

DIN EN ISO 17081



ICS 77.060

**Elektrochemisches Verfahren zur Messung der Wasserstoffpermeation
und zur Bestimmung von Wasserstoffaufnahme und -transport in
Metallen (ISO 17081:2004);
Deutsche Fassung EN ISO 17081:2008**

Method of measurement of hydrogen permeation and determination of hydrogen uptake
and transport in metals by an electrochemical technique (ISO 17081:2004);
German version EN ISO 17081:2008

Méthode de mesure de la perméation de l'hydrogène et détermination de l'absorption
d'hydrogène et de son transport dans les métaux à l'aide d'une technique électrochimique
(ISO 17081:2004);
Version allemande EN ISO 17081:2008

Gesamtumfang 24 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 17081:2008) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 156 „Corrosion of metals and alloys“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom GOST R (Russische Föderation) gehalten wird, und vom CEN/TC 262 „Metallische und andere anorganische Überzüge“, dessen Sekretariat von BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird, im Rahmen des einstufigen Annahmeverfahrens übernommen.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-01-71 AA „Korrosion und Korrosionsschutz“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Für die im Abschnitt 2 zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen:

ISO 17475 siehe E DIN EN ISO 17475

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

E DIN EN ISO 17475, *Korrosion von Metallen und Legierungen — Elektrochemische Prüfverfahren — Leitfaden für die Durchführung von potentiostatischen und potentiodynamischen Polarisationsmessungen*

Deutsche Fassung

Elektrochemisches Verfahren zur Messung der
Wasserstoffpermeation und zur Bestimmung von
Wasserstoffaufnahme und -transport in
Metallen (ISO 17081:2004)

Method of measurement of hydrogen permeation and
determination of hydrogen uptake and transport in metals by
an electrochemical technique (ISO 17081:2004)

Méthode de mesure de la perméation de l'hydrogène et
détermination de l'absorption d'hydrogène et de son
transport dans les métaux à l'aide d'une technique
électrochimique (ISO 17081:2004)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. März 2008 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Symbole	6
5 Kurzbeschreibung	6
6 Proben	8
6.1 Maße	8
6.2 Vorbereitung	8
7 Prüfgerät	9
8 Betrachtungen zum Prüfmedium	11
9 Durchführung	13
10 Kontrolle und Überwachung der Prüfumgebung	14
11 Auswertung der Ergebnisse	15
11.1 Allgemeines	15
11.2 Auswertung des Stroms im stationären Zustand	15
11.3 Auswertung der Permeationstransienten	15
12 Prüfbericht	18
Anhang A (informativ) Für spezifische Legierungen empfohlene Prüfmedien	19
A.1 Allgemeines	19
A.2 Nichtrostende Stähle	19
A.2.1 Martensitischer nichtrostender Stahl	19
A.2.2 Ferritisch-austenitischer nichtrostender Duplex-Stahl	19
A.2.3 Austenitischer nichtrostender Stahl	19
A.3 Nickellegierungen	20
A.4 Unlegierte Stähle, Kohlenstoff-Mangan-Stähle und niedriglegierte Stähle	20
Literaturhinweise	22

Vorwort

Der Text von ISO 17081:2004 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 156 „Corrosion of metals and alloys“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 17081:2008 durch das Technische Komitee CEN/TC 262 „Metallische und andere organische Überzüge“ übernommen, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2008, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2008 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 17081:2004 wurde vom CEN als EN ISO 17081:2008 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

1.1 In dieser Internationalen Norm wird ein elektrochemisches Laboratoriumsverfahren zur Messung der Wasserstoffpermeation und zur Bestimmung der Aufnahme und des Transports von Wasserstoffatomen in Metallen festgelegt. In dieser Internationalen Norm werden mit der Benennung „Metall“ auch Legierungen erfasst.

1.2 Diese Internationale Norm beschreibt ein Verfahren zur Bewertung der Wasserstoffaufnahme in Metallen, das auf der Messung der Wasserstoffströmung (des Wasserstoffflusses) im stationären Zustand beruht. Ferner werden Verfahren zur Bestimmung des effektiven Diffusionsvermögens von Wasserstoffatomen in einem Metall und zur Unterscheidung reversibler und irreversibler Fehlstellen beschrieben.

1.3 In dieser Internationalen Norm werden Anforderungen an die Vorbereitung der Proben, die Kontrolle und Überwachung der Umgebungsvariablen, die Prüfverfahren und die Auswertung der Ergebnisse festgelegt.

1.4 Diese Internationale Norm darf prinzipiell auf alle Metalle, bei denen Wasserstoffpermeation messbar ist, angewendet werden, und das Verfahren kann zur Klassifizierung der relativen Aggressivität unterschiedlicher Umgebungen in Bezug auf die Wasserstoffaufnahme des beanspruchten Metalls angewendet werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 17475:¹⁾, *Corrosion of metals and alloys — Electrochemical test methods — Guidelines for conduction potentiostatic and potentiodynamic polarization measurements*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1
Beladung
Verfahren zum Einbringen von atomarem Wasserstoff in das Metall durch Einwirkung eines wässrigen Mediums unter galvanostatischer Kontrolle (konstantem Beladestrom), potentiostatischer Kontrolle (konstantem Elektrodenpotential), freier Korrosion oder durch Einwirkung von Gas

3.2
Belade-Messzelle
Kammer, in der auf der Probenoberfläche sowohl in wässrigen als auch in gasförmigen Medien Wasserstoffatome erzeugt werden

3.3
Ausschwingstrom
Abklingen des Oxidationsstroms der Wasserstoffatome nach Erreichen des stationären Zustands und nachfolgende Verringerung des Beladestroms

1) In Vorbereitung.

3.4

2. Ficksches Gesetz

Differentialgleichung zweiter Ordnung, in diesem Fall zur Beschreibung der Konzentration des atomaren Wasserstoffs in der Probe in Abhängigkeit von Position und Zeit

ANMERKUNG Die Gleichung steht in der Form $\partial C(x,t)/\partial t = D\partial^2 C(x,t)/\partial x^2$ für die Gitterdiffusion in einer Dimension, in der das Diffusionsvermögen von der Konzentration unabhängig ist. Erklärung der Symbole, siehe Tabelle 1.

3.5

Wasserstoffströmung

Wasserstofffluss

Menge des Wasserstoffs, die durch eine Metallprobe, bezogen auf die Flächeneinheit und die Zeiteinheit, durchgelassen wird

3.6

Wasserstoffaufnahme

atomarer Wasserstoff, der als Ergebnis einer Wasserstoffbeladung in das Metall absorbiert wird

3.7

irreversible Falle

Platz im Gefüge, an dem ein Wasserstoffatom bei der jeweiligen Temperatur unendlich oder zumindest sehr lang im Vergleich zur Dauer der Permeationsprüfung verweilt

3.8

bewegliche Wasserstoffatome

Wasserstoffatome, die sich an Zwischengitterplätzen (Gitterplätzen) und an reversiblen Fehlstellen befinden

3.9

Oxidations-Messzelle

Kammer, in der aus der Metallprobe austretende Wasserstoffatome oxidiert werden

3.10

Permeationsstrom

der in der Oxidations-Messzelle bei Oxidation der Wasserstoffatome gemessene Strom

3.11

Permeationsströmung

Permeationsfluss

die aus der Probe in der Oxidations-Messzelle austretende Wasserstoffströmung

3.12

Permeationstransient

Änderung des Permeationsstroms über der Zeit, ab Beginn der Beladung bis zum Erreichen des stationären Zustands oder bis zu einer Modifikation der Beladungsbedingungen

3.13

Rekombinationsgift

Rekombinationshemmer

Chemikalie, die in der Prüfumgebung der Belade-Messzelle wirkt und die Wasserstoffaufnahme erhöht, indem sie die Rekombination von Wasserstoffatomen auf der Metalloberfläche verzögert

3.14

reversible Falle

Platz im Gefüge, an dem ein Wasserstoffatom länger als an einem Gitterplatz verweilt, jedoch kurz in Bezug zu der Zeit, in der ein stationärer Permeationszustand erreicht wird

4 Symbole

Tabelle 1 enthält eine Auflistung der Symbole und ihrer Bezeichnungen.

Tabelle 1 — Symbole und ihre Bezeichnungen und Einheiten

Symbol	Bezeichnung	Einheit
A	in der Oxidations-Messzelle exponierter Bereich der Probe	m^2
$C(x,t)$	Gitterkonzentration des Wasserstoffs als Funktion von Position und Zeit	$\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$
C_0	oberflächennahe Konzentration des atomaren Wasserstoffs an Zwischengitterplätzen auf der Beladeseite der Probe	$\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$
C_{0R}	Summierung der oberflächennahen Konzentration des Wasserstoffs an Zwischengitterplätzen und an reversiblen Fehlstellen auf der Beladeseite der Probe	$\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$
D_l	Gitter-Diffusionskoeffizient für atomaren Wasserstoff	$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
D_{eff}	effektiver Diffusionskoeffizient für atomaren Wasserstoff auf Basis der vergangenen Zeit, die $J(t)/J_{\text{ss}} = 0,63$ entspricht	$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
F	Faraday-Konstante ($F = 96\,485 \text{ C} \cdot \text{mol}^{-1}$)	$\text{C} \cdot \text{mol}^{-1}$
$J(t)$	zeitabhängige Permeationsströmung des atomaren Wasserstoffs, gemessen auf der Oxidationsseite der Probe	$\text{mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$
J_{ss}	Permeationsströmung des atomaren Wasserstoffs im stationären Zustand, gemessen auf der Oxidationsseite der Probe	$\text{mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$
$J(t)/J_{\text{ss}}$	normalisierte Strömung des atomaren Wasserstoffs	1
$I(t)$	zeitabhängiger Permeationsstrom des atomaren Wasserstoffs	$\text{A} \cdot \text{m}^{-2}$
I_{ss}	Permeationsstrom des atomaren Wasserstoffs im stationären Zustand	$\text{A} \cdot \text{m}^{-2}$
L	Probendicke	m
T	Zeitspanne ab Beginn der Wasserstoffbeladung	s
t_b	Zeitspanne, gemessen durch Extrapolieren des linearen Anteils der steigenden Permeationsstromtransienten	s
t_{lag}	Zeit bis zum Erreichen eines Wertes von $J(t)/J_{\text{ss}} = 0,63$	s
X	Strecke innerhalb der Probe, gemessen in Dickenrichtung	m
τ	normalisierte Zeit ($D_l t / L^2$)	1
τ_{lag}	normalisierte Zeit zum Erreichen eines Wertes von $J(t)/J_{\text{ss}} = 0,63$	1

5 Kurzbeschreibung

5.1 Bei diesem Verfahren wird die zu untersuchende Metallprobe zwischen der Belade-Messzelle und der Oxidations-Messzelle angeordnet, wobei die Belade-Messzelle das zu untersuchende Medium enthält. Auf der Oberfläche der Probe, die diesem Medium ausgesetzt wird, werden Wasserstoffatome erzeugt.

5.2 In gasförmigen Medien werden Wasserstoffatome durch Adsorption und Dissoziation der gasförmigen Komponenten erzeugt. In wässrigen Medien entstehen Wasserstoffatome durch elektrochemische Reaktionen. In beiden Fällen diffundieren einige Wasserstoffatome durch die Metallprobe und werden dann zu Wasserstoff-Kationen oxidiert, wenn sie an der anderen Seite des Metalls in der Oxidations-Messzelle austreten.

Mitunter wird auf eine Seite oder auf beide Seiten der Membran ein Palladiumüberzug aufgebracht, nachdem zuvor Oxidschichten entfernt wurde. Ein Palladiumüberzug auf der Beladefläche der Probe beeinflusst die oberflächennahe Wasserstoffkonzentration im Grundwerkstoff und den gemessenen Permeationsstrom. Es ist wichtig, dass überprüft wird, ob der Überzug einen Einfluss auf das berechnete Diffusionsvermögen hat. Ein Palladiumüberzug ist besonders nützlich bei einer Beladung in einem gasförmigen Medium.