

ENTWICKLUNG ADDITIVER VERFAHREN UND FASERVERBUND-METALL HYBRIDBAUWEISEN FÜR DEN EINSATZ IN TIEFKALTER UMGEBUNG

- AdHyBau -

Werkstoffqualifizierung und modellmäßige
Lebensdauervorhersage additiver Werkstoffe
unter Wasserstoffatmosphäre und bei tiefkalter
Temperatur

Schlussbericht 1131/2024

Fabien Ebling, Ken Wackermann, Frank Schweizer

Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM

Wöhlerstraße 11

79108 Freiburg

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Klimaschutz



aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

1 Berichtsinformationen

Projektkürzel:	AdHyBau
Projektträger:	Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt (DLR)
Projekttitel:	Neuartige Bauweisen für Strukturen in elektrischen Antrieben mit kryogener Kühlung
Berichtsart:	Schlussbericht
Förderkennzeichen:	20M1904E
Ansprechpartner beim Projektträger:	Armin Otto, Martina Gutmann
Projektleiter am Fraunhofer IWM:	Fabien Ebling
Laufzeit des Vorhabens:	01.05.2020 - 31.12.2023
Berichtszeitraum:	01.05.2020 - 31.12.2023

2 Abkürzungsverzeichnis

CTOD	Crack tip opening displacement
HAP	Hauptarbeitspaket
ILK	Institut für Leichtbau und Kunststofftechnik der Technischen Universität Dresden
IWM	Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM
KIT	Institute for Technical Physics (ITEP) des Karlsruhe Institute of Technology
LCF	Niederzyklische Ermüdung (low cycle fatigue)
LH2	Flüssiger Wasserstoff
LN2	Flüssiger Stickstoff
MCB	Manson-Coffin-Basquin
MTA	MT Aerospace
RT	Raumtemperatur
WBH	Wärmebehandlung

3 Abbildungsverzeichnis

Bild 1: Projektstrukturplan	8
Bild 2: Phasenplan.....	9
Bild 3: Temperaturabhängigkeit des Diffusionskoeffizienten für ferritische und austenitische Stähle (Pircher und Großterlinden 1987)	12
Bild 4: Spannungs-Dehnungs-Hysteresen mit Anpassung der Ramberg-Osgood-Gleichung für den Werkstoff Inconel 718 SLM	19
Bild 5: Vergleich der simulierten Zyklen bis zum Bruch N_f (sim.) und der experimentellen Ergebnisse N_f (exp.)	20
Bild 6: Vorrichtung zur Wasserstoffbeladung	21
Bild 7: a) Hohlprobenprüfstand mit (1) Probe, (2) Einspannung, (3) Dehnmessgerät, (4) Wasserstoffleitung. b) Konstruktion des Tieftemperaturaufbaus zur Durchführung von Hohlprobenversuchen im Flüssigstickstoffbad. c) Aufbau an der Prüfmaschine mit (1) isolierte Prüfkammer, (2) Flüssigstickstoffbehälter, (3) Sauerstoffsensoren, (4) Stickstoffleitung und (5) Füllstandregler (rechts).....	22
Bild 8: Wasserstoffgehaltsmessungen mittels Schmelzextraktion nach Wasserstoffbeladung von Kupfer CS und Inconel 718 SLM bei 350 °C und Scalmalloy bei 200 °C (links). Wasserstoffgehaltsmessungen mittels Schmelzextraktion nach Auslagerung aller Werkstoffe bei Raumtemperatur und in flüssigem Stickstoff bei -196 °C.	23
Bild 9: Wasserstoffgehaltsmessungen mittels Schmelzextraktion nach Wasserstoffbeladung von Ti6Al4V SLM und DED bei 350 °C (links). Zerbrochene Probe (mittig) und Bruchstücke (rechts) nach 4 Wochen Wasserstoffbeladung..	23
Bild 10: Festlegung der benötigten Materialkennwerte und Verteilung auf Projektpartner (links). Prüfstrategie für Experimente unter Wasserstoffeinfluss (rechts).	24
Bild 11: Aufbaurichtungen der Rohlinge im Druckprozess (links). Fertigung von Würfelproben, Voll- und Hohlproben für Zu- und Ermüdungsversuche, Kerbzugproben und Gaspermeationsproben aus den Rohlingen (rechts).	25
Bild 12: Schliffbilder der additiv gefertigten Werkstoffe	25
Bild 13: Gaspermeationsprüfstand zur Messung der Permeation durch dünne Metallmembrane (Gröner et al. 2020) und Abmessungen der getesteten Membrane.....	26
Bild 14: Messpunkte aus Gaspermeationsversuchen und Vergleich des Diffusionskoeffizienten mit Xu et al. (1994).....	27
Bild 15: Einfluss der Wärmebehandlung und Aufbaurichtung auf das Zugverhalten der Legierung Inconel718 SLM (a). Einfluss der Wärmebehandlung,	

Aufbaurichtung und Herstellungsverfahren auf das Zugverhalten des additiv gefertigten Kupfers (b).	28
Bild 16: Exemplarische Ergebnisse der Zugversuche an Inconel718 SLM, Ti6Al4V SLM und DED, Scalmalloy SLM und Kupfer CS unter verschiedenen Prüfbedingungen. Vergleich der Werkstoffe bei Raumtemperatur (a), Vergleich bei RT mit Versuchen unter 10 bar Wasserstoffdruck (Pfeil markiert Bruch unter Wasserstoff) (b), Vergleich bei RT mit Versuchen unter 100 bar Wasserstoffdruck (Pfeil markiert Bruch unter Wasserstoff) (c), Vergleich zwischen RT und -196 °C (d), Vergleich bei -196 °C mit und ohne 10 bar Wasserstoffdruck (e).	29
Bild 17: LCF Versuche an Inconel718 SLM an Voll- und Hohlproben in 0°-Orientierung (a) und in 0°- und 90°-Orientierung an Luft und mit 10 bar Wasserstoffdruck (b).	30
Bild 18: LCF-Versuche an Inconel718 SLM bei RT mit 10 bar und 100 bar H ₂ (a) und im Vergleich zwischen RT und -196 °C in N ₂ und mit 10 bar H ₂ (b). LCF-Versuche an Ti6Al4V DED (c) und SLM (d) und Kupfer CS (e) bei RT und bei -196 °C, an Luft oder in N ₂ und mit 10 bar oder 100 bar H ₂ .	31
Bild 19: Kerbschlagbiegeversuche bei Raumtemperatur und -196 °C an Proben gefertigt in 0°-Orientierung und in 90°-Orientierung	32
Bild 20: Probengeometrie der Scherzugproben (links) und Versuchsaufbau mit Clip-on Dehnungsmesser und Kamera für 2D-DIC (rechts)	33
Bild 21: Scherzugversuche am Scalmalloy SLM (links) und Ti6Al4V SLM (rechts) bei Raumtemperatur an Proben mit verschiedenen Orientierungen	33
Bild 22: Rauheitsmessungen an der im SLM-Verfahren hergestellten Kupferspule	36

1 Projekt-darstellung

Das Ziel des Projektes ist die Entwicklung eines wasserstoff-elektrischen Antriebsstrangs, um einen effizienten, leistungsfähigen und emissionsfreien Antrieb für mobile Anwendungen zu ermöglichen. Der Antriebsstrang basiert auf der Verwendung von Flüssigwasserstoff (LH2) als Energieträger, der eine dreifach höhere gravimetrische Energiedichte im Vergleich zu Kerosin aufweist. Der Wasserstoff wird bei niedrigen Temperaturen von ca. -253 °C gespeichert. Das ermöglicht den Wasserstoff nicht nur als Energieträger zu verwenden, sondern auch als Kühlmedium für eine elektrische Maschine. Das Projekt umfasst mehrere Arbeitspakete, um den Antriebsstrang im durchgängigen Design- und Simulationsprozess zu entwickeln, neue additive und Hybridbauweisen zu untersuchen und die Werkstoffeigenschaften bei niedriger Temperatur und im Kontakt mit Wasserstoff zu testen.

1.1 Aufgabenstellung

Für den sicheren Einsatz eines wasserstoff-elektrischen Antriebstrangs ist die Untersuchung der Werkstoffe unter den relevanten Betriebsbedingungen bei tiefkalter Temperatur und unter Wasserstoffeinfluss essenziell. Da unter diesen Bedingungen bisher kaum oder keine Materialdaten für additiv gefertigte Werkstoffe vorhanden sind, müssen diese im Projekt ermittelt und ein grundlegendes Verständnis für das Schädigungsverhalten aufgebaut werden.

Dafür werden am Fraunhofer IWM die von den Projektpartnern additiv gefertigten Werkstoffe getestet. Es sollen sowohl die Wasserstoff-Löslichkeit und -diffusion wie auch die mechanischen Eigenschaften der Werkstoffe unter Wasserstoffeinfluss und bei tiefer Temperatur untersucht werden. Für die mechanischen Versuche wird ein neuer Prüfstand aufgebaut. Mit diesem können Hohlproben mit Wasserstoffinnendruck getestet werden. Zusätzlich können die Proben während dem Versuch mit flüssigem Stickstoff auf -196 °C heruntergekühlt werden. Die Werkstoffe werden sowohl quasi-statisch unter langsamer Dehnrates als auch in dynamischen Ermüdungsversuchen getestet. Die genauen Prüfbedingungen werden entsprechend der Betriebsbedingungen zu Beginn des Projektes in einer Prüfstrategie festgelegt.

Von den Projektpartnern Siemens AG und MT Aerospace werden Probenrohlinge durch additive Fertigung hergestellt. Am Fraunhofer IWM werden diese zu den benötigten Proben weiterverarbeitet und unter den in der Prüfstrategie festgelegten Prüfbedingungen getestet.

Die ermittelten Materialdaten werden in einer Materialdatenbank nutzbar abgelegt. Aufbauend auf diesen Kennwerten wird ein Materialmodell, sowie ein Risswachstumsmodell zur Abschätzung der Lebensdauer unter den relevanten Betriebsbedingungen erstellt. Damit wird der durchgängige Simulations- und Designprozess des wasserstoff-elektrischen Antriebsstrangs unterstützt.

Die Aufgaben am Fraunhofer IWM lassen sich mit folgenden Punkten zusammenfassen:

- Ermittlung der wasserstoffspezifischen Schädigungsmechanismen und deren Auswirkung für tiefkalte Anwendungen für additiv gefertigte Werkstoffe
- Qualifizierung von Werkstoffen für die Anwendung unter Betriebsbedingungen, die sich aus neuen Antriebskonzepten ergeben.
- Bereitstellung zuverlässiger und experimentell gesicherter Daten für die Integration in Modelle
- Erstellung von digitalen Modellen, die das Werkstoffverhalten für Metalle unter tiefkalten (TK) Temperaturen und unter Wasserstoff abbilden
- Bereitstellen einer Basis für Normungsarbeit: Entwicklung einer Methodik, die es zukünftig erlaubt, Werkstoffe bzw. Komponenten unter einsatznahen Bedingungen effizient zu qualifizieren.

1.2 Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde

Das Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM ist eines der führenden deutschen Institute für die grundlegende und angewandte Forschung im Bereich Werkstofftechnik. Der Fokus liegt neben der Werkstoffcharakterisierung und –qualifizierung auch auf der Entwicklung eines Grundlagenverständnisses des Werkstoffverhaltes und der Werkstoffschädigung, um bauteil- und werkstoffspezifische Belastungsgrenzen modellmäßig zu beschreiben und eventuell Ableitungen für Normungsaktivitäten oder Erstellung von Richtlinien zu erreichen. Die Gruppe Lebensdauerkonzepte für Wasserstoffanwendungen befasst sich hierbei mit dem Einfluss unterschiedlicher Umgebungsbedingungen auf das Werkstoffverhalten und hier insbesondere auf die Degradation durch Wasserstoff. Entsprechendes Wissen, Kenntnisse und Methoden wurden im Projekt für die Ermittlung von Eigenschaften verschiedener Werkstoffe bei Kontakt mit Wasserstoff und tiefen Temperaturen angewandt.

1.3 Planung und Ablauf des Vorhabens

Der geplante Projektstart war auf den 02.01.2020 angesetzt. Aufgrund administrativer Verzögerungen konnten die technischen Arbeiten erst im Juli 2020 starten. Das Projekt wurde aufgrund verschiedener Verzögerungen kostenneutral verlängert und endete damit am 31.12.2023.

Vor Projektstart wurde gemeinsam mit den Projektpartnern ein Projektstrukturplan, siehe Bild 1, erarbeitet, bestehend aus den 6 Hauptarbeitspaketen (HAP) Projektmanagement, Additive Verfahren und Hybridbauweisen in Antrieben mit kryogener Kühlung, Durchgängige Design- und Simulationsprozesse, Werkstoffqualifizierung für kryogene Anforderungen, Neue Bauweisen für Strukturen in elektrischen Antrieben, Validierung und Nachweis. Dabei wurde jedem HAP ein Partner in leitender Funktion zugeteilt. Das Fraunhofer IWM übernahm hier das HAP 3 Werkstoffqualifizierung für kryogene Anforderungen.

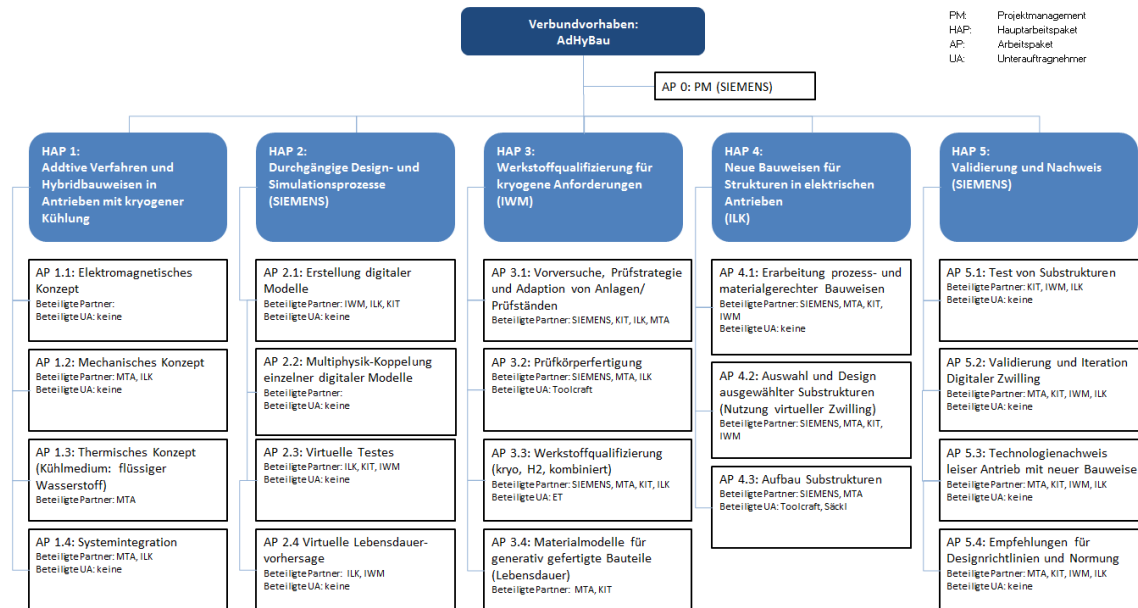


Bild 1: Projektstrukturplan

Das Projekt wurde in 3 Phasen aufgeteilt, siehe Bild 2. Die erste Phase ist die Konzeptphase, in der unter anderem Systemanforderungen definiert und ein Prüfplan für die Werkstoffqualifizierung aufgestellt wurden. In der anschließenden Realisierungsphase wurden Modelle und Prototypen aufgebaut, Proben hergestellt und Werkstoffe qualifiziert, sowie prozess- und materialgerechte Bauweisen entwickelt. In der Validierungsphase wurden dann die Modelle mit Tests an Substrukturen abgeglichen und ein Technologienachweis geführt.

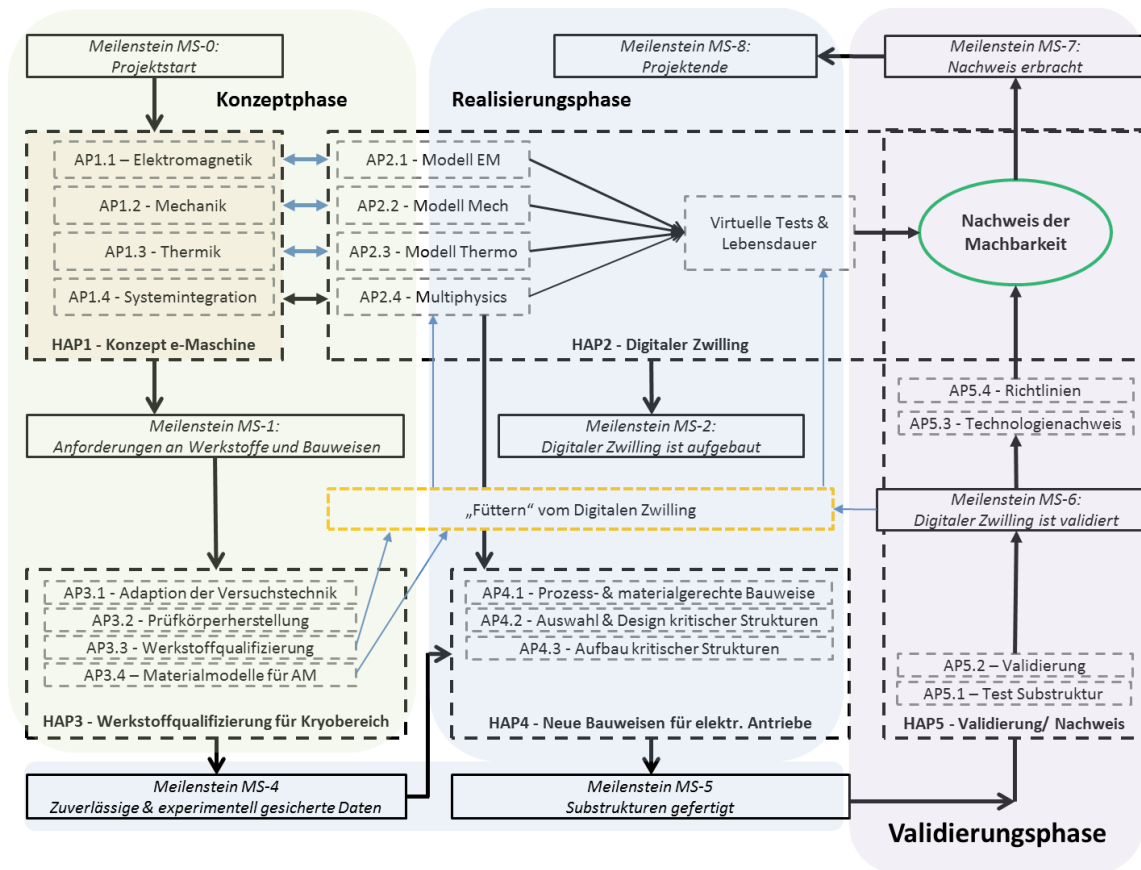


Bild 2: Phasenplan

Diese Projektstruktur diente während des gesamten Projektes zur Orientierung. Der Fortschritt wurde regelmäßig mit den Projektpartnern in kurzen Online-Status-Meetings und Arbeitstreffen abgeglichen.

1.4 Wissenschaftlicher und technischer Stand

Eins der Hauptziele im Projekt ist die Untersuchung verschiedener additiver Werkstoffe unter dem Einfluss von Wasserstoff und tiefkalten Temperaturen. Bisher sind besonders für additiv gefertigte und tiefe Temperaturen kaum Materialdaten bekannt. Jedoch ist bekannt, dass der direkte Kontakt von Metallen zu gasförmigem Wasserstoff zu einer Aufnahme des Wasserstoffs im Metallgitter und zur Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften führen kann. Dies wird auch als Wasserstoffversprödung bezeichnet. Damit es dazu kommt müssen die folgenden drei Bedingungen eintreffen:

1. Der Werkstoff ist anfällig für die Wasserstoffversprödung.
2. Der Werkstoff unterliegt Zugspannungen, entweder Zugeigenspannungen oder extern Zugspannungen durch den Einsatz.
3. Im Einsatz steht eine Wasserstoffquelle zur Verfügung oder im Werkstoff liegt Wasserstoff durch den Herstellungsprozess oder eine Vorbelastung vor.

Es gibt verschiedene Theorien der Schädigungsmechanismen der Wasserstoffversprödung. Die gängigsten Theorien sind:

1. **Hydrogen-induced phase transformation** (HIPT, Deutsch: Wasserstoffunterstützte Phasenumwandlung). Hierbei kommt es je nach Werkstoff zur Bildung von Martensit oder einer spröden Hydridphase. Typische Werkstoffe, die eine Bindung mit Wasserstoff eingehen und eine Hydridphase bilden, sind Zr, Nb, V und Ta. Die Hydridphasenbildung kann spontan oder durch die Einwirkung von Spannungsfeldern ablaufen.
2. **Drucktheorie** der Wasserstoffversprödung. Die Drucktheorie nimmt an, dass sich diffusive Wasserstoffatome zu Wasserstoffmolekülen in inneren Fehlern, wie Poren und Mikrorissen rekombinieren. Dadurch entstehen örtlich sehr hohe Spannungen, die das Material aufsprengen, indem die Druckkräfte höher sind als die Atombindungskräfte (Zappfe und Sims 1941).
3. **Hydrogen-Enhanced Decohesion** (HEDE, Deutsch: Wasserstoffunterstützte Dekohäsion). Beim HEDE (Geberich et al. 1991; Oriani 1987; Troiano 1960) wird angenommen, dass hydrostatische Zugspannungen zu einer lokal erhöhten Wasserstofflöslichkeit im Werkstoff führen. Der hydrostatische Spannungszustand ist ein dreiachsiger Spannungszustand, in welchem die drei Hauptspannungen gleich sind und keine Schubspannungen auftreten. Somit führt der Spannungszustand zu einer Umverteilung des Wasserstoffs im Werkstoff. Der zweite Teil der Theorie besagt, dass gelöster Wasserstoff zu einer Reduktion der Atombindungskräfte führt, was die Belastungsgrenzen des Werkstoffs senkt. Je mehr Wasserstoff, z.B. durch ein hohes Wasserstoffangebot oder eine hohe hydrostatische Zugspannungen sich lokal löst, desto stärker der Effekt.
4. **Hydrogen-Enhanced Localised Plasticity** (HELP, Deutsch: Wasserstoffunterstütztes lokales plastisches Fließen). Beim HELP-Mechanismus (Robertson 1999; Rozenak 1990; Rozenak et al. 1990; Sofronis und Robertson 2002) wird ebenso eine Umverteilung durch hydrostatischen Zugspannungen angenommen. Der Wasserstoff lagert sich dabei auch an Versetzungen an. Dadurch wird die Schubspannung reduziert, was zu einer starken Lokalisierung der Versetzungsbewegung führt, wodurch es zu einer Materialtrennung durch Ermüdung kommt.
5. **Adsorption-Induced Dislocation Emission** (AIDE, Deutsch: Adsorptionsunterstützte Versetzungsemission). Beim AIDE (Lynch 1988; Thompson und Moody 1994) lagert sich Wasserstoff an einer Rissspitze an, reduziert die Bindungskräfte der Atome und führt zu einer Versetzungsemission von der Rissspitze entlang von kristallografischen Ebenen mit kleinen Millerschen Indizes, die eine scharfe Rissspitze begünstigen. Diese Kombination führt zu einer Rissausbreitung bereits bei geringen Belastungen.

Alle Theorien beinhalten die Umverteilung des Wasserstoffs im Werkstoff durch Diffusion getrieben durch die Einstellung eines Gleichgewichtszustands des chemischen Potentials. Die drei wichtigsten Einflussparameter dafür sind die hydrostatischen Spannungen, die lokale Wasserstoffkonzentration und lokale Gitterfehler, die als sogenannte Wasserstofffallen wirken können. Die Umverteilung des Wasserstoffs im metallischen Gitter erfolgt durch

Diffusion und ist somit temperatur- und zeitabhängig. Die Folge ist, dass die Wasserstoffversprödung zeitversetzt zu den externen Belastungen auftreten kann, da die Wasserstoffverteilung durch Diffusion zeitversetzt erfolgt.

Der Wasserstoff diffundiert als interstitielles oder substitutionelles Fremdatom im Gitter. Nur Wasserstoffatome (H) diffundieren, Wasserstoffmoleküle (H₂) müssen zuerst dissoziieren. Nach den Fick'schen Gesetzen führt ein Konzentrationsgradient zu einem Teilchenstrom, der die Konzentration ausgleicht. Die Anzahl der Teilchen, die in einer gewissen Zeit eine Fläche passieren, die Diffusionsstromdichte J_m , ist mit dem Konzentrationsgradienten dc/dx über den Diffusionskoeffizienten D verknüpft:

$$J_m = -D \frac{dc}{dx}$$

Dabei ist c die Konzentration und x der Ort. Das Fick'sche Gesetz ist dabei ein Sonderfall der allgemeinen chemischen Potenzialbeziehung. Eine erweiterte Beziehung des Fick'schen Gesetzes führt zu:

$$J_m = -D \left(\frac{dc}{dx} + \frac{C V_h}{RT} \frac{dp}{dx} \right)$$

Dabei ist V_h mit $V_h = 2 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{mol}$ (Hirth 1980) das molare Partialvolumen von gelöstem Wasserstoff in Eisen, R die universale Gaskonstante und p die hydrostatische Spannung.

$$J_m = -D \left(\frac{dc}{dx} + \frac{C V_h}{RT} \frac{dp}{dx} \right)$$

Der Diffusionskoeffizient ist temperaturabhängig. Diese Abhängigkeit lässt sich beschreiben durch:

$$D = D_0 \exp \left(-\frac{Q}{k_B T} \right)$$

Dabei ist D_0 eine Werkstoffkonstante, Q die Aktivierungsenergie, k_B die Boltzmann-Konstante und T die absolute Temperatur. Der Diffusionskoeffizient ist temperaturabhängig, siehe Bild 3 (Pircher und Großterlinden 1987).

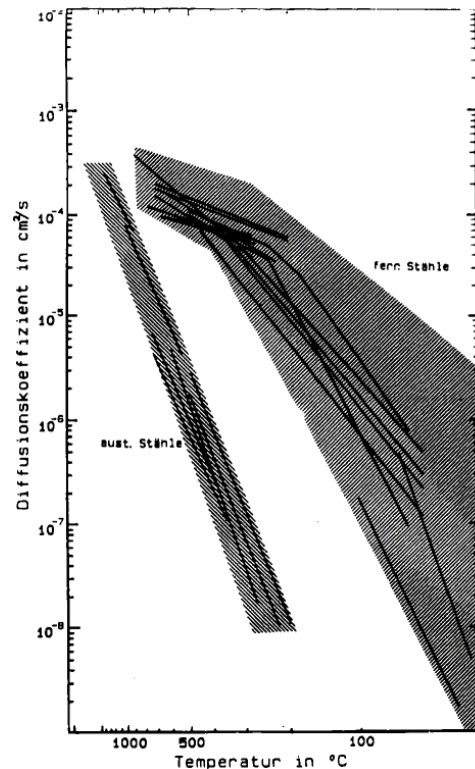


Bild 3: Temperaturabhängigkeit des Diffusionskoeffizienten für ferritische und austenitische Stähle (Pircher und Großterlinden 1987)

Wasserstoffversprödung bei Raumtemperatur

Für viele ferritische Stähle mittlerer Festigkeit kommt es durch die Wasserstoffversprödung in Zugversuchen zu einer Reduktion der Bruchdehnung (Amaro et al. 2014; Briottet et al. 2012a; Briottet et al. 2012b; Nanninga et al. 2012). Der Effekt der Wasserstoffversprödung ist dabei zugratenabhängig. Je langsamer die Zugrate, desto größer der Effekt der Wasserstoffversprödung. Der Grund ist der Mechanismus der Wasserstoffumverteilung als Anpassung an den veränderlichen Spannungszustand. Sobald die Einschnürung beginnt, entsteht eine Kerbe. Dadurch reichert sich lokal vermehrt Wasserstoff an, was zu einer lokalen Versprödung, Rissinitiierung und einer schnelleren Rissausbreitung führt. Daher ist für mittelfeste Werkstoffe das mechanische Verhalten bis zur Zugfestigkeit gleich, ab der Zugfestigkeit kann es allerdings vorzeitig zu einem Versagen kommen. Bei sehr schnellen Zugversuchen ist nicht genug Zeit für eine Umverteilung vorhanden und somit kein Effekt der Wasserstoffversprödung zu bemerken. Daher ist in Zugversuchen eine langsame Abzugsrate nötig, um den Effekt der Wasserstoffversprödung zu untersuchen. Der genaue Prüfablauf zur Berücksichtigung der umgebungsbedingten Schädigung im Zugversuch ist in Standard ASTM G 129 (ASTM G129) beschrieben.

Weiterhin kann für Stähle ein Zusammenhang zwischen der Zugfestigkeit und der Anfälligkeit für die Wasserstoffversprödung beobachtet werden. Bei einfachen Stählen nach API 5L (API 5L), z.B. X52, mit mittlerer Festigkeit bis 700 MPa ist bei gasförmiger in situ Wasserstoffbeladung der Verlauf der Zugkurve bis zur Zugfestigkeit weitestgehend deckungsgleich. Ab der Zugfestigkeit ist durch die Wasserstoffversprödung eine Abnahme der Restdehnung bis zum Bruch zu verzeichnen (Briottet et al. 2012a; Moro et al. 2010). Für

Stähle mit hohen Zugfestigkeiten über 1200 MPa kann es, so zeigen eigene Untersuchungen, zu einer starken Versprödung mit einem Bruch bereits in der elastischen Geraden unterhalb der Streckgrenze führen. Für Stähle mit sehr geringen Festigkeiten sind keine Ergebnisse bekannt, die einen starken Einfluss von Wasserstoff auf die Zugeigenschaften zeigen. Eigene Untersuchungen zeigen auch, dass Stähle für den Rohrleitungsbau mit sehr geringen Festigkeiten unter 500 MPa bei einer gasförmigen in situ Wasserstoffbeladung im Versuch keinen Effekt der Wasserstoffversprödung zeigen.

Bei einer Wasserstoff-Vorbeladung werden Proben vor Beginn eines Versuchs mit Wasserstoff gesättigt. Bei der in situ Beladung wird der ganze Versuch unter Beladung durchgeführt. Die Beladungsbedingungen haben im Zugversuch einen Einfluss auf das Zugverhalten. Für ferritische Stähle ist die in situ Beladung sehr wichtig wie die Arbeiten von Moro et al. (Moro et al. 2010) zeigen. Versuche an vorbeladenen Proben aber ohne in situ Beladung zeigen keinen bzw. nur einen marginalen Einfluss der Wasserstoffversprödung. Erst mit einer in situ Beladung mit Druckwasserstoff ist ein deutlicher Effekt der Wasserstoffversprödung zu erkennen. Es werden keine Gründe dafür angegeben, aber es kann vermutet werden, dass die Versuchszeit der langsamen Zugversuche so lang ist, dass der Wasserstoff während des Versuchs ausgegast und die Wasserstoffkonzentration zu gering ist, um Effekte der Wasserstoffversprödung hervorzurufen.

In Risswachstumsversuchen kann die Wasserstoffversprödung zu einer Steigerung der Risswachstumsgeschwindigkeit führen (Slifka et al. 2018; Slifka et al. 2014). Im Bereich des Schwellenwertes der Rissausbreitung (ΔK_{th}) liegen die Risswachstumskurven für ferritische Stähle getestet in Luft oder gasförmigen Wasserstoff nah beieinander. Für eine hohe Schwingbreite der Spannungsintensität (ΔK) kann die Risswachstumsrate in gasförmigen Wasserstoff 1 bis 2 Potenzen größer sein, als bei Referenzversuchen in Luft. Wird die Anfälligkeit für die Wasserstoffversprödung eines Werkstoffs im Zugversuch und im Risswachstumsversuch verglichen, fällt auf, dass der Zugversuch nur eine generelle Aussage ermöglicht, ob ein Werkstoff einer Wasserstoffversprödung unterliegt. So sehen Amaro et al (Amaro et al. 2014) im Zugversuch erst einen Einfluss der Wasserstoffversprödung bei einer Dehnung oberhalb der Gleichmaßdehnung. Diese Ergebnisse würden in vielen üblichen Auslegungen, wie sie im Maschinenbau durchgeführt werden, keinen Eingang finden. Im Risswachstumsversuch hingegen ist durch die Wasserstoffversprödung eine verkürzte Lebensdauer zu beobachten. Bei einer Auslegung muss dieses Verhalten je nach Anwendungsfall bedacht werden.

Der Einfluss der Wasserstoffversprödung kann im Risswachstumsversuch bereits bei kleinen Drücken in einer Reinwasserstoffatmosphäre von 17 bar (Slifka et al. 2014) bzw. 2 bar (C. San Marchi and B.P. Somerday 2008) beobachtet werden. Es muss daher nicht für alle Metalle ein Mindestpartialdruck von Wasserstoff geben, ab welchem die Wasserstoffversprödung einsetzt. An dieser Stelle besteht weiterer Untersuchungsbedarf.

Das zeitversetzte Versagen bei statischer Last ist ein wasserstoffspezifischer Versagensmechanismus, der sowohl bei Rissen (Matsumoto et al. 2017) als auch an Kerben (Troiano 1960) auftritt. Unter einer statischen Beanspruchung, die ohne Wasserstoffangebot dauerhaft ertragen werden kann, kommt es mit Wasserstoffangebot zu einem Versagen. Bekannt ist dieser Effekt oftmals aus der Schweißtechnik in Form von Kaltrissen, tritt aber auch bei einem betriebsbedingten Wasserstoffangebot auf. In der Bruchmechanik wird die kritische Spannungsintensität K_{IC} als maximale Beanspruchung für rissbehaftete Bauteile ohne den Einfluss für Wasserstoff angenommen. Der vergleichbare Wert gemessen unter einer in situ Beladung mit Wasserstoff ist K_{IEAC} . EAC steht dabei für „environment-assisted cracking“, was ins Deutsche überbesetzt in etwa „umgebungsbedingtes Versagen“ bedeutet. Der

Versuch zur Messung ist im Gegensatz zum KIC-Versuch langsam und baut auf einer langsamen Steigerung der Beanspruchung bis zum Versagen auf (Matsumoto et al. 2017). Die ertragbaren statischen Lasten können bei rissbehafteten Bauteilen mit erhöhter Wasserstoffkonzentration um teils bis zu 50% reduziert sein.

Wasserstoffversprödung bei Tieftemperatur

Legt man das Diagramm in Bild 3 zugrunde, so sollte es bei niedrigen Temperaturen extrem lange dauern, bis Wasserstoff an die Risspitze diffundieren kann, um dort schädigend zu wirken. Es gibt jedoch eine Reihe von Veröffentlichungen, die eine Wasserstoffversprödung an Stählen bei tiefer Temperatur feststellen.

Michler et al (Michler et al. 2008) haben an den austenitischen Stählen 304 und 316 bei $T = -50\text{ °C}$ eine geringere Brucheinschnürung in Zugversuchen bei 400 bar Druckwasserstoff festgestellt als in Vergleichsversuchen bei 10 bar Druckwasserstoff. Sie führen dies auf eine Wasserstoffversprödung zurück. Han et al. (Han et al. 1998) fanden in langsamen Zugversuchen bei den austenitischen Stählen 304 und 316 eine Versprödung unter gasförmiger Wasserstoffatmosphäre gegenüber Heliumatmosphäre bei 295 K und 220 K, jedoch nicht bei 80 K. Der Nachweis erfolgte über die Bruchdehnung und die Brucheinschnürung. Die Untersuchungen werden von weiteren Autoren (Zhang et al. 2008) und (Buckley und Hardie 1993) an ähnlichen austenitischen Stählen bestätigt. Zudem wurde beobachtet, dass sowohl bei 293 als auch bei 223 K bei austenitischen Stählen (Jackson et al. 2013) die Risszähigkeit herabgesetzt wird, wenn vorher mit Wasserstoff beladen wurde. Ähnliche Ergebnisse liegen für langsame Zugversuche an vorbeladenen Proben vor. Es wurden die Stähle SUS304 und SUH660 (Imade et al. 2009), 304 (Ogata 2008) und 316 (Zhou et al. 2016; Zhang et al. 2012) untersucht. Eine Gemeinsamkeit der Veröffentlichungen ist, dass im Bereich der Temperatur von Flüssigstickstoff im Zugversuch kein Effekt der Wasserstoffversprödung zu messen war. Gegensätzliche Ergebnisse haben Kuribayahi und Okabayshi (Kuribayashi und Okabayashi 1983) veröffentlicht. Sie haben Zugversuche an vorbeladenen und anschließend wärmebehandelten Stählen SUS321, SUS316 und SUS347 bei 77 K durchgeführt und messen eine reduzierte Bruchdehnung der vorbeladenen Proben. Auch im sehr schnellen Kerbschlagversuch ist für martensitischen und bainitsch-martensitischen Stahl bei -20 °C und -40 °C ein Unterschied der Kerbschlagarbeit und Bruchzähigkeit feststellbar. Die unbehandelten und damit wasserstoffhaltigen Proben haben schlechtere Bruchwiderstände (Pallaspuro et al. 2017). Der Einfluss auf die Kerbschlagarbeit wird auch für noch tiefere Temperaturen beobachtet. Fassina et al. (Fassina et al. 2012; Fassina et al. 2011a) haben den Effekt einer Vorbeladung auf die Kerbschlagarbeit im Temperaturbereich von -10 °C bis 20 °C für F22 und X65 untersucht. Im Temperaturbereich von -100 bis -70 °C ist die Kerbschlagarbeit an beladenen Proben geringer als für unbeladene Referenzproben. Bei allen anderen untersuchten Temperaturen ist die Kerbschlagarbeit für beladene und unbeladene Proben deckungsgleich. Weiterhin (Fassina et al. 2011b; Fassina 2013) wurde der Einfluss der Wasserstoffversprödung auf die Risswachstumsrate in oben genannten Rohrleitungsstählen an vorbeladenen Proben und nicht beladenen Proben bei den Temperaturen $T = 30\text{ °C}$ und $T = -23\text{ °C}$ bei den Frequenzen von $f = 1\text{ Hz}$ und $f = 10\text{ Hz}$ untersucht. Beides sind Stähle die auch für den Sauer-gaseinsatz Verwendung finden. An den vorbeladenen Proben wird ein schnelleres Risswachstum festgestellt. Auch in bruchmechanischen Messungen zur Messung des J-Integral oder der kritischen Spannungsintensität ist der Effekt der Wasserstoffversprödung zu beobachten. Fassina et al. (Fassina et al. 2012; Fassina et al. 2011a) haben das J-Integral an vorbeladenen X65 und F22 bei tiefer Temperatur gemessen. Dabei ist für den gesamten Temperaturbereich von -90 °C

bis Raumtemperatur (RT) das J-Integral für mit Wasserstoff vorbeladene Proben geringer, als für nicht beladene Proben. Für tiefere Temperaturen bis -120 °C ist die Ergebnislage nicht eindeutig.

Bei sauerstoffhaltigen Kupferlegierungen kommt es in Wasserstoffatmosphäre zu Blasenbildung (Butomo et al. 1968), also einem grundsätzlich anderen Versagensmechanismus. Um dies zu vermeiden wird sauerstofffreies Kupfer (Cu-OF oder Cu-OPF) genutzt. Es gibt Veröffentlichungen (Panagopoulos und Zacharopoulos 1994), die zeigen, dass bei elektrolytisch beladenem Kupfer die Zugfestigkeit und auch die Bruchdehnung abnehmen. Das Verhalten in gasförmigem Wasserstoff bei sehr niedrigen Temperaturen ist nicht bekannt.

Bei Titanlegierungen (PATON 1985) wurde eine Wasserstoffversprödung bei -80 °C anhand eines beschleunigten Rissfortschritts festgestellt und mit einer spannungsinduzierten Hydridbildung begründet.

Die Ergebnisse lassen als einzige gemeinsame Aussage zu, dass es bei kälteren Temperaturen von ungefähr -90 °C bis Raumtemperatur einen Effekt der Wasserstoffversprödung geben kann. Bei Temperaturen unter -90 °C ist die Datenlage sehr eingeschränkt. Hier besteht weiterer Untersuchungsbedarf. Insbesondere der Einfluss von Wasserstoff auf Kupfer-, Nickel- oder Aluminiumlegierungen bei tiefer Temperatur ist sehr wenig untersucht. Weiterhin sind keine Veröffentlichungen zu finden, die additiv gefertigte Legierungen zum Untersuchungsgegenstand haben, die eventuell aufgrund Ihrer Fertigungsweise ein abweichendes Materialverhalten zeigen.

1.5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Das Projekt wurde gemeinsam mit den Projektpartnern Siemens AG, MT Aerospace, TU Dresden und KIT, sowie Additive Drives als assoziierter Partner, durchgeführt. Die Partner stellen ein ausgewogenes Konsortium aus Industrie und wissenschaftlichen Forschungseinrichtungen aus den neuen und alten Bundesländern dar. Alle Partner können sich auf langjährige Erfahrung in ihren jeweiligen Fachgebieten und Anwendungen stützen.

Die Partner haben abgegrenzte Aufgabenfelder, die im Gesamtprojekt stark verzahnt sind. Siemens AG führt das Projekt mit der Definition und Erstellung von Konzepten und digitalen Modellen (virtueller Zwingen) neuer leiser und effizienter elektrischer Antriebe mit kryogener Kühlung an. MTA bringt als Luft- und Raumfahrtunternehmen Erfahrung in der Konzeption, Berechnung und Herstellung von großvolumigen Tanks mit und führt die Simulation des gesamten Antriebsstrangs durch. IWM und ILK sind bei der Auswahl und Herstellung in Frage kommender Materialien und Verbundmaterialien in diesem Projekt unabdingbar, sowie deren Know-How bezüglich Anwendungen und Tests in Wasserstoffatmosphäre. Des Weiteren komplettiert das KIT mit der langjährigen Erfahrung bei kryogenen Testmethoden die Materialcharakterisierung der Werkstoffe und Substrukturen.

Damit ergibt sich folgende Kompetenzverteilung der Projektpartner:

Siemens AG:

Die Siemens AG besitzt ein umfassendes Branchen-Know-how im Bereich der Antriebstechnik. Weltweit kommen Motoren, Umrichter und Getriebe von Siemens zum Einsatz, wenn höchste Leistung, Zuverlässigkeit und Effizienz gefordert sind. Dabei sind alle Leistungsklassen von wenigen Watt bis hin zu mehreren Megawatt im Portfolio der Siemens AG enthalten. Bei elektrischen Maschinen mit hoher Leistungsdichte sind insbesondere die nationalen und EU-Förderprojekte im Bereich Elektromobilität (z.B.: MotorBrain, eDAS, EMILE, OSEM EV und 3CCar) zu nennen. Hier wurde erfolgreich demonstriert welche Leistung mit optimierter, konventioneller Technik möglich ist und welcher Digitalisierungsgrad erreichbar ist. Die Siemens AG hat seit 25 Jahren umfassende Erfahrung in Erforschung und Entwicklung der additiven Fertigungsverfahren und verwendet diese seit 10 Jahren für die industrielle Produktion. Damit ist eine starke Grundlage für das benötigte Know-How gegeben, mit dem die Projektziele erreicht werden können. Unter anderem erfolgte in den letzten 5 Jahren die Teilnahme an verschiedenen nationalen und EU-Förderprojekten (z.B. HOPLA, OXIGEN, OpenHybrid), durch die vertiefte Forschungskompetenz in additiven Fertigungstechnologien aufgebaut wurde. Unteraufträge werden von der Siemens AG für Standardfertigung und Standardmessungen vergeben. Alle Forschungs- und Entwicklungstätigkeiten werden ausschließlich von den Verbundpartnern durchgeführt.

MTA:

Die Kompetenzen der MTA liegen in der Konzeption, Berechnung und Herstellung von großvolumigen Tanks aus hochfesten Metalllegierungen (Al-, Stahl- und Ti-Basis), die bei kryogenen Temperatur (flüssig O₂ und flüssig-H₂) angewendet werden. Dafür werden spezifischen Aluminiumlegierungen mit hohem Kupfer Anteil, wie AA2219 (AlCu6Mn) oder AA2195 (AlCu4Li) eingesetzt, um gute mechanische Eigenschaften bei extrem tiefen Temperaturen zu erreichen. Wesentliches relevantes Know-how sind die MTA Materialkenntnisse samt Definition und Charakterisierung für die verschiedenen Legierungen und deren Zuständen, sowie die Engineering-Kenntnisse von der Auslegung bis zu komplette Berechnung von Tanks und Tankstrukturen für den Einsatz in extremen thermischen Bedingungen. Die Prozesskenntnisse in den Bereichen der Zerspanung, der Umformung (Rollen-, Gegenrollen, Kugelstrahl umformen, Drückwalz umformen), der mechanischen Verbindung, der Schweißung (Rührreibschweißen, TIG DCEN für Aluminium, TIG AC, EB Schweißen), der ZfP-Prüfung und der Wärmebehandlung. Ausgiebige Erfahrung in Qualifikation und Charakterisierung von Bauteilen im Luft- und Raumfahrt. Basierend auf den o.g. Kompetenzen MTA zurzeit verschiedene AM Verfahren für den Einsatz im Raumfahrtbereich untersucht, u.a. auch für kryogenen Einsatz. Damit entsteht auf dieses Projekt bezogen maximale Synergie und MTA ist in der Lage einen wesentlichen Beitrag für das Projektziel zu leisten.

KIT:

Das KIT mit dem Institut für Technische Physik, beschäftigt sich seit über 30 Jahren mit kryogenen Anwendungen. Fragestellungen zu Materialeigenschaften von Raumtemperatur bis zu kryogenen Temperaturen bei 4.2 K werden in einer speziellen Forschungseinrichtung bearbeitet. Die Charakterisierungsmöglichkeiten erstrecken sich über die Analyse der chemischen Zusammensetzung von Legierungen und der Mikrostruktur hin zu mechanischen Verhalten (statischen/zyklischen), als auch der Messungen von thermischen/physikalischen Eigenschaften (Ausdehnung, Wärmekapazität, Leitfähigkeit, Magnetisierung). Neben

energietechnischen Anwendungen werden diverse Projekte im Bereich Magnettechnologie, Automobilbau, Medizin- oder Weltraumtechnik bearbeitet. Zurzeit laufen Forschungsprojekte zu verschiedenen Materialien aus additiven Herstellungsverfahren für Kunststoff-Komposite als auch austenitischer Stähle für den kryogenen Einsatz. Die Einrichtung ist Teil der Helmholtz-Energie-Material-Charakterisierungs-Plattform. Projekte des KIT der letzten 5 Jahre zu kryogenen Anwendungen sind mit Fraunhofer IWM ESA die Charakterisierung von Kohlefaserverstärkter Kunststoffen und die Entwicklung von Designrichtlinien, innerhalb eines Eurofusion-Enabling-Research-Grant die Qualifizierung neuer hochfester Strukturmaterialien, mit ITER F4E die Charakterisierung von Strukturmaterialien und Glasfaserverbundstoffe, mit Polito Turin sowie Universität Kosice der 3D-Druck und der Charakterisierung von 316L.

ILK:

Auf dem Feld der durchgängigen Entwicklung ressourceneffizienter Leichtbauteile liegen am ILK material- und branchenübergreifend einschlägige Erfahrungen sowohl aus zahlreichen Grundlagen- Forschungsprojekten als auch aus anwendungsnahen (AiF, BMBF, BMWK) und bilateralen industriellen Kooperationsprojekten vor. Dabei wird ein werkstoff- und prozessübergreifender Ansatz verfolgt, der durchgängig die gesamte Entwicklungskette – Werkstoff, Konstruktion, Simulation, Fertigung, Prototyp, Test, Qualitätssicherung, Kosten – umfasst. Einen besonderen Schwerpunkt bilden die Entwicklung innovativer Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde sowie neuartiger Herstellungsverfahren. Wesentliche Vorarbeiten für das beantragte Vorhaben wurden etwa in den Projekten PEP4.0 (LUFO V), KoLiBri (LUFO III), FAWIBO (Lufo V), SINTEG (LUFO IV), FASY (LuFo IV), 3CCar (EU- Projekt), Motorbrain (EU), 3D Hybrid (SAB); QPro (BMBF Forel); Leika (BMBF - Forel); SFB 639 (DFG) und ePerformance (BMBF), erarbeitet. Weiterhin nimmt das ILK eine führende Rolle im Rolls-Royce UTC "Lightweight Structures and Materials and Robust Design" ein und wirkt u.a. aktiv im „Industrieausschuss Strukturberechnung“ bei der Herausgabe des „Handbuchs Strukturberechnung (HSB)“ des luftfahrttechnischen Handbuchs mit.

Additive Drives:

Das Dresdner Startup Additive Drives GmbH wurde im Juli 2020 mit dem Ziel gegründet, Elektromaschinen durch die additive Fertigung in höhere Leistungs- und Wirkungsgradbereiche zu bringen. Das dafür verwendete Fertigungsverfahren des selektiven Laserschmelzens (SLM) ist dabei auf die Anwendung mit Kupfer optimiert. Die Vision ist es, die Entwicklungszeit für Elektromotoren zu halbieren und die Technologieführerschaft bei additiver Fertigung von Kupfer auszubauen. Als assoziierter Partner bringt Additive Drives sich durch die Herstellung von ausgewählten Mustern oder durch konkrete Designvorschläge im Vorhaben ein.

Des Weiteren arbeitete das Fraunhofer IWM während des Projektes eng mit internationalen Forschungsinstituten im ISO-Ausschuss ISO/TC 164/SC 1/WG 9 zur Normung des Hohlprobenzugsversuch mit, welche aktuell in der DIS-Abstimmung ist. Gemeinsam mit weiteren Teilnehmern strebt das Fraunhofer IWM eine Ergänzung der ISO 7039 spezifisch für Wasserstoff an. Darüber hinaus engagiert sich das Fraunhofer IWM in der DIN.ONE, der nationalen Normungsroadmap der DIN, durch die Leitung der Arbeitsgruppe 4.2.1 Metallische Werkstoffe und die gemeinschaftliche Leitung des Unterarbeitskreis 4.2 Werkstoffe und Materialien.

2 Eingehende Darstellung

2.1 Verwendung der Zuwendung und des erzielten Ergebnisses im Einzelnen mit Gegenüberstellung der vorgegebenen Ziele

In diesem Kapitel werden die im Projekt durchgeführten Arbeiten und Ergebnisse anhand der Hauptarbeitspakete (HAPs) vorgestellt und mit den in der Aufgabenstellung (Kapitel 1.1) aufgelisteten Zielen gegenübergestellt.

2.1.1 HAP 0 - Projektmanagement

Zur Abstimmung der Arbeiten fand ein regelmäßiger Austausch mit den Projektpartnern statt. Dazu gab es wöchentlich ein kurzes Statusupdate in einem Online-Meeting. Zusätzlich fanden im Abstand von 2-3 Monaten regelmäßige Arbeitstreffen vor Ort bei jeweils einem der Projektpartnern statt. Jährlich wurde in einem Review-Meeting der aktuelle Stand des Projektes dem Projektträger vorgestellt, sowie Zwischenberichte angefertigt.

2.1.2 HAP 2 – Durchgängiger Design- und Simulationsprozess

Im „HAP 2 – Durchgängiger Design- und Simulationsprozess“ konnte auf Basis der Versuchsdaten und Materialmodelle aus „HAP 3 – Werkstoffqualifizierung für kryogene Anforderungen“ das Ziel „Erstellung von digitalen Modellen, die das Werkstoffverhalten für Metalle unter tiefkalten (TK) Temperaturen und unter Wasserstoff abbilden“ erarbeitet werden.

In diesem Arbeitspaket wurde ein Materialmodell angewendet, um das Verfestigungsverhalten der verschiedenen Werkstoffe unter unterschiedlichen Bedingungen zu beschreiben und das Materialverhalten für spätere Berechnungen nutzbar zu machen. Aufbauend auf den Materialdaten aus den Ermüdungsversuchen wurde ein Risswachstumsmodell zur Abschätzung von Ermüdungslebensdauern bei unterschiedlichen Einsatzbedingungen wie Wasserstoffatmosphäre und tiefer Temperatur entwickelt.

Zur Beschreibung des Verfestigungsverhalten wurde das Ramberg-Osgood Gesetz angewendet, welches das elastisch-plastische Materialverhalten beschreibt. Im Fall von zyklischen Ermüdungsversuchen erhält man die Dehnschwingbreite $\Delta\varepsilon$ aus der Summe der elastischen Dehnschwingbreite $\Delta\varepsilon_{el}$ und der plastischen Dehnschwingbreite $\Delta\varepsilon_{pl}$. Diese können anhand der zyklischen Fließgrenze $\Delta\sigma$, dem Elastizitätsmodul E , dem Festigkeitskoeffizienten K und dem Verfestigungskoeffizienten n mit der Gleichung

$$\Delta\varepsilon = \Delta\varepsilon_{el} + \Delta\varepsilon_{pl} = \frac{\Delta\sigma}{E} + \left(\frac{\Delta\sigma}{K}\right)^{1/n}$$

beschrieben werden. Durch die Anpassung der Kurve an die Materialparameter erhält man eine Verfestigungskurve entsprechend dem Ramberg-Osgood-Fit an die Spannungs-Dehnungs Hysteresen der Legierung Inconel 718 SLM, dargestellt in Bild 4.

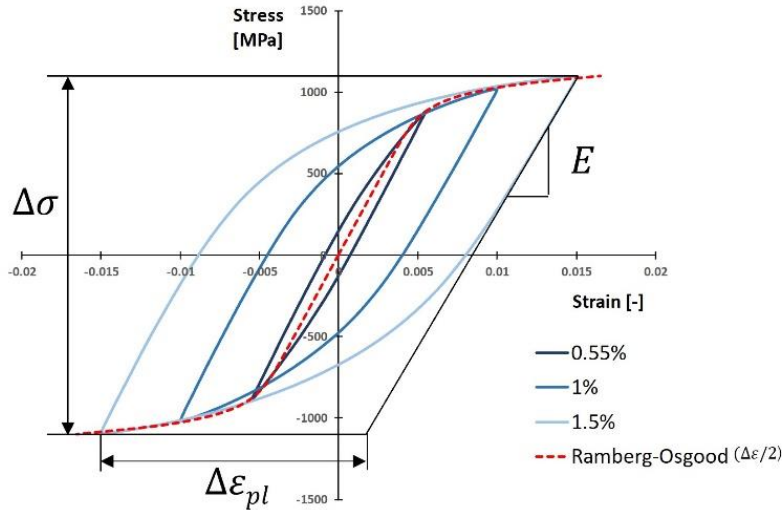


Bild 4: Spannungs-Dehnungs-Hysteresen mit Anpassung der Ramberg-Osgood-Gleichung für den Werkstoff Inconel 718 SLM

Für die Modellierung des Risswachstums wurde ein physikalisch basierter Ansatz gewählt, welcher den Rissfortschritt $\frac{da}{dN}$ in Abhängigkeit der Risspitzenöffnung (CTOD – Crack tip opening displacement) beschreibt.

$$\frac{da}{dN} = \beta \Delta \text{CTOD}^B$$

Die Risspitzenöffnung CTOD kann beschrieben werden durch

$$\text{CTOD} = 2|u_y(r_p)|_{\theta=\pi} = \left[2 \frac{0,002^n}{I_n} (\tilde{u}_y(\pi) + \tilde{u}_x(\pi))^n \tilde{u}_y(\pi) \right] \frac{J}{\sigma_y} = d_n \frac{J}{\sigma_y}$$

wobei d_n nach Schweizer mit

$$d_n = 0,78627 - 3,41692n + 6,11945n^2 - 4,2227n^3$$

abgeschätzt werden kann (C. Schweizer 2013). Das J-Integral für einen halbkreisförmigen Anriss kann nach Riedel mit der Gleichung

$$J = \left(1,45 \frac{\sigma^2}{E} + 2,4 \frac{\sigma \varepsilon_{pl}}{\sqrt{(1+3n)}} \right) a$$

angenommen werden (H. Riedel 1987). Damit ergibt sich für die zyklische Risspitzenöffnung

$$\Delta \text{CTOD} = \frac{d_n}{\sigma_{cy}} a \underbrace{\left(1,45 \frac{\Delta \sigma_{eff}^2}{E} + 2,4 \frac{\Delta \sigma \Delta \varepsilon_{pl}}{\sqrt{(1+3n)}} \right)}_{Z_D} = d_n \frac{Z_D}{\sigma_{cy}} a$$

Im Hochtemperaturbereich wird diese Gleichung oftmals durch eine zusätzliche Funktion $F(t, \sigma, T)$ zur Beschreibung temperatur- und zeitabhängiger Materialeffekte ergänzt. Dieser Ansatz wurde hier verwendet, um die Materialeffekte bei tiefer Temperatur und

Wasserstoffeinfluss zu beschreiben. Es ergibt sich eine Abhängigkeit der Temperatur T , plastischen Dehnamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}$, des Diffusionskoeffizienten D und der Fugazität f .

$$\Delta CTOD = d_n \frac{Z_D}{\sigma_{cy}} F(T, \Delta\varepsilon_{pl}, D, f) a = d_n \frac{Z_D}{\sigma_{cy}} \underbrace{\left(1 + \frac{T_{ref} \Delta\varepsilon_{pl}}{0,05 * T} + \frac{D}{D_{ref}} \sqrt{\frac{f}{f_{ref}}} \Delta\varepsilon_{pl} \right)}_{D_{T,H}} a$$

Durch Integration der Gleichung erhält man die zyklische Lebensdauer N_f bis zu einer kritischen Risslänge a_f .

$$\int_{N_0}^{N_f} dN = \frac{1}{\beta D_{T,H}^B} \int_{a_0}^{a_f} \frac{1}{a^B} da$$

$$N_f = \frac{1}{1-B} \frac{(a_f^{1-B} - a_0^{1-B})}{\beta D_{T,H}^B}$$

In Bild 5 ist der Vergleich zwischen der berechneten Lebensdauer und den experimentellen Lebensdauern für Inconel718 SLM bei Raumtemperatur und -196 °C an Luft und mit 10 bar und 100 bar Wasserstoffdruck. Die Ergebnisse stimmen in einem Streuband von Faktor 2 überein.

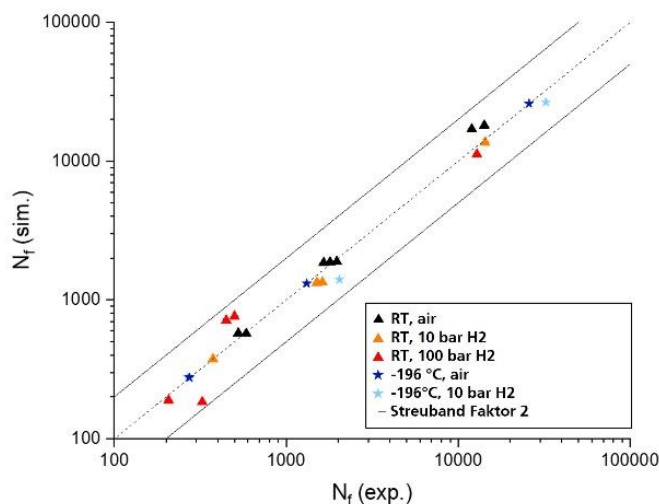


Bild 5: Vergleich der simulierten Zyklen bis zum Bruch N_f (sim.) und der experimentellen Ergebnisse N_f (exp.)

2.1.3 HAP 3 – Werkstoffqualifizierung für kryogene Anforderungen

Im HAP 3 konnte durch ein umfangreiches Prüfprogramm die Ziele „Bereitstellung zuverlässiger und experimentell gesicherter Daten für die Integration in Modelle“ und „Qualifizierung von Werkstoffen für die Anwendung unter Betriebsbedingungen, die sich aus neuen Antriebskonzepten ergeben“ erreicht werden. Durch die Auswertung der

Versuchsdaten und Untersuchung von Bruchflächen konnte das Ziel „Ermittlung der wasserstoffspezifischen Schädigungsmechanismen und deren Auswirkung für tiefkalte Anwendungen für additiv gefertigte Werkstoffe“ erreicht werden. Die Arbeiten waren aufgeteilt in mehrere Arbeitspakete von der Adaption von Prüfständen, über die Probenfertigung, bis hin zur Werkstoffqualifizierung mittels Experimenten.

Adaption von Prüfständen/Anlagen

Zur Vorbeladung von Proben mit Wasserstoff wurde eine Beladungsvorrichtung gebaut, bestehend aus einer Beladungskammer, Wasserstoffzu- und ableitung, Manometer und Heizung. Damit können Proben bei bis zu 200 bar Wasserstoffdruck und 400 °C beladen werden.

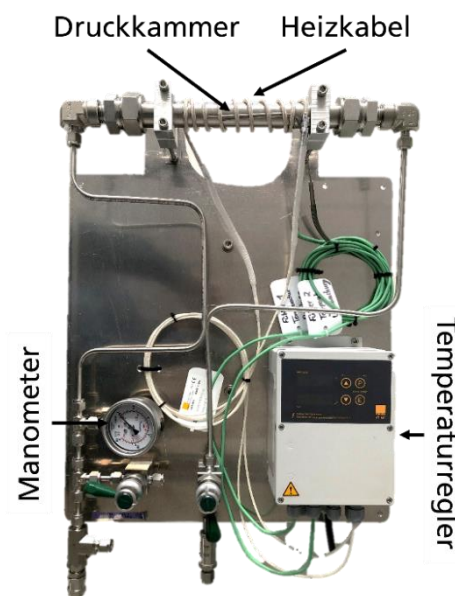


Bild 6: Vorrichtung zur Wasserstoffbeladung

Des Weiteren wurde eine Walter & Bai LFMZ elektromechanische Prüfmaschine umgerüstet für Versuche an Hohlproben (Bild 7 a). Hohlproben werden durch Tieflochbohren mit einer Bohrung durch die Längsachse der Probe versehen. Dadurch können die Proben während dem Versuch mit Wasserstoff von innen beaufschlagt werden. Zusätzlich wurde ein Kühlsystem, um Versuche in einem Bad aus flüssigem Stickstoff bei -196 °C durchzuführen, entwickelt und an der Maschine aufgebaut (Bild 7 b und c). Dabei wird das Stickstoffbad über einen Regler auf konstantem Niveau gehalten und aus einem Stickstoffbehälter nachgefüllt.

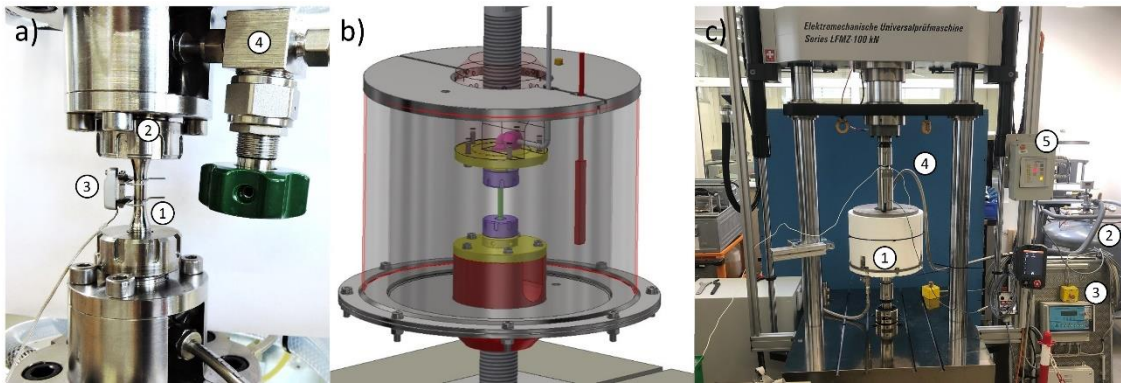


Bild 7: a) Hohlprobenprüfstand mit (1) Probe, (2) Einspannung, (3) Dehnmessgerät, (4) Wasserstoffleitung. b) Konstruktion des Tieftempaturaufbaus zur Durchführung von Hohlprobenversuchen im Flüssigstickstoffbad. c) Aufbau an der Prüfmaschine mit (1) isolierte Prüfkammer, (2) Flüssigstickstoffbehälter, (3) Sauerstoffsensoren, (4) Stickstoffleitung und (5) Füllstandsregler (rechts)

Vorversuche

Zur Ermittlung der Wasserstoffaufnahme der verschiedenen additiv gefertigten Werkstoffe wurden würfelförmige Proben mit den Abmessungen $5 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$ mit gasförmigem Wasserstoff beladen. Diese Beladungsform wurde gewählt, da sie im Gegensatz zu elektrolytischer Beladung näher am Einsatz von Werkstoffen in gasförmiger Atmosphäre ist. Die gasförmige Beladung wurde bei einer erhöhten Temperatur von $350 \text{ }^\circ\text{C}$ durchgeführt. Ausgenommen für Scalmalloy, bei welchem von einer mikrostrukturellen Veränderung bei dieser Temperatur auszugehen ist. Hier wurde eine Temperatur von $200 \text{ }^\circ\text{C}$ gewählt. Eine Beladung bei Flüssigstickstofftemperatur ($-196 \text{ }^\circ\text{C}$) konnte für diese Werkstoffe nicht durchgeführt werden, da die Wasserstoffaufnahme bei diesen Temperaturen zu langsam abläuft.

Bild 8 zeigt die Wasserstoffgehaltsmessungen mittels Schmelzextraktion vor der Beladung (0 Tage) und nach 14 und 28 Tagen Beladung. Es konnte eine deutliche Zunahme des Wasserstoffgehalts festgestellt werden. Scalmalloy hatte einen deutlich höheren Grundgehalt an Wasserstoff als Inconel 718 und Kupfer. Die Auslagerung bei Raumtemperatur und in flüssigem Stickstoff zeigt keine signifikante Abnahme über den Zeitraum von 140 Tagen. Dies macht mechanische Versuche mit Wasserstoffvorbeladung und konstantem Wasserstoffgehalt über die Versuchsdauer möglich. Es zeigt jedoch auch, dass die Diffusionsgeschwindigkeiten bei diesen Werkstoffen und Temperaturen sehr langsam sind.

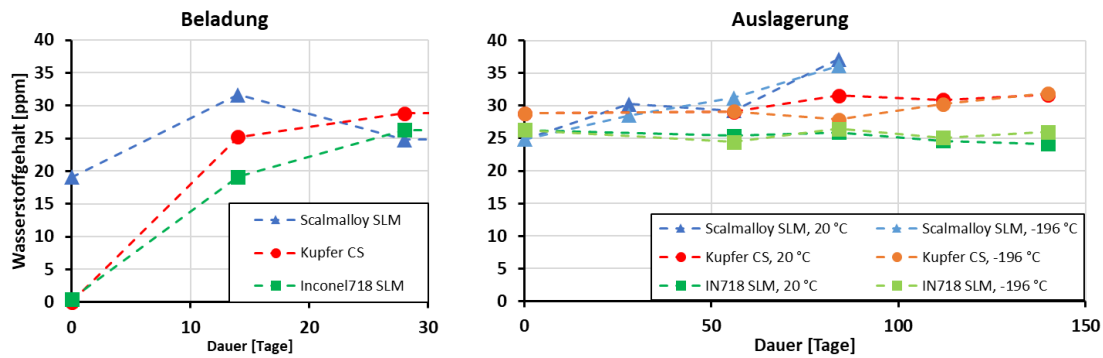


Bild 8: Wasserstoffgehaltmessungen mittels Schmelzextraktion nach Wasserstoffbeladung von Kupfer CS und Inconel 718 SLM bei 350 °C und Scalmalloy bei 200 °C (links). Wasserstoffgehaltmessungen mittels Schmelzextraktion nach Auslagerung aller Werkstoffe bei Raumtemperatur und in flüssigem Stickstoff bei -196 °C.

Die Wasserstoffbeladung bei der Titanlegierung, hergestellt im SLM- und DED-Verfahren, führte bereits nach 3 Wochen Beladung zu Wasserstoffgehalten im Bereich von 200-500 ppm (Bild 9). Dabei trat eine sehr große Streuung in den Messungen auf. Damit liegt der Wasserstoffgehalt etwa um einen Faktor von 10 höher als bei den anderen Legierungen. Titan kann mit Wasserstoff eine chemische Bindung eingehen und Titanhydride bilden. Dadurch kann eine große Menge an Wasserstoff aufgenommen werden. Dies führt jedoch auch zu einer Volumenzunahme und zu hohen Spannungen im Material. Nach 4 Wochen Beladungsdauer waren die Spannungen so hoch, dass diese zu Rissen bis hin zur vollständigen Pulverisierung des Materials führten. Daher konnte keine Sättigung des Werkstoffs mit Wasserstoff erreicht werden und damit schließt das die ex-situ Materialprüfung mit Vorbeladung für die Titanlegierung aus.

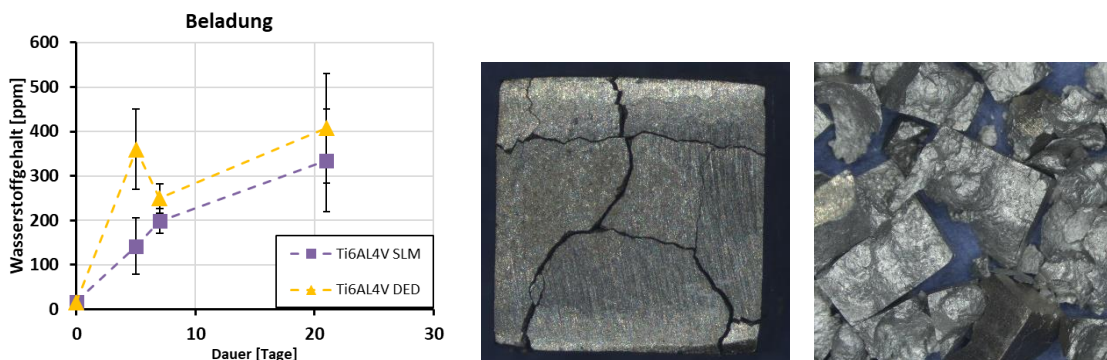


Bild 9: Wasserstoffgehaltmessungen mittels Schmelzextraktion nach Wasserstoffbeladung von Ti6Al4V SLM und DED bei 350 °C (links). Zerbrochene Probe (mittig) und Bruchstücke (rechts) nach 4 Wochen Wasserstoffbeladung.

Prüfstrategie

Gemeinsam mit den Projektpartnern wurde eine Prüfstrategie ausgearbeitet, bei der die benötigten Messgrößen und Materialkennwerte festgelegt wurden. Entsprechend der Testmöglichkeiten wurden die Versuche dann den Projektpartnern zugeteilt. Da das sich

ergebende Prüffeld aus verschiedenen Materialkennwerten, Temperaturen und Werkstoffen sehr groß ist, wurden die verschiedenen Experimente priorisiert (Bild 10, links).

Für die Experimente unter Wasserstoffeinfluss wurde ein Plan entwickelt, um die sinnvollsten Belade- und Prüfbedingungen zu ermitteln. Da eine deutliche Wasserstoffaufnahme, aber keine gleiche Schädigung unter in-situ und ex-situ Wasserstoffbeladung auftrat, wurde entschieden die weiteren Versuche unter in-situ Beladung durchzuführen. Diese Beladung entspricht am ehesten dem Anwendungsfall und eine Vorbeladung führt zu übermäßiger Wasserstoffschädigung, die in den Anwendung nicht zu erwarten ist.

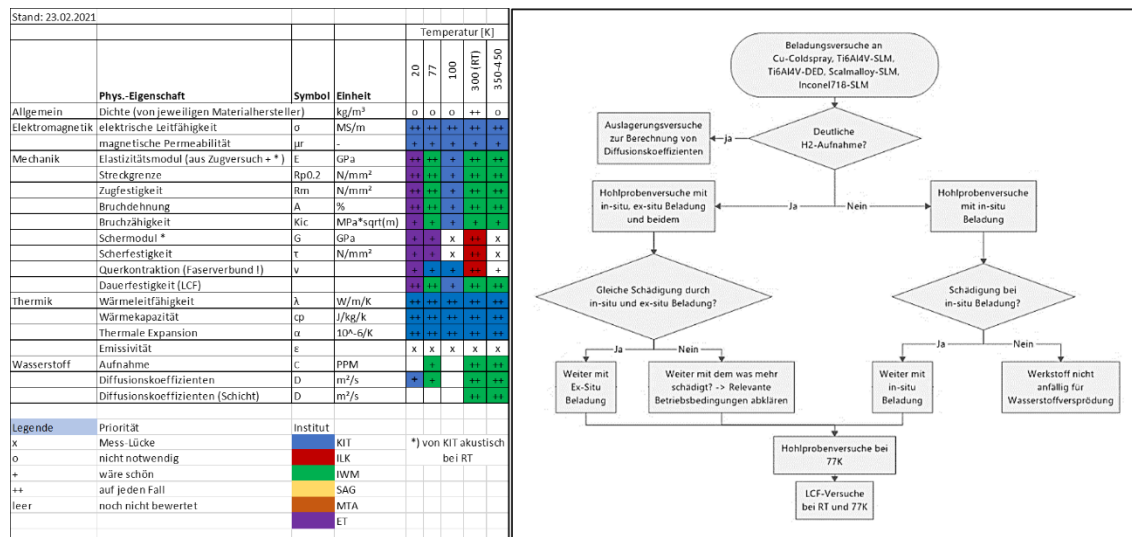


Bild 10: Festlegung der benötigten Materialkennwerte und Verteilung auf Projektpartner (links). Prüfstrategie für Experimente unter Wasserstoffeinfluss (rechts).

Prüfkörperfertigung

Das Ziel dieses Arbeitspaketes war die Herstellung von Prüfkörpern für die in der Prüfstrategie definierten Versuche. Dafür wurden Probenrohlinge aus Scalmalloy SLM, Kupfer CS und Inconel718 SLM beim Projektpartner Siemens AG hergestellt. Bei MT Aerospace wurden Rohlinge aus Ti6Al4V SLM und DED gedruckt. Bei Additive Drives wurde die Fertigung von Kupfer SLM übernommen. Um Unterschiede durch die Anisotropie des gedruckten Materials zu untersuchen, wurden Rohlinge in 0°-Orientierung (in Aufbaurichtung) und 90°-Orientierung (quer zur Aufbaurichtung) gefertigt. Dieser große Umfang an Rohlingen aus allen Werkstoffen und Orientierungen wurde am Fraunhofer IWM zu Prüfkörpern weiterverarbeitet. Das Einbringen von axialen Tieflochbohrungen, um Hohlproben herzustellen, wurde extern bei der Firma Nagel beauftragt.



Bild 11: Aufbaurichtungen der Rohlinge im Druckprozess (links). Fertigung von Würfelproben, Voll- und Hohlproben für Zu- und Ermüdungsversuche, Kerbzugproben und Gaspermeationsproben aus den Rohlingen (rechts).

Werkstoffqualifizierung für kryogene Anwendungen

Mikrostrukturcharakterisierung

Ziel dieses Arbeitspaketes ist die Untersuchung der Werkstoffe unter tiefkalter Temperatur und unter Wasserstoffeinfluss. Dafür sollen Diffusionsversuche, Zugversuche, Ermüdungsversuche und bruchmechanische Versuche durchgeführt werden.

Schliffbilder (Bild 12) wurden angefertigt, um Defekte und Auffälligkeiten aus dem additiven Fertigungsprozess aufzudecken. Bei Scalmalloy sind deutlich Druckbahnen zu erkennen. Der Schliff am Kupfer CS zeigt das Gefüge, das beim Coldspray-Verfahren entsteht. Hier ist zu erkennen, dass das Material nicht überall komplett konsolidiert ist. Es sind kleine Zwischenräume zu erkennen. Durch Änderung der Prozessparameter konnte dies optimiert werden.

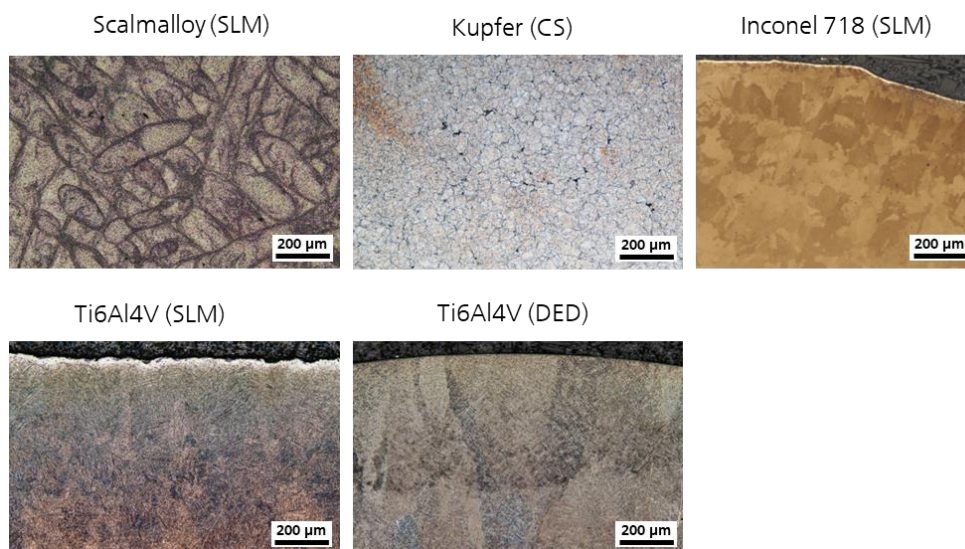


Bild 12: Schliffbilder der additiv gefertigten Werkstoffe

Gaspermeationsversuche

Durch den Druckprozess kommt es bei additiv gefertigten Werkstoffen meist zu einem geringen Anteil an Porosität. Bei geringen Wandstärken von Bauteilen könnte diese Porosität zu einem schnellen Durchströmen von feinen Löchern und damit zur Undichtigkeit des Bauteils führen. Zur Überprüfung der Dichtigkeit von den dünnen Membranen und zur Charakterisierung des Diffusions- und Permeationsverhaltens von Wasserstoff wurden Permeationsversuche durchgeführt. Dabei wird die Probe auf einer Seite mit Deuterium (atmosphärischer Druck) beaufschlagt, während auf der anderen Seite ein Vakuum erzeugt wird. Das Deuterium, das durch die Membran diffundiert, wird mittels einem Massenspektrometer gemessen. Eine detaillierte Beschreibung des Versuchsaufbaus ist in (Gröner et al. 2020) zu finden.

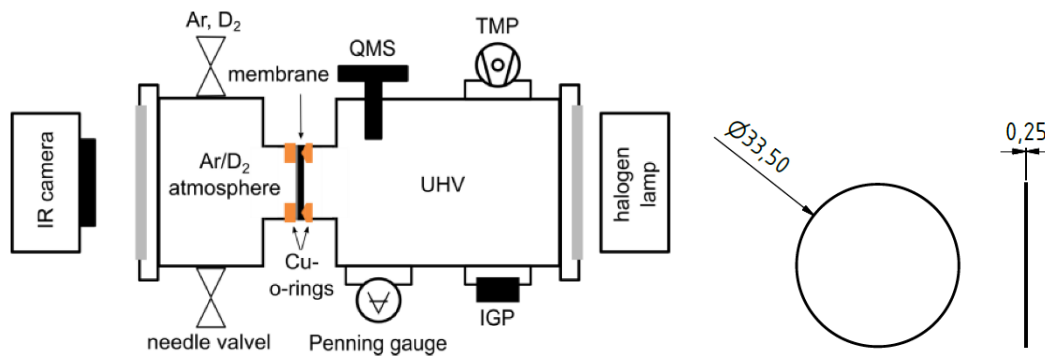


Bild 13: Gaspermeationsprüfstand zur Messung der Permeation durch dünne Metallmembrane (Gröner et al. 2020) und Abmessungen der getesteten Membrane

Es wurden Messungen an Ti6Al4V DED (280 und 282 °C), Scalmalloy SLM (125, 155 und 370 °C), Kupfer CS (175 °C) und Inconel718 SLM (153, 208, 260 und 261 °C) durchgeführt. Aufgrund der geringen Permeation bei diesen Temperaturen und dem geringen Druck, konnte nur bei Inconel718 ein ausreichend starkes Signal gemessen werden, um die Versuche auszuwerten. Für Inconel718 ergibt sich damit eine temperaturabhängiger Diffusionskoeffizient von

$$D_{Inconel718,SLM} = 1.58 \times 10^{-8} \exp\left(-\frac{31.95 \frac{kJ}{mol}}{RT}\right) m^2/s$$

Die Messungen sind in Bild 14 dargestellt. Zum Vergleich wurde der Diffusionskoeffizient von (Xu et al. 1994) für verschiedene Wärmebehandlungszustände von gewalztem Inconel718, gemessen im Temperaturbereich 210 - 430 °C, im Diagramm eingetragen. Der in diesem Projekt gemessene Diffusionskoeffizient für additiv gefertigtes Inconel718 SLM liegt etwas höher als der von Xu gemessene Koeffizient.

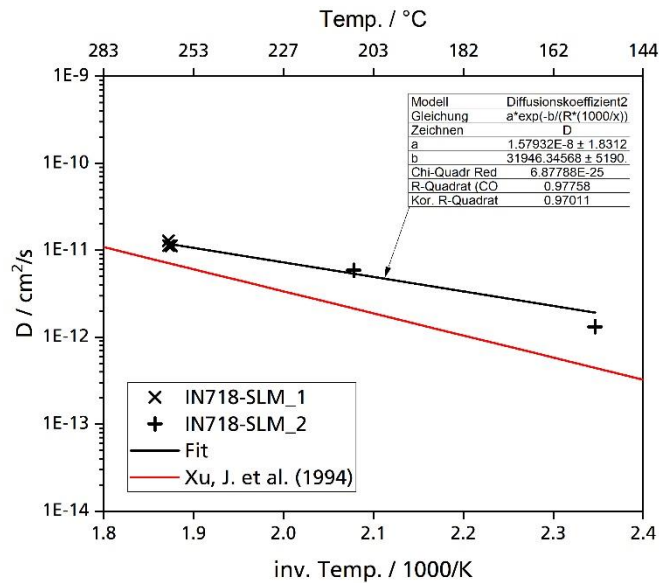


Bild 14: Messpunkte aus Gaspermeationsversuchen und Vergleich des Diffusionskoeffizienten mit Xu et al. (1994)

Zugversuche

Es wurden zahlreiche langsame Zugversuche an den verschiedenen Werkstoffen durchgeführt, um Einflüsse wie Herstellungsverfahren, Wärmebehandlungen (WBH), Aufbaurichtung, Prüftemperatur, Wasserstoffdruck etc. zu untersuchen. Aufgrund der geringen Diffusionsgeschwindigkeit von Wasserstoff wurden alle Versuche mit langsamer Dehnrates von 3×10^{-5} 1/s durchgeführt, um konservative Ergebnisse zu erhalten.

In Bild 15 a sind Zugversuche an der Legierung Inconel718 SLM dargestellt. Es ist zu sehen, dass die Zugfestigkeit im „as built“-Zustand deutlich geringer ist als mit WBH nach AMS5663 mit Lösungsglühen und 2-stufiger Auslagerung. Dafür sinkt die Bruchdehnung etwas durch die WBH. Ebenfalls ist ein Unterschied in der Festigkeit und Bruchdehnung aufgrund der unterschiedlichen Aufbaurichtungen in 0°- und 90°-Orientierung zu erkennen. Aufgrund der deutlich höheren Festigkeit und dem damit verbundenen Leichtbaupotential wurde entschieden, dass die Legierung im WBH-Zustand das größere Potential hat. Daher wurden weitere Versuche mit WBH durchgeführt.

Die Versuche an Kupfer CS und SLM (Bild 15 b) zeigen einen deutlichen Unterschied zwischen den beiden Fertigungsverfahren. Das Kupfer SLM hat eine höhere Bruchdehnung als das Kupfer CS. Ohne Wärmebehandlung liegt diese beim Kupfer CS unter 1%. Durch verschiedene WBHs konnte die Bruchdehnung gesteigert werden. Die besten Ergebnisse wurden mit der Wärmebehandlung bei 400 °C und 2 h Dauer erzielt, womit eine Bruchdehnung von über 20% bei gleichzeitig hoher Zugfestigkeit erreicht wurde.

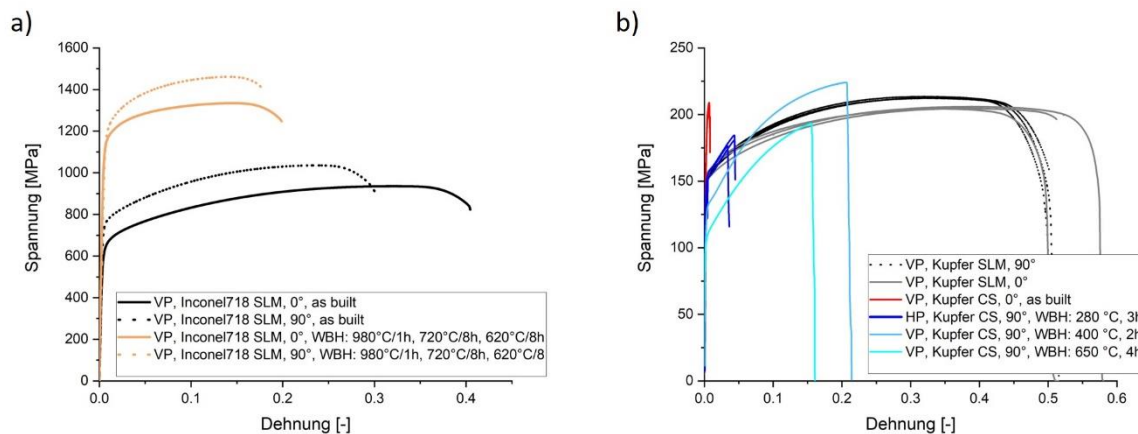


Bild 15: Einfluss der Wärmebehandlung und Aufbaurichtung auf das Zugverhalten der Legierung Inconel718 SLM (a). Einfluss der Wärmebehandlung, Aufbaurichtung und Herstellungsverfahren auf das Zugverhalten des additiv gefertigten Kupfers (b).

Bild 16 zeigt exemplarische Ergebnisse der langsamen Zugversuche an den Werkstoffen Inconel718 SLM, Ti6Al4V SLM und DED, Scalmalloy SLM und Kupfer CS bei unterschiedlichen Prüfbedingungen. In Bild 16 a sind die Ergebnisse der Versuche bei Raumtemperatur dargestellt. Es ist zu sehen, dass die Werkstoffe sich stark in ihren mechanischen Eigenschaften unterscheiden und sich damit für unterschiedliche Anwendungen eignen. Unter den Strukturwerkstoffen zeigt Inconel718 SLM die höchste Festigkeit und Steifigkeit, hat aber mit 8.2 g/cm^3 auch die höchste Dichte. Ti6Al4V hat ebenfalls eine hohe Festigkeit bei gleichzeitig geringerer Dichte ($4,5 \text{ g/cm}^3$). Die beiden Herstellungsverfahren SLM und DED unterscheiden sich nur geringfügig in der Festigkeit, welche beim SLM-Verfahren etwas höher ist. Die Aluminiumlegierung Scalmalloy hat eine geringere Festigkeit, ist aber aufgrund der geringen Dichte von etwa 2.7 g/cm^3 ein geeigneter Leichtbauwerkstoff. Das Kupfer CS wurde als Funktionswerkstoff aufgrund seiner hohen Leitfähigkeit für die elektromagnetischen Spulen gewählt. Die Festigkeit liegt hier deutlich niedriger als bei den anderen Werkstoffen.

10 bar Wasserstoffinnendruck zeigten nur bei Inconel718 SLM einen geringen Effekt auf die Bruchdehnung. Bei den anderen Werkstoffen konnte kein signifikanter Einfluss festgestellt werden (Bild 16 b). Inconel718 SLM und Ti6Al4V wurden auch unter 100 bar Innendruck getestet (Bild 16 c). Bei Ti6Al4V konnte auch bei diesem Druck kein Einfluss festgestellt werden, während bei Inconel718 SLM eine deutliche Reduktion der Bruchdehnung auftritt (siehe Pfeil, der den Bruch unter Wasserstoff markiert).

Bild 16 d zeigt den Einfluss der Temperatur bei -196 °C in flüssigem Stickstoff zu den Versuchen bei Raumtemperatur. Bei Ti6Al4V kommt es bei -196 °C zu einer hohen Steigerung der Festigkeit. Bei Inconel718 SLM, Scalmalloy SLM und Kupfer CS kommt es ebenfalls zur Steigerung der Festigkeit, jedoch geringer als bei Ti6Al4V. Scalmalloy zeigte jedoch eine starke Tieftemperaturversprödung. Deshalb wurde es im Folgenden nicht weiter in Ermüdungsversuchen untersucht. Im Gegensatz dazu zeigte Kupfer eine deutliche Steigerung der Duktilität.

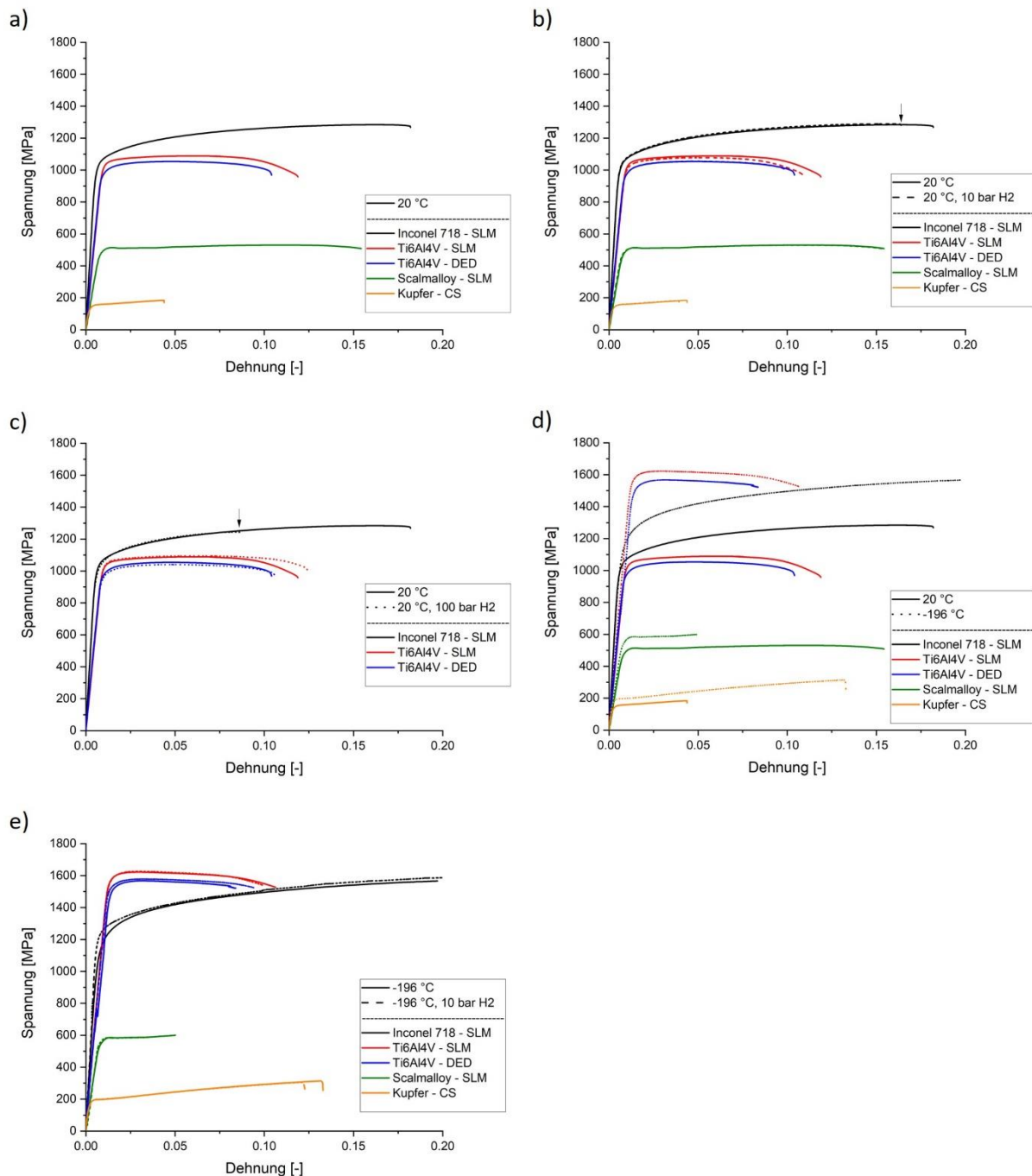


Bild 16: Exemplarische Ergebnisse der Zugversuche an Inconel718 SLM, Ti6Al4V SLM und DED, Scalmetalloy SLM und Kupfer CS unter verschiedenen Prüfbedingungen. Vergleich der Werkstoffe bei Raumtemperatur (a), Vergleich bei RT mit Versuchen unter 10 bar Wasserstoffdruck (Pfeil markiert Bruch unter Wasserstoff) (b), Vergleich bei RT mit Versuchen unter 100 bar Wasserstoffdruck (Pfeil markiert Bruch unter Wasserstoff) (c), Vergleich zwischen RT und -196 °C (d), Vergleich bei -196 °C mit und ohne 10 bar Wasserstoffdruck (e).

Niederzyklische Ermüdungsversuche

Es wurden niederzyklische Ermüdungsversuche (LCF - Low cycle fatigue) im Zielbereich 200 bis 20000 Zyklen durchgeführt. Wie bei den langsamen Zugversuchen wurden auch hier verschiedene Einflussgrößen wie Aufbauanrichtung, Prüftemperatur, Wasserstoffdruck, Probengeometrie, etc. untersucht. Die Versuche waren dehnungsgeregelt, mit einem Dehnungsverhältnis von $R = -1$ und bei langsamer Prüffrequenz von $f = 0,1$ Hz.

Die Ermüdungslebensdauer N_f kann nach der Manson-Coffin-Basquin (MCB) Gleichung in Abhängigkeit der elastischen Dehnamplitude $\varepsilon_{a,el}$ und plastischen Dehnamplitude $\varepsilon_{a,pl}$ beschrieben werden

$$\frac{\Delta \varepsilon_t}{2} = \varepsilon_{a,el} + \varepsilon_{a,pl} = \frac{\sigma_f}{E} (2N_f)^b + \varepsilon_f' (2N_f)^c.$$

Dabei ist σ_f die zyklische Fließgrenze, ε_f' der Duktilitätskoeffizient und E der Elastizitätsmodul. Diese wurde an die Versuchsdaten angepasst, um eine Abschätzung der zyklischen Lebensdauer zu erhalten.

Die Vergleichsversuche zwischen Hohlproben und Vollproben an Luft zeigen eine gute Übereinstimmung der Ermüdungslebensdauer N_f für die Dehnschwingbreiten $\Delta \varepsilon_t = 1.1\%$, 2% und 3% (Bild 17 a). Aus der Literatur ist jedoch bekannt, dass Hohlproben tendenziell eine etwas niedrigere Lebensdauer haben als Vollproben. Dieser Effekt soll in folgenden Projekten detaillierter untersucht werden. Bild 17 b zeigt den Vergleich zwischen 0° - und 90° -orientierten Proben, sowie den Einfluss von 10 bar Wasserstoff auf die Ermüdungslebensdauer. Die Versuche mit 90° -Orientierung hatten eine deutlich kürzere Lebensdauer als die 0° -Orientierung. Mit 10 bar Wasserstoffdruck zeigten die Versuche eine geringfügig kürzere Lebensdauer bei beiden Orientierungen.

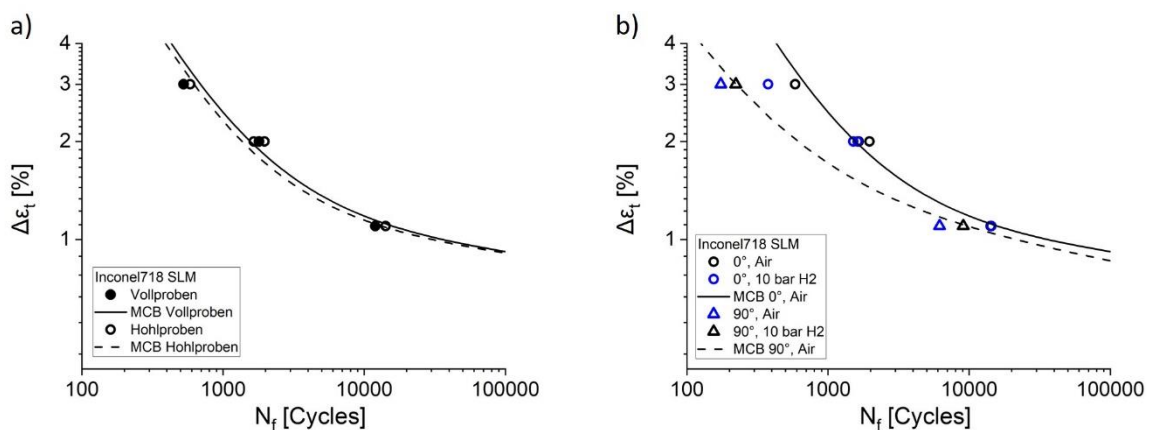


Bild 17: LCF Versuche an Inconel718 SLM an Voll- und Hohlproben in 0° -Orientierung (a) und in 0° - und 90° -Orientierung an Luft und mit 10 bar Wasserstoffdruck (b)

Die Ergebnisse der Ermüdungsversuche an Inconel718 SLM zeigen, dass bei Raumtemperatur (RT) 10 bar Wasserstoffdruck nur einen geringen Einfluss auf die Lebensdauer haben. Dieser steigt jedoch stark mit dem Wasserstoffdruck an. Bei 100 bar ist besonders bei den höheren Dehnungsamplituden eine starke Reduktion der Ermüdungslebensdauer zu erkennen (Bild 18 a). Die Versuche in flüssigem Stickstoff bei -196°C zeigen gegenüber RT eine erhöhte Lebensdauer bei kleinen Dehnamplituden und eine Reduktion dieser bei größeren

Dehnamplituden (Bild 18 b). Bei Ti6Al4V DED ist ein geringer Trend zu reduzierten Lebensdauern unter Wasserstoffdruck zu erkennen, der Effekt fällt aber eher gering aus (Bild 18 c). Im Gegensatz dazu konnte bei Ti6Al4V SLM kein Einfluss durch Wasserstoff festgestellt werden (Bild 18 d). Genauso auch bei Kupfer CS (Bild 18 e). Ti6Al4V DED und SLM als auch Kupfer CS zeigten bei -196 °C eine tendenziell erhöhte Ermüdungslebensdauer, besonders bei den kleineren Dehnamplituden. 10 bar Wasserstoffdruck hatten bei dieser Temperatur keinen Einfluss (Bild 18 c-e).

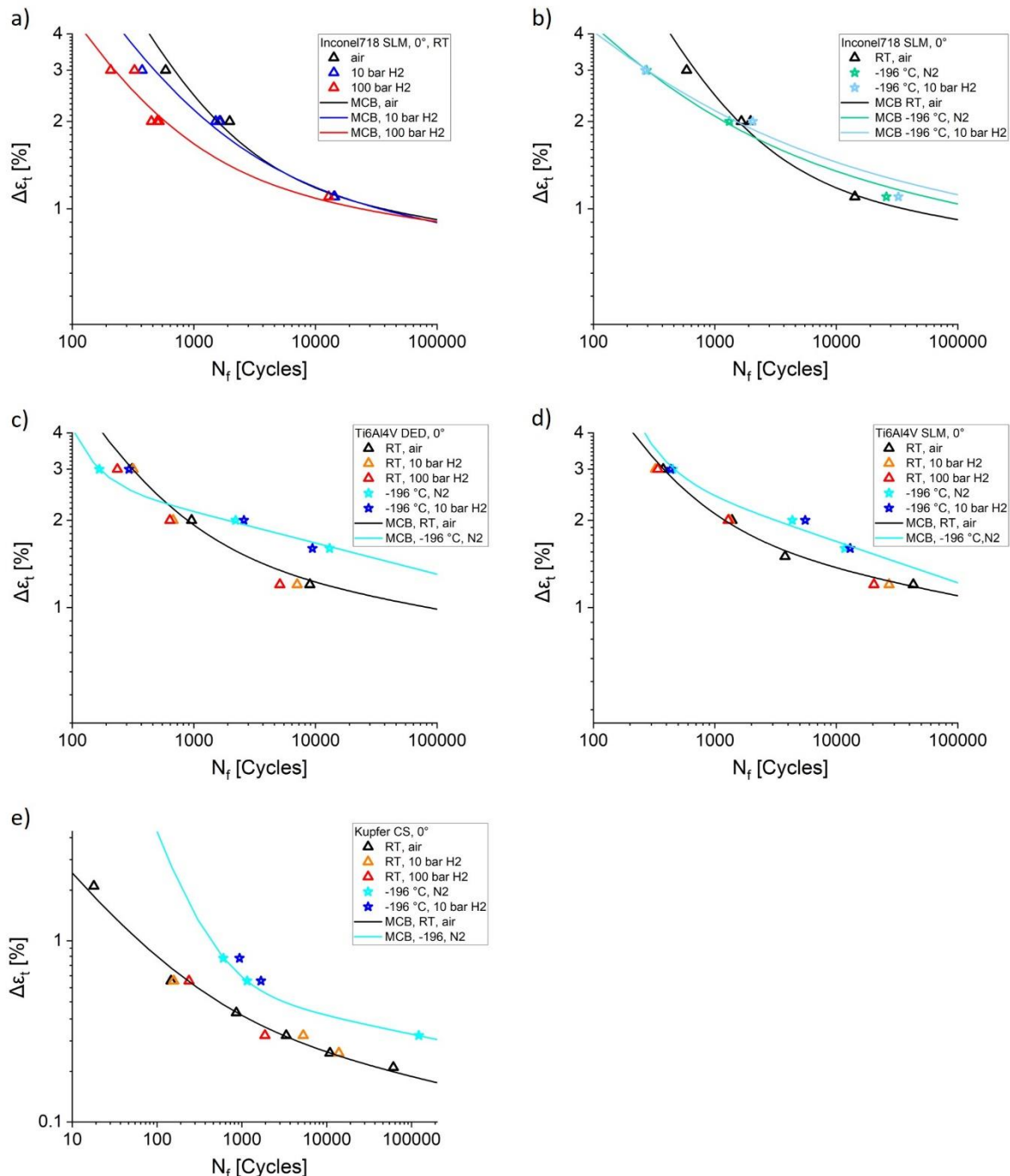


Bild 18: LCF-Versuche an Inconel718 SLM bei RT mit 10 bar und 100 bar H₂ (a) und im Vergleich zwischen RT und -196 °C in N₂ und mit 10 bar H₂ (b). LCF-Versuche an Ti6Al4V DED (c) und SLM (d) und Kupfer CS (e) bei RT und bei -196 °C, an Luft oder in N₂ und mit 10 bar oder 100 bar H₂.

Kerbschlagbiegeversuche

Kerbschlagbiegeversuche wurden durchgeführt, um die Versprödungsneigung bei Tieftemperatur gegenüber Raumtemperatur zu bewerten. Dafür wurden Kerbschlagproben mit den Abmessungen 10x10x55 mm³ gefertigt und bei Raumtemperatur und mit Flüssigstickstofftemperierung auf -196 °C getestet. Alle Werkstoffe zeigten bei Tieftemperatur eine tendenziell geringe Kerbschlagarbeit (Bild 19). Kupfer CS und Inconel 718 zeigen eine starke Abhängigkeit der Probenorientierung in 0°- und 90°-Orientierung. Bei Ti6Al4V fällt der Einfluss der Orientierung gering aus, jedoch haben die im DED-Verfahren gefertigten Proben bei RT eine deutlich höhere Kerbschlagarbeit als die im SLM-Verfahren gefertigten Proben.

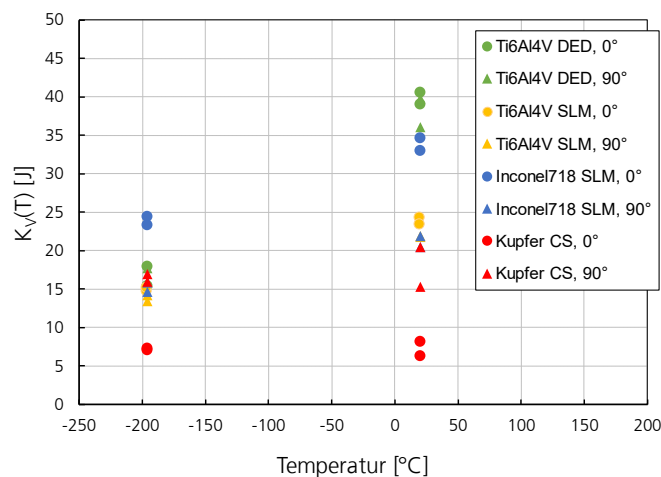


Bild 19: Kerbschlagbiegeversuche bei Raumtemperatur und -196 °C an Proben gefertigt in 0°-Orientierung und in 90°-Orientierung

Scherzugversuche

Es wurden Scherzugversuche an Scalmalloy SLM und Ti6Al4V SLM in verschiedenen Orientierungen der Proben zur Druckrichtung durchgeführt, um ein möglichst gutes Verständnis über die Anisotropie zu erhalten und diese auch über die Scherfestigkeit und Schermodul abbilden zu können. Die Versuche wurden an einer Instron 5985 elektromechanischen Prüfmaschine mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 0,02 mm/s durchgeführt. Die lokale Dehnung wurde mit einem 2D-DIC- (Digital Image Correlation) System optisch gemessen.

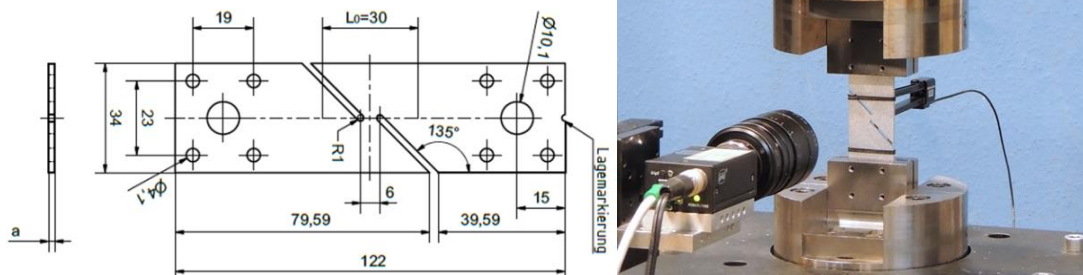


Bild 20: Probengeometrie der Scherzugproben (links) und Versuchsaufbau mit Clip-on Dehnungsmesser und Kamera für 2D-DIC (rechts)

Die Scherzugversuche in Bild 21 zeigen keine signifikante Anisotropie der Scherfestigkeiten für Scalmalloy SLM zwischen 0°-Orientierung, stehend und 90°-Orientierung, liegend oder für Ti6Al4V SLM in 0°- oder 90°-Orientierung, stehend und liegend. Die Scherfestigkeiten der verschiedenen Orientierungen können für Versagenskriterien für anisotrope Werkstoffe wie dem Tsai-Hill-Kriterium oder Tsai-Wu-Kriterium verwendet werden.

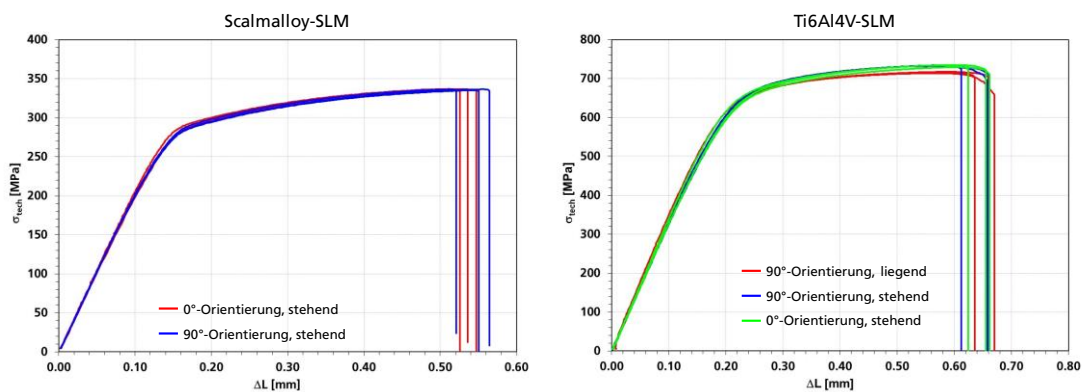


Bild 21: Scherzugversuche am Scalmalloy SLM (links) und Ti6Al4V SLM (rechts) bei Raumtemperatur an Proben mit verschiedenen Orientierungen

2.1.4 HAP 4 – Neue Bauweisen für Strukturen in elektrischen Antrieben

Aus den durchgeführten Versuchen lassen sich die folgenden Erfahrungen für additiv gefertigte Bauteile im Einsatz bei tiefer Temperatur und unter Wasserstoffeinfluss ableiten:

Erfahrungen zu prozess- und materialgerechter Bauweise

1. Wandstärken

- Beim Kupfer-SLM Verfahren konnte an der Spule eine minimale Wandstärken von 0,5 mm zwischen Holleiter und Außenseite erzielt werden. Mittels Lecktests wurde die Dichtheit überprüft.

- Trotz einer gewissen Porosität bei der additiven Fertigung konnte bei allen getesteten Werkstoffen durch Gaspermeationsversuche keine erhöhte Permeation festgestellt werden. Die Wandstärke betrug bei diesen Versuchen 0,25 mm.

2. Anisotropie

- Die Aufbaurichtung kann einen starken Einfluss auf die Festigkeit und Bruchdehnung haben. Welche Aufbaurichtung höhere mechanische Eigenschaften hat, ist vom Werkstoff und Fertigungsverfahren abhängig.
- Die Anisotropie sollte im Design- und Fertigungsprozess berücksichtigt werden und das Bauteil im Druckprozess entsprechend orientiert werden.
- Die Zugfestigkeit in Abhängigkeit der Orientierung kann für die untersuchten Werkstoffe wie folgt eingestuft werden:

IN718-SLM	liegend > stehend
Scalmalloy	liegend $\approx$ stehend
Ti6Al4V-DED	liegend < stehend
Ti6Al4V-SLM	liegend $\approx$ stehend
Cu-SLM	liegend > stehend

3. Fertigungsprozess

- Es ist auf eine gute Reinigung des Druckers zu achten, da Verunreinigungen im Prozess zu einer signifikanten Reduktion der mechanischen Eigenschaften führen können.
- Je nach Werkstoff ist eine geeignete Wärmebehandlung nach dem Druckprozess notwendig.

4. Wasserstoff

- Die Schädigung durch Wasserstoff ist stark abhängig vom Wasserstoffdruck und von der Temperatur.
- Bei Raumtemperatur und 100 bar H₂ konnte bei IN718-SLM eine deutliche und bei Ti6Al4V-DED eine leichte Reduktion der Lebensdauer festgestellt werden. Bei den Werkstoffen Ti6Al4V-SLM und Cu-CS wurde kein signifikanter Einfluss festgestellt.
- Bei tiefer Temperatur (-196 °C) wurde kein Einfluss von Wasserstoff auf die Lebensdauer festgestellt.

5. Tieftemperatur (-196 °C)

- Die untersuchte Scalmalloy Legierung zeigte eine starke Tieftemperaturversprödung und sollte nicht bei -196 °C eingesetzt werden.
- Stark erhöhte Festigkeit bei Tieftemperatur für Ti6Al4V-SLM und -DED und IN718-SLM.
- Leicht erhöhte Festigkeit und stark erhöhte Bruchdehnung für Cu-CS

2.1.5 HAP 5 – Validierung und Nachweis

Auf Basis der Versuchsdaten und zusätzlichen Untersuchungen der Hohlprobentechnik konnte das Ziel „Bereitstellen einer Basis für Normungsarbeit: Entwicklung einer Methodik, die es zukünftig erlaubt, Werkstoffe bzw. Komponenten unter einsatznahen Bedingungen effizient zu qualifizieren“ erarbeitet werden.

Test von Substrukturen

Es wurden Drucktests und Rauheitsmessungen an der ersten im SLM-Verfahren gedruckten Kupferspule durchgeführt. Die Drucktests ergaben, dass der Kanal in der Spule noch nicht vollständig vom Pulver aus dem Druckprozess bereinigt wurde. Weitere Untersuchungen zum Pulver im Kanal wurden mittels CT-Scans am ILK durchgeführt. Neue Ideen für ein optimiertes Spulendesign wurden von Siemens umgesetzt. Rauheitsmessungen wurden an der Oberfläche der Spule durchgeführt und gehen in den durchgängigen Design- und Simulationsprozess mit ein.

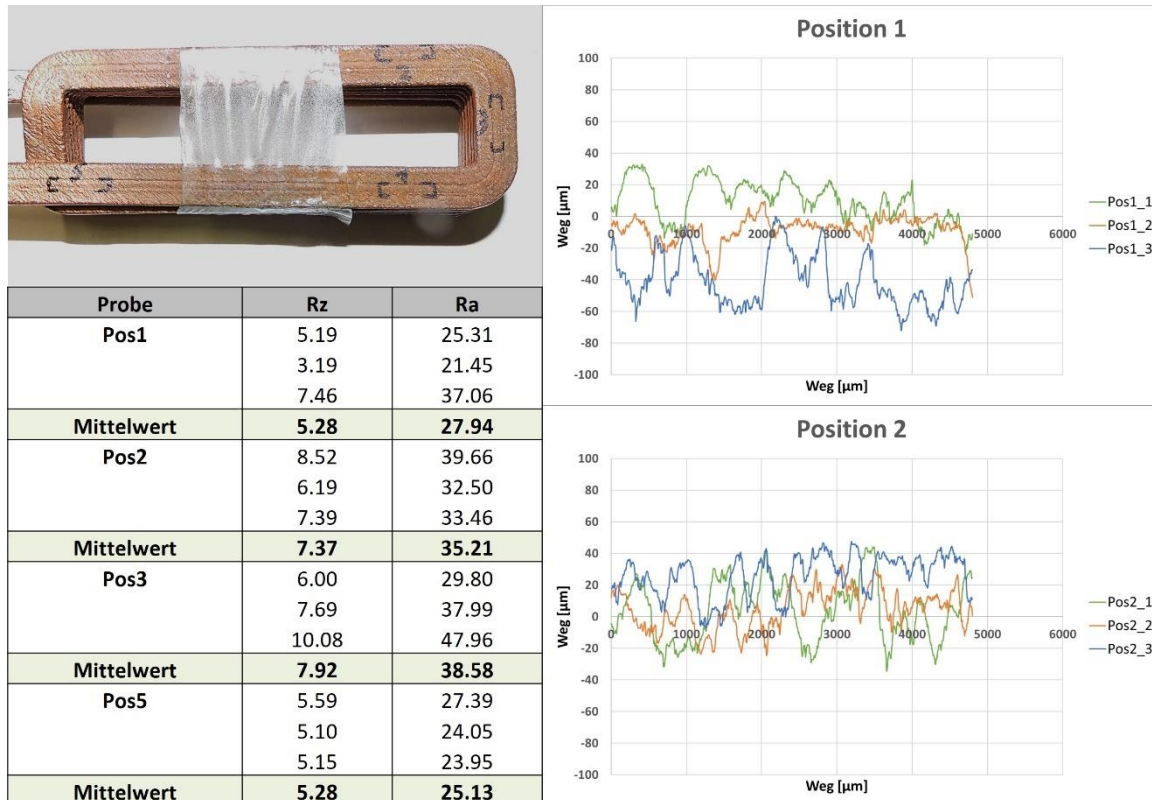


Bild 22: Rauheitsmessungen an der im SLM-Verfahren hergestellten Kupferspule

Empfehlungen für Designrichtlinien und Normung

Werkstoffe unter Bedingungen wie tiefer Temperatur und gleichzeitiger Wasserstoffbeladung zu untersuchen ist herausfordernd, aufwendig und teuer. Üblicherweise kommen Autoklavenprüfstände zum Einsatz, bei denen die Versuche in einer Druckkammer durchgeführt werden. Diese zu kühlen oder zu heizen ist eine zusätzliche Herausforderung.

Eine einfachere Methode ist die in diesem Projekt verwendete Hohlprobentechnik. Bei dieser wird die Probe von innen mit Wasserstoff beaufschlagt. Das ermöglicht ein sehr geringes Wasserstoffvolumen in der Probe und erfordert daher nur geringe Sicherheitsvorkehrungen. Gleichzeitig kann die Probe einfach von außen geheizt oder gekühlt werden. Jedoch ist dieses Verfahren bisher nicht standardisiert.

Im Projekt wurden zusätzliche Versuche durchgeführt, um eine Vergleichbarkeit zwischen konventionellen, im Autoklaven getesteten, Proben und Hohlproben herzustellen. Außerdem wurden Einflussfaktoren wie das Herstellungsverfahren der Proben und den resultierenden Oberflächengüten untersucht. Die Ergebnisse der Untersuchungen finden Eingang in die Normung des Hohlprobenzugversuchs im ISO-Ausschuss ISO/TC 164/SC 1/WG 9 für die zukünftige ISO 7039, welche aktuell in der DIS-Abstimmung ist.

2.2 Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Die wichtigsten Positionen des zahlenmäßigen Nachweises waren Materialkosten, Reisemittel, Personalkosten und Investitionsmittel. Details zu den Positionen sind dem zahlenmäßigen Nachweis zu entnehmen.

2.3 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Das Forschungsprojekt verfolgt eine Vielzahl von Zielen, um dazu beizutragen die Klimaziele der Regierung zu erreichen. Für das Fraunhofer IWM waren die Ziele zum klimaneutralen Antriebsstrang:

- Sichere Auslegung des wasserstoff-elektrischen Antriebstrangs durch entsprechende Materialdaten und Modelle.
- Ermittlung von Werkstoffdaten zu additiv gefertigten Werkstoffen, insbesondere unter Wasserstoffeinfluss und bei tiefkalten Temperaturen, die bislang nicht systematisch ermittelt wurden oder gar nicht vorhanden sind.
- Einfache analytische Modelle zur Reduktion des Testaufwands.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die geleistete Arbeit zur sicheren Auslegung des wasserstoff-elektrischen Antriebstrangs notwendig und angemessen ist. Die Verfügbarkeit von Materialdaten und Modellen sowie die Entwicklung vereinfachter analytischer Modelle sind entscheidend, um den Testaufwand zu reduzieren und eine sichere Auslegung zu ermöglichen.

2.4 Nutzen und Verwertbarkeit des Ergebnisses im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplanes

Das Fraunhofer IWM konnte erfolgreich einen Prüfstand für Hohlprobenversuche mit Wasserstoffinnendruck bei einer Temperatur von -196 °C umsetzen. Dieser kann auch zukünftig verwendet werden und ist ein Alleinstellungsmerkmal für das Fraunhofer IWM, da nur wenige andere Einrichtungen weltweit mechanische Versuche mit Wasserstoff bei dieser tiefen Temperatur durchführen können. Die ermittelten Daten finden Eingang in die Entwicklung und Konstruktion eines wasserstoff-elektrischen Antriebstrangs bei Siemens, sowie eines Wärmetauschers bei MTA. Außerdem wurden die Daten zur Entwicklung eines Materialmodells verwendet, wodurch zukünftig Prüfaufwand und Kosten reduziert werden können.

Im Sinne des Verwertungsplans wurden die Projektergebnisse auf verschiedenen Fachtagungen vorgestellt und in Tagungsbänden veröffentlicht. Weitere Veröffentlichungen wurden bereits eingereicht. Eine detaillierte Auflistung der Konferenzbeiträge und Veröffentlichungen ist in Kapitel 2.6 zu finden.

Des Weiteren wurden im Rahmen des Projektes 4 studentische Praktika absolviert und 4 Abschlussarbeiten angefertigt:

- Bachelorarbeit: Konstruktion einer Prüfvorrichtung zur Materialprüfung in Flüssigstickstoff mit gleichzeitiger Wasserstoffbeladung
- Bachelorarbeit: Untersuchung des Ermüdungsverhaltens additiv gefertigter Metalle in Flüssigstickstoff und mit Wasserstoffbeladung
- Bachelorarbeit: Einfluss von Druckwasserstoff auf das Zugverhalten von Hohlproben
- Masterarbeit: Werkstoffqualifizierung von additiv gefertigten Werkstoffen für Anwendungen mit gasförmigem Wasserstoff

Im Rahmen einer Vorlesung von Herrn Prof. Dr. Wettlaufer der Hochschule Heilbronn bringt das Fraunhofer IWM das Wissen über die Auswirkungen von Wasserstoff auf metallische Werkstoffe und Kunststoffe in die Lehre ein.

Auf die Projektergebnisse wird in aktuellen und folgenden Projekten aufgebaut. Insbesondere die Hohlprobentechnik wird in weiteren Projekten genutzt und weiterentwickelt. Dazu gehören TransHyde (BMBF, FKZ: 03HY202F), H2-Mare (BMBF, FKZ: 03HY301F), H2Leichtbaurohr (BMBF, FKZ: 3EI3070E), H2HohlZug (BMBF, FKZ: 03HY205G). Des Weiteren fanden und finden die Ergebnisse Eingang in die nationale und internationale Normung der Hohlprobentechnik. Das Fraunhofer IWM ist im ISO-Ausschuss ISO/TC 164/SC 1/WG 9 zur Normung des Hohlprobenzugsversuchs in der zukünftigen ISO 7039, welche aktuell in der DIS-Abstimmung ist, beteiligt. Sobald die Norm veröffentlicht ist, strebt das Fraunhofer IWM zusammen mit den anderen internationalen Teilnehmern eine Ergänzung der ISO 7039 spezifisch für Wasserstoff an. Weiterhin ist das Fraunhofer IWM in der DIN ONE der nationalen Normungsroadmap der DIN durch die Leitung der Arbeitsgruppe 4.2.1 Metallische Werkstoffe und die gemeinschaftliche Leitung des Unterarbeitskreis 4.2 Werkstoffe und Materialien engagiert. Ziel ist es Lücken in der Wasserstoffnormung zu identifizieren, die für die zukünftige Wasserstoffwirtschaft nötig sind. Die Erkenntnisse aus dem Projekt und die direkte Rückmeldung der industriellen Projektpartner macht dabei die Arbeit erheblich effizienter.

2.5 Fortschritte auf dem Vorhabengebiet bei anderen Stellen während der Vorhabendurchführung

Die Materialprüfung hinsichtlich Wasserstoffversprödung von metallischen Werkstoffen mittels Hohlproben gewinnt zunehmend an Interesse. Die Prüftechnik wurde inzwischen bei einigen Forschungseinrichtungen ebenfalls aufgebaut. So kamen in den letzten Jahren z.B. von der Bundesanstalt für Materialprüfung, Delft University of Technology, University of Science and Technology of China und vom National Institute for Materials Science Tsukuba, Ibaraki, Japan neue Veröffentlichungen zu dieser Technik heraus.

2.6 Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses nach Nr.11.

Veröffentlichungen:

- Tagungsband: F. Ebling, K. Wackermann, Gaseous hydrogen charging and fatigue testing on IN718, Proceedings of the ASME Pressure Vessels & Piping Conference, 2022
- Tagungsband: F. Ebling, H. Oesterlin, K. Wackermann, D. Primus, O. Rehme, Hydrogen effects on low cycle fatigue of IN718 at RT and 77K using the tubular specimen technique, Proceedings of the Fourth International Conference on Metals & Hydrogen, 2022
- Tagungsband: F. Ebling, A. Reichenbacher, H. Oesterlin, K. Wackermann, Hohlprobentechnik zur Werkstoffcharakterisierung im Ermüdungsversuch unter Druckwasserstoffeinfluss, Tagungsband Werkstoffprüfung, 2022
- Eingereicht: T. Michler, F. Ebling, Permeability, solubility and diffusivity of hydrogen in Alloy 718, Metallurgical and Materials Transactions A, 2024
- Eingereicht: F. Ebling, P. Bratsch, S. Wagner, A. Pundt, J. Preußner, H. Oesterlin, K. Wackermann, T. Michler, Assessing hydrogen embrittlement of alloy 718: Hollow and conventional tensile tests, Materials Science and Engineering: A, 2024
- Tagungsband: F. Ebling, H. Oesterlin, K. Wackermann, Effect of pressurised hydrogen on low cycle fatigue of Inconel 718: Modelling and testing, Fatigue 2024, 2024
- Geplant: Comparison of low cycle fatigue lifetime of alloy 718 under hydrogen gas examined by tubular and conventional specimens

Vorträge und Poster:

- Poster: F. Ebling, I. Antty, K. Wackermann, Investigation of Hydrogen Embrittlement at RT and 77K using the Tubular Specimen Technique, MaterialsWeek, 2021 (Poster award)
- Konferenzbeitrag: F. Ebling, K. Wackermann, Gaseous hydrogen charging and fatigue testing on IN718, ASME Pressure Vessels & Piping Conference, 2022
- Konferenzbeitrag: F. Ebling, H. Oesterlin, K. Wackermann, D. Primus, O. Rehme, Hydrogen effects on low cycle fatigue of IN718 at RT and 77K using the tubular specimen technique, Fourth International Conference on Metals & Hydrogen, 2022
- Konferenzbeitrag: F. Ebling, A. Reichenbacher, H. Oesterlin, K. Wackermann, Hohlprobentechnik zur Werkstoffcharakterisierung im Ermüdungsversuch unter Druckwasserstoffeinfluss, Tagung Werkstoffprüfung, 2022

- Konferenzbeitrag: F. Ebling, H. Oesterlin, A. Pundt, K. Wackermann, Mechanismbased Lifetime Assessment under the Influence of Hydrogen, DPG-Frühjahrstagung der Sektion Kondensierte Materie (SKM), 2023
- Konferenzbeitrag: F. Ebling, K. Wackermann, Cryogenic material testing with gaseous hydrogen for hydrogen-electric aircraft propulsion, International Cryogenic Materials Conference, 2023
- Seminar: F. Ebling, H. Oesterlin, K. Wackermann, Fatigue testing of additive manufactured alloy 718 with tubular specimens filled with pressurized hydrogen gas, MPA Seminar der Materialprüfungsanstalt Universität Stuttgart, 2023
- Konferenzbeitrag: F. Ebling, K. Wackermann, Tubular Specimens for Low Cycle Fatigue Testing of Alloy 718 under Gaseous Hydrogen, European PhD Hydrogen Conference (EPHyC), 2024
- Konferenzbeitrag: F. Ebling, H. Oesterlin, K. Wackermann, Effect of pressurised hydrogen on low cycle fatigue of Inconel 718: Modelling and testing, Fatigue 2024, 2024

3 Literaturverzeichnis

Amaro, Robert L.; Drexler, Elizabeth S.; Slifka, Andrew J. (2014): Fatigue crack growth modeling of pipeline steels in high pressure gaseous hydrogen. In: *International Journal of Fatigue* 62, S. 249–257. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2013.10.013.

API 5L: API 5L.

ASTM G129, 2000: ASTM G129.

Briottet, L.; Batisse, R.; Dinechin, G. de; Langlois, P.; Thiers, L. (2012a): Recommendations on X80 steel for the design of hydrogen gas transmission pipelines. In: *International Journal of Hydrogen Energy* 37 (11), S. 9423–9430. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2012.02.009.

Briottet, L.; Moro, I.; Lemoine, P. (2012b): Quantifying the hydrogen embrittlement of pipeline steels for safety considerations. In: *International Journal of Hydrogen Energy* 37 (22), S. 17616–17623. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2012.05.143.

Buckley, J. R.; Hardie, D. (1993): Effect of low temperature on resistance of stable austenitic steel to embrittlement by hydrogen. In: *Materials Science and Technology* 9 (3), S. 259–263. DOI: 10.1179/mst.1993.9.3.259.

Butomo, D. G.; Zedin, N. I.; Mnushkin, O. S. (1968): Effect of oxygen on the susceptibility of copper to "hydrogen sickness". In: *Metal Science and Heat Treatment* 10 (3), S. 184–185. DOI: 10.1007/BF00666854.

C. San Marchi and B.P. Somerday (2008): Technical Reference on Hydrogen Compatibility of Materials. Report-No.: SAND2008-1163. Sandia National Laboratories. Albuquerque, New Mexico and Livermore, California.

Fassina, P. (2013): Effect of hydrogen and low temperature on fatigue crack growth of pipeline steels. In: *Engineering Fracture Mechanics* (103), S. 10–25.

Fassina, P.; Bolzoni, F.; Fumagalli, G.; Lazzari, L.; Vergani, L.; Sciuccati, A. (2011a): Influence of Hydrogen and Low Temperature on Pipeline Steels Mechanical Behaviour. In: *Procedia Engineering* (10), S. 3226–3234.

Fassina, P.; Bolzoni, F.; Fumagalli, G.; Lazzari, L.; Vergani, L.; Sciuccati, S. (2012): Influence of hydrogen and low temperature on mechanical behaviour of two pipeline steels. In: *Engineering Fracture Mechanics* (81), S. 43–55. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2011.09.016.

Fassina, P.; Brunella, F.; Lazzari, L.; Re, G.; Vergani, L.; Sciuccati, A. (2011b): Fatigue Behavior Of Pipeline Steel Under Hydrogen Environment And Low Temperature. In: *Procedia Engineering* (10), S. 3345–3352.

Geberich, W.W.; Oriani, R.A.; Lii, M.-J.; Chen, X.; Foecke, T. (1991): The necessity of both plasticity and brittleness in the fracture thresholds of iron. In: *Philosophical Magazine A* 63, S. 363–376.

Han, G.; He, J.; Fukuyama, S.; Yokogawa, K. (1998): Effect of strain-induced martensite on hydrogen environment embrittlement of sensitized austenitic stainless steels at low temperatures. In: *Acta mater* 46 (13), S. 4559–4570.

Hirth, J.P. (1980): Effects of hydrogen on the properties of iron and steel. In: Metallurgical Transactions A 11A, S. 861–890.

Imade, M.; Zhang, L.; Iijima, T.; Fukuyama, S.; Yokogawa, K. (2009): Effect of Temperature on Internal Reversible Hydrogen Embrittlement of SU660 Iron-Based Superalloy and Austenitic Stainless Steels at Low Temperature. In: J. Japan Inst. Metals 73 (4), S. 245–250.

Jackson, H. F.; San Marchi, C.; Balch, D. K.; Somerday, B. P. (2013): Effect of low temperature on hydrogen-assisted crack propagation in 304L/308L austenitic stainless steel fusion welds. In: Corrosion Science 77, S. 210–221. DOI: 10.1016/j.corsci.2013.08.004.

Kuribayashi, M.; Okabayashi, H. (1983): The influence of heat-treatment and cold-work on the low temperature hydrogen embrittlement of austenitic stainless steels. In: J. Japan Inst. Metals 47, S. 365–372.

Lynch, S. P. (1988): Environmentally assisted cracking: Overview of evidence for an adsorption-induced localised-slip process. In: Acta Metallurgica 36 (10), S. 2639–2661. DOI: 10.1016/0001-6160(88)90113-7.

Matsumoto, T.; Kubota, M.; Matsuoka, S.; Ginet, P.; Furtado, J.; Barbier, F. (2017): Threshold stress intensity factor for hydrogen-assisted cracking of CR-MO steel used as stationary storage buffer of a hydrogen refueling station. In: International Journal of Hydrogen Energy 42 (11), S. 7422–7428. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2016.05.124.

Michler, Thorsten; Yukhimchuk, Arkadiy A.; Naumann, Joerg (2008): Hydrogen environment embrittlement testing at low temperatures and high pressures. In: Corrosion Science (50), S. 3519–3526.

Moro, I.; Briottet, L.; Lemoine, P.; Andrieu, E.; Blanc, C.; Odemer, G. (2010): Hydrogen embrittlement susceptibility of a high strength steel X80. In: Materials Science and Engineering: A 527 (27–28), S. 7252–7260. DOI: 10.1016/j.msea.2010.07.027.

Nanninga, N. E.; Levy, Y. S.; Drexler, E. S.; Condon, R. T.; Stevenson, A. E.; Slifka, A. J. (2012): Comparison of hydrogen embrittlement in three pipeline steels in high pressure gaseous hydrogen environments. In: Corrosion Science 59, S. 1–9. DOI: 10.1016/j.corsci.2012.01.028.

Ogata, T. (2008): Hydrogen embrittlement evaluation in tensile properties of stainless steels at cryogenic temperatures. ES OF STAINLESS STEELS AT CRYOGENIC TEMPERATURES. AIP Conference Proceedings. Online verfügbar unter <https://doi.org/10.1063/1.2900335>.

Oriani, R.A. (1987): Hydrogen - The versatile embrittler. In: Corrosion Science 43, S. 390–397.

Pallaspuro, S.; Yu, H.; Kisko, A.; Porter, G.; Kömi, J.; Zhang, Z. (2017): Low-temperature hydrogen embrittlement in martensitic steels. In: 14th International Conference on Fracture. 14th International Conference on Fracture (ICF14). Rhodes, Greece.

Panagopoulos, C. N.; Zacharopoulos, N. (1994): Cathodic hydrogen charging and mechanical properties of copper. In: Journal of Materials Science 29 (14), S. 3843–3846. DOI: 10.1007/BF00357357.

PATON, N. (1985): Low-Temperature Hydrogen Embrittlement of Titanium Alloy's. In: Titanium Science and Technology, S. 2519–2526. Online verfügbar unter <https://ci.nii.ac.jp/naid/10009313935/en/>.

Pircher, H.; Großterlinden, R. (1987): Wasserstoffinduzierte Korrosion von niedriglegierten Stählen in wässrigen Medien Materials and Corrosion, 38: 57-64. <https://doi.org/10.1002/maco.19870380202>

Riedel, H. (1987): Fracture at High Temperatures. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg DOI: 10.1007/978-3-642-82961-1

Robertson, I.M. (1999): The effect of hydrogen on dislocation dynamics. In: Engineering Fracture Mechanics 64 (5), S. 649–673. DOI: 10.1016/S0013-7944(99)00094-6.

Rozenak, P. (1990): Hydrogen effects on the behaviour of dislocations in austenitic stain-less steel. In: Journal of Materials Sciences Letters 9, S. 627–629.

Rozenak, P.; Robertson, I.M.; Birnbaum, H.K. (1990): HVEM studies of the effects of hydrogen on the deformation and fracture of AISI type 316 austenitic stainless steel. In: Acta Metallurgica et Materialia 38, S. 2031–2040.

Schlesinger, Michael; Seifert, Thomas; Preussner, Johannes (2017): Experimental investigation of the time and temperature dependent growth of fatigue cracks in Inconel 718 and mechanism based lifetime prediction. In: International Journal of Fatigue 99, S. 242–249. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2016.12.015.

Schweizer, C. (2013): Physikalisch basierte Modelle für Ermüdungsrisswachstum und Anrisslebensdauer unter thermischen und mechanischen Belastungen, Schriftenreihe Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnik, 2013,76

Serrano, L.; Müller, F.; Berger, A.; Oechsner, M.; Schweizer, C.; Schlesinger, M.; Eckmann, S. (2011): Rissverhalten unter anisothermen Beanspruchungsbedingungen – Berechnungsverfahren für Nickelbasis-legierungen. FVV Nr. 959. AIF (AIF Forschungsvorhaben, 15525N).

Slifka, A.J.; Dexler, E.S.; Amaro, R.L.; Hayden, L.E.; Stalheim, D.G.; Lauroa, D.S.; Hrabe, N.W. (2018): Fatigue Measurement of Pipeline Steels for the Application of Transporting Gaseous Hydrogen. In: Journal of Pressure Vessel Technology 140, 011407_1-011407_12. DOI: 10.1115/1.4038594.

Slifka, Andrew J.; Drexler, Elizabeth S.; Nanninga, Nicholas E.; Levy, Yaakov S.; McCols-key, J. David; Amaro, Robert L.; Stevenson, April E. (2014): Fatigue crack growth of two pipeline steels in a pressurized hydrogen environment. In: Corrosion Science 78, S. 313–321. DOI: 10.1016/j.corsci.2013.10.014.

Sofronis, P.; Robertson, I.M. (2002): TEM observations and micromechanical/continuum models for the effect of hydrogen on the mechanical behavior of metals. In: Philosophical Magazine A 82, S. 3405–3413.

Thompson, Anthony W.; Moody, Neville R. (1994): Hydrogen Effects in Materials. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc.

Troiano, A.R. (1960): The role of hydrogen and other interstitials in the mechanical behavior of metals. In: Transactions of the American Society of Metals 52, S. 54–80.

Zappfe, C.A.; Sims, C.E. (1941): Hydrogen embrittlement, Internal Stress and Defects in Steel. In: Transactions of the Metallurgical Society of AIME 145, S. 225–259.

Zhang, L.; Masaaki, I.; An, B.; Wen, M.; Iijima, T.; Fukuyama, S.; Yokogawa, K. (2012): Internal Reversible Hydrogen Embrittlement of Austenitic Stainless Steels Based on Type 316 at Low Temperatures. In: ISIJ International 52 (2), S. 240–246.

Zhang, Lin; Wen, Mao; Imade, Masaaki; Fukuyama, Seiji; Yokogawa, Kiyoshi (2008): Effect of nickel equivalent on hydrogen gas embrittlement of austenitic stainless steels based on type 316 at low temperatures. In: Acta Materialia 56 (14), S. 3414–3421. DOI: 10.1016/j.actamat.2008.03.022.

Zhou, Chengshuang; Hong, Yuanjian; Zhang, Lin; An, Bai; Zheng, Jinyang; Chen, Xingyang (2016): Abnormal effect of nitrogen on hydrogen gas embrittlement of austenitic stainless steels at low temperatures. In: International Journal of Hydrogen Energy 41 (31), S. 13777–13785. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2016.06.100.