

**Inhalt:**

- 1 Geltungsbereich
- 2 Messverfahren
- 3 Probenvorbereitung
- 4 Durchführung der Messung

**1 Geltungsbereich**

Die beschriebene Methode dient zur Bestimmung des Wasserstoffgehaltes von Massivdrähten und -stäben zum Schmelz- oder Strahlschweißen von Aluminium und Aluminiumlegierungen nach DIN EN ISO 18273 „Schweißzusätze – Massivdrähte und -stäbe zum Schmelzschweißen von Aluminium und Aluminiumlegierungen – Einteilung“ im Durchmesserbereich von 0,8 bis 4,0 mm.

**2 Messverfahren**

Die Messung des Wasserstoffgehaltes erfolgt nach dem Trägergas-Schmelzextraktionsverfahren. Dabei wird die Probe in einem Graphit-Tiegel und einem Inertgasstrom (Trägergas) aufgeschmolzen und der in der Probe vorliegende Wasserstoff als  $H_2$  freigesetzt.

Eventuell entstehende Nebenprodukte werden durch selektive Oxidation/Absorption aus dem Trägergasstrom entfernt. Der Wasserstoff wird mit dem Trägergas durch eine Wärmeleitfähigkeitsmesszelle (Thermal Conductivity Detector – TCD) transportiert und dort erfasst. Das zeitliche Integral der Messkurve entspricht dem Gehalt an Wasserstoff in der Probe. Auf Basis einer Kalibrierung mit Hilfe von bekannten Mengen Wasserstoffgas wird unter Berücksichtigung der Probeneinwaage die Wasserstoffkonzentration berechnet.

**3 Probenvorbereitung**

Die folgenden Beschreibungen dienen dazu, Proben aus Drähten oder Stäben herzustellen, welche während der Herstellung, des Transportes oder der Lagerung nie berührt oder sonst wie kontaminiert wurden. Es muss sichergestellt werden, dass eine über das Mindestmaß hinausgehende Berührung oder Kontamination bis zur Einbringung der Probe in den Graphittiegel vermieden wird.

- Die Proben können entweder direkt und unmittelbar vor der Messung vom originalverpackten Schweißzusatz entnommen werden oder in gereinigten und mit Argon gespülten Schnappdeckelgläsern vom Ort der Probenentnahme zum Ort der Messung transportiert werden.
- Während der gesamten Probenherstellung sind reine, weiße Baumwollhandschuhe zu verwenden.
- Falls Proben von einer Drahtspule entnommen werden, werden zunächst die ersten zwei Lagen einer ungereinigten, im Lieferzustand befindlichen Drahtspule abgerollt, darauf wird innerhalb der dritten Lage bis zur Mitte abgerollt.
- Schweißstäbe können direkt verwendet werden. Auf keinen Fall dürfen die Stäbe irgendeiner Oberflächenbehandlung unterzogen werden, sondern sind im Originalzustand zu prüfen.

- Bei Entnahme des Drahtes aus Drahtfässern sind die obersten 2 Lagen Draht zu entfernen und der Draht aus der Mitte zu entnehmen.
- Mit einem im Ultraschallbad in  $C_2Cl_4$  für 15 min gereinigten, scharfen Seitenschneider werden Drahtabschnitte mit einer Länge von 7 bis 9 mm hergestellt. Die Drahtabschnitte sollen direkt, ohne weitere Berührung in einen Probenbehälter fallen. Falls eine Manipulation notwendig ist, wird eine zur Probenüberführung benötigte Pinzette für 10 min im Ultraschallbad in  $C_2Cl_4$  gereinigt.
- Im Falle einer vom Ort der Messung abweichenden Probenentnahme werden die Probenstücke in gereinigten Schnappdeckelgläsern (Ultraschallbad,  $C_2Cl_4$ , 15 min) gefüllt, 30 s mit Argon 4.6 gespült und verschlossen.



Bild 1. Schnappdeckelglas mit Probe.

Die typische Probenmenge beträgt 0,3 g. Bei einem Drahtdurchmesser von 1,2 mm entspricht dies 12 Drahtstücken mit einer Länge von 7 bis 9 mm. Für jede Probenmenge von 0,3 g ist ein eigenes Schnappdeckelglas zu verwenden. Die maximale Lagerdauer bis zur Messung darf nicht mehr als 8 Wochen betragen. Das Datum der Abfüllung ist auf dem Glas anzugeben. Ein leeres, gereinigtes Schnappdeckelglas ist mitzuliefern. Dieses wird für die Bestimmung des Probengewichts benötigt. Für jede Messung sind 5 Proben notwendig, davon dienen 2 als Reserve.

**Tabelle 1. Anzahl der Drahtstücke für eine Probenmenge von 0,3 g in Abhängigkeit vom Drahtdurchmesser.**

0,8 mm Drahtdurchmesser:	28 Drahtstücke à 7 bis 9 mm
1,0 mm Drahtdurchmesser:	18 Drahtstücke à 7 bis 9 mm
1,2 mm Drahtdurchmesser:	12 Drahtstücke à 7 bis 9 mm
1,6 mm Drahtdurchmesser:	7 Drahtstücke à 7 bis 9 mm
2,0 mm Drahtdurchmesser:	4 Drahtstücke à 7 bis 9 mm
2,4 mm Drahtdurchmesser:	3 Drahtstücke à 7 bis 9 mm
3,2 mm Drahtdurchmesser:	2 Drahtstücke à 7 bis 9 mm
4,0 mm Drahtdurchmesser:	1 Drahtstücke à 7 bis 9 mm

**Kalibration:**

Die Kalibration des Messgerätes erfolgt über Wasserstoffgas, welches einem inerten Gas beigemischt wird. Dies kann beispielsweise ein zertifiziertes Prüfgas sein. Alternativ kann Argon, Helium oder auch Formiergas (z. B. 5% Wasserstoff in Stickstoff) verwendet werden.

Diese Veröffentlichung wurde von einer Gruppe erfahrener Fachleute in ehrenamtlicher Gemeinschaftsarbeit erstellt und wird als eine wichtige Erkenntnisquelle zur Beachtung empfohlen. Der Anwender muss jeweils prüfen, wie weit der Inhalt auf seinen speziellen Fall anwendbar und ob die ihm vorliegende Fassung noch gültig ist. Eine Haftung des DVS und derjenigen, die an der Ausarbeitung beteiligt waren, ist ausgeschlossen.

#### 4 Durchführung der Messung

Bestimmung des Probengewichts:

1. Leeres Glas auf die Waage stellen und Anzeige auf Null stellen,
2. Probe direkt ohne Berührung in das leere Glas füllen,
3. Probengewicht nach Möglichkeit direkt ohne manuelle Eingabe in die Analysesoftware übertragen.

Die Proben sind ohne weitere Berührung über die Probenschleuse in den Graphitiegel zu befördern.

Die Messungen sind über eine gesamte Zykluszeit von ca. 300 s in drei Temperaturstufen durchzuführen.

- Aufheizen auf 250°C. Integrieren bis das Ausgangssignal auf den Ausgangswert zurück ist, also kein Wasserstoff mehr abgegeben wird. Dies ist erfahrungsgemäß nach etwa 100 bis 120 s der Fall. In dieser Stufe kann es sein, dass bei sauberer Probenvorbereitung kein Wasserstoff abgegeben wird.
- Aufheizen auf 500°C. Integrieren bis das Ausgangssignal auf den Ausgangswert zurück ist, also kein Wasserstoff mehr abgegeben wird. Dies ist erfahrungsgemäß nach etwa 100 bis 150 s der Fall.
- Aufheizen auf 1400°C. Integrieren bis das Ausgangssignal auf den Ausgangswert zurück ist, also kein Wasserstoff mehr abgegeben wird. Dies ist erfahrungsgemäß nach etwa 80 bis 150 s der Fall. Die Haltezeit bei 1400°C für diese Temperaturstufe soll insofern begrenzt werden, dass es nicht zum Verdampfen des Aluminiums oder seiner Legierungselemente kommt.

Es ist jeweils über die volle Messdauer zu integrieren, wobei die Werte für jeden Temperaturbereich getrennt auszuwerten sind. Der Temperaturbereich beginnt und endet mit dem Zeitpunkt des Umschaltens der Probenheizung.

P, ppm

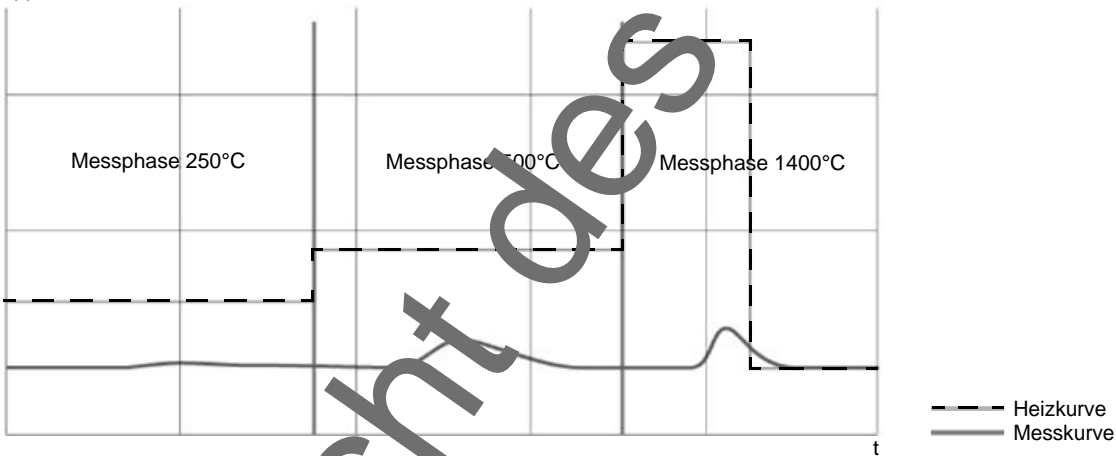


Bild 2. Muster einer Heiz- und Wasserstoffmesskurve.

Tabelle 2. Muster einer Auswertungstabelle.

Probenbezeichnung	Probenmasse [g]	Messwert H <sub>2</sub> bei 250°C [ppm]	Blindwert H <sub>2</sub> bei 250°C [ppm]	H <sub>2</sub> bei 250°C [ppm]	Messwert H <sub>2</sub> bei 500°C [ppm]	Blindwert H <sub>2</sub> bei 500°C [ppm]	H <sub>2</sub> bei 500°C [ppm]	Messwert H <sub>2</sub> bei 250°C [ppm]	Blindwert H <sub>2</sub> bei 250°C [ppm]	H <sub>2</sub> bei 1400°C [ppm]	Total H <sub>2</sub> [ppm]
				= Messwert H <sub>2</sub> 250°C - Blindwert H <sub>2</sub> 250°C			= Messwert H <sub>2</sub> 500°C - Blindwert H <sub>2</sub> 500°C			= Messwert H <sub>2</sub> 1400°C - Blindwert H <sub>2</sub> 1400°C	= H <sub>2</sub> bei 250°C + H <sub>2</sub> bei 500°C + H <sub>2</sub> bei 1400°C

Blindwert:

Die Bestimmung des Blindwertes ist 3-mal mit einem neuem, leeren Graphitiegel mit dem gleichen Temperatur/Zeitprogramm durchzuführen. Bei wiederverwendbaren Tiegeln kann der Blindwert auch mit bereits verwendeten Tiegeln bestimmt werden. Der Durchschnitt des Blindwertes aus den drei Bestimmungen wird vom Messwert der Probe abgezogen. Dies ist für jeden Temperaturbereich getrennt durchzuführen.

Falls der Tiegel bei wiederverwendbaren Tiegeln während der Messung zerstört wird, ist die Blindwertbestimmung zu wiederholen.

Für eine statistische Absicherung der Ergebnisse sind für jeden zu untersuchenden Schweißzusatz mindestens 3 Messungen durchzuführen.

Zu erwartende Messgenauigkeit:

Bei den Versuchen, die zu der in diesem Merkblatt beschriebenen Methode geführt haben, hat sich gezeigt, dass eine Abweichung der Messwerte zwischen den Geräten unterschiedlicher Hersteller und Messstellen von bis zu 25% möglich ist. Ein direkter Vergleich von Proben sollte deshalb nur mit demselben Analysator in derselben Messstelle erfolgen. Wenn eine Messstelle noch keine Erfahrung mit dieser Messmethode besitzt, sollten bei den ersten Messungen Referenzmessungen beim Hersteller des verwendeten Analysators oder einer anderen Messstelle erfolgen.

An der Gestaltung dieses Merkblattes waren die Hersteller von Wasserstoffanalysatoren Bruker Elemental und Horiba beteiligt.