



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DARMSTADT

Zur Bruchmechanik der wasserstoffassistierten Rissbildung in hochfesten Stählen

Am Fachbereich Material- und Geowissenschaften
an der Technischen Universität Darmstadt
zur Erlangung des Grades
Doktor der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)
genehmigte



DISSERTATION

von

Michael Brilz, M. Sc.

aus Alma-Ata



Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Matthias Oechsner
Mitberichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Clemens Müller

Tag der Einreichung: 24.08.2023
Tag der mündlichen Prüfung: 16.11.2023

Darmstadt 2023

Michael Brilz

Technische Universität Darmstadt

Dissertation, Erstveröffentlichung

Titel der Dissertation:

Zur Bruchmechanik der wasserstoffassistierten Rissbildung in hochfesten Stählen

Tag der mündlichen Prüfung: 16.11.2023

Ort: Darmstadt

Jahr der Veröffentlichung der Dissertation auf TUprints: 2023

Veröffentlicht unter CC BY-SA 4.0 International

URN: [urn:nbn:de:tuda-tuprints-263507](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:tuda-tuprints-263507)

URL: <https://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/26350>

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Zentrum für Konstruktionswerkstoffe, bestehend aus der Staatlichen Materialprüfungsanstalt Darmstadt (MPA) und dem Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde (IfW) der Technischen Universität Darmstadt, im Kompetenzbereich Werkstoffanalytik.

Vielen Dank an Herrn Prof. Dr.-Ing. Matthias Oechsner, dem Leiter des Zentrums für Konstruktionswerkstoffe, für die Betreuung und Unterstützung bei der Entstehung dieser Arbeit. Weiterhin danke ich Ihm vielmals für die Übernahme des Hauptreferats meiner Dissertation.

Vielen Dank an Herrn Prof. Dr.-Ing. Clemens Müller für die Annahme der Zweitbetreuung sowie des Korreferats meiner Doktorarbeit.

Bei Herrn Dr.-Ing. Holger Hoche, dem Leiter des Kompetenzbereichs Werkstoffanalytik, bedanke ich mich vielmals für die fachliche Betreuung, die hilfreichen Diskussionen, die vertrauensvolle Zusammenarbeit und die vielfältige wissenschaftliche und fachliche Förderung.

Weiterhin bedanke ich mich bei allen Mitarbeitern des Zentrums für Konstruktionswerkstoffe für die angenehme und zugleich konstruktive Arbeitsatmosphäre sowie für die fachliche Unterstützung bei der Durchführung aller Arbeiten, die maßgeblich zum Gelingen dieser Dissertation beigetragen haben. Allen voran danke ich Frau Meike Szabo für die Unterstützung bei der Durchführung der Rasterelektronenmikroskopie sowie Herrn Dipl.-Ing. Helge Labudda für die Instandhaltung und Kalibrierung der Verspann-Prüfstände. Weiterhin bedanke ich mich bei Herrn Dr.-Ing. Rainer Hill, bei Frau Dipl.-Chem. Ingeborg Gärtner und bei Herrn Matthias Ringsdorf für die Unterstützung bei den Arbeiten im Chemielabor. Bei Herrn Dr.-Ing. Casper Pusch, bei Frau Franziska Gollhardt, bei Frau Heike Karpenstein, bei Heidi Schweitzer, bei Herrn Dieter Mohr und bei Herrn Thomas Weimar bedanke ich mich für die Unterstützung in der Materialographie. Bei meinem ehemaligen Kollegen Herrn Dr.-Ing. Sören Trollst bedanke ich mich für die Unterweisung in die Wasserstoffanalytik sowie die zahlreichen Fachdiskussionen zum Thema Wasserstoffversprödung. Schließlich möchte ich mich bei meinen Kollegen Herrn Miro Lander (M. Sc.), Herrn Jens Musekamp (M. Sc.), Herrn Thomas Ulrich (M. Sc.), Herrn Fabian Jäger (M. Sc.) und Herrn Hoang Minh Vu (M. Sc.) für die angenehme Arbeitsatmosphäre und die wissenschaftlichen Diskussionen bedanken.

Kurzfassung

Bei standardisierten bruchmechanischen Prüfverfahren werden in der Regel Kompaktzugproben verwendet, die aufwendig und kostspielig in der Fertigung sind und aufgrund der geometrischen Anforderungen nicht aus jedem Bauteil der industriellen Serienfertigung hergestellt werden können. Für die Prüfung der bruchmechanischen Eigenschaften der meisten Schrauben und Bolzen sind die standardisierten Kompaktzugproben ungeeignet, weshalb als Alternative der Einsatz umlaufend gekerbter Rundzugproben (*CNT*-Proben) erforscht wird. Die wesentliche Problematik beim Einsatz von *CNT*-Proben liegt in der kontrollierten Initiierung eines umlaufenden Ermüdungsanrisses im Kerbgrund. Dabei führt die mechanische Wechselbeanspruchung oft zu exzentrischen Rissen mit einer umfänglich ungleichmäßigen radialen Risslänge. Diese Exzentrizität des umlaufenden Risses ist insbesondere bei der Bestimmung der Schwellenwertspannungsintensität der Wasserstoffversprödung relevant, da das Potenzial für ein unterkritisches wasserstoffassistiertes Risswachstum von der radialen Risslänge abhängt und, im Falle eines exzentrischen Ermüdungsanrisses, um den gesamten Umfang der Rissspitze unterschiedlich ist.

Mit dem Vorspannkraft-Verlust-Test (*VVT*) wird in dieser Arbeit ein neues Prüfverfahren zur Bewertung der Anfälligkeit von *CNT*-Proben aus hochfestem Stahl gegenüber einer Wasserstoffversprödung entwickelt, das ohne die Initiierung eines Ermüdungsanrisses auskommt. Stattdessen wird beim *VVT* eine wasserstoffassistierte Rissinitiierung vorgenommen, bei der die gleichmäßige, umlaufende und konzentrische Ausbildung des initiierten Risses mithilfe der Wasserstoffeindringtiefe und der anfänglichen Vorspannkraft kontrolliert wird. Neben dieser vorteilhaften Rissgeometrie hat der *VVT* den großen Vorteil einer sehr einfachen experimentellen Durchführung sowie den Vorteil eines definierten mit Wasserstoff beladenen Ausgangszustandes der Rissinitiierung, der die Ableitung zahlreicher Zusammenhänge erlaubt, mit denen die Werkstoffanfälligkeit gegenüber einer Wasserstoffversprödung bewertet und verstanden werden kann.

Die experimentelle Durchführung des *VVT* umfasst die Beladung der *CNT*-Proben mit Wasserstoff, die anschließende Verspannung der vorab mit Wasserstoff beladenen *CNT*-Proben bei einer konstanten Auslenkung, die iterative Bestimmung eines Schwellenwertes der ertragbaren Last und die rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenuntersuchung, inklusive der Vermessung der radialen Risslänge. Zur Auswertung der so erzielten Ergebnisse wird in dieser Arbeit der definierte mit Wasserstoff beladene Randzustand ausgenutzt, um eine Theorie der wasserstoffassistierten Rissbildung (*HAC*) in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe zu entwickeln. Die Theorie basiert auf dem Spröbruchkriterium nach *Griffith* sowie auf einer Abschätzung der Wasserstoffeindringtiefe mithilfe des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten und der Wasserstoffbeladungsdauer. Durch die Anwendung der hergeleiteten Theorie auf die experimentellen Ergebnisse des *VVT* können die Schwellenwertspannungsintensität, die Bruchzähigkeit und der Wasserstoffdiffusionskoeffizient

der *CNT*-Proben bestimmt werden. Weiterhin besteht die Möglichkeit zur Auswertung der experimentellen Ergebnisse hinsichtlich der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der momentanen Spannungsintensität. Diese Vielzahl an bestimmbar Kennwerten und Abhängigkeiten ermöglicht eine umfassende Bewertung der *CNT*-Proben hinsichtlich ihrer Anfälligkeit gegenüber einer Wasserstoffversprödung.

In dieser Arbeit werden 5 verschiedene *CNT*-Probentypen mithilfe des *VVT* und der hergeleiteten Theorie untersucht. Die Probentypen unterscheiden sich in der Geometrie der umlaufenden Kerbe, der chemischen Zusammensetzung des Stahls und der Festigkeitsklasse. Das Hauptaugenmerk der durchgeführten Untersuchungen liegt im Aufzeigen der Anwendbarkeit sowie der Anwendbarkeitsgrenzen des *VVT*. Weiterhin wird mit den Untersuchungen die gute Übereinstimmung der hergeleiteten Theorie mit den experimentell erzielten Befunden dargelegt. Aufgrund dieser Übereinstimmung ist der *VVT* eine vielversprechende Methode, welche die Anwendung von *CNT*-Proben zur Bewertung der wasserstoffinduzierten Sprödbriechanfälligkeit hochfester Stähle ermöglicht und somit die zahlreichen Vorteile dieser Probengeometrie zugänglich macht.

Abstract

Compact tensile specimens are usually used in standardized fracture mechanics testing methods. Due to geometric requirements these specimens are complex and costly to manufacture and cannot be produced from every component in industrial series production. In particular, compact tensile specimens are unsuitable for testing the fracture mechanical properties of most screws and bolts, which is why the use of circumferentially notched round tensile specimens (*CNT* specimens) is being explored as an alternative. The main difficulty in using *CNT* specimens is the controlled initiation of a circumferential fatigue crack in the notch base. The rotating bending fatigue load often leads to eccentric cracks with a circumferentially non-uniform radial crack length around the circumference. This eccentricity of the circumferential crack is particularly relevant in determining the threshold stress intensity of hydrogen embrittlement, since the potential for subcritical hydrogen-assisted cracking depends on the radial crack length and, in the case of an eccentric fatigue crack, varies around the entire circumference of the crack tip.

In this work, a new test method for evaluating the susceptibility of *CNT* specimens to hydrogen embrittlement is developed. The test method is called Preload-loss Test (*PLT*), and does not require fatigue cracking. Instead, *PLT* employs hydrogen-assisted crack initiation, in which the uniform, circumferential, and concentric formation of the initiated crack is controlled using hydrogen penetration depth and preload. In addition to this advantageous crack geometry, the *PLT* has the great advantage of being very easy to perform experimentally, as well as the advantage of working with a defined initial hydrogen-charged state, which allows the derivation of numerous relationships that can be used to evaluate and understand the material susceptibility to hydrogen embrittlement. The experimental performance of the *PLT* includes charging of *CNT* specimens with hydrogen, subsequent loading of the hydrogen-charged *CNT* specimens at a constant deflection, iterative determination of a threshold bearable load, and fracture surface examination by means of scanning electron microscopy, including measurement of the radial crack length. To evaluate the results thus obtained, this work exploits the defined hydrogen-charged edge state to develop a theory of hydrogen-assisted cracking (*HAC*) as a function of hydrogen penetration depth. The theory is based on *Griffith's* brittle fracture criterion and on an estimation of the hydrogen penetration depth using the hydrogen diffusion coefficient and the hydrogen exposure time. By applying the derived theory to the experimental results of the *PLT*, the threshold stress intensity, the fracture toughness and the hydrogen diffusion coefficient of the *CNT* samples can be determined. Furthermore, it is possible to evaluate the experimental results with respect to the instantaneous crack growth rate as a function of the instantaneous stress intensity. This multitude of determinable parameters and dependencies allows a comprehensive evaluation of the *CNT* samples with respect to their susceptibility to hydrogen embrittlement.

In this work, 5 different *CNT* specimen types are investigated using the *PLT* and the derived theory. The specimen types differ in the geometry of the circumferential notch, the chemical composition of the steel and the strength class. The main focus of the investigations carried out is to demonstrate the applicability and the limits of applicability of the *PLT*. Furthermore, the investigations demonstrate the good agreement between the derived theory and the experimentally obtained results. Based on this agreement, the *PLT* is a promising method which allows the application of *CNT* specimens for the evaluation of the hydrogen-induced brittle fracture susceptibility of high-strength steels and thus makes the numerous advantages of this specimen geometry accessible.

Inhaltsverzeichnis

Danksagung	I
Kurzfassung	II
Abstract	IV
Inhaltsverzeichnis	VI
Abkürzungsverzeichnis	VIII
Symbolverzeichnis	IX
1 Einleitung	1
1.1 Problematik und Bewertung der Wasserstoffversprödung	1
1.2 Klassifikation und Terminologie der Wasserstoffversprödung	4
1.3 Wasserstoffeintritt und -diffusion	6
1.4 Mechanismen der Wasserstoffversprödung	9
1.5 Bruchmechanik der Wasserstoffversprödung	13
1.5.1 Linear-elastische Bruchmechanik	13
1.5.2 Grenzen der linear-elastischen Bruchmechanik	18
1.5.3 Bestimmung von Schwellenwertspannungsintensitätsfaktoren	19
1.5.4 Bestimmung von Schwellenwertspannungsintensitätsfaktoren mit CNT-Proben	21
1.5.5 Nachteile der bisherigen Prüfverfahren an CNT-Proben	24
1.6 Ziele und Diskussion der Vorgehensweise dieser Arbeit	26
2 Experimentelle Vorgehensweise	29
2.1 Proben	29
2.2 Vorspannkraft-Verlust-Test (VVT)	31
2.2.1 Wasserstoffbeladung	31
2.2.2 Verspannprüfung bei einer konstanten Auslenkung	32
2.2.3 Verspannreihe zur Bestimmung eines Schwellenwertes der Vorspannkraft	33
2.2.4 Rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenuntersuchungen	35
3 Ergebnisse des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT)	39
4 Theorie der HAC in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe	48
4.1 Schema zum Schädigungsvorgang der wasserstoffassistierten Rissbildung	48
4.2 Kritische Risslänge	52
4.3 Energiegleichgewicht der Rissinitiierung	58
4.4 Grenzen des Vorspannkraft-Verlust-Tests	66
4.5 Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe	70
4.5.1 Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H	70
4.5.2 Bruchzähigkeit K_{Ic}	72
4.5.3 Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC}	72

4.5.4	Standardunsicherheiten und Vertrauensniveau	74
4.5.5	Momentane Risswachstumsgeschwindigkeit	76
5	Diskussion	85
5.1	Experimentelle Vorgehensweise	86
5.2	Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC}	88
5.3	Kerbbedingte Spannungsüberhöhungen	89
5.4	Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H	91
5.5	Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe	94
6	Fazit und Ausblick	97
	Literaturverzeichnis	A-1
	Abbildungsverzeichnis	A-11
	Tabellenverzeichnis	A-28
	Anhang	A-32

Abkürzungsverzeichnis

<i>ASTM</i>	<i>American Society for Testing and Materials</i>
<i>CF</i>	Korrosionsermüdung (engl.: <i>Corrosion Fatigue</i>)
<i>CNT</i>	Umlaufend gekerbte Rundzugproben (engl.: <i>Circumferential Notched Tensile Specimens</i>)
<i>DIN</i>	Deutsches Institut für Normung
<i>EAC</i>	Umweltbedingte Rissbildung (engl.: <i>Environment-Assisted Cracking</i>)
<i>erf</i>	Gaußsche Fehlerfunktion (engl.: <i>error function</i>)
<i>Gl.</i>	Gleichung
<i>HAC</i>	Wasserstoffassistierte Rissbildung (engl.: <i>Hydrogen-Assisted Cracking</i>)
<i>HE</i>	Wasserstoffversprödung (engl.: <i>Hydrogen Embrittlement</i>)
<i>HEAC</i>	Umweltbedingte wasserstoffassistierte Rissbildung (engl.: <i>Hydrogen-Environmental-Assisted Cracking</i>)
<i>HEDE</i>	Wasserstoffverstärkte Dekohäsion (engl.: <i>Hydrogen-enhanced Decohesion</i>)
<i>HELP</i>	Wasserstoffverstärkte lokale Plastizität (engl.: <i>Hydrogen-enhanced Localized Plasticity</i>)
<i>HEPZ</i>	Prozesszone der Wasserstoffversprödung
<i>IHAC</i>	Interne wasserstoffassistierte Rissbildung (engl.: <i>Internal Hydrogen-Assisted Cracking</i>)
<i>IPZ-Modell</i>	Modell nach Iyer, Pickering und Zamanzadeh bzgl. des Wasserstoffeintritts in eine Metallmembran
<i>LEBM</i>	Linear-elastische Bruchmechanik
<i>LME</i>	Flüssigmetallinduzierte Versprödung (engl.: <i>Liquid Metal Embrittlement</i>)
<i>PLT</i>	Preload-Loss-Test
<i>REM</i>	Rasterelektronenmikroskopie
<i>SSC</i>	Spannungsrissskorrosion (engl.: <i>Stress Corrosion Cracking</i>)
<i>SSY</i>	Fließen in einem kleinen Bereich bei einem sonst elastischen Materialverhalten (engl.: <i>Small-scale yielding</i>). Moderate Abweichungen von einem rein elastischen Materialverhalten
<i>VVT</i>	Vorspannkraft-Verlust-Test
<i>wppm</i>	Weight parts per million
<i>RMSD</i>	Standardfehler der Regression (engl.: <i>Root-Mean-Square Deviation</i>)

Symbolverzeichnis

a	Risslänge
a_c	Kritische Risslänge
a_{ck}	Kritische Risslänge unter Berücksichtigung der Kerbtiefe
a_e	Länge des Ermüdungsrisses (Teilrisslänge)
a_{EAC}	Länge des durch umweltbedingte Rissbildung generierten Risses (Teilrisslänge)
a_k	Kerbtiefe
\bar{a}_c	Median der kritischen Risslänge
\bar{a}_{ck}	Median der kritischen Risslänge unter Berücksichtigung der Kerbtiefe
\bar{a}_e	Mediane Länge des exzentrischen Ermüdungsrisses
\bar{a}_{EAC}	Mediane Länge des durch umweltbedingte Rissbildung generierten Risses
A	Scheinbarer Flächeninhalt einer Bruchfläche oder einer Korngrenze (am Bild ermittelt)
A_0	Spannungsquerschnittsfläche im Kerbgrund
A_{Riss}	Flächeninhalt eines Risses
B	Probendicke der Standardproben nach DIN EN ISO 7539-6:2018-12 sowie Breite des Griffith-Risses
c	Konzentration
c_H	Wasserstoffkonzentration
c_{max}	Konzentrationsmaximum des Konzentrationsprofils
c_i	Oberflächenkonzentration/Löslichkeitsgrenze bei den gegebenen Wasserstoffbeladungsbedingungen
D	Diffusionskoeffizient
D_H	Wasserstoffdiffusionskoeffizient
D_G	Risswachstumskoeffizient
E	Elastizitätsmodul
f	Geometriekorrekturfaktor oder Geometriefaktor
f_{CNT}	Geometriekorrekturfaktor für eine CNT-Probe
f_{DCB}	Geometriekorrekturfaktor für eine DCB-Probe
f_0	Geometriekorrekturfaktor für eine CNT-Probe. Berücksichtigt im Gegensatz zu f_{CNT} eine mögliche Exzentrizität ε des umlaufenden Risses
H	Wasserstoff
J	Teilchenstromdichte
K_I	Spannungsintensitätsfaktor
K_{I0}	Anfängliche Spannungsintensität an der Spitze des initiierten Risses der Länge a_i

K_{Ic}	Kritischer Spannungsintensitätsfaktor (Bruchzähigkeit)
K_{IEAC}	Schwellenwertspannungsintensitätsfaktor für die umweltbedingte Rissbildung
K_{IHAC}	Schwellenwertspannungsintensitätsfaktor für die wasserstoffassistierte Rissbildung
K_{Imax}	Maximale Spannungsintensität an der Spitze eines infinitesimalen Risses im Kerbgrund
L	Last oder Kraft
$L(t)$	Kraft-Zeit-Verlauf
L_F	Bruchkraft
L_{HAC}	Minimale Vorspannkraft zum Versagen durch wasserstoffassistierte Rissbildung
L_w	Anpassungsparameter (Kraft)
r	Radius oder Radialkoordinate des Polarkoordinatensystem
R_m	Zugfestigkeit
R_{mk}	Kerbzugfestigkeit
$R_{p0,2}$	0,2-%-Dehngrenze
t	Zeit
t_H	Wasserstoffbeladungsdauer
t_F	Zeit bis zum Versagen
t_w	Anpassungsparameter (Zeit)
T	Temperatur
U	Innere Energie
U_0	Innere Energie ohne Riss
U_e	Elastische Energie
U_s	Oberflächenenergie
V_f	Idealisiertes Energiefreisetzungsvolumen
v_0	Anpassungsparameter der Risswachstumsgeschwindigkeit mit der Einheit m/s
v_1	Anpassungsparameter der Risswachstumsgeschwindigkeit mit der Einheit m/s^2
v_2	Anpassungsparameter der Risswachstumsgeschwindigkeit mit der Einheit m/s^{2n+1}
v_{Riss}	Momentane Risswachstumsgeschwindigkeit mit der Einheit m/s
\bar{v}_{Riss}	Mittlere Risswachstumsgeschwindigkeit mit der Einheit m/s
W	Probenbreite der Standardproben nach DIN EN ISO 7539-6 und Durchmesser der CNT-Proben
w_k	Durchmesser im Kerbgrund
w_e	Durchmesser des durch HAC generierten Bruchflächenanteils
w	Durchmesser der Gewaltbruchfläche
x	Ortskoordinate
x_D	Diffusionslänge

x_H	Wasserstoffeindringtiefe
α_k	Kerbformzahl
γ_{BF}	Spezifische Oberflächenenergie der Bruchfläche
γ_{HAC}	Energie für die wasserstoffassistierte Rissbildung unter Berücksichtigung von <i>HEDE</i> und <i>HELP</i>
γ_{int}	Ideale Kohäsionsenergie
γ_{KG}	Energie der intakten Korngrenze
γ_p	Plastische Arbeit für die Entstehung und Bewegung von Versetzungen
γ_s	Spezifische Oberflächenenergie
Γ	Grenzflächen- oder Oberflächenkonzentration
Γ_{KG}^{seg}	Konzentration der an der Korngrenze segregierten Wasserstoffatome
Γ_{BF}^{seg}	Konzentration der an der Bruchfläche segregierten Wasserstoffatome
δ	Abstand einer Grenzflächenseparation
ΔE_{BF}^{seg}	Änderung der Bruchflächenenergie infolge der Segregation von Wasserstoffatomen
ΔE_{KG}^{seg}	Änderung der Korngrenzenergie infolge der Segregation von Wasserstoffatomen
ε	Exzentrizität der Restgewaltbruchfläche gegenüber des Bruchflächenmittelpunktes
ε_{quer}	Querdehnung
θ	Winkel oder Winkelkoordinate des Polarkoordinatensystem
ν	Querkontraktionszahl (Poissonzahl)
ρ_k	Kerbradius
σ	Zugspannung
σ_F	Bruchspannung
σ_{HAC}	Minimale Zugspannung zum Versagen durch wasserstoffassistierte Rissbildung
σ_n	Nominelle Zugspannung $4L/(\pi W^2)$
σ_N	Nominelle Zugspannung $4L/(\pi w^2)$
σ_b	Aufgrund der Exzentrizität ε wirkende Biegespannungen
σ_{nk}	Nominelle Zugspannung im Kerbquerschnitt $4L/(\pi w_k^2)$
σ_{max}	Maximale Zugspannungen
σ_{Riss}	Mittlerer Kraftabfall pro Rissfläche
φ_o	Spezifische Risswachstumsgeschwindigkeit

1.1 Problematik und Bewertung der Wasserstoffversprödung

Die Wasserstoffversprödung metallischer Bauteile ist ein Teilgebiet der umweltbedingten Rissbildung (engl.: *Environment-Assisted Cracking (EAC)*), welches die Degradation der mechanischen Eigenschaften durch die umweltbedingte Aufnahme von atomarem Wasserstoff in den Werkstoff umfasst.^{1,2} Zum theoretischen und experimentellen Verständnis der Wasserstoffversprödung muss eine Komplexbeanspruchung beschrieben werden, welche die Wasserstoffaufnahme in das Kristallgitter sowie die Wechselwirkung des absorbierten Wasserstoffs mit den Gitteratomen und den Gitterdefekten, jeweils unter Berücksichtigung der mechanischen Beanspruchung beinhaltet. Die Wasserstoffaufnahme erfolgt dabei infolge elektrochemischer Reaktionen an der Bauteiloberfläche, bei denen ein Wasserstoffkation mithilfe eines Elektrons zu einem Wasserstoffatom reduziert und anschließend in den Werkstoff absorbiert wird.³ Solche Reaktionen finden z.B. bei korrosiven Beanspruchungen statt, weshalb jeder Korrosionsangriff zu einer Wasserstoffaufnahme und folglich zu einer Wasserstoffversprödung führen kann.⁴ Weiterhin kann atomarer Wasserstoff infolge industrieller Fertigungsprozesse, wie z.B. einer Oberflächenbehandlung durch Beizen in Säuren^{5,6} sowie beim Galvanisieren⁷, in den Werkstoff eindringen.

Die Relevanz zur Untersuchung der Anfälligkeit metallischer Bauteile gegenüber einer Wasserstoffversprödung wird insbesondere bei hochfesten Metallen, deren Einsatz im Zuge des Leichtbaus zur Gewichtsreduzierung forciert wird, deutlich.^{4,8-10} Die Festigkeitssteigerung von Metallen wird durch das Einbringen und die Variation von Gitterdefekten in das ideale Metallgitter erreicht. Dies wird durch die Wahl der chemischen Zusammensetzung, den Umformprozess und die Wärmebehandlung des Metalls realisiert.¹¹⁻¹³ Mit der Art, der Verteilung und der Dichte der Defekte ändern sich auch die Art und das Ausmaß möglicher Wechselwirkungen von Wasserstoffatomen mit den Gitterdefekten.^{14,15} Die festigkeitssteigernden Defekte der Metalle können mit dem atomaren Wasserstoff entweder schädigend wechselwirken, d.h. eine Wasserstoffversprödung begünstigen, oder auf eine Art und Weise, die der Versprödung entgegenwirkt, d.h. den absorbierten Wasserstoff durch verschiedene mögliche Mechanismen vor der schädigenden Wechselwirkung abhält und dadurch die Versprödungsanfälligkeit des Werkstoffs reduziert.^{10,16-20} Daher können durch das bevorzugte Einbringen festigkeitssteigernder Defekte, welche der Wasserstoffversprödung entgegenwirken, hochfeste Bauteile mit einer reduzierten Anfälligkeit gegenüber einer Wasserstoffversprödung gefertigt werden. Eine wichtige Voraussetzung für den Nachweis der reduzierten wasserstoffbedingten Sprödbrochenanfälligkeit ist eine zuverlässige Bewertung der Wasserstoff-Defekt-Wechselwirkung.

Zur Bewertung der Wasserstoff-Defekt-Wechselwirkung und der damit verbundenen Anfälligkeit eines Werkstoffs gegenüber einer Wasserstoffversprödung können werkstoffspezifische Kennwerte bestimmt werden. Die Migrationsfähigkeit der Wasserstoffatome innerhalb des Werkstoffs wird mit dem Wasserstoffdiffusionskoeffizienten angegeben, welcher außerdem auch ein Maß für die Wasserstofflöslichkeit ist.²¹⁻²⁴ Zur Bestimmung des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten können beispielsweise Permeationsmessungen²⁵⁻²⁷ oder Extraktionsmessungen²⁸ durchgeführt werden.

Bei der Bewertung der Degradation der mechanischen Werkstoffeigenschaften infolge einer Wasserstoffversprödung muss berücksichtigt werden, dass vor dem Versagen des Bauteils ein Riss initiiert wird, der infolge der Werkstoff-Wasserstoff-Wechselwirkung im Bereich der Rissspitze auf eine kritische Länge wächst, bei der das Bauteilversagen einsetzt.²⁹ Folglich muss bei der Bestimmung eines mechanischen Werkstoffkennwerts neben der Bauteilgeometrie auch die Rissgeometrie beachtet werden. Die Charakterisierung rissbehafteter Bauteile unter Berücksichtigung der Riss- und Bauteilgeometrie wird im Rahmen der Bruchmechanik mit Spannungsintensitätsfaktoren oder Energiefreisetzungsraten vorgenommen.^{1,29,30} Der kritische Spannungsintensitätsfaktor K_{IC} , bei dem das Bauteilversagen ohne Wasserstoffeinfluss einsetzt, wird als Bruchzähigkeit bezeichnet. Die Bruchzähigkeit ist der Widerstand eines Werkstoffs gegen instabiles Risswachstum und somit ein Werkstoffkennwert. Die Wasserstoffversprödung setzt bei einem Schwellenwert-Spannungsintensitätsfaktor K_{IHAC} der wasserstoffassistierten Rissbildung (engl.: *Hydrogen-Assisted Cracking, HAC*) ein, der unterhalb der Bruchzähigkeit K_{IC} liegt. Im Gegensatz zu K_{IC} wird in der Literatur weitestgehend angenommen, dass es sich beim Schwellenwert K_{IHAC} nicht um einen Werkstoffkennwert handelt, sondern um einen Kennwert, der die Werkstoff-Wasserstoff-Wechselwirkung im Bereich der Rissspitze charakterisiert und abhängig von der Konzentration des absorbierten Wasserstoffs ist.³¹⁻³⁴

Die experimentelle Bestimmung von Schwellenwert-Spannungsintensitätsfaktoren bei umweltbedingter Rissbildung ist beispielsweise in der ASTM E1681³⁵ und in der DIN EN ISO 7539-6³⁶ festgelegt. Bei diesen Prüfverfahren werden gekerbte Standardproben verwendet, die einen Ermüdungsanriss im Kerbgrund enthalten. Die Proben werden entweder bei einer konstanten Last oder bei einer konstanten Auslenkung, jeweils bei einer gleichzeitigen Einwirkung eines chemisch angreifenden Mediums beansprucht. Die Beanspruchung hat zum Ziel, zunächst ein durch das Umgebungsmedium gefördertes Risswachstum einzuleiten und anschließend die Kinetik des Risswachstums zu untersuchen sowie die Bedingungen für das Risswachstum mit einem Schwellenwert-Spannungsintensitätsfaktor K_{IEAC} zu quantifizieren.³⁶ Eine grundlegende Anforderung an die Maße der Standardproben besteht in der Aufrechterhaltung eines weitgehend ebenen Dehnungszustands. Hierfür wird sowohl für die Risslänge a als auch für die Probendicke B nach Möglichkeit eine größere Länge als

$$2,5 \left(\frac{K_I}{R_{p0,2}} \right)^2 \quad (1.1)$$

empfohlen. Dabei sind K_I die bei der Prüfung aufzubringende Spannungsintensität und $R_{p0,2}$ die 0,2-%-Dehngrenze. Die weiteren Abmessungen der Standardproben werden i. d. R. als Vielfache der Probendicke B angegeben.³⁶ Entsprechend müssen relativ große Proben mit Kantenlängen von 30 mm und mehr eingesetzt werden, um ein möglichst großes K_I -Intervall abzudecken. Die Fertigung solcher Proben ist kostenaufwendig und erfordert eine relativ anspruchsvolle Laborausrüstung.³⁷ Weiterhin sind viele Halbzeuge und Bauteile in den erforderlichen Abmessungen nicht verfügbar, was eine Probenfertigung von vornherein ausschließt.³⁷ Hierin bestehen die erheblichen Schwierigkeiten für die industrielle Anwendung der Bruchmechanik.³⁷

Eine Alternative zu den Standardproben und Standardverfahren zur Bestimmung von K_{Ic} und K_{IEAC} ist die Verwendung umlaufend gekerbter Rundzugproben (*CNT-Proben*, engl.: *Circumferential Notched Tensile Specimens*).^{38–42} Nach *Ibrahim* und *Kotousov* darf zur Bestimmung von K_{Ic} desselben Werkstoffs der Durchmesser der *CNT*-Probe um das 1,5-fache kleiner gewählt werden als die Dicke einer Standardprobe.⁴² Zusätzlich zu dieser Querschnittseinsparung kann bei *CNT*-Proben aufgrund ihrer zylindrischen Geometrie, im Vergleich zu den meist quaderförmigen Standardproben, deutlich an Volumen eingespart werden, wodurch die *CNT*-Proben auch aus Bauteilen oder Halbzeugen der Serienfertigung hergestellt werden können.⁴³ Dieser Vorteil kommt beispielsweise bei Schrauben zu tragen. Insbesondere im Fahrzeugbau wird mit dem Einsatz ultrahochfester Schrauben eine Gewichtseinsparung angestrebt, um den Anforderungen an Kraftfahrzeuge hinsichtlich der Emission von Schadstoffen gerecht zu werden.⁴⁴ Hier bieten die *CNT*-Proben die Möglichkeit für eine zuverlässige Bewertung der mit steigender Festigkeit gegebenenfalls zunehmenden wasserstoffbedingten Sprödbriechanfälligkeit der Schrauben mithilfe bruchmechanischer Ansätze.

Die Bestimmung von Schwellenwert-Spannungsintensitätsfaktoren mithilfe von *CNT*-Proben ist jedoch mit Nachteilen verbunden, die eine standardisierte Durchführung der Prüfverfahren erschweren. Wie auch bei den Standardproben nach DIN EN ISO 7539-6³⁶ muss im Grund der umlaufenden Kerbe einer *CNT*-Probe zunächst ein Ermüdungsanriss initiiert werden, bevor K_{Ic} oder K_{IEAC} bestimmt werden können. Dies kann beispielsweise mit einer umlaufenden Biegewechselbeanspruchung realisiert werden.^{40,42} Nichtsdestotrotz ist die Form des umlaufenden Risses i. d. R. ungleichmäßig ausgebildet, was einen signifikanten Einfluss auf die bestimmten Werte für K_{Ic} bzw. K_{IEAC} hat.^{38,45} *Ibrahim* und *Stark* untersuchten diesen Einfluss und entwickelten mathematische Korrekturfaktoren, mit denen die ungleichmäßige Ausbildung des umlaufenden Risses, bzw. die damit verbundene Exzentrizität der Gewaltbruchfläche in der Auswertung berücksichtigt werden kann.³⁹ Durch die Anwendung der mathematischen Korrekturen ist eine Bestimmung von K_{Ic} bzw. K_{IEAC}

möglich.^{46–56} Im Falle der *EAC* muss jedoch auch davon ausgegangen werden, dass die Exzentrizität der Gewaltbruchfläche auch einen Einfluss auf die Kinetik des umweltbedingten Risswachstums hat, für die es bisher keine Korrekturen gibt. Weiterhin bleibt bei der Anwendung der *CNT*-Proben der Nachteil der relativ aufwendigen Laborausrüstung, welche zunächst die Initiierung eines umlaufenden Ermüdungsanrisses und anschließend eine mechanische Beanspruchung bei einer konstanten Last oder einer konstanten Auslenkung innerhalb eines Umgebungsmediums ermöglichen muss.^{46–56}

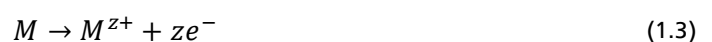
1.2 Klassifikation und Terminologie der Wasserstoffversprödung

In der Literatur gibt es viele verschiedene und teilweise auch widersprüchliche Terminologien und Klassifikationen der Wasserstoffversprödung.^{1,57,58} Die in dieser Arbeit gewählte Klassifikation orientiert sich an *T.L. Anderson*¹ sowie *R.P. Gangloff*⁵⁸, und ist schematisch in **Abbildung 1.1** gezeigt. Nach *Anderson* ist die Wasserstoffversprödung (engl.: *Hydrogen embrittlement, HE*) neben der Spannungsrisskorrosion (engl.: *Stress corrosion cracking, SCC*), der Korrosionsermüdung (engl.: *Corrosion fatigue, CF*) und der flüssigmetallinduzierten Versprödung (engl.: *Liquid metal embrittlement, LME*) ein Teilgebiet der umweltbedingten Rissbildung (engl.: *Environmental-assisted cracking, EAC*). Unter der *HE* wird die Reduktion der Duktilität und der Zähigkeit eines Metalls oder einer Legierung durch atomaren Wasserstoff und die gleichzeitige Einwirkung einer mechanischen Zugspannung verstanden.

Für das korrosionsbedingte Risswachstum bei der *HE* ist daher die kathodische Teilreaktion auf der Probenoberfläche entscheidend, d.h. die Reduktion eines Wasserstoffkations H^+ mithilfe eines Elektrons e^- zu einem Wasserstoffatom H ,



und die anschließende Absorption des Wasserstoffatoms durch das Metall.ⁱ Im Gegensatz zur *HE* ist bei der *SCC* die anodische Teilreaktion für das Risswachstum verantwortlich, d.h. die Auflösung des Metallatoms M durch seine Oxidation zu einem Metallkation M^{z+} und z Elektronen:



Bei Korrosionsprozessen findet sowohl die kathodische als auch die anodische Teilreaktion auf der Bauteiloberfläche statt. Daher ist es wahrscheinlich, dass bei jeder *SCC* auch *HE* zumindest beteiligt, wenn nicht sogar dominant ist. Die *HE* kann hingegen auch ohne eine direkte Beteiligung der Oxidationsreaktion ablaufen, z.B. infolge einer Galvanisierung, bei der die Bauteiloberfläche nur

ⁱ In Abhängigkeit von Druck und Temperatur kann atomarer Wasserstoff auch aus der Gasphase vom Werkstoff absorbiert werden.⁵⁹ Der damit verbundene Schädigungsmechanismus wird ebenfalls der Wasserstoffversprödung (*HE*) zugeordnet.

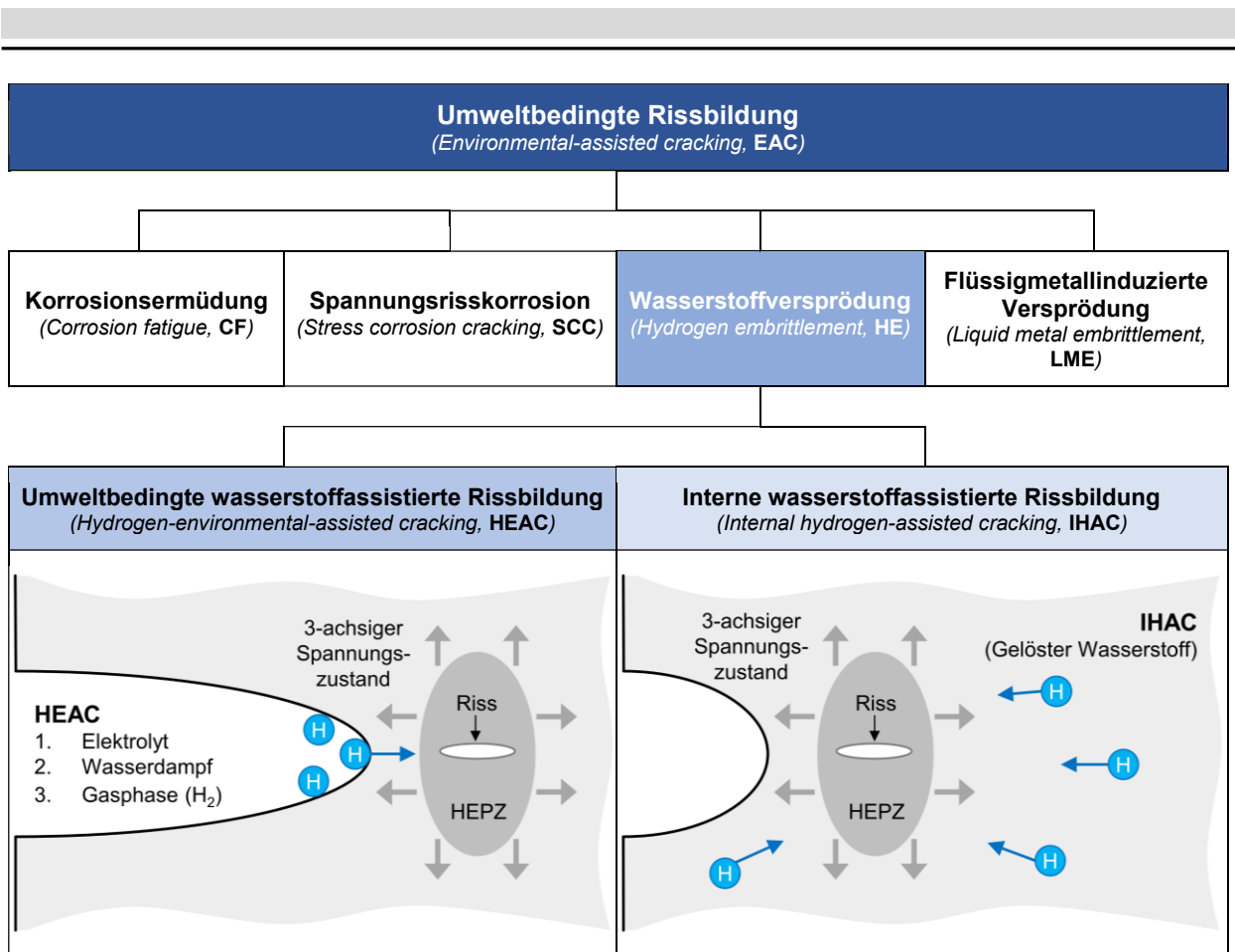


Abbildung 1.1: Klassifikation der umweltbedingten Rissbildung (*EAC*) und der Wasserstoffversprödung (*HE*) nach *Anderson*² und *Gangloff*⁵⁹. Bei der *HE* wird in Abhängigkeit vom Wasserstoffeintritt in die Prozesszone der Wasserstoffversprödung (*HEPZ*) zwischen der *HEAC* und der *IHAC* unterschieden. Bei der *HEAC* tritt der Wasserstoff über die Oberfläche der hier dargestellten Risspitze in die *HEPZ* ein. Als beispielhafte externe Wasserstoffquellen werden hier (1.) der Elektrolyt, (2.) der Wasserdampf und (3.) die Gasphase (H₂) angegeben. Bei der *IHAC* diffundiert bereits im Werkstoff gelöster Wasserstoff in die *HEPZ*.²

als Kathode geschaltet ist. Mit der strikten Zuordnung der anodischen Teilreaktion zu der *SCC*, und der kathodischen Teilreaktion zu der *HE* ermöglicht *T. L. Anderson* eine begriffliche Differenzierung der unterschiedlichen zugrundeliegenden Risswachstumsprozesse, nämlich dem Risswachstum infolge der Metallauflösung bei der *SCC* und dem Risswachstum infolge der Werkstoff-Wasserstoff-Wechselwirkung bei der *HE*. Dadurch kann die *EAC* als Überbegriff für weitere umgebungsbedingte Risswachstumsprozesse, wie der *CF* und der *LME*, verwendet werden. Im Gegenteil dazu wird beispielsweise in der *ASTM F2078-15*⁵⁷ die *SCC* der *EAC* gleichgestellt, wodurch die *EAC* nicht als Überbegriff für alle umweltbedingten Versprödungsphänomene verwendet werden und der Risswachstumsprozess infolge der anodischen Metallauflösung begrifflich nicht von der Wasserstoffversprödung differenziert werden kann.

Für die *HE* hat *Gangloff* eine weitere Klassifikation vorgeschlagen, welche den Wasserstoffeintritt in die Prozesszone der Wasserstoffversprödung (*HEPZ*) berücksichtigt und in *Abbildung 1.1* als

HEAC bzw. *IHAC* skizziert und schematisch dargestellt ist. Als *HEPZ* wird ein Bereich des Werkstoffs in der Nähe eines dreidimensionalen Gitterdefektes verstanden, in dem ein dreiachsiger Spannungszustand vorliegt. Dabei kann es sich sowohl um Defekte mit einer Verbindung zur Bauteiloberfläche, wie z.B. Risse und Bauteilkerben, als auch um Defekte im Werkstoffinneren wie Poren, Lunker, Einschlüsse und Mikrorisse handeln. Aufgrund des dreiachsigen Spannungszustands ist das Metallgitter in der *HEPZ* gedehnt, wodurch eine im Vergleich zum ungedehnten Gitter höhere Wasserstofflöslichkeit vorliegt. Daher kann sich atomarer Wasserstoff bevorzugt in der *HEPZ* akkumulieren und beim Überschreiten einer kritischen Konzentration eine Rissinitiierung auslösen. Wenn die *HEPZ* nahe der Bauteiloberfläche liegt, dann kann atomarer Wasserstoff aus der Umgebung über die Oberfläche in die *HEPZ* eintreten, wobei er nur kurze Diffusionswege zurücklegt. In diesem Fall wird die *HE* nach *Gangloff* als umweltbedingte wasserstoffassistierte Rissbildung (engl.: *Hydrogen-environment-assisted cracking, HEAC*) bezeichnet.⁵⁸ Die umgebungsbedingte Wasserstoffabsorption kann dabei infolge der Oberflächenreaktion mit verschiedenen Medien, wie z.B. einem Elektrolyten, Wasserdampf oder der H_2 -Gasphase, eintreten. Wenn der Wasserstoff bereits im Werkstoff gelöst ist, also z.B. bei der Bauteilfertigung in den Werkstoff eingetreten ist, wird die Versprödung nach *Gangloff* als interne wasserstoff-assistierte Rissbildung (engl.: *Internal hydrogen-assisted cracking, IHAC*) bezeichnet.⁵⁸

Mit der Klassifizierung nach *Gangloff* ist auch die Wasserstoffversprödung infolge einer Vorab-Wasserstoffbeladung, d.h. einer Wasserstoffbeladung ohne einer gleichzeitigen mechanischen Zugbeanspruchung des Bauteils, der *IHAC* zuzuordnen, da der Wasserstoff nach der Beladung im Werkstoff gelöst ist und an den Ort der Schädigung, die *HEPZ*, diffundieren kann. Bei dem in dieser Arbeit entwickelten Vorspannkraft-Verlust-Test (*VVT*) wird eine solche Vorab-Wasserstoffbeladung für verschiedene Beladungsdauern durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Arbeit, die mit der wasserstoffbedingten Sprödbrochenanfälligkeit des Werkstoffs korrelieren, werden daher der *IHAC* zugeordnet und mit dem Subskript *HAC* versehen. Hierzu zählen die minimale Vorspannkraft zum Versagen L_{HAC} sowie die Schwellenwert-Spannungsintensität K_{IHAC} .

1.3 Wasserstoffeintritt und -diffusion

Nach der Reduktion des Wasserstoffkations an der Probenoberfläche entsprechend *Gl. (1.2)* wird das dabei entstandene Wasserstoffatom zunächst auf der Probenoberfläche adsorbiert, bevor es entweder in das Metallgitter eintreten oder mit einem weiteren adsorbierten Wasserstoffatom zu gasförmigem H_2 rekombinieren kann. Nach *Iyer* und *Pickering*³ besteht eine allgemeine Übereinstimmung bzgl. der Reduktionsreaktion in wässrigen Lösungen, welche innerhalb der elektrochemischen Doppelschicht an der Probenoberfläche abläuft. Dabei sollen Elektronen durch quanten-

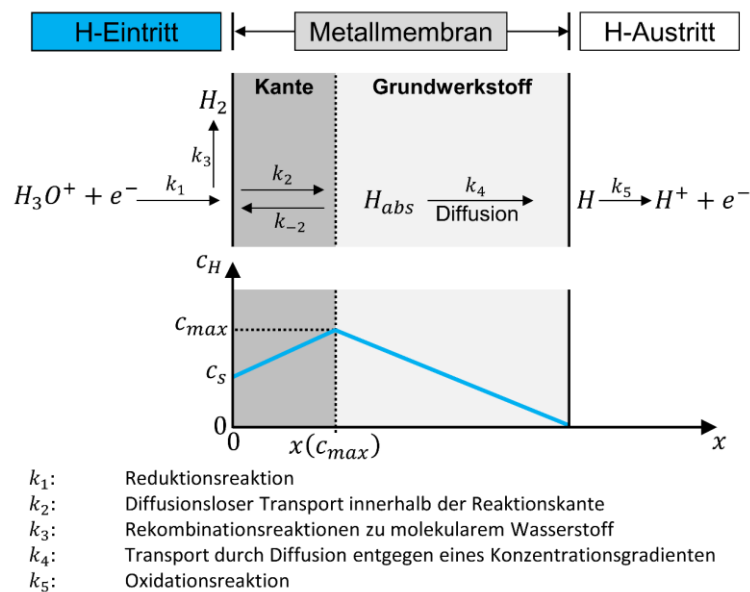


Abbildung 1.2: Modell nach Iyer, Pickering und Zamanzadeh (IPZ-Modell) zum Verständnis der Absorptions-Adsorptions-Reaktion von Wasserstoff in eine Metallmembran sowie der Permeation und des Wasserstoffaustritts aus der Membran. Die beteiligten Reaktionen sind mit k_1 bis k_5 gekennzeichnet. Der Wasserstofftransport k_2 durch die Reaktionskante ist diffusionslos, weshalb sich die maximale Wasserstoffkonzentration c_{max} in einer Tiefe $x(c_{max})$ unterhalb der Oberfläche einstellt. An der Oberfläche liegt hingegen die Konzentration c_s vor.^{3,26,27}

mechanisches Tunneln in die elektrochemische Doppelschicht eintreten, wo die hydrierten Protonen entladen werden.³ Uneinigkeit bestünde hingegen bei der Frage, wie das reduzierte Proton ausgehend vom adsorbierten Zustand in das Metallgitter eintritt und auf welche Art die Adsorption erfolgt.³ In Abhängigkeit vom Werkstoff und der Oberflächenbeschaffenheit kann atomarer Wasserstoff entweder auf der Oberfläche oder im Zwischengitter der ersten Monolagen adsorbiert werden. Dabei kann der adsorbierte Wasserstoff eine Rekonstruktion des Oberflächengitters bewirken, wie sie z.B. bei Nickel-Oberflächen mittels Elektronenbeugung beobachtet wurde. Viele Arbeiten würden auf die sogenannte Absorptions-Adsorptions-Reaktion hindeuten, bei der das infolge der Reduktionsreaktion entstandene Wasserstoffatom unterhalb der Oberfläche im Metallgitter adsorbiert wird und mit dem an der Oberfläche adsorbierten Wasserstoff ein Gleichgewicht eingeht.^{3,26,27} Ein Modell zum Verständnis der Absorptions-Adsorptions-Reaktion wurde von Iyer, Pickering und Zamanzadeh (IPZ-Modell) postuliert, welches von der Entstehung oder dem Vorhandensein einer Reaktionskante (engl.: *Selvedge reaction*) unterhalb der Probenoberfläche ausgeht. Eine schematische Darstellung des IPZ-Modells für eine dünne metallische Permeationsmembran zeigt **Abbildung 1.2**. Auf der Seite des Wasserstoffeintritts liegt die elektrochemische Doppelschicht vor, in der das hydrierte Proton durch die Aufnahme eines Elektrons reduziert wird (Reaktion k_1). Die Rekombinationsreaktion zu molekularem Wasserstoff ist in diesem Beispiel mit k_3 bezeichnet. Die Reaktionskante wurde als eine Zwischenschicht unterhalb der Oberfläche definiert, welche mehr als eine Atomlage dick ist und eine Kontinuität zum Grundwerkstoff aufweist. Die Reaktionskante

kann z.B. in Form einer Segregation von Legierungselementen unterhalb der Probenoberfläche bereits vorhanden sein, oder infolge der Reduktionsreaktion beim Wasserstoffeintritt entstehen. Bei einer bereits vorhandenen Reaktionskante wird Wasserstoff durch Diffusion in das Probeninnere transportiert, wobei der Wasserstoffdiffusionskoeffizient der Reaktionskante sich von demjenigen des Grundwerkstoffs unterscheidet. Im Falle einer durch die Reduktionsreaktion entstehenden Reaktionskante soll ein diffusionsloser Wasserstofftransport in das Probeninnere erfolgen, der im Vergleich zur Diffusion deutlich schneller abläuft. Wenn ein solcher diffusionsloser Transport vorliegt, dann stellt sich das Maximum der Wasserstoffkonzentration c_{max} nicht an der Oberfläche, sondern in einem gewissen Abstand $x(c_{max})$ unterhalb der Oberfläche ein. Dadurch liegen vom Konzentrationsmaximum ausgehend zwei einander entgegengesetzte Konzentrationsgradienten dc/dx vor, die sowohl eine Diffusion in die Membran als auch eine Diffusion zurück in die Reaktionskante bewirken. Die Transportmechanismen innerhalb der Reaktionskante sind in Abhängigkeit von der Transportrichtung in *Abbildung 1.2* mit k_2 bzw. k_{-2} bezeichnet. Hinter der Reaktionskante wird der atomare Wasserstoff über Diffusion zur Wasserstoffaustrittsseite transportiert, wo er oxidiert wird (k_5). Diffusion beschreibt die Zufallsbewegung von Teilchen, die deren Transport entgegen eines Konzentrationsgradienten dc/dx zur Folge hat. Bei einer konstanten Temperatur T wird der gleichmäßige Teilchenfluss J entgegen eines Konzentrationsgradienten dc/dx mit dem ersten Fickschen Gesetz beschrieben:⁶⁰

$$J = -D \cdot \frac{dc}{dx}, \quad (1.4)$$

Dabei sind D der Diffusionskoeffizient, c die Teilchenkonzentration und x die Ortskoordinate. Der Diffusionskoeffizient D hat die Einheit m^2/s und ist temperaturabhängig. Durch Verwendung der Kontinuitätsgleichung

$$\frac{dc}{dt} = -\frac{dJ}{dx} \quad (1.5)$$

zur Berücksichtigung der Massenerhaltung, wird das erste Ficksche Gesetz zum zweiten Fickschen Gesetz erweitert:⁶⁰

$$\frac{dc}{dt} = D \frac{d^2c}{dx^2} \quad (1.6)$$

Für die Anfangs- und Randbedingungen

$$c = c_0, \quad x < 0, \quad c = 0, \quad x > 0, \quad t = 0 \quad (1.7)$$

ist

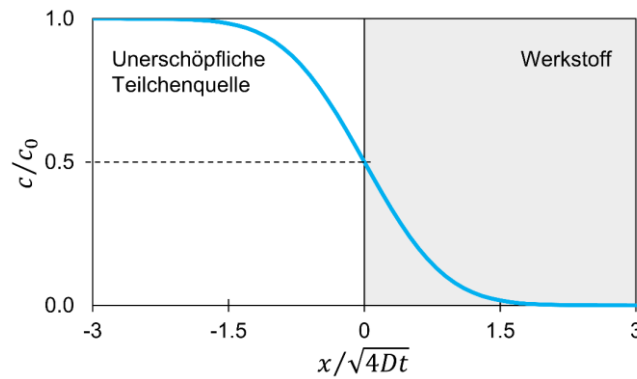


Abbildung 1.3: Konzentrationsprofil für eine einseitig unerschöpfliche Quelle der Konzentration c_0 und einen Werkstoff mit einem Diffusionskoeffizienten D .⁶⁰

$$c(x) = \frac{1}{2}c_0 \cdot \left(1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{\sqrt{4Dt}}\right)\right) \quad (1.8)$$

eine Lösung der Differentialgleichung (1.6). Bei dem im Nenner der Gaußschen Fehlerfunktion stehenden Ausdruck

$$x_D = \sqrt{4Dt} \quad (1.9)$$

handelt es sich um die Diffusionslänge. Weiterhin entspricht $1/2 c_0$ der Oberflächenkonzentration c_i bei $x = 0$. Eine Auftragung des Konzentrationsprofils $c(x)$ ist beispielhaft in **Abbildung 1.3** dargestellt.

1.4 Mechanismen der Wasserstoffversprödung

Wenn atomarer Wasserstoff in die Prozesszone der Wasserstoffversprödung (HEPZ) eintritt, kommt es unter den hierfür günstigen Voraussetzungen zu einer wasserstoffassistierten Rissbildung (HAC). Die Mechanismen hinter dieser Rissbildung werden in der Literatur kontrovers diskutiert, da mehrere Mechanismen die HAC in der Theorie erklären, aber ein experimenteller Nachweis der Mechanismen nicht oder nur in Teilen möglich ist. Als Element mit der geringsten Atommasse kann Wasserstoff nur in hinreichend hohen Stoffmengen analytisch nachgewiesen werden, wobei nicht der atomare Wasserstoff an sich, sondern molekulare Wasserstoffverbindungen oder Reaktionsprodukte, die auf eine vorangegangene Reaktion mit Wasserstoff zurückgeführt werden können, quantifiziert werden. So wird bei der Trägergasheißgasextraktion gasförmiger molekularer Wasserstoff (H_2) detektiert, der sich aus dem zuvor aus dem Werkstoff extrahierten atomaren Wasserstoff gebildet hat.^{61–63} Bei der Silberdekorationmethode wird hingegen Silber auf einer Probenoberfläche nachgewiesen, das sich infolge einer Redoxreaktion von atomarem Wasserstoff mit Silberverbindungen auf der Oberfläche abgeschieden hat.^{64–67} Ferner wird bei Permeationsmessungen ein Wasserstoff-Permeationsstrom innerhalb einer elektrochemischen Zelle gemessen, der auf Wasserstoffatome zurückzuführen ist.³ Keine der genannten Methoden ermöglicht eine

lokale Detektion oder Visualisierung nur weniger Wasserstoffatome innerhalb der HEPZ, weshalb der genaue Schädigungsmechanismus nicht beobachtet werden kann. In anderen Worten schreibt Nagumo⁶⁸: „*Elucidating the mechanism of HE is a difficult task because HE appears in various forms and there is a lack of tools for direct observation of hydrogen in the fracture process.*”

Daraus lässt sich schließen, dass die in der Literatur diskutierten Mechanismen der Wasserstoffversprödung auf den theoretisch möglichen, aber experimentell nicht oder nur teilweise nachweisbaren Wasserstoff-Defekt-Wechselwirkungen innerhalb der HEPZ basieren. Ob eine bestimmte Wasserstoff-Defekt-Wechselwirkung eine HAC verursachen könnte, kann mittels *ab-initio*-Berechnungen, z.B. unter Verwendung der Dichtefunktionaltheorie, abgeschätzt werden.^{10,69–73} Auf der Grundlage solcher Berechnungen kann weiterhin auch abgeschätzt werden, ob eine Wasserstoff-Defekt-Wechselwirkung sich eventuell positiv auf die Resistenz des Werkstoffs gegenüber einer Wasserstoffversprödung auswirken kann. Im experimentellen Teil der vorliegenden Arbeit werden wasserstoffassistierte Brüche mit einem interkristallinen Verlauf generiert, d.h. dass die Risse größtenteils entlang von Korngrenzen verlaufen. Daher wird im Folgenden ein besonderes Augenmerk auf die Wasserstoffwechselwirkung mit Korngrenzen gelegt.

Korngrenzen sind zweidimensionale Defekte, die Bereiche gleicher Kristallstruktur aber unterschiedlicher Orientierung voneinander trennen.¹³ Aufgrund ihrer komplexen Struktur und Variantenvielfalt sind auch vielfältige Wechselwirkungen von Korngrenzen mit atomarem Wasserstoff möglich, wobei die Grenzflächenbeschaffenheit eine entscheidende Rolle spielt. *Di Stefano*⁷³ führte *Ab-initio*-Berechnungen für Wasserstoff an Korngrenzen von polykristallinem Nickel (*Ni*) durch und zeigte, dass $\Sigma 3$ -Korngrenzen keine energetisch günstigen Positionen für atomaren Wasserstoff aufweisen und ihn somit nicht binden. Weiterhin fungieren $\Sigma 3$ -Korngrenzen nach *Di Stefano* als Diffusionsbarrieren für atomaren Wasserstoff. Hingegen sollen $\Sigma 5$ -Korngrenzen zum einen Diffusionskanäle für Wasserstoffatome bilden, in denen der Wasserstoffdiffusionskoeffizient doppelt so hoch ist, wie innerhalb eines Korns, sowie gleichzeitig energetische Wasserstoffsinken aufweisen, in denen der Wasserstoff zeitweise gebunden werden kann. Die berechneten Zugversuche an $\Sigma 5$ -Korngrenzen ergaben auch bei geringen Wasserstoffkonzentrationen eine Reduktion der idealen Werkstofffähigkeit um bis zu 33 %. Diese Reduktion bei nur geringen Wasserstoffkonzentrationen führt *Di Stefano* zum einen darauf zurück, dass Wasserstoff als Elektronenakzeptor die *Ni-Ni*-Bindungskräfte reduziert. Zum anderen sollen die Wasserstoffatome selbst mit den *Ni*-Atomen relativ starke Bindungen eingehen, wodurch ein Zusammenhalt zweier benachbarter Korngrenzen durch die benachbarten *Ni*-Atome verhindert wird.⁷³ Ähnliche Ergebnisse wurden auch für bestimmte Korngrenzen anderer Werkstoffe, wie z.B. Eisen und Aluminium erhalten, weshalb über den Schädigungsmechanismus der wasserstoffverstärkten Dekohäsion (engl.: *Hydrogen-enhanced decohesion*, *HEDE*) eine allgemeine Übereinstimmung zu bestehen scheint.^{10,73–76}

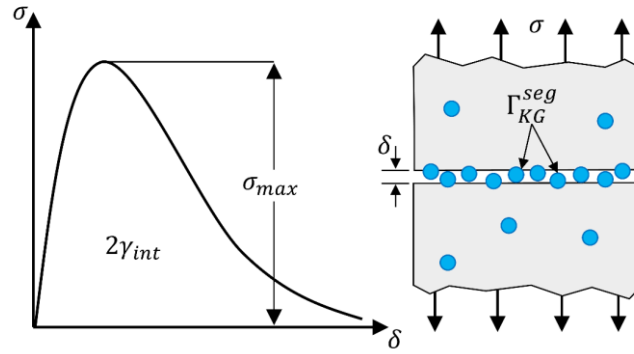


Abbildung 1.4: Schematische Darstellung einer Korngrenze mit einer Separationsweite δ infolge einer Zugspannung σ und einer Korngrenzsegregation mit der Belegungszahl Γ_{KG}^{seg} nach Rice und Wang.⁷⁷ Die Kohäsionskraft $2\gamma_{int}$ entspricht der Fläche unter der $\sigma(\delta)$ -Kurve.

Eine energetische Beschreibung der Dekohäsion infolge der Segregation von Fremdatomen an Korngrenzen liefert das Rice-Wang-Modell.⁷⁷ Rice und Wang diskutierten in ihrer Arbeit die wichtige, aber nicht zwangsläufig alleinige Rolle der idealen Kohäsionsenergie $2\gamma_{int}$ bei der Grenzflächenversprödung infolge der Segregation von Fremdatomen. Bei $2\gamma_{int}$ handelt es sich um diejenige Energie, die zur reversiblen Trennung entlang von Grenzflächen, wie z.B. Korngrenzen, aufgebracht werden muss. Wenn δ den Abstand der Grenzflächenseparation infolge einer Zugspannung σ beschreibt, dann entspricht die Kohäsionsenergie $2\gamma_{int}$ dem Integral unter der $\sigma(\delta)$ -Kurve, die in **Abbildung 1.4** schematisch dargestellt ist:

$$2\gamma_{int} = \int_0^{\infty} \sigma d\delta \quad (1.10)$$

Ohne eine Segregation von Fremdatomen entlang der Korngrenzen entspricht die Kohäsionsenergie der Differenz aus der Energie der beiden neu gebildeten Bruchflächen $2\gamma_{BF}$ und der Energie der intakten Korngrenze γ_{KG} :^{74,75}

$$2\gamma_{int} = 2\gamma_{BF} - \gamma_{KG} \quad (1.11)$$

Aufgrund der Segregation der Wasserstoffatome muss diese Gleichung um Anteile der Segregationsenergie erweitert werden:⁷⁵

$$2\gamma_{int} = 2\gamma_{BF} + 2 \cdot \Delta E_{BF}^{seg,1}/A + 2 \cdot \Delta E_{BF}^{seg,2}/A - \gamma_{KG} - \Delta E_{KG}^{seg}/A \quad (1.12)$$

Hierbei ist A die Größe der Korngrenzfläche sowie die Größe der beiden Bruchflächen. ΔE_{KG}^{seg} bezeichnet die Änderung der Korngrenzenergie aufgrund der Segregation von Wasserstoffatomen an der Korngrenze, während ΔE_{BF}^{seg} die Änderung der Oberflächenenergie aufgrund der Segregation von Wasserstoffatomen an den beiden entstehenden Bruchflächen der jeweiligen Größe A bezeichnet. Da die beiden Bruchflächen unterschiedlich viele Wasserstoffatome pro Fläche A enthalten

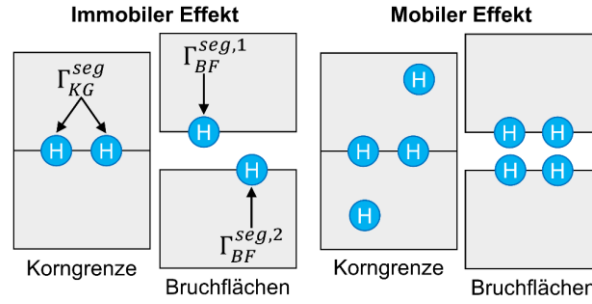


Abbildung 1.5: Immobilier und mobiler Effekt der Korngrenztrennung infolge einer Wasserstoffsegregation an der Korngrenze nach dem *Rice-Wang*-Modell.⁷⁷

könnten und die Energieänderungen jeweils von dieser flächenbezogenen Wasserstoffkonzentration Γ abhängt, können je nach Modellierung zwei unterschiedliche Energieterme $\Delta E_{BF}^{seg,1}$ und $\Delta E_{BF}^{seg,2}$ erforderlich sein. In Abhängigkeit von Γ unterscheiden *Rice* und *Wang* den immobilien und den mobilen Effekt der Korngrenztrennung, die jeweils in **Abbildung 1.5** skizziert sind.

Für den immobilien Effekt gilt, dass die Konzentration der an der Korngrenze segregierten Wasserstoffatome Γ_{KG}^{seg} der Summe der Konzentrationen der an den Bruchflächen segregierten Wasserstoffatome entspricht:

$$\Gamma_{KG}^{seg} = \Gamma_{BF}^{seg,1} + \Gamma_{BF}^{seg,2} \quad (1.13)$$

Beim mobilen Effekt der Korngrenztrennung kann diffusionsfähiger Wasserstoff im Metallgitter zusätzlich an die Bruchflächen diffundieren, weshalb gilt:

$$\Gamma_{KG}^{seg} < \Gamma_{BF}^{seg,1} + \Gamma_{BF}^{seg,2} \quad (1.14)$$

Nach *Yamaguchi* sollte der mobile Effekt der Korngrenztrennung insbesondere bei der Wasserstoffversprödung von Eisen mit einem kubisch-raumzentriertem Metallgitter berücksichtigt werden, da dieses einen hohen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten, d.h. eine hohe Mobilität der Wasserstoffatome aufweist.⁷⁵ Die *ab-initio*-Berechnungen von *Yamaguchi* ergaben für kubisch-raumzentriertes Eisen eine Reduktion der Kohäsionsenergie $2\gamma_{int}$ um bis zu 40 % für den immobilien Effekt, während durch die zusätzliche Wirkung des mobilen Effektes eine Reduktion von $2\gamma_{int}$ um 70 % bis 80 % möglich ist.⁷⁵

Neben der Reduktion der idealen Kohäsionsenergie $2\gamma_{int}$ geben *Rice* und *Wang* zu bedenken, dass auch weitere Wasserstoff-Defekt-Wechselwirkungen möglich sind, die eine Korngrenzversprödung bewirken könnten. So sei beispielsweise ein Einfluss der segregierten Atome auf die Mobilität und Entstehung von Versetzungen in der unmittelbaren Nähe zur Korngrenze möglich, was sich wiederum auf die Korngrenzversprödung auswirken könnte.⁷⁷ Der Einfluss der lokalen Mobilität und lokalen Entstehung von Versetzungen auf die Wasserstoffversprödung wird im Allgemeinen als *Hydrogen-Enhanced-Localized-Plasticity (HELP)* bezeichnet.^{78–80} Die damit verbundene plastische

Arbeit wird mit dem Parameter γ_p berücksichtigt, sodass die für die wasserstoffassistierte Rissbildung erforderliche Energie γ_{HAC} als Summe aus der Kohäsionsenergie und der plastischen Arbeit formuliert werden kann:

$$2\gamma_{HAC} = 2\gamma_{int} + \gamma_p \quad (1.15)$$

1.5 Bruchmechanik der Wasserstoffversprödung

1.5.1 Linear-elastische Bruchmechanik

Sprödes Bruchverhalten, d.h. Bruchverhalten mit verhältnismäßig geringen Anteilen an γ_p , kann in guter Näherung mit der linear-elastischen Bruchmechanik beschrieben werden. Ein Werkstoff zeigt ein linear-elastisches Verhalten, wenn seine Verformung proportional zur einwirkenden Belastung ist. Dieses Verhalten wird mit dem Hookschen Gesetz mathematisch beschrieben, wobei es für eine einachsige Beanspruchung wie folgt lautet:^{81,82}

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (1.16)$$

Hierbei ist σ die anliegende Spannung und ε die zugehörige Dehnung. Bei der Proportionalitätskonstante E handelt es sich um den Elastizitätsmodul des Werkstoffs, der für ferritische, kubisch-raumzentrierte Stähle etwa 210 GPa beträgt. Wenn ein Bauteil elastisch um ε gedehnt wird, dann induziert die einachsige Dehnung zusätzlich eine Querkontraktion in senkrechte Richtung. Die Querkontraktion ε_{quer} wird mit der Poissonzahl ν angegeben:^{81,82}

$$\varepsilon_{quer} = -\nu \cdot \varepsilon \quad (1.17)$$

Mithilfe von Gl. (1.16) ergibt sich die bei einer einachsigen Normalbeanspruchung gespeicherte elastische Energie U_e zu:

$$U_e = \int_0^{\varepsilon} E \varepsilon d\varepsilon = \frac{1}{2} E \varepsilon^2 = \frac{1}{2E} \cdot \sigma^2 \quad (1.18)$$

Ein rein linear-elastisches Verhalten zeigen spröde Werkstoffe, wie Gläser und Keramiken. Bei idealisierten spröden Werkstoffen können Risse lediglich durch das Aufbrechen von Atombindungen entstehen und fortschreiten. Für die Rissbildung muss Oberflächenenergie U_s aufgebracht werden, welche proportional zur Rissfläche A_{Riss} ist:^{81,82}

$$U_s = A_{Riss} \cdot \gamma_s \quad (1.19)$$

Die spezifische Oberflächenenergie γ_s repräsentiert bei idealisierten Sprödbrüchen die Energie der aufgebrochenen Atombindungen pro Einheitsfläche. Nach *Griffith* kann ein bestehender Riss nur wachsen, wenn die innere Energie U des Systems mit steigender Risslänge ∂a konstant bleibt oder

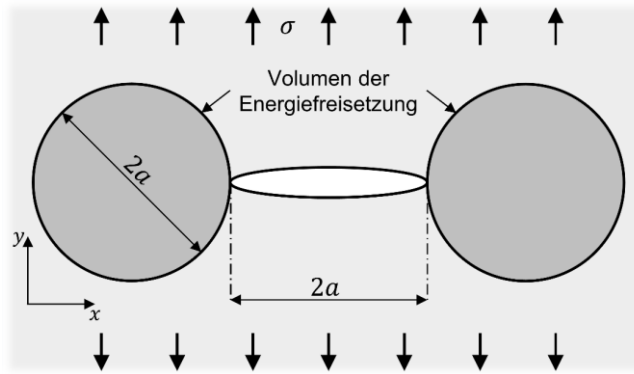


Abbildung 1.6: Veranschaulichung des Griffith-Risses der Länge $2a$ in einer in x - y -Richtung unendlich ausgedehnten Platte der Dicke B . Weiterhin ist der Bereich der Energiefreisetzung an den beiden Rissspitzen jeweils in einer idealisierten zylindrischen Form mit dem Grundflächenradius a dargestellt.⁸¹

abnimmt.⁸¹ Daraus ergibt sich die Forderung nach einem Gleichgewicht zwischen der infinitesimalen Änderung ∂U_e der elastischen Energie und der infinitesimalen Änderung ∂U_s der Oberflächenenergie:^{81,82}

$$\frac{\partial U}{\partial a} = \frac{\partial U_s}{\partial a} - \frac{\partial U_e}{\partial a} = 0 \quad (1.20)$$

Und somit:

$$-\frac{\partial U_e}{\partial a} = \frac{\partial U_s}{\partial a} \quad (1.21)$$

Die Freisetzung der elastischen Energie ∂U_e hängt von den Spannungen im Rissspitzenfeld ab. Für den in **Abbildung 1.6** gezeigten geraden Riss der Länge $2a$ in einer großen oder unendlich ausgedehnten Platte der Dicke B hat *Griffith* die Spannungsanalysen von *Inglis* ausgenutzt, um zu zeigen, dass die Energiefreisetzung mathematisch mit einem idealisierten zylindrischen Energiefreisetzungsvolumen V_f beschrieben werden kann, wobei die Grundfläche des Zylinders den Radius a hat.⁸¹

$$V_f = \pi a^2 B \quad (1.22)$$

Für einen geraden Riss innerhalb einer Platte muss das doppelte Volumen verwendet werden, womit sich die elastische Energie unter Berücksichtigung von *Gl. (1.18)* berechnen lässt:⁸¹

$$U_e = U_0 - \pi a^2 B \frac{\sigma^2}{E} \quad (1.23)$$

Bei U_0 handelt es sich hierbei um die innere Energie der Platte ohne Riss und ohne Belastung. Für einen Oberflächenriss muss das Volumen V_f hingegen nicht verdoppelt werden.⁸³ Ableitung nach der Risslänge a ergibt:

$$-\frac{\partial U_e}{\partial a} = 2\pi aB \frac{\sigma^2}{E} \quad (1.24)$$

Für die Oberfläche des Risses gilt unter Berücksichtigung beider Rissflanken:

$$A_{Riss} = 4aB \quad (1.25)$$

Womit die Oberflächenenergie unter Hinzunahme von Gl. (1.19) berechnet werden kann:^{81,82}

$$U_s = 4aB \cdot \gamma_s \quad (1.26)$$

Ableitung nach der Risslänge ergibt:^{81,82}

$$\frac{\partial U_s}{\partial a} = 4B \cdot \gamma_s \quad (1.27)$$

Gleichsetzen der Gleichungen (1.24) und (1.27) und Auflösen nach der Spannung σ ergibt:^{81,82}

$$\sigma = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi a}} \quad (1.28)$$

Im Falle der in **Kapitel 1.4** diskutierten Schädigungsmechanismen der Wasserstoffversprödung kann die spezifische Oberflächenenergie γ_s des idealen *Griffith*-Risses durch die Energie γ_{HAC} für die wasserstoffassistierte Rissbildung ersetzt werden, sodass für die erforderliche Mindestspannung σ_{HAC} gilt:

$$\sigma_{HAC} = \sqrt{\frac{2E\gamma_{HAC}}{\pi a}} = \sqrt{\frac{2E \cdot (2\gamma_{int} + \gamma_p)}{\pi a}} \quad (1.29)$$

Der Zähler des Bruchs in Gl. (1.28) bzw. Gl. (1.29) entspricht einem Spannungsintensitätsfaktor K_I mit der Einheit $MPa\sqrt{m}$. Wenn der Bruch nur durch eine mechanische Zugbeanspruchung ausgelöst wird, dann handelt es sich hierbei um den kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} , der auch als Bruchzähigkeit bezeichnet wird:⁸²

$$K_{Ic} = \sqrt{2E\gamma_s} \quad (1.30)$$

Im Falle der HAC wird in dieser Arbeit der Schwellenwertspannungsintensitätsfaktor K_{IHAC} angegeben:

$$K_{IHAC} = \sqrt{2E\gamma_{HAC}} \quad (1.31)$$

Die Bedingung für das Risswachstum kann daher mithilfe von Spannungsintensitätsfaktoren, die das Spannungsfeld an der Risspitze charakterisieren, quantifiziert werden. Im Allgemeinen ist der Spannungsintensitätsfaktor für einen Riss der Länge a bei einer Zugbeanspruchung mit der Nennspannung σ wie folgt definiert:¹

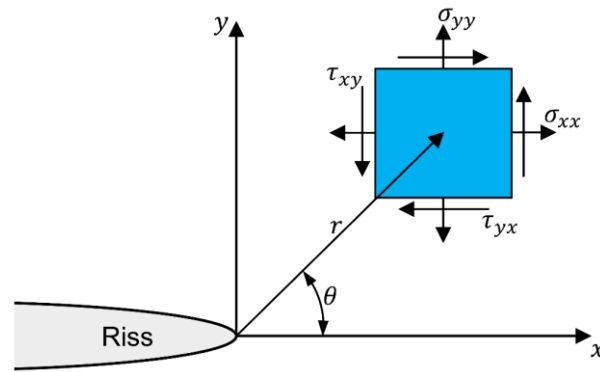


Abbildung 1.7: Koordinatensystem an einer Risspitze sowie schematische Darstellung des Spannungsfeldes an Position (r, θ) .^{1,80,81}

$$K_I = f \cdot \sigma \sqrt{\pi a} \quad (1.32)$$

Bei f handelt es sich hierbei um einen Geometriefaktor, mit dem die Riss- und Bauteilgeometrie berücksichtigt wird. Das kritische Risswachstum, das den Gewaltbruch auslöst, tritt bei $K_I = K_{IC}$ ein. Dabei ist die Spannungsintensität K_I die treibende Kraft für den Bruch, während K_{IC} ein Maß für den Widerstand des Werkstoffs gegen Risswachstum ist. Andererseits wird die wasserstoffassistierte Rissbildung bei $K_I = K_{IHAC}$ ausgelöst, weshalb K_{IHAC} als Maß für den Widerstand des Werkstoffs gegen die HAC unter den gegebenen Umweltbedingungen bezeichnet werden kann. Mithilfe von K_I kann das gesamte Spannungsfeld eines linear-elastischen Werkstoffs charakterisiert werden. **Abbildung 1.7** zeigt ein zweidimensionales Koordinatensystem an einer Risspitze sowie eine schematische Darstellung der auf ein Element an der Position (r, θ) wirkenden Spannungen. Das Spannungsfeld in dieser Ebene kann mithilfe folgender Gleichungen berechnet werden.^{1,81,82}

$$\sigma_{xx} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \left[1 - \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right] \quad (1.33)$$

$$\sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \left[1 + \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right] \quad (1.34)$$

$$\tau_{xy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \cos\left(\frac{3\theta}{2}\right) \quad (1.35)$$

Gemäß den Gleichungen (1.33) bis (1.35) liegen an der Risspitze bei $\theta = 0$ und $r \rightarrow 0$ unendlich hohe Spannungen vor ($\sigma_{yy} \rightarrow \infty$). In der Realität sind die Spannungen an der Risspitze endlich, da der Risspitzenradius endlich ist und die plastische Verformung von Metallen im Risspitzenfeld zu einer weiteren Relaxation der Spannungen führt. Die Berücksichtigung des Risspitzenradius ist beispielsweise bei Kerben relevant, also bei plötzlichen Querschnittsänderungen im Bauteil, an denen im Falle einer äußeren mechanischen Beanspruchung eine Verdichtung der Kraftfeldlinien vorliegt.²⁹ Diese Verdichtung entspricht einer Spannungskonzentration. Zur Berechnung des Span-

nungsfeldes im Bereich von Kerben können diese als stumpfe Risse mit dem Kerbradius ρ_k betrachtet werden. Nach *Creager* ergibt sich – ähnlich zum Rissspitzenfeld in den *Gleichungen (1.33) bis (1.35)* – folgender Zusammenhang für das Spannungsfeld an Kerben:⁸⁴

$$\sigma_{xx} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot \left[\cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left(1 - \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right) - \frac{\rho_k}{2r} \cdot \cos\left(\frac{3\theta}{2}\right) \right] \quad (1.36)$$

$$\sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot \left[\cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left(1 + \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right) + \frac{\rho_k}{2r} \cdot \cos\left(\frac{3\theta}{2}\right) \right] \quad (1.37)$$

$$\tau_{xy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot \left[\cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \cos\left(\frac{3\theta}{2}\right) - \frac{\rho_k}{2r} \cdot \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right) \right] \quad (1.38)$$

Der Spannungsintensitätsfaktor K_I kann für Kerben mithilfe der Kerbformzahl α_k berechnet werden:⁸⁴

$$K_I = \frac{\sigma_{nk} \cdot \alpha_k}{2} \cdot \sqrt{\pi \rho_k} \quad (1.39)$$

Die Kerbformzahl α_k ist für linear-elastische Werkstoffe als Verhältnis zwischen der maximalen Spannung im Kerbgrund σ_{max} und der nominellen Spannung im Kerbquerschnitt σ_{nk} definiert:

$$\alpha_k = \frac{\sigma_{max}}{\sigma_{nk}} \quad (1.40)$$

Die Spannungsüberhöhungen im Kerbgrund hängen lediglich von der Kerb- und Bauteilgeometrie ab, weshalb die dimensionslose Kerbformzahl α_k unter Verwendung geometrischer Größen berechnet werden kann.⁸⁵ Für $\theta = 0$ und $r = x + \rho_k/2$ lässt sich das in den *Gl. (1.36) bis (1.38)* gezeigte Spannungsfeld unter Verwendung von *Gl. (1.39)* umrechnen:

$$\sigma_{xx} = \frac{\sigma_{nk} \cdot \alpha_k}{2} \cdot \sqrt{\frac{\rho_k}{2x + \rho_k}} \cdot \left(1 - \frac{\rho_k}{2x + \rho_k}\right) \quad (1.41)$$

$$\sigma_{yy} = \frac{\sigma_{nk} \cdot \alpha_k}{2} \cdot \sqrt{\frac{\rho_k}{2x + \rho_k}} \cdot \left(1 + \frac{\rho_k}{2x + \rho_k}\right) \quad (1.42)$$

$$\tau_{xy} = 0 \quad (1.43)$$

Die Grenzwerte der Normalspannungen sind:

$$\lim_{x \rightarrow 0} \sigma_{xx} = 0 \quad (1.44)$$

$$\lim_{x \rightarrow \infty} \sigma_{xx} = 0 \quad (1.45)$$

$$\lim_{x \rightarrow 0} \sigma_{yy} = \sigma_{nk} \cdot \alpha_k = \sigma_{max} \quad (1.46)$$

$$\lim_{x \rightarrow \infty} \sigma_{yy} = 0 \quad (1.47)$$

Die Grenzwerte verdeutlichen, dass es sich bei Gl. (1.42) um eine Näherungslösung handelt, welche in guter Näherung für den kernnahen Bereich $x \rightarrow 0$ angewendet werden kann, für den σ_{yy} im Kerbgrund erwartungsgemäß der maximalen Spannung σ_{max} entspricht. Hingegen ist für $x \rightarrow \infty$ zu erwarten, dass σ_{yy} sich der nominellen Spannung im Kerbquerschnitt σ_{nk} annähert, die ungleich Null ist.

1.5.2 Grenzen der linear-elastischen Bruchmechanik

Der Bereich an der Rissspitze der ein plastisches Materialverhalten aufzeigt, wird als plastische Zone bezeichnet und wächst mit steigender Spannungsintensität K_I .⁸² Bei moderaten Abweichungen vom elastischen Materialverhalten, die in der englischen Fachliteratur als *small-scale yielding* (SSY)⁸¹ bezeichnet werden, kann die LEBM mit einfachen Korrekturfaktoren im Hinblick auf das Fließverhalten in der plastischen Zone ergänzt werden. Zur Berücksichtigung des plastischen Materialverhaltens vor der Rissspitze hat Irwin eine effektive Risslänge a_{eff} definiert:⁸²

$$a_{eff} = a + r_y \quad (1.48)$$

Bei r_y handelt es sich um eine Abschätzung der plastischen Zonengröße mithilfe eines linear-elastischen Ansatzes. Im Falle eines ebenen Spannungszustandes wird Gl. (1.34) für $\theta = 0$ nach r umgestellt und die Fließbedingung $\sigma_{yy} = R_{p0,2}$ eingesetzt. Bei $R_{p0,2}$ handelt es sich um die 0,2%-Dehngrenze, welche im Spannungs-Dehnungs-Diagramm den kontinuierlichen Übergang vom elastischen zum plastischen Materialverhalten markiert und experimentell bestimmbar ist:⁸²

$$r_y = \frac{1}{2\pi} \cdot \left(\frac{K_I}{R_{p0,2}} \right)^2 \quad (1.49)$$

Beim ebenen Dehnungszustand fällt r_y aufgrund des dreiachsigen Spannungszustands um den Faktor 3 geringer aus:⁸²

$$r_y = \frac{1}{6\pi} \cdot \left(\frac{K_I}{R_{p0,2}} \right)^2 \quad (1.50)$$

Da der Geometriekorrekturfaktor f in Gl. (1.32) ebenfalls von der effektiven Risslänge a_{eff} abhängt, muss zur Bestimmung der effektiven Spannungsintensität $K_{I,eff}$ ein iterativer Ansatz verfolgt werden, bei dem K_I gegen $K_{I,eff}$ konvergiert. Hierfür wird mithilfe der geometrisch bestimmten Risslänge a eine erste Abschätzung von K_I nach Gl. (1.32) vorgenommen. Anschließend wird mittels K_I die Irwin-Korrektur r_y berechnet und mit ihr die effektive Risslänge a_{eff} bestimmt. Mithilfe von a_{eff} wird die effektive Spannungsintensität berechnet:⁸²

$$K_{I,eff} = f(a_{eff}) \cdot \sigma \cdot \sqrt{\pi a_{eff}} \quad (1.51)$$

Mittels $K_{I,eff}$ kann eine neue *Irwin*-Korrektur r_y berechnet werden, wodurch die Abfolge solange iterativ wiederholt werden kann, bis eine hinreichend gute Konvergenz an den Grenzwert $K_{I,eff}$ erreicht ist.⁸²

1.5.3 Bestimmung von Schwellenwertspannungsintensitätsfaktoren

Prüfverfahren zur Bestimmung von Schwellenwertspannungsintensitätsfaktoren der umweltbedingten Rissbildung sind beispielsweise in den Normen ASTM E1681³⁵ und DIN EN ISO 7539-6³⁶ festgelegt. Mit Ausnahme der Korrosionsermüdung können alle Varianten der umweltbedingten Rissbildung bei einer konstanten Last oder einer konstanten Auslenkung geprüft werden. Als Proben kommen gekerbte Standardproben gemäß DIN EN ISO 7539-6³⁶ zum Einsatz, bei denen es sich um Kompaktzugproben verschiedener Geometrien handelt. Bevor die Standardproben in einem Umgebungsmedium hinsichtlich der Schwellenwertspannungsintensitätsfaktoren geprüft werden können, muss im Kerbgrund ein Ermüdungsanriss durch mechanische Wechselbelastung initiiert werden. Bei der Prüfung mit einer konstanten Last wird über die Last und die Anfangsrisslänge die anfängliche Spannungsintensität K_{I0} nach Gl. (1.32) berechnet. In Abhängigkeit von K_{I0} und dem Umgebungsmedium wächst der Riss bis auf eine kritische Risslänge a_c an, wobei die Spannungsintensität mit steigender Risslänge kontinuierlich zunimmt. Das Bauteilversagen tritt beim Erreichen der Bruchzähigkeit K_{Ic} des Werkstoffs ein. Wenn die Umgebungsbedingungen für alle untersuchten K_{I0} über die gesamte Versuchsdauer konstant bleiben, dann nimmt die Zeit zum Versagen t_F mit abnehmendem K_{I0} kontinuierlich zu. Unterhalb der Schwellenwertspannungsintensität K_{IEAC} liegt laut Definition kein Risswachstum mehr vor, d.h. $t_F \rightarrow \infty$. Da das Risswachstum neben K_{IEAC} auch von den Umgebungsbedingungen und im Falle der Wasserstoffversprödung vom Wasserstoffeintritt und der Wasserstoffdiffusion in die Prozesszone *HEPZ* abhängt, kann K_{IEAC} bei nicht konstanten Umgebungsbedingungen und der damit einhergehenden temporären Stagnation des Risswachstums bei der Prüfung mit einer konstanten Last leicht überschätzt werden.³⁶

Präzisere Ergebnisse für K_{IEAC} können durch die Prüfung mit einer konstanten Auslenkung erreicht werden, wobei das sogenannte Rissstopp-Verfahren angewendet wird. Bei diesem Verfahren reicht im Prinzip eine einzige Standardprobe aus, um K_{IEAC} bestimmen zu können, wobei zur Absicherung des Ergebnisses die Prüfung zusätzlicher Proben empfohlen wird.³⁶ Im Vergleich dazu ist für die Prüfung bei einer konstanten Last eine Reihe von Proben erforderlich, um bei verschiedenen anfänglichen Spannungsintensitäten K_{I0} prüfen und so eine iterative Annäherung an K_{IEAC} vornehmen zu können. Bei der Prüfung mit einer konstanten Auslenkung nehmen sowohl die anliegende Kraft als auch die Spannungsintensität mit steigender Risslänge ab. Die Kurve der abneh-

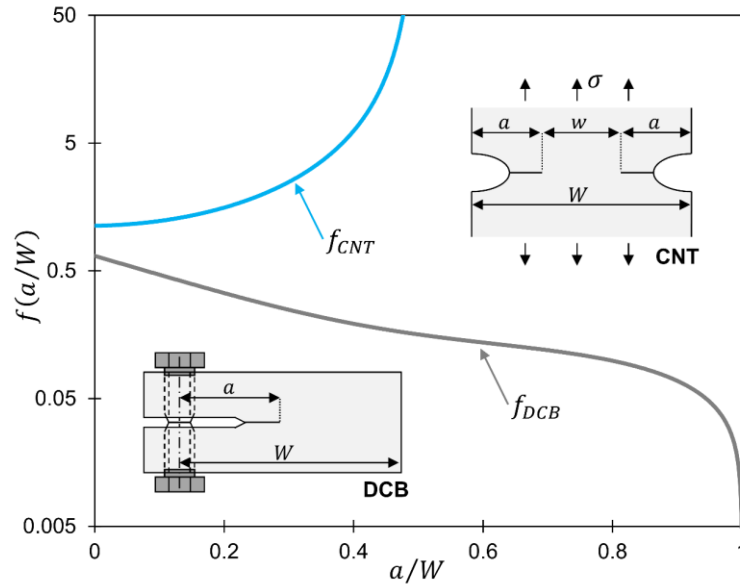


Abbildung 1.8: Geometriekorrekturfaktoren f für eine CNT -Probe (f_{CNT}) und eine DCB -Probe (f_{DCB}), jeweils als Funktion des Verhältnisses aus der Risslänge a und der Probenbreite W , sowie schematische Darstellungen der jeweiligen Probengeometrien. Die Korrekturfaktoren wurden nach den Gleichungen (1.52) bzw. (1.53) berechnet.

menden Spannungsintensität nähert sich mit steigender Versuchsdauer asymptotisch dem Schwellenwert K_{IEAC} an. Sobald kein Risswachstum mehr beobachtet werden kann, kann K_{IEAC} mithilfe der End-Länge des stagnierten Risses und der dabei anliegenden Endlast berechnet werden, wobei für die Bestimmung der End-Risslänge ein Aufbrechen der Standardprobe erforderlich ist.³⁶

Die Ursache für die abnehmende Spannungsintensität im Laufe der Verspannung bei einer konstanten Auslenkung ist sowohl die mit steigender Risslänge abnehmende Last als auch der mit steigender Risslänge abnehmende Geometriekorrekturfaktor $f(a/W)$, wobei es sich bei W um die Probenbreite handelt, in die der Riss hineinwächst. Daher kann das Rissstopp-Verfahren nur in Kombination mit einer geeigneten Probengeometrie durchgeführt werden, welche die Stagnation des Risswachstums und den Abfall der Spannungsintensität von einem anfänglichen Wert K_{I0} auf einen Schwellenwert K_{IEAC} erlaubt. Eine für das Rissstopp-Verfahren geeignete Probe ist beispielsweise eine DCB -Probe (engl.: *Double-Cantilever Beam*), für die der Geometriekorrekturfaktor $f_{DCB}(a/W)$ mit steigender Risslänge gemäß folgender Gleichung abnimmt:¹

$$f_{DCB}\left(\frac{a}{W}\right) = \sqrt{1 - \frac{a}{W}} \cdot \left[0,654 - 1,88 \left(\frac{a}{W}\right) + 2,66 \left(\frac{a}{W}\right)^2 - 1,233 \left(\frac{a}{W}\right)^3 \right] \quad (1.52)$$

Eine hierfür ungeeignete Geometrie hat beispielsweise eine umlaufend gekerbte Rundzugprobe (CNT -Probe) mit einem umlaufenden Riss, da bei dieser Geometrie der Korrekturfaktor $f_{CNT}(a/W)$ mit steigender Risslänge zunimmt, wodurch auch die Spannungsintensität mit der Risslänge steigt. Für $f_{CNT}(a/W)$ gilt:⁵¹

$$f_{CNT}\left(\frac{a}{W}\right) = \left(\frac{1,25}{[1 - (2a/W)^{1,47}]^{2,4}}\right)^{1/2} \quad (1.53)$$

Die Gegenüberstellung der Geometriekorrekturfaktoren $f_{DCB}(a/W)$ und $f_{CNT}(a/W)$ in **Abbildung 1.8** verdeutlicht die Problematik bei der Verwendung von *CNT*-Proben zur Bestimmung bruchmechanischer Kennwerte im Allgemeinen sowie im speziellen Fall der umweltbedingten Rissbildung. Aufgrund des steilen Anstiegs von f_{CNT} mit steigendem a/W nimmt auch die Spannungsintensität bei einem gegebenen W mit steigender Risslänge rapide zu, sodass die Bruchzähigkeit des Werkstoffs bereits bei vergleichsweise geringen a/W -Verhältnissen überschritten wird und der Gewaltbruch eintritt.

1.5.4 Bestimmung von Schwellenwertspannungsintensitätsfaktoren mit *CNT*-Proben

Das in *Abbildung 1.8* dargestellte geringe kritische a/W -Verhältnis in Verbindung mit dem umlaufenden Charakter der Kerbe erschwert bei *CNT*-Proben das kontrollierte Einbringen eines gleichmäßig ausgebildeten umlaufenden Ermüdungsanrisses, d.h. eines Risses, der um den gesamten Kerbumfang eine einheitliche Risslänge in radialer Richtung aufweist.³⁸ Ein Maß hierfür ist die Konzentrizität der Kreisringfläche des umlaufenden Risses mit der Grundfläche der *CNT*-Probe, d.h. das Vorhandensein eines gemeinsamen Mittelpunktes beider Kreisflächen. Die Unterscheidung konzentrischer und exzentrischer Kreisringflächen in Bezug auf die resultierende kreisförmige Bruchfläche ist schematisch in **Abbildung 1.9** dargestellt. Wenn die beiden Flächen exzentrisch zueinander liegen, dann weist der Riss entlang des gesamten Probenumfangs unterschiedliche Risslängen in radialer Richtung auf. Die Exzentrizität wird mit dem Abstand ε zwischen dem Mittelpunkt der Gewaltbruchfläche und dem Bruchflächenmittelpunkt angegeben. Um ε bei der Auswertung des durchgeführten bruchmechanischen Prüfverfahrens zu berücksichtigen, müssen Korrekturfaktoren eingeführt werden, welche eine Umrechnung der Berechnungsgrundlage für konzentrische Risse auf exzentrische Risse ermöglichen.^{39,42,45,56}

Eine Arbeitsgruppe der *Monash University* in Melbourne beschäftigt sich seit mehreren Jahrzehnten mit der Bestimmung bruchmechanischer Kennwerte an *CNT*-Proben sowie der Entwicklung und Validierung von Korrekturfaktoren zur Berücksichtigung der exzentrischen Lage der Rissfläche in Bezug auf den Mittelpunkt der *CNT*-Probengrundfläche. Hierfür entwickelte die Arbeitsgruppe um *H. L. Stark*, *R. N. Ibrahim*, *R. K. Singh Raman* und *R. Rihan* eine Prüfvorrichtung, welche zunächst die Initiierung eines Ermüdungsanrisses im Kerbgrund der *CNT*-Probe und anschließend eine mechanische Prüfung der Probe hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} oder hinsichtlich des Schwellenwertspannungsintensitätsfaktors K_{IEAC} ermöglicht, wobei die Prüfung hinsichtlich K_{IEAC} in einem korrosiven Medium durchgeführt wird. *Stark* und *Ibrahim* bezeichnen die *CNT*-Probe als eine viel-

versprechende Geometrie zur Abschätzung der Bruchzähigkeit K_{Ic} und heben dabei folgende Vorteile der *CNT*-Proben gegenüber Standardproben nach ASTM E1681³⁵ und DIN EN ISO 7539-6³⁶ hervor:^{38,39,42,45}

- „Geringere“ Abmessungen und eine „einfachere“ Geometrie.
- Schnellere und kostengünstigere Fertigung der *CNT*-Proben mithilfe einer Drehmaschine.
- Aufgrund der geringeren geometrischen Abmessungen ist die Fertigung von *CNT*-Proben beispielsweise aus der Serienfertigung von Kleinteilen, wie z.B. Schrauben, sowie aus Schadensteilen möglich.
- Aufgrund der geringeren geometrischen Abmessungen reichen geringere Lasten aus, um beim Prüfverfahren einen Bruch zu erzeugen. Dadurch können einfachere Prüfgeräte verwendet werden.
- Der umlaufende Riss hat kein Ende an einer Oberfläche, d.h. der Riss endet nicht in einem Bereich, in dem ein ebener Spannungszustand vorliegt. Durch den somit gegebenen dreiachsigen Spannungszustand ist trotz der geringen geometrischen Abmessungen der *CNT*-Proben im Vergleich zu den Standardproben ein ebener Dehnungszustand an der Spitze des umlaufenden Risses möglich.

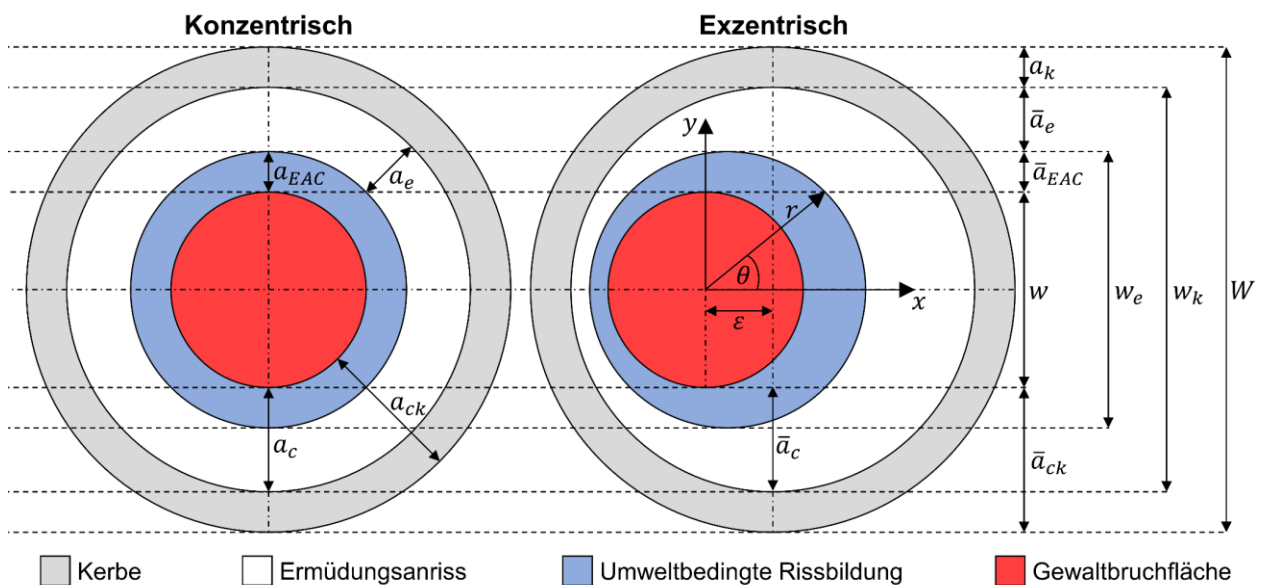


Abbildung 1.9: Schematische Darstellung der konzentrischen und der exzentrischen Anordnung jeweils gleich großer Bruchflächenanteile am Beispiel durch umweltbedingte Rissbildung gebrochener *CNT*-Proben. Von außen nach innen zählen zu den Bruchflächenanteilen die Kerbe (a_k), der Ermüdungsanriss (a_e), die Rissfläche der umweltbedingten Rissbildung (a_{EAC}) und die Gewaltbruchfläche mit dem Durchmesser w . Der Außendurchmesser der Bruchfläche ist W . Für exzentrische Risse sind die Längen a_e und a_{EAC} jeweils eine Funktion der Winkelkoordinate θ , sodass die Mediane \bar{a}_e bzw. \bar{a}_{EAC} angegeben werden. Im konzentrischen Fall sind die Risslängen a_e und a_{EAC} um den gesamten Umfang gleich ausgebildet, d.h. $a_e = \bar{a}_e$ und $a_{EAC} = \bar{a}_{EAC}$. Die Exzentrizität kann mit dem Abstand ϵ zwischen dem Mittelpunkt der Gewaltbruchfläche und dem Bruchflächenmittelpunkt angegeben werden. Für die Bestimmung der mittleren Risslängen \bar{a}_e , \bar{a}_{EAC} , \bar{a}_c und \bar{a}_{ck} werden die Durchmesser w , w_e , w_k und W vermessen. Die ungleichmäßige Ermüdungsrisslänge $a_e(\theta)$ im exzentrischen Fall bewirkt unterschiedliche Spannungsintensitäten K_{I0} entlang des Rissspitzenumfangs.

Zur Bestimmung von Schwellenwertspannungsintensitätsfaktoren K_{IEAC} der umweltbedingten Rissbildung geht die Arbeitsgruppe der *Monash University* folgendermaßen vor:

- A) Initiierung eines Ermüdungsanrisses im Kerbgrund der *CNT*-Probe mit Hilfe einer kontrollierten umlaufenden Biegewechselbeanspruchung. Der initiierte Riss hat eine zunächst unbekanntere mittlere Ermüdungsrisslänge \bar{a}_e :

$$\bar{a}_e = \frac{W - w_e}{2} \quad (1.54)$$

- B) Mechanische Beanspruchung der angerissenen Probe bei einer konstanten Last L innerhalb eines korrosiven Mediums, das bei einer hinreichenden anfänglichen Spannungsintensität K_{I0} ein umweltbedingtes Risswachstum auf eine kritische Risslänge a_c bewirkt.
- C) Bruchflächenuntersuchungen in Verbindung mit einer Auswertung der Bruchfläche hinsichtlich der in *Abbildung 1.9* definierten Mediane \bar{a}_e , \bar{a}_{EAC} , \bar{a}_c und \bar{a}_{ck} .
- D) Berechnung der anfänglichen Spannungsintensität K_{I0} mittels \bar{a}_e und dem Geometriekorrekturfaktor f_0 , der mit f_{CNT} in *Gl. (1.53)* zusammenhängt und im Gegensatz zu f_{CNT} eine mögliche Exzentrizität ε des umlaufenden Risses berücksichtigt:

$$K_{I0} = (\sigma_n + \sigma_b) \cdot f_0 \cdot \sqrt{\pi \bar{a}_e} \quad (1.55)$$

Bei σ_n handelt es sich um die nominelle Spannung, die aus L und dem Spannungsquerschnitt $\pi(W/2)^2$ berechnet werden kann:

$$\sigma_n = \frac{4L}{\pi W^2} \quad (1.56)$$

σ_b berücksichtigt hingegen die Biegespannungen, die aufgrund der Exzentrizität ε wirken:

$$\sigma_b = \frac{16L\varepsilon}{\pi W^3} \quad (1.57)$$

- E) Bestimmung der *Irwin*-Korrektur r_y nach *Gl. (1.50)* mithilfe des nach *Gl. (1.55)* bestimmten K_{I0} -Wertes für den ebenen Dehnungszustand sowie Anwendung der iterativen *Irwin*-Korrektur zur Berücksichtigung der plastischen Zonengröße (wie in *Kapitel 1.5.2* beschrieben).
- F) Überprüfung der Gültigkeit der bestimmten anfänglichen Spannungsintensität K_{I0} nach den hierfür entwickelten Kriterien für *CNT*-Proben:

$$\max(a_e) = \bar{a}_e + \varepsilon \geq 2r_y \quad (1.58)$$

und

$$\frac{\sigma_N}{R_{p0,2}} \leq 2,5 \quad (1.59)$$

mit

$$\sigma_N = \frac{4L}{\pi W^2} \quad (1.60)$$

- G) Erneute Versuchsdurchführung mit weiteren *CNT*-Proben bei anderen konstanten Lasten, d.h. bei anderen anfänglichen Spannungsintensitäten K_{I0} .
- H) Auftragung der bestimmten und gemäß der *Gleichungen (1.58) bis (1.60)* gültigen K_{I0} -Werte als Funktion der jeweiligen Zeit zum Versagen t_F . Je kleiner K_{I0} eingestellt wird, desto höher fällt die Zeit zum Versagen t_F aus. Unterhalb des Schwellenwertes K_{IEAC} werden keine Brüche mehr beobachtet, d.h. $t_F \rightarrow \infty$. In diesem Fall werden die Versuche nach einer willkürlich festgelegten Zeit, die sich an den t_F -Werten bereits erfolgter Bruchereignisse orientieren kann, abgebrochen. Der Abfall der Spannungsintensität mit steigendem t_F kann mit folgender Gleichung angepasst werden, wobei es sich bei A und B um nicht weiter definierte Anpassungsparameter handelt:

$$K_{I0} = K_{IEAC} + A \cdot \exp(-B \cdot t_F) \quad (1.61)$$

Durch die Anpassung von *Gl. (1.61)* an die $K_{I0}(t_F)$ -Messwerte kann K_{IEAC} abgeschätzt werden. Für $t_F \rightarrow 0$ kann weiterhin K_{Ic} abgeschätzt werden:⁵⁶

$$K_{I0}(t_F = 0) = K_{IEAC} + A = K_{Ic} \quad (1.62)$$

Für die Bestimmung der Bruchzähigkeit K_{Ic} werden die Arbeitsschritte **A)** bis **F)** mit den Unterschieden durchgeführt, dass in Arbeitsschritt **B)** ein Zugversuch mit einer Laststeigerung statt eines Verspannversuches mit einer konstanten Last durchgeführt wird. Weiterhin wird der Zugversuch an Laborluft und nicht in einem korrosiven Medium durchgeführt. Die maximale im Zugversuch aufgezeichnete Last wird zur Berechnung der Bruchzähigkeit nach *Gl. (1.55)* verwendet.

1.5.5 Nachteile der bisherigen Prüfverfahren an *CNT*-Proben

Mit der Vorgehensweise nach den Arbeitsschritten **A)** bis **H)** hat die Arbeitsgruppe der *Monash University* eine Methodik entwickelt, welche die Bestimmung von Spannungsintensitätsfaktoren an *CNT*-Proben ermöglicht und dadurch die Vorteile **a)** bis **e)** zugänglich macht. Nichtsdestotrotz hat die Methodik den Nachteil der relativ aufwendigen Prüfvorrichtung, der möglichen Exzentrizität des Ermüdungsanrisses sowie der daraus resultierenden Notwendigkeit zur Anwendung mathematischer Korrekturen bei der Auswertung der Prüfergebnisse hinsichtlich des Spannungsintensitätsfaktors. Für die Initiierung eines umlaufenden Ermüdungsanrisses ist eine Umlaufbiegemaschine (engl.: *Rotating Beam Fatigue Testing*) erforderlich, mit dem eine umlaufende Biegewechselbeanspruchung aufgebracht werden kann. Um die Länge des Ermüdungsanrisses während der

Biegewechselbeanspruchung abschätzen zu können, muss die Auslenkung der Probe aus der Rotationsachse mithilfe eines Wegaufnehmers kontrolliert werden. Die resultierende Exzentrizität des Ermüdungsanrisses hängt im Wesentlichen von seiner Länge a_e ab, wobei mit steigender Risslänge die Wahrscheinlichkeit für eine Exzentrizität zunimmt.⁴² Auf Grundlage der empirischen Forschung von *Stark* und *Ibrahim* kann die Streuung der bestimmten Spannungsintensitäten reduziert werden, indem die Länge des initiierten Risses innerhalb eines Intervalls mit einer Unter- und einer Obergrenze liegt. Die Obergrenze orientiert sich an der Vermeidung einer Exzentrizität und ist nicht eindeutig definiert. Die Untergrenze ist in Gl. (1.58) definiert und ergibt sich aus der Forderung, dass die Spitze des initiierten Risses hinreichend weit vom Kerbgrund entfernt sein muss, sodass die an der Risspitze vorliegende plastische Zone sich nicht bis an die Oberfläche des Kerbgrundes ausweiten kann. Eine solche Ausweitung würde zu einer zusätzlichen Dehnung in radiale Richtung führen, wodurch der ebene Dehnungszustand zum ebenen Spannungszustand tendieren und ein im Vergleich zur realen Spannungsintensität überhöhter Wert bestimmt werden würde.³⁸ Daher soll die Länge \bar{a}_e des Ermüdungsanrisses unter Berücksichtigung der Exzentrizität ε mindestens der zweifachen Größe r_y der plastischen Zone entsprechen (Gl. (1.58)).^{50–52,54–56}

Da die Exzentrizität des Ermüdungsanrisses gegenüber des Bruchflächenmittelpunktes ein häufig auftretendes Problem darstellt, welches ohne eine Korrektur ungültige Messergebnisse erzeugen würde, haben *Ibrahim* und *Kotousov* mathematische Korrekturen eingeführt, mithilfe derer die Streuung der bestimmten Spannungsintensitäten reduziert werden kann und somit reproduzierbare Spannungsintensitäten bestimmt werden können.⁴² Weiterhin sind die so bestimmten Werte für die Bruchzähigkeit K_{Ic} in guter Übereinstimmung mit den nach einem Standardverfahren an *CT*-Proben des gleichen Werkstoffs bestimmten Werten. Zur Anwendung der Korrekturen muss die Exzentrizität ε auf der Bruchfläche vermessen werden, um anschließend in die Berechnung des Geometriekorrekturfaktors f_0 in Gl. (1.55) sowie in die Berechnung der Biegespannungen σ_b nach Gl. (1.57) einfließen zu können. Für die Bestimmung von Schwellenwertspannungsintensitätsfaktoren K_{IEAC} der umweltbedingten Rissbildung verwendet die Arbeitsgruppe der *Monash University* dieselben Korrekturen, wie bei der Bestimmung der Bruchzähigkeit. Hierbei ist jedoch zu beachten, dass K_{IEAC} nicht direkt aus einem einzigen Bruchereignis berechnet wird, sondern aus mehreren Bruchereignissen, aus denen zunächst die Auftragung K_{I0} als Funktion der Zeit zum Versagen t_F generiert und anschließend gemäß Gl. (1.61) hinsichtlich K_{IEAC} ausgewertet wird. Somit ist K_{IEAC} nicht nur von K_{I0} sondern auch von der Risswachstumskinetik und der daraus resultierenden Zeit zum Versagen abhängig. Da die Risswachstumskinetik im Allgemeinen ebenfalls von der Spannungsintensität und somit von ε abhängt, muss auch ein Einfluss der Exzentrizität ε auf t_F in Betracht gezogen werden. Zur Berücksichtigung dieses Einflusses muss insbesondere beachtet wer-

den, dass es sich bei der Wasserstoffversprödung um einen unterkritischen Risswachstumsmechanismus handelt, der sowohl vom zeitabhängigen Wasserstoffeintritt in das Metallgitter als auch von der ebenfalls zeitabhängigen Wasserstoffdiffusion im Metallgitter abhängt. Aufgrund von ε liegen entlang des Rissspitzenumfangs sowohl unterschiedliche für das Risswachstum erforderliche Diffusionslängen als auch unterschiedliche Milieus für die Wasserstoffentwicklung und -absorption vor. Für diese vielseitigen möglichen Einflüsse hat die Arbeitsgruppe der *Monash University* keine Korrekturfaktoren entwickelt, was sich u.a. auf die Qualität der bestimmten Schwellenwertspannungsintensitätsfaktoren auswirken könnte. Weiterhin erscheint eine gezielte Untersuchung der Risswachstumskinetik an *CNT*-Proben mit einem exzentrischen Ermüdungsanriss solange nicht möglich zu sein, bis ihre Abhängigkeit von ε nicht hinreichend erforscht ist. Aufgrund dieser bedeutenden Zusammenhänge sollte eine ganzheitliche Prüf- und Bewertungsmethode sowohl eine qualitative als auch eine quantitative Beschreibung der Risswachstumskinetik umfassen.

1.6 Ziele und Diskussion der Vorgehensweise dieser Arbeit

Das Ziel dieser Arbeit ist die Entwicklung einer Prüf- und Bewertungsmethode zur Untersuchung von *CNT*-Proben hinsichtlich der Anfälligkeit gegenüber einer Wasserstoffversprödung, welche sowohl die Bestimmung von Schwellenwertspannungsintensitätsfaktoren als auch eine qualitative und quantitative Bewertung der Risswachstumskinetik ermöglicht. Für letzteres sollte die Methode insbesondere den Wasserstoffdiffusionskoeffizienten des Werkstoffs berücksichtigen, welcher bei etablierten Prüfverfahren an *CNT*-Proben vernachlässigt wird. Mit der zu entwickelnden Methode sollen die in *Kapitel 1.5.5* diskutierten Nachteile der *CNT*-Proben bei der Bestimmung bruchmechanischer Kennwerte umgangen werden, um im Gegenzug die zahlreichen Vorteile der *CNT*-Proben mit einer einfachen methodischen und experimentellen Vorgehensweise zugänglich zu machen. Zwecks der Methodenentwicklung sollen sechs unterschiedliche Probentypen, die sich in Werkstoff, Geometrie des umlaufenden Kerbs und der Festigkeitsklasse unterscheiden, hinsichtlich ihrer wasserstoffinduzierten Sprödbuchanfälligkeit untersucht werden. Wenn möglich sollen Korrelationen zwischen den Eigenschaften der Probentypen und den bestimmten Bewertungsparametern aufgezeigt werden.

Zum Erreichen der Ziele wird in dieser Arbeit eine wesentliche Änderung im Vergleich zu den standardisierten und etablierten Prüf- und Bewertungsmethoden vorgenommen: Die Rissinitiierung wird über die Wasserstoffeindringtiefe x_H und die von x_H abhängige minimale Vorspannkraft zum Versagen L_{HAC} kontrolliert.^{86,87} Die gezielte Einstellung der Wasserstoffeindringtiefe erfolgt hierbei über die Wasserstoffbeladungsdauer t_H und ist weiterhin vom werkstoffspezifischen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H abhängig (vgl. mit *Gl. (1.9)*):

$$x_H = \sqrt{4D_H t_H} \quad (1.63)$$

Bei gängigen und teilweise auch standardisierten Prüfverfahren wird bei der Vorabwasserstoffbeladung entweder eine homogene Wasserstoffverteilung über den gesamten Probenquerschnitt angestrebt, weshalb relativ lange Beladungs- und Homogenisierungsdauern von 24 h bis 72 h angewendet werden, oder die Beladungsdauer wird willkürlich festgelegt, ohne die zugehörigen relevanten Zusammenhänge zwischen der Wasserstoffeindringtiefe und der für die Wasserstoffversprödung kritischen mechanischen Beanspruchung zu untersuchen oder zu kennen.^{88,89} Beide Vorgehensweisen resultieren in nur schwer interpretierbaren Ergebnissen. Im ersten Fall ist es unklar und auch nicht experimentell nachweisbar, ob die standardisierte Beladungs- und Homogenisierungsdauer tatsächlich zu einer homogenen Wasserstoffverteilung führt, zumal der Homogenisierungszustand vom Werkstoff und von der Probendicke abhängt und sowohl der Wasserstoffeintritt als auch die Wasserstoffdiffusion zeitlich und räumlich variieren können.⁹⁰ Im zweiten Fall wird von der Möglichkeit abgesehen, dass nicht die Wasserstoffbeladungsdauer an sich, sondern die daraus resultierende anfängliche Wasserstoffeindringtiefe entscheidend für das Ergebnis des anschließenden mechanischen Prüfverfahrens ist. Somit sind beide Vorgehensweisen der Vorabwasserstoffbeladung nicht geeignet, um die wasserstoffinduzierte Sprödbrüchanfälligkeit unterschiedlicher Werkstoffe und Probengeometrien zufriedenstellend bewerten zu können.

Eine weitere verbreitete Möglichkeit der Wasserstoffbeladung zur Bewertung der wasserstoffinduzierten Sprödbrüchanfälligkeit ist die Beladung während der mechanischen Beanspruchung, wie sie z.B. bei den in den *Kapiteln 1.5.3* und *1.5.4* beschriebenen Prüfverfahren zum Einsatz kommt. Diese Art der Wasserstoffbeladung hat den Vorteil – aber auch gleichzeitig den Nachteil – dass nicht nur die wasserstoffinduzierte Sprödbrüchanfälligkeit, sondern auch die Korrosion und der in *Kapitel 1.3* beschriebene Wasserstoffeintritt in die Bewertung mit einfließen. Weiterhin wird bei diesem Prüfverfahren der Einfluss des dreiachsigen Spannungszustands auf die Wasserstoffaufnahme berücksichtigt. Nachteilig hinsichtlich der Bewertung der werkstoffspezifischen Wasserstoffversprödungsanfälligkeit ist sicherlich, dass das Prüfergebnis nicht der Wasserstoffversprödung alleine, sondern der Spannungsrissskorrosion (SCC) zuzuordnen ist (vgl. mit *Abbildung 1.1*). Somit wird nicht die Wasserstoff-Werkstoff-Wechselwirkung, sondern das gesamte Korrosionssystem inklusive dieser Wechselwirkung bewertet, wobei die Bewertung, in Abhängigkeit vom durchgeführten Prüfverfahren, mit dem Schwellenwert der mechanischen Beanspruchbarkeit oder dem Schwellenwertspannungsintensitätsfaktor erfolgt. Da der Schwellenwert aus einem Multiparametersystem – dem Korrosionssystem – mit größtenteils unbekanntem Anfangs- und Randbedingungen der Rissinitiation und des Risswachstums entspringt, ist seine Aussagekraft bzgl. der Werkstoffanfälligkeit gegenüber einer Wasserstoffversprödung nur bedingt. Eine Maßnahme gegen die Korrosion ist die kathodische Polarisation der Probe im Elektrolyten. Nichtsdestotrotz ist

der anfängliche mit Wasserstoff beladene Werkstoffzustand, bei dem ein unterkritisches Risswachstum eintritt auch bei diesem Prüfverfahren nicht bekannt und wird deshalb auch nicht in der Bewertung berücksichtigt. Dabei ist davon auszugehen, dass gerade dieser anfängliche mit Wasserstoff beladene Werkstoffzustand mit den Vorgängen in der *HEPZ* korreliert und daher in die Bewertung mit einfließen sollte. Alleine die Tatsache, dass die *HEPZ* in der Nähe der Risspitze oder des Kerbgrunds liegt, verdeutlicht die Notwendigkeit zur Untersuchung des Einflusses der Wasserstoffeindringtiefe auf die wasserstoffassistierte Rissbildung. Daher wird in dieser Arbeit ein besonderes Augenmerk auf den Einfluss der Wasserstoffeindringtiefe gelegt.

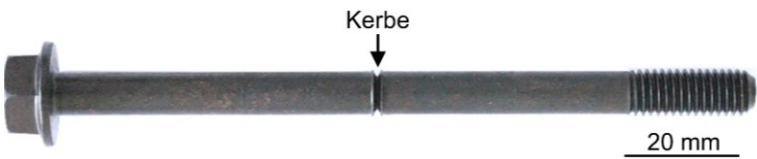
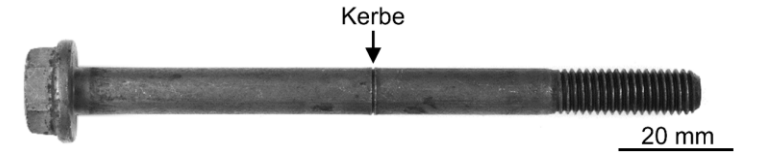
Zur Untersuchung dieses Einflusses werden die Proben vorab für eine Dauer t_H mit Wasserstoff beladen und anschließend mit einer konstanten Auslenkung verspannt. Die Verspannung erfolgt mit einer Vorspannkraft L , wobei für $L \geq L_{HAC}$ ein Bruch auftritt. Zur Bestimmung des Schwellenwertes L_{HAC} wird L iterativ angepasst. Zu jeder Wasserstoffbeladungsdauer t_H wird neben L_{HAC} die Zeit zum Versagen t_F und ein charakteristischer Kraft-Zeit-Verlauf $L(t)$ erhalten. Zur Auswertung dieser Parameter hinsichtlich der Anfälligkeit gegenüber einer Wasserstoffversprödung wird in dieser Arbeit eine Theorie der wasserstoffassistierten Rissbildung als Funktion der Wasserstoffeindringtiefe entwickelt. Die Grundlagen der Theorie bilden die linear-elastische Bruchmechanik (*LEBM*)⁹¹ sowie die Grundlagen der Diffusion in Festkörpern⁹²⁻⁹⁴ und die Wasserstoffeindringtiefe gemäß Gl. (1.63). Mithilfe der Theorie wird erklärt, unter welchen Bedingungen umlaufende Risse erzeugt werden können, deren Kreisringfläche stets konzentrisch mit der jeweiligen Bruchfläche ist. Aufgrund dieser augenscheinlichen Konzentrität sind keine mathematischen Korrekturen erforderlich, um die Ergebnisse hinsichtlich der bruchmechanischen Kennwerte auswerten zu können. Weiterhin liefert die experimentelle Vorgehensweise den Vorteil, dass die komplette Risslänge der wasserstoffassistierten Rissbildung zugeordnet werden kann und kein dominanter Ermüdungsrissanteil vorhanden ist. Dadurch kann die gesamte vermessene Risslänge in Zusammenhang mit dem Wasserstoffdiffusionskoeffizienten gebracht werden, wodurch dieser in die Bewertung der Werkstoffanfälligkeit mit einfließen kann. Die dadurch erzielte Bewertungsmethode wird als Vorspannkraft-Verlust-Test (*VVT*) bezeichnet und kombiniert eine einfache experimentelle Vorgehensweise mit etablierten Theorien und Konzepten der Diffusion und der *LEBM*.

2 Experimentelle Vorgehensweise

2.1 Proben

Die Untersuchungen werden an Schrauben durchgeführt, in deren gewindefreien Schaft eine umlaufende Kerbe eingerollt ist. Die jeweilige Schraubengeometrie sowie die verwendeten Werkstoffe und Kerbzugfestigkeiten enthält **Tabelle 2.1**. Bei der Probengeometrie wird zwischen den Varianten (A) und (B) unterschieden, wobei es sich in beiden Fällen um Schrauben M8 handelt. Der Probentyp mit der Geometrie (A) hat eine Schaftlänge von etwa 115 mm, wovon das Gewinde etwa 20 mm ausmacht. Der Außendurchmesser beträgt 7,08 mm. Im Kerbgrund beträgt der Durchmesser 5,54 mm, womit sich eine Spannungsquerschnittsfläche von $A_0 = 24,1 \text{ mm}^2$ ergibt. Der Kerbradius ρ_k beträgt 0,11 mm. Mit den aus der Literatur bekannten Näherungslösungen⁸⁵ ergibt sich die geometrieabhängige Kerbformzahl unter Verwendung der genannten Geometrieparameter zu $\alpha_k = 4,33$.

Tabelle 2.1: Geometrie und Eigenschaften der untersuchten Proben

Probengeometrie		Nr.	W	FK	R_{mk} (MPa)	α_k	ρ_k
(A)		I	W1	14.9	2045 ± 20	4,33	0,11
		II	W2	12.9	1835 ± 18	4,33	0,11
(B)		III	W1	12.9	1521 ± 15	2,82	0,2
		IV	W3	12.9	1555 ± 16	2,82	0,2
		V	W4	12.9	1533 ± 15	2,82	0,2

W: Werkstoff, FK: Festigkeitsklasse, R_{mk} : Kerbzugfestigkeit, α_k : Kerbformzahl, ρ_k : Kerbradius

Die Variante (B) hat eine Schaftlänge von etwa 105 mm, wovon das Gewinde etwa 25 mm ausmacht. Der Außendurchmesser beträgt 7,88 mm, während der Durchmesser im Kerbgrund etwa 7,50 mm beträgt. Die Spannungsquerschnittsfläche ist $A_0 = 44,2 \text{ mm}^2$. Der Kerbradius ρ_k beträgt etwa 0,2 mm. Unter Verwendung der beschriebenen Geometrie ergibt sich die Kerbformzahl mit den aus der Literatur bekannten Näherungslösungen⁸⁵ zu $\alpha_k = 2,82$.

Die Proben wurden aus vier unterschiedlichen Werkstoffen gefertigt, die in dieser Arbeit mit W1, W2, W3 bzw. W4 bezeichnet werden. Nach dem Kerbrollen wurden die Proben auf die jeweilige in **Tabelle 2.1** angegebene Festigkeitsklasse (FK)⁹⁵ vergütet und weisen alle ein martensitisches

Gefüge auf. Die Probenbezeichnung ergibt sich aus der durch einen Bindestrich getrennten Aneinanderreihung von Schraubengeometrie (G), Werkstoff (W) und der Festigkeitsklasse (FK):

$$\text{Probenbezeichnung: (G)-(W)-(FK)} \quad (2.1)$$

So handelt es sich beispielsweise bei der Probe A-W1-14.9 um eine Schraube der Geometrie (A) und der Festigkeitsklasse 14.9, die aus dem Werkstoff⁹⁶ W1 gefertigt wurde. In *Tabelle 2.1* ist diese Probe an Position I zu finden. Die Kerbzugfestigkeiten R_{mk} wurden für alle Proben in Zugversuchen nach DIN EN ISO 6892-1⁹⁷ bestimmt und sind ebenfalls in *Tabelle 2.1* enthalten. Die mittels Funkenemissionsspektralanalyse bestimmte chemische Zusammensetzung der jeweiligen Proben enthält *Tabelle 2.2*.

Tabelle 2.2: Mittels Funkenemissionsspektralanalyse bestimmte chemische Zusammensetzung der Proben

Element	Gehalt ± Messunsicherheit (Massen%)				
	A-W1-14.9	A-W2-12.9	B-W1-12.9	B-W3-12.9	B-W4-12.9
C	0,37±0,01	0,35±0,01	0,36±0,02	0,31±0,02	0,26±0,02
Si	0,054±0,003	0,034±0,003	0,038±0,004	0,064±0,010	0,147±0,011
Mn	0,42±0,01	0,75±0,01	0,42±0,03	0,78±0,03	0,90±0,03
P	<0,01	0,012±0,002	0,011±0,002	0,012±0,002	<0,01
S	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
Cr	1,07±0,05	0,25±0,01	1,10±0,04	1,12±0,03	0,176±0,012
Mo	1,02±0,04	<0,01	1,07±0,04	<0,01	<0,01
Ni	0,535±0,015	0,021±0,011	0,557±0,019	<0,01	<0,01
Al (ges.)	0,045±0,004	0,043±0,003	0,041±0,003	0,027±0,003	0,025±0,003
Co	0,014±0,002	<0,01	0,012±0,002	<0,01	<0,01
Cu	0,030±0,004	0,022±0,004	0,031±0,006	0,051±0,007	0,011±0,006
Nb	<0,01	<0,01	0,011±0,001	<0,01	<0,01
Ti	0,041±0,008	0,037±0,003	0,041±0,004	0,030±0,003	0,038±0,003
V	0,078±0,002	<0,01	0,081±0,009	<0,01	<0,01
W	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
Pb	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
Sn	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
B	0,0012±0,0003	0,0039±0,0006	<0,001	0,0033±0,0005	0,0025±0,0005
Fe	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest

2.2 Vorspannkraft-Verlust-Test (VVT)

Der VVT basiert auf dem Grundgedanken, dass eine wasserstoffassistierte Rissinitiierung bei den minimalen hierfür erforderlichen mechanischen Bedingungen nur innerhalb eines Bereiches erfolgen kann, der eine kritische Konzentration atomaren Wasserstoffs enthält. Übertragen auf den Wasserstoffeintritt über die Probenoberfläche bedeutet dies, dass die Länge des initiierten Risses maximal der zum Zeitpunkt der Rissinitiierung bestehenden Wasserstoffeindringtiefe x_H entsprechen kann. Unter Verwendung des *Griffith*-Kriteriums gemäß Gl. (1.29) sowie von Gl. (1.31) kann folgende Bedingung für eine Rissinitiierung definiert werden:

$$\sigma \geq \frac{K_{IHAC}}{\sqrt{\pi x_H}} \quad (2.2)$$

Die Rissinitiierung ist somit sowohl von K_{IHAC} als auch von x_H abhängig. Die Zugspannung bei der die Rissinitiierung einsetzt ist:

$$\sigma_{HAC} = \frac{K_{IHAC}}{\sqrt{\pi x_H}} = \frac{4L_{HAC}}{\pi w_k^2} \quad (2.3)$$

Daher muss es möglich sein, für eine gegebene Wasserstoffeindringtiefe x_H eine minimale Vorspannkraft zum Versagen L_{HAC} iterativ einzugrenzen. Aus der Auswertung von L_{HAC} als Funktion der Wasserstoffeindringtiefe x_H bzw. der Wasserstoffbeladungsdauer $t_H - x_H$ ist gemäß Gl. (1.63) von t_H und dem Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H abhängig – sollte der Schwellenwertspannungsintensitätsfaktor K_{IHAC} bestimmt werden können. Hinsichtlich der Durchführbarkeit der iterativen Bestimmung von L_{HAC} weist der Grenzwert

$$\lim_{x_H \rightarrow 0} L_{HAC} = \infty \quad (2.4)$$

darauf hin, dass es eine Mindesteindringtiefe des atomaren Wasserstoffs und somit auch eine Mindest-Wasserstoffbeladungsdauer geben muss, für die L_{HAC} experimentell bestimmbar ist.

Auf der Basis dieses Grundgedankens des VVT unterteilt sich die im Folgenden vorgestellte experimentelle Durchführung des VVT in die Wasserstoffbeladung (**Kapitel 2.2.1**), die Verspannung der vorab mit Wasserstoff beladenen Proben bei einer konstanten Auslenkung (**Kapitel 2.2.2**), die iterative Bestimmung der minimalen Vorspannkraft zum Versagen L_{HAC} (**Kapitel 2.2.3**) sowie die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung der Bruchflächen und die Vermessung der Risslängen (**Kapitel 2.2.4**)

2.2.1 Wasserstoffbeladung

Die Proben wurden vorab, d.h. vor der mechanischen Beanspruchung, mit Wasserstoff beladen. Durch die Vorabwasserstoffbeladung sollen oberflächennahe Wasserstoffkonzentrationsprofile im Kerbgrund eingebracht werden, die durch die Variation der Beladungsbeize sowie die Variation

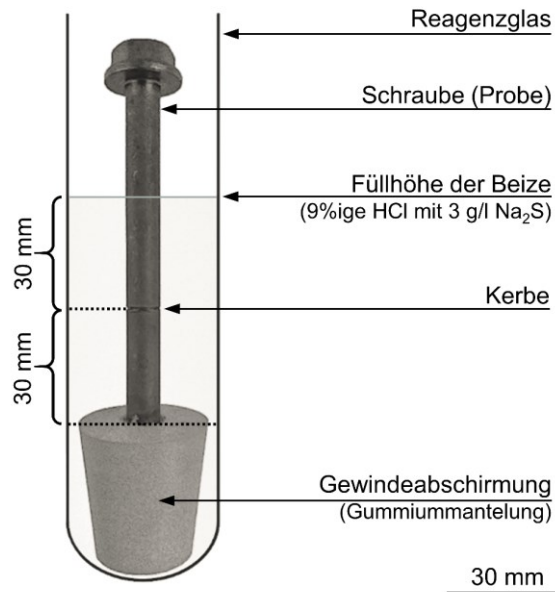


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Vorabwasserstoffbeladung durch Beizen im Reagenzglas.

der Beladungsdauer verändert werden können. Bei der Wasserstoffbeladung durch Beizen wird die Probe für eine Dauer t_H in eine Beladungsbeize getaucht. Eine schematische Darstellung der in dieser Arbeit durchgeführten Wasserstoffbeladung ist in **Abbildung 2.1** gezeigt. Als Beizgefäß wurde ein Reagenzglas mit einem Innendurchmesser von 30 mm verwendet. Um wasserstoffassisierte Brüche im Gewinde zu vermeiden, wurde dieses mithilfe einer Gummiummantelung vor der Beladungsbeize geschützt. Über die Füllhöhe der Beladungsbeize wurde der mit Wasserstoff beladene Bereich eingegrenzt, wobei ein Schaftbereich von jeweils 30 mm oberhalb und unterhalb der Kerbe gebeizt wurde. Als Beladungsbeize wurde *9%ige* Salzsäure (HCl) mit 3 g/l Natriumsulfid (Na_2S) verwendet. Das Na_2S bildet zusammen mit der HCl Schwefelwasserstoff (H_2S), welches als Promotor der Wasserstoffabsorption bekannt ist.^{3,27,98}

2.2.2 Verspannprüfung bei einer konstanten Auslenkung

Nach der Wasserstoffbeladung wurden die Proben bei einer konstanten Auslenkung verspannt. Hierfür wurde in dieser Arbeit die in **Abbildung 2.2** gezeigte Verspannstation verwendet. Die Schrauben werden von unten mit dem Gewinde voran in die Verspannstation eingeführt und innerhalb des Zugstabs mit einer Befestigungsmutter fixiert. Anschließend wird durch das Festziehen der Verspannmutter die Vorspannkraft aufgebracht. Die Kraftmessung erfolgt über den am Zugstab installierten Dehnmessstreifen. Beim Festziehen der Verspannmutter wird die Kraft in zeitlichen Abständen von $0,2\text{ s}$ aufgezeichnet, sodass die Änderung der Vorspannkraft vom Anwender simultan beobachtet werden kann. Sobald die Ziel-Vorspannkraft erreicht ist, werden die zeitlichen Abstände für die Kraftaufnahme auf 120 s erhöht, um so die gesammelte Datenmenge auf ein Min-

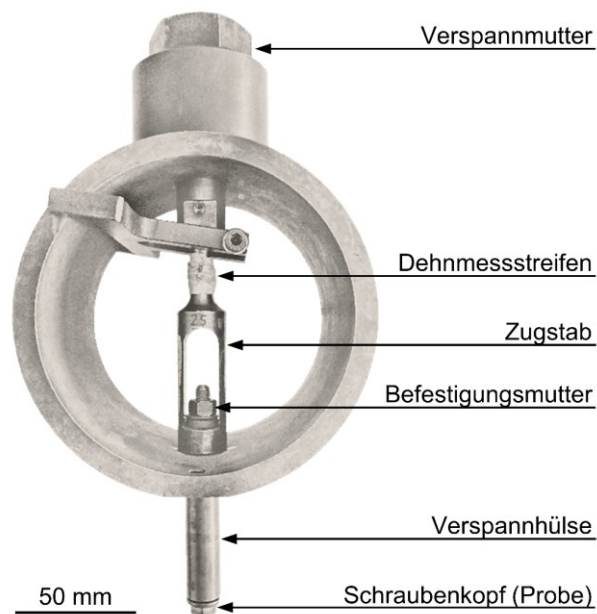


Abbildung 2.2: Verspannstation zur Verspannung der vorab mit Wasserstoff beladenen Probe bei einer konstanten Auslenkung.

destmaß zu reduzieren. Auf diese Weise wurden Kraft-Zeit-Verläufe $L(t)$ aufgezeichnet, die aufgrund der Verspannung bei einer konstanten Auslenkung einen charakteristischen Kraftabfall aufweisen, der eine Folge der Rissinitiiierung und des zeitabhängigen, diffusionskontrollierten Risswachstums ist.

2.2.3 Verspannreihe zur Bestimmung eines Schwellenwertes der Vorspannkraft

Das Ziel der Verspannprüfung ist die wasserstoffassistierte Initiierung eines Risses im Kerbgrund sowie die anschließende qualitative und quantitative Auswertung der Rissinitiiierung und des diffusionskontrollierten Risswachstums, jeweils als Funktion der Wasserstoffbeladungsdauer t_H und der von ihr abhängigen Wasserstoffeindringtiefe x_H . Die qualitative und quantitative Auswertung kann vereinfacht werden, wenn die Vorspannkraft minimale energetische Bedingungen zur Rissinitiiierung erfüllt, d.h. keine überschüssige mechanische Energie aufgebracht wird. Daher wird für jeden Probenotypen und für jede Wasserstoffbeladungsdauer eine minimale Vorspannkraft zum Versagen L_{HAC} bestimmt, bei der die Bedingungen gerade hinreichend für die wasserstoffassistierte Rissbildung und das anschließende Risswachstum bis zum Gewaltbruch sind. Unterhalb von L_{HAC} ist eine wasserstoffassistierte Rissbildung unwahrscheinlich. Für die Bestimmung der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} wird in dieser Arbeit der in **Abbildung 2.3** gezeigte iterative Ansatz verfolgt. Zunächst wird mithilfe der Spannungsquerschnittsfläche A_0 die der Kerbzugfestigkeit R_{mk} entsprechende Kraft $L_{b=0}$ berechnet. Die erste Verspannprüfung $b = 1$ wird mit der Vorspannkraft $L_1 = 0,5 \cdot L_0$ durchgeführt. Das Ereignis dieser Verspannprüfung kann „f = Bruch“ oder „nf = kein

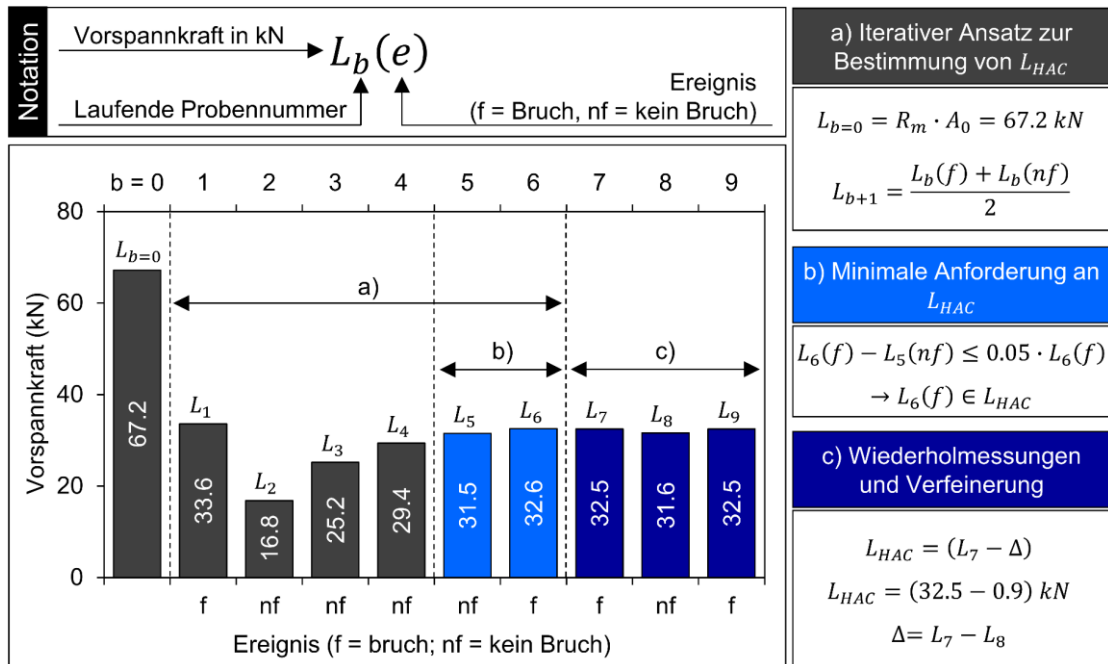


Abbildung 2.3: Iterativer Ansatz zur Bestimmung einer minimalen Vorspannkraft zur wasserstoffassistierten Rissbildung L_{HAC} .

Bruch“ sein. In Abhängigkeit von diesem Ereignis wird die Vorspannkraft L_{b+1} der darauffolgenden Verspannprüfung $b + 1$ wie folgt angepasst:

$$L_{b+1} = \frac{L_b(f) + L_b(nf)}{2} \quad (2.5)$$

Hierbei ist $L_b(f)$ die minimale Vorspannkraft einer vorherigen Verspannprüfung, bei der ein Bruch aufgetreten ist, während $L_b(nf)$ die maximale Vorspannkraft einer vorherigen Verspannprüfung ist, bei der es zu keinem Versagen der Schrauben in der umlaufenden Kerbe kam. Da L_{HAC} nur eingegrenzt, jedoch nicht exakt bestimmt werden kann, wird eine Mindestanforderung definiert, die $L_b(f)$ erfüllen muss, um als L_{HAC} bezeichnet werden zu dürfen:

$$\Delta = L_b(f) - L_b(nf) \leq 0.05 \cdot L_b(f) \quad (2.6)$$

Bei der Angabe von L_{HAC} wird die Differenz Δ als negative Fehlergrenze angegeben, da der echte Wert für L_{HAC} zwischen $L_b(f)$ und Δ liegen muss:

$$L_{HAC} = L_b(f) - \Delta \quad (2.7)$$

Bei dem in *Abbildung 2.3* gezeigten Beispiel einer Verspannreihe wird die Mindestanforderung an L_{HAC} nach *Gl. (2.6)* mit der Differenz aus $L_b(f) = L_6$ und $L_b(nf) = L_5$ erfüllt. Mit den anschließenden Verspannprüfungen $b = 7$ und $b = 8$ wurde L_{HAC} weiter eingegrenzt. Die Verspannprüfung $b = 9$ wird als eine Wiederholmessung angesehen, sodass mit den Prüfungen bei L_6 , L_7 und L_9 eine mittlere Zeit zum Versagen t_F sowie die zugehörige Standardabweichung bestimmt werden können.

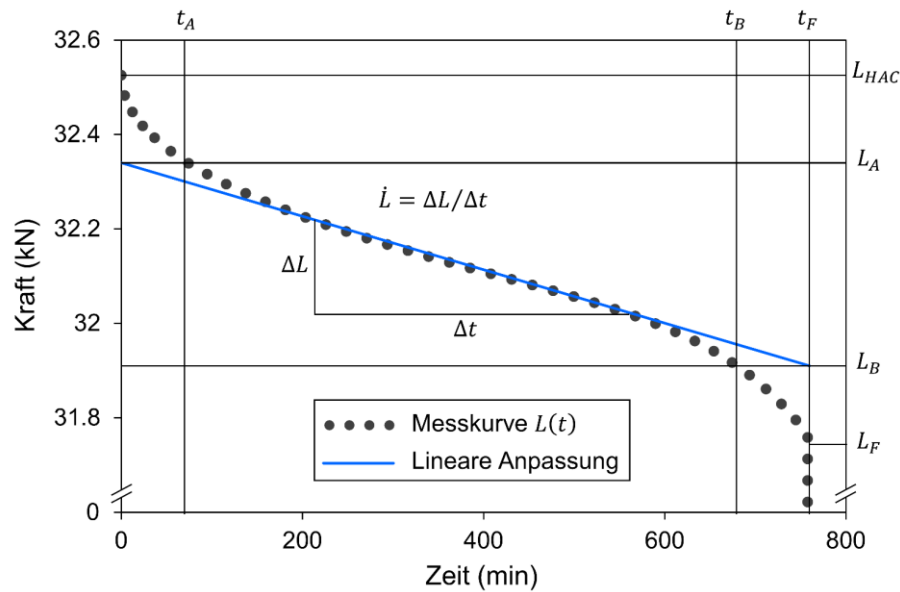


Abbildung 2.4: Kraft-Zeit-Verlauf $L(t)$ infolge einer Verspannung mit der Vorspannkraft L_{HAC} bei einer konstanten Auslenkung.

Zu jeder Verspannprüfung bei der minimalen Vorspannkraft zum Versagen L_{HAC} wird ein Kraft-Zeit-Verlauf $L(t)$ erhalten, wie er beispielhaft in **Abbildung 2.4** gezeigt ist. Infolge der Verspannung bei L_{HAC} und einer konstanten Auslenkung, nimmt die Kraft kontinuierlich mit einem zunächst stetig abnehmenden Kraftabfall pro Zeit \dot{L} in kN/s ab. Im Laufe der Verspannung stellt sich über einen verhältnismäßig längeren Zeitraum ein nahezu konstanter Gradient \dot{L} ein, der in **Abbildung 2.4** mit einer Regressionsgeraden angepasst wurde. Aus den Schnittpunkten der Regressionsgeraden mit der Ordinate bei $t = 0$ bzw. bei $t = t_F$ wurden die Kräfte L_A und L_B bestimmt. Die Vorspannkraft erreicht diese Kräfte bei den Zeiten t_A bzw. t_B . Die Interpretation sowie die Auswertung der Kraft-Zeit-Verläufe hinsichtlich der HAC – in den Intervallen 0 bis t_A , t_A bis t_B sowie t_B bis t_F – wird in **Kapitel 4** vorgestellt.

2.2.4 Rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenuntersuchungen

Zu jeder Verspannprüfung bei der minimalen Vorspannkraft zum Versagen L_{HAC} werden zwei Bruchflächen erhalten, die rasterelektronenmikroskopisch hinsichtlich der für die Wasserstoffversprödung charakteristischen Bruchmikrostrukturen ausgewertet werden. Dabei werden die Bruchmikrostrukturen entlang eines frei wählbaren radialen Pfades aufgezeigt, um die mikrofraktographische Entwicklung des Risswachstums, beginnend im Rissstartbereich nahe des Kerbgrunds und abschließend mit der im Zentrum gelegenen Gewaltbruchfläche, nachvollziehen zu können. **Abbildung 2.5** zeigt eine schematisch dargestellte Bruchfläche mit einem beispielhaft eingezeichneten radialen Risspfad, der an 5 Stellen mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) untersucht wird. Weiterhin zeigt **Abbildung 2.5** den Zusammenhang zwischen den Durchmessern W , w und

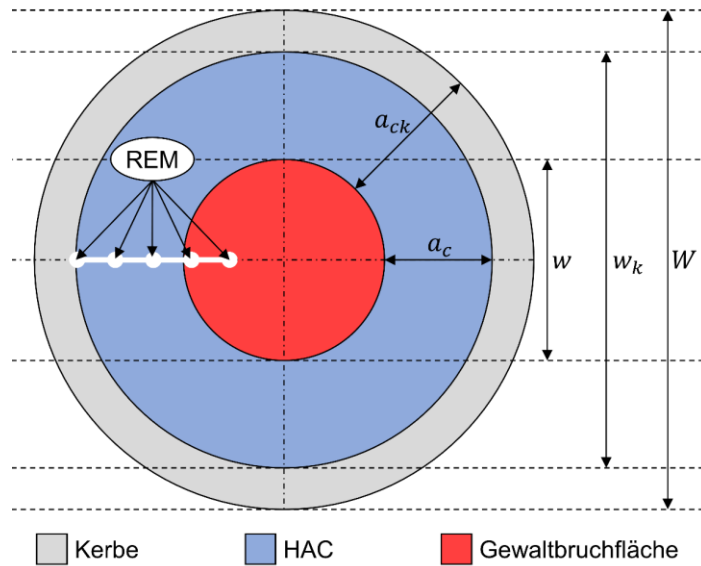


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung einer beim Vorspannkraft-Verlust-Test erhaltenen Bruchfläche. Die Fläche des durch Wasserstoffversprödung (HAC) generierten Risses ist konzentrisch mit der Bruchfläche. Die mikrofraktographischen Untersuchungen mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) erfolgten entlang eines frei gewählten radialen Risspfades, wie er hier beispielhaft markiert ist.

w_k sowie den kritischen Risslängen a_c und a_{ck} . Aufgrund der gezeigten Zusammenhänge wird die mediane kritische Risslänge a_c mithilfe der digital vermessenen Durchmesser w und w_k berechnet:

$$a_c = \frac{w_k - w}{2} \quad (2.8)$$

Entsprechend ergibt sich die um die Kerbtiefe erweiterte kritische Risslänge a_{ck} zu:

$$a_{ck} = \frac{W - w}{2} \quad (2.9)$$

Zu den gängigen Brucharten metallischer Werkstoffe zählen gemäß der VDI 3822 der duktile Gleitbruch, der transkristalline Bruch, der interkristalline Bruch und der Ermüdungsbruch.^{99,100} Bis auf den Ermüdungsbruch sind alle Brucharten bei der phänomenologischen Beschreibung der Wasserstoffversprödung relevant, wobei der kontemporär wirkende Bruchmechanismus von der Phase des unterkritischen Risswachstums, d.h. vom momentan wirkenden Spannungszustand, der momentan wirkenden Spannungsintensität sowie dem Werkstoff, seiner Mikrostruktur und der momentanen Wechselwirkung des Wasserstoffs mit dieser abhängt. In manchen Fällen, z.B. bei der Korrosionsermüdung unter Wasserstoffeinfluss (vgl. *Abbildung 1.1*) sowie bei den gängigen Prüfverfahren, bei denen die Initiierung eines Ermüdungsanrisses zur Bewertung der wasserstoffassistenten Versprödungsanfälligkeit erforderlich ist, ist auch der Ermüdungsbruch relevant. Da beim VVT keine mechanische Wechselbeanspruchung angewendet wird, wird der der Ermüdungsbruch in dieser Arbeit nicht weiterverfolgt. Die charakteristischen mikrofraktographischen Merkmale aller anderen Bruchmechanismen sind beispielhaft in *Abbildung 2.6* gezeigt.

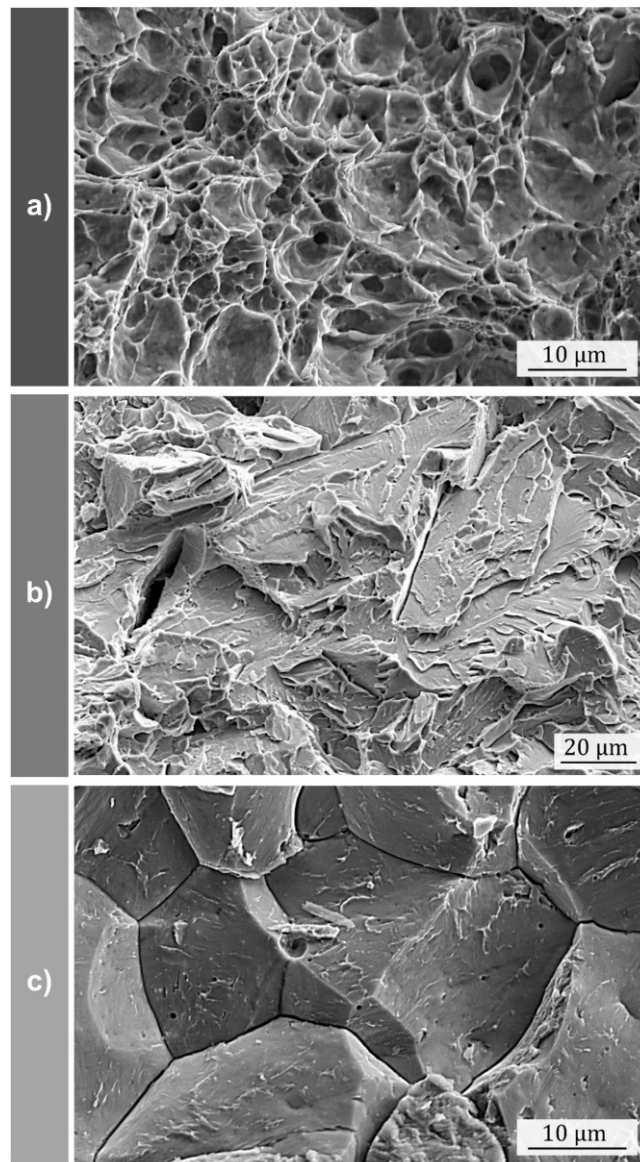


Abbildung 2.6: Mikrofraktographische Merkmale der gängigen Bruchmechanismen metallischer Werkstoffe gemäß der *VDI 3822*. **a)** Transkristalline Waben als charakteristisches Merkmal eines duktilen Gleitbruchs. **b)** Transkristalline Spaltflächen als charakteristisches Merkmal eines transkristallinen Sprödbruchs. **c)** Interkristalline Trennungen entlang der Grenzen ehemaliger Austenitkörner als charakteristisches Merkmal eines interkristallinen Sprödbruchs.

Der **duktiler Gleitbruch** tritt bei der Wasserstoffversprödung beim Eintreten des Gewaltbruchs, d.h. bei der Überschreitung einer hierfür erforderlichen kritischen Spannungsintensität, ein. Weiterhin liegen beim in der Literatur diskutierten wasserstoffassistierten Versprödungsmechanismus *HELP* duktile Verformungsanteile auf der Bruchfläche vor. Dabei läuft der duktile Gleitbruch in drei Stadien ab: Zunächst entsteht, z.B. durch Dekohäsion, eine freie Oberfläche an Einschlüssen oder Ausscheidungen. Anschließend verformt sich das den Einschluss oder die Ausscheidung umgebende Matrixmaterial, wodurch sich ein Hohlraum bildet, der die Ausscheidung/den Einschluss umgibt. Schließlich wachsen zahlreiche benachbarte Hohlräume miteinander zusammen und bilden die nach dem Bruchereignis auf den Bruchflächen sichtbaren charakteristischen Bruchmikrostrukturen. Auf den Bruchflächen zeichnen sich die einzelnen Hohlräume und das umliegende

verformte Material als Waben ab, wie sie beispielhaft in *Abbildung 2.6 a)* zu sehen sind. Im Grund mancher Hohlräume sind die Ausscheidungen/Einschlüsse sichtbar, um die sich die Hohlräume gebildet haben. Bei den zusammenwachsenden Hohlräumen kann es sich weiterhin auch um Poren und Mikrolunker handeln, wobei die Poren entweder bereits im Werkstoff vorliegen können, oder sich erst infolge der plastischen Verformung durch die Entstehung und den Zusammenschluss von Vakanzen im Kristallgitter bilden.¹

Beim **transkristallinen Spaltbruch** handelt es sich um ein rapides Risswachstum entlang niedrig-indizierter kristallographischer Ebenen. Eine beispielhafte mikrofraktographische Aufnahme transkristalliner Spaltflächen zeigt *Abbildung 2.6 b)*. Da für diese Art des Risswachstums Bindungen innerhalb des Kristallgitters gelöst werden müssen, verläuft der Riss bevorzugt entlang kristallographischer Ebenen mit der geringsten Anzahl zu lösender Bindungen; ergo entlang von Ebenen mit der geringsten Packungsdichte.¹ Weiterhin treten transkristalline Spaltbrüche bevorzugt auf, wenn die plastische Verformbarkeit des Werkstoffs eingeschränkt ist. So ist der transkristalline Spaltbruch für ein kubisch-flächenzentriertes Gitter (kfz) untypisch, da dieses zahlreiche Gleitsysteme und somit eine gute plastische Verformbarkeit aufweist. Im Vergleich dazu liegen bei kubisch-raumzentrierten (krz) sowie hexagonal-dichtest-gepackten (hdp) Metallen deutlich weniger Gleitsysteme vor, weshalb diese, in Abhängigkeit von der Aktivität der Gleitsysteme, anfällig für einen transkristallinen Spaltbruch sind. Beim transkristallinen Spaltbruch handelt es sich in der Regel um einen Spröbruch, jedoch können ihm auch plastische Verformungen vorausgehen.¹ Bei manchen Werkstoffen, wie z.B. Austeniten, Titan- und Magnesiumlegierungen, wird der transkristalline Spaltbruch als ein charakteristisches mikrofraktographisches Merkmal für eine Wasserstoffversprödung bzw. eine umweltbedingte Rissbildung beobachtet.¹⁰¹⁻¹⁰³ Das am häufigsten beobachtete mikrofraktographische Merkmal im Zusammenhang mit der Wasserstoffversprödung ist jedoch der **interkristalline Spaltbruch**, bei dem der Riss entlang von Korngrenzen verläuft.^{53,54,100,104} Bei Vergütungsstählen verlaufen die wasserstoffinduzierten Risse in der Regel entlang der Korngrenzen des ehemaligen Austenits. Eine beispielhafte Aufnahme von interkristallinen Trennungen entlang der Grenzen ehemaliger Austenitkörner zeigt *Abbildung 2.6 c)*.

3 Ergebnisse des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT)

Die Ergebnisse des VVT werden zunächst am Beispiel von Probe A-W1-14.9 gezeigt. Anschließend werden die Ergebnisse aller weiteren untersuchten Proben vergleichend dargestellt und diskutiert. Eine Übersicht aller im Rahmen des VVT durchgeführten Verspannprüfungen an Probe A-W1-14.9 zeigt **Abbildung 3.1 a)**. Jedes gezeigte Datenelement repräsentiert eine Verspannprüfung, die innerhalb des in **Abbildung 2.3** illustrierten iterativen Ansatzes zur Bestimmung der minimalen Vorspannkraft zum Versagen L_{HAC} durchgeführte wurde. Dabei können die Anfangsbedingungen der jeweiligen Verspannprüfung auf der Abszisse (Wasserstoffbeladungsdauer) bzw. der Ordinatenachse (anfängliche Vorspannkraft) abgelesen werden. Weiterhin zeigt die Auftragung das digitale Ergebnis („Bruch“ oder „kein Bruch“) der jeweiligen Verspannprüfung. Die minimale Vorspannkraft L_{HAC} entspricht in **Abbildung 3.1 a)** dem Intervall zwischen der geringsten applizierten Vorspannkraft mit dem Ergebnis „Bruch“ und der höchsten applizierten Vorspannkraft mit dem Ergebnis „kein Bruch“. Die für die jeweiligen Wasserstoffbeladungsdauern bestimmten minimalen Vorspannkraft zeigt **Abbildung 3.1 b)**. Mit steigender Wasserstoffbeladungsdauer nimmt die minimale Vorspannkraft zunächst ab, durchläuft scheinbar ein Minimum und steigt anschließend wieder leicht an. Weiterhin wurde für jede minimale Vorspannkraft L_{HAC} eine Zeit zum Versagen t_F bestimmt und in **Abbildung 3.1 c)**, ebenfalls in Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer, aufgetragen. Mit steigender Wasserstoffbeladungsdauer nimmt die Zeit zum Versagen ab und nähert sich asymptotisch dem Wert Null an, was einem unmittelbaren Bruch infolge der applizierten Vorspannkraft L_{HAC} entspricht.

Infolge jeder Verspannprüfung bei L_{HAC} wurden Bruchflächen erhalten, die rasterelektronenmikroskopisch hinsichtlich der Rissstartbereiche, des Risswachstums und den jeweils charakteristischen Bruchmikrostrukturen untersucht wurden. Eine solche Bruchflächenuntersuchung zeigt **Abbildung 3.2** am Beispiel der Probe A-W1-14.9, die zuvor für $t_H = 40 \text{ min} = 2400 \text{ sec}$ mit Wasserstoff beladen wurde. **Teilbild A1** zeigt die Bruchfläche mit einem umlaufenden Riss, der makroskopisch keine auffällige Exzentrizität aufweist. Anhand der mikroskopisch sichtbaren Bruchverlaufsbahnen wurden vier linsenförmige Rissstartbereiche identifiziert, die jeweils mit dem Kerbgrund verbunden sind. Jeder Rissstartbereich weist mikroskopisch interkristalline Trennungen auf (**Teilbild A2**), bei denen es sich um ein charakteristisches Merkmal eines wasserstoffinduzierten Sprödbruchs handelt. Von den Rissstartbereichen ausgehend deuten die Bruchverlaufsbahnen zunächst auf ein umlaufendes Risswachstum hin, welches in **Teilbild B1** durch entsprechende Pfeile gekennzeichnet ist. Auch auf den durch das umlaufende Risswachstum neu gebildeten Rissflächen liegen im Wesentlichen interkristalline Trennungen vor (**Teilbild B2**), bei denen es sich um eine charakteristisches Merkmal eines wasserstoffinduzierten Sprödbruchs handelt.

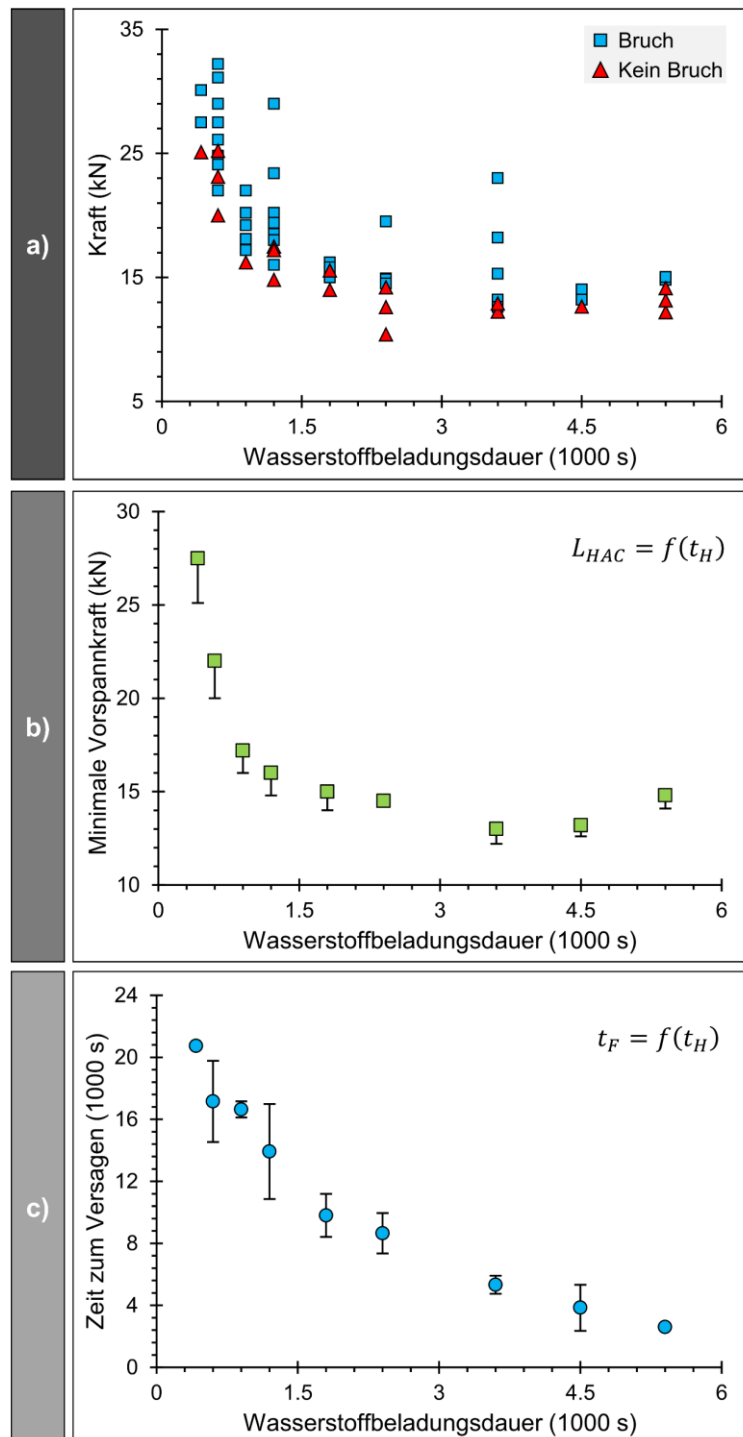


Abbildung 3.1: Dokumentation und Ergebnisse des durchgeführten VVT am Beispiel von Probe A-W1-14.9 für verschiedene Wasserstoffbeladungsdauern t_H . **a)** Jedes Datenelement repräsentiert eine Vorspannprüfung, deren Anfangsbedingungen von der Abszisse (Wasserstoffbeladungsdauer) bzw. der Ordinate (anfängliche Vorspannkraft) abgelesen werden können. Die Ergebnisse der Vorspannprüfung sind „Bruch“ oder „kein Bruch“. **b)** Aus a) bestimmte minimale Vorspannkraft zum Versagen L_{HAC} . **c)** Aus a) bestimmte Zeit zum Versagen t_F .

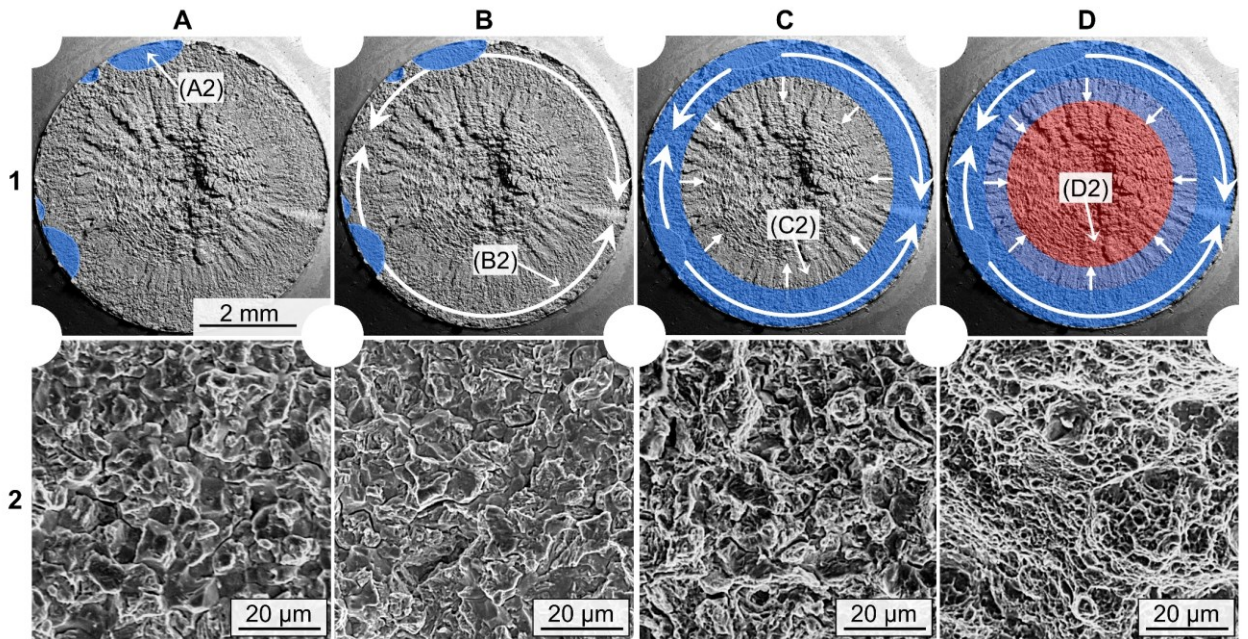


Abbildung 3.2: Interpretation des Bruchverlaufs am Beispiel der Probe A-W1-14.9. Die Probe wurde vor dem Bruch für 40 min mit Wasserstoff beladen. **A1)** Identifikation und Markierung der Rissstartbereiche im Kerbgrund. **A2)** Interkristalline Trennungen im Rissstartbereich. **B1)** Umlaufendes Wachstum der initiierten Risse. **B2)** Interkristalline Trennungen im gesamten Bereich des umlaufenden Risswachstums. **C1)** Wachstum des umlaufenden Risses in radiale Richtung. **C2)** Interkristalline Trennungen und duktile Waben im Bereich des radialen Risswachstums. **D1)** Eintreten des Restgewaltbruchs. **D2)** Waben im Restgewaltbruchbereich, die charakteristisch für einen duktilen Gleitbruch sind.

Durch das umlaufende Risswachstum entsteht eine gleichmäßig ausgebildete Kreisringfläche, die konzentrisch mit der Bruchfläche ist und im Wesentlichen interkristalline Trennungen aufweist. Ausgehend vom inneren Rand dieser Kreisringfläche sind die Bruchverlaufsbahnen radial ausgerichtet, wie den Kennzeichnungen in *Teilbild C1* entnommen werden kann. Dies deutet auf ein Wachstum der sich gebildeten Kreisringfläche in radiale Richtung hin. Während dieses radialen Risswachstums nimmt der Anteil an interkristallinen Trennungen kontinuierlich ab, während der Anteil an Waben, welche charakteristisch für einen duktilen Gleitbruch sind, im gleichen Maße zunimmt (vgl. mit *Teilbild C2*). Sobald der Riss eine kritische Länge a_c erreicht, tritt der Restgewaltbruch ein. Aufgrund des gleichmäßigen Risswachstums in radiale Richtung, ist auch die Restgewaltbruchfläche als gleichmäßige und im Zentrum gelegene Kreisfläche ausgebildet (vgl. mit *Teilbild D1*). Mikroskopisch ist die Restgewaltbruchfläche durch Waben gekennzeichnet, die charakteristisch für einen duktilen Gleitbruch sind (vgl. mit *Teilbild D2*).

Bezugnehmend auf die Ausführungen zu *Abbildung 3.2* lässt sich die ideale Bruchfläche infolge der Verspannung bei der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} von außen nach innen gehend in drei Flächen unterteilen:

1. Die Fläche der wasserstoffassistierten Rissinitiierung. Die Rissinitiierung ist gekennzeichnet durch interkristalline Trennungen und erstreckt sich in radiale Richtung bis auf eine

- Länge a_i . Die Fläche hat die Form eines Kreisrings, der konzentrisch mit der Bruchfläche ist.
2. Die Fläche des radialen Risswachstums. Die Fläche ist gekennzeichnet durch interkristalline Spaltflächen sowie Waben, die charakteristisch für einen Gleitbruch sind. In radiale Richtung weist die Fläche des Risswachstums die Länge a_G auf. Die Fläche hat die Form eines Kreisrings und wird von der Fläche der wasserstoffassistierten Rissinitiierung umschlossen. Der Kreisring ist konzentrisch mit der Bruchfläche.
 3. Die Fläche des Restgewaltbruchs. Der Restgewaltbruch tritt ein, wenn der umlaufende Riss in radiale Richtung bis auf eine kritische Länge $a_c = a_i + a_G$ wächst. Der Restgewaltbruch ist durch Verformungswaben gekennzeichnet. Seine Kreisfläche ist konzentrisch mit der Bruchfläche.

Auf der Grundlage weiterer Bruchflächenuntersuchungen wurde eine Abhängigkeit der Risslänge a_i von der Wasserstoffbeladungsdauer t_H beobachtet. Dieser Zusammenhang ist am Beispiel von Probe A-W1-14.9 in **Abbildung 3.3** gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Längenverhältnisse wurde in **Abbildung 3.3** jeweils die Hälfte der gezeigten Bruchflächen maskiert. Mit steigender Wasserstoffbeladungsdauer nimmt die Länge a_i des initiierten Risses kontinuierlich zu, während die Länge a_G abnimmt. Dabei ist die Abnahme von a_G nicht so regelmäßig und kontinuierlich, wie die Zunahme von a_i , da die kritische Risslänge a_c von der Bruchkraft L_F abhängt und sich deshalb ebenfalls auf a_G auswirkt. Die Abhängigkeit der gemessenen kritischen Risslänge a_c von der Bruchkraft L_F zeigt **Abbildung 3.4 a)**. Je größer L_F ausfällt, desto kleiner ist die Risslänge a_c , bei der die kritische Spannungsintensität überschritten wird (vgl. mit Gl. (1.32)). Die Höhe der Bruchkraft L_F hängt wiederum von der anfänglich applizierten Vorspannkraft, d.h. der minimalen Vorspannkraft zum Versagen L_{HAC} ab, die, wie in **Abbildung 3.1 b)** gezeigt, mit steigender Wasserstoffbeladungsdauer zunächst abnimmt, ein Minimum durchläuft und anschließend wieder leicht ansteigt. Aufgrund dieser Abhängigkeit der minimalen Vorspannkraft zum Versagen L_{HAC} von der Wasserstoffbeladungsdauer, variiert auch a_c mit der Wasserstoffbeladungsdauer und gibt die maximale Länge a_G des radialen Risswachstums vor. Um die Variation der kritischen Risslänge a_c in Abhängigkeit von der Bruchkraft L_F beim Aufzeigen des Zusammenhangs zwischen den Risslängen a_i , a_G und der Wasserstoffbeladungsdauer zu berücksichtigen, wurden in **Abbildung 3.4 b)** die gemessenen Rissverhältnisse a_i/a_c und a_G/a_c , jeweils als Funktion der Wasserstoffbeladungsdauer aufgetragen, wobei trivialerweise gilt: $1 = a_i/a_c + a_G/a_c$.

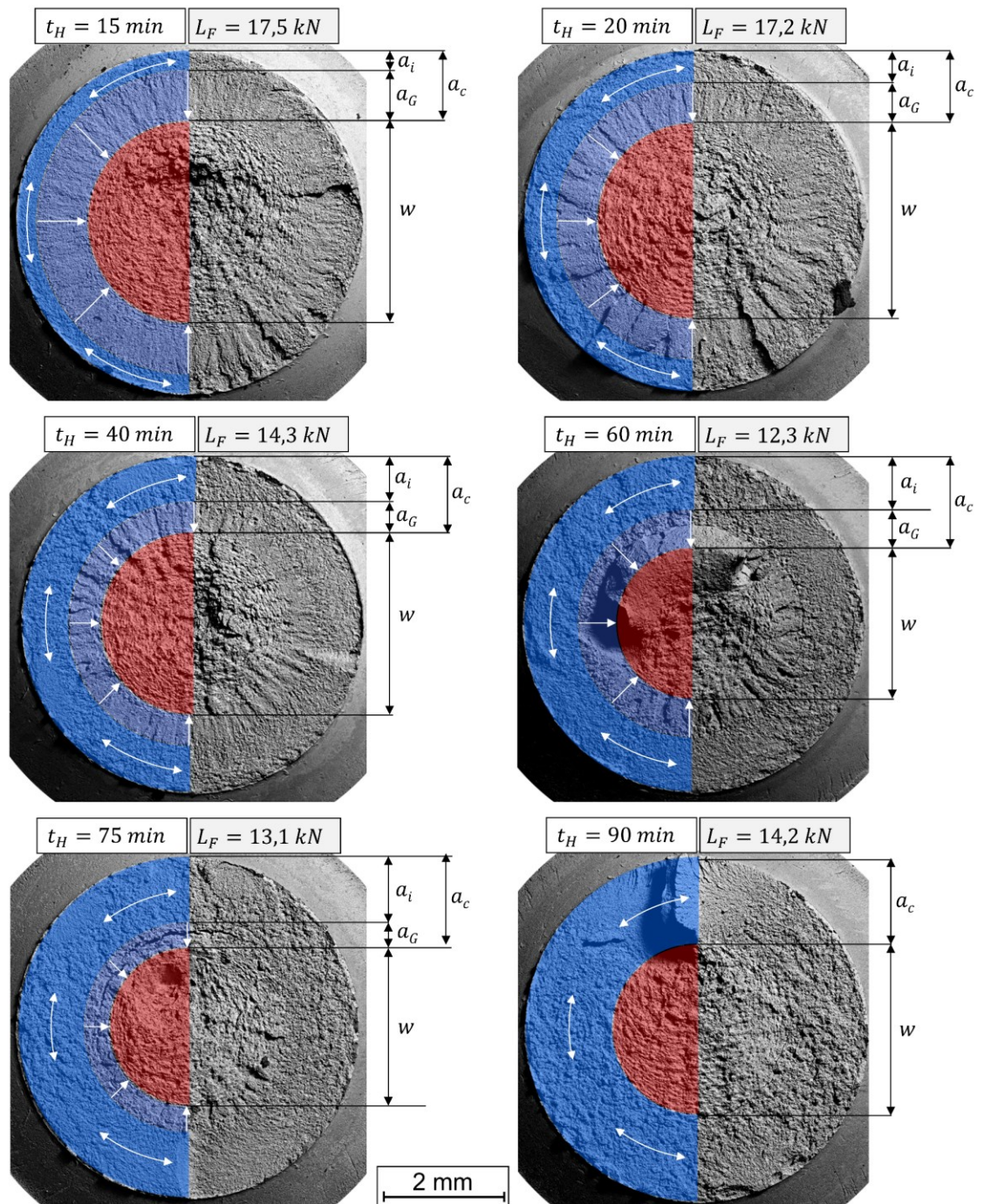


Abbildung 3.3: Bruchflächen der Probe A-W1-14.9 in Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer. Zur besseren Veranschaulichung der Längenverhältnisse wurde jeweils die Hälfte der Bruchflächen maskiert. Mit steigender Beladungsdauer nimmt die Länge a_i des initiierten umlaufenden Risses zu. Die Länge a_G nimmt hingegen im Verhältnis zu a_i ab. Die kritische Risslänge a_c ist umso länger, je kleiner die Bruchkraft L_F ausfällt.

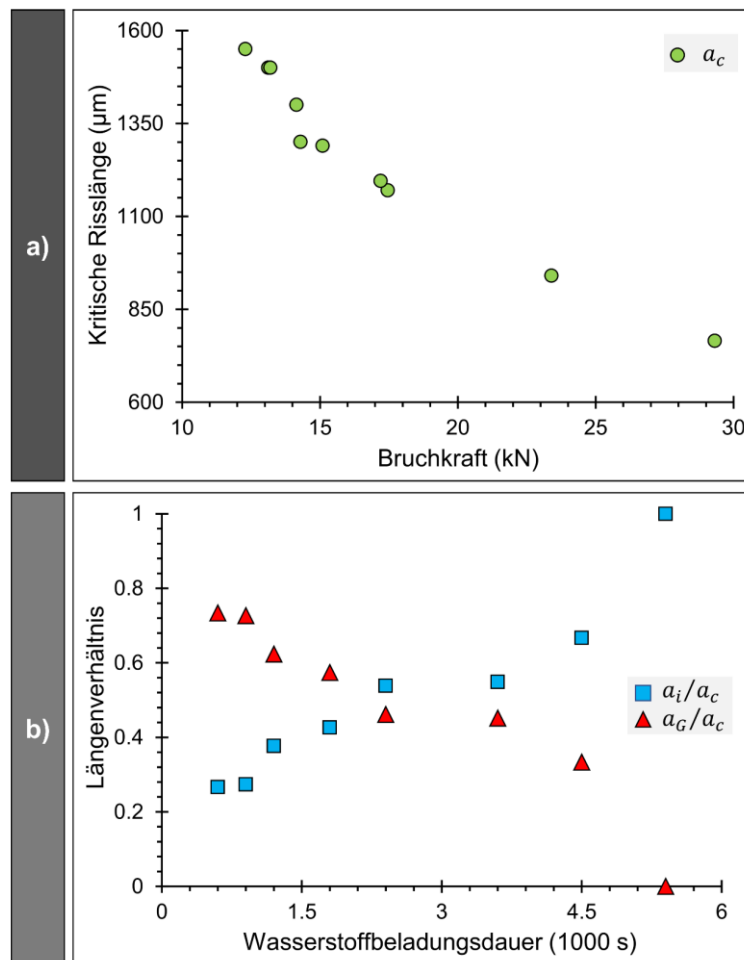


Abbildung 3.4: Ergebnisse der Risslängenvermessung auf Bruchflächen der Probe A-W1-14.9. **a)** Kritische Risslänge a_c in Abhängigkeit von der Bruchkraft L_F . **b)** Risslängenverhältnisse a_i/a_c und a_G/a_c in Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer t_H .

Die in *Abbildung 3.3* gezeigten Bruchflächen wurden für verhältnismäßig mittlere Wasserstoffbeladungsdauern erzielt. Für verhältnismäßig sehr kurze sowie verhältnismäßig sehr lange Wasserstoffbeladungsdauern kann sich das Erscheinungsbild der Bruchflächen ändern. Dies ist am Beispiel der Probe A-W1-14.9 in *Abbildung 3.5* gezeigt. Für eine Wasserstoffbeladungsdauer $t_H = 5 \text{ min}$ wurde eine minimale Vorspannkraft $L_{HAC} = 40,5 \text{ kN}$ bestimmt. Aufgrund der damit verbundenen hohen Bruchkraft von $L_F = 40 \text{ kN}$, wird die kritische Spannungsintensität bereits bei verhältnismäßig kurzen Rissen überschritten. Im vorliegenden Fall wurde die kritische Risslänge bereits kurz nach der Rissinitiierung erreicht, weshalb ein rapides Risswachstum in radiale Richtung einsetzte und den Gewaltbruch auslöste, bevor sich ein umlaufender, kreisringförmiger, wasserstoffinduzierter Riss ausbilden konnte. Auf der Bruchfläche in *Abbildung 3.5* wurde der sichelförmige Bereich markiert, der interkristalline Trennungen aufweist. Die restliche Bruchfläche weist duktile Verformungswaben auf.

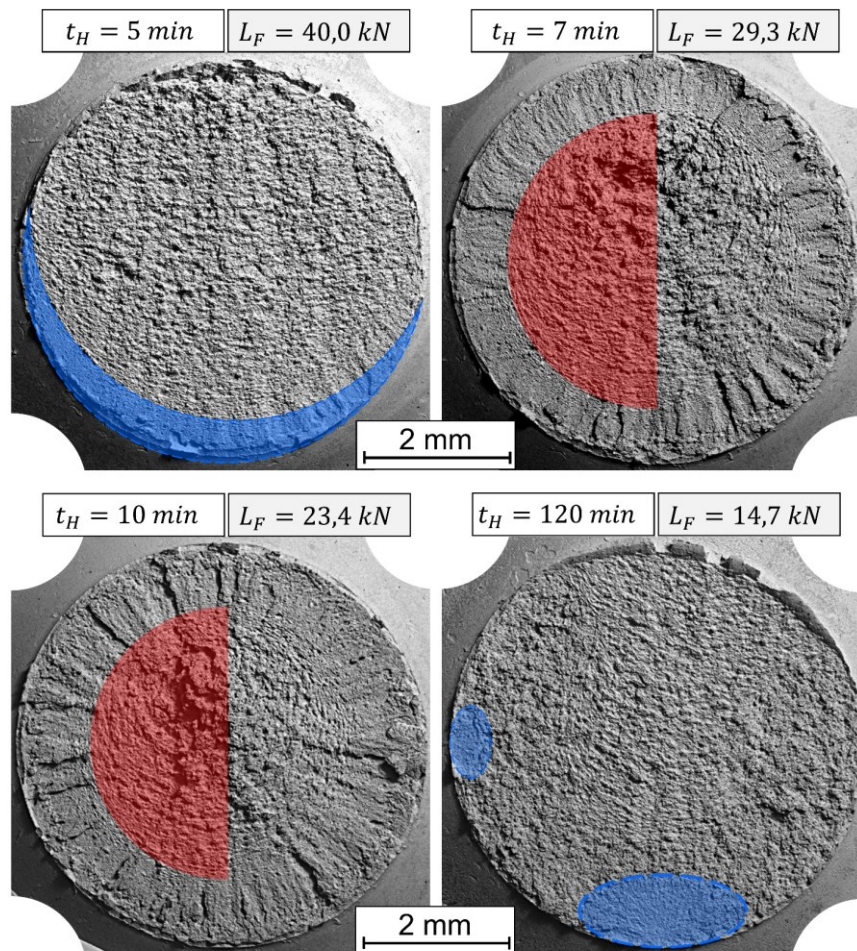


Abbildung 3.5: Bruchflächen der Probe A-W1-14.9 nach verhältnismäßig sehr kurzen und verhältnismäßig sehr langen Wasserstoffbeladungsdauern t_H . Bei den Bruchflächen zu den Wasserstoffbeladungsdauern von 5 min und 120 min wurden diejenigen Bereiche blau markiert, die interkristalline Trennungen aufweisen, welche charakteristisch für einen wasserstoffinduzierten Spröbruch sind. Die jeweils restliche Bruchfläche weist duktile Bruchmikrostrukturen auf. Für die Wasserstoffbeladungsdauern 7 min und 10 min liegen umlaufende wasserstoffinduzierte Risse vor. In diesen Fällen wurde jeweils nur die Hälfte der Gewaltbruchfläche rot maskiert.

Einen vergleichbaren Fall zeigt die Bruchfläche nach einer Wasserstoffbeladungsdauer von $t_H = 120 \text{ min}$. Auch hier ist unmittelbar nach der Rissinitiierung ein rapides Risswachstum in radiale Richtung eingetreten, sodass nur zwei linsenförmige Rissstartbereiche interkristalline Trennungen aufweisen, während die restliche Bruchfläche in *Abbildung 3.5* duktile Verformungswaben aufweist. Im Vergleich zur vorher diskutierten Bruchfläche bei $t_H = 5 \text{ min}$ und einer Bruchkraft von $L_F = 40,0 \text{ kN}$ liegt bei $t_H = 120 \text{ min}$ mit $L_F = 14,7 \text{ kN}$ eine deutlich geringere Bruchkraft vor. Daher muss das rapide Risswachstum in radiale Richtung bei $t_H = 120 \text{ min}$ einen anderen Auslöser haben als die verhältnismäßig hohe Bruchkraft, die bei $t_H = 5 \text{ min}$ als Auslöser diskutiert wurde. Eine naheliegende Begründung ist die höhere Wasserstoff Eindringtiefe, infolge der deutlich längeren Wasserstoffbeladungsdauer.

Die in *Abbildung 3.5* gezeigten Bruchflächen infolge einer Wasserstoffbeladungsdauer von $t_H = 7 \text{ min}$ und $t_H = 10 \text{ min}$ zeigen beide den für den VVT charakteristischen umlaufenden Riss, der

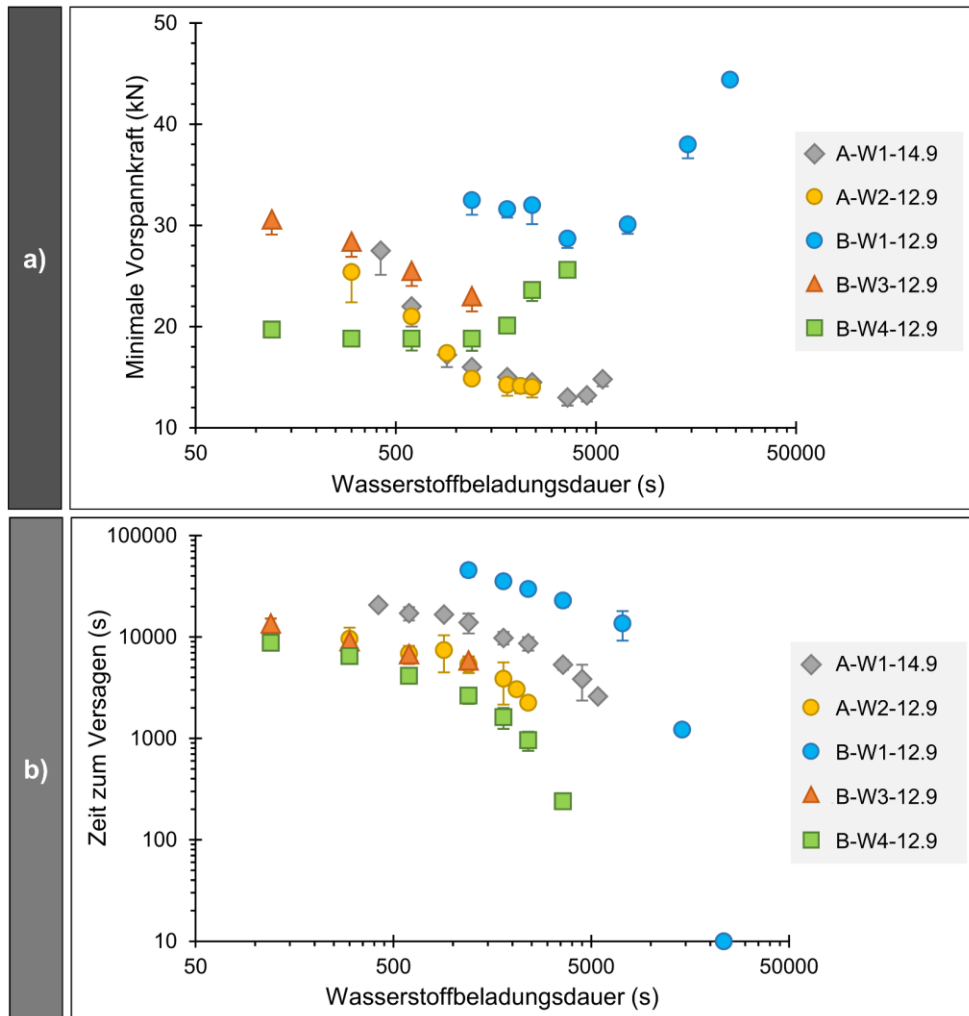


Abbildung 3.6: Gegenüberstellung der Ergebnisse des VVT für alle untersuchten Probentypen. **a)** Minimale Vorspannkraft in Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer **b)** Zeit zum Versagen in Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer.

eine Vermessung der kritischen Risslänge a_c erlaubt. Im Gegensatz zu den in *Abbildung 3.3* gezeigten Bruchflächen erlauben die beiden Bruchflächen nach $t_H = 7 \text{ min}$ und $t_H = 10 \text{ min}$ keine zuverlässige Vermessung der Teilrisslängen a_i und a_G . Der Grund hierfür ist der in *Abbildung 3.4 b)* gezeigte Zusammenhang zwischen a_i und der Wasserstoffbeladungsdauer. Bei sehr kurzen Wasserstoffbeladungsdauern wird ein geringes a_i erwartet, welches sich mikroskopisch nicht so deutlich vom radialen Risswachstum a_G abgrenzt, wie bei den in *Abbildung 3.3* gezeigten Bruchflächen. Zusammenfassend verdeutlichen die durchgeführten Bruchflächenuntersuchungen, dass der für den VVT typische umlaufende Riss nur für ein gewisses Intervall der Wasserstoffbeladungsdauer t_H generiert werden kann. Sowohl bei zu geringen als auch bei zu hohen Wasserstoffbeladungsdauern dominiert das radiale Risswachstum gegenüber dem umlaufenden Risswachstum, wodurch einseitige Risse entstehen, die kurz nach der Rissinitiierung bereits den Gewaltbruch auslösen. Die Intervallgrenzen der Wasserstoffbeladungsdauer, innerhalb derer umlaufende Risse generiert werden können, hängen vom Werkstoff sowie vom Werkstoffzustand ab und müssen daher für jeden

Probentypen einzeln bestimmt werden. **Abbildung 3.6 a)** zeigt für alle in dieser Arbeit untersuchten Probentypen die jeweils bestimmte minimale Vorspannkraft L_{HAC} in Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer. Für alle untersuchten Probentypen zeigen die aufgetragenen Datenelemente den mit steigender Wasserstoffbeladungsdauer zunächst abfallenden Charakter, der bereits bei der Betrachtung von **Abbildung 3.1 b)** für Probe A-W1-14.9 diskutiert wurde. Das anschließende Durchlaufen eines Minimums und der darauffolgende Wiederanstieg der minimalen Vorspannkraft kann in **Abbildung 3.6 a)** hingegen nur für die Proben A-W1-14.9, B-W1-12.9 und B-W4-12.9 beobachtet werden. Die zu den gezeigten minimalen Vorspannkraften L_{HAC} gehörenden jeweiligen Zeiten zum Versagen t_F zeigt **Abbildung 3.6 b)**, ebenfalls in Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer. Mit steigender Wasserstoffbeladungsdauer nimmt die Zeit zum Versagen ab. Dabei bilden die gedachten Kurven, auf denen die aufgetragenen Datenelemente der jeweiligen Probenzustände liegen, eine Funktionenschar.

4 Theorie der HAC in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe

Zur Auswertung der beim VVT erzielten Ergebnisse hinsichtlich der Anfälligkeit gegenüber einer Wasserstoffversprödung, wird in diesem Kapitel eine Theorie der HAC als Funktion der Wasserstoffeindringtiefe entwickelt. Die im Rahmen dieser Theorie diskutierten Zusammenhänge sind schematisch in **Abbildung 4.1** dargestellt. Die Theorie wird für einen umlaufend gekerbten Rundstab entwickelt, wobei der Kerbradius mit ρ_k bezeichnet wird. Vom Kerbgrund ausgehend wird die HAC in die Stadien der wasserstoffassistierten Rissinitiierung, des wasserstoffassistierten unterkritischen Risswachstums und des Restgewaltbruchs unterteilt. Die Theorie berücksichtigt das Wasserstoffkonzentrationsprofil $c(x)$, das sich infolge der Wasserstoffbeladung für eine Dauer t_H im Kerbgrund einstellt, den Kraft-Zeit-Verlauf $L(t)$, der sich infolge der Verspannung des mit Wasserstoff beladenen Rundstabs bei der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} ergibt, den Spannungsintensitätsfaktor als Funktion der Risslänge $K_I(a)$, die kerbbedingten Spannungsüberhöhungen σ_{yy} in axialer Richtung und die Bruchflächenmorphologie unter Berücksichtigung der Rissgeometrie und der Bruchmikrostrukturen. Basierend auf den in **Abbildung 4.1** gezeigten Zusammenhängen wird im Folgenden zunächst die kritische Risslänge a_c als Funktion der Wasserstoffeindringtiefe definiert, bevor im Anschluss mithilfe der definierten Risslänge die Bruchmechanik der wasserstoffassistierten Rissbildung entwickelt und anhand von experimentell erzielten Beispielen validiert wird.

4.1 Schema zum Schädigungsvorgang der wasserstoffassistierten Rissbildung

Betrachtet wird ein umlaufend gekerbter Rundstab mit dem Durchmesser W . Der Durchmesser in der Kerbe wird mit w_k bezeichnet, wodurch sich unter Berücksichtigung der Kerbtiefe r_k folgender Zusammenhang für W ergibt:

$$W = w_k + 2r_k \quad (4.1)$$

Weiterhin wird der Durchmesser der Gewaltbruchfläche mit w bezeichnet, wodurch w_k auch als Funktion der kritischen Risslänge a_c dargestellt werden kann:

$$w_k = w + 2a_c \quad (4.2)$$

Dieser Zusammenhang wird in **Abbildung 4.1 e)** am Beispiel einer Bruchfläche verdeutlicht. Der wasserstoffinduzierte Riss ist kreisringförmig ausgebildet und umschließt die im Zentrum der Bruchfläche liegende Fläche des Restgewaltbruchs. Sowohl die Fläche des umlaufenden Risses als auch die Gewaltbruchfläche sind konzentrisch mit der Bruchfläche.

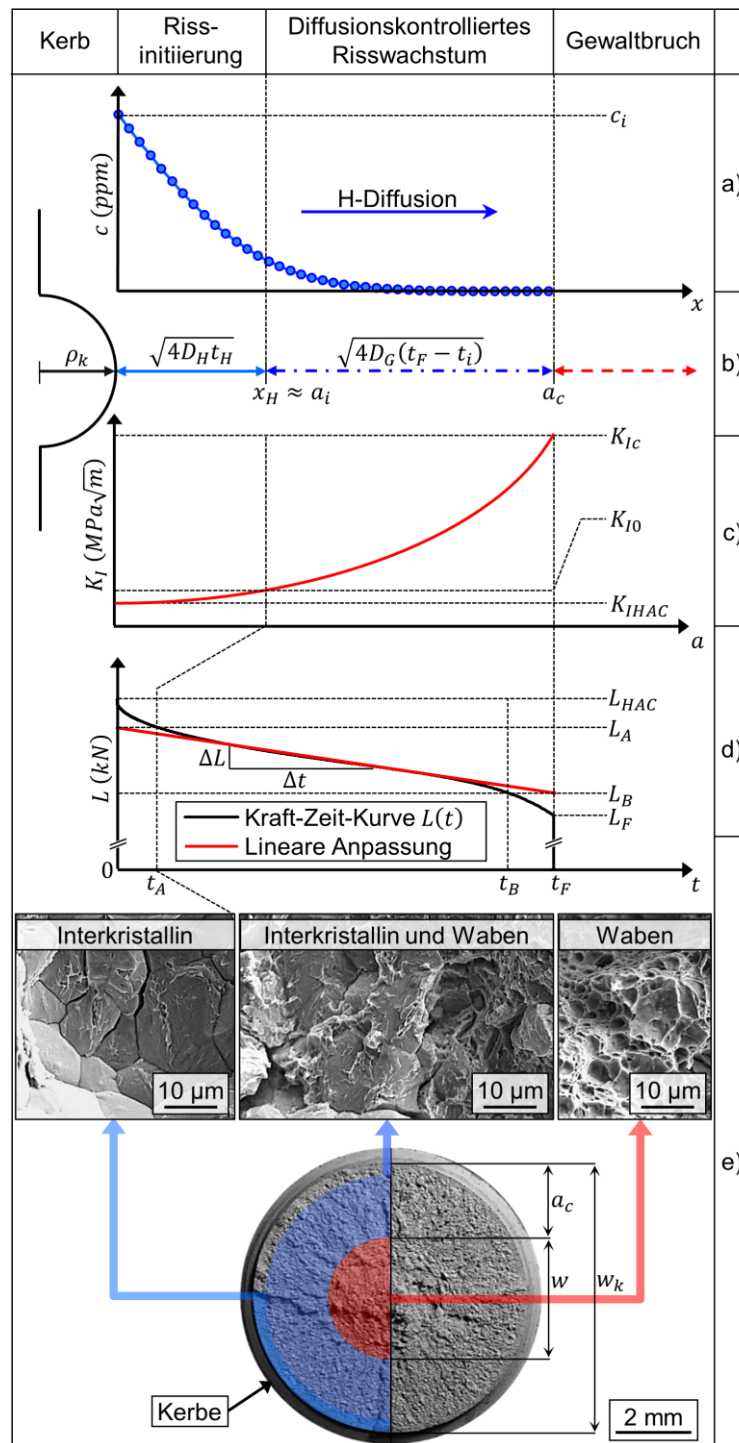


Abbildung 4.1: Schema zur Theorie der wasserstoffassistierten Rissbildung in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe x_H . **a)** Wasserstoffverteilung im Kerbgrund mit dem Konzentrationsprofil $c(x)$ des diffusionsfähigen Wasserstoffs. **b)** Unterteilung des vom Kerbgrund ausgehenden Risspfades in die Phasen der Initiierung eines Risses mit der Länge x_H , des anschließenden diffusionskontrollierten unterkritischen Risswachstums bis auf eine kritische Risslänge a_c und des Restgewaltbruchs. Zur Berechnung des Risspfades werden folgende Parameter verwendet: ρ_k : Kerbtiefe, D_H : Wasserstoffdiffusionskoeffizient, t_H : Wasserstoffbeladungsdauer, D_G : Risswachstumskoeffizient, t_F : Verspanndauer bis zum Bruch, t_i : Rissinitiationdauer. **c)** Spannungsintensität K_I als Funktion der Risslänge a , mit K_{IHAC} : Schwellenwert zur Rissinitiation, K_{I0} : anfängliche Spannungsintensität, K_{Ic} : Bruchzähigkeit. **d)** Gemessener Kraft-Zeitverlauf nach einer Verspannung bei der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} . **e)** Bruchfläche mit einem umlaufenden Riss. Zuordnung der jeweiligen Bruchmikrostrukturen entlang des Risspfades.

Die Gesamtrissfläche kann anhand der vorliegenden Bruchmikrostrukturen von außen nach innen gehend in zwei Kreisringe unterteilt werden. Der äußere Kreisring wird der Rissinitiierung zugeordnet, da er hauptsächlich interkristalline Spaltflächen als charakteristisches mikrofraktographisches Merkmal eines wasserstoffinduzierten Sprödbuchs aufweist. Infolge der Rissinitiierung bei der hierfür erforderlichen minimalen Vorspannkraft L_{HAC} kommt es aufgrund der konstanten Auslenkung zu einem Kraftabfall. Daher kann der Riss im Falle einer unterkritischen Spannungsintensität nur wachsen, wenn Wasserstoffatome vom vorab mit Wasserstoff beladenen Randbereich an die Spitze des initiierten Risses diffundieren und dort das Risswachstum begünstigen. Daher wird der innere Kreisring der Rissfläche dem diffusionskontrollierten unterkritischen Risswachstum zugeordnet. Mit steigender Risslänge nimmt die Spannungsintensität an der Risspitze zu, weshalb davon ausgegangen werden kann, dass immer weniger interkristalline Spaltflächen für das Risswachstum erforderlich sind. Vergleichbar zur Entstehung von Waben bei einem Gleitbruch kann das die Spaltfläche umgebende Material aufgrund der hohen wirkenden Spannungsintensität plastisch verformen. Dadurch entsteht im Bereich der interkristallinen Trennung ein Hohlraum. Durch das anschließende Zusammenwachsen mehrerer Hohlräume entsteht eine Bruchmikrostruktur, bei der einzelne interkristalline Trennungen von Verformungswaben umgeben sind. Daher nimmt der Anteil an interkristallinen Trennungen mit zunehmender Risslänge kontinuierlich ab, während der Gleitbruchanteil im gleichen Maße kontinuierlich zunimmt. Sobald der Riss die kritische Länge a_c erreicht, wird die Bruchzähigkeit K_{Ic} des Werkstoffs überschritten, wodurch instabiles Risswachstum einsetzt. Aufgrund des rapiden Anstiegs der Risswachstumsgeschwindigkeit beim Übergang vom unterkritischen Risswachstum zum instabilen Risswachstum, zeichnet sich auf der Bruchfläche eine makroskopisch sichtbare Grenze zwischen dem wasserstoffinduzierten Riss und dem plötzlich eintretenden Restgewaltbruch ab. Der kürzeste Abstand zwischen dieser Grenze und dem Kerbgrund wird als kritische Risslänge a_c definiert.

Aufgrund der Verspannung bei der minimalen Vorspannkraft zur Rissinitiierung L_{HAC} wird angenommen, dass keine überschüssige mechanische Energie dem System zugeführt wird, sodass eine Rissinitiierung nur in dem zuvor mit Wasserstoff beladenen Randbereich stattfinden kann, d.h. die Spitze des initiierten Risses nicht über diesen Bereich hinauswächst. In erster Näherung kann angenommen werden, dass die Länge a_i des initiierten Risses der Wasserstoffeindringtiefe x_H entspricht:

$$a_i \approx x_H = \sqrt{4D_H t_H} \quad (4.3)$$

Ein kernnahes Wasserstoffkonzentrationsprofil $c(x)$ für kurze Dauern t_H ist beispielhaft in **Abbildung 4.1 (a)** gezeigt. Die maximale Wasserstoffkonzentration nahe des Kerbgrundes ist mit c_i bezeichnet. Das diffusionskontrollierte unterkritische Risswachstum kann nur erfolgen, wenn Atome des diffusionsfähigen Wasserstoffanteils an die Spitze des initiierten Risses diffundieren

und dort das Risswachstum bei einer unterkritischen anfänglichen Spannungsintensität K_{I0} begünstigen. Einen schematischen Verlauf der Spannungsintensität K_I mit steigender Risslänge zeigt **Abbildung 4.1 (c)**. Hierbei wird der Riss bei einem Schwellenwert der Spannungsintensität K_{IHAC} initiiert. An der Spitze des initiierten Risses liegt die anfängliche Spannungsintensität K_{I0} vor. Da K_{I0} kleiner ist als die Bruchzähigkeit K_{Ic} des Werkstoffs, besteht stabiles Risswachstum. Dadurch kann sich der Riss im mit Wasserstoff beladenen Randbereich umlaufend ausbilden, obwohl mehrere diskrete Rissstartbereiche entlang des Kerbumfangs vorliegen. Dabei wachsen die aus mehreren Rissstartbereichen entstammenden Anrisse während der Rissinitiiierungsdauer t_i zu einem einzigen umlaufenden Riss zusammen. Je geringer K_{I0} im Verhältnis zu K_{Ic} ist, desto wahrscheinlicher ist es, dass die Zeit zur Ausbildung des umlaufenden Risses ausreicht. Wenn jedoch Wasserstoffbeladungsdauern gewählt werden, bei denen die anfängliche Spannungsintensität K_{I0} an der Spitze des initiierten Risses in etwa der Bruchzähigkeit K_{Ic} entspricht oder diese übersteigt, dann kann ein umlaufender Riss nicht entstehen, da der erste Rissstartbereich rapide in radialer Richtung auf die kritische Risslänge anwachsen und direkt in das instabile Risswachstum übergehen würde. Wenn K_{I0} hingegen deutlich kleiner ist als K_{Ic} , dann entsteht ein umlaufender Riss, der als solcher durch die Wasserstoffdiffusion an die Rissspitze unterkritisch in radiale Richtung wächst. Mit steigender Risslänge nimmt die Spannungsintensität an der Rissspitze kontinuierlich zu, bis beim Erreichen von K_{Ic} instabiles Risswachstum eintritt.

Der Kraft-Zeit-Verlauf $L(t)$ ist beispielhaft in **Abbildung 4.1 (d)** dargestellt. Infolge der Verspannung bei L_{HAC} und einer konstanten Auslenkung, nimmt die Kraft zunächst rapide ab, bevor sich über einen längeren Zeitraum ein nahezu konstanter Kraftabfall pro Zeit einstellt. Dieser wurde in **Abbildung 4.1 (d)** mit einer Regressionsgeraden der Steigung \dot{L} angepasst. Aus den Schnittpunkten der Regressionsgeraden mit der Ordinate bei $t = 0$ bzw. $t = t_F$ wurden die Kräfte L_A und L_B bestimmt. Die Verspannkraft erreicht diese Kräfte bei den Zeiten t_A bzw. t_B . Es wird angenommen, dass die Initiierung des umlaufenden Risses innerhalb von t_A abgeschlossen ist, d.h. $t_i < t_A$. Der anschließende nahezu konstante Kraftabfall im Bereich zwischen t_A und t_B wird dem diffusionskontrollierten Risswachstum zugeordnet. Im Bereich zwischen t_B und t_F fällt die Kraft mit stetig steigender Geschwindigkeit ab, bis sie beim Eintreten des Gewaltbruchs abrupt den Wert Null erreicht.

Aufgrund der Abhängigkeit der Rissinitiiierung sowie des unterkritischen Risswachstums von der Wasserstoffdiffusion, kann der vom Kerbgrund ausgehende Risspfad, wie in **Abbildung 4.1 (b)** gezeigt, in die Bereiche der Rissinitiiierung und des diffusionskontrollierten Risswachstums unterteilt werden, wodurch die kritische Risslänge a_c als Funktion der Wasserstoffdiffusion formuliert werden kann.

4.2 Kritische Risslänge

Mit Gl. (4.3) kann die Länge des initiierten Risses a_i als Funktion des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H und der Wasserstoffbeladungsdauer t_H abgeschätzt werden. Da das unterkritische Risswachstum diffusionskontrolliert ist, wird angenommen, dass auch diese Teillänge wie eine Diffusionslänge behandelt werden kann. Hierfür wird ein Risswachstumskoeffizient D_G definiert, der in Anlehnung an den Diffusionskoeffizienten die Einheit m^2/s hat. Die kritische Risslänge a_c kann dadurch als Summe zweier Diffusionslängen dargestellt werden, wobei die Diffusionsdauer sich aus der Differenz zwischen t_F und t_i ergibt:

$$a_c = x_H + a_G = \sqrt{4D_H t_H} + \sqrt{4D_G (t_F - t_i)} \quad (4.4)$$

Umstellen nach t_F ergibt:

$$\sqrt{t_F - t_i} = \frac{a_c}{\sqrt{4D_G}} - \sqrt{\frac{D_H}{D_G} \cdot t_H} \quad (4.5)$$

Da die Rissinitiierungsdauer t_i nicht exakt bestimmt werden kann und insbesondere bei kurzen Wasserstoffbeladungsdauern in Relation zu t_F gering ausfällt, wird t_i bei der folgenden Auswertung der Ergebnisse vernachlässigt. Dadurch ergibt sich folgender Zusammenhang zwischen t_H und t_F :

$$\sqrt{t_F} \approx \frac{a_c}{\sqrt{4D_G}} - \sqrt{\frac{D_H}{D_G} \cdot t_H} \quad (4.6)$$

Dieser lineare Zusammenhang kann überprüft werden, indem $\sqrt{t_F}$ als Funktion von $\sqrt{t_H}$ aufgetragen und mithilfe einer linearen Regression angepasst wird. Über den Achsenabschnitt kann anschließend der Risswachstumskoeffizient D_G bestimmt werden, wobei die Risslänge a_c auf der Bruchfläche vermessen wird. Mithilfe von D_G kann der Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H aus der Geradensteigung berechnet werden. Die Auftragung $\sqrt{t_F}$ als Funktion von $\sqrt{t_H}$ für die in dieser Arbeit untersuchten Proben zeigt **Abbildung 4.2**. Die Geraden der linearen Regression bilden eine Geradenschar. Die Auswertung der Geradengleichungen hinsichtlich der Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H und des Risswachstumskoeffizienten D_G enthält **Tabelle 4.1**. Für jeden Probentypen sind in die Auswertung nur Bruchflächen und Daten eingeflossen, bei denen die umlaufenden Risse eine ähnliche kritische Risslänge a_c aufweisen. Bei den gezeigten kritischen Risslängen handelt es sich um die Mittelwerte und Standardabweichungen aus mindestens vier vermessenen Bruchflächen. Die Standardabweichungen wurden für die Fehlerbetrachtung der berechneten Parameter D_G und D_H verwendet.

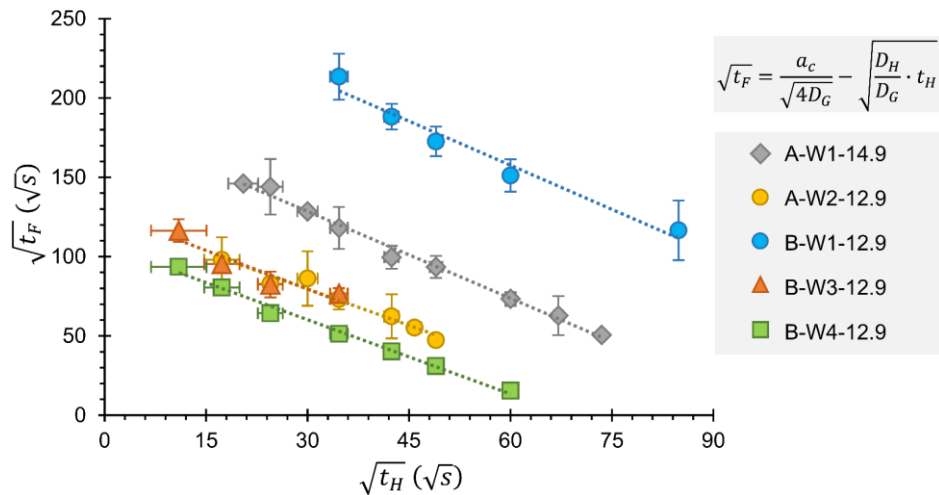


Abbildung 4.2: Quadratwurzel der Verspanndauer bis zum Bruch t_F als Funktion der Quadratwurzel der Wasserstoffbeladungsdauer t_H für alle untersuchten Probenzustände. Aufgetragen sind nur Datenelemente, die zu einem umlaufenden Riss gehören. Die Fehlerbalken wurden aus den Standardabweichungen für t_F , bzw. dem experimentellen Fehler von ± 90 s für t_H berechnet. Für alle untersuchten Proben liegen lineare Zusammenhänge vor, die jeweils mit einer Regressionsgeraden angepasst wurden. Durch die Auswertung der Regressionsgeraden nach Gl. (4.6) können der Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H sowie der Risswachstumskoeffizient D_G berechnet werden. Die Berechnungen für die hier gezeigten Regressionsgeraden sind in Tabelle 4.1 gezeigt.

Die in *Abbildung 4.2* gezeigten linearen Zusammenhänge zwischen $\sqrt{t_F}$ und $\sqrt{t_H}$ verdeutlichen die Plausibilität der in Gl. (4.4) getroffenen Annahme für die Berechnung der kritischen Risslänge a_c . Die auf Grundlage dieser Annahme bestimmten Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H liegen in einer für ferritische Vergütungsstähle typischen Größenordnung von 10^{-12} bis 10^{-10} m^2/s .⁶⁸ Der Risswachstumskoeffizient D_G , welcher das diffusionskontrollierte Risswachstum beschreibt, ist stets kleiner als der bestimmte Wasserstoffdiffusionskoeffizient. Bei der Interpretation der physikalischen Bedeutung von D_G spielen zwei Einflussfaktoren eine gewichtige Rolle. Zum einen sollte

Tabelle 4.1: Auswertung der Regressionsgeraden aus *Abbildung 4.2* nach Gl. (4.6).

Methode		REM	Auswertung der Regressionsgeraden in <i>Abbildung 4.2</i>			
			a_c (μm)	$\frac{a_c}{\sqrt{4D_G}}$ (\sqrt{s})	$\sqrt{\frac{D_H}{D_G}}$	D_G (m^2/s) $\cdot 10^{11}$
Probe						
I	A-W1-14.9	1344 ± 146	183 ± 20	$1,83 \pm 0,20$	$1,4 \pm 0,4$	$4,5 \pm 1,7$
II	A-W2-12.9	1333 ± 232	125 ± 18	$1,52 \pm 0,21$	$2,8 \pm 1,3$	$6,6 \pm 3,5$
III	B-W1-12.9	1564 ± 58	269 ± 19	$1,91 \pm 0,27$	$0,9 \pm 0,1$	$3,1 \pm 0,7$
IV	B-W3-12.9	1760 ± 70	128 ± 8	$1,62 \pm 0,10$	$4,7 \pm 0,7$	$12,4 \pm 2,5$
V	B-W4-12.9	2200 ± 60	107 ± 16	$1,56 \pm 0,23$	$10,6 \pm 3,2$	$25,7 \pm 10,9$

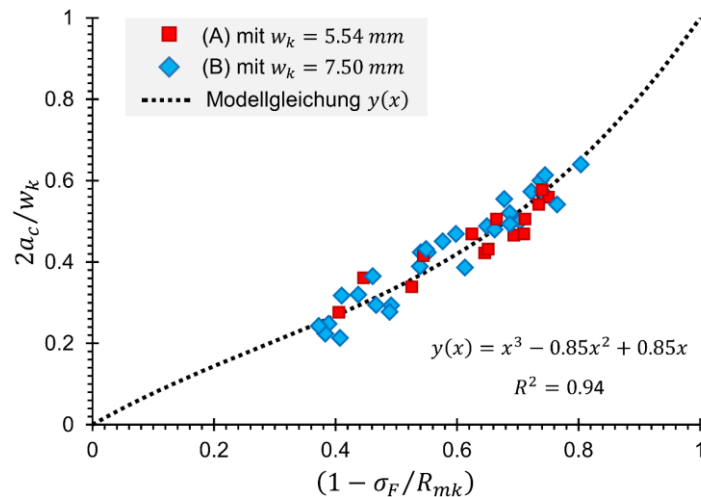


Abbildung 4.3: Abhängigkeit der kritischen Risslänge a_c in Relation zum Kerbdurchmesser w_k von der Bruchspannung σ_F in Relation zur Kerbzugfestigkeit R_{mk} . Für die Auftragung wurden die kritischen Risslängen von insgesamt 48 Bruchflächen der Probentypen (A) und (B) mittels Rasterelektronenmikroskopie vermessen und in Abhängigkeit von der jeweiligen Bruchspannung σ_F aufgetragen. Die gestrichelte Linie zeigt ein Modell $y(x)$, welches den Trend der Messpunkte wiedergibt und dabei durch die theoretischen Grenzwerte $(0|0)$ und $(1|1)$ verläuft. Innerhalb des Spannungsintervalls, in dem die Messpunkte liegen, ist ein linearer Trend der kritischen Risslänge in Abhängigkeit von σ_F zu erkennen.

D_G mit steigendem Wasserstoffdiffusionskoeffizienten ebenfalls ansteigen, da die Risswachstumsgeschwindigkeit von der Geschwindigkeit der Wasserstoffdiffusion in die HEPZ abhängt. Zum anderen ist eine Abhängigkeit des Risswachstumskoeffizienten von der Bruchkraft L_F , bzw. der korrespondierenden Spannung σ_F wahrscheinlich, da auch die kritische Risslänge a_c , wie in *Abbildung 3.4* gezeigt ist, von der Bruchkraft abhängt, und eine Berücksichtigung dieser in *Gl. (4.4)* nur mit D_G vorgenommen werden kann. Um ein besseres Verständnis für die Spannungsabhängigkeit von D_G zu gewinnen, ist in *Abbildung 4.3* der Quotient $2a_c/w_k$ von insgesamt 48 untersuchten Bruchflächen in Abhängigkeit vom Spannungsquotienten $1 - \sigma_F/R_{mk}$ dargestellt. Die gezeigten Daten liegen alle im Spannungsintervall $0,35 < 1 - \sigma_F/R_{mk} < 0,85$. Innerhalb dieses Intervalls kann die Spannungsabhängigkeit der kritischen Risslänge mit einer linearen Funktion beschrieben werden, wobei a_c mit steigender Bruchspannung abnimmt. Außerhalb dieses Spannungsintervalls konnten im Rahmen dieser Arbeit mit den vorhandenen Proben und der beschriebenen Vorgehensweise keine Brüche erzielt werden. Bei der gezeigten Modellgleichung $y(x)$ handelt es sich um ein Polynom dritten Grades, welches die theoretischen Grenzen der kritischen Risslänge berücksichtigt. Wenn die Bruchkraft σ_F sich der Kerbzugfestigkeit R_{mk} annähert, dann liegt keine Reduktion der mechanischen Eigenschaften aufgrund einer wasserstoffassistierten Schädigung vor, und die Länge des wasserstoffinduzierten Risses geht gegen Null:

$$\lim_{\sigma_F \rightarrow R_{mk}} a_c = 0 \quad (4.7)$$

Andererseits muss der Riss für $\sigma_F \rightarrow 0$ die geometriebedingt maximal mögliche Länge erreichen, welche dem halben Kerbdurchmesser w_k entspricht:

$$\lim_{\sigma_F \rightarrow 0} a_c = \frac{w_k}{2} \quad (4.8)$$

Da es sich beim Achsenabschnitt $a_c/\sqrt{4D_G}$ in *Abbildung 4.2* um eine Konstante handelt, muss D_G die gleiche Spannungsabhängigkeit aufweisen, wie a_c . Für den Grenzfall $\sigma_F \rightarrow 0$ liegt lediglich ein infinitesimaler Widerstand des Bauteils gegen eine wasserstoffassistierte Rissbildung vor, weshalb die Risswachstumsgeschwindigkeit einzig vom Wasserstoffdiffusionskoeffizienten abhängt. Daher gilt für den Risswachstumskoeffizienten:

$$\lim_{\sigma_F \rightarrow 0} D_G = D_H \quad (4.9)$$

Hingegen tritt für $\sigma_F \rightarrow R_{mk}$ ein rein mechanisches Bauteilversagen ein, woraus folgt:

$$\lim_{\sigma_F \rightarrow R_{mk}} D_G = 0 \quad (4.10)$$

Bei einer linearen Spannungsabhängigkeit der kritischen Risslänge a_c , wie sie in *Abbildung 4.3* innerhalb des Intervalls $0,35 < 1 - \sigma_F/R_{mk} < 0,85$ gezeigt ist, sollte eine quadratische Spannungsabhängigkeit des Risswachstumskoeffizienten vorliegen, um einen konstanten, von der Spannung unabhängigen, Achsenabschnitt $a_c/\sqrt{4D_G}$ zu erhalten. Unter Berücksichtigung der Grenzwerte (4.9) und (4.10) kann D_G wie folgt definiert werden:

$$D_G = \left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}}\right)^2 \cdot D_H \quad (4.11)$$

Daraus ergibt sich für die Geradensteigung:

$$\sqrt{\frac{D_H}{D_G}} = \left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}}\right)^{-1} = \frac{R_{mk}}{R_{mk} - \sigma_F} \quad (4.12)$$

Die Plausibilität dieses Zusammenhangs verdeutlicht *Abbildung 4.4*, welche die Mittelwerte der Spannungsquotienten aller untersuchten Proben typen als Funktion der jeweiligen Geradensteigungen zeigt. Unter Berücksichtigung der Standardabweichungen des Spannungsquotienten sowie der Messunsicherheiten der Geradensteigungen liegen alle Punkte auf der Geraden $y = x$. Einsetzen von Gl. (4.11) in Gl. (4.4) ergibt für die kritische Risslänge:

$$a_c = \sqrt{4D_H} \cdot \left[\sqrt{t_H} + \left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}}\right) \cdot \sqrt{t_F} \right] \quad (4.13)$$

Umstellen nach D_H ergibt:

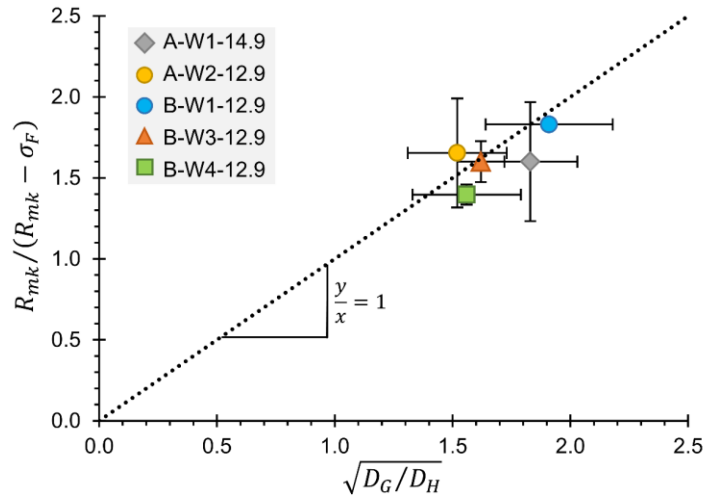


Abbildung 4.4: Mittlerer Spannungsquotient $R_{mk}/(R_{mk} - \sigma_F)$ in Abhängigkeit von der Steigung $\sqrt{D_H}/\sqrt{D_G}$ der Geraden aus *Abbildung 4.2* für die fünf untersuchten Probetypen. Die Fehlerbalken zeigen die Standardabweichungen der Spannungsquotienten für die verschiedenen Wasserstoffbeladungsdauern t_H sowie die in *Tabelle 4.1* angegebenen Messunsicherheiten der Geradensteigung. Unter Berücksichtigung der Standardabweichungen und Messunsicherheiten entspricht der Spannungsquotient den Geradensteigungen.

$$D_H = \frac{a_c^2}{4 \cdot \left[\sqrt{t_H} + \left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}} \right) \cdot \sqrt{t_F} \right]^2} \quad (4.14)$$

Mithilfe von *Gl. (4.14)* kann jede bei der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} verspannte Probe hinsichtlich des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten ausgewertet werden. Dabei handelt es sich bei t_H , D_H und R_{mk} um Eingangsgrößen des Systems, wobei D_H unbekannt ist. Bei a_c , σ_F und t_F handelt es sich um die Ausgangsgrößen des Systems, die alle experimentell bestimmbar sind. Während die kritische Risslänge a_c auf der Bruchfläche vermessen werden kann, können die Bruchkraft σ_F sowie die Zeit zum Versagen t_F aus dem Kraft-Zeit-Verlauf $L(t)$ abgelesen werden. Somit wird mit *Gl. (4.14)* D_H als einzige unbekannte Größe bestimmt.

Für alle in *Abbildung 4.2* gezeigten Datenelemente wurde eine Auswertung gemäß *Gl. (4.14)* durchgeführt. Eine tabellarische Übersicht dieser Auswertung mit einer Betrachtung der Messunsicherheit enthalten die *Tabellen A-1* bis *A-5* des *Anhangs A-12*. Die Formeln zur Berücksichtigung der Fehlerfortpflanzung werden in *Anhang A-2* abgeleitet. Die zugehörige rasterelektronenmikroskopische Untersuchung der jeweiligen Bruchflächen hinsichtlich der kritischen Risslänge a_c enthält *Anhang A-8*. Die bestimmten Diffusionskoeffizienten sind in *Abbildung 4.5* für die verschiedenen applizierten Wasserstoffbeladungsdauern aufgetragen. Unter Berücksichtigung der angegebenen Unsicherheiten ist D_H für alle untersuchten Proben unabhängig von t_H , sodass für alle Proben ein Mittelwert angegeben werden kann. Die bestimmten Mittelwerte sind in *Tabelle 4.2* den Ergebnissen aus *Tabelle 4.1* gegenübergestellt. Unter Berücksichtigung der angegebenen Messunsicherheiten wurden mit beiden Auswertungsmethoden die gleichen Werte für den Wasserstoffdiffusionskoeffizienten bestimmt.

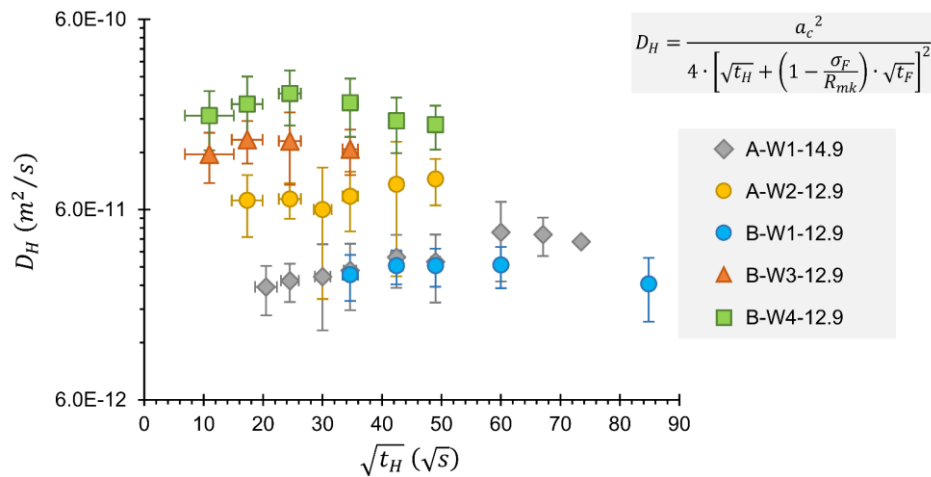


Abbildung 4.5: Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H für verschiedene Wasserstoffbeladungsdauern t_H . Unter Berücksichtigung der angegebenen Unsicherheit ist D_H für alle untersuchten Proben unabhängig von t_H . Eine tabellarische Übersicht der zugrundeliegenden Berechnungen gemäß Gl. (4.14) sowie eine Messunsicherheitsbetrachtung enthalten die Tabellen A-1 bis A-5 des Anhangs A-12.

Tabelle 4.2: Vergleich der nach Gl. (4.6) bzw. Gl. (4.14) bestimmten mittleren Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H . Die Berechnungen nach Gl. (4.14) enthalten die Tabellen A-1 bis A-5 des Anhangs A-12.

Methode		REM	Auswertung				
			Nach Gl. (4.6) und den Regressionsgeraden aus Abb. 4.2			Nach Gl. (4.14)	
Probe		a_c (μm)	$\frac{a_c}{\sqrt{4D_G}} (\sqrt{s})$	$\sqrt{\frac{D_H}{D_G}}$	D_G (m^2/s) $\cdot 10^{11}$	D_H (m^2/s) $\cdot 10^{11}$	D_H (m^2/s) $\cdot 10^{11}$
I	A-W1-14.9	1344 ± 146	183 ± 20	$1,83 \pm 0,20$	$1,4 \pm 0,4$	$4,5 \pm 1,7$	$3,3 \pm 0,8$
II	A-W2-12.9	1333 ± 232	125 ± 18	$1,52 \pm 0,21$	$2,8 \pm 1,3$	$6,6 \pm 3,5$	$7,2 \pm 2,3$
III	B-W1-12.9	1564 ± 58	269 ± 19	$1,91 \pm 0,27$	$0,9 \pm 0,1$	$3,1 \pm 0,7$	$2,9 \pm 0,6$
IV	B-W3-12.9	1760 ± 70	128 ± 8	$1,62 \pm 0,10$	$4,7 \pm 0,7$	$12,4 \pm 2,5$	$13,3 \pm 3,3$
V	B-W4-12.9	2200 ± 60	107 ± 16	$1,56 \pm 0,23$	$10,6 \pm 3,2$	$25,7 \pm 10,9$	$20,2 \pm 5,3$

4.3 Energiegleichgewicht der Rissinitiierung

Wie in *Abbildung 4.1 (d)* gezeigt, weist die Fläche des initiierten Risses interkristalline Spaltflächen auf, bei denen es sich um ein charakteristisches mikrofraktographisches Merkmal eines wasserstoffinduzierten Sprödbruchs handelt. Aufgrund dieses verformungsarmen Bruchs ist es ein naheliegender Ansatz, für den Fall der Rissinitiierung die linear-elastische Bruchmechanik für spröde Werkstoffe anzuwenden. Gemäß *Gl. (1.20)* muss die innere Energie U eines elastischen und unter Zug beanspruchten Festkörpers im Falle einer Rissinitiierung konstant bleiben. Im Gegensatz zum in *Kapitel 1.5.1* betrachteten *Griffith*-Riss wird für das hier diskutierte Energiegleichgewicht der umlaufende kreisringförmige Riss betrachtet, dessen Fläche A_{Riss} mithilfe der Wasserstoffeindringtiefe (*Gl. (4.3)*) berechnet werden kann:

$$A_{Riss} = \pi(w_k - \sqrt{4D_H t_H}) \cdot \sqrt{4D_H t_H} \quad (4.15)$$

Unter Berücksichtigung der für die wasserstoffassistierte Rissinitiierung erforderlichen Energie γ_{HAC} , gemäß *Gl. (1.15)*, ergibt sich die Oberflächenenergie U_s zu:

$$U_s = 2\pi \cdot \gamma_{HAC} \cdot (w_k - \sqrt{4D_H t_H}) \cdot \sqrt{4D_H t_H} \quad (4.16)$$

Die Änderung der Oberflächenenergie mit steigender Wasserstoffbeladungsdauer t_H wird durch Ableitung erhalten:

$$\frac{\partial U_s}{\partial t_H} = 2\pi \cdot \gamma_{HAC} \cdot \frac{D_H(w_k - 4\sqrt{D_H t_H})}{\sqrt{D_H t_H}} \quad (4.17)$$

Wie auch beim *Griffith*-Riss wird angenommen, dass die elastische Energie in einem idealisierten Volumenelement V_f mit einer kreisförmigen Grundfläche des Radius a_i freigesetzt wird. Aufgrund der umlaufenden Rissgeometrie ergibt sich als Energiefreisetzungsvolumen ein Torus, der ebenfalls als Funktion der Wasserstoffbeladungsdauer t_H formuliert werden kann:

$$V_f = 4\pi^2 D_H t_H \cdot (w_k - 8\sqrt{D_H t_H}) \quad (4.18)$$

Der Torus hat den Außendurchmesser $w_k - 2a_i$ und liegt innerhalb der Rissebene an der Spitze des umlaufenden Risses. Mithilfe von V_f ergibt sich die elastische Energie zu:

$$U_e = U_0 - \frac{2\pi^2 \sigma^2}{E'} \cdot D_H t_H \cdot (w_k - 8\sqrt{D_H t_H}) \quad (4.19)$$

Hierbei ist E' der Elastizitätsmodul für den Fall der ebenen Dehnung. Die Änderung der elastischen Energie mit steigender Wasserstoffbeladungsdauer t_H wird durch Ableitung erhalten:

$$\frac{\partial U_e}{\partial t_H} = \frac{2\pi^2 \sigma^2}{E'} \cdot \frac{D_H(w_k \cdot \sqrt{D_H t_H} - 12D_H t_H)}{\sqrt{D_H t_H}} \quad (4.20)$$

Für das Energiegleichgewicht der Rissinitiierung gilt:

$$-\frac{\partial U_e}{\partial t_H} = \frac{\partial U_s}{\partial t_H} \quad (4.21)$$

Gleichsetzen von Gl. (4.17) mit Gl. (4.20) ergibt:

$$\sigma = \sqrt{2E'\gamma_{HAC}} \cdot \left(\frac{w_k - 4\sqrt{D_H t_H}}{2\pi \cdot w_k \cdot \sqrt{D_H t_H} - 24\pi D_H t_H} \right)^{1/2} \quad (4.22)$$

Unter Berücksichtigung der Definition

$$K_{IHAC} = \sqrt{2E'\gamma_{HAC}} \quad (4.23)$$

sowie

$$\sigma = \frac{L_{HAC}}{A_0} = \frac{4L_{HAC}}{\pi \cdot w_k^2} \quad (4.24)$$

wird die minimale Vorspannkraft L_{HAC} als Funktion des Schwellenwerts der Spannungsintensität K_{IHAC} , bei dem ein wasserstoffassistierter Riss initiiert wird, sowie als Funktion von D_H , t_H und w_k erhalten:

$$L_{HAC} = K_{IHAC} \left(\frac{\pi w_k^4 (w_k - 4\sqrt{D_H t_H})}{32 \cdot (w_k \sqrt{D_H t_H} - 12D_H t_H)} \right)^{1/2} \quad (4.25)$$

Schließlich kann die Wasserstoffeindringtiefe x_H nach Gl. (4.3) eingesetzt werden:

$$L_{HAC} = \frac{K_{IHAC}}{4} \left(\pi w_k^4 \cdot \frac{w_k - 2x_H}{w_k x_H - 6x_H^2} \right)^{1/2} \quad (4.26)$$

Nach der Rissinitiierung liegt an der Spitze des Risses der Länge $a_i \approx x_H$ die Spannungsintensität K_{I0} vor:

$$K_{I0} = f_{CNT} \cdot \sigma \cdot \sqrt{\pi x_H} \quad (4.27)$$

Unter Verwendung von σ nach Gl. (4.24) sowie L_{HAC} nach Gl. (4.26) kann der Geometriefaktor f_{CNT} vernachlässigt werden, da die Rissgeometrie bei der Herleitung von L_{HAC} bereits berücksichtigt wurde. Daraus folgt:

$$K_{I0} = \frac{4L_{HAC}}{\pi \cdot w_k^2} \cdot \sqrt{\pi x_H} \quad (4.28)$$

sowie:

$$K_{I0} = K_{IHAC} \cdot \left(\frac{w_k - 2x_H}{w_k - 6x_H} \right)^{1/2} \quad (4.29)$$

Im Falle der Rissinitiierung im Kerbgrund müssen die kerbbedingten Spannungsüberhöhungen berücksichtigt werden. Es wird angenommen, dass die Spannungsüberhöhungen σ_{yy} in axialer Richtung (Gl. (1.42)) den größten Einfluss auf die Rissinitiierung haben. K_I kann als Funktion des Kerbradius ρ_k und der Kerbformzahl α_k angegeben werden:

$$K_I = \frac{2 \cdot L_{HAC} \cdot \alpha_k}{\pi w_k^2} \cdot \sqrt{\pi \rho_k} \quad (4.30)$$

Durch Einsetzen von Gl. (4.30) in Gl. (1.42) ergibt sich:

$$\sigma_{yy} = \frac{2 \cdot L_{HAC} \cdot \alpha_k}{\pi w_k^2} \cdot \sqrt{\frac{\rho_k}{2x + \rho_k}} \cdot \left(1 + \frac{\rho_k}{2x + \rho_k}\right) \quad (4.31)$$

Nach der Initiierung eines Risses der Länge x_H muss sich das anfängliche Spannungsfeld σ_{yy} im Kerbgrund verändern. Um die Initiierung von Rissen mit einer infinitesimalen Länge $x_H \rightarrow 0$ zu untersuchen, kann trotzdem näherungsweise angenommen werden, dass die Spannungen σ_{yy} an der Risspitze vorliegen, sodass die anfängliche Spannungsintensität K_{I0} für den Fall kurzer Risse wie folgt ausgedrückt werden kann:

$$K_{I0} = \sigma_{yy} \cdot \sqrt{\pi x_H} \quad (4.32)$$

Daraus folgt:

$$K_{I0} = \frac{K_{IHAC} \cdot \alpha_k}{2} \cdot \left(1 + \frac{\rho_k}{2x_H + \rho_k}\right) \sqrt{\frac{\rho_k (w_k - 2x_H)}{(2x_H + \rho_k)(w_k - 6x_H)}} \quad (4.33)$$

Zur Bestimmung von K_{IHAC} nach den Gleichungen (4.29) bzw. (4.33) müssen zunächst die experimentell bestimmten minimalen Vorspannkkräfte L_{HAC} in Spannungsintensitäten K_{I0} gemäß Gl. (4.28) umgerechnet werden. Als Risslänge wird die Diffusionslänge $x_H = \sqrt{4D_H t_H}$ verwendet, so dass gilt:

$$K_{I0} = \frac{4L_{HAC}}{\pi \cdot w_k^2} \cdot (4\pi^2 D_H t_H)^{1/4} \quad (4.34)$$

Dabei wird der Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H als Anpassungsparameter geführt. Weiterhin wird die Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} in den Gleichungen (4.29) bzw. (4.33) als Anpassungsparameter geführt. Die Parameter D_H und K_{IHAC} werden so angepasst, dass die nach Gl. (4.34) berechneten Datenpunkte bestmöglich mit den nach Gl. (4.29) bzw. Gl. (4.33) berechneten Kurvenverläufen übereinstimmen. Zur besseren Differenzierung zwischen den Spannungsintensitäten K_{I0} nach den Gleichungen (4.29), (4.33) und (4.34) wird folgende Terminologie verwendet:

$K_{I0}(L_{HAC}, D_H)$:	Mithilfe von L_{HAC} berechnete Datenpunkte. Die Berechnung erfolgt nach Gl. (4.34). D_H wird als Anpassungsparameter geführt. Die minimalen Vorspannkraften L_{HAC} werden experimentell bestimmt.
$K_{I0}(K_{IHAC})$:	Anpassungsfunktion nach Gl. (4.29). K_{IHAC} wird als Anpassungsparameter geführt.
$K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k)$:	Anpassungsfunktion nach Gl. (4.33), unter Berücksichtigung der Kerbformzahl α_k und des Kerbradius ρ_k . K_{IHAC} wird als Anpassungsparameter geführt.

Eine beispielhafte Auswertung der bestimmten minimalen Vorspannkraften L_{HAC} hinsichtlich des Schwellenwertspannungsintensitätsfaktors K_{IHAC} und des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H zeigt **Abbildung 4.6** für die Probe A-W1-14.9. Aufgetragen ist die anfängliche Spannungsintensität K_{I0} als Funktion des Quotienten aus der Wasserstoffeindringtiefe x_H und dem Durchmesser im Kerbgrund w_k . Die berechneten Datenpunkte $K_{I0}(L_{HAC}, D_H)$ sind in guter Übereinstimmung mit der Anpassungsfunktion $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k)$, welche die Spannungsüberhöhungen im Kerbgrund berücksichtigt. Die bestimmten Anpassungsparameter D_H und K_{IHAC} sowie die verwendeten Werte für α_k und ρ_k sind ebenfalls in **Abbildung 4.6** enthalten. Aus der Abbildung geht hervor, dass die Funktion $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k)$ die Grenzwerte

$$\lim_{x_H \rightarrow 0} K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k) = K_{IHAC} \cdot \alpha_k = K_{I_{max}} \quad (4.35)$$

und

$$\lim_{x_H \rightarrow w_k/6} K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k) = \infty \quad (4.36)$$

hat. Aus dem Grenzwert bei $x_H/w_k = 1/6$ lässt sich folgern, dass keine umlaufenden Risse durch eine wasserstoffassistierte Rissbildung initiiert werden können, die länger sind als $w_k/6$. Stattdessen muss für $x_H \rightarrow w_k/6$ eine andere Rissform generiert werden, wobei der initiierte Riss aufgrund der hohen wirkenden Spannungsintensität und der großen Wasserstoffeindringtiefe rapide in das instabile Risswachstum übergehen muss. Ein solcher Wechsel der Rissgeometrie infolge einer verhältnismäßig langen Wasserstoffbeladungsdauer wurde beispielsweise für die Probe A-W1-14.9 in **Abbildung 3.5** gezeigt.

Aus dem Grenzwert in Gl. (4.35) geht hervor, dass die Initiierung von Rissen infolge einer infinitesimalen Wasserstoffeindringtiefe $x_H \rightarrow 0$ bei einer Spannungsintensität $K_{I_{max}} = K_{IHAC} \cdot \alpha_k$ erfolgt. Theoretisch kann die Spannungsintensität $K_{I_{max}}$ maximal so hoch sein, wie die Bruchzähigkeit K_{Ic} des Werkstoffs. Weiterhin kann eine infinitesimale Wasserstoffeindringtiefe als ein nicht mit Wasserstoff beladener Werkstoffzustand interpretiert werden, sodass es sich bei $K_{I_{max}}$ um die-

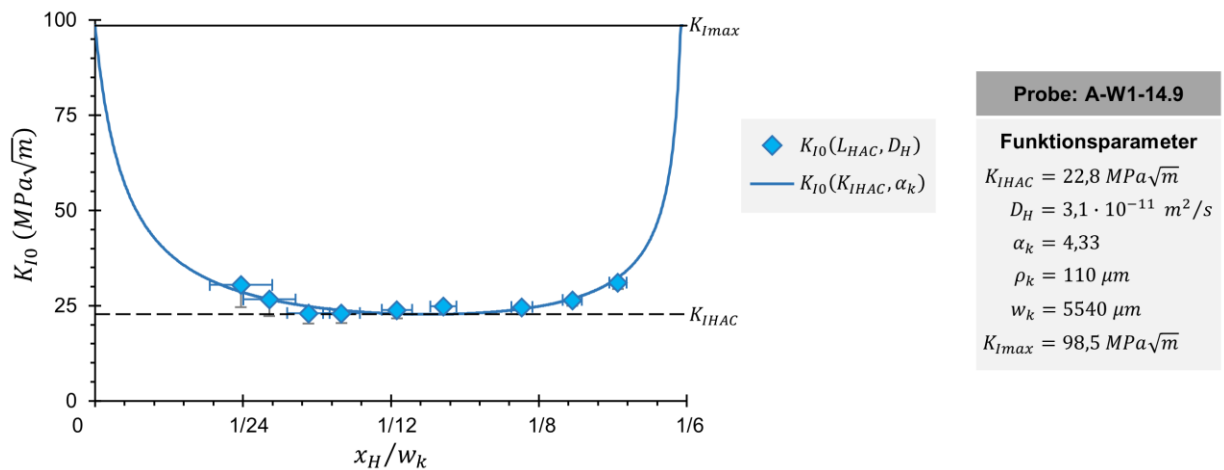


Abbildung 4.6: Anfängliche Spannungsintensität als Funktion des Quotienten aus der Wasserstoffeindringtiefe und dem Durchmesser im Kerbgrund für die Probe A-W1-14.9. Die angegebenen Fehlerbalken in Ordinatenrichtung wurden aus den jeweiligen Fehlergrenzen ΔL_{HAC} der minimalen Vorspannkraft gemäß den Gleichungen A-25 und A-32 des Anhangs berechnet. Die Fehlerbalken in Abszissenrichtung berücksichtigen die Unsicherheit der effektiven Wasserstoffbeladungsdauer von $u_{t_H} = \pm 90 \text{ s}$ und wurden nach Gl. A-31 des Anhangs berechnet.

jenige Spannungsintensität handelt, bei der instabiles Risswachstum ohne Wasserstoffeinfluss einsetzt. Es ist daher begründet zu überprüfen, ob es sich bei $K_{I_{max}}$ – im Falle einer hinreichend hohen Kerbformzahl α_k – um die Bruchzähigkeit K_{Ic} handelt. Hierfür wurde K_{Ic} mithilfe der Bruchkraft L_F und der kritischen Risslänge a_c wie folgt berechnet:

$$K_{Ic} = \frac{4L_F}{\pi \cdot w_k^2} \cdot f_{CNT} \cdot \sqrt{\pi a_c} \quad (4.37)$$

Der Geometriekorrekturefaktor f_{CNT} wurde hierbei nach Gl. (1.53) berechnet, während die kritischen Risslängen a_c mittels Rasterelektronenmikroskopie auf den Bruchflächen vermessen wurden. Die Ergebnisse der K_{Ic} -Berechnungen sind in **Abbildung 4.7** den Ergebnissen für $K_{I_{max}}$, K_{I0} sowie K_{IHAC} gegenübergestellt. Im Unterschied zu **Abbildung 4.6** wurde in **Abbildung 4.7** eine logarithmische Darstellung der Ordinatenachse gewählt, um die verschiedenen Spannungsintensitäten visuell besser differenzieren zu können. Weiterhin wurde für $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k)$ eine Ober- und eine Untergrenze berechnet, sodass sowohl für K_{IHAC} als auch für $K_{I_{max}}$ eine Abweichung zum Mittelwert unter Berücksichtigung der Einzelunsicherheiten angegeben werden kann. Alle verwendeten und bestimmten Funktionsparameter sind ebenfalls in **Abbildung 4.7** enthalten. Daraus geht hervor, dass die berechneten Werte für K_{Ic} , unter Berücksichtigung des angegebenen Fehlers, sehr gut mit $K_{I_{max}}$ übereinstimmen. Weiterhin stimmt der nach diesem Verfahren bestimmte Wasserdiffusionskoeffizient $D_H = 3,1 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ gut mit dem in **Tabelle 4.2** angegebenen Wasserdiffusionskoeffizienten ($D_H = (3,3 \pm 0,8) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$) überein.

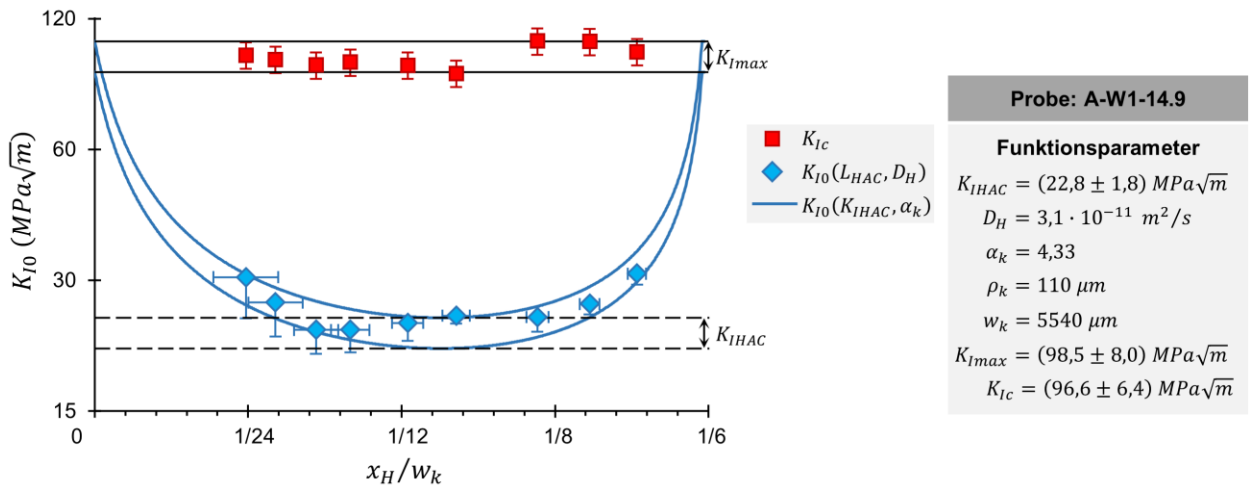


Abbildung 4.7: Anfängliche Spannungsintensität K_{I0} sowie Bruchzähigkeit K_{Ic} der Probe A-W1-14.9, jeweils als Funktion des Quotienten aus der Wasserstoffeindringtiefe x_H und dem Durchmesser im Kerbgrund w_k . Die angegebenen Fehlerbalken in Ordinateurichtung wurden aus den jeweiligen Fehlergrenzen ΔL_{HAC} der minimalen Vorspannkraft gemäß den Gleichungen A-25 und A-32 des Anhangs berechnet. Die Fehlerbalken in Abszissenrichtung berücksichtigen die Unsicherheit der effektiven Wasserstoffbeladungsdauer von ± 90 s und wurden nach Gl. A-31 des Anhangs berechnet. Für $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k)$ wurde eine Ober- und eine Untergrenze berechnet, sodass sowohl für K_{IHAC} als auch für $K_{I_{max}}$ eine Abweichung zum Mittelwert angegeben werden kann.

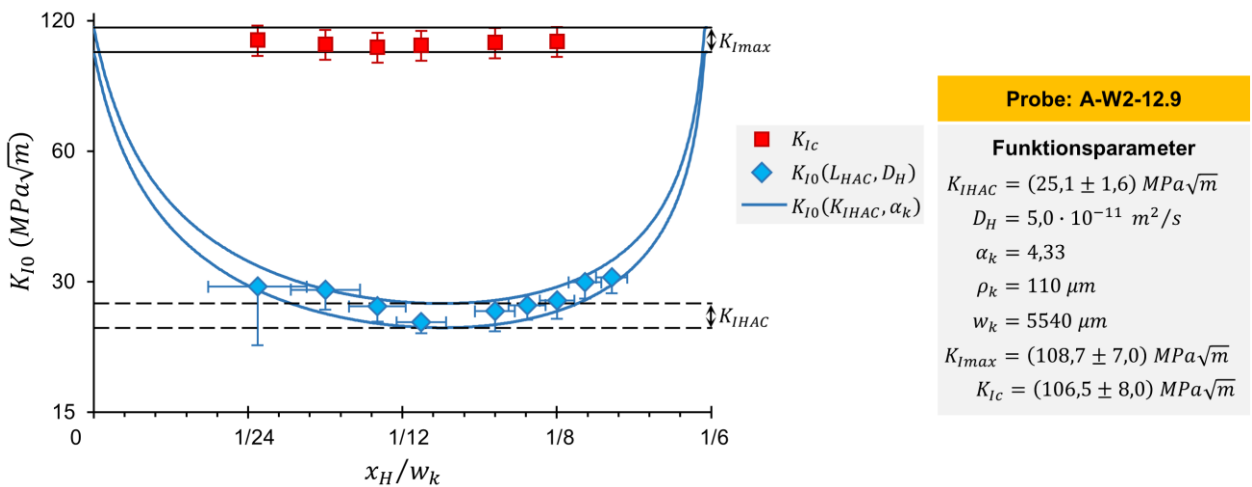


Abbildung 4.8: Anfängliche Spannungsintensität K_{I0} sowie Bruchzähigkeit K_{Ic} der Probe A-W2-12.9, jeweils als Funktion des Quotienten aus der Wasserstoffeindringtiefe x_H und dem Durchmesser im Kerbgrund w_k . Die angegebenen Fehlerbalken in Ordinateurichtung wurden aus den jeweiligen Fehlergrenzen ΔL_{HAC} der minimalen Vorspannkraft gemäß den Gleichungen A-25 und A-32 des Anhangs berechnet. Die Fehlerbalken in Abszissenrichtung berücksichtigen die Unsicherheit der effektiven Wasserstoffbeladungsdauer von $u_{t_H} = \pm 90$ s und wurden nach Gl. A-31 des Anhangs berechnet. Für $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k)$ wurde eine Ober- und eine Untergrenze berechnet, sodass sowohl für K_{IHAC} als auch für $K_{I_{max}}$ eine Abweichung zum Mittelwert angegeben werden kann.

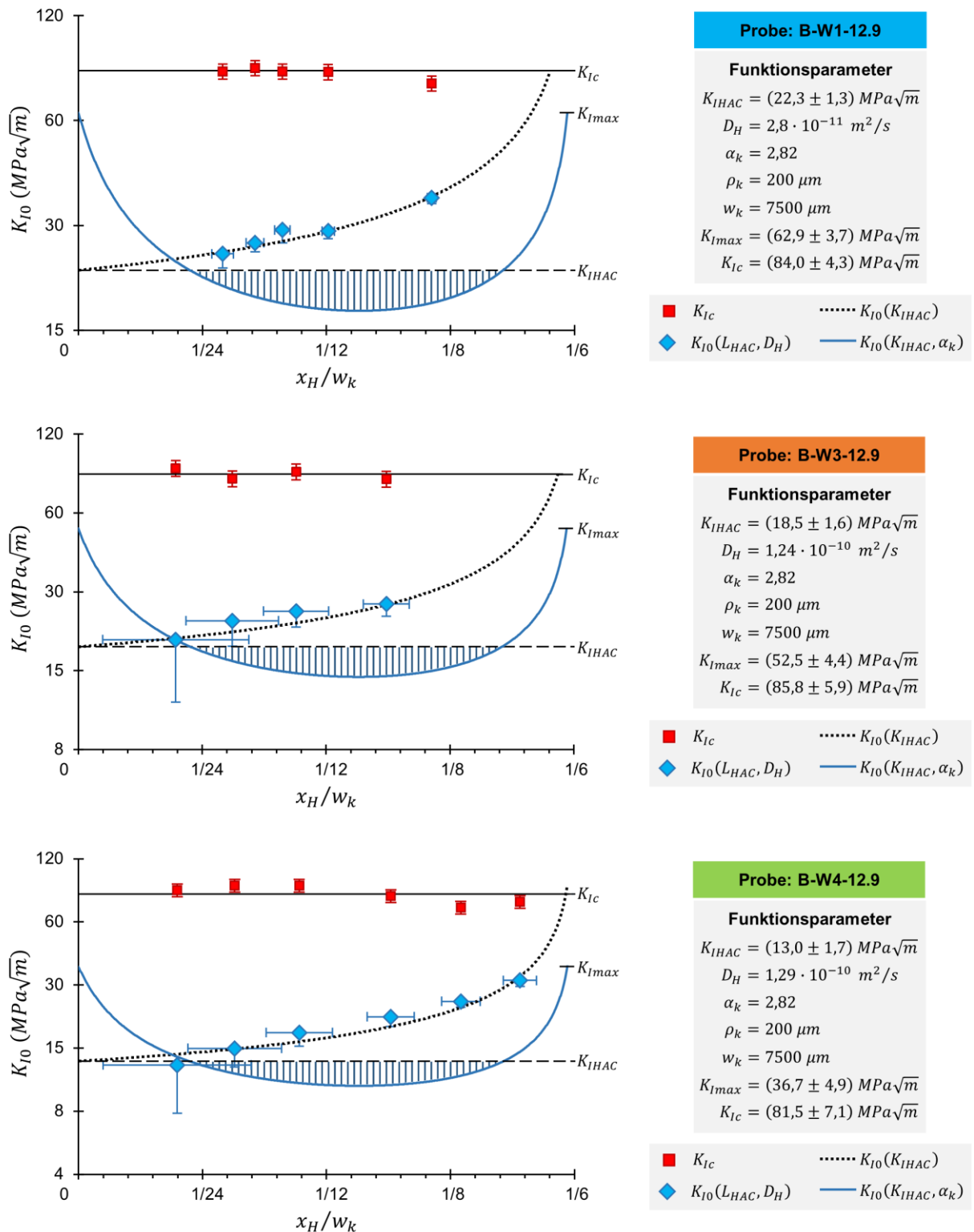


Abbildung 4.9: Anfängliche Spannungsintensität K_{I0} sowie Bruchzähigkeit K_{Ic} der Proben B-W1-12.9, B-W3-12.9 und B-W4-12.9, jeweils als Funktion des Quotienten aus der Wasserstoffeindringtiefe x_H und dem Durchmesser im Kerbgrund w_k . Die angegebenen Fehlerbalken in Ordinatenrichtung wurden aus den jeweiligen Fehlergrenzen ΔL_{HAC} der minimalen Vorspannkraft gemäß den Gleichungen A-25 und A-32 des Anhangs berechnet. Die Fehlerbalken in Abszissenrichtung berücksichtigen die Unsicherheit der effektiven Wasserstoffbeladungsdauer von ± 90 s und wurden nach Gl. A-31 des Anhangs berechnet. Der jeweils schraffierte Bereich kennzeichnet das Intervall, in dem $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k) \leq K_{IHAC}$ ist.

Ein ähnliches Bild zeigen die vergleichbaren Ergebnisse für die Probe A-W2-12.9, die in **Abbildung 4.8** gezeigt sind. Auch für diese Probe der Probengeometrie (A) sind sowohl $K_{I_{max}}$ als auch K_{Ic} in guter Übereinstimmung. Weiterhin stimmt auch hier der bestimmte Wasserstoffdiffusionskoeffizient $D_H = 5,0 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ gut mit dem in *Tabelle 4.2* bestimmten Wasserstoffdiffusionskoeffizienten ($D_H = (7,2 \pm 2,3) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$) überein. Ein etwas anderes Bild zeigen die erzielten Ergebnisse für alle Proben mit der Probengeometrie (B). Dies ist damit begründet, dass es sich bei der verwendeten Gleichung für die Kerbspannungen σ_{yy} (Gl. (1.42)) um eine Näherungslösung handelt, die für $x \rightarrow \infty$ gegen Null, anstatt gegen die nominelle Spannung im Kerbquerschnitt, tendiert. Wenn nun die Kerbformzahl α_k nicht hinreichend groß ist, dann kann die Spannung σ_{yy} bereits im Rissinitiierungsintervall $0 < x < w_k/6$ unter die nominelle Spannung im Kerbquerschnitt fallen. Dadurch können die berechneten Spannungsintensitäten $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k)$ im Rissinitiierungsintervall kleiner ausfallen als der Anpassungsparameter K_{IHAC} . Dieser Fall ist für alle Proben der Geometrie (B) eingetreten, sodass die Datenpunkte $K_{I0}(L_{HAC}, D_H)$ besser mit der Funktion $K_{I0}(K_{IHAC})$, also mit derjenigen Funktion, die die Spannungsüberhöhungen im Kerbgrund nicht berücksichtigt und lediglich die nominelle Spannung im Kerbquerschnitt enthält, als mit der Funktion $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k)$ übereinstimmen. Eine graphische Darstellung dieser Zusammenhänge sowie der mit dieser Auswertung erzielten Ergebnisse für die Proben B-W1-12.9, B-W3-12.9 und B-W4-12.9 zeigt **Abbildung 4.9**. Je Probe wurden in *Abbildung 4.9* die Funktionen $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k)$ sowie $K_{I0}(K_{IHAC})$ berechnet, wobei für beide Funktionen derselbe Schwellenwertspannungsintensitätsfaktor K_{IHAC} verwendet wurde. Dabei ist die Funktion $K_{I0}(K_{IHAC})$ stets größer-gleich K_{IHAC} . Im Gegensatz dazu ist die Funktion $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k)$ in den schraffierten Bereichen kleiner-gleich K_{IHAC} . Da das Intervall der jeweils schraffierten Bereiche alle berechneten Datenpunkte $K_{I0}(L_{HAC}, D_H)$ einschließt, liegt eine bessere Übereinstimmung der Datenpunkte mit $K_{I0}(K_{IHAC})$ als mit $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k)$ vor. Weiterhin wurde für die Probengeometrie (B) auch keine Übereinstimmung der Spannungsintensität $K_{I_{max}}$ mit der nach Gl. (4.37) berechneten Bruchzähigkeit K_{Ic} ausgemacht. Stattdessen gilt stets $K_{Ic} > K_{I_{max}} = \alpha_k \cdot K_{IHAC}$. Wie auch bei den Proben der Geometrie (A) stimmen die hier bestimmten Wasserstoffdiffusionskoeffizienten für Proben der Geometrie (B) gut mit den in *Tabelle 4.2* enthaltenen Diffusionskoeffizienten überein.

4.4 Grenzen des Vorspannkraft-Verlust-Tests

Bei der experimentellen Durchführung des VVT wird die Wasserstoffbeladungsdauer t_H variiert und eine minimale Vorspannkraft L_{HAC} bestimmt, um die Anfälligkeit eines Werkstoffs gegenüber einer HAC zu bewerten. Um sowohl die experimentellen als auch die theoretischen Grenzen des VVT zu ermitteln, müssen die Grenzen von L_{HAC} und die Grenzen von t_H , jeweils in Abhängigkeit vom Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H des zu untersuchenden Werkstoffs betrachtet werden. Als Funktion von der Wasserstoffeindringtiefe x_H weist L_{HAC} in Gl. (4.26) ein Minimum von

$$L_{HAC,0} \approx 2 \cdot K_{IHAC} \cdot \sqrt{w_k^3} \quad (4.38)$$

bei

$$x_{H,0} = \frac{3 - \sqrt{6}}{6} \cdot w_k \approx 0,092 \cdot w_k \quad (4.39)$$

auf. Bei $x_{H,0}$ handelt es sich demnach um eine aus energetischer Sicht optimale Wasserstoffeindringtiefe, bei der die geringste mechanische Energie aufgebracht werden muss, um einen wasserstoffassistierten Riss zu initiieren. Wenn x_H sich dem Wert Null annähert, geht L_{HAC} hingegen gegen unendlich:

$$\lim_{x_H \rightarrow 0} L_{HAC} = \infty \quad (4.40)$$

Weiterhin geht L_{HAC} gegen unendlich, wenn x_H sich dem Wert $w_k/6$ annähert:

$$\lim_{x_H \rightarrow w_k/6} L_{HAC} = \infty \quad (4.41)$$

Demnach ist es nicht möglich einen umlaufenden Riss der Länge $w_k/6$ zu initiieren. Stattdessen muss für $x_H \rightarrow w_k/6$ eine andere Rissform generiert werden, wobei der initiierte Riss aufgrund der hohen wirkenden Spannungsintensität und der großen Wasserstoffeindringtiefe rapide in das instabile Risswachstum übergehen muss. Ein solcher Wechsel der Rissgeometrie infolge einer verhältnismäßig langen Wasserstoffbeladungsdauer wurde beispielsweise für die Probe A-W1-14.9 in *Abbildung 3.5* gezeigt. Da die umlaufende Rissgeometrie die Grundbedingung für die Anwendbarkeit des VVT und der hier hergeleiteten Theorie der wasserstoffassistierten Rissbildung ist, wird das gezeigte experimentell abgedeckte x_H/w_k -Intervall für die Abschätzung der Anwendbarkeitskriterien des VVT herangezogen. Bei den in den *Abbildungen 4.7 bis 4.9* gezeigten Ergebnissen sind nur $(L_{HAC}, x_H/w_k)$ -Datenpaare eingeflossen, für die ein umlaufender kreisringförmiger Riss generiert wurde, der konzentrisch mit der Bruchfläche ist. Außerhalb des jeweils gezeigten x_H/w_k -Intervalls wurden abweichende Rissformen beobachtet. Dabei liegen 90 % aller in den *Abbildungen 4.7 bis 4.9* gezeigten Datenpunkte innerhalb des Intervalls

$$\frac{1}{24} \leq \frac{x_H}{w_k} \leq \frac{7}{48} \quad (4.42)$$

Umstellen nach w_k ergibt:

$$\frac{48}{7} \cdot x_H \leq w_k \leq 24 \cdot x_H \quad (4.43)$$

Einsetzen der Diffusionslänge gemäß Gl. (4.3) ergibt:

$$96/7 \cdot \sqrt{D_H t_H} \leq w_k \leq 48 \cdot \sqrt{D_H t_H} \quad (4.44)$$

Umstellen nach D_H :

$$188 \cdot D_H \leq \frac{w_k^2}{t_H} \leq 2304 \cdot D_H \quad (4.45)$$

Demnach können die theoretischen Grenzen des VVT mit einem Vielfachen von D_H angegeben werden, wobei für jeden zu untersuchenden Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H die experimentellen Variablen w_k und t_H so gewählt werden können, dass das Verhältnis w_k^2/t_H innerhalb dieser Grenzen liegt. Eine graphische Veranschaulichung der in Gl. (4.45) gezeigten Grenzen ist in **Abbildung 4.10** dargestellt. Bei der experimentellen Durchführung des VVT ist D_H in der Regel nicht bekannt, während an die Probengeometrie weitere Anforderungen gestellt werden, wie z.B. die Anforderung an einen ebenen Dehnungszustand sowie geometrische Anforderungen bzgl. der Kompatibilität mit dem Prüfmittel. Demnach kann der Kerbdurchmesser w_k nicht beliebig variiert werden. Auch die Wasserstoffbeladungsdauer hat ihre experimentellen Grenzen, die zwar durch die Art der Wasserstoffbeladung angepasst werden können, aber immer bestehen bleiben. Bei zu kurzen Wasserstoffbeladungsdauern steigt sowohl die relative Unsicherheit der Zeiterfassung als auch der Anwenderfehler bei der Durchführung der getakteten Prozessschritte. Die kürzeste in dieser Arbeit erfolgreich erprobte Wasserstoffbeladungsdauer, die mit der experimentellen Unsicherheit vereinbar zu sein scheint, ist $t_H = 120$ s, welche bei der Untersuchung der Proben B-W3-12.9 und B-W4-12.9 angewendet wurde. Beide Proben weisen einen vergleichsweise hohen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten auf, weshalb kurze Wasserstoffbeladungsdauern bzw. große Kerbdurchmesser erforderlich sind, um die Grenzen des VVT einhalten zu können.

Andererseits müssen bei Werkstoffen mit einem vergleichsweise geringen D_H hohe Wasserstoffbeladungsdauern angewendet werden. Um graphisch zu verdeutlichen, wie hoch die erforderlichen Wasserstoffbeladungsdauern in Abhängigkeit von D_H sein können, wurde in **Abbildung 4.10** die Wasserstoffbeladungsdauer t_H als Funktion von D_H für die Probengeometrie (B), mit $w_k = 7,50$ mm, berechnet. Für $D_H = 10^{-14}$ m²/s sind Wasserstoffbeladungsdauern von über 1000 h erforderlich. Diese Beladungsdauern liegen weit außerhalb der mit der in Kapitel 2.2 vorgestellten

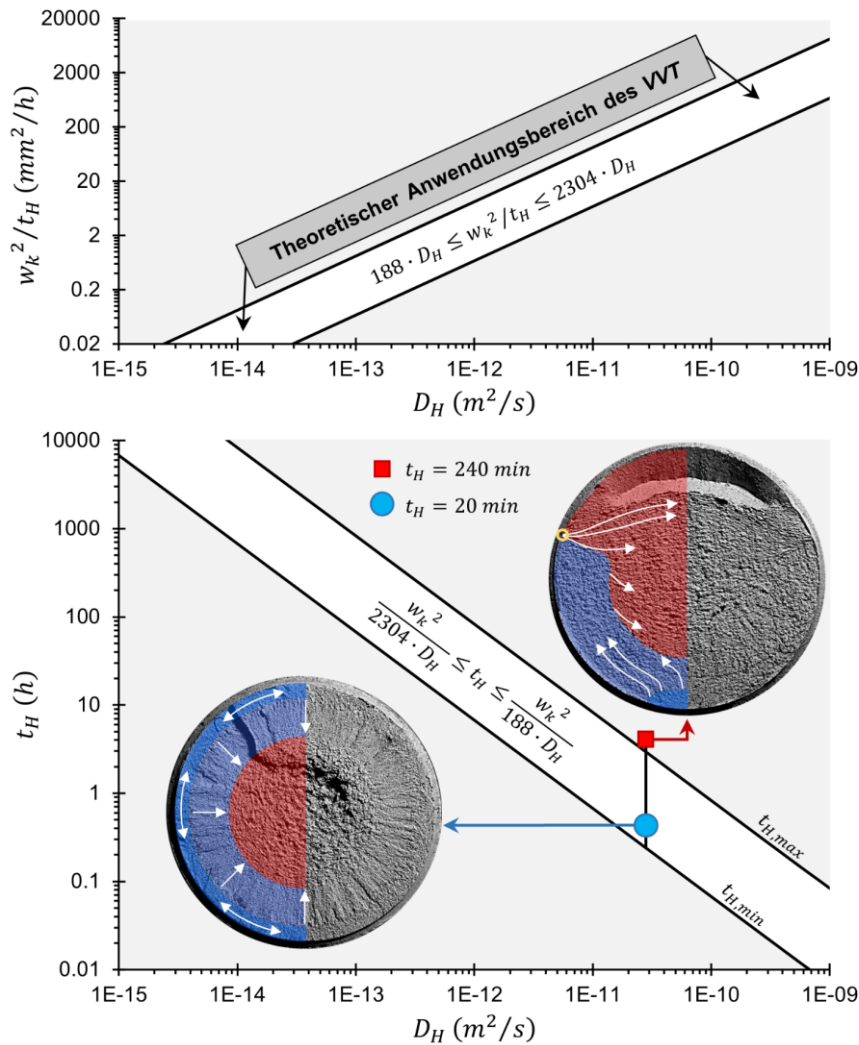


Abbildung 4.10: Veranschaulichung der Grenzen des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) in Abhängigkeit vom Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H , vom Durchmesser im Kerbgrund w_k und von der Wasserstoffbeladungsdauer t_H . Die allgemeinen theoretischen Grenzen sind von D_H des zu prüfenden Werkstoffs abhängig und können mit dem Quotienten w_k^2/t_H angegeben werden (oberes Diagramm). Für eine gegebene Probengeometrie mit dem Durchmesser w_k sowie einem Werkstoff mit dem Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H können die Grenzen der Wasserstoffbeladungsdauer t_H berechnet werden. Das untere Diagramm zeigt die Grenzen von t_H am Beispiel der Probe B-W1-12.9 mit $w_k = 7,50 \text{ mm}$ und $D_H = 2,9 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$. Innerhalb der angegebenen Grenzen werden umlaufende Risse erhalten und der VVT ist anwendbar ($t_H = 20 \text{ min}$). Außerhalb der Grenzen werden andere Rissgeometrien erhalten und der VVT ist nicht anwendbar ($t_H = 240 \text{ min}$).

experimentellen Vorgehensweise realisierbaren Möglichkeiten. Bei $D_H = 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ liegt der Anwendungsbereich des VVT bei Wasserstoffbeladungsdauern zwischen 10 h und 100 h . Zumindest die Untergrenze von 10 h könnte mit der in dieser Arbeit vorgestellten experimentellen Vorgehensweise realisiert werden. Im Rahmen dieser Arbeit betrug die längste erprobte Wasserstoffbeladungsdauer 240 min und wurde für die Probe B-W1-12.9 angewendet. Für diese Probe wurde ein Wasserstoffdiffusionskoeffizient von $D_H = 2,9 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ bestimmt. In *Abbildung 4.10* wurden

die Beladungsdauern $t_H = 240 \text{ min}$ sowie $t_H = 20 \text{ min}$ der Probe B-W1-12.9 markiert und den jeweiligen Bruchflächen zugeordnet. Da $t_H = 240 \text{ min}$ außerhalb des Anwendungsbereichs des VVT liegt, weist die zugehörige Bruchfläche nur einen linsenförmigen Anrissbereich mit interkristallinen Trennungen auf. Hingegen liegt $t_H = 20 \text{ min}$ innerhalb des Anwendungsbereichs, weshalb für diese Wasserstoffbeladungsdauer eine Bruchfläche mit einem umlaufenden Riss erhalten wurde. Folglich zeigt *Abbildung 4.10* die theoretischen Grenzen des Anwendungsbereichs des VVT, die entsprechend *Gl. (4.45)* ein Vielfaches des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten des zu untersuchenden Werkstoffs sind. Theoretisch können durch die Variation des Kerbdurchmessers w_k sowie der Wasserstoffbeladungsdauer t_H Werkstoffe mit jeglichen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten mit Hilfe des VVT untersucht und bewertet werden. Jedoch können die theoretischen Grenzen aufgrund natürlicher experimenteller Einschränkungen nicht für jeden Wasserstoffdiffusionskoeffizienten eingehalten werden. Unter Berücksichtigung der theoretischen Grenzen sowie der in dieser Arbeit gesammelten Erfahrungen mit den experimentellen Einschränkungen ist der VVT schätzungsweise für Wasserstoffdiffusionskoeffizienten im Bereich von

$$10^{-12} \text{ m}^2/\text{s} < D_H < 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s} \quad (4.46)$$

anwendbar. Für $D_H < 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ besteht die Möglichkeit den VVT mit einer modifizierten experimentellen Vorgehensweise durchzuführen, deren Erprobung kein Bestandteil der vorliegenden Arbeit ist. Folgende Modifikationsmöglichkeiten sind denkbar:

- A) Wasserstoffbeladung unter kathodischem Korrosionsschutz der Probe. Mit dieser Methode können längere Wasserstoffbeladungsdauern realisiert werden als bei der in dieser Arbeit angewendeten Wasserstoffbeladung durch Beizen, da zum einen der Materialabtrag aufgrund des kathodischen Schutzes vermieden wird und zum anderen das Wasserstoffangebot auf der Probenoberfläche mit Hilfe des kathodischen Stroms über einen deutlich längeren Zeitraum stabilisiert werden kann.
- B) Reduktion des Kerbdurchmessers w_k . Da w_k in *Gl. (4.45)* quadratisch einfließt, birgt die Reduktion von w_k ein großes Potential zur Einhaltung der Grenzen des VVT bei geringen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H . Nichtsdestotrotz kann w_k natürlicherweise nicht beliebig stark reduziert werden. Auch muss bei der Reduktion von w_k darauf geachtet werden, dass mit abnehmendem w_k der zunächst an der Rissspitze bestehende ebene Dehnungszustand zum ebenen Spannungszustand tendieren könnte.
- C) Wasserstoffbeladung während der Verspannprüfung. Da das geringe D_H nicht nur die Wasserstoffeindringtiefe vor der Rissinitiierung beeinflusst, sondern auch die Geschwindigkeit des diffusionskontrollierten Risswachstums, nimmt auch die Zeit zum Versagen t_F mit abnehmendem Wasserstoffdiffusionskoeffizienten zu. Um sicherzu-

stellen, dass während der langen Verspanndauer genügend Wasserstoff im Werkstoff vorhanden ist und an die Rissspitze diffundieren kann, kann eine Wasserstoffbeladung während der Verspannprüfung vorgenommen werden. Die Vorab-Wasserstoffbeladung ohne eine mechanische Beanspruchung sollte trotzdem durchgeführt werden, um die Wasserstoffeindringtiefe zum Zeitpunkt der Rissinitiierung abschätzen zu können.

- D) Einleitung des Restgewaltbruchs unmittelbar nach der Rissinitiierung. Wenn die Auswertung des initiierten Risses gemäß den Gleichungen (4.29) und (4.33) ausreicht, dann kann die Verspanndauer durch die vorzeitige Einleitung des Gewaltbruchs stark reduziert werden. Dadurch kann auch die in C) vorgeschlagene Wasserstoffbeladung während der Verspannprüfung umgangen werden.

4.5 Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe

Zu jeder bestimmten minimalen Vorspannkraft L_{HAC} wird ein charakteristischer Kraft-Zeit-Verlauf $L(t)$ erhalten. Jede $L(t)$ -Kurve hängt von den Parametern K_{IHAC} , D_H und K_{Ic} ab, weshalb diese bestimmbar sein sollten. Weiterhin sollte eine Auswertung hinsichtlich der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit $v_{Riss} = da/dt$ in Abhängigkeit von der momentanen Spannungsintensität möglich sein. Die Möglichkeiten und Grenzen der Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe werden in diesem Kapitel erarbeitet.

4.5.1 Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H

Die Bestimmung des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten erfolgt nach Gl. (4.14), die der Vollständigkeit wegen nochmals ausformuliert wird:

$$D_H = \frac{a_c^2}{4 \cdot \left[\sqrt{t_H} + \left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}} \right) \cdot \sqrt{t_F} \right]^2} \quad (4.47)$$

Da D_H mithilfe einer mathematischen Gleichung bestimmt wird, werden die Messunsicherheiten der einzelnen Eingangsparameter über die Gleichung auf D_H übertragen. Die Messunsicherheit u_{D_H} des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten kann mithilfe der Regeln der Fehlerfortpflanzung^{105,106} berechnet werden. Die Fehlerrechnung für D_H enthält **Anhang A-2**. Die Schätzung der Messunsicherheiten der Eingangsgrößen enthält **Anhang A-11**. Die nach Gl. (4.47) berechneten Werte für D_H sowie die berechneten Unsicherheiten u_{D_H} und die jeweiligen Eingangsgrößen sind in den **Tabellen A-1 bis A-5** des **Anhangs A-12** angegeben. Da die bestimmten Wasserstoffdiffusionskoeffizienten keine signifikante Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer zeigen, wurden arithmetische Mittelwerte \bar{D}_H sowie Standardabweichungen S_{D_H} und mittlere Unsicherheiten \bar{u}_{D_H} berechnet und in **Tabelle 4.5** zusammengefasst. Für \bar{D}_H liegen Messunsicherheiten \bar{u}_{D_H} von 21 % bis

32 % des gemessenen Wertes vor. Die relativen Standardabweichungen S_{D_H} betragen zwischen 7 % und 26 % des Mittelwertes und sind stets kleiner als die berechnete Messunsicherheit \bar{u}_{D_H} .

Tabelle 4.3: Arithmetische Mittelwerte, Standardabweichungen und Messunsicherheiten des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H . Der Wasserstoffdiffusionskoeffizient wurde durch die Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe sowie der zugehörigen Bruchflächen gemäß Gl. (4.47) für verschiedene Wasserstoffbeladungsdauern bestimmt. Die Fehlerrechnung wurde mit den in Anhang A-11 angegebenen Einzelunsicherheiten der Eingangsgrößen bestimmt. Die Berechnungsgrundlage wurde in Anhang A-2 gemäß den Regeln der Fehlerfortpflanzung abgeleitet. \bar{D}_H : Mittelwert der nach Gl. (4.47) für unterschiedliche Beladungsdauern t_H bestimmten Werte. \bar{u}_{D_H} : Mittelwert der bestimmten Messunsicherheiten. S_{D_H} : Empirische Standardabweichung.

Parameter		Absolute Werte in $(m^2/s) \cdot 10^{11}$			Relative Werte in (%)	
		\bar{D}_H	\bar{u}_{D_H}	S_{D_H}	\bar{u}_{D_H}	S_{D_H}
I	A-W1-14.9	3,3	±0,9	0,9	±27 %	26 %
II	A-W2-12.9	7,2	±2,3	1,0	±32 %	14 %
III	B-W1-12.9	2,9	±0,6	0,3	±21 %	9 %
IV	B-W3-12.9	13,3	±3,3	0,9	±25 %	7 %
V	B-W4-12.9	20,2	±5,3	2,9	±26 %	15 %

Tabelle 4.4: Arithmetische Mittelwerte, Standardabweichungen und Messunsicherheiten der Bruchzähigkeit K_{Ic} . Die Bruchzähigkeit wurde durch die Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe sowie der zugehörigen Bruchflächen gemäß Gl. (4.48) für verschiedene Wasserstoffbeladungsdauern bestimmt. Die Fehlerrechnung wurde mit den in Kapitel A-11 angegebenen Einzelunsicherheiten der Eingangsgrößen bestimmt. Die Berechnungsgrundlage wurde in Anhang A-4 gemäß den Regeln der Fehlerfortpflanzung abgeleitet. \bar{K}_{Ic} : Mittelwert der nach Gl. (4.48) für unterschiedliche Beladungsdauern t_H bestimmten Werte. $\bar{u}_{K_{Ic}}$: Mittelwert der Messunsicherheiten. $S_{K_{Ic}}$: Empirische Standardabweichung.

Parameter		Absolute Werte in $(MPa\sqrt{m})$			Relative Werte in (%)	
		\bar{K}_{Ic}	$\bar{u}_{K_{Ic}}$	$S_{K_{Ic}}$	$\bar{u}_{K_{Ic}}$	$S_{K_{Ic}}$
I	A-W1-14.9	96,6	±6,4	7,2	±7 %	7 %
II	A-W2-12.9	106,5	±8,0	1,5	±8 %	1 %
III	B-W1-12.9	84,0	±4,3	3,1	±5 %	4 %
IV	B-W3-12.9	85,8	±5,9	4,6	±7 %	5 %
V	B-W4-12.9	81,5	±7,1	7,9	±9 %	10 %

4.5.2 Bruchzähigkeit K_{Ic}

Mit der kritischen Risslänge a_c sowie der Bruchkraft L_F kann die Bruchzähigkeit K_{Ic} berechnet werden:

$$K_{Ic} = \frac{4L_F}{\pi \cdot w_k^2} \cdot f_{CNT} \cdot \sqrt{\pi a_c} \quad (4.48)$$

Die Fehlerrechnung zu Gl. (4.48) enthält **Anhang A-4**. Die Ergebnisse der Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} enthalten die **Tabellen A-6 bis A-10** des **Anhangs A-12** für die jeweiligen Proben. Die bestimmten Werte für K_{Ic} zeigen keine Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer t_H , weshalb auch hier arithmetische Mittelwerte \bar{K}_{Ic} sowie Standardabweichungen $S_{K_{Ic}}$ und mittlere Unsicherheiten $\bar{u}_{K_{Ic}}$ angegeben werden können (**Tabelle 4.4**). Die mittleren Unsicherheiten $\bar{u}_{K_{Ic}}$ betragen zwischen 5 % und 9 % des Mittelwertes. Die relativen Standardabweichungen $S_{K_{Ic}}$ liegen zwischen 1 % und 10 % des Mittelwertes.

4.5.3 Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC}

Mithilfe von D_H wird die Wasserstoffeindringtiefe x_H berechnet, die der Länge des initiierten Risses entspricht:

$$x_H = \sqrt{4D_H t_H} \quad (4.49)$$

Die Wasserstoffeindringtiefe x_H und der Schwellenwert L_{HAC} werden zur Bestimmung der anfänglichen Spannungsintensität K_{I0} genutzt:

$$K_{I0} = \frac{4L_{HAC}}{\pi \cdot w_k^2} \cdot \sqrt{\pi x_H} \quad (4.50)$$

Die anfängliche Spannungsintensität K_{I0} wird mit Hilfe von Gl. (4.29) bzw. Gl. (4.33) in die Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} umgerechnet. Welche der beiden Gleichungen hierfür verwendet wird, hängt von den durch die Kerbe verursachten Spannungsüberhöhungen im Bereich $0 \leq x \leq x_H$ ab. Die Berücksichtigung der Spannungsüberhöhungen erfolgt mit Gl. (4.33), die hierfür nach K_{IHAC} umgestellt wird:

$$K_{IHAC} = K_{I0} \left(\frac{\alpha_k}{2} \cdot \left(1 + \frac{\rho_k}{2x_H + \rho_k} \right) \sqrt{\frac{\rho_k(w_k - 2x_H)}{(2x_H + \rho_k)(w_k - 6x_H)}} \right)^{-1} \quad (4.51)$$

Die Gleichung ist jedoch nur für $K_{IHAC} \leq K_{I0}$ gültig, also für

$$1 < \beta = \left(\frac{\alpha_k}{2} \cdot \left(1 + \frac{\rho_k}{2x_H + \rho_k} \right) \sqrt{\frac{\rho_k(w_k - 2x_H)}{(2x_H + \rho_k)(w_k - 6x_H)}} \right)^{-1} \quad (4.52)$$

Wenn diese Bedingung nicht erfüllt ist, dann können die Spannungsüberhöhungen im Kerbgrund – auf Grundlage des in dieser Arbeit experimentell erzielten Kenntnisstandes – vernachlässigt werden und K_{IHAC} wird durch Umstellen von Gl. (4.29) erhalten:

$$K_{IHAC} = K_{I0} \cdot \left(\frac{w_k - 2x_H}{w_k - 6x_H} \right)^{-1/2} \quad (4.53)$$

Hieraus folgt:

$$K_{IHAC} = \begin{cases} K_{I0} \cdot \beta & , \quad \beta > 1 \\ K_{I0} \cdot \left(\frac{w_k - 2x_H}{w_k - 6x_H} \right)^{-1/2} & , \quad \beta \leq 1 \end{cases} \quad (4.54)$$

Die Fehlerrechnung zu Gl.(4.54) enthält **Anhang A-7**, wobei die Messunsicherheit $u_{K_{IHAC}}$ aus der Übertragung der in **Anhang A-11** angegebenen Einzelunsicherheiten bestimmt wird. Die Ergebnisse der Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe hinsichtlich der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} enthalten die **Tabellen A-11 bis A-15** des **Anhangs A-12** für die jeweiligen Proben. Neben der Messunsicherheit $u_{K_{IHAC}}$ muss bei der Angabe der Schwellenwertspannungsintensität die Fehlergrenze Δ der minimalen Vorspannkraft berücksichtigt werden. Hierfür wird die Fehlergrenze ΔK_{IHAC} gemäß Gl. A-35 bzw. Gl. A-41 bestimmt. Wenn $K_{IHAC,r}$ den richtigen, nach Gl. (4.54) bestimmten Wert bezeichnet, dann wird K_{IHAC} unter Berücksichtigung der Fehlergrenze ΔK_{IHAC} sowie der Messunsicherheit $u_{K_{IHAC}}$ wie folgt ausgegeben:

$$K_{IHAC} = (K_{IHAC,r} - \Delta K_{IHAC}) \pm u_{K_{IHAC}} \quad (4.55)$$

Bei relativen Abweichungen und relativen Fehlergrenzen wird folgende Notation verwendet:

$$K_{IHAC} = K_{IHAC,r} \cdot (1 - \Delta K_{IHAC}) \cdot (1 \pm u_{K_{IHAC}}) \quad (4.56)$$

Die in den **Tabellen A-11 bis A-15** des **Anhangs A-12** gezeigten Schwellenwertspannungsintensitäten K_{IHAC} sind für Wasserstoffeindringtiefen im Bereich $x_H \ll w_k/6$ nahezu konstant. Im Bereich nahe der Polstelle $x_H = w_k/6$ steigt der Geometriefaktor rapide an, weshalb die bestimmten Schwellenwertspannungsintensität teilweise deutlich von den Werten bei $x_H \ll w_k/6$ abweichen können. Unter Vernachlässigung der K_{IHAC} -Werte nahe der Polstelle können arithmetische Mittelwerte von K_{IHAC} und $u_{K_{IHAC}}$ sowie Standardabweichungen $S_{K_{IHAC}}$ angegeben werden. Diese sind in **Tabelle 4.5** gezeigt, wobei sowohl die absoluten als auch die relativen Messunsicherheiten bzw. empirischen Standardabweichungen angegeben sind. Aus der Tabelle geht hervor, dass die relativen Fehlergrenzen $\overline{\Delta K_{IHAC}}$ für alle Proben 4 % bis 6 % von K_{IHAC} betragen. Dies resultiert aus der in Gl. (2.6) definierten Anforderung an die relative Fehlergrenze Δ der minimalen Vorspannkraft, welche $\Delta \leq 5 \%$ vorsieht (vgl. mit **Abbildung 2.3**). Die relativen Unsicherheiten $\bar{u}_{K_{IHAC}}$ liegen im

Bereich zwischen 6 % und 18 % des bestimmten Wertes, während die relativen empirischen Standardabweichungen $S_{K_{IHAC}}$ zwischen 4 % und 9 % betragen.

Tabelle 4.5: Arithmetische Mittelwerte, Standardabweichungen und Messunsicherheiten der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} . Die Schwellenwertspannungsintensität wurde durch die Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe sowie der zugehörigen Bruchflächen gemäß Gl. (4.54) für verschiedene Wasserstoffbeladungsdauern bestimmt. Die Fehlerrechnung wurde mit den in Kapitel A-11 angegebenen Einzelunsicherheiten der Eingangsgrößen bestimmt. Die Berechnungsgrundlage wurde in Anhang A-7 gemäß den Regeln der Fehlerfortpflanzung abgeleitet. \bar{K}_{IHAC} : Mittelwert der nach Gl. (4.54) für unterschiedliche Beladungsdauern t_H bestimmten Werte. $\Delta\bar{K}_{IHAC}$: Mittelwert der unteren Fehlergrenzen. $\bar{u}_{K_{IHAC}}$: Mittelwert der bestimmten Messunsicherheiten. $S_{K_{IHAC}}$: Empirische Standardabweichung.

Parameter		Absolute Werte in $(MPa\sqrt{m})$				Relative Werte in (%)		
		\bar{K}_{IHAC}	$\Delta\bar{K}_{IHAC}$	$\bar{u}_{K_{IHAC}}$	$S_{K_{IHAC}}$	$\Delta\bar{K}_{IHAC}$	$\bar{u}_{K_{IHAC}}$	$S_{K_{IHAC}}$
I	A-W1-14.9	22,2	-1,2	$\pm 2,3$	2,1	-5 %	± 10 %	9 %
II	A-W2-12.9	27,7	-1,3	$\pm 3,5$	1,7	-5 %	± 13 %	6 %
III	B-W1-12.9	23,0	-0,9	$\pm 1,4$	0,9	-4 %	± 6 %	4 %
IV	B-W3-12.9	19,4	-1,1	$\pm 2,5$	1,4	-6 %	± 13 %	7 %
V	B-W4-12.9	13,3	-0,7	$\pm 2,4$	1,2	-5 %	± 18 %	9 %

4.5.4 Standardunsicherheiten und Vertrauensniveau

Die nach den Regeln der Fehlerfortpflanzung¹⁰⁵⁻¹⁰⁸ berechneten Messunsicherheiten $u_{K_{IHAC}}$, $u_{K_{IC}}$ und u_{D_H} sollen einen Wertebereich eingrenzen, innerhalb dessen der wahre Wert der Messgröße mit einer Wahrscheinlichkeit p liegt.¹⁰⁵⁻¹⁰⁸ Unter der Annahme, dass die Parameter D_H , K_{IHAC} und K_{IC} stets unabhängig von der Wasserstoffbeladungsdauer t_H sind, wie es bei den in Anhang A-12 gezeigten Ergebnissen der Fall ist, können die empirischen Standardabweichungen S der bei unterschiedlichen Wasserstoffbeladungsdauern t_H bestimmten Größen zur Berechnung einer Standardunsicherheit \bar{S} sowie eines Vertrauensniveaus p genutzt werden. Im Folgenden bezeichnet x_i die Messgröße einer Messung i und \bar{x} den Mittelwert aus n Messwerten einer Stichprobe. Die empirische Standardabweichung ist:¹⁰⁵⁻¹⁰⁸

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (4.57)$$

Bei der Standardunsicherheit handelt es sich um die mittlere Abweichung des Mittelwertes vom unbekanntem Erwartungswert:¹⁰⁵⁻¹⁰⁸

$$\bar{S} = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n \cdot (n - 1)}} = \frac{S}{\sqrt{n}} \quad (4.58)$$

Mithilfe von \bar{S} können die Vertrauensgrenzen $u = \pm t_V \cdot \bar{S}$ bestimmt werden, welche den Bereich um den Mittelwert \bar{x} angeben, in dem der Erwartungswert mit einer Wahrscheinlichkeit p zu finden ist. Die Wahrscheinlichkeit p , die als Vertrauensniveau bezeichnet wird, wird aus dem Integral der Student-Verteilung bestimmt.¹⁰⁵⁻¹⁰⁸

$$p(t_V) = \int_{-t_V}^{+t_V} f_S(t) dt \quad (4.59)$$

Die t -Quantile zu unterschiedlichen Vertrauensniveaus p können für verschiedene Freiheitsgrade n Tabellen der integralen Student-Verteilungsfunktion entnommen werden.¹⁰⁵⁻¹⁰⁷ Mithilfe von \bar{S} soll zunächst das t -Quantil der bestimmten Messunsicherheiten $u_{K_{IHAC}}$, $u_{K_{IC}}$ und u_{D_H} bestimmt und anschließend einem Vertrauensniveau $p(t_V)$ zugeordnet werden:

$$t_V = \frac{u}{\bar{S}} \rightarrow p = p(t_V) \quad (4.60)$$

Die jeweils bestimmten Standardunsicherheiten \bar{S} , t -Quantile t_V und Vertrauensniveaus $p(t_V)$ enthalten die Tabellen A-20, A-21 bzw. A-22. Das Vertrauensniveau der bestimmten Unsicherheiten $\pm u_{K_{IC}}$ ist stets größer als 95 %. Folglich enthalten die Intervalle $\pm u_{K_{IC}}$ den jeweils wahren Wert mit einer Wahrscheinlichkeit von mehr als 95 %. Die Vertrauensniveaus der jeweils angegebenen Intervalle $\pm u_{K_{IHAC}}$ und $\pm u_{D_H}$ sind größer als 97,5 % bzw. 99,5 %.

Die hohen Vertrauensniveaus der bestimmten Parameter und Unsicherheiten verdeutlichen zum einen, dass die in Anhang A-11 angegebenen Einzelunsicherheiten der Eingangsgrößen realistisch geschätzt wurden. Weiterhin zeigen die Vertrauensniveaus, dass die aus einem einzigen Kraft-Zeit-Verlauf bestimmte Bruchzähigkeit $K_{IC} \pm u_{K_{IC}}$ mit einer Wahrscheinlichkeit von mehr als 95 % den wahren Wert enthält, weshalb keine weiteren Untersuchungen für eine signifikante Aussage erforderlich sind. Anders sieht es bei den Parametern $D_H \pm u_{D_H}$ und $K_{IHAC} \pm u_{K_{IHAC}}$ aus, da es sich bei diesen Kennwerten nicht um Werkstoffkennwerte, sondern um Systemkennwerte handelt, die von der Wasserstoffkonzentration und somit auch von der Wasserstoffbeladungsdauer abhängig sein können. Aufgrund der hohen Vertrauensniveaus von mehr als 97,5 % bzw. 99,5 % sind die Parameter für sich signifikant, jedoch können sie von der Wasserstoffbeladungsdauer abhängen oder, aufgrund der Nähe der Wasserstoffeindringtiefe zu der Polstelle der Modellgleichung (4.54) bei $x_H = w_k/6$, aus dem Gültigkeitsbereich der Modellgleichung fallen und somit falsch berechnet werden. Bei der Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe hinsichtlich $D_H \pm u_{D_H}$ sowie $K_{IHAC} \pm u_{K_{IHAC}}$ muss sichergestellt werden, dass die Wasserstoffeindringtiefe x_H infolge der applizierten Wasserstoffbeladungsdauer t_H geringer ist als die Polstelle der Modellgleichung (4.54). Weiterhin

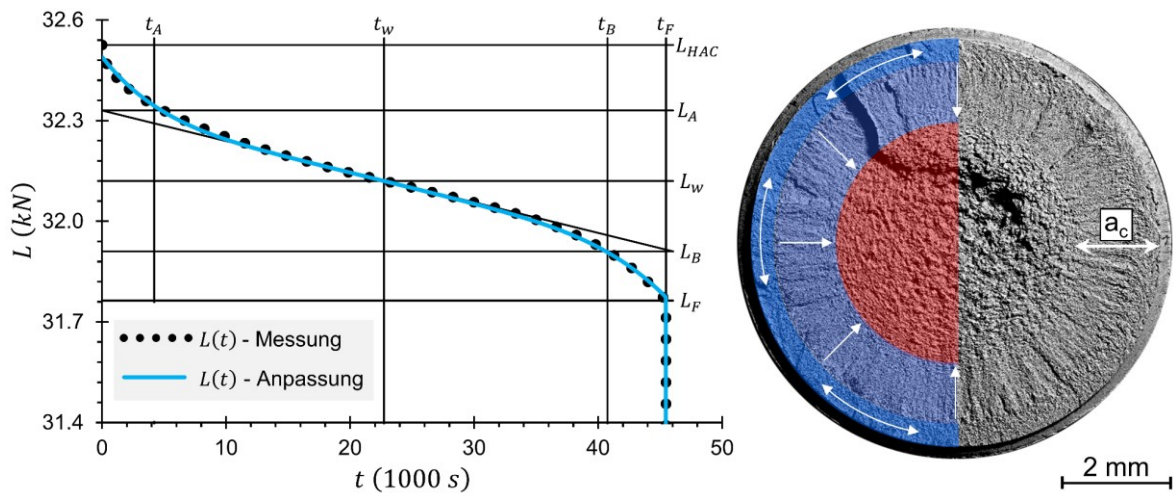


Abbildung 4.11: Gemessener und angepasster Kraft-Zeit-Verlauf $L(t)$ mit der zugehörigen Bruchfläche am Beispiel der Probe B-W1-12.9, welche für $t_H = 20 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde. Die Anpassungsparameter enthält *Abbildung A-16* in *Anhang A-8*.

muss bei jeder Auswertung gewährleistet sein, dass D_H und K_{IHAC} unabhängig von der Wasserstoffbeladungsdauer sind. Im Allgemeinen ist keine Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer zu erwarten, solange diese nur die Wasserstoffeindringtiefe beeinflusst. Im Falle, dass das Wasserstoffabsorptionsverhalten sich mit der Wasserstoffbeladungsdauer ändert, ist eine Abhängigkeit des Maximums der Wasserstoffkonzentration von der Beladungsdauer zu erwarten, die wiederum eine indirekte Abhängigkeit der Parameter D_H und K_{IHAC} von der Wasserstoffbeladungsdauer zur Folge haben kann. Bei der Untersuchung neuer Wasserstoffbeladungsbedingungen oder neuer Proben unbekanntem Wasserstoffabsorptionsverhaltens, ist es daher erforderlich den VVT bei unterschiedlichen Wasserstoffbeladungsdauern t_H durchzuführen, sodass die Nähe zu Polstellen oder eine eventuelle Abhängigkeit der Parameter von der Wasserstoffbeladungsdauer erkannt werden können.

4.5.5 Momentane Risswachstumsgeschwindigkeit

Es wird angenommen, dass der Kraft-Zeit-Verlauf $L(t)$ das Risswachstum in radiale Richtung widerspiegelt. Zur Auswertung der $L(t)$ -Kurve hinsichtlich der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit, wird im Folgenden eine Anpassungsfunktion entwickelt. Für die Herleitung der Anpassungsfunktion werden die in *Abbildung 4.11* definierten Bezeichnungen verwendet. Die Abbildung zeigt eine gemessene $L(t)$ -Kurve sowie die zugehörige Anpassungskurve und Bruchfläche am Beispiel der Probe B-W1-12.9, welche für $t_H = 20 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde. In erster Näherung wird angenommen, dass der Kraftabfall proportional zur generierten Rissfläche ist:

$$L(A_{Riss}) = L_{HAC} - \sigma_{Riss} \cdot A_{Riss} \quad (4.61)$$

Die Abhängigkeit der Rissfläche von der Risswachstumsgeschwindigkeit v_{Riss} kann mit folgender Gleichung angegeben werden:

$$A_{Riss}(t) = 2\pi \cdot (w_k \cdot v_{Riss} \cdot t - v_{Riss}^2 \cdot t^2) \quad (4.62)$$

Der Verlauf der gemessenen $L(t)$ -Kurven deutet darauf hin, dass der initiierte Riss zu Beginn der Verspannung – im Bereich $0 \leq t \leq t_A$ – mit einer verhältnismäßig hohen Risswachstumsgeschwindigkeit auf die Länge x_H anwächst und sich umlaufend ausbildet. Dabei fällt die Risswachstumsgeschwindigkeit auf einen Mindestwert ab. Ausgehend vom Minimum bleibt die Risswachstumsgeschwindigkeit im Bereich $t_A \leq t \leq t_B$ nahezu konstant oder steigt nur langsam mit der Zeit an. Im Bereich $t_B \leq t \leq t_F$ nimmt die Risswachstumsgeschwindigkeit wieder rapide zu und nähert sich der Schallgeschwindigkeit, mit der der Bruch ausläuft. Dieser Kurvenverlauf entspricht einem Polynom des Grades n :

$$v_{Riss}(t) = v_0 + v_1(t - t_w) + v_2(t - t_w)^{2n} \quad (4.63)$$

Im Idealfall gilt

$$t_w = \frac{t_F}{2} \quad (4.64)$$

Durch Einsetzen von Gl. (4.62) in Gl. (4.61) und das Verschieben der so erhaltenen $L(t)$ -Kurve in den Punkt $P(t_w|L_w)$ wird die Anpassungsfunktion der $L(t)$ -Kurve erhalten:

$$L(t) = \begin{cases} L_w - 2\pi \cdot \sigma_{Riss} \cdot (w_k \cdot v_{Riss} \cdot (t - t_w) - v_{Riss}^2 \cdot (t - t_w)^2) & , t < t_F \\ 0 & , t \geq t_F \end{cases} \quad (4.65)$$

Als Anpassungsparameter werden L_w , σ_{Riss} , v_0 , v_1 , v_2 und n geführt. Ein wesentliches Problem bei der Anpassung von Gl. (4.65) an die gemessenen Kraft-Zeit-Verläufe ist die Beeinflussung der Parameter v_0 , v_1 und v_2 durch den Spannungsparameter σ_{Riss} , die sich darin äußert, dass jeweils das Produkt aus σ_{Riss} und den anderen Parametern in die Berechnung der $L(t)$ -Kurven einfließt. Bei σ_{Riss} handelt es sich folglich um einen Gewichtungsfaktor. Um dieser Beeinflussung zu entgehen wird die momentane Risswachstumsgeschwindigkeit v_{Riss} an die experimentell bestimmte und auf der Bruchfläche vermessene kritische Risslänge a_c gebunden. Die kritische Risslänge wird bei der Bruchkraft L_F erreicht, für die entsprechend Gl. (4.61) gilt:

$$L_F = L_{HAC} - 2\pi \cdot \sigma_{Riss} \cdot (w_k a_c - a_c^2) \quad (4.66)$$

Daraus folgt für den Erwartungswert σ_{Riss} :

$$\sigma_{Riss} = \frac{L_{HAC} - L_F}{2\pi(w_k a_c - a_c^2)} \quad (4.67)$$

Theoretisch ist σ_{Riss} experimentell bestimmbar und kann als Anpassungsparameter nur verfeinert werden. Jedoch kann σ_{Riss} eine sehr hohe Messunsicherheit aufweisen, da die Differenz $L_{HAC} - L_F$ für gewöhnlich klein im Verhältnis zu L_{HAC} ist. Nach den Regeln der Fehlerfortpflanzung¹⁰⁵ ergibt sich für die Unsicherheit $u_{\sigma_{Riss}}$:

$$u_{\sigma_{Riss}} = \sqrt{\left(\frac{\partial \sigma_{Riss}}{\partial L_{HAC}} u_{L_{HAC}}\right)^2 + \left(\frac{\partial \sigma_{Riss}}{\partial L_F} u_{L_F}\right)^2 + \left(\frac{\partial \sigma_{Riss}}{\partial w_k} u_{w_k}\right)^2 + \left(\frac{\partial \sigma_{Riss}}{\partial a_c} u_{a_c}\right)^2} \quad (4.68)$$

mit

$$\frac{\partial \sigma_{Riss}}{\partial L_{HAC}} = \frac{1}{2\pi \cdot (w_k a_c - a_c^2)} \quad (4.69)$$

$$\frac{\partial \sigma_{Riss}}{\partial L_F} = \frac{-1}{2\pi \cdot (w_k a_c - a_c^2)} \quad (4.70)$$

$$\frac{\partial \sigma_{Riss}}{\partial a_c} = \frac{(L_{HAC} - L_F)(2a_c - w_k)}{2\pi a_c^2 (a_c - w_k)^2} \quad (4.71)$$

$$\frac{\partial \sigma_{Riss}}{\partial w_k} = -\frac{(L_{HAC} - L_F)}{2\pi a_c \cdot (w_k - a_c)^2} \quad (4.72)$$

Mit den in *Anhang A-11* angegebenen Einzelunsicherheiten der Eingangsgrößen ergeben sich absolute Messunsicherheiten $u_{\sigma_{Riss}}$ von etwa 2 MPa bis 12 MPa. Die relativen Messunsicherheiten betragen beispielsweise für Kraft-Zeit-Verläufe des Probenotyps B-W1-12.9 bis zu 62 %. Somit ist der Erwartungswert σ_{Riss} gemäß Gl. (4.67) nur ein Richtwert und muss weiterhin als Anpassungsparameter geführt werden. Innerhalb der Grenzen $0 \leq t \leq t_F$ muss die kritische Risslänge a_c dem Integral von v_{Riss} über die Zeit entsprechen:

$$a_c = \int_0^{t_F} v_{Riss}(t) dt = \frac{t_F}{4n+2} \cdot \left(2v_2 \cdot \left(\frac{t_F}{2}\right)^{2n} + (4n+2) \cdot v_0 \right) \quad (4.73)$$

Umstellen nach v_0 ergibt die Bedingung:

$$v_0 = \frac{a_c}{t_F} - \frac{v_2}{2n+1} \cdot \left(\frac{t_F}{2}\right)^{2n} \quad (4.74)$$

Durch Einsetzen dieser Bedingung in Gl. (4.63) wird die Anpassungsfunktion um den Parameter v_0 vereinfacht, weshalb nur noch die Parameter v_1 , v_2 und n als unbekannte Anpassungsparameter geführt werden müssen. Mit der kritischen Risslänge a_c gemäß Gl. (4.73) sowie der Bruchkraft L_F kann die Bruchzähigkeit K_{Ic} gemäß Gl. (4.48) berechnet werden. Im Allgemeinen kann mithilfe des bestimmten Integrals der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit über die Zeit die momentane Risslänge $a(t)$ angegeben werden:

$$a(t) = \int_0^t v_{Riss}(t) dt \quad (4.75)$$

Weiterhin kann mithilfe von $a(t)$ die momentane Spannungsintensität $K_I(t)$ bestimmt werden:

$$K_I(t) = \frac{4L(t)}{\pi \cdot w_k^2} \cdot f_{CNT} \cdot \sqrt{\pi a(t)} \quad (4.76)$$

Für das in *Abbildung 4.11* gewählte Beispiel der Probe B-W1-12.9 wurden $L(t)$ -Kurven nach Wasserstoffbeladungsdauern von 20 min, 30 min, 40 min, 60 min und 120 min generiert und nach der

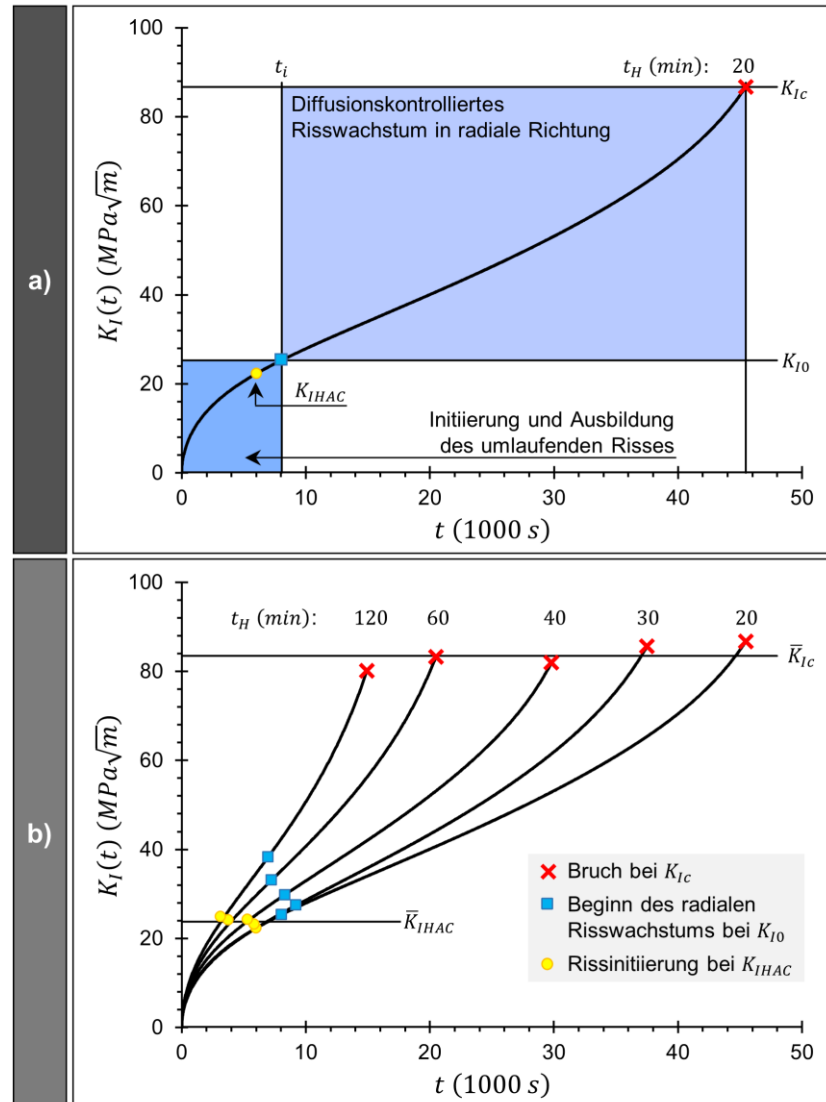


Abbildung 4.12: Momentane Spannungsintensität K_I als Funktion der Verspannzeit für die Probe B-W1-12.9. **a)** Unterteilung einer einzelnen $K_I(t)$ -Kurve in die Bereiche der Rissinitiation und des diffusionskontrollierten Risswachstums in radiale Richtung, am Beispiel der Wasserstoffbeladungsdauer $t_H = 20$ min. **b)** Gegenüberstellung der nach unterschiedlichen Wasserstoffbeladungsdauern t_H erhaltenen $K_I(t)$ -Kurven. Die Rissinitiation erfolgt bei der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} , die unabhängig von t_H ist und für den hier untersuchten Werkstoff mit dem Mittelwert $\bar{K}_{IHAC} = ((23,0 - 0,9) \pm 1,4) \text{ MPa}\sqrt{m}$ angegeben wird. An der Spitze des initiierten umlaufenden Risses liegt die anfängliche Spannungsintensität K_{I0} vor, die von der Länge des initiierten Risses abhängt und daher mit steigender Beladungsdauer ebenfalls ansteigt. Der Bruchauslauf ist durch das Überschreiten der Bruchzähigkeit K_{IC} gekennzeichnet und ist unabhängig von der Beladungsdauer, mit $\bar{K}_{IC} = (84,0 \pm 4,3) \text{ MPa}\sqrt{m}$. Die gezeigten $K_I(t)$ -Kurven wurden aus der Anpassung der *Modellgleichung* (4.65) an die gemessenen $L(t)$ -Kurven und die anschließende Umrechnung der Anpassungsfunktion entsprechend *Gl.* (4.76) erhalten. Die weiteren Berechnungen wurden mit folgenden Gleichungen durchgeführt: $K_{I0} \rightarrow$ *Gl.* (4.50), $K_{IHAC} \rightarrow$ (4.53) und $K_{IC} \rightarrow$ (4.48).

hier vorgestellten Vorgehensweise ausgewertet. Die Anpassungsfunktion der $L(t)$ -Kurve für $t_H = 20 \text{ min}$ zeigt *Abbildung 4.11*. Die Anpassungen für alle weiteren Beladungsdauern sind in den *Abbildungen A-16 bis A-20* des *Anhangs A-8* gezeigt. *Abbildung 4.12 b)* zeigt die nach Gl. (4.76) berechneten $K_I(t)$ -Kurven für alle Beladungsdauern. Zusätzlich wurde am Beispiel der Beladungsdauer $t_H = 20 \text{ min}$ eine schematische Unterteilung in die Bereiche der Rissinitiiierung und des diffusionskontrollierten Risswachstums in radiale Richtung vorgenommen (*Abbildung 4.12 a*). Die Rissinitiiierung erfolgt, wenn der mit Wasserstoff beladene Randbereich in Kombination mit der aufgetragenen Vorspannkraft die energetischen Bedingungen an K_{IHAC} gemäß den Gleichungen (4.23) und (4.26) erfüllt. Dabei ist K_{IHAC} unabhängig von der Wasserstoffbeladungsdauer und der Wasserstoffeindringtiefe und beträgt im Mittel $\bar{K}_{IHAC} = (23,0 - 0,9) \pm 1,4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Der initiierte Riss bildet sich innerhalb der Rissinitiiierungsdauer t_i umlaufend aus, woraufhin an der Spitze des

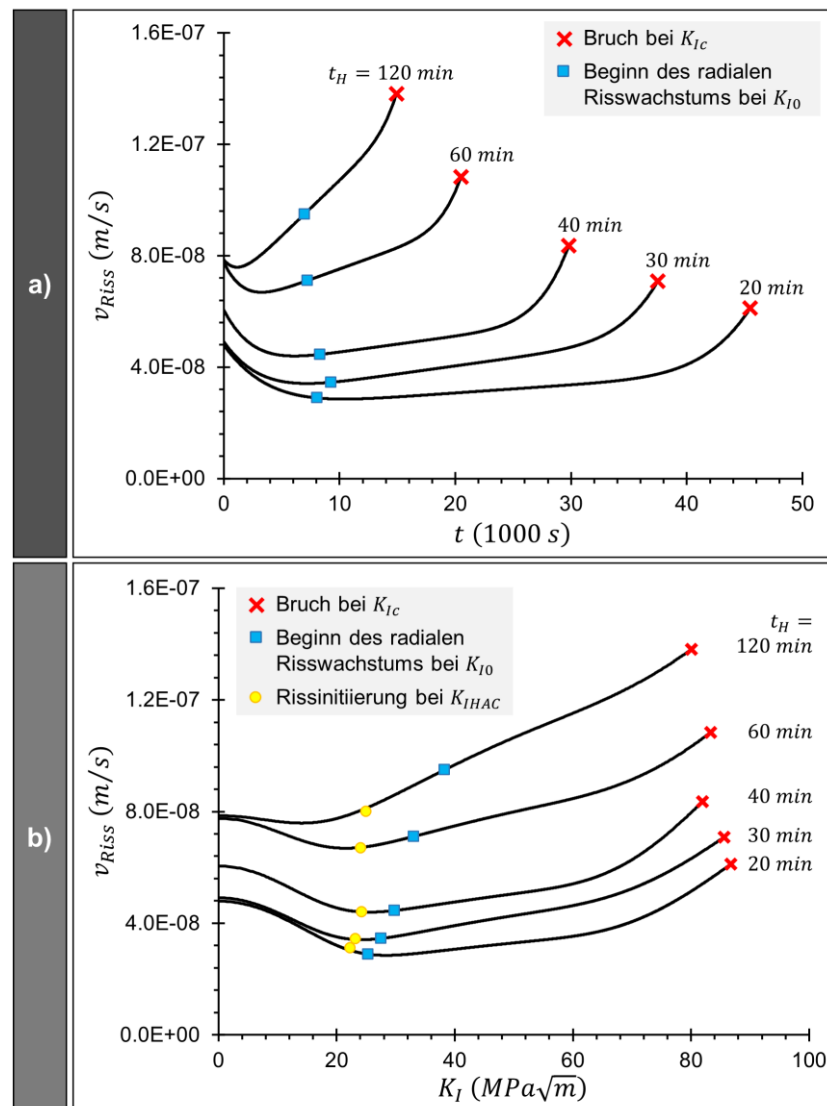


Abbildung 4.13: Momentane Risswachstumsgeschwindigkeit v_{Riss} als Funktion von a) der Verspannzeit t sowie b) der momentanen Spannungsintensität K_I , jeweils für verschiedene Wasserstoffbeladungsdauern t_H . Die gezeigten Kurven wurden aus der Anpassung der *Modellgleichung (4.65)* an die gemessenen $L(t)$ -Kurven erhalten.

umlaufenden Risses die Spannungsintensität K_{I0} vorliegt. Der Punkt $P(t_i|K_{I0})$ wird gemäß der hier entwickelten Modellvorstellung als Startpunkt des diffusionskontrollierten Risswachstums in radiale Richtung definiert. K_{I0} steigt mit steigender Beladungsdauer, da die Länge des initiierten, umlaufenden Risses mit steigender Beladungsdauer zunimmt. Weiterhin nimmt mit steigender Wasserstoffbeladungsdauer auch die mittlere Risswachstumsgeschwindigkeit zu, was sich in der ebenfalls zunehmenden Steigung der $K_I(t)$ -Kurven äußert.

Die aus der Anpassungsfunktion berechneten momentanen Risswachstumsgeschwindigkeiten v_{Riss} sind in **Abbildung 4.13** als Funktion von der Verspannzeit t sowie als Funktion von der momentanen Spannungsintensität K_I dargestellt. Mit steigender Verspannzeit sowie mit steigender Spannungsintensität K_I nimmt v_{Riss} zunächst ab, durchläuft ein Minimum und steigt anschließend wieder an. Mit steigender Wasserstoffbeladungsdauer t_H verschieben sich die $v_{Riss}(t)$ -Kurven zu höheren Risswachstumsgeschwindigkeiten. Für jedes t_H liegt die maximal erreichte Risswachstumsgeschwindigkeit beim Übergang zum Restgewaltbruch, d.h. beim Erreichen der Bruchzähigkeit K_{Ic} vor. Ein besseres Verständnis für den Einfluss der Wasserstoffbeladungsdauer bzw. der Wasserstoffeindringtiefe auf die bestimmten $v_{Riss}(t)$ -Kurven wird durch die Auswertung der einzelnen Anpassungsparameter v_0 , v_1 und v_2 erhalten. Diese sind jeweils als Funktion des Verhältnisses x_H/w_k in den Teilbildern **a)**, **b)** bzw. **c)** der **Abbildung 4.14** für alle in dieser Arbeit untersuchten Proben dargestellt. Die zugehörigen Anpassungen der $L(t)$ -Kurven enthält **Anhang A-8**. Die Parameter v_0 , v_1 und v_2 steigen jeweils exponentiell mit steigendem x_H/w_k . Dabei ist die Proportionalitätskonstante im Exponenten für alle untersuchten Proben in etwa gleich, sodass auch hier Mittelwerte und Standardabweichungen für alle Proben angegeben werden können. Die Abhängigkeit der Risswachstumsgeschwindigkeit von x_H/w_k kann so näherungsweise mit folgenden Exponentialgleichungen beschrieben werden:

$$v_0 = \varphi_0 \cdot \exp\left((16,8 \pm 2,2) \cdot \frac{x_H}{w_k}\right) \quad (4.77)$$

$$v_1 = \varphi_1 \cdot \exp\left((43,8 \pm 6,1) \cdot \frac{x_H}{w_k}\right) \quad (4.78)$$

$$v_2 = \varphi_2 \cdot \exp\left((104,1 \pm 16,2) \cdot \frac{x_H}{w_k}\right) \quad (4.79)$$

Somit sind φ_0 , φ_1 und φ_2 die probenspezifischen Risswachstumsparameter, während die Exponentialfunktion die Entwicklung der Risswachstumsgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe beschreibt. Der Parameter φ_0 steigt linear mit steigendem Wasserstoffdiffusionskoeffizienten, wie es in **Abbildung 4.15** gezeigt ist.

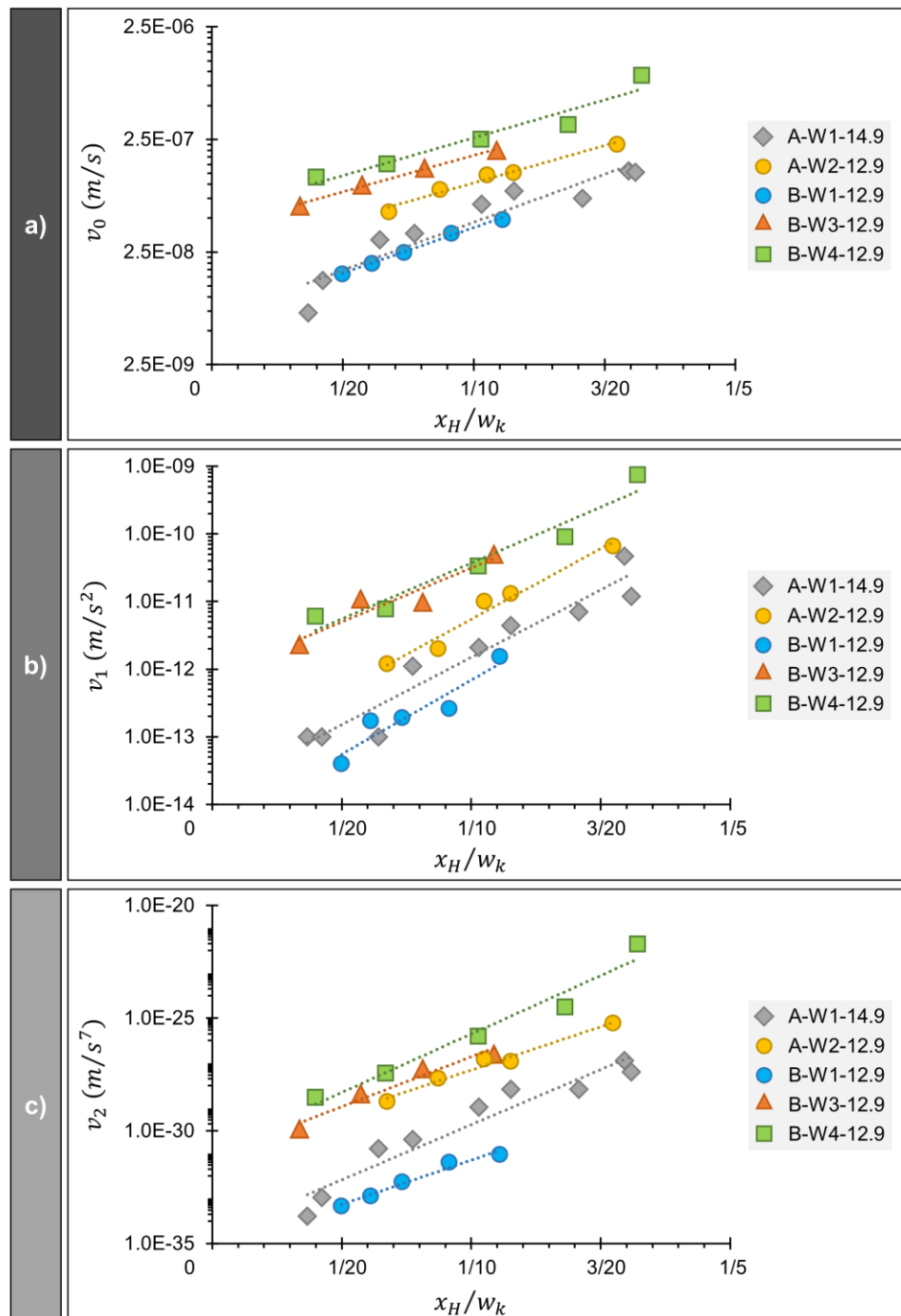


Abbildung 4.14: Anpassungsparameter der *Modellgleichung (4.65)* für alle in dieser Arbeit untersuchten Proben. Die Parameter v_0 , v_1 und v_2 sind jeweils in Abhängigkeit vom Verhältnis aus der Wasserstoffeindringtiefe x_H und dem Kerbdurchmesser w_k dargestellt. Alle Parameter steigen exponentiell mit steigendem x_H/w_k .

Der Anpassungsparameter σ_{Riss} ist in **Abbildung 4.16** in Abhängigkeit von dem nach Gl. (4.67) berechneten Erwartungswert für σ_{Riss} dargestellt. Für die Berechnung wurden die experimentell bestimmten Werte für L_{HAC} , L_F und a_c verwendet. Im Idealfall müsste der Anpassungsparameter dem berechneten Erwartungswert entsprechen, sodass eine Geradengleichung der Form $y = x$ als Ausgleichsgerade angewendet werden könnte. Wie oben diskutiert, kann der nach Gl. (4.67) berechnete Erwartungswert eine hohe relative Messunsicherheit $u_{\sigma_{Riss}}$ aufweisen. In **Abbildung 4.16**

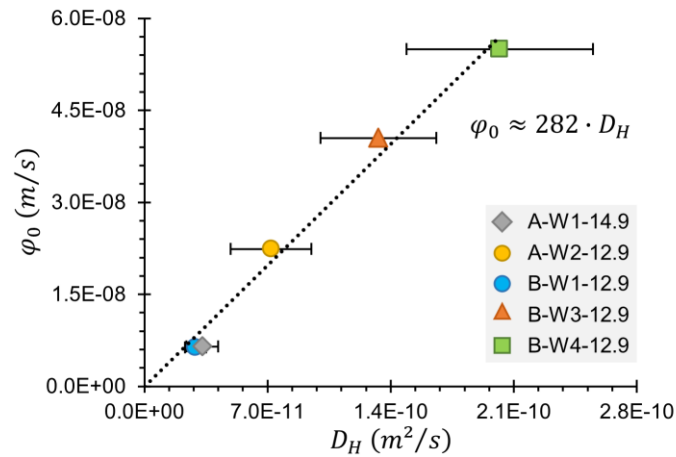


Abbildung 4.15: Risswachstumsgeschwindigkeit φ_0 in Abhängigkeit vom Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H für alle untersuchten Proben. φ_0 steigt linear mit steigendem D_H . Die Proportionalitätskonstante beträgt etwa 282 m^{-1} .

sind die berechneten Messunsicherheiten als Fehlerbalken angegeben. Unter Berücksichtigung der Fehlerbalken gilt für alle in *Anhang A-8* gezeigten Anpassungen $\sigma_{Riss}^{\langle \text{Berechnung} \rangle} = \sigma_{Riss}^{\langle \text{Anpassung} \rangle}$. Dies bestätigt die eingangs in *Gl. (4.61)* getätigte Annahme, dass der Kraftabfall proportional zur Rissfläche A_{Riss} ist, wobei der Proportionalitätsfaktor σ_{Riss} über die gesamte Verspanndauer als konstant angenommen werden kann.

Bei den in *Anhang A-8* gezeigten Anpassungen wurde die Anpassungsgüte mit dem relativen Standardfehler der Regression *RMSD* (engl.: *root-mean-square deviation*) angegeben:¹⁰⁹

$$RMSD = \sqrt{\frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n \left(\frac{\hat{L}_i - L_i}{L_i} \right)^2} \quad (4.80)$$

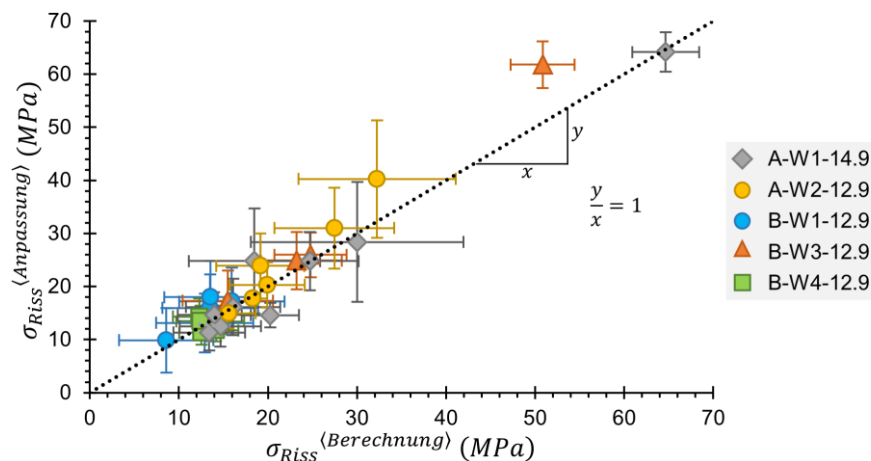


Abbildung 4.16: Anpassungsparameter σ_{Riss} in Abhängigkeit vom berechneten Erwartungswert. Die Fehlerbalken zeigen die nach *Gl. (4.68)* berechnete Messunsicherheit $u_{\sigma_{Riss}}$, wobei die Unsicherheiten der Eingangsgrößen in *Anhang A-11* enthalten sind. Unter Berücksichtigung von $u_{\sigma_{Riss}}$ entsprechen die Anpassungsparameter den berechneten Erwartungswerten.

Für die meisten Anpassungen wurde $RMSD < 1 \%$ erreicht. Nur bei wenigen Anpassungen für $L(t)$ -Kurven infolge verhältnismäßig langer Wasserstoffbeladungsdauern liegen größere Standardfehler vor. Der höchste Standardfehler von $RMSD = 2,66 \%$ liegt für die Anpassung zu Probe A-W1-14.9 und einer Wasserstoffbeladungsdauer von $t_H = 75 \text{ min}$ vor (**Abbildung A-8**).

5 Diskussion

Mit dem Vorspannkraft-Verlust-Test (VVT) wurde in dieser Arbeit eine einfache Methode entwickelt, mit der die Bewertung umlaufend gekerbter Rundstäbe aus hochfestem Stahl hinsichtlich der Anfälligkeit gegenüber einer wasserstoffassistierten Rissbildung (HAC) vorgenommen werden kann. Im Gegensatz zu etablierten und teilweise auch standardisierten Prüfverfahren für vergleichbare Proben, bietet die Methode zahlreiche Vorteile, die insbesondere auf die dem VVT zugrundeliegende Theorie der HAC in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe zurückzuführen sind. Mithilfe der erarbeiteten Theorie konnten Zusammenhänge zwischen den experimentellen Parametern (Wasserstoffbeladungsdauer t_H und minimale Vorspannkraft zum Versagen L_{HAC}) und dem makroskopischen Schädigungshergang der HAC erarbeitet werden, die eine experimentelle Bestimmung des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H , der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} und der Bruchzähigkeit K_{Ic} ermöglichen. Durch das Aufzeigen der Abhängigkeit der HAC von der Wasserstoffeindringtiefe ist es erstmals möglich, ohne die vorherige Generierung eines Ermüdungsanrisses, die Spannungsintensitäten K_{IHAC} und K_{Ic} an umlaufend gekerbten CNT-Proben zu bestimmen. Die Vorteile und das Verbesserungspotential des VVT und der ihm zugrundeliegenden Theorie der HAC in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe werden im Folgenden kategorisch diskutiert. Zur besseren Differenzierung der unterschiedlichen methodischen Ansätze werden bei der Diskussion folgende Bezeichnungen verwendet:

- Ansatz I** Kinetischer Ansatz: Auswertung der Zeit zum Versagen t_F sowie der kritischen Risslänge a_c hinsichtlich des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H gemäß der in Kapitel 4.2 vorgestellten Vorgehensweise → Auswertung mithilfe einer linearen Regression der Auftragung $\sqrt{t_F}$ über $\sqrt{t_H}$ und der Anwendung von Gl. (4.6).
- Ansatz II** Energetischer Ansatz: Auswertung der für verschiedene Wasserstoffbeladungsdauern t_H bestimmten minimalen Vorspannkraft L_{HAC} hinsichtlich D_H und K_{IHAC} gemäß der in Kapitel 4.3 vorgestellten Vorgehensweise → Aus dem Energiegleichgewicht der Rissinitiierung wurden Modellgleichungen abgeleitet, die auf die Daten $L_{HAC}(t_H)$ angewendet wurden.
- Ansatz III** Kombination aus kinetischem und energetischem Ansatz: Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe hinsichtlich D_H , K_{IHAC} , K_{Ic} und der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit v_{Riss} , gemäß der in Kapitel 4.4 vorgestellten Vorgehensweise. → Der Diffusionskoeffizient D_H wird durch die Auswertung der Zeit zum Versagen t_F und der Wasserstoffbeladungsdauer t_H gemäß Gl. (4.14) bestimmt (kinetischer Ansatz). Mithilfe von D_H wird $L_{HAC}(t_H)$ gemäß der in Kapitel 4.3 hergeleiteten Modellgleichungen berechnet (energetischer Ansatz).

5.1 Experimentelle Vorgehensweise

Bei der in *Kapitel 2* vorgestellten experimentellen Vorgehensweise handelt es sich um eines der einfachsten und gleichzeitig effektivsten Verfahren, zur Bewertung der Anfälligkeit von *CNT*-Proben gegenüber einer Wasserstoffversprödung. Aber auch für die Prüfung anderer Bauteilgeometrien ist keine einfachere Prüftechnik bekannt als die in dieser Arbeit verwendete Verspannstation in Kombination mit der Vorab-Wasserstoffbeladung im Reagenzglas. Für *CNT*-Proben verwendet die Arbeitsgruppe der *Monash-University*^{46–56,104} eine Prüfvorrichtung, welche zunächst die Initiierung eines Ermüdungsanrisses im Kerbgrund der *CNT*-Probe und anschließend eine mechanische Prüfung der Probe hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} oder hinsichtlich des Schwellenwertspannungsintensitätsfaktors K_{IEAC} ermöglicht, wobei die Prüfung hinsichtlich K_{IEAC} in einem korrosiven Medium durchgeführt wird.^{46–56,104} Für die Initiierung eines Ermüdungsanrisses muss die Prüfvorrichtung bereits eine umlaufende Biegewechselbeanspruchung applizieren können. Die Prüfung innerhalb eines korrosiven Mediums erfordert eine spezielle Korrosionszelle, die innerhalb der Zugprüfmaschine installiert wird. Damit das Korrosionsmedium nicht aus der Korrosionszelle ausläuft und in Kontakt mit dem Probenaufnehmer der Zugprüfmaschine tritt, müssen zahlreiche Dichtungen appliziert und kontrolliert werden.^{46–56,104} Insgesamt ist daher jede einzelne Prüfung innerhalb der Prüfvorrichtung sehr aufwendig.

Um mit Hilfe des *VVT* auch Proben mit einem sehr geringen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten, d.h. $D_H < 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$, untersuchen zu können, können die hier verwendeten Verspannstationen ebenfalls um eine Korrosionszelle erweitert werden. Der zeitliche und technische Aufwand des Abdichtens würde bei dieser Art der Prüfung hinzukommen, jedoch bliebe die vorteilhafte Ersparnis, auf eine Zugprüfmaschine verzichten zu können und keinen Ermüdungsanriss initiieren zu müssen. Aufgrund der einfachen Kraftaufnahme mithilfe eines Dehnmessstreifens und der einfachen Geometrie der Verspannstationen, können in einem Prüflabor mehrere Verspannstationen gleichzeitig betrieben werden.

Neben dem Vorteil der einfachen Prüftechnik zur Durchführung des *VVT* besteht beim *VVT* der weitere Vorteil der kurzen Wasserstoffbeladungsdauern und des bekannten Einflusses der Wasserstoffbeladungsdauer auf die Wasserstoffeindringtiefe sowie auf die Rissinitiierung und auf das unterkritische Risswachstum. Dadurch können sehr lange Wasserstoffbeladungsdauern vermieden werden, wenn sie für den zu untersuchenden Werkstoff und seinen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten nicht erforderlich sind. Aufgrund der in *Kapitel 4.4* gezeigten Ergebnisse sind bei vergüteten ferritischen Stählen, deren Wasserstoffdiffusionskoeffizient in der Regel $> 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ beträgt, keine Wasserstoffbeladungsdauern von bis zu 48 h und Homogenisierungsdauern von weiteren 24 h erforderlich, wie sie z.B. in der *ISO 6573-1:2020* empfohlen werden.¹¹⁰ Es besteht außerdem nicht die Notwendigkeit zur Isolierung der Oberfläche mit einer Cadmium-Schutzschicht,

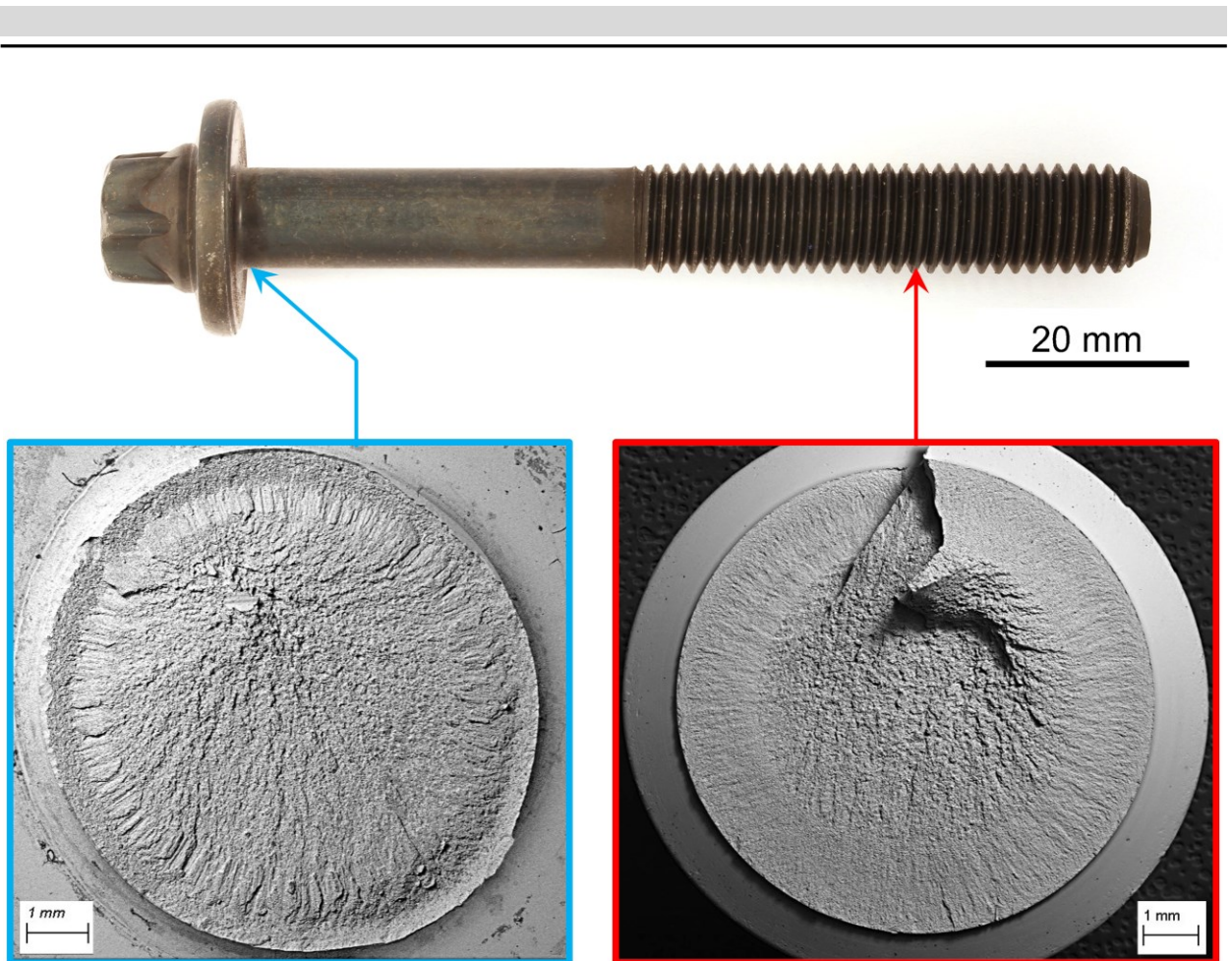


Abbildung 5.1: Mit Hilfe des VVT im Kopf-Schaft-Übergang (links) und im Gewinde (rechts) einer Schraube generierte Bruchflächen als Beispiel eines Vorteils des VVT gegenüber etablierten bruchmechanischen Methoden zur Bewertung der Anfälligkeit hochfester Stähle gegenüber einer Wasserstoffversprödung: Der VVT kann sowohl an gekerbten als auch an ungekerbten Bereichen realer Bauteile durchgeführt werden. Entscheidend ist eine partielle Wasserstoffbeladung.

welche den Wasserstoffaustritt während der Verspannprüfung verhindern soll.^{90,111,112} Stattdessen kann beim VVT nach nur wenigen Vorversuchen eine Wasserstoffbeladungsdauer definiert werden, die innerhalb des in *Abbildung 4.10* illustrierten Anwendungsbereichs des VVT liegt und für ferritische Stähle üblicherweise kleiner gewählt werden kann als 60 min. Weiterhin kann durch die Beachtung des in *Abbildung 4.10* definierten Anwendungsbereichs des VVT auch die Probengeometrie, d.h. der Kerbdurchmesser und die Kerbgeometrie, an die Eigenschaften des zu prüfenden Werkstoffs angepasst werden.

Ein weiterer Vorteil des VVT gegenüber etablierten Methoden ist seine Anwendbarkeit auf geometriebedingte Kerben realer Bauteile, wie sie am Beispiel einer Schraube in *Abbildung 5.1* illustriert ist. Das Verbindungselement Schraube weist geometriebedingte Kerben im Kopf-Schaft-Übergang, im Gewinde sowie an möglichen Verjüngungen des gewindefreien Schafts auf.¹¹³ Bei einer rein mechanischen Beanspruchung erfolgen die Brüche in der Regel nur in den Bereichen höchster kerbbedingter Spannungsüberhöhungen, ergo im Gewinde. Aufgrund der Lastverteilung über mehrere Gewindegänge ist der Bruchort für gewöhnlich der erste tragende Gewindegang.^{113,114}

Somit ist eine gezielte Rissinitiierung in einem anderen gekerbten Bereich, wie z.B. dem Kopf-Schaft-Übergang, mit einer rein mechanischen Vorgehensweise nur schwer realisierbar. Beim betriebsbedingten Versagen der Schrauben durch eine umweltbedingte Rissbildung treten die Brüche auch im Kopf-Schaft-Übergang auf, weshalb es relevant ist auch diesen gezielt hinsichtlich der Sprödbrochenanfälligkeit bewerten zu können.^{44,114} Da beim VVT keine Ermüdungsrissbildung erforderlich ist, können Risse in allen gekerbten und auch in allen nicht gekerbten Bereichen realisiert werden. Hierfür müssen die Proben nur partiell in den zu untersuchenden Bereichen mit Wasserstoff beladen werden. Weiterhin muss für jeden untersuchten Bereich eine eigene minimale Vorspannkraft L_{HAC} bestimmt werden.

In Kombination mit einer nachgeschalteten Temperaturbehandlung^{115,116} („Effusionsglühen“ bei 200 °C bis 250 °C) kann der VVT weiterhin dazu genutzt werden, um allgemeine bruchmechanische Untersuchungen an rissbehafteten Bauteilen durchzuführen, ohne den Einfluss der wasserstoffassistierten Rissbildung berücksichtigen zu müssen. So kann eine bei L_{HAC} verspannte Probe bereits nach einem Bruchteil der bekannten Zeit zum Versagen wieder entlastet und anschließend einer Temperaturbehandlung zur Freisetzung des absorbierten Wasserstoffs unterzogen werden. Innerhalb dieses Bruchteils der Zeit zum Versagen erreicht der Riss eine unkritische Länge. Durch die anschließende Temperaturbehandlung wird der in der Probe vorhandene Wasserstoff zur Effusion angeregt, wodurch die darauffolgenden bruchmechanischen Untersuchungen, wie z.B. die Bestimmung der Bruchzähigkeit K_{IC} , unbeeinflusst vom zuvor in der Probe vorhandenen Wasserstoff bleiben.

5.2 Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC}

In der Literatur wurde die Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} bisher stets als ein Grenzwert definiert und auch als solcher experimentell bestimmt. So wird die Schwellenwertspannungsintensität von der Arbeitsgruppe der Monash-Universität als derjenige Grenzwert betrachtet, bei dem die Zeit zum Versagen gegen unendlich tendiert.^{51–55} Die Bestimmung des Schwellenwertes aus der anfänglichen Spannungsintensität K_{I0} erfolgt dabei gemäß Gl. (1.61). Nach DIN EN ISO 7539-6:2018-12 ist der Schwellenwert K_{ISCC} ebenfalls als diejenige Spannungsintensität definiert, bei der die Zeit zum Versagen gegen unendlich, bzw. gegen einen willkürlich festgelegten Wert tendiert.³⁶ Eine daraus abgeleitete Prüfstrategie ist das Rissstoppverfahren, bei dem das Risswachstum durch das kontinuierliche Abfallen der Spannungsintensität zum Stoppen gebracht und aus der Risslänge die Schwellenwertspannungsintensität bestimmt wird.³⁶ Die aus Lehrbüchern wohl bekannteste Grenzwertbetrachtung der Schwellenwertspannungsintensität der umweltbedingten

Rissbildung ist der Grenzwert innerhalb des $da/dt - K_I$ - Schaubildes, bei dem die Schwellenwertspannungsintensität als derjenige Grenzwert betrachtet wird, bei dem die Risswachstumsgeschwindigkeit da/dt gegen Null tendiert, der Riss also immobil wird.¹¹⁷

Zur Bestimmung der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} mithilfe des *VVT* muss keine Grenzwertbetrachtung $t_F \rightarrow \infty$ oder $da/dt \rightarrow 0$ vorgenommen werden. Statt dieses kinetischen Ansatzes zur Bestimmung von K_{IHAC} wurde beim *VVT* ein energetischer Ansatz gewählt, indem die Schwellenwertspannungsintensität mit der spezifischen Energie γ_{HAC} , die zur wasserstoffassistierten Initiierung eines Risses aufgebracht werden muss, in Verbindung gebracht wurde (**Ansatz II**). Bei der Herleitung der Theorie zur *HAC* in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe wurde davon ausgegangen, dass im Kerbgrund der *CNT*-Probe zunächst kein Riss vorliegt. Der gewählte Ansatz beschäftigt sich daher zunächst einmal nicht mit einem Risswachstumsproblem, wie es üblicherweise bei der Untersuchung umweltbedingter Rissbildungen betrachtet wird, sondern mit der Problematik der Initiierung eines Risses mit definierter Risslänge und Rissgeometrie. Aufgrund dieser energetischen Betrachtung ist die minimale Vorspannkraft L_{HAC} die eigentliche Bestimmungsgröße, mit der – durch die Anwendung der hergeleiteten Theorie – auf K_{IHAC} zurückgeschlossen wird. Hierin liegt der wesentliche Unterschied des *VVT* gegenüber den standardisierten und etablierten Prüfverfahren, bei denen die Risswachstumskinetik darüber bestimmt, ob eine Spannungsintensität als Schwellenwertspannungsintensität bezeichnet wird. Da die Risswachstumskinetik von zahlreichen Faktoren abhängt, die sich innerhalb der Prüfdauer zeitlich verändern können ist die aus dem Energiegleichgewicht bestimmte Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} unabhängiger von sich zeitlich verändernden Einflüssen und somit zuverlässiger.

5.3 Kerbbedingte Spannungsüberhöhungen

Aufgrund der energetischen Betrachtung bei der Definition und der Bestimmung der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} , konnte auch ein Weg gefunden werden, um die kerbbedingten Spannungsüberhöhungen bei der wasserstoffassistierten Rissinitiierung zu berücksichtigen und ihren Einfluss zu quantifizieren. Bei einer rein kinetischen Bestimmung von K_{IHAC} würde das Rissspitzen Spannungsfeld stets gegenüber dem Spannungsfeld an der ursprünglichen Kerbe dominieren, wodurch der Einfluss der Kerbgeometrie auf die Bauteilanfälligkeit gegenüber einer *HAC* nicht bestimmt werden könnte. Da beim *VVT* vordergründig die Rissinitiierung betrachtet wird und somit zu Beginn der Verspannung kein Rissspitzen Spannungsfeld besteht, kann der Einfluss des kerbbedingten Spannungsfeldes auf die wasserstoffassistierte Rissinitiierung ebenfalls abgeschätzt und quantifiziert werden. So hängt die anfängliche Spannungsintensität K_{I0} gemäß Gl. (4.33) sowohl von der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} als auch von der Kerbformzahl

α_k , dem Kerbradius ρ_k und dem Durchmesser im Kerbgrund w_k ab. Die kerbbedingten Spannungsüberhöhungen σ_{yy} bewirken eine gegenüber der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} erhöhte Spannungsintensität an der Spitze des initiierten Risses, mit $K_{I0} > K_{IHAC}$. Interessant ist der in Gl. (4.35) gezeigte Grenzwert $K_{I_{max}} = \alpha_k \cdot K_{IHAC}$ für $x_H \rightarrow 0$, d.h. für einen infinitesimalen Riss im Kerbgrund. Dabei ist $K_{I_{max}}$ sowohl von K_{IHAC} als auch von der Kerbformzahl α_k abhängig. Das physikalische Maximum, das $K_{I_{max}}$ nicht überschreiten kann, ist die Bruchzähigkeit K_{Ic} des Werkstoffs. Daraus ergibt sich für infinitesimale Risse die Forderung:

$$K_{IHAC} \leq \frac{K_{Ic}}{\alpha_k} \quad (5.1)$$

Im rein theoretischen Falle der Initiierung eines infinitesimalen Risses mit $K_{Ic} = K_{IHAC} \cdot \alpha_k$ würde unmittelbar nach der Rissinitiierung das instabile Risswachstum einsetzen. Hingegen weist ein Riss mit einer Länge

$$a_i \leq \frac{w_k}{24} \quad (5.2)$$

eine im Vergleich zu K_{IHAC} erhöhte anfängliche Spannungsintensität K_{I0} im Bereich

$$1 < K_{I0}/K_{IHAC} \leq \alpha_k \quad (5.3)$$

auf. Dabei fällt K_{I0} mit steigender Länge des initiierten Risses kontinuierlich ab und erreicht bei einer Länge von $x_H \approx w_k/12$ ein Minimum (vgl. mit *Abbildung 4.6* bis *Abbildung 4.9*). Genauso wie bei der Polstelle bei $x_H = w_k/6$ haben die hohen anfänglichen Spannungsintensitäten im Bereich $0 < x_H < w_k/24$ zur Folge, dass der initiierte Riss schnell auf die kritische Risslänge a_c heranwächst und in den Restgewaltbruch übergeht. Aufgrund der schnellen radialen Risswachstumsgeschwindigkeit kann sich der Riss nicht vollständig umlaufend ausbilden, wodurch bei kurzen Beladungsdauern und geringen Wasserstoffeindringtiefen sichelförmige Risse entstehen, wie sie, in *Abbildung 3.5* gezeigt, für $t_H = 5 \text{ min}$ und $L_F = 40 \text{ kN}$ am Beispiel der Probe A-W1-14.9 beobachtet wurden. Hierin ist die in *Abbildung 4.10* gezeigte Untergrenze der Anwendbarkeit des VVT begründet, die in *Kapitel 4.4* aufgrund der experimentellen Beobachtungen mit $x_H \geq w_k/24$ angegeben wurde.

Die beiden in dieser Arbeit untersuchten Probengeometrien decken zwei Kerbformzahlen ab, nämlich $\alpha_k = 4,33$ für die Geometrie (A) sowie $\alpha_k = 2,82$ für die Geometrie (B). Die in *Abbildung 4.7* und *Abbildung 4.8* gezeigten Ergebnisse für die beiden Proben der Geometrie (A) zeigen in beiden Fällen den Zusammenhang $K_{Ic} = K_{I_{max}}$. Andererseits wurde bei den in *Abbildung 4.9* gezeigten Ergebnissen für Proben der Geometrie (B) stets der Zusammenhang $K_{Ic} > K_{I_{max}}$ erhalten. Somit stimmen die bisher erzielten experimentellen Ergebnisse gut mit dem theoretisch hergeleiteten Zusammenhang überein. Für eine statistische Bekräftigung dieser Annahme sind weitere Proben

mit unterschiedlichen Kerbformzahlen erforderlich, die im Rahmen der durchgeführten Arbeiten nicht zur Verfügung standen. Eine Zusammenfassung aller bestimmten Schwellenwertspannungsintensitätsfaktoren K_{IHAC} sowie Bruchzähigkeiten K_{Ic} und maximalen Spannungsintensitäten $K_{I_{max}}$ enthält **Tabelle 5.1**.

Tabelle 5.1: Aus dem Energiegleichgewicht der Rissinitiierung (Ansatz II) bestimmte Spannungsintensitäten $K_{I_{max}}$ und K_{IHAC} sowie mittels Ansatz III bestimmte Bruchzähigkeiten K_{Ic} , für verschiedene Proben und Kerbformzahlen α_k .

Parameter		$K_{Ic} (MPa\sqrt{m})$	$K_{I_{max}} (MPa\sqrt{m})$	$K_{IHAC} (MPa\sqrt{m})$	α_k	K_{Ic} / K_{IHAC}
Probe						
I	A-W1-14.9	96,6 ± 6,4	98,5 ± 8,0	22,8 ± 1,8	4,33	4,24
II	A-W2-12.9	106,5 ± 8,0	108,7 ± 7,0	25,1 ± 1,6	4,33	4,24
III	B-W1-12.9	84,0 ± 4,3	62,9 ± 3,7	22,3 ± 1,3	2,82	3,77
IV	B-W3-12.9	85,8 ± 5,9	52,5 ± 4,4	18,5 ± 1,6	2,82	4,64
V	B-W4-12.9	81,5 ± 7,1	36,7 ± 4,9	13,0 ± 1,7	2,82	6,27

5.4 Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H

Der Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H wurde in dieser Arbeit mit allen drei Ansätzen abgeschätzt, wobei die Ergebnisse aller durchgeführten Vorgehensweisen in **Tabelle 5.2** einander gegenübergestellt sind. Bei der ersten Vorgehensweise wurde die Risswachstumskinetik ausgewertet, indem $\sqrt{t_F}$ als Funktion von $\sqrt{t_H}$ aufgetragen wurde (**Ansatz I**). Das Ergebnis dieser Auftragung wurde für jede untersuchte Probe mit einer linearen Regression gemäß Gl. (4.6) ausgewertet, wodurch der Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H sowie ein Risswachstumskoeffizient D_G erhalten wurden. Bei dieser Art der Auswertung fließen die Zeit zum Versagen t_F sowie die vermessene kritische Risslänge a_c in die Auswertung mit ein. Die angegebenen Messunsicherheiten berücksichtigen die Messunsicherheiten der Geradensteigung und des Ordinatenachsenabschnitts sowie die Messunsicherheiten der kritischen Risslänge a_c , der Zeit zum Versagen t_F und die Messabweichung der Wasserstoffbeladungsdauer t_H von $u_{t_H} = \pm 90$ s.

Bei der zweiten Vorgehensweise wurde das Energiegleichgewicht der Rissinitiierung ausgewertet, wobei der Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H neben dem Schwellenwert K_{IHAC} als Anpassungsparameter behandelt wurde (**Ansatz II**). Dabei wurde D_H so angepasst, dass die mittels D_H berechneten Wasserstoffeindringtiefen innerhalb des Intervalls $0 < x_H < w_k/6$ liegen und gut mit der hergeleiteten Modellgleichung übereinstimmen. Bei dieser Art der Auswertung wird D_H ohne die Berücksichtigung der kritischen Risslänge a_c sowie der Zeit zum Versagen t_F bestimmt.

Tabelle 5.2: Bestimmung des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H durch Auswertung der Risswachstumskinetik (Ansatz I und Ansatz III) sowie durch die Auswertung des Energiegleichgewichts der Rissinitiation (Ansatz II).

Methode		Ansatz I (Gl. 4.6)	Ansatz II (Gl. 4.34)	Ansatz III (Gl. 4.14)
		D_H (m^2/s) · 10 ¹¹	D_H (m^2/s) · 10 ¹¹	D_H (m^2/s) · 10 ¹¹
I	A-W1-14.9	4,5 ± 1,7	3,1 ± 0,2	3,3 ± 0,9
II	A-W2-12.9	6,6 ± 3,5	5,1 ± 0,7	7,2 ± 2,3
III	B-W1-12.9	3,1 ± 0,7	2,8 ± 0,4	2,9 ± 0,6
IV	B-W3-12.9	12,4 ± 2,5	----	13,3 ± 3,3
V	B-W4-12.9	25,7 ± 10,9	12,9 ± 2,0	20,2 ± 5,3

Die angegebenen Unsicherheiten berücksichtigen die Abweichung der Datenpunkte $L_{HAC}(t_H)$ von der Modellgleichung, unter Berücksichtigung der Messabweichung der Wasserstoffbeladungsdauer von $u_{t_H} = \pm 90$ s sowie der unteren Fehlergrenze ΔL_{HAC} der minimalen Vorspannkraft.

Bei **Ansatz III** handelt es sich ebenfalls um einen kinetischen Ansatz, wobei im Gegensatz zu **Ansatz I** der Risswachstumskoeffizient D_G als Funktion von der Bruchspannung σ_F dargestellt werden konnte, wodurch die Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe hinsichtlich D_H ermöglicht wurde. Bei den mittels **Ansatz III** gezeigten Ergebnissen handelt es sich um Mittelwerte und mittlere Unsicherheiten aus bei verschiedenen Beladungsdauern t_H bestimmten Wasserstoffdiffusionskoeffizienten. Die angegebenen mittleren Messunsicherheiten berücksichtigen die Einzelunsicherheiten der kritischen Risslänge a_c , der Zeit zum Versagen t_F , der Bruchspannung σ_F sowie die Messabweichung der Wasserstoffbeladungsdauer t_H .

Die in *Tabelle 5.2* gezeigten Ergebnisse verdeutlichen, dass mit allen drei Herangehensweisen ähnliche Wasserstoffdiffusionskoeffizienten bestimmt wurden. Bei **Ansatz I** handelt es sich um die fehlerbehaftetste Herangehensweise, da neben den Unsicherheiten der Eingangsgrößen a_c , t_F und t_H die Messunsicherheiten der Geradensteigung $\sqrt{D_H/D_G}$ und des Achsenabschnitts $a_c/\sqrt{4D_G}$ in die Berechnung von D_H und D_G einfließen. Weiterhin wurde die Spannungsabhängigkeit der kritischen Risslänge a_c bei diesem Ansatz nicht berücksichtigt, sodass mit einer mittleren, idealisierten Risslänge gerechnet wurde. Einen geringeren Fehler weisen die mittels **Ansatz III** bestimmten Wasserstoffdiffusionskoeffizienten auf, da in diesem Fall die Spannungsabhängigkeit der kritischen Risslänge berücksichtigt wurde. Deshalb, sowie aufgrund des hohen in *Kapitel 4.5.4* bestimmten Vertrauensniveaus der Mittels **Ansatz III** bestimmten Diffusionskoeffizienten $D_H \pm u_{D_H}$,

wird den mittels **Ansatz III** bestimmten Diffusionskoeffizienten eine höhere Glaubwürdigkeit zugeschrieben als den mittels **Ansatz I** bestimmten Diffusionskoeffizienten.

Die geringste Messunsicherheit liegt für die mit **Ansatz II** bestimmten Wasserstoffdiffusionskoeffizienten vor, da diese lediglich von der Messabweichung der Wasserstoffbeladungsdauer sowie der unteren Fehlergrenze ΔL_{HAC} der minimalen Vorspannkraft abhängen. Beim Vergleich der mittels **Ansatz II** bestimmten Werte mit den gemäß **Ansatz III** bestimmten Werten fällt auf, dass die Werte bei geringen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten (z.B. A-W1-14.9 mit $(3,1 \pm 0,2) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ für **Ansatz II** und $(3,3 \pm 0,9) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ für **Ansatz III**) nahezu übereinstimmen, während sie sich bei hohen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten (z.B. B-W4-12.9 mit $(12,9 \pm 2,0) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ für **Ansatz II** und $(20,1 \pm 5,3) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ für **Ansatz III**) signifikant unterscheiden. Eine Erklärung hierfür ist, dass der Wasserstoffdiffusionskoeffizient beim energetischen Ansatz nur aus der Länge a_i des initiierten Risses bestimmt wird, während der Anteil des diffusionskontrollierten Risswachstums unberücksichtigt bleibt. Entsprechend des in *Abbildung 4.1* gezeigten Modells kann die Länge des initiierten Risses maximal der Wasserstoffeindringtiefe x_H entsprechen, sie kann jedoch auch geringer ausfallen. Werkstoffe mit einem hohen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten weisen gleichzeitig eine geringere Wasserstofflöslichkeit auf, wobei die Löslichkeit sich antiproportional zum Diffusionskoeffizienten verhält.¹¹⁸⁻¹²¹ Aus diesem Grund liegt bei gleichen Wasserstoffbeladungsbedingungen bei Werkstoffen mit einem hohen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten eine geringere maximale Wasserstoffkonzentration im mit Wasserstoff beladenen Randbereich vor als bei Werkstoffen mit einem vergleichsweise geringen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten. Weiterhin nimmt die Wasserstoffkonzentration, ausgehend vom Konzentrationsmaximum, mit steigendem Abstand zur Oberfläche weiter ab. Die Möglichkeit, dass die Länge des initiierten Risses kleiner ausfällt als die Länge der Wasserstoffeindringtiefe ($a_i < x_H$) ist deshalb für Werkstoffe mit einem hohen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten wahrscheinlicher als für Werkstoffe mit einem geringen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten. Für $a_i < x_H$ wird mit dem energetischen **Ansatz II** stets ein zu kleiner Diffusionskoeffizient bestimmt. Hingegen kann mit dem kinetischen **Ansatz III** der Fall $a_i < x_H$ leichter ausgeglichen werden, da dieser Ansatz die gesamte Risslänge, inklusive der Länge des diffusionskontrollierten Risswachstums berücksichtigt. Somit ist der gemäß **Ansatz III** und *Gl. (4.14)* bestimmte Wasserstoffdiffusionskoeffizient ein Maß für die tatsächliche Wasserstoffeindringtiefe, während es sich beim gemäß **Ansatz II** bestimmten Diffusionskoeffizienten um ein Maß der Länge a_i des initiierten Risses handelt.

Die mittels **Ansatz III** bestimmten Wasserstoffdiffusionskoeffizienten sind in guter Übereinstimmung mit aus der Literatur bekannten sowie eigens mittels Trägergasheißgasextraktion bestimmten Werten.^{28,122} Eisen mit einem Reinheitsgrad von 99,99 Gew. % weist bei Raumtemperatur einen

Wasserstoffdiffusionskoeffizienten von $D_H \approx 9,4 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ auf.²⁴ Die Wechselwirkung des Wasserstoffs mit Defekten des Stahls reduziert diesen optimalen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten, sodass ferritische Stähle bei Raumtemperatur einen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten von bis zu $1,0 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ aufweisen.⁶⁸ Mittels Trägergasheißgasextraktion wurde für die Probe B-W1-12.9 ein Wasserstoffdiffusionskoeffizient von $D_H = 2,2 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ bestimmt.¹²² Eine modifizierte experimentelle Vorgehensweise ergab für die gleiche Probe einen Wasserstoffdiffusionskoeffizienten von $D_H = 3,8 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$.²⁸ Beide Werte sind in guter Übereinstimmung mit den in *Tabelle 5.2* gezeigten Diffusionskoeffizienten. Vergleichbare Wasserstoffdiffusionskoeffizienten für hochfeste ferritische Stähle mit einer Bruchzähigkeit von etwa $95 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ haben beispielsweise *Wang et al.* bestimmt.³³ Für einen vergleichbaren Werkstoff bestimmten *Padhy et al.* mittels Trägergasheißgasextraktion einen Diffusionskoeffizienten von $4,18 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$.¹²³ Die aus der Literatur bekannten Werte unterstreichen die Plausibilität der in dieser Arbeit bestimmten Wasserstoffdiffusionskoeffizienten.

5.5 Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe

Die Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe $L(t)$ hinsichtlich der Parameter D_H , K_{IHAC} und K_{Ic} sowie hinsichtlich der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit v_{Riss} bildet die attraktivste Möglichkeit zur Anwendung der Theorie der HAC in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe (*Ansatz III*), da theoretisch nur ein Kraft-Zeit-Verlauf bei der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} sowie die zugehörige Bruchfläche erforderlich sind, um die Bewertungsparameter zu bestimmen. Bezugnehmend auf die in den *Anhängen A-1* bis *A-12* durchgeführte Fehlerrechnung sowie die in *Kapitel 4.5.4* berechneten Vertrauensniveaus liefert die Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe plausible und vertrauenswürdige Ergebnisse. Die bestimmten Bruchzähigkeiten K_{Ic} sind stets unabhängig von der Wasserstoffbeladungsdauer. Die für verschiedene Beladungsdauern bestimmten arithmetischen Mittelwerte weisen akzeptable empirische Standardabweichungen zwischen 1 % und 10 % des Mittelwertes auf. Die nach den Regeln der Fehlerfortpflanzung ermittelten relativen Messunsicherheiten $u_{K_{Ic}}$ betragen zwischen 5 % und 9 % des Mittelwertes, wobei das Intervall $K_{Ic} \pm u_{K_{Ic}}$ den wahren Wert mit einer Wahrscheinlichkeit von mehr als 95 % enthält. Aufgrund des hinreichend hohen Vertrauensniveaus, der akzeptablen Messunsicherheiten sowie der Unabhängigkeit der bestimmten Werte von der Wasserstoffbeladungsdauer wird die Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} als vertrauenswürdig bewertet.

Anders sieht es bei der Auswertung hinsichtlich der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} aus. Zwar wurden auch für diesen Parameter hohe Vertrauensniveaus bei akzeptabel hohen Messunsicherheiten bestimmt, jedoch kann im Allgemeinen eine Abhängigkeit der Schwellenwertspannungsintensität von der Wasserstoffbeladungsdauer nicht ausgeschlossen werden, da es sich bei

K_{IHAC} nicht um einen Werkstoffkennwert, sondern um einen Systemkennwert handelt, der von der Wasserstoffkonzentration abhängt. Die Abhängigkeit der Schwellenwertspannungsintensität von der Wasserstoffkonzentration haben beispielsweise *Wang und Yan et al.* untersucht und folgende Korrelation aufgezeigt:³³

$$K_{IHAC} = A - B \cdot \ln(c_H) \quad (5.4)$$

Dabei sind A und B Parameter, die gemäß *Wang und Yan et al.* mit der werkstoffspezifischen Dehngrenze zusammenhängen, während es sich bei c_H um die Wasserstoffkonzentration in Massenprozent (engl.: *weight parts per million, wppm*) handelt. Die Anwendbarkeit von Gl. (5.4) wurde von *Wang und Yan* im Bereich $0,65 \text{ wppm} < c_H < 6,64 \text{ wppm}$ aufgezeigt, wobei die Parameter A und B in den Größenordnungen $19,7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} < A < 64,1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bzw. $1,4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} < B < 7,3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ liegen.³³ Da das Wasserstoffabsorptionsverhalten sich im Laufe der Beladungsdauer ändern kann, kann sich auch die Höhe und der Ort des Konzentrationsmaximums in Abhängigkeit von der Beladungszeit ändern, was eine indirekte Abhängigkeit des Parameters K_{IHAC} von der Wasserstoffbeladungsdauer zur Folge hätte. Folglich sollten bei der Bestimmung von K_{IHAC} mehrere Wasserstoffbeladungsdauern appliziert werden, um eine mögliche Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer aufzeigen zu können. Zur Untersuchung des von *Wang und Yan et al.* gezeigten Zusammenhangs gemäß Gl. (5.4) empfiehlt sich die Variation der Beladungsbedingungen bei gleichbleibender Beladungsdauer. So kann beispielsweise durch die Variation der Säurekonzentration sowie die Variation der Promotorkonzentration das Maximum des oberflächennahen Konzentrationsprofils verändert werden, während die Wasserstoffeindringtiefe konstant bleibt. Dies ermöglicht die Untersuchung von K_{IHAC} in Abhängigkeit vom lokalen Konzentrationsmaximum.

Neben der Möglichkeit zur Bestimmung der Parameter K_{IHAC} , K_{Ic} und D_H bietet der *VVT* die Möglichkeit zur Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe hinsichtlich der momentanen, radialen Risswachstumsgeschwindigkeit $v_{Riss}(t)$. Hierbei wurde gezeigt, dass der Kraftabfall proportional zur generierten Rissfläche ist, wobei der Proportionalitätsfaktor σ_{Riss} für die gesamte Verspanndauer als konstant angenommen werden kann. Weiterhin wurde gezeigt, dass die Risswachstumsgeschwindigkeit mit einem Polynom des Grades $2n$ beschrieben werden kann, wobei im Rahmen dieser Arbeit stets $n = 3$ verwendet wurde. Die Anpassungsparameter v_0 , v_1 und v_2 der polynomischen Modellgleichung steigen exponentiell mit steigender Wasserstoffeindringtiefe x_H und linear mit steigendem Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H . Dass die Geschwindigkeit des diffusionskontrollierten Risswachstums vom Wasserstoffdiffusionskoeffizienten abhängen muss ist trivial und konnte mit den in *Abbildung 4.15* gezeigten Ergebnissen bestätigt werden. Die in dieser Arbeit gewonnene Erkenntnis zur exponentiellen Abhängigkeit der Risswachstumsgeschwindigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe wurde in der Literatur bislang nicht diskutiert, und wirft Fragen bzgl.

der Aussagekraft verschiedener Prüfverfahren auf, bei denen die Wasserstoffbeladungsdauer willkürlich festgelegt wird. Wenn die Risswachstumsgeschwindigkeit sich in Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer, also in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe, exponentiell verändert, dann besteht stets die Gefahr, dass mit dem gewählten Prüfverfahren nur die Risswachstumskinetik bewertet wird. Die energetische Komponente der Rissinitiierung könnte z.B. bei nicht hinreichend hohen Beladungsdauern unbemerkt bleiben, da aufgrund des nur langsamen Risswachstums der Restgewaltbruch ausbleiben könnte. In diesem Zusammenhang liefert der *VVT* in Kombination mit der Theorie der *HAC* in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe einen wichtigen Beitrag zum Verständnis der wasserstoffassistierten Rissbildung im Allgemeinen sowie zur Auslegung von Prüf- und Bewertungsverfahren im Speziellen.

6 Fazit und Ausblick

In dieser Arbeit wurde der Vorspannkraft-Verlust-Test (VVT) zur Bewertung der Anfälligkeit umlaufend gekerbter Rundstäbe (CNT-Proben) aus hochfestem Stahl gegenüber einer wasserstoffassistierten Rissbildung (HAC) entwickelt. Beim VVT handelt es sich um eine einfach durchführbare Methode, bei der die CNT-Proben vorab mit Wasserstoff beladen und anschließend bei einer konstanten Auslenkung verspannt werden. Mit Hilfe eines iterativen Ansatzes wird zu jeder Wasserstoffbeladungsdauer t_H eine minimale Vorspannkraft L_{HAC} bestimmt, welche zum Auslösen einer HAC überschritten werden muss. Zu jedem bestimmten L_{HAC} wird außerdem eine Zeit zum Versagen t_F und eine charakteristische Bruchfläche erhalten. Unter Einhaltung der Randbedingungen des VVT weist die Bruchfläche einen umlaufenden Riss auf, der konzentrisch mit der Bruchfläche ist. Die radiale kritische Risslänge a_c wurde im Rahmen dieser Arbeit mittels Rasterelektronenmikroskopie vermessen. Zur Auswertung der bestimmten (t_H, L_{HAC}, t_F, a_c) -Daten wurde eine Theorie der HAC in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe entwickelt. Die Theorie basiert auf dem Griffith-Kriterium für Sprödbrüche und einer einfachen Abschätzung der Diffusionslänge. Sie erlaubt die Auswertung der (t_H, L_{HAC}, t_F, a_c) -Daten hinsichtlich des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H , der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} und der kritischen Spannungsintensität K_{IC} . Weiterhin ist eine Auswertung hinsichtlich der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit v_{Riss} und der momentanen Spannungsintensität K_I möglich. Der VVT wurde an fünf CNT-Probentypen durchgeführt, die sich in der Geometrie, dem Werkstoff und der Festigkeitsklasse unterscheiden. Durch die Auswertung der für diese Proben bestimmten (t_H, L_{HAC}, t_F, a_c) -Daten mithilfe der hergeleiteten Theorie der HAC in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe konnten folgende Zusammenhänge aufgezeigt werden:

- A) Beim VVT werden umlaufende Risse, die konzentrisch mit der Bruchfläche sind erhalten, wenn D_H , t_H und der Durchmesser im Kerbgrund w_k folgende Bedingung erfüllen:

$$188 \cdot D_H \leq \frac{w_k^2}{t_H} \leq 2304 \cdot D_H$$

Außerhalb dieses Anwendungsbereichs des VVT werden andere Rissformen erhalten.

- B) Umlaufende Risse bilden sich aus, indem zunächst linsenförmige Anrisse nahe des umlaufenden Kerbgrundes initiiert werden, die in den mit Wasserstoff beladenen Randbereich wachsen. Da der Wasserstoff bei der Vorab-Wasserstoffbeladung umlaufend eingebracht wurde, wächst auch der Riss zunächst umlaufend. Sobald der Riss umfänglich voll ausgebildet ist, weist er eine radiale Länge auf, die in etwa der Wasserstoffeindringtiefe $x_H =$

$\sqrt{4D_H t_H}$ entspricht. Das weitere Risswachstum verläuft in radiale Richtung, bis die kritische radiale Risslänge a_c erreicht ist und der Bruch mit Schallgeschwindigkeit ausläuft.

- C) Der initiierte umlaufende Riss mit der radialen Risslänge x_H weist im Wesentlichen interkristalline Trennungen als mikrofraktographisches Merkmal auf, die charakteristisch für eine HAC sind. Im weiteren radialen Risswachstum nimmt der Anteil interkristalliner Trennungen kontinuierlich ab, während der Anteil transkristalliner Waben, die charakteristisch für einen duktilen Gleitbruch sind, kontinuierlich zunimmt. Beim Erreichen der kritischen Risslänge a_c kommt es zum Restgewaltbruch, wobei die Gewaltbruchfläche nur noch transkristalline Waben aufweist.
- D) Die kritische radiale Risslänge a_c kann mit folgender Gleichung abgeschätzt werden, wobei es sich bei D_G um einen Risswachstumskoeffizienten handelt, der in Anlehnung an einen Diffusionskoeffizienten die Einheit m^2/s hat:

$$a_c = x_H + a_G = \sqrt{4D_H t_H} + \sqrt{4D_G t_F} = \sqrt{4D_H} \cdot \left[\sqrt{t_H} + \left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}}\right) \cdot \sqrt{t_F} \right]$$

Bei a_G handelt es sich um die Länge des Teilrisses, der dem diffusionskontrollierten Risswachstum in radiale Richtung zugeordnet wird.

- E) Die minimale Vorspannkraft L_{HAC} nimmt mit steigender Wasserstoffbeladungsdauer zunächst ab, durchläuft ein Minimum und steigt anschließend wieder an. Die Ursache hierfür liegt im Energiegleichgewicht bei der Initiierung eines umlaufenden Risses in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe.
- F) Die Zeit zum Versagen t_F nimmt mit steigender Wasserstoffbeladungsdauer kontinuierlich ab, da x_H/a_c mit steigender Wasserstoffbeladungsdauer zunimmt, während der Anteil a_G/a_c mit steigender Beladungsdauer abnimmt. Je kürzer die Länge a_G des radialen Risswachstums ist, desto weniger Zeit braucht der Riss, um bis auf die kritische Risslänge a_c anzuwachsen.
- G) Die anfängliche Spannungsintensität K_{I0} , die an der Spitze des sich ausgebildeten umlaufenden Risses vorliegt, kann in Abhängigkeit von der Kerbgeometrie berechnet werden. Wenn die Kerbgeometrie die Bedingung

$$1 \leq \frac{\alpha_k}{2} \cdot \left(1 + \frac{\rho_k}{2x_H + \rho_k}\right) \sqrt{\frac{\rho_k(w_k - 2x_H)}{(2x_H + \rho_k)(w_k - 6x_H)}}$$

erfüllt, dann gilt für K_{I0} :

$$K_{I0} = \frac{K_{IHAC} \cdot \alpha_k}{2} \cdot \left(1 + \frac{\rho_k}{2x_H + \rho_k}\right) \sqrt{\frac{\rho_k(w_k - 2x_H)}{(2x_H + \rho_k)(w_k - 6x_H)}}$$

Dabei ist α_k die Kerbformzahl und ρ_k der Kerbradius. Wenn die Bedingung nicht erfüllt ist, dann gilt:

$$K_{I0} = K_{IHAC} \cdot \left(\frac{w_k - 2x_H}{w_k - 6x_H}\right)^{1/2}$$

- H) Die Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} ist unabhängig von der Risswachstumsgeschwindigkeit, der Wasserstoffbeladungsdauer sowie der Wasserstoffeindringtiefe. Die Abhängigkeit von K_{IHAC} von der Wasserstoffkonzentration wurde mittels geeigneter Literatur diskutiert.
- I) Die Wasserstoffeindringtiefe x_H infolge der Vorab-Wasserstoffbeladung übt Einfluss auf die anfängliche Spannungsintensität K_{I0} und die anfängliche Risswachstumsgeschwindigkeit v_{Riss} aus. Je höher x_H , desto höher K_{I0} und desto höher v_{Riss} . Die mittlere Risswachstumsgeschwindigkeit \bar{v}_{Riss} steigt ebenfalls mit steigendem x_H .
- J) Die mittlere Risswachstumsgeschwindigkeit \bar{v}_{Riss} steigt mit steigendem D_H .
- K) Nach der Rissinitiierung steigt die momentane Risswachstumsgeschwindigkeit v_{Riss} mit steigender momentaner Spannungsintensität K_I .

In Anbetracht der Fülle an gewonnenen Erkenntnissen und weiterführenden Untersuchungsmöglichkeiten ist der in dieser Arbeit entwickelte VVT in Kombination mit der Theorie der HAC in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe eine vielversprechende Methode zur Bewertung der Anfälligkeit von CNT-Proben gegenüber einer Wasserstoffversprödung. Mithilfe des VVT können alle Vorteile von CNT-Proben gegenüber den standardisierten Kompaktproben genutzt werden, ohne zunächst einen Ermüdungsanriss initiieren zu müssen. Zu diesen Vorteilen zählen die vergleichsweise geringen geometrischen Abmessungen sowie die Einfachheit der Geometrie und die damit verbundenen Vorteile bei der Probenfertigung. Weiterhin haben CNT-Proben den Vorteil, dass sie aus Produkten der industriellen Serienfertigung, wie z.B. Schrauben, sowie aus Schadensteilen gefertigt werden können. Die mittels VVT bestimmten Kennwerte an einem Schadensfall könnten beispielsweise zur Bewertung der Schadensursache herangezogen werden. Andererseits kann die Anwendung des VVT an Produkten der Serienfertigung zur Qualitätsüberprüfung und zur Qualitätssicherung angewendet werden.

Die wasserstoffassistierte Initiierung des umlaufenden Risses bietet außerdem weitere Vorteile, die bisher mit keinem bekannten Prüfverfahren zur Bewertung der wasserstoffinduzierten Sprödbrüchanfälligkeit von Stählen ausgenutzt werden konnten. Diese Vorteile ergeben sich aus dem

definierten Ausgangszustand der Rissinitiierung, d.h. aus dem mit Wasserstoff beladenen Randbereich, der mittels eines Wasserstoffkonzentrationsprofils beschrieben werden kann. Durch die gezielte Einstellung dieses Randbereiches durch die Variation der Wasserstoffbeladungsbedingungen kann die wasserstoffassistierte Sprödbruchanfälligkeit in Abhängigkeit von verschiedenen Parametern untersucht und verstanden werden. Im Rahmen der durchgeführten Arbeiten wurde einzig die Wasserstoffeindringtiefe durch die Variation der Wasserstoffbeladungsdauer verändert. In einem weiteren Schritt kann die maximale lokale Wasserstoffkonzentration bei einer gleichbleibenden Wasserstoffbeladungsdauer variiert werden, sodass die Abhängigkeit der HAC von der Wasserstoffkonzentration untersucht werden kann. Diese Abhängigkeit wurde bereits von vielen Arbeitsgruppen untersucht, wobei der überlagerte Einfluss der Wasserstoffeindringtiefe auf die bestimmte Schwellenwertspannungsintensität nicht berücksichtigt wurde.³³ Der VVT bietet die Möglichkeit zur Untersuchung des Einflusses der Wasserstoffkonzentration auf K_{IHAC} unter Berücksichtigung der Wasserstoffeindringtiefe. Innovativ ist außerdem die Möglichkeit die der VVT zur Untersuchung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Wasserstoffkonzentration und der Wasserstoffeindringtiefe bereitstellt. Dabei bietet der VVT die Möglichkeit zum Aufzeigen der Zusammenhänge zwischen der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit, der momentanen Spannungsintensität und den mikrofraktographischen Charakteristika entlang des Risspfades, wodurch ein besseres Verständnis für die Mechanismen der Wasserstoffversprödung geschaffen werden kann.

Literaturverzeichnis

1. Anderson, T. L. *Fracture mechanics. Fundamentals and applications* (Taylor & Francis, Boca Raton, FL, 2005).
2. Li, X. *et al.* Review of Hydrogen Embrittlement in Metals: Hydrogen Diffusion, Hydrogen Characterization, Hydrogen Embrittlement Mechanism and Prevention. *Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)* **33**, 759–773; 10.1007/s40195-020-01039-7 (2020).
3. Iyer, R. N. & Pickering, H. W. Mechanism and Kinetics of Electrochemical Hydrogen Entry and Degradation of Metallic Systems. *Annual Review of Materials Science* **20**, 299–338; 10.1146/annurev.ms.20.080190.001503 (1990).
4. López Freixes, M. *et al.* Revisiting stress-corrosion cracking and hydrogen embrittlement in 7xxx-Al alloys at the near-atomic-scale. *Nature communications* **13**, 4290; 10.1038/s41467-022-31964-3 (2022).
5. Louthan, M. R. Hydrogen Embrittlement of Metals: A Primer for the Failure Analyst. *J Fail. Anal. and Preven.* **8**, 289–307; 10.1007/s11668-008-9133-x (2008).
6. Schröder-Rentrop, I., Landgrebe, R., Berger, C. & Hasselmann, U. Entwicklung eines praxisgeeigneten Prüfverfahrens zur Bewertung des Wasserstoffgefährdungspotenzials von Salzsäurebeizen und zum Vergleich der Wirksamkeit von Inhibitoren. *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* **36**, 731–747; 10.1002/mawe.200500943 (2005).
7. Moody, N. R. & Thompson, A. W. (eds.). *Hydrogen effects on material behavior. Proceedings of the Fourth International Conference on the Effect of Hydrogen on the Behavior of Materials ... held at Jackson Lake Lodge, Moran, Wyoming, September 12 - 15, 1989* (TMS, Warrendale, Pa., 1990).
8. Sonsino, C. M. Light-weight design chances using high-strength steels. *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* **38**, 9–22; 10.1002/mawe.200600090 (2007).
9. Asadipoor, M. & Barnoush, A. Assessment of hydrogen embrittlement on advanced high strength steels revealed by in-situ electrochemical micro-cantilever bending test. *International Journal of Hydrogen Energy* **47**, 10112–10121; 10.1016/j.ijhydene.2022.01.091 (2022).
10. Zhao, H. *et al.* Hydrogen trapping and embrittlement in high-strength Al alloys. *Nature* **602**, 437–441; 10.1038/s41586-021-04343-z (2022).
11. Günter Gottstein. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde* (Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2007).
12. Joachim Rösler, Harald Harders, Martin Bäker. *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe* (Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2008).

-
13. Gottstein, G. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* (Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2014).
 14. Li, Y.-H. *et al.* Hydrogen induced dislocation core reconstruction in bcc tungsten. *Acta Materialia* **226**, 117622; 10.1016/j.actamat.2022.117622 (2022).
 15. Dong, L. *et al.* Application of atomic simulation for studying hydrogen embrittlement phenomena and mechanism in iron-based alloys. *International Journal of Hydrogen Energy* **47**, 20288–20309; 10.1016/j.ijhydene.2022.04.119 (2022).
 16. Feaugas, X. & Delafosse, D. 9 - Hydrogen and Crystal Defects Interactions: Effects on Plasticity and Fracture. In "*Mechanics - microstructure - corrosion*" coupling. *Concepts, experiments, modeling and cases*, edited by C. Blanc & I. Aubert (ISTE Press; Elsevier, London, Kidlington, Oxford, 2019), pp. 199–222.
 17. Deng, W., Xiong, L. Y., Lung, C. W., Wang, S. H. & Guo, J. T. Interaction of hydrogen and boron with defects in polycrystalline Ni3Al alloys investigated by the positron annihilation technique. *Intermetallics* **5**, 265–269; 10.1016/S0966-9795(96)00094-5 (1997).
 18. Tsay, L. W., Chi, M. Y., Wu, Y. F., Wu, J. K. & Lin, D.-Y. Hydrogen embrittlement susceptibility and permeability of two ultra-high strength steels. *Corrosion Science* **48**, 1926–1938; 10.1016/j.corsci.2005.05.042 (2006).
 19. Galliano, F. *et al.* Effect of trapping and temperature on the hydrogen embrittlement susceptibility of alloy 718. *Materials Science and Engineering: A* **611**, 370–382; 10.1016/j.msea.2014.06.015 (2014).
 20. Review of metal carbide nanoprecipitate effects on hydrogen embrittlement of high strength martensitic steel. *Anti-Corrosion Methods and Materials* **69**, 409–416; 10.1108/ACMM-03-2022-2633.
 21. Teus, S. M., Savvakina, D. G., Ivasishin, O. M. & Gavriljuk, V. G. Hydrogen migration and hydrogen-dislocation interaction in austenitic steels and titanium alloy in relation to hydrogen embrittlement. *International Journal of Hydrogen Energy* **42**, 2424–2433; 10.1016/j.ijhydene.2016.09.212 (2017).
 22. Yokobori, A.T., Chinda, Y., Nemoto, T., Satoh, K. & Yamada, T. The characteristics of hydrogen diffusion and concentration around a crack tip concerned with hydrogen embrittlement. *Corrosion Science* **44**, 407–424; 10.1016/S0010-938X(01)00095-6 (2002).
 23. Depover, T., Wallaert, E. & Verbeken, K. Fractographic analysis of the role of hydrogen diffusion on the hydrogen embrittlement susceptibility of DP steel. *Materials Science and Engineering: A* **649**, 201–208; 10.1016/j.msea.2015.09.124 (2016).
 24. Hideki Hagi. Diffusion Coefficient of Hydrogen in Iron without Trapping by Dislocations and Impurities. *Mater. Trans., JIM* **35**, 112–117; 10.2320/matertrans1989.35.112 (1994).

-
25. Addach, H., Berçot, P., Rezrazi, M. & Takadoum, J. Study of the electrochemical permeation of hydrogen in iron. *Corrosion Science* **51**, 263–267; 10.1016/j.corsci.2008.10.024 (2009).
 26. Iyer, R. N., Pickering, H. W. & Zamanzadeh, M. Analysis of Hydrogen Evolution and Entry into Metals for the Discharge-Recombination Process. *J. Electrochem. Soc.* **136**, 2463–2470; 10.1149/1.2097429 (1989).
 27. Iyer, R. N., Pickering, H. W. & Zamanzadeh, M. A mechanistic analysis of hydrogen entry into metals during cathodic hydrogen charging. *Scripta Metallurgica* **22**, 911–916; 10.1016/s0036-9748(88)80074-7 (1988).
 28. Brilz, M., Biehler, J., Hoche, H. & Oechsner, M. Development of a hydrogen absorption model to determine absorption kinetics and diffusion coefficients by means of carrier gas hot extraction. *International Journal of Hydrogen Energy* **43**, 10496–10501; 10.1016/j.ijhydene.2018.04.101 (2018).
 29. Rösler, J., Harders, H. & Bäker, M. *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe* (Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2012).
 30. Gross, D. *Bruchmechanik. Mit einer Einführung in die Mikromechanik*. 4th ed. (Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2007).
 31. Thomas, R. L. S., Scully, J. R. & Gangloff, R. P. Internal hydrogen embrittlement of ultrahigh-strength AERMET 100 steel. *Metall Mater Trans A* **34**, 327–344; 10.1007/s11661-003-0334-3 (2003).
 32. Murakami, Y., Kanezaki, T. & Sofronis, P. Hydrogen embrittlement of high strength steels: Determination of the threshold stress intensity for small cracks nucleating at nonmetallic inclusions. *Engineering Fracture Mechanics* **97**, 227–243; 10.1016/j.engfracmech.2012.10.028 (2013).
 33. Wang, G. *et al.* Hydrogen embrittlement assessment of ultra-high strength steel 30CrMnSiNi2. *Corrosion Science* **77**, 273–280; 10.1016/j.corsci.2013.08.013 (2013).
 34. Gerberich, W. W. & Chen, Y. T. Hydrogen-controlled cracking—An approach to threshold stress intensity. *Metall Mater Trans A* **6**, 271–278; 10.1007/BF02667281 (1975).
 35. E08 Committee. *Test Method for Determining Threshold Stress Intensity Factor for Environment-Assisted Cracking of Metallic Materials* (ASTM International, West Conshohocken, PA,).
 36. *DIN EN ISO 7539-6:2018-12, 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 (ISO_7539-6:2018); Deutsche Fassung EN_ISO_7539-6:2018* (Beuth Verlag GmbH, Berlin,).
 37. *Validity requirement for the CNT small specimen testing procedure to evaluate fracture toughness* (Citeseer, 2001).

-
38. Stark, H. L. & Ibrahim, R. N. Estimating fracture toughness from small specimens. *Engineering Fracture Mechanics* **25**, 395–401; 10.1016/0013-7944(86)90253-5 (1986).
39. Ibrahim, R. N. & Stark, H. L. Establishing K_{Ic} from eccentrically fatigue cracked small circumferentially grooved cylindrical specimens. *Int J Fract* **44**, 179–188; 10.1007/BF00035515 (1990).
40. Toribio, J., Matos, J. C. & González, B. Notch effect on the stress intensity factor in tension-loaded circumferentially cracked bars. *Engineering Fracture Mechanics* **202**, 436–444; 10.1016/j.engfracmech.2018.08.021 (2018).
41. Wang, Z., Qiang, H., Wang, J. & Duan, L. Experimental Investigation on Fracture Properties of HTPB Propellant with Circumferentially Notched Cylinder Sample. *Propellants Explo Pyrotec* **47**, 149; 10.1002/prop.202200046 (2022).
42. Ibrahim, R. N. & Kotousov, A. Eccentricity correction for the evaluation of fracture toughness from cylindrical notched test small specimens. *Engineering Fracture Mechanics* **64**, 49–58; 10.1016/S0013-7944(99)00056-9 (1999).
43. *Validity requirement for the CNT small specimen testing procedure to evaluate fracture toughness* (2001).
44. Dieterle, H. *Handbuch der ultrahochfesten Schrauben*. 1st ed. (Vogel Communications Group, Würzburg, 2020).
45. Ibrahim, R. N. & Stark, H. L. Validity requirements for fracture toughness measurements obtained from small circumferentially notched cylindrical specimens. *Engineering Fracture Mechanics* **28**, 455–460; 10.1016/0013-7944(87)90190-1 (1987).
46. Padekar, B. S., Raja, V. S. & Raman, R. S. Stress corrosion cracking of a wrought Mg–Mn alloy under plane strain and plane stress conditions. *Engineering Fracture Mechanics* **102**, 180–193; 10.1016/j.engfracmech.2013.02.018 (2013).
47. Raman, R. S., Rihan, R. & Ibrahim, R. N. Role of imposed potentials in threshold for caustic cracking susceptibility (KISCC): Investigations using circumferential notch tensile (CNT) testing. *Corrosion Science* **49**, 4386–4395; 10.1016/j.corsci.2007.05.022 (2007).
48. Raykar, N. R., Maiti, S. K., Singh Raman, R. K. & Aryan, S. Study of hydrogen concentration dependent growth of external annular crack in round tensile specimen using cohesive zone model. *Engineering Fracture Mechanics* **106**, 49–66; 10.1016/j.engfracmech.2013.04.007 (2013).
49. Raykar, N. R., Singh Raman, R. K., Maiti, S. K. & Choudhary, L. Investigation of hydrogen assisted cracking of a high strength steel using circumferentially notched tensile test. *Materials Science and Engineering: A* **547**, 86–92; 10.1016/j.msea.2012.03.086 (2012).

-
50. Rihan, R. *et al.* Stress Corrosion Cracking of SA-543 High-Strength Steel in All-Volatile Treatment Boiler Feed Water. *J. of Materi Eng and Perform* **24**, 3773–3782; 10.1007/s11665-015-1681-0 (2015).
51. Rihan, R., Raman, R. S. & Ibrahim, R. N. Circumferential notched tensile (CNT) testing of cast iron for determination of threshold (KISCC) for caustic crack propagation. *Materials Science and Engineering: A* **407**, 207–212; 10.1016/j.msea.2005.06.055 (2005).
52. Rihan, R., Raman, R. S. & Ibrahim, R. N. Circumferential notched tensile (CNT) tests for generating Kiscc data for cast iron vessels used in hot caustic solutions. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* **83**, 388–393; 10.1016/j.ijpvp.2006.02.019 (2006).
53. Singh, D. K., Maiti, S. K., Bhandakkar, T. K. & Raman, R. S. Efficient approach for cohesive zone based three-dimensional analysis of hydrogen-assisted cracking of a circumferentially notched round tensile specimen. *International Journal of Hydrogen Energy* **42**, 15943–15955; 10.1016/j.ijhydene.2017.05.064 (2017).
54. Singh, D. K., Singh Raman, R. K., Maiti, S. K., Bhandakkar, T. K. & Pal, S. Investigation of role of alloy microstructure in hydrogen-assisted fracture of AISI 4340 steel using circumferentially notched cylindrical specimens. *Materials Science and Engineering: A* **698**, 191–197; 10.1016/j.msea.2017.05.056 (2017).
55. Singh Raman, R. K., Rihan, R. & Ibrahim, R. N. Validation of a novel approach to determination of threshold for stress corrosion cracking (KISCC). *Materials Science and Engineering: A* **452-453**, 652–656; 10.1016/j.msea.2006.11.067 (2007).
56. Ibrahim, R. N., Rihan, R. & Raman, R. S. Validity of a new fracture mechanics technique for the determination of the threshold stress intensity factor for stress corrosion cracking (Kiscc) and crack growth rate of engineering materials. *Engineering Fracture Mechanics* **75**, 1623–1634; 10.1016/j.engfracmech.2007.06.007 (2008).
57. F07 Committee. *Terminology Relating to Hydrogen Embrittlement Testing* (ASTM International, West Conshohocken, PA,).
58. *Hydrogen assisted cracking of high strength alloys* (2003).
59. Gangloff, R. P. & Wei, R. P. Gaseous hydrogen embrittlement of high strength steels. *Metall Mater Trans A* **8**, 1043–1053; 10.1007/BF02667388 (1977).
60. Crank, J. *The mathematics of diffusion*. 2nd ed. (Clarendon Press, Oxford, 1976).
61. Li, Q. *et al.* Study on Hydrogen Content in Cord Steel by Carrier gas hot extraction. *MATEC Web Conf.* **319**, 2001; 10.1051/mateconf/202031902001 (2020).
62. Rhode, M. *et al.* Hydrogen determination in welded specimens by carrier gas hot extraction—a review on the main parameters and their effects on hydrogen measurement. *Weld World* **63**, 511–526; 10.1007/s40194-018-0664-9 (2019).

-
63. Goto, H., Ikeda, S. & Hosoya, M. Determination of Hydrogen in Iron and Steel by the Argon Gas Carrier Hot Extraction Method. *J. Japan Inst. Metals and Materials* **28**, 764–767; 10.2320/jinstmet1952.28.11_764 (1964).
64. T. Nagashima *et al.* Interfacial hydrogen localization in austenite/martensite dual-phase steel visualized through optimized silver decoration and scanning Kelvin probe force microscopy. *Materials and Corrosion* **68**, 306–310; 10.1002/maco.201609104 (2017).
65. Yao, J. & Cahoon, J. R. Experimental studies of grain boundary diffusion of hydrogen in metals. *Acta Metallurgica et Materialia* **39**, 119–126; 10.1016/0956-7151(91)90333-v (1991).
66. Yao, J. & Cahoon, J. R. The use of silver decoration technique in the study of hydrogen transport in metallic materials. *Metall Mater Trans A* **21**, 603–608; 10.1007/BF02671932 (1990).
67. Koyama, M., Yamasaki, D., Nagashima, T., Tasan, C. C. & Tsuzaki, K. In situ observations of silver-decoration evolution under hydrogen permeation: Effects of grain boundary misorientation on hydrogen flux in pure iron. *Scripta Materialia* **129**, 48–51; 10.1016/j.scrip-tamat.2016.10.027 (2017).
68. Nagumo, M. *Fundamentals of Hydrogen Embrittlement* (Springer Singapore Pte. Limited, Singapore, 2016).
69. Hickel, T. *et al.* Ab Initio Based Understanding of the Segregation and Diffusion Mechanisms of Hydrogen in Steels. *JOM* **66**, 1399–1405; 10.1007/s11837-014-1055-3 (2014).
70. Ismer, L., Hickel, T. & Neugebauer, J. Ab initio study of the solubility and kinetics of hydrogen in austenitic high Mn steels. *Phys. Rev. B* **81**, 627; 10.1103/PhysRevB.81.094111 (2010).
71. Du, Y. A. *et al.* First-principles study on the interaction of H interstitials with grain boundaries in α - and γ -Fe. *Phys. Rev. B* **84**, 456; 10.1103/PhysRevB.84.144121 (2011).
72. Hüter, C. *et al.* Multiscale Modelling of Hydrogen Transport and Segregation in Polycrystalline Steels. *Metals* **8**, 430; 10.3390/met8060430 (2018).
73. Davide di Stefano. *First-principles investigation of hydrogen interaction with metals* (2016).
74. Yamaguchi, M. First-Principles Study on the Grain Boundary Embrittlement of Metals by Solute Segregation: Part I. Iron (Fe)-Solute (B, C, P, and S) Systems. *Metall Mater Trans A* **42**, 319–329; 10.1007/s11661-010-0381-5 (2011).
75. Yamaguchi, M. *et al.* First-Principles Study on the Grain Boundary Embrittlement of Metals by Solute Segregation: Part II. Metal (Fe, Al, Cu)-Hydrogen (H) Systems. *Metall Mater Trans A* **42**, 330–339; 10.1007/s11661-010-0380-6 (2011).
76. Geng, W.-T., Freeman, A. J., Olson, G. B., Tateyama, Y. & Ohno, T. Hydrogen-Promoted Grain Boundary Embrittlement and Vacancy Activity in Metals: Insights from *Ab Initio* Total Energy Calculations. *Mater. Trans.* **46**, 756–760; 10.2320/matertrans.46.756 (2005).

-
77. Rice, J. R. & Wang, J.-S. Embrittlement of interfaces by solute segregation. *Materials Science and Engineering: A* **107**, 23–40; 10.1016/0921-5093(89)90372-9 (1989).
78. Birnbaum, H. K. & Sofronis, P. Hydrogen-enhanced localized plasticity—a mechanism for hydrogen-related fracture. *Materials Science and Engineering: A* **176**, 191–202; 10.1016/0921-5093(94)90975-x (1994).
79. Zheng, Z. *et al.* Studying the effects of hydrogen on dislocation mobility and multiplication in nickel by phase-field method. *Mechanics of Materials* **173**, 104443; 10.1016/j.mechmat.2022.104443 (2022).
80. Lin, M. *et al.* A predictive model unifying hydrogen enhanced plasticity and decohesion. *Scripta Materialia* **215**, 114707; 10.1016/j.scriptamat.2022.114707 (2022).
81. Perez, N. *Fracture Mechanics* (Springer International Publishing, Cham, 2017).
82. Hertzberg, R. W., Vinci, R. P. & Hertzberg, J. L. *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*. 5th ed. (Wiley, Hoboken, NJ, 2013).
83. Bürgel, R. *Werkstoffmechanik. Bauteile Sicher Beurteilen und Werkstoffe Richtig Einsetzen*. 2nd ed. (Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH, Wiesbaden, 2014).
84. *The elastic stress field near the tip of a blunt crack* (1966).
85. Pilkey, W. D., Pilkey, D. F. & Bi, Z. *Peterson's Stress Concentration Factors* (John Wiley & Sons, 2020).
86. Brilz, M., Hoche, H. & Oechsner, M. Hydrogen-assisted cracking (HAC) of high-strength steels as a function of the hydrogen pre-charging time. *Engineering Fracture Mechanics* **261**, 108246; 10.1016/j.engfracmech.2022.108246 (2022).
87. Brilz, M., Hoche, H., Oechsner, M. (ed.). *A method for the investigation of the diffusion-controlled growth rate of circumferential hydrogen-induced cracks in round bars made of high-strength steels* (Stahlinstitut VDEh, Düsseldorf, 2021).
88. *DIN EN ISO 17081:2014-10, Elektrochemisches Verfahren zur Messung der Wasserstoffpermeation und zur Bestimmung von Wasserstoffaufnahme und -transport in Metallen (ISO_17081:2014); Deutsche Fassung EN_ISO_17081:2014* (Beuth Verlag GmbH, Berlin,).
89. Internationale Organisation für Normung. *Steel. Measurement method for the evaluation of hydrogen embrittlement resistance of high strength steels Constant load test*, 77.040.99 (Beuth Verlag GmbH,).
90. Bellemare, J., Laliberté-Riverin, S., Ménard, D., Brochu, M. & Sirois, F. Subtleties Behind Hydrogen Embrittlement of Cadmium-Plated 4340 Steel Revealed by Thermal Desorption Spectroscopy and Sustained-Load Tests. *Metall Mater Trans A* **51**, 3054–3065; 10.1007/s11661-020-05741-0 (2020).

-
91. Williams, J. G. Introduction to linear elastic fracture mechanics **28**, 3–10; 10.1016/S1566-1369(01)80024-8.
 92. Crank, J. *The Mathematics of Diffusion* (Clarendon Press, 1979).
 93. Mehrer, H. *Diffusion in Solids. Fundamentals, Methods, Materials, Diffusion-Controlled Processes* (Springer Science & Business Media, 2007).
 94. Shewmon, P. *Diffusion in Solids* (Springer, 2016).
 95. DIN EN ISO 898-1:2013-05, *Mechanische Eigenschaften von Verbindungselementen aus Kohlenstoffstahl und legiertem Stahl _ Teil_1: Schrauben mit festgelegten Festigkeitsklassen _ Regelgewinde und Feingewinde (ISO_898-1:2013); Deutsche Fassung EN_ISO_898-1:2013* (Beuth Verlag GmbH, Berlin,).
 96. DIN 50969-2:2013-04, *Vermeidung fertigungsbedingter wasserstoffinduzierter Sprödbrüche bei hochfesten Bauteilen aus Stahl _ Teil_2: Prüfungen* (Beuth Verlag GmbH, Berlin,).
 97. DIN EN ISO 6892-1:2020-06, *Metallische Werkstoffe _ Zugversuch _ Teil_1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur (ISO_6892-1:2019); Deutsche Fassung EN_ISO_6892-1:2019* (Beuth Verlag GmbH, Berlin,).
 98. Iyer, R. N., Takeuchi, I., Zamanzadeh, M. & Pickering, H. W. Hydrogen Sulfide Effect on Hydrogen Entry into Iron—A Mechanistic Study. *CORROSION* **46**, 460–468; 10.5006/1.3585133 (1990).
 99. Verein Deutscher Ingenieure. *Failure analysis Fundamentals and performance of failure analysis*, 03.100.40 (Beuth Verlag GmbH,).
 100. Hoche, H. & Oechsner, M. Fractures in High-Strength Bolts due to Hydrogen Induced Stress Corrosion – Causes and Corrective Actions. *Practical Metallography* **54**, 178–211; 10.3139/147.110420 (2017).
 101. Pereira, H. B., Panossian, Z., Baptista, I. P. & Azevedo, C. R. d. F. Investigation of Stress Corrosion Cracking of Austenitic, Duplex and Super Duplex Stainless Steels under Drop Evaporation Test using Synthetic Seawater. *Mat. Res.* **22**, 199; 10.1590/1980-5373-MR-2018-0211.
 102. Nelson, H. G., Williams, D. P. & Stein, J. E. Environmental hydrogen embrittlement of an α - β titanium alloy: Effect of microstructure. *Metall Trans* **3**, 473–479; 10.1007/BF02642051 (1972).
 103. Choudhary, L. & Raman, R. K. S. Magnesium alloys as body implants: fracture mechanism under dynamic and static loadings in a physiological environment. *Acta biomaterialia* **8**, 916–923; 10.1016/j.actbio.2011.10.031 (2012).

-
104. Pal, S. & Singh Raman, R. K. Determination of threshold stress intensity factor for stress corrosion cracking (KISCC) of steel heat affected zone. *Corrosion Science* **51**, 2443–2449; 10.1016/j.corsci.2009.06.032 (2009).
 105. *Taschenbuch der Mathematik*. 7th ed. (Deutsch, Frankfurt am Main, 2008).
 106. Papula, L. *Mathematik für Ingenieure und Naturwissenschaftler*. 7th ed. (Erscheinungsort nicht ermittelbar, 2016).
 107. BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP, and OIML. *Evaluation of measurement data - An introduction to the "Guide to the expression of uncertainty in measurement" and related documents*. Available at https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM_104_2009.pdf/19e0a96c-6cf3-a056-4634-4465c576e513 (Joint Committee for Guides in Metrology, 2011).
 108. BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP, and OIML. *Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement*. Available at https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM_100_2008_E.pdf/cb0ef43f-baa5-11cf-3f85-4dcd86f77bd6 (Joint Committee for Guides in Metrology,,).
 109. Schwager, J. D. *Fundamentale Analyse*. 1st ed. (FinanzBuch-Verl., München, 1997).
 110. Internationale Organisation für Normung. *Steel — Measurement method for the evaluation of hydrogen embrittlement resistance of high strength steels — Part 1: Constant load test*, 77.040.99 (Beuth Verlag GmbH, 2020).
 111. Wang, M., Akiyama, E. & Tsuzaki, K. Hydrogen degradation of a boron-bearing steel with 1050 and 1300MPa strength levels. *Scripta Materialia* **52**, 403–408; 10.1016/j.scrip-tamat.2004.10.023 (2005).
 112. Wang, M., Akiyama, E. & Tsuzaki, K. Effect of hydrogen on the fracture behavior of high strength steel during slow strain rate test. *Corrosion Science* **49**, 4081–4097; 10.1016/j.corsci.2007.03.038 (2007).
 113. *Schraubenverbindungen* (Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2007).
 114. *Wasserstoffinduzierte Sprödbruchbildung bei hochfesten Schrauben aus Vergütungsstählen* (1993).
 115. Pohl, M. Hydrogen-Induced Delayed Cracking. *Practical Metallography* **56**, 556–566; 10.3139/147.110617 (2019).
 116. Paatsch, W., Landgrebe, R. & Lohrengel, M. M. ZnNi – Beschichtung hochfester Bauteile aus Stahl. *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* **39**, 75–78; 10.1002/mawe.200700254 (2008).
 117. Oriani, R. A. Hydrogen Embrittlement of Steels. *Annual Review of Materials Science* **8**, 327–357; 10.1146/annurev.ms.08.080178.001551 (1978).

-
118. Frappart, S. *et al.* Hydrogen solubility, diffusivity and trapping in a tempered Fe–C–Cr martensitic steel under various mechanical stress states. *Materials Science and Engineering: A* **534**, 384–393; 10.1016/j.msea.2011.11.084 (2012).
 119. Frappart, S. *et al.* Study of the hydrogen diffusion and segregation into Fe–C–Mo martensitic HSLA steel using electrochemical permeation test. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* **71**, 1467–1479; 10.1016/j.jpcs.2010.07.017 (2010).
 120. Hattori, Y., Haruna, Y. & Otsuka, M. Dissolution process analysis using model-free Noyes-Whitney integral equation. *Colloids and surfaces. B, Biointerfaces* **102**, 227–231; 10.1016/j.colsurfb.2012.08.017 (2013).
 121. Gao, Y., Glennon, B., He, Y. & Donnellan, P. Dissolution Kinetics of a BCS Class II Active Pharmaceutical Ingredient: Diffusion-Based Model Validation and Prediction. *ACS omega* **6**, 8056–8067; 10.1021/acsomega.0c05558 (2021).
 122. Brilz, M., Einfluss unterschiedlicher Gefüge- und Randzustände hochfester Schrauben auf die Wasserstoffaufnahme, -diffusion und -desorption. UNVERÖFFENTLICHT. Masterthesis. Technische Universität Darmstadt, 13.04.2017.
 123. Padhy, G. K. *et al.* Determination of apparent diffusivity of hydrogen in 9Cr-1MoVNbN steel using hot extraction-PEMHS technique. *International Journal of Hydrogen Energy* **38**, 10683–10693; 10.1016/j.ijhydene.2013.06.077 (2013).

- Abbildung 1.1:** Klassifikation der umweltbedingten Rissbildung (*EAC*) und der Wasserstoffversprödung (*HE*) nach *Anderson* und *Gangloff*. Bei der *HE* wird in Abhängigkeit vom Wasserstoffeintritt in die Prozesszone der Wasserstoffversprödung (*HEPZ*) zwischen der *HEAC* und der *IHAC* unterschieden. Bei der *HEAC* tritt der Wasserstoff über die Oberfläche der hier dargestellten Rissspitze in die *HEPZ* ein. Als beispielhafte externe Wasserstoffquellen werden hier (1.) der Elektrolyt, (2.) der Wasserdampf und (3.) die Gasphase (H_2) angegeben. Bei der *IHAC* diffundiert bereits im Werkstoff gelöster Wasserstoff in die *HEPZ*. 5
- Abbildung 1.2:** Modell nach *Iyer*, *Pickering* und *Zamanzadeh* (*IPZ-Modell*) zum Verständnis der Absorptions-Adsorptions-Reaktion von Wasserstoff in eine Metallmembran sowie der Permeation und des Wasserstoffaustritt aus der Membran. Die beteiligten Reaktionen sind mit k_1 bis k_5 gekennzeichnet. Der Wasserstofftransport k_2 durch die Reaktionskante ist diffusionslos, weshalb sich die maximale Wasserstoffkonzentration c_{max} in einer Tiefe $x(c_{max})$ unterhalb der Oberfläche einstellt. An der Oberfläche liegt hingegen die Konzentration c_s vor. 7
- Abbildung 1.3:** Konzentrationsprofil für eine einseitig unerschöpfliche Quelle der Konzentration c_0 und einen Werkstoff mit einem Diffusionskoeffizienten D . 9
- Abbildung 1.4:** Schematische Darstellung einer Korngrenze mit einer Separationsweite δ infolge einer Zugspannung σ und einer Korngrenzsegregation mit der Belegungszahl Γ_{KG}^{seg} nach *Rice* und *Wang*. Die Kohäsionskraft $2\gamma_{int}$ entspricht der Fläche unter der $\sigma(\delta)$ -Kurve. 11
- Abbildung 1.5:** Immobiler und mobiler Effekt der Korngrenztrennung infolge einer Wasserstoffsegregation an der Korngrenze nach dem *Rice-Wang-Modell*. 12
- Abbildung 1.6:** Veranschaulichung des Griffith-Risses der Länge $2a$ in einer in x - y -Richtung unendlich ausgedehnten Platte der Dicke B . Weiterhin ist der Bereich der Energiefreisetzung an den beiden Rissspitzen jeweils in einer idealisierten zylindrischen Form mit dem Grundflächenradius a dargestellt. 14
- Abbildung 1.7:** Koordinatensystem an einer Rissspitze sowie schematische Darstellung des Spannungsfeldes an Position (r, θ) 16

Abbildung 1.8: Geometriekorrekturfaktoren f für eine CNT-Probe (f_{CNT}) und eine DCB-Probe (f_{DCB}), jeweils als Funktion des Verhältnisses aus der Risslänge a und der Probenbreite W , sowie schematische Darstellungen der jeweiligen Probengeometrien. Die Korrekturfaktoren wurden nach den Gleichungen (1.52) bzw. (1.53) berechnet. 20

Abbildung 1.9: Schematische Darstellung der konzentrischen und der exzentrischen Anordnung jeweils gleich großer Bruchflächenanteile am Beispiel durch umweltbedingte Rissbildung gebrochener CNT-Proben. Von außen nach innen gehend zählen zu den Bruchflächenanteilen die Kerbe (a_k), der Ermüdungsanriss (a_e), die Rissfläche der umweltbedingten Rissbildung (a_{EAC}) und die Gewaltbruchfläche mit dem Durchmesser w . Der Außendurchmesser der Bruchfläche ist W . Für exzentrische Risse sind die Längen a_e und a_{EAC} jeweils eine Funktion der Winkelkoordinate θ , sodass die Mediane \bar{a}_e bzw. \bar{a}_{EAC} angegeben werden. Im konzentrischen Fall sind die Risslängen a_e und a_{EAC} um den gesamten Umfang gleich ausgebildet, d.h. $a_e = \bar{a}_e$ und $a_{EAC} = \bar{a}_{EAC}$. Die Exzentrizität kann mit dem Abstand ε zwischen dem Mittelpunkt der Gewaltbruchfläche und dem Bruchflächenmittelpunkt angegeben werden. Für die Bestimmung der mittleren Risslängen \bar{a}_e , \bar{a}_{EAC} , \bar{a}_c und \bar{a}_{ck} werden die Durchmesser w , w_e , w_k und W vermessen. Die ungleichmäßige Ermüdungsrisslänge $a_e(\theta)$ im exzentrischen Fall bewirkt unterschiedliche Spannungsintensitäten K_{I0} entlang des Rissspitzenumfangs. 22

Zu Kapitel 2 – Experimentelle Vorgehensweise

Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Vorabwasserstoffbeladung durch Beizen im Reagenzglas. 32

Abbildung 2.2: Verspannstation zur Verspannung der vorab mit Wasserstoff beladenen Probe bei einer konstanten Auslenkung. 33

Abbildung 2.3: Iterativer Ansatz zur Bestimmung einer minimalen Vorspannkraft zur wasserstoffassistierten Rissbildung L_{HAC} . 34

Abbildung 2.4: Kraft-Zeit-Verlauf $L(t)$ infolge einer Verspannung mit der Vorspannkraft L_{HAC} bei einer konstanten Auslenkung. 35

Abbildung 2.5: Schematische Darstellung einer beim Vorspannkraft-Verlust-Test erhaltenen Bruchfläche. Die Fläche des durch Wasserstoffversprödung (HAC) generierten Risses ist konzentrisch mit der Bruchfläche. Die mikrofraktographischen Untersuchungen mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) erfolgten entlang eines frei gewählten radialen Risspfades, wie er hier beispielhaft markiert ist. 36

Abbildung 2.6: Mikrofraktographische Merkmale der gängigen Bruchmechanismen metallischer Werkstoffe gemäß der VDI 3822. **a)** Transkristalline Waben, als charakteristisches Merkmal eines duktilen Verformungsbruchs. **b)** Transkristalline Spaltflächen, als charakteristisches Merkmal eines transkristallinen Sprödbruchs. **c)** Interkristalline Trennungen entlang der Grenzen ehemaliger Austenitkörner, als charakteristisches Merkmal eines interkristallinen Sprödbruchs.

Zu Kapitel 3 – Ergebnisse des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT)

Abbildung 3.1: Dokumentation und Ergebnisse des durchgeführten VVT am Beispiel von Probe A-W1-14.9 für verschiedene Wasserstoffbeladungsdauern. **a)** Jedes Datenelement repräsentiert eine Verspannprüfung, deren Anfangsbedingungen von der Abszisse (Wasserstoffbeladungsdauer) bzw. der Ordinate (anfängliche Vorspannkraft) abgelesen werden können. Die Ergebnisse der Verspannprüfung sind „Bruch“ oder „kein Bruch“. **b)** Aus a) bestimmte minimale Vorspannkraft zum Versagen L_{HAC} . **c)** Aus a) bestimmte Zeit zum Versagen t_F .

Abbildung 3.2: Interpretation des Bruchverlaufs am Beispiel der Probe A-W1-14.9. Die Probe wurde vor dem Bruch für 40 min mit Wasserstoff beladen. **A1)** Identifikation und Markierung der Rissstartbereiche im Kerbgrund. **A2)** Interkristalline Trennungen im Rissstartbereich. **B1)** Umlaufendes Wachstum der initiierten Risse. **B2)** Interkristalline Trennungen im gesamten Bereich des umlaufenden Risswachstums. **C1)** Wachstum des umlaufenden Risses in radiale Richtung. **C2)** Interkristalline Trennungen und duktile Waben im Bereich des radialen Risswachstums. **D1)** Eintreten des Gewaltbruchs. **D2)** Waben, als charakteristisches Merkmal eines duktilen Verformungsbruchs, im Gewaltbruchbereich.

Abbildung 3.3: Bruchflächen der Probe A-W1-14.9 in Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer. Zur besseren Veranschaulichung der Längenverhältnisse wurde jeweils die Hälfte der Bruchflächen maskiert. Mit steigender Beladungsdauer nimmt die Länge a_i des initiierten umlaufenden Risses zu. Die Länge a_G nimmt hingegen im Verhältnis zu a_i ab. Die kritische Risslänge a_c ist umso länger, je kleiner die Bruchkraft L_F ausfällt.

Abbildung 3.4: Ergebnisse der Risslängenvermessung auf Bruchflächen der Probe A-W1-14.9. **a)** Kritische Risslänge a_c in Abhängigkeit von der Bruchkraft. **b)** Risslängenverhältnisse a_i/a_c und a_G/a_c in Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer.

Abbildung 3.5: Bruchflächen der Probe A-W1-14.9 nach verhältnismäßig sehr kurzen und verhältnismäßig sehr langen Wasserstoffbeladungsdauern. Bei den Bruchflächen zu den

Wasserstoffbeladungsdauern von 5 min und 120 min wurden die Bereiche markiert, die interkristalline Trennungen, als charakteristisches Merkmal eines wasserstoffinduzierten Sprödbruchs, aufweisen. Die jeweils restliche Bruchfläche weist duktile Bruchmikrostrukturen auf. Für die Wasserstoffbeladungsdauern 7 min und 10 min liegen umlaufende wasserstoffinduzierte Risse vor. In diesen Fällen wurde jeweils nur die Hälfte der Gewaltbruchfläche maskiert.

Abbildung 3.6: Gegenüberstellung der Ergebnisse des VVT für alle untersuchten Probenotypen. 46
a) Minimale Vorspannkraft in Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer **b)** Zeit zum Versagen in Abhängigkeit von der Wasserstoffbeladungsdauer.

Zu Kapitel 4 – Theorie der HAC in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe

Abbildung 4.1: Schema zur Theorie der wasserstoffassistierten Rissbildung in Abhängigkeit 49
von der Wasserstoffeindringtiefe x_H . **a)** Wasserstoffverteilung im Kerbgrund mit dem Konzentrationsprofil $c(x)$ des diffusionsfähigen Wasserstoffs. **b)** Unterteilung des vom Kerbgrund ausgehenden Risspfads in die Phasen der Initiierung eines Risses mit der Länge x_H , des anschließenden diffusionskontrollierten unterkritischen Risswachstums bis auf eine kritische Risslänge a_c und des duktilen Bruchauslaufs. Zur Berechnung des Risspfades werden folgende Parameter verwendet: ρ_k : Kerbtiefe, D_H : Wasserstoffdiffusionskoeffizient, t_H : Wasserstoffbeladungsdauer, D_G : Risswachstumskoeffizient, t_F : Verspanndauer bis zum Bruch, t_i : Rissinitiierungsdauer. **c)** Spannungsintensität K_I als Funktion der Risslänge a , mit K_{IHAC} : Schwellenwert zur Rissinitiierung, K_{I0} : anfängliche Spannungsintensität, K_{Ic} : Bruchzähigkeit. **d)** Gemessener Kraft-Zeitverlauf nach einer Verspannung bei der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} . **e)** Bruchfläche mit einem umlaufenden Riss. Zuordnung der jeweiligen Bruchmikrostrukturen entlang des Risspfades.

Abbildung 4.2: Quadratwurzel der Verspanndauer bis zum Bruch t_F als Funktion der Quad- 53
ratwurzel der Wasserstoffbeladungsdauer t_H für alle untersuchten Probenzustände. Aufgetragen sind nur Datenelemente, die zu einem umlaufenden Riss gehören. Die Fehlerbalken wurden aus den Standardabweichungen für t_F , bzw. der experimentellen Unsicherheit von ± 90 s für t_H berechnet. Für alle untersuchten Proben liegen lineare Zusammenhänge vor, die jeweils mit einer Regressionsgeraden angepasst wurden. Durch die Auswertung der Regressionsgeraden nach Gl. (4.6) können der Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H sowie der Risswachstumskoeffizient D_G berechnet werden. Die Berechnungen für die hier gezeigten Regressionsgeraden sind in *Tabelle 4.1* gezeigt.

Abbildung 4.3: Abhängigkeit der kritischen Risslänge a_c in Relation zum Kerbdurchmesser w_k von der Bruchspannung σ_F in Relation zur Kerbzugfestigkeit R_{mk} . Für die Auftragung wurden die kritischen Risslängen von insgesamt 48 Bruchflächen der Proben typen (A) und (B) mittels Rasterelektronenmikroskopie vermessen und in Abhängigkeit von der jeweiligen Bruchspannung σ_F aufgetragen. Die gestrichelte Linie zeigt ein Modell $y(x)$, welches den Trend der Messpunkte wiedergibt und dabei durch die theoretischen Grenzwerte (0|0) und (1|1) verläuft. Innerhalb des Spannungsintervalls, in dem die Messpunkte liegen, ist ein linearer Trend der kritischen Risslänge in Abhängigkeit von σ_F zu erkennen.

Abbildung 4.4: Mittlerer Spannungsquotient $R_{mk}/(R_{mk} - \sigma_F)$ in Abhängigkeit von der Steigung $\sqrt{D_H}/\sqrt{D_G}$ der Geraden aus *Abbildung 4.2* für die fünf untersuchten Proben typen. Die Fehlerbalken zeigen die Standardabweichungen der Spannungsquotienten für die verschiedenen Wasserstoffbeladungsdauern t_H sowie die in *Tabelle 4.1* angegebenen Messunsicherheiten der Geradensteigung. Unter Berücksichtigung der Standardabweichungen und Messunsicherheiten entspricht der Spannungsquotient den Geradensteigungen.

Abbildung 4.5: Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H für verschiedene Wasserstoffbeladungsdauern t_H . Unter Berücksichtigung der angegebenen Unsicherheit ist D_H für alle untersuchten Proben unabhängig von t_H . Eine tabellarische Übersicht der zugrundeliegenden Berechnungen gemäß *Gl. (4.14)* sowie eine Messunsicherheitsbetrachtung enthalten die *Tabellen A-1 bis A-5 des Anhangs A-12*.

Abbildung 4.6: Anfängliche Spannungsintensität als Funktion des Quotienten aus der Wasserstoffeindringtiefe und dem Durchmesser im Kerbgrund für die Probe A-W1-14.9. Die angegebenen Fehlerbalken in Ordinatenrichtung wurden aus den jeweiligen Fehlergrenzen ΔL_{HAC} der minimalen Vorspannkraft gemäß den *Gleichungen A-25* und *A-32* des Anhangs berechnet. Die Fehlerbalken in Abszissenrichtung berücksichtigen die Unsicherheit der effektiven Wasserstoffbeladungsdauer von $u_{t_H} = \pm 90$ s und wurden nach *Gl. A-31* des Anhangs berechnet.

Abbildung 4.7: Anfängliche Spannungsintensität K_{I0} sowie Bruchzähigkeit K_{Ic} der Probe A-W1-14.9, jeweils als Funktion des Quotienten aus der Wasserstoffeindringtiefe x_H und dem Durchmesser im Kerbgrund w_k . Die angegebenen Fehlerbalken in Ordinatenrichtung wurden aus den jeweiligen Fehlergrenzen ΔL_{HAC} der minimalen Vorspannkraft gemäß den *Gleichungen A-25* und *A-32* des Anhangs berechnet. Die Fehlerbalken in Abszissen-

richtung berücksichtigen die Unsicherheit der effektiven Wasserstoffbeladungsdauer von ± 90 s und wurden nach Gl. A-31 des Anhangs berechnet. Für $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k)$ wurde eine Ober- und eine Untergrenze berechnet, sodass sowohl für K_{IHAC} , als auch für $K_{I_{max}}$ eine Abweichung zum Mittelwert angegeben werden kann.

Abbildung 4.8: Anfängliche Spannungsintensität K_{I0} sowie Bruchzähigkeit K_{Ic} der Probe A-W2-12.9, jeweils als Funktion des Quotienten aus der Wasserstoffeindringtiefe x_H und dem Durchmesser im Kerbgrund w_k . Die angegebenen Fehlerbalken in Ordinatenrichtung wurden aus den jeweiligen Fehlergrenzen ΔL_{HAC} der minimalen Vorspannkraft gemäß den Gleichungen A-25 und A-32 des Anhangs berechnet. Die Fehlerbalken in Abszissenrichtung berücksichtigen die Unsicherheit der effektiven Wasserstoffbeladungsdauer von $u_{t_H} = \pm 90$ s und wurden nach Gl. A-31 des Anhangs berechnet. Für $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k)$ wurde eine Ober- und eine Untergrenze berechnet, sodass sowohl für K_{IHAC} , als auch für $K_{I_{max}}$ eine Abweichung zum Mittelwert angegeben werden kann. 63

Abbildung 4.9: Anfängliche Spannungsintensität K_{I0} sowie Bruchzähigkeit K_{Ic} der Proben B-W1-12.9, B-W3-12.9 und B-W4-12.9, jeweils als Funktion des Quotienten aus der Wasserstoffeindringtiefe x_H und dem Durchmesser im Kerbgrund w_k . Die angegebenen Fehlerbalken in Ordinatenrichtung wurden aus den jeweiligen Fehlergrenzen ΔL_{HAC} der minimalen Vorspannkraft gemäß den Gleichungen A-25 und A-32 des Anhangs berechnet. Die Fehlerbalken in Abszissenrichtung berücksichtigen die Unsicherheit der effektiven Wasserstoffbeladungsdauer von ± 90 s und wurden nach Gl. A-31 des Anhangs berechnet. Der jeweils schraffierte Bereich kennzeichnet das Intervall, in dem $K_{I0}(K_{IHAC}, \alpha_k) \leq K_{IHAC}$ ist. 64

Abbildung 4.10: Veranschaulichung der Grenzen des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) in Abhängigkeit vom Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H , vom Durchmesser im Kerbgrund w_k und von der Wasserstoffbeladungsdauer t_H . Die allgemeinen theoretischen Grenzen sind von D_H des zu prüfenden Werkstoffs abhängig und können mit dem Quotienten w_k^2/t_H angegeben werden (oberes Diagramm). Für eine gegebene Probengeometrie mit dem Durchmesser w_k sowie einem Werkstoff mit dem Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H können die Grenzen der Wasserstoffbeladungsdauer t_H berechnet werden. Das untere Diagramm zeigt die Grenzen von t_H am Beispiel der Probe B-W1-12.9 mit $w_k = 7,50$ mm und $D_H = 2,8 \cdot 10^{-11}$ m²/s. Innerhalb der angegebenen Grenzen werden umlaufende Risse erhalten und der VVT ist anwendbar ($t_H = 20$ min). Außerhalb der Grenzen werden andere Rissgeometrien erhalten und der VVT ist nicht anwendbar ($t_H = 240$ min). 68

Abbildung 4.11: Gemessener und angepasster Kraft-Zeit-Verlauf $L(t)$ mit der zugehörigen 76
Bruchfläche am Beispiel der Probe B-W1-12.9, welche für $t_H = 20 \text{ min}$ mit Wasserstoff
beladen wurde. Die Anpassungsparameter enthält *Abbildung A-16* in *Anhang A-8*.

Abbildung 4.12: Momentane Spannungsintensität K_I als Funktion der Verspannzeit für die 79
Probe B-W1-12.9. **a)** Unterteilung einer einzelnen $K_I(t)$ -Kurve in die Bereiche der Riss-
initiierung und des diffusionskontrollierten Risswachstums in radiale Richtung, am Bei-
spiel der Wasserstoffbeladungsdauer $t_H = 20 \text{ min}$. **b)** Gegenüberstellung der nach unter-
schiedlichen Wasserstoffbeladungsdauern t_H erhaltenen $K_I(t)$ -Kurven. Die Rissinitiierung
erfolgt bei der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} , die unabhängig von t_H ist und
für den hier untersuchten Werkstoff mit dem Mittelwert $\bar{K}_{IHAC} = ((23,0 - 0,9) \pm$
 $1,4) \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ angegeben wird. An der Risspitze des initiierten umlaufenden Risses liegt
die anfängliche Spannungsintensität K_{I0} vor. Der Bruchauslauf ist durch das Überschrei-
ten der Bruchzähigkeit K_{Ic} gekennzeichnet und ist ebenfalls unabhängig von der Bela-
dungsdauer, mit $\bar{K}_{Ic} = (84,0 \pm 4,3) \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Die gezeigten $K_I(t)$ -Kurven wurden aus der
Anpassung der *Modellgleichung (4.65)* an die gemessenen $L(t)$ -Kurven und die anschlie-
ßende Umrechnung der Anpassungsfunktion entsprechend *Gl. (4.76)* erhalten. Die wei-
teren Berechnungen wurden mit folgenden Gleichungen durchgeführt: $K_{I0} \rightarrow \text{Gl. (4.50)}$,
 $K_{IHAC} \rightarrow (4.53)$ und $K_{Ic} \rightarrow (4.48)$.

Abbildung 4.13: Momentane Risswachstumsgeschwindigkeit v_{Riss} als Funktion von **a)** der 80
Verspannzeit t sowie **b)** der momentanen Spannungsintensität K_I , jeweils für verschie-
dene Wasserstoffbeladungsdauern t_H . Die gezeigten Kurven wurden aus der Anpassung
der *Modellgleichung (4.65)* an die gemessenen $L(t)$ -Kurven erhalten.

Abbildung 4.14: Anpassungsparameter der *Modellgleichung (4.65)* für alle in dieser Arbeit 82
untersuchten Proben. Die Parameter v_0 , v_1 und v_2 sind jeweils in Abhängigkeit vom Ver-
hältnis aus der Wasserstoffeindringtiefe x_H und dem Kerbdurchmesser w_k dargestellt. Alle
Parameter steigen exponentiell mit steigendem x_H/w_k .

Abbildung 4.15: Risswachstumsgeschwindigkeit φ_0 in Abhängigkeit vom Wasserstoffdiffusi- 83
onskoeffizienten D_H für alle untersuchten Proben. φ_0 steigt linear mit steigendem D_H . Die
Proportionalitätskonstante beträgt etwa 282 m^{-1} .

Abbildung 4.16: Anpassungsparameter σ_{Riss} in Abhängigkeit vom berechneten Erwartungs- 83
wert. Die Fehlerbalken zeigen die nach *Gl. (4.68)* berechnete Messunsicherheit $u_{\sigma_{Riss}}$,
wobei die Unsicherheiten der Eingangsgrößen in *Anhang A-11* enthalten sind. Unter

Berücksichtigung von $u_{\sigma_{Riss}}$ entsprechen die Anpassungsparameter den berechneten Erwartungswerten.

Zu Kapitel 5 – Diskussion

Abbildung 5.1: Mit Hilfe des VVT im Kopf-Schaft-Übergang (links) und im Gewinde (rechts) 87 einer Schraube generierte Bruchflächen als Beispiel eines Vorteils des VVT gegenüber etablierten bruchmechanischen Methoden zur Bewertung der Anfälligkeit hochfester Stähle gegenüber einer Wasserstoffversprödung: Der VVT kann sowohl an gekerbten, als auch an ungekerbten Bereichen realer Bauteile durchgeführt werden. Entscheidend ist eine partielle Wasserstoffbeladung.

Zu Anhang

Abbildung A - 1: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-39 Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfleiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 7 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 2: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-39 Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfleiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 10 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 3: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-40 Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die

Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfeiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 15 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 4: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-40
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfeiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 20 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 5: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-41
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfeiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 30 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 6: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-41
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der

Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfeiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 40 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 7: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-42
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfeiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 60 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 8: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-42
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfeiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 75 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 9: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-43
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfeiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 90 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 10: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-43
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfalles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W2-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 5 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 11: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-44
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfalles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W2-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 10 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 12: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-44
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfalles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W2-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 15 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 13: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-45
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square*

deviation, RMSD) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfleiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W2-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 20 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 14: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-45
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfleiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W2-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 30 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 15: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-46
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfleiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W2-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 40 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 16: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-46
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfleiles markiert. Die Dargestellte

Auswertung wurde für die Probe B-W1-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 20 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 17: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-47
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfeiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W1-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 30 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 18: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-47
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfeiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W1-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 40 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 19: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-48
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfeiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W1-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 60 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 20: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-48
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die

Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfeiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W1-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 120 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 21: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-49
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfeiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W3-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 2 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 22: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-49
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfeiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W3-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 5 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 23: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-50
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der

Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfalles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W3-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 10 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 24: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-50
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfalles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W3-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 20 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 25: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-51
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfalles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W4-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 2 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 26: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-51
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation, RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfalles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W3-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 5 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 27: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-52
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die An-
passungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird ge-
mäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square*
deviation, RMSD) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchflä-
che gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissflä-
che und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde
die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfalles markiert. Die Dargestellte Aus-
wertung wurde für die Probe B-W3-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung
für $t_H = 10 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 28: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-52
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die An-
passungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird ge-
mäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square*
deviation, RMSD) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchflä-
che gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissflä-
che und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde
die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfalles markiert. Die Dargestellte Aus-
wertung wurde für die Probe B-W3-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung
für $t_H = 20 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 29: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-53
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die An-
passungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird ge-
mäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square*
deviation, RMSD) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchflä-
che gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissflä-
che und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde
die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfalles markiert. Die Dargestellte Aus-
wertung wurde für die Probe B-W3-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung
für $t_H = 30 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 30: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft- A-53
Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die An-
passungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird ge-
mäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square*

deviation, RMSD) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfalles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W3-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 40 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

Abbildung A - 31: Bruchfläche der Probe B-W1-12.9 infolge einer Wasserstoffbeladungs- A-54
dauer von 30 min und einer anschließenden Verspannung bei der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} sowie Zuordnung der charakteristischen Bruchmikrostrukturen entlang des eingezeichneten Risspfades. **a)** und **b)** Interkristalliner Spaltbruch im Bereich der wasserstoffassistierten Rissinitiierung. **c)** Anteile an interkristallinen Spaltflächen sowie Anteile an transkristallinen Waben im Bereich des diffusionskontrollierten, unterkritischen Risswachstums. **d)** Duktile Waben im Bereich des Restgewaltbruchs.

Abbildung A - 32: Bruchfläche der Probe B-W3-12.9 infolge einer Wasserstoffbeladungs- A-54
dauer von 2 min und einer anschließenden Verspannung bei der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} sowie Zuordnung der charakteristischen Bruchmikrostrukturen entlang des eingezeichneten Risspfades. **a)** Anteile an interkristallinen Spaltflächen sowie Anteile an transkristallinen Waben im Bereich des Kerbgrunds. **b)** Interkristalliner Spaltbruch im Bereich der wasserstoffassistierten Rissinitiierung. **c)** Anteile an interkristallinen Spaltflächen sowie Anteile an transkristallinen Waben im Bereich des diffusionskontrollierten, unterkritischen Risswachstums. **d)** Duktile Waben im Bereich des Restgewaltbruchs.

Abbildung A - 33: Bruchfläche der Probe B-W4-12.9 infolge einer Wasserstoffbeladungs- A-55
dauer von 5 min und einer anschließenden Verspannung bei der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} sowie Zuordnung der charakteristischen Bruchmikrostrukturen entlang des eingezeichneten Risspfades. **a)** Anteile an interkristallinen Spaltflächen im Bereich des Kerbgrunds. **b)** Interkristalliner Spaltbruch im Bereich der wasserstoffassistierten Rissinitiierung. **c)** Anteile an interkristallinen Spaltflächen sowie Anteile an transkristallinen Waben im Bereich des diffusionskontrollierten, unterkritischen Risswachstums. **d)** Duktile Waben im Bereich des Restgewaltbruchs.

Abbildung A - 34: Vermessung des Kerbradius ρ_k am metallographischen Schliff, am Bei- A-55
spiel der Probe A-W1-14.9. Die Vergrößerung ist 200.

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2.1: Geometrie und Eigenschaften der untersuchten Proben	29
Tabelle 2.2: Mittels Funkenemissionsspektralanalyse bestimmte chemische Zusammensetzung der Proben	30
Tabelle 4.1: Auswertung der Regressionsgeraden aus <i>Abbildung 4.2</i> nach <i>Gl. (4.6)</i> .	53
Tabelle 4.2: Vergleich der nach <i>Gl. (4.6)</i> bzw. <i>Gl. (4.14)</i> bestimmten mittleren Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H . Die Berechnungen nach <i>Gl. (4.14)</i> enthalten die <i>Tabellen A-1</i> bis <i>A-5</i> des <i>Anhangs A-12</i> .	57
Tabelle 4.3: Arithmetische Mittelwerte, Standardabweichungen und Messunsicherheiten des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H . Der Wasserstoffdiffusionskoeffizient wurde durch die Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe sowie der zugehörigen Bruchflächen gemäß <i>Gl. (4.47)</i> für verschiedene Wasserstoffbeladungsdauern bestimmt. Die Fehlerrechnung wurde mit den in <i>Anhang A-11</i> angegebenen Einzelunsicherheiten der Eingangsgrößen bestimmt. Die Berechnungsgrundlage wurde in <i>Anhang A-2</i> gemäß den Regeln der Fehlerfortpflanzung abgeleitet. \bar{D}_H : Mittelwert der nach <i>Gl. (4.47)</i> für unterschiedliche Beladungsdauern t_H bestimmten Werte. \bar{u}_{D_H} : Mittelwert der bestimmten Messunsicherheiten. S_{D_H} : Empirische Standardabweichung.	71
Tabelle 4.4: Arithmetische Mittelwerte, Standardabweichungen und Messunsicherheiten der Bruchzähigkeit K_{Ic} . Die Bruchzähigkeit wurde durch die Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe sowie der zugehörigen Bruchflächen gemäß <i>Gl. (4.48)</i> für verschiedene Wasserstoffbeladungsdauern bestimmt. Die Fehlerrechnung wurde mit den in <i>Kapitel A-11</i> angegebenen Einzelunsicherheiten der Eingangsgrößen bestimmt. Die Berechnungsgrundlage wurde in <i>Anhang A-4</i> gemäß den Regeln der Fehlerfortpflanzung abgeleitet. \bar{K}_{Ic} : Mittelwert der nach <i>Gl. (4.48)</i> für unterschiedliche Beladungsdauern t_H bestimmten Werte. $\bar{u}_{K_{Ic}}$: Mittelwert der Messunsicherheiten. $S_{K_{Ic}}$: Empirische Standardabweichung.	71
Tabelle 4.5: Arithmetische Mittelwerte, Standardabweichungen und Messunsicherheiten der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} . Die Schwellenwertspannungsintensität wurde durch die Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe sowie der zugehörigen Bruchflächen gemäß <i>Gl. (4.53)</i> für verschiedene Wasserstoffbeladungsdauern bestimmt. Die Fehlerrechnung wurde mit den in <i>Kapitel A-11</i> angegebenen Einzelunsicherheiten der Eingangsgrößen bestimmt. Die Berechnungsgrundlage wurde in <i>Anhang A-7</i> gemäß den	74

Regeln der Fehlerfortpflanzung abgeleitet. \bar{K}_{IHAC} : Mittelwert der nach Gl. (4.53) für unterschiedliche Beladungsdauern t_H bestimmten Werte. $\overline{\Delta K}_{IHAC}$: Mittelwert der unteren Fehlergrenzen. $\bar{u}_{K_{IHAC}}$: Mittelwert der bestimmten Messunsicherheiten. $S_{K_{IHAC}}$: Empirische Standardabweichung.

Tabelle 5.1: Aus dem Energiegleichgewicht der Rissinitiierung (Ansatz II) bestimmte 91
Spannungsintensitäten $K_{I_{max}}$ und K_{IHAC} sowie mittels Ansatz III bestimmte
Bruchzähigkeiten K_{Ic} , für verschiedene Proben und Kerbformzahlen α_k .

Tabelle 5.2: Bestimmung des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H durch Auswertung der 92
Risswachstumskinetik (Ansatz I und Ansatz III) sowie durch die Auswertung des
Energiegleichgewichts der Rissinitiierung (Ansatz II).

Zu Anhang

Tabelle A - 1: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich des Wasser- A-57
stoffdiffusionskoeffizienten D_H sowie des Risswachstumskoeffizienten D_G für Proben
des Typs A-W1-14.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 2045 \pm 20 \text{ MPa}$. Der Kerbdurch-
messer beträgt $w_k = 5,54 \text{ mm}$.

Tabelle A - 2: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich des Wasser- A-57
stoffdiffusionskoeffizienten D_H sowie des Risswachstumskoeffizienten D_G für Proben
des Typs A-W2-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1835 \pm 18 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser
beträgt $w_k = 5,54 \text{ mm}$.

Tabelle A - 3: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich des Wasser- A-58
stoffdiffusionskoeffizienten D_H sowie des Risswachstumskoeffizienten D_G für Proben
des Typs B-W1-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1521 \pm 15 \text{ MPa}$. Der Kerbdurch-
messer beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$.

Tabelle A - 4: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich des Wasser- A-58
stoffdiffusionskoeffizienten D_H sowie des Risswachstumskoeffizienten D_G für Proben
des Typs B-W3-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1555 \pm 16 \text{ MPa}$. Der Kerbdurch-
messer beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$.

Tabelle A - 5: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich des Wasser- A-58
stoffdiffusionskoeffizienten D_H sowie des Risswachstumskoeffizienten D_G für Proben
des Typs B-W4-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1533 \pm 15 \text{ MPa}$. Der Kerbdurch-
messer beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$.

- Tabelle A - 6:** Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} für Proben des Typs A-W1-14.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 2045 \pm 20 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 5,54 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,08 \text{ mm}$. A-59
- Tabelle A - 7:** Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} für Proben des Typs A-W2-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1835 \pm 18 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 5,54 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,08 \text{ mm}$. A-59
- Tabelle A - 8:** Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} für Proben des Typs B-W1-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1521 \pm 15 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,88 \text{ mm}$. A-60
- Tabelle A - 9:** Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} für Proben des Typs B-W3-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1555 \pm 16 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,88 \text{ mm}$. A-60
- Tabelle A - 10:** Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} für Proben des Typs B-W4-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1533 \pm 15 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,88 \text{ mm}$. A-60
- Tabelle A - 11:** Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} für Proben des Typs A-W1-14.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 2045 \pm 20 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 5,54 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,08 \text{ mm}$. Der Kerbradius ist $\rho_k = 0,11 \text{ mm}$. Rot markiert: Polstellen A-61
- Tabelle A - 12:** Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} für Proben des Typs A-W2-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1835 \pm 18 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 5,54 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,08 \text{ mm}$. Der Kerbradius ist $\rho_k = 0,11 \text{ mm}$. Rot markiert: Polstellen A-61
- Tabelle A - 13:** Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} für Proben des Typs B-W1-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1521 \pm 15 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$. Der A-62

Außendurchmesser ist $W = 7,88 \text{ mm}$. Der Kerbradius ist $\rho_k = 0,2 \text{ mm}$. Rot markiert: Messunsicherheit weicht von den anderen berechneten Werten ab. Der Wert wurde im Mittelwert nicht berücksichtigt.

Tabelle A - 14: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} für Proben des Typs B-W3-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1555 \pm 16 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,88 \text{ mm}$. Der Kerbradius ist $\rho_k = 0,2 \text{ mm}$. A-62

Tabelle A - 15: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} für Proben des Typs B-W4-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1533 \pm 15 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,88 \text{ mm}$. Der Kerbradius ist $\rho_k = 0,2 \text{ mm}$. Rot markiert: Polstellen A-62

Tabelle A - 16: Bestimmung des Vertrauensniveaus der Bruchzähigkeit $\bar{K}_{Ic} \pm \bar{u}_{K_{Ic}}$. A-63

Tabelle A - 17: Bestimmung des Vertrauensniveaus des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten $\bar{D}_H \pm \bar{u}_{D_H}$. A-63

Tabelle A - 18: Bestimmung des Vertrauensniveaus des Schwellenwertspannungsintensitätsfaktors $\bar{K}_{IHAC} \pm \bar{u}_{K_{IHAC}}$. A-63

Mit dem in dieser Arbeit vorgestellten Modell und der hergeleiteten Theorie der HAC in Abhängigkeit von der Wasserstoffeindringtiefe werden die physikalischen Größen nach mathematischen Formeln bestimmt. Die Messunsicherheiten der Eingangsgrößen werden mit der Formel übertragen und müssen nach den Regeln der Fehlerfortpflanzung berücksichtigt werden. Diese Fehlerrechnung wird in den folgenden **Kapiteln A-1** bis **A-7** für die Größen σ_F , D_H , D_G , K_{IC} , σ_{HAC} , K_{I0} und K_{IHAC} durchgeführt. In **Kapitel A-8** wird die Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe hinsichtlich der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit aufgezeigt. Hierbei wird ebenfalls die Vermessung der kritischen Risslänge a_c auf den jeweiligen Bruchflächen veranschaulicht. In **Kapitel A-9** werden die mittels Rasterelektronenmikroskopie untersuchten Bruchmikrostrukturen entlang des Risspfades am Beispiel ausgewählter Bruchflächen aufgezeigt. Das **Kapitel A-10** behandelt die Vermessung des Kerbradius mittels Lichtmikroskopie anhand eines Beispiels. Die Schätzung der Einzelunsicherheiten der Eingangsgrößen des VVT wird in **Kapitel A-11** vorgenommen. Schließlich werden in **Kapitel A-12** für alle untersuchten Proben die Eingangsgrößen und ihre Messunsicherheiten tabellarisch zusammengefasst und zur Berechnung der Ausgangsgrößen σ_F , D_H , D_G , K_{IC} , σ_{HAC} , K_{I0} und K_{IHAC} verwendet.

A-1. Bruchspannung σ_F – Bestimmung mit Fehlerrechnung

Die Bruchspannung σ_F , wird aus der Bruchkraft L_F und dem Kerbquerschnitt w_k berechnet:

$$\sigma_F = \frac{4L_F}{\pi \cdot w_k^2} \quad (\text{A - 1})$$

Die Messunsicherheit u_{σ_F} ergibt sich aus der Summe der quadrierten Beiträge der Einzelunsicherheiten u_{L_F} und u_{w_k} :

$$u_{\sigma_F} = \sqrt{\left(\frac{\partial \sigma_F}{\partial L_F} \cdot u_{L_F}\right)^2 + \left(\frac{\partial \sigma_F}{\partial w_k} \cdot u_{w_k}\right)^2} \quad (\text{A - 2})$$

Lösung der Differentialquotienten ergibt:

$$u_{\sigma_F} = \sqrt{\left(\frac{4 \cdot u_{L_F}}{\pi \cdot w_k^2}\right)^2 + \left(-\frac{8L_F}{\pi \cdot w_k^3} \cdot u_{w_k}\right)^2} \quad (\text{A - 3})$$

A-2. Wasserstoffdiffusionskoeffizient D_H – Bestimmung mit Fehlerrechnung

Die Auswertung des VVT hinsichtlich des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H erfolgt mit Hilfe von Gl. 4.14:

$$D_H = \frac{a_c^2}{4 \cdot \left[\sqrt{t_H} + \left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}}\right) \cdot \sqrt{t_F} \right]^2} \quad (\text{A - 4})$$

Die Messunsicherheit u_{D_H} ergibt sich aus der Summe der quadrierten Beiträge der Einzelunsicherheiten u_{a_c} , u_{t_H} , u_{t_F} , u_{σ_F} und $u_{R_{mk}}$:

$$u_{D_H} = \sqrt{\left(\frac{\partial D_H}{\partial a_c} \cdot u_{a_c}\right)^2 + \left(\frac{\partial D_H}{\partial t_H} \cdot u_{t_H}\right)^2 + \left(\frac{\partial D_H}{\partial t_F} \cdot u_{t_F}\right)^2 + \left(\frac{\partial D_H}{\partial \sigma_F} \cdot u_{\sigma_F}\right)^2 + \left(\frac{\partial D_H}{\partial R_{mk}} \cdot u_{R_{mk}}\right)^2} \quad (\text{A - 5})$$

mit

$$\frac{\partial D_H}{\partial a_c} = \frac{a_c}{2 \cdot \left[\sqrt{t_H} + \left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}}\right) \cdot \sqrt{t_F} \right]^2} \quad (\text{A - 6})$$

$$\frac{\partial D_H}{\partial t_H} = \frac{a_c^2}{4 \cdot \left[\sqrt{t_H} + \left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}}\right) \cdot \sqrt{t_F} \right]^3 \sqrt{t_H}} \quad (\text{A - 7})$$

$$\frac{\partial D_H}{\partial t_F} = \frac{a_c^2}{4 \cdot \left[\sqrt{t_H} + \left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}}\right) \cdot \sqrt{t_F} \right]^3 \sqrt{t_F}} \quad (\text{A - 8})$$

$$\frac{\partial D_H}{\partial \sigma_F} = \frac{a_c^2 \sqrt{t_F}}{2 R_{mk} \cdot \left[\sqrt{t_H} + \left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}}\right) \cdot \sqrt{t_F} \right]^3} \quad (\text{A - 9})$$

$$\frac{\partial D_H}{\partial R_{mk}} = \frac{a_c^2 \sigma_F \sqrt{t_F}}{2 R_{mk}^2 \cdot \left[\sqrt{t_H} + \left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}}\right) \cdot \sqrt{t_F} \right]^3} \quad (\text{A - 10})$$

A-3. Risswachstumskoeffizient D_G – Bestimmung mit Fehlerrechnung

Der Risswachstumskoeffizient wird gemäß Gl. 4.11 bestimmt:

$$D_G = \left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}}\right)^2 \cdot D_H \quad (\text{A - 11})$$

Die Messunsicherheit u_{D_G} wurde mit der Einzelunsicherheiten u_{D_H} abgeschätzt:

$$u_{D_G} \approx \sqrt{\left(\frac{\partial D_G}{\partial D_H} \cdot u_{D_H}\right)^2} = \sqrt{\left(\left(1 - \frac{\sigma_F}{R_{mk}}\right)^2 \cdot u_{D_H}\right)^2} \quad (\text{A - 12})$$

A-4. Bruchzähigkeit K_{Ic} – Bestimmung mit Fehlerrechnung

Die Bruchzähigkeit K_{Ic} wird nach Gl. (4.37) berechnet:

$$K_{Ic} = \sigma_F \cdot f_{CNT} \cdot \sqrt{\pi a_c} \quad (\text{A - 13})$$

Der Geometriekorrekturfaktor f_{CNT} wird nach Gl. (1.53) berechnet.

$$f_{CNT} \left(\frac{a}{W} \right) = \left(\frac{1,25}{[1 - (2a/W)^{1,47}]^{2,4}} \right)^{1/2} \quad (\text{A - 14})$$

Um die Ableitung zu vereinfachen, wird f_{CNT} mit

$$y = \frac{W}{w_k - 2a_c} \quad (\text{A - 15})$$

als Polynom dargestellt:

$$f_{CNT}(y) = \frac{1}{2} \cdot \sqrt{y} \cdot \left(y + \frac{1}{2} + \frac{3}{8}y^{-1} - \frac{5}{14}y^{-2} + \frac{11}{15}y^{-3} \right) \quad (\text{A - 16})$$

Die Messunsicherheit von y ist:

$$u_y = \sqrt{\left(\frac{\partial y}{\partial a_c} u_{a_c} \right)^2 + \left(\frac{\partial y}{\partial w_k} u_{w_k} \right)^2 + \left(\frac{\partial y}{\partial W} u_W \right)^2} \quad (\text{A - 17})$$

Lösung der einzelnen Differentialquotienten ergibt:

$$u_y = \sqrt{\left(\frac{2W \cdot u_{a_c}}{(w_k - 2a_c)^2} \right)^2 + \left(\frac{-W \cdot u_{w_k}}{(w_k - 2a_c)^2} \right)^2 + \left(\frac{u_W}{w_k - 2a_c} \right)^2} \quad (\text{A - 18})$$

Die Unsicherheit des Geometriekorrekturfaktors ist:

$$u_f = \frac{504 \cdot y^4 + 84 \cdot y^3 - 63 \cdot y^2 + 180 \cdot y - 616}{672 \cdot y^{7/2}} \cdot u_y \quad (\text{A - 19})$$

Die Messunsicherheit $u_{K_{Ic}}$ ergibt sich aus der Summe der quadrierten Beiträge der Einzelunsicherheiten u_f , u_{σ_F} und u_{a_c} :

$$u_{K_{Ic}} = \sqrt{\left(\frac{\partial K_{Ic}}{\partial \sigma_F} \cdot u_{\sigma_F} \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{Ic}}{\partial f_{CNT}} \cdot u_f \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{Ic}}{\partial a_c} \cdot u_{a_c} \right)^2} \quad (\text{A - 20})$$

Lösung der einzelnen Differentialquotienten ergibt:

$$u_{K_{Ic}} = \sqrt{\left(f_{CNT} \cdot \sqrt{\pi a_c} \cdot u_{\sigma_F} \right)^2 + \left(\sigma_F \cdot \sqrt{\pi a_c} \cdot u_f \right)^2 + \left(\frac{\sigma_F \cdot f_{CNT} \cdot \sqrt{\pi}}{2 \cdot \sqrt{a_c}} u_{a_c} \right)^2} \quad (\text{A - 21})$$

A-5. Schwellenwertspannung σ_{HAC} – Bestimmung mit Fehlerrechnung

Die Schwellenwertspannung wird aus der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} und dem Kerbdurchmesser w_k gemäß Gl. 4.24 berechnet:

$$\sigma_{HAC} = \frac{4L_{HAC}}{\pi \cdot w_k^2} \quad (A - 22)$$

Mit den Einzelunsicherheiten $u_{L_{HAC}}$ und u_{w_k} ergibt sich die Messunsicherheit der Schwellenwertspannung:

$$u_{\sigma_{HAC}} = \sqrt{\left(\frac{\partial \sigma_{HAC}}{\partial L_{HAC}} \cdot u_{L_{HAC}}\right)^2 + \left(\frac{\partial \sigma_{HAC}}{\partial w_k} \cdot u_{w_k}\right)^2} \quad (A - 23)$$

Lösung der Differentialquotienten ergibt:

$$u_{\sigma_{HAC}} = \sqrt{\left(\frac{4 \cdot u_{L_{HAC}}}{\pi \cdot w_k^2}\right)^2 + \left(-\frac{8L_{HAC}}{\pi \cdot w_k^3} \cdot u_{w_k}\right)^2} \quad (A - 24)$$

Neben der Messunsicherheit $u_{L_{HAC}}$ wird für die minimale Vorspannkraft L_{HAC} eine untere Fehlergrenze ΔL_{HAC} angegeben. Daraus folgt eine untere Fehlergrenze

$$\Delta \sigma_{HAC} = \frac{4 \cdot \Delta L_{HAC}}{\pi \cdot w_k^2} \quad (A - 25)$$

Wenn $\sigma_{HAC,r}$ den richtigen, nach Gl. (A - 22) berechneten Wert bezeichnet, dann wird die anfängliche Spannungsintensität unter Berücksichtigung der Messunsicherheit $u_{\sigma_{HAC}}$ und der Fehlergrenze $\Delta \sigma_{HAC}$ wie folgt ausgegeben:

$$\sigma_{HAC} = (\sigma_{HAC,r} - \Delta \sigma_{HAC}) \pm u_{\sigma_{HAC}} \quad (A - 26)$$

A-6. Anfängliche Spannungsintensität K_{I0} – Bestimmung mit Fehlerrechnung

Die Anfängliche Spannungsintensität K_{I0} wird nach Gl. 4.28 berechnet:

$$K_{I0} = \sigma_{HAC} \cdot \sqrt{\pi x_H} \quad (A - 27)$$

Mit den Einzelmessunsicherheiten $u_{\sigma_{HAC}}$ und u_{x_H} ist die Messunsicherheit der anfänglichen Spannungsintensität:

$$u_{K_{I0}} = \sqrt{\left(\frac{\partial K_{I0}}{\partial \sigma_{HAC}} \cdot u_{\sigma_{HAC}}\right)^2 + \left(\frac{\partial K_{I0}}{\partial x_H} \cdot u_{x_H}\right)^2} \quad (A - 28)$$

Lösung der Differentialquotienten:

$$u_{K_{I0}} = \sqrt{\left(u_{\sigma_{HAC}} \cdot \sqrt{\pi x_H}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{HAC} \cdot \sqrt{\pi}}{2\sqrt{x_H}} \cdot u_{x_H}\right)^2} \quad (\text{A - 29})$$

Die Unsicherheit u_{x_H} der Wasserstoffeindringtiefe wird aus den Unsicherheiten des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten u_{D_H} sowie der Wasserstoffbeladungsdauer u_{t_H} berechnet:

$$u_{x_H} = \sqrt{\left(\frac{\partial x_H}{\partial D_H} \cdot u_{D_H}\right)^2 + \left(\frac{\partial x_H}{\partial t_H} \cdot u_{t_H}\right)^2} \quad (\text{A - 30})$$

Lösung der Differentialquotienten:

$$u_{x_H} = \sqrt{\left(\sqrt{\frac{t_H}{D_H}} \cdot u_{D_H}\right)^2 + \left(\sqrt{\frac{D_H}{t_H}} \cdot u_{t_H}\right)^2} \quad (\text{A - 31})$$

Neben der Messunsicherheit $u_{\sigma_{HAC}}$ wird für die Schwellenwertspannung σ_{HAC} eine untere Fehlergrenze $\Delta\sigma_{HAC}$ angegeben. Daraus folgt eine untere Fehlergrenze

$$\Delta K_{I0} = \Delta\sigma_{HAC} \cdot \sqrt{\pi x_H} \quad (\text{A - 32})$$

für K_{I0} . Wenn $K_{I0,r}$ den richtigen, nach Gl. (A - 27) berechneten Wert bezeichnet, dann wird die anfängliche Spannungsintensität unter Berücksichtigung der Messunsicherheit $u_{K_{I0}}$ und der Fehlergrenze ΔK_{I0} wie folgt ausgegeben:

$$K_{I0} = (K_{I0,r} - \Delta K_{I0}) \pm u_{K_{I0}} \quad (\text{A - 33})$$

A-7. Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} – Bestimmung mit Fehlerrechnung

Gemäß der Herleitung in Kapitel 4.3 kann die Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} als Produkt aus der anfänglichen Spannungsintensität K_{I0} und einem von der Wasserstoffeindringtiefe abhängigen Geometriefaktor berechnet werden. Unter Vernachlässigung der kerbbedingten Spannungsüberhöhungen wird K_{IHAC} gemäß Gl. 4.53 berechnet:

$$K_{IHAC} = K_{I0} \cdot \left(\frac{w_k - 2x_H}{w_k - 6x_H}\right)^{-1/2} \quad (\text{A - 34})$$

Auch bei K_{IHAC} wird eine untere Fehlergrenze

$$\Delta K_{IHAC} = \Delta K_{I0} \cdot \left(\frac{w_k - 2x_H}{w_k - 6x_H}\right)^{-1/2} \quad (\text{A - 35})$$

sowie eine Messunsicherheit $u_{K_{IHAC}}$ berechnet:

$$u_{K_{IHAC}} = \sqrt{\left(\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial K_{I0}} \cdot u_{K_{I0}}\right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial w_k} \cdot u_{w_k}\right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial x_H} \cdot u_{x_H}\right)^2} \quad (\text{A - 36})$$

Lösung der Differentialquotienten:

$$\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial K_{I0}} = \left(\frac{w_k - 2x_H}{w_k - 6x_H}\right)^{-1/2} \quad (\text{A - 37})$$

$$\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial x_H} = -2K_{I0}w_k \cdot (6x_H - w_k)^{-2} \cdot \left(\frac{2x_H - w_k}{6x_H - w_k}\right)^{-3/2} \quad (\text{A - 38})$$

$$\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial w_k} = 2K_{I0}x_H \cdot (w_k - 6x_H)^{-2} \cdot \left(\frac{w_k - 2x_H}{w_k - 6x_H}\right)^{-3/2} \quad (\text{A - 39})$$

Die Berechnung der Unsicherheit u_{x_H} erfolgt wiederum nach Gl. (A - 31). Unter Berücksichtigung der kerbbedingten Spannungsüberhöhungen wird K_{IHAC} nach Gl. (4.51) berechnet:

$$K_{IHAC} = K_{I0} \left(\frac{\alpha_k}{2} \cdot \left(1 + \frac{\rho_k}{2x_H + \rho_k} \right) \sqrt{\frac{\rho_k (w_k - 2x_H)}{(2x_H + \rho_k)(w_k - 6x_H)}} \right)^{-1} \quad (\text{A - 40})$$

Die untere Fehlergrenze ist:

$$\Delta K_{IHAC} = \frac{2x_H + \rho_k}{\alpha_k \cdot (x_H + \rho_k) \cdot \left(\frac{\rho_k \cdot (w_k - 2x_H)}{(2x_H + \rho_k) \cdot (w_k - 6x_H)} \right)^{1/2}} \quad (\text{A - 41})$$

Die Messunsicherheit $u_{K_{IHAC}}$ ergibt sich zu:

$$u_{K_{IHAC}} = \sqrt{\left(\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial K_{I0}} u_{K_{I0}}\right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial w_k} u_{w_k}\right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial x_H} u_{x_H}\right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial \rho_k} u_{\rho_k}\right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial \alpha_k} u_{\alpha_k}\right)^2} \quad (\text{A - 42})$$

Lösung der Differentialquotienten:

$$\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial K_{I0}} = \frac{2x_H + \rho_k}{\alpha_k \cdot (x_H + \rho_k) \cdot \left(\frac{\rho_k \cdot (w_k - 2x_H)}{(2x_H + \rho_k) \cdot (w_k - 6x_H)} \right)^{1/2}} \quad (\text{A - 43})$$

$$\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial \alpha_k} = - \frac{K_{I0} \cdot (2x_H + \rho_k)}{\alpha_k^2 \cdot (x_H + \rho_k) \cdot \left(\frac{\rho_k \cdot (w_k - 2x_H)}{(2x_H + \rho_k) \cdot (w_k - 6x_H)} \right)^{1/2}} \quad (\text{A - 44})$$

$$\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial \rho_k} = - \frac{K_{I0} \cdot x_H (2x_H - w_k) \cdot (2\rho_k + x_H)}{\alpha_k \cdot (6x_H - w_k) \cdot (x_H + \rho_k)^2 \cdot (2x_H + \rho_k) \cdot \left(\frac{\rho_k \cdot (w_k - 2x_H)}{(2x_H + \rho_k) \cdot (w_k - 6x_H)} \right)^{3/2}} \quad (\text{A - 45})$$

$$\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial x_H} = \frac{K_{I0}\rho_k(12x_H^3 + (24\rho_k - 12w_k)x_H^2 + w_k(w_k - 22\rho_k)x_H + 2\rho_k w_k^2 - 2\rho_k^2 w_k)}{\alpha_k \cdot (x_H + \rho_k)^2 \cdot (2x_H + \rho_k) \cdot (6x_H - w_k)^2 \cdot \left(\frac{\rho_k \cdot (w_k - 2x_H)}{(2x_H + \rho_k) \cdot (w_k - 6x_H)}\right)^{3/2}} \quad (A - 46)$$

$$\frac{\partial K_{IHAC}}{\partial w_k} = \frac{2K_{I0}\rho_k x_H}{\alpha_k(x_H + \rho_k) \cdot (w_k - 6x_H)^2 \cdot \left(\frac{\rho_k \cdot (w_k - 2x_H)}{(2x_H + \rho_k) \cdot (w_k - 6x_H)}\right)^{3/2}} \quad (A - 47)$$

Damit die kerbbedingten Spannungsüberhöhungen berücksichtigt werden können muss der Geometriefaktor

$$\beta = \left(\frac{\alpha_k}{2} \cdot \left(1 + \frac{\rho_k}{2x_H + \rho_k} \right) \sqrt{\frac{\rho_k(w_k - 2x_H)}{(2x_H + \rho_k)(w_k - 6x_H)}} \right)^{-1} \quad (A - 48)$$

größer als 1 sein:

$$K_{IHAC} = \begin{cases} K_{I0} \cdot \beta & , \quad \beta > 1 \\ K_{I0} \cdot \left(\frac{w_k - 2x_H}{w_k - 6x_H} \right)^{-1/2} & , \quad \beta \leq 1 \end{cases} \quad (A - 49)$$

Wenn $K_{IHAC,r}$ den richtigen, nach Gl. (A - 49) berechneten Wert bezeichnet, dann wird die Schwellenwertspannungsintensität, unter Berücksichtigung der Messunsicherheit $u_{K_{IHAC}}$ und der Fehlergrenze ΔK_{IHAC} , wie folgt ausgegeben:

$$K_{IHAC} = (K_{IHAC,r} - \Delta K_{IHAC}) \pm u_{K_{IHAC}} \quad (A - 50)$$

A-8. Auswertung einzelner Kraft-Zeit-Verläufe hinsichtlich der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit sowie Vermessung der kritischen Risslänge a_c

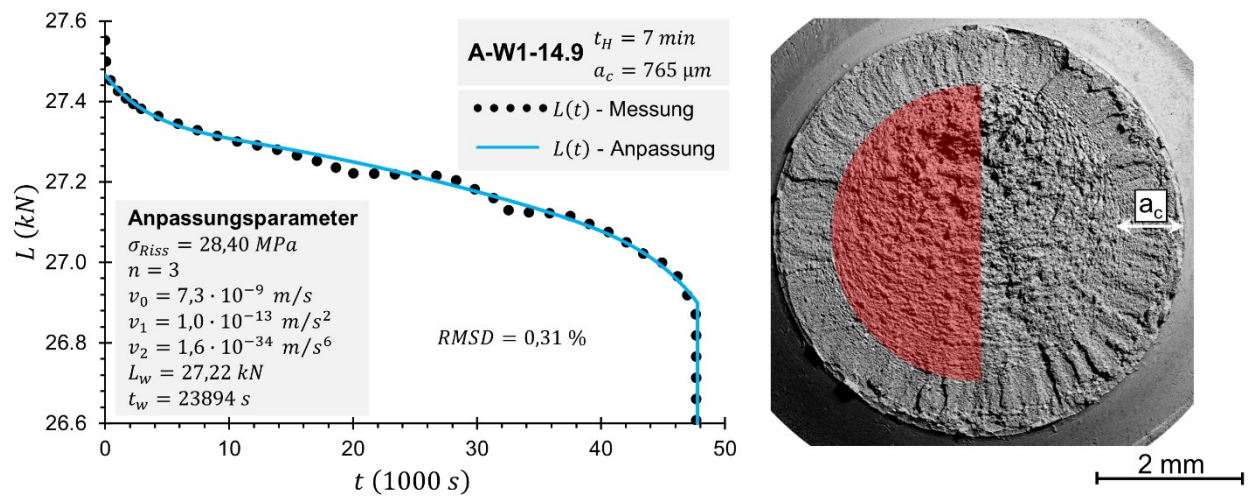


Abbildung A - 1: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, RMSD) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfleiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 7 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

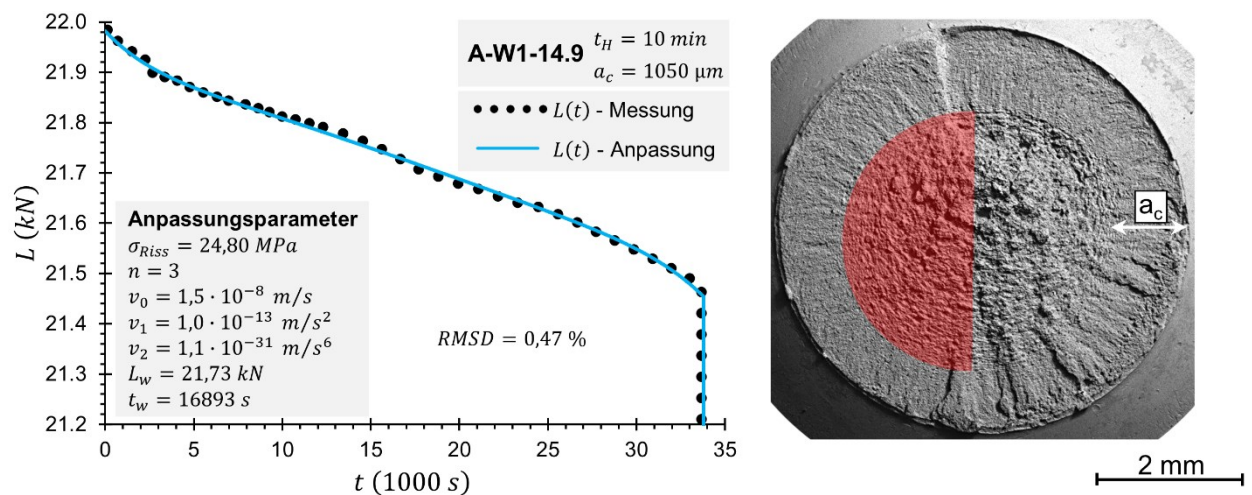


Abbildung A - 2: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, RMSD) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfleiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 10 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

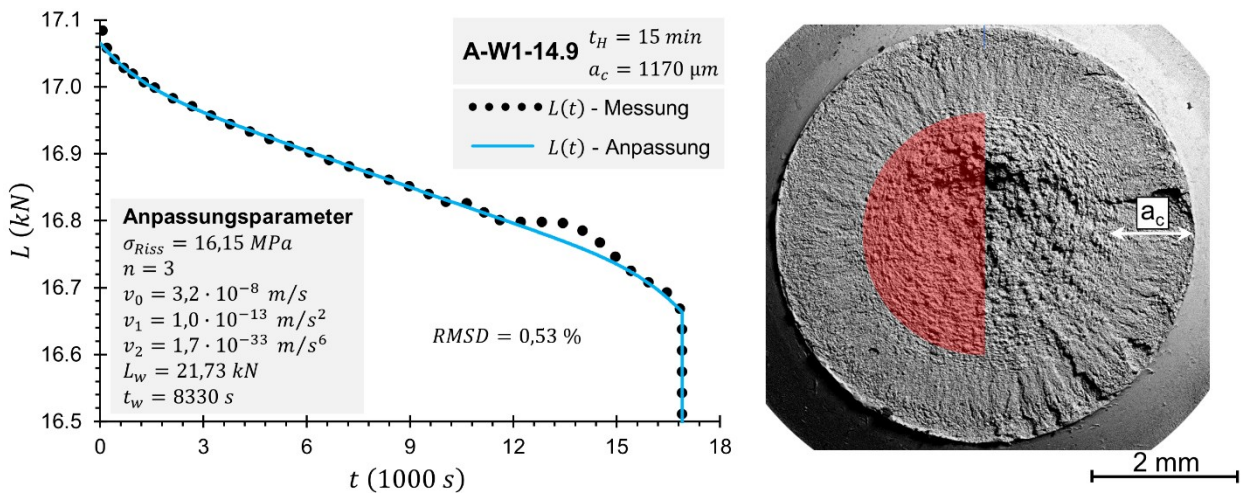


Abbildung A - 3: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 15 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

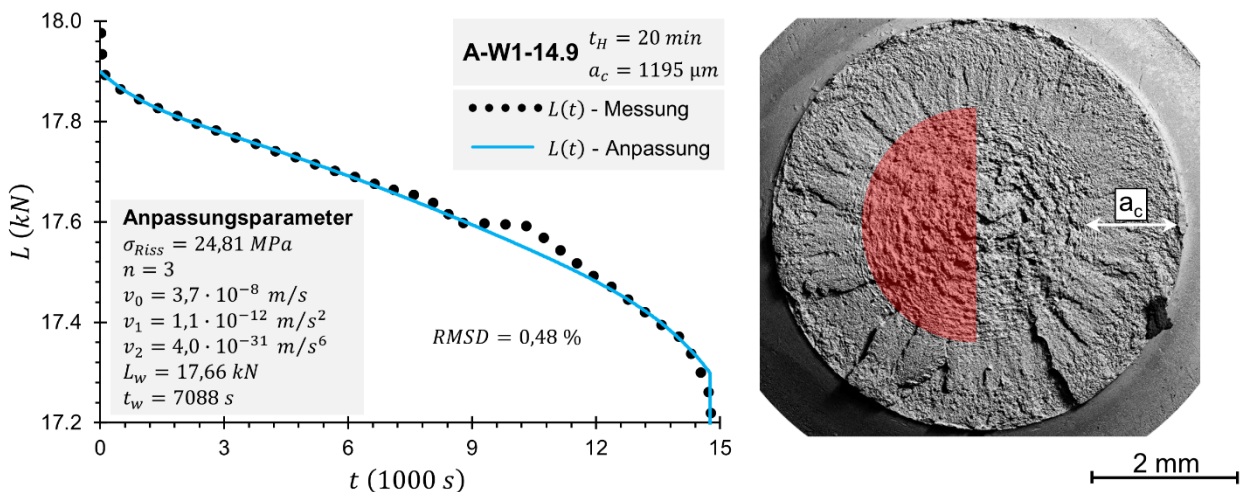


Abbildung A - 4: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 20 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

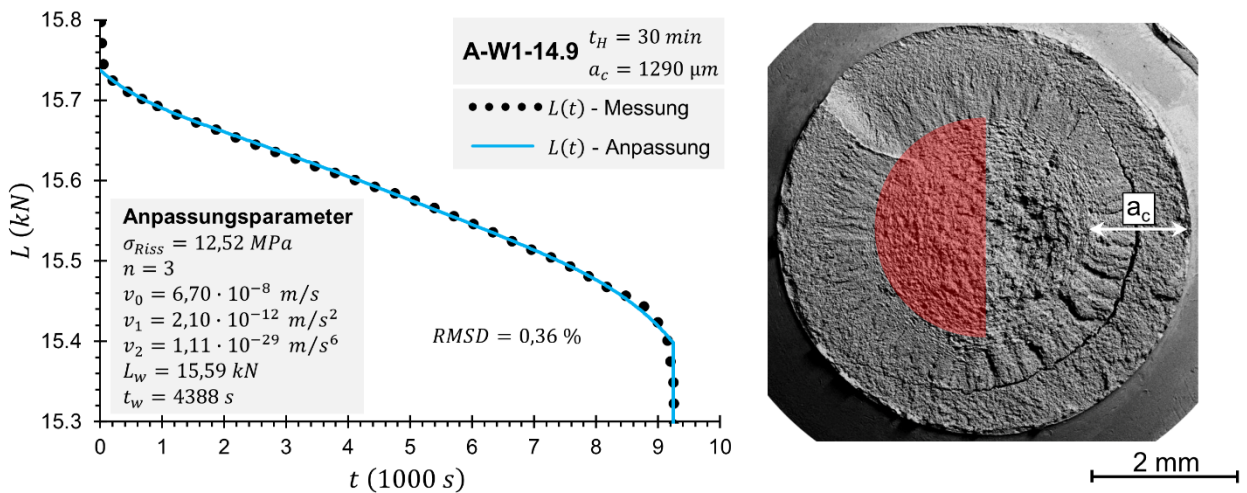


Abbildung A - 5: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 30 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

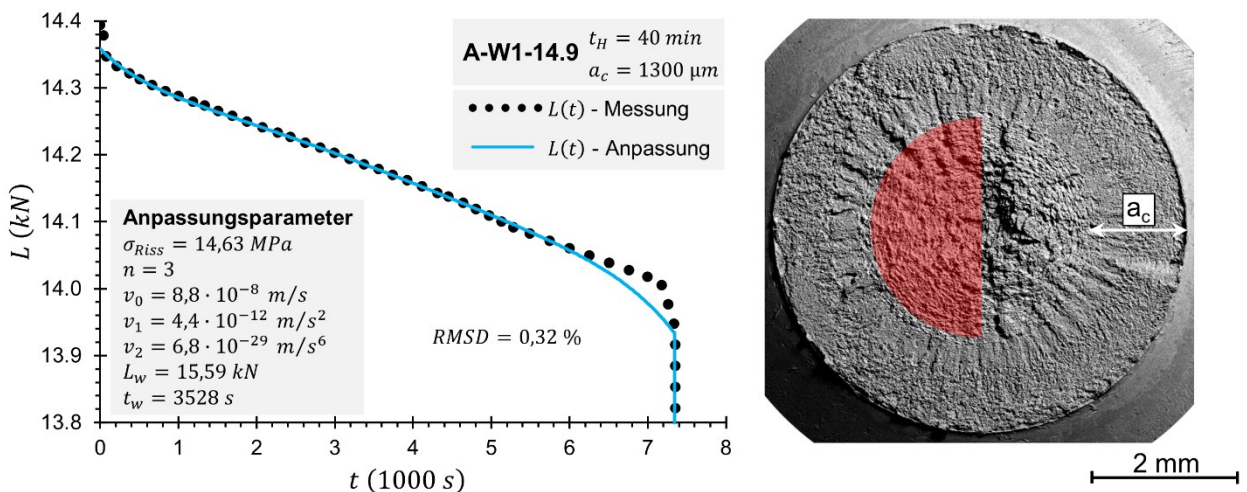


Abbildung A - 6: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 40 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

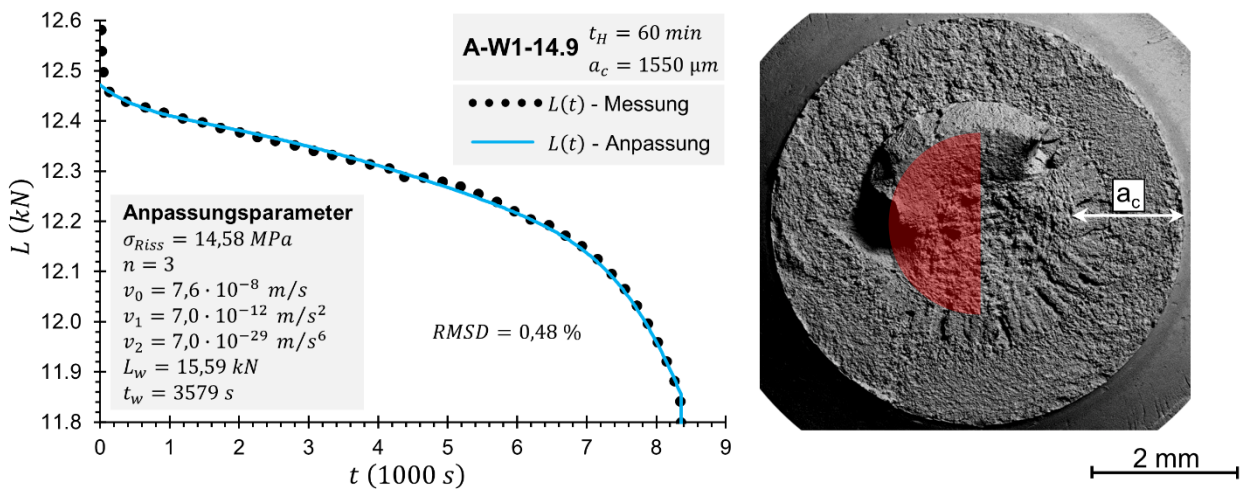


Abbildung A - 7: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfleiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 60 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

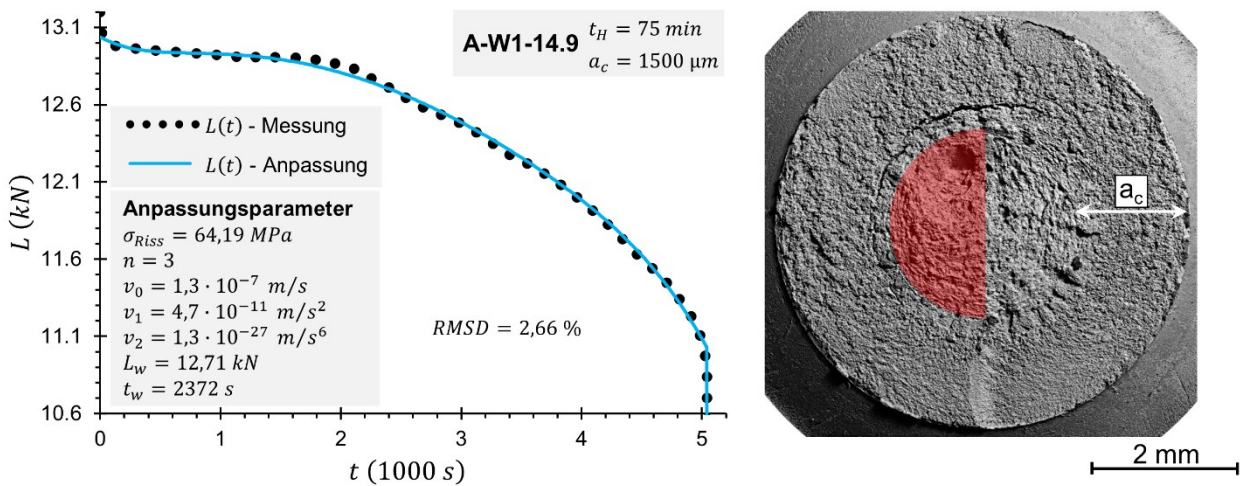


Abbildung A - 8: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfleiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 75 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

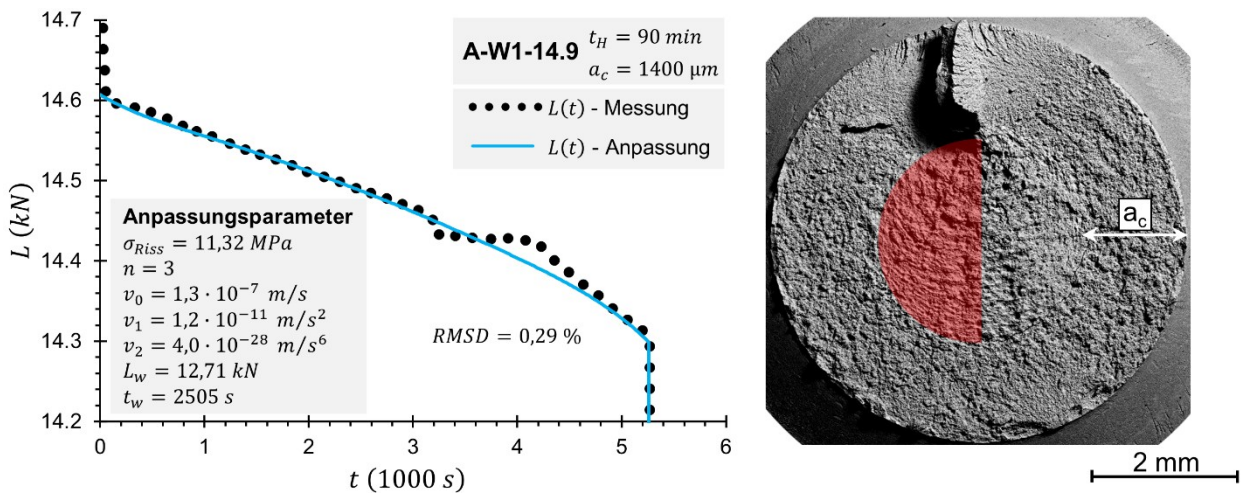


Abbildung A - 9: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W1-14.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 90 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

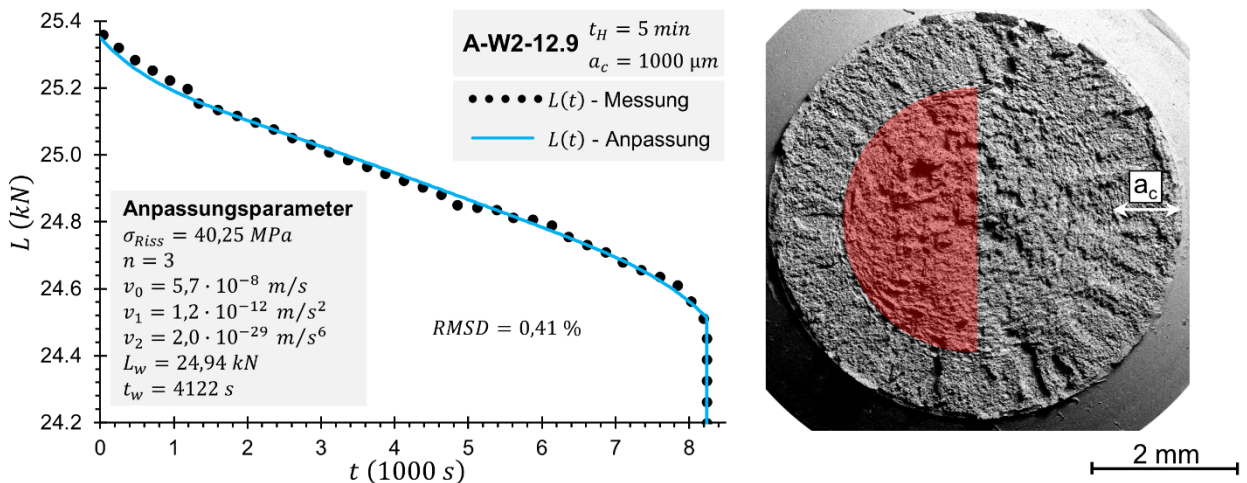


Abbildung A - 10: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W2-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 5 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

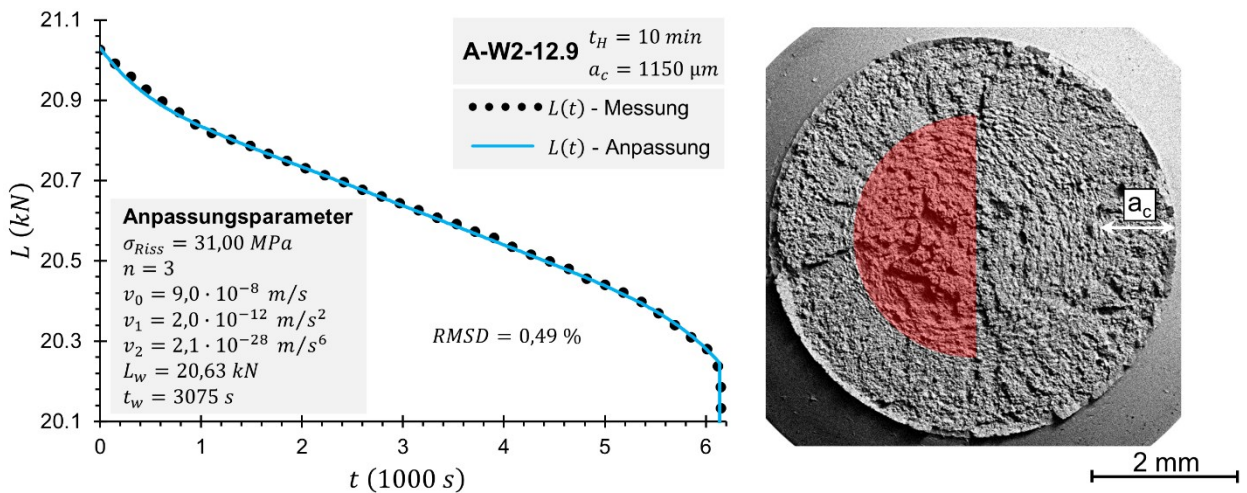


Abbildung A - 11: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfleiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W2-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 10 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

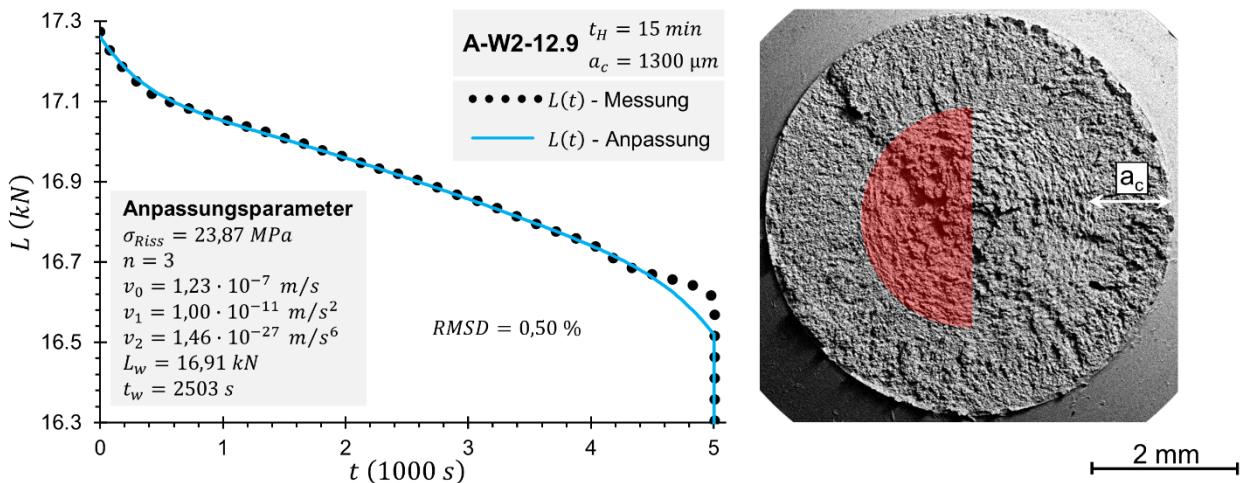


Abbildung A - 12: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfleiles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W2-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 15 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

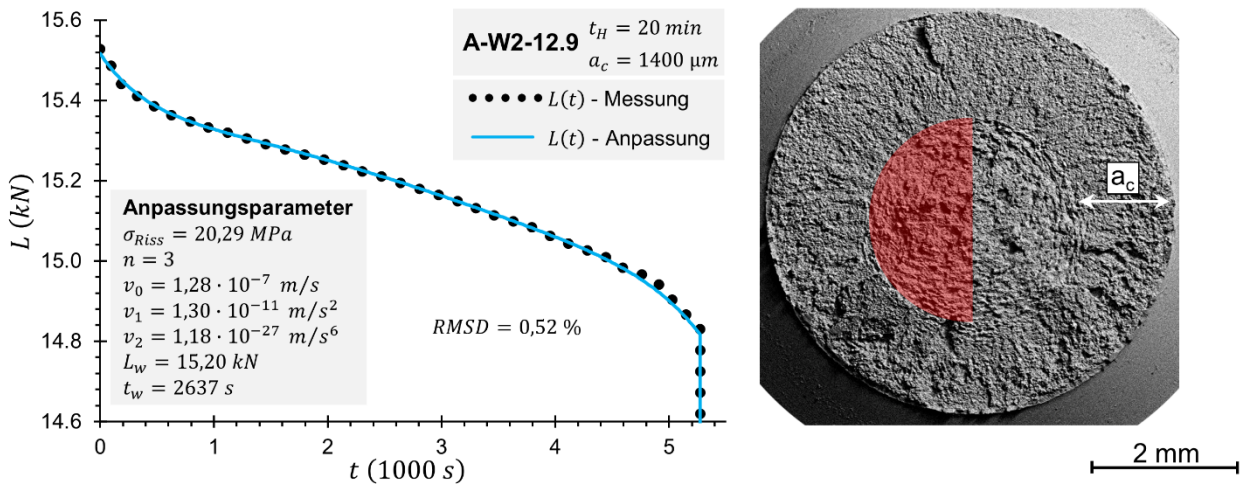


Abbildung A - 13: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W2-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 20 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

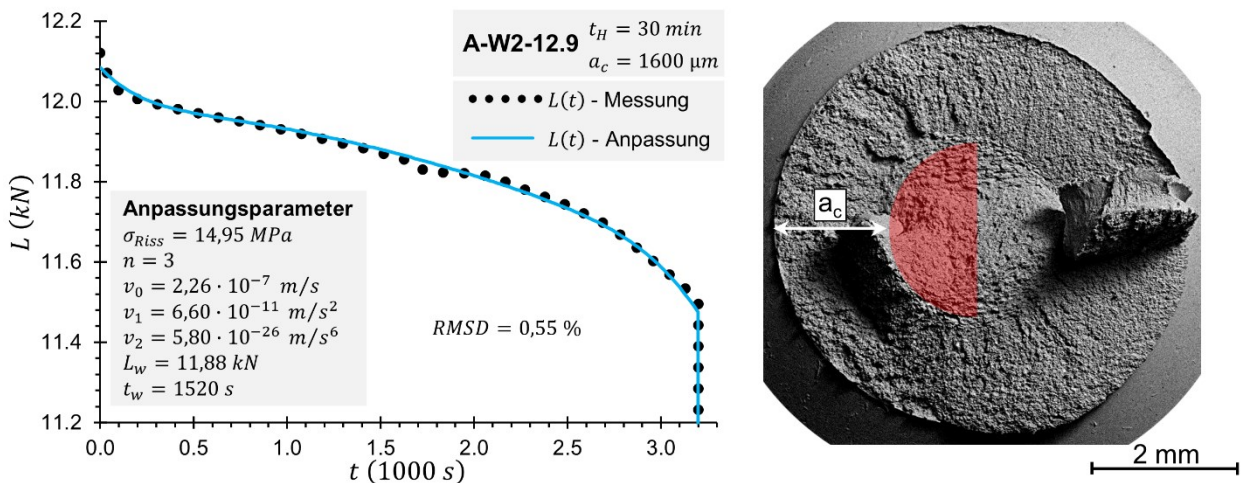


Abbildung A - 14: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W2-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 30 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

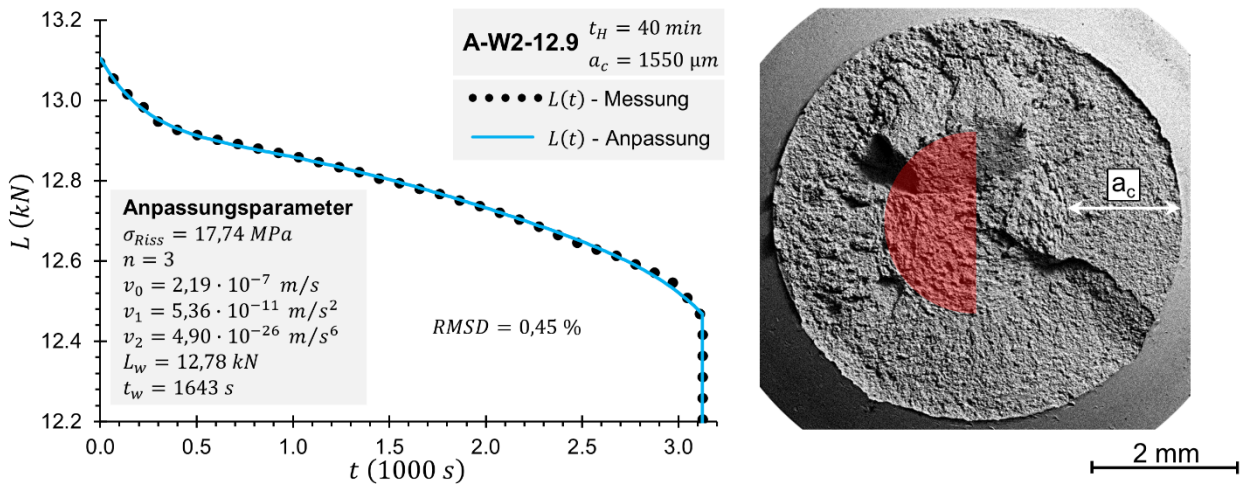


Abbildung A - 15: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe A-W2-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 40 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

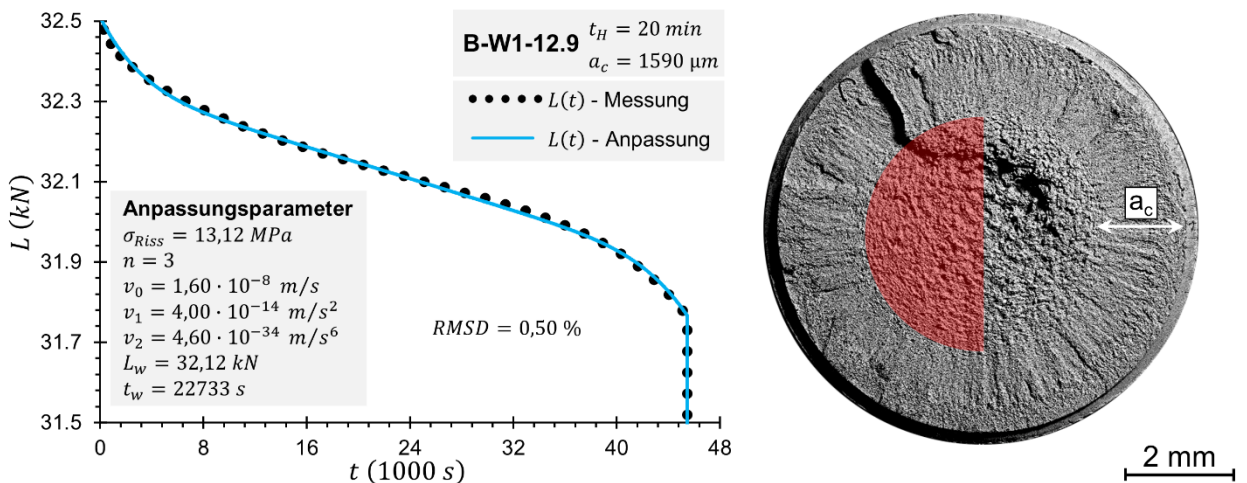


Abbildung A - 16: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W1-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 20 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

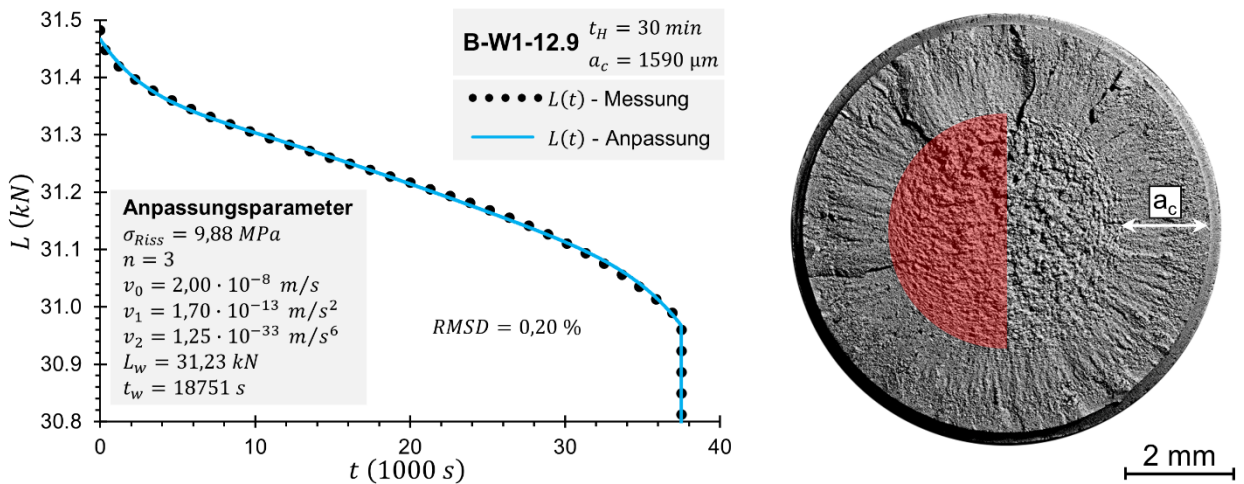


Abbildung A - 17: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W1-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 30 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

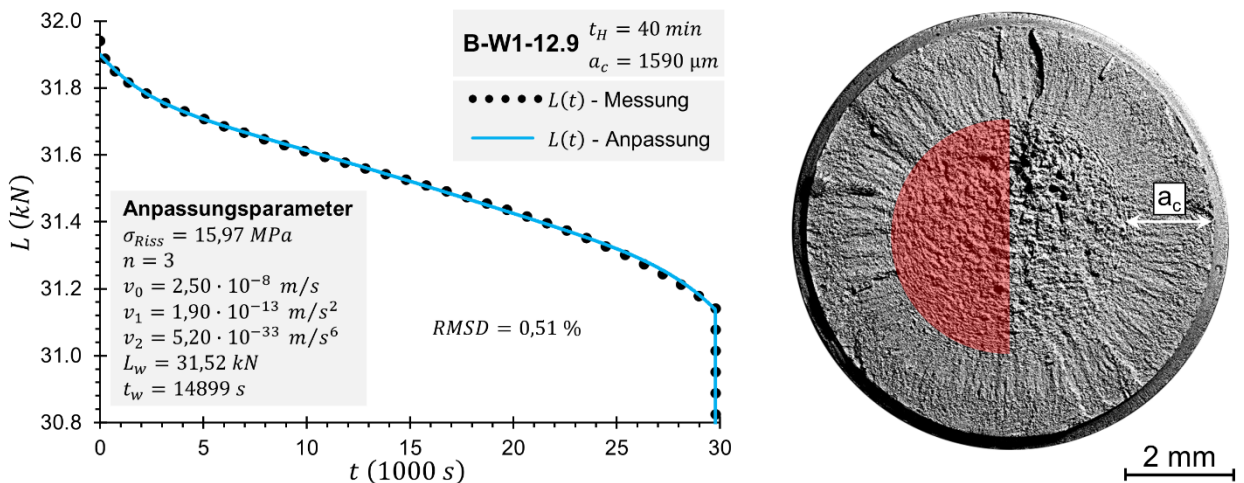


Abbildung A - 18: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W1-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 40 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

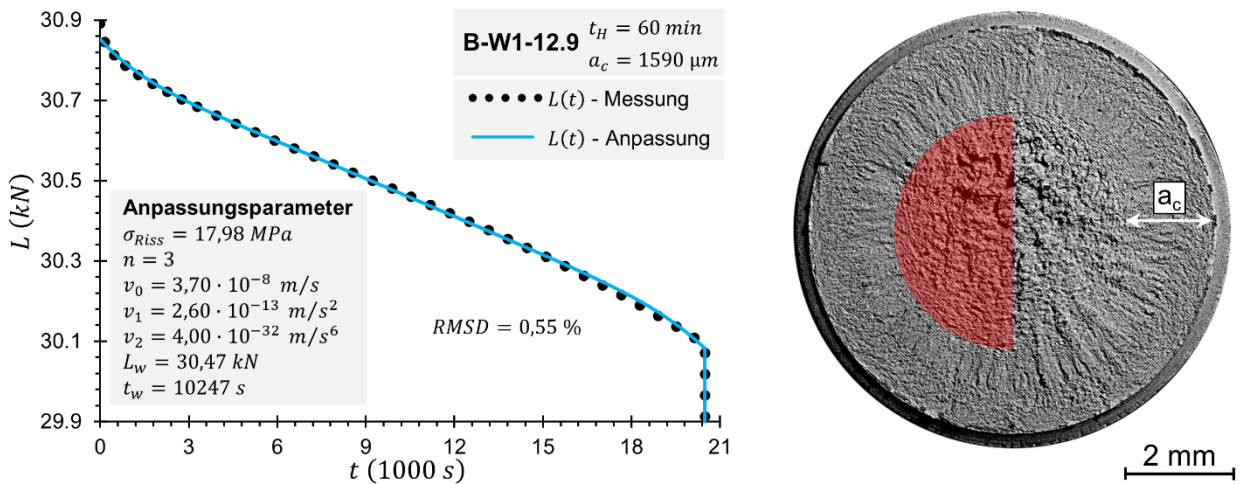


Abbildung A - 19: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W1-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 60 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

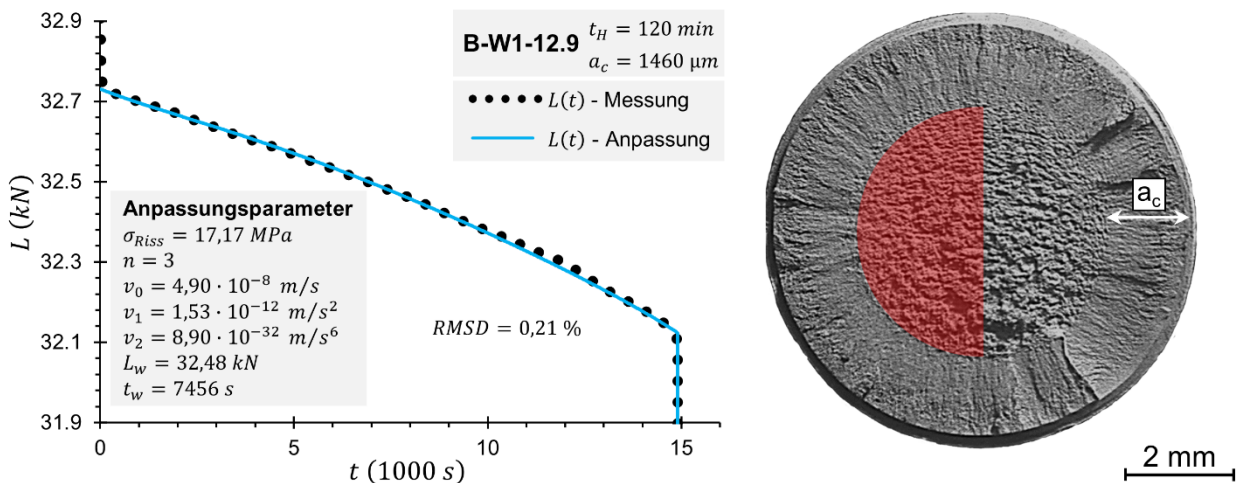


Abbildung A - 20: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W1-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 120 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

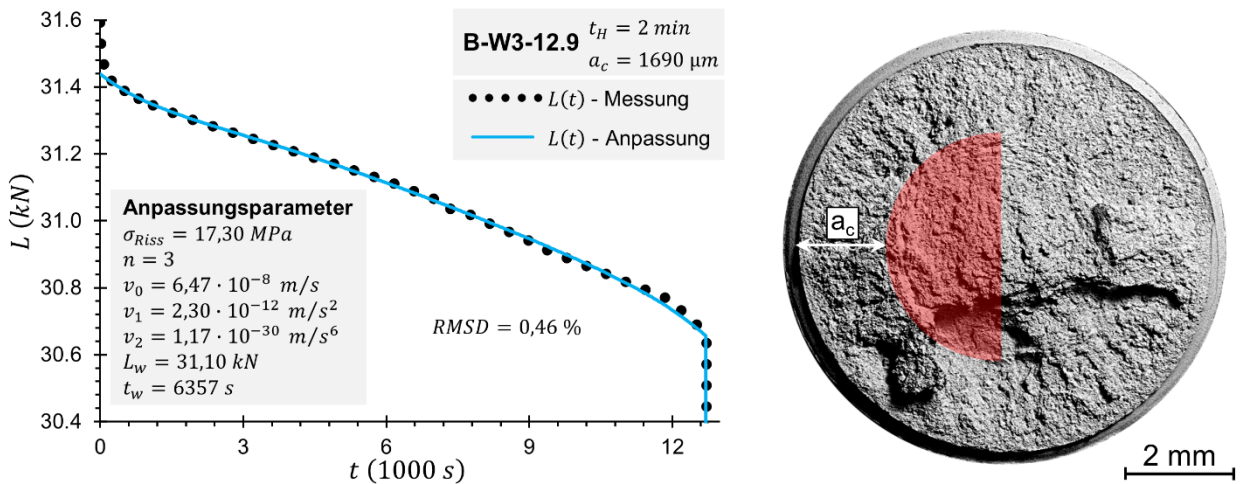


Abbildung A - 21: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W3-12.9 vorgenommen, die vor der Verspanprüfung für $t_H = 2 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

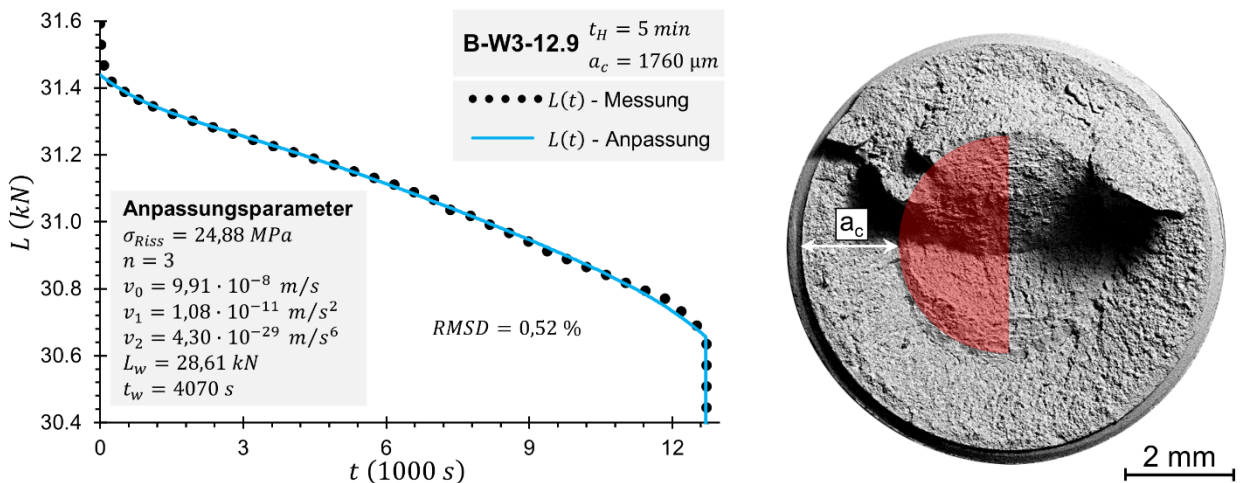


Abbildung A - 22: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W3-12.9 vorgenommen, die vor der Verspanprüfung für $t_H = 5 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

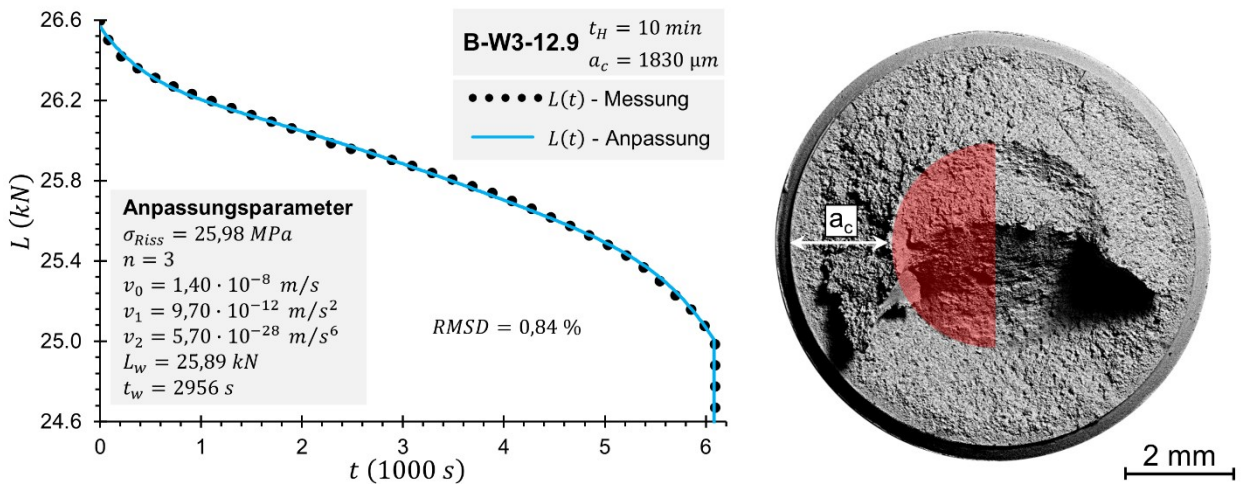


Abbildung A - 23: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W3-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 10 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

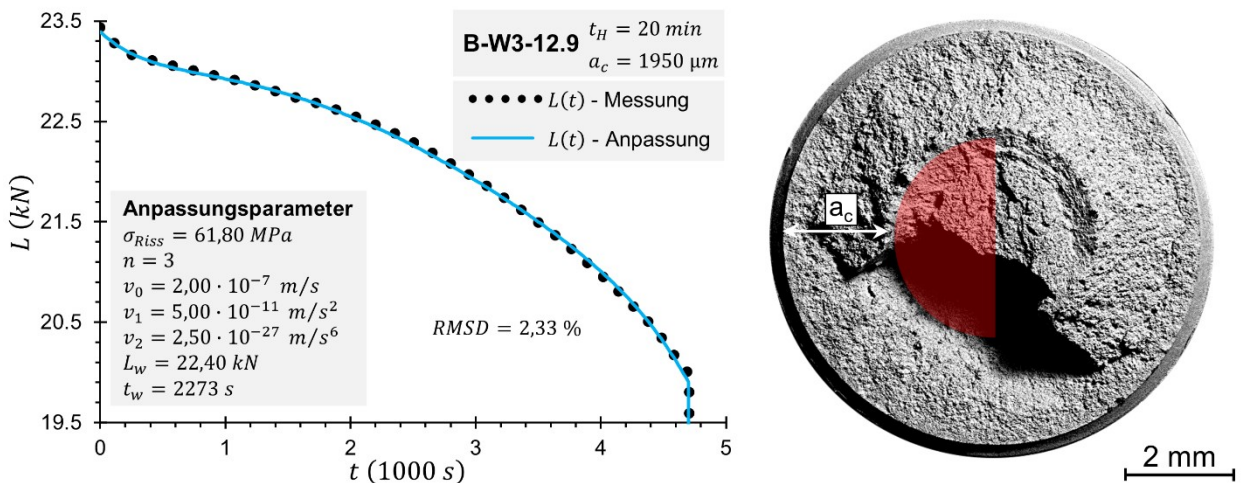


Abbildung A - 24: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W3-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 20 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

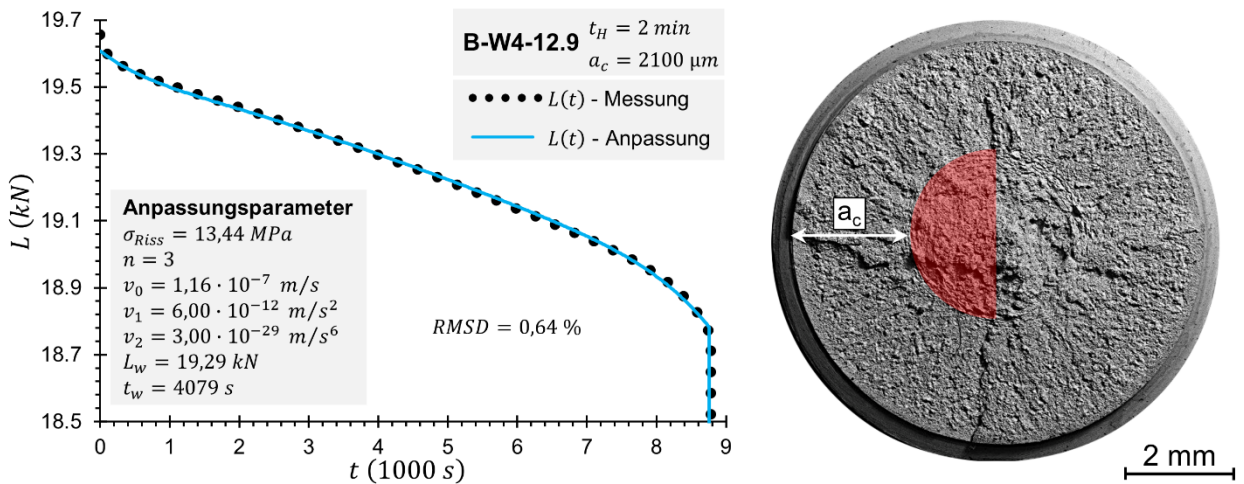


Abbildung A - 25: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W4-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 2 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

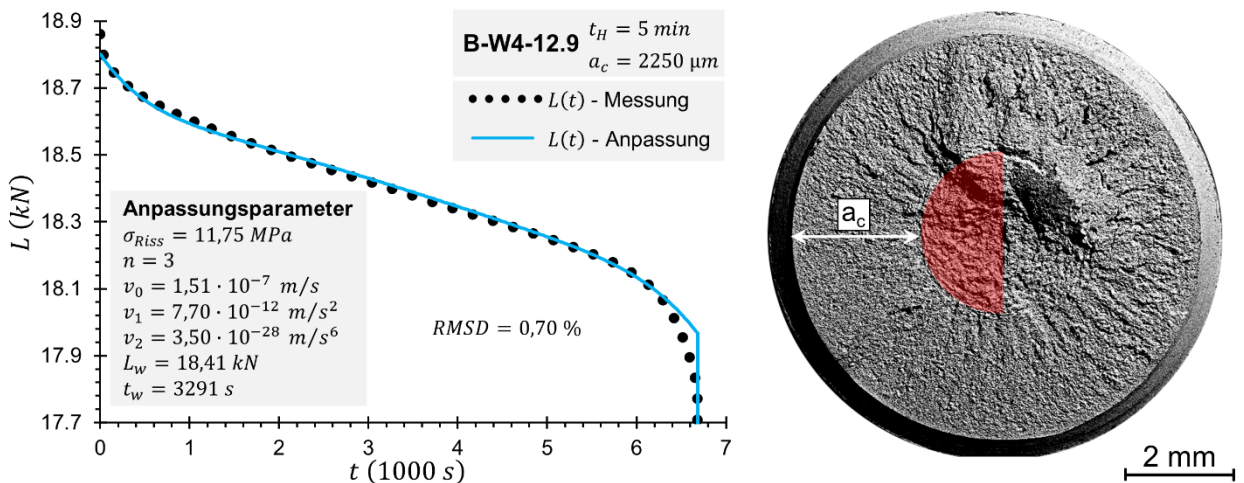


Abbildung A - 26: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W4-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 5 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

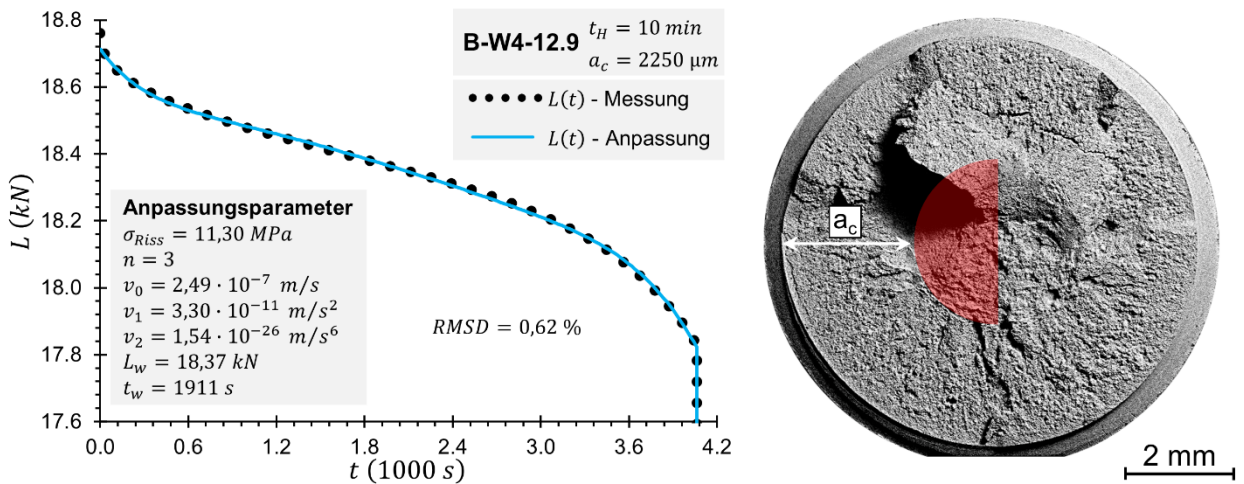


Abbildung A - 27: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W4-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 10 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

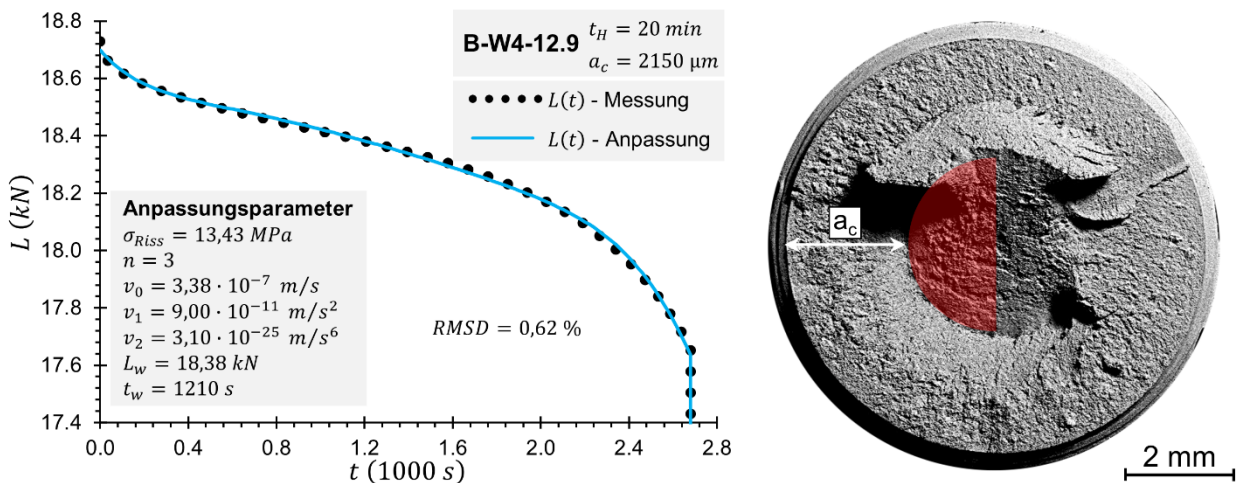


Abbildung A - 28: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W4-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 20 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

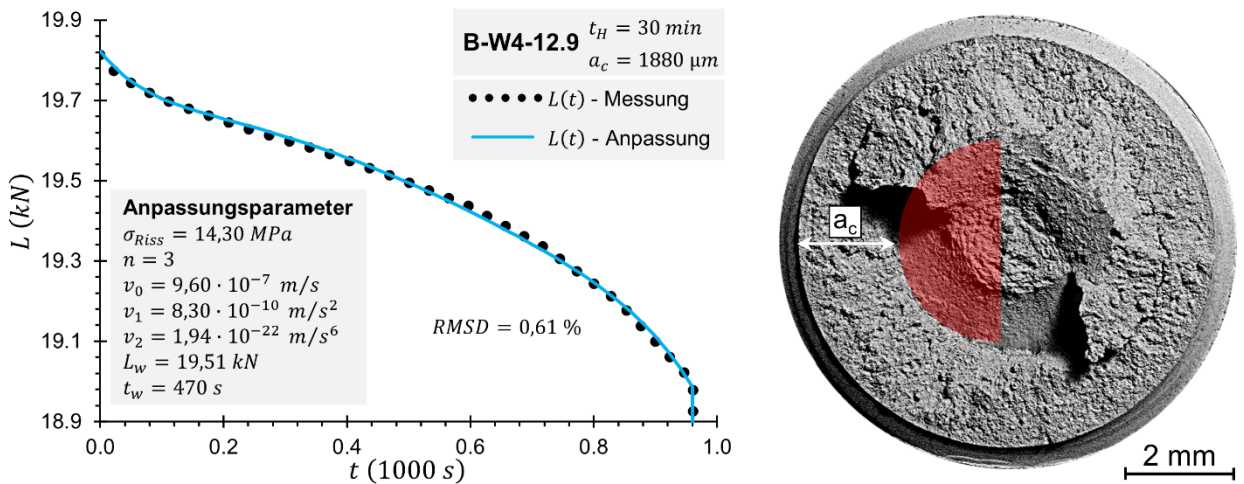


Abbildung A - 29: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W4-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 30 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

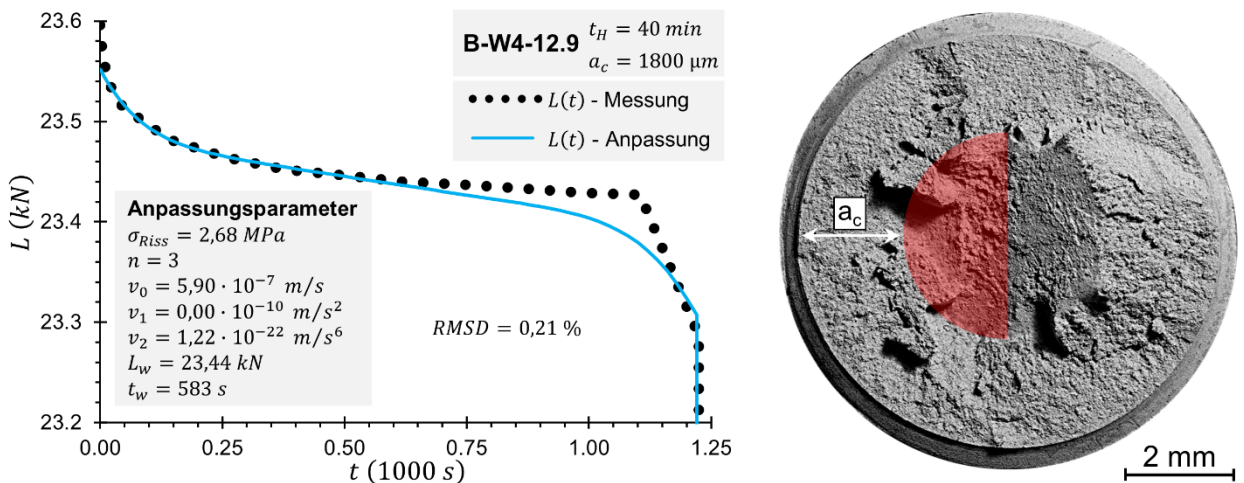


Abbildung A - 30: Anpassung der Modellgleichung $L(t)$ (Gl. 4.65) an den gemessenen Kraft-Zeit-Verlauf zur Bestimmung der momentanen Risswachstumsgeschwindigkeit. Die Anpassungsparameter sind in der Abbildung enthalten. Die Güte der Anpassung wird gemäß Gl. 4.77 mit dem relativen Standardfehler der Regression (engl. *Root-mean-square deviation*, *RMSD*) angegeben. Zu jeder $L(t)$ -Kurve wird rechts die zugehörige Bruchfläche gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung der Unterscheidung zwischen der Rissfläche und der Restgewaltbruchfläche wurde letztere halbseitig maskiert. Weiterhin wurde die kritische Risslänge a_c mithilfe eines Distanzpfieles markiert. Die Dargestellte Auswertung wurde für die Probe B-W4-12.9 vorgenommen, die vor der Verspannprüfung für $t_H = 40 \text{ min}$ mit Wasserstoff beladen wurde.

A-9. Rasterelektronenmikroskopie – Bruchmikrostrukturen entlang des Risspfades

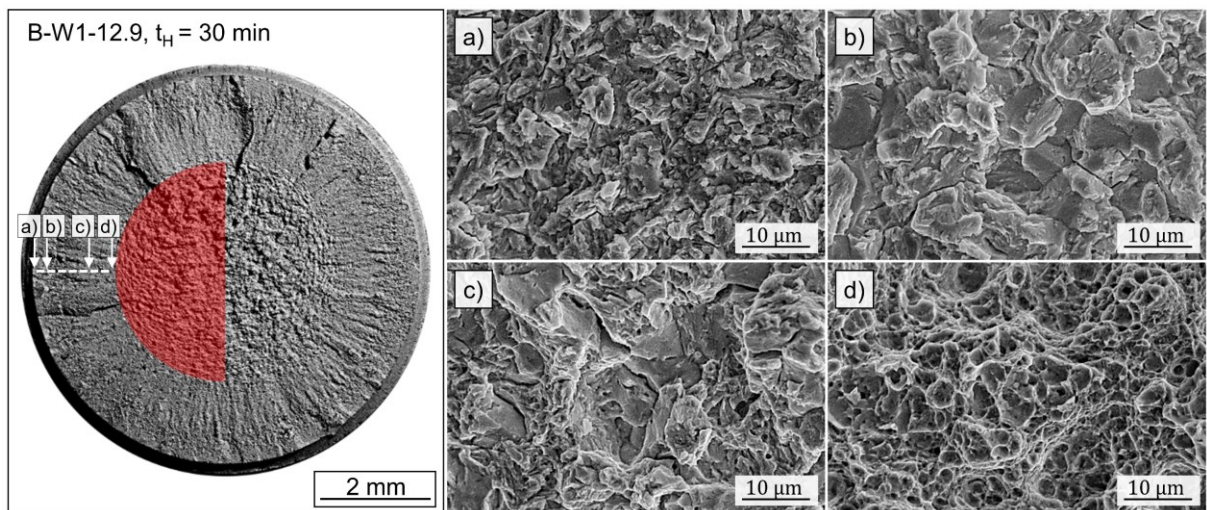


Abbildung A - 31: Bruchfläche der Probe B-W1-12.9 infolge einer Wasserstoffbeladungsdauer von 30 min und einer anschließenden Verspannung bei der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} sowie Zuordnung der charakteristischen Bruchmikrostrukturen entlang des eingezeichneten Risspfades. **a)** und **b)** Interkristalliner Spaltbruch im Bereich der wasserstoffassitierten Rissinitiierung. **c)** Anteile an interkristallinen Spaltflächen sowie Anteile an transkristallinen Waben im Bereich des diffusionskontrollierten, unterkritischen Risswachstums. **d)** Duktile Waben im Bereich des Restgewaltbruchs.

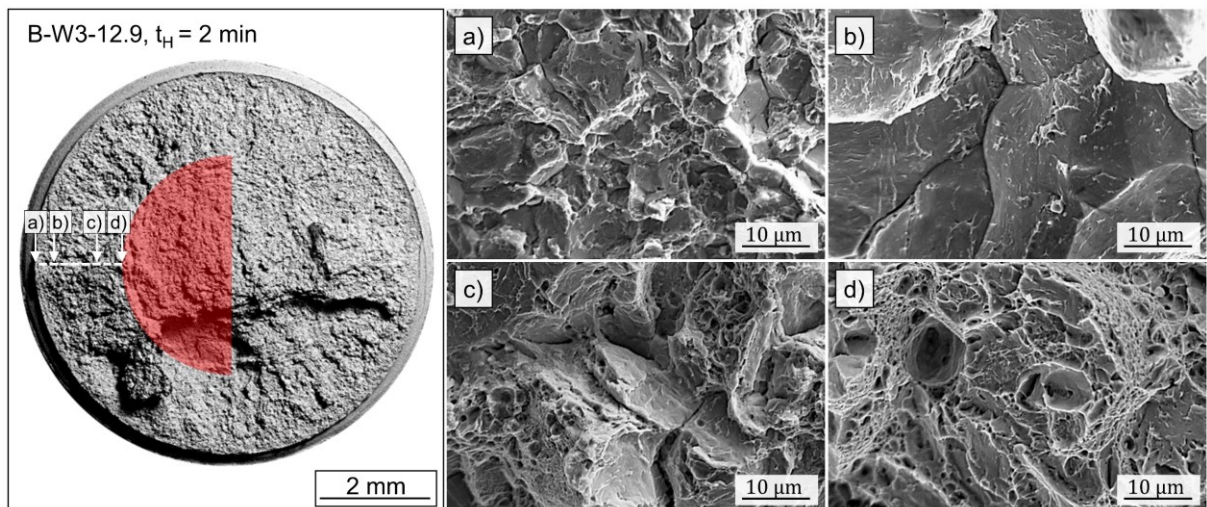


Abbildung A - 32: Bruchfläche der Probe B-W3-12.9 infolge einer Wasserstoffbeladungsdauer von 2 min und einer anschließenden Verspannung bei der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} sowie Zuordnung der charakteristischen Bruchmikrostrukturen entlang des eingezeichneten Risspfades. **a)** Anteile an interkristallinen Spaltflächen sowie Anteile an transkristallinen Waben im Bereich des Kerbgrunds. **b)** Interkristalliner Spaltbruch im Bereich der wasserstoffassitierten Rissinitiierung. **c)** Anteile an interkristallinen Spaltflächen sowie Anteile an transkristallinen Waben im Bereich des diffusionskontrollierten, unterkritischen Risswachstums. **d)** Duktile Waben im Bereich des Restgewaltbruchs.

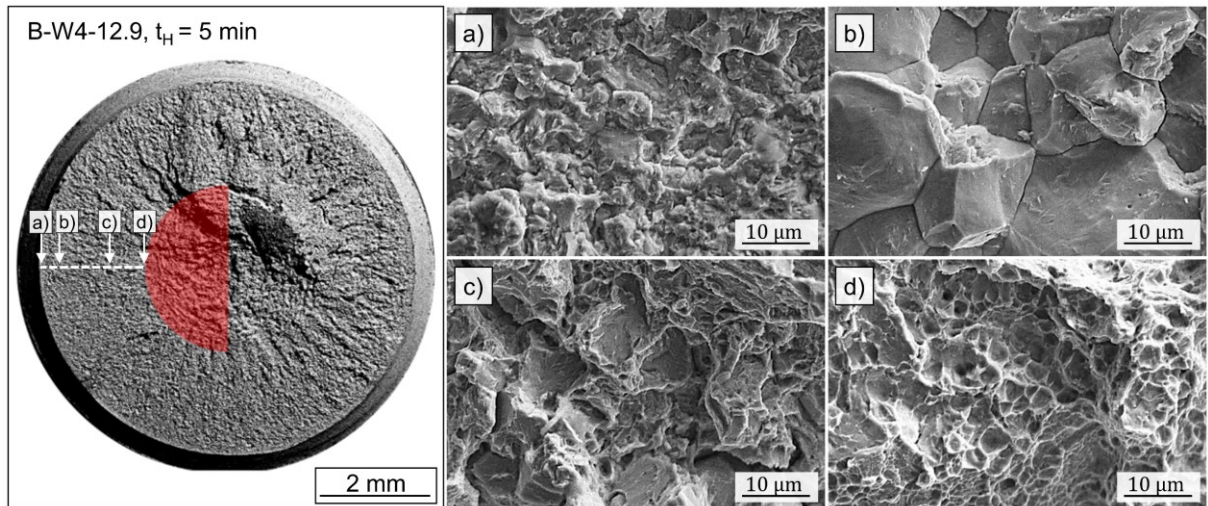


Abbildung A - 33: Bruchfläche der Probe B-W4-12.9 infolge einer Wasserstoffbeladungsdauer von 5 min und einer anschließenden Verspannung bei der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} sowie Zuordnung der charakteristischen Bruchmikrostrukturen entlang des eingezeichneten Risspfads. **a)** Anteile an interkristallinen Spaltflächen im Bereich des Kerbgrunds. **b)** Interkristalliner Spaltbruch im Bereich der wasserstoffassistierten Rissinitiierung. **c)** Anteile an interkristallinen Spaltflächen sowie Anteile an transkristallinen Waben im Bereich des diffusionskontrollierten, unterkritischen Risswachstums. **d)** Duktile Waben im Bereich des Restgewaltbruchs.

A-10. Lichtmikroskopie – Vermessung des Kerbradius ρ_k

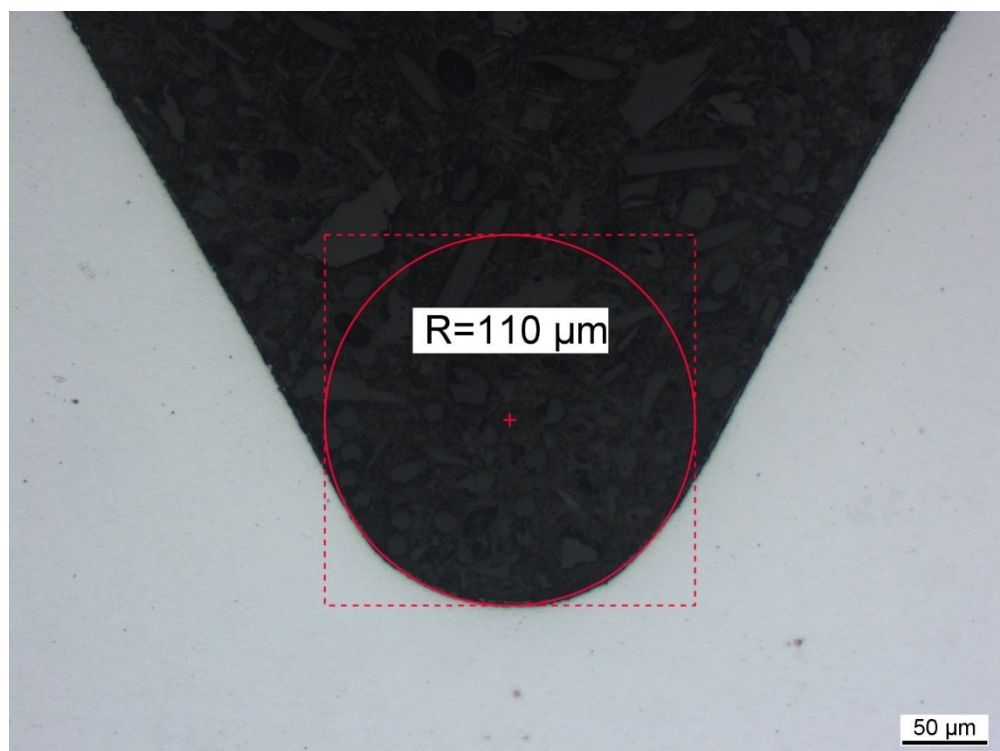


Abbildung A - 34: Vermessung des Kerbradius ρ_k am metallgraphischen Schliff, am Beispiel der Probe A-W1-14.9. Vergrößerung: 200.

A-11. Schätzung der Einzelmessunsicherheiten

Parameter	Bedeutung	Geschätzte Unsicherheit
t_H :	Wasserstoffbeladungsdauer	$u_{t_H} = +90$ s: Schätzung aus der maximalen Zeitspanne zwischen dem Ende der Wasserstoffbeladung und dem Beginn der Verspannprüfung.
t_F :	Zeit zum Versagen	$u_{t_F} = \pm 15$ % des gemessenen Wertes. Standardabweichung aus mehreren Messungen bei der minimalen Vorspannkraft L_{HAC} zu einer Wasserstoffbeladungsdauer t_H . Im Mittel liegen Standardunsicherheiten von $u_{t_F} = \pm 15$ % vor, sodass dieser Wert für die Auswertung von Einzelmessungen verwendet werden kann.
L_F :	Bruchkraft	$u_{L_F} = \pm 1$ % des Messbereichs: Angaben des Herstellers zur maximalen Unsicherheit der Kraftaufnahme mittels Dehnungsmessstreifen von $u = \pm 1$ %.
L_{HAC} :	Schwellenwert der ertragbaren Last	$u_{L_{HAC}} = \pm 1$ % des Messbereichs: Angaben des Herstellers zur maximalen Unsicherheit der Kraftaufnahme mittels Dehnungsmessstreifen von $u = \pm 1$ %.
R_{mk} :	Kerbzugfestigkeit	$u_{R_{mk}} \approx \pm 1$ % des gemessenen Wertes. Standardabweichung aus mindestens 3 Einzelmessungen. Im Mittel liegen Standardunsicherheiten von ± 1 % des gemessenen Wertes vor.
a_c :	Kritische Risslänge	$u_{a_c} = \pm 5$ %. Anhand von Überprüfungen von zertifizierten Siliciumstrukturen wurde die Messunsicherheit bei der Längenmessung mittels Rasterelektronenmikroskopie zu $u = \pm 3$ % der gemessenen Länge geschätzt. Zzgl. einer geschätzten Unsicherheit der individuellen Erkennung der Spitze des umlaufenden Risses von ± 2 % wird die Messunsicherheit der Vermessung der kritischen Risslänge mittels Rasterelektronenmikroskopie mit $u_{a_c} = \pm 5$ % angegeben.
W :	Außendurchmesser	$u_W = \pm 0,05$ mm. Die Messunsicherheit des verwendeten Messschiebers beträgt $u = \pm 0,02$ mm. Unter Berücksichtigung zufälliger Fehler, wie z.B. das unsichere Ansetzen des Messschiebers sowie Unsicherheiten aufgrund unsauberer Flächen, wird für den Außendurchmesser W eine Unsicherheit $u_W = \pm 0,05$ mm angegeben.
w_k :	Kerbdurchmesser	$u_{w_k} = \pm 0,05$ mm. Die Messunsicherheit des verwendeten Messschiebers beträgt $u = \pm 0,02$ mm. Unter Berücksichtigung zufälliger Fehler, wie z.B. das unsichere Ansetzen des Messschiebers sowie Unsicherheiten aufgrund unsauberer Flächen, wird für den Kerbdurchmesser w_k eine Unsicherheit $u_{w_k} = \pm 0,05$ mm angegeben.
ρ_k :	Kerbradius	$u_{\rho_k} = \pm 3$ %. Der Kerbradius wurde mittels Lichtmikroskopie am metallographischen Längsschliff vermessen. Eine beispielhafte Vermessung zeigt Abbildung A-34 . Anhand von Überprüfungen von zertifizierten Glasmaßstäben wurde die Messunsicherheit bei der Längenmessung mittels Lichtmikroskopie zu $u = \pm 3$ % der gemessenen Länge geschätzt.
α_k :	Kerbformzahl	$u_{\alpha_k} = \pm 7$ %. Mit den Unsicherheiten u_{ρ_k} , u_{w_k} und u_W ergibt sich eine Unsicherheit der Kerbformzahl von $u_{\alpha_k} = \pm 7$ %.

A-12. Tabellarische Zusammenfassung der Ergebnisse

Tabelle A - 1: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H sowie des Risswachstumskoeffizienten D_G für Proben des Typs A-W1-14.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 2045 \pm 20 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 5,54 \text{ mm}$.

A-W1-14.9	$\sqrt{t_H} (\sqrt{s})$	$L_{HAC} (kN)$	$\sigma_F (MPa)$	$\sqrt{t_F} (\sqrt{s})$	$a_c (\mu m)$	$\frac{R_{mk}}{R_{mk} - \sigma_F}$	$\frac{D_H}{(m^2/s) \cdot 10^{11}}$	$\frac{D_G}{(m^2/s) \cdot 10^{11}}$
	21 ± 2	27,5 – 0,5	1216 ± 25	146 ± 11	765 ± 38	2,47 ± 0,08	2,4 ± 0,4	0,4 ± 0,1
	25 ± 2	22,0 – 2,0	892 ± 18	144 ± 10	940 ± 47	1,77 ± 0,03	2,3 ± 0,6	0,7 ± 0,2
	30 ± 2	17,2 – 1,2	693 ± 14	129 ± 2	1170 ± 59	1,51 ± 0,02	2,6 ± 0,3	1,1 ± 0,1
	35 ± 1	16,0 – 1,2	714 ± 15	118 ± 13	1195 ± 60	1,54 ± 0,02	2,9 ± 1,2	1,2 ± 0,5
	42 ± 1	15,0 – 1,0	635 ± 14	100 ± 7	1290 ± 65	1,45 ± 0,01	3,4 ± 0,9	1,6 ± 0,4
	49 ± 1	14,5 – 0,3	577 ± 12	94 ± 7	1300 ± 65	1,39 ± 0,01	3,2 ± 0,8	1,6 ± 0,4
	60 ± 1	13,0 – 0,8	510 ± 11	73 ± 4	1550 ± 78	1,33 ± 0,01	4,6 ± 0,8	2,6 ± 0,5
	67 ± 1	13,2 – 0,6	543 ± 11	63 ± 12	1500 ± 75	1,36 ± 0,01	4,4 ± 1,8	2,4 ± 1,0
	74 ± 1	14,8 – 0,7	589 ± 12	51 ± 4	1400 ± 70	1,40 ± 0,01	4,1 ± 0,7	2,1 ± 0,3
Mittelwert ϕ:							3,3 ± 0,9	

Tabelle A - 2: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H sowie des Risswachstumskoeffizienten D_G für Proben des Typs A-W2-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1835 \pm 18 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 5,54 \text{ mm}$.

A-W2-12.9	$\sqrt{t_H} (\sqrt{s})$	$L_{HAC} (kN)$	$\sigma_F (MPa)$	$\sqrt{t_F} (\sqrt{s})$	$a_c (\mu m)$	$\frac{R_{mk}}{R_{mk} - \sigma_F}$	$\frac{D_H}{(m^2/s) \cdot 10^{11}}$	$\frac{D_G}{(m^2/s) \cdot 10^{11}}$
	17 ± 3	25,4 – 3,0	1016 ± 21	98 ± 14	1000 ± 50	2,24 ± 0,04	6,7 ± 2,3	1,3 ± 0,5
	24 ± 2	21,0 – 0,5	836 ± 17	83 ± 4	1150 ± 58	1,84 ± 0,02	6,8 ± 1,1	2,0 ± 0,3
	30 ± 2	17,4 – 0,5	689 ± 14	86 ± 17	1300 ± 65	1,60 ± 0,01	6,0 ± 3,8	2,3 ± 1,5
	35 ± 1	14,9 – 0,3	615 ± 13	73 ± 7	1400 ± 70	1,50 ± 0,01	7,0 ± 2,1	3,1 ± 0,9
	42 ± 1	14,2 – 1,1	477 ± 10	62 ± 14	1600 ± 80	1,35 ± 0,01	8,2 ± 5,2	4,5 ± 2,9
	49 ± 1	14,0 – 1,0	514 ± 5	47 ± 4	1550 ± 78	1,39 ± 0,01	8,7 ± 1,7	4,5 ± 0,9
Mittelwert ϕ:							7,2 ± 2,3	

Tabelle A - 3: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H sowie des Risswachstumskoeffizienten D_G für Proben des Typs B-W1-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1521 \pm 15 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$.

B-W1-12.9	$\sqrt{t_H} (\sqrt{s})$	$L_{HAC} (kN)$	$\sigma_F (MPa)$	$\sqrt{t_F} (\sqrt{s})$	$a_c (\mu m)$	$\frac{R_{mk}}{R_{mk} - \sigma_F}$	$\frac{D_H}{(m^2/s) \cdot 10^{11}}$	$\frac{D_G}{(m^2/s) \cdot 10^{11}}$
	35 ± 1	32,5 – 1,4	720 ± 12	214 ± 15	1590 ± 80	1,90 ± 0,03	2,9 ± 0,6	0,81 ± 0,18
	42 ± 1	31,6 – 0,8	702 ± 12	188 ± 8	1590 ± 80	1,86 ± 0,03	3,1 ± 0,5	0,89 ± 0,13
	49 ± 1	32,0 – 1,9	704 ± 12	173 ± 9	1590 ± 80	1,86 ± 0,03	3,1 ± 0,5	0,91 ± 0,15
	60 ± 1	28,7 – 0,9	681 ± 11	151 ± 10	1590 ± 80	1,81 ± 0,03	3,1 ± 0,6	0,94 ± 0,18
	85 ± 1	30,1 – 0,9	727 ± 12	117 ± 19	1460 ± 73	1,91 ± 0,03	2,5 ± 0,8	0,68 ± 0,22
Mittelwert ϕ:							2,9 ± 0,6	

Tabelle A - 4: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H sowie des Risswachstumskoeffizienten D_G für Proben des Typs B-W3-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1555 \pm 16 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$.

B-W3-12.9	$\sqrt{t_H} (\sqrt{s})$	$L_{HAC} (kN)$	$\sigma_F (MPa)$	$\sqrt{t_F} (\sqrt{s})$	$a_c (\mu m)$	$\frac{R_{mk}}{R_{mk} - \sigma_F}$	$\frac{D_H}{(m^2/s) \cdot 10^{11}}$	$\frac{D_G}{(m^2/s) \cdot 10^{11}}$
	11 ± 4	31,1 – 1,5	693 ± 11	116 ± 7	1690 ± 85	1,80 ± 0,03	12,5 ± 3,0	3,9 ± 1,0
	17 ± 3	29,2 – 1,5	625 ± 10	95 ± 4	1760 ± 88	1,67 ± 0,02	14,0 ± 2,8	5,0 ± 1,0
	25 ± 2	26,7 – 1,5	566 ± 9	82 ± 8	1830 ± 92	1,57 ± 0,02	14,2 ± 5,1	5,7 ± 2,1
	35 ± 1	23,9 – 1,5	487 ± 8	77 ± 4	1950 ± 98	1,46 ± 0,01	12,5 ± 2,4	5,9 ± 1,1
Mittelwert ϕ:							13,3 ± 3,3	

Tabelle A - 5: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten D_H sowie des Risswachstumskoeffizienten D_G für Proben des Typs B-W4-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1533 \pm 15 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$.

B-W4-12.9	$\sqrt{t_H} (\sqrt{s})$	$L_{HAC} (kN)$	$\sigma_F (MPa)$	$\sqrt{t_F} (\sqrt{s})$	$a_c (\mu m)$	$\frac{R_{mk}}{R_{mk} - \sigma_F}$	$\frac{D_H}{(m^2/s) \cdot 10^{11}}$	$\frac{D_G}{(m^2/s) \cdot 10^{11}}$
	11 ± 4	19,7 – 0,7	426 ± 7	94 ± 3	2150 ± 108	1,38 ± 0,01	18,7 ± 5,0	9,8 ± 2,6
	17 ± 3	18,8 – 0,7	403 ± 7	81 ± 5	2250 ± 108	1,36 ± 0,01	21,5 ± 7,1	11,7 ± 3,9
	25 ± 2	18,8 – 1,2	403 ± 7	64 ± 3	2250 ± 108	1,36 ± 0,01	24,5 ± 5,9	13,3 ± 3,2
	35 ± 1	18,8 – 1,2	398 ± 7	51 ± 4	2150 ± 108	1,35 ± 0,01	21,9 ± 5,9	12,0 ± 3,2
	42 ± 1	20,1 – 0,5	454 ± 8	40 ± 5	1877 ± 94	1,42 ± 0,01	17,6 ± 4,6	8,7 ± 2,3
	49 ± 1	23,6 – 1,1	518 ± 9	31 ± 3	1800 ± 90	1,51 ± 0,01	16,8 ± 3,2	7,4 ± 1,4
Mittelwert ϕ:							20,2 ± 5,3	

Tabelle A - 6: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} für Proben des Typs A-W1-14.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 2045 \pm 20 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 5,54 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,08 \text{ mm}$.

A-W1-14.9	t_H (s)	L_F	σ_F (MPa)	a_c (μm)	$\frac{W}{w_k - 2a_c}$	f_{CNT}	K_{Ic} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
	420 ± 90	29,3 ± 0,3	1216 ± 25	765 ± 38	1,77 ± 0,04	1,66 ± 0,04	98,9 ± 4,1
	600 ± 90	21,5 ± 0,2	892 ± 18	940 ± 47	1,93 ± 0,06	1,83 ± 0,06	88,8 ± 4,1
	900 ± 90	17,2 ± 0,2	693 ± 14	1170 ± 59	2,21 ± 0,09	2,14 ± 0,10	89,9 ± 5,2
	1200 ± 90	16,0 ± 0,2	714 ± 15	1195 ± 60	2,25 ± 0,09	2,18 ± 0,11	95,3 ± 5,7
	1800 ± 90	15,0 ± 0,2	635 ± 14	1290 ± 65	2,39 ± 0,11	2,35 ± 0,14	95,0 ± 6,3
	2400 ± 90	14,5 ± 0,1	577 ± 12	1300 ± 65	2,41 ± 0,12	2,37 ± 0,14	87,4 ± 5,9
	3600 ± 90	13,0 ± 0,1	510 ± 11	1550 ± 78	2,90 ± 0,19	3,00 ± 0,26	106,7 ± 9,8
	4500 ± 90	13,2 ± 0,1	543 ± 11	1500 ± 75	2,79 ± 0,17	2,85 ± 0,23	106,2 ± 9,2
	5400 ± 90	14,8 ± 0,1	589 ± 12	1400 ± 70	2,58 ± 0,14	2,59 ± 0,18	101,1 ± 7,7
Mittelwert $\bar{\sigma}$:							96,6 ± 6,4

Tabelle A - 7: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} für Proben des Typs A-W2-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1835 \pm 18 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 5,54 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,08 \text{ mm}$.

A-W2-12.9	t_H (s)	L_F	σ_F (MPa)	a_c (μm)	$\frac{W}{w_k - 2a_c}$	f_{CNT}	K_{Ic} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
	300 ± 90	24,5 ± 0,2	1016 ± 21	1000 ± 50	2,00 ± 0,06	1,90 ± 0,07	108,4 ± 5,3
	600 ± 90	20,2 ± 0,2	836 ± 17	1150 ± 58	2,19 ± 0,09	2,11 ± 0,10	106,0 ± 6,0
	900 ± 90	16,6 ± 0,2	689 ± 14	1300 ± 65	2,41 ± 0,12	2,37 ± 0,14	104,4 ± 7,0
	1200 ± 90	14,8 ± 0,1	615 ± 13	1400 ± 70	2,58 ± 0,14	2,59 ± 0,18	105,5 ± 8,0
	1800 ± 90	11,5 ± 0,1	477 ± 10	1600 ± 80	3,03 ± 0,22	3,16 ± 0,30	107,0 ± 10,6
	2400 ± 90	12,4 ± 0,1	514 ± 5	1550 ± 78	2,90 ± 0,22	3,00 ± 0,29	107,6 ± 11,1
Mittelwert $\bar{\sigma}$:							106,5 ± 8,0

Tabelle A - 8: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} für Proben des Typs B-W1-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1521 \pm 15 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,88 \text{ mm}$.

B-W1-12.9	t_H (s)	L_F	σ_F (MPa)	a_c (μm)	$\frac{W}{w_k - 2a_c}$	f_{CNT}	K_{Ic} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
	1200 \pm 90	31,8 \pm 0,3	720 \pm 12	1590 \pm 80	1,82 \pm 0,07	1,72 \pm 0,07	87,4 \pm 4,5
	1800 \pm 90	31,0 \pm 0,3	702 \pm 12	1590 \pm 80	1,82 \pm 0,07	1,72 \pm 0,07	85,2 \pm 4,4
	2400 \pm 90	31,1 \pm 0,3	704 \pm 12	1590 \pm 80	1,82 \pm 0,07	1,72 \pm 0,07	85,4 \pm 4,4
	3600 \pm 90	30,1 \pm 0,3	681 \pm 11	1590 \pm 80	1,82 \pm 0,07	1,72 \pm 0,07	82,7 \pm 4,3
	7200 \pm 90	32,1 \pm 0,3	727 \pm 12	1460 \pm 73	1,72 \pm 0,06	1,61 \pm 0,06	79,5 \pm 3,7
Mittelwert \emptyset:							84,0 \pm 4,3

Tabelle A - 9: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} für Proben des Typs B-W3-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1555 \pm 16 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,88 \text{ mm}$.

B-W3-12.9	t_H (s)	L_F	σ_F (MPa)	a_c (μm)	$\frac{W}{w_k - 2a_c}$	f_{CNT}	K_{Ic} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
	120 \pm 90	29,1 \pm 0,3	659 \pm 11	1690 \pm 85	1,91 \pm 0,09	1,81 \pm 0,10	91,3 \pm 5,6
	300 \pm 90	27,6 \pm 0,3	625 \pm 10	1760 \pm 88	1,98 \pm 0,10	1,88 \pm 0,11	87,4 \pm 5,7
	600 \pm 90	24,1 \pm 0,2	546 \pm 9	1830 \pm 92	2,05 \pm 0,11	1,96 \pm 0,12	84,1 \pm 5,9
	1200 \pm 90	21,5 \pm 0,2	487 \pm 8	1950 \pm 98	2,19 \pm 0,13	2,11 \pm 0,15	80,5 \pm 6,3
Mittelwert \emptyset:							85,8 \pm 5,9

Tabelle A - 10: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Bruchzähigkeit K_{Ic} für Proben des Typs B-W4-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1533 \pm 15 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,88 \text{ mm}$.

B-W4-12.9	t_H (s)	L_F	σ_F (MPa)	a_c (μm)	$\frac{W}{w_k - 2a_c}$	f_{CNT}	K_{Ic} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
	120 \pm 90	18,8 \pm 0,2	426 \pm 7	2150 \pm 108	2,46 \pm 0,17	2,44 \pm 0,21	85,2 \pm 7,7
	300 \pm 90	17,8 \pm 0,2	403 \pm 7	2250 \pm 108	2,63 \pm 0,20	2,64 \pm 0,26	89,4 \pm 9,1
	600 \pm 90	17,8 \pm 0,2	403 \pm 7	2250 \pm 108	2,63 \pm 0,20	2,64 \pm 0,26	89,4 \pm 9,1
	1200 \pm 90	17,6 \pm 0,2	398 \pm 7	2150 \pm 108	2,46 \pm 0,17	2,44 \pm 0,21	79,8 \pm 7,2
	1800 \pm 90	20,1 \pm 0,2	454 \pm 8	1877 \pm 94	2,10 \pm 0,11	2,02 \pm 0,12	70,3 \pm 4,8
	2400 \pm 90	22,9 \pm 0,2	518 \pm 9	1800 \pm 90	2,02 \pm 0,10	1,92 \pm 0,11	75,0 \pm 4,7
Mittelwert \emptyset:							81,5 \pm 7,1

Tabelle A - 11: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} für Proben des Typs A-W1-14.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 2045 \pm 20 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 5,54 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,08 \text{ mm}$. Der Kerbradius ist $\rho_k = 0,11 \text{ mm}$. Rot markiert: Polstellen

A-W1-14.9	t_H (s)	L_{HAC} (kN)	x_H (μm)	σ_{HAC} (MPa)	K_{I0} (μm)	β	K_{IHAC} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
	420 ± 90	27,5 – 0,5	199 ± 27	(1141 – 21) ± 24	(28,5 – 0,5) ± 2,0	1,33	(21,4 – 0,4) ± 2,1
	600 ± 90	22,0 – 2,0	247 ± 35	(913 – 83) ± 19	(25,4 – 2,3) ± 1,9	1,22	(20,9 – 1,9) ± 2,1
	900 ± 90	17,2 – 1,2	310 ± 24	(714 – 50) ± 15	(22,3 – 1,6) ± 1,0	1,12	(19,9 – 1,4) ± 1,7
	1200 ± 90	16,0 – 1,2	371 ± 77	(664 – 50) ± 14	(22,7 – 1,7) ± 2,4	1,06	(21,5 – 1,6) ± 2,7
	1800 ± 90	15,0 – 1,0	493 ± 66	(622 – 41) ± 13	(24,5 – 1,6) ± 1,7	1,00	(24,4 – 1,6) ± 2,4
	2400 ± 90	14,5 – 0,3	554 ± 73	(602 – 12) ± 12	(25,1 – 0,5) ± 1,7	1,00	(25,0 – 0,5) ± 2,5
	3600 ± 90	13,0 – 0,8	810 ± 75	(539 – 33) ± 11	(27,2 – 1,7) ± 1,4	1,40	(19,5 – 1,2) ± 1,8
	4500 ± 90	13,2 – 0,6	894 ± 186	(548 – 25) ± 11	(29,0 – 1,3) ± 3,1	2,53	(11,5 – 0,5) ± 2,1
	5400 ± 90	14,8 – 0,7	937 ± 77	(614 – 29) ± 13	(33,3 – 1,6) ± 1,5	----	----
Mittelwert ϕ:							(22,2 – 1,2) ± 2,3

Tabelle A - 12: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} für Proben des Typs A-W2-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1835 \pm 18 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 5,54 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,08 \text{ mm}$. Der Kerbradius ist $\rho_k = 0,11 \text{ mm}$. Rot markiert: Polstellen

A-W2-12.9	t_H (s)	L_{HAC} (kN)	x_H (μm)	σ_{HAC} (MPa)	K_{I0} (μm)	β	K_{IHAC} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
	300 ± 90	25,4 – 3,0	284 ± 65	(1054 – 124) ± 22	(31,5 – 3,7) ± 3,6	1,15	(27,3 – 3,2) ± 3,7
	600 ± 90	21,0 – 0,5	405 ± 44	(871 – 22) ± 18	(31,1 – 0,8) ± 1,8	1,03	(30,1 – 0,8) ± 2,7
	900 ± 90	17,4 – 0,5	465 ± 150	(721 – 20) ± 15	(27,6 – 0,8) ± 4,5	1,01	(27,3 – 0,8) ± 4,8
	1200 ± 90	14,9 – 0,3	582 ± 88	(616 – 11) ± 13	(26,3 – 0,5) ± 2,1	1,01	(26,1 – 0,5) ± 2,8
	1800 ± 90	14,2 – 1,1	767 ± 246	(591 – 44) ± 12	(29,0 – 2,2) ± 4,7	1,23	(23,5 – 1,8) ± 4,2
	2400 ± 90	14,0 – 1,0	914 ± 90	(582 – 42) ± 12	(31,2 – 2,3) ± 1,7	4,43	(7,0 – 0,5) ± 3,1
	Mittelwert ϕ:						

Tabelle A - 13: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} für Proben des Typs B-W1-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1521 \pm 15 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,88 \text{ mm}$. Der Kerbradius ist $\rho_k = 0,2 \text{ mm}$. Rot markiert: Messunsicherheit weicht von den anderen berechneten Werten ab. Der Wert wurde im Mittelwert nicht berücksichtigt.

	t_H (s)	L_{HAC} (kN)	x_H (μm)	σ_{HAC} (MPa)	K_{I0} (μm)	β	K_{IHAC} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
B-W1-12.9	1200 \pm 90	32,5 – 1,4	362 \pm 44	(736 – 33) \pm 12	(24,8 – 1,1) \pm 1,6	0,90	(22,0 – 1,0) \pm 1,5
	1800 \pm 90	31,6 – 0,8	468 \pm 37	(715 – 19) \pm 12	(27,4 – 0,7) \pm 1,2	0,82	(23,2 – 0,6) \pm 1,1
	2400 \pm 90	32,0 – 1,9	541 \pm 48	(724 – 42) \pm 12	(29,9 – 1,8) \pm 1,4	0,79	(24,3 – 1,4) \pm 1,3
	3600 \pm 90	28,7 – 0,9	665 \pm 65	(650 – 21) \pm 11	(29,7 – 1,0) \pm 1,5	0,76	(22,4 – 0,7) \pm 1,5
	7200 \pm 90	30,1 – 0,9	839 \pm 141	(681 – 21) \pm 11	(35,0 – 1,1) \pm 3,0	0,78	(22,8 – 0,7) \pm 3,9
Mittelwert ϕ:							(23,0 – 0,9) \pm 1,4

Tabelle A - 14: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} für Proben des Typs B-W3-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1555 \pm 16 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,88 \text{ mm}$. Der Kerbradius ist $\rho_k = 0,2 \text{ mm}$.

	t_H (s)	L_{HAC} (kN)	x_H (μm)	σ_{HAC} (MPa)	K_{I0} (μm)	β	K_{IHAC} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
B-W3-12.9	120 \pm 90	31,1 – 1,5	237 \pm 94	(704 – 34) \pm 12	(19,2 – 0,9) \pm 3,8	1,07	(18,0 – 0,9) \pm 3,8
	300 \pm 90	29,2 – 1,5	410 \pm 73	(661 – 34) \pm 11	(23,7 – 1,2) \pm 2,2	0,86	(20,6 – 1,1) \pm 2,0
	600 \pm 90	26,7 – 1,5	575 \pm 115	(604 – 34) \pm 10	(25,7 – 1,4) \pm 2,6	0,78	(20,5 – 1,2) \pm 2,5
	1200 \pm 90	23,9 – 1,5	774 \pm 79	(541 – 34) \pm 9	(26,7 – 1,7) \pm 1,4	0,77	(18,5 – 1,2) \pm 1,6
Mittelwert ϕ:							(19,4 – 1,1) \pm 2,5

Tabelle A - 15: Auswertung des Vorspannkraft-Verlust-Tests (VVT) hinsichtlich der Schwellenwertspannungsintensität K_{IHAC} für Proben des Typs B-W4-12.9. Die Kerbzugfestigkeit ist $R_{mk} = 1533 \pm 15 \text{ MPa}$. Der Kerbdurchmesser beträgt $w_k = 7,50 \text{ mm}$. Der Außendurchmesser ist $W = 7,88 \text{ mm}$. Der Kerbradius ist $\rho_k = 0,2 \text{ mm}$. Rot markiert: Polstellen

	t_H (s)	L_{HAC} (kN)	x_H (μm)	σ_{HAC} (MPa)	K_{I0} (μm)	β	K_{IHAC} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
B-W4-12.9	120 \pm 90	19,7 – 0,7	300 \pm 119	(446 – 16) \pm 7	(13,7 – 0,5) \pm 2,7	0,97	(12,4 – 0,4) \pm 2,6
	300 \pm 90	18,8 – 0,7	508 \pm 114	(426 – 15) \pm 7	(17,0 – 0,6) \pm 1,9	0,80	(14,1 – 0,5) \pm 1,8
	600 \pm 90	18,8 – 1,2	766 \pm 109	(426 – 27) \pm 7	(20,9 – 1,3) \pm 1,5	0,77	(14,6 – 0,9) \pm 1,7
	1200 \pm 90	18,8 – 1,2	1025 \pm 144	(426 – 27) \pm 7	(24,2 – 1,5) \pm 1,7	0,92	(12,0 – 0,8) \pm 3,6
	1800 \pm 90	20,1 – 0,5	1126 \pm 151	(455 – 12) \pm 8	(27,1 – 0,7) \pm 1,9	1,16	(23,4 – 0,6) \pm 2,4
	2400 \pm 90	23,6 – 1,1	1269 \pm 122	(534 – 24) \pm 9	(33,7 – 1,5) \pm 1,7	----	----
Mittelwert ϕ:							(13,3 – 0,7) \pm 2,4

Tabelle A - 16: Bestimmung des Vertrauensniveaus der Bruchzähigkeit $\bar{K}_{IC} \pm \bar{u}_{K_{IC}}$.

Parameter		Vertrauensniveau der berechneten Unsicherheit $\bar{u}_{K_{IC}}$						
		\bar{K}_{IC} (MPa \sqrt{m})	$\bar{u}_{K_{IC}}$ (MPa \sqrt{m})	$S_{K_{IC}}$ (MPa \sqrt{m})	n	$\bar{S}_{K_{IC}}$ (MPa \sqrt{m})	$t_V = \frac{\bar{u}_{K_{IC}}}{\bar{S}_{K_{IC}}}$	$p(t_V)$
I	A-W1-14.9	96,6	$\pm 6,4$	7,2	9	2,40	2,68	$0,975 < p < 0,99$
II	A-W2-12.9	106,5	$\pm 8,0$	1,5	6	0,60	13,40	$0,9995 < p < 0,9999$
III	B-W1-12.9	84,0	$\pm 4,3$	3,1	5	1,36	3,13	$0,975 < p < 0,990$
IV	B-W3-12.9	85,8	$\pm 5,9$	4,6	4	2,31	2,54	$0,975 < p < 0,990$
V	B-W4-12.9	81,5	$\pm 7,1$	7,9	6	3,1	2,21	$0,950 < p < 0,975$

Tabelle A - 17: Bestimmung des Vertrauensniveaus des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten $\bar{D}_H \pm \bar{u}_{D_H}$

Parameter		Vertrauensniveau der berechneten Unsicherheit \bar{u}_{D_H}						
		\bar{D}_H (m ² /s) · 10 ¹¹	\bar{u}_{D_H} (m ² /s) · 10 ¹¹	S_{D_H} (m ² /s) · 10 ¹¹	n	\bar{S}_{D_H} (m ² /s) · 10 ¹¹	$t_V = \frac{\bar{u}_{D_H}}{\bar{S}_{D_H}}$	$p(t_V)$
I	A-W1-14.9	3,3	$\pm 0,9$	0,8	9	0,27	3,37	$0,995 < p < 0,999$
II	A-W2-12.9	7,2	$\pm 2,3$	1,0	6	0,41	6,63	$0,9995 < p < 0,9999$
III	B-W1-12.9	2,9	$\pm 0,6$	0,3	5	0,11	5,33	$0,995 < p < 0,999$
IV	B-W3-12.9	13,3	$\pm 3,3$	0,9	4	0,46	7,23	$0,995 < p < 0,999$
V	B-W4-12.9	20,2	$\pm 5,3$	2,9	6	1,20	4,39	$0,995 < p < 0,999$

Tabelle A - 18: Bestimmung des Vertrauensniveaus der Bruchzähigkeit $\bar{K}_{IHAC} \pm \bar{u}_{K_{IHAC}}$.

Parameter		Vertrauensniveau der berechneten Unsicherheit $\bar{u}_{K_{IHAC}}$						
		\bar{K}_{IHAC} (MPa \sqrt{m})	$\bar{u}_{K_{IHAC}}$ (MPa \sqrt{m})	$S_{K_{IHAC}}$ (MPa \sqrt{m})	n	$\bar{S}_{K_{IHAC}}$ (MPa \sqrt{m})	$t_V = \frac{\bar{u}_{K_{IHAC}}}{\bar{S}_{K_{IHAC}}}$	$p(t_V)$
I	A-W1-14.9	22,2	$\pm 2,3$	2,1	6	0,84	2,68	$0,975 < p < 0,990$
II	A-W2-12.9	27,7	$\pm 3,5$	1,7	4	0,84	4,17	$0,990 < p < 0,995$
III	B-W1-12.9	23,0	$\pm 1,4$	0,9	4	0,51	3,65	$0,975 < p < 0,990$
IV	B-W3-12.9	19,4	$\pm 2,5$	1,4	4	0,68	4,00	$0,990 < p < 0,995$
V	B-W4-12.9	13,3	$\pm 2,4$	1,2	4	0,62	3,93	$0,990 < p < 0,995$

Erklärung zur vorliegenden Arbeit gemäß § 22/7 bzw. § 23/7 APB

Hiermit versichere ich, die vorliegende Dissertation ohne Hilfe Dritter nur mit den angegebenen Quellen und Hilfsmitteln angefertigt zu haben. Sämtliche aus fremden Quellen indirekt oder direkt übernommenen Gedanken sind als solche kenntlich gemacht. Diese Arbeit hat in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner Prüfungsbehörde vorgelegen und wurde noch nicht veröffentlicht.

Datum: 24.08.2023

Unterschrift: _____
(Michael Brilz)

Michael Brilz



Akademischer Grad: Master of Science in Materials Science (TU Darmstadt)
Geboren: am 20.04.1988, in Alma-Ata
Staatsangehörigkeit: deutsch

Publikationen

Brilz, M., Hoche, H., Oechsner, M. – Hydrogen-assisted cracking (HAC) of high-strength steels as a function of the hydrogen pre-charging time – *Engineering Fracture Mechanics* 261, 108246; 10.1016/j.engfracmech.2022.108246 (2022)

Brilz, M., Hoche, H., Oechsner, M. – A method for the investigation of the diffusion-controlled growth rate of circumferential hydrogen-induced cracks in round bars made of high-strength steels – *Tagung Werkstoffprüfung (Herausgeber: Brockmann S., Krupp. U.)*. ISBN: 978-3-941269-98-9 (2021)

Brilz, M., Biehler, J., Hoche, H. & Oechsner, M. – Development of a hydrogen absorption model to determine absorption kinetics and diffusion coefficients by means of carrier gas hot extraction – *International Journal of Hydrogen Energy* 43, 10496–10501; 10.1016/j.ijhydene.2018.04.101 (2018)

Acosta, M., Schmitt L, A., Molina-Luna, L., Scherrer, M. C., **Brilz, M.**, Webber, K. G., Deluca, M., Kleebe, H.-J., Rödel, J., Donner, W., Johnson, D. – Core-Shell Lead-Free Piezoelectric Ceramics. Current Status and Advanced Characterization of the $\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3$ – SrTiO_3 System – *J. Am. Ceram. Soc.* 98, 3405–3422; 10.1111/jace.13853 (2015)

Konferenzbeiträge

- 07/2022 Wasserstoffseminar 2022, Im Maritim Hotel in Darmstadt, *Wasserstoffversprödung – Anforderungen an die Werkstoffqualifizierung*. **Brilz, M.**, Hoche, H., Oechsner, M.: „Strategien zur Bewertung der Anfälligkeit hochfester Stähle gegenüber wasserstoffinduzierter Spannungsrissskorrosion“
- 12/2021 Deutsche Gesellschaft für Materialkunde e.V. (DGM) – Tagung Werkstoffprüfung 2021, virtual event, *Werkstoffe und Bauteile auf dem Prüfstand*. **Brilz, M.**, Hoche, H., Oechsner, M.: „Methode zur Untersuchung der diffusionskontrollierten Wachstumsgeschwindigkeit umlaufender wasserstoffinduzierter Risse in Rundstäben aus hochfesten Stählen“
- 11/2021 Verband der Automobilindustrie e.V. – Arbeitskreis Metalle und Fügetechnik 2021, Webkonferenz am 16.11.2021. **Brilz, M.**, Hoche, H., Oechsner, M.: „Bewertung der Anfälligkeit hochfester Stähle gegenüber einer Wasserstoffversprödung“
- 11/2021 Deutsche Gesellschaft für Galvano- und Oberflächentechnik e.V. (DGO) – Arbeitskreis Wasserstoffversprödung, Bensheim, den 04.11.2021. **Brilz, M.**, Hoche, H., Oechsner, M.: „Prüfstrategien zur Bewertung der Anfälligkeit hochfester Stähle gegenüber einer Wasserstoffversprödung“
- 09/2021 EUROCORR 2021, 20 – 24 September 2021, virtual event, *Materials science and advanced technologies for better corrosion protection*. **Brilz, M.**, Hoche, H., Oechsner, M.: “Influence of hydrogen penetration depth on hydrogen-assisted cracking (HAC) of high strength steels”
- 06/2021 Deutscher Schraubenverband e.V. – 13. Informations- und Diskussionsveranstaltung Schraubenverbindungen, 23. – 24. Juni 2023, Webkonferenz. **Brilz, M.**, Hoche, H., Oechsner, M.: „Untersuchung des Wasserstoff-Absorptions- und Einlagerungsverhaltens hochfester Stähle infolge unterschiedlicher Wasserstoffbeladungsstrategien“
- 01/2020 Wasserstoffseminar 2020, Georg-Christoph-Lichtenberg-Haus in Darmstadt, *Wasserstoffversprödung hochfester Stähle – Herausforderungen und Lösungen*. **Brilz, M.**, Hoche, H., Oechsner, M.: „Einfluss des Wasserstoffdiffusionskoeffizienten auf die wasserstoffinduzierte Schädigung hochfester Schrauben“
-