

R. Feser, S. Haarmann, K. Schnier

Aluminiumhaltige Legierungen für das Feuerverzinken

Bericht Nr. 161
Gemeinschaftsausschuss Verzinken e.V.
FC 27

Schlussbericht

der Forschungsstelle(n)

Nr. 1: FH Iserlohn, Korrosionsschutztechnik

zu dem über die



im Rahmen des Programms zur
Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF)

vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie
aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

geförderten Vorhaben **15931 N**

Aluminiumhaltige Legierungen für das Feuerverzinken

(Bewilligungszeitraum: 01.12.2008 - 31.05.2011)

der AiF-Forschungsvereinigung

Verzinken

Iserlohn, 25.08.2011

Ort, Datum

Prof. Dr.-Ing. Ralf Feser

Name und Unterschrift des/der Projektleiter(s)
an der/den Forschungsstelle(n)

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Technologie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Inhaltsverzeichnis

1	Zusammenfassung	3
2	Verwendung der Zuwendung und Ergebnisse im Berichtszeitraum	5
2.1	Teilziel 1	5
2.1.1	Durchgeführte Arbeiten	5
2.1.1.1	Versuchsaufbau	5
2.1.1.2	Versuchsbedingungen	6
2.1.1.3	Versuchsdurchführung	8
2.1.2	Erzielte Ergebnisse	10
2.1.2.1	Vorversuche	11
2.1.2.2	Referenzversuche – Vergleich Salzsammelze und Feinzink	16
2.1.2.3	Serie 1 (Feinzink mit < 0,001 bis 5 % Al)	17
2.1.2.4	Serie 2 (< 0,001 bis 5 % Al, Pb ges. und 0,08 % Bi)	21
2.1.2.5	Serie 3 (0,9 % Sn, 0,3 % Pb, 0,08 % Bi & x % Al)	29
2.1.2.6	Serie 4 (< 0,001 bis 5 % Al, 0,3 % Sn, 0,9 % Pb und 0,08 % Bi)	33
2.1.2.7	Serie 5 (< 0,001 bis 5 % Al, 0,9 % Sn und 0,08 % Bi)	36
2.1.2.8	Auswertung	38
2.1.2.8.1	Kerbgrund der U-Proben	38
2.1.2.8.2	Zugversuche	41
2.2	Teilziel 2	49
2.2.1	Durchgeführte Arbeiten	49
2.2.2	Erzielte Ergebnisse	49
2.3	Teilziel 3	51
2.3.1	Durchgeführte Arbeiten	51
2.3.2	Erzielte Ergebnisse	55
2.3.2.1	Vorbetrachtungen	55
2.3.2.2	Feinzinksammelze	57
2.3.2.3	Zinksammelze mit 0,1% Aluminium	57
2.3.2.4	Zinksammelze mit 0,01% Aluminium	63
2.3.2.5	Weitere Legierungselemente	65
2.3.2.6	Untersuchungen der Randbedingungen	69
2.3.2.7	Modifizierte konventionelle Flussmittel	74
2.3.2.8	Salzzusammensetzung der konventionellen Flussmittel	77

2.3.2.9	Verbesserung der Benetzbarkeit durch Passivierung	79
2.4	Teilziel 4	81
2.4.1	Durchgeführte Arbeiten	81
2.4.2	Erzielte Ergebnisse	81
3	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	82
4	Nutzen und wirtschaftliche Bedeutung des Forschungsthemas für kleine und mittlere Unternehmen (KMU)	82
5	Transfer der Forschungsergebnisse	83
6	Durchführende Forschungsstelle	83
7	Literaturverzeichnis	84
8	Anhang	85

1 Zusammenfassung

Ziel der Voruntersuchungen war die Entwicklung eines Flussmittels für den Einsatz von aluminiumhaltigen Legierungen. Es wurde festgestellt, dass für die verwendeten Probenmaterialien ein Flussmittel mit niedrigem Salzgehalt einen positiven Effekt für die Zinkbildung aufweist. Bei unterschiedlichen aluminiumhaltigen Zinkschmelzen bringt F1 (88 Gew-% ZnCl_2 und 12 Gew-% NH_4Cl ; Salzgehalt 250 g/l) relativ gleichmäßige Fehlerquoten für den Stahl DC 0,1 A. Ebenso wurde ein gutes Ergebnis erzielt für S 355 J2G3 in bleigesättigter Zinkschmelze mit 0,1 % Aluminium.

Es wurden Zugversuche zur Betrachtung des Einflusses des Aluminiumgehaltes auf die flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion durchgeführt. Die gewählten Traversengeschwindigkeiten von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ sind geeignet, um flüssigmetallinduzierte SpRK nachzuweisen. Die durchgeführten Messungen zeigen, dass ein steigender Aluminium-Gehalt die Traversenwege reduziert und somit offensichtlich die Neigung zu flüssigmetallinduzierter SpRK erhöht. Es wurde festgestellt, dass das Legierungselement Zinn das Gefährdungspotential der Zinkschmelzen wesentlich erhöht. Bei Anwesenheit von Zinn kommt es zur schnellen Rissbildung bzw. zum schnellen Risswachstum (Risswachstumsgeschwindigkeit hoch) und zum schlagartigen Bauteilversagen. Vom Grundsatz her hat sich gezeigt, dass steigende Aluminium-Gehalte offensichtlich die Rissanfälligkeit in niedrigen Konzentrationsbereichen bis zu 0,2 % Al erhöhen. Aluminiumgehalte oberhalb von 0,2 % reduzieren wiederum das Risiko zu LME.

Weiterhin zeigte sich, dass steigende Aluminium-Gehalte bis zu 0,5 % Al zur Reduzierung der Schichtdicken führen, wobei ein starker schichtdickenreduzierender Effekt oberhalb von 0,05 % Al in der Zinkschmelze festgestellt werden konnte.

Das Flussmittel, die Fluxbadtemperatur und die Trocknungstemperatur des Flussmittels und somit die Temperatur der Probe hat offensichtlich Einfluss auf die Beständigkeit bzw. die Neigung zu SpRK. Trocknungstemperaturen bis ca. 200 °C wirken sich tendenziell positiv auf die Beständigkeit aus. Höhere Fluxbad- und Trocknungstemperaturen führen wiederum zu größeren Schichtdicken. Das Flussmittel „F1“ hat sich, wie in den Versuchen zur Optimierung des Flussmittels, als positiv herausgestellt. Bei Verwendung dieses Flussmittels, in Abhängigkeit von der jeweiligen Schmelzzusammensetzung, wurde die Beständigkeit der Proben bezüglich flüssigmetallinduzierter Spannungsrisskorrosion erhöht.

„Das Ziel des Vorhabens wurde erreicht.“

2 Verwendung der Zuwendung und Ergebnisse im Berichtszeitraum

Forschungsziel ist es einerseits die inhibierende Wirkung von Aluminium auf die flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion (LME) in Zinkschmelzen mit und ohne Zinn nachzuweisen. Hierzu sollen unterschiedliche Zinkschmelzen mit steigendem Aluminiumgehalt geprüft werden. Da es bei Einsatz von Aluminium in höherer Konzentration in der Schmelze bei Verwendung üblicher Flussmittelbäder zu Fehlverzinkungen kommt, ist es ein weiteres Ziel des Vorhabens, die Flussmittelzusammensetzung so zu modifizieren, dass ein fehlerfreier Verzinkungsprozess mit aluminiumhaltigen Schmelzen (maximaler Al-Gehalt 0,1 – 0,5 Gew.% Al) in der Praxis ermöglicht wird. Nachfolgend sind die Ziele des Vorhabens den erreichten Ergebnissen sowie dem erfolgten zeitlichen Einsatz der wissenschaftlichen Mitarbeiter und der Geräteausgaben gegenübergestellt:

2.1 Teilziel 1

Verwendung der Zuwendung

Einfluss des Aluminiumgehaltes auf die flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion

2.1.1 Durchgeführte Arbeiten

Dazu benötigt und eingesetzt:

wissenschaftlich-technisches Personal

(Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)

Die Untersuchungen des Arbeitspakets 1 wurden von einer wissenschaftlichen Mitarbeiterin während Ihrem Großteil der Arbeitszeit (halbtags beschäftigt mit 21 Wochenarbeitsstunden), mit Unterstützung der Hilfskraft, durchgeführt.

2.1.1.1 Versuchsaufbau

Eine vorhandene Zugprüfmaschine der Firma Korros-Data wurde so umgebaut und weiter entwickelt, dass mit dieser Bügelproben in einer Zinkschmelze bis zum Bruch mechanisch beansprucht werden können. Die Zugapparatur selbst befindet sich außerhalb des Zinkbades, während die Probe in die Schmelze taucht (Abb. 38 und 39). Diese Apparatur wurde so optimiert, dass eine Kraft- und Weg- geregelte Messung ermöglicht wurde und die Vergleichbarkeit zu den in Aachen und Darmstadt erzielten

Ergebnisse gewährleisten werden kann. Der Antriebsmechanismus erlaubt eine Zug- bzw. Druckbelastung der Proben bis zu 30 kN.

Versuche an der MPA Darmstadt ergaben, dass U-förmige Proben mit einer definierten Kerbe (die Schenkel der Proben werden verlängert, so dass sich die Zugapparatur außerhalb der Zinkschmelze befindet) geeignet sind, um das Auftreten der flüssigmetallinduzierten Spannungsrisskorrosion (liquid metal embrittlement = LME) zu charakterisieren. In Abb. 1 ist der Versuchsaufbau schematisch und in Abb. 2 die Versuchsanordnung im Labor dargestellt.

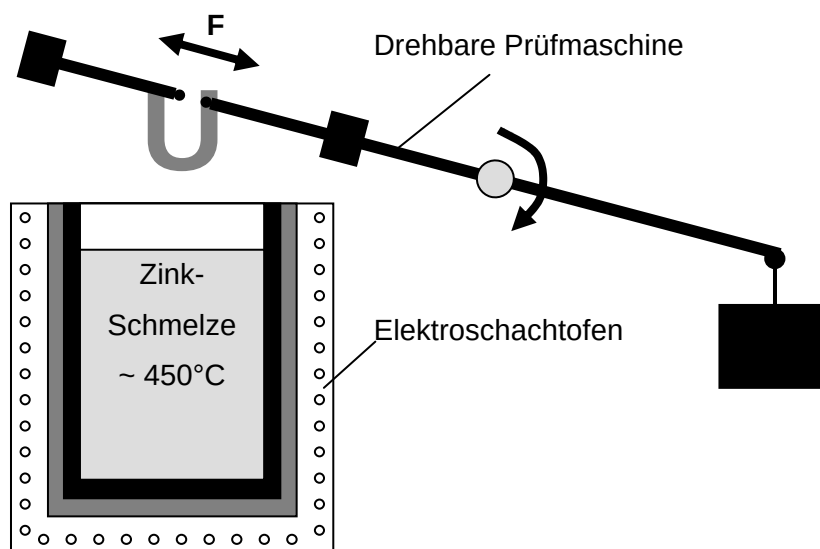


Abb. 1: Schematischer Versuchsaufbau für Spannungsrisskorrosionsversuche



Abb. 2: Versuchsanordnung im Labor

2.1.1.2 Versuchsbedingungen

Probenmaterial

Für die Prüfung des Einflusses von verschiedenen Zinkschmelzen auf die flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion wurden offene Biegeproben „U-Proben“ der Form D4 (Abb. 3 und 4) aus dem Baustahl S355 J2G3 mit einer Blechdicke von 6 mm verwendet. Die Proben wurden aus Grobblechen durch Wasserstrahlschneiden bei der TU/MPA Darmstadt gefertigt. Die Geometrie der Probe wurde so gewählt, dass der Ort der maximalen Spannung und Dehnung im unteren Scheitel der Bohrung vorliegt.

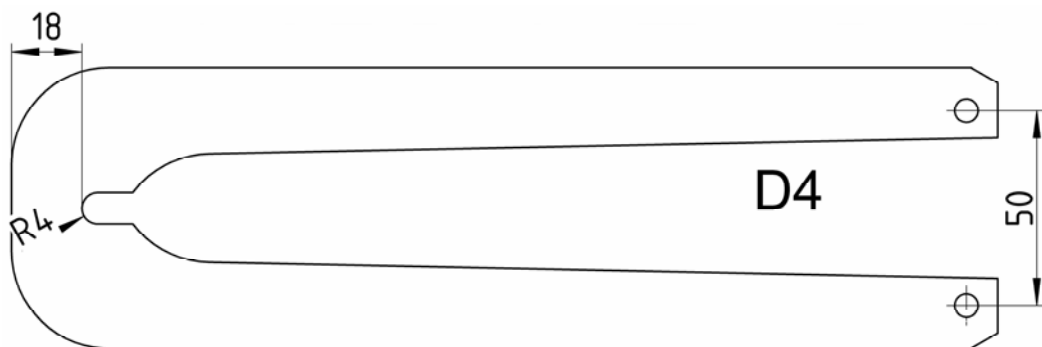


Abb. 3: Schematische Darstellung, U-Probe Form D4

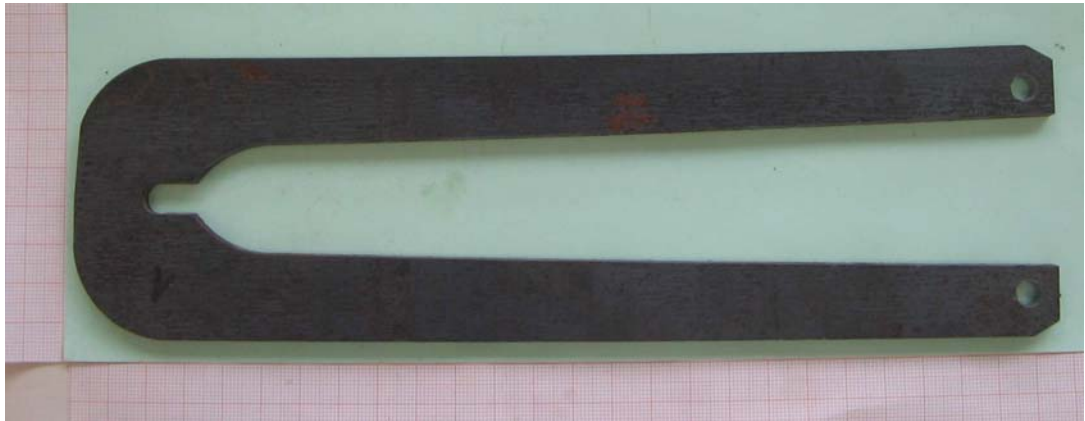


Abb. 4: U-Probe im Anlieferungszustand

In Tab. 1 sind die chemische Zusammensetzung in Massen-% des Werkstoffs S355 J2G3 und die Sollwerte nach EN 10025-2 aufgelistet. Außerdem sind in Tab. 2 die mechanischen Eigenschaften des Versuchswerkstoffes angegeben.

Tab. 1: Chemische Zusammensetzung des Werkstoffs S355 J2G3, Grobblech, 6 mm

Element	C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr	Ni
Gehalt [%]	0,092	0,198	1,32	0,020	<0,010	0,055	0,047	0,038
Sollwert [%]	≤ 0,20	≤ 0,55	≤ 1,60	≤ 0,025	≤ 0,025	≤ 0,55	---	---

Element	Mo	Al	Nb	Ti
Gehalt [%]	< 0,010	0,036	0,013	< 0,010
Sollwert [%]	---	---	---	---

Tab. 2: Mechanische Eigenschaften des Werkstoffs S355 J2G3, Grobblech, 6 mm

R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	R _{p0,2} /R _m	A [%]
405	507	0,80	34,5

Zinkschmelzen

Der Einfluss von Aluminium in bismut-, zinn- und bleihaltigen Schmelzen wird systematisch untersucht. Tab. 3 gibt die entsprechende Versuchsmatrix wieder. Ausgehend von einer Feinzink-Schmelze wurden die einzelnen Schmelzen gezielt aufgelegt. Die Schmelzen wurden in Graphittiegeln in einem Verzinkungssofen eingesetzt. Für jede Serie wurde ein eigener Tiegel verwendet, so dass eine Kontamination der Schmelzen durch Rückstände im Tiegel verhindert wurde. Von jeder unter-

suchten Schmelze wurde eine Probe entnommen, um den wahren Legierungsgehalt der einzelnen Elemente bestimmen zu können.

Tab. 3: Übersicht der verwendeten Zinkschmelzen (Angabe der Sollwerte der einzelnen Legierungselemente)

Serie	Al-Gehalt [Gew. %]	Sn-Gehalt [Gew. %]	Pb-Gehalt [Gew. %]	Bi-Gehalt [Gew. %]
0	---	---	---	---
1	< 0,001 – 5,0	---	---	---
2	< 0,001 – 5,0	---	gesättigt	0,08
3	< 0,001 – 5,0	0,9	0,3	0,08
4	< 0,001 – 5,0	0,3	0,9	0,08
5	< 0,001 – 5,0	0,9	---	0,08

2.1.1.3 Versuchsdurchführung

Probenvorbereitung

Aufgrund der nur geringen Verzunderung der Proben wurde auf eine Reinigung der Oberfläche durch Sandstrahlen vor der weiteren Vorbehandlung verzichtet. Die Prozesskette bei der Probenvorbereitung ist in Tab. 4 zusammengestellt.

Tab. 4: Prozessreihenfolge bei der Probenvorbereitung

Schritt	Parameter	Bemerkung
1 Entfetten	Kommerzieller alkalischer Reiniger (5 %), 10 Min. bei 60 °C	
2 Spülen	VE-Wasser, 1 Min. schwenken	Zwischentrocknung
3 Beizen	15 % Salzsäure, 1 % Kommerzieller Inhibitor, ca. 10 Min. bei RT	
4 Spülen	VE-Wasser, 1 Min. schwenken	Zwischentrocknung
5 Fluxen	Zinkchlorid-Ammoniumchlorid (50:50) „K1“, 500 g/l bzw. Zinkchlorid-Ammoniumchlorid (12:88) „F1“, 250 g/l; mit jeweils 10 g/l Eisen, 10 Min. bei RT	Trocknung im Umluftofen, 30 Min. bei 120 °C

In weiterführenden Versuchen wurden außerdem noch folgende Flussmittel untersucht (Tab. 5):

Tab. 5: Übersicht der verwendeten Flussmittel

Flussmittel	Verhältnis $\text{ZnCl}_2 / \text{NH}_4\text{Cl}$	Salzgehalt [g/l]
K1	50 / 50	500
F1	88 / 12	250
F3	88 / 12	500
F4	73 / 27	250
F6	73 / 27	500
V1	100/0	250
V2	100/0	500

Die U-Proben zur Durchführung der Zugversuche in den Schmelzen der Serie 1 und 2 wurden mit dem Flussmittel „K1“ ($\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 50:50, 500 g/l + 10 g/l Fe) geflucht. In Abstimmung mit den erfolgten Versuchen zur Optimierung des Flussmittels wurden bei den folgenden Zugversuchen in den Schmelzen der Serie 3, 4 und 5 die Flussmittel „K1“ ($\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 50:50, 500 g/l + 10 g/l Fe) und „F1“ ($\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 88:12, 250 g/l + 10 g/l Fe) verwendet.

LME-Versuche

Die Versuche zur Untersuchung von flüssigmetallinduzierter Spannungsrisskorrosion in den unterschiedlichen Zinkschmelzen wurden mit der in Abb. 62 gezeigten Belastungsvorrichtung durchgeführt. Die Proben wurden nach der Probenvorbereitung zügig in die Probenhalterung eingebaut und in die Schmelze eingeschwenkt. Anschließend wurde eine geringe Vorlast von 100 N angefahren, die für 20 Sekunden gehalten wurde. Diese Zeit ist zum vollständigen Durchwärmen der Probe erforderlich. Erst dann wurde der eigentliche Zugversuch gestartet. Auf diese Weise wird der gemessene Weg weder durch das Spiel in der Probenaufnahme noch durch die Wärmedehnung verfälscht. Es werden ausschließlich Zugversuche durchgeführt. Der Zugversuch entspricht dem Fall, bei dem ein Bauteil vor dem Eintauchen in die Schmelze zwar spannungsfrei ist, beim Verzinkungsvorgang selbst jedoch aufgrund von Wärmedehnungen hohe Spannungen erfährt. Bedingt durch den hohen Tempe-

raturgradienten werden im realen Bauteil schnell hohe Spannungen erreicht. Die Bildung von Anrissen führt dann zu einer Entlastung [1]. Die Belastungsgeschwindigkeit soll variiert werden, um den Bereich der maximalen Empfindlichkeit für flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion zu ermitteln. Die Untersuchungen in den unterschiedlichen Schmelzen erfolgten mit Traversengeschwindigkeiten von 0,05 mm/s (langsamer Zugversuch) und 1,0 mm/s (schneller Zugversuch).

Auswertung der LME-Versuche

Die Proben wurden bezüglich ihres Spannungs-Dehnungs-Verhaltens charakterisiert. Die Ergebnisse der an den U-Proben durchgeführten Zugversuche werden in Form von Kraft-Traversenweg-Diagrammen mit den Mediankurven aus fünf Einzelversuchen, dargestellt. Außerdem werden tabellarisch die Einzelwerte (Längenänderung bzw. Traversenweg bei Höchstkraft), die jeweils daraus berechneten Mittelwerte und die Standardabweichung, sowie der kleinste und der größte Einzelwert mit der entsprechenden Spannweite der Einzelwerte aufgezeigt. Die mathematisch berechneten Mittelwerte werden dabei mit den grafisch ermittelten Traversenwegen aus den Mediankurven verglichen. Weiterhin wurden metallographische Querschliffe durchgeführt um den Rissverlauf zu charakterisieren.

2.1.2 Erzielte Ergebnisse

Vom Grundsatz her zeigt sich, dass steigende Aluminium-Gehalte offensichtlich die Rissanfälligkeit in niedrigen Konzentrationsbereichen bis zu 0,2 % Al erhöhen. Aluminiumgehalte oberhalb von 0,2 % reduzieren wiederum das Risiko zu LME. Bei einer Belastungsgeschwindigkeit von $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ erhöht ein Aluminium-Gehalt von 5 % die Belastungsfähigkeit der U-Proben in der Schmelze mit 0,9 % Sn, 0,3 % Pb und 0,08 % Bi (Serie 3). Des Weiteren zeigte sich in diesen Schmelzen der Serie 3 mit < 0,001 % - 5 % Al, dass nur ein großer Riss und keine Nebenrisse entstanden sind. Das Flussmittel F1 ($\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 88:12, 250 g/l) wirkt sich positiv auf die Beständigkeit der Proben bezüglich LME in einer Schmelze mit 0,9 % Sn, 0,3 % Pb und 0,08 % Bi aus. Generell zeigte sich, dass steigende Aluminium-Gehalte bis 0,5 % zur Reduzierung der Schichtdicken führen. Ein starker schichtdickenreduzierender Effekt konnte oberhalb von 0,05 % Al in der Zinkschmelze festgestellt werden.

2.1.2.1 Vorversuche

Die Zugversuche liefern als unmittelbares Ergebnis die aufgebrachte Prüfkraft als Maß für die Beanspruchung und die Zeit bzw. den zugeordneten Traversenweg als Maß für den plastischen Verformungszustand (Schädigungszustand). In Vorversuchen wurde zum einen der Einfluss unterschiedlicher Traversengeschwindigkeiten in der Zinkschmelze und zum anderen der Einfluss der Trocknungstemperatur des Flussmittels auf die Belastungsfähigkeit der U-Proben untersucht. Die Vorversuche erfolgten in einer reinen Zinkschmelze ohne zusätzliche Legierungselemente.

Zunächst wurden Zugversuche mit Belastungsgeschwindigkeiten von 0,05 mm/s; 0,1 mm/s; 0,5 mm/s; 0,75 mm/s und 1,0 mm/s in einer Feinzink-Schmelze (Schmelze 0) durchgeführt. Die ermittelten Werte (Höchstkraft (Zug bzw. Druck) und Längenänderung bei Höchstkraft) aus den Zugversuchen mit den unterschiedlichen Traversengeschwindigkeiten sind in Tab. 6 zusammengestellt.

Tab. 6: Bei Höchstkraft erreichte Traversenwege von Zugversuche mit unterschiedlichen Traversengeschwindigkeiten v_T

v_T [mm/s]	FH [N]	dLH [mm]
0,05	909,90	34,96
0,1	893,76	39,56
0,5	1012,50	58,57
0,75	1005,78	67,09
1,0	1038,90	63,14

FH [N] Höchstkraft (Zug bzw. Druck)

dLH [mm] Längenänderung bei Höchstkraft

Die Unterschiede in den Kraft-Weg-Diagrammen in Abhängigkeit von der Traversengeschwindigkeit sind in Abb. 5 aufgezeigt.

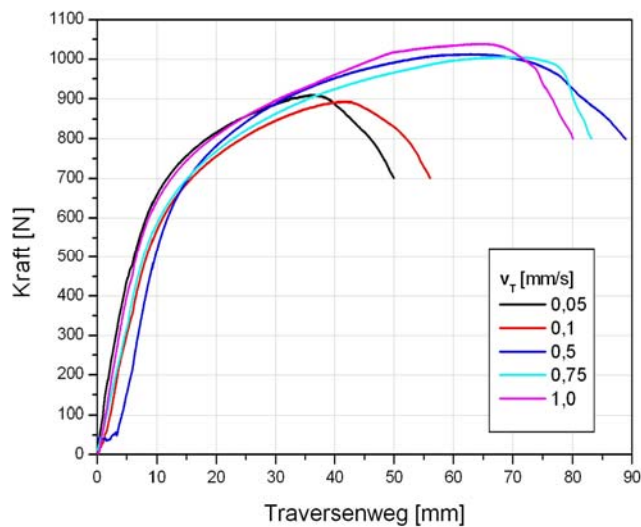


Abb. 5: Kraft-Weg-Diagramm, unterschiedliche Traversengeschwindigkeiten, Schmelze 0 (Feinzink), $T_{\text{Schmelze}} = 450 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Es ist ersichtlich, dass die Traversengeschwindigkeiten von 0,05 mm/s und 0,1 mm/s eine hohe Empfindlichkeit für flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion zeigen. Bei einer langsamen Zuggeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ liegt die Verweilzeit der Proben in der Feinzinkschmelze zwischen 13 bis 15 Minuten. Die Tauchdauer der Proben mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ beträgt hingegen 1,5 bis 3 Minuten. Die Vorversuche zeigen, dass höhere Traversengeschwindigkeiten zu einer Erhöhung der Traversenwege bzw. der Höchstkräfte führen. Die nachfolgenden Zugversuche in den unterschiedlichen Schmelzen erfolgen aus diesem Grund mit Traversengeschwindigkeiten von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ (langsamer Zugversuch) und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ (schneller Zugversuch).

Von den untersuchten Proben wurde nach einem Zugversuch in der Feinzink-Schmelze mit einer Geschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ und $v_T = 1 \text{ mm/s}$ beispielhaft jeweils eine Probe metallographisch untersucht. Nachfolgend sind in Abb. 6 bis 13 die aufgenommenen Bilder dargestellt. Es wurden sowohl Aufnahmen mit dem Lichtmikroskop, als auch REM/EDX Untersuchungen vorgenommen.

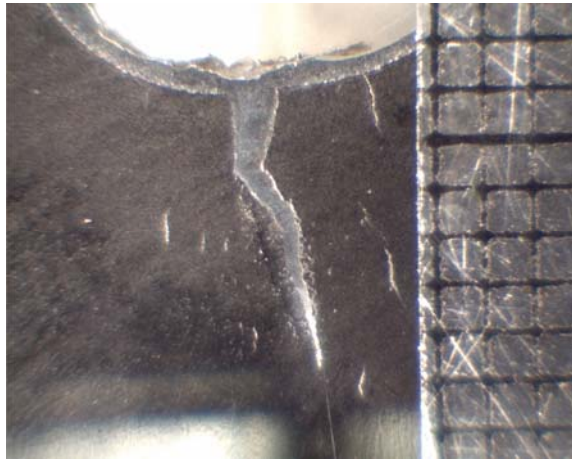


Abb. 6: Metallographischer Querschliff, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Schmelze 0 (Feinzink),
 $T_{\text{Schmelze}} = 450 \text{ °C}$, Lupen-Aufnahme

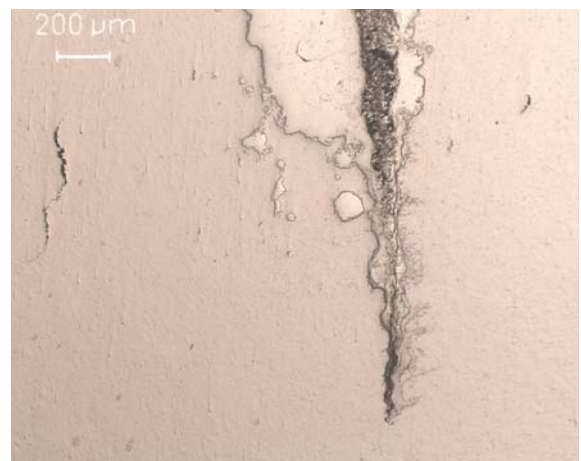
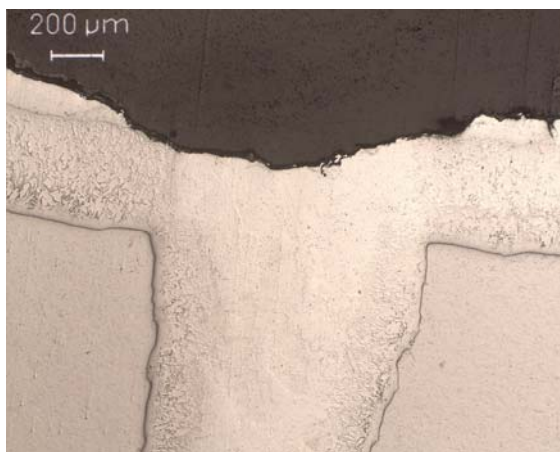


Abb. 7: Metallographischer Querschliff, 50-fache Vergrößerung, Hauptriss (links) und
 Risspitze des Hauptrisses (rechts), Zugversuch $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$

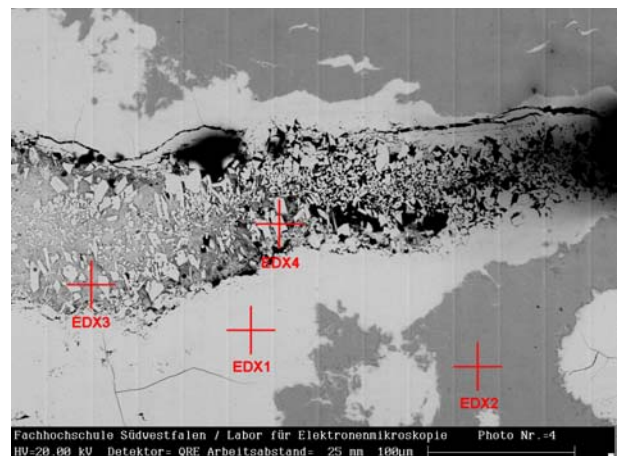
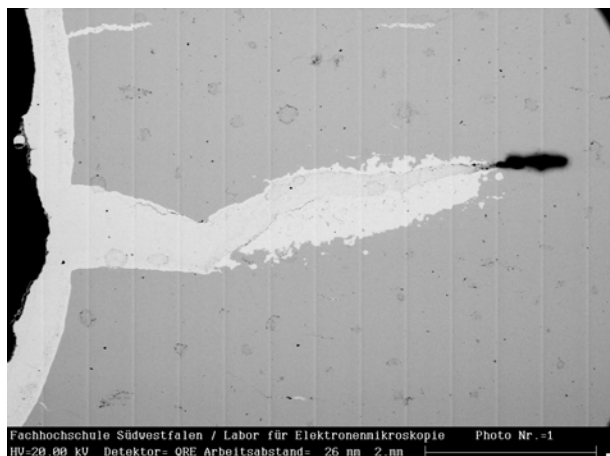


Abb. 8: REM-Aufnahme, Hauptriss (links) und Risspitze des Hauptrisses mit EDX 1 - 4
 (rechts), Schmelze 0 (Feinzink), Zugversuch $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$

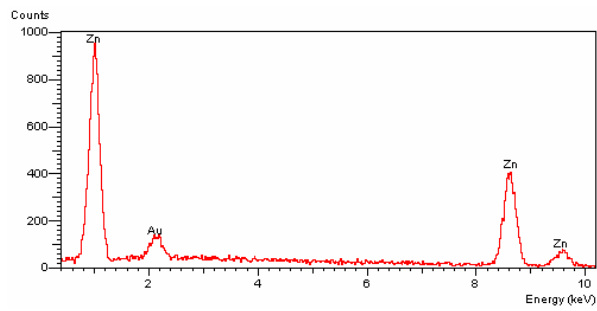


Abb. 9: EDX 3

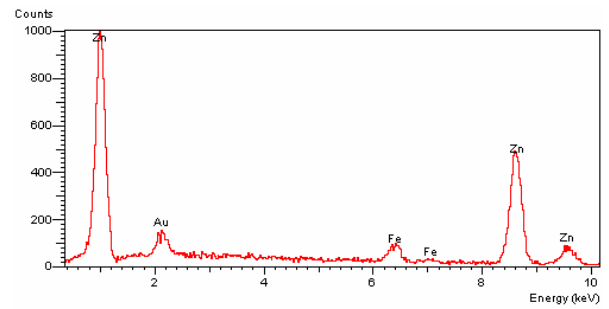


Abb. 10: EDX 4

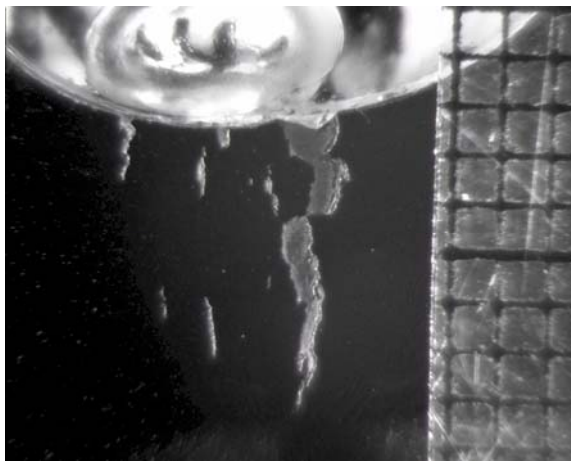


Abb. 11: Metallographischer Schliff, Schmelze 0, Zugversuch $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$, Lupen-Aufnahme

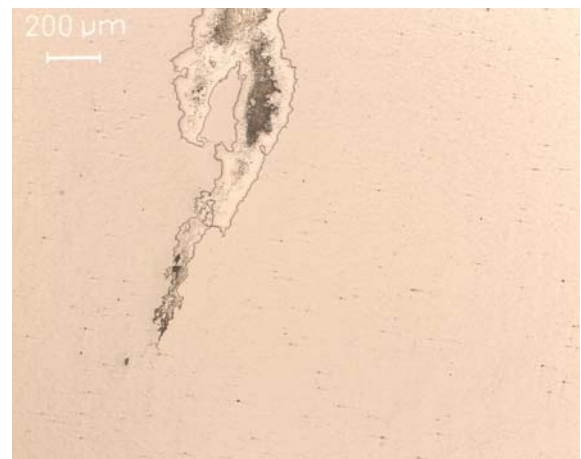
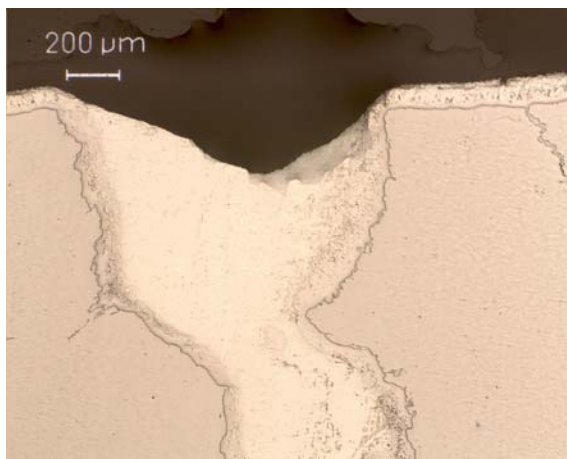


Abb. 12: Metallographischer Schliff, 50-fache Vergrößerung, Hauptriss (links), Risspitze (rechts), Zugversuch $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$

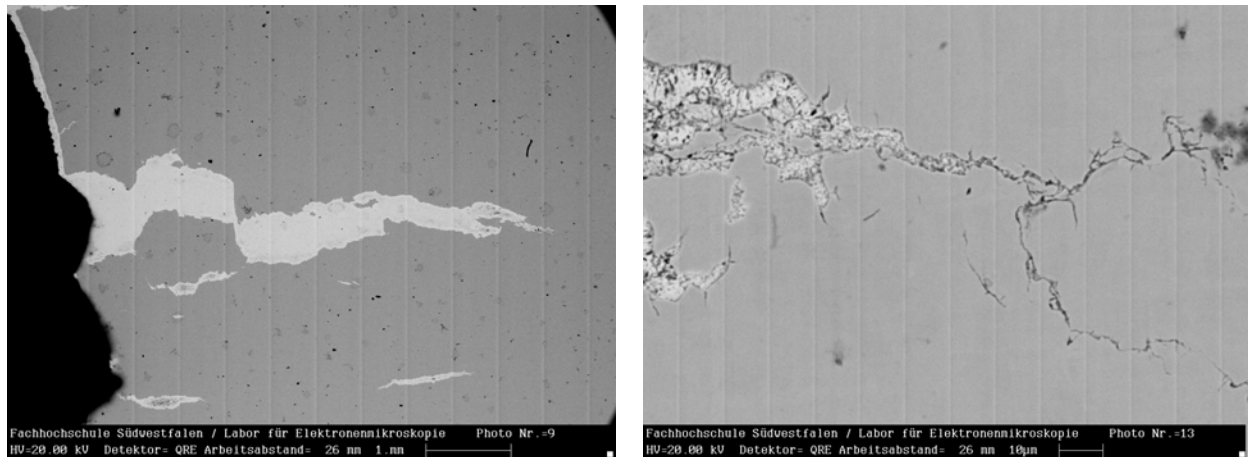


Abb. 13: REM-Aufnahme, Haupttriss (links) und Riss Spitze des Haupttrisses (rechts), Zugversuch mit $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$, Feinzinkschmelze

Zur Betrachtung des Einflusses der Trocknungstemperatur der Proben nach dem Fluxen wurden Zugversuche nach einer 30 minütigen Trocknung bei 60°C , 80°C und 120°C in der Feinzink-Schmelze durchgeführt. In Tab. 7 sind die aus den Zugversuchen ermittelten Höchstkräfte FH [N] und die Längenänderung bei Höchstkraft dLH [mm], d.h. der Traversenweg aufgezeigt.

Tab. 7: Ausgabewerte der Zugversuche nach der Trocknung bei unterschiedlichen Temperaturen, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$

Temperatur [°C]	FH [N]	Mittelwert FH [N]	dLH [mm]	Mittelwert dLH [mm]
60	842,64	850,98	35,16	35,19
60	859,32		35,22	
80	839,94	857,45	35,32	35,74
80	874,95		36,16	
120	952,26	944,85	39,71	39,66
120	937,44		39,60	

In Abb. 14 sind die aufgenommenen Kraft-Weg-Diagramme nach der Trocknung der offenen Biegeproben bei 60°C , 80°C und 120°C aufgezeigt.

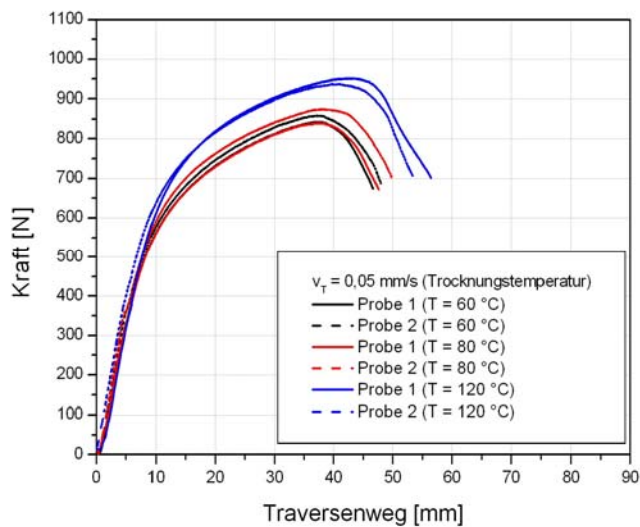


Abb. 14: Kraft-Weg-Diagramm, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Schmelze 0 (Feinzink), Einfluss der Trocknungstemperatur

Die Trocknungstemperatur des Flussmittels und somit die Temperatur der Probe hat offensichtlich Einfluss auf die Beständigkeit bzw. die Neigung zu flüssigmetallinduzierter SpRK. Aus diesem Grund erfolgt die Trocknung des Flussmittels bei den nachfolgenden Versuchen bei 120 °C für 30 Minuten.

2.1.2.2 Referenzversuche – Vergleich Salzschnelze und Feinzink

Zur Betrachtung des Einflusses einer Zinkschnelze auf die flüssigmetallinduzierte Spannungsrissskorrosion wurden zum Vergleich Zugversuche in einer neutralen Umgebung, in einer Salzschnelze bestehend aus Alkalinitrat und Alkalinitrit, bei 450 °C durchgeführt. Die ermittelten Kraft-Traversenweg-Diagramme in einer Salzschnelze sowie in einer Feinzinkschnelze, nach der Behandlung der Probenoberfläche mit dem Flussmittel „K1“ ($\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 50:50, 500 g/l + 10 g/l Fe) und „F1“ ($\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 88:12, 250 g/l + 10 g/l Fe), sind in Abb. 15 dargestellt.

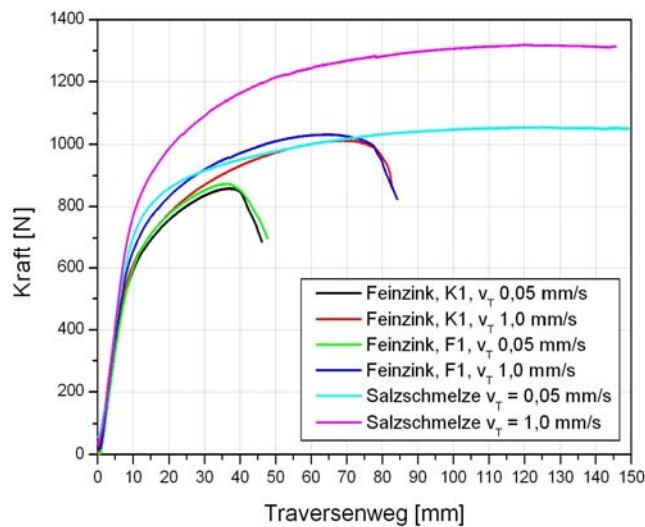


Abb. 15: Vergleich Salzschmelze und Feinzink, Zugversuche, $T_{\text{Schmelze}} = 450\text{ °C}$

In der Salzschmelze konnten bei keiner der gewählten Traversengeschwindigkeiten, $v_T = 1\text{ mm/s}$ (schneller Zugversuch) und $v_T = 0,05\text{ mm/s}$ (langsamer Zugversuch), Risse bzw. Brüche erzeugt werden. Die Dehnung wurde hier ausschließlich durch die Wärmeeinwirkung beeinflusst. Im schnellen Zugversuch wurden aufgrund der Zeitabhängigkeit der plastischen Verformungsvorgänge (Verfestigung) im gesamten Fließbereich größere Belastungen erreicht, als beim langsamen Zugversuch. Werden die Ergebnisse der Salzschmelze mit denen des Feinzinks verglichen, fällt auf, dass bei vorgegebener Belastung die Unterschiede in der Aufweitung bei der Traversengeschwindigkeit v_T von 1 mm/sec größer sind als bei einer v_T von $0,05\text{ mm/sec}$. In Feinzink ist die Aufweitung gegenüber der Salzschmelze durch die scheinbare Dehnung aufgrund der Mikrorissbildung erhöht. [1]

2.1.2.3 Serie 1 (Feinzink mit $< 0,001$ bis 5 % Al)

Die Ergebnisse der an den U-Proben durchgeführten Zugversuche werden in Form von Kraft-Traversenweg-Diagrammen mit den Mediankurven aus fünf Einzelversuchen dargestellt. In Tab. 8 sind die Einzelwerte (Längenänderung bzw. Traversenweg bei Höchstkraft), die jeweils daraus berechneten Mittelwerte und die Standardabweichung, sowie der kleinste und der größte Einzelwert mit der entsprechenden Spannweite der Einzelwerte aufgezeigt. Die mathematisch berechneten Mittelwerte werden dabei mit den grafisch ermittelten Traversenwegen aus den Mediankurven verglichen. Die Tab. 8 zeigt die Ergebnisse aus den Zugversuchen mit

einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$. Diese Tabelle ist exemplarisch im Bericht aufgeführt. Alle weiteren Tabellen befinden sich im Anhang zu diesem Abschlussbericht.

Tab. 8: Berechnete Mittelwerte der Einzelwerte der Serie 0 und 1 und Ergebnisse aus den Mediankurven, Traversengeschwindigkeit $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$

Schmelze	0	1a	1b	1h	1c	1i	1d	1e	1f	1g	1z
Al-Gehalt [%]	0,0	<0,001	0,001	0,005	0,007	0,01	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]										
Probe 1	36,52	34,57	31,49	31,62	34,99	31,17	33,87	27,86	25,55	26,13	24,37
Probe 2	35,83	34,14	29,76	31,37	32,81	33,06	29,83	27,79	25,09	27,95	25,34
Probe 3	35,05	32,74	33,41	33,20	33,79	33,44	30,85	26,77	28,77	26,82	28,76
Probe 4	34,10	32,03	29,99	31,00	32,33	34,48	32,55	28,56	26,39	27,73	29,22
Probe 5	35,25	31,04	31,00	33,52	29,57	31,77	32,82	27,14	26,25	25,64	27,59
Mittelwert	35,35	32,90	31,13	32,14	31,7	32,78	31,98	27,62	26,41	26,85	27,06
Standardabweichung	0,90	1,46	1,46	1,14	2,02	1,32	1,62	0,69	1,42	1,00	2,12
Minimum	34,10	31,04	29,76	31,0	29,57	31,17	29,83	26,77	25,09	25,64	24,37
Maximum	36,52	34,57	33,41	33,52	34,99	34,48	33,87	28,56	28,77	27,95	29,22
Spannweite	2,42	3,53	3,65	2,52	5,42	3,31	4,04	1,79	3,68	2,31	4,85
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	35,91	33,41	31,36	33,00	31,82	32,84	32,50	27,73	27,05	26,82	27,25

Die in den Schmelzen der Serie 1 (Feinzink mit unterschiedlichen Al-Gehalten) aufgenommenen Kraft-Traversenweg-Diagramme mit den Belastungsgeschwindigkeiten von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ (langsamer Zugversuch) und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ (schneller Zugversuch) sind in Abb. 16 und 17 aufgezeigt. Als Referenzkurve ist die Mediankurve in der Feinzink-Schmelze, d.h. Feinzink mit 0,0 % Aluminium, beigefügt. Die Proben wurden vor dem Verzinken bzw. vor dem Zugversuch in dem Flussmittel „K1“ ($\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 50:50, 500 g/l + 10 g/l Fe) gefluxt. In Abb. 16 sind die Mediankurven aus den Zugversuchen mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ dargestellt.

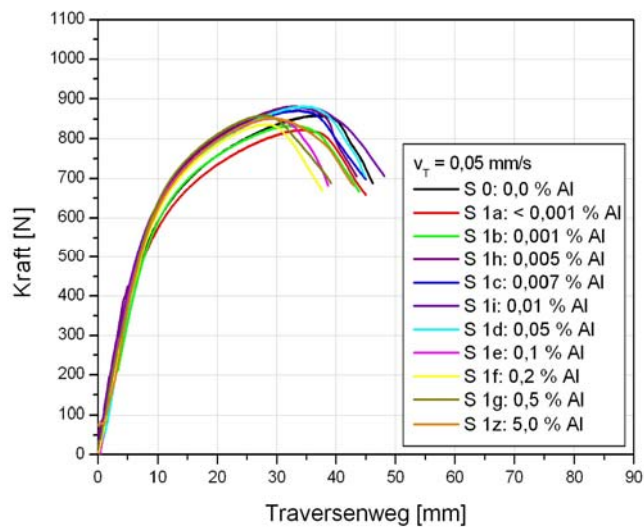


Abb. 16: Mediankurven der Zugversuche der Serie 1 (Feinzink mit 0,0 % bis 5 % Al), $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Einfluss von Aluminium, Flussmittel K1

Die Tabelle mit den Ergebnissen aus den Zugversuchen mit der Traversengeschwindigkeit $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ befinden sich im Anhang dieses Berichts. In Abb. 17 sind die Mediankurven aus den einzelnen Zugversuchen mit der Traversengeschwindigkeit von $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ in den Schmelzen der Serie 1 mit den unterschiedlichen Aluminium-Gehalten von 0,0 % bis 0,5 % dargestellt.

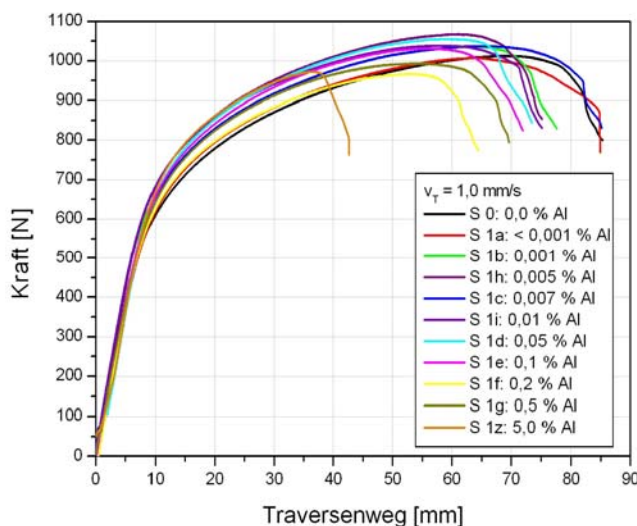


Abb. 17: Mediankurven der Zugversuche der Serie 1 (Feinzink mit 0,0 % bis 5 % Al), $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$, Einfluss von Aluminium, Flussmittel K1

In jeder Schmelze wurden mit den Traversengeschwindigkeiten von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ jeweils fünf Zugversuche mit offenen Biegeproben durchgeführt. Die aus diesen Messungen ermittelten und gemittelten Traversenwege in Abhängigkeit von dem Aluminium-Gehalt in der Zinkschmelze sind graphisch in Abb. 18 auf-
gezeigt.

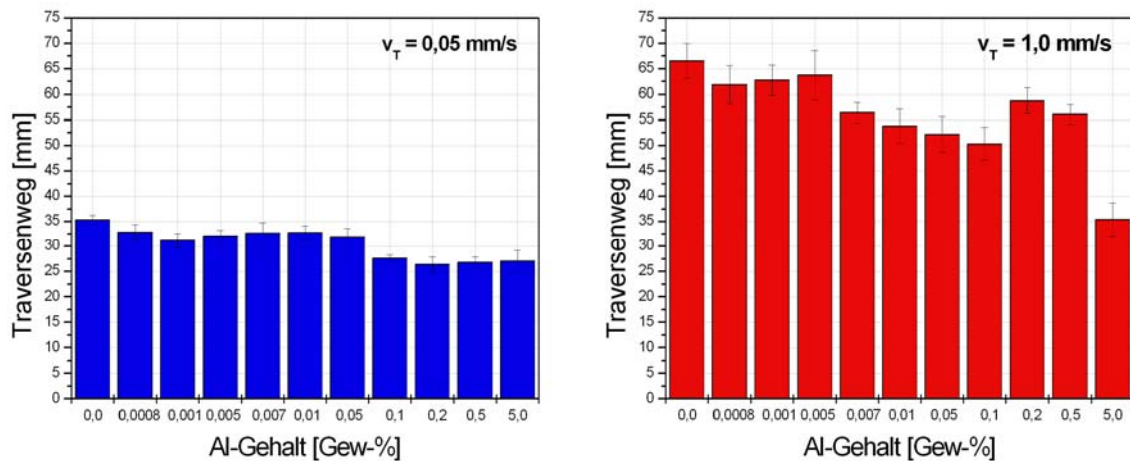


Abb. 18: Traversenweg (Mittelwert) in Abhängigkeit von dem Aluminium-Gehalt, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ (links) und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ (rechts), Serie 1, Flussmittel K1

Zur Ermittlung der Schichtdicken der Zinküberzüge wurden beispielhaft jeweils an einer Probe aus einer untersuchten Schmelze mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ 10 Messwerte aufgenommen. Die gemittelten Schichtdicken sind in Abb. 19 aufgetragen. Die Messwerte zeigen ab einem Aluminium-Gehalt von über 0,05 % in der Zinkschmelze eine starke Reduzierung der Schichtdicke.

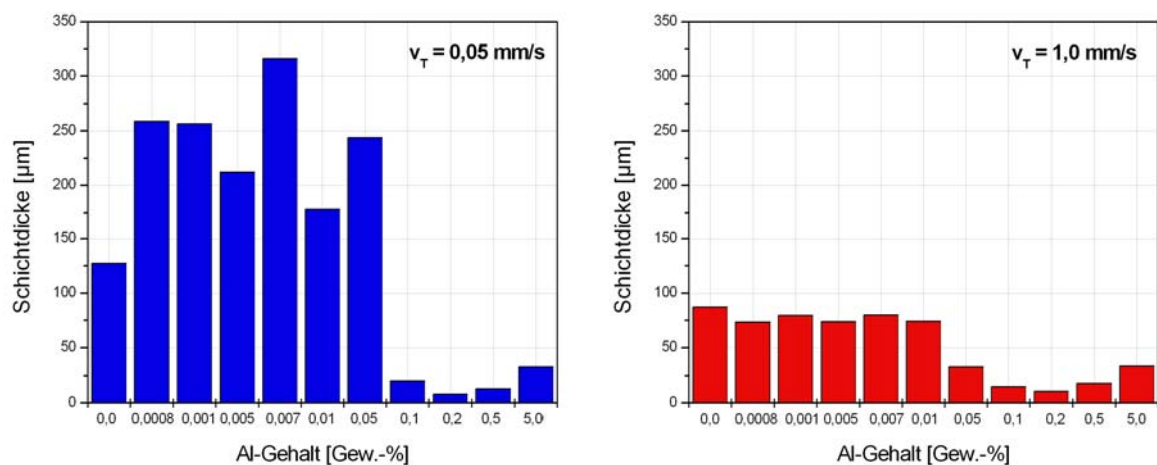


Abb. 19: Schichtdicken, langsamer Zugversuch $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Serie 1 (Feinzink mit unterschiedlichen Al-Gehalten), Flussmittel K1

Generell lässt sich anhand der Ergebnisse feststellen, dass die ermittelten Traversenwege in aluminiumhaltigen Schmelzen, sowohl bei einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ als auch bei $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$, höher sind als die in der Feinzink-Schmelze durchgeführten Zugversuche. Die Ergebnisse zeigen, dass bei den langsamen Zugversuchen mit $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ ein Aluminium-Gehalt oberhalb von 0,05 % zu einer stärkeren Verminderung der Traversenwege und somit zu einer höheren Anfälligkeit zur flüssigmetallinduzierten Spannungsrisskorrosion führt. Die Ergebnisse aus den Zugversuchen mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ zeigen einen kritischen Aluminium-Gehalt oberhalb von 0,007 %. Die Schichtdickenmessungen an den verzinkten Zugproben zeigen oberhalb eines Aluminium-Gehalts von 0,05 % Al eine starke Reduzierung der Schichtdicke.

2.1.2.4 Serie 2 (< 0,001 bis 5 % Al, Pb ges. und 0,08 % Bi)

Die in den Schmelzen der Serie 2 aufgenommenen Kraft-Traversenweg-Diagramme mit den Mediankurven aus fünf Einzelversuchen sind in Abb. 20 und 21 dargestellt. Die berechneten Mittelwerte und die Ergebnisse aus den Mediankurven der langsamen Zugversuchen mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ und der schnellen Zugversuche mit $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ befinden sich im Anhang zu diesem Bericht.

In Abb. 20 sind die Mediankurven aus den einzelnen Zugversuchen in den Schmelzen der Serie 2 (Pb ges. und 0,08 % Bi & x % Al) mit den unterschiedlichen Aluminium-Gehalten von 0,0 % bis 5,0 % mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ zusammengefasst.

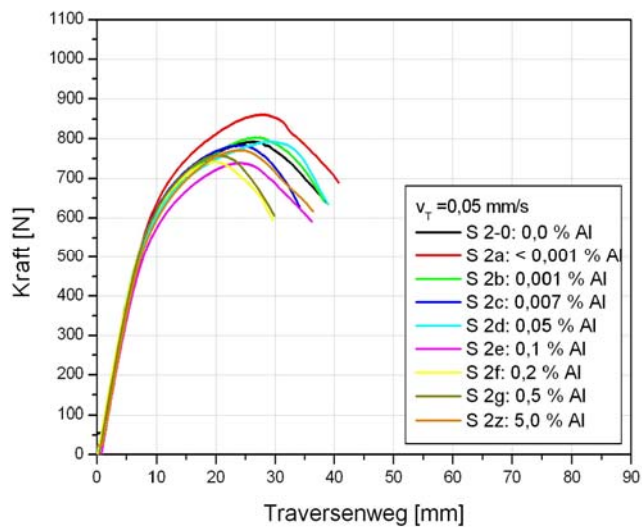


Abb. 20: Mediankurven der Zugversuche, Serie 2 (Pb ges. und 0,08 % Bi & x % Al), $v_T = 0,05$ mm/s, Einfluss von Aluminium, Flussmittel K1

In Abb. 21 sind die Mediankurven aus den einzelnen Zugversuchen mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 1,0$ mm/s in den Schmelzen der Serie 2 mit den unterschiedlichen Aluminium-Gehalten von 0,0 % bis 5,0 % dargestellt.

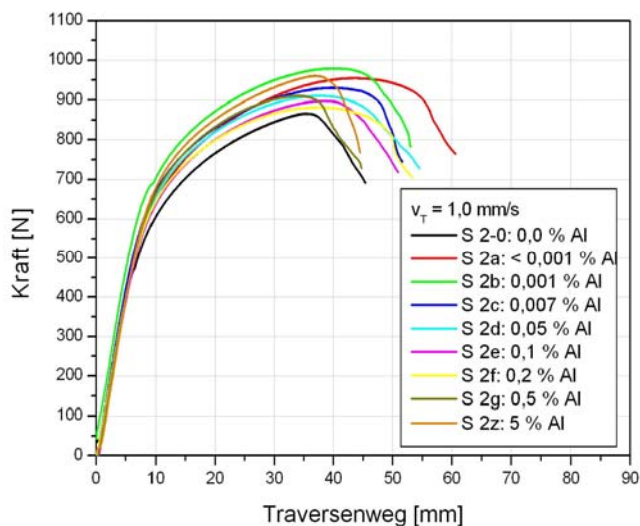


Abb. 21: Mediankurven der Zugversuche, Serie 2 (Pb ges. und 0,08 % Bi & x % Al), $v_T = 1,0$ mm/s, Einfluss von Aluminium, Flussmittel K1

Die mathematisch berechneten Mittelwerte der Traversenwege in Abhängigkeit vom Aluminium-Gehalt in der Zinkschmelze sind grafisch in Abb. 22 dargestellt.

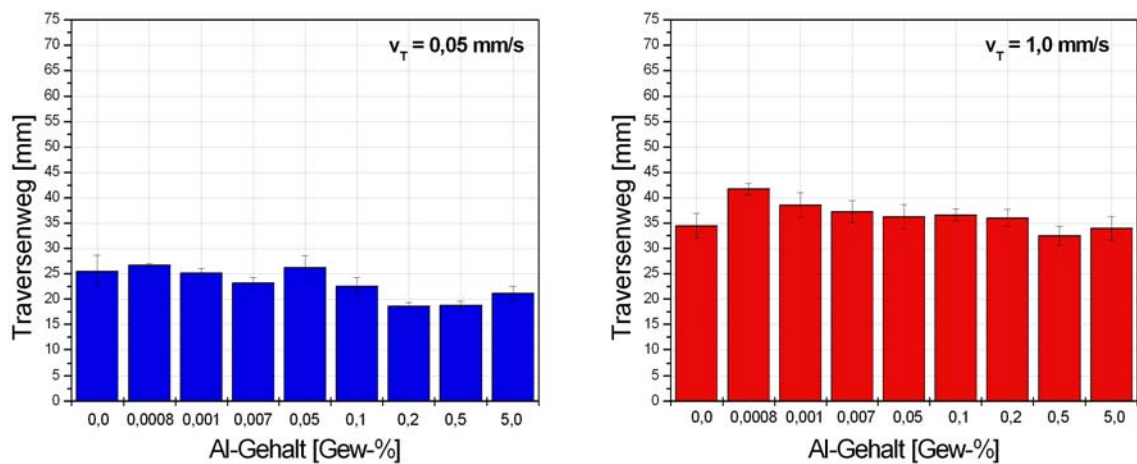


Abb. 22: Traversenweg (Mittelwert) in Abhängigkeit vom Aluminium-Gehalt, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ (links) und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ (rechts), Serie 2, Flussmittel K1

Abb. 23 gibt die mittleren Schichtdicken nach den Zugversuchen mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ in den verschiedenen Zinkschmelze der Serie 2 (Pb ges., 0,08 % Bi, x % Al) mit unterschiedlichen Al-Gehalten wieder.

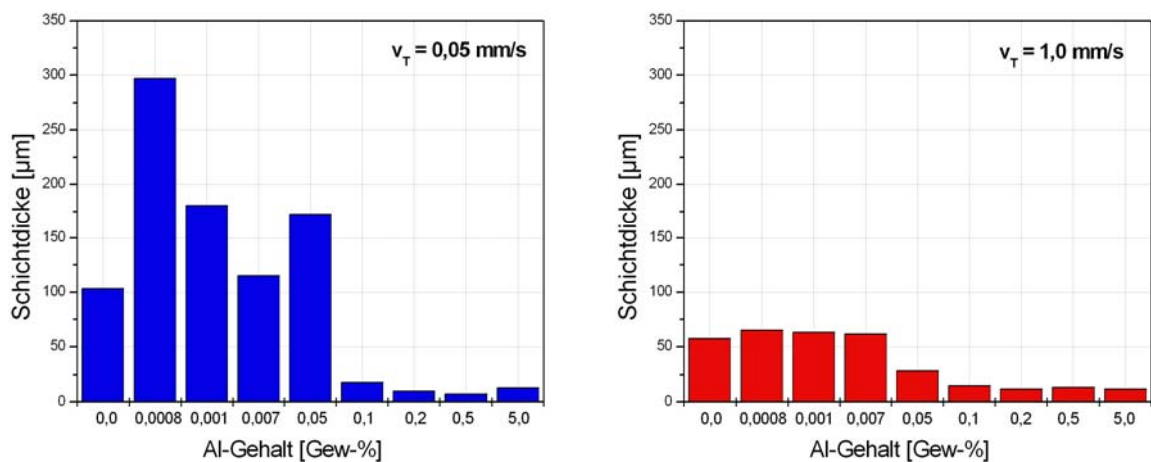


Abb. 23: Schichtdicken, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ (links) und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ (rechts), Serie 2 (Pb ges. und 0,08 % Bi & x % Al), Einfluss von Aluminium, Flussmittel K1

Die Ergebnisse zeigen, dass in den Schmelzen der Serie 2 (Pb ges., 0,08 % Bi, x % Al) die Traversengeschwindigkeiten von 0,05 mm/s und 0,1 mm/s ebenfalls eine hohe Empfindlichkeit für flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion aufweisen. Die ermittelten Traversenwege in den aluminiumhaltigen Schmelzen, unabhängig von der Traversengeschwindigkeit, sind generell niedriger als in einer Feinzink-Schmelze. Ein steigender Aluminium-Gehalt reduziert die Traversenwege und erhöht

somit offensichtlich die Neigung zu flüssigmetallinduzierter Spannungsrisskorrosion. Höhere Traversengeschwindigkeiten führen zu einer Erhöhung der Traversenwege bzw. der Höchstkräfte. Anhand der ermittelten Überzugsdicken kann festgestellt werden, dass ein steigender Aluminium-Gehalt zur Reduzierung der Schichtdicken führt.

Einfluss der Trocknungstemperatur des Flussmittels

Zur näheren Betrachtung des Einflusses der Trocknungstemperatur des Flussmittels K1 auf die flüssigmetallinduzierte SpRK wurden noch weitere Zugversuche mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ in der Schmelze 2b (Pb ges, 0,08 % Bi, 0,001 % Al) durchgeführt. In Tab. 9 sind die Messwerte aus den Zugversuchen nach der Trocknung der gefluxten Proben bei unterschiedlichen Temperaturen zusammengefasst.

Tab. 9: Ergebnisse der Zugversuch in der Schmelze 2b zur Betrachtung des Einflusses der Trocknungstemperatur, Traversengeschwindigkeit $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$

Bedingungen	T_{Trocknung} Flussmittel			
	Kommerziell „K1“ (500 g/l) + 10 g/l Fe			
	120 °C	150 °C	200 °C	250 °C
	Traversenweg [mm]			
Probe 1	23,59	27,22	23,48	21,50
Probe 2	25,44	26,83	23,80	23,56
Probe 3	24,94	22,31	24,22	25,40
Probe 4	20,62	24,48	27,90	22,03
Probe 5	24,97	23,52	26,22	23,61
Mittelwert	23,91	24,87	25,12	23,22
Standard-abweichung	1,97	2,11	1,88	1,53
Minimum	20,62	22,31	23,48	21,5
Maximum	25,44	27,22	27,9	25,4
Spannweite	4,82	4,91	4,42	3,9
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	23,96	24,79	25,21	23,65

Die Mediankurven der nach der Trocknung der Zugproben bei 120 °C, 150 °C, 200 °C und 250 °C (Flussmittel K1) aufgenommenen Kraft-Traversenweg-Kurven

sind in Abb. 24 zusammengestellt. Aus den Kurven wurde ebenfalls die Längenänderung bei Höchstkraft, d.h. der Traversenweg bei der aufgetragenen Höchstkraft ermittelt und aus den jeweils fünf Messungen der Mittelwert gebildet. Diese Mittelwerte sind graphisch in Abb. 25 aufgetragen.

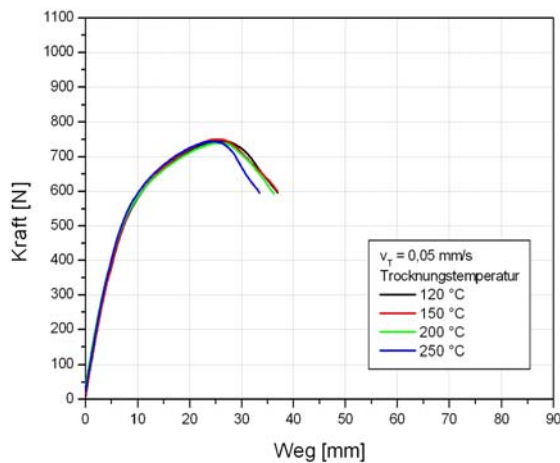


Abb. 24: Kraft-Weg-Diagramm, Mediankurven der Zugversuche in der Schmelze 2b (Pb ges., 0,08 % Bi, 0,001 % Al), mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Einfluss der Trocknungstemperatur des Flussmittels K1

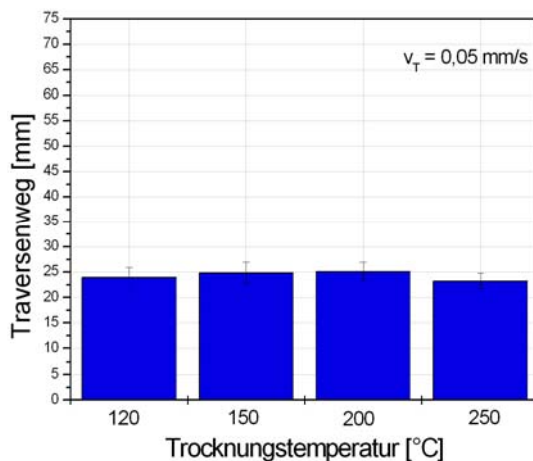


Abb. 25: Traversenweg (Mittelwert) in Abhängigkeit von der Trocknungstemperatur, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Schmelze 2b (Pb ges., 0,08 % Bi, x % Al), Einfluss der Trocknungstemperatur des Flussmittels K1

Nach Versuchende, Trocknung und Abkühlung der verzinkten Zugproben wurde die Schichtdicke (10-fach Bestimmung) ermittelt. Die gemittelten Überzugsdicken sind in Abb. 26 aufgetragen.

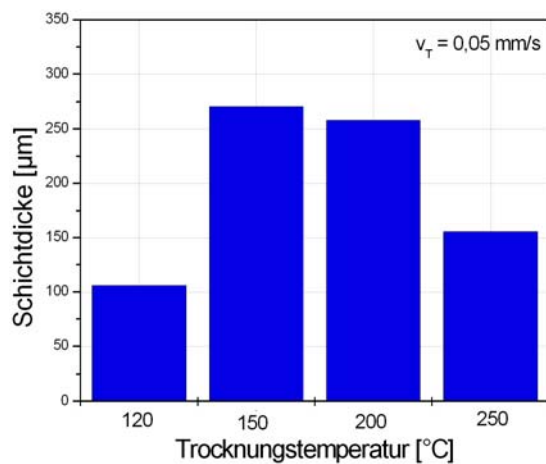


Abb. 26: Schichtdicken, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Schmelze 2b (Pb ges., 0,08 % Bi, x % Al), Einfluss der Trocknungstemperatur des Flussmittels K1

Einfluss des Flussmittels und der Fluxbad-Temperatur

Zur Betrachtung des Einflusses des Flussmittels und der Fluxbad-Temperatur wurden Zugversuche mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ in der Schmelze 2b (Pb ges., 0,08 % Bi und 0,001 % Al) nach der Behandlung mit unterschiedlichen Flussmitteln und Flussmittelbadtemperaturen durchgeführt. Die vorbehandelten Proben wurden vor dem Zugversuch jeweils für 30 Minuten bei 120 °C getrocknet. Die Messwerte aus den Zugversuchen, sowie die aus diesen Messungen ermittelten Werte sind in Tab. 10 zusammengefasst.

Tab. 10: Ergebnisse der Zugversuch in der Schmelze 2b zur Betrachtung des Einflusses des Flussmittels und der Flussmittelbadtemperatur (Trocknung des Flussmittels $T = 120\text{ °C}$ (30 min.)), Traversengeschwindigkeit $v_T = 0,05\text{ mm/s}$

Flussmittel	Hegaflux 10		F1		F3		F4		F6	
Verhältnis $\text{ZnCl}_2 / \text{NH}_4\text{Cl}$	50 / 50		88 / 12		88 / 12		73 / 27		73 / 27	
Salzgehalt	500 g/l + 10 g/l Fe		250 g/l + 10 g/l Fe		500 g/l + 10 g/l Fe		250 g/l + 10 g/l Fe		500 g/l + 10 g/l Fe	
T_{Fluxbad}	RT	50 °C	RT	50 °C	RT	50 °C	RT	50 °C	RT	50 °C
	Traversenweg [mm]									
Probe 1	23,59	22,57	24,85	26,14	25,35	26,94	24,18	22,00	24,63	26,15
Probe 2	25,44	24,54	22,01	25,82	20,35	20,05	24,10	21,33	23,53	24,56
Probe 3	24,94	23,62	22,54	27,44	24,66	22,12	26,02	25,98	21,71	25,42
Probe 4	20,62	23,09	20,31	23,75	21,74	23,71	27,77	24,89	23,26	25,49
Probe 5	24,97	20,54	19,85	24,16	21,28	25,59	22,96	29,45	24,86	22,32
Mittelwert	23,91	22,87	21,91	25,46	22,68	23,68	25,01	24,73	23,56	24,79
Standard- abweichung	1,97	1,49	1,99	1,51	2,2	2,73	1,89	3,27	1,26	1,49
Minimum	20,62	20,54	19,85	23,75	20,35	20,05	22,96	21,33	21,71	22,32
Maximum	25,44	24,54	24,85	27,44	25,35	26,94	27,77	29,45	24,86	26,15
Spannweite	4,82	4,0	5	3,69	5	6,89	4,81	8,12	3,15	3,83
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	23,96	23,75	22,92	25,83	22,92	24,27	26,25	25,00	24,06	25,21

In Abb. 27 sind die Mediankurven von den Zugversuchen nach der Proben-
vorbereitung mit unterschiedlichen Flussmitteln und Flussmittelbadtemperaturen dar-
gestellt. Abb. 28 gibt die gemittelten Traversenwege in Abhängigkeit von dem Fluss-
mittel und der Fluxbadtemperatur wieder. Die während des Zugversuches in der
Zinkschmelze 2b (Pb ges., 0,08 % Bi und 0,001 5 Al) auf den Probenoberflächen er-
zeugten mittleren Überzugsdicken sind in Abb. 66 zusammengestellt.

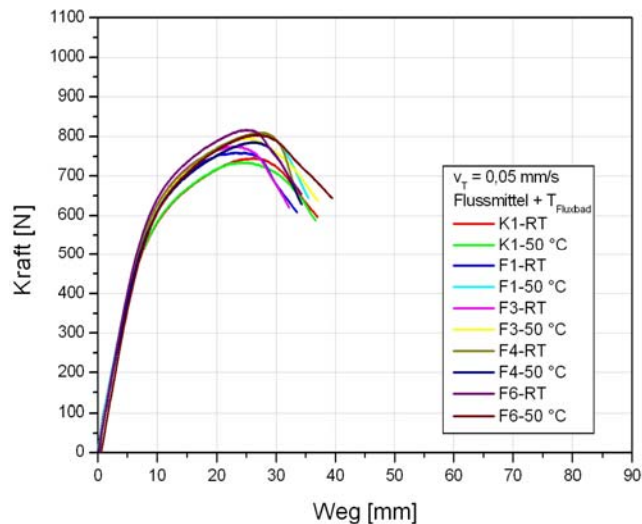


Abb. 27: Kraft-Weg-Diagramm, Mediankurven der Zugversuche in der Schmelze 2b
(Pb ges., 0,08 % Bi, 0,001 % Al), $v_T = 0,05$ mm/s, Einfluss des Flussmittels
und der Fluxbadtemperatur

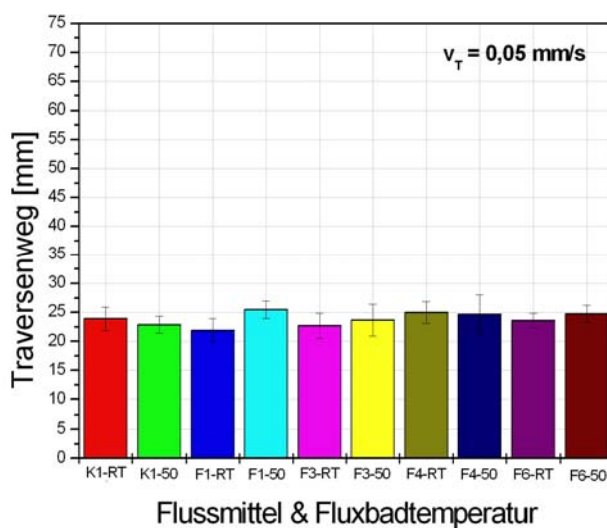


Abb. 28: Traversenweg (Mittelwert) in Abhängigkeit von Flussmittel und Fluxbad-
temperatur, $v_T = 0,05$ mm/s, Schmelze 2b (Pb ges., 0,08 % Bi, x % Al)

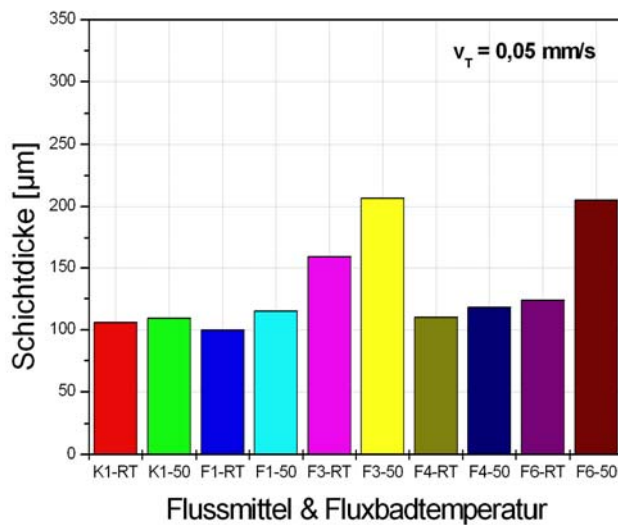


Abb. 29: Schichtdicken, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Schmelze 2b (Pb ges., 0,08 % Bi, x % Al), Einfluss des Flussmittels und der Fluxbadtemperatur

Die weiterführenden Versuche haben gezeigt, dass die Fluxbadtemperatur und die Trocknungstemperatur des Flussmittels und somit die Temperatur der Probe offensichtlich einen Einfluss auf die Beständigkeit bzw. die Neigung zu SpRK hat. Trocknungstemperaturen bis ca. 200 °C wirken sich tendenziell positiv auf die Beständigkeit aus. Oberhalb von 200 °C verbrennt das Flussmittel auf der Probenoberfläche und führt somit letztendlich wieder zu einer Reduzierung der Traversenwege. Weiterhin führen höhere Fluxbad- und Trocknungstemperaturen zu einem Schichtdickenaufbau.

2.1.2.5 Serie 3 (0,9 % Sn, 0,3 % Pb, 0,08 % Bi & x % Al)

Die aufgenommenen Kraft-Traversenweg-Diagramme mit den Mediankurven aus fünf Einzelversuchen der Zugversuche in den Schmelzen der Serie 3 (< 0,001 bis 5 % Al, 0,9 % Sn, 0,3 % Pb und 0,08 % Bi) sind in Abb. 67 und 70 dargestellt. Die berechneten Mittelwerte und die Ergebnisse aus den Mediankurven der langsamen Zugversuchen mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ und der schnellen Zugversuche mit $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ befinden sich im Anhang zu diesem Bericht.

In Abb. 30 sind die Mediankurven aus den einzelnen Zugversuchen mit $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ in den Schmelzen der Serie 3 (0,9 % Sn, 0,3 % Pb und 0,08 % Bi & x % Al) mit den unterschiedlichen Aluminium-Gehalten von 0,0 % bis 5,0 % zusammengefasst.

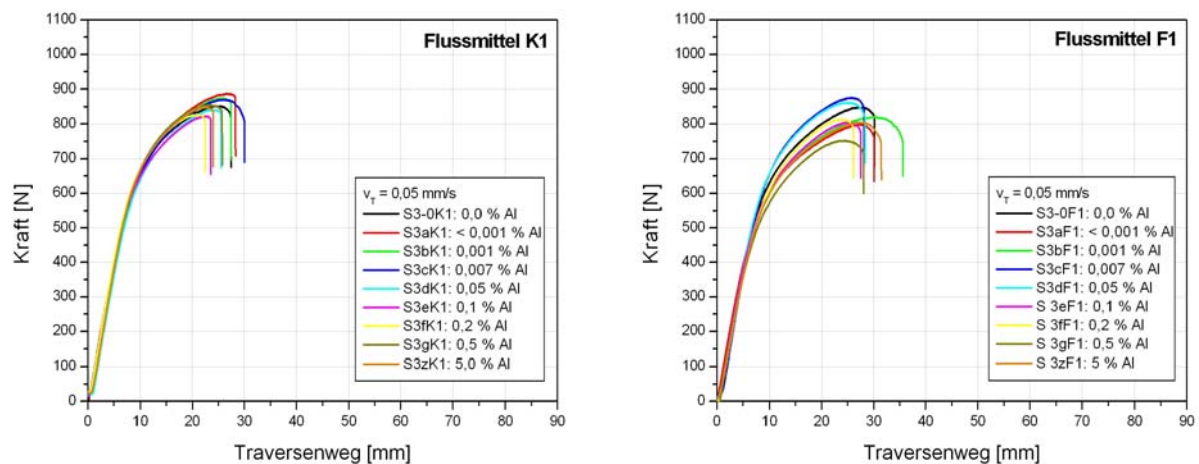


Abb. 30: Mediankurven der Zugversuche, Serie 3 (0,9 % Sn, 0,3 % Pb, 0,08 % Bi & x % Al), $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Einfluss von Aluminium, Flussmittel K1 und F1

In Abb. 31 sind die Mediankurven aus den einzelnen Zugversuchen mit $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ in den Schmelzen der Serie 3 mit den unterschiedlichen Aluminium-Gehalten von 0,0 % bis 5,0 % dargestellt.

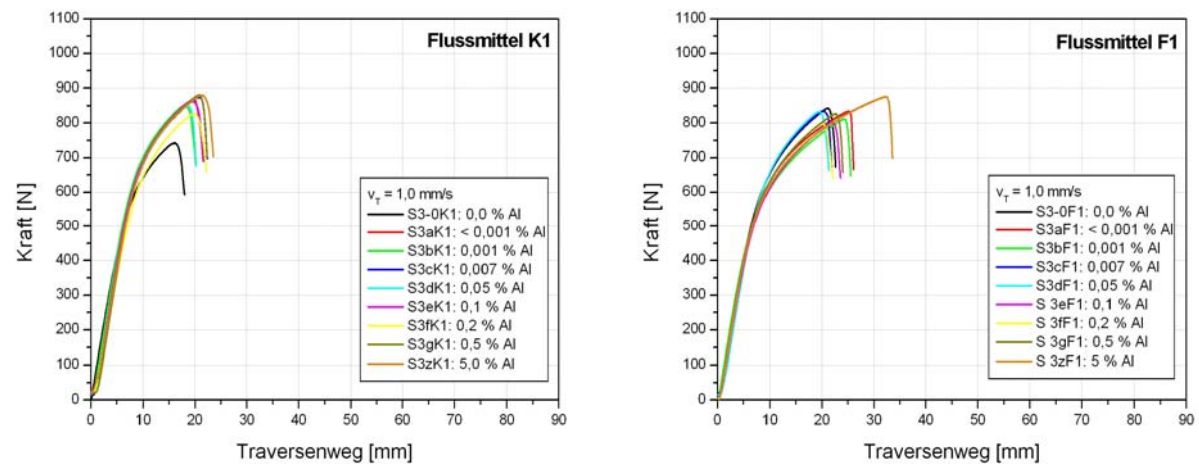


Abb. 31: Mediankurven der Zugversuche, Serie 3 (0,9 % Sn, 0,3 % Pb, 0,08 % Bi & x % Al), $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$, Einfluss von Aluminium, Flussmittel K1 und F1

Die mathematisch berechneten Mittelwerte der Traversenwege in Abhängigkeit vom Aluminium-Gehalt in der Zinkschmelze sind grafisch in Abb. 32 dargestellt.

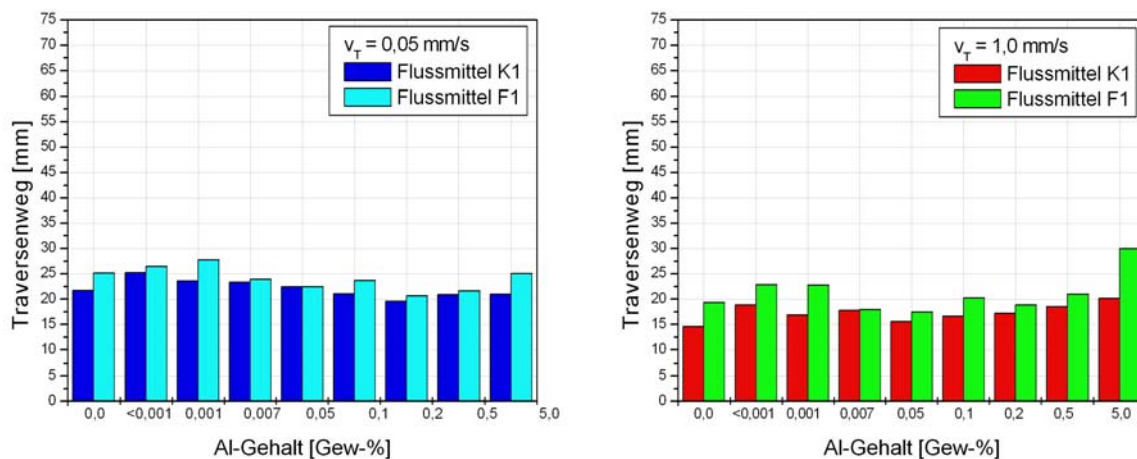


Abb. 32: Traversenweg (Mittelwert) in Abhängigkeit vom Aluminium-Gehalt, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ (links) und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ (rechts), Serie 3, Flussmittel K1

Abb. 33 gibt die mittleren Schichtdicken nach den Zugversuchen mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ in den Zinkschmelzen mit unterschiedlichen Al-Gehalten wieder.

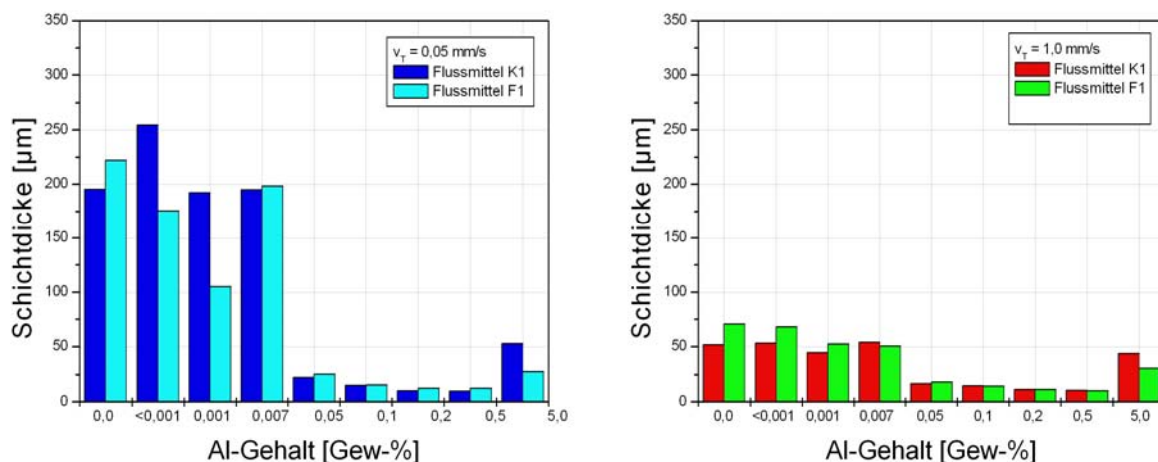


Abb. 33: Schichtdicken, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ (links) und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ (rechts), Serie 3, Einfluss von Aluminium, Flussmittel K1

Weiterführende Untersuchungen, Flussmittel V1 + V2

Die bisher erzielten Ergebnisse zeigen, dass sich das Flussmittel F1 ($\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 88:12, 250 g/l) mit einem geringen Ammoniumchlorid-Anteil positiv auf die Beständigkeit der Proben bezüglich LME in einer Schmelze mit 0,9 % Sn, 0,3 % Pb und 0,08 % Bi auswirkt. Aus diesem Grund wurden Zugversuche an Proben durchgeführt die zuvor in einem Flussmittel bestehend nur aus Zinkchlorid, d.h. Ammoniumchlorid

frei, mit einem Salzgehalt von 250 g/l und 500 g/l und jeweils angesäuert auf pH 1,4 geflucht wurden. Die aufgenommenen Kraft-Traversenweg-Kurven der vorbehandelten U-Proben mit den Traversengeschwindigkeiten $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ in der Zinkschmelze S3e (0,9 % Sn, 0,3 % Pb, 0,08 % Bi & 0,1 % Al) sind in Abb. 34 dargestellt.

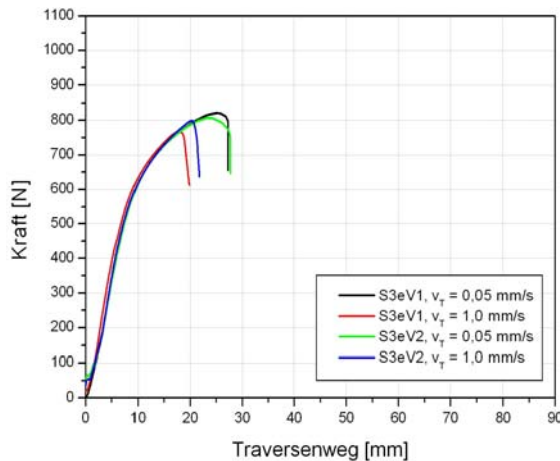


Abb. 34: Mediankurven der Zugversuche, Schmelze 3e (0,9 % Sn, 0,3 % Pb, 0,08 % Bi & 0,1 % Al), $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$, Flussmittel V1 und V2

Die mathematisch berechneten Mittelwerte der Schichtdicken und der Traversenwege in der Zinkschmelze S3e mit 0,1 % Aluminium und den vier unterschiedlichen Flussmitteln K1 ($\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 50:50, 500 g/l), F1 ($\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 88:12, 250 g/l), V1 ($\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 100:0, 250 g/l) und V2 ($\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 100:0, 500 g/l) und den zwei Traversengeschwindigkeiten $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ (langsamer Zugversuch = l) und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ (schneller Zugversuch = s) sind in Abb. 35 gezeigt.

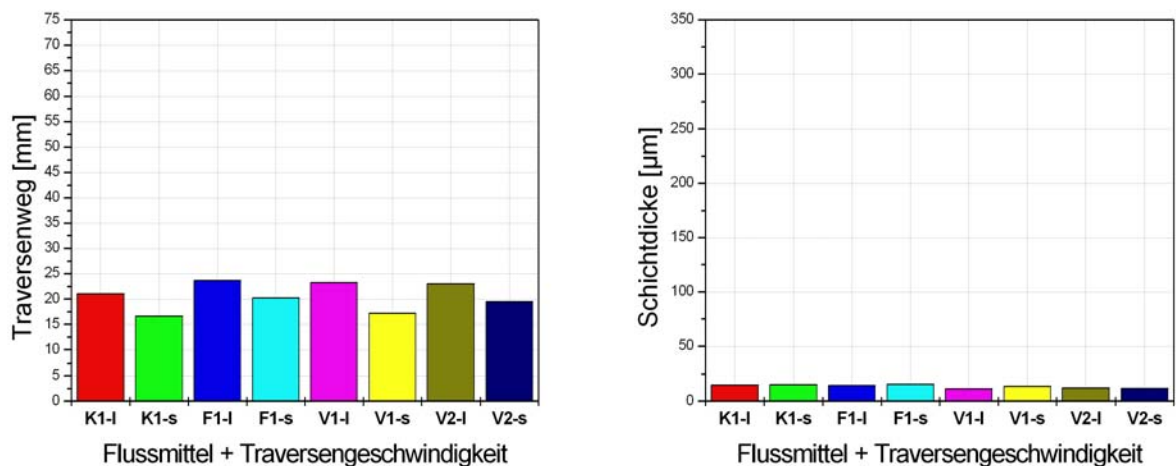


Abb. 35: Traversenweg (links) und Schichtdicke (rechts) in Abhängigkeit von Flussmittel und Traversengeschwindigkeit, Schmelze 3e (0,9 % Sn, 0,3 % Pb, 0,08 % Bi & 0,1 % Al)

Es zeigt sich, dass bei der Verwendung der Flussmittel V1 (250 g/l ZnCl_2 + 10 g/l Fe, pH 1,4) und V2 (500 g/l ZnCl_2 + 10 g/l Fe, pH 1,4) höhere Traversenwege erreicht werden als mit dem kommerziellen Flussmittel K1 ($\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 50:50, 500 g/l + 10 g/l Fe). Außerdem führen das Flussmittel V1 und V2 zu einer leichten Reduzierung der Schichtdicken.

2.1.2.6 Serie 4 (< 0,001 bis 5 % Al, 0,3 % Sn, 0,9 % Pb und 0,08 % Bi)

Die in den Schmelzen der Serie 4 (0,3 % Sn, 0,9 % Pb, 0,08 % Bi und x % Al) aufgenommenen Kraft-Traversenweg-Diagramme mit den Mediankurven aus fünf Einzelversuchen sind in Abb. 36 und 37 dargestellt. Die berechneten Mittelwerte und die Ergebnisse aus den Mediankurven der langsamen Zugversuchen mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05$ mm/s und der schnellen Zugversuche mit $v_T = 1,0$ mm/s befinden sich im Anhang zu diesem Bericht.

In Abb. 36 und 37 sind die Mediankurven aus den einzelnen Zugversuchen mit den Traversengeschwindigkeiten $v_T = 0,05$ mm/s und $v_T = 1,0$ mm/s in den Schmelzen der Serie 4 (0,3 % Sn, 0,9 % Pb, 0,08 % Bi und x % Al) mit den unterschiedlichen Aluminium-Gehalten von 0,0 % bis 5,0 % zusammengestellt.

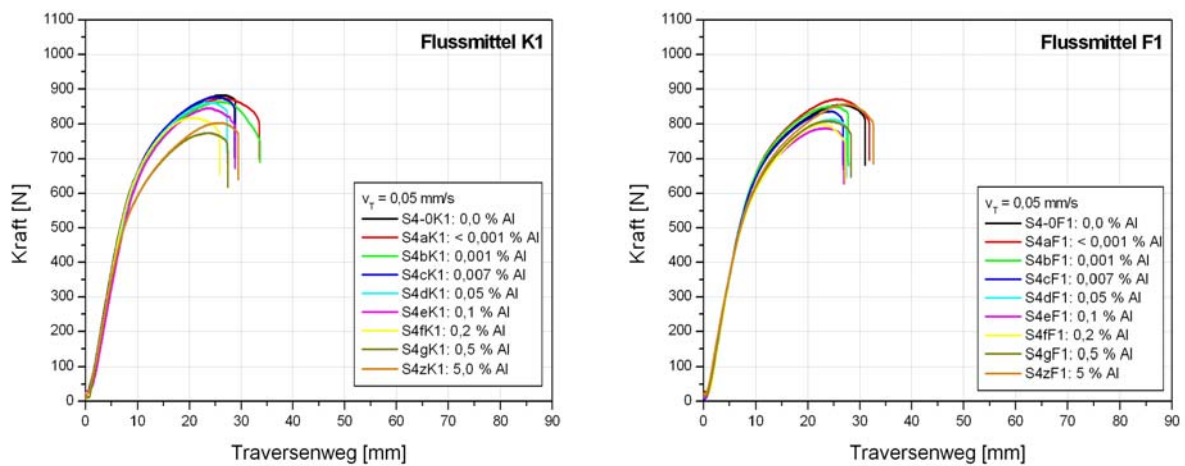


Abb. 36: Mediankurven der Zugversuche, Serie 4 (0,3 % Sn, 0,9 % Pb, 0,08 % Bi & x % Al), $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Einfluss von Aluminium, Flussmittel K1 und F1

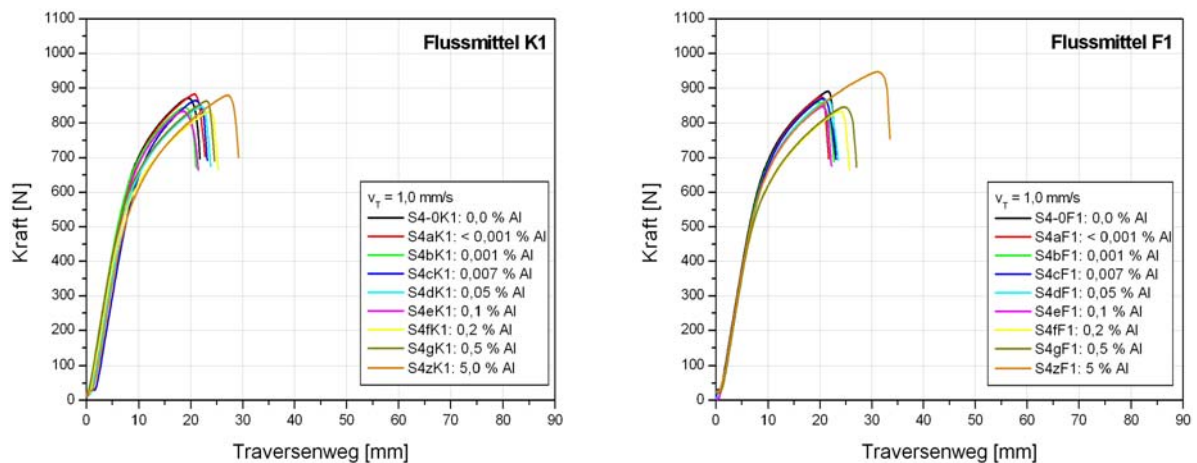


Abb. 37: Mediankurven der Zugversuche, Serie 4 (0,3 % Sn, 0,9 % Pb, 0,08 % Bi & x % Al), $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$, Einfluss von Aluminium, Flussmittel K1 und F1

Die mathematisch berechneten Mittelwerte der Traversenwege in Abhängigkeit vom Aluminium-Gehalt in den Zinkschmelzen der Serie 4 sind grafisch in Abb. 38 dargestellt.

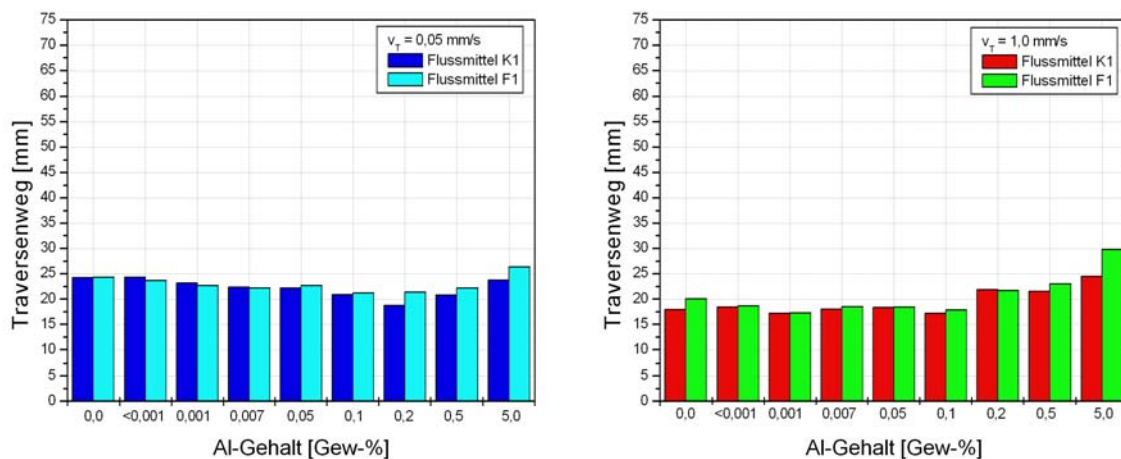


Abb. 38: Traversenweg (Mittelwert) in Abhängigkeit vom Aluminium-Gehalt, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ (links) und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ (rechts), Serie 3, Flussmittel K1 und F1

In Abb. 39 sind die mittleren Schichtdicken nach dem Zugversuch in den verschiedenen Zinkschmelze der Serie 4 (0,3 % Sn, 0,9 % Pb, 0,08 % Bi & x % Al) aufgezeigt.

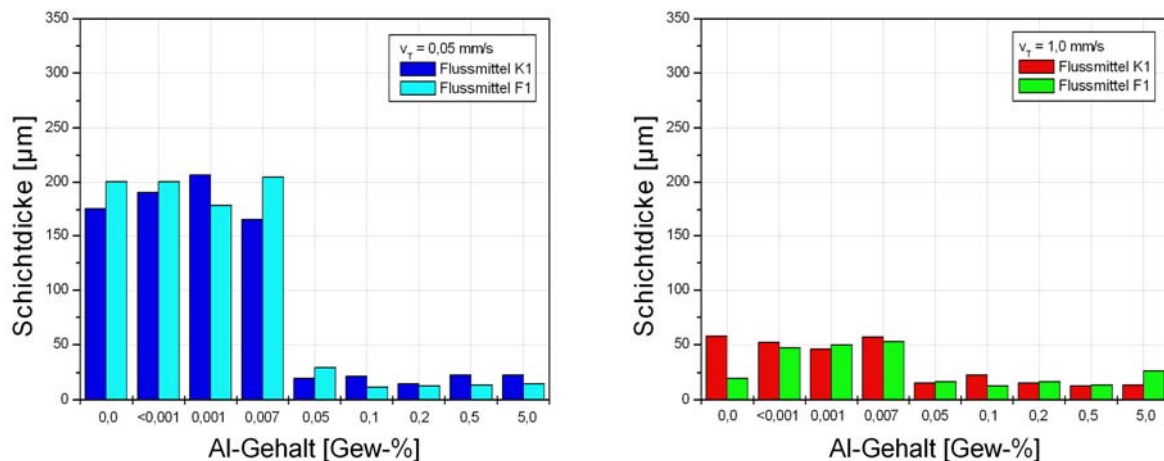


Abb. 39: Schichtdicken (Mittelwert) in Abhängigkeit vom Aluminium-Gehalt, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ (links) und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ (rechts), Serie 4, Flussmittel K1 und F1

2.1.2.7 Serie 5 (< 0,001 bis 5 % Al, 0,9 % Sn und 0,08 % Bi)

Die in den Schmelzen der Serie 5 (0,9 % Sn, 0,08 % Bi und x % Al) aufgenommenen Kraft-Traversenweg-Diagramme mit den Mediankurven aus fünf Einzelversuchen sind in Abb. 40 und 41 dargestellt. Die berechneten Mittelwerte und die Ergebnisse aus den Mediankurven der langsamen Zugversuchen mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ und der schnellen Zugversuche mit $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ befinden sich im Anhang zu diesem Bericht.

In Abb. 40 sind die Mediankurven aus den einzelnen Zugversuchen mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ in den Schmelzen der Serie 5 (0,9 % Sn, 0,08 % Bi und x % Al) mit den unterschiedlichen Aluminium-Gehalten von 0,0 % bis 5,0 % zusammengefasst.

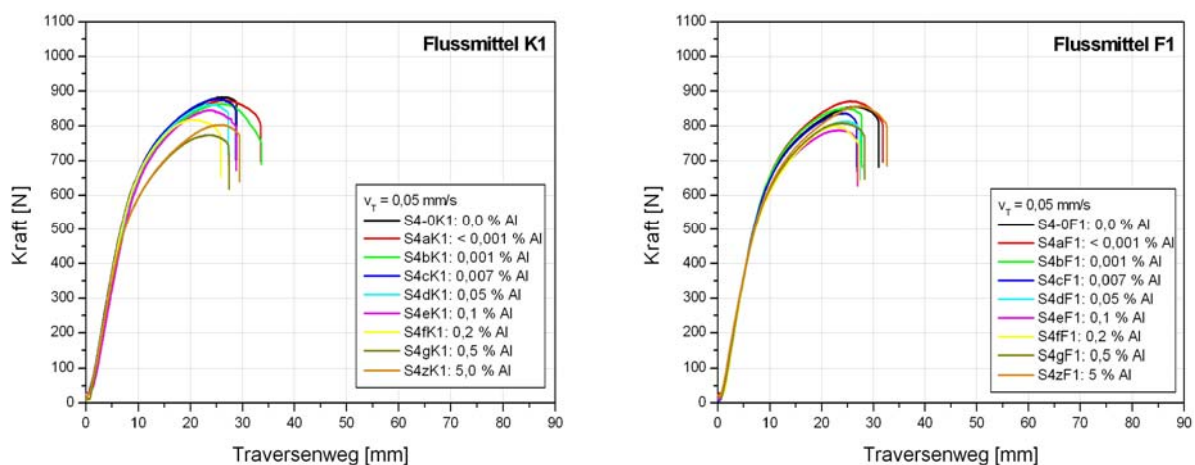


Abb. 40: Mediankurven der Zugversuche, Serie 5 (0,9 % Sn, 0,08 % Bi & x % Al), $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Einfluss von Aluminium, Flussmittel K1 und F1

In Abb. 41 sind die Mediankurven aus den einzelnen Zugversuchen mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ in den Schmelzen der Serie 5 mit den unterschiedlichen Aluminium-Gehalten von 0,0 % bis 5,0 % dargestellt.

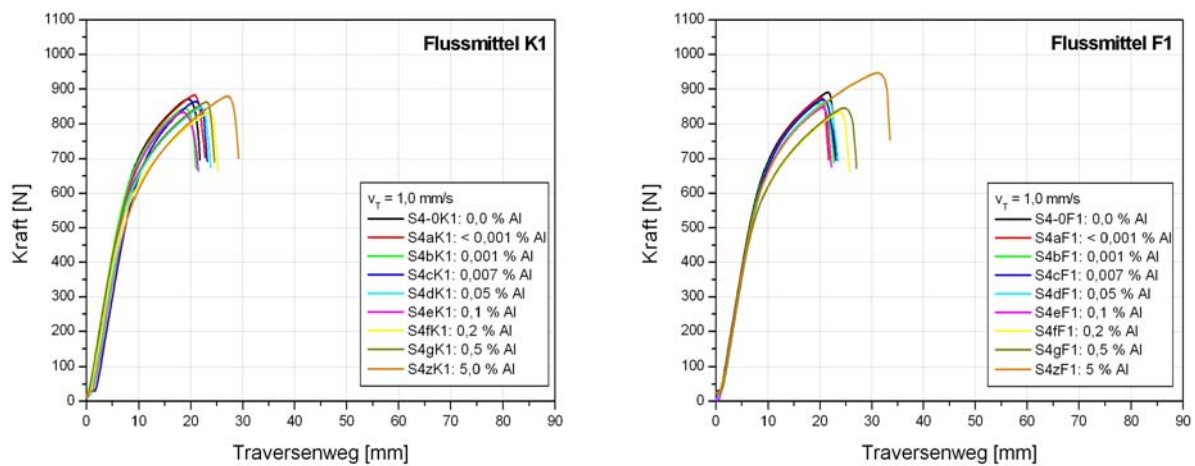


Abb. 41: Mediankurven der Zugversuche, Serie 5 (0,9 % Sn, 0,08 % Bi & x % Al), $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$, Einfluss von Aluminium, Flussmittel K1 und F1

Die aus den jeweils fünf Messungen gemittelten Traversenwege der schnellen und langsamen Zugversuche in den Schmelzen der Serie 5 (0,9 % Sn, 0,08 % Bi & x % Al) mit den unterschiedlichen Al-Gehalten von 0,0 % bis 5,0 % Al sind in Abb. 42 dargestellt.

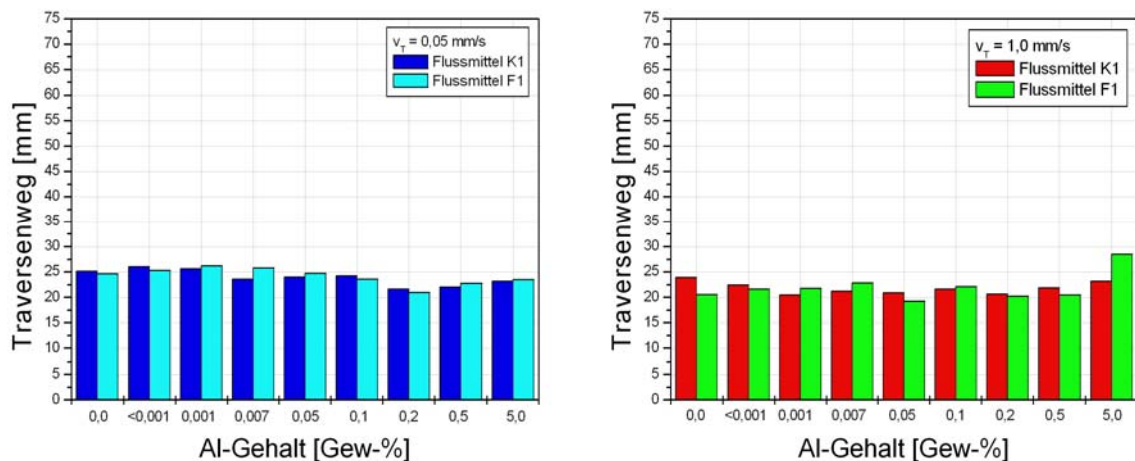


Abb. 42: Traversenweg (Mittelwert) in Abhängigkeit vom Aluminium-Gehalt, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ (links) und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ (rechts), Serie 3, Flussmittel K1 und F1

In Abb. 43 sind die mittleren Schichtdicken nach den Zugversuchen mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ in den Zinkschmelzen der Serie 5 (0,9 % Sn, 0,08 % Bi & x % Al) mit unterschiedlichen Al-Gehalten gezeigt.

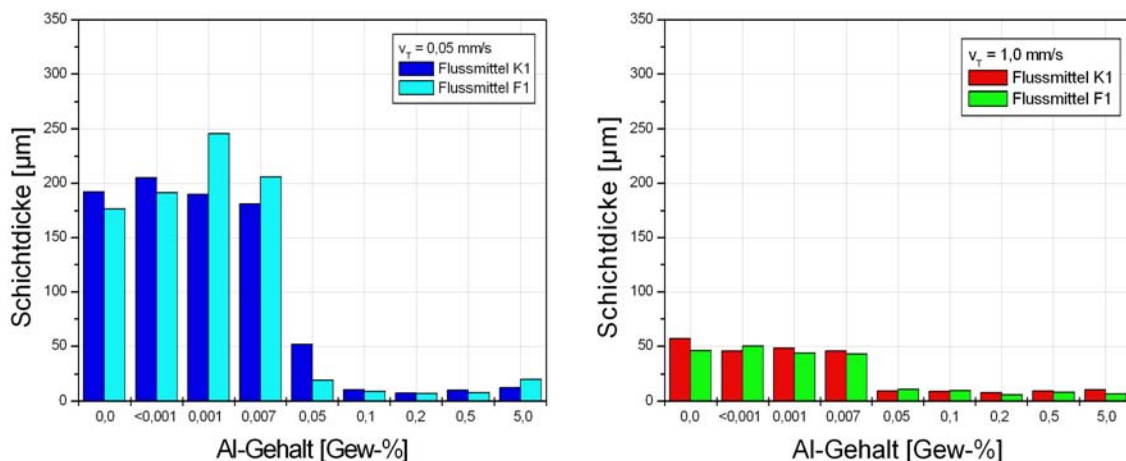


Abb. 43: Schichtdicken, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ (links) und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ (rechts), Serie 5 (0,9 % Sn, 0,08 % Bi & x % Al), Einfluss von Aluminium, Flussmittel K1 und F1

2.1.2.8 Auswertung

2.1.2.8.1 Kerbgrund der U-Proben

Der Kerbgrund der wasserstrahlgeschnittenen U-Proben wurde zur Betrachtung der Oberflächenbeschaffenheit bzw. Mikrorissigkeit im Rasterelektronenmikroskop untersucht. Dabei wurde sowohl der Kerbgrund im Anlieferungszustand und nach dem Beizen und Fluxen sowie nach dem Zugversuch in der Zinkschmelze betrachtet. Nachfolgend sind in Abb. 44 bis 46 die REM-Aufnahmen vom Kerbgrund der unvorbehandelten und vorbehandelten U-Proben dargestellt.

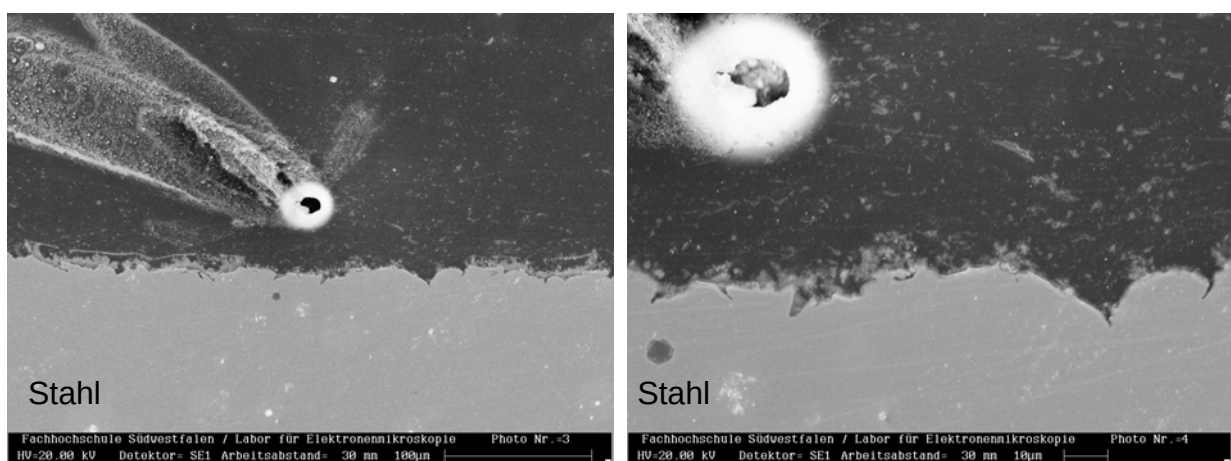


Abb. 44: REM-Aufnahmen vom Kerbgrund im Anlieferungszustand in zwei verschiedenen Vergrößerungen

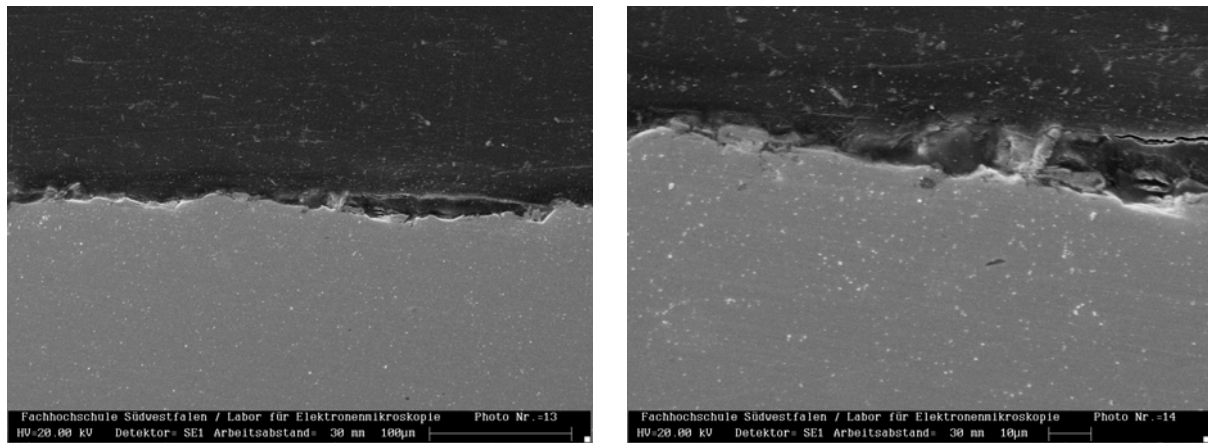


Abb. 45: REM-Aufnahmen vom Kerbgrund nach dem Beizen und Fluxen mit dem Flussmittel K1 in zwei verschiedenen Vergrößerungen

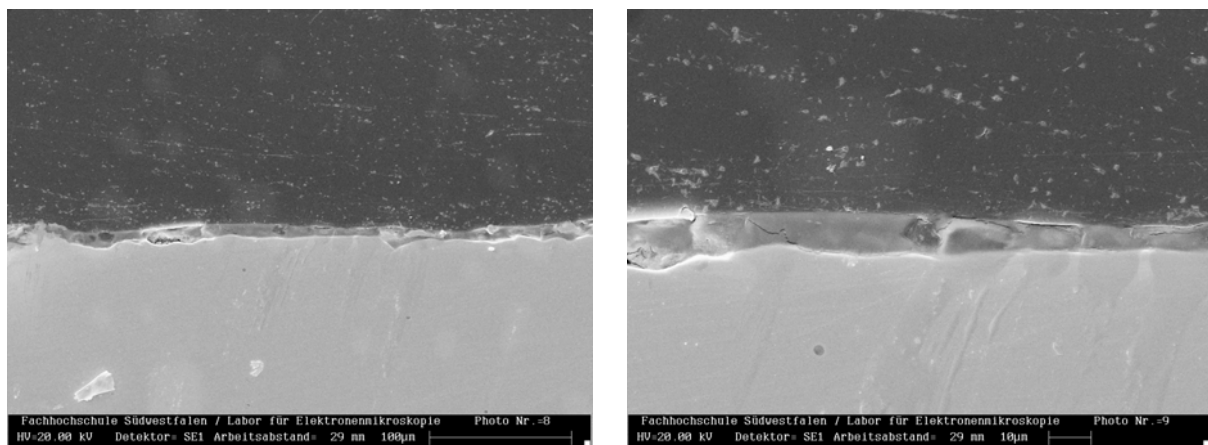


Abb. 46: REM-Aufnahmen vom Kerbgrund nach dem Beizen und Fluxen mit dem Flussmittel F1 in zwei verschiedenen Vergrößerungen

Im Anlieferungszustand sind Unebenheiten und Mikrorisse im Kerbgrund erkennbar. Nach der Vorbehandlung der Proben, d.h. nach dem Entfetten, Beizen und Fluxen sind nur noch geringe Unebenheiten, aber keine Mikrorisse mehr zu sehen. Die Untersuchungen der U-Proben auf Mikrorissigkeit im Anlieferungszustand und nach beizen und fluxen zeigen, dass durch die Vorbehandlung Ungängen, resultierend aus dem Herstellungsprozess, an der Probenoberfläche entfernt werden.

Nach dem Verzinken bzw. den Zugversuchen wurde der Kerbgrund der U-Proben optisch und mit der Lupe untersucht. Dabei wurden U-Proben nach dem Verzinken in unterschiedlichen Schmelzen der Serie 2 (Pb ges., 0,08 % Bi, x % Al) und 3 (0,9 % Sn, 0,3 % Pb, 0,08 % Bi, x % Al) mit dem Flussmittel K1 und F1, sowohl von langsamen $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ als auch von schnellen $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ Zugversuchen, betrachtet. In Abb. 47 bis 54 sind die Nachuntersuchungen der verzinkten Proben gezeigt.



Abb. 47:

Kerbgrund U-Probe, Serie 2 (Pb ges., 0,08 % Bi, 0,05 % Al), Flussmittel K1, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$

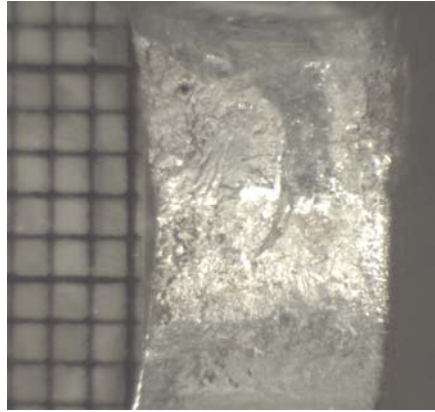


Abb. 48:

Kerbgrund U-Probe, Serie 2 (Pb ges., 0,08 % Bi, 0,05 % Al), Flussmittel K1, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$



Abb. 49:

Kerbgrund U-Probe, Serie 2 (Pb ges., 0,08 % Bi, 0,001 % Al), Flussmittel K1 und F1, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$



Abb. 50:

Kerbgrund U-Probe, Serie 2 (Pb ges., 0,08 % Bi, 0,5 % Al), Flussmittel K1, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$



Abb. 51:

Kerbgrund U-Probe, Serie 3 (0,9 % Sn, 0,3 % Pb, 0,08 % Bi, 0,1 % Al), Flussmittel K1, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$



Abb. 52:

Kerbgrund U-Probe, Serie 3 (0,9 % Sn, 0,3 % Pb, 0,08 % Bi, 0,001 % Al), Flussmittel F1, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$



Abb. 53:

Kerbgrund U-Probe, Serie 3 (0,9 % Sn, 0,3 % Pb, 0,08 % Bi, < 0,001 % Al) , Flussmittel F1, $v_T = 1,0$ mm/s

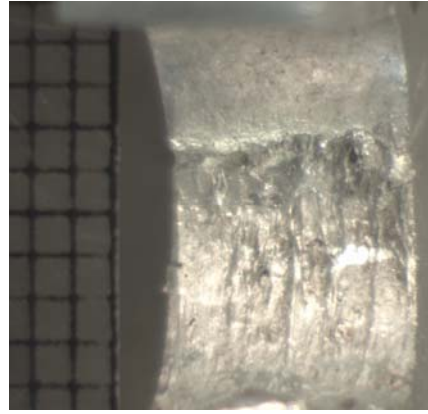


Abb. 54:

Kerbgrund U-Probe, Serie 3 (0,9 % Sn, 0,3 % Pb, 0,08 % Bi, 0,5 % Al) , Flussmittel F1, $v_T = 1,0$ mm/s

Die Nachuntersuchungen zeigen, dass die Probenoberflächen komplett mit Zink bedeckt sind und keine Schwarzfleckigkeiten entstanden sind. Dieses ist bei den zwei verwendeten Flussmitteln, den unterschiedlichen Aluminium-Gehalten in der jeweiligen Zinkschmelze und den schnellen und langsamen Zugversuchen der Fall.

2.1.2.8.2 Zugversuche

Die Zugversuche wurden zur Untersuchung der Zugabe von Aluminium in konventionellen blei-, bismut- und zinnhaltigen Schmelzen auf die flüssigmetallinduzierte SpRK (LME) durchgeführt. Die U-Proben wurden in den unterschiedlichen Zinkschmelzen bei Aluminium-Gehalten zwischen 0,0 % und 5,0 % bis zum Bruch mechanisch beansprucht und dabei die Kraft, der Weg und die Zeit dokumentiert bzw. entsprechend ein Kraft-Traversenweg-Diagramme erstellt.

Zum Vergleich der mittleren mathematisch berechneten Traversenwegen aus jeweils fünf langsamen Zugversuchen mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05$ mm/s in den Schmelzen der Serie 1, 2, 3, 4 und 5 sind in Abb. 55 zusammengefasst.

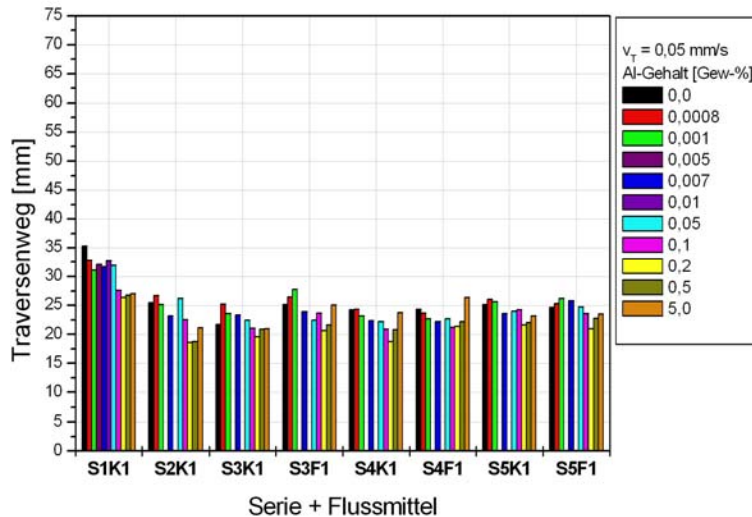


Abb. 55: Traversenwege (Mittelwert) in den unterschiedlichen Schmelzen der Serie 1, 2, 3, 4 und 5, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Flussmittel K1 und F1

Die Übersicht zeigt, dass Legierungselemente die Rissanfälligkeit erhöhen. Steigende Al-Gehalte, in niedrigen Konzentrationsbereichen bis zu 0,2 %, erhöhen zunächst die Rissanfälligkeit. Oberhalb von 0,2 % Al in der Zinkschmelze wird wiederum das Gefährdungspotential der Schmelzen reduziert.

Die mittleren Traversenwege der schnellen Zugversuche mit $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ in den unterschiedlichen Schmelzen der Serie 1, 2, 3, 4 und 5 sind in Abb. 56 dargestellt.

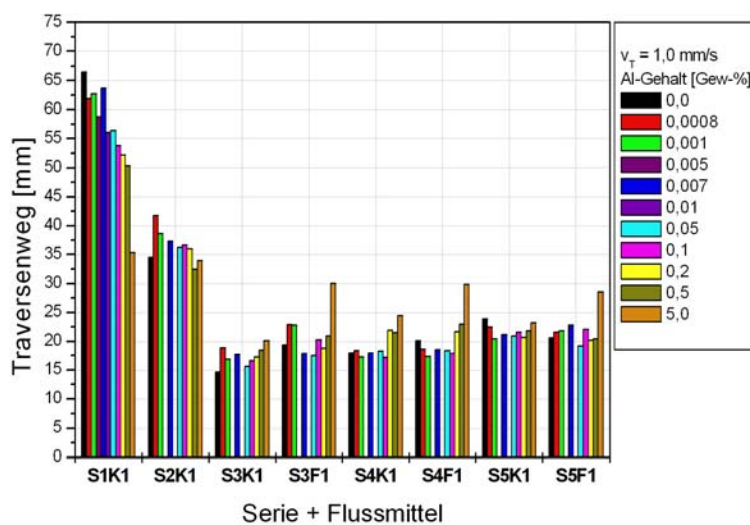


Abb. 56: Traversenwege (Mittelwert) in den unterschiedlichen Schmelzen der Serie 1, 2, 3, 4 und 5, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$

Bei den schnellen Zugversuchen ($v_T = 1,0 \text{ mm/s}$) in den unterschiedlichen Schmelzen zeigt sich ein ähnliches Verhalten wie bei den langsamen Zugversuchen mit $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$. Hier ist allerdings ersichtlich, dass bei Abwesenheit von Zinn (Serie 2) das Gefährdungspotential der Schmelzen geringer ist als bei Anwesenheit von Zinn (Serie 3, 4 und 5). Die Ergebnisse zeigen, dass das Legierungselement Zinn das Gefährdungspotential der Zinkschmelzen erhöht. Bei Anwesenheit von Zinn kommt es zur schnellen Rissbildung bzw. zum schnellen Risswachstum, d.h. die Risswachstumsgeschwindigkeit ist hoch, und somit zum schlagartigen Bauteilversagen.

Zur Betrachtung und zum Vergleich des Verhaltens des Stahls bzw. der U-Proben in den einzelnen Zinkschmelzen mit unterschiedlichen Anteilen an Legierungselementen der Serie 1 bis 5 wurden jeweils die Mediankurven in den jeweiligen Schmelzen mit einem Aluminiumgehalt von 0,05 % Al in Abb. 57 und 58 zusammengestellt.

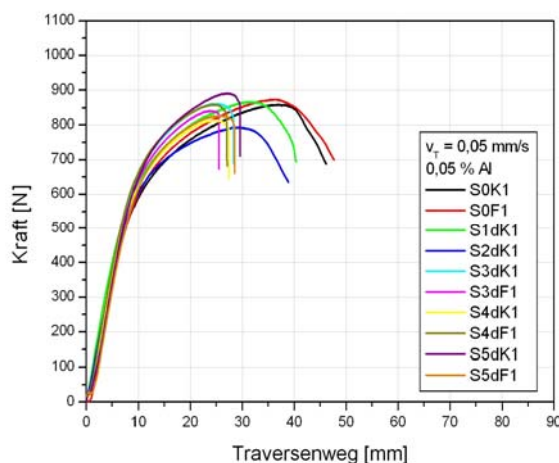


Abb. 57:

Kraft-Weg-Diagramme, Vergleich der Mediankurven der Schmelzen der Serie 0, 1, 2, 3, 4 und 5 mit 0,05 % Al, Flussmittel K1 und F1, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, $T_{\text{Schmelze}} = 450 \text{ °C}$

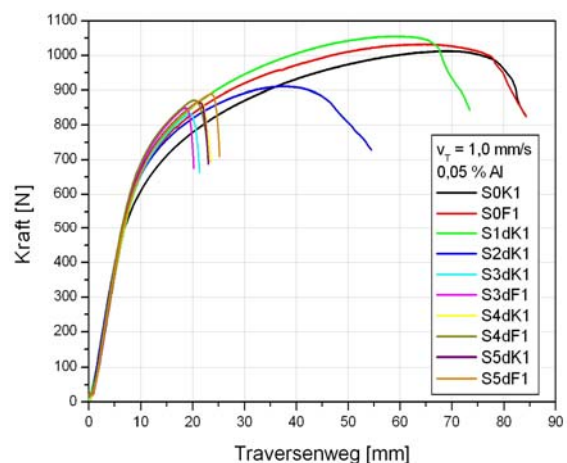


Abb. 58:

Kraft-Weg-Diagramme, Vergleich der Mediankurven der Schmelzen der Serie 0, 1, 2, 3, 4 und 5 mit 0,05 % Al, Flussmittel K1 und F1, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$, $T_{\text{Schmelze}} = 450 \text{ °C}$

Die Zugversuche zeigen, dass bei der Serie 1 und 2 ein langsamer und stetiger Kraftabfall nach Erreichen der Höchstkraft, sowohl bei den langsamen als auch bei den schnellen Zugversuchen, stattfindet. Bei der Serie 3, 4 und 5 kommt es zu einem abrupten Kraftabfall kurz nach Erreichen der Höchstkraft. Diese Messungen zeigen,

das Zinn das rissbildungsfördernde Element ist und nicht Aluminium. Generell lassen allerdings die steigende Anzahl und Gehalte an Legierungselementen das Gefährdungspotential der Schmelzen steigen.

Die zugehörigen Zugproben bzw. der Rissverlauf der oben aufgezeigten Mediankurven wurden anschließend im metallographischen Querschliff betrachtet. In Abb. 59 bis 66 sind beispielhaft Kameraaufnahmen der Rissverläufe der U-Proben nach den Zugversuchen in den unterschiedlichen Schmelzen mit jeweils einem Aluminium-Gehalt von 0,05 % Al gezeigt. Die Aufnahmen erfolgten mit der Kamera, da hierbei der gesamte Rissverlauf betrachtet werden kann. Im Metallmikroskop kann, aufgrund der Vergrößerung, immer nur ein Teilausschnitt des Risses dokumentiert werden.



Abb. 59:
Querschliff, Feinzinkschmelze, Flussmittel K1, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Risslänge: 2,2 mm

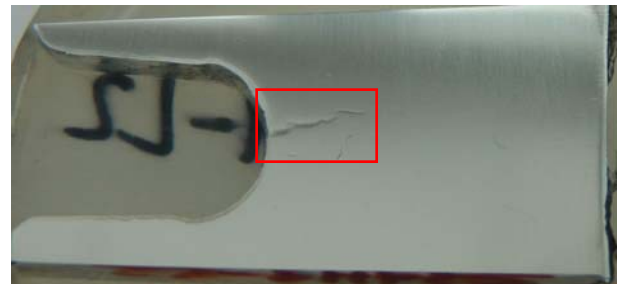


Abb. 60:
Querschliff, Schmelze S2d (Pb ges., 0,08 % Bi, 0,05 % Al), Flussmittel K1, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Risslänge: 5,5 mm

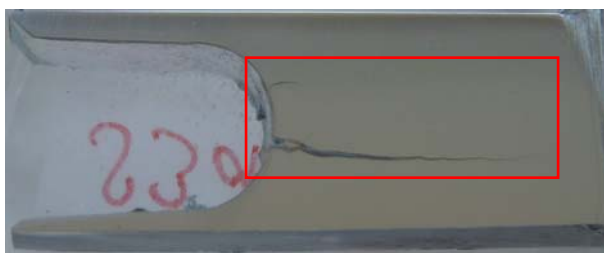


Abb. 61:
Querschliff, Schmelze S3d (0,9 % Sn, 0,3 % Pb 0,08 % Bi, 0,05 % Al), Flussmittel F1, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Risslänge: 15,2 mm



Abb. 62:
Querschliff, Schmelze S5d (0,9 % Sn, 0,08 % Bi, 0,05 % Al), Flussmittel K1, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, Risslänge: 15,1 mm



Abb. 63:

Querschliff, Schmelze S2d (Pb ges., 0,08 % Bi, 0,05 % Al), Flussmittel K1, $v_T = 1,0$ mm/s, Risslänge: 4 mm

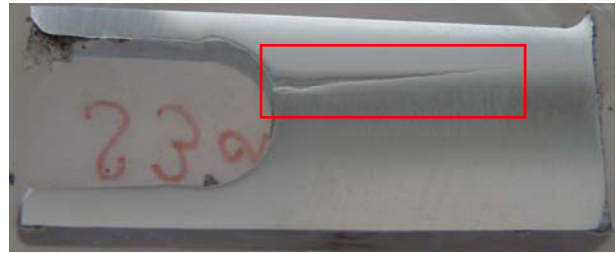


Abb. 64:

Querschliff, Schmelze S3d (0,9 % Sn, 0,3 % Pb 0,08 % Bi, 0,05 % Al), Flussmittel F1, $v_T = 1,0$ mm/s, Risslänge: 13,5 mm

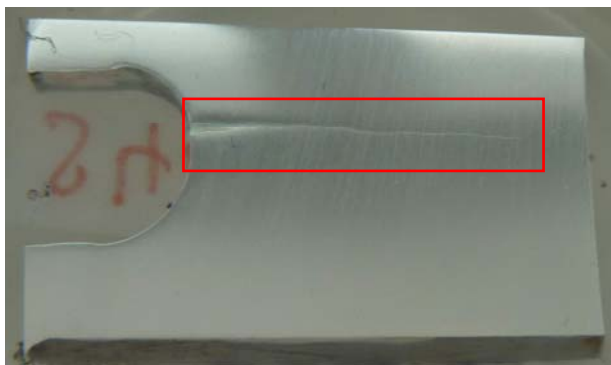


Abb. 65:

Querschliff, Schmelze S4d (0,3 % Sn, 0,9 % Pb 0,08 % Bi, 0,05 % Al), Flussmittel F1, $v_T = 1,0$ mm/s, Risslänge: 15,5 mm



Abb. 66:

Querschliff, Schmelze S5d (0,9 % Sn, 0,08 % Bi, 0,05 % Al), Flussmittel F1, $v_T = 1,0$ mm/s, Risslänge: 14,7 mm

Es ist ersichtlich, dass es in einer Feinzinkschmelze nur zu einem kurzen Anriss (Risslänge: 2,2 mm) im Scheitel der U-Probe kommt. Bei der Anwesenheit von Blei und Wismut in der Zinkschmelze sind die entstandenen Risse schon etwas länger und teilweise haben sich Nebenrisse gebildet. Ist Zinn in der Schmelze vorhanden, entstehen lange unverzweigte Risse mit einer Risslänge von bis zu 15,5 mm. Die Rissverläufe im metallographischen Querschliffe zeigen ebenfalls, dass es bei Anwesenheit von Zinn zur schnellen Rissbildung bzw. zum schnellen Risswachstum kommt, d.h. die Risswachstumsgeschwindigkeit ist relativ hoch. Letztendlich kann dies zu einem schlagartigen Bauteilversagen führen.

Weitere Untersuchungen mit dem Metallmikroskop an geätzten Proben zeigen, dass der Riss interkristallin verläuft. In Abb. 67 und 68 sind beispielhaft Aufnahmen mit dem Mikroskop zum Rissverlauf je einer zerrissenen U-Probe mit einer Traversengeschwindigkeit von $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$ und $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$ zusammengestellt.

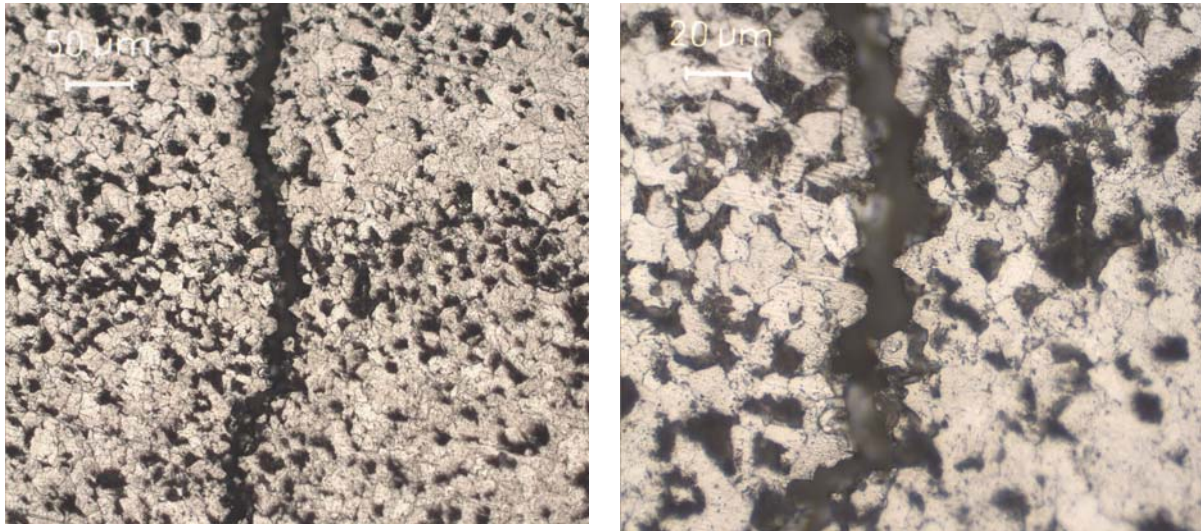


Abb. 67: Metallographischer Querschliff, Schmelze S3dK1 (0,9 % Sn, 0,3 % Pb , 0,08 % Bi, 0,05 % Al), Flussmittel K1, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$, 200-fache (links) und 500-fache (rechts) Vergrößerung

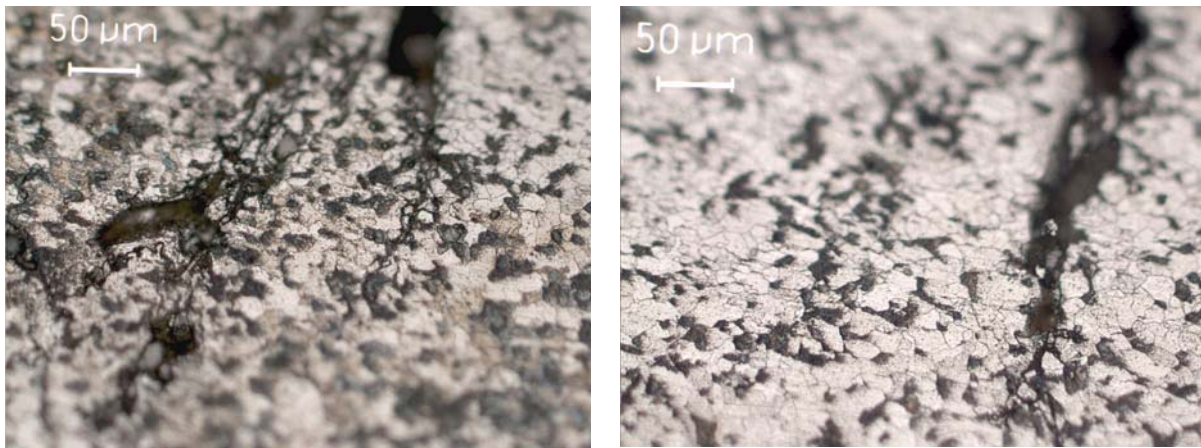


Abb. 68: Metallographischer Querschliff, Schmelze S2fK1 (Pb ges., 0,08 % Bi, 0,2 % Al), Flussmittel K1, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$, 200-fache Vergrößerung

Die, nach den Zugversuchen in den Zinkschmelzen und somit nach der Verzinkung, ermittelten Schichtdicken (Mittelwert aus 10 Messungen an jeweils einer Probe) sind in Abb. und aufgeführt. In Abb. 69 sind die Schichtdicken auf den Proben der lang-

samen Zugversuche ($v_T = 0,05 \text{ mm/s}$) und in Abb. 70 die der schnellen Zugversuche ($v_T = 1,0 \text{ mm/s}$) dargestellt.

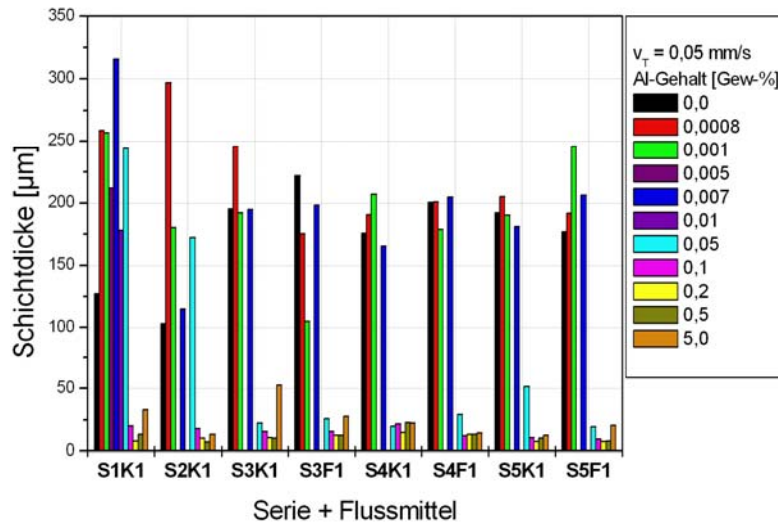


Abb. 69: Schichtdicken, Serie 1 – 5, Flussmittel K1 und F1, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$

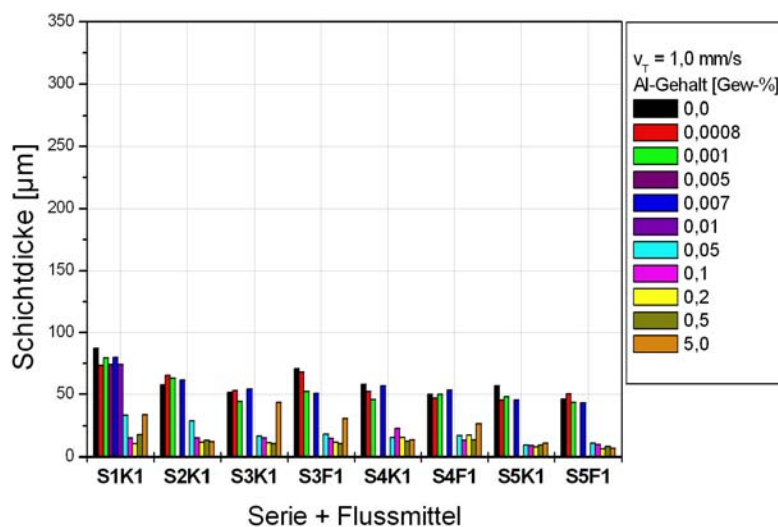


Abb. 70: Schichtdicken, Serie 1 – 5, Flussmittel K1 und F1, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$

Die Messungen der Schichtdicken zeigen, dass ein steigender Aluminium-Gehalt von bis zu 0,5 % zur Reduzierung der Schichtdicken führt. Oberhalb von 0,05 % Al in der Zinkschmelze tritt ein starker schichtdickenreduzierender Effekt auf. Aluminium-Gehalte von 5 % führen teilweise wieder zu einem Anstieg in den Schichtdicken. Bei der Bestimmung der Schichtdicken ist allerdings zu beachten, dass die U-Proben nach der Belastung bzw. nach der Rissbildung sofort aus der Zinkschmelze ausge-

schwenkt wurden und somit die Tauchzeiten der Proben in den unterschiedlichen Schmelzen nicht identisch sind.

Abschließend ist noch der Aluminium-Gehalt in den unterschiedlichen Zinkschmelzen analytisch mittels AAS bestimmt worden. Die Proben der unterschiedlichen Schmelzen wurden jeweils nach der Durchführung von 5 Zugversuchen entnommen. Da die Al-Gehalte allerdings teilweise unter der Nachweisgrenze des AAS lagen, könnten nur Gehalte ab 0,05 Gew.-% analysiert werden. In Tab. 11 sind die Ist-Zusammensetzungen der Zinkschmelzen mit einem Al-Gehalt ab 0,05 % Al zusammengestellt.

Tab. 11: Ist-Zusammensetzung der Zinkschmelzen

Serie	Schmelze	Al-Gehalt [Gew. %] Soll	Al-Gehalt [Gew. %] Ist
1	1d	0,05	0,05
	1e	0,1	0,09
	1f	0,2	0,19
	1g	0,5	0,49
	1z	5,0	3,44
2	2d	0,05	0,05
	2e	0,1	0,09
	2f	0,2	0,17
	2g	0,5	0,48
	2z	5,0	3,42
3	3d	0,05	0,05
	3e	0,1	0,86
	3f	0,2	0,2
	3g	0,5	0,48
	3z	5,0	3,71
4	4d	0,05	0,04
	4e	0,1	0,1
	4f	0,2	0,2
	4g	0,5	0,54
	4z	5,0	3,41
5	5d	0,05	0,05
	5e	0,1	0,1
	5f	0,2	0,19
	5g	0,5	0,63
	5z	5,0	3,32

Die Messungen zeigen, dass, mit Ausnahme von 5 % Al, und kleinen Abweichungen die Ist-Gehalte an Aluminium in den Zinkschmelzen den Soll-Werten entsprechen. Da Aluminium eine hohe Affinität zu Sauerstoff hat und schnell oxidiert, war es schwierig das gesamte Aluminium bzw. die Vorlegierung Zink mit 15 % Aluminium für einen Aluminium-Gehalt von 5 % in der Zinkschmelze komplett zu lösen ohne das das Aluminium mit dem Luftsauerstoff reagiert. Aus diesem Grund liegt der Aluminium-Gehalt der Schmelzen mit 5 % Al nur zwischen 3,4 % und 3,7 %.

2.2 Teilziel 2

Verwendung der Zuwendung

Einfluss des Aluminiums auf die Kesselwerkstoffe

2.2.1 Durchgeführte Arbeiten

Als Kesselwerkstoff wurde der weiche Sonderbaustahl VZH verwendet. Die Zusammensetzung ist folgende:

Element	C	Si	Mn	P	S	Al	Cu
Gehalt [%]	≤ 0,10	≤ 0,03	≤ 0,50	≤ 0,030	≤ 0,030	≤ 0,035	≤ 0,20

Die Probenabmessungen waren 100 x 500 mm (Probenoberfläche 250 cm²). Es wurden pro Schmelze je 3 Proben ausgelagert. Die beiden Schmelzen waren

- Schmelze 1: 0,5 % Al, 0,9 % Sn, 0,3 % Pb und 0,08 % Bi
- Schmelze 2: 0,1 % Al, 0,9 % Sn, 0,3 % Pb und 0,08 % Bi

Dazu benötigt und eingesetzt:

- wissenschaftlich-technisches Personal

(Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)

Die Auslagerung des Kesselwerkstoffs in dem Arbeitspaket 2 wurde von einer wissenschaftlichen Mitarbeiterin (halbtags beschäftigt mit 21 Wochenarbeitsstunden) betreut und von einer Hilfskraft unterstützt.

2.2.2 Erzielte Ergebnisse

In den Abb. 71 bis 74 sieht man beispielhaft für die Schmelze 1 die Proben vor und nach der Auslagerung. Die Abtragsrate beträgt im Durchschnitt 120 g/m²·d (Tab. 12).

Tab. 12: Abtragsraten Kesselwerkstoff

Schmelze	Abtragsrate
1	120 g/m ² ·d
2	118 g/m ² ·d

Das entspricht einem Massenverlust von ca. 6% in 6 Wochen. Dabei sind nur geringfügige Unterschiede zwischen den Aluminiumgehalten festgestellt worden.

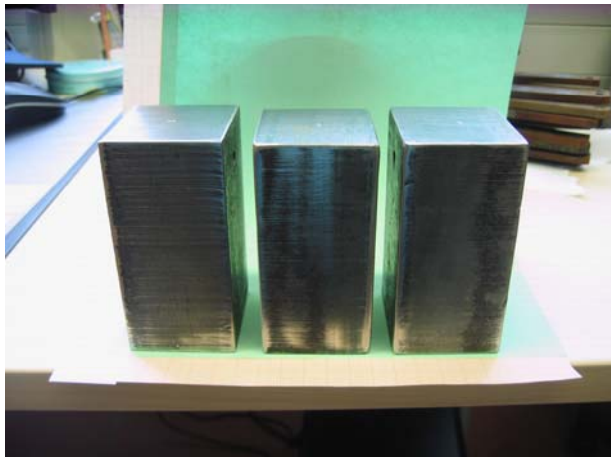


Abb. 71: Kesselwerkstoff



Abb. 72:

Proben nach der Auslagerung in der Schmelze 1 - mit Zink



Abb. 73:
Proben nach der Auslagerung in der Schmelze 1 - ohne Zink



Abb. 74: Proben nach dem Beizen

2.3 Teilziel 3

Verwendung der Zuwendung

Optimierung des Flussmittels

- Konventionelles Flussmittel
- Modifiziertes konventionelles Flussmittel
- Verbesserung der Benetzbarkeit durch saubere Stahloberflächen

2.3.1 Durchgeführte Arbeiten

Dazu benötigt und eingesetzt:

wissenschaftlich-technisches Personal

(Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)

Eine weitere wissenschaftliche Mitarbeiterin hat, mit Unterstützung der Hilfskraft, während Ihrer gesamten Arbeitszeit (halbtags beschäftigt mit 21 Wochenarbeitsstunden) Versuche zur Optimierung des Flussmittels durchgeführt und ausgewertet.

2.3.1.1 Versuchsdurchführung

Das Probenmaterial ist ein Feinblech DC 0,1-A mit den Abmessungen 1 x 50 x 20 mm (Abb. 76). Die chemische Zusammensetzung ist wie folgt:

Element	C	Si	Mn	P	S	Al
Gehalt [%]	0,032	0,012	0,210	0,011	0,0060	0,034

Des Weiteren wurden Stahlproben von dem Material S 355 J2G3 mit der Abmessung 6 x 50 x 20 verwendet; die Zusammensetzung ist folgende:

Element	C	Si	Mn	P	S	Al	Cu
Gehalt [%]	0,092	0,198	1,32	0,020	<0,010	0,036	0,055

Der größte Teil der Versuche zur Optimierung des Flussmittels wurden mit dem Stahl DC 0,1-A durchgeführt. Wenn Versuche mit S 355 durchgeführt wurden, wird dieses extra angeführt.

Es wurden Zinkschmelzen mit unterschiedlichen Legierungselementen verwendet. Die einzelnen Zusammensetzungen für die Versuche sind in Tab. 13 aufgeführt.

Tab. 13: Übersicht verwendeter Zinkschmelzen

Feinzink	Aluminium	Bismut	Blei
X			
X	0,01 %		
X	0,1 %		
X	0,1 %	0,1 %	0,3 %
X	0,1 %		gesättigt

Die verschiedenen Flussmittelzusammensetzungen sind in Tab. 14 aufgeführt. Es wurden 3 unterschiedliche Konzentrationsverhältnisse von Zinkchlorid und Ammoniumchlorid untersucht. Die Salze wurden im Wasser gelöst. Nach dem Austauchen des Verzinkungsgutes aus dem Flussmittelbad wird dieses getrocknet. Das Wasser verdunstet und zurück bleibt auf der Oberfläche ein Salzfilm. Abhängig von der Zusammensetzung des Flussmittelbades gibt es zwei Eutektika der Salzschnmelze; das Eutektikum E_1 mit ca. 12% Masse NH_4Cl und das Eutektikum E_2 bei ca. 26-27 % Masse NH_4Cl (Abb. 75).

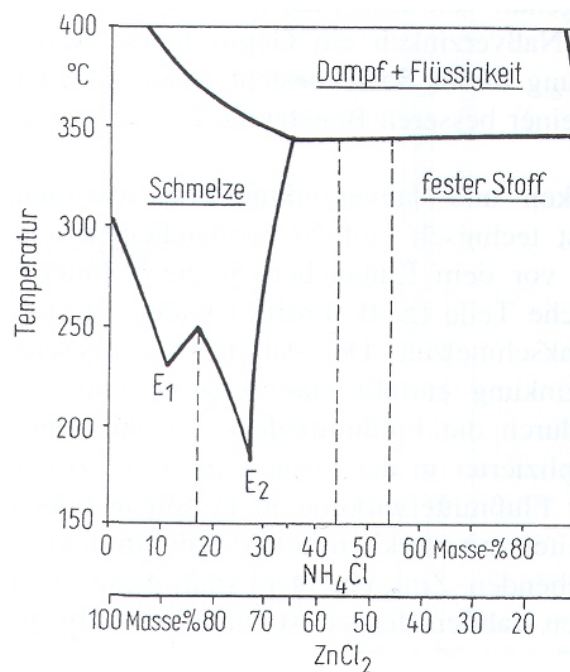


Abb. 75: Das binäre System $\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ nach Hachmeister [1]

Tab. 14: Übersicht verwendeter kommerzieller Flussmittel

Flussmittel	Verhältnis ZnCl_2 / NH_4Cl	Salzgehalt [g/l]
F1	88 / 12	250
F2	88 / 12	375
F3	88 / 12	500
F4	73 / 27	250
F5	73 / 27	375
F6	73 / 27	500
F7	40 / 60	250
F8	40 / 60	375
F9	40 / 60	500
K1	50 / 50	500
K2	60 / 40	500
K3	95 / 5	500
K4	Zusätze von Alkalichlorid als Ersatz von NH_4Cl	500

Daher wurden die Zusammensetzungen für das Gemisch ZnCl / NH_4Cl auf 88 / 12 und 73 / 27 festgelegt. Das Verhältnis 40 zu 60 ist eine seit Jahrzehnten in der Verzinkungsindustrie übliche Zusammensetzung.

Die Flussmittel K1 bis K4 sind kommerzielle Produkte. In den ersten Versuchen zur Optimierung des Flussmittels wurden alle aufgelistet Flussmittel verwendet. In den weiteren darauf folgenden Versuchen (ab Kapitel 2.3.2.5) wurde immer 10 g/l Eisen in Form von Eisen(II)-chlorid hinzu gegeben und die Anzahl der Flussmittel reduziert.

Die verwendete alkalische Entfettung und der Inhibitor für die Beize stammen von derselben Firma, die auch die Flussmittel stellte. Im Verzinkungssofen (Abb. 77) befindet sich ein Keramikschmelztiegel Typ „Hohe Form“ mit einem Volumen von 50 ml. Die standardmäßige Vorbehandlung der Stahlproben ist wie folgt durchgeführt worden:

- | | |
|--|---------------------|
| 1. Alkalische Entfettung (5%); 50 – 80°C; rühren | 10 min |
| 2. Wasserbad (dest. Wasser); RT, schwenken | 1 min |
| 3. Abblasen | |
| 4. Inhibierte Beize (15% Salzsäure + 1% Inhibitor), RT, rühren | 10 min |
| 5. Wasserbad (dest. Wasser), RT, schwenken | 1 min |
| 6. Abblasen | |
| 7. Wiegen | |
| 8. Flussmittelbad (verschiedene); RT, rühren | 5 min |
| 9. Trockenofen 120°C | mind. 30 min |
| 10. Feuerverzinken; 440-460°C | 3 min |
| 11. Lufttrocknung | |

Die Proben wurden schräg und langsam in die Zinkschmelze eingetaucht, um den wahren Verzinkungsvorgang zu simulieren.



Abb. 76: Proben (1 x 50 x 20 mm) des Stahls DC 0,1-A vor dem Verzinken



Abb. 77: Verzinkungsofen mit Temperatursteuerung

Um Aussagen über den Einfluss des Flussmittels treffen zu können, wurde bei jedem Versuch jeweils pro Flussmittel 10 Proben des Stahl DC 0,1-A vorbehandelt und verzinkt und sie anschließend statistisch ausgewertet.

Nach dem Abkühlen der Proben erfolgten die Messung der Schichtdicke mit einem magnetinduktiven Verfahren und die fotografische Dokumentation. Zusätzlich wurde von allen Proben ein ca. 0,5 cm breiter Streifen abgeschnitten und eingebettet, um einen metallographischen Schliff, für die Beurteilung der Verzinkungsqualität, vorzunehmen.

2.3.2 Erzielte Ergebnisse

Bei den Untersuchungen zur Optimierung des Flussmittels hat sich herausgestellt, dass häufig Fehler in der Zinkschicht aufgetreten sind, wie z.B. Risse, größere Fehlstellen, Abplatzen des Zinkes und keiner Haftung des Zinks mit der Oberfläche. Es sind dabei Unterschiede in den Flussmittel erkennbar. Hierfür wurde die Fehlerquote eingeführt. Bei unterschiedlichen aluminiumhaltigen Zinkschmelzen bringt F1 (Verhältnis $\text{ZnCl}_2/\text{NH}_4\text{Cl}$ 88/12, Salzgehalt 250 g/l) relativ gleichmäßige Fehlerquoten für den Stahl DC 0,1 A. Das Flussmittel hat einen geringen NH_4Cl -Gehalt und einen Salzgehalt von 250 g/l.

Ebenso wurde für den Stahl S355 J2G3 in bleigesättigter Zinkschmelze mit 0,1 % Al ein gutes Ergebnis erzielt. Untersuchungen der Salzsäuremelze haben ergeben, dass bei dem Flussmittel F1 die geringste Salzmenge nach dem Trocknen auf den Proben bleibt. Es scheint, dass ein hoher Zink- und ein niedriger Ammonium-Anteil im Flussmittel sich positiv auf das Verzinkungsverhalten auswirken.

2.3.2.1 Vorbetrachtungen

a) Um festzustellen, ob in der Zinkschmelze das Aluminium gleichmäßig verteilt ist, wurde von einer verwendeten, erstarrten Zinkschmelze mit einem theoretischen Gehalt von 0,1 % Aluminium Proben von verschiedenen Stellen entnommen und aufgelöst. Anschließend wurde der Aluminium-Gehalt analytisch bestimmt. Die Verteilung in der Schmelze ist in Abb. 78 grafisch dargestellt. Es zeigte sich, dass eine gleichmäßige Verteilung in der Schmelze vorhanden ist (Messgenauigkeit $\pm 0,01$ %). Somit lässt sich eine ungleichmäßige Verteilung als Fehlerquelle ausschließen.

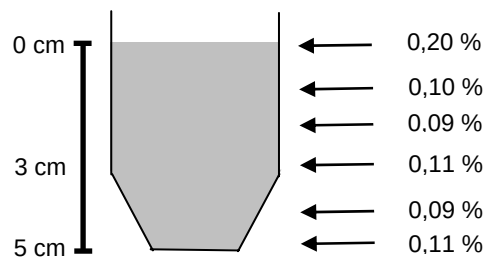


Abb. 78: Verteilung Aluminium in der Zinkschmelze, Soll-Wert: 0,1 % Aluminium

b) Es wurde der Temperaturgradient in der Zinkschmelze beim Eintauchen der Probe ermittelt. Dabei wurden mehrere Proben mit 1 mm und 6 mm Dicke eingetaucht und die Temperatur in der Zinkschmelze an mehreren Stellen gemessen. Dabei zeigte sich, dass beim Eintauchen der 1 mm-Proben keine Unterschiede gemessen wurden. Bei den 6 mm-Proben sinkt die Temperatur der Schmelze von 450 °C auf ca. 430 °C ab, nach etwa 4 min. Eintauchzeit ist die Temperatur im gesamten Tiegel wieder bei 450 °C.

c) Zweck der weiteren Vorbetrachtung ist es gewesen, zuerst durch die 24-stündige Trocknung bei 180°C den gesamten Wasserstoff aus der Probe auszutreiben und sie anschließend zu verzinken. Es soll ausgeschlossen werden, dass die Fehlstellen in der Verzinkungsschicht nicht nur durch den Wasserstoff aus dem Beizvorgang verursacht werden. Die metallographische Untersuchungen (Abb. 79) haben ergeben, dass die Verzinkung ebenfalls fehlerbehaftet und somit der Einfluss des Aluminiums in der Zinkschmelze eine Ursache ist. Die erzeugten Schichtdicken liegen zwischen 45 und 96 µm.

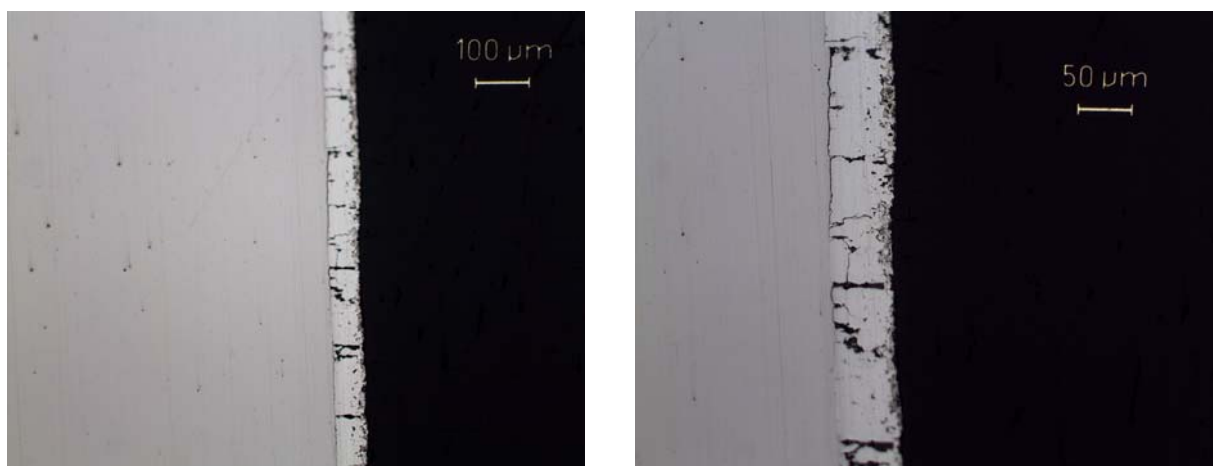


Abb. 79: links: metallographischer Schliff – 100fache Vergrößerung; rechts: 200fache Vergrößerung

2.3.2.2 Feinzinkschmelze

Die in der Feinzinkschmelze verzinkten Proben mit Standardvorbehandlung zeigen eine Schichtdicke von 23 – 34 μm auf. Die geätzten Schliffbilder der metallographischen Untersuchung sind in Abb. 80 zu sehen. Die Zinkschicht ist gleichmäßig. Es ist der typische Aufbau einer Eisen-Zink-Legierungsschicht mit den verschiedenen Phasen zu erkennen.

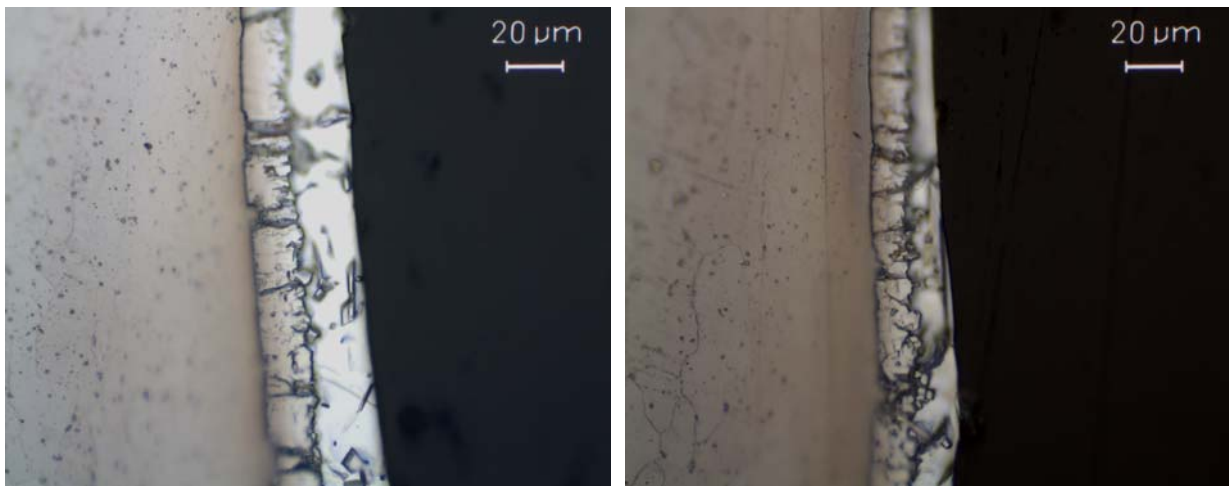


Abb. 80: Metallographischer Schliff zweier verzinkter Probe, Feinzink, geätzt, 500fache Vergrößerung (links: Flussmittel 7, rechts: Flussmittel 9)

2.3.2.3 Zinkschmelze mit 0,1 % Aluminium

Es wurde überprüft, ob es Unterschiede in der Verzinkungsqualität gibt, wenn man das Flussmittel „trocknet“ oder „nicht trocknet“.

Nach dem Verzinken wurden die Schichtdicken gemessen, gemittelt und in Abb. 81 dargestellt. Hierbei wurde festgestellt, dass die niedrigsten Verzinkungsdicken von ca. 40 μm mit dem kommerziellen Flussmittel K1 erreicht wurden. Ebenso fiel bei der Verwendung der meisten Flussmittel auf, dass die erreichten Zinkschichtdicken, nach dem Trocknen des Flussmittels bei 120°C, geringer sind als ohne Trocknung.

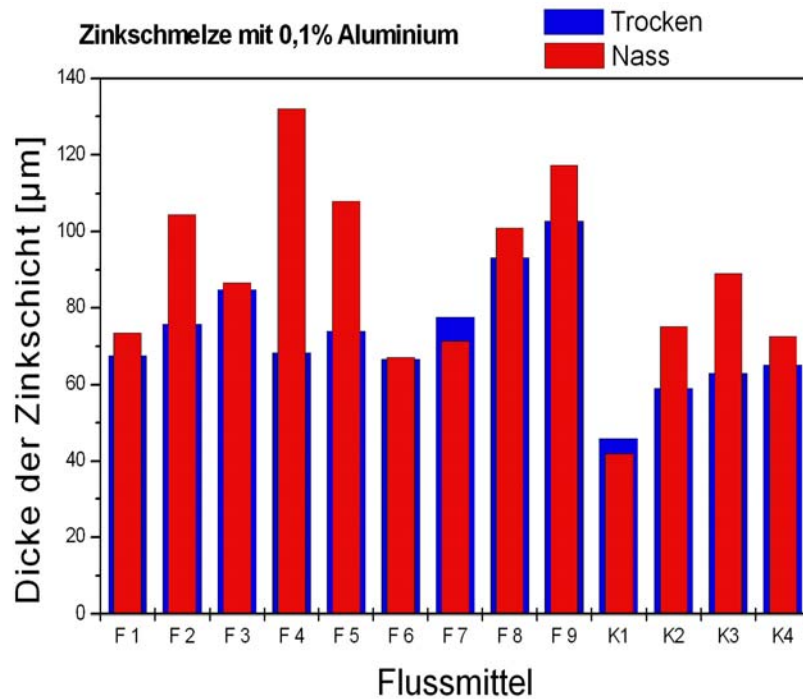


Abb. 81: mittlere Zinkschichtdicken der verzinkten Stahlproben; vorbehandelt mit verschiedenen Flussmitteln, Zinkschmelze mit 0,1% Al

In Abb. 82 und 83 sind beispielhaft Proben abgebildet sind. Teilweise sieht man an den Proben schwarze Stellen, die nicht verzinkt wurden. Einige Proben mit schwarzen Stellen wurden mit Hilfe des Rasterelektronenmikroskops untersucht und EDX-Analysen durchgeführt.

In Abb. 84a bis f ist beispielhaft für eine Probe eine REM-Aufnahme mit dazugehöriger EDX-Analyse abgebildet. Auf dem unverzinkten Bereich EDX 2 bis 5 wurde Aluminium, Eisen, Sauerstoff und auch Chlor gefunden. Das lässt darauf schließen, dass sich Aluminiumchlorid und -oxid auf der Stahloberfläche bildet, diese inhibiert und das Zink nicht mit dem Eisen reagieren kann.

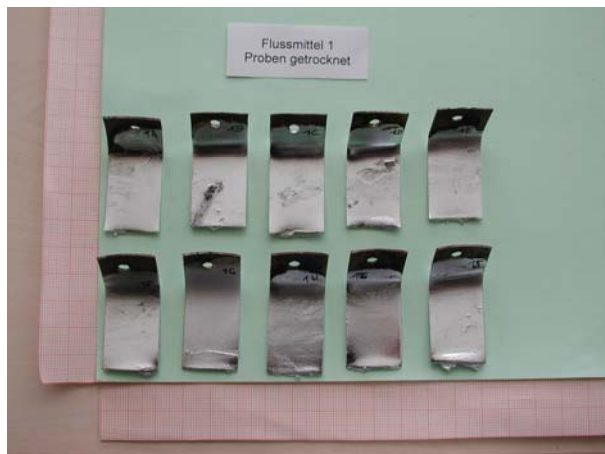


Abb. 82:
Verzinkte Proben, vorbehandelt mit
Flussmittel 1, getrocknet- Vorderseite



Abb. 83:
Verzinkte Proben, vorbehandelt mit
Flussmittel 6, getrocknet- Vorderseite

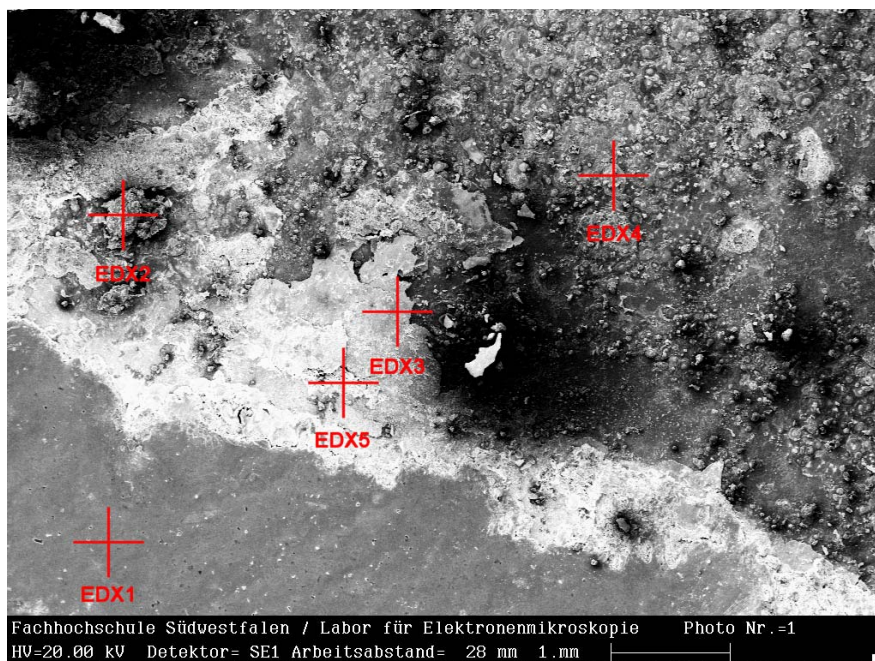


Abb. 84a: REM-Aufnahme einer verzinkten Probe nach Vorbehandlung mit Flussmittel 2, getrocknet / EDX 1 – 5

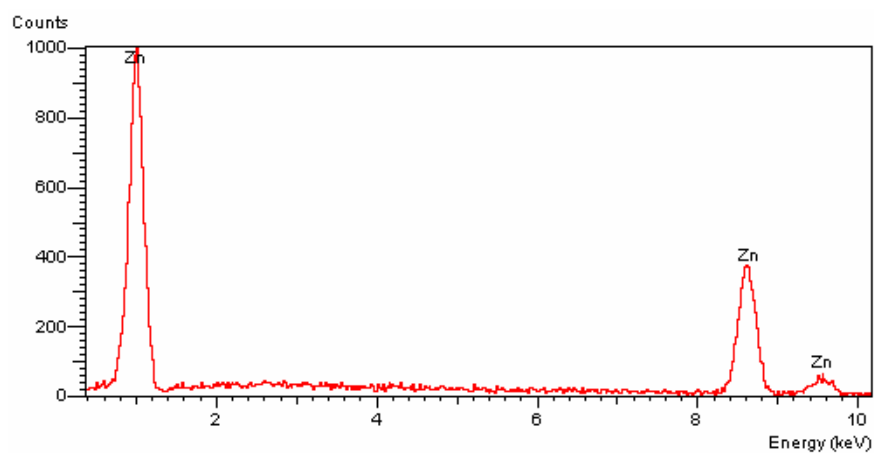


Abb. 84b: EDX 1 - Auf dem Zinküberzug

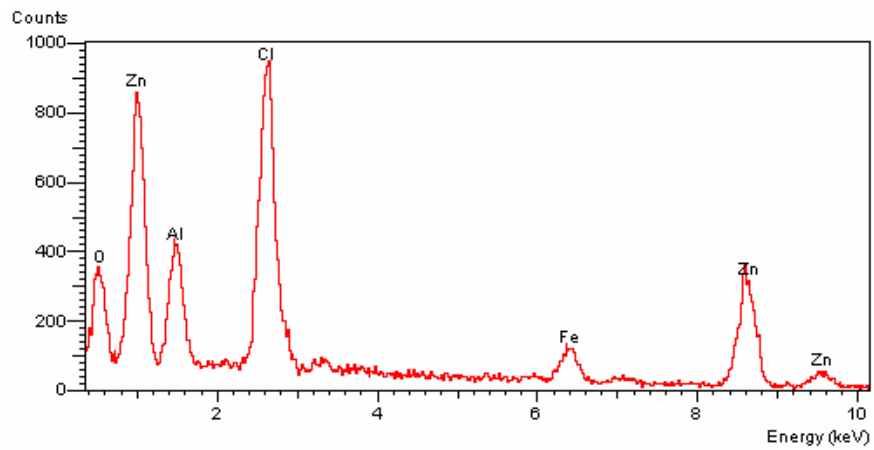


Abb. 84c: EDX 2 - Übergang in den nicht verzinkten Bereich

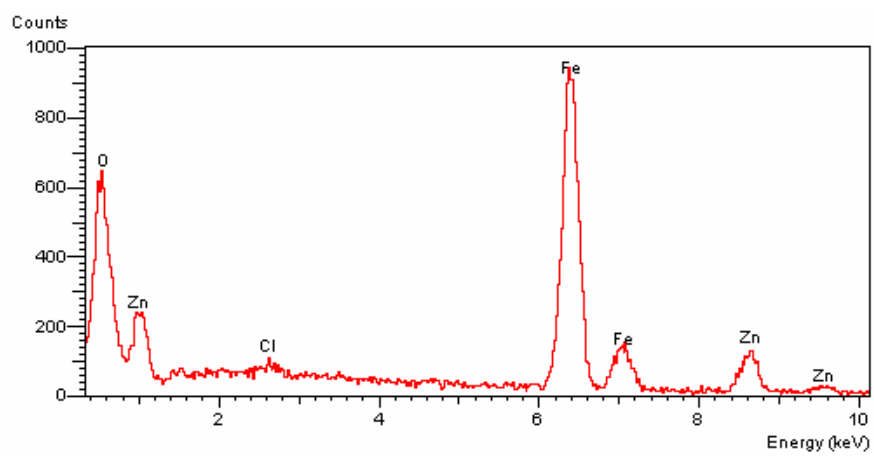


Abb. 84d: EDX 3 - Im nicht verzinkten Bereich

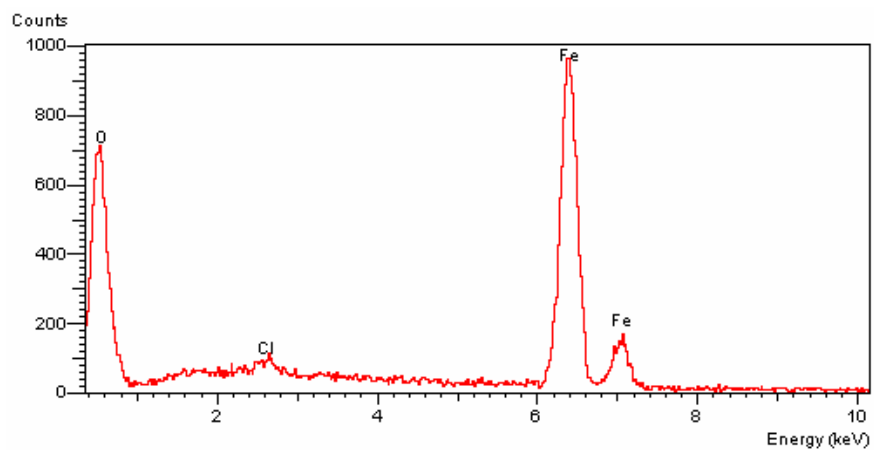


Abb. 84e: EDX 4 - Im nicht verzinkten Bereich

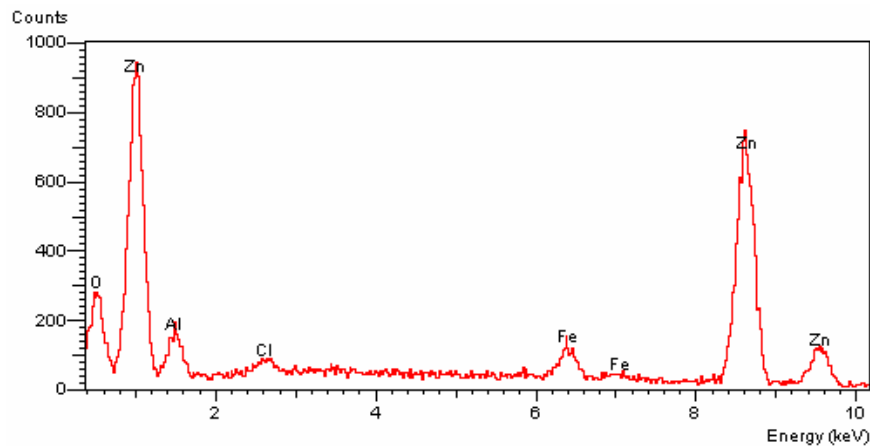


Abb. 84f: EDX 5 – Übergang vom verzinkten in den nicht verzinkten Bereich

Bei den metallographischen Untersuchungen hat sich herausgestellt, dass häufig Fehler in der Zinkschicht aufgetreten sind, wie z.B. Risse, größere Fehlstellen, Abplatzen des Zinkes und einer Nicht- Verschmelzung des Zinks mit der Stahloberfläche.

Um die Qualität der Verzinkung nach den unterschiedlichen Vorbehandlungen vergleichen zu können, wurde eine Fehlerquote für jedes Flussmittel bestimmt:

Fehlerquote = Gesamtanzahl der Proben mit Fehlern x Kategorie der Fehler

Es wurden insgesamt drei Kategorien an Fehler in der Zinkschicht festgelegt. Kategorie 1 zeigt Risse und wenige Fehlstellen in der Schicht auf (Abb. 85). Bei Kategorie 2 ist eine geringe Haftung des Überzuges festzustellen und viele Fehlstellen in der Schicht zu sehen (Abb. 86). Bei Kategorie 3 ist ein Abplatzen der Schicht zu sehen oder es hat sich teilweise keine Schicht ausgebildet (Abb. 87).

Pro Versuchsvariante (Flussmittel, Zinkschmelze, Trocknungsoption) wurden 10 Proben verzinkt. Es zählen für die Quote alle Proben, die Fehler aufweisen. Der beste zu erreichende Wert liegt bei 0 (keine Fehler bei allen Proben) und der schlechteste Wert liegt bei 30 (Kategorie 3 bei allen 10 Proben).

Beispiele

Flussmittel 1: Anzahl Proben mit Fehlern: 7, Kategorie: 2 → Fehlerquote: 14

Flussmittel 6: Anzahl Proben mit Fehlern: 9, Kategorie: 3 → Fehlerquote: 27

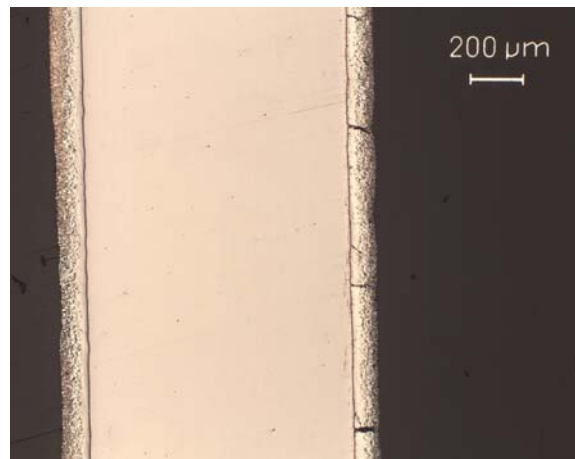


Abb. 85: Kategorie 1: Risse, wenige Fehlstellen

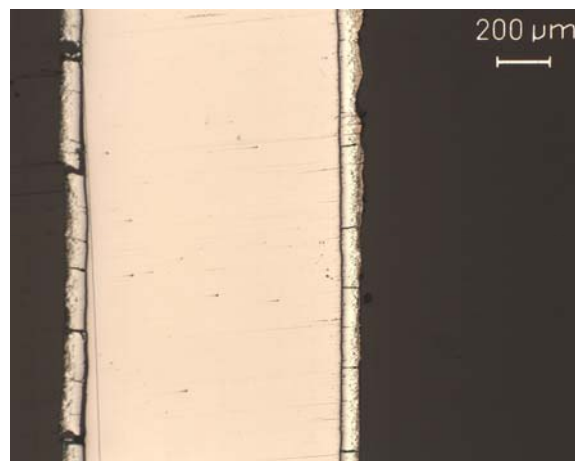
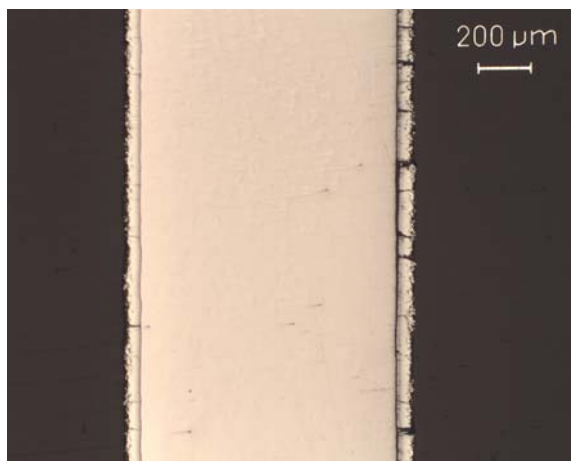


Abb. 86: Kategorie 2: geringe Haftung der Zinkschicht, etliche Fehlstellen

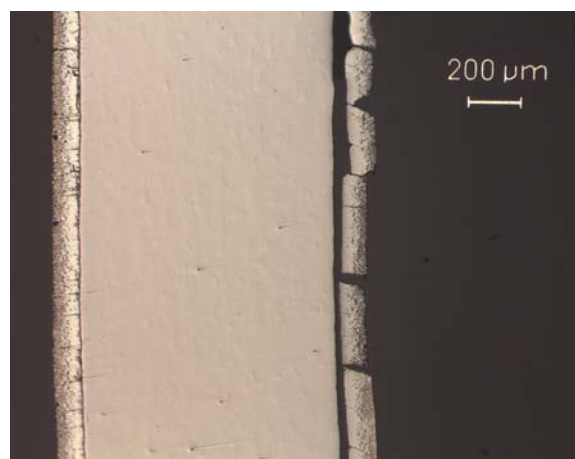
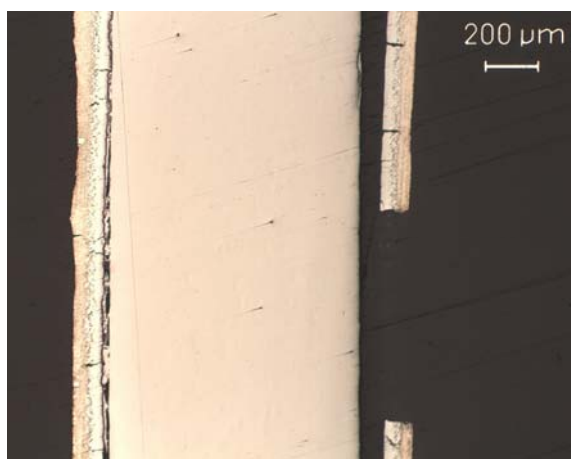


Abb. 87: Kategorie 3: Abplatzen der Zinkschicht, keine Schicht vorhanden

In Abb. 88 wird durch die Quote der Unterschied zwischen der Ungetrocknet- und Trockenverzinkung verdeutlicht. Die Nicht-Trocknung des Flussmittels bringt in diesen Versuchen eine schlechtere Qualität der Zinküberzüge hervor als die Trocknung

des Flussmittels. Die weiteren Versuche laufen daher immer mit der Trocknung des Flussmittels weiter. Aus der Quote lässt sich ebenfalls erkennen, dass die Flussmittel F1 und F7 einen positiven Einfluss auf die Qualität der Zinküberzüge haben, ebenso das Flussmittel K1.

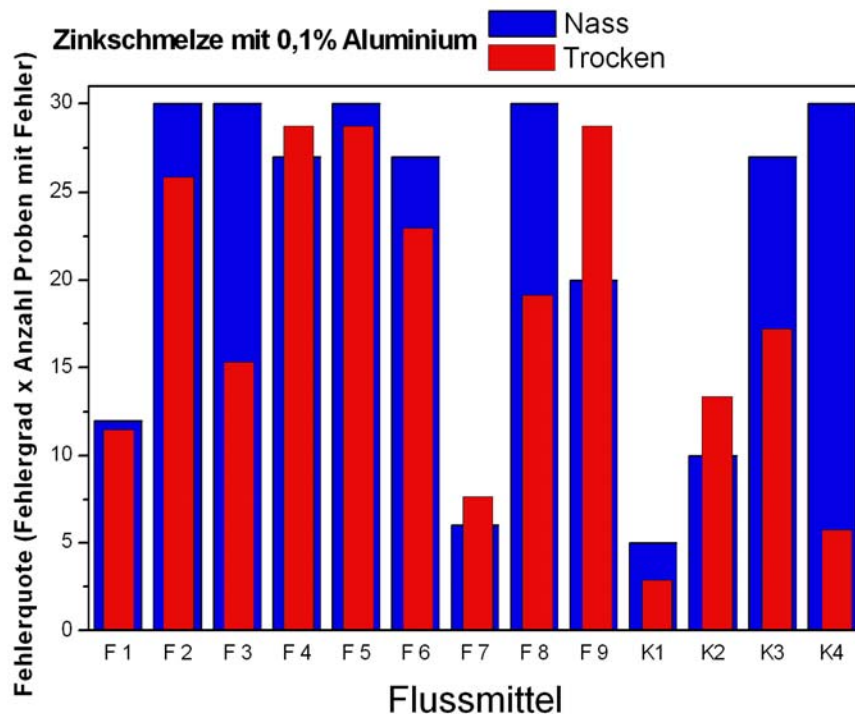


Abb. 88: Ermittelte Fehlerquote der Zinkschichten nach der Vorbehandlung mit den unterschiedlichen Flussmittel (getrocknet/ nicht getrocknet)

2.3.2.4 Zinkschmelze mit 0,01% Aluminium

Es sollte überprüft werden, ob mit einem geringen Aluminiumanteil in der Schmelze 1. geringere Überzugsdicken erzeugt und 2. auch dann noch Fehler im Überzug entstehen.

Die Mittelwerte der gemessenen Zinkschichtdicken sind in Abb. 89 dargestellt. Es zeigt, dass mit Flussmittel 7 die geringsten Zinkschichtdicken erzeugt wurden. Es sind wieder Proben zu finden, die schwarze, nicht verzinkte Stellen aufweisen. Die besten Verzinkungsergebnisse wurden mit F1 und F7 erzielt (Abb. 90). Das korreliert mit den Ergebnissen aus den Versuchen mit 0,1% Aluminium.

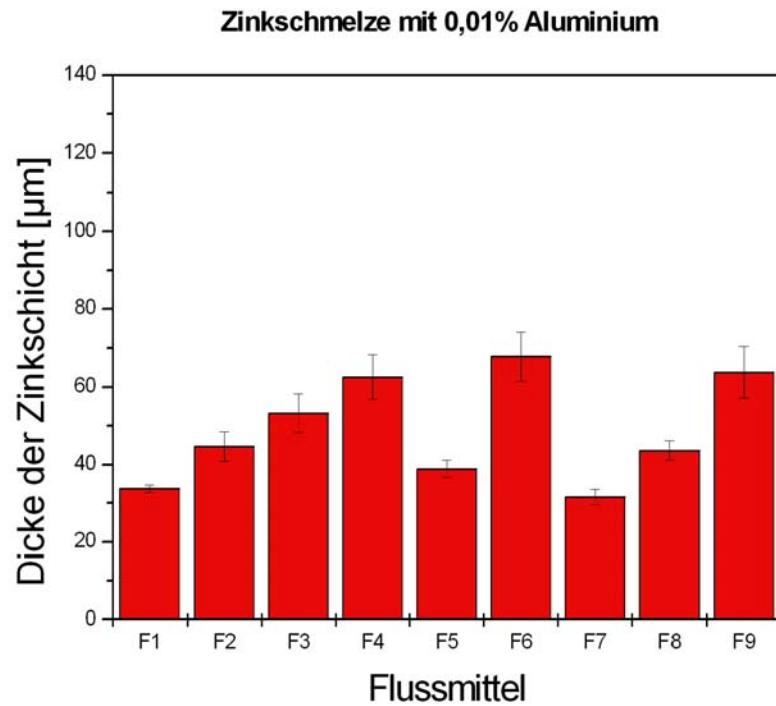


Abb. 89: mittlere Zinkschichtdicken der verzinkten Stahlproben; vorbehandelt mit verschiedenen Flussmitteln, Zinkschmelze mit 0,01% Al

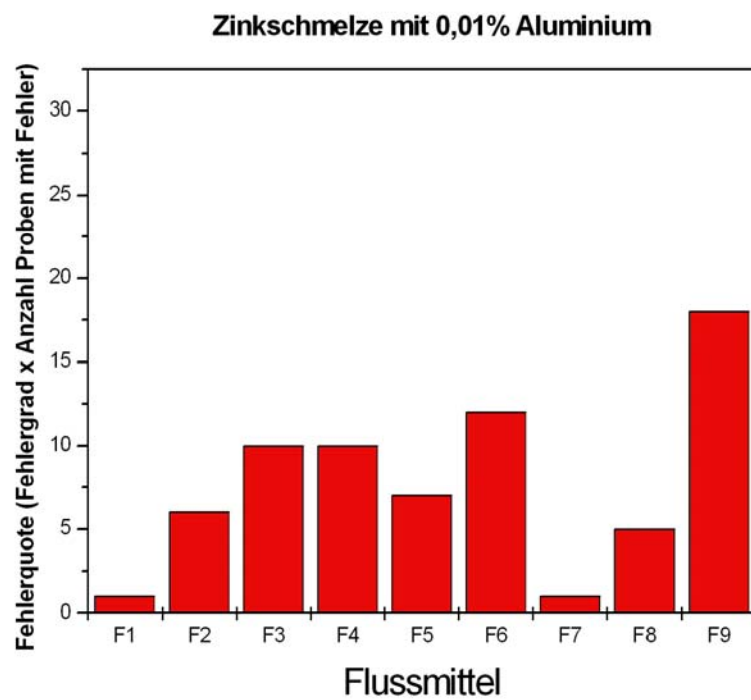


Abb. 90: Fehlerquote der Zinkschichten mit 0,01% Aluminium in der Zinkschmelze

2.3.2.5 Weitere Legierungselemente

Für weitere Versuche wurde zu der Zinkschmelze neben Aluminium, auch 0,3 % Blei und 0,1 % Bismut hinzulegiert. Des Weiteren wurde eine Zinkschmelze mit Blei gesättigt. Der Aluminiumgehalt betrug immer 0,1 % Aluminium.

Ebenso wurde zu den Flussmitteln 10 g/l Fe^{2+} in Form von Eisen(II)-chlorid-Tetrahydrat hinzu gegeben. Dabei wurden die Flussmittel mit einem Gehalt von 375 g/l vom Versuchsplan gestrichen, weil man fast die gleichen Ergebnisse erzielt hat wie mit 500 g/l.

Es fällt auf, dass die Überzugsdicken (Abb. 91) im Gegensatz zu den ersten Versuchen, ohne Blei und Bismut, mit wenigen Ausnahmen abnehmen. Im Vergleich zu den ersten Versuchen mit 0,1% Aluminium wurden hier bessere Ergebnisse erzielt, zu sehen anhand der niedrigeren Fehlerquoten in Abb. 92. Bei unterschiedlichen aluminiumhaltigen Zinkschmelzen bringt F1 relativ gleichmäßige Fehlerquoten für den Stahl DC 0,1 A.

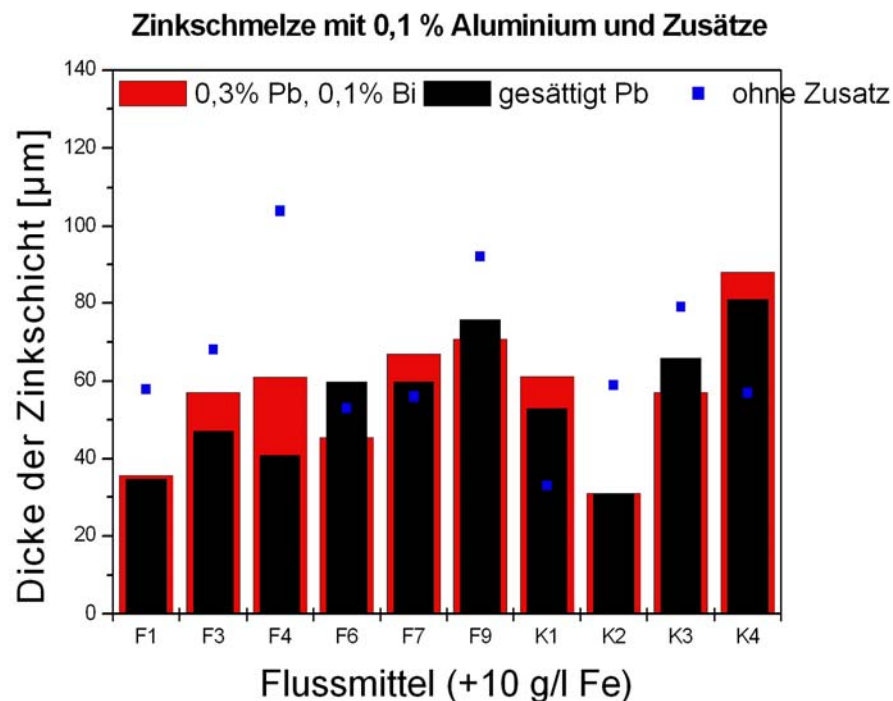


Abb. 91: Zinkschichtdicken nach Vorbehandlung mit Flussmitteln in unterschiedlichen Zinkschmelzen

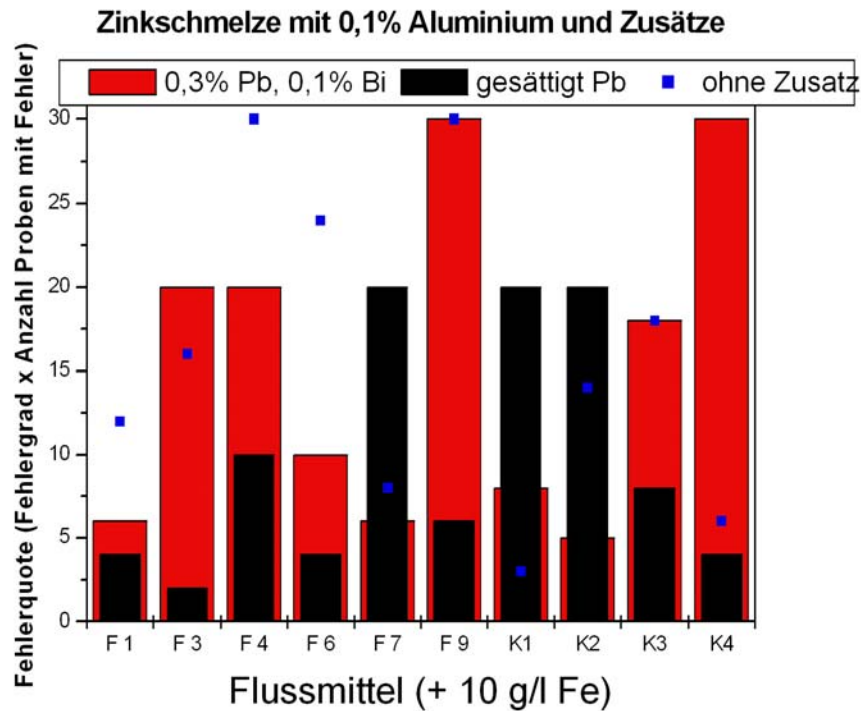


Abb. 92: Fehlerquoten nach Vorbehandlung mit Flussmitteln in unterschiedlichen Zinkschmelzen

Neben dem Vergleich mit einer weiteren Zinkschmelze sollen auch Unterschiede zwischen 2 verschiedenen Probendicken untersucht werden. Dazu wurden je 5 Proben des Stahls S 355 J2G2 verzinkt und beurteilt.

In Abb. 93 und 94 sind die Zinkschichtdicken und die Fehlerquoten der bleigesättigten Schmelze mit den beiden Stahlsorten abgebildet. Auch bei den dickeren Proben aus dem Stahl S 355 J2G3 zeigt sich das Flussmittel F1 als am besten geeignet. Der Zinküberzug ist gering ($\geq 20 \mu\text{m}$) und die Fehlerquote ist mit am kleinsten.

Das Flussmittel F1 hat einen geringen NH_4Cl -Gehalt und einen Salzgehalt von 250 g/l. Aus der Literatur geht hervor [1], dass hohe Anteile von Ammoniumchlorid im Flussmittel die Benetzungsfähigkeit auf Stahl verringern können, ebenso ist die Beizfähigkeit mit einem hohen Zinkchlorid-Gehalt stärker.

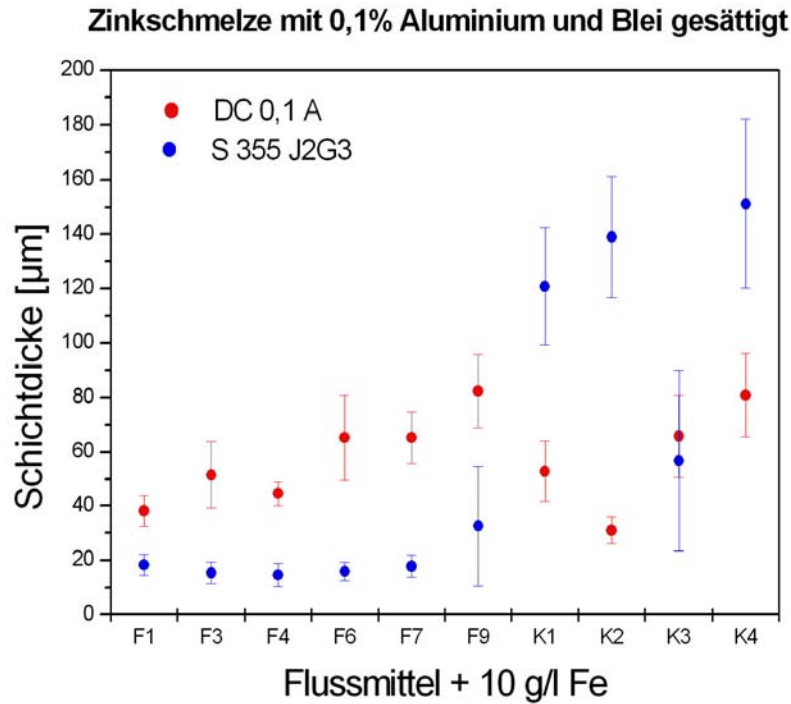


Abb. 93: Schichtdicken nach Vorbehandlung mit unterschiedlichen Flussmitteln

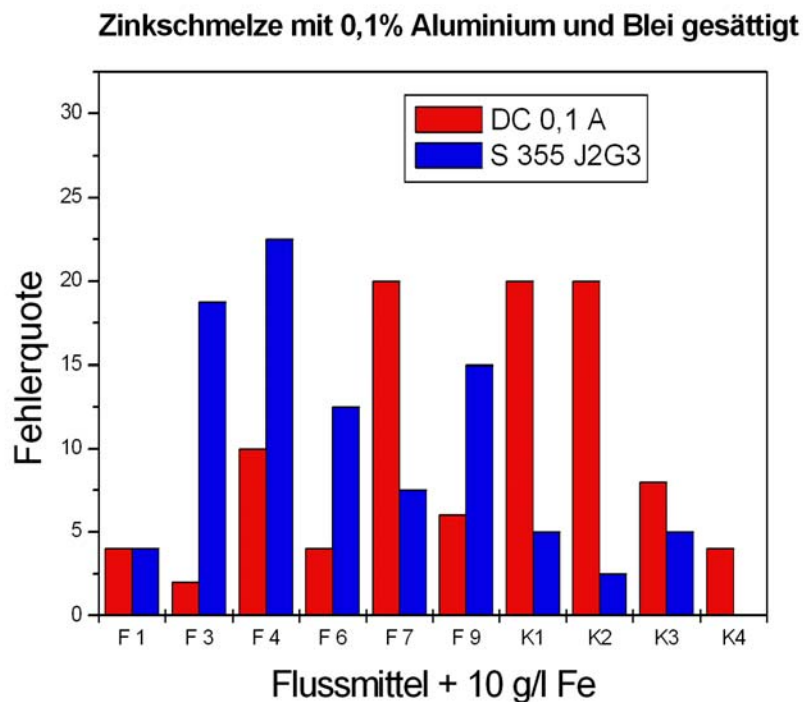


Abb. 94: Fehlerquoten nach Vorbehandlung mit unterschiedlichen Flussmitteln

In Abb. 95 sind die Zinkschichtdicken nach der Verzinkung mit bleigesättigter Zinkschmelze und unterschiedlichen Aluminiumgehalten für den Stahl S 355 abgebildet. Mit F1 erzielt man Schichtdicken von ca. 20 µm bei einem Al-Gehalt von 0,1%; bei

0,01% Al liegen sie bei ca. 80 μm . Ohne Aluminium in der Schmelze erzeugte man Dicken von 40 μm . Die Tauchzeit betrug je 8 min.

Das Schichtdicken-Minimum liegt mit einem Al-Gehalt von 0,1% bei 0,2 % Si im Stahl (Abb. 96). Nach Horstmann bildet sich beim Angriff aluminiumhaltiger Zinkschmelzen auf Eisen auf der Eisenoberfläche zunächst eine Schicht der Eisen-Aluminium-Verbindung Al_5Fe_2 , die eine starke Hemmwirkung ausübt (Abb. 97). Diese Hemmwirkung bricht nach einer bestimmten Zeit zusammen, deren Dauer vom Al-Gehalt und von der Temperatur des Zinkbades abhängt. Danach findet ein zunächst sehr starker Zinkangriff statt. [3]

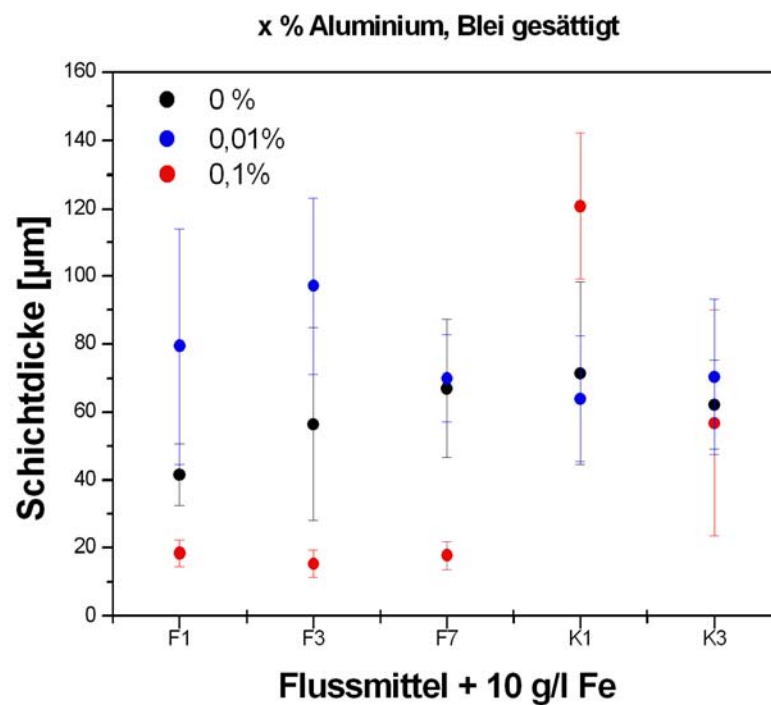


Abb. 95: S 355; verschiedene Al-Gehalte in Zinkschmelze

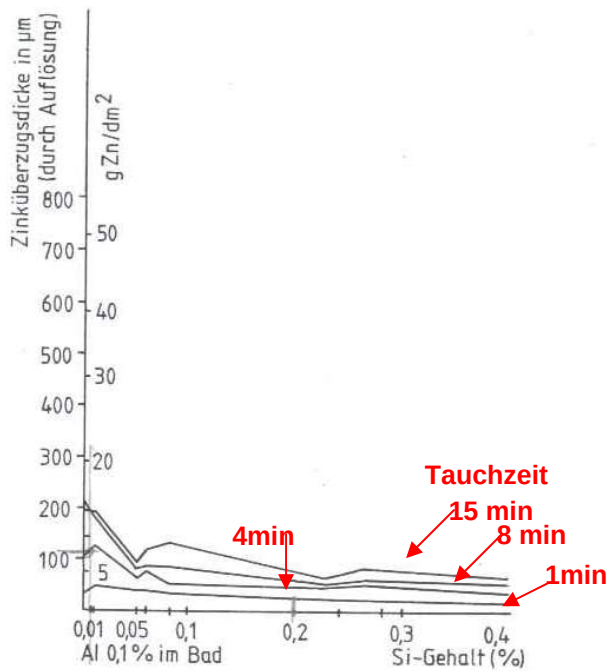


Abb. 96:

Zinküberzugsdicke in Abhängigkeit vom Si-Gehalt im Stahl bei 0,1% Al im Bad [4]

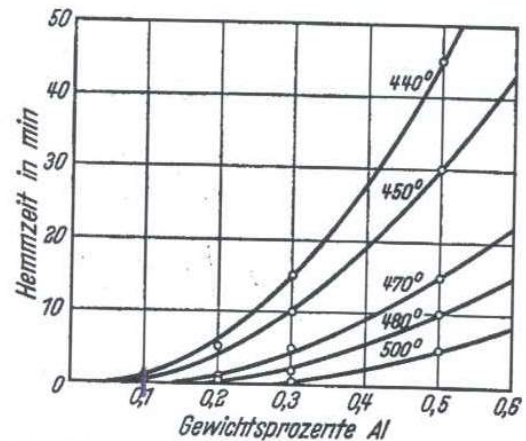


Abb. 97:

Abhängigkeit der Hemmzeit vom Aluminium-Gehalt des Zinkbades bei verschiedenen Temperaturen [3]

2.3.2.6 Untersuchungen der Randbedingungen

Ein Einfluss der Flussmittel-Temperatur, sowie der Trocknungstemperatur und des Flussmittel-Eisengehaltes sollte noch in weiteren Versuchen überprüft werden. Dabei wurden jedoch nur Versuche mit einem reduzierten Flussmittel-Programm gemacht.

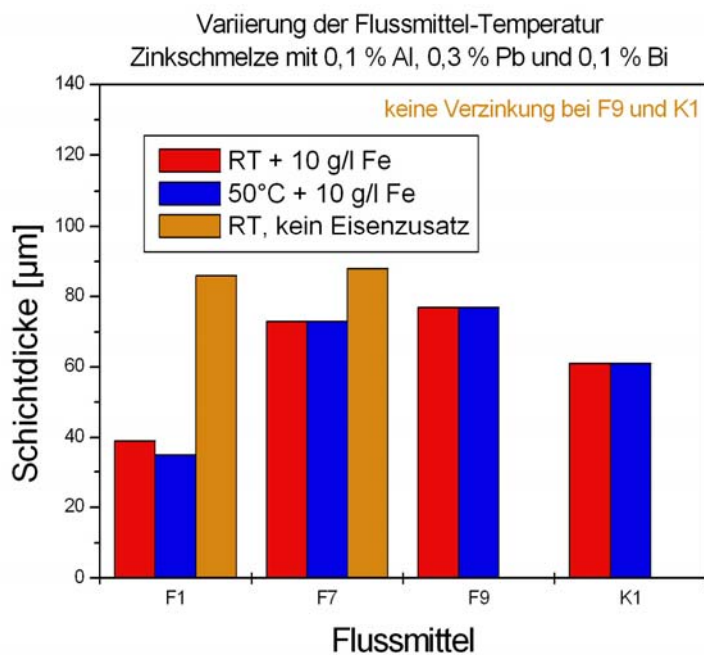
In Abb. 98 sind die gemittelten Zinkschichtdicken der Flussmittel F1, F7, F9 und K1 zu sehen. Man erkennt, dass eine Erwärmung des Flussmittels auf 50 °C in den Überzugsdicken keinen Unterschied erbringt. Bei F1 zeigt eine Erwärmung des Flussmittels einen negativen Effekt aus, bei den anderen drei ist der Effekt eher positiv (Abb. 99).

Auffällig ist aber, dass mit Flussmitteln ohne Eisenzugabe die Überzugsdicken deutlich zunehmen. Ein Zusatz von Eisen zum Flussmittel lässt ebenso die Fehlerquote sinken. Daher sollte weiterhin Eisen zum Flussmittel zugegeben werden.

In Abb. 100 ist die Veränderung nach unterschiedlichen Trocknungstemperaturen dargestellt. Es ist deutlich, dass mit steigender Temperatur die Überzugsdicke an-

steigt. Mit F1 sind sie aber geringer als bei F9. Nach der Trocknung war ab 150 °C das Flussmittel auf der Probe schon verbrannt. Auch die Fehlerquoten (Abb. 101) sind bei 120 °C Trocknungstemperatur am geringsten oder liegen im Falle von F1 bei Null. Daher wurde in weiteren Versuchen weiterhin nur bei 120 °C getrocknet.

Aufgrund dieser Ergebnisse wurde in den nächsten Versuchen die Flussmittel-Temperatur weiterhin bei Raumtemperatur gehalten, die Trocknungstemperatur bei 120 °C und der Eisengehalt bei 10 g/l.



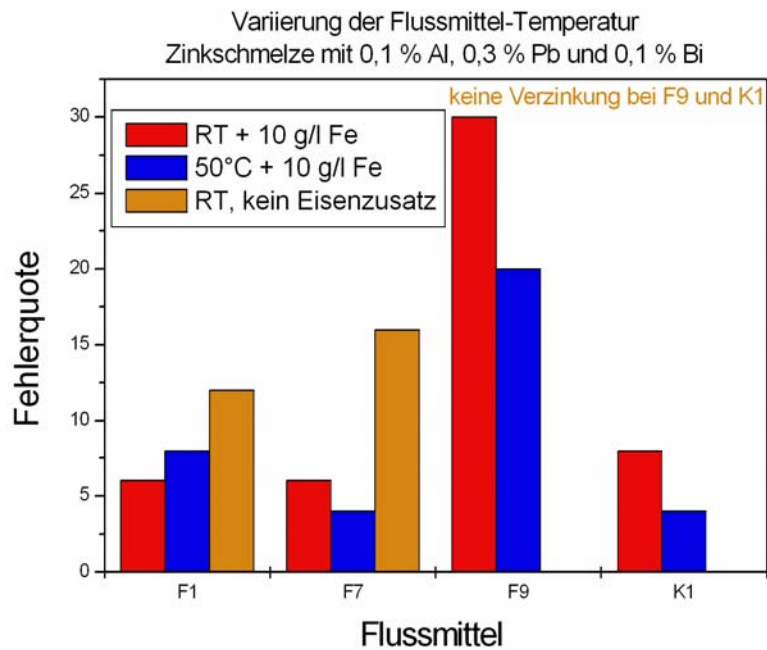
F1
Salzgehalt: 250 g/l
ZnCl₂ / NH₄Cl: 88 /12

F7
Salzgehalt: 250 g/l
ZnCl₂ / NH₄Cl: 40 /60

F9
Salzgehalt: 500 g/l
ZnCl₂ / NH₄Cl: 40 /60

K1
Salzgehalt: 500 g/l
ZnCl₂ / NH₄Cl: 50 /50

Abb. 98: Veränderung der Zinkschichtdicke nach Variierung der Flussmittel-Temperatur und des Eisen-Gehaltes, Zink mit 0,1 % Al, 0,3 % Pb und 0,1% Bi



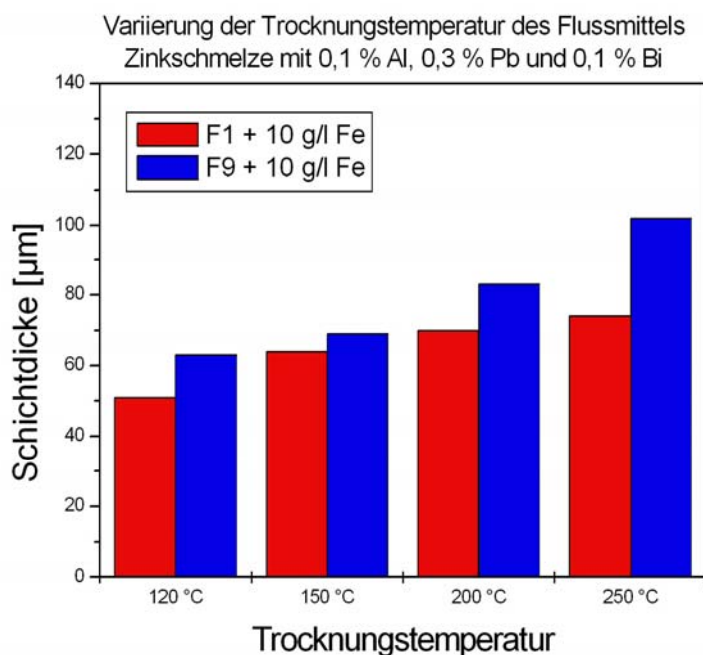
F1
Salzgehalt: 250 g/l
ZnCl₂ / NH₄Cl: 88 /12

F7
Salzgehalt: 250 g/l
ZnCl₂ / NH₄Cl: 40 /60

F9
Salzgehalt: 500 g/l
ZnCl₂ / NH₄Cl: 40 /60

K1
Salzgehalt: 500 g/l
ZnCl₂ / NH₄Cl: 50 /50

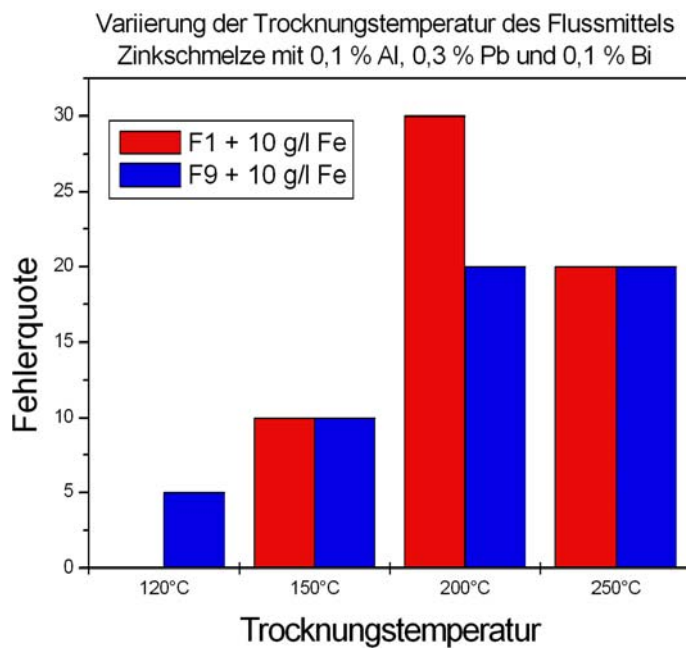
Abb. 99: Fehlerquoten nach Variierung der Flussmittel-Temperatur und des Eisen-Gehaltes, Zink mit 0,1 % Al, 0,3 % Pb und 0,1% Bi



F1
Salzgehalt: 250 g/l
ZnCl₂ / NH₄Cl: 88 /12

F9
Salzgehalt: 500 g/l
ZnCl₂ / NH₄Cl: 40 /60

Abb. 100: Veränderung der Zinkschichtdicke von Flussmittel 1 und 9 nach Variierung der Trocknungstemperatur, Zink mit 0,1 % Al, 0,3 % Pb und 0,1% Bi



F1
Salzgehalt: 250 g/l
ZnCl₂ / NH₄Cl: 88 /12

F9
Salzgehalt: 500 g/l
ZnCl₂ / NH₄Cl: 40 /60

Abb. 101: Fehlerquoten von Flussmittel 1 und 9 nach Variierung der Trocknungstemperatur, Zink mit 0,1 % Al, 0,3 % Pb und 0,1% Bi

In anderen Untersuchungen [2] wurde festgestellt, dass hohe Anteile von Ammoniumchlorid im Flussmittel die Benetzungsfähigkeit auf Stahl verringern können, ebenso ist die Beizfähigkeit mit einem hohen Zinkchlorid-Gehalt stärker. Auch scheint es bei den bisherigen Versuchen so zu sein, dass das Flussmittel F1 mit einem hohen Zinkchlorid-Anteil die beste Beizwirkung bringt. Daher wurden Versuche mit ZnCl₂ angesäuert mit HCl durchgeführt

Es wurden ZnCl₂-Lösungen mit einem Konzentrationsgehalt von 250 und 500 g/l angesetzt und diese mit HCl auf pH 1,4 eingestellt. Dieser pH-Wert entspricht dem des Flussmittel F1 (Tab. 15). Auch hier wurden 10 g/l Fe²⁺ als FeCl₂ hinzu gegeben. Die gemessenen Leitfähigkeiten betrugen für die Lösung mit 250 g/l ZnCl₂ 87,8 mS/cm und für 500 g/l 83,4 mS/cm. Sie lagen somit deutlich niedriger als bei den Flussmitteln in Tab. 14.

Tab. 15: Gemessene pH-Werte und Leitfähigkeiten der verwendeten Flussmittel

Flussmittel	pH	Leitfähigkeit [mS/cm]
F1	1,41	120,3
F3	1,10	128,7
F4	1,52	148,4
F6	1,29	179,7
F7	1,56	> 200
F9	1,45	> 200
K1	1,31	> 200
K2	1,71	> 200
K3	1,13	129,6
K4	1,37	155,6

In Abb. 102 und 103 sind die Schichtdicken und Fehlerquoten nach der Verzinkung dargestellt. Es werden nach der Vorbehandlung dünnere Schichten erzeugt als mit F1. Mit 500 g/l ZnCl_2 steigt die Fehlerquote. Ein niedriger Salzgehalt wirkt sich somit positiv auf das Verzinkungsverhalten aus.

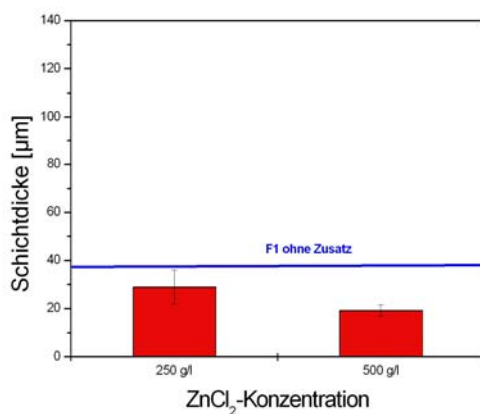


Abb. 102:

Zinkschichtdicken nach Vorbehandlung mit ZnCl_2 -Lsg. für DC 0,1-A mit Schmelze 0,1 % Al und Pb gesättigt

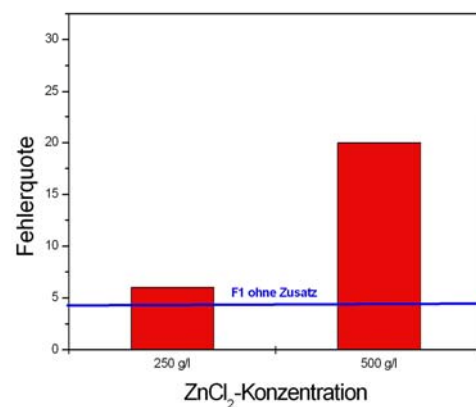


Abb. 103:

Fehlerquoten nach Vorbehandlung mit ZnCl_2 -Lsg. für DC 0,1-A mit Schmelze 0,1 % Al und Pb gesättigt

2.3.2.7 Modifizierte konventionelle Flussmittel

Aus den vorhergehenden Versuchen wurde deutlich, dass mit dem Flussmittel F1 die besten Ergebnisse erzielt werden. Deshalb wurde zu F1 verschiedene Salze mit einer Konzentration von 0,1 mol hinzu gegeben. Die Salze sind in Tab. 16 aufgelistet.

Aufgrund der Untersuchungen im Abschnitt 2.3.2.6 wurde weiterhin zusätzlich 10 g/l Eisen(II) hinzugefügt und die Lösung bei Raumtemperatur verwendet. Die Trocknungstemperatur wurde ebenso bei 120 °C belassen. Es wurde mit einer blei-gesättigten Zinkschmelze mit 0,1% Aluminium verzinkt.

Beim Ansatz der Flussmittel wurde beobachtet, dass Zinn-, Antimon- und Bismutchlorid nicht komplett gelöst werden konnte. Das Flussmittel mit Antimonchlorid bildete sogar eine milchig-weiße Suspension aus. Nach dem Fluxen mit dieser Suspension haben sich die Salze auf den Proben komplett schwarz verfärbt.

Tab. 16: Salzzusätze zu dem verwendeten Flussmittel F1

Salz	Konzentration
Natriumchlorid	0,1 mol
Kaliumchlorid	0,1 mol
Nickel(II)-chlorid-Tetrahydrat	0,1 mol
Zinn(II)-chlorid-Dihydrat	0,1 mol
Mangan(II)-chlorid	0,1 mol
Kobalt(II)-chlorid	0,1 mol
Antimon(III)-chlorid	0,1 mol
Bismut(III)-chlorid	0,1 mol
Cäsiumfluorid	0,1 mol

Die Zinkschichtdicken und die Fehlerquoten sind in Abb. 104 und 105 zu sehen. Alle Schichtdicken liegen deutlich über die von F1 ohne Zusatz (Abb. 104). Ebenso sind alle Fehlerquoten höher, Ausnahme ist hier Manganchlorid.

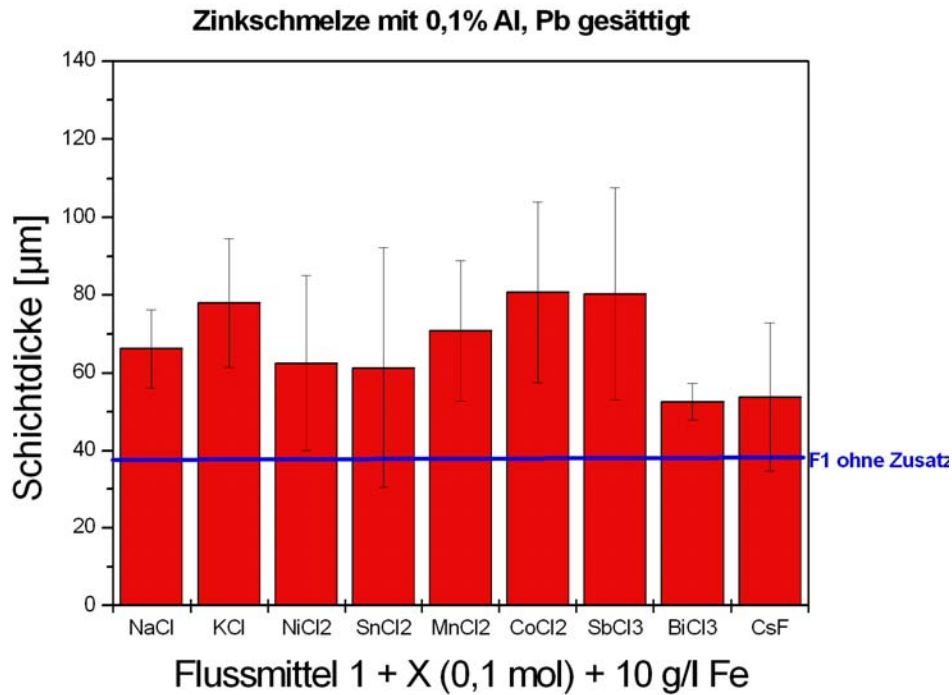


Abb. 104: Dicke der Zinkschicht nach der Behandlung mit Flussmittel 1 mit verschiedenen Salzzusätzen

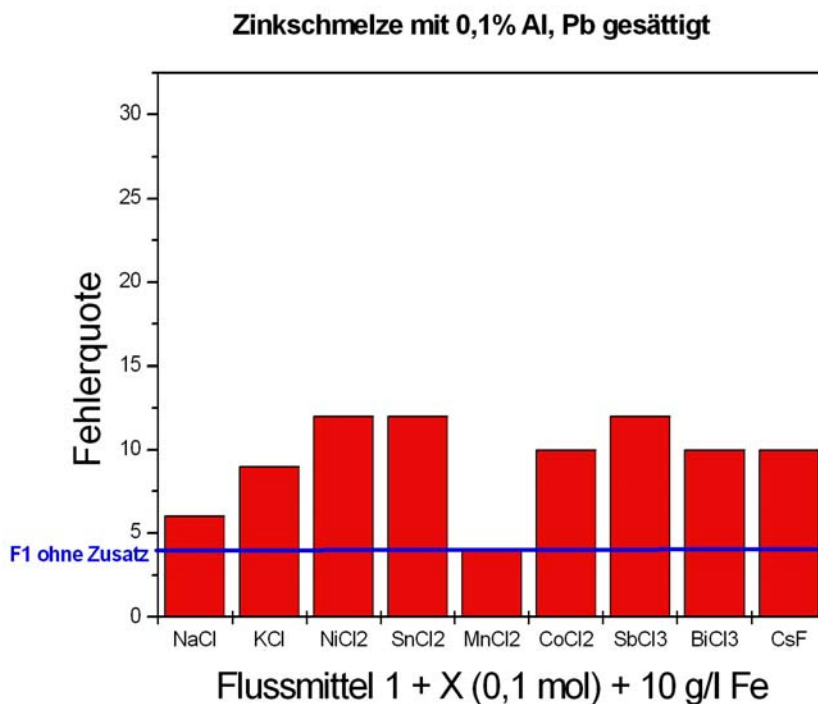


Abb. 105: Fehlerquote der Zinkschicht nach der Behandlung mit Flussmittel 1 mit verschiedenen Salzzusätzen

Es wurden weitere Versuche mit Zusatz von Inhibitoren zum Flussmittel F1 durchgeführt. Die verwendeten Inhibitoren sind in Tab. 17 aufgelistet.

Tab. 17: Liste der Inhibitoren

Inhibitor		Konzentration
ATMP	<i>Aminotris (methylenphosphonsäure)</i>	10^{-3} mol
HEDP	<i>1-Hydroxyethan 1,1-diphosphonsäure</i>	10^{-3} mol
PBTC	<i>2-Phosphonobutan-1,2,4-tricarboxylsäure</i>	10^{-3} mol
BHMTMP	<i>Bis (hexamethylentriamin) penta (methylenphosphonsäure)</i>	10^{-3} mol
Phthalsäure		10^{-3} mol
Benzotriazol		10^{-3} mol
Nicotinsäure		10^{-3} mol
Cernitrat		10^{-3} mol

Mit einigen Inhibitorenzusätzen werden zwar geringe Schichtdicken erreicht (Abb. 106), jedoch verbessern auch diese nicht die Qualität der Verzinkung (Abb. 107).

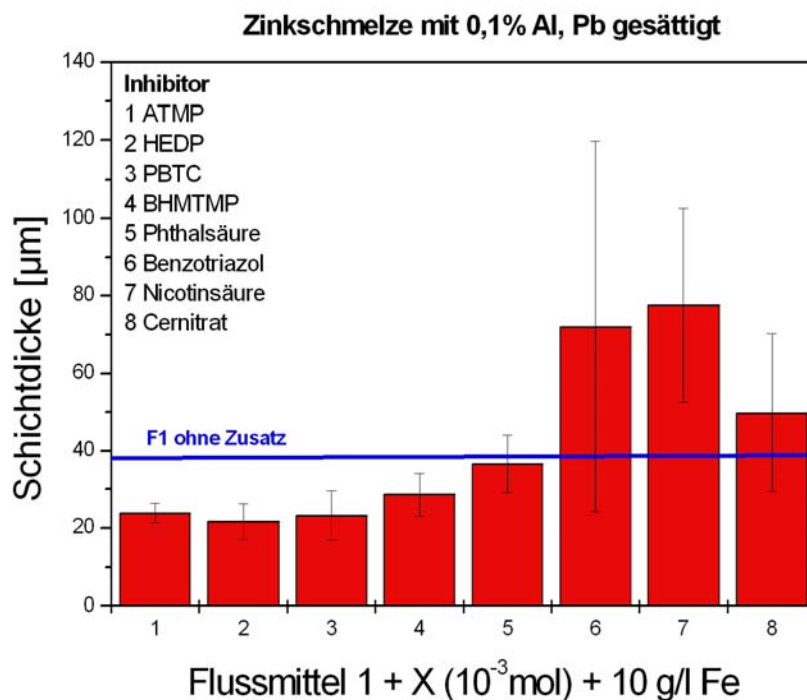


Abb. 106: Schichtdicken der Verzinkung nach der Vorbehandlung mit Flussmittel F1 + Inhibitorenzusätze

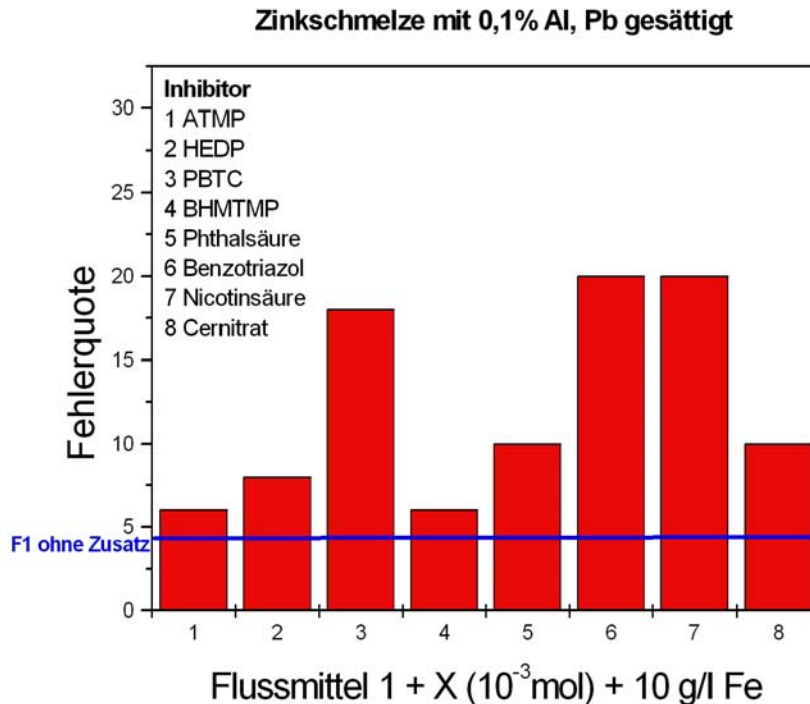


Abb. 107: Fehlerquoten der Verzinkung nach der Vorbehandlung mit Flussmittel F1 + Inhibitorenzusätze

2.3.2.8 Salzzusammensetzung der konventionellen Flussmittel

Es wurden jeweils 2 Proben pro Flussmittel vorbehandelt und bei 120 °C getrocknet. Die Proben wurden vor dem Fluxen und nach dem Trocknen gewogen. Anschließend wurde das Salz in 50 ml Quarz-dest. Wasser im Ultraschallbad abgelöst und die Proben wieder gewogen.

Die Lösungen wurden nach entsprechender Verdünnung auf ihren Zink-, Chlorid-, Ammonium- und Eisen-Gehalt untersucht. Die Ermittlung der Zink- und Eisen-Konzentration erfolgte mit der AAS, die Chlorid-Konzentration mittels Ionenchromatographie und die Ermittlung der Ammonium-Konzentration erfolgte photometrisch. Anschließend wurde das Verhältnis (Abb. 108) bezogen auf den gelösten Salzgehalt errechnet (Abb. 109).

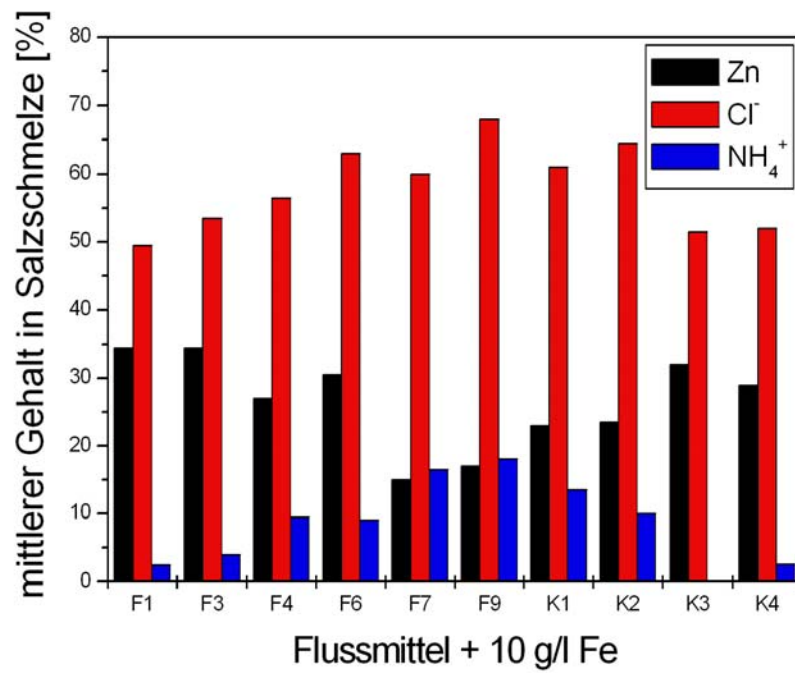


Abb. 108: Mittlerer Komponentengehalt [%] in der Salzschnmelze auf der Stahlprobe nach der Trocknung der einzelnen Flussmittel

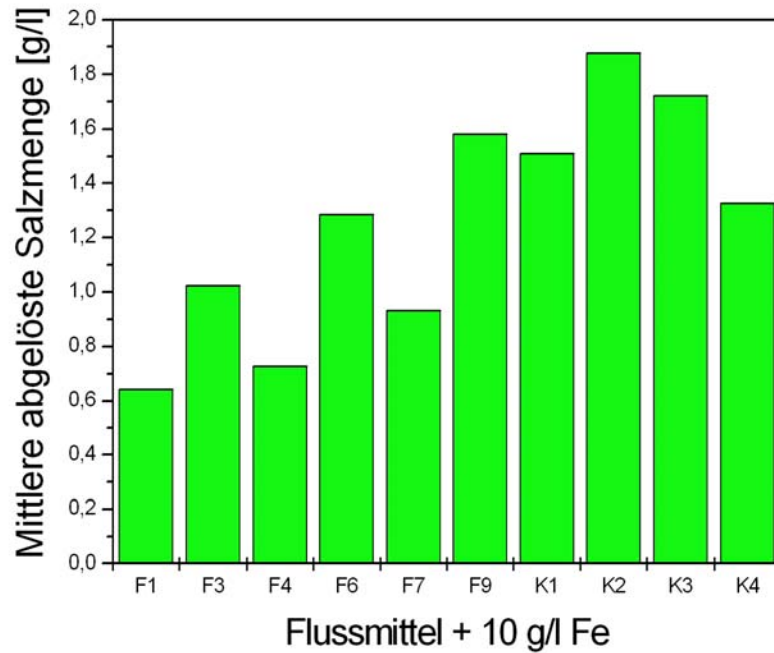


Abb. 109: Abgelöste Salzmenge (Mittelwert) von den Stahlproben

Tab. 18: Verhältnis Zn / NH₄⁺ im Soll- und Ist-Zustand

Flussmittel	Zusammensetzung [%]	Zusammensetzung [%]
	Zn / NH ₄ ⁺ (Soll)	Zn / NH ₄ ⁺ (Ist)
F1	42,2 / 4,1 [10,3]	34,5 / 2,5 [13,8]
F3	42,2 / 4,1 [10,3]	34,5 / 4 [8,6]
F4	35 / 9,1 [3,8]	27 / 9,5 [2,8]
F6	35 / 9,1 [3,8]	30,5 / 9 [3,4]
F7	19,2 / 20,4 [0,9]	15 / 16,5 [0,9]
F9	19,2 / 20,4 [0,9]	17 / 18 [0,9]
K1	24 / 17 [1,4]	23 / 13,5 [1,7]
K2	28,8 / 13,6 [2,1]	23,5 / 10 [2,4]
K3	45,6 / 1,7 [26,8]	32 / 0
K4	Nicht bekannt	29 / 2,6 [11,2]

□ Quotient Zn / NH₄⁺

Die ermittelte Zusammensetzung entspricht in etwa der Soll-Zusammensetzung; Ausnahmen sind F1 und F3 (Tab. 18).

Der geringste NH₄⁺- Gehalt ist somit in F1, F3 und K4 (Abb. 108) vorhanden. In K3 wurde kein Ammonium ermittelt. Der Eisen-Gehalt liegt bei allen Flussmitteln bei 1 bis 3 %. Er ist bei F1 am höchsten. F1 und F3 entsprechen in ihrer Zusammensetzung dem Eutektikum E₁ (12 Gew-% NH₄Cl). Das hat sich als Standardflussmittel in der Praxis beim Trockenverzinken bewährt, da es einen niedrigen Schmelzpunkt, niedrige Viskosität, gute Benetzungsfähigkeit und eine hinreichende chemische Beizfähigkeit aufweist. Ab 15 % sinkt die Benetzungsfähigkeit gegenüber Eisen.

2.3.2.9 Verbesserung der Benetzbarkeit durch Passivierung

Als Ersatz für das Flussmittel wurden jeweils 5 Proben mit 1 mm Dicke mit vier verschiedenen Mitteln vor der Verzinkung passiviert. Dazu gehörten konzentrierte Salpetersäure, 1 molare Natronlauge, Behandlung mit Kaliwasserglas (2,2% Feststoffanteil) und eine Behandlung mit einem Sol-Gel-Verfahren (Basis: 3-Glycid-oxypropyl-trimethoxy-silan). Vor der Passivierung wurden die Proben wie üblich entfettet und gebeizt.

Die Schichtdicken (Abb. 110) sind höher als bei dem Flussmittel 1, ebenso die Fehlerquoten (Abb. 111). Daher wurden hier keine weiteren Versuche unternommen.

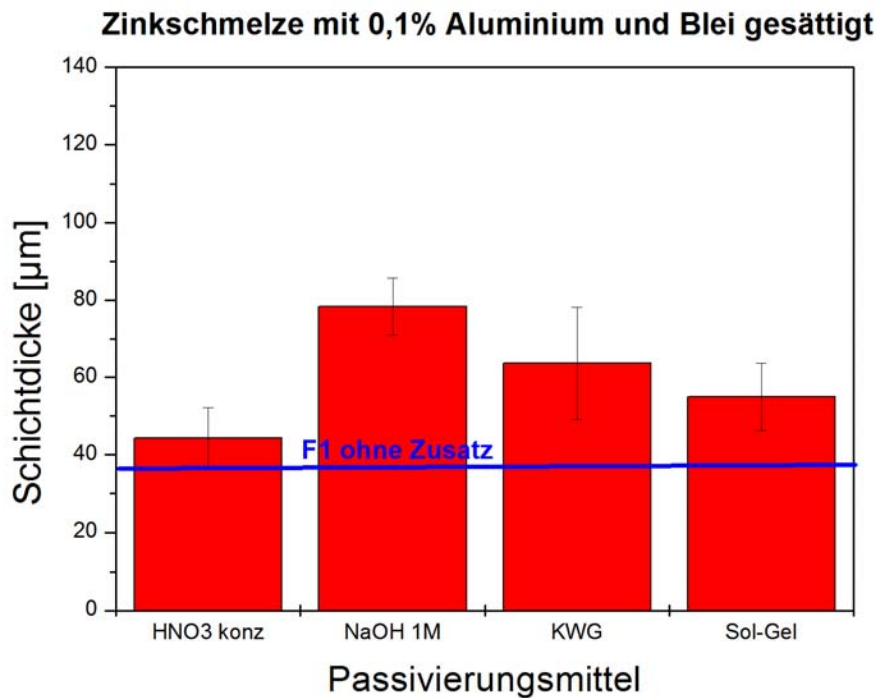


Abb. 110: Dicke der Zinkschicht nach der Passivierung mit verschiedenen Mitteln

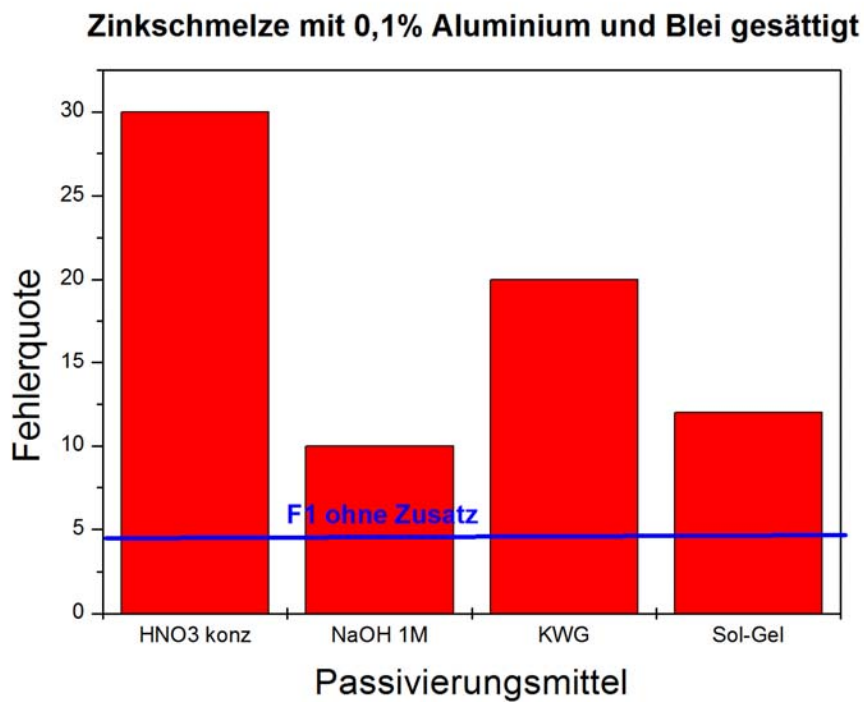


Abb. 111: Fehlerquote der Zinkschicht nach der Passivierung mit verschiedenen Mitteln

2.4 Teilziel 4

Verwendung der Zuwendung

Experimentelle Techniken zum Nachweis des Flussmitteleinflusses auf das Benetzungsverhalten: Charakterisierung der Reaktion mittels Heitzischmikroskop und Kontaktwinkelmessungen

2.4.1 Durchgeführte Arbeiten

Es erfolgten der Aufbau und die Einweisung in die Bedienung des Heitzisches durch einen Techniker der Firma Leica Mikrosysteme Vertrieb GmbH. Außerdem wurden Versuche an gefluxten Proben durchgeführt. Hierbei wurde versucht ein kleines Stück Zink auf der gefluxten Probenoberfläche aufzuschmelzen, dieses zu beobachten, um so das Benetzungsverhalten der Zinkschmelze in Abhängigkeit von der Legierungszusammensetzung und dem Flussmittel zu charakterisieren.

Dazu benötigt und eingesetzt:

wissenschaftlich-technisches Personal

(Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)

Der Aufbau und die Einweisung in die Bedienung des Heitzisches, sowie die Durchführung der ersten Versuche in dem Arbeitspaket 4 wurde von einer der beiden wissenschaftlichen Mitarbeiterinnen (halbtags beschäftigt mit 21 Wochenarbeitsstunden) betreut und von einer Hilfskraft unterstützt.

Geräte

(Einzelansatz B des Finanzierungsplans)

Zur Bearbeitung des Arbeitspakets 4 wurde eine Heiz-/Kühlkammer THM600/S mit entsprechendem Zubehör der Firma Leica Microsysteme Vertrieb GmbH im Wert von 16.573,13 Euro beschafft.

2.4.2 Erzielte Ergebnisse

Die Versuche haben gezeigt, dass die Heizkammer mit einem inerten Gas gespült werden muss, da das Zink bei Anwesenheit von Sauerstoff beim Aufheizen oxidiert und somit bei 450 °C nicht mehr auf der Stahloberfläche aufschmilzt.

3 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die bisher geleistete Arbeit bei diesem Projekt dient zur Erreichung der Zielsetzung in Ihrer Notwendigkeit und Angemessenheit, um den Prozess bei aluminiumhaltigen Legierungen für das Feuerverzinken zu verbessern und somit die Rissbildung an Stahlbauteilen zu verringern und gleichzeitig die Schichtdicke zu reduzieren, um auch gegenüber anderen Oberflächenschutzverfahren konkurrenzfähig zu bleiben.

Die angestrebten Forschungsergebnisse tragen dazu bei, die flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion von Stählen in Zinkschmelzen durch Zugabe von inhibierenden Substanzen zur Schmelze zu verhindern. Es wäre eine neue Möglichkeit die Rissbildung in verzinkten Konstruktionen zu vermeiden. Damit könnten wieder Legierungen für reaktive Stähle eingesetzt werden, die zu üblichen Schichtdicken führen. Durch die Verwendung von zinnhaltigen Schmelzen entstandene Schäden die auf flüssigmetallinduzierte SpRK zurückzuführen waren. Aluminiumhaltige Zinkschmelzen könnten die Rissbildung möglicherweise verhindern und gleichzeitig bei geringeren Korrosionsgeschwindigkeiten die Schichtdicken reduzieren, welches zu einer längeren Nutzungsdauer der verzinkten Bauteile führen würde. Dies würde die Feuerverzinkungsindustrie in die Lage versetzen die Kostensteigerung des Zinkpreises durch eine verlängerte Lebensdauer bei gleichzeitig reduzierter Schichtdicke zu kompensieren. Grundsätzlich wäre es ein erheblicher Fortschritt, wenn durch den Einsatz aluminiumhaltiger Schmelzen die Schichtdicke der reaktiven Stähle im Bereich der Normvorgaben bleiben würden und nicht zu überhöhten Schichtdicken führen würde.

4 Nutzen und wirtschaftliche Bedeutung des Forschungsthemas für kleine und mittlere Unternehmen (KMU)

Die Forschungsergebnisse tragen dazu bei, die flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion von Stählen in Zinkschmelzen zu verhindern. Der Einfluss der Legierungselemente auf die LME ist nun bekannt und es können Schmelzen verwendet werden, in denen das Risiko für LME gering ist. Insbesondere Schmelzen mit höheren Al-Gehalt sind interessant, jedoch muss hier noch eine Optimierung des Flussmittels erfolgen. Dies führt dazu, dass das Vertrauen der Kunden, insbesondere der Stahlbauunternehmen, in die rissfreie Verzinkung wieder zurück gewonnen wird. Darüber hinaus bieten aluminiumhaltige Zinkschmelzen geringere Korrosionsgeschwindigkei-

ten bei gleichzeitig geringeren Schichtdicken, welches zu einer längeren Nutzungsdauer der verzinkten Bauteile führt. Dies könnte die Feuerverzinkungsindustrie in die Lage versetzen die Kostensteigerung des Zinkpreises durch eine verlängerte Lebensdauer bei gleichzeitig reduzierter Schichtdicke zu kompensieren.

5 Transfer der Forschungsergebnisse

Die Ergebnisse werden in Fachzeitschriften veröffentlicht und auf Tagungen publiziert. Vorgesehen sind die Zeitschrift „Materials and Corrosion“ sowie Vorträge auf den Tagungen des Industrieverbandes Feuerverzinken. Im Rahmen der Eurocorr 2011 werden die Ergebnisse im September 2011 einem breiten Fachpublikum präsentiert. Darüber hinaus wurden die Ergebnisse im Rahmen der Forschungsbeiratsitzung den interessierten Verbandsmitgliedern dargestellt. Die Ergebnisse werden als GAV-Bericht den Verbandsmitgliedern in kompakter Form zugesandt. Die Internetplattform des Verbandes ermöglicht es den Firmen jederzeit auf die Berichte und Ergebnisse zurückzugreifen.

6 Durchführende Forschungsstelle

Name und Anschrift der Forschungsstelle

Fachhochschule Südwestfalen
Labor für Korrosionsschutztechnik
Frauenstuhlweg 31
58644 Iserlohn

Leiter der Forschungsstelle

Projektleiter

Prof. Dr.-Ing. Ralf Feser

Iserlohn, 25.08.2011

Ort, Datum

7 Literaturverzeichnis

- [1] Adelman, J.; Berger, Ch.; Körber, D.; Landgrebe, R., Entwicklung eines praxisgeeigneten Prüfverfahrens zur Untersuchung der Einflussgrößen bei der Rissbildung von Bauteilen aus Stahl in Zinkschmelzen, Bericht Nr. 159 Gemeinschaftsausschuss Verzinken e.V., 2009.
- [2] Hille: „Wirkungsweise und Handhabung der Flussmittel für das Feuerverzinken“, Archiv für das Eisenhüttenwesen 25 (1954) Heft 1/2 , S 19/31.
- [3] Horstmann: „Die Hemmwirkung von Aluminium in Feuerverzinkungsbädern auf die Bildung der Eisen-Zink-Legierungsschichten“, Archiv für das Eisenhüttenwesen 27 (1956), Heft 5, S.297/302.
- [4] Dreulle, Dreulle, Vacher: „Das Problem der Feuerverzinkung von siliziumhaltigen Stählen“, Metall 34, Heft 9 (1980), S. 834 – 838.

8 Anhang

Serie 1 (Feinzink mit 0,0 – 5,0 % Al)

Flussmittel K1, $v_T = 0,05 \text{ mm/s}$

Schmelze	0	1a	1b	1h	1c	1i	1d	1e	1f	1g	1z
Al-Gehalt [%]	0,0	<0,001	0,001	0,005	0,007	0,01	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]										
Probe 1	36,52	34,57	31,49	31,62	34,99	31,17	33,87	27,86	25,55	26,13	24,37
Probe 2	35,83	34,14	29,76	31,37	32,81	33,06	29,83	27,79	25,09	27,95	25,34
Probe 3	35,05	32,74	33,41	33,20	33,79	33,44	30,85	26,77	28,77	26,82	28,76
Probe 4	34,10	32,03	29,99	31,00	32,33	34,48	32,55	28,56	26,39	27,73	29,22
Probe 5	35,25	31,04	31,00	33,52	29,57	31,77	32,82	27,14	26,25	25,64	27,59
Mittelwert	35,35	32,90	31,13	32,14	31,7	32,78	31,98	27,62	26,41	26,85	27,06
Standard-abweichung	0,90	1,46	1,46	1,14	2,02	1,32	1,62	0,69	1,42	1,00	2,12
Minimum	34,10	31,04	29,76	31,0	29,57	31,17	29,83	26,77	25,09	25,64	24,37
Maximum	36,52	34,57	33,41	33,52	34,99	34,48	33,87	28,56	28,77	27,95	29,22
Spannweite	2,42	3,53	3,65	2,52	5,42	3,31	4,04	1,79	3,68	2,31	4,85
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	35,91	33,41	31,36	33,00	31,82	32,84	32,50	27,73	27,05	26,82	27,25

Flussmittel K1, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$

Schmelze	0	1a	1b	1h	1c	1i	1d	1e	1f	1g	1z
Al-Gehalt [%]	0,0	<0,001	0,001	0,005	0,007	0,01	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]										
Probe 1	66,48	61,76	64,88	58,60	57,68	57,58	56,76	54,12	56,12	53,18	33,22
Probe 2	71,36	68,16	61,02	62,60	70,04	54,32	53,06	56,76	55,30	52,88	35,06
Probe 3	64,90	59,52	62,84	59,06	61,78	58,06	58,06	57,34	48,04	47,04	32,66
Probe 4	67,70	61,22	58,80	55,70	62,06	54,06	56,60	51,18	50,20	46,62	35,02
Probe 5	62,18	58,84	66,14	57,88	67,16	56,22	57,60	49,68	51,38	51,94	40,98
Mittelwert	66,52	61,90	62,74	58,77	63,74	56,11	56,42	53,82	52,21	50,33	35,39
Standard-abweichung	3,40	3,7	2,94	2,50	4,87	1,89	1,97	3,36	3,43	3,23	3,30
Minimum	62,18	58,84	58,8	55,7	57,68	54,06	53,06	49,68	48,04	46,62	32,66
Maximum	71,36	68,16	66,14	62,6	70,04	58,06	58,06	57,34	56,12	53,18	40,98
Spannweite	9,18	9,32	7,34	6,90	12,36	4,0	5,0	7,66	8,08	6,56	8,32
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	66,59	62,05	62,73	59,09	63,64	56,02	56,48	53,41	52,27	50,91	35,45

Serie 2 (Pb ges., 0,08 % Bi & 0,0 – 5 % Al)**Flussmittel K1, $v_T = 0,05$ mm/s**

Schmelze	2-0K1	2aK1	2bK1	2cK1	2dK1	2eK1	2fK1	2gK1	2zK1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	24,41	27,14	24,05	23,41	28,04	22,00	18,12	19,99	21,61
Probe 2	28,73	27,03	24,99	23,81	26,89	25,29	19,20	17,66	19,35
Probe 3	29,17	26,51	25,33	21,47	28,23	21,30	19,59	19,03	22,99
Probe 4	22,71	26,75	25,11	24,37	22,55	21,29	17,85	18,52	21,65
Probe 5	22,58	26,27	26,42	22,82	25,48	23,05	18,42	18,57	20,36
Mittelwert	25,52	26,74	25,18	23,18	26,24	22,59	18,64	18,75	21,19
Standard-abweichung	3,22	0,36	0,85	1,10	2,30	1,70	0,70	0,80	1,39
Minimum	22,58	26,27	24,05	21,47	22,55	21,29	17,85	17,66	19,35
Maximum	29,17	27,14	26,42	24,37	28,23	25,29	19,59	19,99	22,99
Spannweite	6,59	0,87	2,37	2,90	5,68	4,0	1,74	2,33	3,64
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	25,00	26,88	25,91	23,18	27,81	23,75	18,91	19,38	21,88

Flussmittel K1, $v_T = 1,0$ mm/s

Schmelze	2-0K1	2aK1	2bK1	2cK1	2dK1	2eK1	2fK1	2gK1	2zK1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	32,92	42,76	40,62	36,82	33,30	35,56	36,36	30,54	35,08
Probe 2	38,32	42,78	38,78	39,18	39,64	35,58	36,52	35,42	35,90
Probe 3	32,60	41,18	36,46	33,74	37,64	36,88	38,38	31,22	35,56
Probe 4	35,50	42,02	41,44	38,42	35,50	38,36	33,64	31,98	33,18
Probe 5	33,36	40,22	35,88	38,50	35,34	36,96	35,42	33,42	30,24
Mittelwert	34,54	41,79	38,64	37,33	36,28	36,67	36,06	32,52	33,99
Standard-abweichung	2,40	1,10	2,46	2,19	2,42	1,16	1,73	1,94	2,35
Minimum	32,60	40,22	35,88	33,74	33,30	35,56	33,64	30,54	30,24
Maximum	38,32	42,78	41,44	39,18	39,64	38,36	38,38	35,42	35,90
Spannweite	5,72	2,56	5,56	5,44	6,34	2,8	4,74	4,88	5,66
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	34,55	41,61	39,09	38,18	36,82	36,59	35,68	32,95	34,11

Serie 3 (0,9 % Sn, 0,3 % Pb, 0,08 % Bi & 0,0 – 5 % Al)**Flussmittel K1, $v_T = 0,05$ mm/s**

Schmelze	3-0K1	3aK1	3bK1	3cK1	3dK1	3eK1	3fK1	3gK1	3zK1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	21,12	24,05	23,17	23,05	24,66	21,28	20,13	21,79	21,51
Probe 2	19,89	26,37	22,75	23,91	21,14	20,84	19,44	21,49	20,56
Probe 3	21,63	24,28	23,91	23,77	23,32	21,51	20,83	21,61	19,80
Probe 4	23,04	26,89	24,05	23,52	21,71	21,12	19,51	20,20	19,77
Probe 5	22,94	24,72	24,37	22,43	21,41	20,54	18,21	19,40	23,45
Mittelwert	21,72	25,26	23,65	23,34	22,45	21,06	19,62	20,9	21,02
Standard-abweichung	1,31	1,29	0,67	0,60	1,5	0,38	0,97	1,05	1,53
Minimum	19,89	24,05	22,75	22,43	21,14	20,54	18,21	19,4	19,77
Maximum	23,04	26,89	24,37	23,91	24,66	21,51	20,83	21,79	23,45
Spannweite	3,15	2,84	1,62	1,48	3,52	0,97	2,62	2,39	3,68
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	22,50	25,25	23,88	23,94	22,35	21,00	19,50	21,25	21,30

Flussmittel F1, $v_T = 0,05$ mm/s

Schmelze	3-0K1	3aK1	3bK1	3cK1	3dK1	3eK1	3fK1	3gK1	3zK1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	25,19	25,90	25,60	22,14	22,51	22,77	21,66	21,61	25,77
Probe 2	25,51	26,36	28,50	26,53	24,04	23,40	20,54	22,74	22,77
Probe 3	25,17	26,30	29,99	23,68	22,70	24,48	22,88	22,34	26,96
Probe 4	24,97	25,66	28,28	22,67	21,53	23,92	18,54	21,32	26,70
Probe 5	24,97	28,17	26,46	24,50	21,77	23,88	19,83	20,48	24,13
Mittelwert	25,16	26,48	27,77	23,90	22,51	23,69	20,69	21,70	25,07
Standard-abweichung	0,22	0,99	1,74	1,73	0,99	0,64	1,67	0,88	1,77
Minimum	24,97	25,66	25,60	22,14	21,53	22,77	18,54	20,48	22,77
Maximum	25,51	28,17	29,99	26,53	24,04	24,48	22,88	22,74	26,96
Spannweite	0,54	2,51	4,39	4,39	2,51	1,71	4,34	2,26	4,19
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	25,75	26,50	28,75	24,13	23,50	24,13	20,75	21,88	26,00

Flussmittel K1, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$

Schmelze	3-0F1	3aF1	3bF1	3cF1	3dF1	3eF1	3fF1	3gF1	3zF1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	15,20	22,12	12,84	20,36	13,84	14,94	18,50	18,60	20,28
Probe 2	17,36	17,62	15,04	19,42	16,56	17,80	17,10	19,70	18,90
Probe 3	12,52	17,54	16,68	13,84	17,32	16,72	18,54	18,52	18,94
Probe 4	14,70	17,96	16,44	16,68	17,20	18,02	17,64	17,98	19,36
Probe 5	13,38	19,24	21,34	18,70	13,14	15,66	14,40	17,82	23,36
Mittelwert	14,63	18,9	16,87	17,8	15,61	16,63	17,24	18,52	20,17
Standard-abweichung	1,86	1,93	3,28	2,59	1,97	1,33	1,7	0,74	1,87
Minimum	12,52	17,54	12,84	13,84	13,14	14,94	14,4	17,82	18,90
Maximum	17,36	22,12	21,34	20,36	17,32	18,02	18,54	19,70	23,36
Spannweite	4,84	4,58	8,5	6,52	4,18	3,08	4,14	1,88	4,46
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	15,00	19,47	17,38	19,09	17,05	16,81	18,86	19,77	20,42

Flussmittel F1, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$

Schmelze	3-0F1	3aF1	3bF1	3cF1	3dF1	3eF1	3fF1	3gF1	3zF1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	18,38	18,76	20,46	19,18	17,68	21,68	18,34	20,96	34,16
Probe 2	19,98	23,66	21,04	18,24	16,02	20,48	18,06	23,70	30,60
Probe 3	20,32	21,84	22,98	15,92	19,78	18,16	19,68	19,28	27,86
Probe 4	19,32	26,38	25,36	17,26	16,44	21,36	20,20	20,10	34,16
Probe 5	18,94	24,02	24,26	19,18	17,46	19,64	17,92	20,88	23,40
Mittelwert	19,39	22,93	22,82	17,96	17,48	20,26	18,84	20,98	30,04
Standard-abweichung	0,78	2,84	2,08	1,39	1,46	1,42	1,03	1,66	4,56
Minimum	18,38	18,76	20,46	15,92	16,02	18,16	17,92	19,28	23,4
Maximum	20,32	26,38	25,36	19,18	19,78	21,68	20,20	23,7	34,16
Spannweite	1,94	7,62	4,9	3,26	3,76	3,52	2,28	4,42	10,76
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	20,50	24,55	23,64	19,09	18,55	21,59	19,09	21,59	31,14

Serie 4 (0,3 % Sn, 0,9 % Pb, 0,08 % Bi & 0,0 – 5 % Al)**Flussmittel K1, $v_T = 0,05$ mm/s**

Schmelze	4-0K1	4aK1	4bK1	4cK1	4dK1	4eK1	4fK1	4gK1	4zK1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	25,25	25,41	23,07	23,61	20,88	21,46	20,08	21,70	23,53
Probe 2	24,54	23,86	22,84	21,33	22,60	21,28	18,60	20,36	23,75
Probe 3	24,35	24,31	24,06	20,88	20,09	21,32	17,51	19,36	23,00
Probe 4	25,05	23,50	22,94	23,34	25,13	20,85	18,61	21,49	24,51
Probe 5	22,25	24,58	23,16	22,80	22,52	19,78	19,32	21,07	24,18
Mittelwert	24,29	24,33	23,21	22,39	22,24	20,94	18,82	20,8	23,79
Standard-abweichung	1,2	0,73	0,49	1,22	1,94	0,69	0,95	0,95	0,58
Minimum	22,25	23,5	22,84	20,88	20,09	19,78	17,51	19,36	23,00
Maximum	25,25	25,41	24,06	23,61	25,13	21,46	20,08	21,7	24,51
Spannweite	3	1,91	1,22	2,73	5,04	1,68	2,57	2,34	1,51
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	24,79	25,10	23,75	23,44	22,29	21,88	18,96	21,46	24,27

Flussmittel F1, $v_T = 0,05$ mm/s

Schmelze	4-0F1	4aF1	4bF1	4cF1	4dF1	4eF1	4fF1	4gF1	4zF1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	23,75	25,27	25,08	19,89	23,29	20,96	21,41	21,91	26,48
Probe 2	25,05	22,93	23,97	21,91	21,76	20,67	21,04	22,79	27,86
Probe 3	24,82	22,79	21,19	24,21	24,36	21,31	23,39	21,35	25,61
Probe 4	22,79	23,34	21,42	22,62	22,47	23,60	20,17	21,71	26,27
Probe 5	25,19	24,34	21,90	22,65	21,70	19,79	21,01	23,22	25,57
Mittelwert	24,32	23,73	22,71	22,26	22,72	21,27	21,40	22,2	26,36
Standard-abweichung	1,03	1,05	1,72	1,57	1,12	1,42	1,2	0,78	0,93
Minimum	22,79	22,79	21,19	19,89	21,7	19,79	20,17	21,35	25,57
Maximum	25,19	25,27	25,08	24,21	24,36	23,6	23,39	23,22	27,86
Spannweite	2,4	2,48	3,89	4,32	2,66	3,81	3,22	1,87	2,29
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	24,58	24,00	22,50	22,29	22,92	21,46	21,25	22,29	25,94

Flussmittel K1, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$

Schmelze	4-0K1	4aK1	4bK1	4cK1	4dK1	4eK1	4fK1	4gK1	4zK1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	17,72	19,24	18,92	19,26	17,32	16,64	22,70	19,86	22,50
Probe 2	17,82	16,80	17,82	18,98	19,50	15,26	21,60	21,98	24,14
Probe 3	16,68	18,70	17,38	16,30	19,14	19,44	22,44	22,28	26,64
Probe 4	18,46	17,06	14,28	18,16	17,38	18,58	21,14	22,08	24,64
Probe 5	19,30	20,32	17,82	17,56	18,30	16,16	21,66	21,51	24,52
Mittelwert	18,0	18,42	17,24	18,05	18,33	17,22	21,91	21,54	24,49
Standard-abweichung	0,97	1,49	1,75	1,19	0,99	1,74	0,64	0,98	1,48
Minimum	16,68	16,8	14,28	16,3	17,32	15,26	21,14	19,86	22,50
Maximum	19,3	20,32	18,92	19,26	19,5	19,44	22,7	22,2	26,64
Spannweite	2,62	3,52	4,64	2,96	2,18	4,18	1,56	2,42	4,14
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	18,85	19,69	17,71	20,00	20,52	17,50	22,08	21,77	25,52

Flussmittel F1, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$

Schmelze	4-0F1	4aF1	4bF1	4cF1	4dF1	4eF1	4fF1	4gF1	4zF1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	19,26	20,46	17,66	20,62	19,30	16,28	21,54	22,38	29,04
Probe 2	20,64	19,10	18,24	19,32	17,30	19,22	21,74	24,64	27,38
Probe 3	21,58	17,78	17,74	17,26	16,16	15,36	20,98	21,92	30,94
Probe 4	19,56	18,14	16,94	18,18	19,46	18,34	21,72	22,38	28,48
Probe 5	19,60	17,92	16,24	17,48	20,00	20,34	22,58	23,74	33,54
Mittelwert	20,13	18,68	17,36	18,57	18,44	17,91	21,71	23,01	29,88
Standard-abweichung	0,97	1,12	0,78	1,4	1,64	2,06	0,57	1,14	2,42
Minimum	19,26	17,78	16,24	17,26	16,16	15,36	20,98	21,92	27,38
Maximum	21,58	20,46	18,24	20,62	20,00	20,34	22,58	24,64	33,54
Spannweite	2,32	2,68	2	3,36	3,84	4,98	1,6	2,72	6,16
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	20,42	19,27	18,75	19,58	20,31	19,27	22,40	23,44	29,69

Serie 5 (0,9 % Sn, 0,08 % Bi & 0,0 – 5 % Al)**Flussmittel K1, $v_T = 0,05$ mm/s**

Schmelze	5-0K1	5aK1	5bK1	5cK1	5dK1	5eK1	5fK1	5gK1	5zK1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	26,40	25,62	24,68	22,53	24,69	26,49	20,65	23,55	23,16
Probe 2	25,30	25,26	23,51	24,00	22,13	22,77	21,63	22,84	24,94
Probe 3	23,92	27,35	26,42	23,66	23,05	23,60	22,60	20,32	22,48
Probe 4	24,74	25,39	25,72	25,01	25,31	25,07	23,19	23,03	22,54
Probe 5	25,47	26,52	27,85	22,80	24,91	23,35	20,27	20,61	22,80
Mittelwert	25,17	26,03	25,64	23,60	24,02	24,26	21,67	22,07	23,18
Standard-abweichung	0,92	0,89	1,66	0,99	1,36	1,51	1,24	1,49	1,02
Minimum	23,92	25,26	23,51	22,53	22,13	22,77	20,27	20,32	22,48
Maximum	26,40	27,35	27,85	25,01	25,31	26,49	23,19	23,55	24,94
Spannweite	2,48	2,09	4,34	2,48	3,18	3,72	2,92	3,23	2,46
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	25,57	27,08	26,04	23,75	24,38	24,69	21,67	23,23	23,75

Flussmittel F1, $v_T = 0,05$ mm/s

Schmelze	5-0F1	5aF1	5bF1	5cF1	5dF1	5eF1	5fF1	5gF1	5zF1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	25,31	24,82	25,28	29,26	25,10	26,29	20,87	23,62	22,94
Probe 2	26,78	25,71	26,77	25,56	23,08	22,90	20,24	22,64	24,32
Probe 3	24,63	25,17	25,56	25,89	24,26	21,61	21,48	22,73	23,81
Probe 4	24,01	26,58	28,54	23,95	25,10	23,65	20,97	23,06	23,49
Probe 5	22,65	24,45	25,20	24,54	26,27	23,70	21,43	22,10	23,25
Mittelwert	24,68	25,35	26,27	25,84	24,76	23,63	21,0	22,83	23,56
Standard-abweichung	1,53	0,83	1,42	2,06	1,18	1,71	0,50	0,56	0,53
Minimum	22,65	24,45	25,20	23,95	23,08	21,61	20,24	22,10	22,96
Maximum	26,78	26,58	28,54	29,26	26,27	26,29	21,48	23,62	24,32
Spannweite	4,13	2,13	3,34	5,31	3,19	4,68	1,24	1,52	1,38
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	25,21	25,83	26,25	25,83	25,21	23,75	21,67	22,92	23,44

Flussmittel K1, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$

Schmelze	5-0K1	5aK1	5bK1	5cK1	5dK1	5eK1	5fK1	5gK1	5zK1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	22,36	22,72	21,60	20,90	19,00	21,06	19,22	22,94	24,00
Probe 2	25,54	21,48	19,26	20,22	21,50	22,42	22,72	25,02	24,88
Probe 3	23,42	23,00	21,04	22,46	22,88	21,28	21,08	21,42	24,80
Probe 4	22,22	22,38	19,64	21,64	21,88	20,40	18,92	21,58	21,04
Probe 5	26,00	22,84	21,08	20,96	19,50	23,06	21,54	18,44	21,40
Mittelwert	23,91	22,48	20,52	21,24	20,95	21,64	20,70	21,88	23,22
Standard-abweichung	1,77	0,61	1,01	0,85	1,64	1,08	1,60	2,40	1,87
Minimum	22,22	21,48	19,26	20,22	19,00	20,40	18,92	18,44	21,04
Maximum	26,00	23,00	21,60	22,46	22,88	23,06	22,72	25,02	24,88
Spannweite	3,78	1,52	2,34	2,24	3,88	2,66	3,80	6,58	3,84
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	24,27	23,13	21,88	22,08	21,77	22,08	21,72	22,03	22,97

Flussmittel F1, $v_T = 1,0 \text{ mm/s}$

Schmelze	5-0F1	5aF1	5bF1	5cF1	5dF1	5eF1	5fF1	5gF1	5zF1
Al-Gehalt [%]	0,0	< 0,001	0,001	0,007	0,05	0,1	0,2	0,5	5,0
	Traversenweg [mm]								
Probe 1	21,96	20,52	19,42	24,50	19,90	22,08	18,90	20,46	30,04
Probe 2	20,54	20,12	20,38	24,32	20,10	21,82	22,58	21,92	30,54
Probe 3	18,50	22,88	23,44	22,70	18,60	22,10	20,64	21,44	30,42
Probe 4	22,52	23,08	23,54	20,10	18,60	23,44	20,50	18,28	26,70
Probe 5	19,50	21,68	22,44	22,72	19,08	21,28	18,50	20,40	24,82
Mittelwert	20,60	21,66	21,84	22,87	19,26	22,14	20,22	20,50	28,50
Standard-abweichung	1,67	1,34	1,86	1,77	0,71	0,80	1,62	1,40	2,60
Minimum	18,50	20,12	19,42	20,10	18,60	21,28	18,50	18,28	24,82
Maximum	22,52	23,08	23,54	24,50	20,10	23,44	22,58	21,92	30,54
Spannweite	4,02	2,96	4,12	4,40	1,50	2,16	4,08	3,64	5,72
Traversenweg grafisch aus Mediankurve	21,17	22,11	23,36	23,59	20,16	22,38	21,43	21,61	28,39