

U. Hasselmann und H. Speckhardt  
Technische Hochschule Darmstadt

# **Flüssigmetallinduzierte Rißbildung bei der Feuerverzinkung hochfester HV-Schrauben großer Abmessungen infolge thermisch bedingter Zugeigenspannungen**

Bericht Nr. 137  
des Gemeinschaftsausschuß Verzinken e.V.  
Forschungsvorhaben GAV-Nr. FD 22

# Flüssigmetallinduzierte Rißbildung bei der Feuerverzinkung hochfester HV-Schrauben großer Abmessungen infolge thermisch bedingter Zugeigenspannungen\*

U. Hasselmann und H. Speckhardt

\* Verbleiben einer Randauflage sowie einer Randauflage

## 1 Einleitung

Bei der Schadensanalyse von Sprödbrüchen an feuerverzinkten HV-Schrauben nach DIN 6914 wurde in einem schmalen Randbereich der interkristallinen Bruchfläche eine Belegung der Korngrenzen mit Zink festgestellt. Der weitere Bruchfortschritt erfolgte meist interkristallin mit den Merkmalen eines wasserstoffinduzierten Sprödbruches. Die Ergebnisse der in [1] dargestellten Schadensanalysen legten die Vermutung nahe, daß die Anrißbildung an den Feuerverzinkungsprozeß gekoppelt ist und als eine flüssigmetallinduzierte Rißbildung erfolgt.

## 2 Flüssigmetallinduzierte Rißbildung

In [2,3] wird eine Darstellung der grundsätzlichen Formen des Angriffes von flüssigem Zink auf Stahl gegeben. Verzinkungskessel aus Stahl erleiden demnach einen flächigen Materialabtrag, der von der Stahlzusammensetzung, dem Gefügestand des Stahls, der Oberflächenbeschaffenheit der Innenseite von Verzinkungskesseln, der Temperatur und Zusammensetzung der Zinkschmelze sowie letztendlich von der Einwirkzeit abhängt. Weiterhin besteht die Gefahr eines lochfraßartigen Angriffes, der durch Fehlstellen in der Hartzinkschicht erklärt wird. Schließlich wird der Angriff von flüssigem Zink auf die Korngrenzen des Stahls beschrieben. Dies führte sowohl zur Zerstörung von Verzinkungskesseln durch Rißbildung als auch zu Brüchen und Rissen im Verzinkungsgut. Diese Rißbildungen waren mit Zugspannungszuständen verbunden. Teilweise handelte es sich dabei um Schweißzugspannungen oder Wärmespannungen an bestimmten Stellen der Verzinkungskessel, und teilweise war der Zugspannungszustand durch den Transport des Verzinkungsgutes hervorgerufen.

In [4] wird eine flüssigmetallinduzierte Rißbildung bei der Feuerverzinkung hochfester Schrauben großer Abmessungen beschrieben. Die zur Anrißbildung erforderliche Zugspannung wurde durch eine teilplastische Druckverformung im Randbereich an Kerbstellen bei der Erwärmung der Bauteile während des Eintauchens ausgelöst. Nach Temperatureaus-

gleich sind an diesen kritischen Stellen dann Zugeigenspannungen vorhanden, die zusammen mit der Zinkschmelze zur Anrißbildung führen. Aufgrund der Tatsache, daß die dargestellten Schäden nur bei hochtemperaturverzinkten Schrauben großer Abmessungen zu finden waren, wird ein Einfluß der Schraubenabmessung und der Zinkbadtemperatur auf die Eigenspannungsbildung vermutet. Im dargestellten Fall erfolgte lediglich die Anrißbildung durch den Mechanismus der flüssigmetallinduzierten Rißbildung. Dies war durch eine Belegung der Korngrenzen mit Zink im Randbereich nachweisbar. Der Bruch der Schrauben erfolgte dann ebenfalls vorwiegend interkristallin durch wasserstoffinduzierte Spannungsrisskorrosion. Diese wird durch eine hohe Spannungskonzentration an der Rißspitze begünstigt. Auch können an der Rißspitze Kontaktkorrosionsbedingungen vermutet werden, die zu einer Wasserstoffaufnahme in diesem kritischen Bereich führen.

Obwohl die flüssigmetallinduzierte Rißbildung nach [5] nicht im eigentlichen Sinne eine Form der Spannungsrisskorrosion ist, können hier einige Analogien dargestellt werden. Eine notwendige Voraussetzung ist das Vorliegen eines Zugspannungszustandes, der auch ein lediglich örtlicher Zugeigenspannungszustand sein kann. Gleichzeitig muß ein kritisches System aus angegriffenem Metall und angreifender Metallschmelze vorliegen. Dies ist beispielsweise mit einem System, bestehend aus Stahl und Zinkschmelze, gegeben. Bei gleichzeitiger Einwirkung von Zugspannungen und Zinkschmelze auf Stahlteile geht die Verformungsfähigkeit infolge der Eindiffusion von Zink entlang der Korngrenzen deutlich zurück.

In [6] wird eine Untersuchung vorgestellt, im Rahmen derer der Rißbildungs- und Rißfortschrittsmechanismus eingehender betrachtet wird. Dies geschieht an Hand des Systems aus niedriglegiertem Stahl und Indium als schädigendem Metall. In der Untersuchung wird der Begriff der metallinduzierten Rißbildung geprägt, der alle Fälle umfaßt, bei denen das angreifende Metall in flüssigem oder festem Zustand vorliegt. Für beide Fälle wird die Existenz einer Inkubationszeit nachgewiesen, bis zu der kein Korngrenzenangriff festgestellt werden konnte. Bemerkenswert an dieser Untersuchung ist, daß für den flüssigen und festen Zustand des angreifenden Metalls eindeutige Unterschiede im Rißfortschrittsverhalten festgestellt wurden, die auf unterschiedliche Rißfortschrittsmechanismen hindeuten und nachfolgend erläutert werden.

Bei der flüssigmetallinduzierten Rißbildung (liquid metal induced embrittlement, LMIE) wird der größte Teil der Standzeit einer Probe für die Rißinitiierung benötigt. Der Rißfort-

\* Auszugsweise Veröffentlichung der Dissertation (TU Darmstadt, D17) des erstgenannten Verfassers, ehemals Mitarbeiter des Instituts für Werkstoffkunde der TU Darmstadt.

schritt wird dann von der Transportgeschwindigkeit des angreifenden Metalls im Riß bestimmt. Da bis zum Bruch der Probe nur kurze Zeit benötigt wird, kommt als Transportmechanismus lediglich kapillarer Fluß der Metallschmelze in Frage. Bei der flüssigmetallinduzierten Rißbildung ist damit in allen denkbaren Fällen die Rißinitiationsphase der geschwindigkeitsbestimmende Schritt des Prozesses.

Wenn das angreifende Metall noch im festen Zustand auf der Stahloberfläche vorliegt (solid metal induced embrittlement, SMIE), wird ebenfalls ein großer Teil der Standzeit für die Rißinitiation verbraucht. Der Rißfortschritt erfolgt dann jedoch langsam und es wurden auch Fälle von Rißstopp beobachtet. Der Transportmechanismus für das angreifende Metall, der den Rißfortschritt vorantreibt, wird hier in der Diffusion des Indiums entlang der Rißflanken gesehen. Ein Hinweis hierauf ist auch die Tatsache, daß die Rißfortschrittsraten unabhängig von der aufgetragenen Zugbelastung der Probe sind, da nicht einzusehen ist, daß die Diffusion des Indiums entlang der Rißflanke von der Spannung an der Rißspitze beeinflusst wird. Der Rißfortschritt wird in dem betrachteten System mit steigender Temperatur bis zum Schmelzpunkt des Indiums schneller, was mit der Vorstellung eines diffusionsgesteuerten Prozesses übereinstimmt. Insgesamt bleibt die Rißinitiationsphase der geschwindigkeitsbestimmende Schritt. Die Rißinitiationszeit sinkt mit steigender Temperatur sowohl unterhalb als auch oberhalb des Schmelzpunktes von Indium drastisch ab.

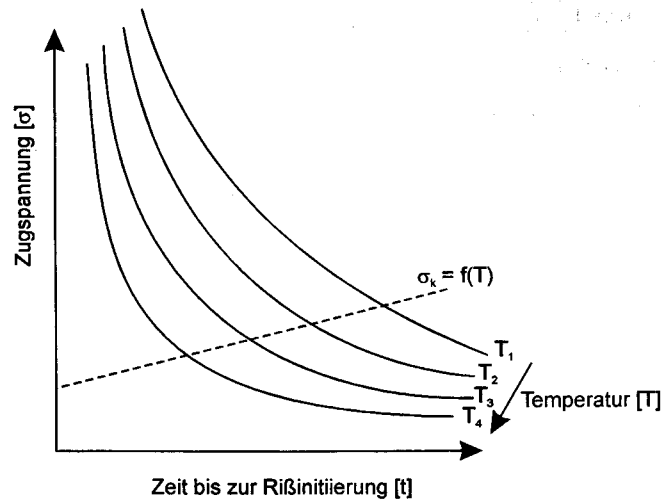
Auf der Basis der experimentell beschriebenen Zusammenhänge wird nach einer kritischen Bewertung der in der Literatur dargestellten Mechanismen zum Schadensablauf folgende Erklärung für die metallinduzierte Rißbildung vorgeschlagen:

Während der Inkubationszeit des Risses findet ein Diffusionsvorgang statt, der die Geschwindigkeit des Prozesses bestimmt. Dabei dringen Atome des angreifenden Metalls entlang der Korngrenzen in das angegriffene Metall ein. Dieser Vorgang wird durch die anliegenden mechanischen Spannungen unterstützt. Der Eindringvorgang vollzieht sich in zwei Stufen:

1. Adsorbierte Atome des angreifenden Metalls werden in der Oberfläche des angegriffenen Metalls gelöst.
2. Die so gelösten Atome dringen entlang bevorzugter Pfade in das angegriffene Metall ein (bevorzugt Diffusion entlang der Korngrenzen).

In Abb. 1 wird nach [6] die grundsätzliche Abhängigkeit der Rißinitiationszeit, der anliegenden Zugspannung und der jeweiligen Systemtemperatur dargestellt. Bei höheren Temperaturen ist demnach die Zeit bis zur Rißauslösung kleiner. Ebenfalls begünstigen höhere Zugspannungen die Rißauslösung. Unterhalb einer temperaturabhängigen kritischen Grenzspannung findet keine flüssigmetallinduzierte Rißbildung statt.

Bei Stählen ist die Rißbildung infolge einer Einwirkung von meist schmelzflüssigen Fremdmetallen interkristallin. Daher sind die Rißentstehung und der Rißfortschritt auch wesentlich von der lokalen Trennfestigkeit der Korngrenzen abhängig. Inwieweit die Korngrenzen bevorzugte Orte spröder Rißbildung sind und welche werkstoffseitigen Parameter dies begünstigen, wurde vielfach im Zusammenhang mit dem Phänomen der wasserstoffinduzierten Rißbildung untersucht, und es sind auch Hinweise in [7] zu finden.



$$T_1 < T_2 < T_3 < T_4$$

$T_1$  bis  $T_4$  liegen im kritischen Temperaturintervall

$\sigma_k$ : temperaturabhängige kritische Grenzspannung unterhalb der keine Rißbildung stattfindet

Abb. 1. Einflüsse auf die flüssigmetallinduzierte Rißbildung (schematisch) nach [6]

### 3 Untersuchung der Einflüsse bei der Feuerverzinkung

Ziel der vorliegenden Untersuchung ist die Ermittlung der wesentlichen Einflußgrößen auf die flüssigmetallinduzierte Rißbildung, die bei der Feuerverzinkung von HV-Schrauben eine Rolle spielen. Als solche werden, auf Grund der Ergebnisse in [4], seitens der Proben der verwendete Werkstoff, die vorliegende Werkstofffestigkeit, die Hauptabmessungen sowie eine Kerbwirkung infolge unterschiedlicher Probengeometrien vermutet. Seitens des Feuerverzinkungsprozesses wird ein Einfluß der Zinkbadtemperatur, der Vorwärmtemperatur, der zu verzinkenden Losgröße, der Verweildauer im Zinkbad und der Abschrecktemperatur für möglich gehalten.

Für die Versuche wurden von den beteiligten Herstellern von HV-Schrauben Schrauben im Durchmesserbereich M24 bis M56 entsprechend oder in Anlehnung an DIN 6914 hergestellt. Eine Übersicht der angelieferten Schrauben gibt Tabelle 1. Die Werkstoffzusammensetzung der üblicherweise verwendeten Schraubenstähle 42CrMo4 und 30CrNiMo8 entsprach den Forderungen der DIN EN 20898-1. Der ebenfalls untersuchte Werkstoff 21CrMoV57 ist für Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9 streng genommen nicht erlaubt, da für diesen Werkstoff nach prEN 10269 ein Kohlenstoffgehalt von 0,17 bis 0,25 % zulässig ist und die Tabelle 2 der DIN EN 20 898-1 für legierte Stähle in der Festigkeitsklasse 10.9 einen Mindestkohlenstoffgehalt von 0,20% fordert. Die vorliegende Werkstoffcharge erfüllt allerdings nach den Angaben der Schmelzanalyse diese Forderung gerade. Der Werkstoff 21CrMoV57 wurde auch nur deshalb in die Untersuchung aufgenommen, um die Auswirkungen einer erhöhten Warmfestigkeit auf den Mechanismus der flüssigmetallinduzierten Rißbildung bei der Feuerverzinkung hochfester Schrauben zu beleuchten. Rückschlüsse auf eine praktische Verwendbarkeit dieses Werkstoffes bei der Herstellung von

**Tabelle 1.** Verzeichnis der Proben und Untersuchungen

Probencharge	Nenndurchmesser d [mm]	Nennlänge l [mm]	gelieferte Anzahl	herstellende Firma	Oberflächenzustand bei Anlieferung
8.8*, 42CrMo4 <sup>+</sup>					
1.8.1	M24	100	94	Peiner UT	gestrahlt
1.8.2	M27	120	31		
1.8.3	M30	120	32	Fuchs	gestrahlt
1.8.4	M36	150	42		
10.9*, 42CrMo4 <sup>+</sup>					
1.10.1	M24	100	92	Peiner UT	gestrahlt
1.10.2	M27	120	45		
1.10.3	M30	120	47	Fuchs	gestrahlt
1.10.4	M36	150	178		
12.9*, 42CrMo4 <sup>+</sup>					
1.12.1	M24	100	91	Peiner UT	gestrahlt
1.12.2	M27	120	28		
1.12.3	M30	120	31	Fuchs	gestrahlt
1.12.4	M36	150	47		
10.9*, 30CrNiMo8 <sup>+</sup>					
2.10.3	M30	120	52	Fried- berg	vergütungs- schwarz
2.10.4	M36	150	52		
2.10.5	M56	250	47	Peiner UT	gestrahlt
12.9*, 30CrNiMo8 <sup>+</sup>					
2.12.3	M30	120	53	Fried- berg	vergütungs- schwarz
2.12.4	M36	150	52		
2.12.5	M56	250	31	Peiner UT	gestrahlt
10.9*, 21CrMoV57 <sup>+</sup>					
3.10.4	M36	150	87	Peiner UT	gestrahlt

\* Festigkeitsklasse, + Werkstoff

**Tabelle 2.** Ergebnisse der magnetischen Rißprüfung an verzinkten Schrauben

Probencharge	Nenndurchmesser d [mm]	Nennlänge l [mm]	Normaltemperatur- verzinkung	Hochtemperatur- verzinkung	Hochtemperaturver- zinkung ohne Vorwärmung
8.8, 42CrMo4					
1.8.1	M24	100	6/-/-/-	5/-/-/-	5/-/-/-
1.8.2	M27	120	6/-/-/-	6/-/-/-	4/-/-/-
1.8.3	M30	120	6/-/-/-	6/-/-/-	6/-/-/-
1.8.4	M36	150	13/-/-/-	5/-/1/1	7/1/1/-
10.9, 42CrMo4					
1.10.1	M24	100	20/-/-/-	6/-/-/-	9/-/-/-
1.10.2	M27	120	14/-/-/-	6/-/-/-	9/-/-/-
1.10.3	M30	120	15/-/-/-	4/-/-/-	7/-/-/-
1.10.4	M36	150	20/-/-/-	9/-/3/-	9/1/-/2
12.9, 42CrMo4					
1.12.1	M24	100	19/-/-/-	10/-/-/-	10/-/-/-
1.12.2	M27	120	7/-/-/-	5/-/-/-	6/-/-/-
1.12.3	M30	120	6/-/-/-	6/-/-/-	6/-/-/-
1.12.4	M36	150	16/-/-/-	7/-/-/-	7/-/-/-
10.9, 30CrNiMo8					
2.10.3	M30	120	18/-/-/-	4/-/-/-	4/-/-/-
2.10.4	M36	150	18/-/-/-	9/-/-/-	9/-/-/-
2.10.5	M56	250	8/-/-/-	3/3/-/-	3/3/-/-
12.9, 30CrNiMo8					
2.12.3	M30	120	6/-/-/-	6/2/-/-	6/-/-/-
2.12.4	M36	150	6/-/-/-	6/3/-/-	7/2/-/-
2.12.5	M56	250	8/-/-/-	7/7/-/-	6/-/5/1
10.9, 21CrMoV57					
3.10.4	M36	150	19/-/-/-	8/3/1/4	7/-/3/3

6/-/-/- bis 7/-/3/3: Geprüfte Teile/Risse im Gewindeauslauf/Risse im Kopf-Schaft-Übergang/Risse an beiden Stellen

Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9 sind ohne weiteres nicht zulässig.

Aus Schrauben der Chargenkennzeichnung 1.10.4 und 2.10.5 nach Tabelle 1 wurden spanend bauteilähnliche Proben mit drei Probenformen und jeweils vier Abmessungen hergestellt. Mit den ungekerbten Proben (Probenform „u“) wurde der Schraubenschaft, mit den gekerbten Proben (Probenform „k“) der Gewindeauslauf als Einzelkerbe und mit den abgesetzten Proben (Probenform „a“) der Kopf-Schaft-Übergang abgebildet. Die Abmessungen der Proben wurden in Anlehnung an die Schraubenabmessung M16, M24, M36 und M56 festgelegt. In die Proben wurden Bohrungen zur Aufnahme von Thermoelementen so eingebracht, daß eine Messung der Temperatur in einer betrachteten Querschnittsebene der Probe an verschiedenen Radienmaßen möglich war. Die Fertigung der Meßbohrungen mit dem einheitlichen Durchmesser 1,2 mm erfolgte mit einem funkenerosiven Verfahren. Dadurch war ein seitliches „Verlaufen“ der recht tiefen Meßbohrungen weitgehend ausgeschlossen.

## 4 Verzinkungsversuche an Schrauben

Hierbei wurden Schrauben gemäß Tabelle 1 unter betrieblichen Bedingungen feuerverzinkt und danach magnetisch rißgeprüft. Damit konnten Abhängigkeiten der flüssigmetallinduzierten Rißbildung von den Versuchsparametern dargestellt werden. Durch Messung der Temperatur-Zeit-Verläufe in der Mitte und am Rand des Verzinkungskorbes wurde nachgewiesen, daß keine deutlichen und reproduzierbaren Unterschiede im Temperatur-Zeit-Verlauf zwischen Korbmitte und -rand vorliegen. Offenbar dominiert die Badbewegung beim Eintauchen den Temperaturverlauf, was zu einer gleichmäßigen Erwärmung aller Schrauben im Korb unabhängig von ihrer Lage führt. Die Anordnung der Schrauben im Verzinkungskorb konnte daher bei den nachfolgenden Versuchen unbeachtet bleiben.

Die angelieferten und für Verzinkungsversuche vorgesehenen Schrauben wurden vor den Versuchen magnetisch rißgeprüft, um die Rißfreiheit der Schrauben vor der Verzinkung sicherzustellen. Danach wurden die Schrauben unter betrieblichen Bedingungen feuerverzinkt. Die Schrauben wurden einheitlich in inhibierter Salzsäure gebeizt. Als Inhibitor wurde „Kebosol-Zn“ verwendet. Nach dem anschließenden Fluxen und Trocknen wurden die Verzinkungskörbe ins Zinkbad eingetaucht. Die Tauchdauer betrug zwei bis drei Minuten. Nach der Entnahme der Schrauben aus dem Zinkbad wurden diese zentrifugiert, um überflüssiges Zink zu entfernen, und danach in Wasser abgeschreckt.

Die Verzinkung erfolgte zum einen als Normaltemperaturverzinkung mit einer Zinkbadtemperatur von rd. 455 °C. Dabei wurden die Schrauben direkt aus der Trocknungsanlage mit einer Temperatur von rd. 100 °C in das Zinkbad verbracht. Zum anderen erfolgte eine Hochtemperaturverzinkung bei einer Zinkbadtemperatur von rd. 555 °C. Hier wurden sowohl Verzinkungsversuche durchgeführt, bei denen die Schrauben in betriebsüblicher Weise direkt aus der Trocknungsanlage in das Zinkbad verbracht wurden, als auch Versuche, bei denen die Schrauben vor dem Eintauchen auf 50–60 °C an Luft abgekühlt wurden. Letzteres geschah, um durch größere Temperaturdifferenzen beim Eintauchen kritischere Bedingungen im Hinblick auf die Entstehung von Wärmespannungen im Randbereich zu schaffen.

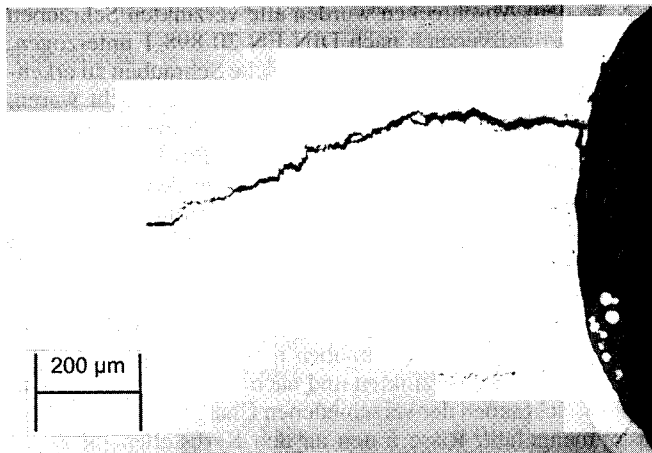
Nach dem Abschrecken wurden alle verzinkten Schrauben einem Prüfkraftversuch nach DIN EN 20 898-1 unterzogen. Dies geschah, um einerseits direkt solche Schrauben zu erkennen, die infolge großer Anrisse deutlich geschwächt waren, und andererseits, um bei Schrauben mit kleineren Anrissen eine Rißöffnung während der anliegenden Prüfkraft zu bewirken. Nach der Schmelztauchverzinkung wurde an keiner der verzinkten Schrauben im Prüfkraftversuch eine unzulässige plastische Verlängerung festgestellt. Es wurde erwartet, daß es dabei auch zu Rissen in der Zinkschicht kommt, was bei der nachfolgenden magnetischen Rißprüfung zu deutlicheren Rißanzeigen führt. Abschließend wurden die auf unterschiedliche Weise verzinkten Schrauben magnetisch rißgeprüft.

Die Anzahl der verzinkten und nach der Verzinkung rißbehafteten Schrauben der verschiedenen Chargen ist in Tabelle 2 zusammengefaßt. Risse traten an den Kerbstellen im Kopf-Schaft-Übergang und im Gewindeauslauf auf. Sie verliefen immer senkrecht zur Schraubenachse.

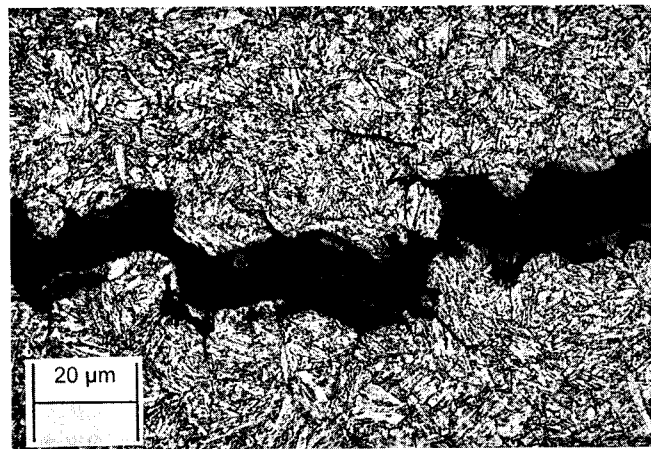
Flüssigmetallinduzierte Risse traten in keinem Fall bei der Normaltemperaturverzinkung auf. Die Befürchtung, daß Schrauben mit außergewöhnlich großen Abmessungen, wie beispielsweise die untersuchte Abmessung M56, auch bei niederen Zinkbadtemperaturen zur Rißbildung neigen, erwies sich als unbegründet. Dabei war von der Überlegung ausgegangen worden, daß bei großen Bauteilabmessungen möglicherweise auch geringere Temperaturdifferenzen zwischen Schraubentemperatur beim Eintauchen und Zinkbadtemperatur größere Wärmespannungen auslösen, die dann, wie einleitend dargestellt, zu teilplastischen Druckverformungen im Randbereich und Randzugeigenspannungen nach Temperaturengleich führen.

Bei den Schrauben aus dem Werkstoff 42CrMo4 waren Risse lediglich an hochtemperaturverzinkten Schrauben der Abmessung M36 zu finden. Hierbei waren nur die Festigkeitsklassen 8.8 und 10.9 betroffen. Hieraus eine verminderte Gefährdung der Festigkeitsklasse 12.9 durch flüssigmetallinduzierte Rißbildung abzuleiten, wäre allerdings wahrscheinlich voreilig. Zum einen sind die untersuchten Stichproben sehr klein, und zum anderen kann mit erhöhter Festigkeit eher mit einer Zunahme der interkristallinen Rißanfälligkeit gerechnet werden. Vermutlich ist bei diesem Werkstoff der Rißbildungsmechanismus eher unabhängig von der Werkstofffestigkeit, solange das Gefüge aus angelassenem Martensit besteht, was bei den Festigkeitsklassen 8.8, 10.9 und 12.9 nach DIN EN 20 898-1 der Fall ist. Als kritische Abmessung ist die Abmessung M36 anzusehen. Ein ungünstiger Einfluß fehlender Vorwärmung konnte nicht festgestellt werden, da in der Abmessung M36 bei beiden Varianten der Hochtemperaturverzinkung Risse auftraten und die Abmessung M30 rißfrei blieb.

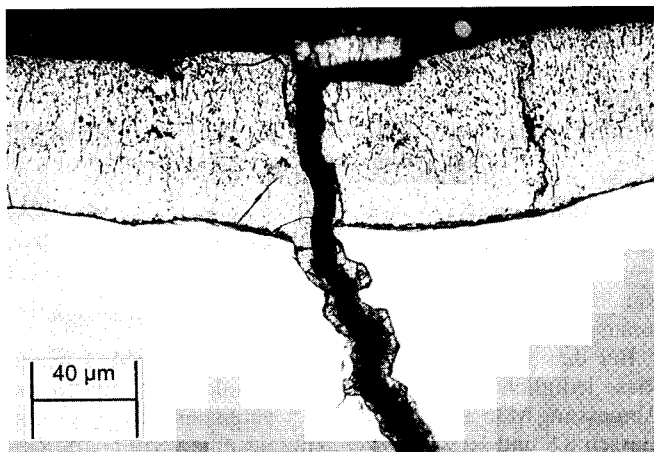
Bei den Schrauben aus dem Werkstoff 30CrNiMo8 in der Festigkeitsklasse 10.9 war lediglich die Abmessung M56 in beiden Varianten der Hochtemperaturverzinkung von einer flüssigmetallinduzierten Rißbildung betroffen. Hier wiesen die meisten untersuchten Schrauben Risse im Gewindeauslauf auf. Dieser war bei den Schrauben der Abmessung M56 recht scharfkantig ausgeführt worden, so daß im Gewindeauslauf offenbar eine größere Spannungsüberhöhung durch Kerbwirkung vorlag als an anderen Stellen der Schraube. In der Festigkeitsklasse 12.9 kam es zu deutlichen flüssigmetallinduzierten Rissen an den Kerbstellen der hochtemperaturverzinkten Schrauben der Abmessungen M36 und M56 sowie zu kleinen flüssigmetallinduzierten Anrissen bei den in betriebsüblicher Weise hochtemperaturverzinkten Schrauben der Abmessung M30. Die höhere Festigkeit der Festigkeits-



**Abb. 2.** Probe 2.10.5; Riß im Gewindegrund; Schliff ungeätzt



**Abb. 4.** Probe 2.10.5; Interkristalliner Rißverlauf; Schliff geätzt mit 3%iger alkoholischer Salpetersäure



**Abb. 3.** Probe 2.10.5; Rißflanken mit Zink bedeckt; Schliff geätzt mit 1%iger alkoholischer Salpetersäure

klasse 12.9 führt hier offenbar zu einer erhöhten interkristallinen Rißanfälligkeit der Schrauben, wodurch es bei sonst gleichen Bedingungen zur vermehrten Ausbildung flüssigmetallinduzierter Risse gegenüber der Festigkeitsklasse 10.9 kommt.

Bei Verwendung des warmfesten Werkstoffes 21CrMoV57 zur Herstellung von HV-Schrauben M36  $\times$  150-10.9 führte dies nicht zu einer Verbesserung der Beständigkeit gegenüber flüssigmetallinduzierter Rißbildung. Die Vermutung, daß die Ausbildung von Zugeigenspannungen in der Randschicht der Bauteile durch die erhöhte Warmfestigkeit des Werkstoffes vermindert wird und damit das Risiko einer flüssigmetallinduzierten Rißbildung sinkt, ließ sich durch die Ergebnisse der Verzinkungsversuche nicht bestätigen.

Abbildung 2 zeigt einen typischen gezackten Rißverlauf senkrecht zur Schraubenachse im Gewindeauslauf einer Schraube der Charge 2.10.5. Eine Ätzung des Schliffes mit 1%iger alkoholischer Salpetersäure zeigt, daß zumindest in den Bereichen der Rißöffnung die Rißflanken mit Zink belegt sind (Abb. 3). Eine Ätzung des Schliffes mit 3%iger Salpetersäure zum Sichtbarmachen des Gefüges des Grundwerkstoffes und des Rißverlaufes ergab im Randbereich selbstverständlich keine vernünftigen Ergebnisse, da die Zinkschicht den Stahl vor einem Angriff des Ätzmittels dort schützt. In größerer Rißtiefe war jedoch der interkristalline Verlauf des Risses klar zu erkennen (Abb. 4).

## 5 Eigenspannungsmessungen

An ausgewählten Proben wurden röntgenografische Messungen der axialen Eigenspannungen im Kopf-Schaft-Übergang durchgeführt. Dabei wurde punktwise der Tiefenverlauf bis in den Bereich des Nulldurchgangs ermittelt. Die Messungen wurden im Anlieferungszustand der Schrauben und nach Durchlaufen der verschiedenen Verzinkungsvarianten vorgenommen. In den meisten Fällen wurden die zu untersuchenden Proben der jeweiligen Verzinkungscharge vor dem Abschrecken entnommen und langsam an der Luft abgekühlt, da aufgrund theoretischer Überlegungen beim Abschrecken, in Analogie zur Aufheizphase beim Eintauchen der Schrauben ins Zinkbad, mit einem Eigenspannungsaufbau umgekehrten Vorzeichens zu rechnen ist. In Tastversuchen wurde diese Vermutung bestätigt.

Abbildung 5 zeigt die Eigenspannungstiefenverläufe am Beispiel der Probengeometrie 1.10.4 für verschiedene Verzinkungsvarianten und den Anlieferungszustand. Die Schrauben der Probencharge 1.10.4 wurden in reinigungsgestrahltm Zustand angeliefert. Dies erklärt den im Anlieferungszustand (i.A.) ausgeprägten Druckeigenspannungszustand der Proben bis in eine Tiefe von rd. 0,6 mm. Eine Normaltemperaturverzinkung (NT) führte lediglich zu einer Absenkung der Druckeigenspannungen, jedoch noch nicht zu einer Eigenspannungsumkehr. Eine Hochtemperaturverzinkung führte sowohl mit (HT+V.) als auch ohne (HT o.V.) Vorwärmung der Schrauben zur Ausbildung von Zugeigenspannungen im Randbereich. Durch eine der betrieblichen Übung entsprechende Wasserabschreckung hochtemperaturverzinkter Schrauben ohne Vorwärmung (HT o.V. + A.) baute sich wieder ein Druckeigenspannungszustand im Randbereich auf, der ebenfalls in eine Tiefe von rd. 0,6 mm reichte. Die Spannungswerte lagen aber bei weitem niedriger als im reinigungsgestrahlten Anlieferungszustand der Proben.

In Abb. 6 sind die Eigenspannungstiefenverläufe im Anlieferungszustand (i.A.) und nach Hochtemperaturverzinkung ohne Vorwärmung (HT) für die Probenchargen aus dem Werkstoff 42CrMo4 der Abmessung M36 und den Festigkeitsklassen 8.8, 10.9 und 12.9 dargestellt (Probenchargen 1.8.4, 1.10.4 und 1.12.4). Im Anlieferungszustand liegt bei allen drei Probenchargen ein Druckeigenspannungszustand

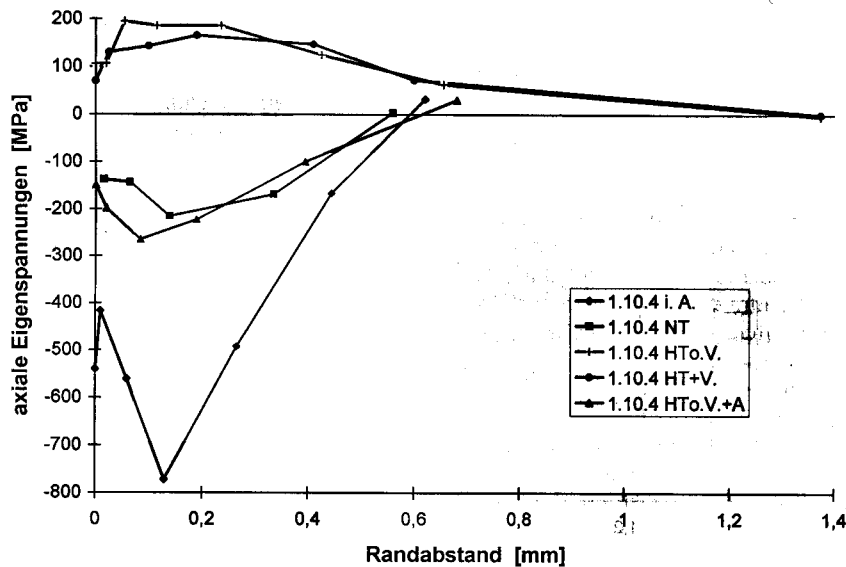


Abb. 5. Eigenspannungstiefenverläufe für verschiedene Verzinkungsvarianten und den Anlieferungszustand

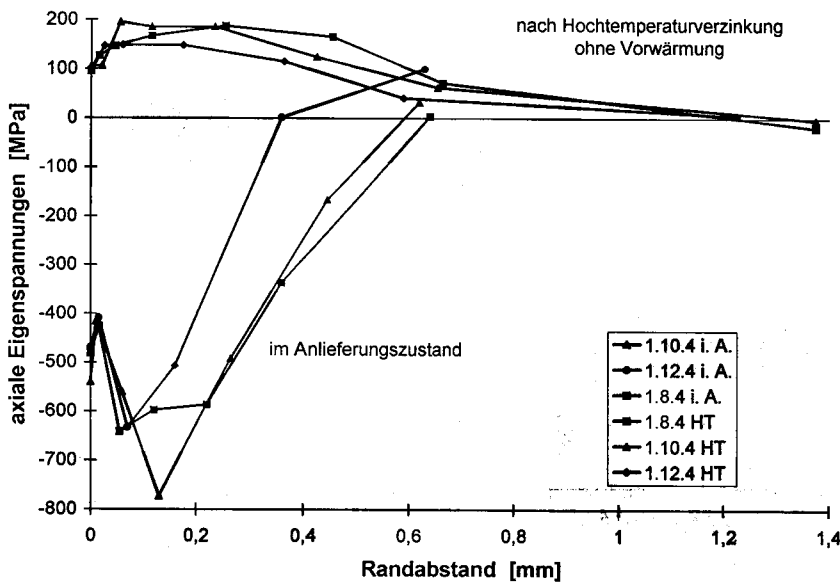


Abb. 6. Eigenspannungstiefenverläufe im Anlieferungszustand und nach Hochtemperaturverzinkung für die Festigkeitsklassen 8.8, 10.9 und 12.9

vor, der auf die Reinigungsstrahlbehandlung zurückzuführen ist. Sowohl die Höhe als auch die Tiefenwirkung der Druckeigenspannungen ist bei der Probencharge 1.12.4 (Festigkeitsklasse 12.9) tendenziell geringer als bei den anderen in Abb. 6 dargestellten Chargen. Nach einer Hochtemperaturverzinkung ohne Vorwärmung liegt ein ausgeprägter Zugeigenspannungszustand vor, der bis in rd. 1 mm Tiefe reicht. Hierbei sind die Zugeigenspannungen der Charge 1.12.4 tendenziell geringer als bei den Proben mit geringeren Werkstofffestigkeiten. Aus den Meßergebnissen läßt sich die plausible Aussage ableiten, daß Werkstoffzustände mit geringer Festigkeit eher zur Ausbildung von Eigenspannungen neigen. Dies läßt sich dadurch erklären, daß bei geringerer Werkstofffließgrenze eher mit teilplastischen Verformungen durch thermische oder mechanische Ursachen zu rechnen ist, die zur Ausbildung von Eigenspannungen führen. Die Tatsache, daß zwischen der Probencharge 1.8.4 und 1.10.4 kaum ein Unterschied erkennbar ist, ist dadurch erklärbar, daß die hier tatsächlich vorliegende 0,2%-Dehngrenze der Charge 1.8.4 au-

ßergewöhnlich hoch liegt und nur gering von der der Probencharge 1.10.4 abweicht.

Am Beispiel der Festigkeitsklasse 10.9 und der Abmessung M36 wurde in Abb. 7 die Ausprägung der Eigenspannungen im Anlieferungszustand (i.A.) und nach Hochtemperaturverzinkung ohne Vorwärmung (HT) für die drei untersuchten Werkstoffe 42CrMo4 (1.10.4), 30CrNiMo8 (2.10.4) und 21CrMoV57 (3.10.4) gegenübergestellt. Im Anlieferungszustand weisen die reinigungsgestrahlten Proben 1.10.4 und 3.10.4 im Randbereich ausgeprägte Druckeigenspannungen bis zu einer Tiefe von rd. 0,6 mm auf. Im Gegensatz dazu hat die Probe 2.10.4 im Anlieferungszustand nur geringe Druckeigenspannungen im Randbereich, wobei diese noch nicht einmal bis in 0,1 mm Tiefe reichen. Dies ist dadurch erklärbar, daß die Proben der Charge 2.10.4 in vergütungsschwarzem Zustand ohne nachfolgende Reinigungsstrahlbehandlung angeliefert wurden. Nach einer Hochtemperaturverzinkung ohne Vorwärmung wiesen die Proben 1.10.4 und 3.10.4 einen ähnlichen Tiefenverlauf von ausgeprägten Zug-

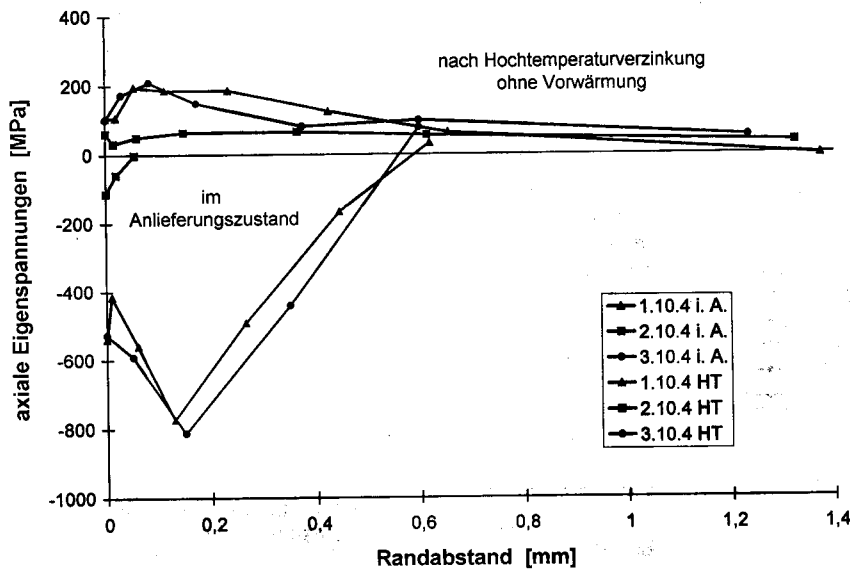


Abb. 7. Eigenspannungstiefenverläufe im Anlieferungszustand und nach Hochtemperaturverzinkung für verschiedene Werkstoffe (siehe Tabelle 1)

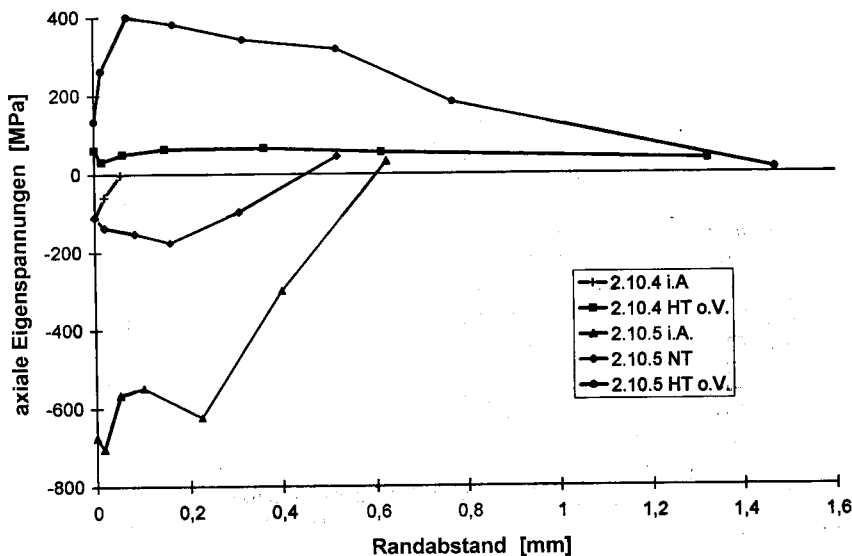


Abb. 8. Eigenspannungstiefenverläufe für verschiedene Abmessungen und Verzinkungsverfahren

eigenspannungen am Rand auf. Dagegen sind die Zugeigenspannungen der verzinkten Probe 2.10.4 im Randbereich deutlich geringer. Offenbar ist die Ausprägung der Randzugeigenspannungen durch die Hochtemperaturverzinkung von der Fertigungsvorgeschichte der Proben und damit unter anderem vom im Anlieferungszustand zur Verzinkung vorliegenden Eigenspannungszustand abhängig. Einen vermutlich deutlich geringeren, im vorliegenden Fall kaum wahrnehmbaren Einfluß auf die Eigenspannungsbildung nach der Verzinkung hat die Verwendung des warmfesten Werkstoffes 21CrMoV57 bei der Probe 3.10.4. Lediglich in einer Tiefe von 0,2 bis 0,4 mm liegen die Zugeigenspannungswerte dieser Probe unter denen der Probe 1.10.4 aus dem Werkstoff 42CrMo4.

Für die Festigkeitsklasse 10.9 und den Werkstoff 30CrNiMo8 sind in Abb. 8 die Abmessungen M36 (2.10.4) und M56 (2.10.5) im Anlieferungszustand und verschiedenen Verzinkungsvarianten dargestellt. Im Anlieferungszustand (i.A.) hat die Probe 2.10.5 ausgeprägte Druckeigenspannungen bis zu einer Tiefe von rd. 0,6 mm. Die Probe 2.10.4 da-

gegen hat nur geringfügige Druckeigenspannungen im Randbereich. Dieser deutliche Unterschied ist weniger auf die Abmessung der Proben als auf den unterschiedlichen Anlieferungszustand zurückzuführen. Bei der Probe 2.10.5 führte die teilplastische Verformung im Randbereich durch eine Reinigungsstrahlbehandlung zu ausgeprägten Druckeigenspannungen, was bei der vergütungsschwarz angelieferten Probe 2.10.4 nicht der Fall war. Eine Normaltemperaturverzinkung (NT) der Probe 2.10.5 führte lediglich zur Absenkung der Druckeigenspannungen im Randbereich auf niedrigere Werte, jedoch noch nicht zu einer Vorzeichenumkehr. Nach einer Hochtemperaturverzinkung ohne Vorwärmung (HT o.V.) ergab die Eigenspannungsmessung an einer Probe 2.10.5 einen ausgeprägten Zugeigenspannungszustand im Randbereich, dessen Maximalspannung mit rd. 400 MPa deutlich höher lag als bei den Proben mit kleineren Abmessungen. Beim Vergleich mit dem Eigenspannungszustand im Randbereich der Probe 2.10.4 nach Hochtemperaturverzinkung ohne Vorwärmung ist allerdings eine gewisse Vorsicht geboten. Der in Abb. 8 dargestellte deutliche Unterschied setzt sich wahr-



scheinlich aus dem Einfluß der Fertigungsvorgeschichte und der Probenabmessung zusammen. Die Erhöhung der Randzugeigenspannungen nach einer Hochtemperaturverzinkung ohne Vorwärmung alleine aufgrund des Einflusses der Abmessung wird wahrscheinlich eher durch Vergleiche der Kurven für die Proben 1.10.4 oder 3.10.4 aus Abb. 7 mit der Kurve für die Probe 2.10.5 in Abb. 8 wiedergegeben.

Die Ergebnisse der Eigenspannungsmessungen bestätigen die Vermutung, daß es lediglich bei der Hochtemperaturverzinkung zu einer Ausbildung von Zugeigenspannungen im Randbereich kommt, die eine Voraussetzung für den Mechanismus der flüssigmetallinduzierten Rißbildung im Zinkbad sind. Wie erwartet, sind die Zugeigenspannungen bei größeren Probenabmessungen höher. Eine fehlende Vorwärmung der Proben vor dem Eintauchen in das Zinkbad hat offenbar keinen meßbaren Einfluß auf die Eigenspannungsbildung. Auch die Verwendung eines Werkstoffes mit erhöhter Warmfestigkeit führte nur zu einer unwesentlichen Veränderung der Eigenspannungsbildung und bietet daher keinen erfolgversprechenden Ansatz zur Vermeidung einer flüssigmetallinduzierten Rißbildung. Die Vermutung, daß bei Proben mit sehr großen Abmessungen (M56) auch bei der Normaltemperaturverzinkung mit einer Ausbildung von Zugeigenspannungen im Randbereich zu rechnen ist, konnte durch die Eigenspannungsmessungen nicht bestätigt werden.

## 6 Temperatur-Zeit-Verläufe

Die Messung der Temperatur-Zeit-Verläufe an bauteilähnlichen Proben sollte Aufschluß darüber geben, wie groß die Temperaturdifferenzen beim Eintauchen der Proben in das Zinkbad zwischen Rand und Kern der Proben tatsächlich werden können. Gleichzeitig wurde eine Datenbasis geschaffen, die es erlaubte, die später beschriebene FEM-Simulationsrechnung an tatsächliche Verhältnisse anzupassen. Die Zinkbadtemperatur der jeweiligen Versuchsbäder betrug 450 °C für die Normaltemperaturverzinkung und 550 °C für die Hochtemperaturverzinkung. Abb. 9 zeigt eine typische Darstellung von Temperatur-Zeit-Verläufen bei der Hochtemperaturverzinkung einer ungekerbten Probe der Geometrie u56.

Die absoluten maximalen Temperaturdifferenzen sind bei der Hochtemperaturverzinkung deutlich größer als bei der Normaltemperaturverzinkung. Die maximale Temperaturdifferenz bei der ungekerbten Probengeometrie u56 war mit rd. 240 °C sogar noch höher als bei der gekerbten Probengeometrie k56. Eine fehlende Vorwärmung der Proben der Abmessung u56 führt zu einer Erhöhung der maximalen Temperaturdifferenz zwischen Rand und Kern der Probe auf rd. 300 °C. Bis zum Temperatúrausgleich zwischen Rand und Kern der Probe vergehen bei der Probenabmessung  $d_{\text{Nenn}} = 56 \text{ mm}$  rd. 120 Sekunden. Bei der Probenabmessung  $d_{\text{Nenn}} = 36 \text{ mm}$  verkürzt sich die Zeit bis zum Temperatúrausgleich zwischen Rand und Kern der Proben auf etwa 50 Sekunden. Innerhalb üblicher Tauchdauern von zwei bis drei Minuten wird demnach eine vollständige Durchwärmung auch der größten Proben erreicht. Hier wurde eine maximale Temperaturdifferenz von rd. 170 °C erreicht.

In der Probenabmessung  $d_{\text{Nenn}} = 24 \text{ mm}$  erreicht die Geometrie u24 mit Vorwärmung mit rd. 160 °C fast die gleiche maximale Temperaturdifferenz wie die vergleichbare Probe u36. Die Durchwärmung der Proben war allerdings in der Abmessung  $d_{\text{Nenn}} = 24 \text{ mm}$  schon nach etwa 35 Sekunden weitgehend abgeschlossen.

## 7 FEM-Simulationsrechnung

Mit Hilfe des FEM-Programmsystems MARC MENTAT II wurden zuerst die Strukturen der Proben, an denen Temperaturmessungen durchgeführt wurden, modelliert. Bei MARC handelt es sich um das eigentliche FEM-Programm, wohingegen MENTAT II eine interaktive Benutzeroberfläche zur grafischen Darstellung der Eingabe- und Ergebnisdaten ist. Das dreidimensionale, zylindersymmetrische Problem der Wärmeübertragung an der Probenoberfläche und im Probeninneren wurde auf ein ebenes Netzwerk mit entsprechenden, speziell für solche Probleme ausgelegten Elementen abgebildet.

In den Berechnungen der Temperaturverläufe wurden dann die Parameter des Prozesses der Wärmeübertragung von flüssigem Zink auf die Modelloberfläche, vor allem über die Veränderung des Wärmeübergangskoeffizienten  $\alpha_{\text{W}}$ , solange vari-

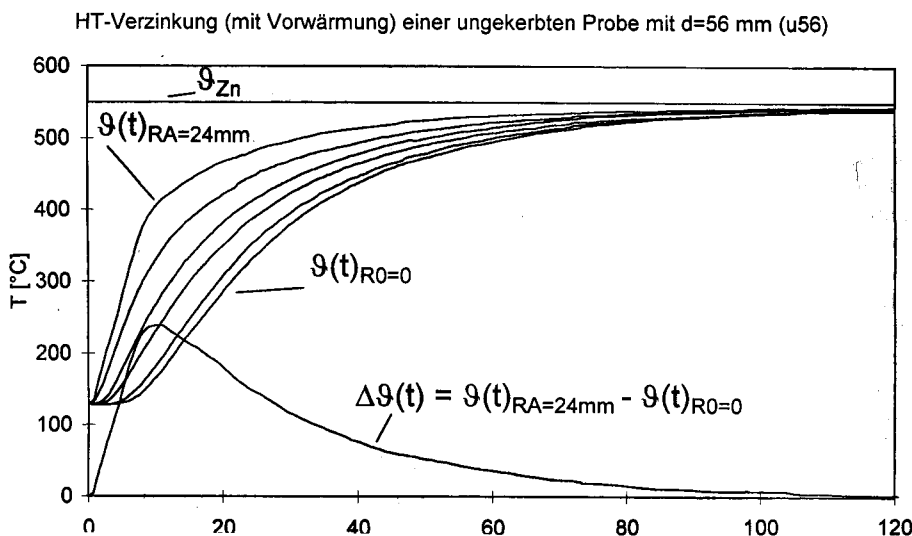


Abb. 9. Temperatur-Zeit-Verläufe

iert, bis die berechneten Temperatur-Zeit-Verläufe mit den experimentell ermittelten übereinstimmen. Es zeichnet sich nur ein Unterschied in der Temperatur des Zinkbades ab. Bei der Normaltemperaturverzinkung liegt der Wärmeübergangskoeffizient etwa bei  $3000 \text{ W/(m}^2 \text{ K)}$ , wohingegen sich bei der Hochtemperaturverzinkung ein Wärmeübergangskoeffizient von ca.  $6000 \text{ W/(m}^2 \text{ K)}$  herauskristallisiert. In [4] sind für das Normaltemperaturverzinken ein Wärmeübergangskoeffizient von  $4500 \text{ W/(m}^2 \text{ K)}$  und für das Hochtemperaturverzinken von  $7250 \text{ W/(m}^2 \text{ K)}$  bestimmt worden. Damit liegen die Werte, die sich aus der FEM-Rechnung ergeben haben, doch deutlich unter den dort berechneten. Diese Tatsache läßt sich auf die unterschiedlichen geometrischen Verhältnisse der verwendeten Modelle zurückführen. In der früheren Untersuchung waren die Messungen und Rechnungen an einem ungekerbten Zylinder durchgeführt worden. Der Wärmeübergang durch eine approximativ ebene Wand erfolgt besser als durch eine Kerbstelle, da die Oberfläche der ebenen Wand kleiner ist. Deswegen ist vermutlich der Wärmeübergangskoeffizient bei dem in [4] betrachteten Modell größer. Die so ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten dienen zur pragmatischen Beschreibung der in Wirklichkeit sehr vielschichtigen Wärmeübertragung an der Grenzfläche zwischen Zinkbad und Probe. Abweichend von den tatsächlichen Verhältnissen wurde eine Abkühlung des Zinkbades in der Nähe der Probenoberfläche beim Eintauchen der Proben nicht berücksichtigt. In der Simulation wurde die Randtemperatur der Probe zu Beginn der Berechnung von Raumtemperatur auf Zinkbadtemperatur gesetzt und die Erwärmung der Probe berechnet. Die in die Proben zur Messung der Temperatur-Zeit-Verläufe eingebrachten Meßbohrungen wurden für die Berechnung vernachlässigt und fanden daher in der Modellierung keine Berücksichtigung. Die Temperaturentwicklung über der Zeit wurde für das gesamte Modell berechnet. Die Knoten an den Stellen, wo in der Probe das Thermoelement sitzt, wurden bestimmt und dort die Temperatur-Zeit-Verläufe ausgegeben. Nachdem durch Bestimmung des Wärmeübergangskoeffizienten die Berechnungsparameter für den Erwärmungsvorgang vervollständigt waren – die übrigen notwendigen Stoffdaten wurden der Literatur [8] entnommen –, wurde am Modell einer HV-Schraube der Abmessung  $M36 \times 150$  eine Berechnung am Bauteil durchgeführt.

Die Schraube M36 wurde ebenfalls als ebenes zylindersymmetrisches Modell dargestellt. Die Reduktion des Wärmeleitungsproblems innerhalb einer Schraube auf ein zylindersymmetrisches Problem ist unter der Voraussetzung zulässig, daß der Wärmetransport parallel der Schraubenachse sehr viel schneller erfolgt als entlang der Schraubengänge. Dies entspricht der Anschauung. Weiterhin darf keine Krafteinleitung in die Schraube über das Gewinde erfolgen, da dies zu einer sehr ungleichmäßigen Spannungsverteilung über den Umfang führt. Ausgehend von den für die Schraube M36 berechneten Temperaturfeldern wurden die Wärmedehnungen und rein elastisch die daraus resultierenden Spannungen berechnet. Diese Berechnung erfolgte entkoppelt von der Berechnung des Temperaturfeldes, da davon ausgegangen werden kann, daß die durch die Dehnung der Schraube entstandene Temperaturänderung hinreichend klein im Verhältnis zur von außen aufgeprägten Temperaturänderung ist. Dies hat eine erhebliche Reduzierung des Berechnungsaufwandes zur Folge. Die entkoppelte Theorie hat weiterhin den Vorteil, daß für die Berechnung des Temperaturfeldes und die anschließende thermoelastische Rechnung dieselben Finite-Element-Netze verwendet werden können und in MARC lediglich der Elementtyp verändert werden muß. Die Netzgenerierung erfolgte mit

vierseitigen Elementen mit vier Knoten. Reicht die Approximationsgüte der mit Hilfe dieser Elemente gefundenen Lösungen nicht aus, so läßt sich die Rechengenauigkeit durch vierseitige Elemente mit acht Knoten – jeweils ein zusätzlicher auf jeder Seite – erhöhen. Dies geht jedoch zu Lasten der Rechengeschwindigkeit. Es hat sich im vorliegenden Fall als effizienter erwiesen, die Rechengenauigkeit an den notwendigen Stellen durch eine Verfeinerung des Netzes zu verbessern, anstatt bei allen Elementen des Modells die Knotenzahl durch die Änderung des Elementtypes zu erhöhen. Die Verwendung eines anderen Elementtypes ist in MARC grundsätzlich nur im ganzen Netzmodell möglich. Die Dehnungen werden aus dem Temperaturfeld über den linearen Wärmeausdehnungskoeffizienten und die Querkontraktionszahl berechnet. Aus den Dehnungen wird rein elastisch über das Hooke'sche Gesetz die theoretische Spannungsverteilung bestimmt. An den Stellen hinreichend hoher elastischer Spannungsspitzen ist dann mit einem teilplastischen Fließen des Werkstoffes zu rechnen. Die Berechnung erfolgte mit den Stoffwerten für den Stahl 30CrNiMo8. Für die Randbedingungen der Hochtemperaturverzinkung wurden für ausgewählte Knoten des FEM-Netzes, die den Randbereich und den Kern von Kopf-Schaft-Übergang (Rand: Knoten 2924; Kern: Knoten 42) und Gewindeauslauf (Rand: Knoten

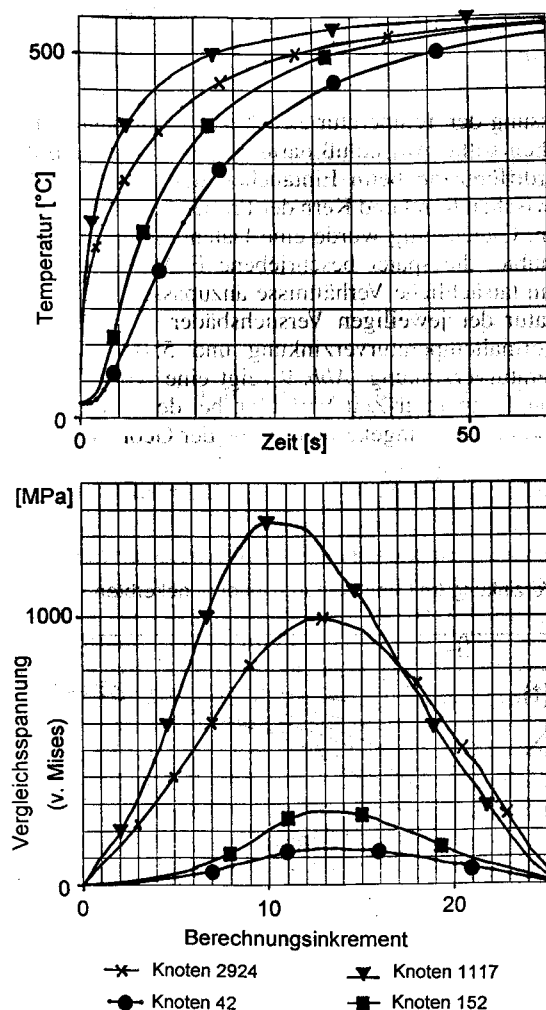


Abb. 10. Temperaturverläufe über der Zeit und Vergleichsspannungen über den Berechnungssinkrementen für die HT-Verzinkung einer Schraube M36  $\times$  150 (FEM-Simulation)

1117; Kern: Knoten 152) abbilden, die Temperaturentwicklung über der Zeit sowie die Verläufe der Vergleichsspannung über den Berechnungssinkrementen aufgetragen (Abb. 10). Die theoretisch berechneten Spannungen steigen im Gewindeauslauf auf etwa 1350 MPa und im Kopfschaft-Übergang auf 1000 MPa im Randbereich. Diese Werte liegen deutlich über den für die Normaltemperaturverzinkung berechneten, so daß bei der Hochtemperaturverzinkung weit eher mit einem nennenswerten plastischen Fließen durch Überschreiten der mittleren Warmstreckgrenze (bei diesen Temperaturen von etwa 450 MPa) zu rechnen ist. Als Vergleichsspannung wurde die Von-Mises-Vergleichsspannung (Gestaltänderungsenergie-Hypothese) berechnet, da es im real vorliegenden Fall bei lokalen Überschreitungen der Werkstofffließgrenzen zu teilplastischen Fließverformungen kommt.

## 8 Einflüsse auf die flüssigmetallinduzierte Rißbildung

### 8.1 Verzinkungsparameter

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden die Auswirkungen unterschiedlicher Vorbehandlungen auf die flüssigmetallinduzierte Rißbildung nicht ausdrücklich untersucht. In den in [1] dargestellten Schadensfällen wird aber ein Rißfortschritt der flüssigmetallinduzierten Anrisse mit Merkmalen wasserstoffinduzierter Spannungsrißkorrosion beschrieben. Aus diesem Grund kann angenommen werden, daß zumindest der Rißfortschritt angerissener Schrauben unter Last durch eine Wasserstoffaufnahme bei der Vorbehandlung zur Feuerverzinkung begünstigt wird. Grobe Fehler bei der Beizbehandlung können darüberhinaus zur Ausbildung von Oberflächenkerben auf der Schraubenoberfläche führen. Diese können eine zusätzliche Kerbwirkung hervorrufen, was teilplastische Verformungen mit nachfolgender Ausbildung eines Eigenspannungszustandes begünstigt.

Eine Vorwärmung der Schrauben hat beim Eintauchen in das Zinkbad geringere Temperaturdifferenzen zur Folge als diejenigen, welche bei einem Eintauchen ohne Vorwärmung auftreten. Dies führt rechnerisch auch zu kleineren Wärmedehnungen. Es konnte im vorliegenden Fall allerdings kein Unterschied in der Ausbildung von Zugeigenspannungen beim Verzinken und kein Unterschied in der Rißbildung an Schrauben zwischen der Versuchsführung ohne Vorwärmung und der Versuchsführung mit Vorwärmung erkannt werden. Offenbar ist der Einfluß unterschiedlicher Temperaturen der Schrauben beim Eintauchen in das Zinkbad von untergeordneter Bedeutung.

Die Zinkbadtemperatur hat einen wesentlichen Einfluß auf den Mechanismus der flüssigmetallinduzierten Rißbildung. Dieser ist auf zwei Wirkungsebenen angesiedelt. Zum einen führt die bei der Hochtemperaturverzinkung erhöhte Zinkbadtemperatur beim Eintauchen der Schrauben zu teilplastischen Verformungen mit nachfolgenden Zugeigenspannungen im Randbereich. Dies ist bei der Normaltemperaturverzinkung auch bei den größten untersuchten Abmessungen nicht der Fall. Zum anderen ergab die Literaturanalyse mehrere Aussagen derart, daß mit höherer Temperatur bei sonst gleichen Bedingungen die Aggressivität der angreifenden Schmelze größer wird, und daher das Risiko flüssigmetallinduzierter Risse steigt.

### 8.2 Abmessung

Aufgrund der vorliegenden Ergebnisse muß schon die Abmessung M30 als kritisch erachtet werden, da bei der Hochtemperaturverzinkung einer Probencharge dieser Abmessung flüssigmetallinduzierte Risse auftraten. Bei der Abmessung M27 traten in keinem Fall Risse auf. Bei der Normaltemperaturverzinkung erwies sich selbst die größte untersuchte Abmessung M56 als unkritisch.

### 8.3 Werkstoff und Werkstoffzustand

Zwischen den untersuchten Vergütungsstählen 42CrMo4 und 30CrNiMo8 konnten keine verwertbaren Unterschiede bezüglich einer flüssigmetallinduzierten Rißbildung festgestellt werden. Die aufgrund theoretischer Überlegungen angestellte Vermutung, daß die Verwendung des warmfesten Werkstoffes 21CrMoV57 in der Aufheizphase der Schrauben zu geringeren teilplastischen Verformungen führt, was geringere Zugeigenspannungen zur Folge hat, und deswegen das Risiko einer flüssigmetallinduzierten Rißbildung vermindert wird, konnte nicht bestätigt werden. Die erhöhte Warmfestigkeit wurde zwar in Warmzugversuchen bestätigt, aber es bildeten sich bei sonst gleichen Randbedingungen die gleichen Eigenspannungen aus wie bei dem Werkstoff 42CrMo4, und es wurde in gleicher Weise eine Rißbildung in Verzinkungsversuchen beobachtet.

Ein Einfluß der vorliegenden Festigkeitsklasse auf die flüssigmetallinduzierte Rißbildung konnte aus den experimentellen Versuchen nicht abgeleitet werden, da Risse bei allen drei Festigkeitsklassen auftraten. Wenn man sich jedoch vergegenwärtigt, daß nach [1] nach einer flüssigmetallinduzierten Anrißbildung der Rißfortschritt vermutlich als eine Form der wasserstoffinduzierten Spannungsrißkorrosion erfolgt, ist mit erhöhter Festigkeit auch mit einer erhöhten Sprödbuchanfälligkeit zu rechnen. Bei den niedrigeren Festigkeitsklassen kommt es jedoch leichter zur Ausbildung von Zugeigenspannungen in der Randschicht, was tendenziell auch durch Eigenspannungsmessungen bestätigt wurde. Möglicherweise gleicht sich die erhöhte interkristalline Rißanfälligkeit der höheren Festigkeitsklasse damit im Hinblick auf die Entstehung von Brüchen durch eine flüssigmetallinduzierte Rißbildung aus.

## 9 Abhilfemaßnahmen

Aus den dargestellten Einflüssen auf die flüssigmetallinduzierte Rißbildung beim Feuerverzinken von HV-Schrauben und nachfolgenden spröden Schraubenbrüchen lassen sich direkt konkrete Abhilfemaßnahmen ableiten, die derzeit schon mit Erfolg eingesetzt werden. Im Hinblick auf die Vermeidung flüssigmetallinduzierter Risse sind hier zu nennen:

- Anwendung der Hochtemperaturverzinkung lediglich für HV-Schrauben der Abmessungen M24 und kleiner. Der Ausschluß der Abmessung M27 stellt einen „Sicherheitsabstand“ zur als kritisch erkannten Abmessung M30 dar.
- Vermeidung von scharfen Kerben, wie beispielsweise einem in der vorliegenden Untersuchung festgestellten schlecht verrundeten Gewindeauslauf, da diese zu einer Überhöhung der thermisch verursachten Spannungen führen.

Zur Verringerung der interkristallinen Sprödbruchanfälligkeit der Schrauben sind effektive Maßnahmen vor allem in der richtigen Werkstoffauswahl im Hinblick auf schädigende Begleitelemente und in der Einstellung eines geeigneten Werkstoffzustandes durch die Wärmebehandlung zu sehen. In der Hauptsache sind die folgenden zu nennen:

- Begrenzung des Gehaltes an schädigenden Begleitelementen wie beispielsweise Phosphor (P) und Schwefel (S) auf einen Maximalgehalt von in Summe 0,03 %, wobei die Einzelgehalte an Phosphor und Schwefel jeweils 0,02 % nicht übersteigen sollen.
- Vermeidung von großen Konzentrationsunterschieden (Seigerungen) und Einschlüssen so weit wie möglich.
- Vermeidung einer Randaufkohlung sowie einer Eindiffusion von Phosphor in die Randbereiche des Bauteils bei der Wärmebehandlung. Ein äußeres Anzeichen für letzteres ist die Bildung einer  $\delta$ -Ferrit-Schicht.

Zur Verringerung der Wasserstoffversprödungsgefahr, was im Hinblick auf die Vermeidung eines Rißfortschrittes infolge wasserstoffinduzierter Spannungsrißkorrosion geboten ist, sind alle Maßnahmen sinnvoll, die die Möglichkeiten der Eindiffusion von Wasserstoff in das Bauteil verringern. Diese können beispielsweise sein:

- Erzeugung möglichst sauberer Oberflächen bei der Wärmebehandlung, um den nachfolgenden Reinigungsaufwand durch wasserstoffentwickelnde Medien klein zu halten.
- Verwendung geeignet inhibierter Salzsäure als Beize. Der verwendete Inhibitor darf keinesfalls als Promotor für eine Wasserstoffaufnahme wirken.
- Einhaltung möglichst kurzer Beizezeiten und gegebenenfalls eine nachfolgende Wärmebehandlung nach DIN 50 969.
- Keine Anwendung kathodischer Reinigungsverfahren.

## 10 Zusammenfassung

Ausgehend von Schadensfällen an feuerverzinkten HV-Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9 durch flüssigmetallinduzierte Rißbildung und nachfolgenden wasserstoffinduzierten Sprödbruch wurde eine Untersuchung der hauptsächlichen Einflußgrößen auf die flüssigmetallinduzierte Rißbildung durchgeführt, um künftige Schäden zu vermeiden.

Es konnte kein Einfluß unterschiedlicher Eintauchtemperaturen der Schrauben in das Zinkbad auf die flüssigmetallinduzierte Rißbildung erkannt werden. Die Zinkbadtemperatur selbst ist jedoch eine wesentliche Einflußgröße. Die Hochtemperaturverzinkung führt zu ausgeprägten Zugeigenspannungen im Randbereich von Schrauben großer Abmessungen. Die Anwendung der Normaltemperaturverzinkung führte selbst bei der größten untersuchten Schraubenabmessung M56 nicht zur Ausbildung von Zugeigenspannungen in der Randschicht. Entsprechend ergaben Verzinkungsversuche lediglich bei hochtemperaturverzinkten Schrauben der Abmessung M30 und größer eine flüssigmetallinduzierte Rißbildung. Ein Einfluß der Festigkeitsklasse der vergüteten Schrauben konnte nicht festgestellt werden. Möglicherweise wird die erfahrungsgemäß höhere interkristalline Rißanfälligkeit der höheren Festigkeitsklasse durch die bei den niedrigeren Festigkeitsklassen erleichterte Ausbildung von Zugeigenspannungen in der Randschicht kompensiert. Die Verwendung eines warmfesten Werkstoffes zur Herstellung von Schrauben der Abmessung M36 konnte weder die Ausbildung eines Zug-

eigenspannungszustandes in der Randschicht der Schrauben noch eine flüssigmetallinduzierte Rißbildung bei der Hochtemperaturverzinkung verhindern. Insofern stellt die Wahl eines warmfesten Werkstoffes keine geeignete Maßnahme zur Schadensvermeidung dar. Auf der Basis der beschriebenen Untersuchungsergebnisse und einer Auswertung der Literatur konnten Maßnahmen formuliert werden, mit denen Schäden an feuerverzinkten HV-Schrauben infolge einer flüssigmetallinduzierten Rißbildung zukünftig vermieden werden können.

## Dank

Das Projekt wurde unter der AiF-Nr. 9982 vom Bundesministerium für Wirtschaft (BMW) über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen Otto-von-Guericke e.V. (AiF) und den Gemeinschaftsausschuß Verzinken (GAV) gefördert. Bei der Durchführung der Untersuchung wurde die Forschungsstelle weiterhin von den Firmen Peiner Umformtechnik, Fuchs Schraubenwerke, August Friedberg, Metaleurop und der Verzinkerei Rentrop maßgeblich unterstützt. Hierfür wird an dieser Stelle gedankt.

## Literatur

1. St. Beyer, V. Dünkel, R. Landgrebe, Dehnungsinduzierte Spannungsrißkorrosion in der Flüssigzinkphase bei der Hochtemperaturverzinkung von HV-Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9 mit großen Abmessungen, Teil 1: Untersuchung von Schadensfällen; Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 25 (1994) 158–166.
2. W. Rädiker, R. Haarmann, Angriffsarten des Zinks auf Stahl bei der Feuerverzinkung; Stahl und Eisen, 59. JG, Heft 45, 9. November 1939.
3. R. Haarmann, Bemerkungen zum Angriff des flüssigen Zinks auf Eisen; Metall 7. JG, Juni 1953, Heft 11/12.
4. St. Beyer, V. Dünkel, U. Hasselmann, R. Landgrebe, H. Speckhardt, Dehnungsinduzierte Spannungsrißkorrosion in der Flüssigzinkphase bei der Hochtemperaturverzinkung von HV-Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9 mit großen Abmessungen, Teil 2: Experimentelle und theoretische Untersuchungen zum Schadensmechanismus und Konsequenzen für die Praxis; Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 25 (1994) 459–470.
5. H. Spähn, Oberfläche, Oberflächenbehandlung und Werkstoffverhalten; Metalloberfläche 20 Jg. 1966 Heft 3.
6. P. Gordon, H. H. An, The Mechanisms of Crack Initiation and Crack Propagation in Metal-Induced Embrittlement of Metals; Metallurgical Transactions A Volume 13A, March 1982.
7. C. M. Preece, Liquid Metal Embrittlement of Iron Alloys; Tagungsbericht „Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloys“, Juni 1973 Unieux Firminy, Frankreich.
8. F. Richter, Physikalische Eigenschaften von Stählen und ihre Temperaturabhängigkeit; Stahleisen Sonderberichte Heft 10, Mannesmann AG, 1983.

Anschrift: Dipl.-Ing. Uwe Hasselmann, Volkswagen Nutzfahrzeuge, Brieffach 2435-4, Postfach 21 05 80, D-30405 Hannover, und Prof. Dr.-Ing. Helmut Speckhardt, vormals Institut für Werkstoffkunde der TU Darmstadt, Postfach 11 14 52, D-64229 Darmstadt.

(Eingangsdatum: 25.9.97)

[T 946]