



FAT-Schriftenreihe 377

Untersuchungen zum Einfluss von feuchtem Wasserstoff auf die Spannungsrisskorrosionsempfindlichkeit von Aluminium-Legierungen für den Einsatz in Brennstoffzellenfahrzeugen



Untersuchungen zum Einfluss von feuchtem Wasserstoff auf die Spannungsrisskorrosionsempfindlichkeit von Aluminium-Legierungen für den Einsatz in Brennstoffzellenfahrzeugen

Forschungsstelle

Materialprüfungsanstalt Universität Stuttgart

Das Forschungsprojekt wurde mit Mitteln der Forschungsvereinigung Automobiltechnik e.V. (FAT) gefördert.



Prüfungsbericht

Spannungsrisskorrosionsempfindlichkeit der Legierung AW 6082a in feuchtem Wasserstoff

Berichts-Nr.:	9040010000_rev1
Auftraggeber:	Forschungsvereinigung Automobiltechnik e.V. Projektgruppe Mobile Brennstoffzelle Behrenstraße 35 10117 Berlin
Auftrags-Nr. (Kunde):	
Auftrags-Nr. (MPA):	904 0010 000
Prüfgegenstand:	Wedge Opening Load Proben EN AW 6082A
Prüfspezifikation mit Ausgabedatum:	HPIS E 103:2018 DIN EN ISO 7539-6:2018-12, DIN EN ISO 7866:2021-05 ASTM E1681-03, PVP2020-21277
Eingangsdatum des Prüfgegenstandes:	
Datum der Prüfung:	12.12.2022 - 18.07.2023
Datum des Berichts:	08.01.2024
Seite 1 von	64 Textseiten
Beilagen:	0
Anlagen:	0
Gesamtseitenzahl:	64
Anzahl der Ausfertigungen:	

Die Prüfergebnisse beziehen sich ausschließlich auf die Prüfgegenstände.

1 Aufgabenstellung

Im Rahmen des Forschungsprojektes (FAT II) soll der Einfluss von feuchtem Wasserstoff auf die Spannungsrisskorrosionsempfindlichkeit der Aluminiumlegierung EN AW 6082A untersucht werden. Die durchgeführten Untersuchungen basieren auf dem Vorgängerprojekt FAT I "Wasserstoffkompatibilität von Aluminium-Legierungen für Brennstoffzellenfahrzeuge".

Im Rahmen des Projekts sollen drei Legierungsvarianten von EN AW 6082A mit je zwei Proben in feuchtem Wasserstoff (70 ppm H₂O) und feuchter Luft (90 %rF) bei 20-30°C auf Spannungsrisskorrosion nach HPIS E 103:2018 (Standard Test Method for Humid Gas Stress Corrosion Cracking of Aluminium Alloys for Compressed Hydrogen Containers, HPIS:High Pressure Institute of Japan) geprüft werden. Ein Vergleich der Ergebnisse zwischen feuchter Luft und feuchtem Wasserstoff ist durchzuführen.

2 Abkürzungsverzeichnis

HG-SCC: Humid Gas Stress Corrosion Cracking

Reg: garantierte Streckgrenze der Gasflasche

SLC: Rissbildung unter Dauerbeanspruchung (sustained-load cracking)

KIAPP: aufgebrachter elastischer Spannungsintensitätsfaktor, in Megapascal x Wurzelmeter

Kı: tatsächlicher elastischer Spannungsintensitätsfaktor, in Megapascal x Wurzelmeter

KISCC: kritischer Spannungsintensitätsfaktor für die Anfälligkeit für Spannungsrisskorrosion

E: Elastizitätsmodul, in Megapascal

R_{eSLC}: Mittelwert der Streckgrenze für zwei Proben der geprüften Gasflasche

 $\sigma_{0,2}$: Mittelwert der Streckgrenze für zwei Proben der geprüften Gasflasche HPIS E 103:2018 P: Kraft in N

Y: Probenformabhängiger Geometriefaktor in Abhängigkeit von a/W zur Berechnung des Spannungsintensität K₁

W (mm): Abstand von der Proben-Rückseite bis zur Lastangriffsebene

B (mm): Maß des Seitenabstands der untersuchten Probe

B_N (mm): kleinstes Maß des Seitenabstands zwischen den Einkerbungen seitlich gekerbter Proben

C1 (mm): Abstand von der Lastangriffslinie zur Messschneide (Schneidenversatz)

I (mm): effektive Kerblänge von der Lastangriffslinie bis zur erodierten Kerbe

VLL (mm) Auslenkung in der Lastangriffslinie

V₀ (mm) Auslenkung in der Messebene des Clip-on (Schneidenabstand)

a (mm): Abstand von der Rissspitze, entweder bis zum Beginn der Kerbe, oder bis zur Lastangriffslinie, je nach der Probengeometrie WOL: Wedge Opening Load

3 Verwendete Literatur und angewendete Normen

FAT I: Wasserstoffkompatibilität von Aluminium-Legierungen für Brennstoffzellenfahrzeuge

HPIS E 103:2018: Standard Test Method for Humid Gas Stress Corrosion Cracking of Aluminium Alloys for Compressed Hydrogen Containers

DIN EN ISO 7539-6: Korrosion der Metalle und Legierungen – Prüfung der Spannungsrisskorrosion – Teil 6: Vorbereitung und Anwendung von angerissenen Proben für die Prüfung unter konstanter Last oder konstanter Auslenkung

DIN EN ISO 7866: Gasflaschen – Wiederbefüllbare nahtlose Gasflaschen aus Aluminiumlegierungen – Auslegung, Bau und Prüfung

ASTM E1681-03: Standard Test Method for Determining Threshold Stress Intensity Factor for Environment-Assisted Cracking of Metallic Materials

PVP2020-21277: San Marchi, Chris / Ronevich, Joseph / Schwarz, Martina, 2020, Effect of High-Pressure Hydrogen and Water Impurity on Aluminum Alloys

4 Durchgeführte Untersuchungen

Im Rahmen des Projekts FAT II wurden Spannungsrisskorrosionsversuche an Wedge Opening Load Proben (WOL) nach HPIS E103:2018 an EN AW 6082A durchgeführt. Aus dem Vorgängerprojekt FAT I: "Wasserstoffkompatibilität von Aluminium-Legierungen für Brennstoffzellenfahrzeuge" lagen hierzu bereits gefertigte Proben nach ASTM E1681-03 (2020) mit Seitenkerben der damals betrachteten Varianten A und B der Aluminiumlegierung EN AW 6082A vor. Die Dicke B dieser Proben betrug 18 mm. Zur Ergänzung wurden im Projekt FAT II weitere WOL-Proben aus einem Bauteil der Aluminiumlegierung EN AW 6082A gefertigt. Diese Proben wurden gemäß DIN EN ISO 7539-6 gefertigt. Ihre Dicke B beträgt 18 mm. In Tabelle 1 sind die verschiedenen Legierungsvarianten der Aluminiumlegierung EN AW 6082A hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung einander gegenübergestellt.

[wt%]	Mg	Si	Mn	Cu	Cr	Fe	Zn	Ti	Pb	Bi
6082A A -T6	1,2	0,7	0,5	0,02	0,02	0,41	0,14	0,03	0,002	0,003
6082A B -T6	0,6	1,3	0,02	0,01	0,02	0,42	0,14	0,03	0,002	0,002
6082A C -T6	0,99	0,96	0,72	0,03		0,23			0,002	<0,0001
DIN EN 573-3	0,6-1,2	0,7-1,3	0,4-1,0	≤0,1	≤0,25	≤0,5	≤0,2	≤0,1	≤0,003	≤0,003

Tabelle 1: Legierungszusammensetzung EN AW 6082A Variante A, B, C.

In Fortsetzung der Bezeichnungen aus dem Vorgängerprojekt wurden die im Projekt FAT II untersuchten Proben nach folgendem Schema bezeichnet:

- Proben der Legierungsvariante A (203 MPa Streckgrenze) sind vorne mit "5" bezeichnet
- Proben der Legierungsvariante B (310 MPa Streckgrenze) mit "6"
- Proben der Legierungsvariante C (310 MPa Streckgrenze) wurden von 1 bis 5 durchnummeriert.

4.1 Verfahrensbeschreibung der durchgeführten Spannungsrisskorrosionsversuche mit WOL-Proben

Bei den durchgeführten Spannungsrisskorrosionsversuchen wird durch zyklische Belastung ausgehend von einem erodierten Startkerb ein Riss in die Probe eingebracht. Anschließend werden die Proben unter konstanter Verformung in festgelegten Umgebungsbedingungen ausgelagert. Nach der Auslagerung der Probe wird beurteilt, ob und in welchem Ausmaß ein Rissfortschritt während der Auslagerung eingetreten ist.

4.1.1 Normen und Zusammenhänge

Die Versuche sollten nach HPIS E103: 2018 (High Pressure Institue of Japan) durchgeführt werden. Die HPIS E103: 2018 verweist umfassend auf DIN EN ISO 7539-6:2011 und DIN EN ISO 7866:2012. Da für die Legierungsvariante A und B aus dem Vorgängerprojekt FAT I bereits nach ASTM E1681-03 gefertigte Proben vorlagen, wurde zur besseren Vergleichbarkeit zum Vorgängerprojekt für diese Proben das gleiche Vorgehen wie im Vorgängerprojekt angewandt. Die Versuchsdurchführung an den in FAT II gefertigten Proben der Legierungsvariante C wurde an das Vorgängerprojekt und an die HPIS E103:2018 angelehnt.

Für die aus FAT I stammenden Proben der Legierungsvarianten A und B sind in der ASTM E1681-03 keine Nachgiebigkeitskurven angegeben. Für diese wurde daher analog zu FAT I eine aus der Kooperation zwischen den Sandia National Labs (USA) und der MPA Stuttgart bekannte Nachgiebigkeitskurve verwendet. Für die Legierungsvariante C wurde die in Bild 19 der DIN EN ISO 7539-6:2018 abgebildete Nachgiebigkeitskurve verwendet. Das allgemeine Vorgehen im Projekt FAT II orientiert sich am Projekt FAT I. Auf Abweichungen gegenüber den Normen HPIS E103 und ASTM E1681, die sich aus dem vorliegenden Probenmaterial und der Datenlage ergaben, wird jeweils im Bericht hingewiesen.

4.1.2 Probenfertigung und Geometrie

Wie bereits dargestellt, lagen durch das Vorgängerprojekt bereits drei WOL-Proben nach ASTM E1681-03 für die Legierungsvarianten A und B vor. Diese waren bereits mit 5 % Seitenkerbe ausgeführt (ohne Schwingriss).

Für die Legierungsvariante C wurden Proben gefertigt. Für die Probenentnahme stand das in Bild 1 dargestellte Bauteil zur Verfügung. Für die Legierungsvariante C wurde die WOL-Probenform aus DIN EN ISO 7539-6 verwendet (siehe Bild 5). Für das Bauteil nach Bild 1 wurde anhand von zwei metallographischen Schliffen die Walzrichtung bestimmt, siehe Bild 2, Bild 3, Bild 4. Die Probenentnahme erfolgte mit der geplanten Rissfortschrittsrichtung parallel zur Walzrichtung. Dies führt in der Rissebene zu vielen Korngrenzen, vgl. Bild 3.



Bild 1: Übersicht Bauteil Legierungsvariante C mit Walzrichtung und Entnahmerichtung der Proben mit Richtung des Schwingrisses.



Bild 2: Abschnitt des Bauteils zur Bestimmung der Walzrichtung. Eingezeichnet ist der Querschliff (SQ) und der Längsschliff in (SL) Bezug auf den Abschnitt



Bild 3: Schliff SL quer zur Walzrichtung, senkrecht zur Rissfortschrittsrichtung (Barker Ätzung)



Bild 4: Schliff SQ längs in Walzrichtung parallel zur Rissfortschrittsrichtung (Barker Ätzung)

Die WOL-Probenform nach ASTM E1681-03 (2020) und DIN EN ISO 7539-6 unterscheiden sich bei gleicher Dicke (B=18 mm) signifikant in der Nettobreite (W), der halben Höhe (H) und hinsichtlich des Verhältnis effektive Kerblänge zu Nettobreite (a/W) vor dem Einbringen des Startrisses.

Die ASTM E1681-03 (2020) fordert eine Anfangsrisslänge von a/W = 0,45 – 0,55. Im Gegensatz dazu erfordert dies die DIN EN ISO 7539-6 nicht. Entsprechend der Vorgabe aus der Norm besitzen die Proben der Legierungsvariante A und B ein minimales a/W Verhältnis von 0,45. Bei Proben der Legierungsvariante C wurde ein minimales a/W Verhältnis von 0,3 verwendet. In Folge des geringen a/W Verhältnisses der Proben nach DIN EN ISO 7539-6 kann das zum Verspannen der Probe genutzte Gewinde sehr hoch belastet sein. Hieraus können potenziell plastischer Verformung im Gewinde resultieren, aus denen wiederum ein potenzieller Beanspruchungsverlust an der Rissspitze resultieren könnte.

Für die Aufbringung der Belastung wurde eine verzinkte Sechskantschraube M8x30 – 8.8 eingesetzt, als Gegenstück in der Querbohrung der Probe fungiert ein Bolzen mit Durchmesser 8 mm aus 1.4301. Dieser wurde eingesetzt, um eine definierte und zentrierte Krafteinleitung in die Querbohrung zu erreichen. Die Kraft auf den Bolzen führte zu einem Einsinken der Schraube in den Bolzen.



Bild 5: WOL Probengeometrie DIN EN ISO 7539-6:2018



Bild 6: WOL Probengeometrie ASTM E1681-03

4.1.3 Nötige Kennwerte zur Durchführung

Nach HPIS E103 2018 / DIN EN ISO 7866 sind folgenden Bedingungen beim Einbringen des Ermüdungsrisses einzuhalten:

Der Riss muss entweder 2,5 % von W betragen oder 1,25 mm lang sein, es gilt der größere Wert. K_{IAPP} wird für die Versuchsdurchführung und für die maximalen K_I Werte zum Einbringen des Ermüdungsrisses benötigt. Dies berechnet sich wie folgt:

 $K_{IAPP} = 0,056 R_{egSLC}$ DIN EN ISO 7866: 2021 $K_{IAPP} = 0,056 \sigma_{0.2}$ HPIS E 103:2018

Bereits im Vorgängerprojekt FAT 1 I wurden für die untersuchten Legierungsvarianten Zugversuche durchgeführt und die realen Streckgrenzen (R_{eSLC}) der Werkstoffe ermittelt. Im vorliegenden Vorhaben FAT II wurde mittels zusätzlicher Zugversuche an den Legierungsvarianten diese Datenbasis erweitert. Die ermittelte reale Streckgrenze (R_{eSLC}) der jeweiligen Legierungsvariante wurde für die Ermittlung von K_{IAPP} anstatt der in DIN EN ISO 7866 Kapitel 4 und B6.2 definierten *garantierte Streckgrenze der Gasflasche (*R_{eg}) verwendet. Dieses Vorgehen wurde gewählt, da das in der HPIS E103 definierte Vorgehen nicht zwischen dem garantierten und dem realen Wert für die Streckgrenze unterscheidet.

Die spätere Belastung sowie die daraus resultierende Rissöffnung wurde für die Lastangriffslinie / Load Line (LL) berechnet. Für die Probenform der DIN EN ISO 7539-6:2018 musste hierzu der Wert V_{LL} bestimmt werden.



^a Last ^b Rissspitze

Bild 7: Maßverhältnis und Beziehung zwischen V_0 und V_{LL}

4.1.4 Probenvorbereitung, Ausmessen, Compliance

Die gefertigten Proben wurden vermessen (vgl. Bild 5) und anschließend im Ultraschallbad mit Ethanol gereinigt. Für die Proben nach DIN EN ISO 7539-6 wurden Gewinde M 2,5 zu Befestigungen der Schneide eingebracht, um einen vorhandenen Clip-on nutzen zu können. Die Dicke der Schneiden von 0,225 mm wurde im weiteren Verlauf der Untersuchungen vernachlässigt. Aufgrund der Seitenkerben musste die Risslänge über die Compliance der Probe ermittelt werden anstatt über das Ausmessen des Rissfortschrittes an der Probenoberfläche jeder Seite. Dies ist notwendig, da beim Einbringen des Schwingrisses einer bereits seitengekerbten Probe der Riss durch die Kerbe optisch nicht mehr richtig erkannt werden kann. Die Compliance ist die Wegänderung am Clip-on geteilt durch die anliegende Kraft in mm/N:

$$C = \frac{COD(mm)}{Kraft(N)}.$$

Für die Compliancemessung muss die Kraft niedriger als die letzte Laststufe der zyklischen Belastung zur Risseinbringung sein. Es wurden erst drei Setzzyklen mit geringer Kraft gefahren (500 N - 1000 N), dann wurden drei Initials (1000 N - 2000 N) auf die Probe aufgebracht. Aus den drei Initials wurde die Compliance errechnet. Nach dem Einbringen des Schwingrisses wurde die Compliance erneut gemessen. Anhand des Unterschieds der Compliance vor dem Einbringen des Schwingrisses und nach dem Einbringen des Schwingrisses wurde die Risslängenänderung errechnet.

4.1.5 Ermüdungsriss

Nach HPIS E 103:2018 muss die Risslänge des Ermüdungsrisses entweder 2,5% von W, eine Länge von 1,25 mm, oder folgende Länge a aufweisen:

$$a \ge 1,27(\frac{K_{IAPP}}{R_{egSLC}})^2 x 1000$$

Der größere Wert gilt. Das Einbringen des Ermüdungsrisses soll mit einem R-Verhältnis von 0 - 0,1 und mit weniger als 60% des erwarteten K_{ISCC} bei den letzten 0,5 mm Risswachstum erfolgen. Der Anfangswert für K_I darf über K_{IAPP} liegen. Bei den Legierungsvarianten A und B wurde die minimale Länge des Schwingrisses gemäß ASTM E1681 auf 1,8 mm festgelegt. Das Einbringen des Ermüdungsrisses erfolgte in 2 Stufen.

4.1.6 Berechnung der Risslänge und der Kraft für KI-Applied

Formeln:

$$B_{eff} = \sqrt{B * B_N}$$

EBV_{LL}/P: Die Nachgiebigkeitskurve bezieht sich auf die Lastangriffslinie. Für die rechnerische Bestimmung der Compliance muss der Schneidenversatz beachtet werden. (Kennlinie):

$$V_{LL} = \frac{V_0}{(1 + \frac{3C_1}{2W})}$$

Zur Überprüfung der Risslänge können aufgrund der Seitenkerben keine optischen Verfahren angewendet werden, weshalb die zuvor vorgestellte Compliance-Methode angewendet wurde. Diese Methode beruht auf dem Vergleich des Verhältnisses von Dehnungsinkrement zu Kraftinkrement (vgl. ASTM 1820). Die Berechnung der Risslänge über die Compliance beruht auf dem a/W Verhältnis und der Anpassung des E-Moduls. Die effektive Kerblänge wurde vor dem Einbringen des Ermüdungsrisses mit einem Profilprojektor vermessen. Die Compliance wird im Anschluss experimentell ermittelt. Durch das Ausmessen der Startkerbe wurde das momentane a/W Verhältnis ermittelt. Der experimentell ermittelte Wert wird über das Produkt aus: Kehrwert B_N multipliziert mit dem E-Modul, mit der Geometriefunktion der Nachgiebigkeitskennlinie multipliziert und ggfs. durch einen Korrekturfaktor für die Lastangriffslinie dividiert:

$$C = \frac{1}{B_N x E} x \frac{Kennlinie}{V_{LL}}$$

Für Legierungsvariante A und B wurde die Nachgiebigkeitskennlinie aus dem Vorgängerprojekt von Sandia National Lab für die WOL Probenform aus ASTM E1681 verwendet, für die Legierungsvariante C wurde die Kennlinie "für experimentell 5% gekerbte Probe" (Bild 8) verwendet. Für beide Kurven existiert eine rechnerische Kurvenanpassung. Die experimentell ermittelte Compliance wurde mit der rechnerischen Compliance abgeglichen, indem die Compliance für das

Berichts-Nr.: **9040010000_rev1** Seite 12 von 64 Textseiten

a/W Verhältnis der Startkerbe errechnet wurde und über die Veränderung des E-Moduls die rechnerische Compliance an die experimentelle Compliance angeglichen wird. Das für die Berechnung verwendete E-Modul sollte nicht mehr als 10 % vom experimentell ermittelten E-Modul abweichen. Nach dem Einbringen des Ermüdungsrisses in die Probe, wird die Compliance erneut experimentell bestimmt. In der gerechneten Compliance wird nun die experimentell ermittelte Compliance für die Risslänge gesucht um daraus das zugehörige a/W Verhältnis abzuleiten. Dies kann auch rechnerisch über einen Solver gelöst werden. Aus dem a/W Verhältnis kann die Länge der Risslänge ermittelt werden. Bedeutende Ungenauigkeiten in der Berechnung bilden die geometrie- und werkstoffabhängige Nachgiebigkeitskurve sowie die Kontur des Ermüdungsrisses. Die benötigte Belastung P in Newton für die benötigte Spannungsintensität K_{IAPP} wird über folgende Formel ermittelt:

$$P = \frac{B_{eff}\sqrt{a}K_{IAPP}}{\gamma}$$

Für die Probenform aus ASTM E1681-03 (2020) wurden die Formeln aus dem PVP2020-21277 verwendet.



Bild 8: Nachgiebigkeitskennlinie aus DIN EN ISO 7539-6: "Bild 19 — Gegenüberstellung der Nachgiebigkeit von WOL-Proben in der Mitte der Kraftangriffslinie"



Bild 9: Vergleich Nachgiebigkeitskennlinie für DIN EN ISO 7539-6 (WOL Probenform) gegenüber Sandia National Lab (ASTM Probenform). Gelbe Kurve aus DIN EN ISO 7539-6 (Schneiderversatz) ist von der Kraftangriffslinie um die Entfernung C1 auf die Linie des Clip-on V₀ (Bild 7) korrigiert. Kurve von Sandia National Lab ist schon für die Linie des Clip-on mit Schneiderversatz berechnet.

4.1.7 Aufbringen der Anfangslast

Die Probe kann unter konstanter Last oder konstanter Auslenkung geprüft werden (HPIS E103 2018 Kapitel 7.1). Bei allen Proben wurde die konstante Auslenkung über eine Schraube gewählt. Zur Einstellung des benötigten K_I wurde die Probe mit einem Clip-on versehen. Die Probe wurde in der Universalprüfmaschine RMC 100mP (Gerätenummer H2917-006-52220), mit der benötigten Last P belastet und die Wegänderung des Clip-on Sandner4 (Gerätenummer: H8720-039-55210), aufgezeichnet. Die Probe wurde dann entlastet und ausgebaut ohne den Clip-on zu entfernen. In die Querbohrung der Probe wurde ein Bolzen aus dem Werkstoff 1.4301 mit Durchmesser 8 mm eingeschoben. Die Probe wurde über eine Schraube, die auf den Bolzen in der Lastangriffslinie drückt, vorgespannt, bis die Wegänderung am Clip-on der Wegänderung unter der Last P entsprach. Anschließend wurde der Clip entfernt. Die Messsignale wurden aufgezeichnet.

4.1.8 Versuchsdurchführung

Die Auslagerungsdauer aller Proben in den betrachteten Medien lag bei 90 Tagen. Eine Hälfte der Proben wurde für 90 Tage in einer feuchten Luftatmosphäre mit 90 % Luftfeuchtigkeit bei 20 °C

ausgelagert, die andere Hälfte in feuchtem Wasserstoff (70 ppm H₂O) unter einem Druck von 100 bar bei Raumtemperatur.

Für die Auslagerung in feuchter Luftatmosphäre kam ein Klimaschrank "Vötsch VCS 7033" der MPA Stuttgart zum Einsatz. Die Istwerte der Temperatur und Luftfeuchte im Klimaschrank wurden regelmäßig überprüft. Während der Auslagerungszeit konnten keine Abweichungen von den zuvor genannten Parametern beobachtet werden.

Für die Auslagerung im feuchten Wasserstoff wurde ein Autoklav konzipiert, gefertigt und aufgebaut. Der Aufbau des Autoklaven ist in Bild 10 dargestellt. Nach erfolgreicher Inbetriebnahme wurden mit diesem Autoklav die Auslagerungen in feuchtem Wasserstoff durchgeführt. Für die Versuchsdurchführung wurden zwei T50-Gasflaschen des Prüfgases beschafft, wobei während der kompletten Versuchsdurchführung lediglich Prüfgasflasche Nr. 1 verwendet wurde.

Vor Beginn der Auslagerung wurde der Autoklav in Anlehnung an CSA ANSI/CSA CHMC 1-2014 mittels mehreren Druckspülzyklen gespült. Dabei wurden zuerst fünft Spülzyklen mit 10 bar Helium und anschließend fünft Spülzyklen mit 10 bar feuchtem Wasserstoff durchgeführt.

Zur Überprüfung der Gasqualität während der Versuchsdurchführung wurden zu Beginn und nach Abschluss der Auslagerung Gasproben des feuchten Wasserstoffs entnommen und von der Fa. Westfalen AG analysiert. Bild 11 zeigt einen Auszug des Analysenzertifikats des Prüfgases nach Versuchsbeginn. Auffällig ist, dass der Istwert der Feuchte nicht konkret beziffert wurde und deutlich unter den erwarteten 70 ppm des Prüfgases liegt. Um weitere Einblicke zu erhalten, wurde parallel zur Versuchsdurchführung mit Prüfgasflasche Nr. 1 die Prüfgasflasche Nr. 2 einer Analyse unterzogen. Die Analyse nach Bild 12 bestätigt, dass die Prüfgasflasche Nr. 2 den erwarteten Feuchtegehalt aufweist. Da beide Prüfgasflaschen die gleiche Historie erfahren haben, ist davon auszugehen, dass auch in Prüfgasfalsche Nr. 1 während der Versuchsdurchführung der erwartete Feuchtegehalt vorlag. Dies konnte nach Versuchsende über eine Analyse der Prüfgasfalsche Nr. 1 bestätigt werden, siehe Bild 13. Bei der nach Versuchsende durchgeführten Analyse des Prüfgases konnte ein ausreichender Feuchtegehalt von 75,00 ppm gemessen werden.

Auf Seiten der Fa. Westfalen AG als auch auf Seiten der MPA Stuttgart liegen keine Erklärungen vor, warum eine zum Erwartungswert abweichende Feuchte bei der Analyse der Gasprobe vor Versuchsbeginn beobachtet wurde, wohingegen die analysierte Feuchte in den Prüfgasflaschen und der Gasprobe nach Versuchsende dem Erwartungswert entsprach.



Bild 10: Aufbau Prüfstand für Auslagerung der Proben in feuchtem Wasserstoff

Kundenmaterial: (material no.)	Behälternummer: (cylinder no.)	27600503188386	Gemischnumme (gasmixture no.)	er: G329595)
Bestandteil (component)	Sollwert (nominal value)	lstwert (analytical value)	Einheit 1) (unit)	Analysentoleranz ²) (analytical accuracy)
Wasserstoff 5.0 [H2]	100,00	-	%	
Sauerstoff [O2]	2,00	<= 2,00	ppm	
Feuchte [H2O]	10,00	<= 10,00	ppm	

Bild 11: Auszug Analysenzertifikat nach Versuchsbeginn

I	Bd. / FlNr.	Druck p [bar]	Komponente	Sollwerte It. Spezifikation	Meßergebnis aus Zertifikat Messung vor Auslieferung	Meßergebnis Reklamation
	27600505100114	100,00	Wasser [H2O]	70,000 Vol. ppm	75,60 Vol. ppm	76,000 Vol. ppm
			Wasserstoff 6.0 [H2]	Restkomponente		

Bild 12: Auszug Analysenzertifikat der Prüfgasflasche Nr. 2

Bd. / FlNr.	Druck p [bar]	Komponente	Sollwerte It. Spezifikation	Meßergebnis aus Zertifikat Messung vor Auslieferung	Meßergebnis Reklamation
27600505100115	130,00	Wasser [H2O]	70,000 Vol. ppm	75,60 Vol. ppm	77,500 Vol. ppm
		Wasserstoff 6.0 [H2]	Restkomponente		

Bild 13: Auszug Analysenzertifikat der Prüfgasflasche Nr. 1

Kundenmaterial: (material no.)	Behälternummer: (cylinder no.)	27600505735600	Gemischnum (gasmixture n	mer: G329595 io.)
Bestandteil (component)	Sollwert (nominal value)	lstwert (analytical value)	Einheit ¹) (unit)	Analysentoleranz ²) (analytical accuracy)
Wasserstoff 5.0 [H2]	100,00	-	%	
Sauerstoff [O2]	2,00	6,89	ppm	
Feuchte [H2O]	10,00	75,00	ppm	

Bild 14: Auszug Analysenzertifikat nach Versuchsende

4.1.9 Versuchsentlastung

Nach dem Ende der Auslagerung wurden die Proben entlastet und hierbei die Restkraft ermittelt. Hierfür wurde derselbe Clip-on wie bei der Belastung verwendet, um die Verschiebung bei der Entlastung zu messen. Anschließend wurde diese Verschiebung mit der Prüfmaschine angefahren und die dafür benötigte Kraft aufgezeichnet. Nach HPIS E103 2018 7.3.2 darf die hierfür erforderliche Kraft nicht weniger als 95% der Anfangskraft betragen. Bei weniger als 95% der Anfangslast ist eine Risserweiterung von mehr als 0,16 mm zu erwarten.

Die Proben wurden im nächsten Schritt nochmal mit bis zu 60 % der Last von K_{IAPP} schwingend beansprucht, bis der Riss um mindestens 1 mm gewachsen war. Im Anschluss wurden die Proben aufgebrochen.

4.1.10 Versuchsauswertung und Validierung

Für die Auswertung und Überprüfung der Gültigkeit wurde die Startrisslänge vor der Prüfung und die Risslänge nach der Prüfung anhand der Rastlinien im Rasterelektronenmikroskop (REM) bei 25 %, 50 % und 75 % der Probenbreite mit einer Genauigkeit kleiner 0,01 mm ausgemessen (α_{pre} und α_{SCC}). Wenn dies nicht möglich war, wurde eine Makroaufnahme verwendet. Der Mittelwert der drei Werte wurde als Risslänge verwendet. Hinsichtlich der α_{pre} Werten darf der Unterschied zwischen dem kleinsten und größten Wert 5% von W nicht überschreiten. Die Kennwerte a, (W-a) und B müssen die folgenden Bedingung erfüllen:

$$a, B, B_N(W-a) \ge 1,27(\frac{K_I}{R_{egSLC}})^2 x 1000$$

für ausgelenkte Proben gilt:

$$a_{pre}, B, B_N(W - a_{pre}) \ge 1,27(\frac{K_{IAPP}}{R_{egSLC}})^2 x 1000$$

Die Gültigkeit des Versuchs und ob ein Werkstoff die Prüfung bestanden oder nicht bestanden hat ergibt sich anhand der in Tabelle 2 dargestellten Zusammenhänge. Der Versuch wird je nach dem Unterschied zwischen der Risslänge nach dem Versuch gegenüber der Risslänge vor dem Versuch, sowie dem Verhältnis des tatsächlichen Spannungsintensitätsfaktors gegenüber dem aufgebrachten Spannungsintensitätsfaktor in 4 Fälle eingeordnet, siehe Tabelle 2.

Case	Crack extension	KIA versus KIAPP	Judge ^a
Ι	$(a_{\rm scc} - a_{\rm pre}) \leq 0.16 {\rm mm}$	$K_{IA} < K_{IAPP}$	invalid
II		$K_{IA} \geq K_{IAPP}$	pass
III	$(a_{\rm scc} - a_{\rm pre}) > 0.16 {\rm mm}$	$K_{IA} \leq K_{IAPP}$	fail
IV		$K_{IA} > K_{IAPP}$	invalid
^a Ma	terial shall be judged as follows.	are judged to have	annliaghla registeres
pass	to HG-SCC for compressed hydrogen of	are judged to have	ied in
	B.7.3 of ISO 7866 :2012.		
fail	:Materials are judged to be failed for app containers.	lication for compre	ssed hydrogen
invalid	: Materials cannot be judged in these con	ditions.	
	In case I, another testing is recommen	ded in the conditior	K_{IA} equals to
	\mathcal{K}_{IAPP} or is in some degree greater than	KIAPP.	
	In case IV, where K_{IA} is considerably	y greater than K_{IA}	PP, another testing is
	recommended because materials may p	ass in the conditior	K_{IA} is a little
	greater than K_{IAPP} .		

Tabelle 2: "HPIS E103 2018 Qualification of materials (Page 8)"

4.2 Beispiel zur Berechnung der Risslänge und der Kraft für K_{IAPP} über die Compliance anhand der Probe 4

4.2.1 Benötigte geometrische Größen

Im ersten Schritt müssen die geometrischen Größen (siehe Bild 5 & Bild 7) an der Probe ausgemessen werden. An Probe 4 wurden folgende Werte ermittelt:

W: 45.89 mm

B: 17.998 mm

B_N: 16.255 mm

l: 13.678 mm

V₀: 3 mm (über Messschneiden eingestellt, oder als Schneiden in der Probe erodiert)

C₁: 11.714 mm

4.2.2 Bestimmung der experimentellen Compliance zur Ermittlung der effektiven Kerblänge

Für die Bestimmung der Compliance vor dem Einbringen des Startrisses, der effektiven Kerblänge I, wird die Probe drei Mal von 1000 N bis 2000 N mit einer über den Clip-on geregelten

Prüfgeschwindigkeit von 0,1 mm/min belastet und die Wegänderung an den Messschneiden mit dem Clip-on gemessen. Kraft und Weg werden hierbei aufgezeichnet. Die Startlast und Endlast für die Bestimmung der Compliance müssen hierbei unter Beachtung der Steifigkeit des Prüfaufbaus, der zu erwartenden Wegänderung, sowie der ertragbaren Belastung der Probe festgelegt werden. Die Endlast sollte hierbei die Oberlast bei der Einbringung des Schwingrisses nicht überschreiten. Die aufgezeichneten Werte werden mit der Wegänderung (COD/mm) über der Last (Kraft/N) aufgetragen und die Steigung der Kurve ermittelt. Die ermittelte Steigung bzw. der experimentell ermittelte Wert der Compliance für die effektive Kerblänge ist in Bild 15 dargestellt und ergibt sich zu:



 $C = \frac{COD (mm)}{Kraft (N)}; C_1 = 0.000025309 \text{ mm/N}$

Bild 15: Compliance der Probe 4 für die effektive Kerblänge I

4.2.3 Rechnerische Bestimmung der Compliance für die effektive Kerblänge I

Die rechnerische Bestimmung der effektiven Kerblänge I erfolgt über eine Anpassung des in der Berechnung verwendeten E-Moduls, um so die die berechnete Compliance an die experimentell ermittelte Compliance anzugleichen. Dazu wird neben dem werkstoffspezifischen E-Modul auch die Nachgiebigkeitskurve benötigt, die als EBV_{LL}/P über a/W aufgetragen ist, siehe Bild 8 und Bild 9. Aufgrund der eingebrachten Seitenkerben wird die Kurve für "experimentell 5% gekerbte Probe" verwendet. Die Kurve wurde hierzu digitalisiert und ein Polynom 4 Grade angepasst, um für jedes a/W Verhältnis ein EBV_{LL}/P errechnen zu können, siehe Bild 16.



Bild 16: Polynom für "experimentell 5% gekerbte Probe"

Das anfängliche a/w Verhältnis, mit der effektiven Kerblänge I, ergibt sich aus:

l (mm): 13.678 mm = a W (mm): 45.89 mm = W a/W= 0.298

Der Kennwert EBV_{LL}/P für das a/W Verhältnis 0.298 der effektiven Kerblänge wird berechnet aus (vgl. Polynom aus Bild 16):

$$\frac{EBV_{LL}}{P} = 6966.3 * 0.298^4 - 12093 * 0.298^3 + 8169.2 * 0.298^2 - 2374.6 * 0.298 + 266.32$$

EBV_{LL}/P = 19.05991

Der Kennwert EBV_{LL}/P muss um den Faktor V_{LL} korrigiert werden, da sich die Kennlinie auf die Lastangriffslinie bezieht, die Messung aber um den Wert C₁ aus der Lastangriffslinie versetzt ist, siehe Bild 7.

$$V_{LL} = \frac{V_0}{(1 + \frac{3C_1}{2W})}$$

$$\frac{V_{LL}}{V_0} = \frac{V_0}{(1 + \frac{3C_1}{2W})V_0}$$

 V_0 wird hier mit 1 angenommen um für V_{LL} einen Verhältnisfaktor zu erhalten

$$V_{LL} = \frac{1}{(1 + \frac{3*11.714}{2*45.89})} = 0.72312$$

Über die Formel:

$$C = \frac{1}{B_N * E} * \frac{\frac{EBV_{LL}}{P}}{V_{LL}}$$

wird C über eine Änderung von E an den Wert von C₁ angenähert. Der so ermittelte rechnerische E-Modul sollte um nicht mehr als 10 % vom realen Wert für den Werkstoff (hier 70 GPa für die untersuchten Aluminiumlegierungen) abweichen.

 $C = \frac{1}{16.255x64090} * \frac{19.0599}{0.72312} = 0.000025301 \text{ mm/N}$

Für den rechnerischen E-Modul von 64,09 GPa ergibt sich bei einem a/W Verhältnis von 0.298 eine ausreichend genaue Annäherung an $C_1 = 0.000025309 \text{ mm/N}$

4.2.4 Rechnerische Bestimmung der Compliance für den Startriss apre

Nach dem Einbringen des Ermüdungsrisses mittels schwingender Beanspruchung der Probe, siehe Kapitel 4.1.5, wird die Compliance erneut experimentell bestimmt, siehe Kapitel 4.2.2. Für Probe 4 ergibt sich nach Bild 17 der experimentell ermittelte Wert:

 $C_{apre} = 0.000029433 \text{ mm/N}$



Bild 17: Compliance der Probe 4 für den Startriss apre

Anhand der experimentell ermittelten Compliance für den Startriss a_{pre} kann nun, mittels eines Gleichungslösers (z. B. Excel-Solver), auf die Startrisslänge zurückgerechnet werden.

$$\frac{EBV_{LL}}{P} = C * B_N * E * V_{LL}$$

$$\frac{EBV_{LL}}{P} = 22.17878$$

Über einen Solver kann das Polynom der Nachgiebigkeitskennlinie nach x aufgelöst werden (siehe Funktion in Bild 16), das Ergebnis ist das a/W Verhältnis der spezifischen Probe. Für $\frac{EBV_{LL}}{p} = 22.17878$ ergibt sich ein a/W von 0.352

Mittels dieses a/W-Verhältnisses kann nun die Startrisslänge apre berechnet werden

$$a_{pre} = \frac{a}{W} * W$$

 $a_{pre} = 0.352 * 45.89 = 16.1533$

Die errechnete Startrisslänge a_{pre} beträgt 16.153 mm. Für diesen Startwert kann nun die benötigte Kraft für das zu prüfende K_{IAPP} bestimmt werden.

4.2.5 Rechnerische Bestimmung des KIAPP für den Startriss apre

Für die Bestimmung von K_{IAPP} wird nach HPIS E 103:2018 Kapitel: "7.1 Loading c)" $K_{IAPP} = 0.056 \sigma_{0.2}$ angewendet.

Für die Legierungsvariante C wurde $\sigma_{0.2}$ mit 310 MPa bestimmt.

 $K_{IAPP} = 0.056 * 310 = 17.36 MPa \sqrt{m}$

Über die Beziehung: $K_{IAPP} = \frac{Y*P}{B_{eff}*\sqrt{a}}$ kann die Last P in N für das zu prüfende K_{IAPP} ermittelt werden. Zuvor müssen aber die Faktoren B_{eff} sowie der Geometriefaktor Y ermittelt werden. $B_{eff} = \sqrt{B*B_N} = \sqrt{17.998*16.255} = 17.1043$ mm Die Gleichung zur Ermittlung des probenformabhängigen Geometriefaktors Y kann aus der DIN

EN ISO 7539-6, siehe Bild 8, entnommen werden.

$$Y = 30.96[\frac{a}{W}]^{1} - 195.8[\frac{a}{W}]^{2} + 730.6[\frac{a}{W}]^{3} - 1186.3[\frac{a}{W}]^{4} + 754.6[\frac{a}{W}]^{5}$$

a = a_{pre} =16.1533 mm
W = 45.89 mm
Y = 4.36758
Um die Last P in der Einheit N zu erhalten, muss a hierbei in der der Einheit m eingesetzt werden.
B_{eff} $\sqrt{a}K_{IAPP}$

$$P = \frac{17.1043 \text{ mm} * \sqrt{0.0161533m} * 17.36 \frac{N}{mm^2} \sqrt{m}}{4.36758} * 1000 = 8640 \text{N}$$

Für die als Beispiel gewählte Probe 4 ergibt sich somit eine Last P = 8640 N um ein K_{IAPP} von 17.36 *MPa* \sqrt{m} zu erzielen.

4.2.6 Rechnerische Bestimmung der Compliance C_a und des K_I nach Versuchsende

Am Versuchsende wird die Probe entlastet und hierbei die Restkraft ermittelt, siehe 4.1.9. Nach diesem Schritt wird erneut die Compliance nach dem gleichen Vorgehen wie in Kapitel 4.2.4 ermittelt. Sie ergibt sich entsprechend Bild 18 zu:

C_a = 0.000031763 mm/N

Die Compliance der Probe 4 ist mit 0.000031763 mm/N etwas höher als vor der Auslagerung (0.000029433 mm/N). Anhand der Formeln in Kapitel 4.2.4 kann nun die Risslänge nach Versuchsende rechnerisch bestimmt werden. Es ergibt sich:

$$a = 0.369 * 45.89 = 16.9334$$

Nach dem Versuchsende soll der Riss nach HPIS E 103:2018 durch eine zyklische Schwingbeanspruchung um mindestens 1 mm verlängert werden. Anschließend wird er aufgebrochen. Die Risslänge a wird an insgesamt 3 Messstellen, von denen je eine bei 25 / 50 / 75 % der Probenbreite B auf der Bruchfläche liegt, bestimmt. Anschließend wird der Mittelwert der drei Messungen errechnet. Dieser Wert ist die maßgebliche Risslänge a. Mit der Risslänge a kann nun

der tatsächliche Spannungsintensitätsfaktor K₁ bestimmt werden. Bei der Probe 4 war es nicht möglich aufgrund der Bruchflächentopographie das Ende des Risses optisch in der Makroaufnahme oder im Rasterelektronenmikroskop zu bestimmen.





4.3 Prüfmatrix

Proben- nummer	Probentyp WOL	Legierungs- variante	gs- Prüfzeit (Tage) Prüfmedium		K _{IAPP} MPa m ^{1/2}
5.6	ASTM	А	90	Luft, 90%rF, 20°C	11.37
5.b	ASTM	А	90	Wasserstoff, 70 ppm H ₂ O, 100bar, RT	11.37
5.5	ASTM	А	90	Wasserstoff, 70 ppm H ₂ O, 100bar, RT	11.37
5.a	ASTM	А	90	Luft, 90%rF, 20°C	11.37
6.a	ASTM	В	90	Luft, 90%rF, 20°C	17.36
6.b	ASTM	В	90	Wasserstoff, 70 ppm H ₂ O, 100bar, RT	17.36
6.c	ASTM	В	90	Wasserstoff, 70 ppm H ₂ O, 100bar, RT	17.36
6.6	ASTM	В	90	Luft, 90%rF, 20°C	17.36
1	DIN EN ISO	С	90	Luft, 90%rF, 20°C	17.36
2	DIN EN ISO	С	90	Luft, 90%rF, 20°C	17.36
3	DIN EN ISO	С	90	Wasserstoff, 70 ppm H ₂ O, 100bar, RT	17.36
4	DIN EN ISO	С	90	Wasserstoff, 70 ppm H ₂ O, 100bar, RT	17.36
5	DIN EN ISO	С		Begutachtung Schwingriss	Reserve

Je Prüfspezifikation werden 2 gleiche Versuche pro Legierungsvariante und Prüfmedium durchgeführt. Das hierbei verwendete K_{IAPP} unterscheidet sich aufgrund unterschiedlicher Streckgrenzen ($\sigma_{0,2}$), siehe 4.1.3.

5 Prüfergebnisse

Die Auswertung der Versuche erfolgte nach dem Vorgehen und den Kriterien aus HPIS E103 2018. Jeder Versuch wurde an 2 Proben durchgeführt (siehe Tabelle 3: Prüfmatrix). Probe 6.a ist bereits bei der Ermittlung der benötigten Aufweitung gebrochen. Probe 5 wurde nicht geprüft und nach Abschluss der Versuche zur Begutachtung des Schwingrisses aufgebrochen.

Die Ergebnisse sind nachfolgend tabellarisch mit den wichtigsten Kennwerten zusammengefasst. Die Risslängen wurden anhand von Makroaufnahmen und im Rasterelektronenmikroskop (REM) über den XY-Verschiebetisch ermittelt. Bei einzelnen Proben wurde zum Vergleich die Rissfläche des Schwingrisses ausgemessen und in eine Anfangsrisslänge umgerechnet. Wenn es möglich war, wurde die im REM ermittelte mittlere Anfangsrisslänge verwendet, um K_I zu berechnen.

Bei allen ausgelagerten Proben wurden nach der Auslagerung, der Riss zur Unterscheidung von eventuellem Risswachstum durch Spannungsrisskorrosion während der Auslagerung mittels zyklischer Beanspruchung erweitert (siehe Kapitel 4.1.9).

5.1 Auslagerung: Luft; 90%rF; 20°C (12.12.2022 – 13.3.2023)

5.1.1 Ergebnisse Probe 5.6; Legierungsvariante A; 11.37 MPa m^{0.5}, Luft; 90%rF; 20°C

Tabelle 4: Probe 5.6; Legierungsvariante A; 11.37 MPa m^{0.5}

	Probennummer	5.6	
	Probentyp	ASTM	
I	effektive Kerblänge	16.339	mm
aKerb_compliance	effektive Kerblänge über Compliancemethode	16.331	mm
apre_compliance	Anfangsrisslänge über Compliancemethode	18.418	mm
B _N	Probendicke mit Seitenkerben (5 %)	16.1	mm
a/W	für die Anfangsrisslänge	0.454	
R _{P0,2}	Streckgrenze	203	MPa
KIApp	Spannungsintensitätsfaktor (0.056*R _{P0,2})	11.368	MPa*m ^{0.5}
Startlast	benötigte Kraft für K _{IApp}	3790	N
Endlast	Kraft nach Versuchsende beim Wiederbelasten	3667	N
	Endlast / Startlast (%)	96.75	%
Auslagerung	90% rel. Luftfeuchte, 20°C, 90 Tage	x	
	H₂ 100bar, 70PPM H₂0, 20°C, 90 Tage		
apre	Mittelwert Anfangsrisslänge (REM)	19.331	mm
ascc	Mittelwert Versuchsrisslänge (REM)	19.331	mm
apre	Mittelwert Anfangsrisslänge (Makro)	19.468	mm
a _{scc}	Mittelwert Versuchsrisslänge (Makro)	19.468	mm
a _A	Flächenäquivalent Anfangsrisslänge		mm
Kı	tatsächlicher Spannungsintensitätsfaktor	12.263	MPa*m ^{0.5}
	a _{SCC} - a _{pre}	0	
	K _I / K _{IAPP}	1.08	
I	a _{SCC} - a _{pre} ≤ 0,16mm Kı < K _{IAPP} (invalid)		
II	a _{SCC} - a _{pre} ≤ 0,16mm K _I ≥ K _{IAPP} (pass)	x	
III	a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16mm K_I \le K_{IAPP}$ (fail)		
IV	a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16mm K_I > K_{IAPP}$ (invalid)		



Bild 19: Probe 5.6 Makroaufnahme Bruchfläche mit ausgemessenem Schwingriss bei 25/50/75% der Breite.



Bild 20: Probe 5.6 Makroaufnahme Probenhälfte mit ausgemessener Länge von Lastangriffslinie bis zur erodierten Kerbe.

Probe 5.6 ist in Fall II (siehe Tabelle 4) einzuordnen, weil kein Rissfortschritt erfolgte, der tatsächliche Spannungsintensitätsfaktor K_{I} größer ist als der Spannungsintensitätsfaktor K_{IApp} , die Endlast gegenüber der Startlast um weniger als 5 % abweicht und die erlaubte Abweichung der Messpunkte nicht überschritten wurde. Die Probe 5.6 bietet nach HPIS E103 2018 einen ausreichenden Widerstand gegen Spannungsrisskorrosion.

Bild 19 zeigt den ausgemessenen Schwingriss. Der Schwingriss hat eine elliptische Form und ist gut zu erkennen. Die restliche Bruchfläche teilt sich auf in den zyklischen Schwingriss (Kapitel 4.1.9) nach der Auslagerung und den restlichen Gewaltbruch.

5.1.2 Ergebnisse Probe 5.a; Legierungsvariante A; 11.37 MPa m^{0.5}, Luft; 90%rF; 20°C

5.a Probennummer ASTM Probentyp effektive Kerblänge 16.043 L mm effektive Kerblänge über Compliancemethode 16.026 mm aKerb_compliance Anfangsrisslänge über Compliancemethode 18.218 mm apre_compliance ΒN Probendicke mit Seitenkerben (5 %) 16.166 mm a/W für die Anfangsrisslänge 0.446 203 MPa **R**_{P0,2} Streckgrenze 11.368 MPa*m^{0.5} **K**IApp Spannungsintensitätsfaktor (0.056*R_{P0,2}) Ν Startlast benötigte Kraft für KIApp 3840 Ν Endlast Kraft nach Versuchsende beim Wiederbelasten 3649 95.03 % Endlast / Startlast (%) 90% rel. Luftfeuchte, 20°C, 90 Tage Х Auslagerung H₂100bar, 70PPM H₂0, 20°C, 90 Tage Mittelwert Anfangsrisslänge (REM) 19.567 mm apre Mittelwert Versuchsrisslänge (REM) (19.815)mm ascc Mittelwert Anfangsrisslänge (Makro) 19.612 mm apre Mittelwert Versuchsrisslänge (Makro) nicht erkennbar mm ascc Flächenäquivalent Anfangsrisslänge 19.218 mm a_A Κı tatsächlicher Spannungsintensitätsfaktor 12.679 MPa*m^{0.5} (0.248)ascc - apre 1.12 KI / KIAPP L a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16$ mm K_I < K_{IAPP} (invalid) Ш a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16$ mm K_I \ge K_{IAPP} (pass) Х Ш a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16mm K_I \le K_{IAPP}$ (fail) IV a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16mm K_I > K_{IAPP}$ (invalid)

Tabelle 5: Probe 5.a; Legierungsvariante A; 11.37 MPa m^{0.5}



Bild 21: Probe 5.a Makroaufnahme Bruchfläche mit ausgemessenem Schwingriss bei 25/50/75% der Breite und Fläche des Schwingrisses.



Bild 22: Probe 5.a Makroaufnahme Probenhälfte mit ausgemessener Länge von Lastangriffslinie bis zur erodierten Kerbe.



Bild 23: Probe 5.a sichtbare Spaltfläche im REM_Bild



Bild 24: Probe 5.a Spaltfläche zwischen Schwingriss vor und nach der Auslagerung aus Bild 23

Probe 5.a ist nach HPIS E103 2018 in Fall II eingeordnet und bietet einen ausreichenden Widerstand gegen Spannungsrisskorrosion. Zwischen dem Schwingriss vor der Auslagerung und dem eingebrachten Schwingriss nach der Auslagerung weist die Probe eine Spaltfläche mit ~0.25mm auf (Bild 23 & Bild 24). Dies wurde schon im Projekt FAT I bei der Probe 53 beobachtet. Die Ursache konnte nicht bestimmt werden. Eine transkristalline Spaltfläche ist kein typisches Merkmal für Spannungsrisskorrosion bei Aluminium. Da $K_I \ge K_{IAPP}$ erfolgte die Einteilung in Fall II (pass). In Bild 21 ist die Spaltfläche nicht zu erkennen. Die Grenze zwischen den beiden Schwingrissen ist in Bild 21 nicht eindeutig zu erkennen. Die Rissfront des Schwingrisses hat eine elliptische Form.

Berichts-Nr.: **9040010000_rev1** Seite 29 von 64 Textseiten

5.1.3 Probe 6.a; Legierungsvariante B; 17.36 MPa m^{0.5}, Luft; 90%rF; 20°C

Tabelle 6: Probe 6.a; Legierungsvariante B; 17.36 MPa m^{0.5}

	Probennummer	6.a	
	Probentyp	ASTM	
I	effektive Kerblänge	16.037	mm
a Kerb_compliance	effektive Kerblänge über Compliancemethode	16.034	mm
apre_compliance	Anfangsrisslänge über Compliancemethode	17.904	mm
B _N	Probendicke mit Seitenkerben (5 %)	16.251	mm
a/W	für die Anfangsrisslänge	0.446	
R _{P0,2}	Streckgrenze	310	MPa
KIApp	Spannungsintensitätsfaktor (0.056*R _{P0,2})	17.36	MPa*m ^{0.5}
Startlast	benötigte Kraft für K _{IApp}	6000	Ν
Endlast	Kraft nach Versuchsende beim Wiederbelasten		N
	Endlast / Startlast (%)	0.00	%
Auslagerung	90% rel. Luftfeuchte, 20°C, 90 Tage	Х	
	H ₂ 100bar, 70PPM H ₂ 0, 20°C, 90 Tage		
a _{pre}	Mittelwert Anfangsrisslänge (REM)	19.792	mm
a _{scc}	Mittelwert Versuchsrisslänge (REM)		mm
a _{pre}	Mittelwert Anfangsrisslänge (Makro)	19.901	mm
a _{scc}	Mittelwert Versuchsrisslänge (Makro)		mm
a _A	Flächenäquivalent Anfangsrisslänge	19.228	mm
Kı	tatsächlicher Spannungsintensitätsfaktor	20.488	MPa*m ^{0.5}
	a _{SCC} - a _{pre}	-	
	KI / KIAPP	1.18	
I	a _{SCC} - a _{pre} ≤ 0,16mm K _I < K _{IAPP} (invalid)		
11	a _{SCC} - a _{pre} ≤ 0,16mm K _I ≥ K _{IAPP} (pass)		
III	a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16mm K_I \le K_{IAPP}$ (fail)		
IV	a _{SCC} - a _{pre} > 0,16mm K _I > K _{IAPP} (invalid)		



Bild 25: Probe 6.a Makroaufnahme Bruchfläche mit ausgemessenem Schwingriss bei 25/50/75% der Breite und Fläche des Schwingrisses. Probenbruch bei Ermittlung der benötigten Aufweitung mit 6000N.

Probe 6.a hat die benötigte Startlast von 6000 N (siehe Tabelle 6)zur Ermittlung der nötigen Aufweitung nicht erreicht. Bei 5950 N ist der Riss weitergewachsen und führte zum vollständigen Bruch der Probe.

Bild 25 zeigt die elliptische Rissfront. Auf der rechten Seite erreichte der Schwingriss den Probenrand nicht. Die Rissfront ist sehr gut sichtbar gegenüber dem Restbruch.

5.1.4 Probe 6.6; Legierungsvariante B; 17.36 MPa m^{0.5}, Luft; 90%rF; 20°C

Tabelle 7: Probe 6.6; Legierungsvariante B; 17.36 MPa m^{0.5}

	Probennummer	6.6	
	Probentyp	ASTM	
I	effektive Kerblänge	15.95	Mm
a Kerb_compliance	effektive Kerblänge über Compliancemethode	16.355	Mm
a pre_compliance	Anfangsrisslänge über Compliancemethode	18.907	Mm
B _N	Probendicke mit Seitenkerben (5 %)	16.128	Mm
a/W	für die Anfangsrisslänge	0.444	
R _{P0,2}	Streckgrenze	310	MPa
KIApp	Spannungsintensitätsfaktor (0.056*R _{P0,2})	17.36	MPa*m ^{0.5}
Startlast	benötigte Kraft für K _{IApp}	5560	N
Endlast	Kraft nach Versuchsende beim Wiederbelasten	4937	N
	Endlast / Startlast (%)	88.79	%
Auslagerung	90% rel. Luftfeuchte, 20°C, 90 Tage	x	
	H ₂ 100bar, 70PPM H ₂ 0, 20°C, 90 Tage		
a _{pre}	Mittelwert Anfangsrisslänge (REM)	20.125	Mm
a _{scc}	Mittelwert Versuchsrisslänge (REM)	21.176	Mm
apre	Mittelwert Anfangsrisslänge (Makro)	20.075	Mm
a _{scc}	Mittelwert Versuchsrisslänge (Makro)	21.215	Mm
a _A	Flächenäquivalent Anfangsrisslänge	19.623	Mm
Kı	tatsächlicher Spannungsintensitätsfaktor	19.222	MPa*m ^{0.5}
	a _{SCC} - a _{pre}	1.051	
	KI / KIAPP	1.11	
I	a _{SCC} - a _{pre} ≤ 0,16mm K _I < K _{IAPP} (invalid)		
11	a _{SCC} - a _{pre} ≤ 0,16mm K _I ≥ K _{IAPP} (pass)		
III	$a_{SCC} - a_{pre} > 0,16mm K_I \le K_{IAPP}$ (fail)		
IV	a _{SCC} - a _{pre} > 0,16mm K _I > K _{IAPP} (invalid)	x	



Bild 27:Probe 6.6 Makroaufnahme Rissfläche mit ausgemessenem Schwingriss und Rissfortschritt bei 25/50/75% der Probenbreite und Fläche des Schwingrisses.



Bild 28: Probe 6.6 Makroaufnahme Probenhälfte mit ausgemessener Länge von Lastangriffslinie bis zur erodierten Kerbe



Bild 29: Probe 6.6 Übergang transkristalliner Schwingriss (unten) zu Rissfortschritt mit Wabenstruktur(oben).

Probe 6.6 ist in Fall IV einzuordnen, ungültig. Der Rissfortschritt ist größer als 0,16 mm ebenso ist K_I größer als K_{IApp}. In Bild 27 sind der Schwingriss und der Rissfortschritt gut zu erkennen. Bild 29 zeigt deutlich den Übergang vom transkristalliner Schwingriss mit Schwingstreifen (untere Hälfte) zum duktilen Rissfortschritt mit Wabenstruktur (obere Hälfte).

5.1.5 Probe 1; Legierungsvariante C; 17.36 MPa m^{0.5}, Luft; 90%rF; 20°C

Tabelle 8: Probe 1; Legierungsvariante C; 17.36 MPa m^{0.5}

	Probennummer	1	
	Probentyp	DIN EN ISO	
I	effektive Kerblänge	13.647	mm
a Kerb_compliance	effektive Kerblänge über Compliancemethode	13.642	mm
a pre_compliance	Anfangsrisslänge über Compliancemethode	15.794	mm
B _N	Probendicke mit Seitenkerben (5 %) 16.229		mm
a/W	für die Anfangsrisslänge	0.298	
R _{P0,2}	Streckgrenze	310	MPa
KIApp	Spannungsintensitätsfaktor (0.056*R _{P0,2})	17.36	MPa*m ^{0.5}
Startlast	benötigte Kraft für K _{IApp}	8770	Ν
Endlast	Kraft nach Versuchsende beim Wiederbelasten	8602	N
	Endlast / Startlast (%)	98.08	%
Auslagerung	90 % rel. Luftfeuchte, 20°C, 90 Tage	Х	
	H ₂ 100bar, 70PPM H ₂ 0, 20°C, 90 Tage		
a _{pre}	Mittelwert Anfangsrisslänge (REM)	nicht auswertbar	mm
a _{scc}	Mittelwert Versuchsrisslänge (REM)	nicht auswertbar	mm
a _{pre}	Mittelwert Anfangsrisslänge (Makro)	nicht auswertbar	mm
a _{scc}	Mittelwert Versuchsrisslänge (Makro)	nicht auswertbar	mm
a _A	Flächenäquivalent Anfangsrisslänge	nicht auswertbar	mm
Kı	tatsächlicher Spannungsintensitätsfaktor	nicht auswertbar	MPa*m ^{0.5}
	a _{SCC} - a _{pre}	-	
	KI / KIAPP	-	
I	a _{SCC} - a _{pre} ≤ 0,16 mm K _I < K _{IAPP} (invalid)		
11	a _{SCC} - a _{pre} ≤ 0,16 mm K _I ≥ K _{IAPP} (pass)		
111	$a_{SCC} - a_{pre} > 0,16 \text{ mm } K_I \le K_{IAPP}$ (fail)		
IV	a _{SCC} - a _{pre} > 0,16 mm K _I > K _{IAPP} (invalid)		





Bild 30: Probe 1 Makroaufnahme. Das Ende des Schwingriss ist nicht zu identifizieren.

Bild 31: Probe 1 Makroaufnahme. Gesamtansicht der Rissfläche mit restlichem Gewaltbruch

Probe 1 ist nicht auswertbar. Der Schwingriss vor der Auslagerung, möglicher Rissfortschritt und der Schwingriss nach der Auslagerung lassen sich sowohl in der Makroaufnahme (Bild 30) als auch im Rasterelektronenmikroskop nicht voneinander unterscheiden. Der Schwingriss hat zudem die Ebene der Seitenkerbe verlassen.

5.1.6 Probe 2; Legierungsvariante C; 17.36 MPa m^{0.5}, Luft; 90%rF; 20°C

Tabelle 9: Probe 2; Legierungsvariante C; 17.36 MPa m^{0.5}

	Probennummer	2	
	Probentyp	DIN EN ISO	
I	effektive Kerblänge	13.666	mm
a Kerb_compliance	effektive Kerblänge über Compliancemethode	13.647	mm
a pre_compliance	Anfangsrisslänge über Compliancemethode	16.0286	mm
B _N	Probendicke mit Seitenkerben (5 %) 16.217		mm
a/W	für die Anfangsrisslänge 0.298		
R _{P0,2}	Streckgrenze 310		MPa
KIApp	Spannungsintensitätsfaktor (0.056*R _{P0,2})	17.36	MPa*m ^{0.5}
Startlast	benötigte Kraft für K _{IApp}	8660	Ν
Endlast	Kraft nach Versuchsende beim Wiederbelasten	8485	N
	Endlast / Startlast (%)	97.98	%
Auslagerung	90 % rel. Luftfeuchte, 20 °C, 90 Tage	Х	
	H ₂ 100 bar, 70 PPM H ₂ 0, 20 °C, 90 Tage		
a _{pre}	Mittelwert Anfangsrisslänge (REM)	nicht auswertbar	mm
a _{scc}	Mittelwert Versuchsrisslänge (REM)	nicht auswertbar	mm
a _{pre}	Mittelwert Anfangsrisslänge (Makro)	nicht auswertbar	mm
a _{scc}	Mittelwert Versuchsrisslänge (Makro)	nicht auswertbar	mm
a _A	Flächenäquivalent Anfangsrisslänge	nicht auswertbar	mm
Kı	tatsächlicher Spannungsintensitätsfaktor	nicht auswertbar	MPa*m ^{0.5}
	a _{SCC} - a _{pre}	-	
	KI / KIAPP	-	
I	a _{SCC} - a _{pre} ≤ 0,16 mm K _I < K _{IAPP} (invalid)		
II	a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16 \text{ mm } K_I \ge K_{IAPP} \text{ (pass)}$		
Ш	a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16 \text{ mm } K_I \le K_{IAPP}$ (fail)		
IV	a_{SCC} - a_{pre} > 0,16 mm K _I > K _{IAPP} (invalid)		

Berichts-Nr.: **9040010000_rev1** Seite 37 von 64 Textseiten



Bild 32: Probe 2 Makroaufnahme Schwingriss vor und nach der Auslagerung, Restbruch.



Bild 33: Probe 2 Gesamtansicht Schwingriss vor und nach der Auslagerung, Restbruch.

Analog zu Probe 1 ist Probe 2 nicht auswertbar.

5.2 Auslagerung: Wasserstoff; 70PPM H₂0; 100bar, 20°C (19.04.2023 – 18.07.2023)

5.2.1 Probe 5.b; Legierungsvariante A; 11.37 MPa $m^{0.5}$; H₂ mit 70 ppm H₂O; 100bar, RT

Tabelle 10: Probe 5.b; Legierungsvariante A; 11.37 MPa m^{0.5}

	Probennummer	5.b	
	Probentyp	ASTM	
I	effektive Kerblänge 16.038		mm
aKerb_compliance	effektive Kerblänge über Compliancemethode	16.026	mm
apre_compliance	Anfangsrisslänge über Compliancemethode	18.146	mm
B _N	Probendicke mit Seitenkerben (5 %) 16.192		mm
a/W	für die Anfangsrisslänge 0.446		
R _{P0,2}	Streckgrenze 203		MPa
KIApp	Spannungsintensitätsfaktor (0.056*R _{P0,2})	11.368	MPa*m ^{0.5}
Startlast	benötigte Kraft für K _{IApp} 3860		N
Endlast	Kraft nach Versuchsende beim Wiederbelasten	3765	N
	Endlast / Startlast (%)	97.54	%
Auslagerung	90% rel. Luftfeuchte, 20°C, 90 Tage		
	H ₂ 100bar, 70PPM H ₂ 0, 20°C, 90 Tage	х	
apre	Mittelwert Anfangsrisslänge (REM)	nicht auswertbar	mm
ascc	Mittelwert Versuchsrisslänge (REM)	nicht auswertbar	mm
apre	Mittelwert Anfangsrisslänge (Makro)	19.092	mm
a _{scc}	Mittelwert Versuchsrisslänge (Makro)	19.092	mm
a _A	Flächenäquivalent Anfangsrisslänge		mm
Kı	tatsächlicher Spannungsintensitätsfaktor	12.213	MPa*m ^{0.5}
	a _{SCC} - a _{pre}	0	
	KI / KIAPP	1.07	
I	a _{SCC} - a _{pre} ≤ 0,16mm K _I < K _{IAPP} (invalid)		
Ш	a _{SCC} - a _{pre} ≤ 0,16mm K _I ≥ K _{IAPP} (pass)	х	
III	$a_{SCC} - a_{pre} > 0,16mm K_I \le K_{IAPP}$ (fail)		
IV	a_{SCC} - a_{pre} > 0,16mm K _I > K _{IAPP} (invalid)		





Bild 34: Probe 5.b Makroaufnahme Bruchfläche mit ausgemessenem Schwingriss bei 25/50/75% der Probenbreite



Bild 36: Probe 5.b, Detail aus dem Übergangsbereich Bild 34 Schwingriss vor und nach der Auslagerung Bild 35: Probe 5.b Makroaufnahme Probenhälfte mit ausgemessener Länge von Lastangriffslinie bis zur erodierten Kerbe



Bild 37: Probe 5.b, Detail Schwingriss vor (Ausschnitt II)und nach der Auslagerung aus(Ausschnitt I) aus Bild 36



Bild 38: Probe 5.b, Detail I Schwingriss nach der Auslagerung aus Bild 37

Bild 39: Probe 5.b, Detail II Schwingriss vor der Auslagerung aus Bild 37

Probe 5.b ist in Fall II einzuordnen. Der Schwingriss besteht aus einem hellen Bereich unten und einem dunkleren Bereich darüber, siehe Bild 34. Die Ursache hierfür konnte im Rahmen der vorliegenden Untersuchungen nicht ermittelt werden. Der markierte Bereich in Bild 34 zwischen Schwingriss vor der Auslagerung und Schwingriss nach der Auslagerung wurde im Rasterelektronenmikroskop detailliert betrachtet (Bild 36). In Bild 38 und Bild 39 ist zu erkennen das es keinen Unterschied in der Struktur der beiden Schwingrisse gibt und dementsprechend die Anfangsrisslänge im Rasterelektronenmikroskop nicht ermittelt werden kann.

5.2.2 Probe 5.5; Legierungsvariante A; 11.37 MPa $m^{0.5}$; H₂ mit 70 ppm H₂O; 100bar, RT

Probennummer 5.5 ASTM Probentyp effektive Kerblänge 16.01 L mm effektive Kerblänge über Compliancemethode 16 mm aKerb_compliance Anfangsrisslänge über Compliancemethode 18.235 mm apre_compliance 16.052 ΒN Probendicke mit Seitenkerben (5 %) mm a/W für die Anfangsrisslänge 0.444 203 MPa **R**_{P0,2} Streckgrenze 11.368 MPa*m^{0.5} **K**IApp Spannungsintensitätsfaktor (0.056*R_{P0,2}) Ν Startlast benötigte Kraft für KIApp 3850 Ν Endlast Kraft nach Versuchsende beim Wiederbelasten 3748 Endlast / Startlast (%) 97.35 % 90% rel. Luftfeuchte, 20°C, 90 Tage Auslagerung H₂100bar, 70PPM H₂0, 20°C, 90 Tage Х Mittelwert Anfangsrisslänge (REM) nicht auswertbar mm apre Mittelwert Versuchsrisslänge (REM) nicht auswertbar mm ascc Mittelwert Anfangsrisslänge (Makro) 19.242 mm apre Mittelwert Versuchsrisslänge (Makro) 19.242 mm ascc Flächenäquivalent Anfangsrisslänge mm a_A Κı tatsächlicher Spannungsintensitätsfaktor 12.301 MPa*m^{0.5} 0 a_{SCC} - a_{pre} 1.08 KI / KIAPP L a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16$ mm K_I < K_{IAPP} (invalid) Ш a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16$ mm K_I \ge K_{IAPP} (pass) Х Ш a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16mm K_I \le K_{IAPP}$ (fail) a_{SCC} - a_{pre} > 0,16mm K_I > K_{IAPP} (invalid) IV

Tabelle 11: Probe 5.5; Legierungsvariante A; 11.37 MPa m^{0.5}



Bild 40: Probe 5.5 Makroaufnahme Bruchfläche mit ausgemessenem Schwingriss bei 25/50/75% der Probenbreite

Bild 41: Probe 5.5 Makroaufnahme Probenhälfte mit ausgemessener Länge von Lastangriffslinie bis zur erodierten Kerbe

Bild 42: Probe 5.5, Detail aus dem Übergangsbereich Bild 40 Schwingriss vor und nach der Auslagerung

Bild 43: Probe 5.5, Detail Schwingriss vor und nach der Auslagerung aus Bild 42

Probe 5.5 liefert das gleiche Ergebnis wie Probe 5.b, Fall II. Analog zu Probe 5.b ist eine Auswertung der Risslänge nur in der Makroaufnahme möglich. Im Rasterelektronenmikroskop lässt sich die Länge des zyklischen Risswachstum vor der Auslagerung nicht von dem zyklischen Risswachstum, welches nach der Auslagerung eingebracht wurde, differenzieren.

5.2.3 Probe 6.b; Legierungsvariante B; 17.36 MPa m^{0.5}; H₂ mit 70 ppm H₂O; 100bar, RT 20°C

Probennummer 6.b ASTM Probentyp effektive Kerblänge 16.044 L mm effektive Kerblänge über Compliancemethode 16.032 mm aKerb_compliance Anfangsrisslänge über Compliancemethode 18.153 mm apre_compliance 16.185 ΒN Probendicke mit Seitenkerben (5 %) mm a/W für die Anfangsrisslänge 0.446 310 MPa **R**_{P0,2} Streckgrenze 17.36 MPa*m^{0.5} **K**IApp Spannungsintensitätsfaktor (0.056*R_{P0,2}) Ν Startlast benötigte Kraft für KIApp 5900 Ν Endlast Kraft nach Versuchsende beim Wiederbelasten 5259 Endlast / Startlast (%) 89.14 % 90% rel. Luftfeuchte, 20°C, 90 Tage Auslagerung H₂100bar, 70 PPM H₂0, 20°C, 90 Tage Х Mittelwert Anfangsrisslänge (REM) 19.702 mm apre Mittelwert Versuchsrisslänge (REM) 20.505 mm ascc Mittelwert Anfangsrisslänge (Makro) 19.835 mm apre Mittelwert Versuchsrisslänge (Makro) 20.748 mm ascc Flächenäquivalent Anfangsrisslänge mm a_A Κı tatsächlicher Spannungsintensitätsfaktor MPa*m^{0.5} 19.742 a_{SCC} - a_{pre} 0.803 1.14 KI / KIAPP L a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16$ mm K_I < K_{IAPP} (invalid) Ш a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16$ mm K_I \ge K_{IAPP} (pass) Ш a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16mm K_I \le K_{IAPP}$ (fail) a_{SCC} - a_{pre} > 0,16mm K_I > K_{IAPP} (invalid) IV Х

Tabelle 12: Probe 6.b; Legierungsvariante B; 17.36 MPa m^{0.5}

Bild 44: Probe 6.b Makroaufnahme Rissfläche mit ausgemessenem Schwingriss und Rissfortschritt bei 25/50/75% der Probenbreite

Bild 45: Probe 6.b Makroaufnahme einer Probenhälfte mit ausgemessener Länge von der Lastangriffslinie bis zur erodierten Kerbe

Bild 46: Probe 6.b, Detail aus dem Übergang des Schwingriss vor der Auslagerung zum Rissfortschritt zum Schwingriss nach der Auslagerung

Berichts-Nr.: **9040010000_rev1** Seite 45 von 64 Textseiten

Bild 47: Probe 6.b, Detail I Bild 46, Übergang Rissfortschritt zum Schwingriss nach der Auslagerung

Bild 48: Probe 6.b, Detail II Bild 31, Übergang Schwingriss vor der Auslagerung zum Rissfortschritt

Probe 6.b ist in Fall IV einzuordnen, ungültig. Der Rissfortschritt ist größer als 0,16 mm ebenso ist K_I größer als K_{IApp}. In Bild 44 sind der Schwingriss und der Rissfortschritt gut zu erkennen. Bild 48 zeigt deutlich den Übergang vom transkristallinen Schwingriss vor der Auslagerung (untere Hälfte) zum duktilen Rissfortschritt mit Wabenstruktur (obere Hälfte). Bild 47 zeigt den Übergang vom Rissfortschritt zum Schwingriss nach der Auslagerung.

5.2.4 Probe 6.c; Legierungsvariante B; 17.36 MPa m^{0.5}; H₂ mit 70 ppm H₂O; 100bar, RT

Probennummer 6.c ASTM Probentyp effektive Kerblänge 16.05 L mm effektive Kerblänge über Compliancemethode 16.044 mm aKerb_compliance Anfangsrisslänge über Compliancemethode 17.842 mm apre_compliance ΒN Probendicke mit Seitenkerben (5 %) mm a/W für die Anfangsrisslänge 0.446 310 MPa **R**_{P0,2} Streckgrenze 17.36 MPa*m^{0.5} **K**IApp Spannungsintensitätsfaktor (0.056*R_{P0,2}) Ν Startlast benötigte Kraft für KIApp 6040 Ν Endlast Kraft nach Versuchsende beim Wiederbelasten 4716 Endlast / Startlast (%) % 78.08 90 % rel. Luftfeuchte, 20 °C, 90 Tage Auslagerung H₂100 bar, 70PPM H₂0, 20 °C, 90 Tage Х Mittelwert Anfangsrisslänge (REM) 20.186 mm apre Mittelwert Versuchsrisslänge (REM) 21.524 mm ascc Mittelwert Anfangsrisslänge (Makro) 20.065 mm apre Mittelwert Versuchsrisslänge (Makro) 21.982 mm ascc Flächenäquivalent Anfangsrisslänge mm a_A Κı tatsächlicher Spannungsintensitätsfaktor MPa*m^{0.5} 20.986 1.338 a_{SCC} - a_{pre} 1.21 KI / KIAPP a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16 \text{ mm } K_I < K_{IAPP}$ (invalid) L Ш a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16 \text{ mm } K_I \ge K_{IAPP} \text{ (pass)}$ Ш a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16 \text{ mm } K_I \le K_{IAPP}$ (fail) IV a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16 \text{ mm } K_I > K_{IAPP}$ (invalid) Х

Tabelle 13: Probe 6.c; Legierungsvariante B; 17.36 MPa m^{0.5}

Bild 49: Probe 6.c Makroaufnahme Rissfläche mit ausgemessenem Schwingriss und Rissfortschritt bei 25/50/75% der Probenbreite.

Bild 51: Probe 6.c, Detail I aus Bild 49 . Übergang Schwingriss zum Rissfortschritt Bild 50: Probe 6.c Makroaufnahme Probenhälfte mit ausgemessener Länge von Lastangriffslinie bis zur erodierten Kerbe

Bild 52: Probe 6.c, Detail II aus Bild 49. Übergang Rissfortschritt zum Schwingriss nach der Auslagerung ist nicht sichtbar

Berichts-Nr.: **9040010000_rev1** Seite 48 von 64 Textseiten

Bild 53: Probe 6.c, Detail aus Bild 51. Übergang Schwingriss zum Rissfortschritt

Bild 54: Probe 6.c, Detail aus Bild 52. Übergang Rissfortschritt zum Schwingriss nach der Auslagerung ist nicht sichtbar

Bild 56: Probe 6.c, Detail aus Bild 54. Übergang Rissfortschritt zum Schwingriss nach der Auslagerung ist nicht sichtbar

Analog zu Probe 6.b ist Probe 6.c in Fall IV einzuordnen. Der Rissfortschritt ist deutlich ausgeprägter als bei Probe 6.c. Schwingriss, Rissfortschritt, Schwingriss nach der Auslagerung und Restbruch sind optisch sehr gut zu unterscheiden. Auffällig ist das der Schwingriss auf der rechten Seite (Bild 49) nicht auf der Breite der Probe austritt. Im Rasterelektronenmikroskop ist der Übergang von Schwingriss zu Rissfortschritt deutlich zu erkennen (Bild 51, Bild 53 und Bild 55). Der Übergang vom Rissfortschritt zum Schwingriss nach der Auslagerung ist in Bild 52, Bild 54 und Bild 56 nicht sichtbar. In Bild 55 ist der Übergang vom transkristallinem Schwingriss zum duktilen Rissfortschritt mit Wabenstruktur gut sichtbar.

5.2.5 Probe 3; Legierungsvariante C; 17.36 MPa $m^{0.5}$; H₂ mit 70 ppm H₂O; 100bar, RT

3 Probennummer **DIN EN ISO** Probentyp effektive Kerblänge 13.693 L mm effektive Kerblänge über Compliancemethode 13.684 mm aKerb_compliance Anfangsrisslänge über Compliancemethode 16.657 mm apre_compliance 16.206 ΒN Probendicke mit Seitenkerben (5 %) mm a/W für die Anfangsrisslänge 0.299 310 MPa **R**_{P0,2} Streckgrenze 17.36 MPa*m^{0.5} **K**IApp Spannungsintensitätsfaktor (0.056*R_{P0,2}) Ν Startlast benötigte Kraft für KIApp 8390 Ν Endlast Kraft nach Versuchsende beim Wiederbelasten 8083 Endlast / Startlast (%) % 96.34 90% rel. Luftfeuchte, 20 °C, 90 Tage Auslagerung H₂100 bar, 70 PPM H₂0, 20 °C, 90 Tage Х Mittelwert Anfangsrisslänge (REM) nicht auswertbar mm apre Mittelwert Versuchsrisslänge (REM) nicht auswertbar mm ascc Mittelwert Anfangsrisslänge (Makro) nicht auswertbar mm apre Mittelwert Versuchsrisslänge (Makro) nicht auswertbar mm ascc Flächenäquivalent Anfangsrisslänge nicht auswertbar mm a_A Κı tatsächlicher Spannungsintensitätsfaktor nicht auswertbar MPa*m^{0.5} ascc - apre KI / KIAPP _ L a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16 \text{ mm } K_I < K_{IAPP}$ (invalid) Ш a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16 \text{ mm } K_I \ge K_{IAPP} (pass)$ ш a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16 \text{ mm } K_I \le K_{IAPP}$ (fail) IV a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16 \text{ mm } K_I > K_{IAPP}$ (invalid)

Tabelle 14: Probe 3; Legierungsvariante C; 17.36 MPa m^{0.5}

Berichts-Nr.: **9040010000_rev1** Seite 50 von 64 Textseiten

Bild 58: Probe 3 Detail aus Bild 57.

Bild 59: Probe 3 Detail I aus Bild 58.

Bild 61: Probe 3 Detail aus Bild 59

Bild 60: Probe 3 Detail II aus Bild 58

Bild 62: Probe 3 Detail aus Bild 60

Probe 3 kann nicht ausgewertet werden. Ein Rissfortschritt lässt sich weder in der Makroaufnahme noch im Rasterelektronenmikroskop identifizieren. Die Schwingstreifen lassen sich im Rasterelektronenmikroskop eindeutig erkennen, Bild 59 und Bild 60. Der Schwingriss vor der Auslagerung, möglicher Rissfortschritt und der Schwingriss nach der Auslagerung lassen sich sowohl in der Makroaufnahme (Bild 57) als auch im Rasterelektronenmikroskop (Bild 58 - Bild 62) nicht voneinander unterscheiden.

5.2.6 Probe 4; Legierungsvariante C; 17.36 MPa $m^{0.5}$; H₂ mit 70 ppm H₂O; 100bar, RT

4 Probennummer **DIN EN ISO** Probentyp effektive Kerblänge 13.678 L mm effektive Kerblänge über Compliancemethode 13.675 mm aKerb_compliance Anfangsrisslänge über Compliancemethode 16.153 mm apre_compliance 16.255 ΒN Probendicke mit Seitenkerben (5 %) mm a/W für die Anfangsrisslänge 0.298 310 MPa **R**_{P0,2} Streckgrenze 17.36 MPa*m^{0.5} **K**IApp Spannungsintensitätsfaktor (0.056*R_{P0,2}) Ν Startlast benötigte Kraft für KIApp 8640 Ν Endlast Kraft nach Versuchsende beim Wiederbelasten 8540 % Endlast / Startlast (%) 98.84 90% rel. Luftfeuchte, 20 °C, 90 Tage Auslagerung H₂100 bar, 70 PPM H₂0, 20 °C, 90 Tage Х Mittelwert Anfangsrisslänge (REM) nicht auswertbar mm apre Mittelwert Versuchsrisslänge (REM) nicht auswertbar mm ascc Mittelwert Anfangsrisslänge (Makro) nicht auswertbar mm apre Mittelwert Versuchsrisslänge (Makro) nicht auswertbar mm ascc Flächenäquivalent Anfangsrisslänge nicht auswertbar mm a_A Κı tatsächlicher Spannungsintensitätsfaktor nicht auswertbar MPa*m^{0.5} ascc - apre KI / KIAPP _ L a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16 \text{ mm } K_I < K_{IAPP}$ (invalid) Ш a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16 \text{ mm } K_I \ge K_{IAPP} (pass)$ ш a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16 \text{ mm } K_I \le K_{IAPP}$ (fail) IV a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16 \text{ mm } K_I > K_{IAPP}$ (invalid)

Tabelle 15: Probe 4; Legierungsvariante C; 17.36 MPa m^{0.5}

Berichts-Nr.: **9040010000_rev1** Seite 53 von 64 Textseiten

Bild 64: Probe 4, Detail aus Bild 63.

Bild 65: Probe 4, Detail I aus Bild 64.

Bild 66: Probe 4, Detail II aus Bild 64.

Bild 67: Probe 4, Detail aus Bild 65.

Bild 68: Probe 4, Detail aus Bild 66.

Probe 4 kann analog zu Probe 3 nicht ausgewertet werden. Ein Rissfortschritt lässt sich weder in der Makroaufnahme noch im Rasterelektronenmikroskop identifizieren. Die Schwingstreifen lassen sich im Rasterelektronenmikroskop eindeutig erkennen, Bild 65 und Bild 66. Der Schwingriss vor der Auslagerung, möglicher Rissfortschritt und der Schwingriss nach der Auslagerung lassen sich sowohl in der Makroaufnahme (Bild 63) als auch im Rasterelektronenmikroskop (Bild 64 - Bild 68) nicht voneinander unterscheiden.

5.3 Probe 5; Legierungsvariante C; Überprüfung des Schwingrisses

Tabelle 16: Probe 5; Legierungsvariante C

	Probennummer	5	
	Probentyp	DIN EN ISO	
I	effektive Kerblänge	13.728	mm
a Kerb_compliance	effektive Kerblänge über Compliancemethode	13.725	mm
a pre_compliance	Anfangsrisslänge über Compliancemethode	16.296	mm
B _N	Probendicke mit Seitenkerben (5 %)	16.24	mm
a/W	für die Anfangsrisslänge	0.299	
R _{P0,2}	Streckgrenze	310	MPa
KIApp	Spannungsintensitätsfaktor (0.056*R _{P0,2})	17.36	MPa*m ^{0.5}
Startlast	benötigte Kraft für K _{IApp}		Ν
Endlast	Kraft nach Versuchsende beim Wiederbelasten		Ν
	Endlast / Startlast (%)		%
	90 % rel. Luftfeuchte, 20 °C, 90 Tage		
Auslagerung	H ₂ 100 bar, 70 PPM H ₂ 0, 20 °C, 90 Tage		
a _{pre}	Mittelwert Anfangsrisslänge (REM)		mm
a _{scc}	Mittelwert Versuchsrisslänge (REM)		mm
a _{pre}	Mittelwert Anfangsrisslänge (Makro)	17.381	mm
a _{scc}	Mittelwert Versuchsrisslänge (Makro)		mm
a _A	Flächenäquivalent Anfangsrisslänge		mm
K	tatsächlicher Spannungsintensitätsfaktor		MPa*m ^{0.5}
	a _{SCC} - a _{pre}	-	
	KI / KIAPP	-	
I	a _{SCC} - a _{pre} ≤ 0,16 mm K _I < K _{IAPP} (invalid)		
II	a_{SCC} - $a_{pre} \le 0,16 \text{ mm } K_I \ge K_{IAPP} \text{ (pass)}$		
III	a_{SCC} - $a_{pre} > 0,16 \text{ mm } K_I \le K_{IAPP}$ (fail)		
IV	a _{SCC} - a _{pre} > 0,16 mm K _I > K _{IAPP} (invalid)		

Bild 69: Probe 5 Makroaufnahme Rissfläche mit ausgemessenem Schwingriss bei 25/50/75% der Breite.

Probe 5 wurde als Reserveprobe nicht ausgelagert und im Anschluss an die Auslagerung aller anderen Proben nur mit dem initialen Schwingriss aufgebrochen. Der Schwingriss ist gegenüber dem Restbruch sehr gut zu erkennen und auswertbar.

6 Zusammenfassung der Ergebnisse und Ergebnisinterpretation

Im Projekt FAT II wurde ein Vergleich zwischen Spannungsrisskorrosionsversuchen an Legierungsvarianten von EN AW 6082A (Tabelle 1) nach HPIS E103: 2018 in feuchter Luft gegenüber feuchtem Wasserstoff angestrebt, siehe Tabelle 3. Der experimentelle Ablauf der Spannungsrisskorrosionsversuche basiert wesentlich auf dem Ablauf der im Vorgängerprojekt FAT I durchgeführten Versuche sowie den Abläufen der Normen: HPIS E 103:2018, DIN EN ISO 7539-6:2018, DIN EN ISO 7866:2021. Es wurden jeweils zwei Versuche je Legierungsvariante und Medium durchgeführt. Die Auswertung und Bewertung der Versuche erfolgte dabei entsprechend den Auswertekriterien der HPIS E103:2018, siehe Tabelle 2. Die Ergebnisse aus FAT II sind in Tabelle 17 zusammengestellt. Ein Vergleich der Ergebnisse zwischen den Projekte FAT I und FAT II ist in Tabelle 18 dargestellt.

Für die Auslagerung der Proben unter feuchter Wasserstoffatmosphäre wurde ein Autoklav gefertigt und erfolgreich in Betrieb genommen. Dieses System steht nun für weitere Untersuchungen zur Verfügung.

Für die Legierungsvariante A erzielten alle vier Versuche aus dem Projekt FAT II anhand der Auswertung der Risslängen und der Spannungsintensitätsfaktoren eine Einteilung in Klasse II nach HPIS E103: 2018 mit der "pass"-Beurteilung, siehe Tabelle 17. Sowohl für die Versuche in feuchter Luft als auch für die Versuche in feuchtem Wasserstoff konnte kein Risswachstum infolge der Auslagerung bei erfülltem Spannungsintensitätskriterium beobachtet werden. Basierend auf den Ergebnissen konnte kein Einfluss des Umgebungsmediums festgestellt werden. Anhand der Ergebnisse aus FAT I und FAT II hat die Legierung A die Qualifizierung (überwiegend) bestanden, siehe Tabelle 18.

Für die Legierungsvariante B erzielten alle vier Versuche aus Projekt FAT II anhand der Auswertung der Risslängen und der Spannungsintensitätsfaktoren eine Einteilung in Klasse IV nach HPIS E103: 2018 mit der "invalid"-Beurteilung, siehe Tabelle 17. Sowohl für die Versuche in feuchter Luft als auch für die Versuche in feuchtem Wasserstoff konnte Risswachstum bei übertroffenem Spannungsintensitätskriterium beobachtet werden. Da das Risswachstum sowohl unter feuchter Luft als auch unter feuchtem Wasserstoff beobachtet wurde, konnte hier ebenfalls kein Einfluss des Umgebungsmediums festgestellt werden. Anhand der Ergebnisse aus FAT I und FAT II konnte die Legierung B weder nach HPIS E103:2018 qualifiziert noch disqualifiziert werden, da die Versuchsergebnisse trotz korrekter Durchführung nicht den Gültigkeitskriterien nach HPIS E103:2018 entsprachen, siehe Tabelle 18. Mögliche Ursachen hierfür sind:

Bei den Versuchsauswertungen der Rissflächen der Proben aus Legierungsvariante C konnte keine Einteilung in die nach Norm vorgegebenen Klassen erfolgen, da die verschiedenen Rissbereiche (Schwingriss vor der Auslagerung, Risswachstum und Schwingriss nach der Auslagerung) auf den Rissflächen weder im Lichtmikroskop noch im Rasterelektronenmikroskop unterschieden werden konnten, siehe Tabelle 17.

Obwohl keine Vergleichsuntersuchungen in trockener Luft oder reinem Wasserstoff durchgeführt wurden, wird häufig angenommen, dass bei diesen Legierungen unter trockener Luft bzw. reinem Wasserstoff kein Risswachstum auftreten kann, solange kritisches ein Spannungsintensitätskriterium nicht überschritten wird. Ausgehend von dieser Annahme, kann geschlussfolgert werden, dass Feuchtigkeit in Luft und Wasserstoff kein Risswachstum bei Legierungsvariante A bei eingehaltenem Spannungsintensitätskriterium verursacht. Bei Legierungsvariante B hingegen kann geschlussfolgert werden, dass die Feuchtigkeit verantwortlich für das Risswachstum bei eingehaltenem Spannungsintensitätskriterium ist. Unter der Annahme, dass Feuchtigkeit und eingehaltenes Spannungsintensitätskriterium für das Risswachstum erforderlich sind, kann auf Basis der durchgeführten Untersuchungen, der Schluss gezogen werden, dass Feuchtigkeit im Wasserstoff auch bereits zu einem Risswachstum führt.

Proben- nummer	Legierungs- variante	Prüfmedium	Risslänge	Spannungsinten- sitätskriterium	Klasse / Bewertung
5.6	А	feuchte Luft	a _{scc} - a _{pre} ≤ 0,16	Kı ≥ KIAPP	II / pass
5.b	А	feuchter Wasserstoff	a_{scc} - $a_{pre} \le 0,16$	Kı ≥ KIAPP	II / pass
5.5	А	feuchter Wasserstoff	a_{scc} - $a_{pre} \le 0,16$	Kı ≥ KIAPP	II / pass
5.a	А	feuchte Luft	a_{scc} - $a_{pre} \le 0,16$	Kı ≥ Kıapp	II / pass
6.a	В	feuchte Luft			Bruch beim belasten
6.b	В	feuchter Wasserstoff	a _{scc} - a _{pre} > 0,16	Ki > Kiapp	IV / invalid
6.c	В	feuchter Wasserstoff	a _{scc} - a _{pre} > 0,16	Ki > Kiapp	IV / invalid
6.6	В	feuchte Luft	$a_{scc} - a_{pre} > 0,16$	KI > KIAPP	IV / invalid
1	С	feuchte Luft			nicht auswertbar
2	С	fechte Luft			nicht auswertbar
3	С	feuchter Wasserstoff			nicht auswertbar
4	С	feuchter Wasserstoff			nicht auswertbar
5	С	Begutachtung Schwingriss			Reserve

Tabelle 17: Ergebnis

Legierungsvariante	Prüfmedium	Klasse / Bewertung	Projekt
A	feuchte Luft (20 °C, 90 % rF)	II / pass	FAT II
A	feuchte Luft (20 °C, 85 % rF)	I / invalid	FAT I
A	feuchte Luft (20 °C, 100 % rF)	II / pass	FAT I
A	feuchte Luft (30 °C, 85 % rF)	II / pass	FAT I
A	feuchte Luft (30 °C, 100 % rF)	II / pass	FAT I
A	feuchter Wasserstoff	II / pass	FAT II
В	feuchte Luft (20 °C, 90 % rF)	IV / invalid	FAT II
В	feuchte Luft (20 °C, 85 % rF)	III / fail	FAT I
В	feuchte Luft (20 °C, 100 % rF)	III / fail	FAT I
В	feuchte Luft (30 °C, 85 % rF)	III / fail	FAT I
В	feuchte Luft (30 °C, 100 % rF)	III / fail	FAT I
В	feuchter Wasserstoff	IV / invalid	FAT II

Tabelle 18: Vergleich Ergebnisse FAT I und FAT II

7 Einflussfaktoren und Empfehlungen

7.1 Einflussfaktoren auf das Ergebnis

Aus den durchgeführten Versuchen lässt sich nur bedingt ein Einfluss der Legierungsbestandteile auf das Ergebnis ableiten. Vorranging aufgrund der unterschiedlichen Probengeometrie und dem damit unterschiedlichen aufgebrachten elastischen Spannungsintensitätsfaktoren K_{IAPP} bei der Versuchsdurchführung. In den folgenden Kapiteln werden die Einflussfaktoren auf das Ergebnis weiter ausgeführt.

7.1.1 Fehlender Grenzwert für Spannungsrisskorrosion für das Medium

Das angewandte Vorgehen in Anlehnung an FAT I und nach HPIS E103: 2018 lässt keine allgemeine Aussage über den Widerstand gegen Spannungsrisskorrosion der Legierungsvarianten in unterschiedlichen Medien zu. Der Rissintensitätsfaktor K_{IA} zur Belastung der Proben wird über die Streckgrenze berechnet. Für die Überprüfung des Medieneinflusses ist es aber notwendig den Grenzwert des Spannungsintensitätsfaktors für Spannungsrisskorrosion des Werkstoffes in einem der Prüfmedien zu kennen. Bei Erreichen des kritischen Rissintensitätsfaktors tritt Risswachstum auch ohne korrosive Atmosphäre auf. In einem solchen Fall erscheint eine 90-tägige Auslagerung zur Ermittlung der Spannungskorrosionsanfälligkeit als nicht effizient und abschließend kaum interpretierbar. Es wird empfohlen eine alternative Methodik, wie eine definierte Reduzierung des K_{IAPP} anzugeben. Elastisch-plastisches Werkstoffverhalten sollte ebenfalls berücksichtigt werden. Ebenso sollten Versuche zur Ermittlung des Grenzwerts des Spannungsintensitätsfaktors in Luft durchgeführt werden.

7.1.2 Unterschiede bei der Bestimmung von KIAPP

Zwischen HPIS E103:2018 und DIN EN ISO-7866:2021 besteht ein Unterschied in der Bestimmung von KIAPP, die nachfolgend erläutert wird.

Nach HPIS E103:2018 wird $K_{IAPP} = 0,056 \sigma_{0.2}$ berechnet, verweist allerdings auf "B.6.2 of ISO 7866:2012"

Nach DIN EN ISO 7866: 2012 wird $K_{IAPP} = 0,056 R_{egSLC}$ berechnet.

- σ_{0,2}: Mittelwert der Streckgrenze für zwei Proben der geprüften Gasflasche HPIS E 103:2018
- R_{eSLC}: Mittelwert der Streckgrenze f
 ür zwei Proben der gepr
 üften Gasflasche DIN EN ISO 7866: 2021
- R_{eg}: garantierte Streckgrenze der Gasflasche DIN EN ISO 7866: 2021

 SLC: Rissbildung unter Dauerbeanspruchung (sustained-load cracking) DIN EN ISO 7866: 2021

Der Spannungsintensitätsfaktor K_{IAPP} wird nach DIN EN ISO 7866: 2021, auf die in der HPIS E103:2018 verwiesen wird, mit der garantierten Mindeststreckgrenze berechnet und nicht mit dem Mittelwert der Streckgrenze für zwei Proben wie in HPIS E103:2018 angegeben.

$$\sigma_{0,2} = \mathsf{R}_{\mathsf{eSLC}} \neq \mathsf{R}_{\mathsf{eg}}$$

Es findet nach HPIS E103:2018 keine Absicherung der Spannungsrisskorrosion gegen den garantierten, für das Bauteil nötigen, Mindestwert der Streckgrenze statt, sondern gegen die aus dem Zugersuch ermittelte maximale Streckgrenze der geprüften Charge der Legierung. Dies führt zudem für Legierungen mit höherer Streckgrenze zu höheren Anforderungen und verhindert einen Vergleich unterschiedlicher Legierungen gegen die gleiche Mindestanforderung. So könnte beispielsweise Legierung B bei einem K_{IAPP} von Legierung A auch noch keinen Rissfortschritt zeigen und könnte demnach unter ähnlicher Belastung wie Legierung A verwendet werden. Aus HPIS E103:2018 und DIN EN ISO 7866: 2021 geht zudem nicht hervor weshalb 5.6 % der Streckgrenze dem Spannungsintensitätsfaktors KIAPP entsprechen sollen.

7.1.3 Diskussion Rissfortschritt Legierung B nicht durch Spannungsrisskorrosion

Der Rissfortschritt bei den Proben der Legierung B zeigt eine Wabenstruktur. Dies ist typisch für einen duktilen Gewaltbruch. Für Aluminiumlegierungen wird in der Literatur (Ostermann, F.; 2007; Kapitel 5.4.3) hingegen intekristallines Risswachstum beim Auftreten von Spannungsrisskorrosion in aggressiven Medien beschrieben. Die HPIS E103:2018 ordnet die Proben der Legierung B mit K_I > K_{IAPP} bei zu hohem Risswachstum in die Kategorie IV / ungültig ein und empfiehlt eine erneute Prüfung mit geringerem K_I. Diese Erkenntnis deckt sich mit den Beobachtungen bei den Proben der Legierung B.

7.1.4 Bestimmung Anfangsrisslänge und Rissfortschritt

Bei allen Versuchen wurde die Anfangsrisslänge zu gering errechnet. Ergebnisse sind zudem als ungültig zu betrachten, wenn die Anfangsrisslänge nicht richtig bestimmt werden kann. Nach HPIS E103:2018 werden Versuche mit Rissfortschritt < 0,16 mm ungültig, wenn die Anfangsrisslänge zu kurz angenommen wird, Versuche mit Rissfortschritt > 0,16 mm werden ungültig, wenn die Anfangsrisslänge zu lang angenommen wird. Eine ungenügende Bestimmung der Anfangsrisslänge resultiert in einer zu hohen Abweichung des K_I Wertes. Entscheidende Einflussfaktoren auf die Berechnung der Anfangsrisslänge sind die verwendete Probenbreite B, B_n, B_{eff}.. B geht in die berechnete Compliance ein, B_{eff} in die Berechnung der benötigten Kraft für das gewählte K_{IApp}. Eine Verwendung unterschiedlicher Probenbreite bei gekerbten Proben, auch hinsichtlich der Übereinstimmung mit dem Geometriefaktor Y und dem Wert für die Nachgiebigkeit EBV_{LL}/P, kann zu Abweichungen in der Bestimmung der Anfangsrisslänge a_{pre} führen. Für den Geometriefaktor Y und die Nachgiebigkeitskennlinie bei WOL Proben wird in der DIN EN ISO 7539-6, Seite 26 Bild 11 und Seite 36 Kapitel 7.5.3 empfohlen spezifische Kalibrierkurven für die elastische Nachgiebigkeit, oder eine empirische Nachgiebigkeitskalibrierung zu verwenden. Verfahrenstechnische Gründe für die ungenaue Annahme der Anfangsrisslänge können das Tunneln der Rissfront und die Auswertung der Risslänge an nur drei Stellen sein. Beide Faktoren können Einfluss auf die Compliance haben die experimentell aus der Anfangsrisslänge oder der Risslänge am Versuchsende ermittelt werden.

Die Anfangsrisslänge konnte bei keiner der geprüften Proben der Legierungsvariante C an der aufgebrochenen Bruchfläche bestimmt werden. Das Vorgehen des weiteren zyklischen Rissfortschritts des Ermüdungsrisses nach der Auslagerung (HPIS E103:2018, Kapitel 7.4.1 b) führte zu einem weder lichtmikroskopisch noch elektronenmikroskopisch erkennbaren Übergang zwischen dem Schwingriss vor und nach der Auslagerung. Die statisch aufgebrochene Probe 5 (Bild 69) zeigt den vorhandenen Schwingriss hingegen deutlich. Die Unterscheidung der Rissflächenbereiche "Schwingriss vor der Auslagerung", "Rissfortschritt", "Schwingriss nach der Auslagerung" ist bei der Legierungsvarianten EN AW 6082A demnach als nicht eindeutig zu betrachten. Entgegen der HPIS E103:2018 wird zur besseren Sichtbarkeit/Unterscheidbarkeit der Übergänge ein Aufbrechen der Probe vorgeschlagen.

Eine Ergänzung zum Ausmessen der Rissflächen zur Bestimmung des Rissfortschrittes nach dem Versuch kann der Vergleich der Compliance vor dem Einbringen des Startrisses, mit Startriss und nach Versuchsende sein, da die Compliance von der Risslänge abhängig ist. Anhand einer optimierten rechnerischen Ermittlung der Risslänge auf Basis der Compliance ist eine Vorhersage des Rissfortschrittes theoretisch möglich. Die Qualität der Vorhersagen und die nötigen Rahmenbedingungen müssen noch empirisch und experimentell ermittelt werden.

7.1.5 Probengeometrie

Die Verwendung unterschiedlicher Probengeometrie zwischen den Legierungsvarianten A/B und C erschwert den Vergleich der Ergebnisse. Die Notwendigkeit der Umrechnung auf die Lastangriffslinie (Bild 7) als auch die geringe effektive Kerblänge (Bild 5) bei Legierungsvariante C führen zu einer geringeren Wegänderung in der Lastangriffslinie und damit einer größeren Abweichungen der errechneten Risslänge bei geringfügigen Wegänderungen des Clip-on aufgrund der Genauigkeit des Clip-on. Die Bestimmung der Risslänge über die Compliancemessung der Legierungsvariante C kann durch Inhomogenitäten und eine Anisotropie des Bauteils beeinflusst sein (Bild 30). In diesem Zusammenhang könnten vergleichende Versuche mit senkrecht zur Walzrichtung orientierter Rissfortschrittsrichtung weitere Erkenntnisse liefern. Dies erscheint insbesondere im Hinblick auf die Verwendung der experimentellen Compliance und den Einfluss der Nachgiebigkeitskennlinie bei der Berechnung der Risslänge relevant.

7.1.6 Fehlendes Toleranzband in den Auswertekriterien nach HPIS E103: 2018

Im Bewertungsschema wäre es sinnvoll ein Toleranzband für die erlaubte Differenz der Rissintensität vor und nach der Auslagerung anzugeben. Die Abweichung war bei keinem der Versuche Null. Jedoch kann davon ausgegangen werden, dass bei einer Unterschreitung von 0,1 MPam^{1/2} trotzdem ein gültiger Versuch vorliegt.

7.2 Empfehlungen

Wie in Kapitel 7.1.1 diskutiert muss für die Bewertung des Einflusses von feuchtem Wasserstoff feuchter Luft auf das Prüfergebnis ausreichende gegenüber eine Anzahl an Spannungsrisskorrosionsversuchen im Bereich des kritischen Rissintensitätsfaktors durchgeführt werden. Im Anschluss kann mit einem Spannungsintensitätsfaktor in feuchtem Wasserstoff geprüft werden der unter feuchter Luft noch keinen Rissfortschritt gezeigt hat. Durch die Unschärfe in der Auslegung des tatsächlichen elastischen Spannungsintensitätsfaktors KI sollten Versuche mit verschiedenen KIAPP durchgeführt werden um Spannungsrisskorrosion zu erzielen. Ein weiterer bisher nicht definierbarer Faktor ist die erforderliche Zeit, um Spannungsrisskorrosion bei einem definierten Spannungsintensitätsfaktor zu erzeugen. Die Bestimmung des benötigten K_1 zur Erzeugung von Spannungsrisskorrosion in feuchter Luft ist notwendig, um den Einfluss von feuchtem Wasserstoff bei Spannungsrisskorrosion ermitteln zu können.

Ein weiterer Ansatz ist die Verwendung der garantierten Mindeststreckgrenze der Gasflasche zur Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors K_{IAPP} wie in DIN EN ISO 7866:2021 Seite 48 B.6.2. ausgeführt. Hier besteht der Ansatz gegen einen festgelegten Grenzwert für K_I, hier 0.056 * garantierte Mindeststreckgrenze, in den verschiedenen Medien zu prüfen. Wie in Kapitel 7.1.2 dargelegt ist die Herkunft des Abminderungsfaktors 0.056 für die Mindeststreckgrenze des eingesetzten Werkstoffs in HPIS E103:2018 und DIN EN ISO 7866: 2021 nicht erläutert.

Um die Anfangsrisslänge sicher bestimmen zu können, wird wie in Kapitel 4.1.6 ausgeführt eine spezifische Kalibrierkurve für die elastische Nachgiebigkeit von WOL Proben benötigt. Durch das Tunneln der Rissfront in Zusammenhang mit nur 3 ausgemessenen Stellen ergibt sich eine zusätzliche Unschärfe der Vermessung der verschiedenen Anteile der Rissfläche. Diese könnte über mehr Messstellen oder eine Flächenberechnung verbessert werden. Zur besseren Sichtbarkeit der

Berichts-Nr.: **9040010000_rev1** Seite 64 von 64 Textseiten

Übergänge auf der Bruchfläche kann über die Wegänderung am Clip-on bei der Entlastung und erneuten Belastung der Probe ein geeignetes Verfahren zum "Öffnen" der Probe festgelegt werden. Nach der Auslagerung kann anhand des gemessenen Weges am Clip-on für die Anfangs- und Istbelastung vor der Auslagerung entschieden werden, ob ein Aufbrechen oder das Einbringen eines weiteren Schwingrisses sinnvoller ist, um die Sichtbarkeit der Gesamtrisslänge im Rasterelektronenmikroskop zu verbessern. Bei keinem Rissfortschritt wie in Bild 25 & Bild 69 kann ein Aufbrechen der Probe zu mehr Kontrast gegenüber dem Schwingriss führen.

Für die Probengeometrie nach DIN EN ISO 7539-6:2018 (Bild 5) wird empfohlen die effektive Kerblänge zu verlängern. Ein höheres a/W Verhältnis führt zu geringerer Last bei der Prüfung und verhindert eine hohe Belastung des Innengewindes. Zugleich erhöht sich die Auslenkung in der Lastangriffslinie, was zu einer genaueren Wegmessung des Clip-on führt.

Für eine Fortführung zur Bestimmung des Einflusses von feuchtem Wasserstoff gegenüber feuchter Luft auf die Spannungsrisskorrosion wird wie in Kapitel 7.1.1 beschrieben empfohlen den kritischen K_I Wert zu bestimmen bei dem Spannungsrisskorrosion in feuchter Luft startet. Im Anschluss kann mit gleichem und in feuchter Luft nicht kritischem K_I der Einfluss von feuchtem Wasserstoff überprüft werden. Zur effizienteren Durchführung wird empfohlen die Versuchsmethodik zu optimieren und genauer zu spezifizieren.

Dipl. Ing. (FH) Jan Bußmann Prüfingenieur/in

1. Fork

Lukas Frank, M.Sc. stellv. Abteilungsleiter der Abteilung Betriebsverhalten unter Medieneinfluss

Nr. Titel Methodische Aspekte und aktuelle inhaltliche Schwerpunkte bei der Konzeption experimenteller Studien 324 zum hochautomatisierten Fahren, 2020 325 Der Einfluss von Wärmeverlusten auf den Rollwiderstand von Reifen, 2020 326 Lebensdauerberechnung hybrider Verbindungen, 2020 327 Entwicklung der Verletzungsschwere bei Verkehrsunfällen in Deutschland im Kontext verschiedener AIS-Revisionen, 2020 328 Entwicklung einer Methodik zur Korrektur von EES-Werten, 2020 329 Untersuchung zu den Einsatzmöglichkeiten der Graphen- und Heuristikbasierten Topologieoptimierung zur Entwicklung von 3D-Rahmenstrukturen in Crashlastfällen, 2020 330 Analyse der Einflussfaktoren auf die Abweichung zwischen CFD und Fahrversuch bei der Bestimmung des Luftwiderstands von Nutzfahrzeugen, 2020 Effiziente Charakterisierung und Modellierung des anisotropen Versagensverhaltens von LFT für 331 Crashsimulation, 2020 332 Charakterisierung und Modellierung des Versagensverhaltens von Komponenten aus duktilem Gusseisen für die Crashsimulation, 2020 333 Charakterisierung und Meta-Modellierung von ungleichartigen Punktschweißverbindungen für die Crashsimulation, 2020 334 Simulationsgestützte Analyse und Bewertung der Fehlertoleranz von Kfz-Bordnetzen, 2020 335 Absicherung des autonomen Fahrens gegen EMV-bedingte Fehlfunktion, 2020 336 Auswirkung von instationären Anströmeffekten auf die Fahrzeugaerodynamik, 2020 337 Analyse von neuen Zell-Technologien und deren Auswirkungen auf das Gesamtsystem Batteriepack, 2020 338 Modellierung der Einflüsse von Mikrodefekten auf das Versagensverhalten von Al-Druckgusskomponenten mit stochastischem Aspekt für die Crashsimulation, 2020 339 Stochastisches Bruchverhalten von Glas, 2020 340 Schnelle, breitbandige Datenübertragung zwischen Truck und Trailer als Voraussetzung für das hochautomatisierte Fahren von Lastzügen, 2021 341 Wasserstoffkompatibilität von Aluminium-Legierungen für Brennstoffzellenfahrzeuge, 2021 Anforderungen an eine elektrische Lade- und Wasserstoffinfrastruktur für gewerbliche Nutzfahrzeuge mit 342 dem Zeithorizont 2030, 2021 343 Objective assessment of database quality for use in the automotive research and development process, 2021 344 Review of non-exhaust particle emissions from road vehicles, 2021 345 Ganzheitliche Betrachtung von Rollwiderstandsverlusten an einem schweren Sattelzug unter realen Umgebungsbedingungen, 2021 346 Studie zur Abschätzung der Anwendungspotentiale, Risiken und notwendigen Forschungsbedarfe bei der Verwendung von Glashohlkugeln in Kombination mit thermoplastischem Schaumspritzguss, 2021

Bisher in der FAT-Schriftenreihe erschienen (ab 2020)

- 347 Typgenehmigungsanforderungen an Level-3-Autobahnsysteme Hintergrundbetrachtungen zu technischen Anforderungen für eine automatisierte Fahrfunktion, 2021
- 348 Einfluss der Kantenbearbeitung von Aluminiumblechen auf das Restumformvermögen sowie die Festigkeitseigenschaften unter quasistatischer und schwingender Beanspruchung, 2021
- 349 Verstärkung dünner formgehärteter Bauteile mittels FVK-Verrippungen, 2021
- 350 HMI Anforderungen für den automatisierten Individualverkehr unter Berücksichtigung von Leistungsmöglichkeiten und -grenzen älterer Nutzer, 2021
- 351 Compatibility of polymers for fuel cell automobiles, 2021
- 352 Entwicklung einer gewichtsoptimierten Batteriegehäusestruktur für Volumenfahrzeuge, 2021
- 353 Charakterisierung und Modellierung des Deformations- und Versagensverhaltens von nichtfaserverstärkten Thermoplasten unter mehrachsiger Crashbelastung, 2021
- 354 Untersuchung zum thermischen Komfort im Pkw für den Grenzbereich des Luftzugempfindens, 2021
- 355 Anforderungen an die Güte, Verfügbarkeit und Vorausschau einer Reibwertschätzung aus Funktionssicht, 2021
- 356 Entwicklung einer standardisierten Prüfanordnung zur Bewertung der Übernahmeleistung beim automatisierten Fahren, 2022
- 357 Vorstudie zu Verkehrsemissionen Räumlich und zeitlich aufgelöste Daten durch Schwarmmessungen, 2022
- 358 Produktivitätssteigerung und Kostensenkung der laser-additiven Fertigung für den Automobilbau, 2022
- 359 Analyse der Einflussfaktoren auf die Abweichung zwischen CFD und Fahrversuch bei der Bestimmung des Luftwiderstands von Nutzfahrzeugen mit Fokus auf den Ventilationswiderstand von Nfz-Rädern, 2022
- 360 Werkstoffmodelle und Kennwertermittlung für die industrielle Anwendung der Umform- und Crash-Simulation unter Berücksichtigung der thermischen Behandlungen beim Lackieren im Prozess bei hochfesten Werkstoffen, 2022
- 361 Compatibility of polymers for fuel cell automobiles, 2022
- 362 Ermüdung kurzfaserverstärkter thermoplastischer Polymerkwerkstoffe, 2022
- 363 Market research and definition of procedure to comparison of comfort measuring systems for a vehicle cabin, 2022
- 364 Methodische Ansätze zur Auswahl von Bordnetzstrukturen mit erhöhten Zuverlässigkeitsanforderungen, 2022
- 365 Fahrwiderstand von Lenk- und Liftachsen in Kurven und auf gerader Strecke unter realen Umgebungsbedingungen, 2022
- 366 Klimadaten und Nutzungsverhalten zu Auslegung, Versuch und Simulation an Kraftfahrzeug-Kälte-/ Heizanlagen, 2022
- 367 Experimentelle und numerische Untersuchung des selbsttätigen Losdrehens von Schraubenverbindungen mit konstanten und variablen Amplituden und Entwicklung einer Bewertungsmethode, 2022
- 368 Objective assessment of database quality for use in the automotive research and development process Part 2, 2023
- 369 Level 2 hands-off Recommendations and guidance, 2023
- 370 Funktionale Sicherheitsbewertung und Cybersecurity Analysen relevanter Use Cases f
 ür die Daten
 übertragung zwischen Truck und Trailer als Voraussetzungf
 ür das hochautomatisierte Fahren von Lastz
 ügen, 2023

- 371 Study on the technical evaluation of decentralization based de-identification procedures for personal data in the automotive sector, 2023
- 372 Legal evaluation of decentralization based de-identification procedures for personal and non-personal data in the automotive sector, 2023
- 373 Quantifizierung der mechanischen Belastbarkeit von Infrarot-Schweißverbindungen in zyklisch belasteten Thermoplast-Bauteilen, 2023
- 374 Lebensdauerbewertung von geschweißten Verbindungselementen unter Montagevorspannung, 2023
- 375 Einfluss verschiedener Scherschneidparameter auf die elektro-magnetischen Eigenschaften von NO-Elektroblech automobiler Traktionsantriebe, 2023
- 376 Automatisierte Demontage von Traktionsmotoren der E-Mobilität Eine Studie zur Optimierung der Demontage, 2023
- 377 Untersuchungen zum Einfluss von feuchtem Wasserstoff auf die Spannungsrisskorrosionsempfindlichkeit von Aluminium-Legierungen für den Einsatz in Brennstoffzellenfahrzeugen, 2024

Impressum

Herausgeber	FAT Forschungsvereinigung Automobiltechnik e.V. Behrenstraße 35 10117 Berlin Telefon +49 30 897842-0 Fax +49 30 897842-600 www.vda-fat.de
ISSN	2192-7863
Copyright	Forschungsvereinigung Automobiltechnik e.V. (FAT) 2024

Verband der Automobilindustrie e.V. (VDA) Behrenstraße 35, 10117 Berlin www.vda.de Twitter @VDA_online

Forschungsvereinigung Automobiltechnik e.V. (FAT) Behrenstraße 35, 10117 Berlin www.vda.de/fat

FAT Forschungsvereinigung Automobiltechnik