

Quelle: <https://www.arbeitssicherheit.de//document/78e118dc-c863-3f0f-a5c5-ea89b667c869>

Bibliografie	
Titel	Technische Regeln Druckgase Umsetzung der EG-Einzelrichtlinien Nahtlose Gasflaschen aus unlegiertem Aluminium und Aluminiumlegierungen (TRG 802)
Amtliche Abkürzung	TRG 802
Normtyp	Technische Regel
Normgeber	Bund
Gliederungs-Nr.	keine FN

Anhang 2 TRG 802 - Korrosionsprüfungen [\(1\)](#)

1. Prüfung der Anfälligkeit für interkristalline Korrosion

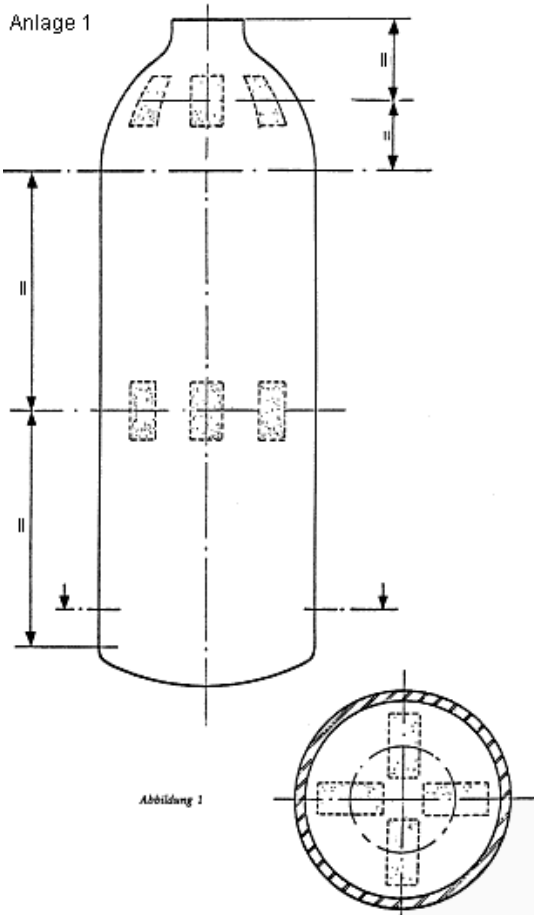
Das nachstehend beschriebene Verfahren besteht darin, daß aus der geprüften fertighergestellten Flasche entnommene Proben in eine der beiden unterschiedlichen Prüflösungen eingetaucht und nach einer bestimmten Beanspruchungsdauer untersucht werden, um eine etwaige interkristalline Korrosion festzustellen und deren Art und Intensität zu bestimmen. Die Untersuchung auf die Ausdehnung der interkristallinen Korrosion erfolgt metallographisch an quer zur beanspruchten Oberfläche verlaufenden Schlifflinien.

1.1. Entnahme

Die Proben werden aus der Flaschenschulter, dem Mittelteil und dem Boden der Flaschen entnommen (Abbildung 1), so daß die Versuche mit Hilfe sowohl der in 1.3.2.1 bestimmten Lösung A als auch der in 1.3.2.2 bestimmten Lösung B an dem aus diesen drei Teilen der Flasche stammenden Werkstoff durchgeführt werden können.

Abbildung 1

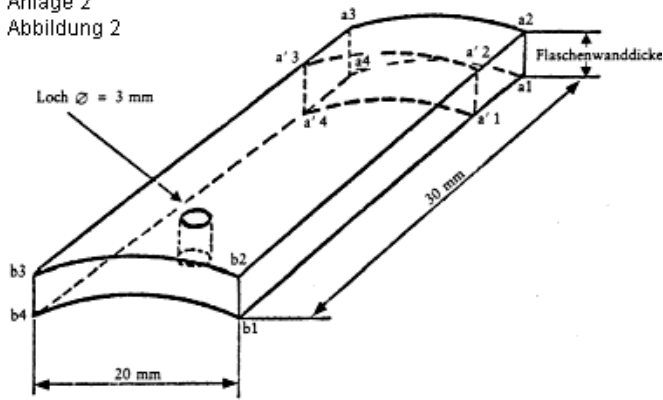
Anlage 1



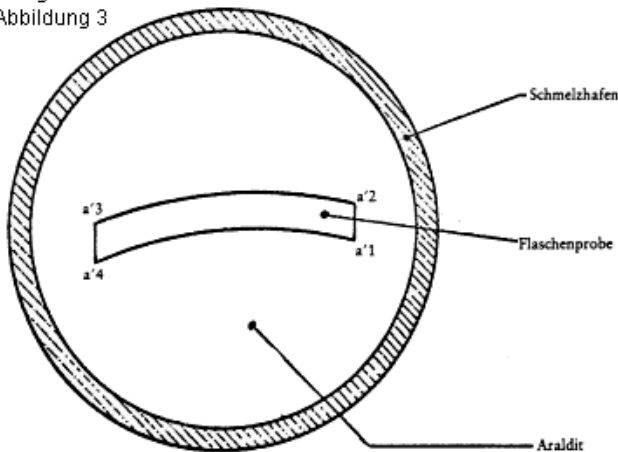
Jede Probe muß der allgemeinen Form und den Abmessungen der Abbildung 2 entsprechen.

Abbildung 2

Anlage 2
Abbildung 2



Anlage 2
Abbildung 3



Die Flächen a1 a2 a3 a4, b1 b2 b3 b4, a1 a2 b2 b1, a4 a3 b3 b4 werden alle mit einer Bandsäge herausgesägt und danach mit einer feinen Feile sorgfältig bearbeitet. Die Oberflächen a1 a4 b1 und a2 a3 b3 b2, die den Innen - bzw. Außenflächen der Flaschen entsprechen, werden im Herstellungszustand belassen.

1.2. Vorbereitung der Oberfläche vor dem Korrosionsangriff

1.2.1. Erforderliche Reagenzien

HNO₃ für Analyse, Dichte 1,33;

HF für Analyse, Dichte 1,14 (40 %);

entionisiertes Wasser.

1.2.2. Arbeitsgang

In einem Becherglas wird folgende Lösung angesetzt:

HNO₃: 63 cm³;

HF: 6 cm³;

H₂O: 929 cm³.

Die Lösung wird auf 95 °C erwärmt.

Jede an einem Aluminiumdraht aufgehängte Probe wird eine Minute lang mit dieser Lösung behandelt.

Danach wird sie in fließendem Wasser, anschließend mit entionisiertem Wasser gewaschen. Die Probe wird dann eine Minute lang in Salpetersäure nach 1.2.1 bei Raumtemperatur getaucht, um jeden etwaigen Kupferniederschlag zu entfernen.

Mit entionisiertem Wasser abspülen.

Um jede Oxydation der Proben zu vermeiden, sind sie sofort nach ihrer Vorbereitung in die für sie bestimmte Prüflösung einzutauchen (siehe Nummer 1.3.1).

1.3. Durchführung der Prüfung

1.3.1. Vorgesehen ist die Verwendung einer der folgenden zwei Prüflösungen nach Wahl der Prüfstelle: eine mit 57 g/l Natriumchlorid und 3 g/l Wasserstoffsuperoxyd (Lösung A) und eine mit 30 g/l Natriumchlorid und 5 g/l Salzsäure (Lösung B).

1.3.2. Vorbereitung der Prüflösungen

1.3.2.1. Lösung A

1.3.2.1.1. Erforderliche Reagenzien

NaCl kristallisiert für Analyse;

H₂O₂ 100 bis 110 Vol.-%-medizinal;

KMnO₄ für Analyse;

H₂SO₄ für Analyse, Dichte 1,83;

entionisiertes Wasser.

1.3.2.1.2. Bestimmung des Wasserstoffsuperoxyds

Da Wasserstoffsuperoxyd ein wenig stabiles Reagenz ist, muß sein Titer unbedingt vor jeder Verwendung überprüft werden. Dies geschieht folgendermaßen:

Man entnimmt 10 cm³ Wasserstoffsuperoxyd mit einer Pipette, löst 1000 cm³ (im Meßglas) mit entionisiertem Wasser und erhält auf diese Weise eine Wasserstoffsuperoxydlösung, die als Lösung C bezeichnet wird. Man gibt in einen Erlenmeyer mit einer Pipette:

- 10 cm³ Wasserstoffsuperoxydlösung C;
- ca. 2 cm³ Schwefelsäure, Dichte 1,83.

Die Bestimmung erfolgt mit einer Permanganatlösung zu 1,859 g/l. Das Permanganat dient selbst als Indikator.

1.3.2.1.3. Auswertung der Bestimmung

Die Reaktion des Permanganats mit dem Wasserstoffsuperoxyd in schwefelsaurem Milieu wird folgendermaßen geschrieben:



wodurch man die Äquivalenz erhält:

$$316 \text{ g KMnO}_4 = 170 \text{ g H}_2\text{O}_2$$

Ein Gramm reines Wasserstoffsuperoxyd reagiert infolgedessen mit 1,859 g Permanganat, weshalb eine Permanganatlösung zu 1,859 g/l verwendet werden muß, die 1 g/l Wasserstoffsuperoxyd volumemäßig sättigt. Das Wasserstoffsuperoxyd ist vorher hundertmal verdünnt worden, weshalb 10 cm³ der Probenahme 0,1 cm³ ursprünglichem Wasserstoffsuperoxyd entsprechen.

Durch Multiplikation der Anzahl cm³ der zur Bestimmung verwendeten Permanganatlösung mit 10 erhält man den Titer T (in g/l) des ursprünglichen Wasserstoffsuperoxyds.

1.3.2.1.4. Vorbereitung der Lösung

Ansatz für 10 Liter:

In entionisiertem Wasser werden 570 g Natriumchlorid in der Weise gelöst, daß man ein Gesamtvolumen von etwa 9 Litern erhält. Anschließend wird die nachstehende Menge Wasserstoffsuperoxyd zugegeben und die Lösung nach gutem Durchmischen mit entionisiertem Wasser auf 10 Liter aufgefüllt. Berechnung des der Lösung zuzusetzenden Volumens Wasserstoffsuperoxyd
Erforderliche Menge reines Wasserstoffsuperoxyd: 30 g. Enthält das Wasserstoffsuperoxyd T Gramm H₂O₂ je Liter, so ist das erforderliche Volumen in Kubikzentimetern:

(1000 · 30) / T

1.3.2.2. Lösung B

1.3.2.2.1. Erforderliche Reagenzien:

NaCl kristallisiert, für Analyse;

HCl rein konzentriert 37 % HCl;

entionisiertes Wasser.

1.3.2.2.2. Vorbereitung der Lösung:

Ansatz für 10 Liter:

In 9 Liter entionisiertem Wasser werden 300 g Natriumchlorid und 50 g HCl (50 g = 0,5 %) gelöst und die Lösung nach gutem Durchmischen auf 10 Liter aufgefüllt.

1.3.3. Versuchsbedingungen

1.3.3.1. Beanspruchung in Lösung A

Die Prüflösung wird in ein Kristallisationsgefäß (oder in ein großes Becherglas) gegeben, das in ein Wasserbad gestellt wird. Das Wasserbad wird mit einem Magnetschüttler umgerührt und die Temperatur mittels Kontaktthermometer geregelt.

Die Probe wird mit einem Aluminiumdraht in die Prüflösung gehängt oder so eingetaucht, daß sie nur auf den Ecken aufliegt, wobei letzteres Verfahren vorzuziehen ist. Die Beanspruchungsdauer beträgt sechs Stunden, die Temperatur wird auf $30\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ festgesetzt. Es ist darauf zu achten, daß eine solche Menge Reagenz verwendet wird, daß mindestens 10 cm^3 je cm^2 Probenoberfläche verfügbar sind. Nach der Beanspruchung wird die Probe mit Wasser abgespült, etwa 30 Sekunden in zur Hälfte verdünnte Salpetersäure getaucht, erneut mit Wasser abgespült und dann mit Druckluft getrocknet.

1.3.3.2. Mehrere Proben können gleichzeitig der Beanspruchung ausgesetzt werden, unter der Bedingung, daß sie zum gleichen Legierungstyp gehören und sich gegenseitig nicht berühren. Die Mindestmenge an Reagenz je Flächeneinheit der Probe ist selbstverständlich einzuhalten.

1.3.3.3. Beanspruchung in der Lösung B

Die Prüflösung wird in ein geeignetes Glasgefäß (zum Beispiel ein Becherglas) gegeben. Der Versuch wird bei Raumtemperatur durchgeführt. Lassen sich während der Versuchszeit Temperaturveränderungen der Umgebung nicht vermeiden, so wird empfohlen, den Versuch in einem Wasserbad durchzuführen, dessen Temperatur mittels Thermostat auf 23 °C geregelt wird. Die Versuchsdauer beträgt 72 Stunden.

Die Befestigung der Proben in der Prüflösung erfolgt nach Nummer 2.3.1. Nach der Beanspruchung werden die Proben gründlich mit entionisiertem Wasser gespült und mit fettfreier Druckluft getrocknet. Es ist in jedem Fall darauf zu achten, daß das Verhältnis Prüflösung/Probenoberfläche in ml/cm^2 $10 : 1$ beträgt (siehe 2.3.1).

1.4. Vorbereitung der Proben für die Prüfung

1.4.1. Erforderliches Material

Schmelzhäfen mit beispielsweise folgenden Abmessungen:

- Außendurchmesser: 40 mm;
- Höhe: 27 mm;
- Wanddicke: 2,5 mm;

Araldit DCY 230 oder gleichwertiges Material. Härter HY 951 oder gleichwertiges Material.

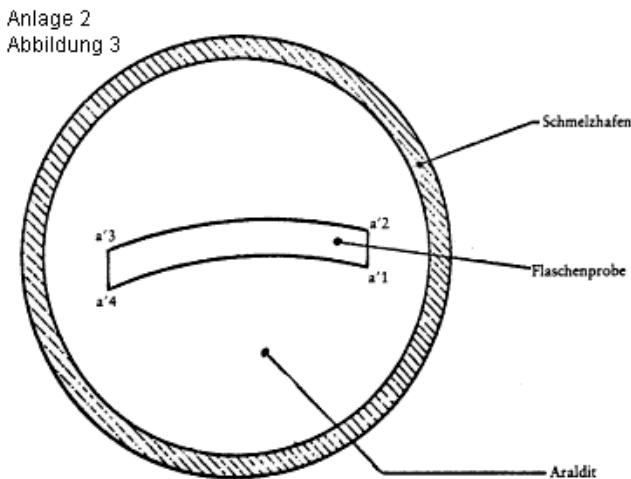
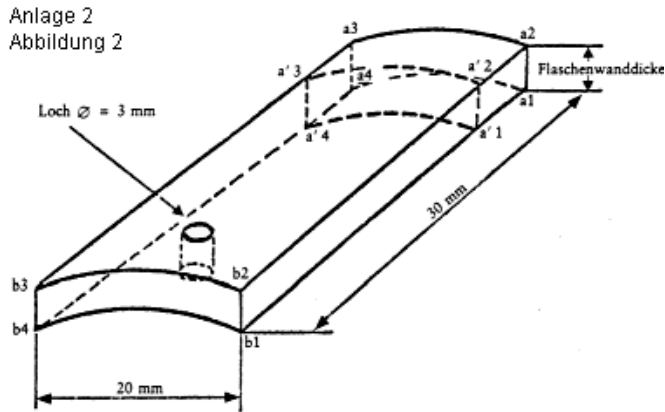
1.4.2. Arbeitsgang

Jede Probe wird senkrecht in einen Schmelzhafen eingesetzt, so daß die Seite a1 a2 a3 a4 den Boden berührt. Man umgießt die

Probe mit einer Mischung aus Araldit DCY 230 und Härter HY 951 im Verhältnis 9: 1. Die Trocknungszeit beträgt etwa 24 Stunden.

Nunmehr wird vorzugsweise auf der Drehbank eine bestimmte Materialmenge von der Fläche a1 a2 a3 a4 in der Weise abgenommen, daß eine Prüfung des Schnitts a'1 a'2 a'3 a'4 unter dem Mikroskop keine Korrosion erkennen läßt, die von der Fläche a1 a2 a3 a4 ausgegangen ist. Die Entfernung zwischen den Schnittflächen a1 a2 a3 a4 und a'1 a'2 a'3 a'4, d.h. die auf der Bank abgedrehte Dicke, muß mindestens 2 Millimeter betragen (Abbildungen 2 und 3).

Abbildungen 2 und 3



Der zu prüfende Schnitt wird mechanisch mit Aluminiumoxid auf Papier und anschließend auf der Filzscheibe poliert.

1.5. Mikrographische Prüfung der Proben

Die Prüfung besteht darin, daß auf dem nach Nummer 1.6 zu prüfenden Teil des Umfangs des Schliffes die Stärke der interkristallinen Korrosion festgestellt wird. Auf diese Weise werden die Werkstoffeigenschaften sowohl an der Außen - als auch an der Innenfläche der Wand und innerhalb der Wanddicke selbst in Betracht gezogen.

Anschließend wird der Schliff zunächst bei schwacher Vergrößerung (zum Beispiel 40 mal) untersucht, um die am meisten angegriffenen Zonen festzustellen, dann bei genügend starker Vergrößerung, in der Regel etwa 300 mal, um die Art und die Ausbreitung der Korrosion beurteilen zu können.

1.6. Auswertung der mikrographischen Prüfung

Man stellt fest, ob die interkristalline Korrosion oberflächlich ist:

1. Bei den Legierungen mit rekristallisiertem Gefüge darf die Angriffstiefe auf dem gesamten Umfang des Schliffes den höchsten der beiden folgenden Werte nicht überschreiten:
 - drei Korngrößen, quer zur untersuchten Oberfläche gemessen;
 - 0,2 mm.

Stellenweise höhere Werte sind jedoch zulässig, sofern sie in nicht mehr als vier Gefügeanschnitten bei 300facher Vergrößerung festgestellt werden.

2. Bei Legierungen mit durch Kaltverformung ausgerichtetem Gefüge darf die Angriffstiefe, gemessen von den beiden Flächen, die die Innen- und Außenwand der Flasche bilden, 0,1 mm nicht überschreiten.

2. Prüfung der Korrosionsempfindlichkeit unter Spannung

Das nachstehend beschriebene Verfahren besteht darin, daß aus dem zylindrischen Teil der Flasche herausgeschnittene Ringe unter Spannung gesetzt und eine bestimmte Zeit lang in künstliches Meerwasser getaucht werden; sodann werden die Ringe aus dem Meerwasser herausgenommen und für längere Zeit der Luft ausgesetzt; dieser gesamte Vorgang wird innerhalb von 30 Tagen wiederholt. Weisen die Ringe nach diesen 30 Tagen keine Risse auf, kann die Legierung als zur Herstellung von Gasflaschen geeignet angesehen werden.

2.1. Probenahme

Dem zylindrischen Teil der Flasche werden sechs Ringe mit einer Breite von $4a$ oder 25 mm (wobei jeweils der größere Wert zu wählen ist) entnommen (siehe Abbildung 1). Die Proben müssen einen Ausschnitt von 60° aufweisen und werden mit Hilfe einer Gewindeschraube und 2 Muttern unter Spannung gesetzt (siehe Abbildung 2).

Weder die Innen- noch die Außenflächen der Proben werden bearbeitet.

Abbildung 1

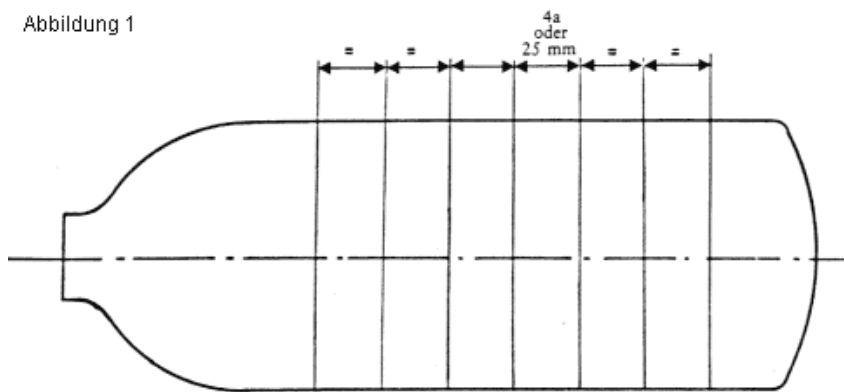
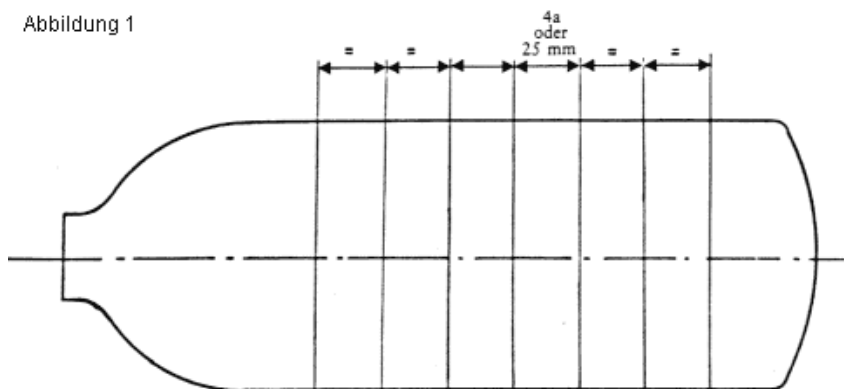


Abbildung 2



2.2. Vorbereitung der Oberfläche vor der Korrosionsprüfung

Alle Spuren von Fett, Öl und Klebstoff, die mit den Spannkälbern verwendet wurden (siehe Nummer 2.3.2.4), sind mit einem geeigneten Lösungsmittel zu entfernen.

2.3. Durchführung der Prüfung

2.3.1. Herstellung der Prüflösung

2.3.1.1. Zur Herstellung des künstlichen Meerwassers werden $3,5 \pm 0,1$ Gewichtsteile Natriumchlorid in 96,5 Gewichtsteilen Wasser aufgelöst.

2.3.1.2. Der pH-Wert der frisch zubereiteten Lösung muß zwischen 6,4 und 7,2 liegen.

2.3.1.3. Der pH-Wert darf nur mit Hilfe von verdünnter Salzsäure oder verdünntem Natron berichtigt werden.

2.3.1.4. Die Lösung darf nicht durch Hinzufügung der unter Nummer 2.3.1.1 genannten Salzlösung aufgefüllt werden, sondern nur durch Zusatz von destilliertem Wasser bis zur ursprünglichen Höhe im Gefäß. Diese Auffüllung kann, falls erforderlich, jeden Tag vorgenommen werden.

2.3.1.5. Die Lösung wird jede Woche vollständig ersetzt.

2.3.2. Spannung der Ringe

2.3.2.1. Drei Ringe werden zusammengedrückt, um die äußere Fläche unter Spannung zu setzen.

2.3.2.2. Drei Ringe werden geöffnet, um die innere Fläche unter Spannung zu setzen.

2.3.2.3. Der Wert der Spannung ist gleich der höchstzulässigen Spannung, wenn die Wanddicke wie folgt berechnet wird:

$R_e/1,3$ wobei die garantierte Mindestspannung der in N/mm^2 gemessenen Streckgrenze von 0,2 % ist.

2.3.2.4. Die effektive Spannung kann mit Hilfe elektrischer Dehnungsmeßstreifen gemessen werden.

2.3.2.5. Die Spannung kann auch nach folgender Formel berechnet werden:

$$D^1 = D \pm \frac{\pi R (D - a)^2}{4 E a z}$$

$D_1 =$	zusammengedrückter (oder geöffneter) Ringdurchmesser;
---------	---

$D =$ äußerer Flaschendurchmesser in mm;

$a =$ Wanddicke der Flasche in mm;

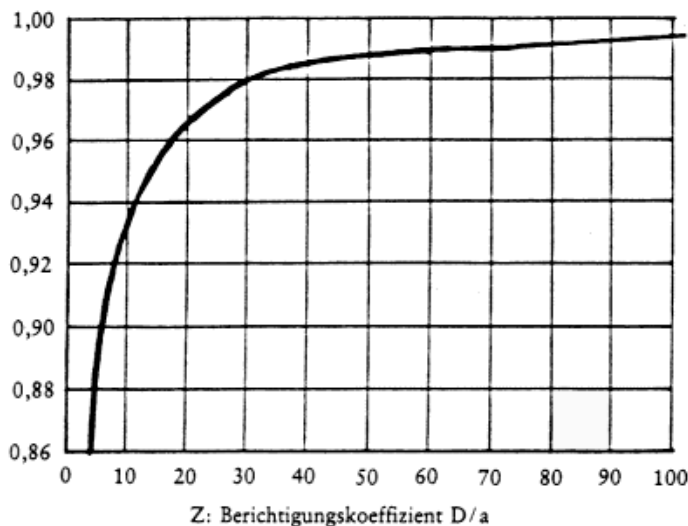
$R =$ $R_e/1,3$ N/mm²;

$E =$ Elastizitätsmodul in N/mm² = 70000 N/mm²;

$z =$ Berichtigungskoeffizient (Bild 3).

Bild 3

Abbildung 3



2.3.2.6. Die Bolzen müssen von den Ringen unbedingt elektrisch isoliert oder gegen jede Beanspruchung durch die Lösung geschützt sein.

2.3.2.7. Alle sechs Ringe werden 10 Minuten lang vollständig in die Salzlösung eingetaucht.

2.3.2.8. Sie werden anschließend aus der Lösung herausgenommen und 50 Minuten lang der Luft ausgesetzt.

2.3.2.9. Der gesamte Vorgang wird 30 Tage lang bzw. bis zum Bersten des Rings wiederholt.

2.3.2.10. Die Proben werden mit dem Auge auf etwaige Risse hin untersucht.

2.4. Auswertung der Ergebnisse

Die Legierung gilt als geeignet für die Herstellung von Gasflaschen, wenn keiner der unter Spannung stehenden Ringe am Ende der Prüfung (nach 30 Tagen) Risse aufweist, die mit bloßem Auge oder bei schwacher Vergrößerung (10 - bis 30fach) zu erkennen sind.

2.5. Etwaige metallographische Prüfung

2.5.1. Ist das Vorhandensein von Rissen nicht mit Sicherheit auszuschließen (etwa bei ätzstichen in Reihenform), so kann eine ergänzende metallographische Prüfung im Schnitt vorgenommen werden. Die Schnittfläche wird an der verdächtigen Stelle quer zur Ringachse gestellt. Sodann werden auf den gespannten und zusammengedrückten Ringflächen Form (inter- oder transkristallin) und Eindringtiefe der Korrosion verglichen.

2.5.2. Die Legierung gilt als geeignet, wenn die Korrosion auf beiden Seiten des Ringes das gleiche Bild zeigt.

Weist hingegen die gespannte Seite des Ringes interkristalline Risse auf, die deutlich tiefer sind als die Korrosion auf der zusammengedrückten Seite, so ist der Test als negativ anzusehen.

2.6. Berichte

2.6.1. Die Bezeichnung der Legierung und/oder ihre Norm-Nummer sind anzugeben.

2.6.2. Die Grenzen der Zusammensetzung der Legierung sind anzugeben.

2.6.3. Die tatsächliche Analyse der Schmelze, aus der die Flaschen hergestellt wurden, ist anzugeben.

2.6.4. Die tatsächlichen mechanischen Eigenschaften der Legierung nebst den erforderlichen Mindestbedingungen dieser Eigenschaften sind anzugeben.

2.6.5. Die Ergebnisse der Prüfung sind anzugeben.

Fußnoten

[\(1\) Red. Anm.:](#) Außer Kraft am 1. Januar 2013 durch die Bek. vom 17. Oktober 2012 (GMBI S. 902)