

Recenzované výzkumné články

Vplyv vodíkového prostredia na mechanické vlastnosti vysokopevných poistných krúžkov

The Influence of the Hydrogen Medium on Mechanical Properties of High Strength Circlips

Ing. Andrej Dubec, PhD.; Ing. Mariana Janeková; Ing. Daniela Košťaliková

Trenčianska univerzita Alexandra Dubčeka v Trenčíne, Fakulta priemyselných technológií v Púchove, I. Krasku 491/30, 020 01 Púchov, Slovenská republika

Tento príspevok sa zaoberá vplyvom vodíkového prostredia na zmenu mechanických vlastností vysokopevných poistných krúžkov. Ako experimentálny materiál boli zvolené poistné Seegerove krúžky DIN 471 používané pre montáž na hriadeľ kvôli zamedzeniu nežiaduceho pohybu rôznych komponentov zariadení. Predmetné poistné krúžky boli vystavené vodíkovému prostrediu 10% H_2SO_4 v procesoch morenia a elektrolytického vodíkovania. Proces vodíkovania bol realizovaný pri dvoch teplotách, konkrétne pri laboratórnej teplote 20 °C a pri zvýšenej teplote 35 °C. Po vodíkovani boli poistné krúžky vystavené ťahovému zaťaženiu v trhacom stroji pri malej rýchlosti posuvu priečnika (SSRT test). Hlavným kritériom pre hodnotenie poistných krúžkov boli zmeny pevnosti v ťahu a rozovretia krúžkov pri porušení po ich vystavení vodíkovému prostrediu.

Kľúčové slová: poistný krúžok; vodíkové prostredie; medza pevnosti v ťahu; predĺženie

The main subject of paper is closely connected with the influence of hydrogen medium on mechanical properties of high strength circlips. Based on DIN 471, the circlips, which are also called as Seeger rings, were selected as experimental material. The mentioned circlips are commonly used in the form of axially fitting for shafts in order to avoid undesired movement of various parts in relation to the devices. This type of circlips is most often made of carbon spring steel (C 75 S, C 58 D, C 58 D2), or they can be produced from special materials (Cu Sn 8, Cu Be 2) and anti-corrosion steels (X 39 Cr MO 17 1 X 10 Cr Ni 18 8). Mentioned circlips are suitable for applications in the engineering industry, automotive industry, precision mechanics and electrical engineering as well as in industrial constructions and gear systems. The given circlips were exposed to the 10% H_2SO_4 hydrogen medium during such processes as the pickling and electrolytic hydrogenation. Sulphuric acid with mentioned concentration was chosen because it is used as a pickling bath. For comparison of the results, the hydrogen medium was chosen for both processes hydrogenation. In the case of the hydrogenation process, two specified temperatures were used. The first one temperature was room or ambient temperature (20 °C) and the second one temperature was higher than the room or ambient temperature (35 °C). The testing process also included the exposure of circlips to tensile loading using the tearing machine while the loading speed was low (SSRT test). From the aspect of the basic criteria for evaluation, the attention was paid to the change of tensile strength and elongation of circlips after hydrogenation process. Elongation of the circlip is, due to the component construction, understood as the distance between the circlip areas which are determined for its opening. This mechanical property of the circlip is characterized by opening of safety component under loading.

Key words: circlip; hydrogen medium; tensile strength; elongation

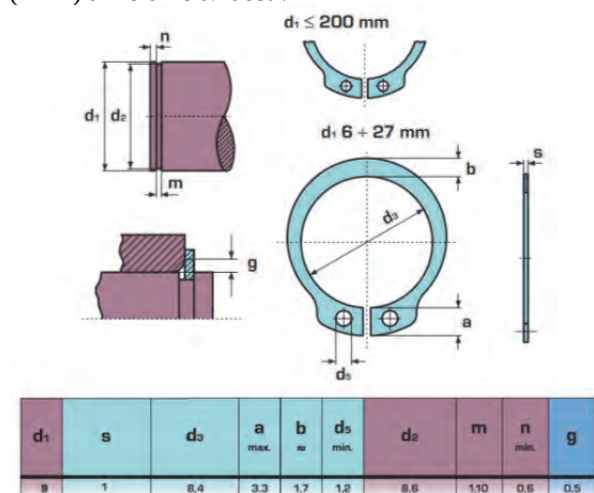
V súčasnej dobe je čoraz väčší dôraz kladený na využívanie súčastí zariadení, ktoré sú vystavené extrémnym podmienkam či už sa jedná o ich abrazívne opotrebenie, rázové zaťaženie, alebo zvýšené mechanické vlastnosti apod. [1]. Zvyšujúce sa nároky na pevnostné vlastnosti materiálov si vyžadujú v nemalej miere aplikáciu vysokopevných ocelí. Častokrát sú komponenty vyrobené z týchto materiálov exponované počas ich výroby v rôznych prostrediach. Ak sa súčiastka z vysokopevnej ocele dostane do prostredia, ktoré pôsobí ako zdroj

vodíka, môže dôjsť k jej navodíkovaniu a neskôr k jej následnému porušeniu počas exploatácie. K tomuto porušeniu dochádza už pri nízkych hodnotách zaťaženia, často pod medzou sklzu. Najčastejšie sa dostáva vodík do vysokopevných ocelí pri procesoch galvanického pokovovania a morenia. Lomová plocha takto porušenej súčiastky vykazuje znaky krehkého lomu bez výraznej kontrakcie a predĺženia v mieste lomu. Takýto jav sa nazýva vodíková krehkosť. Vodíková krehkosť sa prakticky nedá určiť pred prevádzkou súčiastky,

čo znemožňuje preventívne vyradenie takýchto súčiastok pred ich expedíciou, resp. montážou. Pre zistenie náchylnosti kovu k vodíkovému skrehnutiu sa používa niekoľko testovacích metód, ktoré presne simulujú prevádzkové podmienky a majú jasne definované premenné veličiny. Takouto metódou je aj ťahová skúška SSRT test (slow strain rate tensile test). Takýto typ zaťaženia bol zaradený do experimentálnej časti z dôvodu využívania v praxi pri preukazovaní zabrzdených vodíkových lomov porovnaním s prevádzkovými lomami. Pri pomalom pohybe priechnika trhacieho stroja by sa mohol prejaviť vplyv vodíka zmenou mechanických vlastností materiálu [2].

Experimentálny materiál

Ako experimentálny materiál boli zvolené vysokopevné poistné Seegerove krúžky DIN 471. Poistné krúžky tohto typu sú najčastejšie vyrábané z uhlíkových pružinových oceli (C75S, C58D, C58D2), prípadne môžu byť na ich výrobu použité špeciálne materiály (CuSn8, CuBe2) a antikoročné ocele (X39CrMo171, X10Cr18Ni8) [3]. Tieto súčiastky sú vhodné pre aplikácie v strojárskom priemysle, automobilovom priemysle, využívajú sa v oblasti jemnej mechaniky, elektrotechnickom priemysle, v konštrukciách priemyselných zariadení a v prevodových systémoch. Predmetné poistné krúžky boli povrchovo upravené fosfátovaním a sú určené pre montáž na hriadeľ s priemerom 9 mm. Ich geometrické parametre sú uvedené na obr. 1. Za účelom bližšej špecifikácie analyzovaných poistných krúžkov bola uskutočnená analýza ich chemického zloženia (EDX) a meranie tvrdosti.



Obr. 1 Geometrické rozmery poistného krúžku [4]

Fig. 1 The geometrical dimensions of the circlip [4]

EDX analýza

Po odstránení fosfátovej vrstvy a očistení povrchu poistného krúžku bolo určené chemické zloženie v piatich miestach na povrchu. Analýza preukázala hlavne prítomnosť prvkov Si, Cr, Mn a V. Z nameraných hodnôt

boli vypočítané priemerné hodnoty pre jednotlivé prvky (tab. 1). Metóda EDX analýzy bola zvolená z dôvodu malých rozmerov súčiastky. Podľa chemického zloženia materiálu boli poistné krúžky vyrobené z materiálu C75S, ktorého predpísané chemické zloženie je uvedené v tab. 2. Základné materiálové charakteristiky tohto materiálu sú uvedené v tab. 3. EDX analýza potvrdzuje prítomnosť chrómu ktorý má schopnosť vytvárať v štruktúre kovu tzv. prospešné pasce, a tým znižuje nebezpečenstvo vzniku vodíkovej krehkosti súčiastok. Ďalším takýmto prvkom, ktorý môže vytvárať v oceľach prospešné pasce pre vodík, je vanád [5 – 7].

Tab. 1 Priemerné hodnoty vybraných prvkov z EDX analýzy

Tab. 1 Average values of selected elements from EDX analysis

Prvok	Priemerná hodnota získaná z piatich analýz (hm. %)
Si	0,26
V	0,05
Cr	0,2
Mn	0,65

Tab. 2 Chemické zloženie materiálu C75S v hm. % [8]

Tab. 2 The chemical composition of the C75S material in wt. % [8]

C	Si	Mn	Ni
0,7 – 0,8	0,15 – 0,35	0,6 – 0,9	max. 0,4
P	S	Cr	Mo
max. 0,025	max. 0,025	max. 0,4	max. 0,1

Tab. 3 Materiálové vlastnosti ocele C 75 S [8]

Tab. 3 Material properties of C 75 S steel [8]

Materiálové vlastnosti pre oceľ C 75 S (hrúbka 0,3 – 3 mm)	
Medza pevnosti R_m v stave žíhanom na mätko (MPa)	640
Medza pevnosti R_m v stave valcovanom za studena (MPa)	1170
Medza pevnosti R_m v stave zušľachtenom (MPa)	1 200 – 1 900
Zmluvná medza sklu $R_{p0,2}$ (MPa) v stave žíhanom na mätko	510
Medza sklu R_e v stave zušľachtenom (MPa)	1 500
Tvrdosť v stave žíhanom na mätko (HV)	200
Tvrdosť v stave valcovanom za studena (HV)	320
Tvrdosť v stave zušľachtenom (HV)	370 – 580

Meranie tvrdosti

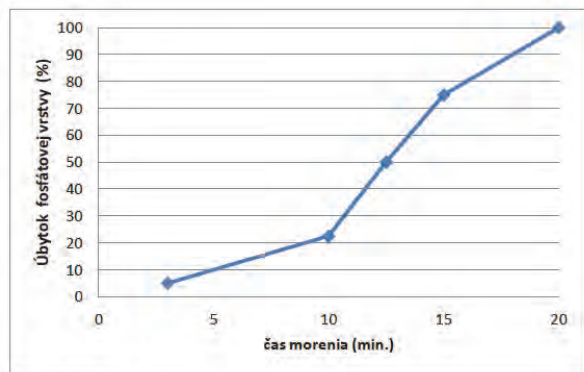
Meranie tvrdosti bolo realizované na troch vzorkách poistných krúžkov. Na každom poistnom krúžku bola zmeraná tvrdosť HV1 pri zaťažení 9,81 N v piatich miestach (tab. 4). Z jednotlivých meraní bola určená priemerná hodnota tvrdosti HV1, ktorá bola následne prepočítaná podľa prevodových tabuliek na pevnosť v ťahu. Predmetné poistné krúžky dosahovali pevnosť v ťahu 1 665 MPa.

Tab. 4 Hodnoty tvrdosti HV1 poistných krúžkov
Tab. 4 The HV1 hardness values of circlips

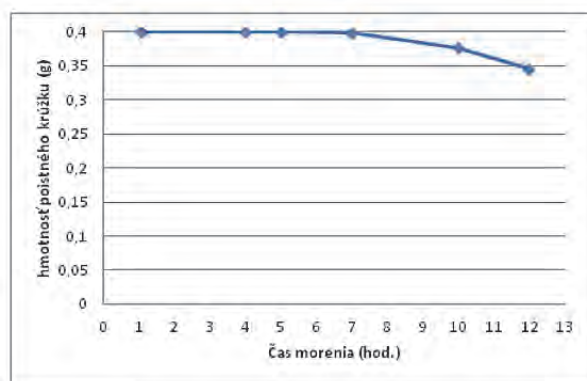
Označenie poistných krúžkov	Hodnoty tvrdosti HV1	Priemerná hodnota HV1
I	511, 516, 513, 508, 510	511,6
II	501, 516, 512, 514, 517	512
III	498, 510, 503, 509, 499	503,8
Celková priemerná hodnota		509,13

Navodíkovanie poistných krúžkov

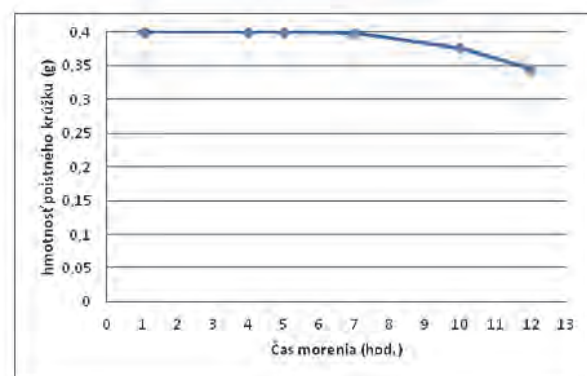
Poistné krúžky boli vodíkováné v procese morenia a elektrolyticky, a to pri teplotách 20 a 35 °C. Ako moriaci kúpeľ bola zvolená 10% kyselina sírová (H_2SO_4), ktorá sa v praxi používa ako účinné moridlo. Pre porovnanie výsledkov bolo to isté vodíkové médium použité aj ako elektrolyt pri elektrolytickom vodíkovaní poistných krúžkov za nízkej prúdovej hustoty ($10 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$). Experimentálnym spôsobom a makroskopickým hodnotením sa podarilo zistiť degradačný účinok na povrchovú fosfátovú vrstvu poistných krúžkov pri morení a teplote 20 °C v časovej závislosti (obr. 2). Fosfátová vrstva začala degradovať po 3 minútach morenia a úplne sa odstránila po 20 minútach. Na základe tejto informácie boli stanovené časy vodíkovaní tak, aby fosfátová vrstva neovplyvňovala absorpciu vodíka do matrice kovu. Následne bol meraním hmotnosti, v závislosti od času morenia (obr. 3) a elektrolytického vodíkovaní (obr. 4), stanovený čas, kedy ešte nedochádza k výrazným hmotnostným úbytkom materiálu. Táto časť experimentu bola realizovaná pri teplote 35 °C a čase 1 – 12 hodín, nakoľko pri zvýšenej teplote je predpoklad výraznejších hmotnostných úbytkov ako pri izbovej teplote. Z výsledkov experimentu vyplýva, že výraznejšie hmotnostné úbytky boli zaznamenané až po 5 h výdrže poistných krúžkov v prostredí 10% H_2SO_4 . Následne bol pre ďalší priebeh experimentov určený maximálny čas výdrže vo vodíkovom prostredí na 4 h.



Obr. 2 Úbytok fosfátovej vrstvy v závislosti od času morenia
Fig. 2 The loss of the phosphate layer in dependence on the pickling time



Obr. 3 Hmotnostný úbytok poistného krúžku v závislosti od času morenia
Fig. 3 The weight loss of the circlip in dependence on pickling time

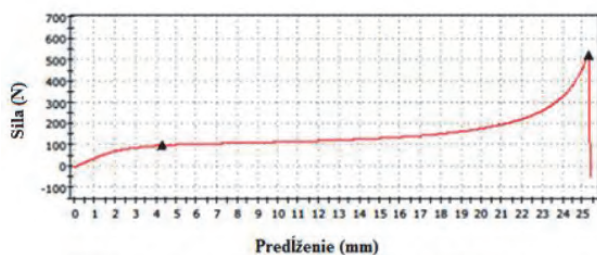


Obr. 4 Hmotnostný úbytok poistného krúžku v závislosti od času elektrolytického vodíkovaní
Fig. 4 The weight loss of the circlip in dependence on electrolytic hydrogenation time

SSRT test

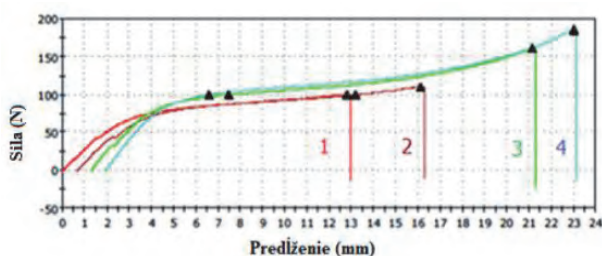
Táto experimentálna skúška bola vykonaná za účelom zistenia zmeny medze pevnosti vplyvom vystavenia poistných krúžkov vodíkovému prostrediu. Pre ťahovú skúšku bola zvolená rýchlosť posuvu priečnika trhačieho stroja $0,1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ [9 – 13]. Na základe výsledkov z predošlých experimentov bola určená výdrž vo vodíkovom prostredí (10% H_2SO_4) po dobu 4 h. V prvom kroku bolo potrebné určiť pevnosť poistného krúžku. Pre tento účel bol v trhačom stroji roztrhnutý poistný krúžok bez vystavenia vodíkovému prostrediu, ktorý predstavoval referenčnú vzorku. Sila na medzi pevnosti referenčného poistného krúžku dosahovala hodnotu 521 N (obr. 5). Poistný krúžok vykazoval pomerne veľkú plasticitu, ktorú prezentuje rozovretie takmer po priamke a až potom nasledovalo porušenie. Poistné krúžky boli počas testu namáhané kombinovaným ohybovým a ťahovým zaťažením. Pre ťahovú skúšku s malou rýchlosťou posuvu priečnika (SSRT) boli následne vybrané poistné krúžky, ktoré boli vodíkováné elektrolyticky pri malej prúdovej hustote ($10 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$) a morením v kyseline. V oboch prípadoch vodíkovaní bola opäť ako vodíkové prostredie použitá 10% H_2SO_4 . Vodíkovanie sa uskutočnilo pri dvoch

teplotách, konkrétne pri izbovej teplote 20 °C a pri zvýšenej teplote 35 °C. Vybrané porovnanie zmeny sily na medzi pevnosti F_{Rm} poistných krúžkov pre jednotlivé spôsoby vodíkovania a použité teploty média sú dokumentované na obr. 6 a jednotlivé spôsoby vodíkovania sú vyznačené v tomto obrázku nasledovne: elektrolyticky vodíkovanie, 35 °C (krivka 1), elektrolyticky vodíkovanie, 20 °C (krivka 2), morené, 35 °C (krivka 3), morené, 20 °C (krivka 4). Priemerné hodnoty $F_{Rm/S}$ pre dané podmienky vodíkovania sú dokumentované na obr. 7.



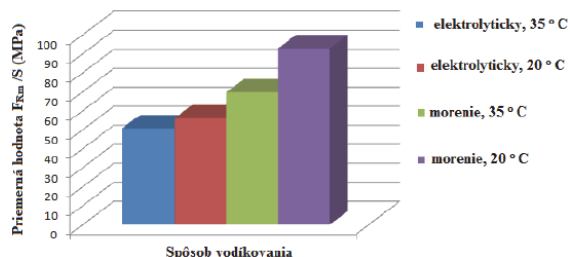
Obr. 5 Ťahový diagram referenčného poistného krúžku

Fig. 5 The tensile diagram of reference circlip



Obr. 6 Priebeh ťahovej skúšky vodíkováných poistných krúžkov

Fig. 6 Tensile diagram of circlips hydrogenation



Obr. 7 Porovnanie priemerných hodnôt $F_{Rm/S}$ v závislosti od spôsobu vodíkovania

Fig. 7 Comparison of average values of the $F_{Rm/S}$ in dependence on hydrogenation method

Záver

V tejto časti experimentu bolo v trhácom stroji roztrhnutých celkom 12 poistných krúžkov malou rýchlosťou deformácie, z toho pre jednotlivé podmienky experimentu po 3 kusoch. Priebeh roztrávania poistného krúžku by mohol byť popísaný tromi štádiami. V prvom štádiu dochádza k elastickej deformácii. Toto štádium je ukončené dosiahnutím medze sklzu, ktorá predstavuje hranicu medzi elasticou a plastickou deformáciou. V druhom štádiu dochádza k nevratnej deformácii počas roztrávania poistného krúžku pri malej pôsobiacej sile

a relatívne veľkom predĺžení. Toto štádium je ukončené v bode, od ktorého už nedochádza k veľkému predĺženiu a zároveň vzrastá pôsobiaca sila. V treťom štádiu je už predĺženie poistného krúžku malé a možno pozorovať výrazný nárast pôsobiacej sily. Všetky poistné krúžky sa porušili pri podstatne nižších hodnotách pôsobiacej sily F_{Rm} ako referenčný poistný krúžok. Najnižšie hodnoty pevnosti zaznamenali poistné krúžky elektrolyticky vodíkovanie pri 35 °C. Z hľadiska pevnostných vlastností pre tento typ súčiastky sa elektrolytické vodíkovanie pri zvýšenej teplote (35 °C) a nízkej prúdovej hustote (10 mA·cm⁻²) javí ako proces, pri ktorom dochádza k markantnému poklesu medze pevnosti. Hodnota medze pevnosti sa blíži medzi sklzu (sila na medzi sklzu $F_{Re} = 100$ N) nevodíkováných poistných krúžkov.

Literatúra

- [1] RADEK, N., BRONČEK, J., FABIAN, P., PIETRASZEK, J., ANTOSZEWSKI, K. Properties of the electro-spark deposited coatings - technology and applications. *Materials Science Forum*, 828, (2015), 61–64.
- [2] JONG-OH, H. et al. Evaluation method of sensitivity of hydrogen embrittlement for high strength bolts. *Materials Science and Engineering*, 581 (2013) 10, 83–89.
- [3] AN ASSOCIATED SPRING COMPANY: Seeger catalogue, in: Seeger-Orbis. [online]. 2015, Last revision 6. 4. 2015. [cit. 2016-10-09]. Dostupné na: <www.seeger-orbis.de>.
- [4] BENERI: Retaining rings for shafts type A, DIN 471. [online]. Last revision 6. 4. 2015. [cit. 2016-09-09]. Dostupné na: <http://www.tehimex.si/pdf/katalog_segerjevih_obrokov_din_471_472.pdf>.
- [5] SOJKA, J. *Odolnost ocelí vůči vodíkové křehkosti*. Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, 2007. ISBN 978-80-248-1648-7.
- [6] ZHANG, CH. et al. Effects of Niobium and Vanadium on Hydrogen-Induced Delayed Fracture in High Strength Spring Steel. *Journal of Iron and Steel Research*, 18 (2011) 6, 49–53.
- [7] OMURA, T. Hydrogen Entry and its Effect on Delayed Fracture Susceptibility of High Strength Steel Bolts under Atmospheric Corrosion. *The Iron and steel institute of Japan International*, 52 (2012) 2, 267–273.
- [8] European steel and alloy grades/numbers. [online]. Last revision 6.4. 2015. [cit. 2016-08-09]. Dostupné na: <http://www.steelnumber.com/en/steel_composition_eu.php?name_id=355#1>
- [9] SOJKA, J. et al. Role of non-metallic inclusion shape in hydrogen embrittlement tested using slow strain rate test. In 12th international scientific conference *Proceedings Achievements in Mechanical and Materials Engineering AMME*, Gliwice - Zakopane, 2003.
- [10] HONG, X. et al. Evaluation of hydrogen embrittlement susceptibility of temper embrittled 2.25Cr–1Mo steel by SSRT method. *Engineering Failure Analysis*, 19 (2012) 1, 43–50.
- [11] BEŤÁKOVÁ, P., SOJKA, J., HYSPECKÁ, L. Kvantitatívni hodnotení vodíkové křehkosti u konstrukčních ocelí. In 11th Conf. on Metallurgy and Materials *METAL 2002*, Hradec nad Moravicí, 2002, p. 55. ISBN 80-85988-73-9.
- [12] HYSPECKÁ, L., SOJKA, J. et al. Netradiční pohledy na vodíkovou křehkost důležitých konstrukčních materiálů. *Hutnické listy*, 54 (1999) 7-8, 90–94.
- [13] HYSPECKÁ, L., MAZANEC, K. *Vodíková křehkost konstrukčních ocelí o vyšších parametrech*. Praha: Academia, 1987.