

Herstellung und Analyse von anodischen Aluminiumoxidschichten auf technischen Aluminiumlegierungen

**Fabrication and investigation of anodic alumina
coatings on technical aluminium alloys**

Ivan Zadyraka

Masterarbeit

zur Erlangung des akademischen Grades

Master of Science

E-Mail: i_zady01@wwu.de

Matrikelnummer: 383 724

Datum: 14.08.2020

Prüfer: Prof. Dr. Gerhard Wilde
Dr. Martin Peterlechner

Westfälische Wilhelms-Universität Münster

Inhaltsverzeichnis

1 Liste der Abkürzungen	4
2 Einleitung	6
3 REM: Theorie und Anwendung	9
3.0.1 Bildentstehung REM: ETD und Halbleiter-Detektoren	13
3.0.2 Kontrastentstehung	16
3.0.3 Aufladungseffekt	16
3.0.4 Anregungsbirne, charakteristische Röntgenstrahlung und EDX-Linescans	18
3.0.5 Elementverteilungsbilder (EDX-Maps)	20
4 Risslängendichte und Rissflächendichte	21
4.1 Die Proben	23
4.2 Probenpräparation für die Bestimmung der Risslängendichte (RLD) . . .	24
4.3 Bestimmung der Risslängendichte	24
4.4 Korrelationen der Risslängendichte zu Ergebnissen des Bubble-Tests . .	30
4.5 Probenpräparation für die Bestimmung der Rissflächendichte (RFD) . .	31
4.6 Bestimmung der Rissflächendichte	32
4.7 Korrelationen der Rissflächendichte zu Ergebnissen des Bubble-Tests .	36
4.8 Statistik der Gewichtung der Länge der Risse	42
4.9 Dynamik des Säureangriffs	44
4.9.1 Wasserverdichtung (HWS) und Alterungsprozess, Auslagerung .	44
4.9.2 Dynamik im Bubble-Test	46
4.10 Ausblick zur RFD und BTZ	54
5 EDX-Maps und Suche nach Ausscheidungen	55
6 REM basierte visuelle und EDX-basierte Oxidschichtdicke-Bestimmung	57
6.1 Motivation	57
6.2 Querschnittprobenpräparation	57
6.3 Visuelle Messung der Oxidschichtdicke mit REM-Bildern	58
6.4 Bestimmung der Oxidschichtdicke mit REM-EDX-Linescans	58
6.4.1 Besonderheiten der verbesserten Probenpräparation und ihre Auswirkung auf die Messung der Oxidschichtdicke mit REM-EDX-Lines	60

6.5	Ergebnisse	66
6.6	Auswertung der Bestimmung der Oxidschichtdicke	66
6.6.1	Unregelmäßigkeiten und Gleichmäßigkeiten bei der Oxidschichtdicke-Bestimmung	69
7	Suche nach Sauerstoffgehaltsänderung	71
7.1	Ionen-gedünnte Proben für REM	71
7.1.1	Untersuchung der Oxidschichten, die in 2-Schritt-Anodisierung hergestellt und mit HWS oder HSS gesealt wurden	78
7.2	Kryo-Knackproben	82
7.3	Verteilung der Elektrolyt-Ionen in der Oxidschicht	85
7.4	VAT Probe 62	91
7.5	TEM EELS Messungen	93
7.5.1	Funktionsweise EELS TEM	93
7.5.2	TEM EELS Probenpräparation	95
7.5.3	Durchführung der Messung	96
7.5.4	EELS Auswertung	98
8	Anodische Oxidschichten	104
8.1	Anodische Oxidation	104
8.2	Entstehung anodischer Schichten	105
8.3	Chemisch-physikalischer Einfluss der Legierungskomponenten auf die Oxidschicht	112
8.4	Anodisierungszellen	113
8.4.1	Zelle 1	113
8.4.2	Zelle 2	115
8.4.3	Zelle 3	116
8.5	Ergebnisse der Anodisierung in unterschiedlichen Zellen	119
8.5.1	Verhalten der Legierungen bei Anodisierung	119
8.5.2	Vergleich einer industriellen Legierung mit der Legierung von VAT	123
8.5.3	Verhalten der Bläschen während des Bubble-Tests	123
8.5.4	Selbst erzeugte Schichten mit niedriger bzw. mittlerer BTZ von 10 bis 30 Minuten	123
8.5.5	Optimale VAT-Probe	124
8.5.6	Legierung ohne Anodisierung	126
8.5.7	Selbst erzeugte Probe mit bester BTZ von 52 Minuten	127
8.5.8	Variieren der Temperatur bei der Anodisierung	132
8.5.9	Variieren der Spannung bei der Anodisierung	135
8.5.10	Variieren der Konzentration bei der Anodisierung	138
8.5.11	Mixelektrolyte	140
8.5.12	Ausblick für anodische Oxidation	143

9	Gesamtausblick	146
10	Literaturverzeichnis	148
11	Eigenständigkeitserklärung	153
12	Danksagung	154