

Schlussbericht vom 21.03.2024

zu IGF-Vorhaben Nr. 21673 BG

Thema

Einfluss von Schleifparametern auf die Korrosionseigenschaften von beschichteten Aluminiumwerkstoffen (Schleifen Al)

Berichtszeitraum

01.04.2021 - 31.12.2023

Forschungsvereinigung

GfKORR - Gesellschaft für Korrosionsschutz e.V.

Forschungseinrichtung(en)

Forschungseinrichtung 1: Institut für Korrosionsschutz Dresden GmbH (IKS), Gostritzer Str. 65, 01217 Dresden

Forschungseinrichtung 2: Fraunhofer-Gesellschaft e.V., Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme (IKTS), Winterbergstr. 28, 01277 Dresden

Forschungseinrichtung 3: DECHEMA-Forschungsinstitut, Theodor-Heuss-Allee 25, 60486 Frankfurt am Main



Gefördert durch:



Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

Inhalt

1		Kurz	zfass	ung (Abstract) 4
2		Vor	wort.	
	2.	.1	Wis: insb Anw	senschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen der Ergebnisse esondere für KMU sowie deren innovativer Beitrag und industrielle vendungsmöglichkeiten
	2.	.2	Ver	vendung der Zuwendung
		2.2.	1	Zuwendung an Forschungseinrichtung 1 (IKS)
		2.2.	2	Zuwendung an Forschungseinrichtung 2 (IKTS)
		2.2.	3	Zuwendung an Forschungseinrichtung 3 (DFI)
	2.	.3	Not	vendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit6
	2.	.4	Erge	ebnistransferkonzept - Plan und Einschätzung zur Realisierbarkeit
		2.4.	1	Transfermaßnahmen während der Projektlaufzeit (01.04.2021 - 31.12.2023)6
		2.4.	2	Geplante Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit (ab 2024) 7
		2.4.	3	Einschätzung der Realisierbarkeit des Transferkonzepts7
3		Geg	genül	berstellung der Ergebnisse mit den Zielen des Antrags
4		Erge	ebnis	se und Diskussion11
	4.	.1	Allg	emeines zum Untersuchungsprogramm11
		4.1.	1	Verwendete Materialien und Kooperation innerhalb des Projektverbunds11
		4.1.	2	Untersuchungsmethoden der FE1 (IKS)11
		4.1.	3	Untersuchungsmethoden der FE2 (IKTS)14
		4.1.	4	Untersuchungsmethoden der FE3 (DFI)14
	4.	.2	Ider	tifizierung relevanter Einflussparameter (IKS)15
		4.2.	1	Ausgangszustand der Coils bzw. Profile15
		4.2.	2	Oberflächenvorbereitung vor dem Schleifen18
		4.2.	3	Schleifprozessparameter
		4.2.	4	Nasschemische Oberflächenvorbereitung nach dem Schleifen31
		4.2.	5	Beschichtung
		4.2.	6	Fazit
	4.	.3	Unte	ersuchung des mechanisch induzierten Wärmeeintrags beim Schleifen (IKTS)
		4.3.	1	Instrumentierter Schleifmessplatz Design-Version 1
		4.3.	2	Instrumentierter Schleifmessplatz Design-Version 2
		4.3.	3	Instrumentierter Schleifmessplatz Design-Version 341
		4.3.	4	Fazit46
	4.	.4	AA5 Korr (IKS	005 / AA6060: Untersuchung relevanter Einflussparameter auf die osionsbeständigkeit geschliffener Aluminiumproben im Fassadenbereich //DFI)47

	4.4.1	Untersuchung der Beilby-Schicht (DFI)	47
	4.4.2	Untersuchung der Korrosionsbeständigkeit geschliffener und beschichte Bleche (IKS)	əter 60
4	.5 AAG Kor (IKS	6016 / AA6111: Untersuchung relevanter Einflussparameter auf rosionsbeständigkeit geschliffener Aluminiumproben im Automobilbere S/IKTS/DFI)	die eich 70
	4.5.1	Untersuchung der Beilby-Schicht (DFI)	.70
	4.5.2	Untersuchung der sich beim Schleifprozess ausbildendenden nanoskalig Oxidschicht (IKTS)	gen 79
	4.5.3	Untersuchung der Korrosionsbeständigkeit geschliffener und beschichte Bleche (IKS/DFI)	eter 92
5	Handlur	ngsempfehlungen	110
5	5.1 Har	ndlungsempfehlung "Fassade"	110
	5.1.1	Allgemeines	110
	5.1.2	Empfehlungen bzgl. relevanter Einflussparameter beim Schleifen Aluminium	von 110
5	5.2 Har	ndlungsempfehlung "Automobile"	112
	5.2.1	Allgemeines	112
	5.2.2	Empfehlungen bzgl. relevanter Einflussparameter beim Schleifen Aluminium	von 112
6	Zusamn	nenfassung	114
7	Danksa	gung	116
8	Literatur	r	117

1 Kurzfassung (Abstract)

Aluminium wird in verschiedenen Branchen, wie z.B. der Automobil-, aber auch der Architektur- und Bauindustrie zu unterschiedlichen Zwecken geschliffen. Das Anschleifen aktiviert die Oberfläche durch Ausbildung einer mikrokristallinen "Beilby"-Schicht, die Korrosionsangriffe beschichteter Bauteile begünstigt. Im vorliegenden Projekt sollte in Kooperation dreier Forschungsinstitute eine groß angelegte Studie unter Einbezug aller relevanten Einflussgrößen beim Schleifen von Aluminium im Hinblick auf Änderungen der Korrosionsbeständigkeit durchgeführt werden. Neben der gezielten Variation zuvor identifizierter relevanter Parameter wurden außerdem branchenspezifische Schleif-Ringversuche mit verschiedenen Firmengruppen durchgeführt. Zusätzlich wurde der Wärmeeintrag beim Schleifen anhand eines dafür konzipierten Messplatzes nachvollzogen, wobei sich deutliche Unterschiede zwischen den Schleifverfahren zeigten, welche sich jedoch nicht in den Ergebnissen der Korrosionstests widerspiegelten. Die Parameterstudie, welche sowohl an unbeschichteten als auch an beschichteten Blechen der Legierungen AA5005, AA6016, AA6111 als auch an Profilen (AA6060) durchgeführt wurde, ergab, dass das Schleifen zwar die Korrosionsanfälligkeit beschichteter Bleche erhöht, jedoch nur ein sehr geringer Einfluss relevanter Schleifparameter existiert. Dies äußerte sich vor allem in SKP-Messungen, Filiform-, CASS und VDA-Tests an beschichteten Proben. Auch die Coilbeölung und Art der nasschemischen Vorbehandlung beeinflussen die Korrosionsanfälligkeit nicht. Jedoch wurde festgestellt, dass die Einbrenntemperatur der Beschichtung sehr starken Einfluss auf die Ergebnisse nimmt. Eine Erhöhung von 60 auf 180 °C führte zu deutlich mehr Korrosion am Ritz. Dieser Befund ist vor allem deshalb wesentlich, weil Beschichtungsverfahren in den genannten Schlüsselindustrien i.d.R. hohe Einbrenntemperaturen erfordern (z.B. KTL, Pulverbeschichtung).

2 Vorwort

2.1 Wissenschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen der Ergebnisse insbesondere für KMU sowie deren innovativer Beitrag und industrielle Anwendungsmöglichkeiten

Im Zuge der Herstellung von Aluminiumhalbzeugen kommen in der Praxis noch vor der Oberflächenveredelung (Vorbehandlung/Beschichtung) Schleifprozesse aus verschiedenen Gründen zur Anwendung. Hierdurch soll ein homogenes Erscheinungsbild des Bauteils generiert bzw. bei der Formgebung entstandene Unebenheiten ausgeglichen werden. Auch zur Nachbearbeitung von Trenn- und Fügestellen, wie Schweißnähten und Kanten (Entgratung) kommen Schleifvorgänge zum Einsatz. Zusätzlich werden Schleifverfahren bei der Sanierung von Aluminiumkonstruktionen angewandt, um z.B. Altbeschichtungen bzw. grobe Verunreinigungen von Oberflächen zu entfernen.

Schleifprozesse spielen somit für Erzeuger und Erstbearbeiter von Aluminium, aber auch für die aluminiumverarbeitenden Industriezweige, wie z.B. für die Automobil- und Schienenfahrzeugindustrie, den Fassadenbau und die Luft- und Raumfahrt eine wesentliche Rolle. Durch das Anschleifen der Bleche wird die Oberfläche deformiert und damit anfälliger für einen Korrosionsangriff. Die dafür verantwortliche mikro- bzw. submikrokristalline Beilby-Schicht bietet für das Auftreten verschiedener Korrosionsvorgänge, wie z.B. der sogenannten Filiformkorrosion, wobei die Beschichtung fadenförmig unterwandert und enthaftet wird, ideale Voraussetzungen. Durch Wärmeeintrag während des Beschichtungsprozesses (Einbrennen) wird dieser Effekt sogar deutlich verstärkt.

Im vorliegenden Projekt wurden relevante Parameter im Zusammenhang mit Schleifprozessen identifiziert und anschließend eine groß angelegte Parameterstudie an unbeschichteten und beschichteten Blechen und Bauteilen durchgeführt. Dabei wurde sowohl der Schleifprozess unter Einbezug der Parameter Schleifverfahren, Schleifdauer, Körnung, sowie Gegebenheiten im Ausgangszustand (Legierung, Coilpassivierung, Oberflächentopographie, Coilbeölung), etwaige Einflüsse durch die Oberflächenvorbereitung vor dem Schleifen (Entfetten, Feilen), Veränderungen durch die branchenspezifische nasschemische Oberflächenvorbehandlung nach dem Schleifen und Einflüsse der Art und Einbrenntemperatur der Beschichtung berücksichtigt. Es wurden zudem auch Veränderungen an der sich beim Schleifen ausbildenden mikroskaligen Beilby-Schicht, sowie der nanoskaligen Oxidschicht nachvollzogen, sowie Untersuchungen zum Wärmeeintrag in den Werkstoff beim Schleifprozess angestellt. Die Ergebnisse konnten in zwei verschiedenen Handlungsempfehlungen, welche speziell auf Belange der Industriezweige "Automobile" und "Fassade" ausgerichtet wurden, zusammengefasst werden. Anhand dieser Handlungsempfehlungen wird es voraussichtlich möglich sein, Prozesse vor allem in kleinen und mittelständischen Unternehmen der Oberflächenveredelung bzw. Halbzeugherstellung hinsichtlich besserer Korrosionsschutzperformance und besserer Qualitätssicherung anzupassen.

Das Projekt wurde durch einen Kreis von Firmen (überwiegend KMU) gesamter Wertschöpfungsketten verschiedener Aluminiumverarbeitender Industriezweige begleitet, welche direkt von den Projektergebnissen profitieren. Zudem waren der Industrieverband Aluminum Deutschland e.V., sowie die Gütegemeinschaft Stückbeschichten e.V. (GSB International) während der Projektlaufzeit einbezogen, was eine Verteilung der Erkenntnisse an weitere KMU auch über das Projektende hinaus ermöglicht.

2.2 Verwendung der Zuwendung

2.2.1 Zuwendung an Forschungseinrichtung 1 (IKS)

Einzelansatz A1: 14,6 Personenmonate (3 wissenschaftliche Mitarbeiter HPA-A) Einzelansatz B: keine Einzelansatz C: keine

2.2.2 Zuwendung an Forschungseinrichtung 2 (IKTS)

Einzelansatz A1: 14,42 Personenmonate (1 wissenschaftlicher Mitarbeiter HPA-A) Einzelansatz B: keine Einzelansatz C: keine

2.2.3 Zuwendung an Forschungseinrichtung 3 (DFI)

Einzelansatz A1: 25 Personenmonate (1 wissenschaftlicher Mitarbeiter HPA-A) Einzelansatz B: keine Einzelansatz C: keine

2.3 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die in Abschnitt 4 aufgeführten Ergebnisse resultieren aus Arbeiten und Untersuchungen, die im Rahmen des vorliegenden Projektes durchgeführt wurden. Alle Arbeitsschritte entsprachen dem begutachteten und bewilligten Antrag und waren zur Erfüllung der Projektziele notwendig. Der Arbeitsaufwand wird vor dem Hintergrund der Zielstellung als angemessen erachtet.

2.4 Ergebnistransferkonzept - Plan und Einschätzung zur Realisierbarkeit

2.4.1 Transfermaßnahmen während der Projektlaufzeit (01.04.2021 - 31.12.2023)

Maßnahme	Ziel	Datum/ Zeitraum
Sitzungen des projektbegleitenden Ausschusses	Diskussion der Resultate und Steuerung durch KMU- Interessen	04/2021 (Kick-Off-Meeting) 09/2021 (Statusbericht) 03/2022 (Statusbericht) 10/2022 (Statusbericht) 03/2023 (Statusbericht) 12/2023 (Abschlusssitzung)
Begleitung durch den Arbeitskreis "Korrosion und Korrosionsschutz von Al und Mg" der GfKORR e.V.	Diskussion der Resultate und Ergebnistransfer über den PA hinaus in die antragstellende Forschungsvereinigung	09/2021 (Statusbericht) 03/2022 (Statusbericht) 09/2022 (Statusbericht) 04/2023 (Statusbericht) 10/2023 (Statusbericht)
Tagungsbeitrag (Vortrag): EMCR 2022, Oleron Island (F)	Ergebnistransfer in die Wirtschaft, Diskussion mit Fachkollegen, Kontakt zu weiteren KMU	2530.09.22
Tagungsbeitrag (Vortrag): ISE 2023, Lyon (F)	Ergebnistransfer in die Wirtschaft, Diskussion mit Fachkollegen, Kontakt zu weiteren KMU	0308.09.23
Tagungsbeitrag (Vortrag) ASST 2023, Stockholm (S)	Ergebnistransfer in die Wirtschaft, Diskussion mit Fachkollegen, Kontakt zu weiteren KMU	2125.05.23
Kurzdarstellung des Projektes und der Ergebnisse auf den Webseiten der Forschungseinrichtungen	Ergebnistransfer in die Wirtschaft	fortlaufend
Übernahme von Ergebnissen in das IKS-Webinar "Filiformkorrosion bei beschichteten Leichtmetallen"	Ausbildung von Beschichtungsfachleuten	jährlich ab 03/2024
Fachpublikation in einer nationalen Zeitschrift	Verbreitung der Forschungsergebnisse über direkten Kontakt hinaus, wissenschaftlicher Austausch	Besser Lackieren 14/2023

Maßnahme	Ziel	Datum/ Zeitraum
Begleitung durch den Arbeitskreis "Korrosion und Korrosionsschutz von Al und Mg" der GfKORR e.V.	Diskussion der Resultate und Ergebnistransfer über den PA hinaus	04/2024 (Abschlussbericht, geplant)
Verteilung des Abschlussberichtes an PA	Bekanntmachung der Ergebnisse	03/2024
Angebot zur Anforderung des Schlussberichtes	Bekanntmachung der Ergebnisse	ab 03/2024
Fertigstellung und Übergabe der Handlungsempfehlung "Fassade" an KMU und Verbände (GSB, GfKORR)	Ergebnistransfer Architektur- und Bauindustrie; Hilfestellung bei der Prozessanpassung	03/2024
Fertigstellung und Übergabe der Handlungsempfehlung "Automobile" an KMU und Verbände (Aluminium Deutschland, GfKORR)	Ergebnistransfer in die Automobilindustrie; Hilfestellung bei der Prozessanpassung	03/2024
Kurzdarstellung des Projektes und der Ergebnisse auf den Webseiten der Forschungseinrichtungen	Ergebnistransfer in die Wirtschaft	fortlaufend
Übernahme von Ergebnissen in das IKS-Webinar "Filiformkorrosion bei beschichteten Leichtmetallen"	Ausbildung von Beschichtungsfachleuten	jährlich ab 03/2024
Fachpublikation in einer nationalen Zeitschrift (z.B. JOT, ALUMINIUM)	Verbreitung der Forschungsergebnisse über direkten Kontakt hinaus, wissenschaftlicher Austausch	04/2024
Fachpublikation in einer internationalen Zeitschrift (z.B. Materials and Corrosion)	Verbreitung der Forschungsergebnisse über direkten Kontakt hinaus, wissenschaftlicher Austausch	06/2024 (geplant)
Übernahme von Ergebnissen in den DECHEMA-Weiterbildungskurs "Korrosionsschutz verstehen"	Weiterbildung industrieller und behördlicher Mitarbeiter	Neukonzeption für 2025 (geplant)
Übernahme von Ergebnissen in den IKS-Lehrgang "DIN geprüfter Beschichtungsinspektor"	Ausbildung von Beschichtungsfachleuten	halbjährlich ab 09/2024
Übernahme von Ergebnissen in den IKS-Lehrgang "KOR-Schein nach ZTV-ING"	Ausbildung von Korrosionsschutzfachleuten	jährlich ab 03/2024
Vorstellung von Ergebnissen im Rahmen des IKS-Seminars "Weiterbildung für Beschichtungsinspektoren"	Weiterbildung für Mitarbeiter anwendender Unternehmen	04/2024
Übernahme von Ergebnissen in die akademische Lehre	Schulung des industriellen Nachwuchses	Vorlesung "Korrosion und Korrosionsschutz", RWTH Aachen ab WS 24/25

2.4.2 Geplante Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit (ab 2024)

2.4.3 Einschätzung der Realisierbarkeit des Transferkonzepts

Schon während der Projektlaufzeit sind die in der ersten Tabelle oben aufgelisteten Schritte zum Ergebnistransfer durchgeführt worden. Sie sind bereits auf vielfältiges industrielles Interesse gestoßen, so dass der Eingang der Ergebnisse in die industrielle Praxis bisher als realistisch erachtet werden kann. Weitere Maßnahmen zur Verwertung und Verbreitung der Projektergebnisse in größerer Breite sind im Anschluss an das Projekt wie oben gelistet vorgesehen.

Über den Austausch zwischen Forschungsstellen und Unternehmen des projektbegleitenden Ausschusses konnte bislang vor allem ein direkter Wissenstransfer in die begleitenden Unternehmen realisiert werden. Dieser wird nun nach Abschluss des Projektes durch die Übergabe der Handlungsempfehlungen "Fassade" und "Automobile" an KMU und Verbände der entsprechenden Branchen weitergeführt. Damit fließen die Ergebnisse im besten Fall direkt in eine Prozessanpassung bei den Unternehmen ein.

Die geplanten Veröffentlichungen sind darüber hinaus geeignet, die Ergebnisse des Projekts einer wesentlich breiteren Fachöffentlichkeit bekannt zu machen. Gleiches gilt für Vorträge auf anerkannten Tagungen, vor allem wenn neben wissenschaftlichem Publikum auch Industrievertreter einen nennenswerten Anteil am Teilnehmerfeld haben.

Die Übernahme der Ergebnisse in die akademische Lehre ist ab Beginn des Herbstes geplant. Dabei werden vor allem Studierende im Bereich der Materialwissenschaften adressiert. Durch entsprechende Schulung von Nachwuchsfachkräften kann grundsätzlich die Zukunftsfähigkeit neuer Technologien abgesichert werden. Darüber hinaus dient die Integration der Ergebnisse in berufliche Weiterbildungsmaßnahmen der beiden Forschungseinrichtungen wie auch deren Erläuterung bei bilateralen Industriekontakten, z.B. im Rahmen der industriellen Auftragsforschung, dem Transfer zu bereits in der beruflichen Praxis stehenden industriellen Fachkräften.

Insgesamt erscheint das Konzept zum Transfer der Projektergebnisse als realisierbar und wird von den Forschungsstellen wie geplant weiterverfolgt.

3 Gegenüberstellung der Ergebnisse mit den Zielen des Antrags

Ziele des Vorhabens:

Ziel des Vorhabens war es, quantifizierbar zu klären, wie die üblicherweise verwendeten Schleifparameter die Korrosionseigenschaften beschichteter Aluminiumhalbzeuge beeinflussen und daraus eine Handlungsanweisung zur Vereinheitlichung der Schleifprozesse und Optimierung der Vorbehandlung vor der Beschichtung zu erstellen. Die aus dem Projekt resultierende Handlungsanweisung soll sicherstellen, dass so wenig wie möglich aber so viel wie nötig an Materialabtrag durch die Vorbehandlung erfolgt, sodass eine erhöhte Sensibilisierung des Halbzeuges gegen (Filiform-)Korrosion auszuschließen ist.

Insgesamt sollte im Projekt eine möglichst quantifizierbare Analyse des durch die Parameter des Schleifens erzeugten Gefügezustandes und dessen Auswirkung auf die Korrosionssensibilität von Aluminiumlegierungen nach Beschichtung erfolgen. Davon ausgehend sollte untersucht werden, wie eine Veränderung der Schleifparameter zu einer Verringerung der Korrosionsanfälligkeit und einer verringerten Streubreite der Ergebnisse führen kann. Die gewonnenen Erkenntnisse sollten in ein Modell und eine daraus resultierende Handlungsempfehlung (Guide of Best Practise) einfließen, welche den Herstellern zur Verfügung gestellt wird und dauerhaft in Standards oder Normen einfließen kann.

Erzielte Ergebnisse:

Zum Aufspüren und Untersuchen relevanter Einflussparameter im Zusammenhang mit Schleifvorgängen wurden die Legierungen AA5005 und AA6060 repräsentativ für Gegebenheiten in der Architektur- und Baubranche (Fassadenbereich) sowie AA6016 und AA6111 für den Automobilbereich ausgewählt. In Absprache mit den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses wurden mit Hilfe von Vorversuchen relevante Einflussparameter identifiziert und die jeweiligen Parameter dann in eine groß angelegte Parameterstudie an sowohl unbeschichteten als auch beschichteten Blechen einbezogen. Die Herstellung beschichteter Bleche erfolgte dabei unter Anwendung jeweils praxisrelevanter Systeme sowohl für die Oberflächenvorbehandlung (Fassade: Dünnschichtvorbehandlung; Automobile: Dünnschichtvorbehandlung und Phosphatierung) als auch für die Beschichtung (Fassade: SP-Pulverbeschichtung; Automobile: EP-Flüssigbeschichtung). Unter Beteiligung von jeweils 4 Mitgliedern des PA aus den Schlüsselindustrien "Fassade" und "Automobile" wurden zusätzlich Ringversuche bzgl. des Schleifens durchgeführt. Die dabei hergestellten Prüfbleche und Bauteilabschnitte (unbeschichtet und beschichtet) wurden dann ebenfalls in die Parameterstudie eingebunden.

Unbeschichtete Bleche wurden hinsichtlich der Dicke und Beschaffenheit der sich beim Schleifen ausbildenden mikro- bzw. submikrokristallinen Beilby-Schicht mittels EBSD und XRD, sowie bzgl. der Korrosionsanfälligkeit mittels Rasterkelvinsonde (SKP) untersucht. Zusätzlich erfolgte eine Betrachtung der nanoskaligen Oxidschicht mit elektrochemischen Methoden (CV...Cyclovoltammetrie und EIS...Impedanzspektroskopie) zur Abschätzung der Korrosionsanfälligkeit im unbeschichteten Zustand.

Im Zuge der Parameterstudie zeigte sich, dass sich die durch das Schleifen auf der Oberfläche der Legierung AA5005 erzeugte Beilby-Schicht mit Hilfe von EBSD-Messungen deutlich abbilden lässt. Die Tiefe der Einflusszone ist relativ unabhängig von der Schleifdauer, was den Schluss nahelegt, dass sich bei dieser Legierung ein Gleichgewicht zwischen Materialabtrag und Ausbildung neuer Einflusszone einstellt. Die Vorzugsorientierung der Körner, die in der Bulkstruktur der Walzlegierung vorliegt, wird zerstört. Das gemessene Voltapotential auf den geschliffenen Oberflächen verschiebt sich je nach verwendeten Schleifparametern im Vergleich zu ungeschliffenen Oberflächen deutlich zu negativeren Potentialen. Diese Verschiebung kann mehrere 100 mV betragen, weshalb mit einer deutlich höheren Korrosionssensibilität im Vergleich zu ungeschliffenen Oberflächen zu rechnen ist. Über einen anschließenden Beizvorgang kann die Einflusszone entfernt werden. Der Beizabtrag, der hauptsächlich durch die Intensität der alkalischen Beize bestimmt wird, entscheidet darüber, ob noch Reste der Beilby-Schicht auf der Oberfläche verbleiben. Mittels EBSD lässt sich darstellen, wie dick die verbliebene Einflusszone nach dem jeweiligen Beizschritt ist. Aber auch XRD-Messungen unter streifendem Einfall ermöglichen eine zumindest qualitative Aussage darüber, ob noch Beilby-Schicht (polykristallines Material) an der Oberfläche vorliegt. Auch für die AA6xxx-Walzlegierungen lässt sich die durch das Schleifen erzeugte Beilby-Schicht mit Hilfe der EBSD-Messungen deutlich abbilden. Da die AA6xxx-Legierungen - im Vergleich mit der Legierung AA5005 - ein sehr grobkörniges Gefüge (AA6016 > 40 µm) besitzen, wird hier eher auf einzelnen Körnern herumgerieben. Die Tiefe der Einflusszone beträgt für die AA6xxx-Legierungen - je nach Schleifverfahren - bis zu 8 µm. Die Voltapotential-Messungen zeigten, dass die Coilpassivierung (AA6016) keinen Einfluss auf die nach dem Schleifen gemessenen Voltapotentiale hat. Die dünne Passivierungsschicht wird beim Schleifen vollständig zerstört. Es macht aber einen Unterschied, ob im beölten oder entfetteten Zustand geschliffen wird. So weisen im geölten Zustand geschliffene Oberflächen jeweils negativere Voltapotentialwerte auf als die entfettet geschliffenen Oberflächen. Dies gilt für beide Legierungstypen (AA6016 und AA6111). SKP- und EBSD-Untersuchungen an den Proben der Ringversuch-Teilnehmer zeigten, dass sich in allen Fällen Schleifeinflusszonen mit ähnlicher Tiefe einstellen. Auch die auf den unbeschichteten Oberflächen gemessenen Voltapotentiale unterschieden sich nur wenig voneinander. Unterschiedliche Schleifparameter haben also kaum Einfluss auf diese untersuchten Größen. Elektrochemische Untersuchungen der nanoskaligen Oxidschicht mittels CV und EIS bestätigten diese Beobachtung.

Neben den Untersuchungen zur Charakterisierung der sich ausbildenden Beilby-Schicht wurde der Wärmeeintrag beim Schleifen anhand eines dafür konzipierten Messplatzes für verschiedene Schleifverfahren nachvollzogen. Die Temperaturmessungen zeigten deutliche Unterschiede zwischen den Schleifverfahren, welche sich jedoch nicht in den Ergebnissen der Korrosionsuntersuchungen widerspiegelten.

Die Parameterstudie, welche sowohl an unbeschichteten als auch an beschichteten Blechen der Legierungen AA5005, AA6016, AA6111 als auch an Strangpressprofilen (AA6060) unter Anwendung branchentypischer Vorbehandlungen (Dünnschichtvorbehandlung; Phosphatierung) durchgeführt wurde, zeigte, dass das Schleifen zwar die Korrosionsanfälligkeit beschichteter Bleche erhöht, jedoch beim vollständigen Schleifen (optische Einheitlichkeit) weder das Schleifverfahren (zentrisch, exzentrisch, Bandschleifen) noch relevante Schleifparameter (Körnung, Dauer, Geschwindigkeit, Anpressdruck) signifikanten Einfluss auf die Korrosionsanfälligkeit nehmen. Dies äußerte sich vor allem in Untersuchungen an beschichteten Proben (SKP-Messungen, Filiform-, CASS und VDA-Tests). Auch die Art der Coilbeölung und der Vorbehandlung beeinflussen die Korrosionsanfälligkeit nicht.

Ein wesentlicher Einflussparameter auf das Korrosionsergebnis geschliffener und beschichteter Bleche ist die Einbrenntemperatur der Beschichtung. Sowohl die Filiform- und CASS-Tests als auch SKP-Messungen zeigten, dass eine Erhöhung der Lackeinbrenntemperatur bei geschliffenen Blechen unabhängig von der Legierung und Vorbehandlung stets mit einer Erhöhung des Ausmaßes an Korrosionserscheinungen einhergeht. Die Schleifparameter haben dabei keinen Einfluss auf das Ausmaß der Erhöhung. Bei den jeweils ungeschliffenen Blechen wurde keine signifikante Veränderung der Korrosionsanfälligkeit bei Temperaturerhöhung beobachtet. Dieser Befund zeigt, dass im Hinblick auf geringere Korrosionsanfälligkeit bzw. für eine konstante Qualität geschliffener und beschichteter Bauteile ein höheres Augenmerk auf die Optimierung und Kontrolle des Einbrennvorgangs der Beschichtung gelegt werden muss, anstatt den Schleifvorgang zu verbessern. Dieser Befund ist vor allem deshalb wesentlich, weil Beschichtungsverfahren in den genannten Schlüsselindustrien i.d.R. hohe Einbrenntemperaturen erfordern (z.B. KTL, Pulverbeschichtung).

Als Schlussfolgerung aus den Ergebnissen wurden Handlungsempfehlungen für die Branchen "Automobile" und "Fassade" erarbeitet.

Damit wurde das Projektziel erreicht.

Die erzielten Ergebnisse werden nachfolgend ausführlich dargestellt.

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Allgemeines zum Untersuchungsprogramm

4.1.1 Verwendete Materialien und Kooperation innerhalb des Projektverbunds

In Zusammenarbeit aller beteiligten Forschungseinrichtungen (IKS, IKTS, DFI) und des projektbegleitenden Ausschusses (PA) wurde eine Auswahl der zu verwendenden Materialien (Aluminiumwerkstoffe, Schleifgeräte, Schleifmittel, Oberflächenvorbehandlungschemikalien, Beschichtungssysteme) für die systematischen Untersuchungen getroffen. Hierbei wurde vor allem Wert auf praxisrelevante Materialien und typische Ab-Werk-Oberflächenzustände gelegt. Es wurden dabei sowohl die Belange der Automobil- als auch der Architektur- und Bauindustrie berücksichtigt, welche im PA dominant vertreten waren. Für sondierende Versuche wurden bereits geschliffene Bleche der Legierung AA6014 und ungeschliffene Bleche der Legierung AA1050A durch den PA bereitgestellt. Die systematischen Untersuchungen erfolgten dann an Blechen der Walzlegierungen AA6016, AA6111 und AA5005. Zusätzlich wurden Strangpressprofile der Legierung AA6060 geliefert. Das Schleifen der Bleche bzw. Profile erfolgte im Rahmen der Ringversuche bei den Teilnehmern selbst. Für die systematische Herstellung beschichteter Proben wurden die Schleifvorgänge durch das IKS mittels eines Exzenterschleifgeräts, welches vom PA bereitgestellt wurde, ausgeführt. Dabei wurden verschiedene Schleifzustände für Untersuchungen an das DFI weitergegeben. Für die Untersuchungen zum Wärmeeintrag am IKTS war die Konstruktion eines eigenen Versuchsstands erforderlich, wobei das Schleifen dann durch das IKTS selbst erfolgte. Die nasschemische Oberflächenvorbereitung an AA5005 (Fassade) erfolgte am IKS mithilfe industrietypischer Chemikalien des PA nach Anweisung der Hersteller. Die Legierungen AA6016 und AA6111 (Automobile) wurden nach dem Schleifen dagegen direkt bei einem Mitglied des PA vorbehandelt, um industrienahe Prozessbedingungen zu gewährleisten. Aus dem gleichen Grund wurde die Oberflächenvorbehandlung der Profile für den Ringversuch "Fassade" bei einem Mitglied des PA aus der Fassadenbranche vorbehandelt und beschichtet. Die Beschichtung der Walzlegierungen AA5005, AA6016 und AA6111 erfolgte am IKS. Für die 5000er Legierung wurde eine transparente Pulverbeschichtung vom PA bereitgestellt. Zur Beschichtung der 6000er Legierungen wurde ein pigmentierter, säureresistenter 2K-EP-Modelllack, der einem Automobilfinish mit reduzierter Rezeptur nachempfunden ist, von einem Mitglied des PA zur Verfügung gestellt. In den nachfolgenden Kapiteln werden die zur Anwendung gebrachten Untersuchungsmethoden der beteiligten Forschungseinrichtungen näher erläutert. Das IKTS hat sich im vorliegenden Projekt der Untersuchung des Wärmeeintrags beim Schleifen, sowie der sich beim Schleifen ausbildenden Oxidschicht gewidmet. Am DFI erfolgte die Untersuchung der Beilby-Schicht auf geschliffenen Aluminiumoberflächen, sowie die Einschätzung der Korrosionsanfälligkeit geschliffener Bleche mittels Rasterkelvinsonde. Das IKS war mit der Identifizierung relevanter Parameter bei Schleifvorgängen, sowie einer systematischen Studie an beschichteten Blechen, zu der auch die Ringversuche "Automobile" und "Fassade" mit dem PA zählten, beschäftigt.

4.1.2 Untersuchungsmethoden der FE1 (IKS)

4.1.2.1 Konfokalmikroskopie

Zur Charakterisierung der Oberflächenprofile geschliffener Proben wurden Aufnahmen mittels eines Konfokalmikroskops "VK-X" der Fa. Keyence durchgeführt.

4.1.2.2 Funkenspektrometrie

Zur Analyse der chemischen Zusammensetzung der verwendeten Blechlegierungen wurden Funkenspektren mittels eines "SPECTROMAXx, Version F" der Fa. SPECTRO Analytical Instruments GmbH aufgenommen.

4.1.2.3 REM/EDX

Die Analyse der Elementverteilung auf geschliffenen Oberflächen, sowie auf verwendetem Schleifmittel erfolgte mithilfe eines Feldemissions-Rasterelektronenmikroskops mit EDX-Spektroskopie, FESEM Sigma VP, Fa. Carl Zeiss Microscopy GmbH, welches mit einem EDX-System Quantax 400 mit zwei EDX-Detektoren XFlash Detector 6/60 der Fa. Bruker Nano GmbH ausgerüstet ist.

4.1.2.4 Korrosionstests an beschichteten Probenplatten

Für die Prüfung der Korrosionsbeständigkeit beschichteter Probenplatten wurden die in Tabelle 1 angegebenen Verfahren verwendet. Im Filiformkorrosionstest kommt es in Abhängigkeit von der zu untersuchenden Legierung jeweils zu unterschiedlichen Erscheinungsbildern dieser Korrosionsart. Diskrete Fäden, wie sie bei AA5005 vorgefunden wurden, lassen sich nach dem im Regelwerk GSB AL 631-7 beschriebenen Verfahren ausgewertet. Dazu wird jeder Ritz zunächst visuell hinsichtlich der stärker korrodierten Seite bewertet. Auf dieser Seite wird mit Ausnahme der ersten und letzten 5 mm des Ritzes die Länge aller Einzelfäden bestimmt. Aus diesen Werten erfolgt unter Berücksichtigung der Formeln (1) bis (3) die Bestimmung der Filiformkennzahl F.

(1)	Filiformkennzahl	F = I _ø * H
(2)	mittlere Fadenlänge	lø = ∑Einzelwerte / Z
(3)	Fadenhäufigkeit	H = Z / L
	Anzahl der Fäden	Z
	Länge des Ritzes	L
	max. Fadenlänge	I _{max} = höchster Einzelwert je Ritz

Die Filiformkennzahl wurde jeweils für sowohl Längs-, als auch Querritze bestimmt. Angegeben ist jeweils der Mittelwert aus 3 Proben. Außerdem ist jeweils die maximale Fadenlänge I_{max} für jeden Ritz (3 Proben á 2 Ritze = 6 Werte für I_{max}) abgebildet.

Die 6000er Legierungen zeigten nach der Belastung im Filiformkorrosionstest keine diskreten Fäden, sondern eher eine flächige Form der Unterwanderung. Aus diesem Grund wurde eine software-gestützte Flächenauswertung herangezogen. Dazu wurden die Proben nach der Rekonditionierung eingescannt und die Fläche des korrodierten Bereichs mit der Schwellwertmethode quantifiziert. Nach Abzug der Originalfläche der Ritzverletzung wurde die resultierende Fläche in eine mittlere Korrosionsbreite C_F umgerechnet (siehe Formel (4)). Angegeben ist jeweils der Mittelwert aus 3 Einzelbestimmung mit der jeweiligen Standardabweichung.

(4)
$$C_F = \frac{A_c - A_S}{2I}$$

c_F ... mittlere Korrosionsbreite in mm

A_C ... korrodierte Fläche in mm²

- A_S ... originale Ritzfläche in mm²
- I ... Länge des ausgewerteten Ritzbereichs

Tabelle 1:Übersicht der an beschichteten Blechen durchgeführten Belastungsversuche und anschließender Prüfverfahren.

Probenart	AA6016 / AA6111 mit Modelllack				AA5005 / AA6060 mit Pulverbeschicht	tung				
Test	Filiformkorrosions- test	Kupferbeschleunigter Essigsäure- Salzsprühnebeltest	Alter VDA-Test	Neuer VDA-Test	Filiformkorrosions- test	Essigsäure- Salzsprüh- nebeltest	Kondens- wassertest			
Norm	DIN EN 3665	DIN EN ISO 9227 (CASS)	DIN EN ISO 11997-1, Zyklus B	DIN 55635	DIN EN 3665	DIN EN ISO 9227 (AASS)	DIN EN ISO 6270-2 (CH)			
Ritz- verletzung	2x Sikkens 1,0 mm (parallel und senkrecht zur Walzrichtung)									
Belastungs dauer	60 Minuten Animpfen über HCl, dann 1000 Stunden bei 40±2 °C und 82±3 % r.F.	14 Tage	6 Wochenzyklen	12 Wochen- zyklen	60 Minuten Animpfen über HCl, dann 1000 Stunden bei 40±2 °C und 82±3 % r.F.	1000 Stunden	1000 Stunden			
Aus- wertung	Flächen- auswertung (siehe Formel 4)	Korrosion am Ritz nach DIN EN ISO 4628-8	Korrosion am Ritz nach DIN EN ISO 4628-8	Flächenaus- wertung (siehe Abschnitt 4.4.1, Formel 4)	AA5005: GSB-Auswertung (siehe Formeln 1-3) AA6060: Flächenauswertung (siehe Formel 4)	Korrosion am Ritz nach DIN EN ISO 4628-8	Visuelle Auswertung nach DIN EN ISO 4628; Gitterschnitt nach DIN EN ISO 2409			

4.1.3 Untersuchungsmethoden der FE2 (IKTS)

4.1.3.1 Elektrochemische Untersuchungen (Chronovoltametrie,

Cyclovoltammetrie, Elektrochemische Impedanzspektroskopie)

Die Anwendung der elektrochemischen Verfahren zur Messung von Ruhepotentialen (engl. Open circuit potential – ocp) und den Untersuchungen zur nativen Oxidschicht basierte auf den in der einschlägigen Literatur (siehe z.B. [1,2]) beschriebenen chronovoltametrischen bzw. cyclovoltammetrischen Methoden und der elektrochemischen Impedanzspektroskopie unter Verwendung handelsüblicher elektrochemischer Messgeräte wie des impedanzfähigen Gamry 600 (Fa. Gamry, US). Alle Untersuchungen wurden in einem Natriumacetatpuffer pH6 (7.5 wt% CH₃COONa und 0.3 wt% CH₃COOH) durchgeführt. Die Durchführung erfolgte in einer üblichen Flachbettzelle in 3-Elektrodenanordnung. Als Referenzelektrode diente eine gesättigte Quecksilber-Quecksilbersulfateletrode (MSE), wobei alle Potentiale gegen die Standardwasserstoffelektrode (SHE) angegeben wurden. Die Bewertung der nativen Oxidschichtdicke aus den cyclovoltammetrische Messungen erfolgte auf Basis eigener Erfahrung (siehe z.B. [3]).

4.1.3.2 Temperaturmessstand

Da der Temperaturmessstand im Zuge des vorliegenden Projektes entwickelt wurde, sind Details zum Aufbau in den einzelnen Entwicklungsschritten in Abschnitt 4.3 beschrieben.

4.1.4 Untersuchungsmethoden der FE3 (DFI)

4.1.4.1 EBSD

Die EBSD-Untersuchungen erfolgten mit dem SU 5000 von Hitachi. Für die Untersuchungen wurden aus den geschliffenen Blechen entsprechende Probenbereiche herausgetrennt und als Querschliff eingebettet und präpariert.

4.1.4.2 XRD

Durch Röntgendiffraktions-Untersuchungen (XRD) unter streifendem Einfall wurde versucht, Einflüsse des Schleifens/der Beilby-Schicht auf die Mikrostruktur an der Oberfläche zu charakterisieren. Die Untersuchungen erfolgten mit dem Diffraktometer D8 Advance mit DAVINCI design der Firma Bruker. Der Einfallswinkel wurde auf 5° gesetzt. Die Messungen erfolgten im Bereich von 15 - 90° 2-Theta mit einer Schrittweite von 0,01°.

4.1.4.3 XPS

Für die XPS-Untersuchungen wurde das JPS-9030 Photoelektronenspektrometer der Firma JEOL eingesetzt. Die Spektren wurden mit Mg K_a-Strahlung (12 kV, 5 mA) angeregt und mit einer Pass Energie von 30 eV gemessen. Die Analyse erfolgte im CAE Mode (Constant Analyzer pass Energy). Die elliptische Messfläche hat eine Größe von etwa 6x10 mm².

Es wurden jeweils 2 Messungen durchgeführt, wobei die Oberfläche vor der 2. Messung für 30 s mit 1 keV mit Argon abgesputtert wurde. Dies entspricht einem Oberflächenabtrag von ca. 30 nm bezogen auf eine Si-Oberfläche. Der Durchmesser der Sputterfläche beträgt 15 - 20 mm.

4.1.4.4 SKP

Für die Messung der Voltapotentiale der geschliffenen Oberflächen wurde eine Rasterkelvinsonde mit Höhenkontrolle (SKP_KM, Wicinski-Wicinski GbR) eingesetzt. Die Messspitze besteht aus einem Cr-Ni-Draht mit einem Durchmesser von 100 μ m. Die Messspitze wurde vor den Messungen unter Messbedingungen (feuchte Luft > 90% RF) mit einer Cu/CuSO₄-Elektrode kalibriert. Damit ergeben sich die gemessenen Voltapotential-Werte als Werte gegen die Standard-Wasserstoffelektrode (SHE). Es wurden Oberflächenbereiche von 5 x 5 mm² bzw. 10 x 5 mm² mit einer Schrittweite von 50 μ m in X- und Y-Richtung vermessen.

Unbeschichtete Bleche

Die Oberfläche der unbeschichteten Bleche wurde vor der Untersuchung mit Aceton gereinigt. Die ausreichende Leitfähigkeit der Aluminiumproben erlaubt es, die etwa 3 x 5 cm großen Probenstücke ohne besondere Kontaktierung in der Kelvinsonde zu vermessen.

Beschichtete Bleche

Um zu untersuchen, inwieweit die Dünnschichtbehandlung und die anschließende Beschichtung die Eigenschaften an der Aluminiumoberfläche verändern, wurden auch beschichtete Testbleche in der Kelvinsonde vermessen. Damit die Messungen möglich sind, muss die zu vermessende Probe eine leitfähige Verbindung zur Bodenplatte der Kelvinsonde haben. Dazu wird auf der Rückseite der ca. 10 x 10 cm großen Probenbleche, der Kantenschutzlack durch Schleifen entfernt und das Blech wird mittels Leit-C-Film auf einen kleinen Metallblock geklebt. Dieser Metallblock stellt die leitende Verbindung der Aluminiumplatte zur Bodenplatte der Kelvinsonde her (Abb. 1).



Abb. 1: Über einen Metallblock kontaktiertes, beschichtetes Aluminiumblech in der Kelvinsonde.

4.2 Identifizierung relevanter Einflussparameter (IKS)

4.2.1 Ausgangszustand der Coils bzw. Profile

Zur systematischen Untersuchung wurde die Legierung AA6016 mit EDT-Topographie (EDT... electrical discharge texturing), Coilpassivierung und Beölung ausgewählt, was dem üblichen Auslieferungszustand für die Automobilindustrie entspricht. Diese Legierung wurde zu Vergleichszwecken auch ohne Coilpassivierung zur Verfügung gestellt. Zur Abbildung des Einflusses kritischer Legierungselemente, wurde außerdem die kupferhaltige Legierung AA6111 mit EDT, beölt, ohne Coilpassivierung ausgewählt und erhalten. Um auch die Gegebenheiten des Fassadenbaus einzubeziehen, wurde die Legierung AA5005 im originalgewalzten Zustand ohne Passivierung und ohne Beölung angefordert und geliefert. Zusätzlich wurden Strangpressprofile der Legierung AA6060 für den Fassaden-Ringversuch erhalten. In Tabelle 2 ist die elementare Zusammensetzung der Blechmaterialien, welche am IKS mittels Funkenspektrometrie ermittelt wurde, aufgeführt.

Legierung	% A I	%Si	%Fe	%Cu	%Mg	%Mn	%Zn	%Ti
AA6016 Blech passiviert	98,20	1,15	0,18	0,04	0,32	0,08	0,02	0,02
AA6016 Blech nicht passiviert	98,10	1,18	0,19	0,04	0,33	0,07	0,02	0,02
AA6111 Blech	97,40	0,70	0,25	0,69	0,72	0,17	0,01	0,04
AA5005 Blech	98,83	0,11	0,44	0,00	0,51	0,00	-	0,01
AA6060 Strangpressprofil	98,74	0,47	0,23	0,02	0,36	0,03	0,01	0,01
AA6014 Blech	98,03	0,65	0,22	0,16	0,68	0,08	-	0,02
AA1050A Blech	99,55	0,10	0,24	-	-	-	-	0,01

Tabelle 2: Mittels Funkenspektrometrie ermittelte Elementgehalte der untersuchtenMaterialien.

Die Ausgangszustände der Blechmaterialien unterscheiden sich deutlich bzgl. Ihrer Oberflächenstruktur (siehe Abb. 2). Während die 6xxx-Walzlegierungen die für die Automobilindustrie typische EDT-Texturierung besitzen, findet man bei der Legierung AA5005 die klassische Walzstruktur. Eine riefenartige Struktur wurde ebenfalls bei den Strangpressprofilen beobachtet. In allen Fällen wurde dieses ursprüngliche Oberflächenprofil durch den Schleifvorgang zerstört und nach der gleichen Schleifdauer ein optisch einheitliches Schleifbild erhalten. Es wurde dabei jeweils 30 Sekunden je dm² mithilfe eines Exzenterschleifgeräts und der Körnung P150 geschliffen. Die Flächenrauheit (Sa) der Riefenstrukturen lag dabei vor dem Schleifen sowohl beim gewalzten als auch beim stranggepressten Zustand bei 0,4 µm und verdreifachte sich in beiden Fällen durch das Schleifen auf 1,3 µm. Bei der EDT-texturierten Legierung AA6016 wurde dagegen in Bezug auf die Rauheit keine wesentliche Änderung durch das Schleifen festgestellt. Ob dies jedoch allein mit dem Oberflächenprofil im Ausgangszustand erklärbar ist, oder eventuell an der unterschiedlichen Härte der Materialien liegt, bleibt fraglich.



Abb. 2: Vergleich der mittels Konfokalmikroskopie aufgezeichneten Oberflächenprofile der Legierungen AA6016 mit EDT-Texturierung und AA5005 mit typischer Walzstruktur vor dem Schleifen (links) und nach dem Schleifen (rechts).

Ein weiterer möglicher Einflussfaktor des Ausgangszustands der Bleche liegt in der Coilpassivierung. Dabei handelt es sich um eine fluoridhaltige Deckschicht, die als Teil des temporären Korrosionsschutzes von Aluminium-Coils dient. Zur Untersuchung, inwieweit diese Passivierungsschicht beim Schleifvorgang auf der Oberfläche verteilt wird, wurden EDX-Analysen der Blechoberflächen vor und nach dem Schleifen jeweils mit und ohne Coilpassivierung durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 enthalten. Man erkennt, dass nach dem Schleifen, unabhängig davon ob eine Coilpassivierung vorlag oder nicht, die gleichen Elementgehalte auf der Oberfläche ermittelt werden. In beiden Fällen wird kein Fluorid-Signal erhalten, was dafür spricht, dass die Coilpassivierung beim Schleifen entfernt wird und somit auch keinen relevanten Einflussparameter für das Schleifergebnis darstellt. Die 6000er Aluminiumlegierungen, welche vorrangig in der Automobilindustrie verwendet werden, Zeitpunkt der sind zum Auslieferung i.d.R. beölt. Hierbei werden sowohl Trockenschmierstoffeals auch Korrosionsschutzöle verwendet. In der Diskussion mit den Mitgliedern des PA stellte sich heraus, dass sich die Beölung zum Zeitpunkt des Schleifens noch auf den Blechen bzw. Bauteilen befindet.

Werkstoff	Zustand	% A I	%Si	%Fe	%Mg	%F	%Ti	%C	% O
AA6016 Charge A	original	77,55	0,89	0,52	0,89	0,61	0,23	16,63	2,68
passiviert	geschliffen	87,79	1,28	0,66	0,92	-	0,20	8,20	0,95
AA6016 Charge B	original	84,72	1,04	0,51	0,93	-	0,20	10,91	1,70
nicht passiviert	geschliffen	88,75	1,24	0,50	0,90	-	0,14	7,44	1,03

Tabelle 3:Vergleich der Oberflächenelementgehalte (EDX-Analyse, 15 kV, 5 Messungen,
0,4 mm²) von Blechen der Legierung AA6016 mit und ohne Coilpassivierung.

Somit könnte die Anwesenheit bzw. die Art der Beölung einen Einfluss auf das Schleifergebnis haben. Charge A der Legierung AA6016 besitzt einen Trockenschmierstoff, während Charge B von AA6016, sowie die gelieferte Legierung AA6111 mit Korrosionsschutzölen versehen sind. Da bereits festgestellt wurde, dass die Coilpassivierung keinen Einfluss hat, eignet sich der Vergleich der Chargen hinsichtlich des Einflusses der Art der Beölung. Im Architekturbereich findet dagegen keine gezielte Beölung der Bleche bzw. Profile statt.

4.2.2 Oberflächenvorbereitung vor dem Schleifen

Zu den relevanten Maßnahmen der Oberflächenvorbereitung vor dem eigentlichen Schleifen gehört im Bereich der Automobilbleche bzw. Bauteile die optionale Entfernung der Beölung durch Entfetten. Zur Untersuchung dieses Einflussparameters im Hinblick auf das Schleifergebnis wurden Bleche sowohl mit als auch ohne Beölung gleichartig geschliffen und der dabei verursachte Schleifabtrag gravimetrisch bestimmt.



Abb. 3: Schematische Veranschaulichung der Herstellung beölt geschliffener bzw. entfettet geschliffener Bleche inkl. der jeweiligen Ermittlung des Schleifabtrags unter Berücksichtigung der Masse des Öls.

Da es beim beölten Schleifen zu einer Verfälschung des Schleifabtrags durch die Masse der Beölung kommt, wurde die Masse der Beölung zusätzlich separat bestimmt und beim beölten Schleifen jeweils abgezogen (siehe Abb. 3). Auf diese Weise wurden die in Abb. 4 abgebildeten Schleifabträge erhalten. Es zeigt sich, dass es in allen drei Fällen einen signifikanten Unterschied zwischen beöltem und entfettetem Schleifen im Hinblick auf den Schleifabtrag gibt. Dieser fällt jeweils beim beölten Schleifen höher aus, als beim Schleifen nach vorheriger Entfettung der Bleche. Beim Trockenschmierstoff auf AA6016 liegt der Unterschied im Massenabtrag sogar bei ca. 100 %.



Abb. 4: Links: Schleifabträge im Zuge des Schleifens mit und ohne Beölung bei den Legierungen AA6016 und AA6111 unter Variation der Art der Beölung und der Schleifdauer. Die jeweils rot gestrichelten Linien entsprechen in etwa der errechneten Abtragstiefe unter Annahme eines flächenhaft gleichmäßigen Masseabtrags durch das Schleifen. Rechts: Flächenrauheit Sa jeweils im ungeschliffenen Zustand und nach dem beölten bzw. entfetteten Schleifen.

Die Unterschiede verringern sich jeweils bei Erhöhung der Schleifdauer, da die Beölung durch den Schleifabtrieb womöglich gebunden und durch anhaltendes Schleifen vom Blech entfernt wird. Diese Vermutung wird auch durch eine vergleichende EDX-Mappinganalyse des verwendeten Schleifmittels im Rasterelektronenmikroskop deutlich (siehe Abb. 5). Man kann gut erkennen, dass der Schleifabrieb beim beölten Schleifen auf der Schleifscheibe gebunden wird. Womöglich ist dieser anhaftende Schleifabrieb auch der Grund für den höheren Schleifabtrag beim beölten Schleifen. Der Vergleich der Massenverluste zeigt außerdem, dass die jeweilige Masse der Beölung selbst im Vergleich zum Schleifabtrag nur sehr gering ausfällt. Betrachtet man die Flächenrauheit Sa vor und nach dem Schleifen, erkennt man ebenfalls Unterschiede in Abhängigkeit vom Beölungszustand. Die Rauheit fällt beim beölten Schleifen Schleifen.



Abb. 5: Vergleichende EDX-Mapping-Aufnahmen des Schleifmittels (P150) nach dem entfetteten (links) und dem beölten Schleifen (rechts).

Da Schleifabtrag und Flächenrauheit wesentlich davon abhängen, ob man beölt oder entfettet schleift, wurde dieser Aspekt in die weitere Betrachtung im Zuge der Parameterstudie (Abschnitt 4.5) einbezogen. Es galt dabei herauszufinden, ob auch ein Unterschied in der Korrosionsanfälligkeit dieser beiden Zustände mit nachfolgender Oberflächenvorbehandlung und Beschichtung erkennbar ist.

Im Architekturbereich ist eine Beölung der Bleche für die Auslieferung unüblich. Somit spielt die Entfettung vor dem Schleifen hierbei keine wesentliche Rolle. Dagegen ist es teilweise nötig, oberflächliche Fehler (Unebenheiten, Grat, etc.) durch mechanische Bearbeitung mit einer Feile auszugleichen. Es ist denkbar, dass die Kombination aus Feilen und Schleifen zu einem anderen Ergebnis führt als reines Schleifen. Um einen optischen Eindruck des Erscheinungsbilds der geschliffenen Oberfläche mit vorgelagerter Bearbeitung mit der Feile zu bekommen, sind entsprechende fotografische Aufnahmen in Abb. 6 enthalten. Es wurde dabei jeweils eine Flachfeile aus Stahl mit Kreuzhieb 1 (grob) verwendet und 60 Sekunden lang flächig gefeilt.



Abb. 6: Vergleich des optischen Erscheinungsbilds von AA5005 nach der Bearbeitung mit einer Feile (links) und nach anschließendem exzentrischem Schleifen für 60 Sekunden mit P150.

Obwohl das optische Erscheinungsbild nach dem Schleifen sehr einheitlich ist und mit bloßem Auge kein Unterschied zwischen Feilen + Schleifen und alleinigem Schleifen auszumachen ist, zeigen Aufnahmen mit dem Konfokalmikroskop, dass die Feilriefen auch nach dem Schleifen erhalten bleiben (siehe Abb. 7).



Abb. 7: Exemplarische mittels Konfokalmikroskop aufgenommene Oberflächenprofile der Legierung AA5005 nach Bearbeitung mit der Feile und anschließendem Schleifen (links) und nach alleinigem Schleifen (rechts).

Ein Blick auf die Schleifabträge mit und ohne vorgelagertem Feilen zeigt nur einen geringen Unterschied (siehe Abb. 8). Dieser resultiert wahrscheinlich aus der Beseitigung der durch das Feilen aufgeworfenen Grate auf der Oberfläche der Bleche. Die Rauheit nach dem Schleifen scheint sich jedoch unabhängig von einer vorgelagerten Bearbeitung mit der Feile durch das Schleifen gleichsam zu erhöhen.



Abb. 8: Links: Gravimetrisch ermittelter Massenabtrag des reinen Feilens im Vergleich zum Schleifen (60 Sekunden P150) und Feilen + Schleifen.

4.2.3 Schleifprozessparameter

Der Kern des vorliegenden Projektes liegt in einer systematischen Untersuchung des Schleifens. Die Vorbetrachtung zeigt jedoch, dass neben dem Schleifen auch vor- und nachgelagerte Prozesse Einfluss auf das Ergebnis haben können. Um die Zahl der zu untersuchenden Parameter beherrschbar zu halten, waren auch beim Schleifprozess Vorüberlegungen und Vorversuche bzgl. relevanter Einflüsse nötig. Zunächst lohnt sich eine Betrachtung der verschiedenen Schleifverfahren, die in den jeweiligen Industriezweigen zum Einsatz kommen. Diese lassen sich anhand der jeweils ausgeübten Schleifbewegung klassifizieren (siehe Abb. 9).



Abb. 9: Übersicht und systematische Einteilung der verwendeten Schleifverfahren.

Das in allen hier betrachteten Industriezweigen vorherrschende Verfahren ist das exzentrische Schleifen. Aus diesem Grund wurde ein entsprechendes Exzenterschleifgerät von einem

Mitglied des PA für die systematischen Untersuchungen im Rahmen dieses Projektes zur Verfügung gestellt. Im Rahmen der Fassaden- und Automobil-Ringversuche (siehe Abschnitte 4.4.2.3 und 4.5.1.2), sowie bei den Untersuchungen zum Wärmeeintrag (siehe Abschnitt 4.3) kamen jedoch auch die verbleibenden Schleifverfahren zum Einsatz. Was die Schleifmittel anbelangt, so ergab die Diskussion mit dem PA eine einheitliche Aussage aus den Industriezweigen Automobile und Fassade. Es wurde bekräftigt, dass Schleifmittel auf Siliziumcarbidbasis heutzutage nicht mehr verwendet werden.







Abb. 10: REM/EDX-Elementmapping des verwendeten Schleifmittels vor (oben) und nach dem Schleifen eines Blechs der Legierung AA5005 (unten). Farbverteilung: blau...Aluminium, grün...Silizium, grau...Sauerstoff, pink...Kohlenstoff, violett...Calcium. Die angegebenen Elementgehalte wurden mittels EDX-Analyse (15 kV, 5 Messungen, 0,4 mm²) ermittelt.

Dies liegt vermutlich an einer negativen Beeinflussung der Lackhaftung durch diese Art des Schleifmittels. Aus diesem Grund wurden im Rahmen des Projektes nur Schleifmittel mit Edelkorund verwendet, die ebenfalls vom PA bereitgestellt wurden. Dabei wurde zunächst nachgeprüft, ob es zu einer Probenkontamination mit kritischen Elementen des Schleifmittels

kommen kann. Hierzu wurden die Schleifmittel vor und nach dem Schleifen mithilfe der Rasterelektronenmikroskopie unter Verwendung eines EDX-Detektors (EDX...energiedispersive Röntgenspektroskopie) analysiert (siehe Abb. 10 und Tabelle 4).

Die Ergebnisse zeigen, dass die Schleifkörner in einer Trägermatrix eingebettet sind, welche aus Kohlenwasserstoffen, Siliziumdioxid und Calciumverbindungen besteht. Beim Schleifen wird die Trägermatrix aufgebrochen und die Schleifkörner zum Teil freigelegt. Als potentiell störende Elemente kommen dann nur Silizium und Calcium in Frage. Um eine Kontamination der Proben mit diesen Materialien auszuschließen wurden EDX-Analysen (jeweils 5 Messungen, 0,4 mm²) von Blechen verschiedener Legierungen vor und nach dem Schleifen angefertigt. Die Messungen belegen, dass es nicht zu einer Kontamination der Oberflächen mit Calcium kommt. Was die Siliziumgehalte angeht, so beobachtet man bei AA6016 nach dem Schleifen leicht höhere Werte. Da dies jedoch nicht für die ebenfalls siliziumhaltige Legierung AA6111 gilt und außerdem bei AA5005 sowie AA1050A überhaupt kein Silizium gefunden wird, ist davon auszugehen, dass der höhere Siliziumgehalt bei AA6016 nach dem Schleifen nicht durch das Silizium des Schleifmittels hervorgerufen wird, sondern aus der Legierung selbst stammt. **Eine Kontamination der Bleche mit kritischen Elementen aus dem verwendeten Schleifmittel kann also ausgeschlossen werden.**

Tabelle 4:	Ergebnisse	der	EDX-Oberflächenanalyse	von	Blechen	verschiedener	Legierungen	vor	und	nach	dem	Schleifen	mittels
Korundschleifmittel.													

Logiomung	Zuotond	Elementgehalte im EDX (jeweils 5 Messungen, 0,4 mm²)									
Legierung	Zustanu	%AI	%Si	%Fe	%Cu	%Mg	%Ti	%C	%O	%F	
446016	entfettet (Aceton)	77,5	0,89	0,52	-	0,89	0,23	16,63	2,68	0,61	
passiviert	entfettet (Aceton) + geschliffen (P150)	87,79	1,28	0,66	-	0,92	0,20	8,2	0,95	-	
446016	entfettet (Aceton)	84,72	1,04	0,51	-	0,93	0,20	10,91	1,70	-	
nicht passiviert	entfettet (Aceton) + geschliffen (P150)	88,75	1,24	0,50	-	0,90	0,14	7,44	1,03	-	
	entfettet (Aceton)	86,29	0,45	0,67	1,71	1,16	-	7,77	2,10	-	
AA6111	entfettet (Aceton) + geschliffen (P150)	88,70	0,47	0,79	1,42	1,34	-	6,68	0,91	-	
A A 5005	original	97,04	-	0,48	-	1,10	-	-	1,38	-	
AA5005	geschliffen (P150)	94,96	-	0,43	-	0,93	-	2,64	1,04	-	
A A 1050 A	original	97,37	-	0,22	-	0,36	-	-	2,06	-	
AA 1050A	geschliffen (P150)	98,27	-	0,24	-	0,33	-	-	1,15	-	

In Vorbereitung auf die Variation der Schleifparameter musste in Vorversuchen eine geeignete Methode zur Fixierung der Aluminiumbleche gefunden werden. Hierfür wurde zuerst eine Ansaugvorrichtung (Saugheber), wie in Abb. 11 dargestellt, verwendet.



Abb. 11: Links: "Saugheber". Rechts: Aluminiumblech nach dem Schleifen unter Fixierung mittels Saugheber.

Diese Art der Probenfixierung sorgte jedoch, wie in der Abbildung verdeutlicht, zu einem Verzug des Blechs, wodurch der zentrale Bereich nur unvollständig geschliffen wurde. Aus diesem Grund wurde ein Saugtisch mit Waffelstruktur entwickelt, wodurch zum einen durch den Anschluss einer Pumpe ein höherer Unterdruck und durch die Waffelstruktur eine gleichmäßigere Fixierung realisiert werden konnte (siehe Abb. 12, links). Diese Art der Probenfixierung war für das Schleifen der AA5005er Bleche sehr gut, für die Bleche der AA6xxx Legierung jedoch nicht geeignet, da diese eine Coilkrümmung aufwiesen, die durch den Vakuumtisch nicht ausgeglichen werden konnte.



Abb. 12: Links: Vakuumsaugtisch mit Waffelstruktur. Rechts: Einspannvorrichtung.

Hierfür wurde dann eine entsprechende Einspannvorrichtung verwendet (siehe Abb. 12, rechts). Da die Coil-Krümmung zwei verschiedene Orientierungen der Bleche in der Einspannung zulässt (konkav und konvex), wurden auch diese beiden Möglichkeiten miteinander verglichen. Es zeigte sich, dass die konvexe Einspannung, also mit Wölbung nach oben, die gleichmäßigsten Schleifbilder erzeugte (siehe Abb. 13).



Abb. 13: Vergleich des gravimetrisch ermittelten Schleifabtrags unter Variation der Probenfixierung.

Bei der konkaven Einspannung kam es unweigerlich zur Verkantung des Schleifgeräts, was zu höherem und ungleichmäßigerem Schleifabtrag führte. Im Zuge dieses Vergleichs wurde auch eine Kunststoff-Saugmatte mit mehreren Saugnäpfen (ca. 1 cm Durchmesser) getestet. Diese stellte sich aufgrund des Haftungsverlusts nach Wärmeentwicklung beim Schleifen jedoch auch als ungeeignet heraus. Die Vorversuche zeigten also, dass der Vakuumtisch für ungekrümmte und die konvexe Einspannung für gekrümmte Bleche am besten geeignet sind.

Als Schleifprozessparameter, die für eine Variierung in Frage kommen, wurden Körnung, Anpressdruck, Umdrehungsgeschwindigkeit und Schleifdauer in Betracht gezogen. Eine Vorbesprechung mit dem PA ergab P150 und P220 als repräsentative Körnungen. Diese wurden für die systematische Untersuchung verwendet. Die Ringversuche (siehe Abschnitte 4.4.2.30 und 4.5.1.2) zeigten später, dass sich die Körnung der Schleifmittel üblicherweise im Bereich zwischen P80 und P320 bewegt, wobei im Fassadenbereich üblicherweise einfach geschliffen wird und der Schleifvorgang im Gegensatz dazu im Automobilbereich aus einem Grob- und einem Feinschliff besteht. Um den Anpressdruck zu variieren, wurde das Schleifen unter moderatem Druck mit einem übertriebenen Anpressen während des Schleifvorgangs verglichen. Es zeigte sich, dass es für den Bearbeiter nur schwer möglich ist, den Anpressdruck längere Zeit zu erhöhen. Die exzentrische Bewegung des Schleifgeräts wird dadurch gestört und es kommt zu einer höheren Streuung des Schleifabtrags (siehe Abb. 14). Es wurde geschlussfolgert, dass der Anpressdruck in der Praxis beim exzentrischen Schleifen aufgrund der gerätetechnischen Gegebenheiten relativ konstant ist. Die Schleifgeschwindigkeit lässt sich am Gerät in drei Stufen regeln. Die höchste Stufe entspricht dabei laut Hersteller einer Drehzahl von 12 000 U/min bei einem Eingangsluftdruck von 6 bar ohne Kontaktfläche. Diese höchste Drehzahlstufe wurde mit der nächst langsameren Stufe 2 bezüglich Schleifabtrag und resultierender Rauheit verglichen (siehe Abb. 14). Der Luftdruck wurde stets konstant bei 6 bar gehalten.



Abb. 14: Schleifabtrag (links) und Flächenrauheit Sa (rechts) verschiedener Bleche der Legierung AA6016 nach Variation der Schleifparameter Anpressdruck (oben) und Schleifgeschwindigkeit (unten).

Es wurde deutlich, dass die niedrigere Umdrehungsgeschwindigkeit bei niedrigen Schleifdauern zunächst zu ungleichmäßigeren Ergebnissen führt, was an der höheren Standardabweichung der Mittelwerte für Schleifabtrag und Rauheit erkennbar ist. Ab einer Schleifdauer von 120 Sekunden auf Blechen mit einer Fläche von 200x100 mm waren die Ergebnisse einheitlich bei geringerem Abtrag als auf Drehzahlstufe 3. Da eine geringere Drehzahl somit nur die nötige Schleifdauer erhöht, wurde dieser Parameter ebenfalls aus der systematischen Betrachtung ausgeschlossen. Bezüglich der Schleifdauer wurde festgestellt, dass bei der Legierung AA5005 mindestens 60 Sekunden Schleifen für eine Fläche von 200x100 mm nötig sind, um ein optisch einheitliches Schleifbild zu erzeugen. Bei AA6016 wurde dieser Zustand sehr viel schneller erreicht. Bei der Kombination aus Grobschliff mit P150 und Feinschliff mit P220 waren jeweils 10 Sekunden Schleifdauer ausreichend.



Abb. 15: Vergleichende Konfokalmikroskopaufnahmen von AA5005 und AA6016 nach unterschiedlicher Schleifdauer.

Dies wird auch ersichtlich, wenn man sich Konfokalmikroskopaufnahmen der geschliffenen Proben nach gestaffelter Schleifdauer anschaut (siehe Abb. 15). Bei AA5005 erkennt man nach 10 Sekunden immer noch die Walzstruktur, welche lediglich angekratzt wurde. Bei AA6016 dagegen ist nach je 10 Sekunden Schleifen mit P150 und P220 die EDT-Texturierung nicht mehr zu erkennen. Ein Blick auf die Flächenrauheit von AA5005 zeigt ebenfalls, dass noch bei einer Schleifdauer von 30 Sekunden kein einheitliches Schleifbild vorliegt, da man eine sehr hohe Streuung der Werte vorfindet (siehe Abb. 16). Ab einer Schleifdauer von 60 Sekunden sind die Werte sehr einheitlich und verändern sich bei noch weiter steigender Schleifdauer auf 300 Sekunden nicht mehr wesentlich.



Abb. 16: Flächenrauheit Sa der Legierung AA5005 nach verschiedenen Schleifdauern.

Die Variation der Schleifdauer ergab ähnliche Ergebnisse bzgl. des Schleifabtrags für die Legierungen AA5005 und AA6016 (siehe Abb. 17). Es wird allgemein ein annähernd linearer Anstieg des Schleifabtrags mit steigender Schleifdauer beobachtet.



Abb. 17: Schleifabtrag unter Variation der Schleifdauer bei AA5005 und AA6016.

Erstaunlicherweise ändert sich die Flächenrauheit von AA6016 weder in Abhängigkeit von der Schleifdauer, noch von der Körnung. Auch ist kein signifikanter Unterschied der Rauheit vor und nach dem Schleifen erkennbar (siehe Abb. 18).



Abb. 18: Flächenrauheit Sa der Legierung AA6016 nach verschiedenen Schleifdauern.

4.2.4 Nasschemische Oberflächenvorbereitung nach dem Schleifen

Typische Verfahren zur Reinigung und Verbesserung der Lackhaftung auf Aluminiumbauteilen in der Automobilindustrie sind die Phosphatierung und die Dünnschichtvorbehandlung. Bei beiden Verfahren wird sowohl Material von der Oberfläche abgetragen als auch aufgebracht. Die Menge an abgetragenem Material liegt bei der Phosphatierung im Bereich von ca. 1 g/m² und bei der Dünnschichtvorbehandlung bei ca. 0,2 g/m². Das bedeutet, dass sich beide Verfahren nicht nur hinsichtlich der auszubildenden Deckschicht auf der geschliffenen Oberfläche unterscheiden, sondern auch hinsichtlich des Abtrags der sich beim Schleifen ausbildenden Beilby-Schicht. Da beide Verfahren der Oberflächenvorbehandlung im Automobilbereich zur Anwendung kommen, sollte untersucht werden, ob ein Verfahren besser für geschliffene Oberflächengeeignet ist.



Abb. 19: Schematische Abfolge der einzelnen Prozessschritte der Dünnschichtvorbehandlung im Fassadenbereich.

Im Fassadenbereich wendet man heutzutage für Aluminium chromfreie Dünnschichtvorbehandlungsverfahren an (siehe Abb. 19).

Diese Verfahren ähneln der Dünnschichtvorbehandlung im Automobilbereich, zeichnen sich jedoch durch einen höheren Materialabtrag im Zuge der Oberflächenvorbereitung aus. Dieser liegt ohne zusätzlichen alkalischen Beizschritt bei ca. 1 g/m² (\approx ca. 0,4 µm) und kann durch die alkalische Beize sogar auf 3 g/m² (\approx ca. 1,1 µm) erhöht werden. Vorversuche zeigten, dass die vorherige Aufrauung der Oberfläche durch das Schleifen zu einer geringfügigen Erhöhung des Beizabtrags führt. Beim Schleifen mit P150 für 30 s/dm², was zu einer Verdreifachung der Flächenrauheit Sa bei AA5005 führte, erhöhte sich der Beizabtrag um ca. 20 %. Vergleicht man den üblichen Beizabtrag mit dem ermittelten Schleifabtrag beim gerade vollständigen Schleifen, so fällt auf, dass das Schleifen ca. 10-mal mehr Masse vom Werkstoff abträgt als das Beizen. Die beiden Varianten der Oberflächenvorbehandlung nach dem Schleifen (mit und ohne alkalischen Beizschritt) sollen im vorliegenden Projekt ebenfalls vergleichend untersucht werden, um den unterschiedlichen Einfluss auf die Dicke der verbleibenden Beilby-Schicht deutlich zu machen.

4.2.5 Beschichtung

Im Automobilbereich werden Beschichtungssysteme auf Aluminium i.d.R. aus kathodischer Tauchlackierung (KTL) und mehreren Schichten Flüssiglack aufgebaut. Derartige Systeme stellen hohe Anforderungen an die Oberflächenvorbehandlung (vgl. Abschnitt 4.2.4), garantieren dafür aber sehr guten Korrosionsschutz während der gesamten Nutzungsdauer des Fahrzeugs. Aufgrund des sehr hohen Leistungsniveaus dieser Beschichtungssysteme und der damit verbundenen sehr hohen Testzeit bis zum Versagen, wurde entschieden, ein Modelllacksystem zu verwenden. Hierfür wurde ein spezieller einschichtiger 2K-EP-Modelllack bereitgestellt. Es wurde dabei ein besonderes Augenmerk auf die Prüfbarkeit im Filiformkorrosionstest bei Animpfung mit konzentrierter Salzsäure gelegt.

Für die Fassadensysteme wurde ein transparenter Polyester-Pulverlack von einem Mitglied des PA zur Verfügung gestellt. Dieser wurde für die systematischen Versuche verwendet. Zur Absicherung einzelner Ergebnisse kam dann noch eine pigmentierte Standard-Pulverbeschichtung, welche aus einer Epoxidharz-Grundierung und einer Polyester-Deckbeschichtung besteht, zum Einsatz. Für den Fassadenringversuch wurde dagegen lediglich eine pigmentierte Polyester-Pulverbeschichtung von einem Mitglied des PA aufgetragen.

Bei den verwendeten Beschichtungssystemen sollte unter anderem der Einfluss der Einbrenntemperatur untersucht werden.

4.2.6 Fazit

Es wurden die Legierungen AA5005 und AA6060 für Untersuchungen bezüglich eventueller Auswirkungen verschiedener Schleifverfahren auf die Korrosionsbeständigkeit beschichteter Bleche im Fassadenbereich, sowie AA6016 und AA6111 für den Automobilbereich ausgewählt. In einer Vorbetrachtung wurden die folgenden relevanten Einflussparameter für weitere Untersuchungen (siehe Abschnitte 4.4 und 4.5) identifiziert:

- 1. Ausgangszustand der Bleche
 - o Oberflächenprofil
 - Art der Beölung
- 2. Oberflächenvorbereitung vor dem Schleifen
 - Entfernung der Beölung durch Entfetten (Automobile)
 - Mechanische Bearbeitung mit der Feile (Fassade)
- 3. Schleifprozess
 - Schleifgerät / Versuchsaufbau
 - o Anpressdruck
 - o Schleifdauer
 - o Körnung
- 4. Oberflächenvorbehandlung nach dem Schleifen
 - Phosphatierung (Automobile)
 - Dünnschichtvorbehandlung (Automobile)
 - o Dünnschichtvorbehandlung inkl. saurer Beize (Fassade)
 - Dünnschichtvorbehandlung inkl. alkalischer und saurer Beize (Fassade)
- 5. Einbrenn- bzw. Konditionierungstemperatur der Beschichtung

Grundlegende Untersuchungen zum mechanisch induzierten Wärmeeintrag beim Schleifen sollten abseits der Parameterstudien erfolgen.

4.3 Untersuchung des mechanisch induzierten Wärmeeintrags beim Schleifen (IKTS)

4.3.1 Instrumentierter Schleifmessplatz Design-Version 1

Der Ansatz war der Entwurf eines instrumentierten Schleifplatzes, der eine Erfassung der einwirkenden Schleifkraft und die Wärmeentwicklung im oberflächennahen Bereich der geschliffenen Proben erlaubt. Abb. 20 verdeutlicht schematisch den experimentellen Ansatz im linken Teilbild. Um einen gut reproduzierbaren Schleifprozess zu realisieren, wurde die Schleifscheibe an einer Ständerbohrmaschine angebracht (siehe Mittelbild in Abb. 20). Aus den Erfahrungen anderer Forschungsvorhaben zum Wärmeeintrag bei technischen Prozessen, wie z.B. dem Anodisieren oder Elektrochemischer Bearbeitung (siehe bspw. [4, 5, 6]), war bekannt, dass aufgrund des hohen Wärmestromflusses in metallischen Werkstoffen die entstehende Wärme an der Phasengrenze (Schleiffläche) sehr schnell im Metall abgeführt wird und bei ausreichend dünnen Probendicken oder bei Positionierung von Thermosensoren unmittelbar unter der Oberfläche sehr gut (semi-)quantitativ erfasst werden können. Wichtig ist dabei, dass das gerätespezifische Umfeld nur wenig zum Wärmefluss beiträgt. Das wurde im vorliegenden Fall berücksichtigt und so der Probenhalter aus einem Polymer mit entsprechend geringer Wärmeleitfähigkeit angefertigt, auf dem die Proben mit Unterdruck festgehalten wurden, was nebenbei einen sehr raschen Probenwechsel erlaubt (rechtes Teilbild in Abb. 20). Die Ziffern auf dem Probenhalter markieren die Platzierung der Thermosensoren, die von unten durch den Probenhalter geführt wurden und an der Rückseite des zu schleifenden Bleches angepresst werden. Unter dem Probenhalter wurden, wie im rechten Teilbild schematisch dargestellt, an jeder Ecke Kraftmessdosen angebracht.



Abb. 20: Schema zum Aufbau eines instrumentierten Schleifmessplatzes (links) und erste reale Umsetzung (Design-Version 1, Mitte), Bild des Probenaufnehmers mit Markierung der Positionen der Thermosensoren (rechts).

Nach der Realisierung des experimentellen Designs wurden Validierungsuntersuchungen zur Temperatur- und Kraftmessung durchgeführt (Abb. 21). Eine Wärmequelle mit einer konstanten Temperatur von 42.5 °C als Referenz wurde auf die Probenoberfläche aufgesetzt. Die Messungen der Temperatur, wie im linken Teilbild schematisch dargestellt, ergab eine erwartete Temperaturverteilung vom Zentrum nach den Außenbereichen.



Abb. 21: Schematische Darstellung der Versuchsdurchführung zur Verifizierung der Temperaturmessung (links) und Ergebnisse der annähernd stationär eingestellten Temperatur an der Probenunterseite (rechts). Die farbliche Darstellung der Messpunkte korrespondiert mit den Positionen der farblichen Pfeile in der schematischen Darstellung.

Die Abweichung von der Referenztemperatur ergaben im gewählten Aufbau maximal etwa 3 K, wobei die Genauigkeit sehr wahrscheinlich besser ist und die gemessenen Abweichungen eher auf den Wärmeabfluss hinweisen. Dabei steigt die Temperatur innerhalb von ca. 100 s rasch von Raumtemperatur auf etwa 85% der Referenztemperatur an und erreicht nach etwa 1000 s einen

annähernd stationären Wert. Dies ist in erster Linie Folge der nichtadiabatischen Bedingungen, die aber andererseits die Bedingungen eines technischen Schleifprozesses widerspiegeln.

In einem nächsten Schritt wurde die Messung des Krafteintrages auf die Probe verifiziert (Abb. 22). Dazu wurde mittels unterschiedlicher, definierter Massen (Gewichtskraft) die Erfassung derselben durch die Kraftmessdosen untersucht.



Abb. 22: Schematische Darstellung der Versuchsdurchführung zur Verifizierung der Kraftmessung (links) und Auftragung der mittels Kraftmessdosen gemessenen Kraft über der durch Auflegen unterschiedlicher Massen vorgegebenen Gewichtskraft.

Die Kraft mit statischen Lasten wird dabei geringfügig überbestimmt, jedoch ist die Genauigkeit ausreichend, um unterschiedliche Schleifkräfte zu diskriminieren. Außerdem ist die Qualität der Kalibrierkurve so gut, dass die Fehlbestimmung ggfs. herausgerechnet werden könnte. Als nächstes wurden die Vorversuche auf das Einbringen der Kraft manuell durch den Handhebel der Ständerbohrmaschine untersucht (Abb. 23).



Abb. 23: Schematische Darstellung der Versuchsdurchführung zur Verifizierung der Kraftmessung (links) und Auftragung der mittels Kraftmessdosen gemessenen Kraft über der durch Auflegen unterschiedlicher Massen vorgegebenen Gewichtskraft.

Dabei wurden intuitiv die Krafteinwirkung beim Schleifen mit "stark", "mittel" und "sanft" unterschieden. Die im rechten Teilbild in Abb. 23 zu sehenden Ergebnisse lassen folgende Schlüsse zu:

- i. Die manuelle Krafteinbringung lässt sich sehr reproduzierbar gestalten.
- ii. Die Kraftverteilung auf der Probe ist trotz der mechanischen Instrumentierung nicht vollkommen gleichmäßig.

Die Abb. 24 zeigt nunmehr den ersten realen Schleifversuch mit dem vorgestellten Aufbau. Dabei wurde ein "mittlerer" manueller Krafteintrag angestrebt und sollte über 60 s gehalten werden. In der Kraftkurve (rechtes Teilbild der Abb. 24) zeigt sich zunächst sehr gut das Aufsetzen des Schleiftellers und die angestrebte Krafteinstellung, allerdings nimmt die Kraft danach, mit gewissen Oszillationen, wieder ab. Man muss davon ausgehen, dass durch den Schleifabtrag der Anpressdruck abnimmt und nicht in der entsprechenden Weise manuell nachgeführt werden kann. Sehr gut zu sehen ist der kontinuierliche Temperaturanstieg in der Probe, der nahezu linear von statten geht. Nach Ende des Schleifvorganges kommt es zu einer sehr gleichmäßigen Wärmeabfuhr. Die Thermoelemente spiegeln einen ausgesprochen homogenen Wärmeeintrag wider, welcher in den folgenden Untersuchungen so nicht wieder erfasst wurde. Ursache kann hier der sehr geringe Krafteintrag sein, der einen schnelleren Wärmeausgleich innerhalb der Probe im Verhältnis zum Wärmeeintrag aufgrund der Schleifreibung zulässt.



Abb. 24: Schematische Darstellung der Versuchsdurchführung mit Monitoring des Krafteintrages und der Messung der ortsaufgelösten Temperaturen (links) und Ergebnisdarstellung für einen Testversuch inklusive der sich anschließenden Abkühlphase (rechts).

In den folgenden Abb. 25 und Abb. 26 sind ausgewählte Ergebnisse der Untersuchungen mit diesem Messaufbau exemplarisch dargestellt. In Abb. 25 werden unter "sanfter" manueller Krafteinwirkung die Auswirkung auf die Wärmeentwicklung in Abhängigkeit der Schleifdauer gezeigt. Erwartungsgemäß steigt der Wärmeeintrag mit steigender Schleifdauer.


Abb. 25: Messung der Temperatur und Kontrolle der der manuell aufgebrachten mechanischen Kraft ("Sanfter" Krafteintrag) über 60 s (linkes Diagramm) und 120 s (rechtes Diagramm).

Die nach 60 s erreichten Endtemperaturen liegen bei ca. 42 °C und nach 120 s bei ca. 52°C. Die in dieser Zeit eingebrachte mechanische Energie wird in eine Wärmemenge umgewandelt, die die Probe nicht in gleichem Maße an die Umgebung abführen kann. Die Einstellung eines stationären Zustandes wurde unter den gewählten Bedingungen nicht festgestellt, jedoch deutet der Kurvenverlauf auf eine solche Möglichkeit bei längeren Schleifdauern hin.

Abb. 26 verdeutlicht den Einfluss der unterschiedlicher Schleifmittelkörnung auf die Wärmeentwicklung. Auch hier ist der Zusammenhang zwischen Schleifparameter (Körnung) und Wärmeentwicklung nicht überraschend.



Abb. 26: Messung der Temperatur und Kontrolle der der manuell aufgebrachten mechanischen Kraft bei unterschiedlicher Schleifmittelkörnung (P80: linkes Diagramm; P320: rechtes Diagramm).

Das feinere Schleifkorn führt zu geringerer Reibung unter gleicher Krafteinwirkung und die Temperatur für P320 bleibt mit ca. 36 °C deutlich unter den ca. 42 °C für das P80-Korn. Allerdings

muss einschränkend gesagt werden, dass die eingebrachte mechanische Kraft bei Verwendung des feineren Schleifkornes über die Zeit deutlich abnimmt, was die Reibungskraft noch einmal verringert. Über die Auswirkungen des Wärmeeintrages infolge der veränderten Schleifparameter auf die elektrochemischen Eigenschaften der sich unmittelbar nach dem Schleifen gebildeten, nativen Oxidschichten wird in Abschnitt 4.5.2 diskutiert.

Interessant ist in allen Fällen, dass es einen Trend zwischen der Temperatur und der Position des Thermoelementes gibt, der nicht die geometrische Abhängigkeit zwischen Rand und Zentrum widerspiegelt, wie sie in Abb. 21 deutlich wird. Die Autoren gehen davon aus, dass das Ständersystem und der Krafteintrag mittels Handhebel, aufgrund unzureichender Steifigkeit und einer leichten Neigung, zu einem asymmetrischen Krafteintrag auf die Probe geführt haben. Das wurde auch durch die visuelle Bewertung von Schleifbildern auf der Probenoberfläche, insbesondere bei "sanfter" Krafteinwirkung, bestätigt. Hinzu kommt, dass der kommerzielle Schleifteller eine leicht konische (oder konkave) Geometrie zum Zentrum aufwies. All diese Bedingungen bildet der Messaufbau gut ab, sind aber nachteilig für die vergleichende Bewertung. Aus diesem Grund wurde ein Re-Design durchgeführt (Design-Version 2).

4.3.2 Instrumentierter Schleifmessplatz Design-Version 2

Ein eigener Schleifteller wurde angefertigt, der massiver und vor allem ausreichend planar war und statt des Handhebelsystems wurde ein zahnradgetriebener Reibstangenständer als Schleifmaschinenhalterung benutzt (siehe Abb. 27).



Abb. 27: Verbesserter Aufbau des Schleifmessplatzes (Design-Version 2) durch Verwendung eines massiveren Schleiftellers aus einem Gussteil (nichtkommerzielle Anfertigung, Teilbild unten rechts) und eines zahnradgetriebenen Reibstangensystems (Teilbild oben rechts) mit höherer Steifigkeit und geringer Neigung als das zuvor genutzte Handhebelsystem. Abb. 28 verdeutlicht in einer Gegenüberstellung zwei Versuche, die auf dem Schleifmessstand der Version 1 bzw. 2 zur Verifizierung vorgenommen wurden. Zu beachten ist, dass gegenüber früheren Untersuchungen auf Wunsch der Partner und des PA das gleiche Schleifmaterial, wie am IKS genutzt wurde.

Die vorgenommenen Veränderungen (Schleifmessplatz Design-Version 2) führten zu einer deutlichen Verbesserung des Schleifbildes aufgrund eines homogeneren mechanischen Energieeintrages. Die verbesserte Anpressung führt zu einer höheren Reibung und die Probe erwärmt sich deutlich stärker. In der Spitze lassen sich Temperaturen von mehr als 100°C messen und der Anstieg der Kurven deutet noch keinen stationären Zustand an. Es muss also mit Temperaturen gerechnet werden, die bei längeren Schleifzeiten durchaus schon zur Diffusion von Legierungselementen und Anreicherung an der Oberfläche führen können.



Abb. 28: Beispielmessung der eingetragenen Schleifkraft (Kraft-Zeit-Kurve) und gleichzeitig registrierten Wärmeeintrages (Temperatur-Zeit-Kurven), sowie das dazugehörige optische Schleifbild für die Design-Version 1 (links) und Design-Version 2 (rechts).

Der hohe Wärmeeintrag führte bei solchen Messungen allerdings letztlich zu einer Schädigung des Probenhalters, der sich als nicht ausreichend temperaturstabil erwies. Hinzu kam, dass die Partner und insbesondere der PA auf einen anderen Schleifmodus hinwirkten, da sie den Einsatz von Excenter- und Bandschleifern für realitätsbezogener hielten. Die FS2 favorisierte den bis dato genutzten rotationssymmetrischen Aufbau, da er bei einer Schleifung unterschiedliche Schleifgeschwindigkeiten aufgrund der unterschiedlichen Winkelgeschwindigkeiten darstellte, die im Verlaufe des Projektes leicht zu beschreiben gewesen wären. Während der akademische Wert des Aufbaus nicht in Zweifel gezogen wurde, kam es jedoch bei den Projekttreffen mit dem PA und den Partnern der FS 1 und 3 (DFI Frankfurt/M.) immer wieder zu Diskussionen über die Vergleichbarkeit und die Praxisnähe der unterschiedlichen Schleifprozesse.

An dieser Stelle wird in einem kurzen Exkurs eines Vergleichsversuches mit dem von der FS1 im Rahmen des Projektes genutzten Exzenterschleifers unter Verwendung des instrumentierten Probenhalters am IKTS vorgenommen. Abb. 29 verdeutlicht das Prinzip des Vorgehens.



Abb. 29: Verdeutlichung der unterschiedlichen Ansätze zwischen dem instrumentierten Schleifmessplatz Design-Version 2 und der Anwendung des Handexzenterschleifers unter Nutzung der Probenaufnahme des instrumentierten Messstandes.

Obwohl auch im Falle des instrumentierten Messstandes der Design-Versionen 1 & 2 individuelle Einflüsse des Ausführenden hinsichtlich gleichmäßigem Krafteintrages und Schleifauflage nicht völlig auszuschließen sind, ist dies bei Verwendung des Handexzenterschleifers nach der im Projekt gesammelten Erfahrung noch in viel stärkerem Maße gegeben. Damit wird die systematische Erfassung von Wechselwirkungen der Schleifparameter mit dem daraus resultierenden Ergebnis deutlich schwieriger. Andererseits, solange in der technischen Anwendung die Exzenterschleifertechnik zum Einsatz kommt, spiegeln sich dann genau darin die Probleme der Reproduzierbarkeit wider. Das soll durch die exemplarischen Beispiele in Abb. 30 verdeutlicht werden.

Dabei zeigt der Vergleich der gemessenen Temperaturen und der Kraft die Unterschiede bzw. die Vorteile der rotationssymmetrischen Tellerschleifers zum Exzenterschleifer. Der Krafteintrag lässt sich beim Exzenterschleifer deutlich schlechter reproduzieren bzw. über die Schleifzeit konstant halten. Andererseits kann argumentiert werden, dass dies genau der Situation in vielen Anwendungsfällen des industriellen Einsatzes entspricht. Für die an der FS2 angestrebten systematischen Untersuchungen war die Handschleifung jedoch nicht geeignet.



Abb. 30: Beispiele zu Versuchen mit dem Handexzenterschleifer (links) und dem instrumentiertem Schleifmessplatz mit rotierendem Teller (rechts).

4.3.3 Instrumentierter Schleifmessplatz Design-Version 3

Bei einem innerhalb des Projektes von den Partnern und Mitgliedern des PA durchgeführten Ringversuch wurden neben Exzenterschleifern auch Bandschleifer verwendet. Daher entschlossen sich die Autoren in Folge der oben erwähnten Diskussionen über Praxisbezug und Einheitlichkeit der Schleifversuche zu einem umfangreicheren Re-Design unter Verwendung eines Bandschleifers (Schleifmessplatz Design-Version 3), da die Umsetzung mit einem Exzenterschleifer als unrealistisch erachtet wurde. Die Design-Version 3 ist in Abb. 31 zu sehen. Wie der optische Eindruck leicht vermittelt, ist der Messplatz massiver gebaut als die vorangegangenen Versionen. Damit sollte die mechanische Laufruhe und die Gleichmäßigkeit beim Schleifen verbessert werden. Die Probenaufnahme wurde außerdem über Kopf zum Bandschleifer angeordnet (verdeutlicht durch den Pfeil in Abb. 31 linkes Bild) und das Eigengewicht des Probenhalters sollte einen gleichförmigen Schleifdruck aufbauen und sich analog zum Schleifabtrag selbstständig anpassen. Um einen übermäßigen Kühleffekt des Metalls aufgrund seiner hohen Wärmekapazität zu vermeiden, wurden die Proben gegen den Metallkörper erneut durch einen Polymerkörper geschirmt, in welchem sich auch die Thermosensoren befanden (siehe Abb. 31 rechtes Bild). Das Probenmaterial war in diesem Fall der Werkstoff AA5005, da die Werkstoffe der Gruppe 6xxx vom Coil kamen und nicht ausreichend planar waren, um in den Probenhalter eingebaut zu werden. Aus Sicht der Autoren ist dies insofern unschädlich, da es sich ebenfalls um eine niedriglegierte Aluminiumlegierung handelt, die auch von Mitgliedern des PA, die im Fassadenbereich tätig sind, verwendet wird.



Abb. 31: Gesamtansicht des instrumentierten Schleifmessstandes unter Verwendung eines Bandschleifers (linkes Bild), sowie Detailansicht des Probenaufnehmers mit farblicher Codierung der Temperatursensoren (rechtes Bild).

Die Proben wurden mit Aceton gereinigt und anschließend mit 10 wt.% NaOH gebeizt (t = 1 min), mit destilliertem Wasser abgespült und getrocknet. Es kamen die Schleifpapierkörnungen P40, P80 und P240 zum Einsatz und die Schleifdauer wurde mit 1 und 2 min festgelegt. Die Bandgeschwindigkeit konnte nur zwischen zwei Stufen ("geringe" und "hohe") gewählt werden. Eine genaue Angabe war herstellerseitig nicht gegeben. Auf eine genauere Bestimmung wurde aus Gründen des Aufwandes verzichtet. Leider musste auf die Verwendung der Kraftsensoren in diesem Design verzichtet werden. Neben der Eigenlast des Probenaufnehmers (20.5 kg), wurde durch Auflegen eines 2.5 kg Gewichts nur eine weitere Erhöhung der Schleifkraft realisiert. Im Folgenden werden jetzt exemplarisch ausgewählte Versuche dargestellt, die den Einfluss verschiedener Schleifparameter auf das Schleifbild und die Wärmeentwicklung gut widerspiegeln.

Die Abb. 32.- Abb. 37 sind dabei immer so aufgebaut, dass die Schleifparameter und die farbcodierten Plätze der Thermosensoren am linken Abbildungsrand erscheinen, in der Mitte die Temperaturmesskurven zu erkennen sind, wobei sich die Farben der Kurven auf den Code beziehen, und rechts daneben das optische Schleifbild zu sehen ist. Im Unterschied zu den in den vorherigen Abschnitten gemessenen absoluten Temperaturdarstellungen wurden hier die Temperaturänderungen zum Ausgangszustand aufgetragen.

Die Bleche in Abb. 32 & Abb. 33 sind mit "hoher" Schleifgeschwindigkeit und nur 1 min bearbeitet. Die Versuche unterscheiden sich durch die aufgebrachte Schleifkraft Eigengewicht (EG = 20.5 kg)¹ und einem Zusatz von 2.5 kg (EG+2.5 kg). Die höhere Schleifkraft in Abb. 33 macht sich erwartungsgemäß in einem deutlich höheren Massenabtrag und in einem stärkeren Wärmeeintrag im Vergleich zu Abb. 32 bemerkbar. Die Quantifizierbarkeit der Werte ist jedoch stark limitiert, da in beiden Fällen ein inhomogenes Schleifbild zu sehen ist und in Abb. 33 die Probe einen deutlichen geometrischen Verzug in Folge des Schleifens aufwies, wie in Abb. 33 im rechten unteren Foto deutlich zu sehen ist. Die Autoren vermuten, dass die Ursache der Verwölbung in einer temporär stark unterschiedlichen Krafteinwirkung bestand, die gleichzeitig

¹ Sind in den Abbildungen 0 kg im Parametersatz angegeben, dann handelt es sich bei der Schleifkraft um das Eigengewicht des Probenaufnehmers ohne zusätzlich Gewichtskraft.

lokal zu einem hohen Temperaturanstieg geführt hat. Durch die Verwölbung verloren mindestens einige der Thermoelemente den direkten Kontakt zur Probenrückseite und die gemessene Temperatur sank. Möglicherweise war der Kontaktverlust temporär, aber selbst dann sind die Messbedingungen an den unterschiedlichen Thermoelementen nicht mehr vergleichbar (Abb. 33).



Abb. 32: Ergebnis eines Schleifversuches mit "hoher" Schleifgeschwindigkeit und "geringer" Schleifkraft (weitere Parameterangaben, Masseabtrag und schematische Positionsdarstellung der Thermosensoren links im Bild) und ortsaufgelöste Temperaturmessung (Diagramm Mitte) sowie das optische Schleifbild nach Ende des Versuches (rechts).



Abb. 33: Ergebnis eines Schleifversuches mit "hoher" Schleifgeschwindigkeit und "hoher" Schleifkraft (weitere Parameterangaben, Masseabtrag und schematische Positionsdarstellung der Thermosensoren links im Bild) und ortsaufgelöste Temperaturmessung (Diagramm Mitte) sowie das optische Schleifbild nach Ende des Versuches (rechts oben). Seitenansicht der ausgebauten und verwölbten Probe (rechts unten).

Vermutlich ist die ausreichend gute Kontaktierung der Thermoelemente in diesem Messaufbau ein generelles Problem. Auch in Abb. 32 zeigen sich unerwartete Effekte. So ist die Korrelation von optischem Schleifbild, Temperaturwert und Lokalisierung der Thermoelemente kontraintuitiv und das Maximum der Temperaturwerte wird erst deutlich nach Versuchsende erreicht. Infolgedessen wurde die Bandgeschwindigkeit reduziert.

Abb. 34 & Abb. 35 zeigen Messungen bei gleicher Schleifkraft, gleicher Schleifdauer (1 min) und unterschiedlicher Schleifmittelkörnung. Auch hier führt die optische post-experimentelle Betrachtung zum Ergebnis, dass der Schleifabtrag auf der Fläche inhomogen ist. Erwartungsgemäß sinkt der Massenabtrag mit feiner werdender Schleifkorngröße. Allerdings ist die Differenz geringer als intuitiv erwartet. Die Ursache könnte darin liegen, dass der Versuch mit dem feineren Schleifkorn (P240), zumindest optisch, den gleichmäßigsten Schleifabtrag bezogen auf die Fläche zeigt. Die Temperaturmessungen zeigen einen leichten Trend, dass mit gröberem Korn auch mehr Reibungswärme entsteht, was zu Temperaturerhöhungen bis zu $\Delta T = 80 \text{ K}$ geführt hat. Die ortsaufgelöst gemessenen Änderungen der Temperatur lassen eine klare Systematik vermissen. Es gibt eine schwache Tendenz, dass in der Probenmitte die Temperatur stärker ansteigt als an den Probenrändern, was darauf hindeutet, dass die Wärmeabfuhr an den Rändern zur Maschinenumgebung größer ist als in der Mitte, was durchaus verständlich ist. Bei einer besseren Korrelation zwischen Position des Thermoelementes und Temperaturerhöhung, sollte es möglich sein, quantitative Informationen über die Kinetik der Wärmeabfuhr in der Probe zu bekommen. Wahrscheinlich sind jedoch immer noch lokal unterschiedliche Reibungskräfte von größerer Bedeutung, wie die optische Einschätzung der Schliffbilder nahelegt.



Abb. 34: Ergebnis eines Schleifversuches mit "niedriger" Schleifgeschwindigkeit und "geringer" Schleifkraft (weitere Parameterangaben, Masseabtrag und schematische Positionsdarstellung der Thermosensoren links im Bild) und ortsaufgelöste Temperaturmessung (Diagramm Mitte) sowie das optische Schleifbild nach Ende des Versuches (rechts).



Abb. 35: Ergebnis eines Schleifversuches mit "niedriger" Schleifgeschwindigkeit und "geringer" Schleifkraft (weitere Parameterangaben, Masseabtrag und schematische Positionsdarstellung der Thermosensoren links im Bild) und ortsaufgelöste Temperaturmessung (Diagramm Mitte) sowie das optische Schleifbild nach Ende des Versuches (rechts).

Eine Schleifzeitverlängerung auf 2 min, unter ansonsten identischen Bedingungen wie gerade diskutiert, zeigt überraschenderweise keinen höheren Schleifabtrag, was aus den Bedingungen heraus nicht erklärt werden kann (Abb. 36). Logischerweise bleibt dann auch der Temperaturanstieg geringer und die absolute Veränderung ∆T kommt erst am Ende der Versuchszeit auf etwa die gleichen Werte wie in Abb. 35. Das zeigt, dass die Temperaturmessungen die lokalen Schleifbedingungen eigentlich sehr gut abbilden, aber zum einen die Schleifbedingungen nicht exakt gleich über die Probenfläche waren, was durch die Schleifbilder unterstützt wird, und zum anderen die Temperaturmessbedingungen durch nicht absolut identische Kontaktierungen der Thermosensoren an die Probenrückseite.



Abb. 36: Ergebnis eines Schleifversuches mit "niedriger" Schleifgeschwindigkeit und "geringer" Schleifkraft (weitere Parameterangaben, Masseabtrag und schematische Positionsdarstellung der Thermosensoren links im Bild) und ortsaufgelöste Temperaturmessung (Diagramm Mitte) sowie das optische Schleifbild nach Ende des Versuches (rechts).

Als letztes Beispiel soll der Vergleich zwischen der Auswirkung unterschiedlichen Schleifkrafteintrages bei einer Schleifdauer von 60s und feinem Schleifkorn (P240) in den Abb. Abb. 35 & Abb. 37 diskutiert werden.



Abb. 37: Ergebnis eines Schleifversuches mit "hoher" Schleifgeschwindigkeit und "hoher" Schleifkraft (weitere Parameterangaben, Masseabtrag und schematische Positionsdarstellung der Thermosensoren links im Bild) und ortsaufgelöste Temperaturmessung (Diagramm Mitte) sowie das optische Schleifbild nach Ende des Versuches (rechts).

Zunächst fällt wiederum auf, dass der Unterschied im Massenabtrag für den Vergleichsfall kontraintuitiv ist. Die Gründe dafür sind nicht zu erkennen. Die Schleifbilder sind optisch kaum unterscheidbar. Auch die Wärmeentwicklung ist sehr identisch. Was sich in beiden Versuchen gut abzeichnet, ist der Zusammenhang zwischen den höchsten Temperaturveränderungen Δ T im Zentrum der Probe im Vergleich zu den Probenrändern, wo wiederum der Wärmeabfluss an die Umgebung am größten sein sollte.

4.3.4 Fazit

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die verschiedenen Messplatzaufbauten unterschiedliche Vor- und Nachteile aufweisen. Die Verwendung eines rotierenden Schleiftellers ist aus akademischer Sicht die geeignetere Variante, da unterschiedliche Schleifgeschwindigkeiten auf einer identischen Probe realisiert werden. Der Aufbau mit dem Bandschleifer ist dagegen der im industriellen Bereich realistischere Prozess. Im Rahmen dieses Projektes war es dann aus unterschiedlichen Gründen leider nicht mehr möglich, eine verbesserte Synthese aus den gewonnenen Erfahrungen vorzunehmen. Trotzdem zeigt sich, dass die bisher eher wenig systematisch durchgeführten Untersuchungen zur Wechselwirkung des Schleifens und der Ausbildung von nativen Passivschichten auf diese Weise umfassender untersucht und besser verstanden werden können. Gerade das Potential der Temperaturmessung zur Auswirkung des Wärmeeintrages konnte gezeigt werden.

4.4 AA5005 / AA6060: Untersuchung relevanter Einflussparameter auf die Korrosionsbeständigkeit geschliffener Aluminiumproben im Fassadenbereich (IKS/DFI)

4.4.1 Untersuchung der Beilby-Schicht (DFI)

4.4.1.1 Einfluss der Schleifparameter auf die Beilby-Schicht bei AA5005

Für die Legierung AA5005 wurde zunächst der Einfluss verschiedener Schleifparameter auf die sich ausbildende Beilby-Schicht untersucht. Dazu wurden verschiedene Methoden eingesetzt. Mit Hilfe der Rasterkelvinsonde (SKP) wurden die Voltapotentiale der unterschiedlich geschliffenen Oberflächen gemessen. Dies gibt einen Hinweis auf die Aktivierung der Oberfläche durch das Schleifen. Durch Röntgendiffraktions-Untersuchungen (XRD) unter streifendem Einfall wurde versucht, Einflüsse des Schleifens bzw. der Beilby-Schicht auf die Mikrostruktur an der Oberfläche zu charakterisieren. Zur Untersuchung der Dicke der gebildeten Beilby-Schicht wurden Rasterelektronenmikroskopie-Messungen in Kombination mit Elektronenstrahlbeugung (EBSD) an präparierten Querschliffen eingesetzt. Da diese Untersuchungsmethode eine aufwändige Probenpräparation erfordert, kann sie nur an ausgewählten Proben durchgeführt werden.

Tabelle 5 zeigt die Zusammenstellung der untersuchten Schleifparameter. Beim Schleifen der Oberflächen wurden der Anpressdruck, die Körnung, die Umdrehungsgeschwindigkeit sowie die Dauer variiert. Für die Untersuchungen wurden die Proben mit den längeren Schleifdauern herangezogen (blau markiert). Die vom IKS geschliffenen Probenplatten wurden für die einzelnen Untersuchungen in kleinere Probenplatten (ca. $3 \times 5 \text{ cm}^2$) geteilt.

Legierung	Blech- Nr.	Anpress- druck	Körnung	Umdrehungs- geschwindigkeit	Dauer in Sekunden
	1	normal	P150	Stufe 3	30
AA5005, Standard- Walzoberfläche nicht passiviert,	3				60
	5				120
	7		P220		60
	9				120
	11		D150+D220		je 30
	13		P150+P220		je 60
	15		Feile + P150		60
nicht beölt	19		D150	Stufe 2	60
	21	erhöht	F150	Stufe 3	60

Tabelle 5: Untersuchte Schleifparameter für die Legierung AA5005

4.4.1.1.1 XRD-Untersuchungen

Während des Schleifprozesses entsteht an der Oberfläche die sog. Beilby-Schicht, die sich durch sehr feine und verzerrte Körner (im Vergleich zum ungestörten Material) auszeichnet (s. EBSD-Untersuchungen). Da Kornverfeinerungen und Gitterverzerrungen zu Reflexverbeiterungen bzw. Reflexverschiebungen im Röntgendiffraktogramm führen, wurde versucht, den Schleifeinfluss auf die Beilby-Schicht mit Hilfe dieser Methode zu untersuchen. Um möglichst nur die Oberflächenschicht zu erfassen, ist dabei ein Aufbau unter streifendem Einfall nötig. Zunächst

wurde zusätzlich ein Göbel-Spiegel eingesetzt. Dabei zeigte sich jedoch, dass die Geräteauflösung sehr weit herabgesetzt wird, d.h. durch den Aufbau bereits eine sehr starke Verbreiterung der Reflexe entsteht, so dass eine Auswertung der Schleifeinflüsse auf die Reflexverbreiterung nicht möglich ist. Die Messungen unter streifendem Einfall ohne Göbel-Spiegel führen zu einer geringeren Aufbau-bedingten Reflexverbreiterung. Damit können die Zustände gebeizt, gewalzt und geschliffen unterschieden werden. Für unterschiedlich geschliffene Oberflächen sind die Reflexbreiten allerdings alle sehr ähnlich, weshalb über den Einfluss verschiedener Schleifparameter auf die vorliegende Kornstruktur an der Materialoberfläche keine direkte Aussage getroffen werden kann. Für die Walzlegierung AA5005 ergeben sich aber Informationen zur vorliegenden Textur (Abb. 38). Wird von der ursprünglich vorliegenden Legierung die Walzhaut durch Beizen entfernt, so verschwinden der (111)- und (222)-Reflex (38,4° und 82,3°) vollständig und der (200)-Reflex (44,6°) ist nur noch sehr schwach ausgeprägt. Es bleiben lediglich die Reflexe der Kristallebenen (220) und (311) bei 65° und 78° sichtbar. Das Schleifen der Oberfläche hebt diese im Grundwerkstoff (Bulk) vorliegende Vorzugsorientierung auf. So zeigen alle geschliffenen Oberflächen fünf Reflexe, was auf eine polykristalline Mikrostruktur der Oberfläche hindeutet. Die Breite der Reflexe weist zudem auf sehr kleine Kristallite hin, was durch die EBSD-Untersuchungen (s.u.) bestätigt wird.



Abb. 38: Röntgendiffraktogramme unterschiedlich geschliffener bzw. gebeizter AA5005-Oberflächen

4.4.1.1.2 EBSD-Untersuchungen

Für die Legierung AA5005 wurde zunächst der Einfluss der Schleifdauer und der Körnung auf die sich ausbildende Beilby-Schicht untersucht. Es zeigte sich, dass die durch das Schleifen erzeugte gestörte Oberflächenzone im EBSD deutlich abgebildet werden kann (Abb. 39). Während die

gewalzte Oberfläche eine gleichmäßige Kornstruktur vom inneren des Materials bis zur Oberfläche aufweist, wird für die geschliffenen Oberflächen eine deutlich gestörte Oberflächenstruktur abgebildet. Die Tiefe der Einflusszone erreicht bereits nach 60 s Schleifdauer ca. $2,5 - 4,5 \mu m$ und es tritt eine starke Kornfeinung in der Metallrandzone auf. Die Tiefe der Einflusszone nimmt bei längerer Schleifdauer aber nicht wesentlich zu. Es ergeben sich ähnliche Werte für die untersuchten Schleifparameter.



Abb. 39: EBSD-Aufnahmen der Querschliffe unterschiedlich geschliffener AA5005 Oberflächen

Durch eine Auswertung der Korngrößenverteilung wurde versucht, den Einfluss des Schleifens auf die Mikrostruktur genauer darzustellen. Wie Abb. 40 zeigt, beträgt die Korngröße im inneren der AA5005 Legierung etwa 1 µm. Benachbarte Körner, welche die gleiche Orientierung aufweisen, können allerdings nicht unterschieden werden.



Abb. 40: Aus EBSD-Aufnahmen ermittelte Korngrößenverteilung für die gewalzte (oben) und eine 60 s geschliffene AA5005 Oberfläche

Aufgrund der vorliegenden Textur im inneren der Walzlegierung (s. XRD-Ergebnisse) erscheinen die in Walzrichtung orientierten Körner daher als Bänder. Im Bereich nahe der Oberfläche tritt eine starke Kornfeinung auf, welche an der Zunahme des Kornanteils mit Korngrößen deutlich < 200 nm erkennbar ist (Abb. 40, unten).

4.4.1.1.3 Raster-Kelvinsonden-Messungen (SKP)

Die SKP-Messungen liefern ein Potential-Plot-Bild, welches den Voltapotential-Wert auf der vermessenen Oberfläche darstellt. Wie Abb. 41 zeigt, ergibt sich auf der geschliffenen AA5005 Oberfläche (Probe aus Blech 3) zwischen dem positivsten (-0,17 V) und negativsten (-0,44 V) Bereich ein Unterschied von 0,27 V.



Abb. 41: Voltapotentialplot einer AA5005 Oberfläche geschliffen für 60 s mit Körnung P150 bei normalem Anpressdruck und Geschwindigkeitsstufe 3 (Blech 3)

Um die Ergebnisse der Messungen besser miteinander vergleichen zu können, werden die Potentialspannen, die auf den unterschiedlich behandelten Oberflächen gemessen wurden, in ein gemeinsames Diagramm eingetragen. Abb. 42 zeigt, dass sich für einige Parameter deutliche Unterschiede im gemessenen Voltapotential ergeben, während andere Parameter weniger Einfluss haben. Eine längere Schleifdauer führt zu negativeren Voltapotentialwerten. Auch eine Erhöhung des Anpressdrucks scheint das Voltapotential zu negativeren Werten zu verschieben, jedoch ist hier die Potentialspanne auf der gemessenen Oberfläche sehr groß. Die beim Schleifen verwendete Körnung bzw. Körnungskombination hat dagegen wenig Einfluss.





Abb. 42: Gemessene Voltapotentialbereiche auf unterschiedlich geschliffenen AA5005 Oberflächen

4.4.1.2 Einfluss des Schleifens in Kombination mit nasschemischer Vorbehandlung auf die Beilby-Schicht bei AA5005

Im weiteren Projektverlauf wurde der Einfluss des anschließenden Beizens nach dem Schleifen auf die ausgebildete Beilby-Schicht untersucht. Hier stand die Frage im Vordergrund, inwieweit die Beilby-Schicht durch unterschiedliche Beizstufen abgetragen wird und welchen Einfluss der Verbleib eines Teils der Beilby-Schicht auf die Korrosionseigenschaften der Materialoberfläche hat. Dazu wurden AA5005 Bleche unter normalem Anpressdruck bei einer Umdrehungsgeschwindigkeit der Stufe 3 mit Schleifpapier der Körnung P150 für 60 s bzw. 300 s geschliffen und anschließend mit den in Tabelle 6 aufgeführten Parametern unterschiedlich stark abgebeizt. Die in der Tabelle aufgeführten Werte für den Beizabtrag gelten für die Proben, die 60 s lang geschliffen wurden.

Proben- Nr.	Dauer Entfettung	Dauer alkalische Beize	Dauer saure Beize	Gesamter Beizabtrag [g/m²]	Abtragstiefe [µm]
G47-1			-		
1A	2 min	-	3 min	1.4	0.5
1B		2 min		4.1	1.5
1C		4 min		6.9	2.6
1D		8 min		11.3	4.2
1E		16 min		19.4	7.2

Tabelle 6: Zusammenstellung der Beizparameter der für 60 s geschliffenen AA5005-Proben

Insgesamt ergeben sich beim Beizabtrag nur geringe Unterschiede für die beiden Schleifdauern. Daher werden im weiteren Bericht beispielhaft die Ergebnisse für die Proben, die 60 s geschliffen wurden, dargestellt.

4.4.1.2.1 EBSD-Untersuchungen

Nach 60 s Schleifen mit P150 hat sich an der Oberfläche eine gestörte, feinkörnige Zone mit einer Einflusstiefe von etwa 4-7 µm ausgebildet (Abb. 43, links). Für die anschließend durchgeführten Beizversuche wurde aus der Menge an abgetragenem Material eine Abtragstiefe in µm berechnet. Im Rahmen der Auswertegenauigkeit stimmt die Dicke der Resteinflusszone recht gut damit überein. Mit zunehmendem Beizabtrag wird die Schleifeinflusszone deutlich verringert (Abb. 43). Nach sehr langem alkalischem Beizen (> 8 min, Abtragstiefe > 4 µm) ist sie vollständig verschwunden (Abb. 44). Je nach Beizintensität verbleibt somit ein Teil der zuvor durch das Schleifen erzeugten Beilby-Schicht auf der Oberfläche.



Abb. 43: Einflusszonen (oben) und Korngrößendarstellung (unten) geschliffener und unterschiedlich gebeizter AA5005 Oberflächen – Beizstufen 1-3



Abb. 44: Einflusszonen (oben) und Korngrößendarstellung (unten) geschliffener und unterschiedlich gebeizter AA5005 Oberflächen – Beizstufen 3-5

4.4.1.2.2 XRD-Untersuchungen

Auch an den geschliffenen und unterschiedlich gebeizten Proben wurden Röntgendiffraktions-Untersuchungen unter streifendem Einfall durchgeführt. Bei dem eingestellten Einfallswinkel von 5° und der verwendeten Cu-K_a-Strahlung beträgt die Eindringtiefe in die Probenoberfläche etwa 5,8 μ m. Die auf die Probe fallende Röntgenstrahlung erfasst somit je nach Dicke der polykristallinen Beilby-Schicht auch mehr oder weniger Anteile des Grundwerkstoffs (Bulk). Dieser weist – wie in Abb. 38 dargestellt – eine Vorzugsorientierung auf. In Abb. 45 sind die Röntgendiffraktogramme der für 60 s geschliffenen Oberfläche und verschiedener Beizstufen dargestellt. Während bei einer polykristallinen Struktur der (111)-Reflex bei etwa 38° 2-Theta die höchste Intensität aufweist, verschieben sich die Intensitätsverhältnisse mit zunehmendem Abtrag der Beilby-Schicht zugunsten der Reflexe bei 65° und 78° 2-Theta. Diese Reflexe entsprechenden der Vorzugsorientierung der Walzstruktur im Grundmaterial. Nach einem Beizabtrag von 4,2 µm sind die Reflexintensitäten des (111)- und des (200)-Reflexes schon sehr stark reduziert worden. Nach der letzten Beizstufe, die eine Abtragstiefe von über 7 µm erreicht, werden nur noch die Reflexe der Bulkstruktur detektiert. Die Beilby-Schicht ist vollständig abgetragen.



Abb. 45: Röntgendiffraktogramme der für 60 s geschliffenen und unterschiedlich stark gebeizten AA5005 Oberfläche

Die Ergebnisse der XRD-Untersuchungen stehen in gutem Einklang mit den EBSD-Untersuchungen, bei denen die Resteinflusszone sichtbar dargestellt werden konnte. Die XRD-Untersuchungen zeigen auch, dass für die Walzlegierung AA5005 mithilfe dieser Methode zumindest ein qualitativer Nachweis der an der Oberfläche vorliegenden (Rest)-Beilby-Schicht möglich ist.

4.4.1.2.3 SKP-Messungen

Der Einfluss des stufenweisen Beizens nach dem Schleifprozess (P150, Anpressdruck normal, Geschwindigkeitsstufe 3, 60 s bzw. 300 s) wurde auch mit Hilfe von Rasterkelvinsonden-Messungen untersucht. Die EBSD- und XRD-Untersuchungen belegen, dass insbesondere nach den ersten Beizstufen noch ein Teil der durch das Schleifen erzeugten Beilby-Schicht auf der Oberfläche verbleibt. Nun sollte untersucht werden, inwieweit diese Anteile Einfluss auf das vorliegende Voltapotential an der Oberfläche nehmen. Wie Abb. 46 zeigt, weist die Oberfläche nach 60 s Schleifen Voltapotentiale im Bereich von -0,55 ±0,1 V auf. Bereits nach der ersten Beizstufe, bei der nur wenig Material abgetragen wird, verschiebt sich das Voltapotential überraschenderweise um etwa 500 mV in den positiveren Bereich. Daran ändert sich auch bei stärkerem Beizabtrag nicht viel, obwohl die EBSD-Untersuchungen (s.o.) zeigen, dass insbesondere nach dem ersten Beizschritt noch eine deutlich ausgeprägte Beilby-Schicht an der Oberfläche vorhanden ist. Die Ergebnisse für die Proben, die 300 s geschliffen wurden, sind sehr ähnlich. Insgesamt liegen die gemessenen Voltapotentialwerte für alle Proben etwa 100 mV negativer.



Abb. 46: Gemessene Voltapotentialbereiche auf geschliffenen und unterschiedlich gebeizten AA5005 Oberflächen

Das überraschende Ergebnis, dass für alle gebeizten Proben - unabhängig vom Beizabtrag und damit unabhängig davon, ob an der Oberfläche noch Beilby-Schicht vorhanden ist oder nicht - ein ähnliches Voltapotential gemessen wird, kann zunächst nicht erklärt werden. Da alle Beizstufen mit einer kurzen sauren Beize enden, könnte eine gleichartige chemische Veränderung der Oberfläche dafür verantwortlich sein. Die saure Beize enthält Fluorverbindungen von denen bekannt ist, dass Reste davon auch nach dem Spülen auf der Oberfläche verbleiben können.

4.4.1.2.4 XPS-Untersuchungen

Um zu überprüfen, ob durch die abschließende saure Beize wirklich fluorhaltige Verunreinigungen auf der Oberfläche verbleiben, wurden XPS-Untersuchungen durchgeführt. Die Messungen erfolgten an drei verschiedenen Proben. Als Referenz wurde die geschliffene und nicht weiter behandelte Oberfläche vermessen. Dazu wurden die nur sauer gebeizte Probe (Abtrag 0,5 μ m) und die stark basisch und anschließend sauer gebeizte Probe (Abtrag 7,2 μ m) untersucht. Je Probe wurden 2 Messungen durchgeführt. Zunächst wurde die Oberfläche, so wie

sie nach den SKP-Messungen vorlag, vermessen. Anschließend wurde die Oberfläche für 30 s mit 1 keV mit Argon gesputtert. Dies entspricht einem Abtrag von ca. 30 nm bezogen auf Si. Dann wurde die gesputterte Oberfläche vermessen, um zu sehen, ob mögliche Verunreinigungen abgetragen wurden. Neben den Legierungselementen AI, Fe, Si und Mg wurden die Elemente C, O und F erfasst. Da das Fluor als ursächlich für die gemessenen Phänomene erscheint, werden vor allem die XPS-Spektren für Fluor und daneben für die Legierungselemente AI und Fe sowie für Sauerstoff (O) dargestellt. Wie Abb. 47 zeigt, kann auf der geschliffenen und nur sauer gebeizten Oberfläche tatsächlich Fluor nachgewiesen werden. Das 30 sekündige Sputtern mit Argon reicht allerdings schon aus, um das Fluor von der Oberfläche zu entfernen, denn nach dem Sputtern ist das Fluor-Signal verschwunden. Durch das Sputtern wird auch das an der Oberfläche gebildete Aluminiumoxid zum großen Teil abgetragen, denn die Sauerstoffbande wird deutlich geringer und das Intensitätsverhältnis zwischen den beiden AI-Signalen Al³⁺und Al⁰ verschiebt sich deutlich zugunsten des Al⁰-Signals. Das Eisen aus dem Grundwerkstoff kann überhaupt erst nach dem Sputtern und damit dem Abtragen der Oxidschicht erfasst werden.



AA5005 geschliffen und sauer gebeizt (Abtrag 0,5 µm)

Abb. 47: XPS-Spektren der Elemente O, Al, F und Fe gemessen auf einer geschliffenen und sauer gebeizten AA5005 Oberfläche jeweils vor und nach dem Sputtern mit Ar

Für die Probe, die nach dem Schleifen zunächst 16 min alkalisch und anschließend ebenfalls sauer gebeizt wurde, ergibt sich ein sehr ähnliches Bild (Abb. 48). Auch hier wird auf der Oberfläche Fluor nachgewiesen, welches durch das kurze Sputtern vollständig entfernt wird.

Auch die Spektren für Aluminium, Sauerstoff und Eisen sehen vergleichbar zu denen aus, die auf der nur sauer gebeizten Oberfläche gemessen wurden. Zur Kontrolle wurde auch die nur geschliffene und nicht gebeizte Oberfläche vermessen (Abb. 49). Hier wird kein Fluor an der Oberfläche detektiert. Es liegt lediglich Aluminiumoxid vor, welches durch das Sputtern zum großen Teil entfernt wird und damit die Detektion von Eisen aus dem Grundwerkstoff erlaubt.



AA5005 geschliffen und basisch + sauer gebeizt (Abtrag 7,2 µm)

Abb. 48: XPS-Spektren der Elemente O, Al, F und Fe gemessen auf einer geschliffenen und basisch und sauer gebeizten AA5005 Oberfläche jeweils vor und nach dem Sputtern mit Ar



AA5005 geschliffen (P150, 60 s)

Abb. 49: XPS-Spektren der Elemente O, Al, F und Fe gemessen auf einer nur geschliffenen (P150, 60 s) AA5005 Oberfläche jeweils vor und nach dem Sputtern mit Ar

Die XPS-Untersuchungen belegen damit, dass die abschließende Behandlung mit einer sauren Beize, welche eine fluorhaltige Komponente enthält, für nachweisbare Fluorreste auf der Oberfläche verantwortlich ist. Dies ist unabhängig davon, ob die Probe zuvor auch alkalisch gebeizt wurde. Diese gleichartige chemische Veränderung der Oberfläche könnte somit dafür verantwortlich sein, dass das gemessene Voltapotential für alle gebeizten Proben in einem ähnlichen Bereich liegt, unabhängig davon, ob noch ein Teil der Beilby-Schicht auf der Oberfläche verblieben ist oder nicht.

4.4.1.2.5 SKP-Messungen nach XPS

Zum Nachweis, dass wirklich die Fluor-Verunreinigung für die gemessenen Voltapotentiale auf den gebeizten Proben verantwortlich ist, wurden die Proben nach der XPS-Untersuchung nochmals in der Kelvinsonde vermessen. Abb. 50 zeigt links die gemessenen Voltapotential-Plots der Proben und rechts die Proben während bzw. nach der Messung in der Kelvinsonde. Die gesputterte Fläche ist optisch sichtbar. Das ermöglicht es, die Messung so einzustellen, dass sowohl der gesputterte als auch der nicht gesputterte Bereich erfasst werden. Für die beiden gebeizten Proben ergibt sich ein deutlicher Potentialunterschied zwischen der gesputterten und der nicht gesputterten Fläche. Während auf den nicht gesputterten Oberflächen ähnliche Voltapotentiale gemessen werden wie vor der XPS-Untersuchung (s. Abb. 46), verschiebt sich das Voltapotential auf den gesputterten Flächen um mehrere 100 mV in den negativeren Bereich. Auf der Probe, die nur geschliffen und nicht gebeizt wurde, sind die gemessenen Voltapotentiale auf der gesputterten und nicht gesputterten Fläche fast identisch. Das Sputtern alleine hat demnach keinen Einfluss auf die sich einstellenden Voltapotentiale der geschliffenen Oberfläche.



Abb. 50: Voltapotentialplots (links) und Ansicht der Proben in der Kelvinsonde (rechts) für die Messungen nach der XPS-Untersuchung

Wie stark sich die Entfernung der Fluorreste von der Oberfläche auf das gemessene Voltapotential auswirkt, wird deutlich, wenn man die Potentialspanne, die nun auf den gesputterten Flächen gemessen wurde, mit denen der Probenoberfläche vor der XPS-Untersuchung vergleicht (Abb. 51). Auf der Oberfläche der nur sauer gebeizten Probe, auf der nachweislich noch Beilby-Schicht vorhanden ist (EBSD und XRD-Ergebnisse), verschiebt sich das Voltapotential in den Bereich um -0,5 V und damit in den Bereich der nur geschliffenen und nicht gebeizten Probe. Auch für die stark alkalisch und sauer gebeizte Probe, bei der die Beilby-Schicht durch den Beizvorgang vollständig entfernt wurde, wird das Potential negativ verschoben. Es liegt mit Werten um -0,35 V aber etwa 150 mV positiver als das der nur sauer gebeizten oder der geschliffenen Probe. Es nähert sich damit Werten an, die auf der gewalzten, nicht geschliffenen Oberfläche der AA5005 Legierung gemessen wurden.



Abb. 51: Gemessene Voltapotentialbereiche auf geschliffenen und unterschiedlich gebeizten AA5005 Oberflächen vor und teilweise nach XPS-Untersuchung und Sputtern der Oberfläche

Die Kombination aus den XPS- und SKP-Untersuchungen lässt den Schluss zu, dass durch den abschließenden sauren Beizschritt Fluorverbindungen auf der Oberfläche verbleiben. Diese bestimmen das gemessenen Voltapotential unabhängig davon, ob auf der Oberfläche noch Beilby-Schicht vorhanden ist oder nicht. Werden die Fluor-Verunreinigungen durch Sputtern entfernt, so liegt das gemessenen Voltapotential bei Vorliegen einer Rest-Beilby-Schicht im Bereich der nur geschliffenen Oberfläche, während es sich bei vollständiger Entfernung der Beilby-Schicht um gut 150 mV in positive Richtung verschiebt.

4.4.2 Untersuchung der Korrosionsbeständigkeit geschliffener und beschichteter Bleche (IKS)

4.4.2.1 Proben

Für den Ringversuch im Fassadenbereich wurden Strangpressprofile der Legierung AA6060 von einem Mitglied des PA zur Verfügung gestellt. Die Proben waren im Originalzustand ca. 1,5 Meter lang und besaßen das in Abb. 52 dargestellte Querschnittsprofil.



Abb. 52: Links: Querschnittsprofil der für den Ringversuch "Fassade" verwendeten Proben (Längenangaben in mm). Rechts: Aufhängung der Profile auf der Traverse vor der Oberflächenvorbehandlung.

Die Proben wurden mittels Schlagzahlen gekennzeichnet und zunächst an vier Mitglieder des PA verteilt, welche ihrerseits Erfahrung mit dem Schleifen derartiger Bauteile besaßen. Die Proben wurden von den Teilnehmern (4 x extern + IKS) nach dem im Unternehmen üblichen Verfahren geschliffen und anschließend wieder an das IKS zurückgesandt. Die branchentypische Oberflächenvorbehandlung (Dünnschichtvorbehandlung) und Pulverbeschichtung fand dann auf der Prozessstrecke eines Mitglieds des PA statt. Nach dem Versand der beschichteten Proben an das IKS wurden sie trocken in jeweils 12 Segmente zersägt und getestet.

Für die Parameterstudie am IKS und systematische Untersuchungen am DFI wurden Bleche der Legierung AA5005 am IKS geschliffen und anschließend der Oberflächenvorbehandlung mit bzw. ohne zusätzliche alkalische Beize (siehe Abschnitt 4.2.4) unter Beachtung der Vorgaben der technischen Datenblätter unterzogen. Nach dem abschließenden Spülvorgang wurden die Proben zum Trocknen für 5 Minuten bei 105 °C ausgeheizt. Die Pulverbeschichtung erfolgte nach Angaben des Herstellers und abschließendem Einbrennvorgang für 10 Minuten bei 200 °C (Blechtemperatur). Um Kanteneffekte auszuschließen, wurden die Blechkanten durch Tauchen in eine 2-komponentige Epoxidharzflüssigbeschichtung mit Zinkphosphatpigmenten geschützt.

4.4.2.2 Einfluss der Schleifparameter auf die Korrosionsbeständigkeit beschichteter Bleche

Mithilfe beschichteter Bleche der Legierung AA5005 wurde ebenfalls eine Studie bzgl. der Schleifdauer im Filiformkorrosionstest durchgeführt. Dabei zeigt sich jedoch eine Beeinflussung der Ergebnisse durch den untersuchten Parameter (siehe Abb. 53). Man erkennt, dass sich die

Filiformkennzahlen beider Ritze einander mit zunehmender Schleifdauer annähern. Dies lässt sich womöglich damit erklären, dass der Einfluss der ursprünglichen Walzstruktur, welche wahrscheinlich für die Unterschiede zwischen den Ritzorientierungen verantwortlich ist, mit zunehmender Schleifdauer und damit verbundenem zunehmenden Schleifabtrag verringert. Insgesamt ist damit das Ergebnis der am längsten geschliffenen Probe am besten. Zur Veranschaulichung wurden in Abb. 53 die Anforderungen an die Korrosivitätskategorie C4 nach GSB AI 631-7 eingezeichnet. Beim übertrieben langen Schleifen von 300 Sekunden ($\approx 150 \text{ s/dm}^2$) liegt das Ergebnis somit auch inklusive der Standardabweichung bzgl. der Filiformkennzahl innerhalb der Anforderung.



Abb. 53: Ergebnisse der Filiformkorrosionstests an geschliffenen und beschichteten Blechen der Legierung AA5005 unter Variation der Schleifdauer.

Auch bei den Blechen der Legierung AA5005 wurde eine Kombination aus Grob- und Feinschliff (P150/P220) dem Schleifen mit P150 gegenübergestellt (siehe Abb. 54).



Abb. 54: Ergebnisse der Filiformkorrosionstests an geschliffenen und beschichteten Blechen der Legierung AA5005 bei Anwendung einer Kombination aus Grob- und Feinschliff (P150 / P220).

Noch deutlicher als bei den Strangpressprofilen erkennt man hierbei eine Verbesserung des Ergebnisses durch den Feinschliff im Vergleich zum lediglich grob geschliffenen Zustand, sodass die Körnung als Einflussparameter eine Rolle spielen könnte. Die Ursache hierfür lässt sich jedoch nicht im Rauheitsprofil finden, da sich dieses von einem Zustand zum anderen nicht wesentlich ändert (siehe Abb. 55).



Abb. 55: Vergleich der Rauheitsprofile von Blechen der Legierung AA5005 nach dem Schleifen mit P150 und einer Kombination aus P150 und P220 im Konfokalmikroskop.

Seite 64 des Schlussberichts zu IGF-Vorhaben 21673 BG

4.4.2.3 Ringversuch "Fassade"

Die Ergebnisse des Ringversuchs "Fassade" zeigen zunächst, dass alle 5 Teilnehmer das gleiche Schleifverfahren, also exzentrisches Schleifen, angewandt haben (siehe Abb. 56). Dabei existiert eine gewisse Streuung der Schleifdauer (7 bis 30 s/dm²) und der verwendeten Körnung (P120 bis P320). Jedoch erkennt man, dass diese unterschiedlichen Parameter kaum einen Einfluss auf das Ergebnis des Filiformkorrosionstests nehmen. Alle Teilnehmer erzielen nahezu identische Ergebnisse.



Abb. 56: Ergebnisse des Ringversuchs "Fassade" im Filiformkorrosionstest.

In einem zusätzlichen Versuch wurde die Schleifdauer stark übertrieben. Es wurde dabei für 150 s/dm² geschliffen, was einer Gesamtschleifdauer von ca. 45 Minuten für ein 1,5 Meter langes Profil entspricht. Darüber hinaus wurde eine Kombination aus Grob- und Feinschliff, wie es in der Automobilindustrie üblich ist, zu Vergleichszwecken herangezogen. Der Vergleich der Ergebnisse des Filiformkorrosionstests zeigt hierbei jedoch ein ähnliches Ergebnis, wie der Ringversuch "Fassade". Nämlich, dass die Variation der Schleifbedingungen keinen wesentlichen Einfluss auf die Korrosionsbeständigkeit beschichteter Bleche nimmt (siehe Abb. 57).



Abb. 57: Ergebnisse der Filiformkorrosionstests geschliffener Strangpressprofile im Vergleich zum ungeschliffenen Muster, sowie unter Variation der Schleifdauer.

Lediglich eine geringfügige Verbesserung kann bei der Kombination aus Grob- und Feinschliff (P150/P220) beobachtet werden. Die Ergebnisse wurden auch durch den Essigsäure-Salzsprühnebeltest an beschichteten Profilen aus dem Ringversuch und der Parametervariation bestätigt. Dabei wurden für die Delamination am Ritz stets Werte unter 0,2 mm bestimmt, was bedeutet, dass es zu keiner nennenswerten Beeinflussung der Proben kam. Auch die Gitterschnittprüfungen zeigten keinen Unterschied zur nicht geschliffenen Probe. Hierbei wurde in allen Fällen der Gitterschnittkennwert "0" ermittelt.

4.4.2.4 Einfluss mechanischer Vorbereitung mit einer Feile in Kombination mit Schleifvorgängen auf die Korrosionsbeständigkeit beschichteter Bleche

Es lag die Vermutung nahe, dass die mechanische Bearbeitung mit einer Feile und die damit verbundenen Oberflächenfehler zu stärker ausgeprägten Filiformkorrosionserscheinungen führen könnten. Die Versuche widersprechen dieser Vermutung jedoch (siehe Abb. 58).



Abb. 58: Ergebnisse der Filiformkorrosionstests an geschliffenen und beschichteten Blechen der Legierung AA5005 bei mechanischer Bearbeitung der Bleche mit einer Feile vor dem Schleifen.

Es kommt sogar zu einer leichten Verbesserung des Ergebnisses beim Feilen vor dem Schleifen. Eine mögliche Ursache hierfür könnten die Feilriefen sein, die selbst nach dem Schleifen noch vorliegen (siehe Abschnitt 4.2.2, Abb. 7). Diese könnten unter Umständen den Weg der Filiformfäden verlängern und somit die laterale Ausdehnung der Fäden vom Ritz beeinflussen. Nichtsdestotrotz lässt sich festhalten, dass die mechanische Bearbeitung mit der Feile und anschließendem Schleifen im Rahmen der durchgeführten Versuche nicht zu einem schlechteren Ergebnis führt als alleiniges Schleifen.

4.4.2.5 Einfluss der Temperatur auf die Korrosionsbeständigkeit geschliffener und beschichteter Bleche

Bei der Einbrenntemperatur von Pulverbeschichtungen bewegt man sich in der Regel in einem engen Einbrennfenster, welches bei fassadentypischen Pulvern üblicherweise zwischen 180 und 200 °C liegt. Es sollte in diesem Zusammenhang untersucht werden, inwieweit das Einbrennen am unteren und oberen Rand des Einbrennfensters zu unterschiedlichen Ergebnissen im Filiformkorrosionstest aufgrund einer etwaigen Beeinflussung der sich beim Schleifen ausbildenden Beilby-Schicht führen kann. Dazu wurden Proben der Legierung AA5005 nach dem Schleifen und der sich anschließenden nasschemischen Oberflächenvorbehandlung mit einer (siehe Pulverbeschichtung versehen transparenten Abschnitt 4.2.5), wobei die Einbrenntemperatur der einen Serie 180 °C und jene der anderen 200 °C betrug.



Abb. 59: Ergebnisse der Filiformkorrosionstests an geschliffenen und beschichteten Blechen der Legierung AA5005 bei Variation der Einbrenntemperatur der Pulverbeschichtung.

Die Unterschiede der Ergebnisse sind gering, jedoch beobachtet man bei einer Einbrenntemperatur von 180 °C weniger Filiformkorrosion als bei 200 °C (siehe Abb. 59).

4.4.2.6 Einfluss nasschemischer Vorbehandlung auf die Korrosionsbeständigkeit geschliffener und beschichteter Bleche

Als für den Fassadenbereich repräsentative nasschemische Vorbehandlung wurde die Dünnschichtvorbehandlung ausgewählt (vgl. Abschnitt 4.2.4). Zu diesem Prozess gehört eine Kombination aus alkalischer Reinigung und saurer Beize als Oberflächenvorbereitung vor der anschließenden Dünnschichtpassivierung. Die Oberflächenvorbereitung kann bei Bedarf um einen zusätzlichen alkalischen Beizschritt zwischen alkalischer Reinigung und saurer Beize erweitert werden. Um den Einfluss dieses zusätzlichen masseabtragenden Schritts auf die Korrosionsbeständigkeit beschichteter Bleche untersuchen zu können, wurden die folgenden vier Zustände erzeugt:

- 1. Entfettung + saure Beize + Dünnschichtvorbehandlung ohne Schleifen
- 2. Entfettung + alkalische + saure Beize + Dünnschichtvorbehandlung ohne Schleifen
- 3. Entfettung + saure Beize + Dünnschichtvorbehandlung nach dem Schleifen
- 4. Entfettung + alkalische + saure Beize + Dünnschichtvorbehandlung nach dem Schleifen

Der Vergleich dieser Zustände im Filiformkorrosionstest zeigt zunächst, dass der Schleifvorgang die Korrosionsbeständigkeit im Allgemeinen herabsetzt (siehe Abb. 60).



Abb. 60: Ergebnisse der Filiformkorrosionstests an beschichteten Blechen der Legierung AA5005 mit und ohne Schleifvorgang, sowie mit unterschiedlichen Varianten der Oberflächenvorbehandlung.

Der zusätzliche alkalische Beizschritt sorgt dann für eine geringe, aber nicht wesentliche, Verringerung des Ausmaßes an Filiformkorrosion.

4.4.2.7 Schleifen als Ersatz für die nasschemische Vorbehandlung?

Im Hinblick auf einen etwaigen Ersatz chemischer Vorbehandlungsmethoden durch Schleifprozesse sollten im vorliegenden Projekt sondierende Vergleichsversuche durchgeführt werden. Hierzu wurde der Kondenswassertest nach DIN EN ISO 6270-2 unter Variation der nasschemischen Vorbehandlung jeweils mit und ohne Schleifvorgang und anschließender Pulverbeschichtung Es hierfür auch durchgeführt. kamen zwei verschiedene Pulverbeschichtungssysteme zum Einsatz. Die Übersicht der Ergebnisse ist in Tabelle 7 zu finden. Der Kondenswassertest führt bei Mängeln der Vorbehandlung oder allgemein des Korrosionsschutzsystems zur Minderung der Haftfestigkeit. Diese lassen sich dann durch schlechte Gitterschnittkennwerte bzw. geringe Abreißfestigkeiten und hohe A/B-Bruch-Anteile erkennen. Im vorliegenden Fall kam es bei beiden Beschichtungssystemen lediglich ohne jegliche Oberflächenvorbehandlung zu einer unzureichenden Haftfestigkeit. In allen anderen Fällen, egal ob eine nasschemische Vorbehandlung erfolgte oder geschliffen wurde, konnten keine Unterschiede im Kondenswassertest ausgemacht werden.

Tabelle 7: Übersicht der Ergebnisse der Kondenswassertests nach DIN EN ISO 6270-2 (CH)
und aller anschließenden Prüfungen zum Vergleich der Vorbehandlungsvarianten.E...Entfettung, SB...saure Beize, AB...alkalische Beize, DS...Dünnschicht-
vorbehandlung.

Entfettung	Schleifen	chemische	Be-	Blasen-	Gitter- schnitt (24 h)	Stempel (24 h)	
		vorbe- handlung	schichtung	grad (sofort)		Abreiß- festigkeit in MPa	Anteil A/B-Bruch in %
Aceton	-	-	80 µm Polyester- Pulver (Klarlack)	2 (S2)	5	> 10	10
Aceton	-	E+SB+DS		0 (S0)	0	> 10	0
Aceton	60s P150	-		0 (S0)	0	> 10	0
E+SB	60s P150	-		0 (S0)	0	> 10	0
Aceton	60s P150	E+SB+DS		0 (S0)	0	> 10	0
Aceton	-	-	80 μm EP-Pulver + 80 μm Polyester- Pulver	0	5	> 10	50
Aceton	-	E+SB+DS		0 (S0)	0	> 10	0
Aceton	60s P150	-		0 (S0)	0	> 10	0
E+SB	60s P150	-		0 (S0)	0	> 10	0
Aceton	60s P150	E+SB+DS		0 (S0)	0	> 10	0

Im Essigsäure-Salzsprühnebeltest waren die Unterschiede wesentlich deutlicher (siehe Abb. 61). Bei allen Proben, die ohne nasschemische Vorbehandlung hergestellt wurden, kam es zu sehr stark ausgeprägten Korrosions- und Delaminationserscheinungen an der künstlichen Ritzverletzung. Beim zweischichtigen Beschichtungsaufbau war dies besonders deutlich.



Abb. 61: Korrosion und Delamination am Ritz nach vergleichenden Essigsäure-Salzsprühnebeltests zur Überprüfung der Eignung von Schleifvorgängen als Ersatz für die nasschemische Oberflächenvorbehandlung.

Zur Absicherung der Ergebnisse und aufgrund der sich unterscheidenden Tendenzen im Kondenswasser- und AASS-Test wurden zusätzlich Filiformkorrosionstests durchgeführt. Hierbei wurden keine diskreten Filiformfäden sondern Delaminationserscheinungen ähnlich dem AASS-Test beobachtet. Aus diesem Grund erfolgte die Auswertung nach DIN EN ISO 4628-8 und nicht, wie bei den sonstigen FFK-Tests auf AA5005, nach dem GSB-Verfahren. Die Ergebnisse sind in Abb. 62 zu finden.



Abb. 62: Delamination am Ritz nach vergleichenden Filiformkorrosionstests zur Überprüfung der Eignung von Schleifvorgängen als Ersatz für die nasschemische Oberflächenvorbehandlung.

Auch in diesem Test wird überall da Delamination am Ritz beobachtet, wo keine nasschemische Oberflächenvorbehandlung zum Einsatz kam. Allerdings zeigt sich im Filiformkorrosionstest im Gegensatz zum AASS das Beschichtungssystem mit Grundierung resistenter. Nichtsdestotrotz ist dies ein weiteres Indiz dafür, dass es nicht vielversprechend ist, einen Ersatz der nasschemischen Vorbehandlung durch das Schleifen anzustreben.

- 4.5 AA6016 / AA6111: Untersuchung relevanter Einflussparameter auf die Korrosionsbeständigkeit geschliffener Aluminiumproben im Automobilbereich (IKS/IKTS/DFI)
- 4.5.1 Untersuchung der Beilby-Schicht (DFI)
- 4.5.1.1 Einfluss der Schleifparameter auf die Beilby-Schicht bei Walzlegierungen vom Typ AA6xxx

Für die Legierung AA6016 wurde an einer zentrisch geschliffenen Platte der Einfluss der Winkelgeschwindigkeit auf die sich ausbildende Einflusszone mittels EBSD untersucht. Die Platte

wurde am IKTS mit folgenden Parametern geschliffen: Statischer, zentrischer Schleifer, Körnung P220, Anpressdruck 60-70 N, Dauer 60 s.

Aus der zur Verfügung gestellten Platte wurden aus einem zentralen Streifen 3 Proben entnommen (Abb. 63) und für die EBSD-Untersuchungen Querschliffe präpariert. Die erste Probe befindet sich relativ nah am Zentrum der Platte (niedrige Winkelgeschwindigkeit), während die dritte Probe den Rand des Schleifbereich erfasst (hohe Winkelgeschwindigkeit). Die zweite Probe wird aus einem mittleren Bereich entnommen.



Abb. 63: Am IKTS zentrisch geschliffen AA6016-Platte (links); Markierung der entnommenen Probenbereiche für die EBSD-Untersuchung (rechts).

Die EBSD-Bilder (Abb. 64) zeigen, dass mit zunehmender Winkelgeschwindigkeit die Tiefe der Einflusszone leicht zunimmt. Gleichzeitig wird die Ausprägung der Zone gleichmäßiger, d.h. die Streuung in der Tiefe der Einflusszone nimmt ab.



Abb. 64: Darstellung der Einflusszonen aus verschiedenen Bereichen einer zentrisch geschliffenen AA6016-Platte.

4.5.1.2 Auswertung des Ringversuchs "Automobile" hinsichtlich des Einflusses auf die Beilby-Schicht

Details zum Ringversuch "Automobile" sind im Abschnitt 4.5.3.1 enthalten.

4.5.1.2.1 EBSD-Untersuchungen

Die EBSD-Untersuchungen zeigen, dass die Verwendung der verschiedenen Schleifapparate, die unterschiedliche Körnung der Schleifpapiere und die stark variierenden Schleifdauern einen deutlichen Einfluss auf die Tiefe und Ausprägung der Schleifeinflusszone haben (Abb. 65). Die Verwendung eines Schleifpapiers mit gröberer Körnung (RR T1) führt zu einer Schleifeinflusszone mit sehr unregelmäßiger Tiefe (2,5 bis zu 8 μ m). Wird zweistufig geschliffen und zum Abschluss ein feineres Papier (P220) verwendet, bildet sich eine gleichmäßigere Einflusszone mit einer Tiefe von 2 - 4,5 μ m aus (RR IKS und RR T4). Deutlich längeres Schleifen mit dem Schwingschleifer (RR T2) führt auch zu einer gleichmäßigeren Einflusszone, diese geht aber weiter in die Tiefe (bis zu 6,5 μ m) und die Körner weisen eine noch stärkere Störung der Mikrostruktur auf, was an der fast blauen Färbung der Einflusszone im EBSD-Bild deutlich wird. Die EBSD-Untersuchungen zeigen auch, dass die Aufbringung der EDT-Struktur ebenfalls zu einer Störung der Oberflächenzone führen kann, die an manchen Stellen einige μ m in die Tiefe reicht.



Abb. 65: REM-Aufnahme (oben) und Darstellung der Einflusszone (unten) der von den RR-Teilnehmern geschliffenen AA6016-Oberflächen im Querschliff.

4.5.1.2.2 XRD-Untersuchungen

Die Röntgendiffraktogramme, die wiederum unter streifendem Einfall gemessen wurden, zeigen, dass die Aufbringung der EDT-Struktur zu einer deutlichen Ausrichtung der Kristallite an der Oberfläche führt. Je nach Ausrichtung der Probe im Strahlengang treten der (200)- und (222)-Reflex oder der (111)- und (311)-Reflex deutlicher hervor. Das Schleifen der Oberfläche führt zu einer Kornfeinung, die sich in einer Reflexverbreiterung äußert. Zudem wird die Textur an der Oberfläche teilweise aufgehoben. Bei allen geschliffenen Oberflächen weisen der (111) - und der
(200)-Reflex die höchsten Intensitäten auf, jedoch ist das Intensitätsverhältnis je nach Teilnehmer etwas unterschiedlich. Es fällt auf, dass bei dem Teilnehmer, der einen Bandschleifer verwendet (also nur in einer Richtung schleift), der (200)-Reflex eine höhere Intensität hat als der (111)-Reflex, während es bei allen anderen Teilnehmern, die rotierende Schleifapparate verwenden, umgekehrt ist.



Abb. 66: Röntgendiffraktogramme unterschiedlich geschliffener AA6016-Oberflächen sowie der Oberfläche im Anlieferungszustand (EDT-Struktur).

4.5.1.2.3 SKP an unbeschichteten Blechen

In Abb. 67 sind die gemessenen Voltapotentialspannen, die auf den unterschiedlich geschliffenen Oberflächen gemessen wurden, dargestellt. Neben den von den RR-Teilnehmern geschliffenen Proben sind hier auch die "nicht vollständig" geschliffene und die "überschliffene" Probe mit aufgeführt. Für beide Oberflächen wird ein positiveres Voltapotential gemessen als für die "vollständig" geschliffene Ringversuch-Probe (RR IKS). Es lässt sich daher kein Trend zum Einfluss der Schleifdauer ablesen. Die Voltapotentiale der von den unterschiedlichen RR-Teilnehmern geschliffenen Oberflächen liegen trotzt der deutlich unterschiedlichen Ausprägung der Schleifeinflusszone (s. Abb. 65) alle in einem ähnlichen Bereich. Bei der Probe RR T3 liegen die Werte etwas positiver als bei der vom IKS geschliffenen Probe und bei den Proben RR T2 und RR T4 etwas negativer. Die negativeren Werte für RR T2 könnten mit der sehr starken Störung der Oberflächenzone (fast blaue Färbung im EBSD-Bild) erklärt werden.



Abb. 67: Gemessene Voltapotentialbereiche auf unterschiedlich geschliffenen AA6016-Oberflächen.

Nach dem Schleifen werden die Proben einer Oberflächenvorbehandlung (Dünnschicht oder Phosphatierung) und dann einer Beschichtung mit einem EP-Modelllack unterzogen. Der Lack wird im Rahmen dieses Projektes bei einer Temperatur von 60 °C ausgehärtet. Anschließend erfolgt der Filiform-Test durch das IKS.

4.5.1.2.4 SKP an beschichteten Blechen

Während sich bei den unbeschichteten Blechen in der feuchten Atmosphäre der Kelvinsonde relativ schnell ein stationärer Zustand einstellt, dauert es bei den beschichteten Blechen deutlich länger. In den ersten Stunden verschiebt sich das gemessenen Voltapotential sehr deutlich von zunächst positiven Werten in den negativeren Bereich. Dadurch ergibt sich für die erste Messung ein sehr breiter Potentialbereich. Der Lack muss zunächst die Feuchtigkeit aufnehmen. Nach > 20 h in der feuchten Atmosphäre werden nur noch geringe Potentialänderungen beobachtet und die Potentialspanne, die auf der Fläche gemessen wird, ist sehr viel geringer (Abb. 68).



Abb. 68: Gemessene Voltapotentialbereiche auf unterschiedlich geschliffenen und mit Dünnschichtvorbehandlung und EP-Modelllack versehenen AA6016-Oberflächen; Proben mit roter Umrandung stammen aus einer anderen Dünnschichtvorhandlungs-Charge als die übrigen Proben.

Leider stellte sich heraus, dass nicht alle Proben der Ringversuchs-Teilnehmer in der gleichen Charge der Dünnschichtvorbehandlung waren. Der Vergleich mit einer immer gleichartig geschliffenen Referenzprobe zeigte, dass im Gesamtprozessablauf (Versandschritte, Dünnschicht-Behandlung, Lack-Beschichtung etc.) für die 1. Charge, in der sich die Proben RR IKS sowie RRT1, RRT3 und RRT4 befanden, etwas schief gegangen sein muss. Alle weiteren Chargen waren in Ordnung. Aufgrund dieser Tatsache kann aus den hier dargestellten Untersuchungen leider kein Rückschluss auf den Einfluss der Schleifparameter und Dünnschichtbehandlung auf das Voltapotential unter dem EP-Modelllack gezogen werden.

4.5.1.3 Einfluss der Coilbeölung auf die Beilby-Schicht

Für die Legierungen AA6016 und AA6111 wurde zunächst der Einfluss der Beölung und der Coilpassivierung beim Schleifen untersucht. Als Methoden wurden hierbei SKP-Messungen und EBSD-Untersuchungen eingesetzt. Tabelle 8 zeigt eine Zusammenstellung der untersuchten Bedingungen für die Legierungen AA6016 und AA6111 in Bezug auf eine vorhandene Coilpassivierung oder Beölung. Die ansonsten beim Schleifprozess verwendeten Parameter waren: Körnung P150, normaler Anpressdruck, Umdrehungsgeschwindigkeit Stufe 3, Schleifdauer 120 s.

Legierung (Lieferzustand)	Coilpassivierung	Schleifzustand
AA6016, EDT- Topographie, beölt	nein	beölt
		entfettet (Aceton)
	ја	beölt
		entfettet (Aceton)
AA6111, EDT- Topographie, beölt	nein	beölt
		entfettet (Aceton)

Tabelle 8: Untersuchte Schleifzustände der Legierungen AA6016 und AA6111

4.5.1.3.1 SKP-Untersuchungen

Auch für die AA6xxx-Legierungen werden die Potentialspannen, die auf den unterschiedlich behandelten Oberflächen gemessen wurden, in ein gemeinsames Diagramm eingetragen. Die Voltapotential-Messungen (Abb. 69) zeigen, dass die Coilpassivierung (AA6016) keinen Einfluss auf die nach dem Schleifen gemessenen Voltapotentiale hat. Die dünne Passivierungsschicht wird beim Schleifen vollständig zerstört. Es macht aber einen Unterschied, ob im beölten oder entfetteten Zustand geschliffen wird. So weisen im geölten Zustand geschliffene Oberflächen jeweils negativere Voltapotentialwerte auf als die entfettet geschliffenen Oberflächen. Dies gilt für beide Legierungstypen (AA6016 und AA6111). Auch die Legierungszusammensetzung beeinflusst die gemessenen Voltapotentiale. So sind die gemessenen Werte bei der Cu- und Mgreicheren AA6111-Legierung um 100-150 mV negativer.



Abb. 69: Gemessene Voltapotentialbereiche auf beölt oder entfettet geschliffenen AA6016 und AA6111 Oberflächen; P150, Stufe 3, 120 s.

4.5.1.3.2 EBSD-Untersuchungen

Für beide Legierungen (AA6016 und AA6111) wurden nach dem Schleifen im beölten Zustand niedrigere Voltapotentiale gemessen als auf entsprechend entfettet geschliffenen Proben. Mittels EBSD sollte untersucht werden, ob sich die Schleifeinflusszonen der beiden Zustände unterscheiden. Prinzipiell haben die AA6xxx-Legierungen - im Vergleich mit der Legierung AA5005 - ein sehr grobkörniges Gefüge (AA6016 > 40 μ m). Hier wird also eher auf einzelnen Körnern herungerieben, während bei der AA5005 ganze Körner zerkleinert werden. Sowohl für die Legierung AA6016 (Abb. 70) als auch die Legierung AA6111 (Abb. 71) konnten keine wesentlichen Unterschiede in den Schleifeinflusszonen, die sich nach beöltem oder entfettetem Schleifen bilden, festgestellt werden. Die Mindesttiefe der Einflusszone scheint bei entfettetem Schleifen etwas größer zu sein als beim beölten Schleifen. Die Gesamtausdehnung der Einflusszone, d.h. die Dicke der sich ausbildenden Beilby-Schicht wird aber wenig beeinflusst. Im Vergleich der beiden Legierungen scheinen die Werte für die AA6111-Legierung etwas geringer zu sein, was mit der höheren Härte dieser Legierung erklärt werden kann.

Die Unterschiede in den gemessenen Voltapotentialen für verschiedene Schleifzustände können aus den EBSD-Untersuchungen nicht erklärt werden.



Gleichmäßige Kornstruktur bis zur Oberfläche

Einflusszone 1,5 – 7 μm

Einflusszone 2,4 – 7 μ m

Abb. 70: Darstellung der Kornstruktur (oben) und der Einflusszonen (unten) unterschiedlicher Oberflächenzustände einer AA6016 Legierung; Links: EDT-Oberfläche; Mitte: beölt geschliffen; Rechts: entfettet geschliffen; P150, 120 s.



Abb. 71: Darstellung der Kornstruktur (oben) und der Einflusszonen (unten) unterschiedlicher Oberflächenzustände einer AA6111 Legierung; Links: EDT-Oberfläche; Mitte: beölt geschliffen; Rechts: entfettet geschliffen; P150, 120 s.

4.5.1.3.3 REM/EDX-Untersuchungen

Um zu sehen, ob das Schleifen im beölten oder entfetteten Zustand die Oberflächenstruktur beeinflusst, wurden REM-Aufnahmen gemacht und EDX-Untersuchungen an den Oberflächen durchgeführt. Wie Abb. 72 zeigt, weist die Oberfläche der geschliffenen AA6016-Legierung nach dem Schleifen starke Zerklüftungen auf. Es sind aber keine wesentlichen Unterschiede zwischen der beölt und der entfettet geschliffenen Oberfläche sichtbar. In beiden Fällen werden kleine, intermetallische Partikel (hellere Bereiche im BSE-Bild) an der Oberfläche gefunden. Der einzige Unterschied besteht darin, dass auf der beölt geschliffenen Oberfläche nach dem anschließenden Entfetten im EDX ein höherer C-Anteil (ca. 6,7 at.%) detektiert wird, als bei der vor dem Schleifen entfetteten Probe (ca. 0,5 at.%). Dies gilt für beide untersuchten Legierungen.



Abb. 72: REM-Aufnahmen der geschliffenen Oberflächen der AA6016-Legierung

So scheint auch im Fall der AA6xxx-Legierungen eher die "Chemie" der Oberfläche für die Unterschiede im gemessenen Voltapotential verantwortlich zu sein und weniger Ausmaß und Struktur der Deformationszone.

4.5.2 Untersuchung der sich beim Schleifprozess ausbildendenden nanoskaligen Oxidschicht (IKTS)

4.5.2.1 Voruntersuchungen zur Methodeneignung

Zu Beginn der Arbeiten wurden die elektrochemischen Methoden Cyclovoltammetrie (CV) und Elektrochemische Impedanz Spektroskopie (EIS) hinsichtlich Ihrer Eignung zur im Antrag angedachten Charakterisierung validiert. Ergänzend zum Antragstext schien es angebracht, die nichtelektrochemischen Methoden Kontaktwinkelmessung und Infrarotspektroskopie in die Validierung mit einzubeziehen. Die Voruntersuchungen ergaben auch, dass eine lokale Durchführung der elektrochemischen Untersuchungen nicht notwendig ist, sondern eine einfache Aufsatzzelle genutzt werden kann, da die Schleifprozesse zu keiner gezielt einstellbaren Ortsauflösung führen, die eine Lokalisierung in den Bereich von weniger als 0.05 cm² notwendig macht. Die Untersuchungen wurden mit dem Werkstoff AA 6014 begonnen, die vom PA in geschliffener und ungeschliffener Form zur Verfügung gestellt wurden. Details zum Schleifprozess sind hierbei leider nicht bekannt. Alle Experimente wurden in einem 0.1 M Natriumacetatpufferelektrolyten (pH6) vorgenommen. Abb. 73 zeigt zunächst 3 Messungen an unterschiedlichen Stellen auf der ungeschliffenen (wie angelieferten) Fläche eines Bleches. Die tatsächliche Historie der Oberflächen war nicht bekannt. Die Kurvenform entspricht dem typischen Verhalten von Aluminium bei anodischer Polarisation in pH-neutralen Elektrolyten. Bei Überschreiten eines Potentials, welches einer kritischen Feldstärke entspricht, die notwendig ist, um die Ionen durch das bestehende Oxid zu migrieren, steigt der Strom (Stromdichte) stark an. Da diese kritische Feldstärke *E* abhängig von der Schichtdicke der auf der Oberfläche befindlichen Oxidschicht ist, ($\Delta \varphi = E \cdot d$), kann diese aus der Potentiallage errechnet werden ($d_0 = (\varphi_{ox} - \varphi_0) \cdot k_{ox}$). Zur Festlegung des zur Berechnung heranzuziehenden Potentials wird der Wendepunkt des Stromanstiegs gewählt (senkrechte gestrichelte Linie in den Diagrammen). Unmittelbar nach einem Stromdichtemaximum (Overshoot) folgt ein Minimum. Die im Minimum gemessene Stromdichte kann zur Bestimmung des Flächenverhältnisses der tatsächlich wirksamen Oberfläche A_{real} zur geometrisch bestimmten A_{geom} herangezogen werden.



Abb. 73: Cyclovoltammogramme mit jeweils 3 Zyklen an 3 Stellen einer ungeschliffenen Probe AA 6014, wobei das anodischen Umkehrpotentials mit jedem Zyklus erweitert wurde.

Die waagerechte gestrichelte Linie kennzeichnet das theoretische Stromplateau, welches bei der gegebenen Vorschubgeschwindigkeit ($d\varphi/dt = 100 \ mVs^{-1}$) notwendig wäre, um ausschließlich ein Oxidschicht aus Al₂O₃ zu generieren. Aus theoretischen Überlegungen [7] kann für reines Al eine Stromdichte von 250 µAcm⁻² bei obiger Vorschubgeschwindigkeit angenommen werden. Höhere Stromdichten können flächenbedingt sein ($A_{real}/A_{geom} > 1$), aber auch durch Korrosion und/oder andere Nebenreaktionen bedingt sein (z.B. anodische Sauerstoffentwicklung). Nach diesem Minimum kann der Stromverlauf bis zum Umkehrpotential ein Plateau auf dem Niveau des Minimums bilden, was dann auf korrosions- und nebenreaktionsfreies Oxidschichtwachstum schließen lässt, oder ansteigen, was ein Indiz für Korrosion und/oder Nebenreaktionen (z.B. anodische Sauerstoffentwicklung) ist. In allen 3 Fällen in Abb. 73 steigt der Strom mit weiterem Potentialvorschub leicht an. Die Rückläufe der Scans zeigen ebenfalls noch einen signifikanten Stromdichtebetrag und deuten damit auf Korrosion hin. Die native Oxidschichtdicke wurde mit d₀ = 4.8 nm auf allen drei Stellen gleich vermessen.

Abb. 74 zeigt einen vergleichbaren Versuch auf einer geschliffenen Probe. Zunächst scheinen die Stellen, welche auf der geschliffenen Oberfläche vermessen wurden, untereinander größere Unterschiede zu zeigen als auf der ungeschliffenen Probe. Insbesondere das linke Diagramm in der Abb. 74 zeigt einen potentialabhängigen Stromdichteanstieg zwischen 1.6 und 5.5 V, die auf eine erhöhte Aktivität durch Korrosion oder Nebenreaktion hinweist. Zur Unterscheidung zwischen Korrosion oder Nebenreaktion sei darauf hingewiesen, dass der verwendete Elektrolyt nur eine sehr geringe Aggressivität hinsichtlich Aluminiumoxid oder -oxyhydroxid aufweist. Es kann also mit einiger Sicherheit angenommen werden, dass der potentialabhängige Stromanstieg auf eine lokale anodische Sauerstoffentwicklung zurückzuführen ist, die an den Stellen der

Oberfläche stattfindet, an denen sich Ausscheidungen im Material befinden und über denen sich dann kein reines Aluminiumoxid oder -oxyhydroxid gebildet hat, sondern ein Mischoxid mit erhöhter Elektronenleitfähigkeit, die für die Sauerstoffentwicklung notwendig ist. Zusätzlich deuten einzelne Spikes im anodischen Sweep auf lokale Durchbrüche mit Sauerstoffentwicklung und anschließender Repassivierung hin.



Abb. 74: Cyclovoltammogramme auf den an der FS 1 geschliffenen Proben AA 6016.

Im präsentierten Beispiel können für die nativen Oxidschichtdicken Werte zwischen $d_0 = 3.4$ nm...3.7 nm gemessen werden. Die Unterschiede sind als signifikant zu betrachten, da 0.1 nm Schichtdicke zu einem Unterschied von ca. 0.1 V im Anstiegspotential führen, welcher gut und sicher elektrochemisch zu diskriminieren ist. Überraschender Weise sind die Minima, die gemessen wurden, sehr nahe am theoretischen Wert, was einem Flächenverhältnis von 1 entsprechen würde.



Abb. 75: EIS an AA 6014 in NaHAc. Vergleich zwischen den Spektren einer ungeschliffenen (wie angelieferten) Oberfläche und Messungen auf zwei unterschiedlichen, für 60 s handgeschliffene Flächen (Schliff erfolgte durch FS1) mit unterschiedlicher Schleifmittelkörnung.

Als alternative elektrochemische Methode zur CV wurde die EIS bewertet (Abb. 75). Die in Abb. 75 dargestellten Spektren, gemessen auf einer ungeschliffenen Probe und zwei, mit

unterschiedlicher Körnung, geschliffenen Proben, sind sehr ähnlich und im genutzten Messbereich nahezu vollkommen kapazitiv determiniert. Bei den Kapazitäten handelt es sich um die Oxidschichtkapazitäten, die, unter Annahme das die Permittivität der Oxidschicht nicht durch die Oberflächenbehandlung verändert wird, nur von der Oxidschichtdicke abhängig ist. Die geringste Kapazität (0.95 μ F cm⁻²), respektive größte Schichtdicke ($C/A = \varepsilon_0 \varepsilon_r/d$), zeigte die gröber geschliffene Probe, was kontraintuitiv ist. Ungeschliffen und mit Körnung P220 wird etwa 1 μ F cm⁻² gemessen.

Werden daraus die Schichtdicken errechnet ergeben sich Werte von 8 bis 9 nm, also doppelt so hoch, als es die Berechnungen aus dem CV ergeben haben. Wäre dies auf einen Flächeneffekt zurückzuführen, wäre das Flächenverhältnis 2 und nahezu unabhängig von der Vorbehandlung, was nicht sehr wahrscheinlich ist. Um genauere Informationen komplementär zu den elektrochemischen Messungen zu erhalten, wurden zwei nichtelektrochemische Verfahren in das Methodenscreening eingebunden. Abb. 76 zeigt die FTIR-Spektren auf einer geschliffenen Probe und an drei Proben im Anlieferungszustand. Es zeigt sich, dass die native Oxidschicht auf allen Proben aus einer Mischung von Al₂O₃ und AlOOH besteht, wie zu erwarten gewesen ist. Die Spektren an den Proben im Anlieferungszustand zeigen zudem einen höheren Anteil an gebundenem Wasser und organische Kontaminationen. Ersteres ist auf die unbekannte, aber längerer Lagerung der Oberflächen zurückzuführen, letzteres auf mögliche Rückstände von Walzölen oder temporärer Korrosionsschutzvorbehandlung (z.B. durch Öle). Da sich im Bereich der auf die Passivschicht hindeutenden Wellenzahlen keine signifikanten Unterschiede erkennen lassen, wurde diese Methode im Weiteren nicht mehr verfolgt.



Abb. 76: FTIR-Spektren an den in Abb. 73 und Abb. 74 elektrochemisch vermessenen Proben mit qualitativer Identifizierung der charakteristischen Schwingungsbanden (im Bild farblich zugeordnet).

Ähnliches lässt sich zu den Benetzungsversuchen sagen (Abb. 77). Ein eindeutiger Zusammenhang zwischen dem Kontaktwinkel und den Schleifbedingungen war nicht zu erkennen. Es ist also davon auszugehen, dass eine Beeinflussung nachfolgender Prozesse bis hin zur Beschichtung nicht durch unterschiedliche Benetzbarkeit, letztlich also Oberflächenspannungen, beeinträchtigt werden und obwohl diese nach dem Schleifen mit unterschiedlichen

Parametern als unterschiedlich für die Metalloberfläche angenommen werden müssen, spielen sie nach der spontanen Passivierung offensichtlich keine Rolle mehr.



Abb. 77: Tropfentest zur Benetzbarkeit mittels Randwinkelbestimmung für unterschiedliche Schleifmittelkörnung (links) und unterschiedliche (Hand-) Anpressdrücke (Schleifkrafteintrag)

4.5.2.2 Schleifen von Hand unter Variation der Körnung

In einer ersten Iterationsschleife wurde die Schleifvorbehandlung der Proben systematisiert und erweitert. Dabei erfolgte der Schleifprozess unter Zuhilfenahme einer Handschleifung. Verwendet wurden die Körnungen P80, P320, P800 und P2500. Ergänzend wurde eine Ruhepotentialmessung getestet. Die Ergebnisse sind in Abb. 78 dargestellt. Die Potentiale stellen sich schnell auf einen stationären Wert ein. Je gröber die Schleifkörnung desto anodischer war dabei das gemessene Potential, da das Ruhepotential unter diesen Bedingungen einem Mischpotential entspricht. Die potentialbestimmende Reaktion ist dabei die unter Grenzstrombedingungen ablaufende Sauerstoffreduktion. Da es sich dabei um eine Elektronentransferreaktion (ETR) handelt und Aluminiumoxid nur eine sehr geringe elektronische Leitfähigkeit besitzt, kann die Reaktion nur an den Stellen der Oberfläche ablaufen, die aufgrund von Störungen einen gewissen Elektronentransfer erlauben. Das sind in erster Linie die sich über den intermetallischen Ausscheidungen bildenden Mischoxide. Wird die Zahl und Reaktivität dieser Stellen durch den höheren mechanischen Energieeintrag des gröberen Schleifkornes stärker vergrößert als bei Anwendung feinerer Körnungen, dann steigt der Reduktionsstrom an und das Potential verschiebt sich in anodisch Richtung, wie in dem rechten Teilbild von Abb. 78 abgebildeten Schema verdeutlicht.



Abb. 78: Untersuchungen des Ruhepotentials an mit unterschiedlicher Körnung geschliffenen Proben des Werkstoffs AA 6016 in NaHAc-Puffer (pH 6) (links) und Darstellung über der Bewertung der Ergebnisse anhand eines Stomdichte-Potential-Schemas (rechts).

Einschränkend muss gesagt werden, dass die Aussagekraft des Ruhepotentials bei ideal polarisierbaren Elektroden limitiert ist, da schon sehr kleine Änderungen der kathodischen Teilströme zu größeren Potentialverschiebungen führen können und deshalb die Reproduzierbarkeit der Messungen zu wünschen übriglässt [8].

Die an dieser Probenserie durchgeführten CV sind in Abb. 79 (links) dargestellt.



Abb. 79: Links: CV mit je 3 Scans (Erweiterung des Umkehrpotentials mit jedem Scan) an mit unterschiedlicher Schleifmittelkörnung vorbehandeltem Werkstoff AA6016. Die arabische Nummerierung 1 und 2 zeigt temporäre Passivschichtdurchbrüche an, die im weiteren Verlauf re-passiviert werden. Rechts: Die aus den CVs ermittelten Schichtdicken der gebildeten Oxidschichten.

Es zeigt sich ein sehr klarer Zusammenhang zwischen dem ersten Anstieg der Stromdichte, der Minima der Stromdichte nach dem Overshoot und der Schleifkorngröße. Für die weiteren anodischen Scans der Cyclovoltammogramme ist für den Stromdichteanstieg keine Schleifkorn-

abhängigkeit mehr zu erkennen. In Abb. 79 (rechts) sind die ermittelten Schichtdicken der Oxide in Abhängigkeit der Schleifkorngröße dargestellt. Zur besseren Vorstellung wurde anstelle der Schleifpapierbezeichnung, die tatsächliche Schleifkorngröße aufgetragen. Wieder bewegen sich die Unterschiede in der nativen Oxidschichtdicke in einem Bereich von weniger als 0.5 nm, was allerdings einer Potentialdifferenz von ca. 0.4 V entspricht. Nach dem ersten Scan ist die Schichtdicke der Oxidschichten auf allen Proben, unabhängig von der Schleifbehandlung gleich (Abb. 79, rechts).

Zurückkommend auf Abb. 79 (links) zeigt sich allerdings auch, dass, insbesondere im 3. Scan, ein Zusammenhang zwischen der Schleifmittelkörnung und der Plateaustromdichte bzw. des Stromdichteanstiegs besteht. Das lässt die Schlussfolgerung zu, dass mit steigender Schleifkorngröße sowohl die reale Oberfläche als auch die Korrosionsanfälligkeit steigt.

Als nachteilig an diesen Untersuchungen wurde in den Diskussionen mit den Partnern die begrenzte Reproduzierbarkeit des von Hand durchgeführten Schleifprozesses angemerkt, obwohl auch die Schleifbehandlung an den anderen Forschungsstellen ebenfalls von Hand ausgeführt wurden. Nichtsdestotrotz wurde an der FS 2 (Fraunhofer IKTS Dresden) entschieden, eine Serie von Proben nach metallographischen Standards in Abhängigkeit der Schleifkorngröße zu untersuchen. Im Ergebnis kann zusammengefasst werden, dass sich die Annahme: Je gröber das Schleifkorn, desto größer die reale Oberfläche und desto stärker die Neigung zur Korrosion und/oder der Nebenreaktionen bestätigt. Bei der Ermittlung der nativen Oxidschichtdicke zeigt sich, dass auch hier gilt: Je gröber das Korn desto dicker die resultierende native Oxidschicht, wobei die Abhängigkeit des do von der Schleifkorngröße, ermittelt aus der Potentiallage des ersten Stromdichteanstiegs im CV, relativ gering ausgeprägt war. Die Ermittlung der Kapazität der nativen Oxidschicht aus impedanzspektroskopischen Untersuchungen ergab erhebliche Schwankungen. Allerdings gehen in diese Kalkulationen auch die reale Oberfläche und die relative Dielektrizitätszahl ein, gerade letztere wird, basierend auf eigenen Erfahrungen, Werten der Literatur angenommen und unter Annahme von Al₂O₃ als Oxidmodifikation. Aufgrund der diskutierten Schwierigkeiten bei der Interpretation wird auf eine ausführliche Darstellung an dieser Stelle verzichtet und sich im Weiteren auf die Untersuchungen der Oxidschichten, die sich infolge der Schleifbehandlung mit dem instrumentierten Schleifmessstand gebildet haben, konzentriert. Für die im Weiteren durchgeführten Untersuchungen wird deshalb die CV als elektrochemische Methode der Wahl angesehen und vorwiegend zur Beurteilung der Schleifeinwirkungen auf die native Oxidschichtbildung angewandt.

4.5.2.3 Instrumentiertes zentrisches Schleifen unter Variation der Körnung, Dauer und Geschwindigkeit (Messplatzdesign 1)

In Abb. 80 wird eine kurze Zusammenfassung der Auswirkungen des 1. Designs zusammengefasst. Die aus den cyclovoltammetrischen Messungen bestimmten nativen Oxidschichtdicken liegen im erwarteten Bereich (Abb. 80, mittleres Diagramm). Sie sind geringfügig höher, wenn das Schleifkorn gröber gewählt wurde. Die Schleifzeit hat dagegen zu keinem eindeutigen Zusammenhang geführt. Den offensichtlich größten Effekt hatte die Schleifgeschwindigkeit, die als 1 (niedrigere Umdrehungsgeschwindigkeit) und Stufe 2 (höhere Umdrehungsgeschwindigkeit) unterschieden wurde. Bei Stufe 1 wurden im Anschluss die dickeren Oxidschichten gebildet. Bei den Plateaustromdichten (rechtes Diagramm in Abb. 80)

zeigt tendenziell das gröbere Schleifkorn die höheren Ströme, während auch hier die Schleifzeit eher keinen eindeutigen Einfluss besitzt.



Abb. 80: Exemplarische Ergebnisse der Untersuchungen der mit unterschiedlichen Parametern (siehe Abb. 25 und Abb. 26) geschliffenen Proben.

Eine zusätzliche Untersuchung der Kontaktwinkel ergab keine signifikanten Unterschiede, die Benetzbarkeit der Oxidoberflächen ist offensichtlich nicht von den Schleifparametern abhängig.

4.5.2.4 Instrumentelles zentrisches Schleifen (Messplatzdesign 2)

Die mit dem Re-Design verbundenen methodische Verbesserung bzw. Möglichkeiten sollen hinsichtlich ihrer elektrochemischen Untersuchungen nur kurz durch ein exemplarisches Beispiel verdeutlicht werden, da die Konzeption des rotationssymmetrischen Tellerschleifers auf Absprache mit dem PA und den Partnern im weiteren Verlauf des Projektes nicht mehr verfolgt wurde. Die Veränderungen am experimentellen Aufbau sind in Kapitel 4.3.2 in den Abb. 27 & Abb. 28 dargestellt. Der Vorteil dieses Design bestünde darin, dass sich bei einer Drehgeschwindigkeit der Bohrmaschine als Antrieb die Schleifgeschwindigkeit in Abhängigkeit des Drehtellerdurchmessers lokal systematisch verändert. Ein Beispiel für die ortsabhängigen Untersuchungen, abhängig vom Abstand der Messung vom Zentrum des Schleiftellers ist in Abb. 81 dargestellt. In Abb. 81 links ist zur Orientierung das Schleifbild und eine Skala mit der Darstellung der lokalen Messstellen gegeben. Gut zu sehen ist das durch das Re-Design verbesserte Schleifbild. Das Diagramm in der Mitte der Abb. 81 zeigt das Ergebnis der Rauheitsuntersuchung gemessen in zwei Richtungen an den Messpunkten. Zu sehen ist ein leichter Trend des Rauheitsanstieges von innen (Zentrum des Schleifbereiches) nach außen (Rand des Schleifbereiches), also mit steigender Schleifgeschwindigkeit steigt die Rauheit leicht an. Im rechten Diagramm in Abb. 81 ist das Ergebnis der Auswertung des 1. Stromdichteanstiegs aus den CV dargestellt. Es deutet sich an, dass mit steigender Rauheit, also Schleifgeschwindigkeit, auch die Schichtdicke der anschließend nativ gebildeten Oxidschichten steigt. Die Unterschiede sind allerdings nur sehr gering und der Wert im Zentrum fällt aus diesem Trend heraus. Andererseits wird der Trend durch die Symmetrie der Ergebnisse bestätigt. Nach einer Woche Lagerung verschwinden diese Zusammenhänge vollkommen. Zu beachten ist, dass der Messpunkt bei -8cm außerhalb des Schleifbereiches lag und als Referenzierung der ungeschliffenen Fläche diente.



Abb. 81: Zusammenfassende Darstellung exemplarischer Messungen mit der Design-Version 2 des instrumentierten Schleifmessplatzes.

4.5.2.5 Instrumentelles exzentrisches Schleifen

Aufgrund der im Kapitel 4.3.2 festgestellten Schwankungen der Versuchsbedingungen und der geringen erfassten Unterschiede, wird auf eine detaillierte Darstellung und Diskussion an dieser Stelle verzichtet.

4.5.2.6 Instrumentelles Bandschleifen (Design-Version 3)

Die untenstehenden Abbildungen sind im Zusammenhang mit dem in Abb. 31 dargestellten Messaufbau und den durchgeführten Untersuchungen zur Parametervariation (Abb. 32 - Abb. 37) zu sehen. Die Beibehaltung der Arbeitspaketstruktur wurde als übergeordnet betrachtet und machte die Darstellungen und Diskussion in zwei unterschiedlichen Kapiteln des Berichtes notwendig.

Eingangs sei betont, ganz unabhängig wie die Schleifergebnisse bewertet werden, dass die dargestellten Cyclovoltammogramme die Situation auf der Messstelle real abbilden. Häufig sind die gemessenen CV intuitiv in erwartbarer Übereinstimmung mit den optisch abgebildeten Messstellen. Die Lokalisierung der Messung auf der Probenoberfläche ist farblich codiert und entspricht den Farben der gemessenen CV. Abb. 82 zeigt die Ergebnisse an der Probe, deren Schleifprozess in Abb. 32 dargestellt ist (zum Vergleich sind die Schleifparameter und das optische Schleifbild in allen Abbildungen zu den elektrochemischen Messungen nocheinmal mit dargestellt). Die CV bestätigen im ersten Scan durch die unterschiedlichen Anstiege die unterschiedlichen nativen Oxidschichtdicken der jeweiligen Messstellen. Die Differenz der Potentiallagen deutet auf eine Dickendifferenz von ca. 0.5 nm hin. Oberhalb von 2 V treten in beiden CV unterschiedlich starke Stromdichtemaxima auf, die auf eine Korrosion und/oder Nebenreaktion (Sauerstoffentwicklung) zurückzuführen sind. Im 2. Scan erkennt man, dass die Stromdichten wieder Plateaucharakter annehmen. So wie die Peakmaxima unterschiedlich sind, sind es jetzt auch die Plateaustromdichten. Es ist davon auszugehen, dass die "schwarz" markierte Messung hinsichtlich ihrer Messfläche unter deutlichem Einschluss einer intermetallischen Ausscheidung (IMP) stattfand, deren Oxid eine Elektronentransferreaktion (ETR) wie die Sauerstoffentwicklung erlaubte, die IMP dabei aber korrosiv aufgelöst wird, so dass eine Re-passivierung eintritt. Der bereits vor dem Umkehrpotential des 1. Scans einsetzende Wiederanstieg des Stromes im 2. Scan zeigt die erhöhte Korrosionsanfälligkeit des Oxides an.



Abb. 82: Darstellung der elektrochemischen Untersuchung der nativen Oxidschichten gebildet nach Behandlung mit den in der Box (links) angegebenen Schleifparametern. Je zwei CV mit je 2 Scans (Abb. Mitte), vorgenommen an den entsprechend farblich gekennzeichneten Bereichen auf dem optischen Schleifbild der Probe (rechts). Die Ergebnisse des zugehörigen instrumentierten Schleifversuches sind in Abb. 32 dargestellt.

Abb. 83 zeigt analoge Untersuchungen auf einer Oxidschicht, die im Anschluss an den Schleifversuch, dargestellt in Abb. 33, durchgeführt wurden. Hinsichtlich der Schleifparameter unterschieden sich die Versuche lediglich in der aufgebrachten Schleifkraft. Es ergaben sich aber bereits optisch unterschiedliche Schleifbilder. Auf der nativen Oxidschicht wurden jeweils zwei Proben auf optisch ähnlich erscheinenden Stellen durchgeführt.



Abb. 83: Darstellung der elektrochemischen Untersuchung der nativen Oxidschichten gebildet nach Behandlung mit den in der Box (links) angegebenen Schleifparametern. Je zwei CV mit je 2 Scans (Abb. Mitte), vorgenommen an den entsprechend farblich gekennzeichneten Bereichen auf dem optischen Schleifbild der Probe (rechts). Die Ergebnisse des zugehörigen instrumentierten Schleifversuches sind in Abb. 33 dargestellt.

Die CV sind von der Form her sehr ähnlich und unterscheiden sich im Anstiegspotential des 1. Scans nur leicht, was auf nahezu identische Schichtdicken schließen lässt. Die Höhe des Stromplateaus ist in einem Fall jedoch fast doppelt so hoch und signalisiert damit eine größere Oberfläche aufgrund größerer Rauheit. Beide erste Scans zeigen zudem eine Stufung, die dadurch erklärt werden kann, dass die native Oxidschichtdicke innerhalb der Messfläche unterschiedlich war und bei Erreichen der kritischen Feldstärke wurden die nativ dickeren Oxidbereiche zum anodischen Wachstum animiert. Im 2. Scan sind dann lediglich die unterschiedlichen Oberflächen (Rauheitsunterschiede) nachweisbar. Sieht man also von der Probenverwerfung als Folge einer Unregelmäßigkeit beim Schleifversuch ab, so zeigt sich, dass die höhere Schleifkraft unter diesen, ansonsten identischen, Bedingungen zu einer homogeneren Oxidschichtbildung nach dem Schleifprozess führt. Die Rauheitsunterschiede sind eher eine Folge der nichtidealen Schleifbehandlung.

Die in Abb. 84 & Abb. 85 dargestellten CV vergleichen die Ergebnisse hinsichtlich des Verhaltens der nativen Oxidschichten nach einer Schleifbehandlung bei niedriger Schleifgeschwindigkeit (Stufe A) mit unterschiedlicher Schleifmittelkörnung. Auch hier stimmen die optischen Schleifbilder an den Messstellen intuitiv mit den Ergebnissen der CV gut überein.



Abb. 84: Darstellung der elektrochemischen Untersuchung der nativen Oxidschichten gebildet nach Behandlung mit den in der Box (links) angegebenen Schleifparametern. Je zwei CV mit je 2 Scans (Abb. Mitte), vorgenommen an den entsprechend farblich gekennzeichneten Bereichen auf dem optischen Schleifbild der Probe (rechts). Die Ergebnisse des zugehörigen instrumentierten Schleifversuches sind in Abb. 34 dargestellt.²

² Sind in den Abbildungen 0 kg im Parametersatz angegeben, dann handelt es sich bei der Schleifkraft um das Eigengewicht des Probenaufnehmers ohne zusätzlich Gewichtskraft.



Abb. 85: Darstellung der elektrochemischen Untersuchung der nativen Oxidschichten gebildet nach Behandlung mit den in der Box (links) angegebenen Schleifparametern. Je zwei CV mit je 2 Scans (Abb. Mitte), vorgenommen an den entsprechend farblich gekennzeichneten Bereichen auf dem optischen Schleifbild der Probe (rechts). Die Ergebnisse des zugehörigen instrumentierten Schleifversuches sind in Abb. 35 dargestellt.

In Abb. 84 zeigen beide CV im 1. Scan sowohl eine nahezu identische Potentiallage bei ersten Stromanstieg, einen zweiten Stromanstieg, der mit unterschiedlicher Oxidschichtdicke auf der Messfläche verbunden ist und einen Stromdichtepeak, der auf Erfassung und Korrosion einer IMP hinweist, verbunden mit einer temporären Sauerstoffentwicklung. Die relativ hohen Plateauströme (im Vergleich zu Abb. 85) sind Ausdruck der höheren Rauheit, also aktiven Oberfläche, aufgrund des gröberen Schleifmittels. Auffallend in beiden CV (Abb. 84) der Wiederanstieg der Stromdichte im 2. Scan, deutlich vor Erreichen des Umkehrpotentials des 1. Scans. Der stetig ansteigende Strom identifizierte eine ETR aufgrund eines nichtperfekt dielektrischen Oxides. Das unterstützt die Aussage der Erfassung und Auflösung einer IMP. Der Einbau von Legierungskationen in die Oxidschicht führt zu einer erhöhten elektronischen Leitfähigkeit, die einerseits ETR als Nebenreaktionen begünstigt und andererseits als weniger korrosionsschützend anzusehen ist. Abb. 85 zeichnet dagegen eine ganz andere Situation. Die Verwendung des feineren Schleifkornes führ unter ansonsten identischen Versuchsbedingungen zu offensichtlich deutlich homogeneren Oxidschichten. Die Anstiegspotentiale des 1. Scans in beiden Experimenten sind absolut identisch, eine Stufung im Plateaustrom ist nicht erkennbar und die Stromdichten im Plateau sind nur etwa um den Faktor 2 größer als die theoretischen Stromdichten bei der Bildung von Al₂O₃-Schichten als Sperrschichten in nahezu neutralen Elektrolyten. Die Oxidschichten, die nativ gebildet wurden, zeigen nahezu ideales Hochfeldwachstum auf und nur ein kleiner messbarer Elektronenstrom im zweiten Scan deutet auf ein nichtideale Oxidschichtverhalten hin. Darüber hinaus kann aus der Potentiallage des Stromdichteanstieges im Vergleich zu Abb. 84 klar gesagt werden, dass die native Oxidschichtdicke um 0.1 – 0.2 nm geringer ist, wenn das feinere Schleifkorn (P240) verwendet wird.

Im Folgenden soll ein Vergleich zwischen dem Einfluss der Schleifkraft bei einer Verdopplung der Schleifdauer auf 120s gezogen werden (Abb. 86 & Abb. 87). Es werden als Beispiel die Bedingungen unter niedriger Schleifgeschwindigkeit und feiner Schleifmittelkörnung dargestellt. Die dargestellten vier CV sind sich untereinander sehr ähnlich, was auf eine sehr homogene und

vergleichbar raue Oberflächenbedeckung mit nativem Oxid schließen lässt. Die Anstiegspotentiale im 1. Scan sind nahezu identisch, also sind die Oxidschichtdicken gleich. Eine Stufung in den Plateauströmen zeigt sich nicht, also sind die Schichten nahezu ideal homogen. Im 2. Scan steigen die Ionenströme erst nach dem Erreichen des Umkehrpotentials aus dem ersten Scan an, also sind die Schichten unter den gewählten Bedingungen von nahezu gleicher Stabilität gegen chemische Auflösung. Die auf ETR deutenden leichten linearen Anstiege vor dem Erreichen des Umkehrpotentials aus dem 1. Scan sind zu vernachlässigen.



Abb. 86: Darstellung der elektrochemischen Untersuchung der nativen Oxidschichten gebildet nach Behandlung mit den in der Box (links) angegebenen Schleifparametern. Je zwei CV mit je 2 Scans (Abb. Mitte), vorgenommen an den entsprechend farblich gekennzeichneten Bereichen auf dem optischen Schleifbild der Probe (rechts). Die Ergebnisse des zugehörigen instrumentierten Schleifversuches sind in Abb. 36 dargestellt.



Abb. 87: Darstellung der elektrochemischen Untersuchung der nativen Oxidschichten gebildet nach Behandlung mit den in der Box (links) angegebenen Schleifparametern. Je zwei CV mit je 2 Scans (Abb. Mitte), vorgenommen an den entsprechend farblich gekennzeichneten Bereichen auf dem optischen Schleifbild der Probe (rechts). Die Ergebnisse des zugehörigen instrumentierten Schleifversuches sind in Abb. 37 dargestellt. Berücksichtigt man die Ergebnisse aus der Abb. 30 könnte es sein, dass die Wahl des Schleifkorns den wichtigsten Anteil bei der Ausbildung homogener und schützender nativer Oxidschichten besitzt. Auch die Dicke dieser Oxidschichten wird offenbar vor allem durch die Schleifmittelkörnung definiert. Kaum einen Einfluss hat dagegen, verständlicherweise, der durch den Schleifprozess bedingte Masseabtrag auf die Eigenschaft der nativen Oxidschicht. Solange die Temperaturänderung beim Schleifen $\Delta T < 60$ K gemessen wurde, konnten auch keine negativen Einflüsse auf die Homogenität und Reaktivität der Oxidschicht durch den Wärmeeintrag festgestellt werden.

4.5.3 Untersuchung der Korrosionsbeständigkeit geschliffener und beschichteter Bleche (IKS/DFI)

4.5.3.1 Proben

Um sich aktuellen Fragestellungen aus der Automobilindustrie im Zusammenhang mit dem Schleifen am besten nähern zu können, wurden die Verfahren der chemischen Oberflächenvorbehandlung (Phosphatierung und Dünnschichtvorbehandlung) bei einem Mitglied des PA durchgeführt. Dies hatte jedoch zur Folge, dass ein sehr hohes Maß an Koordination bei der Blechherstellung auch im Hinblick auf die Offenzeit zwischen Vorbehandlung und Beschichtung erforderlich war. Bleche der Legierungen AA6016 und AA6111 wurden zunächst am IKS unter Variation verschiedener Einflussparameter geschliffen. Im Zuge des Ringversuchs "Automobile" erfolgte das Schleifen der Proben zusätzlich bei den 4 verschiedenen Teilnehmern des PA aus der Automobilbranche (siehe Tabelle 9).

Teilnehmer	Ringversuch 0 (IKS)	Ringversuch 1	Ringversuch 2	Ringversuch 3	Ringversuch 4
Schleifgerät	Exzenter-	Exzenter-	Schwing-	Schwing-	Band-
	schleifer	schleifer	schleifer	schleifer	schleifer
Grobschliff	30 Sekunden	60 Sekunden	60 Sekunden	30 Sekunden	30 Sekunden
	P150	P120	P80	P180	P180
Feinschliff	30 Sekunden	-	60 Sekunden	-	15 Sekunden
	P220		P180		P220

Tabelle 9:Angaben der Teilnehmer des Ringversuchs "Automobile" bzgl. der angewandten
Schleifverfahren.

Die nasschemische Vorbehandlung wurde dann in Paketen extern von einem Mitglied des PA durchgeführt. Nach dem Rückversand wurden die Proben am IKS mit einem zweikomponentigen lösemittelbasierten Epoxidharz-Modelllack, der einem Automobilfinish mit deutlich reduzierter Rezeptur nachempfunden wurde, beschichtet. Die Aushärtung erfolgte sowohl nach Vorgaben des Herstellers bei 60 °C bzw. zur Untersuchung des Temperatureinflusses z.T. bei 140 und 180 °C. Die Proben wurden mit einem 2K-EP-Zinkphosphatkantenschutz versehen.

4.5.3.2 Auswertung des Ringversuchs "Automobile" hinsichtlich der Korrosionsbeständigkeit beschichteter Bleche

Im Vergleich zum Ringversuch "Fassade" (Vgl. Abschnitt 4.4.2) unterscheiden sich die Verfahren im Automobilbereich sehr viel deutlicher. Umso erstaunlicher ist es, dass sich die Ergebnisse des Filiformkorrosionstest an den Blechen, die nach dem Schleifen mit einer Phosphatierung versehen wurden, kaum unterscheiden (siehe Abb. 88). Gleiches beobachtet man im CASS-Test.



Abb. 88: Ergebnisse des vergleichenden Filiformkorrosionstests (oben) und CASS-Tests (unten) der im Rahmen des Ringversuch "Automobile" hergestellten Proben der Legierung AA6016 mit Phosphatierung.

Im Gegensatz dazu schwanken die Ergebnisse bei Anwendung der Dünnschichtvorbehandlung nach dem Schleifen sehr stark. Auch hierbei kann beobachtet werden, dass sich die Ergebnisse des Filiformkorrosionstests und jene des CASS-Test sowohl im absoluten Ausmaß an Korrosion als auch in der Gewichtung der miteinander zu vergleichenden Zustände sehr ähneln (siehe Abb. 89).



Abb. 89: Ergebnisse des vergleichenden Filiformkorrosionstests (oben) und CASS-Tests (unten) der im Rahmen des Ringversuch "Automobile" hergestellten Proben der Legierung AA6016 mit Dünnschichtvorbehandlung.

Aufgrund dieser Ergebnisse wurde zunächst angenommen, dass eine Optimierung des Schleifprozesses durch Orientierung an Teilnehmer 2 (R352) möglich wird, da dieser in beiden Versuchen ein optimales Ergebnis erzielte. In der weiteren Bearbeitung des Projektes wurde jedoch klar, dass beim Ringversuch "Automobile" bei den Blechen mit Dünnschichtvorbehandlung ein Chargeneinfluss existiert. Dies ist aufgefallen, als ein identischer Zustand bzgl. des Schleifens erneut zur Dünnschichtvorbehandlung versendet, beschichtete und geprüft wurde. Obwohl hier das exakt gleiche Ergebnis erwartet wurde, wichen die Ergebnisse sowohl im FFK-als auch im CASS-Test stark voneinander ab (siehe Abb. 90).



Abb. 90: Vergleich der Ergebnisse des gleichen Schleifzustands an Blechen der Legierung AA6016, der zu zwei verschiedenen Zeitpunkten vorbehandelt, beschichtet und dem FFK- sowie im CASS-Test unterzogen wurde.

Dieser Befund deutet darauf hin, dass entweder beim Transport, bei der Dünnschichtvorbehandlung, bei der Beschichtung oder bei der Prüfung der ersten Charge etwas nicht optimal gelaufen ist. Unglücklicherweise befanden sich auch die Proben für den Ringversuch (R351, R353 und R354) in dieser Charge. Teilnehmer 2 (R352) wurde demnach später vorbehandelt, beschichtet und geprüft, was bedeutet, dass das bessere Ergebnis nicht notwendigerweise auf einen optimalen Schleifprozess zurückzuführen ist. Die Ursache für die Chargenunterschiede ließ sich bis zum Schluss nicht genau aufklären. Allerdings deutet der Vergleich zwischen FFK und CASS (sehr ähnliche Ergebnisse) darauf hin, dass es nicht an der Testprozedur lag. Dies hätte dazu geführt, dass sich die Resultate der beiden Tests hätten deutlich unterscheiden müssen.

4.5.3.3 Einfluss der Schleifparameter auf die Korrosionsbeständigkeit beschichteter Bleche

Die Variation der Schleifprozesse im Hinblick auf die Schleifdauer ergaben in beiden Tests keine nennenswerten Unterschiede (siehe Abb. 91), auch wenn das Schleifen im Allgemeinen das Ausmaß an Korrosion im Vergleich zur ungeschliffenen Probe erhöht.



Abb. 91: Ergebnisse vergleichender Filiformkorrosionstests (oben) und CASS-Tests (unten) an Blechen der Legierung AA6016 unter Variation des Schleifprozesses und anschließender Phosphatierung.

Auch führten die Variation der Schleifdauer bzw. verschiedener Kombinationen aus Grob- und Feinschliff mit Dünnschichtvorbehandlung nicht zu wesentlichen Unterschieden (siehe Abb. 92). Dies ist ein weiterer Hinweis darauf, dass die große Streuung im Ringversuch eher auf einen Chargeneinfluss als auf den Einfluss unterschiedlicher Schleifprozesse zurückzuführen ist. Es zeigt sich hierbei außerdem, dass sich auch die Ergebnisse der beiden Vorbehandlungsvarianten (Phosphatierung und Dünnschichtvorbehandlung) nicht wesentlich voneinander unterscheiden.



Abb. 92: Ergebnisse vergleichender Filiformkorrosionstests (oben) und CASS-Tests (unten) an Blechen der Legierung AA6016 unter Variation des Schleifprozesses und anschließender Dünnschichtvorbehandlung.

Ebenfalls wird bei der Legierung AA6111 kein Einfluss der Schleifparameter auf das Ergebnis der Korrosionstests deutlich. Im CASS-Test (Abb. 93) sieht man zwar eine leichte Erhöhung der Korrosion am Ritz bei sehr hoher Schleifdauer, jedoch bestätigt sich dieser Befund nicht im Filiformkorrosionstest.



Abb. 93: Ergebnisse vergleichender Filiformkorrosionstests (oben) und CASS-Tests (unten) an Blechen der Legierung AA6111 unter Variation des Schleifprozesses und anschließender Phosphatierung.

Neben CASS- und Filiformkorrosionstests wurden sowohl der alte VDA-Test nach DIN 11997-1 als auch der neue VDA-Test nach DIN 55635 für die Untersuchung des Einflusses der Schleifparameter bei beschichteten Blechen der Legierung AA6016 mit Dünnschichtvorbehandlung herangezogen. Der alte VDA-Test war hierbei jedoch bei der gewählten Belastungsdauer von 6 Wochen nicht auswertbar. Es wurde bei keinem Zustand ein erkennbares Ausmaß an Korrosion am Ritz vorgefunden. Im Gegensatz dazu wurde im neuen VDA-Test bei einer Belastungsdauer von 12 Wochen bei allen getesteten Blechen Filiformkorrosion erzeugt. Die Flächenauswertung dieser Korrosionserscheinungen ergab das in Abb. 94 dargestellte Bild. Man erkennt, dass sich auch im VDA-Test keine Unterschiede zwischen den verschiedenen Schleifzuständen ergeben.



Abb. 94: Ergebnisse des Vergleichs verschiedener Schleifzustände anschließend beschichteter Bleche im neuen VDA-Test nach DIN 55635.

4.5.3.4 Einfluss erhöhter Einbrenntemperatur der Beschichtung auf die Korrosionsbeständigkeit geschliffener Bleche

4.5.3.4.1 Filiform- und CASS-Tests

Eine schrittweise Erhöhung der Einbrenntemperatur der Beschichtung gleichartig geschliffener Bleche mit Phosphatierung führte zu einer Erhöhung der Filiformkorrosion (siehe Abb. 95) und zu einer noch deutlicheren Erhöhung der Korrosion am Ritz im CASS-Test.



Abb. 95: Ergebnisse vergleichender Filiformkorrosionstests (oben) und CASS-Tests (unten) an geschliffenen und beschichteten Blechen der Legierung AA6016 mit Phosphatierung unter Variation der Einbrenntemperatur.



Abb. 96: Ergebnisse vergleichender Filiformkorrosionstests (oben) CASS-Tests (unten) an geschliffenen und beschichteten Blechen der Legierung AA6016 mit Dünnschichtvorbehandlung unter Variation der Einbrenntemperatur.

Die gleiche Tendenz wird bei Blechen der Legierung AA6016 mit Automobil-Dünnschichtvorbehandlung beobachtet (siehe Abb. 96). Eine Erhöhung der Einbrenntemperatur führt systematisch zu einer Erhöhung der Korrosionsanfälligkeit. Aufgrund dieser Beobachtungen wurde die Untersuchung des Temperatureinflusses beim Einbrennen auf das Korrosionsergebnis ausgeweitet. In Abb. 97 ist ein Vergleich ungeschliffener und geschliffener Bleche, welche bei 60 bzw. 180 °C eingebrannt und dann dem CASS-Test unterzogen wurden, abgebildet.



Abb. 97: Ergebnisse vergleichender CASS-Tests ungeschliffener (oben) und geschliffener Bleche (unten) unter Variation der Einbrenntemperatur.

Es zeigt sich, dass es nur bei den geschliffenen Blechen zu einer signifikanten Erhöhung der Korrosionsanfälligkeit bei Erhöhung der Einbrenntemperatur kommt. Dabei erhöht sich das Ausmaß der Korrosion beim Anheben der Einbrenntemperatur von 60 auf 180 °C um Faktor 5 bis Faktor 20. Die ungeschliffenen Proben zeigen unabhängig von der Einbrenntemperatur, der Legierung und der Vorbehandlung das gleiche Ergebnis in den Tests. Dieser Befund wurde zum Anlass genommen, den CASS-Test der im Ringversuch "Automobile" geschliffenen und phosphatierten Bleche noch einmal nach dem Einbrennen der Beschichtung bei 180 °C zu wiederholen (siehe Abb. 98).



Abb. 98: Vergleich der Ergebnisse des Ringversuchs "Automobile" im CASS-Tests bei den Einbrenntemperaturen 60 °C (oben) und 180 °C (unten).

Beim Erhöhen der Einbrenntemperatur erhöht sich auch hier das Ausmaß der Korrosionserscheinungen, jedoch lassen sich auch bei stärker ausgeprägter Korrosion keine eindeutigen Einflüsse der Schleifparameter erkennen. Dies wird ebenfalls deutlich, wenn man sich fotografische Aufnahmen der geprüften Proben ansieht (siehe Abb. 99).



Abb. 99: Vergleich fotografischer Aufnahmen der verschiedenen Proben des Ringversuchs "Automobile" nach dem Einbrennen bei 180 °C und anschließendem CASS-Test.

Eine Wiederholung des CASS-Tests an Blechen mit Dünnschichtvorbehandlung nach dem Einbrennen der Beschichtung bei 180 °C führte gleichermaßen zu einem einheitlichen Ergebnis nach dem Schleifen (siehe Abb. 100). Das Ausmaß der Korrosion erhöht sich in allen Fällen analog. Somit konnte auch für die Dünnschichtvorbehandlung gezeigt werden, dass eine Erhöhung der Temperatur das Korrosionsergebnis verschlimmert, die Schleifparameter selbst jedoch keinen nennenswerten Einfluss nehmen.



Abb. 100: Ergebnisse der erneuten Prüfung beschichteter Bleche der Legierung AA6016 mit Dünnschichtvorbehandlung im CASS-Test nach dem Einbrennen der Beschichtung bei 180 °C.

4.5.3.4.2 SKP an beschichteten Blechen

Da die Filiform- und CASS-Tests einen Einfluss der Lackeinbrenntemperatur auf die Korrosionseigenschaften der geschliffenen Bleche belegen, wurde untersucht, ob sich der Einfluss der Einbrenntemperatur auch bei den Kelvinsondenmessungen zeigt. Die Messungen erfolgten an geschliffenen, dünnschichtvorbehandelten und beschichteten Blechen der Legierung AA6016.

Wie bereits oben erwähnt, dauerte es bei den beschichteten Blechen deutlich länger, bis sich ein in etwa konstantes Potential einstellte. In den ersten Stunden verschob sich das gemessene Voltapotential sehr deutlich von zunächst positiven Werten in den negativeren Bereich. Dadurch ergab sich für die ersten Messungen auf jeder Probe ein sehr breiter Potentialbereich (s. Abb. 101). Der Grund dafür ist die Feuchtigkeitsaufnahme des Lackes, die erst nach etlichen Stunden abgeschlossen ist. Nach > 20 h in der feuchten Atmosphäre wurden nur noch geringe Potentialänderungen beobachtet und die Potentialspannen, die auf der jeweiligen Fläche gemessen wurden, waren nur noch sehr gering. Für die Diskussion des Einflusses der Lackeinbrenntemperatur werden daher die jeweiligen Voltapotentialwerte der letzten Messung herangezogen. Wie Abb. 101 zeigt, führt die Erhöhung der Lackeinbrenntemperatur zu einer Verschiebung der gemessenen Voltapotentiale zu negativeren Werten. Bei einer Einbrenntemperatur von 180 °C (20 min) liegt das Voltapotential bei etwa -0,75 V gegenüber etwa -0,55 V bei einer Einbrenntemperatur von 60 °C (10 min). Die Verschiebung beträgt etwa 200 mV. Negativere Werte lassen eine höhere Korrosionsneigung erwarten. Damit stehen diese Ergebnisse im Einklang mit den Filiform- und CASS-Tests.



Abb. 101: Einfluss der Lackeinbrenntemperatur auf die gemessenen Voltapotentialbereiche auf geschliffene und mit Dünnschichtvorbehandlung und EP-Modelllack versehenen AA6016-Oberflächen; rote Umrandung: Probe aus der 1. Charge der Dünnschichtbehandlung

Im Weiteren wurde untersucht, ob die erhöhte Korrosionsneigung im Filiform- und CASS-Test nur auf die Erhöhung der Einbrenntemperatur zurückzuführen ist oder ob das Schleifen mit ursächlich ist. Dazu wurden neben den geschliffenen auch ungeschliffene Bleche der entsprechenden Vorbehandlung (Dünnschicht oder Phosphatierung) unterzogen und mit dem Modelllack beschichtet. Auch hier erfolgte die anschließende Verdichtung der Schicht bei 60 °C (10 min) bzw. 180 °C (20 min). Wie Abb. 102 zeigt, liegen die Voltapotentiale auf den ungeschliffenen Oberflächen bei gleicher Lackeinbrenntemperatur fast 500 mV positiver als auf den geschliffenen Oberflächen. Zwar führt die Erhöhung der Lackeinbrenntemperatur auch bei der ungeschliffenen Oberfläche zu einer Verschiebung des Voltapotentials um ca. 200 mV in den negativeren Bereich, aber bei einer Spanne von -0,31 bis -0,13 V liegen die Werte immer noch um ca. 200 - 250 mV positiver als die der geschliffenen Oberfläche bei der geschliffenen Oberfläche bei der geschliffenen Oberfläche zu einer Verschiebung des Voltapotentials um ca. 200 mV in den negativeren Bereich, aber bei einer Spanne von -0,31 bis -0,13 V liegen die Werte immer noch um ca. 200 - 250 mV positiver als die der geschliffenen Oberfläche bei der niedrigen Einbrenntemperatur.



Abb. 102: Einfluss der Lackeinbrenntemperatur auf die gemessenen Voltapotentialbereiche auf ungeschliffenen und geschliffenen und mit Dünnschichtvorbehandlung und EP-Modelllack versehenen AA6016-Oberflächen

Auch für die Vorbehandlungsvariante "Phosphatierung" wurde der Einfluss des Schleifens und der Lackeinbrenntemperatur untersucht. Wie Abb. 103 zeigt, hat die höhere Lackeinbrenntemperatur bei den ungeschliffenen Blechen keinen Einfluss auf das gemessene Voltapotential. Bei den geschliffenen Blechen verschiebt sich das Voltapotential nach der Temperaturbehandlung bei 180 °C um ca. 150 mV zu negativeren Werten. Insgesamt ist die Verschiebung geringer als bei den Blechen mit Dünnschichtvorbehandlung.



Abb. 103: Einfluss der Lackeinbrenntemperatur auf die gemessenen Voltapotentialbereiche auf ungeschliffenen und geschliffenen und mit Phosphatierung und EP-Modelllack versehenen AA6016-Oberflächen

4.5.3.5 Einfluss der Coilbeölung auf die Korrosionsbeständigkeit geschliffener und beschichteter Bleche

Im Rahmen der Untersuchungen wurden drei verschiedene Arten von Coilbeölung einbezogen. Die Legierung AA6016 wurde sowohl mit einem Korrosionsschutzöl als auch mit einem Trockenschmierstoff (hot melt) getestet. Bei AA6111 war ein Korrosionsschutzöl auf der Oberfläche verteilt. Es wurde bei AA6016 zusätzlich die Vorbehandlung variiert. Die Überlegung hierbei war, dass die Beölung beim Schleifen unter Umständen in die Oberfläche des Blechmaterials eingearbeitet und dann von den verschiedenen Arten der Vorbehandlung eventuell unterschiedlich gut wieder entfernt wird. Da die bisherigen Untersuchungen zeigten, dass eine Erhöhung der Einbrenntemperatur der Modellbeschichtung zu einer Erhöhung der Korrosionsausprägung führt, wurde die Beschichtung hierbei generell bei 180 °C eingebrannt. Die Ergebnisse der vergleichenden CASS-Tests sind in Abb. 104 dargestellt. Die Art der Beölung nimmt offenbar keinen Einfluss auf das Korrosionsergebnis und dies unabhängig von der verwendeten Legierung und Vorbehandlung. Im Zuge der Vorbetrachtung relevanter Einflussparameter wurde festgestellt, dass das beölte Schleifen mitunter zum doppelten Schleifabtrag führt (vgl. Abschnitt 4.2.2). Die Ergebnisse des CASS-Tests zeigen nun jedoch, dass es für das Korrosionsergebnis unerheblich ist, ob die Bleche vor dem Schleifen entfettet werden.


Abb. 104: Ergebnisse vergleichender CASS-Tests an beschichteten Blechen nach dem Einbrennen bei 180 °C unter Variation der Legierung, Vorbehandlung und Art der Beölung.

N21

AA6111

Öl Exzenterschleifer

+ 30s P150

+ 30s P220

+ Phosphatierung

. + Modelllack

(20 min @ 180 °C)

N24

AA6111 Öl, entfettet

Exzenterschleifer

+ 30s P150

+ 30s P220

+ Phosphatierung + Modelllack

(20 min @ 180 °C)

1,0

N02

AA6111

Öl

+ Phosphatierung

. • Modelllack

(20 min @ 180 °C)

mittlere 0,5 0,0

5 Handlungsempfehlungen

5.1 Handlungsempfehlung "Fassade"

5.1.1 Allgemeines

Im Zuge des vom BWMK geförderten IGF-Projektes "Schleifen Al" (Nr. 21673 BG) wurden unter anderem Untersuchungen bzgl. relevanter Einflussparameter beim Schleifen von Aluminiumwerkstoffen im Fassadenbereich untersucht. Dazu wurden beschichtete Bleche bzw. Bauteile der Legierungen AA5005 und AA6060 mit einer GSB-gelisteten chromfreien Oberflächenvorbehandlung, sowie einer Polyester-Pulverbeschichtung versehen und unter Variation der Einflussparameter hinsichtlich der Korrosionsbeständigkeit (Kondenswasser-, AASS- und Filiformkorrosionstests) geprüft. Nachfolgend sind Empfehlungen bzgl. der einzelnen Parameter aufgelistet, welche aus den Ergebnissen der Untersuchungen abgeleitet werden konnten.

5.1.2 Empfehlungen bzgl. relevanter Einflussparameter beim Schleifen von Aluminium

Legierung und Oberflächenzustand. Die Tendenzen, welche für die Strangpresslegierung AA6060 festgestellt wurden, konnten im Wesentlichen auch für die Walzlegierung AA5005 bestätigt werden. Es wurde lediglich festgestellt, dass die Walzstruktur bei AA5005 auch nach dem Erreichen des optisch einheitlichen Schleifbildes (Schleifdauer \geq 30 s/dm²) Einfluss auf die Ergebnisse im Filiformkorrosionstest in Abhängigkeit von der Ritzorientierung nimmt.

Schleifverfahren. Alle Teilnehmer des durchgeführten Ringversuchs "Fassade" wandten das exzentrische Schleifverfahren an. Insofern kann keine Aussage bzgl. des Einflusses der Schleifverfahren auf die Korrosionsanfälligkeit abgeleitet werden. Die Untersuchungen zum Wärmeeintrag beim Schleifen zeigten jedoch, dass sich die Temperaturentwicklung im Werksstoff in Abhängigkeit vom Schleifverfahren ändert. Es wurden Temperaturen von 40 °C (Exzenterschleifer), 80 °C (Bandschleifer) und 100 °C (Tellerschleifer) bestimmt. Eine Kontamination der Oberflächen mit potentiell störenden Elementen (Ca, Si) konnte für das verwendete Korund-Schleifmittel ausgeschlossen werden.

Körnung. Der Einfluss der Körnung des Schleifmittels ist gering. Im Bereich zwischen P120 bis P320 wurden im Zuge des Ringversuchs keine wesentlichen Unterschiede festgestellt. Jedoch ergab eine Kombination aus Grob- und Feinschliff (P150+P220) für je 15 s/dm² insgesamt die besten Ergebnisse.

Schleifdauer. Vor dem Erreichen des optisch einheitlichen Schleifbildes (Schleifdauer < 30 s/dm²) beobachtet man eine starke Streuung der Ergebnisse aufgrund der Heterogenität der Oberfläche. Bei sehr hohen Schleifdauern (bis zu 150 s/dm²) wurde bei der Strangpresslegierung (AA6060) keine Veränderung festgestellt. Bei der Walzlegierung (AA5005) kam es zur Angleichung der Ergebnisse für die relativ zur Walzrichtung unterschiedlich orientierten Ritzverletzungen im Filiformkorrosionstest. Das sehr lange Schleifen mindert somit den Einfluss der Walzrichtung auf die Korrosionsanfälligkeit.

Anpressdruck. Vorversuche zeigten, dass sich der Anpressdruck beim exzentrischen Schleifen, dem relevantesten Schleifverfahren, durch den Bearbeiter nicht wesentlich beeinflussen lässt. Einflüsse des Anpressdrucks auf das Korrosionsergebnis wurden deshalb nicht untersucht.

Schleifgeschwindigkeit. Untersuchungen der nativen Oxidschicht (Indikator für die Oberflächenaktivität) zeigten eine geringfügige Abhängigkeit der Schichtdicke dieses Oxids von

der Schleifgeschwindigkeit, welche sich jedoch nach einer Woche Lagerung nivellierten. Es ist somit davon auszugehen, dass die nasschemische Oberflächenvorbereitung nach dem Schleifen diesen geringfügigen Einfluss zunichtemacht. Da die Schleifgeschwindigkeit jedoch die Schleifdauer bestimmt, gelten hierbei auch die Hinweise zur Schleifdauer.

Mechanische Bearbeitung mit der Feile vor dem Schleifen. Es wurde keine Erhöhung der Korrosionsanfälligkeit bei mechanischer Bearbeitung der Oberfläche mit einer Feile vor dem Schleifen beobachtet. Es wurde eine Flachfeile aus Stahl mit Kreuzhieb 1 (grob) für die Versuche verwendet. Es wurde 30 s/dm² flächig gefeilt und dann 30 s/dm² mit P150 exzentrisch geschliffen.

Nasschemische Oberflächenvorbehandlung nach dem Schleifen. Die nasschemische Oberflächenvorbehandlung ohne Schleifen führt generell zu weniger Filiformkorrosion als mit vorgelagertem Schleifvorgang. Ein zusätzlicher alkalischer Beizschritt trägt einen Teil der sich beim Schleifen ausbildenden Beilby-Schicht, welche Korrosion begünstigt, ab. Jedoch führt dies beim unvollständigen Abbeizen nicht zu einer Minderung der Korrosionsanfälligkeit. Hierfür muss wahrscheinlich die gesamte Beilby-Schicht abgebeizt werden, was in den Versuchen an AA5005 eine alkalische Beizdauer von 16 Minuten bedeutete und somit für die Praxis irrelevant ist. Die Ergebnisse zeigten außerdem, dass Schleifen ohne nachfolgende chemische Behandlung nicht als alleinige Oberflächenvorbereitung für Pulverbeschichtungen auf Aluminium geeignet ist.

Einbrenntemperatur der Beschichtung. Die Versuche zeigten, dass höhere Einbrenntemperaturen der Beschichtung stets zu einer höheren Korrosionsanfälligkeit geschliffener und beschichteter Bleche führen. Für die verwendete SP-Pulverbeschichtung wurde die Einbrenntemperatur nur innerhalb des Einbrennfensters (180-200 °C) variiert. Am unteren Rand des Einbrennfensters (180 °C) wurde dabei ein geringeres Maß an Filiformkorrosion beobachtet als bei 200 °C. Im Rahmen des Projektes wurden auch Versuche mit Flüssigbeschichtungen durchgeführt, wobei sich ebenfalls bestätigte, dass höhere Einbrenntemperaturen generell mehr Korrosion bei geschliffenen Blechen bedeuten. Im ungeschliffenen Zustand hatte die Einbrenntemperatur keinen Einfluss auf das Ergebnis.

5.2 Handlungsempfehlung "Automobile"

5.2.1 Allgemeines

Im Zuge des vom BWMK geförderten IGF-Projektes "Schleifen Al" (Nr. 21673 BG) wurden unter anderem Untersuchungen bzgl. relevanter Einflussparameter beim Schleifen von Aluminiumwerkstoffen im Automobilbereich untersucht. Dazu wurden beschichtete Bleche der Legierungen AA6016 und AA6111 mit automobilspezifischen Oberflächenvorbehandlungen (Phosphatierung und Dünnschichtvorbehandlung) sowie einem einschichtigen EP-Modelllack versehen und unter Variation der Einflussparameter hinsichtlich der Korrosionsbeständigkeit (CASS-, Filiformkorrosions- und VDA-Tests) geprüft. Nachfolgend sind Empfehlungen bzgl. der einzelnen Parameter aufgelistet, welche aus den Ergebnissen der Untersuchungen abgeleitet werden konnten.

5.2.2 Empfehlungen bzgl. relevanter Einflussparameter beim Schleifen von Aluminium

Legierung und Oberflächenzustand. Die Tendenzen, welche für die Karosserielegierung AA6016 festgestellt wurden, konnten auch für die kupferhaltige Legierung AA6111 bestätigt werden. Der leicht erhöhte Kupfergehalt bei AA6111 (0,7 %) äußerte sich nicht in einer generell höheren Korrosionsanfälligkeit nach dem Schleifen. Beim Schleifen bis zum Erreichen des optisch einheitlichen Schleifbildes (Gesamtschleifdauer \geq 30 s/dm²) wird die ursprüngliche EDT-Struktur komplett zerstört (EDT... electrical discharge texturing).

Schleifverfahren. Untersuchungen zum Wärmeeintrag beim Schleifen zeigten, dass sich die Temperaturentwicklung im Werksstoff in Abhängigkeit vom Schleifverfahren ändert. Es wurden Temperaturen von 40 °C (Exzenterschleifer), 80 °C (Bandschleifer) und 100 °C (Tellerschleifer) bestimmt. Im durchgeführten Ringversuch "Automobile" kamen ebenfalls sowohl exzentrischeals auch zentrische und lineare (Band) Schleifverfahren zum Einsatz. Hierbei wurde jedoch kein Einfluss des Schleifverfahrens auf die Korrosionsanfälligkeit geschliffener und beschichteter Bleche beobachtet. Eine Kontamination der Oberflächen mit potentiell störenden Elementen (Ca, Si) konnte für das verwendete Korund-Schleifmittel ausgeschlossen werden.

Körnung. Die Körnung des Schleifmittels scheint keinen Einfluss auf die Korrosionsanfälligkeit zu nehmen. Im Bereich zwischen P80 bis P220 wurden im Zuge des Ringversuchs keine wesentlichen Unterschiede festgestellt. Es wurden sowohl reine Grobschliffe als auch Kombinationen aus Grob- und Feinschliff untersucht.

Schleifdauer. Vor dem Erreichen des optisch einheitlichen Schleifbildes (Gesamtschleifdauer < 30 s/dm²) beobachtet man eine starke Streuung der Ergebnisse aufgrund der Heterogenität der Oberfläche. Bei sehr hohen Gesamtschleifdauern (bis zu 150 s/dm²) wurde keine Veränderung der Ergebnisse festgestellt.

Anpressdruck. Vorversuche zeigten, dass sich der Anpressdruck beim exzentrischen Schleifen, dem relevantesten Schleifverfahren, durch den Bearbeiter nicht wesentlich beeinflussen lässt. Einflüsse des Anpressdrucks auf das Korrosionsergebnis wurden deshalb nicht untersucht.

Schleifgeschwindigkeit. Untersuchungen der nativen Oxidschicht (Indikator für die Oberflächenaktivität) zeigten eine geringfügige Abhängigkeit der Schichtdicke dieses Oxids von der Schleifgeschwindigkeit, welche sich jedoch nach einer Woche Lagerung nivellierten. Es ist somit davon auszugehen, dass die nasschemische Oberflächenvorbereitung nach dem Schleifen

diesen geringfügigen Einfluss zunichtemacht. Da die Schleifgeschwindigkeit jedoch die Schleifdauer bestimmt, gelten hierbei auch die Hinweise zur Schleifdauer.

Coilpassivierung. Es wurde kein Einfluss der Coilpassivierung auf die Korrosionsanfälligkeit beobachtet. Die Coilpassivierung wird nachweislich beim Schleifen bis zum optisch einheitlichen Schleifbild (Gesamtschleifdauer \ge 30 s/dm²) entfernt.

Coilbeölung. Es wurde kein Einfluss der Beölung auf die Korrosionsanfälligkeit beobachtet. Es wurden hierbei insgesamt 2 Korrosionsschutzöle und 1 Trockenschmierstoff bei verschiedenen Einbrenntemperaturen der Beschichtung (60 und 180 °C) untersucht. Es war im Rahmen der Versuche auch unerheblich, ob die Proben zum Zeitpunkt des Schleifens überhaupt beölt waren oder vorher entfettet wurden. Beim beölten Schleifen wurden zwar generell höhere Schleifabträge (bis zu 100 % höher) beobachtet, jedoch führte dies in den Versuchen an beschichteten Blechen nicht zu einer Minderung der Korrosionsanfälligkeit.

Nasschemische Oberflächenvorbehandlung nach dem Schleifen. Die nasschemische Oberflächenvorbehandlung ohne Schleifen führt generell zu weniger Filiformkorrosion, als mit vorgelagertem Schleifvorgang. Im Rahmen der Versuche wurde eine automobiltypische Phosphatierung mit einer Dünnschichtvorbehandlung verglichen. Der Massenabtrag beider Verfahren unterscheidet sich wesentlich (Dünnschicht: ca. 0,2 g/m²; Phosphatierung: ca. 1 g/m²), woraus ein unterschiedlich starker Abtrag der sich beim Schleifen ausbildenden Beilby-Schicht resultiert. Jedoch führt dies zu einer annähernd gleichen Korrosionsbeständigkeit.

Einbrenntemperatur der Beschichtung. Die Versuche zeigten, dass höhere Einbrenntemperaturen der Beschichtung stets zu einer höheren Korrosionsanfälligkeit geschliffener und beschichteter Bleche führen. Die Erhöhung der Einbrenntemperatur der Beschichtung von 60 auf 180 °C hatte eine Erhöhung des Ausmaßes an Korrosion am Ritz im CASS-Test um Faktor 5 bis 20 zur Folge. Im ungeschliffenen Zustand hatte die Einbrenntemperatur keinen Einfluss auf das Ergebnis. Es hat sich gezeigt, dass die Einbrenntemperatur der Beschichtung der einflussreichste Faktor im Zusammenhang mit Schleifvorgängen bei Aluminium ist. Eine Optimierung und Kontrolle der Einbrennbedingungen nach dem Beschichten kann somit auf Grundlage der Versuche als zielführender im Hinblick auf geringere Korrosionsanfälligkeit und konstante Qualität angesehen werden als Veränderungen an der Schleifprozedur.

6 Zusammenfassung

Zum Aufspüren und Untersuchen relevanter Einflussparameter im Zusammenhang mit Schleifvorgängen wurden die Legierungen AA5005 und AA6060 repräsentativ für Gegebenheiten in der Architektur- und Baubranche (Fassadenbereich) sowie AA6016 und AA6111 für den Automobilbereich ausgewählt. Es wurden zunächst Vorversuche zur Identifizierung relevanter Einflussparameter auf das Schleifergebnis durchgeführt und die jeweiligen Parameter dann in eine groß angelegte Parameterstudie an sowohl unbeschichteten als auch beschichteten Blechen einbezogen. Die Herstellung beschichteter Bleche erfolgte dabei unter Anwendung jeweils praxisrelevanter Systeme sowohl für die Oberflächenvorbehandlung (Fassade: Dünnschichtvorbehandlung; Automobile: Dünnschichtvorbehandlung und Phosphatierung) als auch für die Beschichtung (Fassade: SP-Pulverbeschichtung; Automobile: EP-Flüssigbeschichtung). Unter Beteiligung von jeweils 4 Mitgliedern des PA aus den Schlüsselindustrien "Fassade" und "Automobile" wurden zusätzlich Ringversuche bzgl. des Schleifens durchgeführt. Die dabei hergestellten Prüfbleche und Bauteilabschnitte (unbeschichtet und beschichtet) wurden dann ebenfalls in die Parameterstudie eingebunden.

Unbeschichtete Bleche wurden hinsichtlich der Dicke und Beschaffenheit der sich beim Schleifen ausbildenden mikro- bzw. submikrokristallinen Beilby-Schicht mittels EBSD und XRD sowie bzgl. der Korrosionsanfälligkeit mittels Rasterkelvinsonde (SKP) untersucht. Zusätzlich erfolgte eine Betrachtung der nanoskaligen Oxidschicht mit elektrochemischen Methoden (CV...Cyclovoltammetrie und EIS...Impedanzspektroskopie) zur Abschätzung der Korrosionsanfälligkeit im unbeschichteten Zustand. An beschichteten Blechen wurden praxistypische Korrosionstests wie Filiformkorrosionstest (FFK), Essigsäure-Salzsprühnebel (AASS), kupferbeschleunigter Essigsäure-Salzsprühnebel (CASS) sowie neuer VDA-Test durchgeführt. Komplettiert wurde die Betrachtung beschichteter Bleche durch ausgewählte SKP-Messungen.

Abseits der systematischen Untersuchung der Einflussparameter wurde der beim Schleifen mechanisch induzierte Wärmeeintrag unter Zuhilfenahme eines eigens dafür konzipierten Messstands analysiert. Der Messstand, welcher während der Projektlaufzeit zur Abdeckung verschiedener Schleifvarianten (zentrisches, exzentrisches und Bandschleifen) mehrfach umgestaltet wurde, ermöglicht die Messung der Probentemperatur unter Beobachtung des Anpressdrucks. Es wurde hierbei festgestellt, dass die höchsten Temperaturen (bis zu 108 °C) beim bandschleifen der verwendeten Bleche (AA6016, Dicke: 1 mm) erzielt wurden. Das zentrische Schleifen (Tellerschleifer) ergab Temperaturen bis ca. 80 °C und beim exzentrischen Schleifen wurden lediglich ca. 40 °C verzeichnet.

Im Zuge der Parameterstudie zeigte sich, dass sich die durch das Schleifen auf der Oberfläche der Legierung AA5005 erzeugte Beilby-Schicht mit Hilfe von EBSD-Messungen deutlich abbilden lässt. Die Tiefe der Einflusszone erreicht bereits nach einer Schleifdauer von 30 s/dm² ca. 2,5 – 4,5 μm. Eine Verlängerung der Schleifdauer führt kaum zu einer Veränderung der Einflusstiefe, was den Schluss nahelegt, dass sich bei dieser Legierung ein Gleichgewicht zwischen Materialabtrag und Ausbildung neuer Einflusszone einstellt. Im Oberflächenbereich kommt es durch das Schleifen zu einer starken Kornfeinung (Korngrößen deutlich < 200 nm gegenüber etwa 1 μm im Bulkmaterial) und die Vorzugsorientierung der Körner, die in der Bulkstruktur der Walzlegierung vorliegt, wird zerstört. Das gemessene Voltapotential auf den geschliffenen Oberflächen deutlich zu negativeren Potentialen. Diese Verschiebung kann mehrere 100 mV betragen. Über einen anschließenden Beizvorgang kann die Einflusszone

entfernt werden. Der Beizabtrag, der hauptsächlich durch die Intensität der alkalischen Beize bestimmt wird, entscheidet darüber, ob noch Reste der Beilby-Schicht auf der Oberfläche verbleiben. Mittels EBSD lässt sich darstellen, wie dick die verbliebene Einflusszone nach dem jeweiligen Beizschritt ist. Aber auch XRD-Messungen unter streifendem Einfall ermöglichen eine zumindest qualitative Aussage darüber, ob noch Beilby-Schicht (polykristallines Material) an der Oberfläche vorliegt.

Ein Ringversuch an Strangpressprofilen (AA6060) unter den Mitgliedern des PA (Ringversuch "Fassade") sowie die systematische Studie der Schleifparameter an der dünnschichtvorbehandelten und pulverbeschichteten Blechen der Legierung AA5005 im Filiformkorrosionstest zeigte, dass das Schleifen die Korrosionsbeständigkeit herabsetzt, dabei jedoch nur ein sehr geringer Einfluss der Schleifparameter auf das Ergebnis beobachtet werden kann. Eine Kontamination der Oberfläche mit störenden Fremdelementen aus dem verwendeten Schleifmittel (Ca, Si) konnte anhand von EDX-Analysen ausgeschlossen werden. Bei der Kombination aus Grob- und Feinschliff mit den Körnungen P150 und P220 kam es zu weniger Filiformkorrosion als beim alleinigen Schleifen mit P150. Eine höhere Schleifdauer führte zu einer Angleichung der FFK-Ergebnisse an den bzgl. der Walzrichtung unterschiedlich orientierten Ritzverletzungen und damit insgesamt zu weniger Filiformkorrosion. Die mechanische Bearbeitung der Blechoberfläche mit einer Flachfeile vor dem Schleifen führte nicht zu einer Minderung der Korrosionsbeständigkeit. Eine Variation der Einbrenntemperatur der Pulverbeschichtungen zwischen 180 und 200 °C zeigte einen geringfügig negativen Einfluss höherer Temperatur auf das Ergebnis. Ein zusätzlicher alkalischer Beizschritt im Zuge der nasschemischen Oberflächenvorbehandlung zeigte eine geringfügige Verbesserung der Korrosionsbeständigkeit. Durch mehrere Versuchsreihen im Filiformkorrosionstest, sowie dem Essigsäure-Salzsprühnebeltest, konnte außerdem gezeigt werden, dass Schleifen ohne nachfolgende nasschemische Behandlung nicht als alleinige Oberflächenvorbereitung für Pulverbeschichtungen auf Aluminium geeignet ist.

Auch für die AA6xxx-Walzlegierungen lässt sich die durch das Schleifen erzeugte Beilby-Schicht mit Hilfe der EBSD-Messungen deutlich abbilden. Da die AA6xxx-Legierungen - im Vergleich mit der Legierung AA5005 - ein sehr grobkörniges Gefüge (AA6016 > 40 µm) besitzen, wird hier eher auf einzelnen Körnern herumgerieben, während bei der AA5005 ganze Körner zerkleinert werden. Die Tiefe der Einflusszone beträgt für die AA6xxx-Legierungen - je nach Schleifverfahren - bis zu 8 µm. Die Voltapotential-Messungen zeigten, dass die Coilpassivierung (AA6016) keinen Einfluss auf die nach dem Schleifen gemessenen Voltapotentiale hat. Die dünne Passivierungsschicht wird beim Schleifen vollständig zerstört. Es macht aber einen Unterschied, ob im beölten oder entfetteten Zustand geschliffen wird. So weisen im geölten Zustand geschliffene Oberflächen jeweils negativere Voltapotentialwerte auf als die entfettet geschliffenen Oberflächen. Dies gilt für beide Legierungstypen (AA6016 und AA6111). SKP- und EBSD-Untersuchungen an den Proben der Ringversuch-Teilnehmer zeigten, dass sich in allen Fällen Schleifeinflusszonen mit ähnlicher Tiefe einstellen. Auch die auf den unbeschichteten Oberflächen gemessen Voltapotentiale unterschieden sich nur wenig voneinander. Unterschiedliche Schleifparameter haben also kaum Einfluss auf diese untersuchten Größen. Elektrochemische Untersuchungen der nanoskaligen Oxidschicht mittels CV und EIS bestätigten diese Beobachtung

Die gleiche Schlussfolgerung lassen ebenfalls die Filiform-, CASS- und VDA-Tests an beschichteten Blechen zu. Unabhängig von der Art der Legierung und der Oberflächenvorbehandlung zeigte sich kein wesentlicher Einfluss der Schleifparameter Körnung, Schleifdauer bzw. des Schleifgeräts (Schwingschleifer, Exzenterschleifer, Bandschleifer) auf das Korrosionsergebnis. Lediglich beim unvollständigen Schleifen wurden z.T. höhere Streuungen der Ergebnisse aufgrund der Inhomogenität der Oberfläche beobachtet. Die Beobachtung bzgl. veränderter Voltapotentiale beölt geschliffener Bleche konnte im Zuge der Betrachtung beschichteter Bleche nicht bestätigt werden. Es wurde hierbei weder ein Einfluss der Anwesenheit der Beölung beim Schleifen noch der Art der Beölung bzw. der Kombination mit verschiedenen Legierungen und Vorbehandlungen beobachtet.

Ein wesentlicher Einflussparameter auf das Korrosionsergebnis geschliffener und beschichteter Bleche ist die Einbrenntemperatur der Beschichtung. Sowohl die Filiform- und CASS-Test als auch SKP-Messungen zeigten, dass eine Erhöhung der Lackeinbrenntemperatur von 60 °C (Herstellervorgaben) auf 180 °C bei geschliffenen Blechen unabhängig von der Legierung und Vorbehandlung stets mit einer drastischen Erhöhung des Ausmaßes an Korrosionserscheinungen einhergeht. Die Schleifparameter haben dabei keinen wesentlichen Einfluss auf das Ausmaß der Erhöhung. Bei den jeweils ungeschliffenen Blechen wurde keine signifikante Veränderung der Korrosionsanfälligkeit bei Temperaturerhöhung von 60 °C auf 180 °C beobachtet. Dieser Befund zeigt, dass im Hinblick auf geringere Korrosionsanfälligkeit bzw. für eine konstante Qualität geschliffener und beschichteter Bauteile ein höheres Augenmerk auf die Optimierung und Kontrolle des Einbrennvorgangs der Beschichtung gelegt werden muss, anstatt den Schleifvorgang zu verbessern.

Die Bearbeitung des Projektes erfolgte in enger Kooperation der drei beteiligten Forschungseinrichtungen und dem PA entsprechend dem im Antrag festgesetzten Plan unter ständigem gegenseitigem Austausch bzgl. erzielter Ergebnisse. Als Schlussfolgerung aus den Ergebnissen wurden Handlungsempfehlungen für die Branchen "Automobile" und "Fassade" erarbeitet.

Das Projektziel wurde erreicht.

7 Danksagung

Die Autoren danken den nachfolgen aufgelisteten Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses für die Unterstützung des Projektes durch Material, die Beteiligung an Ringversuchen und die wertvollen Diskussionsbeiträge im Rahmen der regelmäßigen Projektsitzungen:

3M Deutschland GmbH, Alufinish GmbH & Co. KG, Aluminium Duffel BV, AMAG rolling GmbH, AUDI AG, BASF Coatings GmbH, Alstom S.A., Brillux GmbH & Co. KG Industrielack, Chemetall GmbH, Mercedes Benz AG, ENVIRAL Oberflächenveredelung GmbH, Gesellschaft für Korrosionsschutz e.V. (GfKORR), Gema Europe S.r.I., GSB International e.V., KS Color GmbH & Co. KG, Längle Pulverbeschichtung GmbH, LOV Limbacher Oberflächenveredelung GmbH, NABU-Oberflächentechnik GmbH, Novelis Switzerland SA, Rudolf Ambruch Fassadenpflege GmbH, Rudolf Hillebrand GmbH & Co. KG, Solarlux GmbH, Speira GmbH, STOBAG Alufinish GmbH, TK-Oberfläche GmbH, WKW Engineering GmbH

Dieses Projekt wurde vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) über den AiF e.V. im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung und – entwicklung (IGF-Vorhaben 21673BG) gefördert. Den Fördermittelgebern, sowie der antragstellenden Forschungsvereinigung "Gesellschaft für Korrosionsschutz e.V." (GfKORR) sei an dieser Stelle ebenfalls gedankt.

8 Literatur

- [1] A.J. Bard , L.R. Faulkner, Electrochemical Methods Fundamentals and Applications, John Wiley & Sons, 2001
- [2] J.R. Scully D.C. Silverman, M.W. Kendig (Eds.) Elektrochemical Impedance: Analysis and Interpretation, ASTM Publication 1993
- [3] M. Schneider, C. Lämmel, C. Heubner and A. Michaelis, Anomalies in high-field growth of Aluminium oxide using pulse anodizing, Surf. Interface Anal. 45 (2013) 1497–1502
- [4] M. Schneider, C. Lämmel, C. Heubner; A. Michaelis: "In-situ temperature measurement on the metal/oxide/electrolyte interface during the anodizing of aluminum", Mat. Corr. 64 (2013) 60-68
- [5] C. Lämmel, M. Schneider, C. Heubner, W. Beckert, A. Michaelis, Investigations of burning phenomena during the hard anodising of aluminium by local in-operando temperature measurements, Electrochim. Acta 249 (2017) 271–277
- [6] M. Schneider, N. Junker: Heat development during the ECM of tungsten carbide, Proc. 14th International Symposium on Electrochemical Machining Technology INSECT, Aachen, 27.11.-28.11.2018
- [7] M. Pilaski: Mikroelektrochemische Prozesse an isolierenden Oxidschichten, Analyse Simulation und Anwendung Dissertation, H.-H. Universität Düsseldorf 2002
- [8] H. Kaesche: Untersuchungen über die Korrosion des Aluminiums, Werkst. & Korr. 14 (1963) 557-566