

Karlheinz Schiebold

# Zerstörende Werkstoffprüfung

Chemisch analytische und  
spektrometrische Prüfverfahren

---

# Zerstörende Werkstoffprüfung

---

Karlheinz Schiebold

# Zerstörende Werkstoffprüfung

Chemisch analytische und  
spektrometrische Prüfverfahren

Ein Lehr- und Arbeitsbuch mit  
95 Abbildungen und 18 Tabellen

 Springer Vieweg

Karlheinz Schiebold  
Mülheim a.d.R., Deutschland

ISBN 978-3-662-57794-3

ISBN 978-3-662-57795-0 (eBook)

<https://doi.org/10.1007/978-3-662-57795-0>

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Springer Vieweg

© Springer-Verlag GmbH Deutschland, ein Teil von Springer Nature 2018

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung, die nicht ausdrücklich vom Urheberrechtsgesetz zugelassen ist, bedarf der vorherigen Zustimmung des Verlags. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Bearbeitungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften. Der Verlag, die Autoren und die Herausgeber gehen davon aus, dass die Angaben und Informationen in diesem Werk zum Zeitpunkt der Veröffentlichung vollständig und korrekt sind. Weder der Verlag noch die Autoren oder die Herausgeber übernehmen, ausdrücklich oder implizit, Gewähr für den Inhalt des Werkes, etwaige Fehler oder Äußerungen. Der Verlag bleibt im Hinblick auf geografische Zuordnungen und Gebietsbezeichnungen in veröffentlichten Karten und Institutionsadressen neutral.

Lektorat: Thomas Zipsner

Springer Vieweg ist ein Imprint der eingetragenen Gesellschaft Springer-Verlag GmbH, DE und ist ein Teil von Springer Nature.

Die Anschrift der Gesellschaft ist: Heidelberger Platz 3, 14197 Berlin, Germany



Dem Andenken meines Vaters

**Prof. Dr.-phil. ERNST SCHIEBOLD**

(1894 – 1963)

In dankbarer Verehrung gewidmet

Karlheinz Schiebold

## Vorwort

In der Werkstoffprüfung gibt es gegenwärtig umfangreiche Fachliteratur für Fachleute, Studenten und Teilnehmer an Weiterbildungsmaßnahmen und weiterhin wird die Werkstoffprüfung im Zusammenhang mit anderen zerstörenden Verfahren in der Literatur und insbesondere in den Normen und Regelwerken angeführt. Auch ist es notwendig, die Prüfergebnisse und ihre Dokumentation zu beschreiben. Das erfolgt im Buch über metallographische Werkstoffprüfung. Da sich in der Zwischenzeit in der Technik viele neue Anwendungsgebiete erschlossen haben, erscheint es dem Autor doch zweckmäßig, die Werkstoffprüfung in einem Lehr- und Arbeitsbuch in komplexer Form darzustellen.

Das Buch soll insbesondere seinem Vater, Prof. Dr.-phil. Ernst Schiebold gewidmet sein, einem Pionier der Werkstoffprüfung, dessen Aktivitäten zur Entwicklung der Werkstofftechnik Anfang der 30er Jahre des 20. Jahrhunderts erstmals an die Öffentlichkeit kamen und der aus seiner Zeit in der damaligen Kaiser-Wilhelm-Gesellschaft auch zur Entstehung der Gesellschaft zur Förderung Zerstörungsfreier Prüfverfahren und damit zur Gründung der Deutschen Gesellschaft für Zerstörungsfreie Prüfung (DGZfP) beigetragen hat. Später war er als Direktor des Amtes für Material- und Warenprüfung (DAMW) in Magdeburg tätig.

Von 1953 bis 1963 hat Prof. Ernst Schiebold als ordentlicher Professor und Direktor des Instituts für Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung an der Technischen Hochschule Magdeburg (heute Otto-von-Guericke Universität) in kurzer Zeit eine über die Landesgrenzen hinaus bekannte wissenschaftliche Schule mit dem Schwerpunkt Zerstörungsfreie Prüfung aufgebaut. Aus ihr ging auch sein Sohn Karlheinz hervor, der 1963 sein Studium der Werkstoffkunde und -prüfung abgeschlossen hat. Da zum damaligen Zeitpunkt keine Planstelle am Institut frei war, ging er in die Industrie und begann sein erstes Arbeitsleben im damaligen VEB Schwermaschinenbau Kombinat Ernst Thälmann Magdeburg (später SKET SMS GmbH), wo er in der komplexen Werkstoffprüfung über 28 Jahre tätig war.

Dort begann die Laufbahn von Karlheinz Schiebold als Gruppenleiter für Ultraschallprüfung und später als Abteilungsleiter für die Zerstörungsfreie (ZfP) und Zerstörende (ZP) Werkstoffprüfung sowie die Spektrometrie. Aufgrund der im SKET doch außerordentlich umfassend vorhandenen Metallurgie mit zwei Stahlwerken, drei Eisengiessereien, zwei Stahlgießereien, einer Großschmiede, zwei Stahlbaubetrieben und zahlreichen Maschinenbaubetrieben war ein umfangreiches Betätigungsfeld gegeben. Die Werkstoffprüfung gewann über die Jahre eine immer größere Bedeutung für die Untersuchung metallurgischer Produkte und vermittelte für ihn dadurch unschätzbare Erfahrungswerte. Schiebold war insgesamt 25 Jahre mit seinen Prüfern in den Betrieben unterwegs und bearbeitete zudem Forschungs- und Entwicklungsthemen für die Betriebe der Metallurgie.

Aus diesen Erfahrungswerten konnte er nach der Wende in seinem zweiten Arbeitsleben im aus der LVQ GmbH in Mülheim (Lehr- und Versuchsgesellschaft für Qualität) ausgegründeten eigenen Unternehmen LVQ-WP Werkstoffprüfung GmbH und im Magdeburger von der Treuhand erworbenen Unternehmen LVQ-WP Prüflabor GmbH schöpfen und manchmal unter großem Zeitdruck Unterrichtsmaterialien, wie Skripte, Übungen, Wissensteste und teilweise auch Prüfungen verfassen. Durch die Anerkennung der Firma LVQ-WP Werkstoffprüfung GmbH als Ausbildungsstätte der DGZfP sind solche Unterlagen in der ZfP in sechs Prüfverfahren und 3 Qualifikationsstufen entstanden und in der ZP als Ausbildungsstätte des DVM in 9 Prüfverfahren über fast zwanzig Jahre erfolgreich zur Weiterbildung von Werkstoffprüfern verwendet worden. Die so verfassten Skripte, ergänzt durch ausgewählte Inhalte von Beiträgen auf den Jahrestagungen des Deutschen Verbandes für Materialprüfung (DVM), bilden eine wesentliche Grundlage für diese Bücher der zerstörenden Werkstoffprüfung, die somit

auch eine willkommene Hilfe bei der Ausbildung von Werkstoffprüfern auf dem Gebiet der Werkstoffprüfung sein kann.

Leider ist es in einem Fachbuch nicht möglich, sämtliche Techniken und Anwendungen der Werkstoffprüfung zu beschreiben. Auch wird auf theoretische Ableitungen, mathematische Methoden, Modellierungen und bruchmechanische Bewertungen verzichtet. Folgende Bücher sind in dieser Reihe von Büchern zur Werkstoffprüfung zusammengestellt:

- Chemisch analytische und spektrometrische Werkstoffprüfung,
- Mechanisch technologische Werkstoffprüfung,
- Metallographische Werkstoffprüfung,
- Werkstoff- und Wärmebehandlungstechnik.

Die beiden letzten Gebiete sind in diesem Zusammenhang erforderlich, weil die Prüfverfahren ohne Kenntnisse der Grundlagen der Werkstoffe und der Wärmebehandlung nicht fachlich begründet auszuführen sind.

Allen am Entstehen des Buches Beteiligten sei an dieser Stelle gedankt. Besonderer Dank gilt meiner lieben Frau Angelika und natürlich auch allen Firmen und Personen, von denen ich bei der Vorbereitung und Ausgestaltung dieser Bücher Unterstützung erhielt, und insbesondere den Sponsoren, die zum Entstehen und Gelingen des Werkes beigetragen haben. Dem Springer-Verlag danke ich für die bei der Herausgabe der Bücher stets gute Zusammenarbeit.

Mülheim an der Ruhr 2018

K. Schiebold

Prof. Dr.-Ing. Karlheinz Schiebold



### **Benutzungshinweise**

Bilder, Tabellen, Gleichungen und Literaturzitate werden jeweils *innerhalb eines Kapitels* fortlaufend gezählt, z.B. Bild 2.10 = 10. Bild im Kapitel 2; oder [ 3 ] = Literaturstelle 3 im Literaturverzeichnis am Ende des Buches.

In diesem Buch werden die *Maßeinheiten* des Internationalen Einheitensystems (SI) einschließlich der daraus abgeleiteten dezimalen Vielfachen und Teile wie Milli, Mega usw. verwendet.

# INHALTSVERZEICHNIS

Lfd.-Nr.	Inhalt	Seite
<b>0</b>	<b>Einführung</b>	13
<b>1</b>	<b>Chemisch analytische Werkstoffprüfung</b>	15
1.1	Arbeitsschutzmaßnahmen und Laborordnung	15
1.1.1	Arbeitsmittel, Waage, Dichtebestimmung	18
1.1.1.1	Geräte, Zubehör und Hilfsmittel	18
1.1.1.2	Grundlagen	18
1.1.1.3	Analysenwaage ohne Dämpfung	19
1.1.1.4	Analysenwaage mit Dämpfung	19
1.1.1.5	Halbautomatische Feinwaage	19
1.1.1.6	Der Gewichtssatz mit den dazugehörigen Wägestücken	19
1.1.1.7	Auswertung	20
1.2	Quantitative Analyse	21
1.2.1	Gravimetrie	21
1.2.1.1	Grundlagen	21
1.2.1.2	Ein- und Auswaage von Substanzen	23
1.2.1.3	Lösen und Aufschluss von Substanzen	24
1.2.1.4	Behandlung von Niederschlägen	24
1.2.1.5	Gravimetrische Bestimmungen und Trennungen	27
1.2.2	Maßanalyse	27
1.2.2.1	Grundlagen	27
1.2.2.2	Maßlösungen	29
1.3	Chemische Reaktionen	31
1.3.1	Grundlagen	31
1.3.2	Chemische Grundgesetze	33
1.3.3	Chemische Gleichungen	33
1.3.4	Stöchiometrische Berechnungen	34
1.4	Korrosion	36
1.4.1	Korrosionsarten	36
1.4.1.1	Chemische Korrosion	36
1.4.1.2	Elektrochemische Korrosion	36
1.4.1.3	Metallphysikalische Korrosion	37
1.4.2	Korrosionsformen	37
1.4.2.1	Flächige Korrosion	37
1.4.2.2	Lokal begrenzte Korrosion	38
1.4.2.3	Korrosion mit mechanischer Belastung	40
1.4.2.4	Korrosion von Hochpolymeren	41
1.4.2.5	Korrosion in Schmelzen	41
1.4.2.6	Korrosion in heißen Gasen	42
1.4.3	Korrosionsschutz	42
1.4.3.1	Grundlagen	42
1.4.3.2	Aktiver Korrosionsschutz	43
1.4.3.3	Passiver Korrosionsschutz	43
1.4.4	Korrosionsprüfung	45



Lfd.-Nr.	Inhalt	Seite
<b>2</b>	<b>Spektrometrische Werkstoffprüfung</b>	<b>47</b>
2.1	Physikalische Grundlagen	47
2.1.1	Einführung	47
2.1.2	Theorie der Spektren	48
2.1.2.1	Linienpektren, Atomspektren	49
2.1.2.2	Bandenspektren, Molekülspektren	49
2.1.2.3	Kontinuierliche Spektren	49
2.1.2.4	Spektrale Linien	49
2.1.2.4.1	Linienintensität	49
2.1.2.4.2	Linienbreite	50
2.1.2.4.3	Selbstumkehr, Selbstabsorption	50
2.1.2.4.4	Störeffekte	51
2.1.3	Optische Grundlagen	54
2.1.3.1	Grundbegriffe	54
2.1.3.2	Lichtbrechung	54
2.1.3.3	Linse und Prismen	55
2.1.3.4	Dispersion, Interferenz und Beugung	56
2.1.3.5	Strahlengang im Spektrometer	61
2.2	Spektrometer	65
2.2.1	Funktionsgruppen	65
2.2.1.1	Anregung und Probenstativ	67
2.2.1.2	Entladungsatmosphäre und Edelgasversorgung	69
2.2.1.3	Empfänger	73
2.2.1.4	Messwerterfassung, Messwertausgabe und Messwertverarbeitung	75
2.2.2	Spektrometerausführungen	76
2.3	Sonderspektrometer	79
2.3.1	Transportable Spektrometer	79
2.3.2	Glimmentladungsanalysatoren	82
2.3.3	ICP-Spektrometer	83
2.3.4	Spektrometer für die Gasanalyse	86
2.3.5	Röntgenspektrometer	86
2.4	Probennahme	88
2.4.1	Probennahme aus Schmelzen	88
2.4.2	Probennahme von Halbzeug und Fertigmaterial	90
2.5	Probenvorbereitung	92
2.5.1	Kalibration und Eichung	95
2.5.2	Analyse von Proben	98
2.5.2.1	Stahl	98
2.5.2.2	Gusseisen	99
2.5.2.3	Nichteisenmetalle	100
2.5.2.4	Nichtmetalle	101
2.6	Das Spektrometerlabor	102
2.6.1	Auslegung von Spektrometerräumen	102
2.6.2	Übertragungseinheiten	104
2.6.3	Rechentechnik	107
2.6.4	Zusammenarbeit mit dem Stahlwerk	107

<b>Lfd.-Nr.</b>	<b>Inhalt</b>	<b>Seite</b>
2.7	Prüfanweisung Spektrometer	108
2.7.1	Zweck und Geltungsbereich	108
2.7.2	Probennahme	108
2.7.3	Probenvorbereitung	108
2.7.4	Geräte	108
2.7.5	Durchführung der Prüfung	109
<b>3.</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	111
<b>4.</b>	<b>Sachwortverzeichnis</b>	112



## 0 Einführung

Eine große Bedeutung im Verarbeitungsprozess metallischer Werkstoffe hat die Ermittlung der chemischen Zusammensetzung. Bei der klassischen nasschemischen Analyse werden charakteristische elementspezifische Fällungsreaktionen (Kolorimetrie), elektrochemische Fällung (Elektrolyse) u. a. eingesetzt. Für diese Verfahren ist es in der Regel erforderlich, die Probe zunächst zu lösen, d. h. in wässrige Lösung zu überführen [ 14 ].

Die Möglichkeit, verschiedene Stähle nach ihrem Funkenbild zu unterscheiden, das beim Anpressen einer Probe an eine schnell laufende Schleifscheibe entsteht, wurden bereits im Jahre 1909 von Bermann [ 12 ] und im Jahre 1961 von Tschorn [ 13 ] ausführlich beschrieben und war vielleicht der Beginn der qualitativen Untersuchung von Stahl.

Bis Mitte des 20. Jahrhunderts kannte man in den Laboratorien noch keine Spektrometer und insbesondere die großen Laboratorien unterhielten große nasschemische Labors. Nach der Einführung der ersten Spektrometer wurden diese Laboratorien zunehmend in Bezug auf das Personal, die Geräte und die vorzuhaltenden Reagenzien, Geräte und dem sonstigen Material reduziert. Speziell jedoch war der geringere Zeitbedarf für die Untersuchungen ausschlaggebend für die Einführung der Spektrometer. Während in der Nasschemie beispielsweise zur Analyse einer Stahlprobe Stunden, evtl. sogar Tage gebraucht wurden, waren bei der Spektrometeranalyse nur noch Minuten, später Sekunden erforderlich.

Die Leistungsfähigkeit eines Spektrometers zeigt sich für den Analytiker in einer geringen Streuung und möglichst hohen Richtigkeit der Ergebnisse sowie in kurzen Analysenzeiten. Die Beurteilung eines nach physikalischen Prinzipien arbeitenden Messgerätes erfolgt also nach chemisch analytischen Gesichtspunkten. In der Praxis der Spektrometrie heißt das, dass ausschlaggebend für die Einschätzung eines modernen Analysegerätes auf dem Stand der Technik allein die analytische Leistung, nicht die noch so interessante neue gerätetechnische Konzeption ist. In der optischen Emissionsspektrometrie zeigt sich in den letzten Jahren folgende Entwicklung:

1. Entwicklung kleiner, mobiler und robuster Spektrometer für den Betriebseinsatz,
2. Bau von Spektrometern mit hoher Stabilität, Genauigkeit und Reproduzierbarkeit für den Laboreinsatz.

Seit der Beschreibung des ersten Spektroskops durch Kirchhoff im Jahre 1859 und dessen Einsatz durch Bunsen zur Analyse eines Dampfes anhand des Linienspektrums hat die Spektralanalyse einen sehr raschen Aufschwung genommen.

Zunächst für qualitative Untersuchungen eingesetzt, wurde die Methode zu einem so unentbehrlichen Verfahren für den Analytiker, dass sich die Bemühungen auf die Möglichkeit, exakte quantitative Aussagen zu erhalten, konzentrierten. Mit der quantitativen Spektralanalyse begann die eigentliche Entwicklung des Verfahrens, welches seine Ausbreitung in nahezu alle analytischen Aufgabengebiete fand. Damit verbunden war der Übergang vom Spektroskop zum Spektrograph, was die Beherrschung des photochemischen Prozesses und photometrischer Verfahren voraussetzte.

Die Spektrographie ist seither zu einem weitgehend selbstständigen Arbeitsgebiet innerhalb der Analytik geworden und hat insbesondere im Eisenhüttenlabor breiten Eingang gefunden. Auf Grund dieser Bedeutung wurden zunehmend Forderungen geltend gemacht, die eine Schnellanalyse mit Hilfe spektralanalytischer Verfahren insbesondere für den Schmelzbetrieb forderten. Wirkungsvolle Verkürzungen des Zeitbedarfs konnten trotz vieler Versuche, den