Schadensuntersuchung an einer POM-Überwurfmutter

An Examination of Damage to a POM Cap Nut

Samuel Trüllinger, Markus Zraggen, Oliver von Trzebiatowski

Korrespondenzanschrift/Correspondence address:
EMPA Dübendorf, Abt. Korrosion und Werkstoffintegrität
Überlandstrasse 129
CH-8600 Dübendorf
E-Mail: samuel.truellinger@empa.ch

Eingegangen: 12. Dezember 2005
Angenommen: 30. Mai 2006

Received: December 12, 2005
Accepted: May 30, 2006
Translation: J. Fritsche

Kurzfassung

Im Rahmen einer Schadensexpertise wurde eine gebrochene POM-Überwurfmutter aus der Lebensmittelindustrie untersucht. Zur Anwendung kamen fraktographische Methoden sowie die Dünnschlifftechnik. Es konnte nachgewiesen werden, dass die Überwurfmutter aufgrund von Spannungsrisskorrosion versagte. Als spezifisches, korrosives Medium wirkte dabei das Lebensmittel-extrakt aus einer Abfüllanlage, in der die Überwurfmutter eingesetzt war.

Einleitung / Untersuchungsaufgaben

Gegenstand der Untersuchung ist eine gebrochene Überwurfmutter, die laut Auftraggeber aus dem Werkstoff POM, schwarz eingefärbt, gefertigt ist. Die schadhafte Überwurfmutter war in einer Extraktabfüllanlage eingesetzt und ist nach ca. 6 Monaten Einsatzzeit gebrochen (Bild 1 und 2), was einen erheblichen Sachschaden durch auslaufendes Produkt sowie als Folge des Betriebsunterbruches verursachte. Üblicherweise wurden Überwurfmutter aus rostfreiem Stahl in diesen Abfüllanlagen eingesetzt. Der Ersatz durch Kunststoff erfolgte aus Kostengründen.

Makrofraktographische Untersuchung

Die Überwurfmutter ist im ersten Gewindegang nach dem Absatz auf der Höhe des Metallstutzens gebrochen. Der Bruch verläuft makroskopisch normalflächig und verformungsarm (Bild 3). Um den halben Umfang ist eine sichelförmige

Abstract

A broken POM cap nut from the nutrition industry was subjected to an examination in the frame of a damage expertise. The methods applied were fractographic procedures and the thin-ground microsection technique. It was successfully demonstrated that the cap nut failed because of stress corrosion cracking. The specific corrosive medium which acted there was a foodstuff extract from a bottling plant in which the cap nut was used.

Introduction / Examinations Made

The subject under examination was a broken cap nut which, as the customer said, was manufactured from the POM material which was inked black. The defective cap nut was used in an extract bottling plant and broke after it was employed for about 6 months (Figs. 1 and 2). This caused a significant material damage because of product leakage and as a consequence of the breakdown in operation. Those bottling plants commonly use cap nuts made of stainless steel and the material was replaced with plastics for reasons of cost reduction.

Macrofractographic Examination

The cap nut broke in its first thread pitch after the step at the level of the metallic connection piece. The fracture extended macroscopically in normal surfaces and with little deformation (Fig. 3). A crescent-shaped rupture topography

Bild 1. Ventil der Abfüllanlage mit gebrochener Überwurfmutter

Fig. 1. The valve of the bottling plant with a broken cap nut

Bild 2. Referenz und Schadensteil

Fig. 2. The reference and damaged components

Bruchtopographie zu erkennen, welche etwa 50% der gesamten Bruchfläche einnimmt. Anhand der Bruchausbreitungslinien kann ausgesagt werden, dass der Bruch von der Mutterinnenseite nach außen gelaufen ist. (Bild 4).

can be identified around half its circumference and occupies about 50% of the entire failure surface. The fracture propagation lines allow to state that the fracture extended outwardly from the nut inside (Fig. 4).

Bild 3. Der Bruch der Überwurfmutter erfolgte auf der Höhe des Metallstutzens (siehe Pfeil).

Fig. 3. The cap nut broke at the level of the metallic connection piece (see the arrow).

Bild 4. Die blau gestrichelte Linie zeigt die sichelförmige Bruchfläche, welche ca. 50% des Gesamtbruches einnimmt. Die gelben Pfeile zeigen die Bruchausbreitungsrichtung an.

Fig. 4. The blue-dotted line shows the crescent-shaped failure surface which takes about 50% of the overall fracture. The yellow arrows show the direction of fracture propagation.

Bild 5. Bruchausgangsbereich. Spröder Bruch, es sind viele Nebenrisse erkennbar. Die Bruchfläche ist zudem stark belegt.

Fig. 5. The area of fracture origin. The fracture is brittle, showing many secondary cracks. The failure surface also is covered by corrosion products.

Bild 6. Crazes mit Fibrillen (Pfeile) im benachbarten Gewindegrund

Fig. 6. Crazes with fibrils (see the arrows) in the adjoining thread root

Das Bauteil weist außenseitig keine Beschädigungen auf, die Rückschlüsse z. B. auf ein zu hohes Anzugsmoment zuließen.

The component did not exhibit any damage at its outside that permitted to infer that the tightening torque had been too large.

Mikrofraktographische Untersuchung

Die mikroskopische Untersuchung der Bruchfläche erfolgte im Rasterelektronenmikroskop (REM). Damit im REM mit einer Referenzprobe die Schadensbruchfläche verglichen werden konnte, wurde eine intakte Überwurfmutter gewaltsam gebrochen.

Wie makroskopisch bereits festgestellt, liegt der Bruchausgangsbereich des Schadensteils an der Mutterinnenseite. In der sichelförmigen Bruchausgangszone ist die Bruchfläche spröde und zum Teil stark angeätzt. Es sind zudem klaffende Nebenrisse festzustellen (Bild 5). Im benachbarten Gewindegrund sind mehrere Nebenrissysteme mit Crazes zu finden (Bilder 6 und 7). Die Restbruchfläche des Bauteils ist wesentlich stärker zerklüftet und zeigt duktile Bruchmerkmale, die vergleichbar sind mit der Bruchmorphologie des Laborgewaltbruches am Referenzteil. (Bilder 8 und 9).

Microfractographic Examination

The failure surface was examined by microscopy in a scanning electron microscope (SEM). An intact cap nut was broken by force to allow a comparison of the failure surface, as a damage, to a reference sample in the SEM.

As was found out by macroscopic investigations already, the area of fracture origin on the damaged component is at the inside of the nut. The failure surface was brittle in the crescent-shaped area of fracture origin and was heavily etched at some points. Widely open secondary cracks were additionally evidenced there (Fig. 5). Several secondary crack systems with crazes were encountered in the adjoining thread root (Figs. 6 and 7). The remaining failure surface of the component was cleft far more intensely and exhibited ductile fracture characteristics which were comparable to the fracture morphology of the forced

Bild 7. Verzweigter Nebenriss im benachbarten Gewindegrund

Fig. 7. A branched secondary crack in the adjoining thread root

Bild 8. Duktile Bruchfläche der Referenzprobe, erkennbar durch die feinen Fibrillen (Pfeile)

Fig. 8. Ductile failure surface of the reference sample as seen by fine fibrils (see the arrows)

Bild 9. Duktile Restbruchfläche des Schadens-teils

Fig. 9. Ductile remaining failure surface of the damaged component

fracture on the laboratory reference component (Figs. 8 and 9).

Ergebnisse aus der Dünnschliffpräparation

Zur Bestätigung der im REM gewonnenen Erkenntnisse wurden je zwei Dünnschliffe durch die Bruchflächen vom Schadensteil und vom Referenzteil angefertigt. Die Auswertung von Dünnschliffpräparaten erlaubt Rückschlüsse auf allfällige Herstellungsfehler und gibt Hinweise zur Verarbeitungsqualität. Die Beurteilung erfolgt im Durchlicht unter der Verwendung von polarisier-

Results of Thin-Grind Microsection Preparation

To confirm the information obtained from SEM investigation, two thin-ground microsections were made, each through the failure surfaces of the damaged component and reference component. An evaluation made these sections allows to draw conclusions on possible defects in manufacture and provided indications on the quality of processing. The assessment was made in trans-

Bild 10. Dünnschliff. Es sind mehrere Nebenrisse erkennbar (siehe Pfeile).

Fig. 10. Thin-ground microsection. Several secondary cracks can be seen (see the arrows).

Bild 11. Laborbruchfläche mit der plastisch verformten Randzone

Fig. 11. Failure area as produced at a laboratory and including the plastically deformed external zone

tem Licht. Dabei werden Verspannungen, Scherlinien und ähnliches deutlich sichtbar.

Im Schliff vom Schadensteil sind eindeutig Nebenrisse im Bereich der sichelförmigen Bruchzone zu erkennen (Bild 10). Im Schliff des Laborgewaltbruches konnten keine Nebenrisse gefunden werden und im Bruchbereich ist eine plastische verformte Zone zu erkennen (Bild 11).

Bei beiden Bauteilen liegt ein teilkristallines Gefüge mit feinen Sphäroliten vor, die einen mittleren Durchmesser von ca. 15 µm aufweisen. Es konnten keine bruchbegünstigenden Herstellungsfehler nachgewiesen werden.

Zusammenfassung

Die makroskopische Untersuchung hat ergeben, dass es sich beim Bruch des Schadensteils um einen normalflächigen, verformungsarmen Gewaltbruch handelt. Das Bauteil weist außenseitig keine Beschädigungen auf, die Rückschlüsse auf ein zu hohes Anzugsmoment zuließen. Anhand der Bruchausbreitungslinien kann der Bruchausgang an die Innenseite der Überwurfmutter ge-

mittet light where polarized light was used. This made undesirable strains, shear stress lines and the like clearly visible.

Secondary cracks were distinctly seen in the area of the crescent-shaped failure surface in the thin-ground microsection of the damaged component (Fig. 10). No secondary cracks were encountered in the transparent cut of the forced fracture produced in the laboratory and a plastically deformed zone can be recognized in the fracture area (Fig. 11).

The two components exhibited a partially crystalline microstructure including fine spherulites the mean diameter of which was about 15 µm. It was impossible to point at towards defects in manufacture that would favour a fracture.

Summary

A macroscopic examination revealed that the fracture in the damaged component was a normal-surface low-deformation forced fracture. At its outside, the component did not present any damage that could be attributed to an excessively large tightening torque. A consideration of the fracture propagation lines made it possible to localize the origin of fracture as being at the

legt werden.

Rasterelektronenmikroskopisch konnten unterschiedliche Bruchbereiche nachgewiesen werden. Im sichelförmigen Bruchausgangsbereich ist die Bruchfläche spröde, es sind Nebenrisse und vor allem Crazes nachweisbar. Crazes sind Normalspannungsrisse mit begrenzter Ausdehnung, die belastete Werkstoffbereiche entlasten. Es handelt sich demnach um stabilisierende Gewaltanrisse, deren Trennflächen von versteckten Fibrillen und Folien überbrückt werden [1].

Die Dünnschliffe des Schadensteils zeigen deutlich Nebenrisse, die durch einen chemischen Angriff entstanden sein müssen. Im Referenzteil konnten keine Nebenrisse festgestellt werden, dafür aber einen plastisch verformten und folglich im polarisierten Licht als gespannte Zone erkennbaren Randbereich, wie sie bei einem Gewaltbruch zu erwarten ist.

Schlussfolgerungen

Auf Grund der vorliegenden Ergebnisse ist das Versagen der Überwurfmutter auf den Mechanismus der Spannungsrisskorrosion zurückzuführen.

Die Spannungsrisskorrosion tritt nur dann auf, wenn folgende 3 Faktoren gleichzeitig wirken: empfindlicher Werkstoff, spezifisches, korrosives Medium und Zugspannungen. Alle 3 Faktoren sind beim beschriebenen Schadenfall gegeben.

Das aggressive Medium ist im vorliegenden Fall das Extrakt, welches Phosphorsäure enthält. Gegen Phosphorsäure ist POM, wie aus der Literatur zu entnehmen ist, bei längerem Kontakt nicht beständig [2]. Die Zugspannungen sind durch das Aufschrauben der Überwurfmutter gegeben.

Die nachgewiesenen Crazes erlauben schliesslich den Zutritt des aggressiven Mediums in die Tiefe des Bauteils. Durch die Phosphorsäureeinwirkung können zudem erhebliche Volumenänderungen im Material auftreten, welche die Zugspannungen weiter erhöhen.

Der Schaden ist letztlich auf eine unglückliche

inside of the cap nut.

Scanning electron microscopy allowed to demonstrate that there were failure regions of different natures. The failure surface was brittle in the crescent-shaped area of the fracture origin and secondary cracks and crazes, above all, were proved to exist. Crazes are cracks which are caused by direct stress of a limited extent and relieve stress of stressed material zones. Accordingly, they are force-induced stabilizing incipient cracks, the parting planes of which are bridged over by hidden fibrils and films [1].

The thin-ground microsection of the damaged component clearly showed secondary cracks which presumably were induced by a chemical attack. Secondary cracks were not discovered in the reference component, but an external area which was plastically deformed and, therefore, was identifiable in polarized light as an excessively strained zone that can be expected in a force-induced fracture.

Conclusions

As the present findings reveal, the failure of the cap nut was due to the mechanism of stress corrosion cracking.

Stress corrosion cracking occurs only when the 3 factors below act simultaneously: a sensitive material, a specific corrosive medium, and tensile stresses. All of the 3 factors existed in the damage case described.

In the present case, the aggressive medium was the extract which contained phosphoric acid. As can be deduced from the reference literature, POM ceases to be resistant to phosphoric acid when in a prolonged contact with it [2]. Tensile stresses are produced by screwing on the cap nut.

Finally, the crazes which were shown to exist allow the aggressive medium an in-depth access to the component. Furthermore, the action of phosphoric acid is able to cause significant changes to the material volume which intensify tensile stresses even more.

In the end, the damage can be attributed to an

Materialwahl zurückzuführen.

inappropriate selection of material.

Literatur / References

- [1] Engel, L.; Klingele, H.; Ehrenstein, G.; Schaper, H.: Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen von Kunststoffschäden. Carl Hanser Verlag München (1978), S. 227-230
- [2] PDL Handbook Series, Chemical Resistance Vol. 1 Thermoplastics (Second Edition 1994) S. 43

Carl Zeiss MicroImaging: Mehr Komfort in der digitalen Mikroskopie.

Neue Version der Software AxioVision von Carl Zeiss

Die Carl Zeiss MicroImaging GmbH stellt die Software AxioVision für die digitale Mikroskopie in der Version 4.6 vor. Die Software, die auch die ZEISS Mikroskope Axio Observer einschließlich der Inkubationsmodule unterstützt, enthält neue Funktionen und bietet noch mehr Komfort für Bildaufnahme, Bildarchivierung, Bildverarbeitung, Bildanalyse und Bildrekonstruktion. Erstmals bietet Carl Zeiss die Module „Topographie“, „Online Messen“, „Physiologie“ und „Digitaler High Speed Recorder“ an. Mit „Topographie“ zum Beispiel können in Höhenkarten, die aus z-Stapelbildern von Licht- und Stereomikroskopen erzeugt wurden, Rauheitsmessungen nach EN ISO 4287 durchgeführt werden, während „Online Messen“ interaktives Messen in Online-Bildern, in die Raster und Strichplatten eingeblendet werden können, ermöglicht. Neu ist auch ein Wavelet-Algorithmus zur Berechnung von Bildern mit erweiterter Tiefenschärfe in bester Qualität. Außerdem können z-Stapelbilder, die mit Stereomikroskopen aufgenommen wurden und einen lateralen Versatz aufweisen, automatisch ausgerichtet werden.

Die Software wurde außerdem ergänzt durch Funktionen zur statistischen Auswertung von Messdaten, aus denen damit Statistiken, Histogramme etc. generiert werden können. Bisher benötigte man dafür externe Auswerteprogramme (wie z.B. Microsoft Excel™). Der „Mixed Modus“ im Modul „Inside4D“ kombiniert verschiedene Schattierungen (Transparenz und Oberflächenschattierung) in einer Ansicht. Der Modus „Schnittebenen“ ermöglicht es, Schnittebenen in

eine schattierte Ansicht zu legen und so in räumliche Strukturen „hinein“ zu sehen. Die Abstände von Objekten können dreidimensional im Raum vermessen werden.

Den vollständigen Text finden Sie im Internet unter

<http://www.zeiss.de/C1256A770030BCE0/WebViewAllID/B8464540228D49A4C125726700444D22>

Ansprechpartner:

Carl Zeiss GMBH

Kommunikation / Gudrun Vogel

Carl-Zeiss-Promenade 10

07745 Jena, Germany

Tel.: +49 3641 64 2770 /Fax: +49 3641 64 2941

E-Mail: g.vogel@zeiss.de, info@mikro.de

Internet: <http://www.zeiss.de>