

Dem Wasserstoff auf der Spur

Teil 5

Wasserstoffaufnahme bei der Einsatzhärtung von selbstfurchenden Schrauben

Dr.-Ing. Peter Sommer, Dr. Ing. Simone Schwarz, Heinz Bartkowski



Dr.-Ing. Peter Sommer



Dr.-Ing. Simone Schwarz



Heinz Bartkowski

Einleitung

Die Wirkung von Wasserstoff in Stahlbauteilen ist in den vorangegangenen Artikeln dieser Serie schon ausführlich beschrieben worden. Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass ein kritisches Wasserstoffniveau bei ausreichend hoher Festigkeit und unter Zugbeanspruchung den gefürchteten wasserstoffinduzierten Sprödbruch hervorrufen kann. Dieser Schadensmechanismus ist deshalb so gefürchtet, da er ohne vorherige sichtbare Merkmale zum schlagartigen Versagen eines Bauteils führt.

In diesem Aufsatz soll das Thema „Dem Wasserstoff auf der Spur“ durch einen Bericht zu einer sehr umfassenden Untersuchung über fertigungsbedingte Wasserstoffquellen und -senken sowie deren Auswirkung auf das Sprödbruchverhalten weitergeführt werden. Der Schwerpunkt in dieser Ausgabe liegt bei der Wasserstoffaufnahme beim Einsatzhärten und wird in der nächsten Ausgabe durch Ergebnisse aus der galvanischen Behandlung abgeschlossen.

Untersucht wurden selbstfurchende Schrauben nach DIN 7500. Diese Schrauben werden einsatzgehärtet, angelassen und danach galvanisch verzinkt. In dieser Fertigungskette werden an den verschiedensten Stellen Wasserstoffquellen aktiv. Der aufgenommene Wasserstoff muss deshalb durch geeignete Maßnahmen wieder ausgetrieben werden.

Bauteilbeschreibung

Es wurden Schrauben der Abmessung M4 x 14 mm aus einem Einsatzstahl der Sondergüte C15 + Bor nach dem betrieblichen Standardverfahren durch Kaltumformung hergestellt. Hierzu wurde ein warmgewalzter Draht der Abmessung $\varnothing 5,5$ mm verwendet. Die Messung des Wasserstoffgehalts im Anlieferzustand des Drahtes ergab Werte von $< 0,5$ ppm. Diese lagen damit unterhalb der experimentellen Nachweisgrenze, weshalb der Anlieferungszustand technisch als wasserstofffrei bezeichnet werden konnte.

On the trail of hydrogen

Part 5

Hydrogen absorption in the case-hardening of thread rolling screws

Dr.-Ing. Peter Sommer, Dr.-Ing. Simone Schwarz, Heinz Bartkowski

Introduction

Previous articles in this series have already provided a detailed description of the effects of hydrogen in structural steel elements. To summarize, it can be said that in a situation of adequately high stability and tensile load, the presence of a critical level of hydrogen can produce an occurrence of hydrogen-induced brittle fracture, which is so widely feared. Damage which develops along these lines is feared, above all, for the simple reason that a structural component can, all of a sudden, fail in its function without any prior visible indication that this is about to happen.

The subject of 'On the trail of hydrogen' will receive further attention in a report which takes a close look at a very comprehensive test on production-related hydrogen sources and level-reduction procedures as well as the manner in which they influence brittle-fracture patterns. The emphasis in this edition focuses on hydrogen absorption in case-hardening and will be concluded in the next edition with results from the area of electroplating.

The test involved self-channelling screws according to DIN 7500. The screws are case-hardened, tempered and subsequently galvanized. At a variety of points within this chain of production processes hydrogen sources are activated. It is necessary, therefore, to expel the hydrogen absorbed, implementing appropriate measures to do so.

Description of structural components

Screws measuring M4 x 14 mm made from hardened steel of special quality C15 + boron were produced by cold-forming applying standard industrial procedures. A hot-rolled wire with a diameter measurement of 5.5 mm was used for this purpose. A measurement of the wire in its condition at time of supply revealed a hydrogen content of < 0.5 ppm, and, as such below the detection limit, which meant that the condition at time of supply could technically be regarded as hydrogen-free.

The hydrogen was measured for all stages of production applying the melt-extraction method. Thus, the total hydrogen content was measured.

Die Messungen des Wasserstoffgehalts erfolgte für alle Fertigungsstufen gleich nach dem Schmelzextraktionsverfahren. Es wurde demnach der Gesamtwasserstoffgehalt gemessen.

Entsprechend der Spezifikation in der DIN 7500 müssen diese Schrauben nach dem Einsatzhärten und Verzinken folgenden Anforderungen genügen. (Es wurden nur die relevanten Anforderungen an die Schraubeneigenschaften für die hier verwendete Abmessung aufgeführt.):

Eht ₄₅₀ :	0,10 - 0,25 mm
Oberflächenhärte:	> 450 HV 0,3
Kernhärte:	240 - 370 HV 5
Bruchmoment	> 3,4 Nm
Zugkraft:	> 7000 N
Furchnmoment:	> 2,4 Nm

Insbesondere die max. zulässigen Kernhärte werte wurden in der zitierten Norm unter dem Eindruck der Sprödbruchgefahr in der Vergangenheit immer wieder nach unten korrigiert.

Einsatzhärtung

Das Einsatzhärten erfolgte in einem Förderbandofen unter Verwendung von Stickstoff-Methanol als Trägergas bei 910°C 40 min mit nachfolgender Ölabschreckung. Der C-Pegel betrug 1,0 % und es wurde mit Ammoniak als Zusatzgas gefahren.

Bei ausreichend loser Schüttdichte erreichten die so einsatzgehärteten Schrauben eine Oberflächenhärte von > 800 HV und ein Kernhärteprofil wie in Bild 1 dargestellt. Ein Kernhärteniveau von ca. 400 HV ist ausreichend hoch, um diesen Werkstoffzustand anfällig gegenüber wasserstoffinduziertem Sprödbruch zu machen.

Nach der beschriebenen Einsatzhärtung und vor dem Anlassen wurde in den Schrauben ein Wasserstoffgehalt von 2,5 bis 2,7 ppm gemessen. Da die Schrauben im Ausgangszustand keinen nachweisbaren Wasserstoffgehalt aufwiesen, ist diese Wasserstoffmenge allein auf den Aufkohlungsprozess zurückzuführen.

Insgesamt 110 Schrauben dieses Fertigungszustandes „Einsatzhärten ohne Anlassen“ wurden gemäß Entwurf DIN EN ISO 15330 mechanisch verspannt. Hierbei wurde an 10 Schrauben zunächst das Bruchmoment ermittelt und nachfolgend wurden die zu untersuchenden Schrauben mit 90 % des Bruchdrehmoments verspannt. Alle 24 h wurde der Zustand der Schrauben überprüft. Ausgefallene Schrauben wurden dokumentiert und bei allen nicht ausgefallenen Schrauben wurde das Drehmoment überprüft und ggf. nachgestellt. Das Bild 2 zeigt Schrauben im verspannten Prüfzustand.

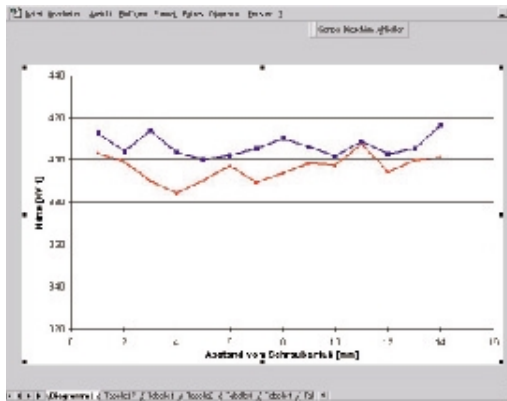


Bild 1: Härteverlauf in Längsrichtung vom Schraubenkopf zum Schraubenfuß nach dem Einsatzhärten (Ohne Anlassen)

Figure 1: Hardness pattern, lengthwise, from the screw-head to base following case-hardening (without tempering)

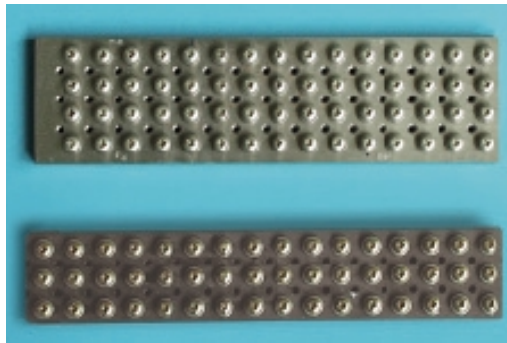


Bild 2: Schrauben in der Verspannprüfvorrichtung
Figure 2: Screws in bracing device

In accordance with the specification attaching to DIN 7500, the screws must meet the following requirements following case-hardening and galvanizing. (only those characteristic-requirements which are of relevance for the screw-size used here have been listed):

Case depth ₄₅₀ :	0.10 – 0.25 mm
Surface hardness	> 450 HS 0.3
Core hardness	240 – 370 HV 5
Failure moment	> 3.4
Tensile load	> 7,000 N
Channelling moment	> 2.4 m

In view of the danger of brittle fracture, the core-hardness values, in particular, have, in the past, been revised downwards time and again.

Case-hardening

Case-hardening was carried out in a conveyor belt furnace for a period of 40 minutes at a temperature of 910 OC using nitrogen methanol as a carrier gas with subsequent oil-quenching. The C-level stood at 1.0%, and ammonia was used as an additional gas.

At an adequately loose bulk density, the screws which had undergone case-hardening in the manner outlined in the above reached a surface hardness of > 800 HS and a core-hardness profile as illustrated in Fig. 1. A core-hardness level of approx. 400 HS is sufficiently high to make the condition of the material vulnerable to hydrogen-induced brittle fracture.

Following the case-hardening procedure as outlined in the above and before tempering, mea-

Nach der vorgeschriebenen Verspanndauer von 96 h sind 95 % aller Schrauben durch Brüche ausgefallen. Die Bruchhistorie ist in Tabelle 1 aufgelistet.

Tabelle 1: Ergebnisse der Verspannungsprüfung von 110 Schrauben im Zustand einsatzgehärtet und nicht angelassen.

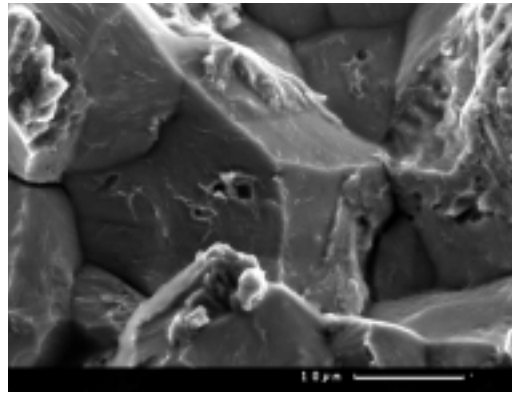
Table 1: Results of the bracing-test on 110 screws in a case-hardened but non-tempered state

Brüche nach: Fractures after:				
Prüfzeit Testing time	24h 24 hrs	48h 48 hrs	72h 72 hrs	96h 96 hrs
Anzahl No.	94 94	9 9	0 0	1 1

Eine zweite Serie wurde nach dem Einsatzhärten unmittelbar bei 280°C 1h angelassen. Der Wasserstoffgehalt in dieser Fertigungsreihe fiel auf den Wert von 0,5 bis 0,9 ppm ab. Bei den Verspannungsversuchen dieser Serie kam es unter gleichen Testbedingungen zu keinem einzigen Schraubenausfall.

Bild 3: Interkristalline Bruchflächen mit den typischen Merkmalen eines wasserstoffinduzierten Sprödbruchs (Mikroverformungslinien und Poren)

Figure 3: Intercrystalline surfaces of fracture showing the typical characteristics of a hydrogen-induced brittle fracture (micro-deformation lines and pores)



Die rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenuntersuchung der abgerissenen Schraubenköpfe zeigte eindeutige Merkmale eines wasserstoffinduzierten Sprödbruchs, Bild 3.

In Bild 4 sind die Ergebnisse der Messungen des Wasserstoffgehaltes zusammenfassend aufgetragen.

Schlussfolgerungen

Bei der Aufkohlungsreaktion in CO/H₂-haltigen Trägergasen nehmen die Schrauben in erheblichem Maße Wasserstoff auf, der ohne Anlassbehandlung zu einem nahezu vollständigen Ausfall durch wasserstoffinduzierten Sprödbruch führt. Eine nachfolgende Anlassbehandlung bei 280°C 1h hat den Wasserstoff wieder weitestgehend effundieren lassen. Im Hinblick auf die noch immer geltende Normung der Wärmebehandlungsverfahren kann aus diesen Ergebnissen folgendes geschlossen werden:

- Bauteile, die aufgrund ihrer Festigkeit und Beanspruchung als gefährdet gegenüber wasserstoffinduziertem Sprödbruch anzusehen sind, müssen auf jeden Fall nach einer Einsatzhärtung ausreichend hoch angelassen werden, um den während der Aufkohlung aufgenommenen Wasserstoff wieder zu effundieren. Die dabei erforderlichen Anlasstemperaturen und -zeiten werden u.a.

messungen revealed a hydrogen content of 2.5 to 2.7 ppm in the screws. In view of the fact that the screws revealed no detectable hydrogen content in their initial state, this quantity of hydrogen can be accounted for solely by the process of carburization.

Altogether, a total of 100 screws at this stage of production – ‘case-hardening without tempering’ – were mechanically braced in accordance with draft DIN EN ISO 15330. The first stage involved determining the failure moment of 10 of these screws, and subsequently, the screws which were to undergo testing were braced at 90% of the failure torque. At intervals of 24 hours, the condition of the screws was checked. A record was kept of all screws which had failed, and in the case of those which had not, the torque was checked and, where applicable, adjusted. Figure 2 shows screws undergoing test-bracing.

Following the prescribed bracing-time of 96 hours, 95% of all screws had failed as a result of fracture. Table 1 shows the fracture history.

A second series was tempered directly at 280 °C following the case-hardening process. The hydrogen content in this production series dropped to a value of between 0.5 and 0.9 ppm. When brace-testing was carried out on this series the same test conditions did not produce a single failure.

The electron-microscope scanning test conducted on the surface of fracture of the broken-off screw heads revealed clear characteristics of a case of hydrogen-induced brittle fracture, Figure 3. In figure 4 results of hydrogen measurements are summarized.

Conclusions

The carburization reaction in carrier gases containing CO/H₂ results in the screws’ absorbing a considerable measure of hydrogen, which, when tempering does not take place, results in almost total failure through hydrogen-induced brittle fracture. Subsequent tempering at 280 °C for a period of 1 hour causes effusion of the greater part of the hydrogen again.

In the light of standardization still in effect of methods of heat-treatment, the following can be concluded from these results:

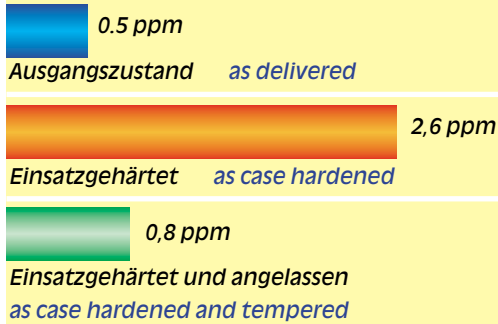
- Structural parts, which, because of their level of stability and strain, are to be regarded as vulnerable to hydrogen-induced brittle fracture, must, in any case, be adequately well tempered following case-hardening to ensure that any hydrogen absorbed during carburization is effused again. The requisite tempering temperatures and times are currently the subject, amongst others, of detailed tests being conducted within the framework of the ‘T.F.W.W.’ project ‘Hydrogen absorption in heat treatment’.
- DIN 17022 “Methods of heat treatment” – Part 3 Case-hardening should make a point of drawing attention to this particular problem. When the present valid version dated April 1989 was drawn up, this problem had quite clearly not yet been identified.

in dem T.F.W.W.-Projekt „Wasserstoffaufnahme bei der Wärmebehandlung“ derzeit ausführlich untersucht.

- Die DIN 17022 „Verfahren der Wärmebehandlung - Teil 3 Einsatzhärten“ sollte auf die Wasserstoffaufnahme beim Gasaufkohlen unbedingt aufmerksam machen. Bei der Erstellung der vorliegenden und noch gültigen Fassung vom April 1989 war diese Problematik ganz offensichtlich noch unbekannt.
- In der DIN 6773 „Darstellung und Angaben wärmebehandelter Teile in Zeichnungen“ wird unter 4.2 „Wärmebehandlungszustand“ ein Anlassen nur dann gewährleistet, wenn auf der Zeichnung ausdrücklich die Angabe „Einsatzhärten und Anlassen“ gefordert wird. Diese Formulierung wurde in der Vergangenheit auch dazu verwendet, um den Verzicht einer Anlassbehandlung nach dem Einsatzhärten zu rechtfertigen. Unter dem Eindruck des Gefährdungspotentials sollte ein Anlassen nach dem Einsatzhärten in Gasatmosphären jedoch obligatorisch sein.
- Wärmebehandlungsbetriebe, die auf eine Anlassbehandlung nach dem Einsatzhärten in Gasatmosphären verzichten, sollten sich über das damit verbundene Gefährdungspotential bewusst sein.

Im nächsten Heft werden die Ergebnisse aus der gleichen Versuchsreihe nach der galvanischen Verzinkung veröffentlicht.

Wasserstoffgehalt [ppm] Hydrogen content [ppm]



- In DIN 6773 "Representation of and details concerning heat-treated parts in drawings", 4.2 "Heat-treatment condition" states that tempering is only guaranteed if, in the drawing, the details "Case-hardening and tempering" are expressly required. This particular formulation was also used in the past to justify dispensing with tempering following case-hardening. In the light of the extent of potential danger, tempering in gas atmospheres should be made obligatory.
- Heat-treatment plants which dispense with tempering following case-hardening in gas atmospheres should realise how potentially dangerous this approach can be.

Results from the same series of tests following galvanizing will be published in the next edition.

Bild 4: Ergebnisse der Messungen des Wasserstoffgehaltes
Figure 4: Results of hydrogen measurements

INFO: 409

Dr. Sommer
WERKSTOFFTECHNIK

Anwendungsinstitut zur Einsatzoptimierung von Werkstoffen, Verfahren, Wärmebehandlung

Dr. Sommer
Werkstofftechnik GmbH
Hellenthalstrasse 2
D-47661 Issum
Telefon: 0 28 35 · 96 06-0
Telefax: 0 28 35 · 96 06-60
E-mail: info@werkstofftechnik.com
www.werkstofftechnik.com
www.stahlwissen.de

Attraktiv auf allen Aktivitätsfeldern

- SoTec** **Werkstoffe und Verfahren**
Analysen · Auswahl · Behandlung · Prüfung
interdisziplinäre Einsatzoptimierung
- SoHeat** **Wärmebehandlung**
Gesamtprogramm Härterei einschließlich
Berechnungsmethoden, komplette
Auftragsabwicklung und Kostenrechnung per EDV
- SoDat** **Database**
Datenbanken »Steel«
StahlWissen & Simulation
individuelle Software
- SoPlan** **Planung & Controlling**
Marktrecherchen · Marktüberblick
Entscheidungsvorgaben · Konsequenzen
- SoLab** **Gutachten & Labor**
unabhängiger Sachverständiger
mit eigenem metallurgischen Labor
- SoQ** **Qualität & Zertifizierung**
von der QM-Einführung nach DIN ISO 9000ff
bis zur Zertifizierung
- SoTrain** **Training**
Lernprogramm Fern- & Live Schulungen im Labor
- SoNews** **Fachzeitschrift**
Der Wärmebehandlungsmarkt

Dr. Sommer Werkstofftechnik ... wir zeigen wie es besser geht

INFO: 410