicht wäre. Dies gilt allerdings nur für ideal spröde Werkstoffe, die keine Einschnürung aufweisen. Geht man von einem ideal duktilen Werkstoff aus, so setzt man eine sehr starke Einschnürung voraus, so daß sich $N_f \approx 0.5$ ergibt. Für den Fall, daß die Proben wie in dieser Arbeit nur im Druck-Zug-Bereich getestet werden, vereinfacht sich die Beziehung zu

$$S = \sigma_a / \sigma_f = (2 N_f)^b$$

Doppellogarithmische Auftragungsweise ergibt für den Bereich außerhalb der Dauerschwingfestigkeit eine Gerade mit der Steigung b .

Da für die in Wechsellastversuchen getesteten Legierungen nicht unter allen Bedingungen Zugversuche durchgeführt werden konnten und teilweise auf Literaturdaten zurückgegriffen werden mußte, wurde der Einfachheit halber angesetzt:

$$\sigma_f \sim A \sigma_{UTS}$$

$$S' = \sigma_a / \sigma_{UTS} = a (2 N_f)^b$$

$$a = A^{-1}$$

4.9 Diagramm nach Goodman

Diese Auftragungsmethode dient dazu aus Werten der Druck-Zug-Versuche, die Schwellfestigkeit, d.h. Grenzwerte für die Dauerfestigkeit zu ermitteln, die im Zug-Schwellbereich zum Tragen kämen. Abb.4-6 zeigt ein Goodman-Diagramm. Die Ordinate gibt die Spannungsamplitude σ_a , die Abszisse die Mittelspannung σ_m an. Abtragen der Fließspannung σ_F auf der Ordinate und Abszisse gibt eine Linie, die im 45° Winkel zu der Abszisse liegt. Zusätzlich wird auf der Abszisse die Zugfestigkeit und auf der Ordinate die aus den Druck-Zug-Versuchen ermittelte Wechsellastfestigkeit σ_w aufgetragen. Auch diese beiden Linien werden verbunden und bilden wie in Abb.4-6 dargestellt eine Grenzlinie. Der Schnittpunkt der 1. Winkelhalbierenden mit dieser Grenzlinie liefert eine Abschätzung für die halbe Schwellfestigkeit $0.5 \sigma_{sch}$, d.h. die Dauerschwingfestigkeit im Schwellbereich.

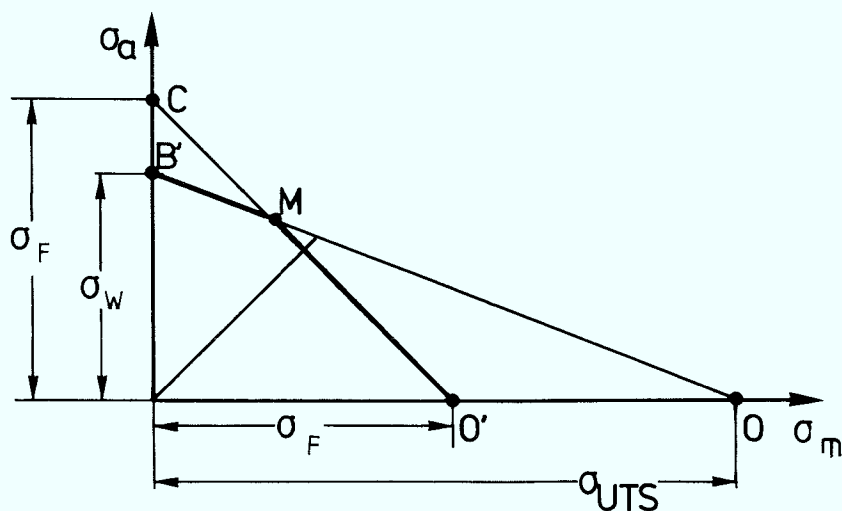


Abb.4-6 Diagramm nach Goodman, schematische Darstellung

4.10 Messung der Rißausbreitungsgeschwindigkeit

Ergänzend zu den Auswerteverfahren sollte die Messung der Rißausbreitungsgeschwindigkeit, die nicht zu den hier angewendeten Auswerteverfahren zählt, erwähnt werden. Nach der Gleichung von Paris und Erdogan /41/ gilt

$$da / dN = c (\Delta K)^m$$

mit

da / dN	Rißausbreitungsgeschwindigkeit
c	Konstante (material- und beanspruchungsabhängig)
ΔK	zyklische Änderung des Spannungsintensitätsfaktors
m	material- und belastungsabhängiger Exponent ($2 \leq m \leq 6$)

Aus experimentellen Gründen konnte die Rißausbreitungsgeschwindigkeit nicht bestimmt werden, da nur Vergleiche zwischen inerten und Flüssigmetallmedien sinnvoll gewesen wären. In /29/ ist die Rißausbreitungsgeschwindigkeit indirekt bestimmt worden. Dieses Verfahren war bei den hier verwendeten Probengeometrien nicht anwendbar.

In diesem Kapitel wurden Auswerteverfahren kurz vorgestellt. Im nächsten Kapitel werden sie zur Auswertung der Versuche angewandt.

5. Ergebnisse und Diskussion

Zunächst werden gemäß der Aufzählung in Kap. 3 die Ergebnisse der statischen Korrosionsversuche vorgestellt. Mit zu den Ergebnissen zählt dabei die Probencharakterisierung, d.h. die Untersuchung der Referenzproben. Das Ziel ist die Gewinnung von phänomenologischen für die Auslegung verwertbaren Daten und nicht die Klärung metallurgischer Vorgänge bei Flüssigmetallkorrosion bzw. Flüssigmetallversprödung.

5.1 Vorversuche mit Tiegeln aus Aluminium-Legierungen in Kontakt mit Quecksilber

5.1.1 Probencharakterisierung

Die Maße der Proben sind im Zusammenhang mit der Beschreibung der Experimente in Kap. 3 bereits angegeben worden. Hier sollen im einzelnen nur die Ergebnisse der Probencharakterisierung aufgeführt werden. Die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung war z.B. ein Punkt der Probencharakterisierung. In Tab.5-1 ist das Ergebnis der chemischen Analyse angegeben. Die Benutzung der Legierung AlMg3 zweimal aus der gleichen Charge war nicht beabsichtigt. Die Analysendaten lagen nicht vor Fertigstellung der Proben vor, und da es sich um einen Vorversuch handelte, sollten möglichst schnell Ergebnisse für die Planung der weiteren Experimente vorliegen. Es fehlen also Proben der technisch reinen Aluminium-Legierung Al 99.8.

Tiegel

Legierung	Bezeichnung	Al	Mg	Si	Cr	Cu	Fe	Mn	Ti	Zn	Sn
AlMg3	4001	96.21	2.63	0.10	0.215	0.015	0.215	0.320	0.030	0.030	0.10
AlMg3	4030	96.49	2.81	0.04	0.005	0.020	0.185	0.265	0.010	0.035	0.11
AlMg3	4090	96.34	2.61	0.10	0.215	0.015	0.215	0.320	0.030	0.030	0.10
AlMgSi1.0	5070	97.22	0.76	0.84	<0.002	0.023	0.288	0.826	0.024	0.023	-
Al99.9MgSi	6060	98.97	0.54	0.40	<0.002	0.105	0.035	<0.01	0.012	0.010	-
Reinst-Al	8000	99.999	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tab.5-1 Chemische Zusammensetzung der Tiegelproben

5.1.2 Ergebnisse

Die erste Inspektion der Proben erfolgte rein visuell. Bei den technisch reinen Legierungen konnte im allgemeinen rein optisch keine Veränderung festgestellt werden. Bei der Reinst-Aluminium-Probe war die Oberfläche auffallend blank. Nach kurzer Zeit in feuchter Laborluft überzog sich die Probe mit einem Belag aus federähnlichen Aluminiumoxidhydrat, was als Beweis für Amalgamierung gesehen wird /42,43/ Abb.5-1 zeigt die Makroaufnahme einer solchen Probe.

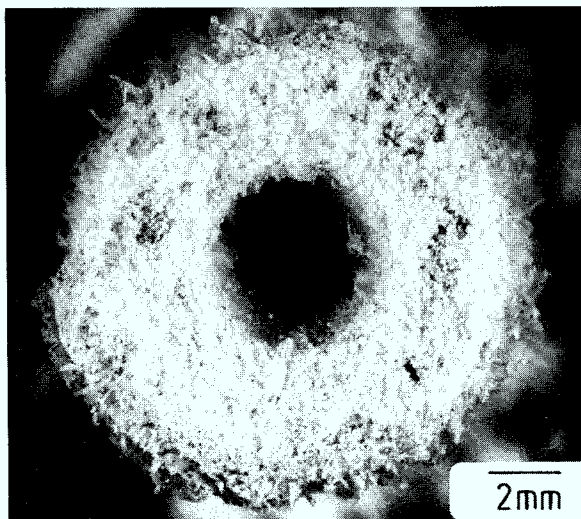


Abb.5-1 Amalgamierte Probe aus Al99.999 mit Aluminiumoxidhydrat

Es wurden jeweils metallographische Längs- bzw. Querschliffe von den Versuchsproben und den Referenzproben hergestellt. Neben der Gefügebeurteilung wurden Härtemessungen als wichtig angesehen. Da es sich bei den meisten Legierungen um technische Materialien handelt, brachte die Gefügeuntersuchung nur das verunreinigte Gefüge ohne sichtbare Korngrenze. Es werden nur Verunreinigungen angeätzt, man erkennt deutlich eine zeilenförmige Struktur in Ziehrichtung der Stäbe. Vergleicht man die Ergebnisse der Gefügeuntersuchungen von Referenzproben mit den Proben, die mindestens 1000 h in Kontakt mit Quecksilber waren, so zeigt sich normalerweise keine Veränderung im Tiegelmateriale selbst. Der einzige Unterschied besteht im Bereich der inneren Tiegelwand, die in unmittelbarem Kontakt mit Quecksilber stand. Hier sind Späne, die beim Herstellungsprozeß entstanden und von dem Tiegelmateriale teilweise abgelöst sind, im Fall des Einwirkens von

Quecksilber teilweise mit sehr feinen Rissen durchzogen. Die Späne, die eindeutig vom Bearbeitungsprozeß stammen, wurden bei den Referenzproben auch gefunden, allerdings fehlten dort die Haarrisse fast völlig. Abb.5-2 zeigt die lichtmikroskopische Aufnahme einer Probe, die 2300 h mit Quecksilber in Kontakt war. Die Randzone mit den feinen Rissen ist deutlich zu erkennen, ebenso die angeätzten Verunreinigungen und die zeilenförmige Struktur.

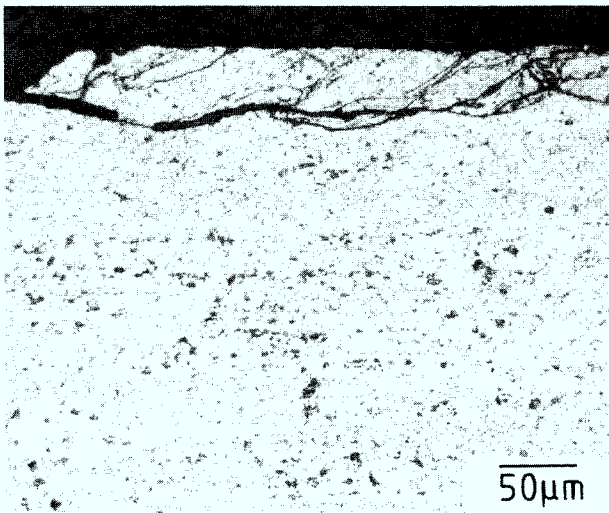


Abb.5-2 Risse im Randbereich einer Tiegelprobe nach Kontakt mit Quecksilber

Ein etwas anderes Verhalten zeigen die Proben aus der Legierung Al99.9MgSi, die aus reinerem Ausgangsmaterial hergestellt wurden. Das Material lag im weichen Zustand vor. Bei diesen Proben konnte an einigen Stellen Kornzerfall gefunden werden. Da diese Stellen teilweise während des Versuchs nicht in unmittelbarem Kontakt mit dem Quecksilber standen, liegt die Vermutung nahe, daß der interkristalline Angriff bei der Schliffpräparation entstand und zwar beim Trennen der Probe. Dabei könnten restliche Quecksilberspuren auf die zunächst oxidfreie Oberfläche gelangt sein und dort in die Korngrenzen eingedrungen sein. Auf jeden Fall ist die Wirkung auf dieses reinere weiche Material eine andere als auf die technischen Legierungen. Abb.5-3 zeigt einen Längsschliff einer Al99.9MgSi-Probe, die 2300 h bei Raumtemperatur in Kontakt mit Quecksilber war; man sieht deutlich den beginnenden Kornzerfall.

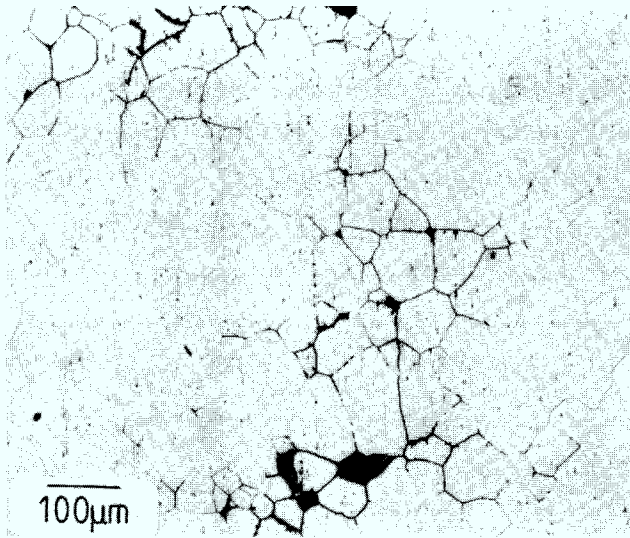


Abb.5-3 Kornzerfall einer Tiegelprobe aus Al99.9MgSi nach Kontakt mit Quecksilber

5.1.3 Härtemessungen

Härtmessungen an diesen Proben zeigen unterschiedlichste Werte. Bei einigen Proben fällt auf, daß die Schwankungen der Härtewerte sehr viel größer sind als die der Referenzproben. Dies trifft im besonderen Maße bei Reinst-Aluminium und Al99.9MgSi-Proben zu. Teilweise zeigen die anderen Proben starken Härteanstieg im Bereich des rissigen Randes. Tab.5-2 gibt über ausgewählte Ergebnisse Aufschluß.

Bei der AlMgSi1.0 Probe, die 1000 h bei 50 °C Quecksilber ausgesetzt war, zeigen die Härtewerte keine Veränderungen gegenüber den Referenzwerten. Lediglich bei der Probe, die 17000 h mit Quecksilber in Kontakt war, ist ein leichter Härteanstieg, der jedoch im Bereich des statistischen Fehlers liegt, zu verzeichnen.

Die Härtewerte der Al99.9MgSi-Legierung weisen einen deutlicheren Effekt auf. Die größere Streuung der Werte fällt auf. Der Anstieg der Härtewerte macht sich besonders deutlich bei den Langzeitversuchen (17000 h) bemerkbar, aber auch die Probe, die 2350 h mit Quecksilber in Berührung war, zeigt einen deutlichen Effekt.

Der stärkste Effekt tritt bei der AlMg3 Probe auf, die 2300 h Quecksilbereinfluß ausgesetzt war. Die Standardabweichung von 47.5 gibt über die Streubreite Auskunft. Der Maximalwert der Härte mit $HV_{0.05} = 170$ liegt deutlich höher als bei AlMg-Legierungen üblich ist. Die Werte, die mehr als den doppelten Wert der Referenzprobe erreichen, stammen alle aus dem unmittelbaren Randbereich.

Probe (Versuchsbedingungen)	HV _{0.05} Meßpunkte						Mittelwert (Standardabweichung)
	1	2	3	4	5	6	
AlMgSi1.0 Längsschliff (Referenzprobe)	101.9	106.6	94.4	104.6	–	–	100.3 (4.5)
AlMgSi1.0 Längsschliff (1000 h 50° C Hg)	100.4	105.6	106.7	103.6	–	–	104.1 (2.7)
AlMgSi1.0 Längsschliff (≈ 17000 h 20° C Hg)	114.9	114.5	112.3	103.0	–	–	111.2 (5.6) 113.9 (1.3) [1-3]
AlMgSi1.0 Querschliff (≈ 17000 h 20° C geätzt Hg)	102.6	105.9	99.5	96.6	–	–	101.2 (4.0)
Al99.9MgSi Längsschliff (Referenzprobe)	50.3	52.3	56.2	48.0	49.3	–	51.2 (3.2)
Al99.9MgSi Längsschliff (2350 h 50° C Hg)	52.9	48.2	48.3	61.9	70.6	72.5	59.1 (10.9)
Al99.9MgSi Längsschliff (≈ 17000 h 20° C geätzt, Hg)	69.8	71.7	70.8	95.1	89.0	91.8	79.7 (10.7)
Al99.9MgSi Querschliff (≈ 17000 h 20° C Hg)	55.5	72.5	66.0	64.5	66.9	–	65.1 (6.2)
AlMg3 Längsschliff (Referenzprobe)	56.6	51.5	52.9	57.9	54.5	57.9	55.2 (2.7)
AlMg3 Längsschliff (2300 h 20° C Hg)	63.2	68.6	46.0	170.3	110.3	131.9	98.5 (47.5) 59.4 (11.9) [1-3] 137.5 (30.4) [4-6]

Tab.5-2 Vickershärte an Versuchs- und Referenzproben der Legierungen AlMgSi1.0, Al99.9MgSi und AlMg3

5.1.4 Interpretation der Ergebnisse

Die Meßergebnisse zeigen eindeutig, daß Quecksilber auch in statischen Korrosionsversuchen einen Einfluß auf das Material hat. Diffusionsvorgänge, die bei der klassischen, d.h nur in Anwesenheit einer mechanischen Belastung vorkommenden, Flüssigmetallversprödung nur eine untergeordnete Rolle spielen /15/, kommen hier bei statischen Langzeitversuchen zum Tragen. Besondere Anfälligkeit zeigt die

AlMg3-Legierung, während die AlMgSi1.0-Legierung nur geringe Tendenz zur Versprödung zeigt. Die starke Anfälligkeit der AlMg-Legierung stimmt mit Ergebnissen aus /44/ an Aluminium-Legierungen in einer Quecksilber-Lösung überein.

Da Härtemessungen nur begrenzt Auskunft über die Eigenschaften eines Materials geben, wurden auch statische Korrosionsversuche an Zugproben durchgeführt.

5.2 Statische Korrosionsversuche an Zugproben unter Einfluß von Flüssigmetall

5.2.1 Versuche an DIN-Rundproben

5.2.1.1 Probencharakterisierung

Die Proben wurden nach der in DIN 50125 /30/ (Kap.3) angegebenen Toleranzen gefertigt, im Ultraschallbad in Aceton entfettet und dann im Versuch eingesetzt.

Es wurden an den Proben chemische Analysen durchgeführt, deren Ergebnisse in Tab.5-3 aufgeführt sind. Die Ermittlung der Warmzugeigenschaften zählt ebenfalls zur Probencharakterisierung, wird aber mit den Ergebnissen der Versuche diskutiert. Die Versuchsdurchführung wurde in Kap. 3 beschrieben. Die Parameter der Versuche sind wie folgt festgelegt.

- Aluminium-Legierungen in flüssigem Blei, 1850 h, ca. 380 °C
- Aluminium-Legierungen in Argon, 1850 h, ca.380 °C
- Aluminium-Legierungen in Quecksilber, 2000 h, Raumtemperatur

Zugproben

Legierung	Bezeichnung	Al	Mg	Si	Cr	Cu	Fe	Mn	Ti	Zn	Sn
Al99.8	4000	99.8	–	0.010	<0.001	<0.001	0.160	–	0.005	0.010	<0.002
AlMg3	4030	97.1	2.38	0.019	0.096	<0.001	0.140	<0.001	0.008	0.010	0.230
AlMgSi1.0	5070	97.7	0.73	0.330	0.004	0.010	0.280	0.810	0.021	0.056	0.100
AlMg1Cu4	1090	93.91	0.62	0.405	0.006	3.930	0.374	0.616	0.025	0.088	–
AlMg3	903	95.79	3.28	0.125	0.019	0.018	0.280	0.240	0.023	0.034	<0.100
AlMgSi	6061	Rest	0.92	0.580	0.172	0.250	0.350	0.049	–	0.078	–

Tab.5-3 Chemische Zusammensetzung der Zugproben

5.2.1.2 Zugversuchsdaten

An diesen Proben wurden sowohl zur Datenermittlung wie auch aus Gründen der Vergleichbarkeit Kalt- und Warmzugversuche an Referenzproben durchgeführt. Die Zugfestigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur sind in Abb.5-4 für alle benutzten Rundzugproben eingezeichnet. Die ermittelten Werte für die Warmzugfestigkeit wurden mit Literaturdaten verglichen. In Abb.5-5 sind die Werte für AlMg3 gegenübergestellt. Für AlMgSi-Legierungen wurden ähnliche Darstellungen angefertigt und für die Auswertung der Wechsellastversuche (Kap.5.4) benutzt.

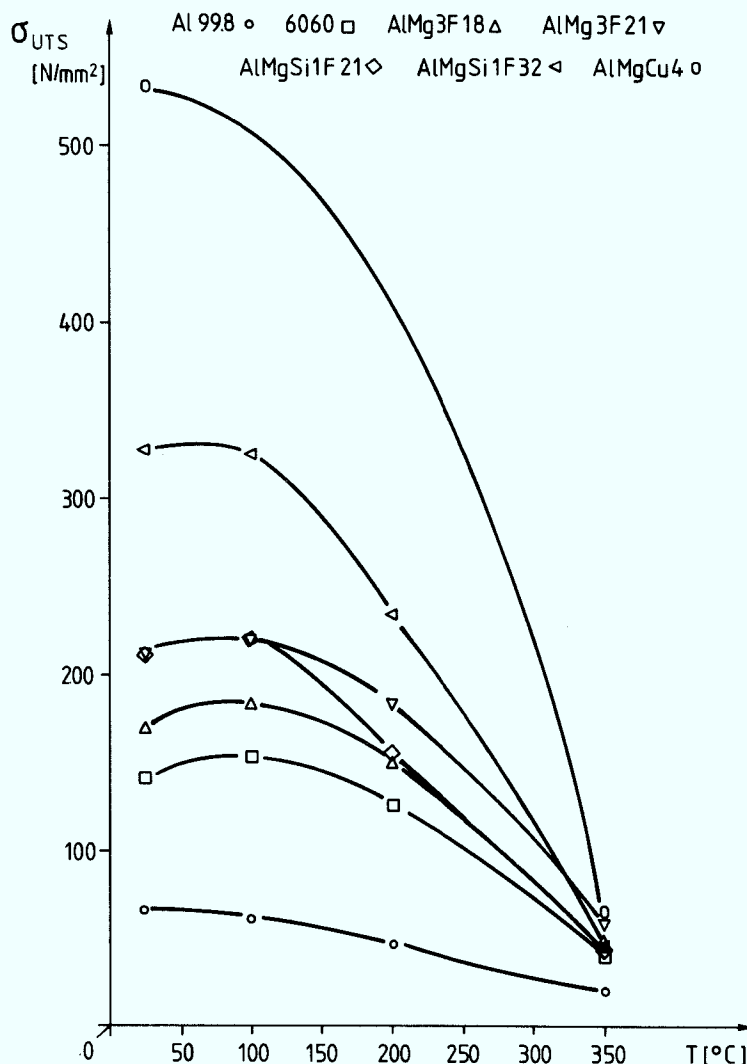


Abb.5-4 Zugfestigkeit verschiedener Al-Legierungen in Abhängigkeit von der Temperatur

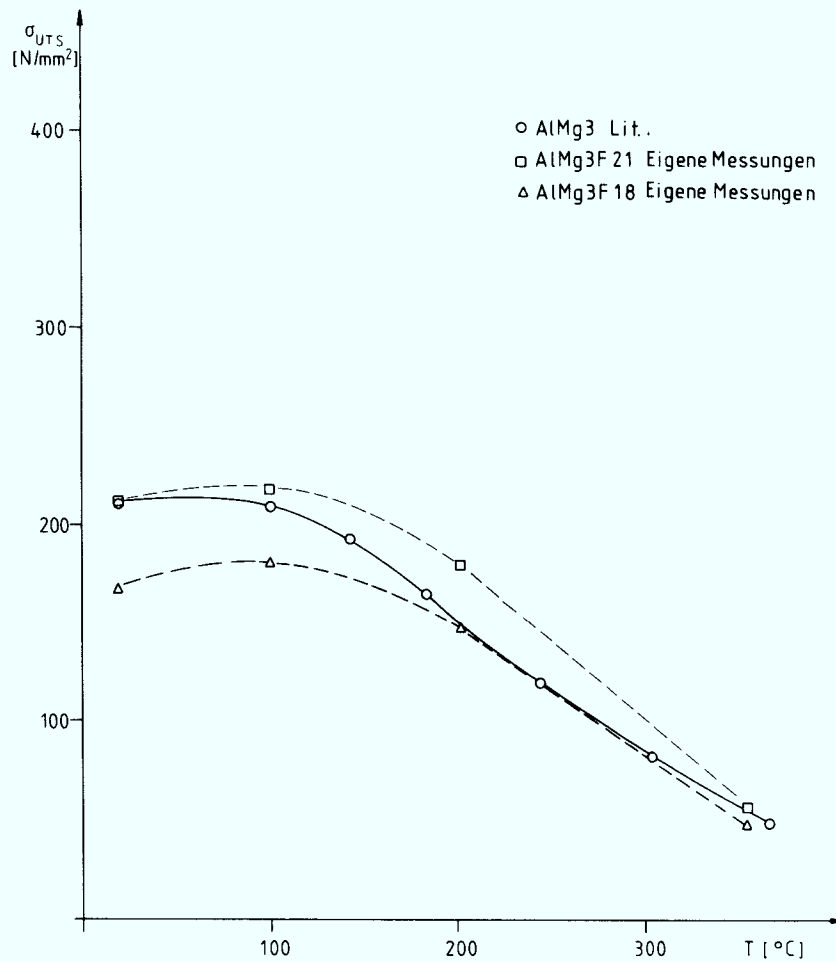


Abb.5-5 Zugfestigkeit von AlMg3 in Abhängigkeit von der Temperatur, Vergleich eigener Messungen mit Literaturdaten /45/

Die Zugversuche der in Flüssigmetall vorbehandelten Proben wurden nur bei Raumtemperatur durchgeführt. Um die ermittelten Zugversuchsdaten besser vergleichen zu können, wurden sie in graphischen Darstellungen der Zugfestigkeit und Bruchdehnung eingezeichnet.

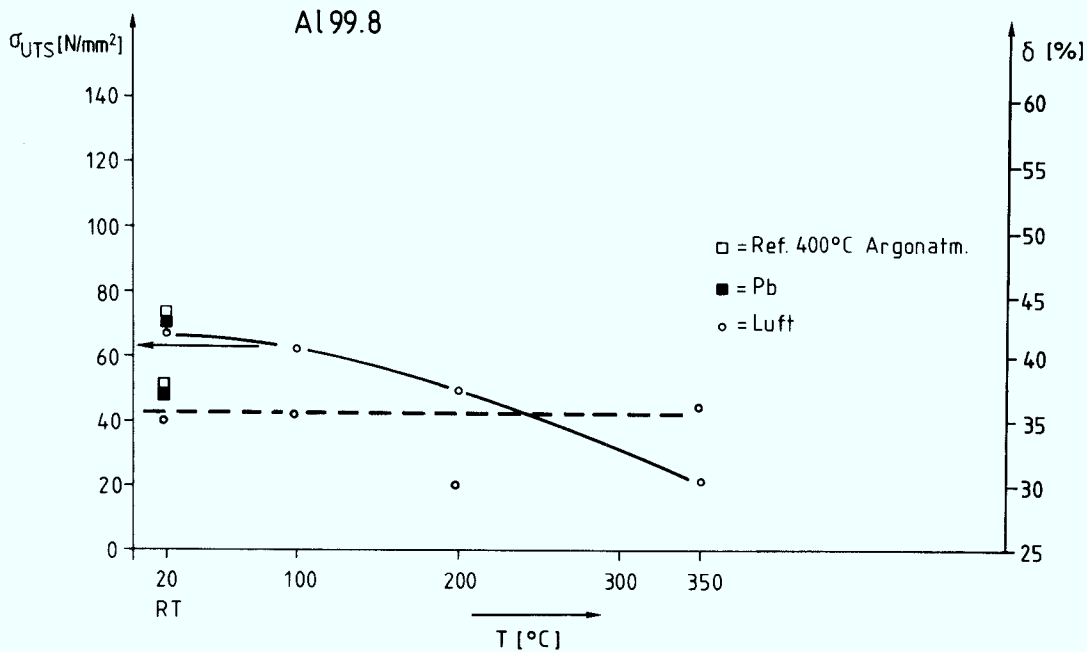


Abb.5-6 Zugfestigkeit und Bruchdehnung von Al99.8

Die Auswertung der Al99.8 Proben ergibt, daß die in Blei oder Argon wärmebehandelten Proben, gleiche Zugfestigkeit wie die Proben haben, die keine Wärmebehandlung durchgemacht haben. Da es sich um ein nicht aushärtbares Material im Zustand weich handelt, ist dieser Effekt nicht überraschend. Die Duktilität ist etwas erhöht, was auf das Ausheilen von Versetzungen zurückgeführt werden kann. Das flüssige Blei hatte offensichtlich keine Wirkung auf Zugeigenschaften und Duktilität.

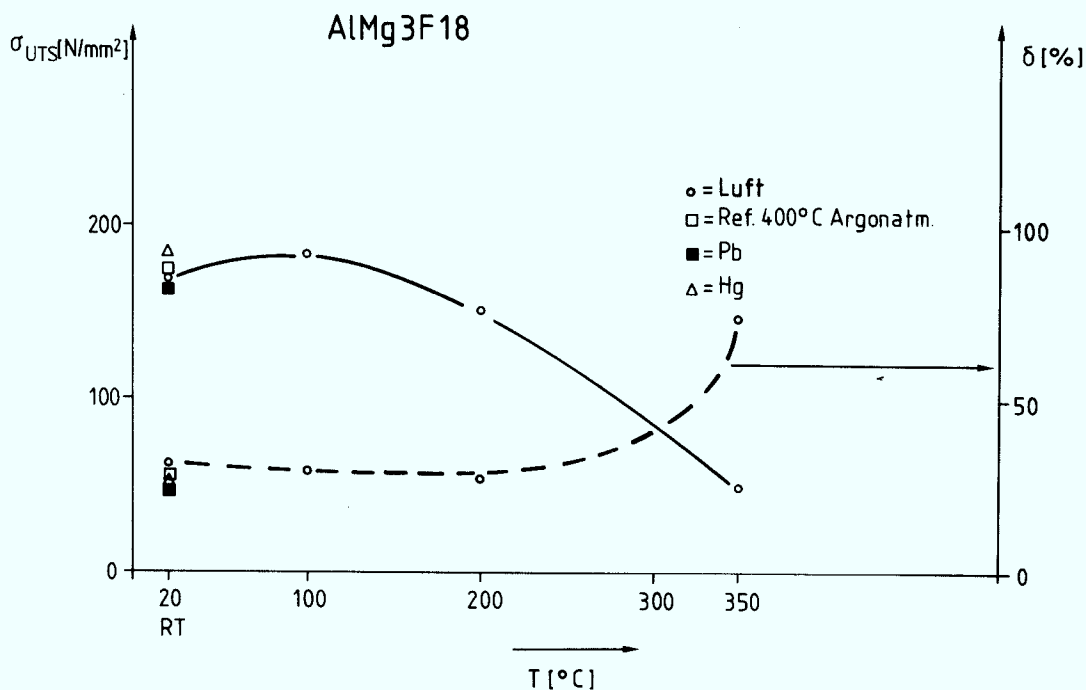


Abb.5-7 Zugfestigkeit und Bruchdehnung von AlMg3 F18

Da AlMg3 F18 ebenfalls naturhart ist, ergeben sich keine starken Veränderungen durch die Wärmebehandlung. Die Proben, die in Blei vorbehandelt wurden, zeigen eine leichte Abnahme der Duktilität gegenüber den Referenzproben in Argon ($\delta_{Pb} = 23.4 \% (s=0.3)$, $\delta_{Ar} = 28.2 \% (s=0.15)$), s gibt die Standardabweichung an. Da die Streuung gering ist, kann dieser relativ schwache Effekt als real betrachtet werden. Die Zugfestigkeit ist ebenfalls leicht herabgesetzt ($\sigma_{UTS Pb} = 163 \text{ N/mm}^2$, $\sigma_{UTS Ar} = 175 \text{ N/mm}^2$). Die in Quecksilber vorbehandelten Proben haben eine etwas höhere Zugfestigkeit ($\sigma_{UTS Hg} = 183 \text{ N/mm}^2$). Die Duktilität ist nur unwesentlich verändert.

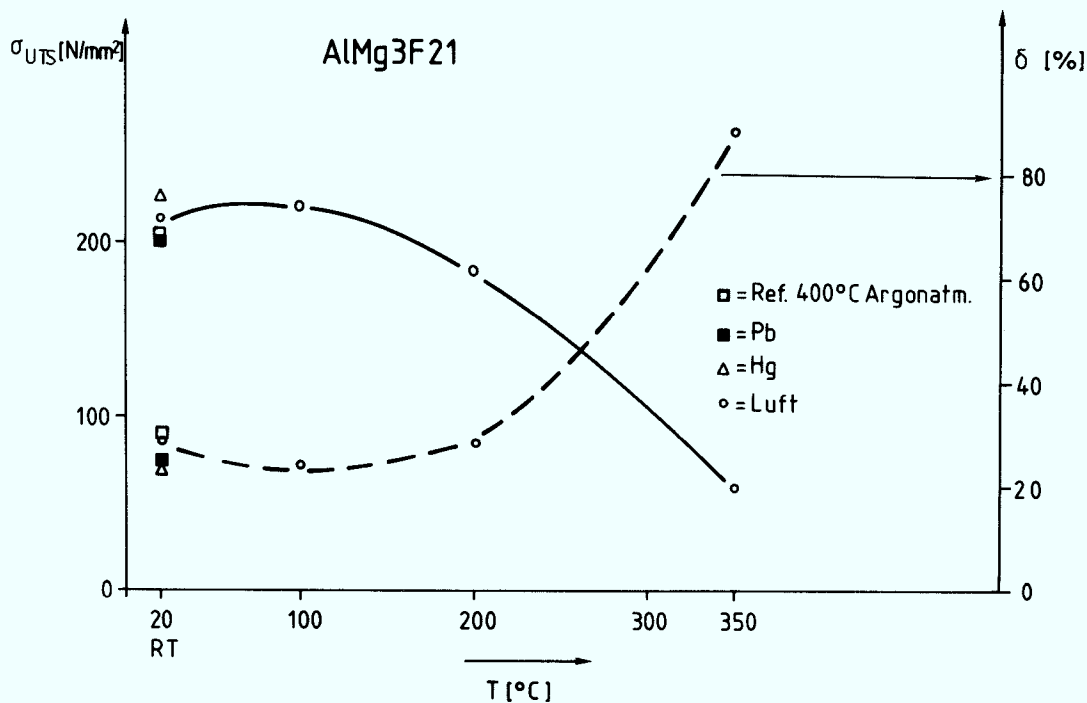


Abb.5-8 Zugfestigkeit und Bruchdehnung von AlMg3 F21

AlMg3 F21 ist stärker kaltverformt als AlMg3 F18 und hat daher eine höhere Zugfestigkeit. Auch bei dieser Legierung waren durch die Wärmebehandlung keine Veränderungen zu erwarten, was die bei Raumtemperatur ermittelten Zugversuchsdaten bestätigen ($\sigma_{UTS \text{ Luft}} = 214.2 \text{ N/mm}^2$, $\sigma_{UTS \text{ Ar}} = 206 \text{ N/mm}^2$). Die Zugfestigkeit der in Blei wärmebehandelten Proben ($\sigma_{UTS \text{ Pb}} = 201 \text{ N/mm}^2$) zeigt gegenüber der in Argon wärmebehandelten Proben keinen Unterschied. Die Duktilität ist mit $\delta_{\text{Pb}} = 25.6 \%$ ($s = 1.2$) gegenüber $\delta_{\text{Ar}} = 30.3 \%$ ($s = 0.6$) um einen ähnlichen Betrag gesenkt wie bei AlMg3 F18. Bei Proben, die in Quecksilber vorbehandelt wurden, zeigen wie die AlMg3 F18 Proben eine leicht erhöhte Zugfestigkeit ($\sigma_{UTS \text{ Hg}} = 224 \text{ N/mm}^2$) die Duktilität ist mit $\delta_{\text{Hg}} = 25 \%$ ähnlich der in Blei vorbehandelten Proben.

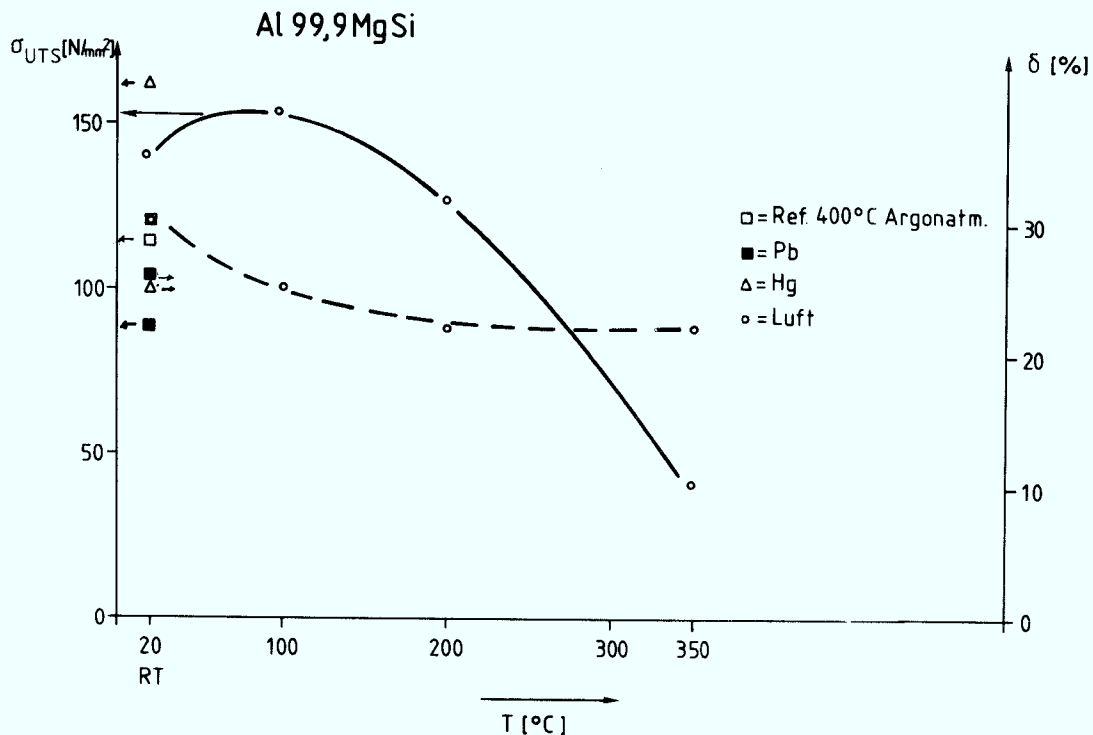


Abb.5-9 Zugfestigkeit und Bruchdehnung von Al99.9MgSi

Die Zugfestigkeit von Al99.9MgSi, einer aushärtbaren Legierung, nimmt durch Wärmebehandlung ab, ist aber deutlich höher als bei den Warmzugversuchen bei den entsprechenden Temperaturen. Auch hier ist charakteristisch, daß die Zugfestigkeit der dem Blei ausgesetzten Proben deutlich unter der Zugfestigkeit der in Argon wärmebehandelten Proben liegt ($\sigma_{UTS\ Ar} = 114\text{ N/mm}^2$, $\sigma_{UTS\ Pb} = 88.5\text{ N/mm}^2$). Ein Effekt auf die Duktilität ist ebenfalls vorhanden, die Bruchdehnung beträgt $\delta_{Ar} = 30.2\%$ für die in Argon wärmebehandelten Proben und $\delta_{Pb} = 25\%$ für die in Blei behandelten Proben. Die Proben, die in Quecksilber waren, zeigen wie bei den bereits besprochenen Legierungen eine höhere Zugfestigkeit $\sigma_{UTS\ Hg} = 162\text{ N/mm}^2$, allerdings mit einer großen Streuung ($s = 10$); daher sollte dieser Effekt nicht überbewertet werden.

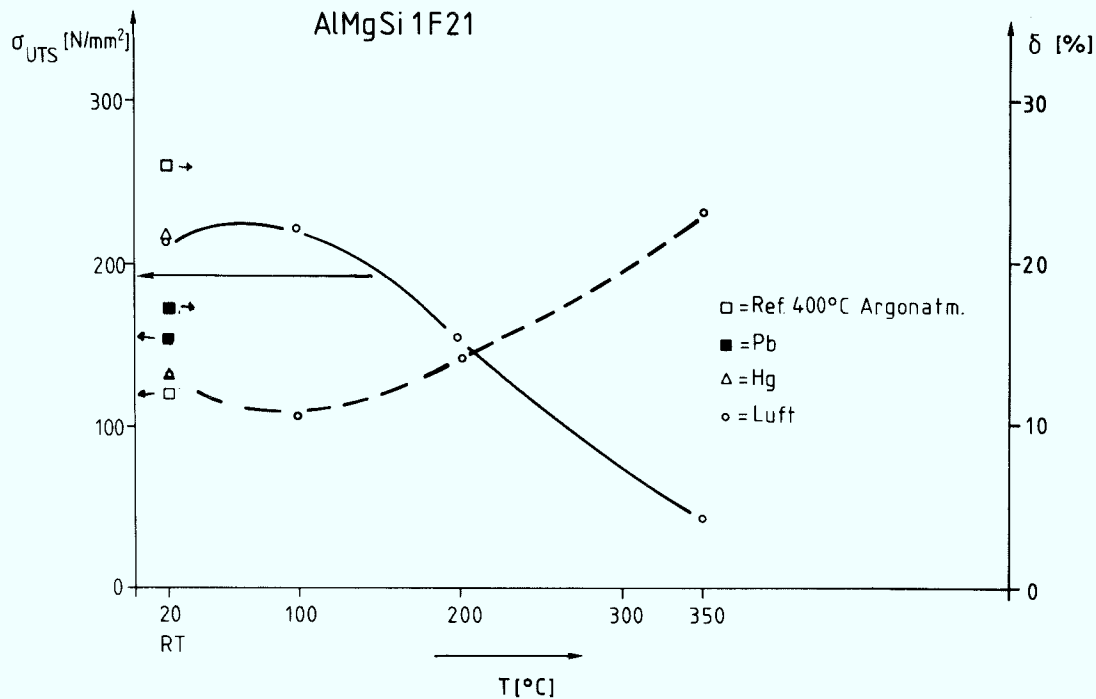


Abb.5-10 Zugfestigkeit und Bruchdehnung von AlMgSi1.0 F21

Die Zugfestigkeit der wärmebehandelten Proben aus AlMgSi1.0 F21 ist deutlich niedriger als die der unbehandelten ausscheidungsgehärteten. Die Mg_2Si -Ausscheidungen, die bei diesen Legierungen für die Festigkeit des Werkstoffs verantwortlich sind, werden durch die Temperaturbehandlung in der Matrix gelöst. Die in Blei wärmebehandelten Proben zeigen gegenüber den in Argon wärmebehandelten Proben deutlichen Duktilitätsverlust bei einer höheren Zugfestigkeit ($\delta_{Pb} = 17\%$, $\delta_{Ar} = 26\%$). Bei den in Quecksilber vorbehandelten Proben ergibt sich kein Effekt im Vergleich zu den Referenzproben.

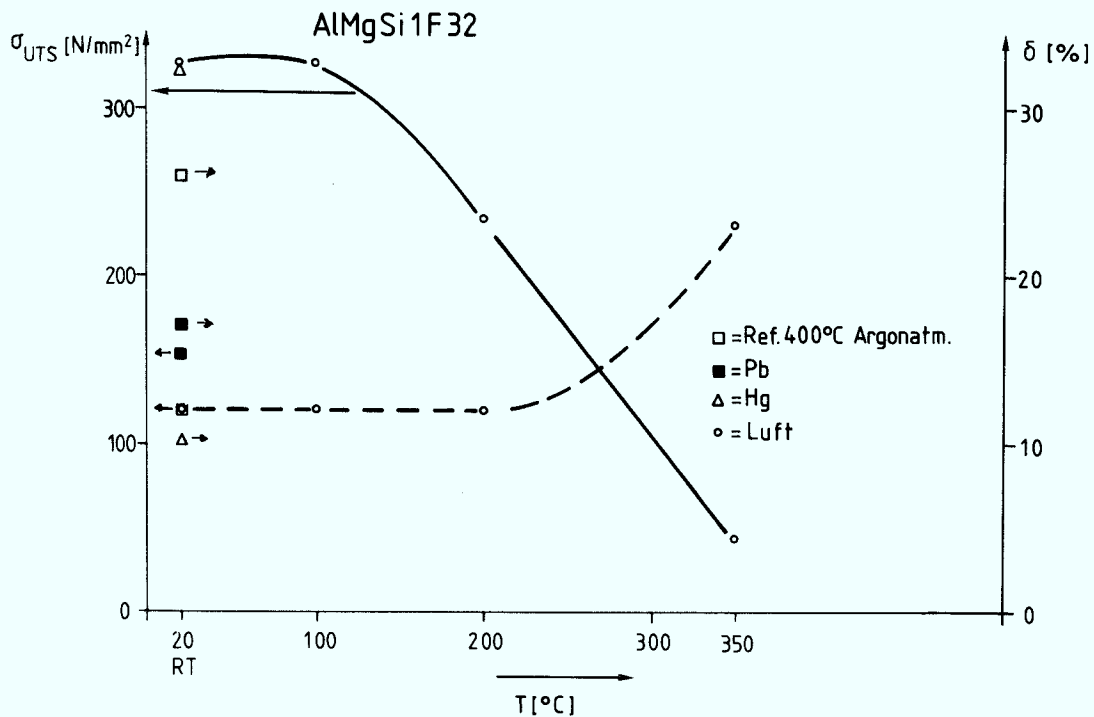


Abb.5-11 Zugfestigkeit und Bruchdehnung an AlMgSi1.0 F32

Die Legierung AlMgSi1.0 F32 unterscheidet sich von der im letzten Absatz besprochenen nur durch den Aushärtungsgrad. Es ergeben sich so bei den wärmebehandelten Proben die gleichen Ergebnisse wie bei AlMgSi1.0 F21. Der Einfluß des Quecksilbers spiegelt sich in einem merklichen Verlust der Duktilität $\delta_{\text{Hg}} = 9.5 \%$ ($s = 0.3$) gegenüber $\delta_{\text{Luft}} = 12.1 \%$ ($s = 0.14$) bei gleicher Zugfestigkeit ($\sigma_{\text{UTS Hg}} = 322 \text{ N/mm}^2$, $\sigma_{\text{UTS Luft}} = 327 \text{ N/mm}^2$) wieder.

Bei der Legierung AlMg1Cu4 ist die Auswertung nur sehr unvollständig durchgeführt, da diese Legierung wegen ihres hohen Kupfergehaltes aus Aktivierungsgründen nicht als mögliches Hüllmaterial vorgesehen war. Es wurden daher auch nur unvollständig die Warmzugeigenschaften bestimmt und deshalb wurde auf eine graphische Darstellung verzichtet. Der interessanteste Aspekt bei dieser Legierung ist der deutliche Einfluß des Quecksilbers auf die Bruchdehnung ($\delta_{\text{Luft}} = 10 \%$, $\delta_{\text{Hg}} = 4 \%$). Die Duktilität verringert sich um mehr als 50 %. Die Zugfestigkeit liegt etwas unter der der Referenzproben ($\sigma_{\text{UTS Hg}} = 506 \text{ N/mm}^2$, $\sigma_{\text{UTS Luft}} = 535$

N/mm²). Bei den wärmebehandelten Proben haben die in Blei behandelten eine um 20 % höhere Zugfestigkeit ($\sigma_{\text{UTS Pb}} = 298 \text{ N/mm}^2$, $\sigma_{\text{UTS Ar}} = 256 \text{ N/mm}^2$) und eine verringerte Bruchdehnung ($\delta_{\text{Pb}} = 13.4 \%$, $\delta_{\text{Luft}} = 18.6 \%$).

Die Ergebnisse dieser Versuche sind in den nachfolgenden Tabellen zusammengefaßt.

Legierung	$\sigma_{\text{UTS (Hg)}}/\sigma_{\text{UTS (Luft)}}$	$\delta_{\text{Hg}}/\delta_{\text{Luft}}$
AlMg3F18	1.08	0.85
AlMg3F21	1.05	0.89
Al99.9MgSi	1.14	0.84
AlMgSi1.0 F21	1.01	0.96
AlMgSi1.0 F32	0.98	0.80
AlMg1Cu4	0.95	0.4

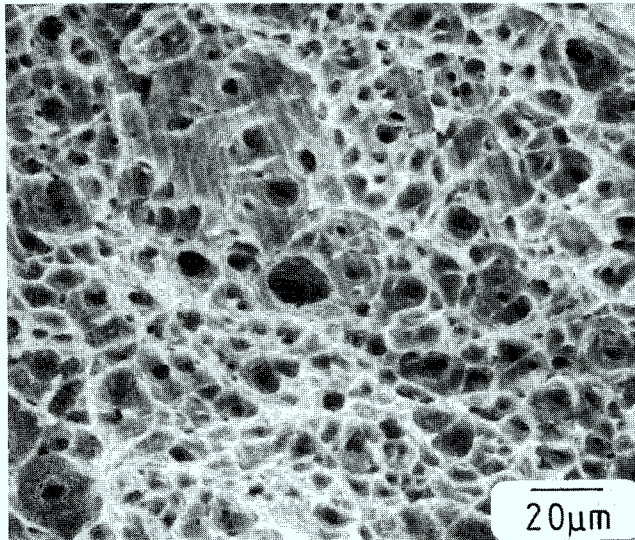
Tab.5-4 Änderungen der Zugfestigkeit und Bruchdehnung für die in Quecksilber vorbehandelten Proben im Vergleich zu unvorbehandelten Referenzproben

Legierung	$\sigma_{\text{UTS (Pb)}}/\sigma_{\text{UTS (Ar)}}$	$\delta_{\text{Pb}}/\delta_{\text{Ar}}$
Al99.8	0.96	0.98
AlMg3F18	0.93	0.83
AlMg3F21	0.97	0.85
Al99.9MgSi	0.78	0.85
AlMgSi1.0	1.27	0.66
AlMg1Cu4	1.16	0.72

Tab.5-5 Änderungen der Zugfestigkeit und Bruchdehnung für die in Blei vorbehandelten Proben im Vergleich zu den in Argon wärmebehandelten Referenzproben

5.2.1.3 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen

Die fraktographischen Untersuchungen ergeben bei den meisten Proben makroskopisch duktilen Bruchverhalten. Ausnahmen davon bilden nur die Raumtemperatur-Referenzproben und die in Quecksilber behandelten Proben der Legierungen AlMg1Cu4 und AlMg3 F21. Dies wird durch die äußerst geringe Brucheinschnürung belegt. Mikroskopische Untersuchungen zeigen allerdings für alle untersuchten Zugproben durchweg duktilen Wabenbruch. In Abb.5-12 ist die Bruchfläche einer in Blei behandelten Probe zu sehen.



*Abb.5-12 Duktiler Wabenbruch
einer in Blei vorbehandelten
Zugprobe*

Nähere Untersuchungen mit Rückstreuelektronenbild zeigen, daß Bleiteilchen über der Bruchfläche verteilt sind. Da nur sehr geringe Mengen des Bleis an der Oberfläche der Probe erstarrt waren, können die Bleiteilchen nicht nach dem Bruch auf die Bruchfläche gelangt sein.

Eine ähnliche Untersuchung wurde zwar testweise für die in Quecksilber vorbehandelten Proben durchgeführt, ist aber nicht sehr aussagekräftig, da die flüssigen Quecksilber-Teilchen auch nachträglich auf die Bruchfläche gelangt sein können. Obwohl die Proben nach der Entnahme aus dem Versuch gereinigt wurden, kann nicht ausgeschlossen werden, daß geringe Mengen Quecksilber nicht entfernt werden konnten.

Die Bleiteilchen befinden sich meist im Bereich einiger 100 μm vom Rand entfernt. Abb.5-13 zeigt das Sekundärelektronenbild einer Bruchfläche mit den hellen Bleiteilchen, die im invertierten Rückstreuelektronenbild (Abb.5-14) wegen des verstärkten Materialkontrastes und des verringerten Topographiekontrastes besser zu erkennen sind. Das zugehörige EDX-Spektrum, als Punktanalyse bei höherer Vergrößerung aufgenommen, zeigt eindeutig, die M-Linie und die L-Linien von Blei (Abb.5-15).

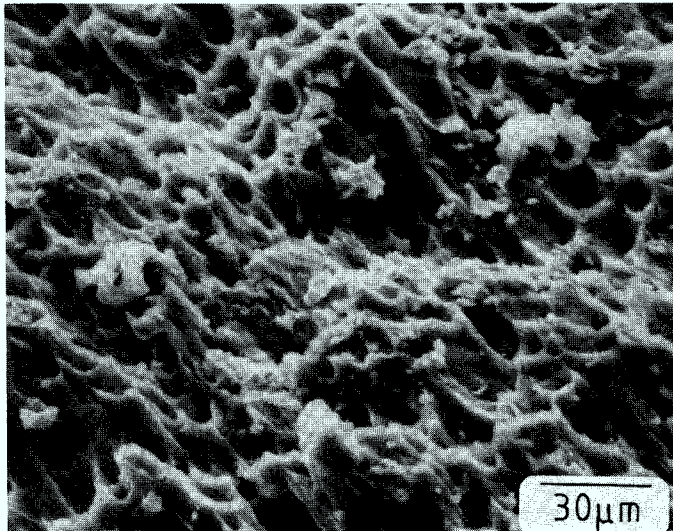


Abb.5-13 Bleiteilchen auf der Bruchfläche, SE-Bild.

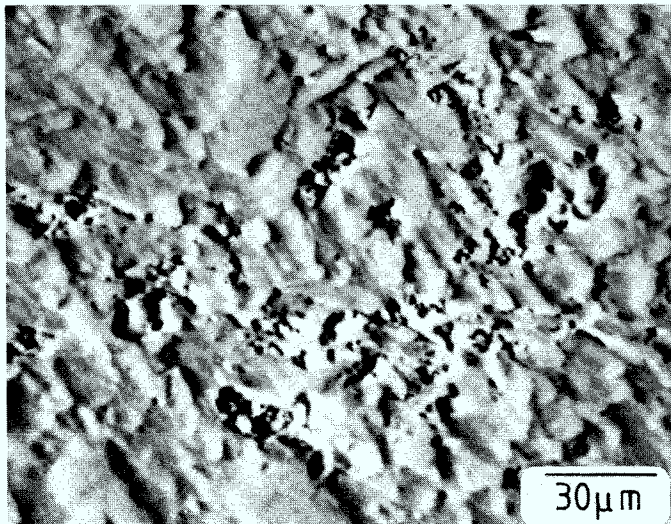


Abb.5-14 RE-Bild derselben Stelle wie in Abb.5-13

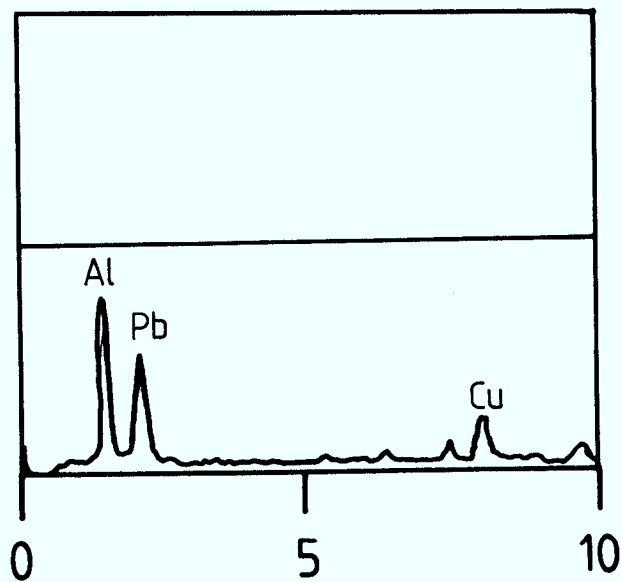


Abb.5-15 EDX-Spektrum derselben Stelle

Abb.5-16 zeigt Bleiteilchen auf der Bruchfläche einer AlMgSi1 Probe im Sekundärelektronenbild. In Abb.5-17 ist das dazugehörige Verteilungsbild dargestellt; es wurde ein Fenster auf die M-Linie von Blei gesetzt.

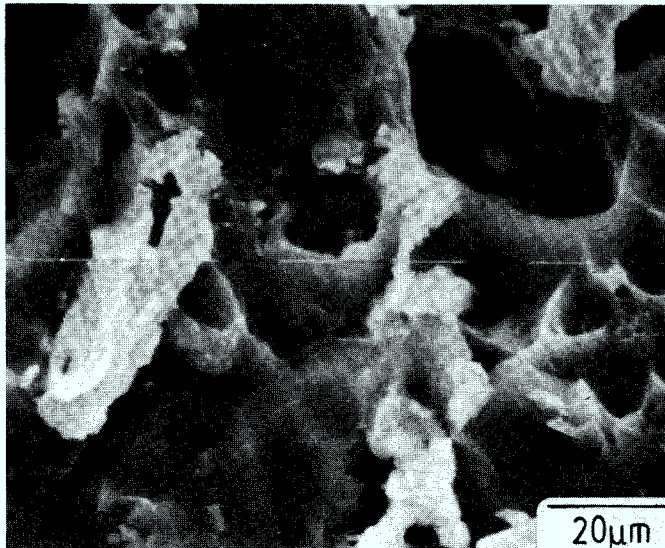


Abb.5-16 Bleiteilchen auf der Bruchfläche einer AlMgSi1.0 Zugprobe

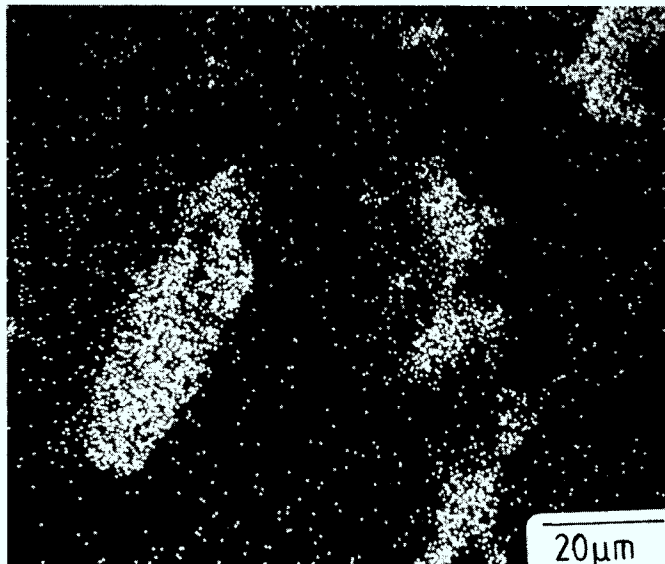


Abb.5-17 Zu Abb.5-16 gehörendes Blei-Verteilungsbild

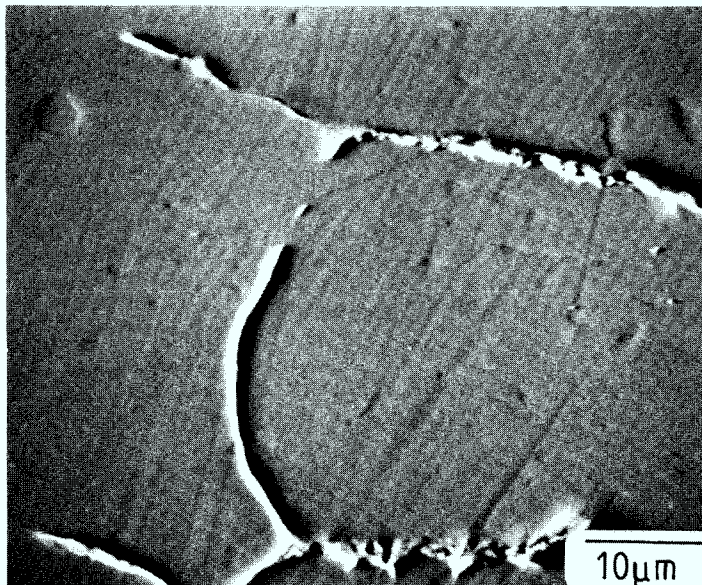
Bleiteilchen konnten zwar bei fast allen in Blei vorbehandelten Proben gefunden werden, die Häufigkeit ist aber auch bei verschiedenen Proben unterschiedlich. häufiger traten Bleiteilchen über größere Bereiche verteilt auf, so bei AlMg1Cu4, AlMg3 F18, AlMgSi1. Das wurde bei Al99.9MgSi und Al99.8 weniger beobachtet.

Diese Ergebnisse lassen die Schlußfolgerung zu, daß- wenn auch äußerlich nicht direkt sichtbar- ein Angriff durch das Flüssigmetall stattgefunden hat. Die Eindringtiefe und die Menge des eingedrungenen Flüssigmetalls sind legierungsabhängig. Die maximale Eindringtiefe wurde aus den REM-Untersuchungen auf 100 -200 μm abgeschätzt.

Bei der Suche nach quecksilberhaltigen Teilchen konnten 0.1 - 0.2 μm große Teilchen gefunden werden. Da diese Teilchen aber nachträglich auf die Bruchfläche gelangt sein könnten, werden keine weiteren Interpretationen gegeben.

5.2.1.4 Metallographische Untersuchungen

Um zu klären, ob die Bleiteilchen tatsächlich durch Korrosionsangriff in die Proben eingedrungen sind, wurden Querschliffe von einigen Proben angefertigt. Die Schnittebenen lagen meist in der Nähe des Bruchs. In Abb.5-18 ist interkristalliner Angriff an einer Al99.9MgSi Probe im Rasterelektronenmikroskop dargestellt. Die Angriffstiefe beträgt etwa 75 μm , was mit aus REM-Daten ermittelten Eindringtiefe von 100 - 200 μm durchaus in Einklang steht.



*Abb.5-18 Interkristalliner
Korrosionsangriff einer
Zugprobe, (RE-Bild)*

5.2.2 Statischer Korrosionsversuch an Dünnsbandproben aus der AlMgSi-Legierung (6061)

Dieser Versuch wurde an Dünnsbandproben der AlMgSi-Legierung 6061 durchgeführt. Die chemische Zusammensetzung dieser Legierung ist in Tab. 5-2 aufgeführt. Die Probengeometrie ist Abb.3-6 zu entnehmen. Die Probenherstellung ist in /5/ beschrieben. Die Proben wurden ca. 4000 h in einem Quecksilberbad bei Raumtemperatur belassen. Danach sollten Zugversuche in Luft bei Raumtemperatur ausgeführt werden. Die meisten Proben waren jedoch so versprödet, daß sie brachen, bevor sie in die Zugmaschine eingespannt werden konnten. Diese Proben sind aufgrund ihrer Geometrie (Dicke 50 -60 μm) schwierig zu handhaben, nach Einwirkung des Flüssigmetalls wurde die Handhabung noch weiter erschwert. In Abb. 5-19 sind die Spannungs-Dehnungs-Diagramme einer in Quecksilber vorbehandelten Probe und einer Referenzprobe gegenübergestellt. Zwar ist die Duktilität bei diesen Proben ohnehin geringer als bei den Rundzugproben des gleichen Werkstoffs, aber im Vergleich zeigt sich deutlich der eklatante Duktilitätsverlust, den die Probe durch Flüssigmetalleinwirkung verzeichnet. Bei den Referenzproben lag die Bruchdehnung etwa bei 6 % , was um einen Faktor 2.0 - 2.2 geringer ist als Werte, die für Rundzugproben nach DIN 50125 gemessen wurden. Die in Quecksilber behandelte Probe zeigt eine Zugfestigkeit, die um etwa 5 % höher liegt als die der Referenzprobe, aber eine sehr viel geringere Bruchdehnung von ca. 0.9 %; das entspricht einem Duktilitätsverlust von ca. 85 %.

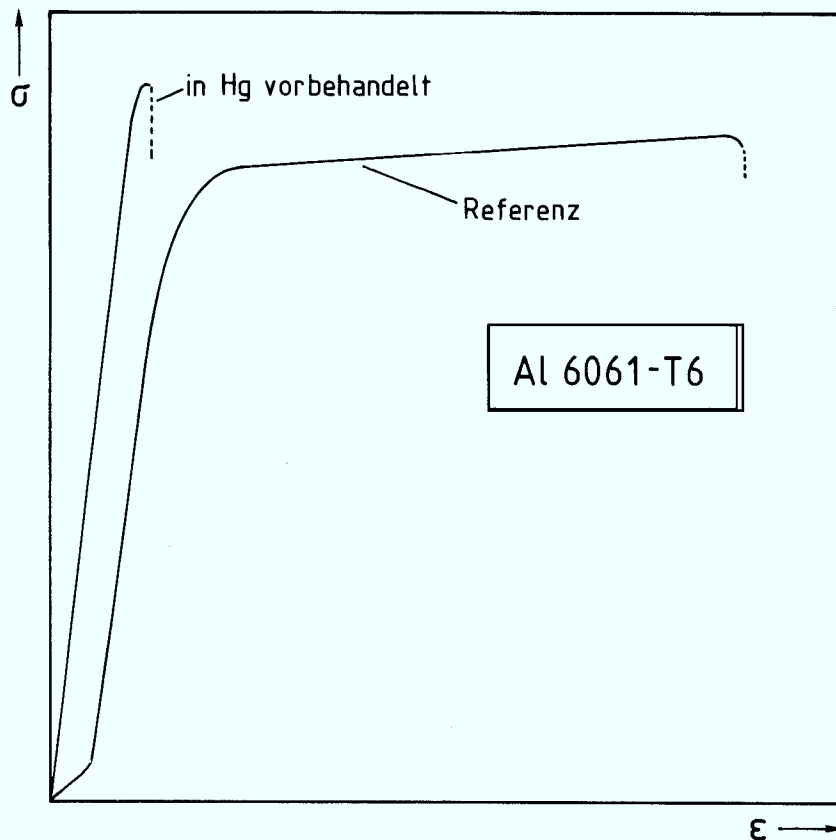


Abb.5-19 Spannungs-Dehnungs-Diagramm einer in Quecksilber vorbehandelten Dünnsbandprobe gegenüber einer unvorbehandelten Referenzprobe

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen ergeben einen durchweg spröden Bruch mit verschwindend geringer Brucheinschnürung. Abb.5-20 zeigt die Bruchfläche einer solchen stark versprödeten Probe im Sekundärelektronenbild. Im Vergleich zu einer Referenzprobe mit eindeutig duktilen Bruchverhalten und deutlicher Brucheinschnürung (Abb.5-21).

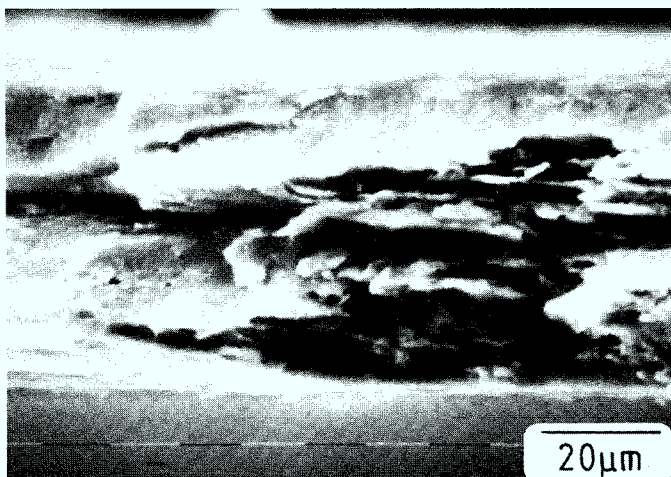


Abb.5-20 Bruchfläche der in Quecksilber vorbehandelten 6061-T6 Probe

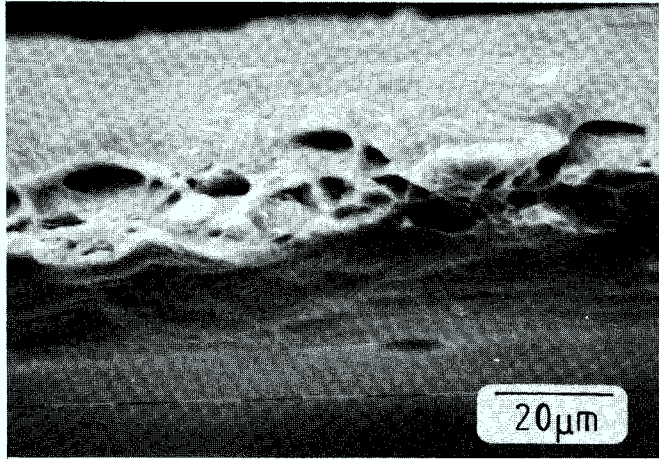


Abb.5-21 Bruchfläche einer unvorbehandelten Probe

Härtemessungen an diesen Proben ergaben stärkere Schwankungen als bei den Referenzproben, aber keinen deutlichen Effekt, wie er teilweise bei den Tiegelproben in Kap.5.1 beobachtet wurde.

Entgegen der in der Literatur dargestellten Ergebnissen konnten auch bei statischen Korrosionsversuchen eindeutige Effekte, die auf eine Versprödung hinweisen, gefunden werden. Die Effekte hängen stark mit der Dauer der Versuche und der Legierung zusammen. In den Arbeiten der Literatur /15,46/ wurde meist nur Kurzzeitversuche durchgeführt, die keine Veränderung der Materialeigenschaften nachweisen konnten.

5.2.3 Vergleich der Ergebnisse mit Literaturdaten

Ausgehend von den in /15/ ermittelten Diffusionskonstanten für eine Quecksilber-Zink-Legierung in reinem Aluminium:

$$D_0 = 4.99 \cdot 10^{-2} \text{ [cm}^2\text{/s]}$$

und der Aktivierungsenergie

$$Q = 66.4 \text{ [kJ/mol]}$$

wird der temperaturabhängige Diffusionskoeffizient bestimmt:

$$D = D_0 e^{-Q/RT} \text{ [cm}^2\text{/s]}$$

Die allgemeine Gaskonstante ist dabei

$$R = 8.35 \text{ [J/mol K]}$$

Setzt man $T = 300 \text{ K}$ ein, so ergibt sich

$$D = 1.53 \cdot 10^{-13} \text{ [cm}^2/\text{s]} .$$

Die mittlere Weglänge x ergibt sich damit zu

$$(k x)^2 = 2 D t$$

k ist ein Parameter, der den realen Weg berücksichtigt. Der Einfachheit halber wird hier ein Weg angenommen, der senkrecht auf der Oberfläche steht, d.h. $k = 1$. Einsetzen der Werte ergibt

$$x_1 \approx 14 \text{ } \mu\text{m} \text{ für } t = 2000 \text{ h}$$

Die Änderung der maximalen Zugkraft /15/ wäre unter diesen Bedingungen

$$F_{\max} = b F_{\max 0}$$

mit

$F_{\max}$ maximale Zugkraft in Flüssigmetallumgebung

$F_{\max 0}$ maximale Zugkraft in inerter Umgebung

$$b = (r - x)^2 / r^2$$

r Radius der Probe

Mit den Daten für die Rundzugproben nach DIN 50125 ergibt sich

$$F_{\max} \approx 0.994 F_{\max 0}$$

D.h. Im Rahmen des Meßfehlers es ergibt sich keine Veränderung der Zugfestigkeit Für die massiven Rundzugproben konnte dies auch bestätigt werden. Nach dieser Theorie müßten bei den Dünnbandproben er-

heblich niedrigere Zugfestigkeitswerte ermittelt werden. Dies kann bei einigen Proben, die beim Einbau bereits gerissen sind durchaus zutreffen. Bei den anderen Proben ist die Zugfestigkeit unverändert bzw. leicht erhöht. Die Versprödung macht sich deutlich in der Abnahme der Duktilität bemerkbar. Der Grund dafür kann darin liegen, daß die in /15/ gemessenen Daten nicht auf die verwendeten Legierungen übertragen werden können, vor allen Dingen, da die in /15/ verwendete Quecksilber-3%Zink-Legierung auf Aluminium stärker versprödend wirkt als Rein-Quecksilber /13/. Die Berücksichtigung der Schutzwirkung der Oxidschicht ergibt eine geringere effektive Zeit.

5.3 Ergebnisse der Korrosionsversuche Aluminium-Legierungen /Blei

5.3.1 Ergebnisse der Vorversuche Aluminium-Legierungen / Blei

In dem in Kap. 3 beschriebenen Vorversuch sollte prinzipiell die zu erwartende Stärke des Flüssigmetallangriffs und sinnvolle Versuchszeiten und Temperaturen sowie die Art des Angriffs geklärt werden.

5.3.1.1 Probencharakterisierung

Die chemische Zusammensetzung aller für statische Korrosionsversuche mit Blei verwendeten Legierungen ist in Tab.5-6 zusammengestellt. Es wurden metallographische Schliffe der Referenzproben angefertigt und Gefügebeurteilungen, Korngrößenbestimmungen, sowie Härtemessungen durchgeführt. Die Ergebnisse werden hier allerdings nicht gesondert aufgeführt, sondern bei der Untersuchung der Korrosionsproben erwähnt.

Proben für statische Korrosionsversuche

Legierung	Bezeichnung	Al	Mg	Si	Cr	Cu	Fe	Mn	Ti	Zn	Sn
AlMg1	101	Rest	0.90	0.05	<0.01	0.01	0.25	0.06	<0.01	0.02	<0.1
AlMgSi	202	Rest	0.495	0.36	≤0.002	0.004	0.185	0.022	0.012	0.011	<0.1
AlMg1	301	Rest	0.80	0.02	<0.01	<0.01	0.25	<0.01	<0.01	<0.01	<0.1
AlMgSi1	307A	Rest	0.61	1.03	0.008	0.027	0.325	0.48	0.017	0.022	<0.1
AlMgSi1	307B	Rest	0.69	0.80	<0.002	<0.002	0.21	0.435	0.017	0.003	<0.1
AlMgSi1	307C	Rest	0.72	0.915	0.01	0.04	0.31	0.465	0.011	0.034	<0.1
AlMgSi1	307D	Rest	0.73	0.905	0.009	0.027	0.31	0.460	0.02	0.034	<0.1
AlMg2	308A	Rest	1.85	0.06	<0.01	0.01	0.20	0.10	0.02	<0.01	0.18
AlMg2	308B	Rest	1.85	<0.01	<0.01	<0.01	0.25	0.12	0.01	0.01	0.18
Al99.9	400	Rest	<0.001	<0.01	<0.01	<0.01	0.02	<0.001	<0.001	<0.001	<0.01
AlMgSi0.5	403	Rest	0.565	0.525	0.008	0.017	0.275	0.105	0.008	0.031	<0.1
AlMgSi0.5	409	Rest	0.42	0.08	<0.01	<0.01	0.20	<0.01	0.01	<0.01	<0.1
AlMg3	703	Rest	2.82	<0.01	0.02	0.03	0.26	0.25	0.03	0.09	0.27
AlMg2.5	711	Rest	2.50	0.08	0.01	0.01	0.27	0.27	0.03	0.05	0.24
AlMgSi0.8	712	Rest	0.635	0.865	0.012	0.041	0.33	0.24	0.04	0.085	<0.1
AlMg3	903	95.79	3.45	0.146	0.018	0.029	0.269	0.23	0.026	0.045	<0.1

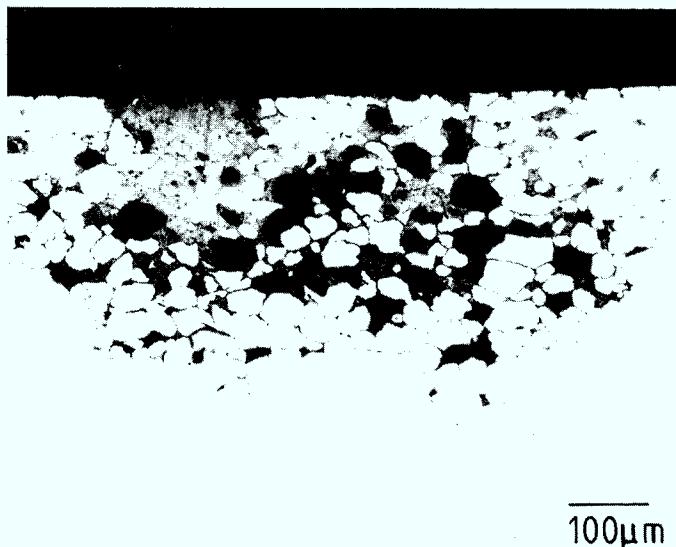
Tab.5-6 Chemische Zusammensetzung der Proben für die Korrosionsexperimente

5.3.1.2 Ergebnisse

Zunächst werden die Ergebnisse der Vorversuche dargestellt. Die Versuchszeit betrug etwa 2000 h, die Temperatur kann nur geschätzt werden, lag aber bei ca. 380 °C, als Medium wurde Pb 99.99% gewählt. Der Versuchsaufbau wurde in Kap. 3 beschrieben. Die Proben wurden nach der Entnahme zunächst optisch kontrolliert und dabei ergab sich folgender Eindruck:

308A, 308B, 301, 307B	kein Angriff
202, 403	leichter Angriff
409, 307C, 307A	mittlerer Angriff
400, 307D	starker Angriff

Eine anschließende metallographische Untersuchung von Querschliffen zeigt deutlich interkristallinen Angriff, der sehr deutlich in Abb.5-22 an einer AlMg1-Probe (301), bei der rein visuell kein Korrosionsangriff festgestellt wurde, dargestellt ist. Da aus dem Verbund nur wenige Körner herausgelöst wurden, konnte der Angriff äußerlich nicht erkannt werden. Eine Auswertung über den Gewichtsverlust der Proben würde in einem solchen Fall ebenfalls verfälschte Werte liefern. Die metallographischen Untersuchungen dieser Versuche wurden nicht zu quantitativen Auswertungen benutzt, d.h die maximalen Angriffstiefen nicht bestimmt. Die wurde erst bei den Hauptversuchen, die im folgenden beschrieben werden, durchgeführt.



*Abb.5-22 Interkristalliner
Korrosionsangriff an ei-
ner AlMg1 Probe*

5.3.2 Ergebnisse der statischen Korrosionsversuche Aluminium-Legierungen / Blei

Der Versuchsaufbau wurde bereits in Kap. 3 ausführlich diskutiert. Die Darstellung der Probencharakterisierung erübrigt sich ebenfalls, da sie bereits in den Vorversuchen beschrieben wurde. Hier sollen nur noch einmal kurz die Versuchsdaten zusammengefaßt werden. Die Versuche wurden mit folgender Bezeichnung versehen:

V n.m

V - Versuch

n - Versuchsplatznummer (1 - 5)

m - durchlaufende Nummer des Versuchs an diesem Versuchsplatz

Versuche, die bis zum geplanten Ende durchgeführt und im Rahmen dieser Arbeit ausgewertet wurden, sind in der folgenden Liste mit Temperatur und maximaler Versuchsdauer aufgeführt.

- V 1.1 AlMg-Legierungen 370 - 380 °C 2540 h
- V 1.2 AlMgSi-Legierungen 360 - 370 °C 1520 h
- V 2.1 AlMgSi-Legierungen 335 °C 2496 h
- V 2.2 AlMg-Legierungen 340 °C 1495 h
- V 4.2 AlMg₃ 380 - 400 °C 1010 h

Da wie in Kapitel 4 bereits erwähnt, die Gewichtsverlustbestimmung nicht sinnvoll anwendbar war, wurden wie in /11/ vorgeschlagen als wichtigstes Auswerteverfahren die metallographischen Untersuchungen und die Bestimmung der maximalen Angriffstiefe ΔA [μm] angesehen. Aus dieser Größe ΔA [μm] wurden noch andere Größen, die Aussagen über die Stärke des Korrosionsangriffs oder die Korrosionsgeschwindigkeit liefern, ermittelt.

Normierte Restdicke: $d_n = (d_0 - \Delta A) / d_0$

Angriffsgeschwindigkeit: $\Delta A / t_v$

norm. Restdicke bezogen auf die Versuchszeit: d_n / t_v

mit

ΔA (max.) Angriffstiefe,

d_0 Dicke der Ausgangsprobe,

t_v Versuchszeit.

Die letzten Größen dienten besonders dazu, mehrere Versuche miteinander zu vergleichen. Da bei einer ideal korrosionsresistenten Probe gilt:

$$d_n / t_v = 1 / t_v,$$

Bei den untersuchten Proben kann das Korrosionsverhalten als die Abweichung vom Idealverhalten der korrosionsresistenten Probe betrachtet werden. Neben dem Ausmessen des Korrosionsangriffs anhand von metallographischen Schliffbildern wurde auch versucht, Veränderungen des Gefüges zu ermitteln. Ergänzend wurden Härtemessungen und Korngrößebestimmungen durchgeführt. Teilweise wurden auch das Rasterelektronenmikroskop zur Untersuchung der Proben eingesetzt.

Die Ergebnisse der Versuche werden anhand von Tabellen zusammengefaßt und in Diagrammen dargestellt. Ergänzend dazu wurden die Ergebnisse der der Härtemessungen, der optischen Metallographie und Rasterelektronenmikroskopie zusammengefaßt. Die nachfolgenden Tabellen enthalten neben Versuchs- und Legierungsbezeichnung die Werte, die zur Auswertung herangezogen wurden, wie sie bereits erläutert wurden.

V1.1 403

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
50	0.9831	21.25	2.35	$46.26 \cdot 10^{-3}$	/1
170	0.9424	232	0.733	$4.063 \cdot 10^{-3}$	/2
1000	0.6610	1073.5	0.931	$0.616 \cdot 10^{-3}$	/3
320	0.8915	1003	0.319	$0.889 \cdot 10^{-3}$	/5
1040	0.6475	2540	0.409	$0.255 \cdot 10^{-3}$	/6
1100	0.6271	2540	0.433	$0.247 \cdot 10^{-3}$	/6

Tab.5-7 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V1.1 der AlMgSi-Legierung 403 mit ΔA - max. Angriffstiefe, d_n - normierte Restdicke, t_v - Versuchszeit

V1.1 703

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
150	0.927	232	0.646	$3.7 \cdot 10^{-3}$	/2
200	0.902	1003	0.199	$0.9 \cdot 10^{-3}$	/5
190	0.907	1073	0.177	$0.8 \cdot 10^{-3}$	/3
500	0.756	2540	0.196	$0.3 \cdot 10^{-3}$	/6

Tab.5-8 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V1.1 der AlMg3-Legierung 703

V1.1 903

ΔA [μm]	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]
160	232	0.690
640	1073.5	0.596
400	1003	0.399
320	2540	0.126
420	2540	0.165

Tab.5-9 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V1.1 der AlMg3-Legierung 903

Bei der Probe 903 konnten nur die Angriffstiefe nicht aber die normierte Restdicke bestimmt werden, da die Proben teilweise keilförmig geschnitten waren. Aus der Angriffstiefe läßt auch die Korrosionsgeschwindigkeit bestimmen. Die Probe 403 wird stärker als die beiden anderen angegriffen. Die chemische Analyse hat ergeben, daß es sich bei dieser Probe um eine AlMgSi Legierung und nicht wie angenommen um eine AlMg-Legierung handelt. Die Korrosionsgeschwindigkeit dieser

Legierung liegt bei 2500 h mit $0.4 \mu\text{m h}^{-1}$ um einen Faktor 2 höher als bei den AlMg-Legierungen dieses Versuchs. Die Werte streuen stark, wie man aus der graphischen Darstellung (Abb.5-26) ersehen kann. Deshalb können aus diesem Versuch keine weiterreichende Schlußfolgerungen gezogen werden.

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen (Abb. 5-23) zeigen die Oberfläche einer geätzten Referenzprobe der Legierung 903 (AlMg3). Man sieht deutlich die beschädigte Oberfläche, plattenförmige Teile haben sich abgehoben. Darunter sieht man die Aufnahme einer Probe nach einer Versuchszeit von 1073 h (Abb. 5-24). Es ist deutlich eine durch Korrosion verursachte Vertiefung mit einem Durchmesser von etwa $50 \mu\text{m}$ zu erkennen. Die Tiefe kann aus dieser Aufnahme nicht bestimmt werden.

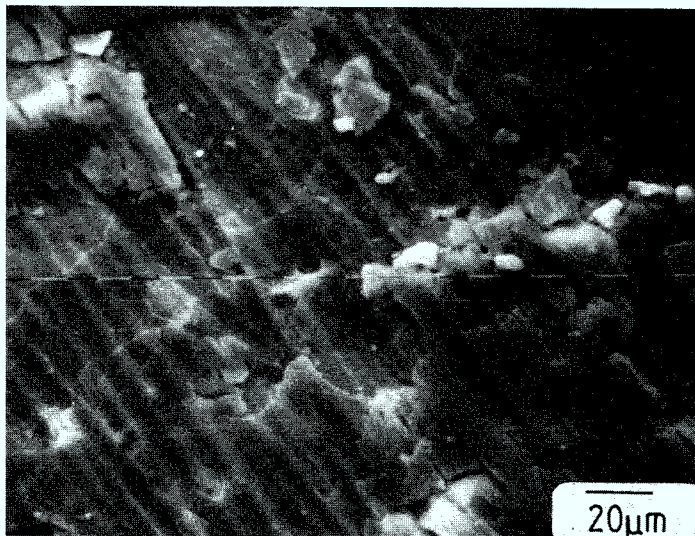


Abb.5-23 REM-Aufnahme der Oberfläche einer geätzten Probe

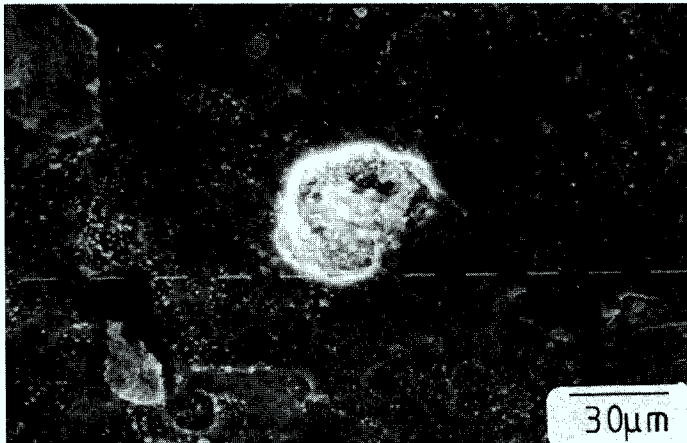


Abb.5-24 REM-Aufnahme der Oberfläche einer Korrosionsprobe

Ergänzend zu diesen Untersuchungen zeigt Abb.5-25 den Verlauf der Härtewerte nach den Versuchszeiten. Zunächst kommt der Effekt des Weichglühes zum Tragen, wie an den Referenzdaten zu erkennen ist. Vergleichsweise wurden Referenzproben 100 h bei 350 °C geglüht. Nach dem anfänglichen Absinken der Härtewerte bleiben die Werte innerhalb der Fehler konstant für die beiden AlMg-Legierungen. Bei der AlMgSi-Legierung ist dagegen ein leichter Härteanstieg zu verzeichnen.

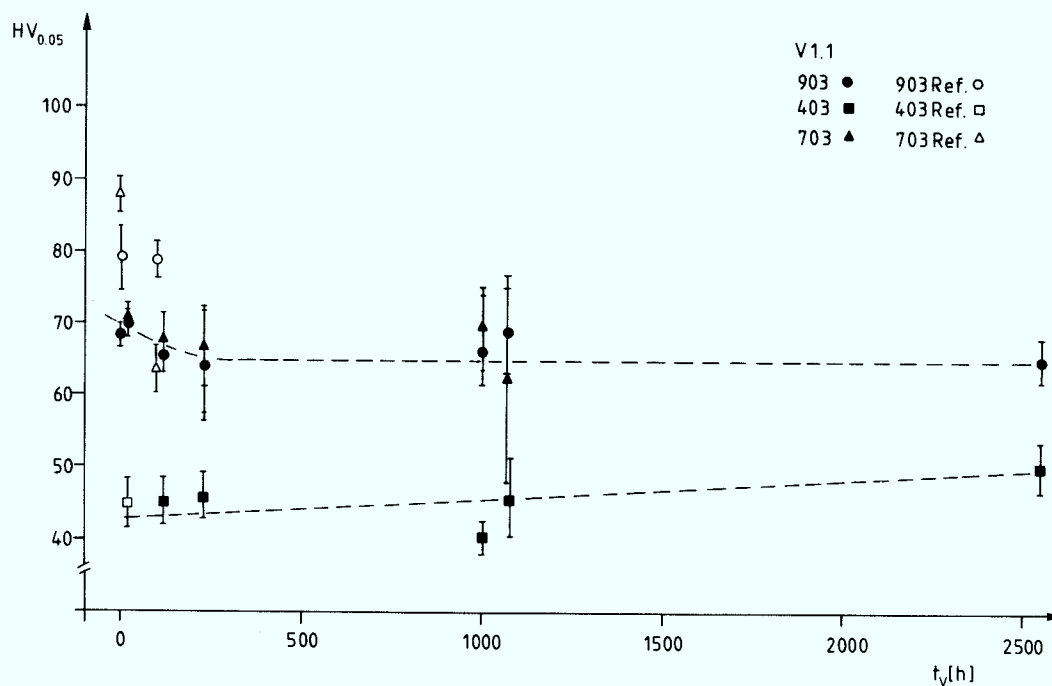


Abb.5-25 Härtewerte der Korrosionsproben

Für den Versuch V 2.1 wurden nur AlMgSi1 Legierungen verschiedener Aushärtungsstufen benutzt. Es handelt sich war um die gleiche Legierung,

aber nur 307C und 307D sind aus derselben Charge. Der Korrosionsangriff ist bei diesem Versuch deutlich schwächer als bei V1.1, dabei spielt die niedrigere Temperatur eine wesentliche Rolle.

V2.1 307A

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
< 10	0.9952	204.5	0.049	$4.867 \cdot 10^{-3}$	/2
280	0.8647	1077	0.260	$0.803 \cdot 10^{-3}$	/3
240	0.8841	929	0.259	$0.952 \cdot 10^{-3}$	/6
300	0.8551	2496	0.120	$0.343 \cdot 10^{-3}$	/7
400	0.8068	2496	0.160	$0.323 \cdot 10^{-3}$	/7

Tab.5-10 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V2.1 der AlMgSi-Legierung 307A

V2.1 307B

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
< 10	0.9952	204.5	0.049	$4.867 \cdot 10^{-3}$	/2
200	0.9034	1793	0.120	$0.504 \cdot 10^{-3}$	/4
< 10	0.9952	135.5	0.074	$7.345 \cdot 10^{-3}$	/5
150	0.9275	929	0.162	$0.998 \cdot 10^{-3}$	/6
400	0.8068	2496	0.160	$0.323 \cdot 10^{-3}$	/7

Tab.5-11 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V2.1 der AlMgSi-Legierung 307B

V2.1 307C

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
< 10	0.9971	204.5	0.049	$4.876 \cdot 10^{-3}$	/2
120	0.9652	1077	0.111	$0.896 \cdot 10^{-3}$	/3
< 10	0.9971	135.5	0.074	$7.359 \cdot 10^{-3}$	/5
400	0.8841	2496	0.160	$0.354 \cdot 10^{-3}$	/7

Tab.5-12 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V2.1 der AlMgSi-Legierung 307C

V2.1 307D

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
< 5	0.9987	17	< 0.29	$58.75 \cdot 10^{-3}$	/1
< 10	0.9975	204.5	< 0.049	$4.878 \cdot 10^{-3}$	/2
< 10	0.9975	135.5	< 0.074	$7.361 \cdot 10^{-3}$	/5
< 10	0.9975	929	< 0.011	$1.070 \cdot 10^{-3}$	/6
320	0.919	2496	0.128	$0.368 \cdot 10^{-3}$	/7
270	0.932	2496	0.108	$0.373 \cdot 10^{-3}$	/7

Tab.5-13 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V2.1 der AlMgSi-Legierung 307D

In Abb.5-26 sind die maximalen Angriffstiefen für die Proben aus den Versuchen 1.1 und 2.1 aufgetragen. Härtewerte für diesen Versuch zeigen neben einem starken Abfall durch das Weichglühen dieser ausscheidungsgehärteten Legierungen einen konstanten Härtewert (Abb.5-27).

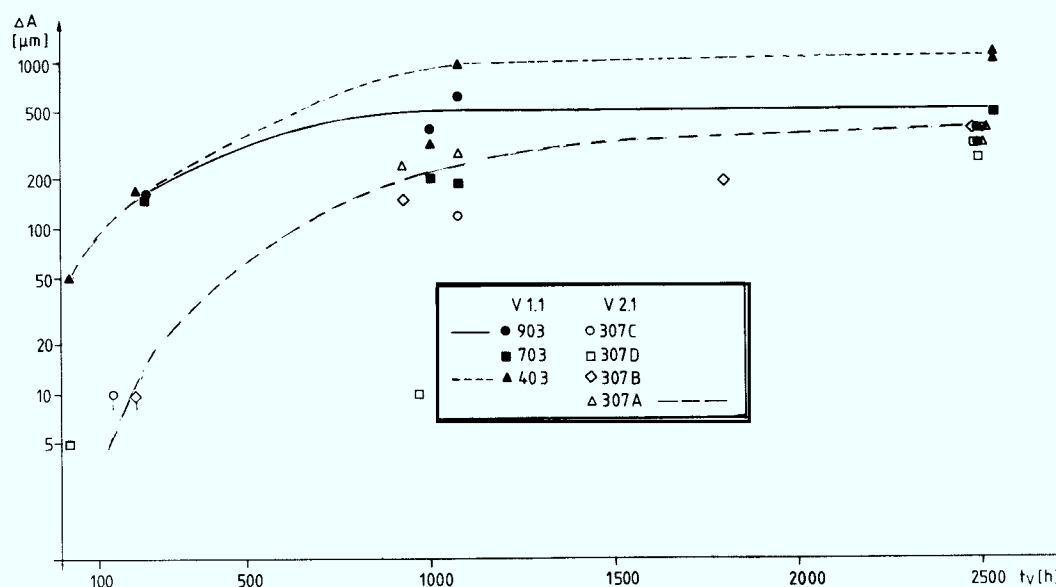


Abb.5-26 Maximale Angriffstiefe für Legierungen aus den Versuchen V1.1 und V2.1; die Linien sind als Orientierung gedacht

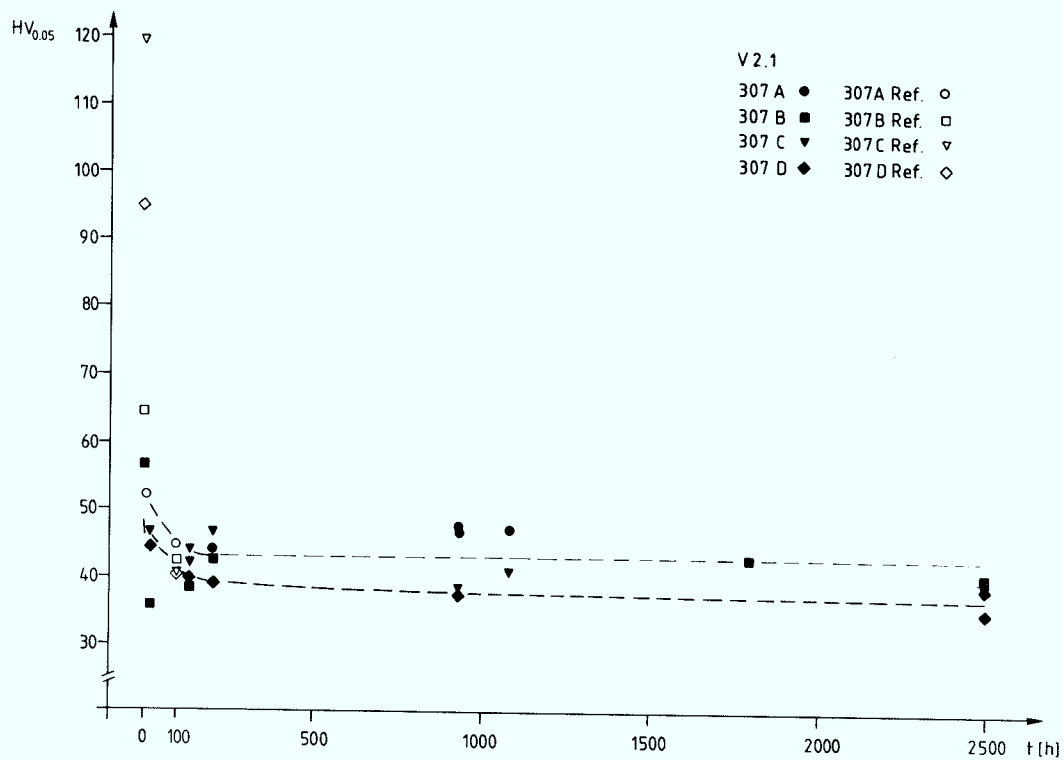


Abb.5-27 Härtemessungen der Proben aus Versuch 2.1

V1.2 307B

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
< 2	0.9990	101	0.020	$9.890 \cdot 10^{-3}$	/1
< 2	0.9990	250	0.008	$3.996 \cdot 10^{-3}$	/2
12	0.9940	400	0.030	$2.486 \cdot 10^{-3}$	/3
75	0.9638	400	0.188	$2.409 \cdot 10^{-3}$	/3
60	0.9710	499	0.120	$1.946 \cdot 10^{-3}$	/4
75	0.9638	499	0.150	$1.931 \cdot 10^{-3}$	/4
125	0.9396	750	0.167	$1.253 \cdot 10^{-3}$	/5
80	0.9614	750	0.107	$1.282 \cdot 10^{-3}$	/5
110	0.9469	750	0.147	$1.262 \cdot 10^{-3}$	/5
250	0.8792	1000	0.250	$0.879 \cdot 10^{-3}$	/6
430	0.7923	1000	0.430	$0.792 \cdot 10^{-3}$	/6
50	0.9760	999	0.050	$0.976 \cdot 10^{-3}$	/7
55	0.9730	1019	0.054	$0.955 \cdot 10^{-3}$	/8
130	0.9370	519	0.251	$1.806 \cdot 10^{-3}$	/11

Tab.5-14 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V1.2 der AlMgSi-Legierung 307B

V1.2 307C

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
< 12	0.9965	101	0.112	$9.867 \cdot 10^{-3}$	/1
< 8	0.9977	250	0.032	$3.991 \cdot 10^{-3}$	/2
65	0.9812	400	0.163	$2.453 \cdot 10^{-3}$	/3
50	0.9855	400	0.125	$2.464 \cdot 10^{-3}$	/3
40	0.9884	499	0.080	$1.981 \cdot 10^{-3}$	/4
50	0.9855	750	0.067	$0.314 \cdot 10^{-3}$	/5
80	0.9768	999	0.080	$0.978 \cdot 10^{-3}$	/7
30	0.9913	1019	0.029	$0.972 \cdot 10^{-3}$	/8
200	0.9420	1249	0.160	$0.754 \cdot 10^{-3}$	/9
320	0.9072	1249	0.256	$0.726 \cdot 10^{-3}$	/9
200	0.9420	1519	0.132	$0.620 \cdot 10^{-3}$	/12
360	0.8957	1519	0.237	$0.589 \cdot 10^{-3}$	/12

Tab.5-15 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V1.2 der AlMgSi-Legierung 307C

V1.2 307D

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
100	0.9747	499	0.200	$1.953 \cdot 10^{-3}$	/4
115	0.9709	750	0.153	$1.295 \cdot 10^{-3}$	/5
135	0.9658	272	0.496	$3.551 \cdot 10^{-3}$	/10
150	0.9620	1519	0.099	$0.633 \cdot 10^{-3}$	/12
220	0.9443	1519	0.145	$0.621 \cdot 10^{-3}$	/12

Tab.5-16 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V1.2 der AlMgSi-Legierung 307D

V1.2 202

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
< 4	0.9978	101	0.040	$9.879 \cdot 10^{-3}$	/1
50	0.9722	400	0.125	$2.431 \cdot 10^{-3}$	/3
280	0.8444	499	0.561	$1.692 \cdot 10^{-3}$	/4
110	0.9389	750	0.146	$1.252 \cdot 10^{-3}$	/5
145	0.9194	999	0.145	$0.920 \cdot 10^{-3}$	/7
115	0.9361	999	0.115	$0.937 \cdot 10^{-3}$	/7
325	0.8194	1019	0.318	$0.804 \cdot 10^{-3}$	/8
350	0.8056	1019	0.344	$0.791 \cdot 10^{-3}$	/8
55	0.9694	272	0.218	$3.564 \cdot 10^{-3}$	/10
220	0.8778	1519	0.145	$0.578 \cdot 10^{-3}$	/12
250	0.8611	1519	0.165	$0.567 \cdot 10^{-3}$	/12

Tab.5-17 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V1.2 der AlMgSi-Legierung 202

V1.2 712

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
< 10	0.9951	101	0.100	$9.853 \cdot 10^{-3}$	/1
< 8	0.9961	250	0.032	$3.980 \cdot 10^{-3}$	/2
≈ 5	0.9976	400	0.125	$2.494 \cdot 10^{-3}$	/3
85	0.9585	499	0.120	$1.921 \cdot 10^{-3}$	/4
95	0.9537	750	0.127	$1.272 \cdot 10^{-3}$	/5
125	0.9390	999	0.125	$0.940 \cdot 10^{-3}$	/7
370	0.8195	1019	0.363	$0.804 \cdot 10^{-3}$	/8
60	0.9707	272	0.220	$3.569 \cdot 10^{-3}$	/10

Tab.5-18 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V1.2 der AlMgSi-Legierung 712

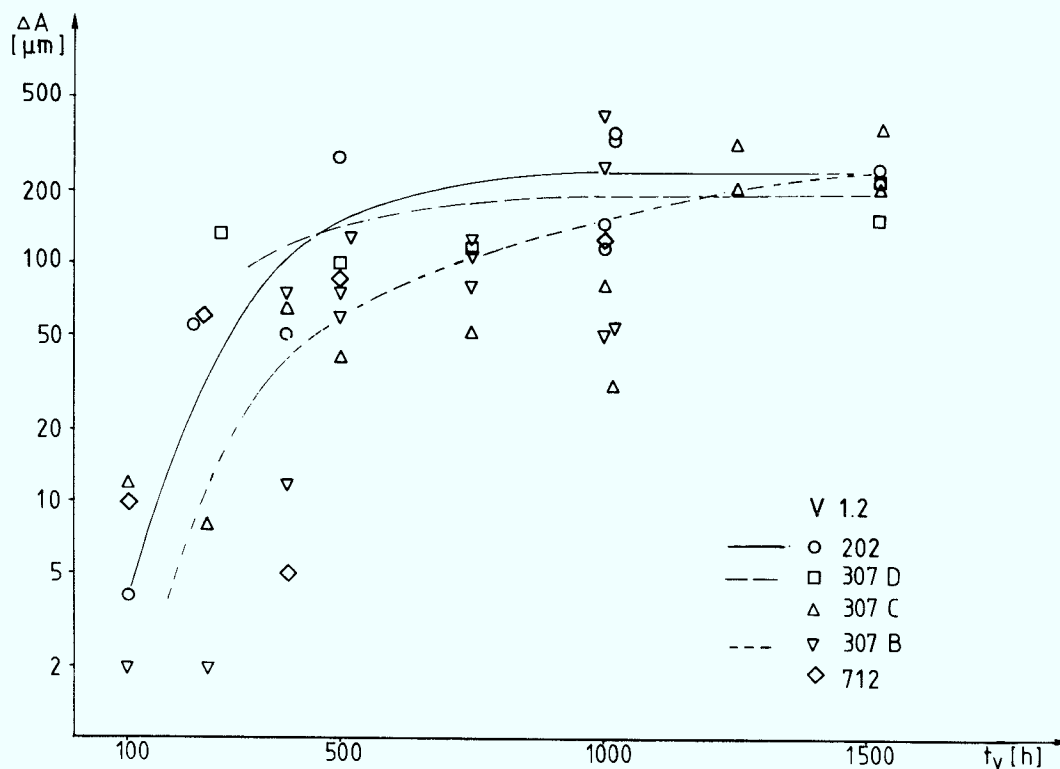


Abb.5-28 Maximale Angriffstiefe für die Legierungen aus Versuch 1.2; die Linien sind als Orientierungshilfe gedacht

Bei der Legierung 307D ist der Angriff nur wenig von der Versuchszeit abhängig. Härtemessungen bestätigen den Verlauf, der schon für die gleichen ausscheidungsgehärteten Legierungen im Versuch 2.1 gemessen wurde. Man erhält am Anfang einen sehr steilen Abfall durch die Glühbehandlung, der dann in einen nahezu konstanten Verlauf mit leichter Tendenz zum Anstieg übergeht.

Abb.5-29 zeigt die Makroaufnahme eines Schliffs der AlMgSi Probe 202 aus dem Versuch 1.2 mit einer Versuchszeit von 500 h. Deutlich sind die Korrosionsangriffe, die über die gesamte Probe mit unterschiedlichen Ausmaßen verteilt sind, zu sehen.

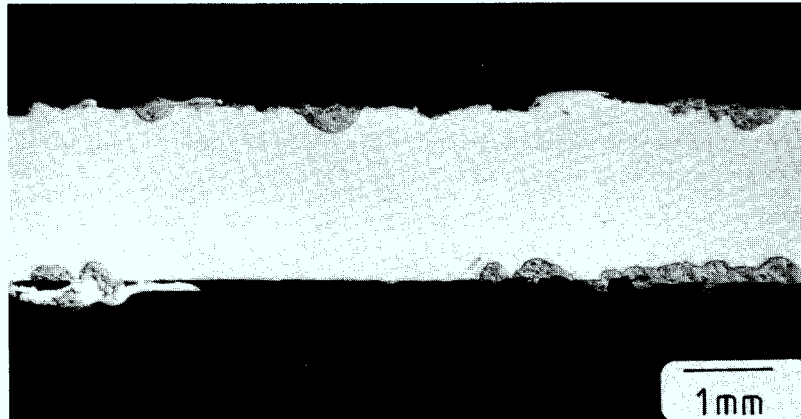


Abb.5-29 Makroschliff einer Korrosionsprobe aus Versuch 1.2

V2.2 703

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
≤ 5	0.998	102	0.049	$9.98 \cdot 10^{-3}$	/1
20	0.990	250.5	0.080	$3.96 \cdot 10^{-3}$	/2
30	0.985	398	0.075	$2.46 \cdot 10^{-3}$	/3
135	0.934	500	0.270	$1.87 \cdot 10^{-3}$	/4
300	0.854	739	0.406	$1.14 \cdot 10^{-3}$	/6
480	0.766	739	0.650	$1.02 \cdot 10^{-3}$	/6
280	0.863	994.5	0.282	$0.86 \cdot 10^{-3}$	/10
240	0.883	1244	0.193	$0.71 \cdot 10^{-3}$	/11
170	0.917	1494.5	0.134	$0.61 \cdot 10^{-3}$	/12
200	0.902	1494.5	0.114	$0.60 \cdot 10^{-3}$	/12

Tab.5-19 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V2.2 der AlMg-Legierung 703

V2.2 308A

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
≤ 5	0.998	102	0.049	$9.78 \cdot 10^{-3}$	/1
≤ 5	0.998	250.5	0.019	$3.98 \cdot 10^{-3}$	/2
150	0.939	398	0.378	$2.36 \cdot 10^{-3}$	/3
55	0.981	500	0.110	$1.96 \cdot 10^{-3}$	/4
100	0.959	739	0.136	$1.30 \cdot 10^{-3}$	/6
50	0.980	988.5	0.051	$0.91 \cdot 10^{-3}$	/7
60	0.976	988.5	0.061	$0.99 \cdot 10^{-3}$	/7
200	0.918	994.5	0.201	$0.92 \cdot 10^{-3}$	/10
340	0.861	994.5	0.342	$0.87 \cdot 10^{-3}$	/10
340	0.861	1494.5	0.227	$0.58 \cdot 10^{-3}$	/12

Tab.5-20 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V2.2 der AlMg-Legierung 308A

V2.2 301

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
≤ 5	0.998	102	0.049	$9.78 \cdot 10^{-3}$	/1
160	0.922	500	0.320	$1.84 \cdot 10^{-3}$	/4
280	0.863	500	0.560	$1.73 \cdot 10^{-3}$	/4
160	0.922	989	0.162	$0.93 \cdot 10^{-3}$	/5
240	0.883	739	0.325	$1.19 \cdot 10^{-3}$	/6
100	0.951	988.5	0.101	$0.96 \cdot 10^{-3}$	/7
200	0.902	505.5	0.396	$1.78 \cdot 10^{-3}$	/9

Tab.5-21 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V2.2 der AlMg-Legierung 301

V2.2 308B

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
≤ 5	0.999	102	0.049	$9.79 \cdot 10^{-3}$	/1
≈ 10	0.998	250.5	0.039	$3.99 \cdot 10^{-3}$	/2
85	0.979	398	0.214	$2.46 \cdot 10^{-3}$	/3
220	0.946	500	0.440	$1.89 \cdot 10^{-3}$	/4
200	0.951	739	0.271	$1.29 \cdot 10^{-3}$	/6
65	0.984	248	0.262	$3.97 \cdot 10^{-3}$	/8
320	0.921	994.5	0.322	$0.93 \cdot 10^{-3}$	/10

Tab.5-22 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V2.2 der AlMg-Legierung 308B

V2.2 711

ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]	Entnahme
5	0.997	102	0.049	$9.77 \cdot 10^{-3}$	/1
5	0.997	250.5	0.019	$3.97 \cdot 10^{-3}$	/2
130	0.913	398	0.327	$2.29 \cdot 10^{-3}$	/3
135	0.910	500	0.271	$1.82 \cdot 10^{-3}$	/4
220	0.853	739	0.297	$1.15 \cdot 10^{-3}$	/6
330	0.780	994.5	0.332	$0.78 \cdot 10^{-3}$	/10
320	0.787	1494.5	0.214	$0.53 \cdot 10^{-3}$	/12

Tab.5-23 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V2.2 der AlMg-Legierung 711

Die graphische Auftragung in Abb.5-30 zeigt die Angriffstiefe in Abhängigkeit von der Versuchszeit. Auch hier erschwert die große Streuung eine Aussage. Die Angriffstiefen der Legierungen 308A, 308B und 711 zeigen einen über die gesamte Versuchszeit ansteigenden Verlauf, während die Werte für die Legierungen 301 und 703 zu höheren Versuchszeiten hin wieder abnehmen.

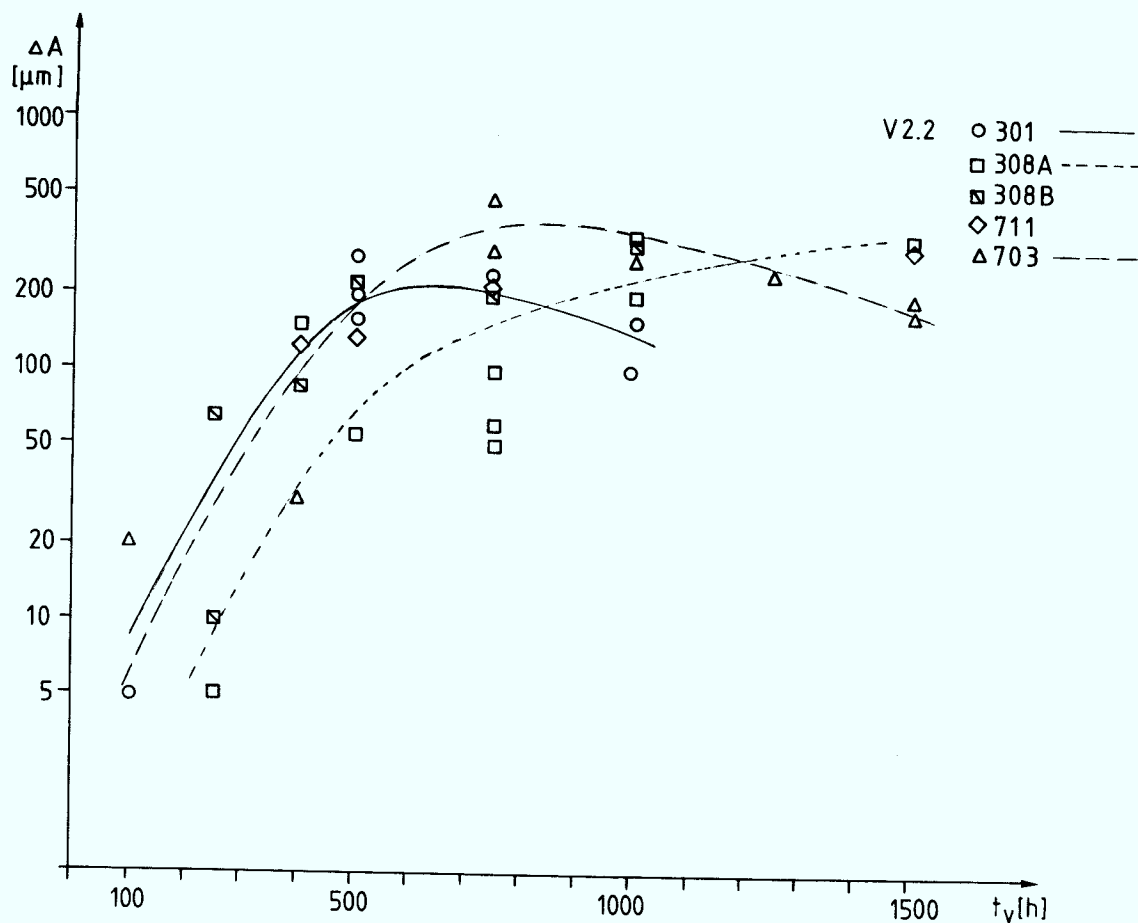


Abb.5-30 Maximale Angriffstiefe in Abhängigkeit von der Versuchsdauer für die AlMg-Legierungen aus Versuch 2.2; die Linien sind zur Orientierung eingezeichnet

Die Härtewerte zeigen zunächst -bedingt durch den Wärmebehandlungsprozeß- einen starken Abfall, mit steigender Versuchsdauer ist ein leichter Anstieg der Härtewerte zu verzeichnen. Wie Abb.5-31 deutlich zeigt, sind die Härtewerte direkt zu dem Mg-Gehalt proportional. Die Größe d_n / t_v wurde ebenfalls in Abhängigkeit vom Mg-Gehalt aufgetragen (Abb.5-32).



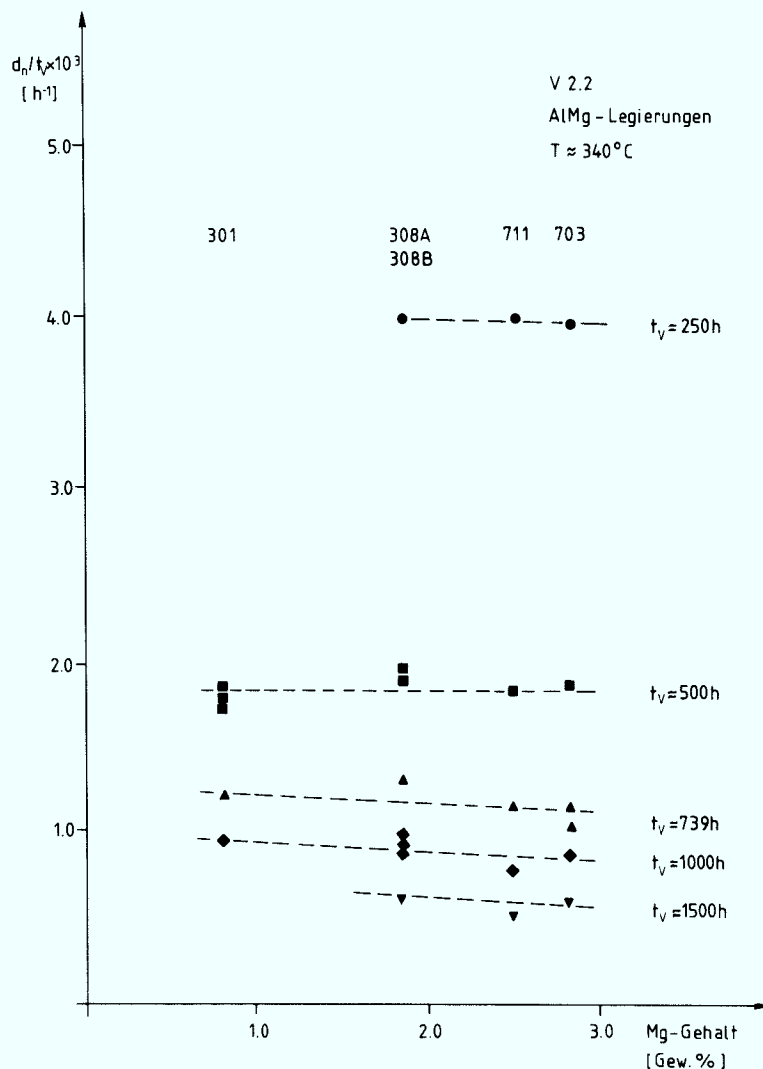


Abb.5-32 Abhängigkeit der normierten Restdicke durch die Versuchszeit vom Mg-Gehalt

Für die Versuchszeiten 250 h bzw. 500 h ist keine Tendenz zu erkennen, während für 739 - 1500 h eine leicht fallende Tendenz mit steigenden Mg-Gehalt gefunden werden kann. Das bedeutet, daß mit steigendem Mg-Gehalt eine höhere Korrosionsrate zu erwarten ist. Es muß dabei allerdings berücksichtigt werden, daß die Proben unterschiedliche Ausgangsdicken aufweisen (Tab.3-1). So sind die Proben der Legierung 711 1.5 mm dick, dies schlägt sich in dem etwas niedrigeren Wert für d_n/t_v nieder.

Es hat sich gezeigt, daß bei AlMg-Legierungen Kornzerfall häufiger zu beobachten ist als bei AlMgSi-Legierungen. Abb.5-33 zeigt ein Schliffbild, bei dem Spuren von Blei über die Korngrenzen weit in das Material hineinreichen. Hier kann deutlich die Ausbreitung des Angriffs nachvollzogen werden, der Radius wird größer und das restliche Material an der Abgrenzung zwischen zwei lokalen Angriffen wird abgetragen. So entstehen aus zunächst lokalen Angriffen Materialabtragung über die gesamte Fläche.

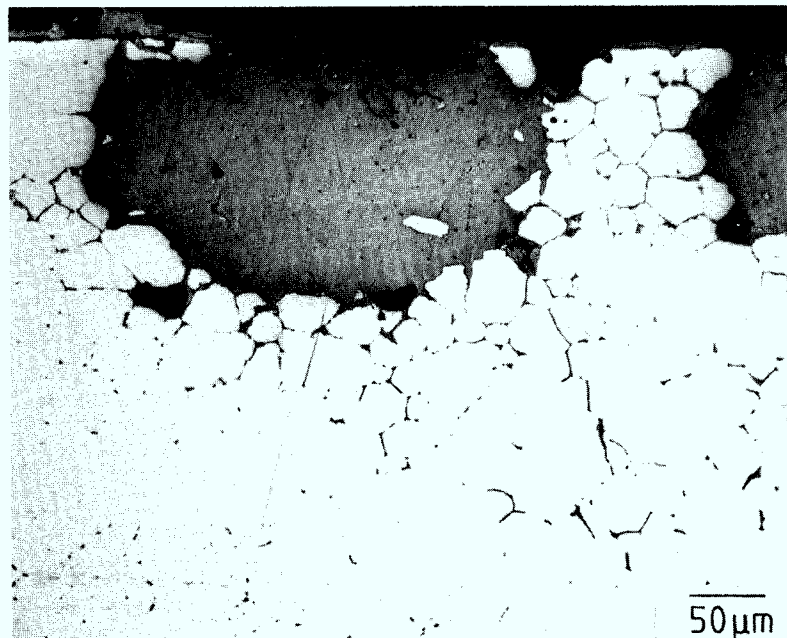


Abb.5-33 Weitreichender Kornzerfall an einer Probe aus Versuch 2.2

Der Versuch 4.2 hatte die Zielsetzung ein Experiment mit Proben derselben chemischen Zusammensetzung aber unterschiedlicher Oberflächenbehandlung bei etwas höherer Temperatur zu fahren.

Es wurden 5 verschiedene Varianten derselben Legierung AlMg3 (703) hergestellt und mit den Buchstaben a - e bezeichnet.

- a ohne weitere Oberflächenbehandlung - nur in Aceton entfettet
- b geschliffen mit SiC (Gradation 1200)
- c poliert
- d gebeizt (Verfahren A Kap.3)
- e geätzt (Verfahren B Kap.3)

Die Resultate sind wie bei den anderen Korrosionsversuchen ebenfalls zunächst in Tabellen angegeben.

V4.2 703 a

d_o	ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]
2050	85	0.9585	247.5	0.343	$3.87 \cdot 10^{-3}$
2050	160	0.9220	506	0.316	$1.82 \cdot 10^{-3}$
2050	260	0.8732	828.5	0.314	$1.05 \cdot 10^{-3}$
2050	1830	0.1073	1008.5	1.810	$0.11 \cdot 10^{-3}$

Tab.5-24 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V4.2, entfettete Proben

V4.2 703 b

d_o	ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]
1980	45	0.9737	247.5	0.182	$3.95 \cdot 10^{-3}$
1980	110	0.9444	506	0.217	$1.87 \cdot 10^{-3}$
1960	1770	0.0969	828.5	2.140	$0.12 \cdot 10^{-3}$
1850	610	0.6703	1008.5	0.604	$0.66 \cdot 10^{-3}$

Tab.5-25 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V4.2, geschliffene Proben

V4.2 703 c

d_o	ΔA [μm]	d_n	t_v [h]	$\Delta A/t_v$ [$\mu\text{m}/\text{h}$]	d_n/t_v [h^{-1}]
1875	350	0.7067	247.5	1.414	$2.86 \cdot 10^{-3}$
1710	600	0.6491	506	1.186	$1.28 \cdot 10^{-3}$
1700	1700	–	828.5	2.050	–
1700	1270	0.2529	1008.5	1.260	$0.25 \cdot 10^{-3}$

Tab.5-26 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V4.2, polierte Proben

V4.2 703 d

d _o	ΔA [μm]	d _n	t _v [h]	ΔA/t _v [μm/h]	d _n /t _v [h ⁻¹]
1950	320	0.8359	247.5	1.29	3.38 10 ⁻³
1920	510	0.7344	506	1.00	1.45 10 ⁻³
1920	1140	0.4063	828.5	1.38	0.49 10 ⁻³
1900	1760	0.0737	1008.5	1.75	0.07 10 ⁻³

*Tab.5-27 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V4.2, gebeizte Proben***V4.2 703 e**

d _o	ΔA [μm]	d _n	t _v [h]	ΔA/t _v [μm/h]	d _n /t _v [h ⁻¹]
2050	140	0.9317	247.5	0.566	3.76 10 ⁻³
2050	145	0.9293	506	0.286	1.84 10 ⁻³
2050	100	0.9512	828.5	0.121	1.15 10 ⁻³
2050	440	0.7854	1008.5	0.440	0.78 10 ⁻³

Tab.5-28 Ergebnisse des Korrosionsversuchs V4.2, geätzte Proben

Der Versuch hat das überraschende Ergebnis gebracht, daß die geätzten Proben die beste Korrosionsresistenz aufweisen, während die polierten Proben die geringste Korrosionsresistenz zeigen. Auch die geschliffenen Proben sind nicht widerstandsfähig gegen das flüssige Blei. Bei den Proben, die nur entfettet waren, ist bemerkenswert, daß die Korrosionsgeschwindigkeit über eine längere Zeit nahezu konstant bleibt und dann stark ansteigt. Dieses Verhalten wurde in verschiedenen graphischen Darstellungen demonstriert. Abb.5-34 zeigt die normierte Restdicke, die gegen die Zeit aufgetragen wurde. Die starke Korrosionsanfälligkeit der polierten (c) und der gebeizten (d) Proben ist neben der über lange Zeit anhaltenden Korrosionsresistenz der nur entfetteten Proben a bzw. dem insgesamt guten Korrosionsverhalten der geätzten Proben e besonders auffällig.

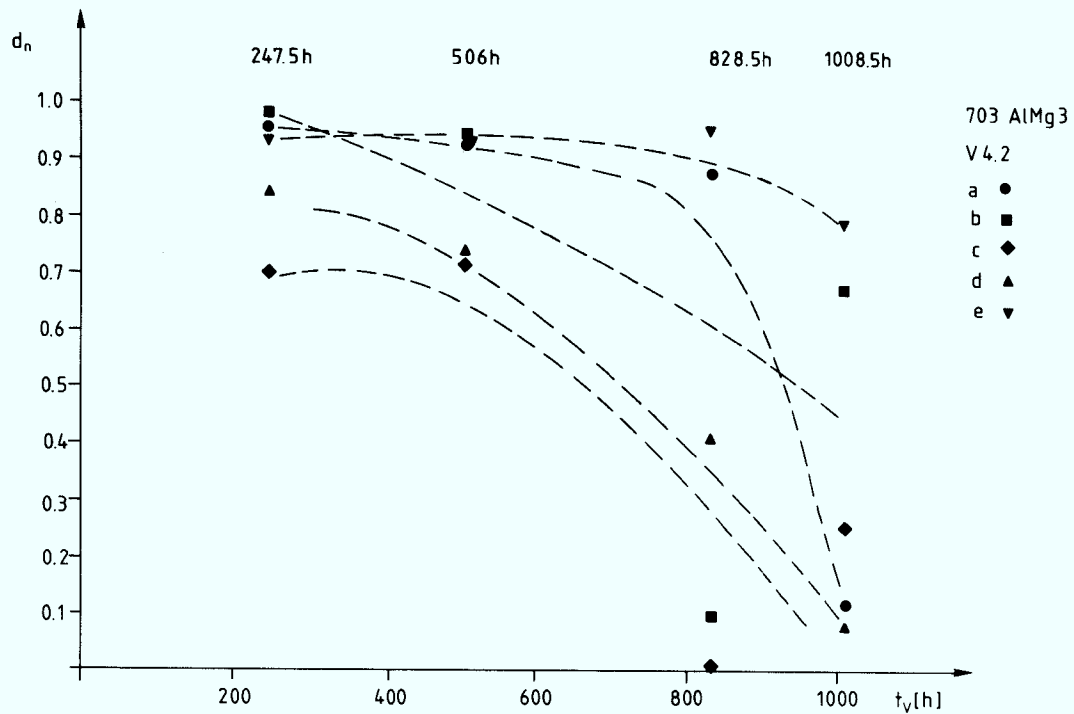


Abb.5-34 Abhängigkeit der normierten Restdicke der AlMg-Proben unterschiedlicher Oberflächenbehandlung aus Versuch 4.2 von der Versuchsdauer

In Abb.5.35 wurde d_n / t_v gegen die Rauhtiefe R_a aufgetragen. Die Kurven zeigen einen Anstieg bei den Proben mit geringer Rauhtiefe danach wieder einen leichten Abfall. Bei der Versuchszeit von 1008 h ist ein deutliches Maximum zu erkennen.

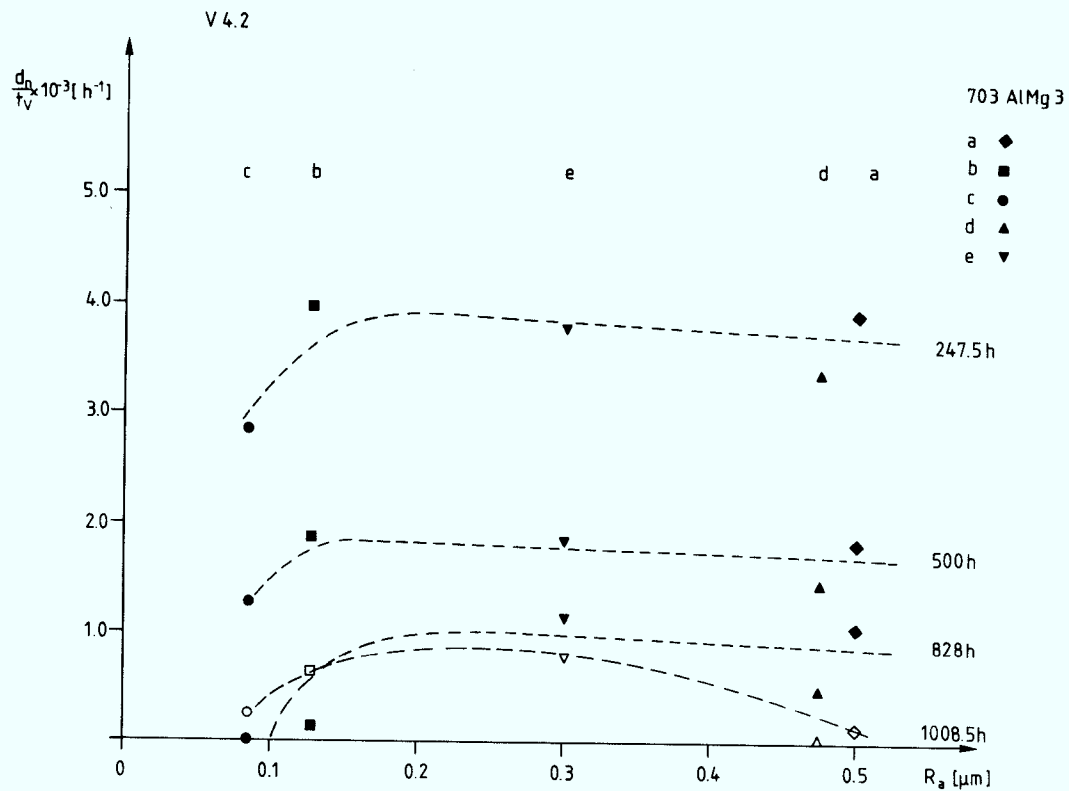


Abb.5-35 Abhängigkeit von d_n/t_v von der Rauhtiefe R_a

In Abb.5-36 sind die Ergebnisse des Versuchs 4.2 mit den derselben Legierung aus V 1.1 und V 2.2 in das gleiche Diagramm eingetragen. Die durchgezogene Linie stellt den Kurvenverlauf einer ideal korrosionsresistenten Probe dar. Die Werte der Proben c und d liegen deutlich unter den der anderen Proben, womit die starke Korrosionsanfälligkeit auch unter Berücksichtigung der geringeren Ausgangsdicke demonstriert wird.

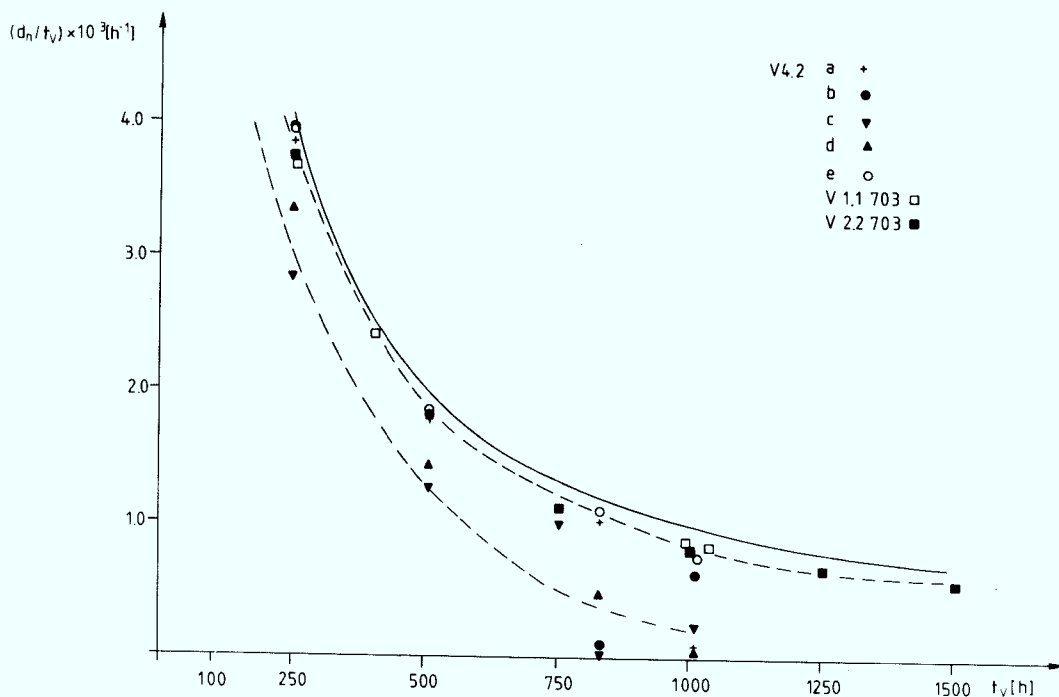
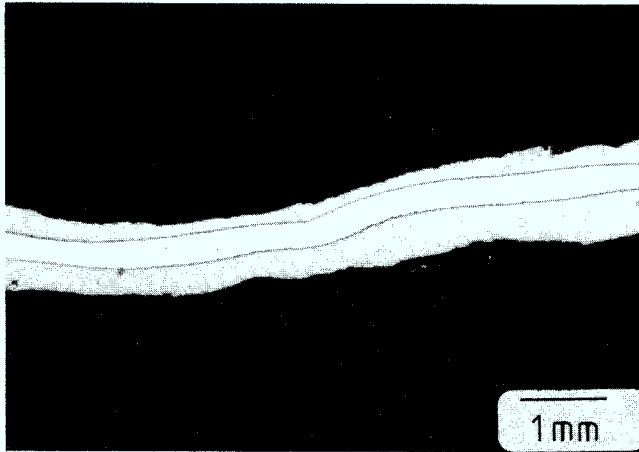


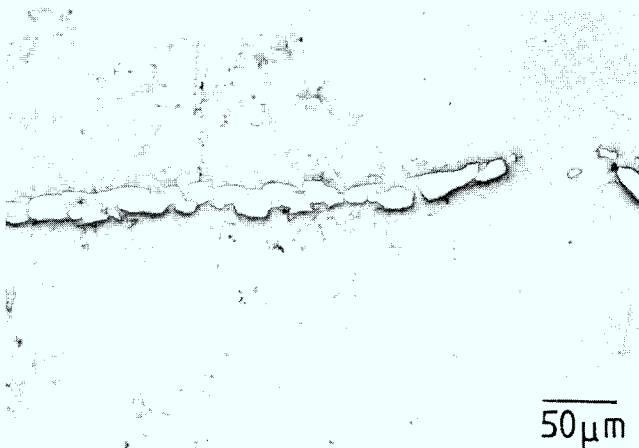
Abb.5-36 Vergleich des Korrosionsverhaltens der AlMg3-Legierung 703 aus den Versuchen 1.1, 2.2 und 4.2.

Der Verlauf der Härtewerte zeigt einen ähnlichen Verlauf wie bei den anderen Versuchen, jedoch ist hier die Streuung durch die teilweise starken Korrosionseffekte größer, so daß eine Aussage über den Härteverlauf nicht gerechtfertigt ist.

Metallographische Schliffbilder von den stark angegriffenen Proben sind in Abb.5-37 und 5-38 dargestellt. Abb.5-37 zeigt den starken Korrosionsangriff an einer geätzten Probe d nach 1000 h. Die Anfangsdicke der Probe betrug 1.9 mm, die mittlere Dicke auf dem Schliffbild ist 400 μm . Abb. 5-35 zeigt die nahezu vollständige Auflösung einer polierten Probe nach 828 h. Es können nur noch vereinzelte Körner an dieser Stelle gefunden werden.



*Abb.5-37 Schliffbild einer ge-
beizten Probe (d) nach 1000h*



*Abb.5-38 Schliffbild einer po-
lierten Probe (c) nach 828 h*

5.3.4 Zusammenfassung der Resultate

Die statischen Korrosionsuntersuchungen zeigen bei Temperaturen zwischen 335 °C und 400 °C starken Korrosionsangriff an den Aluminium-Legierungen. Abb.5-39 zeigt die normierte Restdicke der Proben mit jeweils mindestens einer Probesorte aus einem Versuch. Diese Werte sollen keinem absoluten Vergleich dienen, da die Proben unterschiedliche Anfangsdicken hatten und die Streubreite viel zu groß ist, sondern viel mehr Anhaltswerte liefern. Der stärkste Korrosionsangriff ist bei der polierten und der gebeizten Probe aus Versuch 4.2 festzustellen. Bei diesem Versuch war die Temperatur etwas höher als bei den anderen. Aus dieser Auftragung läßt sich auch erkennen, daß bei den gewählten Versuchsbedingungen keine Tendenz einer Sättigung, d.h. Abknicken der Kurven zu erkennen ist. Bei den meisten Legierungen zeigt sich eine gute Korrosionsresistenz bis ca. 250 h.

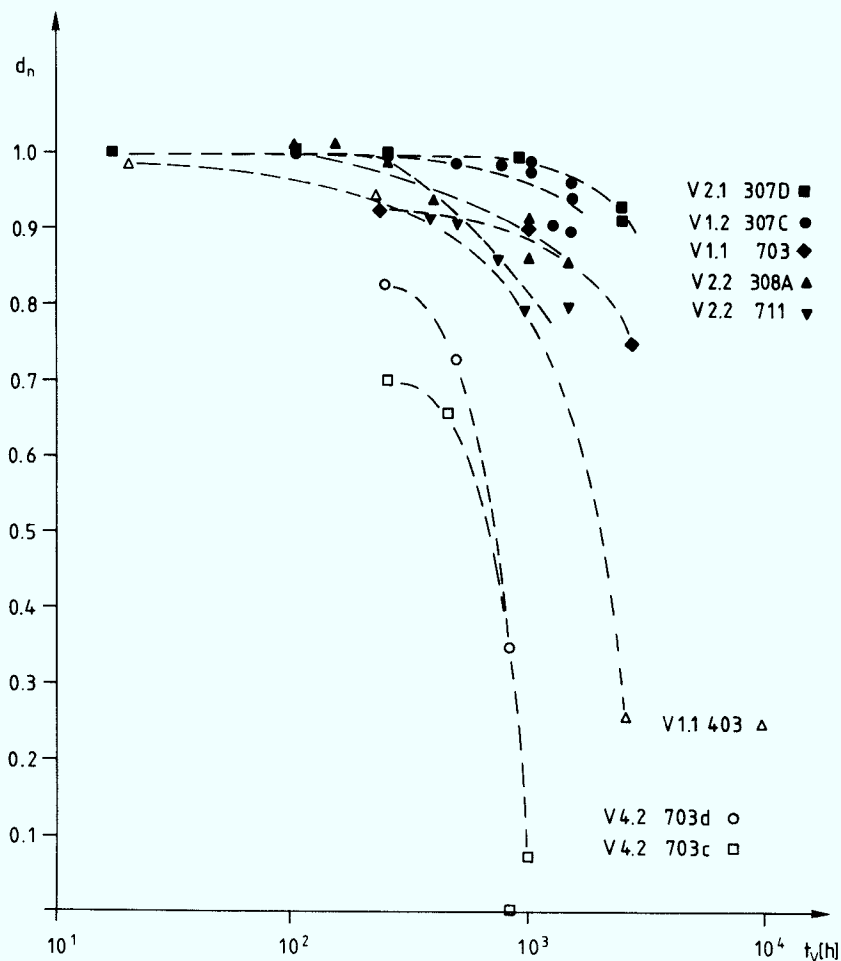


Abb.5-39 Abhängigkeit der normierten Restdicke von der Versuchszeit für Proben aus allen ausgewerteten Versuchen

Die starke Streuung der Werte hängt u.a. auch mit der nicht ganz homogenen Temperaturverteilung zusammen. Aus diesem Grund wurden die Innenbehälter und die Proben nach Beendigung der Versuche metallographisch untersucht und wie bei den Proben die maximale Angriffstiefe bestimmt. Eine Auftragung gegen die Position ergibt eine Kurve, die ein mehr oder weniger stark ausgeprägtes Maximum bildet. Der Effekt, bei dem die inhomogene Temperaturverteilung eine Rolle spielt ist umso ausgeprägter je höher die Temperatur und desto länger die Versuchsdauer ist (Abb.5-40).

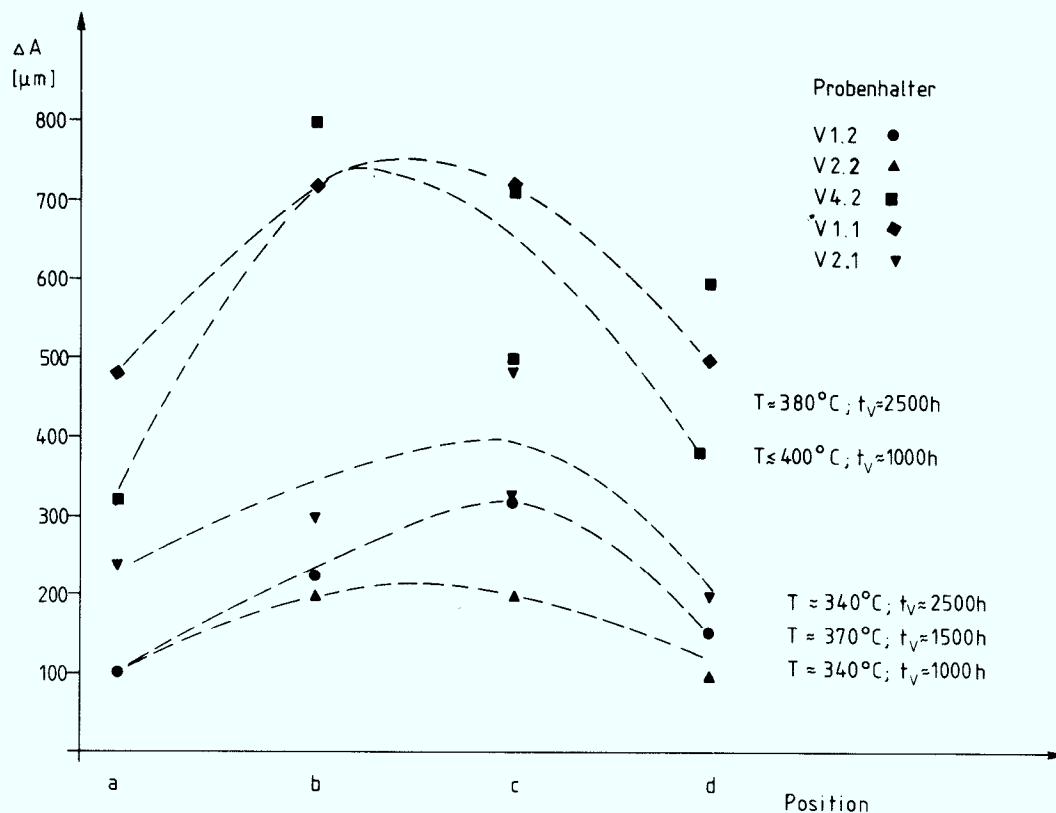


Abb.5-40 Maximale Angriffstiefe an dem Probenhalter, die Position a war im unteren Teil, die Position d im oberen Teil des Behälters

Die Korrosionsanfälligkeit der Aluminium-Legierungen ist stärker als erwartet. Die Proben reagieren auf Temperaturschwankungen sensibel. Bei Versuchszeiten unter 100 h konnte kein Korrosionsangriff gefunden werden, ab 400 h steigt die Korrosionsgeschwindigkeit drastisch an. Eine Sättigung könnte eventuell nach sehr langen Versuchszeiten erwartet werden, um aber definitive Aussagen machen zu können, liegen zu wenig Daten vor. Die Abhängigkeit der maximalen Angriffstiefe ΔA von der Versuchsdauer t_v läßt sich in vielen Fällen unter Berücksichtigung der großen Streuung durch ein lineares Gesetz beschreiben.

$$\Delta A = c t_v$$

mit

c Konstante

In /47/ wurde für die Korrosion von Aluminium-Legierungen in Wasser empirisch folgende Abhängigkeit gefunden:

$$\Delta A = K t^{1/3}$$

K Konstante

In den zitierten Versuchen sind deutliche längere Versuchszeiten bis zu mehr als 10 Jahren ausgewertet worden.

Härtemessungen ergeben, daß die Proben nach anfänglichen Verlust der Härte nach längeren Versuchszeiten einen leichten Anstieg der Härtewerte verzeichnen.

Die metallographischen Untersuchungen zeigen eindeutig interkristallinen Angriff, wobei Lösungsprozesse eine Rolle spielen, wie aus einigen Schliffbildern zu ersehen ist. Die herausgelösten Körner ändern ihre Form und Größe. Der gefundene starke Angriff kann durch die Gleichgewichtslöslichkeit von Aluminium in flüssigem Blei nicht erklärt werden. Nach /19/ liegt die Gleichgewichtslöslichkeit in dem interessierenden Temperaturbereich von 340 °C bis 400 °C zwischen 0.03 Gew.% und 0.04 Gew.%. Es könnten somit maximal 4.4 g Aluminium bei einem Versuch bei 400 °C in Blei gelöst werden. Somit wäre weniger als eine Probe in Blei löslich. Bei Flüssigmetallkorrosion spielt wie in Kapitel 2 schon erläutert Verunreinigungen sowohl in Blei wie auch in Aluminium eine Rolle. Die chemische Analyse der Bleiprobe ergab für die meisten metallischen Verunreinigungen mit Ausnahme von Wismut Werte die unter der Nachweisgrenze liegen, der Sauerstoffgehalt wurde getrennt bestimmt. Hier ergab sich ein Sauerstoffgehalt zwischen 20 und 60 ppm. Der Grund für den gefundenen starken Angriff hängt von vielen Parametern ab, wobei die Verunreinigungen sicher eine große Rolle spielen. Den Einfluß dieser Parameter auf das Korrosionsverhalten sollte im Rah-

men dieser Arbeit nicht geklärt werden, da möglichst die Effekte an den Materialkombinationen getestet werden sollten, die bei der Spallations-Neutronenquelle eingesetzt werden sollten.

5.4 Versuche unter mechanischer Wechsellast

Wie bereits in Kap.3 dargestellt, werden diese Versuche an zwei verschiedenen Wechsellastmaschinen ausgeführt. In diesem Kapitel werden die Ergebnisse dargestellt. Die Maße der Proben waren bereits Kap. 3 zu entnehmen. Die Proben wurden aus Rundstangen ($\varnothing$ 30 mm) mit den in den Zeichnungen angegebenen Toleranzen gefertigt. Die chemische Zusammensetzung der beiden Legierungen ist in Tab. 5-29 angegeben.

Die Versuche wurden für AlMgSi0.5 in folgenden Umgebungen und Temperaturen durchgeführt.

1. Luft, Raumtemperatur
2. Quecksilber, Raumtemperatur
3. Luft, 150 °C
4. Luft, 300 °C
5. Blei, $\approx$ 340 °C
6. eloxierte Proben, Luft, Raumtemperatur
7. eloxierte Proben, Quecksilber, Raumtemperatur

Für die ersten drei Versuche wurden vollständige Wöhlerkurve aufgenommen, bei den anderen wurden nur Stützpunkte gemessen.

Für AlMgSi1.0 wurden die folgenden Versuche gefahren.

1. Luft, Raumtemperatur

2. Quecksilber, Raumtemperatur
3. Luft, 150 °C
4. geätzte Proben, Luft, Raumtemperatur
5. geätzte Proben, Quecksilber, Raumtemperatur

Wechsellastproben

Legierung	Bezeichnung	Al	Mg	Si	Cr	Cu	Fe	Mn	Ti	Zn	Sn
AlMgSi0.5	–	98.9	0.515	0.41	<0.005	<0.005	0.180	0.01	0.01	0.01	<0.100
AlMgSi1.0	5070a	Rest	0.745	0.855	0.007	0.03	0.28	0.80	0.01	0.045	0.100

Tab.5-29 Chemische Zusammensetzung der Wechsellastproben

5.4.1 Ergebnisse der Wechsellastversuche an AlMgSi0.5

Die Ergebnisse der Versuche werden der Reihenfolge der Liste nach in Tabellen aufgeführt und danach das Wöhlerdiagramm gezeigt.

5.4.1.1

AlMgSi0.5 in Luft

Probe	T [°C]	Ø [mm]	ν [Hz]	σ_{UTS} [N/mm ²]	$\pm \sigma_a$ [N/mm ²]	N_f	S	Proben- bruch
1	RT	8.03	103	218	154.2	$2.3 \cdot 10^4$	0.7073	j
8	RT	8.03	103	218	138.3	$3.8 \cdot 10^4$	0.6344	j
2	RT	8.03	103	218	118.6	$3.6 \cdot 10^4$	0.5427	j
10	RT	8.03	102	218	114.6	$1.7 \cdot 10^5$	0.5257	j
7	RT	8.03	103	218	100.8	$5.2 \cdot 10^5$	0.4624	j
4	RT	8.02	103	218	91.1	$3.8 \cdot 10^5$	0.4179	j
45	RT	8.04	103	218	90.7	$9.6 \cdot 10^5$	0.4161	j
56	RT	8.05	103	218	90.0	$7.3 \cdot 10^5$	0.4128	j
5	RT	8.03	103	218	79.1	$4.8 \cdot 10^6$	0.3628	j
3	RT	8.05	102	218	78.6	$5.4 \cdot 10^6$	0.3606	j
6	RT	8.04	103	218	75.0	$5.4 \cdot 10^5$	0.3440	j
57	RT	8.03	106	218	70.0	$6.6 \cdot 10^6$	0.3211	j
9	RT	8.05	103	218	70.9	$1.0 \cdot 10^7$	0.3252	j
55	RT	8.05	107	218	60.0	$2.3 \cdot 10^7$	0.2752	n
27	RT	8.02	104	218	59.4	$6.1 \cdot 10^7$	0.2725	n

Tab.5-30 Ergebnisse der Wechsellastversuche

T	Temperatur
Ø	Durchmesser der Probe
ν	Frequenz
σ_{UTS}	Zugfestigkeit
σ_a	Spannungsamplitude
N_f	Lastspielzahl
S	S-Wert (Kap 4.8)

Das Wöhlerdiagramm in Abb.5-41 zeigt einen Verlauf wie es nach /36/ für aushärtbare Aluminium-Legierungen erwartet werden kann. Die Kurve geht nicht in eine Horizontale über, sondern nähert sich asymptotisch einem Wert, aus dem die Wechselfestigkeit abgeschätzt werden kann. Hier wird für die Wechselfestigkeit ein Wert von 60 N/mm^2 ermittelt.

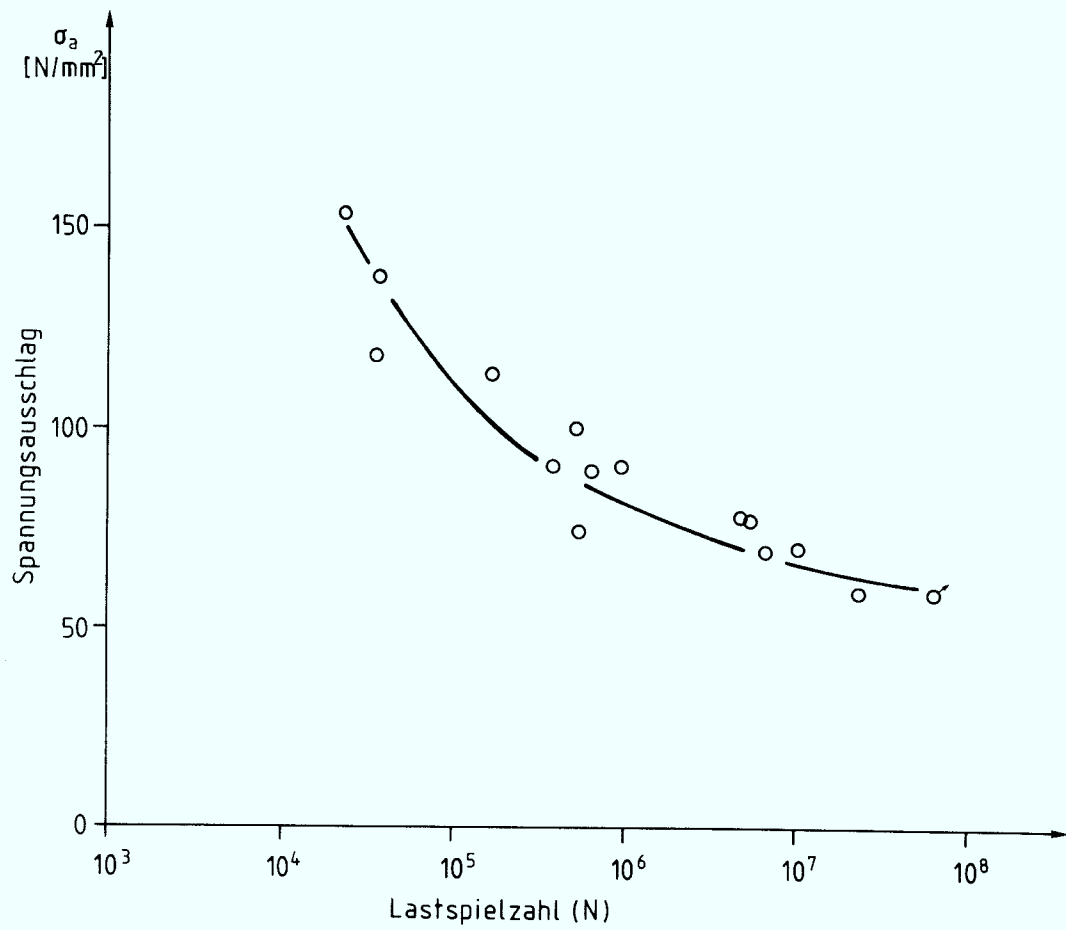


Abb.5-41 Wöhlerdiagramm AlMgSi0.5, RT, Luft; ↑ symbolisiert die nicht gebrochenen Proben

5.4.1.2

AlMgSi0.5 in Quecksilber

Probe	T [°C]	Ø [mm]	v [Hz]	σ_{UTS} [N/mm ²]	σ_a [N/mm ²]	N_f	S	Proben- bruch
29	RT	7.94	104	218	100	$3.3 \cdot 10^5$	0.4587	j
30	RT	7.90	104	218	163	$4.0 \cdot 10^3$	0.7477	j
43	RT	8.04	106	218	60	$1.0 \cdot 10^6$	0.2752	n
46	RT	8.04	107	218	130	$6.4 \cdot 10^3$	0.5963	j
47	RT	8.04	107	218	80	$1.4 \cdot 10^6$	0.3670	j
54	RT	8.05	107	218	115	$2.5 \cdot 10^5$	0.5275	j
53	RT	8.05	106	218	120	$7.8 \cdot 10^4$	0.5505	j
50	RT	8.04	107	218	70	$2.7 \cdot 10^6$	0.3211	j
49	RT	8.03	103	218	140	$8.2 \cdot 10^3$	0.6422	j
48	RT	8.00	107	218	65	$1.2 \cdot 10^6$	0.2982	j
84	RT	8.05	107	218	65	$6.0 \cdot 10^6$	0.2982	j

Tab.5-31 Ergebnisse der Wechsellastversuche

Das Wöhlerdiagramm (Abb.5-42) zeigt, daß die Wechselfestigkeit unverändert gegenüber den Referenzproben in Luft ist. Allerdings kann man erkennen, daß bei höheren Belastungen, $\sigma_a \geq 0.6 \sigma_{UTS}$, die Lebensdauer niedriger als bei den Referenzproben ist. Das kommt daher, daß die schützende, natürliche Oxidhaut bei höheren Belastungen leichter reißt und das Flüssigmetall Versprödung hervorrufen kann.

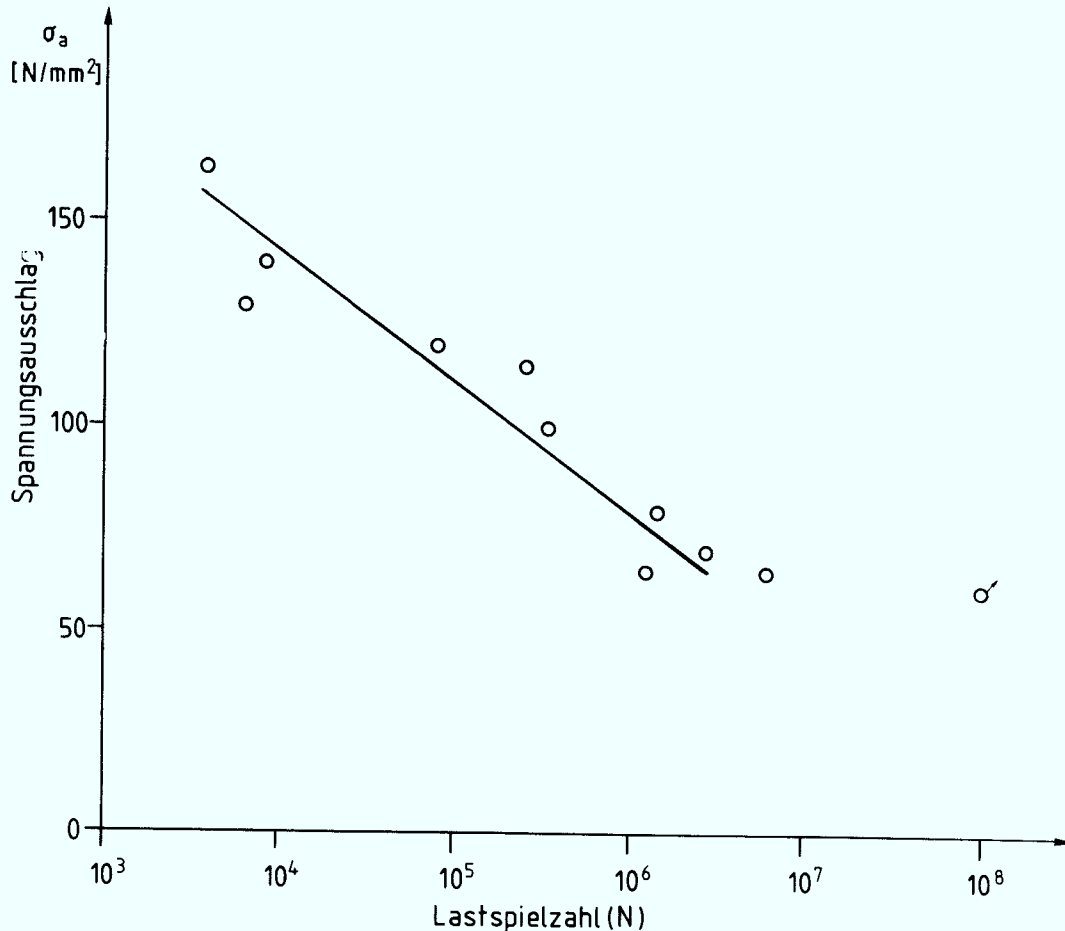


Abb.5-42 Wöhlerdiagramm AlMgSi0.5, RT, Quecksilber

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen zeigen sprödes Bruchverhalten bei Proben, die in Luft ermüdet wurden. Die Bruchfläche der Probe 30 (Quecksilber, Raumtemperatur) ist wegen der Amalgamierung mit einer nichtmetallischen Schicht bedeckt. Um die Probenoberfläche nicht zu beschädigen, wurde auf eine chemische Entfernung der Schicht verzichtet. Die Behandlung im Ultraschallbad brachte nicht den gewünschten Effekt. Von Probe 46, die nur eine sehr kurze Zyklenzahl durchlaufen hat, wurden Querschliffe angefertigt. Man erkennt in den Schliffebenen, die unmittelbar unterhalb der Bruchfläche lagen, sehr starken interkristallinen Angriff, der auf die Einwirkung des Flüssigmetalls unter Spannung zurückzuführen ist. Das in Abb.5-43 gezeigte lichtmikroskopische Schliffbild stammt von einem Probenteil, der ca. 4 mm unterhalb der Bruchfläche lag.

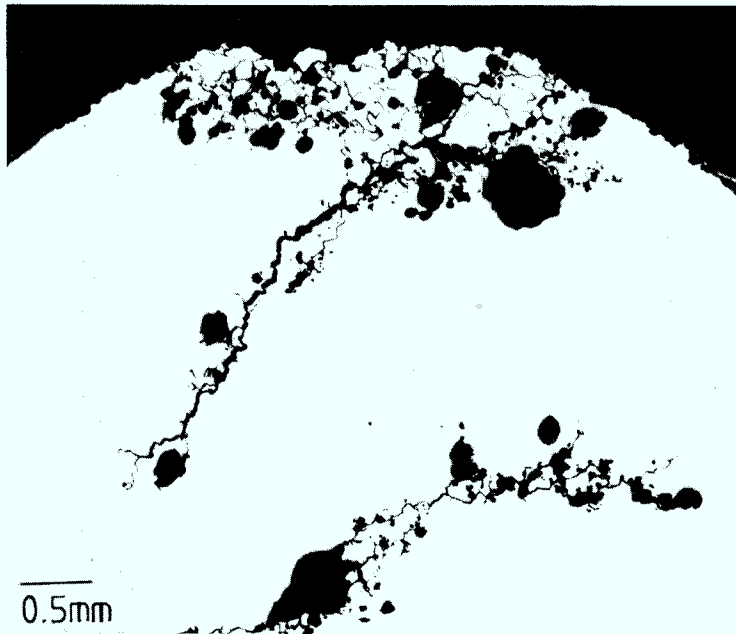


Abb.5-43 Kornzerfall an einer Probe, die in Hg ermüdet wurde.

5.4.1.3

AlMgSi0.5 in Luft

Probe	T [°C]	Ø [mm]	v [Hz]	σ_{UTS} [N/mm ²]	$\pm \sigma_a$ [N/mm ²]	N_f	S	Proben- bruch
13	162	8.04	103	180.5	140.0	$1.8 \cdot 10^4$	0.7756	j
12	162	8.03	100	180.5	120.6	$2.2 \cdot 10^4$	0.6681	j
19	162	8.06	102	180.5	109.8	$5.1 \cdot 10^4$	0.6083	j
11	162	8.03	102	180.5	100.8	$3.8 \cdot 10^4$	0.5584	j
16	162	8.06	101	180.5	100.0	$2.4 \cdot 10^5$	0.5540	j
18	162	8.03	103	180.5	88.9	$2.1 \cdot 10^5$	0.4925	j
14	162	8.03	101	180.5	81.0	$6.9 \cdot 10^5$	0.4488	j
17	162	8.04	103	180.5	69.0	$4.9 \cdot 10^6$	0.3823	j
15	162	8.06	102	180.5	60.0	$1.8 \cdot 10^7$	0.3330	j
83	162	8.00	103	180.5	60.1	$1.5 \cdot 10^7$	0.3324	j
85	162	8.06	107	180.5	55.0	$1.4 \cdot 10^7$	0.3047	j
86	162	8.06	107	180.5	49.0	$3.2 \cdot 10^7$	0.2715	j

Tab.5-32 Ergebnisse der Wechsellastversuche

Das Wöhlerdiagramm in Abb.5-44 zeigt ebenfalls keine Ermüdungsgrenze. Die Wechselfestigkeit wird aus dem Verlauf der Kurve auf 45 N/mm^2 abgeschätzt. Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen zeigen sprödes, interkristallines Bruchverhalten.

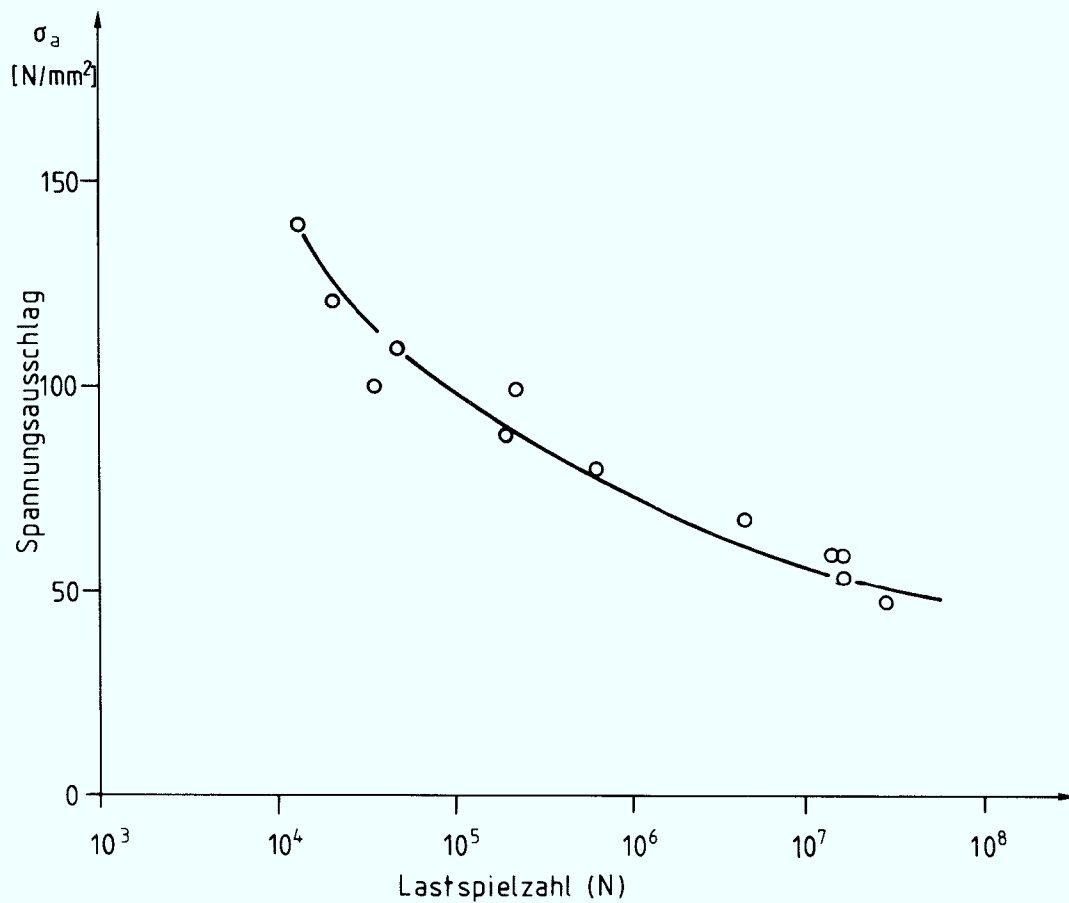


Abb.5-44 Wöhlerdiagramm AlMgSi0.5, 162°C, Luft

5.4.1.4

AlMgSi0.5 in Luft

Probe	T [°C]	Ø [mm]	v [Hz]	σ_{UTS} [N/mm²]	σ_a [N/mm²]	N_f	S	Proben- bruch
25	300	8.06	102	76.5	67	$3.0 \cdot 10^4$	0.8758	j
21	300	8.05	101	76.5	60	$5.9 \cdot 10^4$	0.7843	j
22	300	8.05	102	76.5	49	$1.8 \cdot 10^5$	0.6405	j
23	300	8.02	102	76.5	40	$5.8 \cdot 10^5$	0.5229	j
26	300	8.04	100	76.5	30	$7.0 \cdot 10^5$	0.3922	j
82	300	—	103	76.5	25.2	$1.8 \cdot 10^6$	0.3292	j
24	300	8.09	100	76.5	20	$1.1 \cdot 10^7$	0.2614	

Tab.5-33 Ergebnisse der Wechsellastversuche

Das Wöhlerdiagramm (Abb.5-45) zeigt wie die vorhergehenden Ermüdungskurven keinen horizontalen Verlauf, zudem ist die Temperatur für Aluminium-Legierung schon so hoch, daß ein Einsatz nicht in Frage käme, d.h. die Bestimmung einer Wechselfestigkeit nicht sinnvoll ist. Grobe Abschätzungen ergeben einen Wert von ungefähr 15 N/mm². Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen deuten auf eine Änderung des Bruchverhaltens hin. In der Bruchfläche sind deutlich wabenförmige Strukturen zu erkennen, die auf die hohe Duktilität des Materials bei 300 °C zurückgeführt werden können.

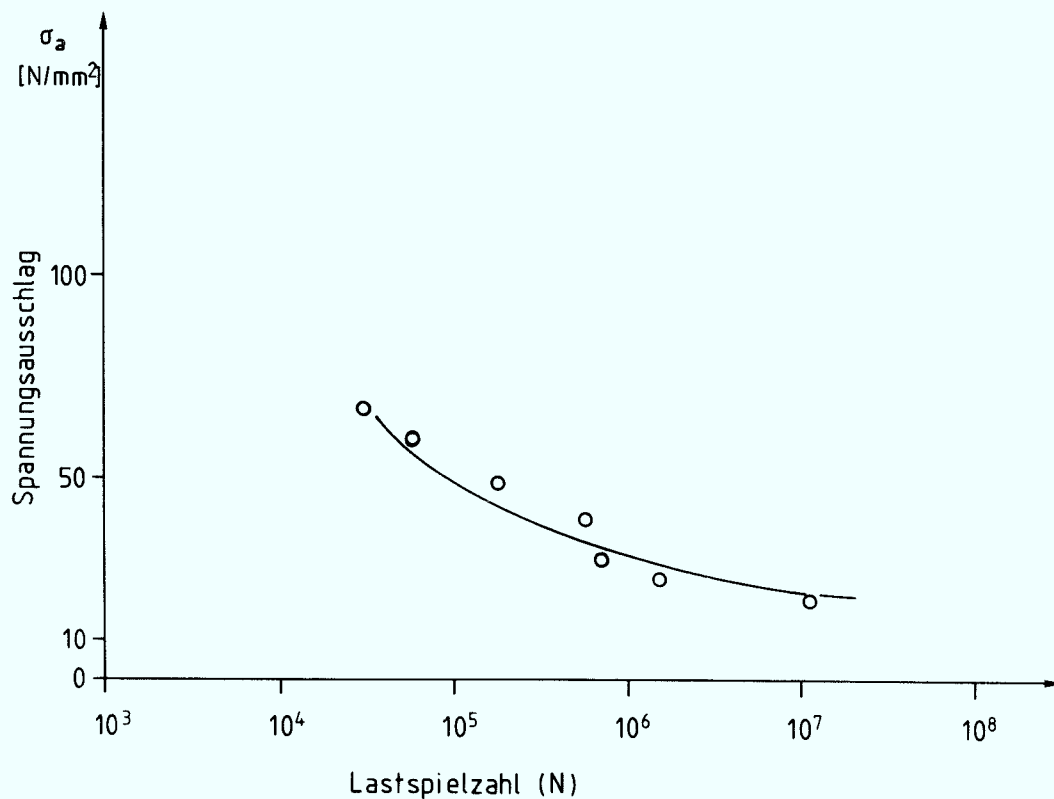


Abb.5-45 Wöhlerdiagramm AlMgSi0.5, 300°C, Luft

5.4.1.5

AlMgSi0.5 in Blei

Probe	T [°C]	Ø [mm]	v [Hz]	σ_{UTS} [N/mm ²]	σ_a [N/mm ²]	N_f	S	Proben- bruch
36	340	8.01	96	45	25.3	$1.1 \cdot 10^5$	0.5622	j
35	340	8.06	102	45	20.0	$1.0 \cdot 10^5$	0.4444	j
37	340	8.01	96	45	17.8	$1.5 \cdot 10^5$	0.3956	j
39	340	8.01	103/100	45	15.8	$3.7 \cdot 10^5$	0.3511	j
34	340	8.05	97	45	15.7	$1.0 \cdot 10^6$	0.3489	j

Tab.5-34 Ergebnisse der Wechsellastversuche

Die Wechsellastversuche an AlMgSi0.5 in flüssigen Blei bereitete große Schwierigkeiten. Daher konnten nur wenige Datenpunkte ermittelt werden. Das Problem bestand darin, daß bei dieser hohen Temperatur Aluminium-Legierungen zu stark kriechen und deshalb zu große Schwankungen in der Spannungsamplitude auftraten. Die Wöhlerkurve enthält deshalb nur die in Tab.5-34 aufgeführten 5 Meßpunkte. Eine Abschätzung der Wechselfestigkeit erübrigt sich. Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen zeigen deutliche Elemente eines duktilen Wabenbruchs.

5.4.1.6

AlMgSi0.5 eloxiert (Dicke: 10 – 20 µm) in Luft

Probe	T [°C]	Ø [mm]	v [Hz]	σ_{UTS} [N/mm ²]	σ_a [N/mm ²]	N_f	S	Proben- bruch
60	RT	8.050	104	218	130	$1.5 \cdot 10^5$	0.5963	j
61	RT	8.052	105	218	110	$8.2 \cdot 10^4$	0.5046	j
64	RT	8.063	106	218	90	$8.8 \cdot 10^4$	0.4128	j
62	RT	8.073	106	218	60	$3.5 \cdot 10^5$	0.2752	j
78	RT	8.042	106	218	60	$1.8 \cdot 10^6$	0.2752	j
63	RT	8.081	106	218	50	$1.7 \cdot 10^6$	0.2294	j
65	RT	8.076	107	218	40	$3.2 \cdot 10^6$	0.1835	j
66	RT	8.061	108	218	35	$2.1 \cdot 10^7$	0.1606	j

Tab.5-35 Ergebnisse der Wechsellastversuche

Die nach dem in Kap. 3 beschriebenen Verfahren eloxierten Proben zeigen bei den Wechsellastversuchen in Luft einen steileren Verlauf der Wöhlerkurve (Abb.5-46) als die Proben ohne Oberflächenbehandlung. Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen zeigen hauptsächlich interkristallinen Sprödbruch (Abb.5-47).

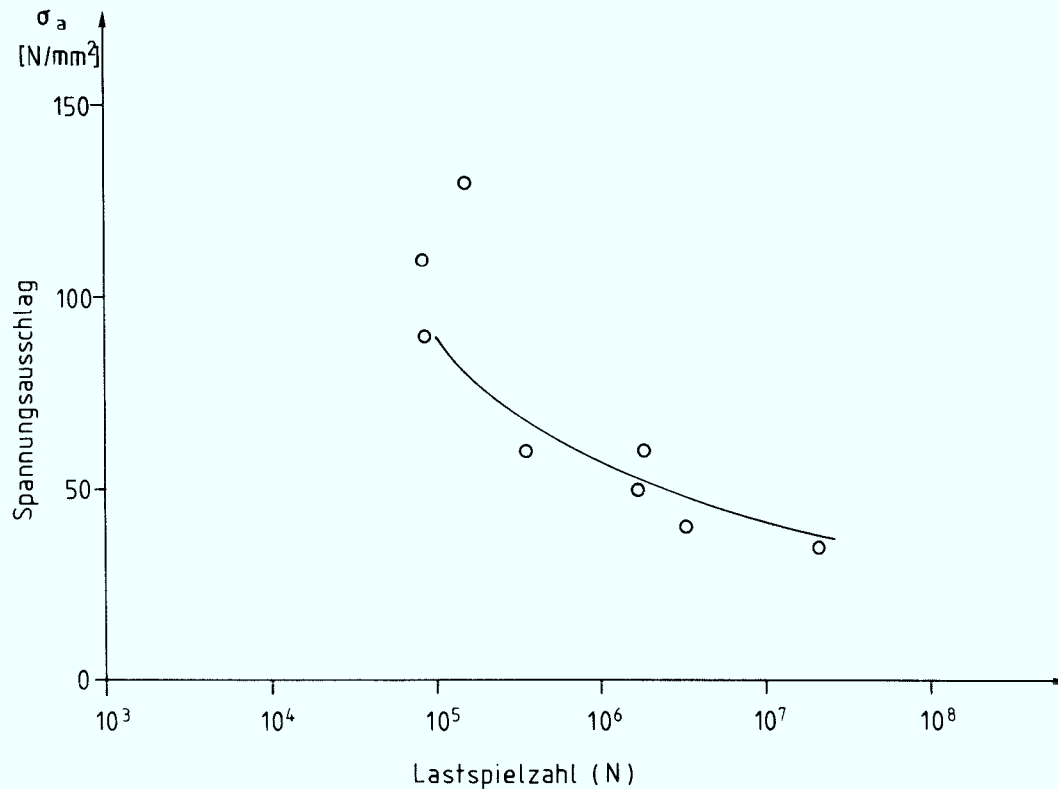
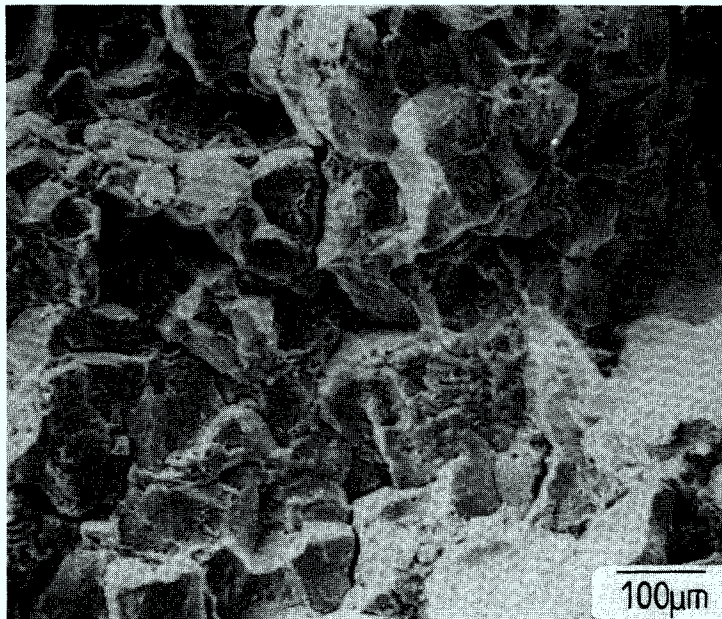


Abb.5-46 Wöhlerdiagramm AlMgSi_{0.5}, eloxiert, RT, Luft



*Abb.5-47 Bruchfläche
einer eloxierten Probe*

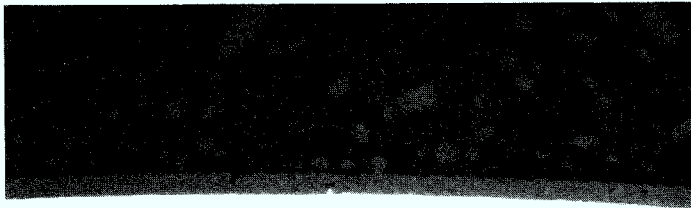
Härtemessungen an Querschliffen einiger eloxierter Proben ergaben leicht niedrigere Härtewerte als für die nicht eloxierten Proben.

Lichtmikroskopische Aufnahmen der Querschliffe zeigen bei Probe 60 nur an wenigen Stellen Überreste der Eloxalschicht mit einer maximalen Dicke von 3 μm . Die zerstörte Eloxalschicht an Schliffen, die mindestens 10 mm von der Bruchfläche entfernt entnommen wurden, zeigt, daß nicht nur in unmittelbarer Nähe des Bruches sich Risse gebildet haben und die Eloxalschicht sich abgelöst hat. Bei dieser Probe spielte auch die hohe Spannungamplitude von 130 N/mm^2 eine Rolle. Probe 65, die nur einer Belastung von 40 N/mm^2 ausgesetzt war, zeigt in den lichtmikroskopischen Aufnahmen an einigen Stellen ein völlig intakte, an anderen Stellen wiederum eine weitgehend zerstörte Eloxalschicht (Abb. 5-48, 5-49).



*Abb.5-48 Querschliff, Stelle
mit zerstörter Eloxalschicht*

$\overline{50\mu\text{m}}$



*Abb.5-49 Querschliff, Eloxal-
schicht gerissen*

$\overline{50\mu\text{m}}$

5.4.1.7

AlMgSi0.5 eloxiert (Dicke: 10 – 20µm) in Quecksilber

Probe	T [°C]	Ø [mm]	ν [Hz]	σ _{UTS} [N/mm ²]	σ _a [N/mm ²]	N _f	S	Proben- bruch
68	RT	8.031	106	218	110	1.5 10 ⁵	0.5046	j
67	RT	8.054	107	218	90	9.8 10 ⁴	0.4128	j
79	RT	–	108	218	80	6.1 10 ⁶	0.3670	j
77	RT	8.01	107	218	75	1.0 10 ⁷	0.3440	j
69	RT	8.023	108	218	60	5.3 10 ⁶	0.2752	j
76	RT	8.048	109	218	50	5.4 10 ⁷	0.2294	n
75	RT	8.057	109	218	40	5.4 10 ⁷	0.1835	n

Tab.5-36 Ergebnisse der Wechsellastversuche

Die Untersuchungen der eloxierten Proben in Quecksilber zeigen, daß die Wechselfestigkeit höher als 50 N/mm² liegt. Insgesamt streuen die Werte sehr stark.

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen zeigen, daß die Eloxalschicht unterhalb des Bruches in Platten abgerissen ist (Abb.5-50).

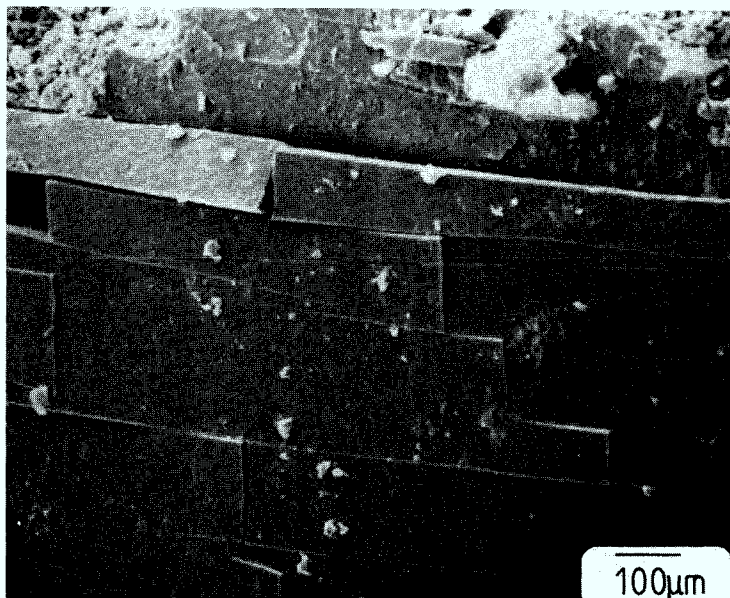


Abb.5-50 Oberfläche einer eloxierten Probe nach Ermüdungsversuch in Quecksilber

5.4.1.8 S/N-Diagramm

In einem S / N - Diagramm (Abb.5-41) sind die Werte, die für AlMgSi0.5 bei den Ermüdungsversuchen im Druck-Zug-Bereich ermittelt wurden angegeben. Die in dem Diagramm eingezeichneten Linien sind Fits aus den Meßdaten.

$$S = a (2 N_f)^b \quad (\text{Kap.4.8})$$

Für die Werte a und b wurden folgende Werte ermittelt

- | | | |
|--|----------|------------|
| 1. AlMgSi0.5: Luft,RT | a = 2.42 | b = - 0.12 |
| 2. AlMgSi0.5: Quecksilber, RT | a = 1.94 | b = - 0.11 |
| 3. AlMgSi0.5: Luft, 162 °C | a = 2.37 | b = - 0.12 |
| 4. AlMgSi0.5: Luft, 300 °C | a = 9.9 | b = - 0.22 |
| 5. AlMgSi0.5: Blei, 340 °C | a = 4.03 | b = - 0.17 |
| 6. AlMgSi0.5: eloxiert, Luft,RT | a = 8.37 | b = - 0.23 |
| 7. AlMgSi0.5: eloxiert, Quecksilber,RT | a = 1.16 | b = - 0.08 |

Die ermittelten Werte für die Parameter liefern teilweise große Fehler, wenn die Werte in den Wöhlerdiagrammen stark streuen.

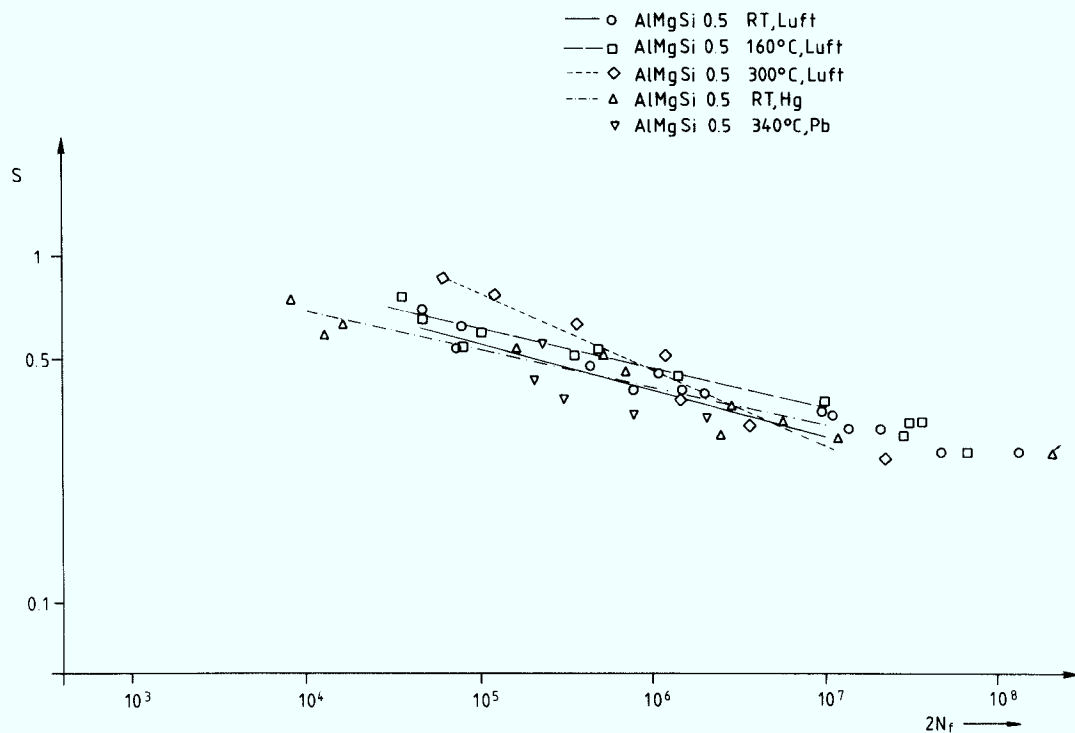


Abb.5-51 S/N-Diagramm für AlMgSi0.5

5.4.1.9 Härtemessungen

In Abb.5-52 ist der Verlauf der Vickershärte von Querschliffen unterhalb der Bruchfläche angegeben; dabei bedeuten höhere Positionsnummern einen größeren Abstand von der Bruchfläche. Man erkennt bei den Proben, die in Flüssigmetall getestet wurden, einen etwas höheren Härtewert in einem Abstand von der Bruchfläche von ca. 10 - 15 mm aufweisen.

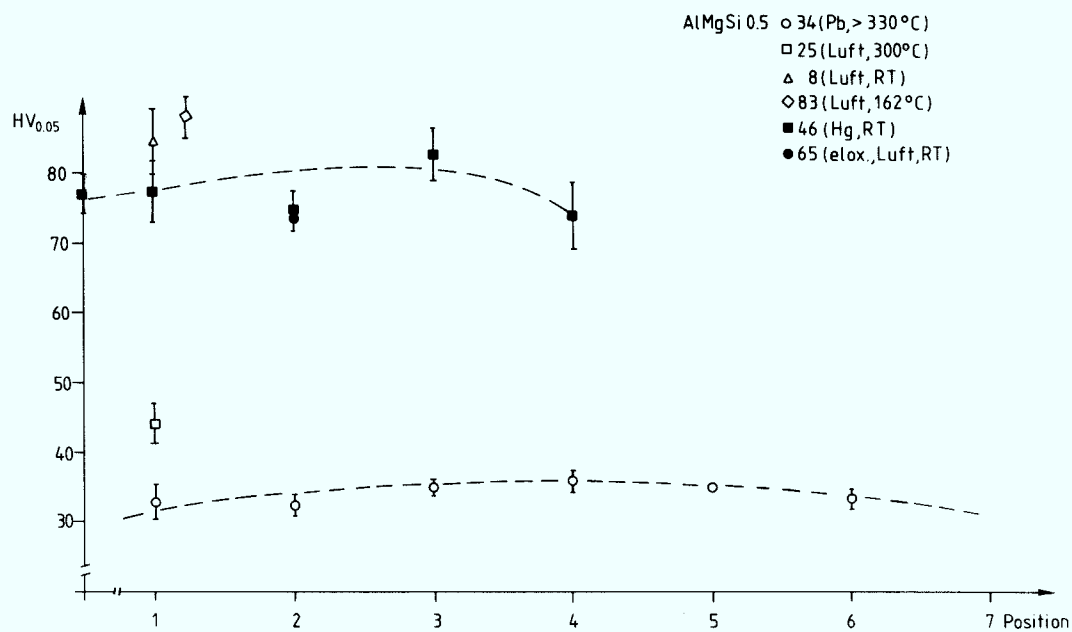


Abb.5-52 Vickerhärte $HV_{0.05}$ an Schliffen, die Zahlen geben den Abstand des Schliffes von der Bruchfläche gemäß Abb.4-4 an.

Eine Gesamtbetrachtung der Wechsellastversuche ist am Ende dieses Kapitels gegeben.

5.4.2 Wechsellastversuche an AlMgSi1.0

5.4.2.1

AlMgSi1.0 in Luft

Probe	T [°C]	Ø [mm]	ν [Hz]	σ_{UTS} [N/mm ²]	$\pm \sigma_a$ [N/mm ²]	N_f	S	Proben- bruch
1	RT	5.04	42.5	355	130	$1.66 \cdot 10^7$	0.3662	n
2	RT	5.07	43	355	140	$1.67 \cdot 10^7$	0.3944	n
3	RT	5.04	58	355	160	$3.03 \cdot 10^6$	0.4507	j
1'	RT	5.15	55	355	200	$1.60 \cdot 10^5$	0.5634	j
2'	RT	5.10	52	355	200	$2.52 \cdot 10^5$	0.5634	j
3'	RT	5.05	40	355	190	$3.63 \cdot 10^5$	0.5352	j
4	RT	5.10	42	355	180	$5.30 \cdot 10^5$	0.5070	j
5	RT	5.05	52	355	170	$5.98 \cdot 10^5$	0.4789	j
6	RT	5.00	52	355	160	$1.03 \cdot 10^6$	0.4507	j
7	RT	5.10	54	355	160	$1.00 \cdot 10^6$	0.4507	j
8	RT	5.00	50	355	150	$1.73 \cdot 10^6$	0.4225	j
9	RT	5.10	55	355	140	$2.41 \cdot 10^6$	0.4225	j
10	RT	5.00	52	355	130	$1.64 \cdot 10^7$	0.3944	n
11	RT	5.00	42	355	130	$1.95 \cdot 10^7$	0.3662	n
12	RT	5.10	50	355	130	$2.25 \cdot 10^7$	0.3662	n

Tab.5-37 Ergebnisse der Wechsellastversuche

Das Wöhlerdiagramm in Abb.5-53 zeigt eine deutliche Ermüdungsgrenze, die nach /36/ nicht erwartet wird und die auch bei AlMgSi0.5 nicht auftrat. Die Wechselfestigkeit wurde zu 130 N/mm² bestimmt. Untersuchungen des Bruchverhaltens zeigen einen makroskopisch spröden Bruch.

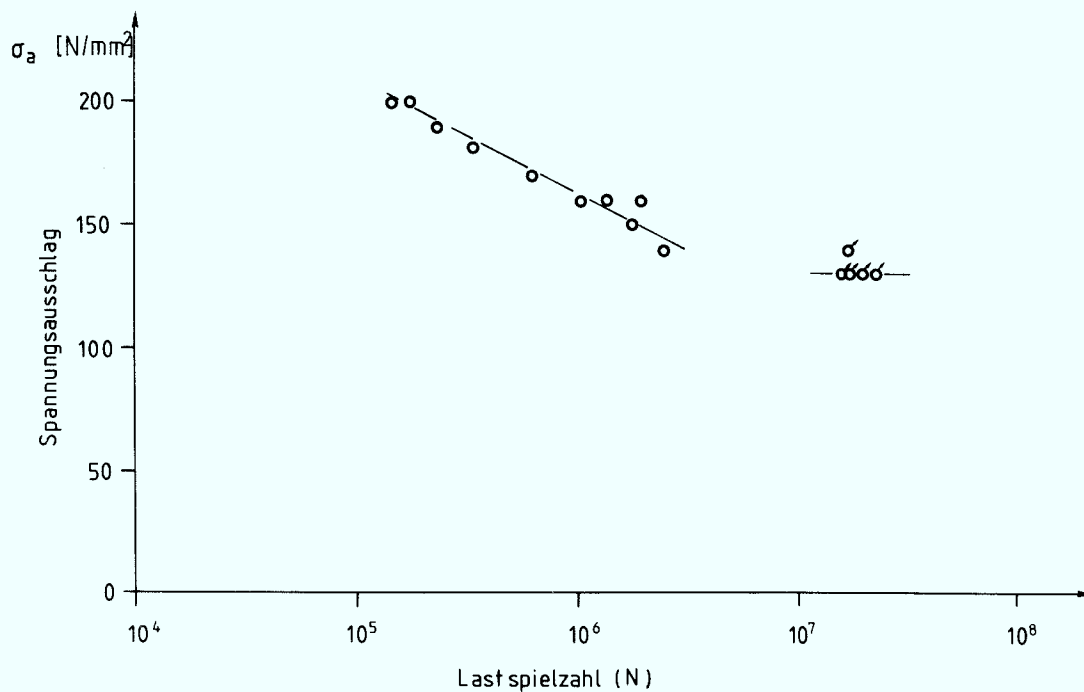


Abb.5-53 Wöhlerdiagramm AlMgSi1.0, RT, Luft

5.4.2.2

AlMgSi1.0 in Quecksilber

Probe	T [°C]	Ø [mm]	v [Hz]	σ_{UTS} [N/mm²]	$\pm \sigma_a$ [N/mm²]	N_f	S	Proben- bruch
4	RT	5.01	56	344	160	8.14 10⁵	0.4651	j
5	RT	5.04	55	344	140	2.30 10⁶	0.4070	j
6	RT	5.22	55	344	130	1.07 10⁷	0.3779	n
7	RT	5.07	58	344	180	1.71 10⁵	0.5233	j
8	RT	5.06	56	344	120	1.03 10⁷	0.3488	n
9	RT	5.04	55.5	344	150	8.60 10⁵	0.4360	j
10	RT	4.89	53	344	130	1.10 10⁷	0.3779	n
12	RT	5.1	55.5	344	140	1.50 10⁷	0.4070	n
13	RT	5.1	56	344	140	1.00 10⁶	0.4070	j
14	RT	5.01	59	344	200	4.52 10⁴	0.5814	j
15	RT	5.05	54	344	130	1.34 10⁷	0.3779	n
16	RT	5.1	55	344	135	1.07 10⁶	0.3924	j
17	RT	5.1	57	344	170	6.26 10⁵	0.4942	j
18	RT	5.05	58	344	190	2.39 10⁵	0.5523	j
DP1	RT	5.1	54	344	130	6.04 10⁷	0.3779	n
V1	RT	5.05	54	344	130	4.56 10⁶	0.3779	j
V2	RT	5.1	54	344	130	4.58 10⁶	0.3779	j

Tab.5-38 Ergebnisse der Wechsellastversuche

Das Wöhlerdiagramm zeigt für Proben, die hohen Belastungen ausgesetzt waren, eine kürzere Lebensdauer als die entsprechenden Referenzproben. Da hier allerdings keine Meßpunkte mit $S' = \sigma_a / \sigma_{UTS} \geq 0.6$ vorliegen, ist der Effekt nicht so deutlich. Aber bei $S' = 0.58$, zeigt die entsprechende Probe in Luft mehr als die doppelte Lebensdauer. Die Wechselfestigkeit bleibt gegenüber der Referenzproben unverändert.

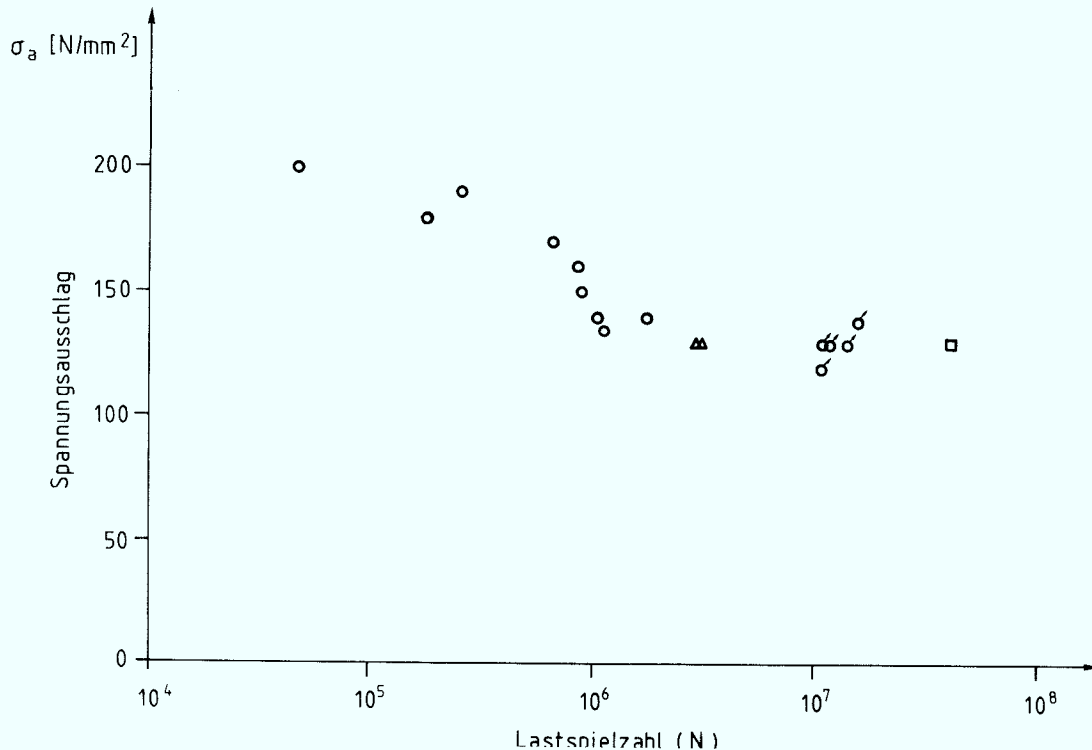
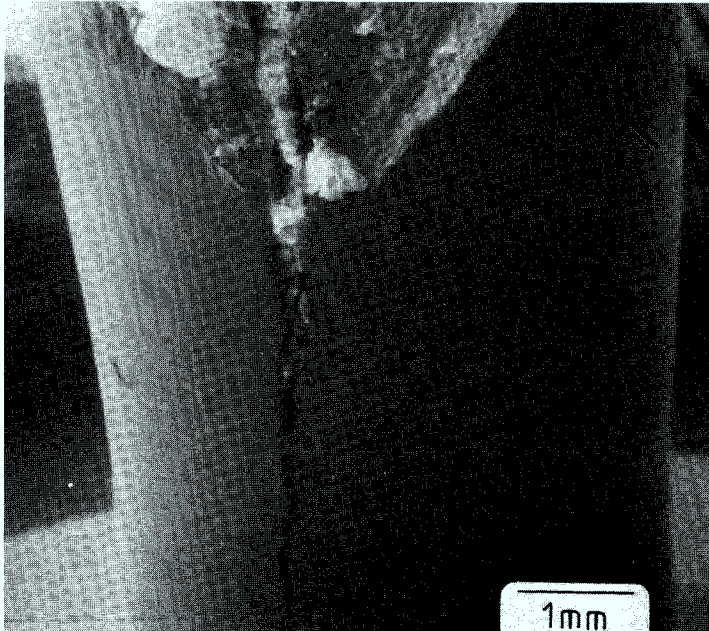
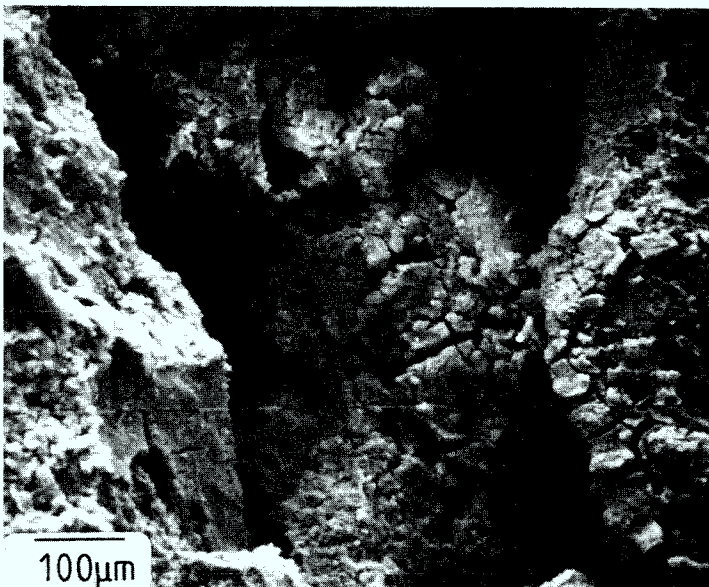


Abb.5-54 Wöhlerdiagramm AIMgSi1.0, RT, Quecksilber

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen zeigen z.B. bei Probe 5 eine stark zerklüftete Bruchfläche mit einer Spaltung in Längsrichtung. Die Probe ist wahrscheinlich nach dem Bruch im Flüssigmetall noch einmal belastet worden, wobei das Quecksilber in die atomaren Risse an der Oberfläche der Probe eindrang und Flüssigmetallversprödung hervorrief (Kap.2.2). Abb.5-55 zeigt eine rasterelektronenmikroskopische Makroaufnahme des Längsrisses. Abb.5-56 zeigt eine Aufnahme der Bruchfläche.



*Abb.5-55 REM-Aufnahme
der Längsrisse einer in
Hg ermüdeten Probe*



*Abb.5-56 REM-Aufnahme
der Bruchfläche dersel-
ben Probe*

Um die Schutzwirkung der natürlichen Oxidschicht besser untersuchen zu können, wurden zwei Proben vor dem Zyklisieren in Quecksilber plastisch vorverformt und dann mit einer Spannungsamplitude, die der Wechselfestigkeit entspricht, ermüdet. Die Proben brachen zwar, allerdings war der Effekt nicht sehr stark. Die erwartete, durch Flüssigmetallversprödung verkürzte Lebensdauer lag unter 10^4 Zyklen, erreicht wurden $4,6 \cdot 10^6$ Zyklen. Die Probe zeigt sprödes Bruchverhalten. In

Abb.5-57 ist eine REM-Aufnahme der mit Gold besputterten Bruchfläche dargestellt.

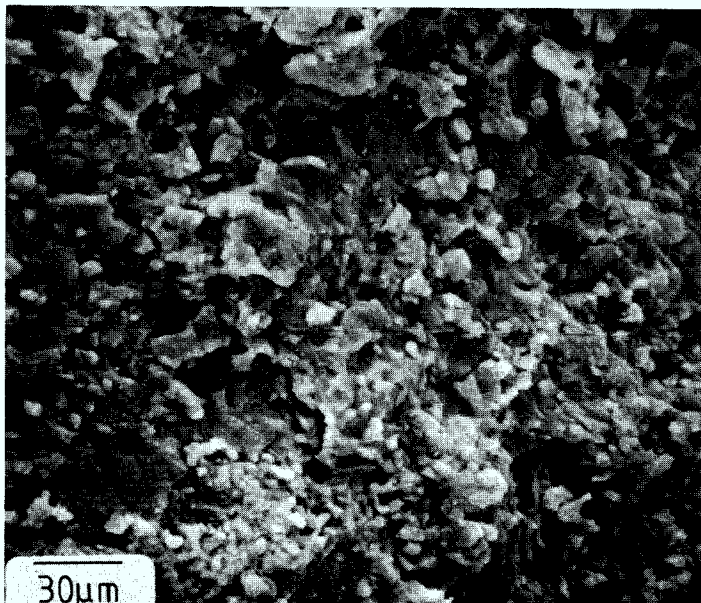


Abb.5-57 Bruchfläche einer plastisch vorverformten u. in Hg ermüdeten Probe

5.4.2.3

AlMgSi1.0 in Luft

Probe	T [°C]	Ø [mm]	v [Hz]	σ_{UTS} [N/mm ²]	$\pm \sigma_a$ [N/mm ²]	N_f	S	Proben- bruch
2	150	5.00	42	302	40	$1.11 \cdot 10^7$	0.1325	n
4	150	5.15	41	302	60	$1.42 \cdot 10^7$	0.1987	n
5	150	5.15	40	302	50	$1.13 \cdot 10^7$	0.1656	n
6	150	5.15	42	302	110	$1.05 \cdot 10^7$	0.3646	j
7	150	5.15	42	302	100	$1.04 \cdot 10^7$	0.3311	n
8	150	5.15	41	302	130	$3.56 \cdot 10^5$	0.4305	j
9	150	5.10	42	302	120	$1.04 \cdot 10^6$	0.3974	j
10	150	5.10	41	302	110	$1.83 \cdot 10^6$	0.3642	j
11	150	5.05	42	302	100	$1.35 \cdot 10^7$	0.3311	n
12	150	5.15	41	302	140	$1.33 \cdot 10^5$	0.4636	j
13	150	5.10	42	302	150	$6.42 \cdot 10^4$	0.4967	j
14	150	5.10	41	302	100	$2.02 \cdot 10^7$	0.3311	n
15	150	5.15	40	302	100	$1.51 \cdot 10^7$	0.3311	n

Tab.5-39 Ergebnisse der Wechsellastversuche

Das Wöhlerdiagramm zeigt einen flachen Abfall mit kleiner werdender Spannungsamplitude. Die Wechselfestigkeit wird mit 100 N/mm² angegeben.

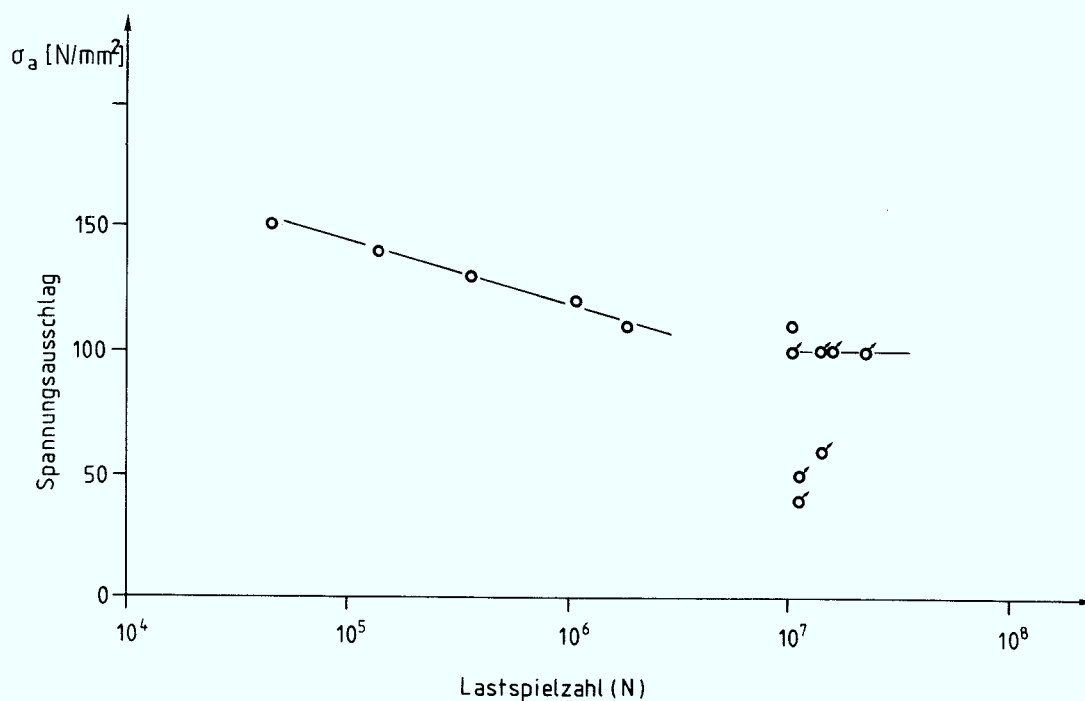


Abb.5-58 Wöhlerdiagramm AlMgSi1.0, 150 °C, Luft

5.4.2.4

AlMgSi1.0 in Luft, geätzt mit NaOH

Probe	T [°C]	Ø [mm]	v [Hz]	σ _{UTS} [N/mm ²]	±σ _a [N/mm ²]	N _f	S	Proben- bruch
011	RT	5.16	59	363	190	6.69 10 ⁴	0.5234	j
012	RT	5.02	56	363	170	1.40 10 ⁶	0.4683	j
013	RT	5.10	56	363	150	1.09 10 ⁷	0.4132	n
014	RT	5.12	55	363	140	8.24 10 ⁶	0.3857	j
015	RT	5.10	54	363	130	1.11 10 ⁷	0.3581	n
016	RT	5.16	54	363	130	1.50 10 ⁷	0.3581	n
017	RT	5.16	55	363	140	1.02 10 ⁷	0.3857	n

Tab.5-40 Ergebnisse der Wechsellastversuche

Das Wöhlerdiagramm zeigt bei höheren Belastungen eine kürzere Lebensdauer als bei den ungeätzten Proben. Die Wechselfestigkeit ist mindestens genau so hoch. Die gesamte Wöhlerkurve erscheint, sofern man aus diesen wenigen Datenpunkten Schlußfolgerungen ziehen kann, flacher zu verlaufen.

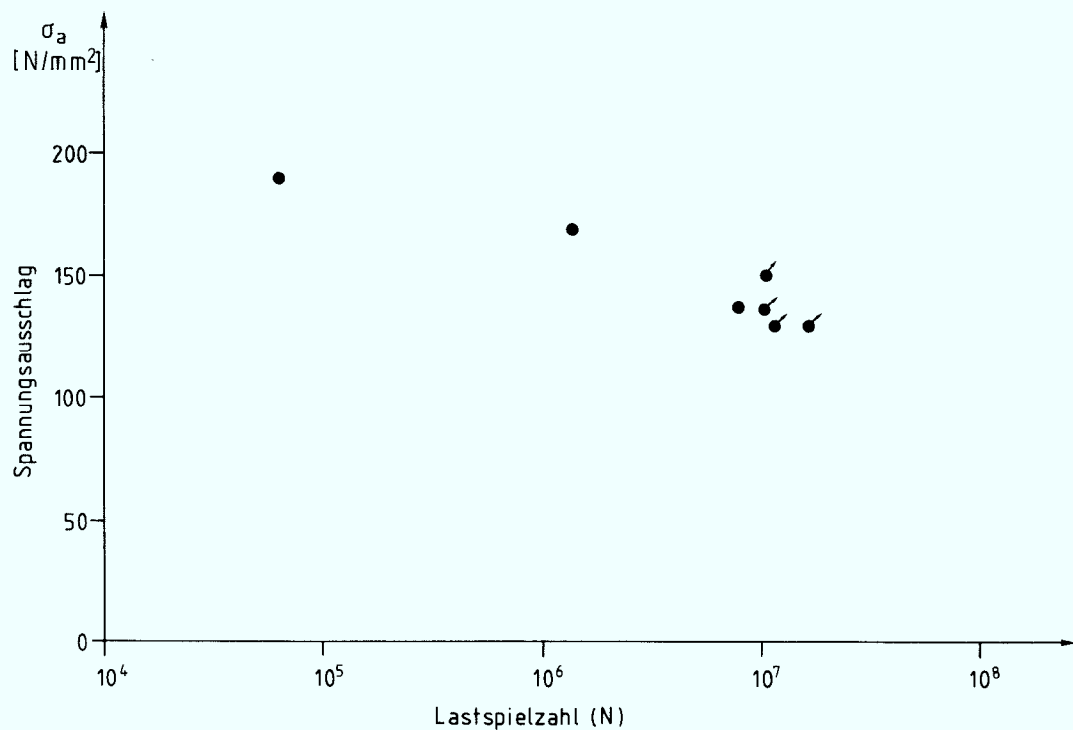


Abb.5-59 Wöhlerdiagramm AIMgSi1.0, in NaOH geätzt, RT, Luft

5.4.2.5

AlMgSi1.0 in Quecksilber, geätzt mit NaOH

Probe	T [°C]	Ø [mm]	v [Hz]	σ_{UTS} [N/mm ²]	$\pm \sigma_a$ [N/mm ²]	N_f	S	Proben- bruch
02	RT	5.1	54	344	130	$1.89 \cdot 10^7$	0.3779	n
03	RT	5.1	57	344	180	$1.21 \cdot 10^5$	0.5233	j
04	RT	5.1	56	344	140	$3.35 \cdot 10^5$	0.4070	j
05	RT	5.0	54	344	135	$7.95 \cdot 10^5$	0.3924	j
06	RT	5.1	62	344	150	$3.47 \cdot 10^5$	0.4360	j
07	RT	5.1	52	344	160	$2.77 \cdot 10^5$	0.4651	j
08	RT	5.1	54	344	170	$3.10 \cdot 10^5$	0.4942	j
09	RT	5.1	54	344	180	$1.00 \cdot 10^6$	0.5233	j
010	RT	5.1	55	344	190	$1.65 \cdot 10^5$	0.5523	j

Tab.5-41 Ergebnisse der Wechsellastversuche

Das Wöhlerdiagramm zeigt einen steileren Abfall als bei den in Luft ermüdeten geätzten Proben. Die Werte streuen stark, ähnlich wie das schon bei den eloxierten AlMgSi0.5 Proben beobachtet werden konnte. Die Wechselfestigkeit ist nicht eindeutig bestimmbar. Vergleiche der geätzten und ungeätzten Proben in Quecksilber ergeben eine Parallelverschiebung des steil abfallenden Teils der Wöhlerkurve, d.h. die ungeätzten Proben haben in Quecksilber eine längere Lebensdauer. Dies hängt einerseits mit der besseren Entfettung der Proben beim Ätzen zusammen, d.h. eine bessere Benetzung wird ermöglicht, andererseits entstehen auf der Oberfläche Ätzgrübchen, in die das Flüssigmetall eindringen kann und zur Flüssigmetallversprödung beiträgt.

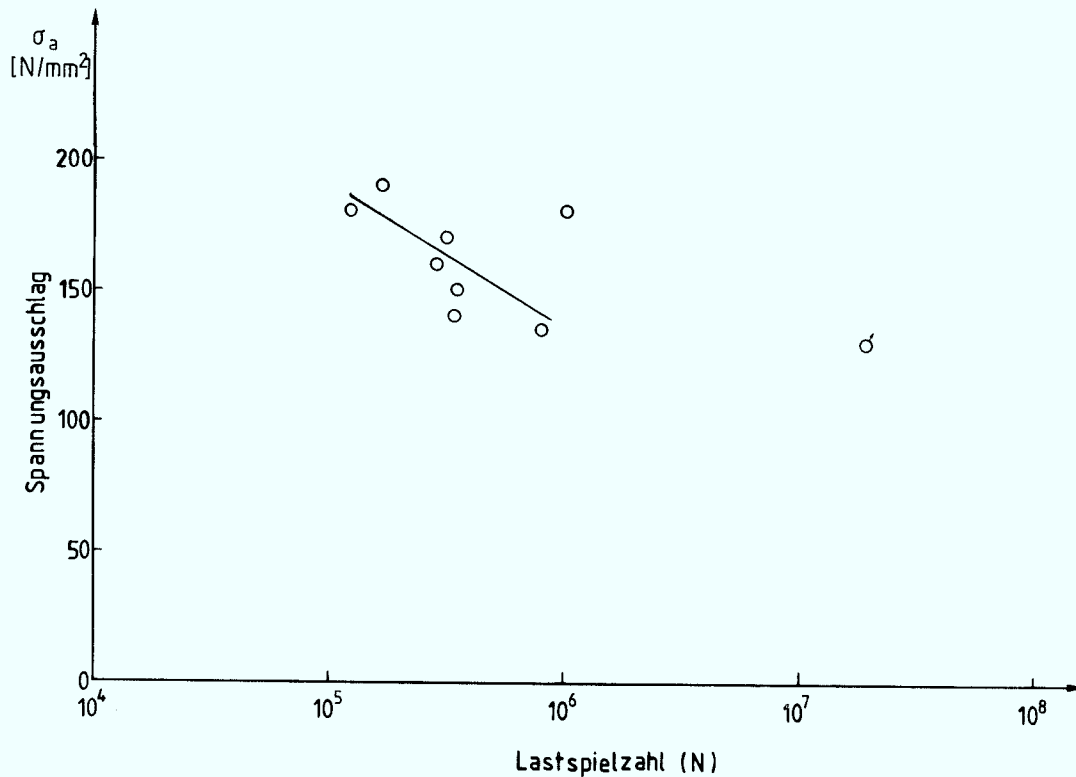


Abb.5-60 Wöhlerdiagramm AlMgSi1.0, in NaOH geätzt, RT, Quecksilber

REM-Untersuchungen der Probe O5 zeigen sprödes Bruchverhalten und Längsrisse ähnlich wie in Abb.5-56.

5.4.2.6 S/N-Diagramm

In S / N - Diagrammen (Abb.5-61) sind die Werte, die für AlMgSi1.0 bei den Ermüdungsversuchen im Druck-Zug-Bereich ermittelt wurden, angegeben.

$$S = a (2 N_f)^b \quad (\text{Kap.4.8})$$

Für die Parameter a und b wurden folgende Werte ermittelt:

- | | | |
|-------------------------------|----------|-------------|
| 1. AlMgSi1.0 : Luft, RT | a = 2.55 | b = - 0.12 |
| 2. AlMgSi1.0: Quecksilber, RT | a = 1.92 | b = - 0.102 |
| 3. AlMgSi1.0: Luft, 150 °C | a = 0.97 | b = - 0.06 |

4. AlMgSi1.0: geätzt, Luft, RT $a = 1.05$ $b = - 0.06$

5. AlMgSi1.0: geätzt, Quecksilber, RT $a = 1.37$ $b = - 0.08$

Die ermittelten Werte liefern teilweise große Fehler, da die Meßpunkte in den Wöhlerdiagrammen für die geätzten Proben stark streuen.

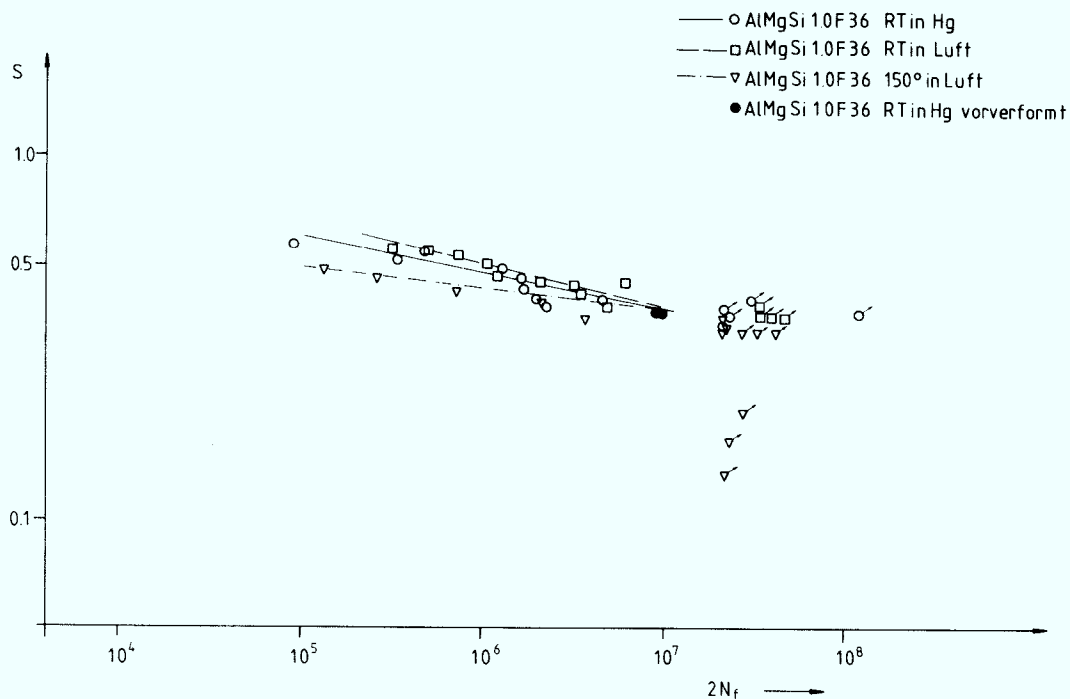


Abb.5-61 S/N-Diagramm von AlMgSi1.0

5.4.2.7 Härtemessungen

Härtmessungen an Querschliffen zeigen ein ähnliches Verhalten, wie es bereits für AlMgSi0.5 beobachtet werden konnte (Abb.5-62).

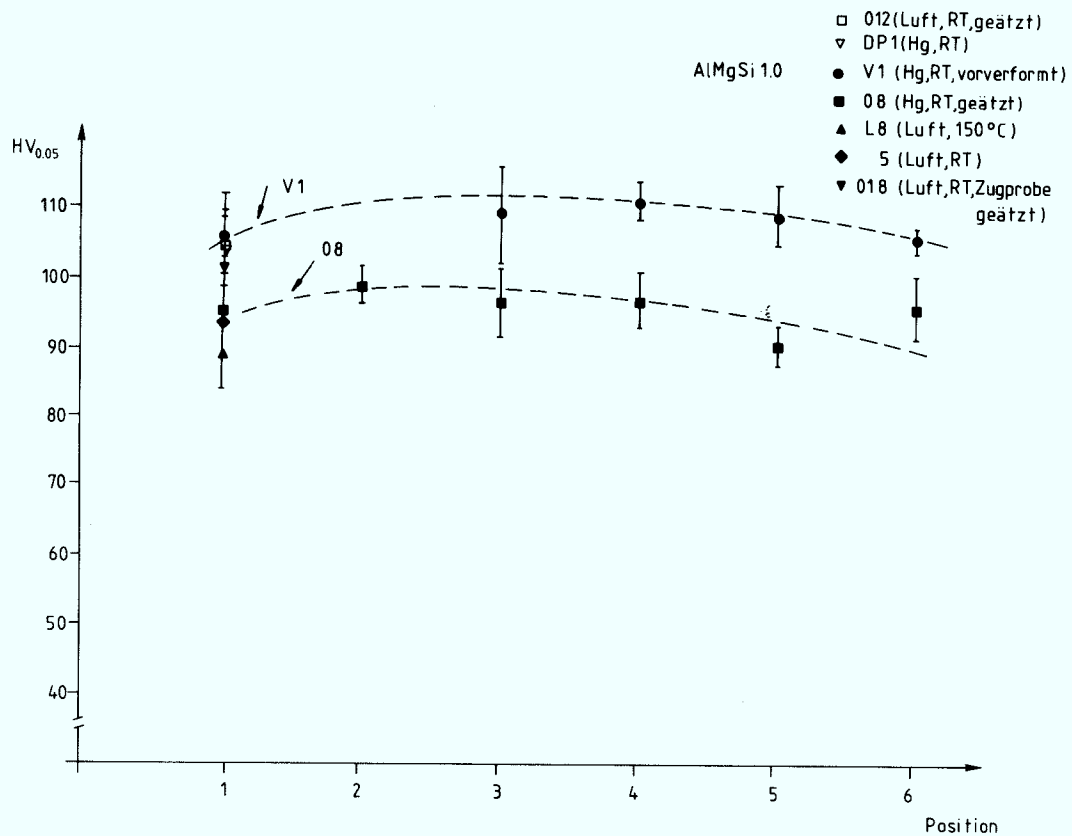


Abb.5-62 Vickershärte an Querschliffen AlMgSi1.0 Wechsellastproben

5.4.3 Zusätzliche Auswertungen der Wechsellastversuche an AlMgSi0.5 und AlMgSi1.0

Die gemessenen bzw. abgeschätzten Wechselfestigkeiten wurden gegen die Temperatur aufgetragen (Abb.5-63). Man erhält daraus Anhaltswerte für die dazwischen liegenden Temperaturen. Da es sich bei AlMgSi0.5 und AlMgSi1.0 um den gleichen Legierungstyp -ausscheidungsgehärtete Aluminium-Legierungen- handelt, wurde angenommen, daß die Wechselfestigkeit bei höherer Temperatur für beide Legierungen gleich ist, ähnlich wie es für die Warmzugfestigkeit dieser Legierungen gemessen wurde (Abb.5-5).

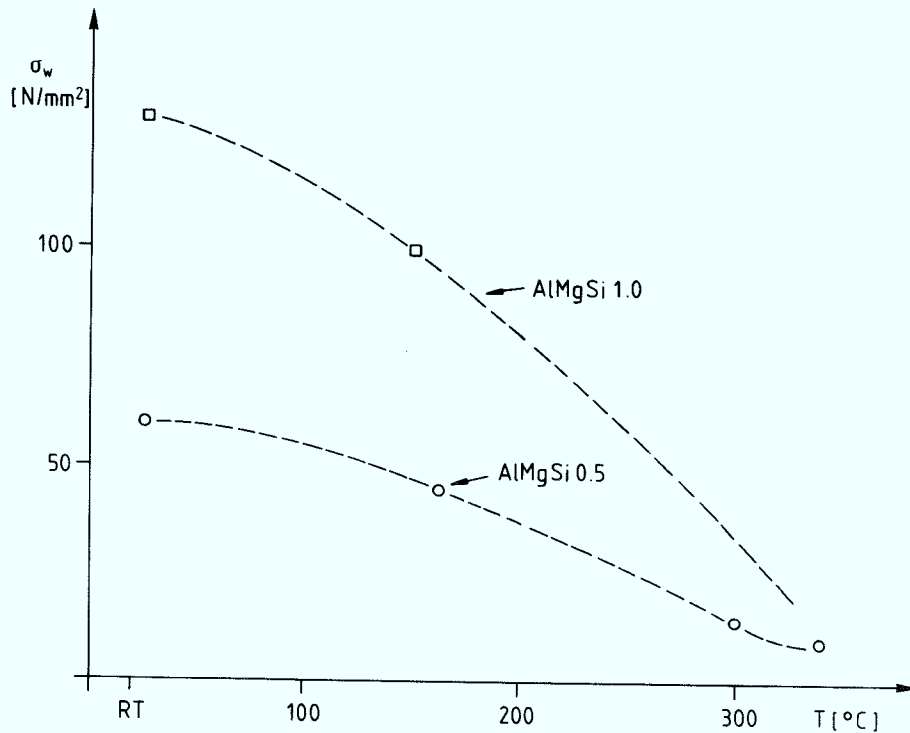


Abb.5-63 Wechselfestigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur

Es wurden verschiedene in Kap. 4 beschriebene Verfahren angewendet, um aus den gewonnen Wechselfestigkeiten, die Schwellfestigkeiten zu ermitteln. Die Auswertung mit einem Goodman-Diagramm ergibt folgende Schwellfestigkeiten, wie in Abb.5-64 graphisch dargestellt ist.

1. $\sigma_{sch} = 2 \times 95 \text{ N/mm}^2$ (AlMgSi1.0, Raumtemperatur, Luft)
2. $\sigma_{sch} = 2 \times 91 \text{ N/mm}^2$ (AlMgSi1.0, Raumtemperatur, Quecksilber)
3. $\sigma_{sch} = 2 \times 74 \text{ N/mm}^2$ (AlMgSi1.0, 150 °C, Luft)
4. $\sigma_{sch} = 2 \times 45 \text{ N/mm}^2$ (AlMgSi0.5, Raumtemperatur, Luft)
5. $\sigma_{sch} = 2 \times 35 \text{ N/mm}^2$ (AlMgSi0.5, 162 °C , Luft)
6. $\sigma_{sch} \approx 2 \times 14 \text{ N/mm}^2$ (AlMgSi0.5, 300 °C, Luft)
7. $\sigma_{sch} \approx 2 \times 8 \text{ N/mm}^2$ (AlMgSi0.5, 340 °C, Blei)

Die letzten beiden Werte sind nur grobe Schätzungen, da keine belastbaren Ausgangsdaten vorliegen. Die Wechselfestigkeit wurde nur grob geschätzt und die Zugfestigkeit aus Literaturdaten /45/ ermittelt.

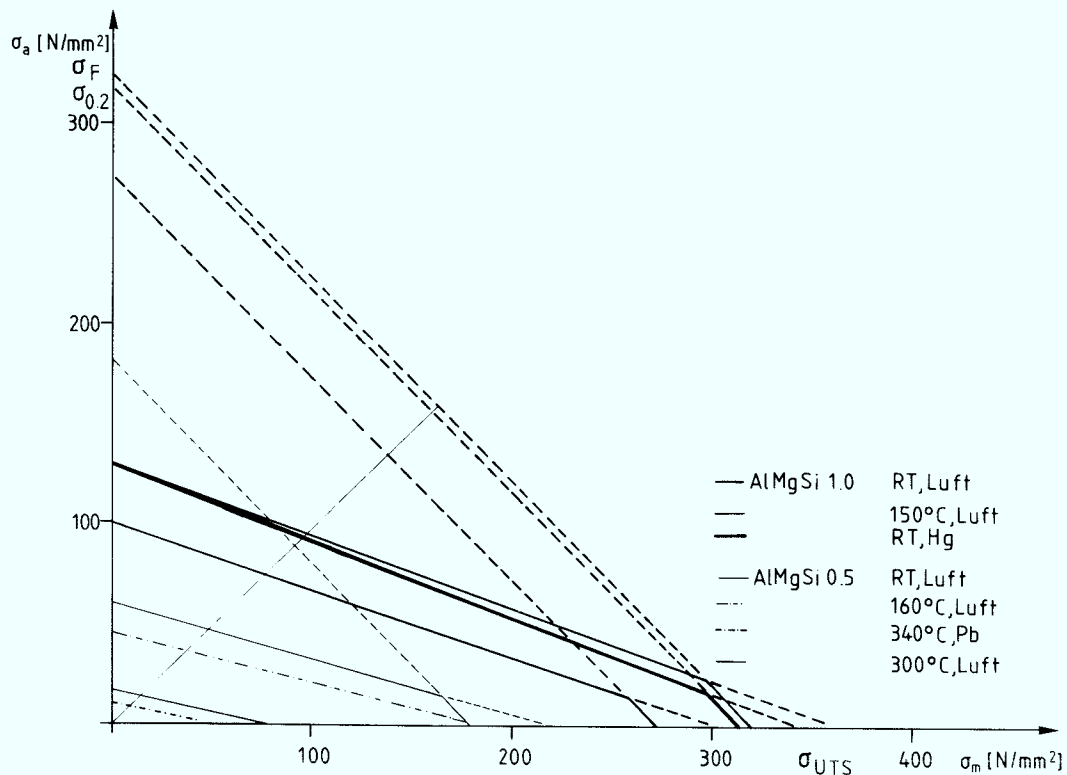


Abb.5-64 Goodman-Diagramm AlMgSi0.5 und AlMgSi1.0

Um die Wechsellastversuche für AlMgSi0.5 und AlMgSi1.0 untereinander vergleichen zu können, wurden die Wöhlerkurven in ein Diagramm (Abb.5-65) gezeichnet. Die Meßpunkte für AlMgSi0.5 streuen stärker als die für AlMgSi1.0. Bei höheren Temperaturen haben die Kurven beide einen deutlich flacheren Verlauf, d.h. ein Versuch mit einer etwas geringeren Last führt zu sehr viel größeren Zyklenzahlen bis zum Bruch. Ein Vergleich der oberflächenbehandelten Proben zu den Referenzprobe ist in Abb.5-66 dargestellt.

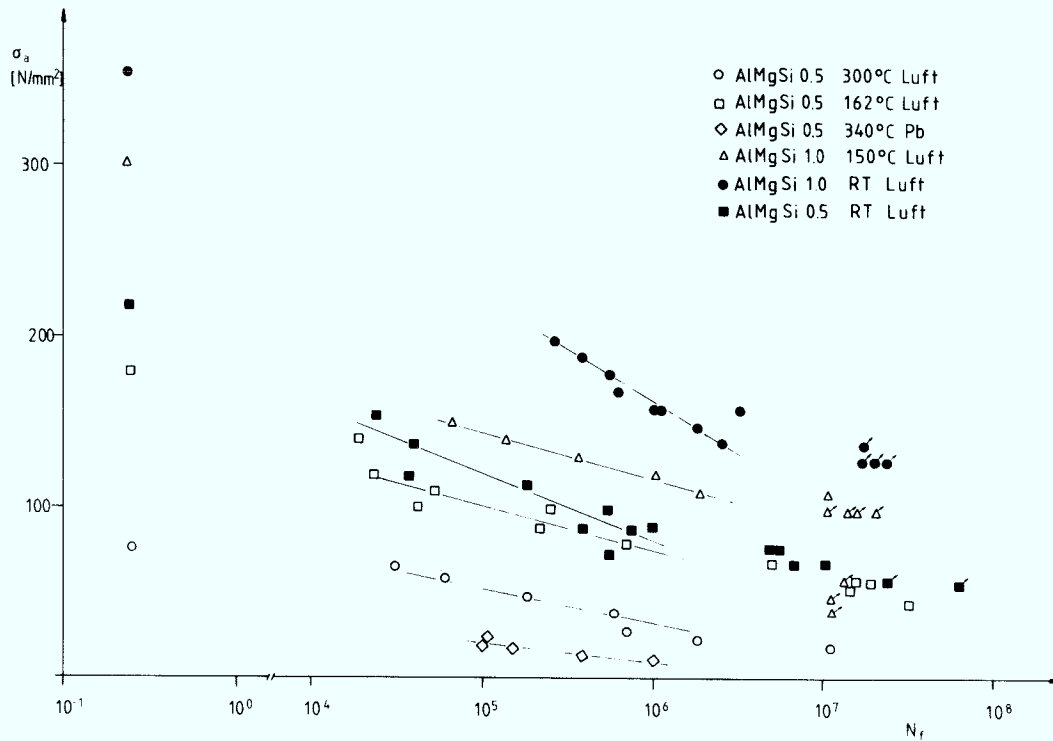


Abb.5-65 Wöhlerdiagramme der Referenzproben (AlMgSi1.0 u. AlMgSi0.5), getestet bei verschiedenen Temperaturen in Luft und AlMgSi0.5, getestet in Blei

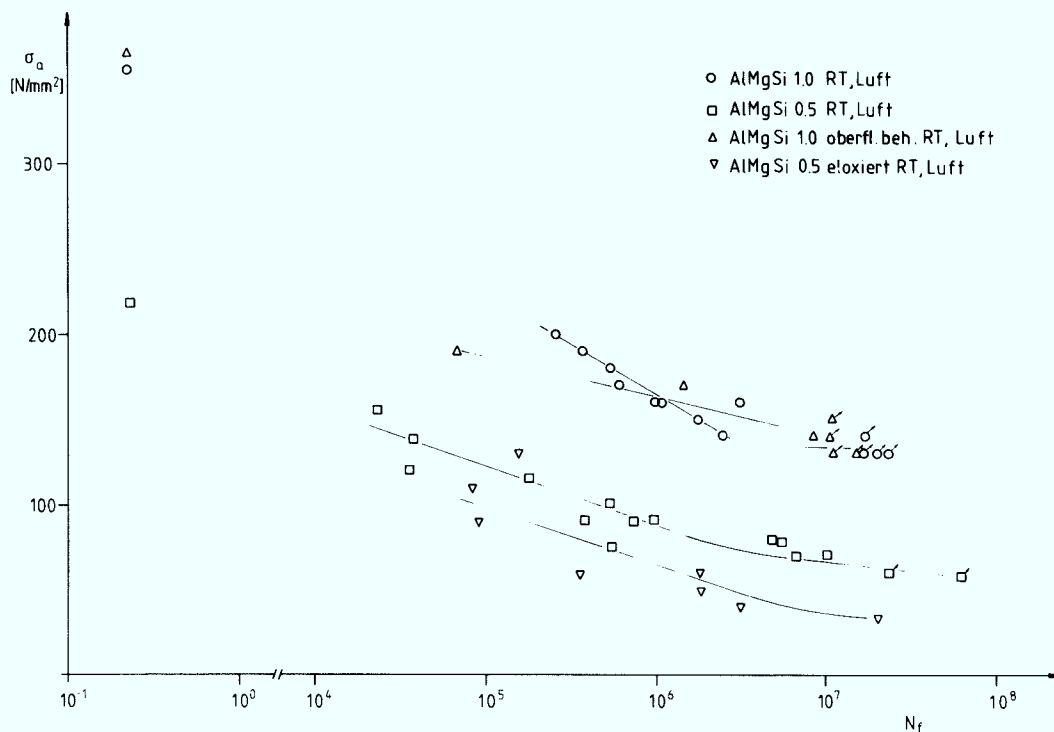


Abb.5-66 Wöhlerdiagramme der Referenzproben in Luft im Vergleich zu den oberflächenbehandelten Proben

Vergleicht man das Verhalten der Legierungen in Quecksilber und in Luft (Abb.5-67), so zeigt sich die Tendenz, daß bei höheren Belastungen der Bruch nach einer kürzeren Zeit eintritt, die Wechselfestigkeit aber unverändert bleibt. Eine Erklärung dafür ist, daß die natürliche Oxidschicht bei höheren Belastungen leichter reißt und sich Mikrorisse bilden, in die das Flüssigmetall eindringen kann und Flüssigmetallversprödung hervorrufen kann. Bei Belastungen im Wechselfestigkeitsbereich schützt die Oxidschicht das Material und Flüssigmetallversprödung tritt nicht auf.

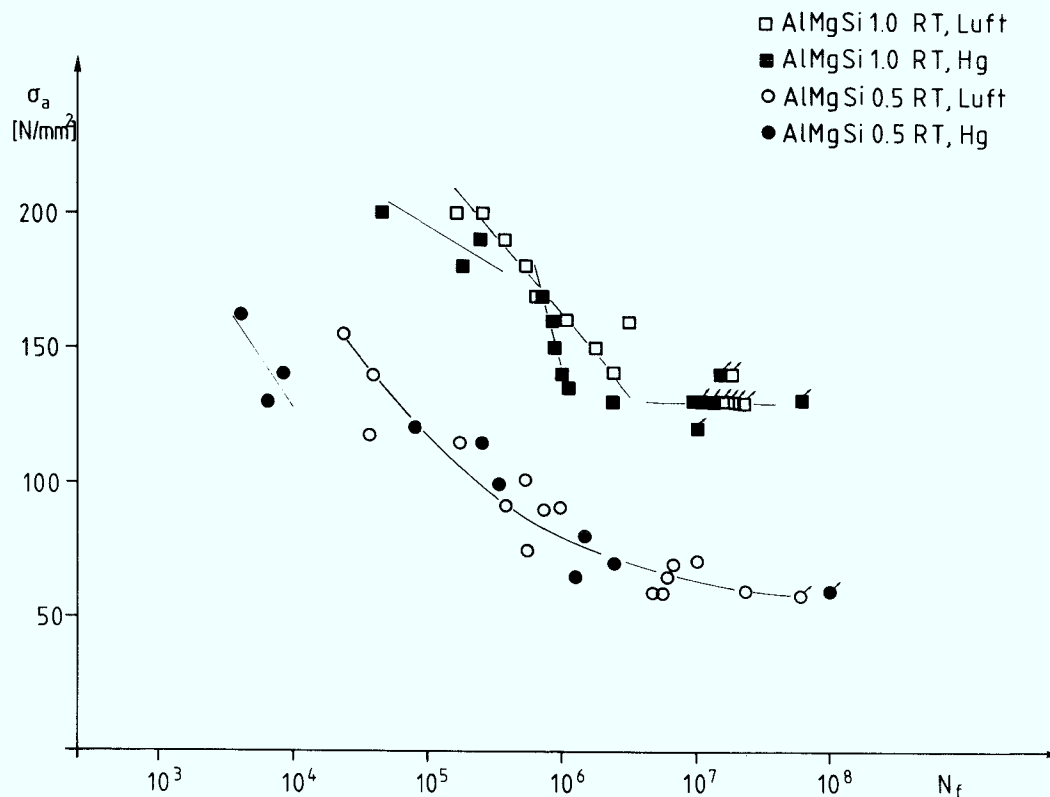


Abb.5-67 Wöhlerkurven für AlMgSi0.5 und AlMgSi1.0 in Luft und Quecksilber

Zugversuche an AlMgSi1.0-Wechselastproben zeigen in Quecksilber nur ganz schwache Tendenz zur Flüssigmetallversprödung, was mit den Untersuchungen /13/ an polykristallinem Reinst-Aluminium übereinstimmt. Nach /48/ liegt der Spröde-Duktil-Übergang für die Kombination Aluminium / Quecksilber unterhalb Raumtemperatur. Dies kann allerdings nicht verallgemeinert werden, da z.B Untersuchungen in /17/ eine sehr starke Flüssigmetallversprödung bei einer AlMgZn-Legierung gefunden wurde. Es spielen sehr viele Faktoren eine Rolle. Bei Wechselastversuchen zeigen dieselben Legierungen anderes Verhalten als bei Zugversuchen. Wie die Untersuchungen an den vorbehandelten Zugproben (Kap. 5.2) gezeigt haben, ist der Effekt stark legierungs- und geometrieabhängig. Die kupferhaltige Legierung AlMg1Cu4 zeigt schon nach dem statischen Versuch an DIN-Zugproben einen drastischen Verlust der Bruchdehnung. Bei den Wechselastversuchen zeigen sich zinkhaltige Legierungen besonders anfällig für Flüssigmetallversprödung /13,17,29/.

Teilweise äußert sich dies sogar in einer drastischen Verringerung der Wechselfestigkeit /13/.

Bei den Wechsellastversuchen zeigt sich, daß die beiden getesteten AlMgSi-Legierungen bei hohen Belastungen eine verringerte Lebensdauer aufweisen. Sobald ein Anriß entsteht, bricht die Probe. Dies ist in Einklang mit den Untersuchungen, die Kapp /29/ an der Aluminium-Legierung 6061 durchgeführt hat. In dieser Arbeit wurde eine von der Frequenz der Ermüdungsversuche abhängiges Rißwachstum in Quecksilber festgestellt. Der Effekt ist umso größer, desto niedriger die Frequenz ist. Während in /29/ die Rißfortschrittsgeschwindigkeit berechnet wurde, können bei den hier vorgestellten Resultaten wegen der ungeeigneten Geometrie der Proben keine Rechnungen durchgeführt werden. Es wurde lediglich aus den fraktographischen Untersuchungen auf eine erhöhte Rißfortschrittsgeschwindigkeit geschlossen. So ist z.B. ist die Längsrißbildung ein deutliches Zeichen dafür. Bei der Prüfung der Referenzproben schaltet die Wechsellastmaschine bei einem kleinen Anriß aufgrund der veränderten Lastverhältnisse ab. Die Referenzproben konnten daher mit nur kleinen Anriß ausgebaut werden. Die Proben, die in Quecksilber getestet wurden, brachen vollständig vor Abschalten der Maschine. Es zeigt sich, daß die Wechselfestigkeit bei diesem Material unbeeinflußt von Quecksilber bleibt, ein Anriß unter Quecksilber führt allerdings praktisch instantan zum Bruch.

6. Zusammenfassung und Schlußfolgerungen

In dieser Arbeit wurde die Flüssigmetallkorrosion bzw. -versprödung an Materialkombinationen des Bleitargets der Spallations-Neutronenquelle untersucht. Ein Aspekt dabei ist die Wirkung des flüssigen Bleis auf Aluminium-Legierungen, ein zweiter ist die Wirkung von Quecksilber, eines der gebildeten Spallationsprodukte auf Aluminiumwerkstoffe. Die Versuche wurden in zwei Gruppen geteilt, statische Korrosionsversuche und Versuche unter mechanischer Wechsellast.

Die statischen Langzeitversuche in Quecksilber zeigen bei Aluminium-Legierungen vereinzelt im Randbereich Versprödung, die sich in einem Anstieg der Vickershärte äußert. Der Effekt ist bei AlMg3 stärker als bei AlMgSi-Legierungen. In /49/ wurde ebenfalls eine stark versprödende Tendenz der AlMg-Legierungen in Abhängigkeit vom Mg-Gehalt bei Raumtemperatur-Zugversuchen gefunden. Oberhalb eines Grenzwertes von ca. 1.5 At-% Mg, ändert sich die Zugfestigkeit unter Quecksilber nicht mehr.

Versuche an DIN-Zugproben ergaben für die in Quecksilber vorbehandelten AlMg3 Proben meist eine leicht erhöhte Zugfestigkeit und eine geringe Abnahme der Bruchdehnung um ca. 10 % gegenüber den Referenzwerten. Bei den warmausgehärteten AlMgSi-Legierungen zeigte sich ein Duktilitätsverlust um 25%, was mit den Aussagen in /13/ übereinstimmt, daß eine höhere Festigkeit bei ausscheidungsgehärteten Legierungen eine stärkere Tendenz zur Versprödung hervorruft (Kap.2.2.3.4). Einen extremen Effekt zeigten die Proben aus einer AlMgCu Legierung mit einem Duktilitätsverlust von mehr als 50%. Bei einer in Quecksilber vorbehandelten Dünnbandprobe (Dicke 55 μm) der Legierung 6061-T6 trat ein Duktilitätsverlust von mehr als 80% auf. Die Versuche zeigen eine von Probengeometrie, Legierungszusammensetzung, Versuchsdauer abhängige Tendenz zur Flüssigmetallversprödung. Hiermit konnte die in der Literatur allgemein verbreitete Aussage, daß Vorbehandlung in dem Flüssigmetall keinen Effekt auf die mechanischen Eigenschaften hat, nicht bestätigt werden.

Die Wechsellastversuche unter Quecksilbereinfluß wurden an AlMgSi0.5 und AlMgSi1.0 durchgeführt. Es zeigt sich, daß bei hohen Belastungen $\sigma_a \geq 0.6 \sigma_{UTS}$ die Lebensdauer der Proben gegenüber der der Referenzproben merklich reduziert ist. Im Bereich der Wechselfestigkeit ist kein Einfluß des Quecksilbers bei den getesteten AlMgSi-Legierungen zu verzeichnen. Im Gegensatz dazu wurden in /13/ drastische Änderungen der Ermüdungseigenschaften an einer zinkhaltigen Aluminium-Legierung ermittelt.

Die Rißausbreitungsgeschwindigkeit in der Flüssigmetallumgebung scheint in Übereinstimmung mit der Auswertung in /29/ erhöht.

Die Oberflächenbehandlung durch anodische Oxidation an AlMgSi0.5 resultierte in einer kürzeren Lebensdauer der Proben, die Eloxalschicht zeigte auch bei niedrigen Belastungen Risse, d.h. dieses Verfahren ist nicht geeignet bei den Targetelementen eingesetzt zu werden.

Statische Korrosionsuntersuchungen an Aluminium-Legierungen in Blei ergeben sehr viel höhere Korrosionsraten ($0.1 \mu\text{m/h} - 0.4 \mu\text{m/h}$) bei einer Versuchsdauer zwischen 1000 und 2500 h als aus den Literaturdaten erwartet wird. In /11/ ist eine Korrosionsgeschwindigkeit von $< 0.003 \mu\text{m/h}$ bei nicht näher spezifizierten Versuchsbedingungen angegeben. Dies hängt unter anderem mit den Verunreinigungen, die in den Aluminium-Legierungen und dem Blei vorhanden sind, zusammen. Die Korrosionsrate ist stark von der Temperatur abhängig. Bei Versuchszeiten unter 100 h konnte im allgemeinen kein Korrosionsangriff festgestellt werden, im Bereich von 250 h - 400 h ergeben sich meist hohe Korrosionsraten. Für AlMg-Legierungen konnte eine leicht steigende Tendenz der Korrosionsrate mit steigendem Mg-Gehalt festgestellt werden. Die Oberflächenbeschaffenheit bzw. die Vorbehandlung der Proben spielt neben den bereits erwähnten Parametern ebenfalls eine Rolle. Proben, die nur entfettet wurden, sind länger gegen starken Korrosionsangriff resistent als gebeizte Proben. Schleifen oder Polieren der Oberfläche erhöht die Korrosionsanfälligkeit deutlich.

DIN-Zugproben, die in flüssigem Blei vorbehandelt wurden, zeigen bei den AlMg3-Proben keine Beeinflussung der Zugeigenschaften, aber einen geringen Duktilitätsverlust von ca. 10 -15 %. Bei warm- und kaltausge-

härteten AlMgSi1.0 Proben zeigt sich eine Erhöhung der Zugfestigkeit bei einem deutlichen Duktilitätsverlust um ca. 40 %. Bei einer weichen AlMgSi-Legierung ist die Zugfestigkeit gegenüber den Referenzproben um 20 % herabgesetzt bei gleichzeitigem Duktilitätsverlust um nahezu 20 %. Die Proben zeigten äußerlich keinen Hinweis auf einen Korrosionsangriff. In der Bruchfläche konnten allerdings Bleiteilchen gefunden werden. Schliffe zeigen teilweise interkristallinen Angriff.

Versuche unter mechanischer Wechsellast zeigen bei 340 °C keine besonderen Effekte, da das Material für eine Flüssigmetallversprödung bei dieser Temperatur zu duktil ist. Korrosionsangriffe fanden nicht statt, da die Versuchszeiten zu kurz sind.

Insgesamt zeigt sich, daß im Fall gestörter Betriebsbedingungen kurzzeitiges Aufschmelzen des Bleis keine korrosive Wirkung auf das Aluminium erwarten läßt, wenn die Temperaturen 400 °C nicht überschreiten. Bei dieser für Aluminium-Legierungen hohen Temperatur ist allerdings ein Festigkeitsverlust nicht vermeidbar. Da Untersuchungen /3/ gezeigt haben, daß Bestrahlungseffekte mit mittelenenergetischen Protonen bei AlMg- und AlMgSi-Legierungen zu einem Festigkeitsverlust führen, würden ohnehin die Legierungen nur im weichen Zustand eingesetzt werden. Bei länger andauernden Aufschmelzphasen muß mit Korrosionsangriff und leichtem Verlust der Duktilität gerechnet werden. Quantitative Vorhersagen über die Stärke des Korrosionsangriffs sind wegen der großen Streuung der Meßwerte nicht möglich. Mit einer neueren Methode der zerstörungsfreien Prüfung, der Röntgen-Mikrofokustechnik, wäre bei den Korrosionsversuchen eine schnellere und effektivere Datenerfassung möglich /7/.

Quecksilber zeigt zwar eine versprödende Wirkung auf die untersuchten Aluminium-Legierungen, aber die natürliche Oxidschicht schützt das Material im Bereich der Wechselfestigkeit. Nur bei hohen Belastungen ist eine verkürzte Lebensdauer zu erwarten; ein entstandener Anriß unter Quecksilber führt allerdings sehr schnell zum Versagen des Materials. Da die Hüllwerkstoffe auf keinen Fall oberhalb der ihrer Ermüdungsgrenze belastet werden sollten, ergeben sich hierdurch kein Probleme.

7. Referenzen

- /1/ SNQ-Projektbericht zum Abschluß von Phase B (Definitionsphase) SNQ /BC 17 03 84, Interner Bericht KFA Jülich, (1984).
- /2/ Realisierungsstudie zur Spallations-Neutronenquelle, Teil I Jül-Spez - 113 (1981).
- /3/ W.Lohmann, A.Ribbens, W.F.Sommer, B.N.Singh;
Radiation Effects (1986), wird veröffentlicht.
- /4/ W.Lohmann (ed.);
Materials Investigations for the SNQ Target Station
-Progress Report 1984-, SNQ 3J..BC 22 02 85,
KFA Jülich Interner Bericht, (1985).
- /5/ W.Lohmann;
"Thermische Ermüdungsuntersuchungen im Zug-Schwell-Bereich an
Dünnschleifenproben aus der Aluminiumlegierung Al 6061-T6
und dem metallischen Glas $\text{Ni}_{78}\text{Si}_8\text{B}_{14}$ "
Dissertation RWTH Aachen, (1984).
- /6/ E.Graudus, A.Sievers, F.Stelzer;
in Realisierungsstudie zur Spallations-Neutronenquelle, Teil 3,
KFA Jülich, Interner Bericht, (1981).
- /7/ W.Lohmann (ed.);
Materials Investigations for the SNQ-Target Station,
KFA Jülich, Jül-Spez, wird veröffentlicht (1986).
- /8/ A.Ribbens, E.M.Würtz;
in Sonderband Praktische Metallographie 17, (1986),
wird veröffentlicht.

- /9/ H. Buttgerit, H. Stechemesser, G. Thamm, J. Wolters;
in S.O. Schriber (ed.), Proceedings of the seventh Meeting
of the International Collaboration on advanced Neutron Sources,
AECL-8488, (1984).
- /10/ K. Drefahl;
Abschlußbericht 107, Metallgesellschaft Frankfurt, (1985).
- /11/ R.N. Lyon (ed.);
Liquid Metal Handbook, Atomic Energy Commission and Bureau
of Ships, Dep. of the NAVY, (1954).
- /12/ W.E. Berry;
Corrosion in Nuclear Applications, John Wiley and Sons, (1971).
- /13/ W. Rostoker, J.M. McCaughey, H. Markus;
Embrittlement by Liquid Metals, Reinhold Publishing
Corporation, (1960).
- /14/ M.H. Kamdar;
Prog. Mat. Sci., 15, (1973), 289 - 374.
- /15/ M. Ichinose;
Trans. Jap. Inst. Met., 7, (1966), 56 - 58.
- /16/ C.F. Old, P. Trevena;
Met. Sci., 13, (1979), 591 - 596.
- /17/ S.P. Lynch;
Acta Met., 29, (1981), 325 - 340.
- /18/ M.C. Roth, G.C. Weatherly, W.A. Miller;
Acta Met., 28, (1980), 841 - 853.
- /19/ M. Hansen, K. Anderko;
Metallurgy and Metallurgical Engineering Series,
Constitution of Binary Alloys, McGraw Hill, (1958).

- /20/ M.G.Nicholas, C.F.Old;
Journ. Mat. Sci., 14, (1979), 1 - 18.
- /21/ W.Robertson;
Trans. AIME, 236, (1966), 1478.
- /22/ M.A.Krishtal;
Sov. Phys. Dolk., 15, (1970), 61.
- /23/ A.R.C.Westwood, R.M.Lantanision;
in J.E.Draley, J.R.Weeks (Eds.), Corrosion by Liquid Metals,
Conf. Proc. Met. Soc. AIME, Plenum Press, (1970), 405 - 415.
- /24/ N.J.Petch;
Journ. Iron Steel Inst., 173, (1954), 25.
- /25/ H.Ichinose;
Trans. Jap. Inst. Met., 9, (1968), 35 - 41.
- /26/ H.Nichols, W.Rostoker;
Trans. Met. Soc. AIME, 230, (1964), 251 - 253.
- /27/ H.Nichols, W.Rostoker;
Acta Met., 8, (1960), 848.
- /28/ J.R.Neighbours, C.S.Smith;
Acta Met., 2, (1954), 591.
- /29/ J.A.Kapp;
Crack Growth in Mercury Embrittled Aluminum Alloys under
Cyclic and Static Loading Conditions, US Army Armament
Research and Development, Report AD-A128585, (1983).
- /30/ DIN 50125 Zugproben, (1951).
- /31/ U.W.Zammert, K.Drefahl;
Z. Materialprüfung, 24, (1982), 353.

- /32/ H.Derz;
Technische Notiz, KFA Jülich, IRW-HZ, (1984).
- /33/ Inst. f. Werkstoffwissenschaften, RWTH Aachen,
Ergebnisbericht, (1984).
- /34/ Aluminium Zentrale Düsseldorf (Hrsg.);
Aluminium Taschenbuch, Aluminium Verlag (1983).
- /35/ H.J.Grabke (Hrsg.);
Oberflächenanalytik in der Metallkunde, Deutsche Gesellschaft
für Metallkunde, (1983), 211.
- /36/ P.G.Forrest;
Fatigue of Metals, Pergamon Press, (1962).
- /37/ J.D.Morrow;
ASTM-STP, 378, (1965), 45.
- /38/ R.W.Landgraf;
ASTM-STP, 467, (1970), 16 - 18.
- /39/ DIN 50100 Dauerschwingversuch, (1978).
- /40/ G.Schott;
Werkstoffermüdung, VEB Deutscher Verlag für Grundstoff-
industrie, (1980).
- /41/ P.Paris, F.Erdogan;
Trans. ASME, 85, (1963), 528 - 534.
- /42/ A.F.Hollemann, E.Wiberg;
Lehrbuch der anorganischen Chemie, De Gruyter, (1971).
- /43/ M.D.Chadwick;
Materials Protection, 9, (1970), 21 - 22.

- /44/ F.M.Beard, R.A.Hine;
Brit. Journ. Corrosion, 1, (1965), 98 - 104.
- /45/ Werkstoffblatt AlMgSi-Legierungen, VAW Leichtmetall GmbH,
Bonn (1979).
Werkstoffblatt AlMg-Legierungen, VAW Leichtmetall GmbH,
Bonn (1973).
- /46/ F.P.Yanchishin;
Sov. Mat. Sci., 14, (1978), 370 - 374.
- /47/ H.P.Godard, W.B.Jepson, M.R.Bothwell, M.L.Kane;
The Corrosion of Light Metals, John Wiley and Sons, (1967).
- /48/ C.M.Preece, A.R.C.Westwood;
Trans ASM, 62, (1969), 418 - 425.
- /49/ M.K.Malu, C.M.Preece;
Mat. Sci. and Eng., 11, (1973), 223 - 226.

Danksagung

Herrn Prof. Dr. E. Lugscheider (Inst. für Werkstoffwissenschaften, RWTH Aachen) danke ich für die Übernahme des Themas und sein stetes, förderndes Interesse am Fortgang der Arbeit. Für die Übernahme des Korreferates danke ich Herrn Prof. Dr. H. Ullmaier (KFA - IFF). Den Herren Prof. Dr. H.H. Stiller, Dr. G. Bauer und G. Thamm bin ich zu Dank verpflichtet, da sie mir die Anfertigung dieser Arbeit im Rahmen des Projektes Spallations-Neutronenquelle ermöglicht haben.

Weiterhin möchte ich mich bei den Herren Dr. W. Lohmann, K.H. Graf, R. Speen und Frau W. Kunst für ihre aktive Unterstützung bei den Experimenten bzw. der Fertigstellung des Manuskriptes danken. Für ihre Hilfe bei der metallographischen Präparation der Proben danke ich besonders Frau E.M. Würtz. Bei den Herren H. Derz und H. Schmitz (HZ) bedanke ich mich für die Durchführung der Wechsellastversuche.

Zahlreiche weitere Mitarbeiter der KFA-Infrastruktur waren an Konstruktion und Bau der Apparaturen beteiligt, auch ihnen möchte ich meinen Dank aussprechen.

Auch gilt mein Dank den Firmen, die mir kostenlos Probenmaterial zur Verfügung stellten: VAW Forschungslabor, Bonn; VDM, Frankfurt; Vereinigte Metallwerke Ranshofen Berndorf AG; ALCAN, Raeren, Belgien.

