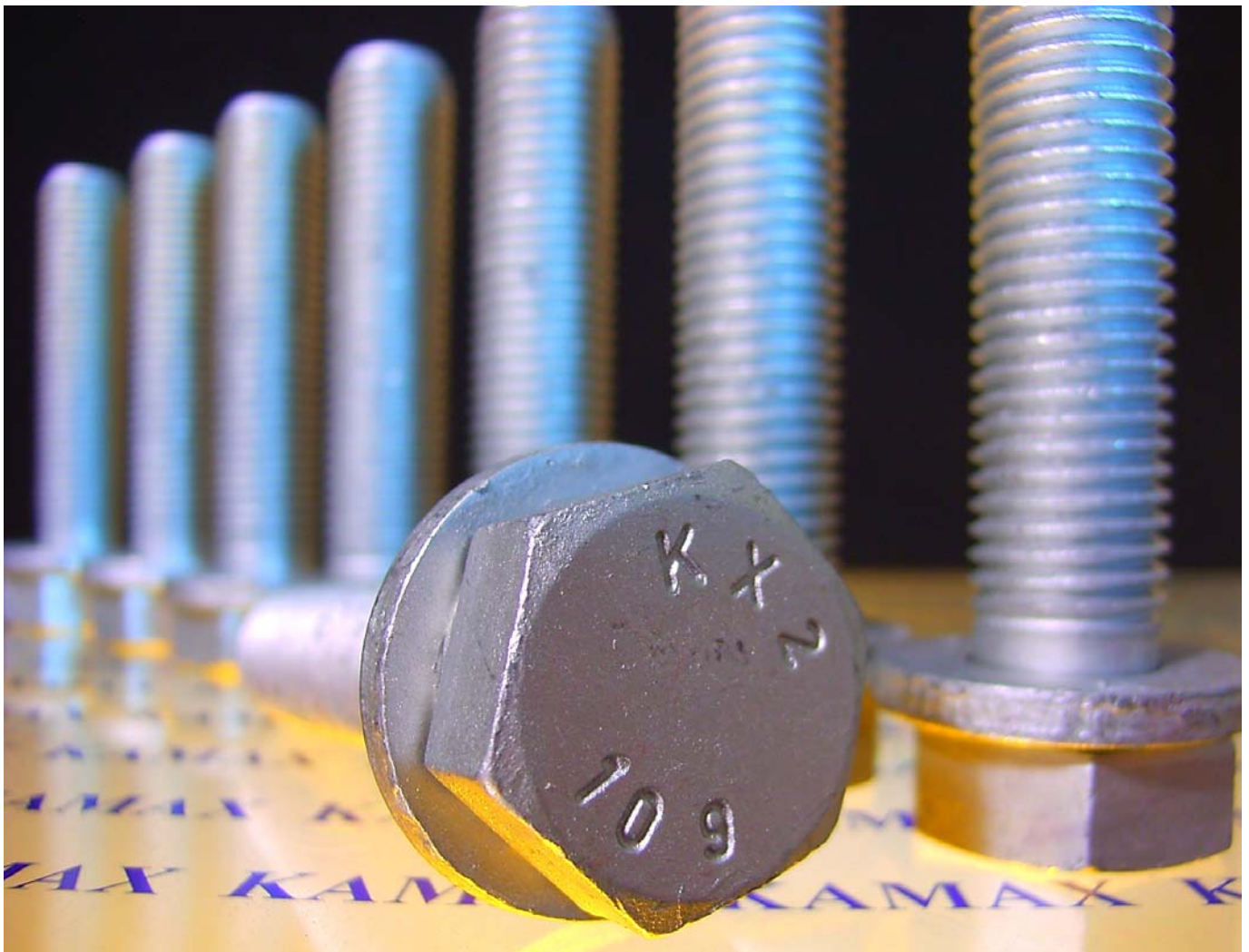


Ein optimiertes Beschichtungssystem für Verbindungselemente

An Optimized Coating System for Fasteners with Metric Threads

Dr. Knut Westphal

KAMAX Werke Rudolf Kellermann GmbH & Co. KG, Homberg/Ohm



In Zusammenarbeit der Firmen Dacral, Leist und KAMAX wurde basierend auf der Zinklamellenbeschichtung "Geomet[®] 321" das Cr(VI)-freie Beschichtungssystem "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" entwickelt. Die optimierte Deckbeschichtung "Plus[®] VL" ermöglicht ein konstantes Verschraubungsverhalten im Erst- und Mehrfachanzug gegen verschiedenste Gegenlagen. In diesem Beitrag sind Untersuchungsergebnisse und Praxis-Erfahrungen mit dem Beschichtungssystem dargestellt.

1 Einleitung

Das im Rahmen der EU-Altauto-Richtlinie ab 1. Juli 2007 inkrafttretende Verbot von sechswertigen Chromverbindungen in Korrosionsschutzschichten hat in den letzten Jahren zur verstärkten Entwicklung neuer Korrosionsschutzsysteme ohne die Verwendung der als gesundheitsschädlich eingestufteten Cr(VI)-Verbindungen geführt.

Bei Einführung neuer Beschichtungssysteme in Montage und Serienfertigung treten immer wieder unvorhergesehene Probleme auf. Ausreichende Serien- und Felderfahrungen liegen für viele der neuen Systeme noch nicht vor und die Optimierungsprozesse in Bezug auf die eingesetzten Chemikalien, die Anlagentechnik und die Applikationsprozesse sind noch nicht abgeschlossen.

Diese Situation führte zur Entwicklung und umfangreichen Erprobung des Beschichtungssystems „Geomet® 321 + Plus® VL“. Im vorliegenden Beitrag werden die Untersuchungsergebnisse und Praxiserfahrungen mit diesem optimierten Beschichtungssystem dargestellt.

2 Anforderungen an moderne Cr(VI)-freie Korrosionsschutzbeschichtungen für Verbindungselemente

Die Automobilindustrie stellt an moderne, Cr(VI)-freie Korrosionsschutzbeschichtungen für Verbindungselemente vielfältige Anforderungen:

- Optik (meist Silber)
- Korrosionsbeständigkeit: z.B. 480 / 720 h im NaCl-Test (DIN 50021-SS)
 - im Neuzustand (Anlieferungszustand nach Beschichtungsprozess)
 - nach mechanischer Belastung (z.B. Schütten, Schwingförderer, Montage)
 - nach Temperaturbelastung (z.B. Motor, Getriebe,...)

- Lehrenhaltigkeit:
⇒ begrenzte Schichtdicke
- Verschraubungsverhalten:
 - Reibungszahlen bei Raumtemperatur (z.B. $\mu_{ges.} = 0,09 - 0,14$, VDA 235-101)
 - konstantes Verhalten bei Mehrfachverschraubung
 - Montierbarkeit gegen Stahl, Aluminium und KTL-beschichtete Oberflächen auch bei hohen Einschraubdrehzahlen $\geq 200 \text{ min}^{-1}$
 - geringer Einfluss erhöhter Temperatur bis 150°C (Warmlösemomente)
- Funktion in Verbindung mit sichernden Gewindebeschichtungen (DIN 267-27 und -28)

Diese Anforderungen sind im wesentlichen in nationalen und internationalen Normen, Werknormen, VDA-Prüfblättern u.ä. mit den entsprechenden Angaben zur Prüfung definiert. Dies gilt jedoch nicht für alle Anforderungen. Speziell das Thema Verschraubungsverhalten sowie Verhalten bei erhöhten Temperaturen ist bisher unzureichend definiert, detaillierte Angaben zur Prüfung fehlen hier meist vollständig.

Basierend auf diesem Informationsmangel sowie den nicht vorhandenen Prüfmöglichkeiten, werden entsprechende Anforderungen von den Entwicklern der Beschichtungssysteme oft nicht berücksichtigt. Die Prüfung erfolgt somit erst bei Einsatz des Systems durch den Schraubenhersteller bzw. die Automobilindustrie. Eine engere Zusammenarbeit zwischen Beschichtungsmittelhersteller, Beschichter, Schraubenhersteller und Automobilindustrie ist daher zwingend erforderlich.

An dieser Stelle ist darauf hinzuweisen, dass Cr(VI)-haltige Beschichtungssysteme grundsätzlich Vorteile beim Korrosionsschutz aufweisen. Diese Vorteile werden aufgrund der unvermeidlichen Handling- und Schüttoperationen besonders bei Massenteilen wie den hier betrachteten Verbindungselementen deutlich („Selbstheilungseffekt“).

3 Entwicklung der Oberfläche "Geomet® 321 + Plus® VL"

Basierend auf den nicht zufriedenstellenden Untersuchungsergebnissen aus dem VDA Ringversuch "Cr(VI)-freie Zinklamellensysteme" aus dem Jahr 2001 [1, 2] sowie der vorliegenden Praxiserfahrungen der Häuser Dacral, Leist und KAMAX wurde das hier dargestellte Beschichtungssystem "Geomet® 321 + Plus® VL" entwickelt und zur Serienreife geführt.

Auf der bereits bekannten Basisschicht "Geomet® 321" wurde in einem optimierten Applikationsprozess die verbesserte Deckbeschichtung "Plus® VL" aufgebracht. Die vor allem das Verschraubungsverhalten beeinflussende Verbesserung der Deckbeschichtung besteht aus einer geeigneten Kombination verschiedener Schmierstoffzusätze. Die verbesserte Korrosionsbeständigkeit wird in erster Linie durch die optimierte Applikationstechnik erzielt.

Zur Prüfung der nachfolgend erläuterten Eigenschaften wurden Schrauben im Abmessungsbereich M6 x 40 mm bis M12 x 140 mm verschiedener Geometrie (Bundschrauben, Kombischrauben mit unverlierbar aufgerollter Scheibe, Schrauben mit diversen Außen- und Innenschlüsselanschlüssen) in seriennahen Chargengrößen auf Serienanlagen der Fa. Leist beschichtet. Die notwendigen umfangreichen Prüfungen wurden im Hause KAMAX und Leist durchgeführt. Die Ergebnisse wurden in Untersuchungen der Automobilindustrie verifiziert und inzwischen durch Serenumsetzungen bestätigt.

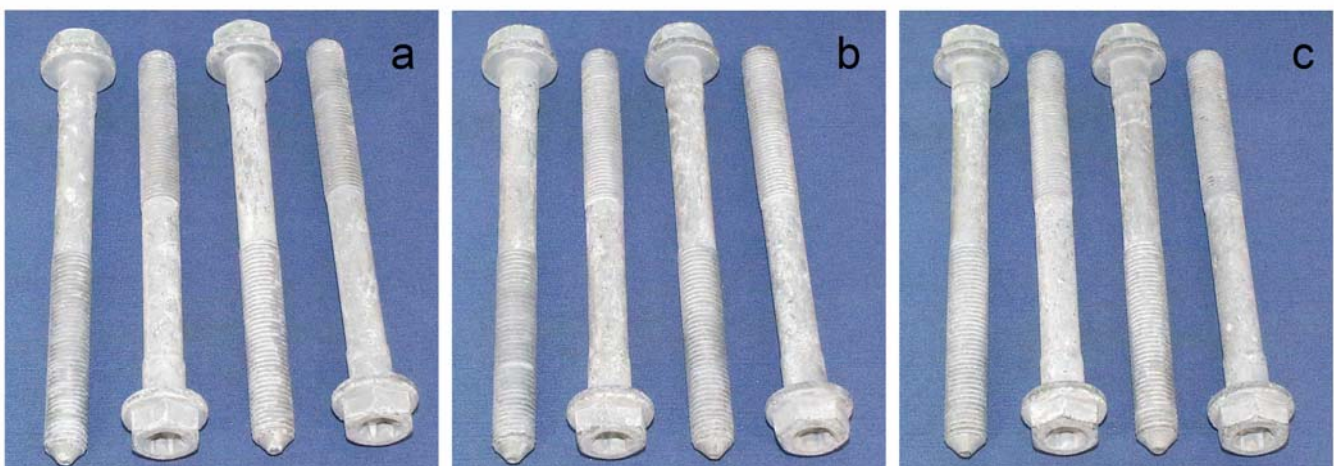


Abb. 1: Ergebnis der Korrosionsprüfung nach 720 h NaCl-Test (DIN 50021-SS) am Beispiel einer Schraube M10
a) Anlieferungszustand (unbelastet), b) mechanisch vorbelastet (5 Min. Schwingförderer), c) thermisch vorbelastet (96h / 180°C)

Fig. 1: Result of corrosion test after 720 h salt spray test (DIN 50021-SS), example: hex head bolt M10
a) as coated, b) after mechanical loading (5 minutes operation conveyer), c) after thermal loading (96h / 180°C)

4 Korrosionsbeständigkeit

Die Korrosionsbeständigkeit einer Oberflächenbeschichtung kann aus Zeitgründen weder im Rahmen der Entwicklung, noch im Rahmen von Serienprüfungen unter Praxisbedingungen (Freibewitterung / Einsatz im Fahrzeug) geprüft werden. Stattdessen kommen hier definierte, beschleunigte Laborprüfungen zum Einsatz (z.B. Salzsprühnebelprüfung nach DIN 50021-SS, Klimawechseltest nach VDA 621-415). Trotz intensiver Diskussion über die Übertragbarkeit der Prüfergebnisse in die Praxis, hat sich in der Vergangenheit die NaCl-Prüfung nach DIN 50021-SS als Serienprüfung von Verbindungselementen behauptet. Zur grundlegenden Untersuchung eines Beschichtungssystems können die Schrauben vor Beginn der Prüfung verschiedenen mechanischen oder thermischen Vorbelastungen ausgesetzt werden. Speziell mechanische Vorbelastungen sind bisher jedoch nicht in Normen oder normähnlichen Spezifikationen definiert.

Übliche Anforderungen an die Korrosionsbeständigkeit von Zinklamellenbeschichtungen für Verbindungselemente in der Automobilindustrie liegen bei 480 bis 720 Stunden im NaCl-Test bis zum Auftreten von Grundmetallkorrosion. Im Rahmen der hier beschriebenen Entwicklung wurden die Korrosionsbeständigkeiten im genannten Test an Schrauben verschiedenster Abmessung und Geometrie in jeweils drei Behandlungszuständen geprüft:

- Neuzustand (Anlieferungszustand nach Beschichtungsprozess)

- nach mechanischer Belastung (5 Minuten Schwingförderer)
- nach Temperaturbelastung (96h / 180°C, gemäß VDA 235-104)

Abhängig von der Basisschichtdicke (Definition Dacral: Grad A $\geq 24 \text{ g/m}^2$, Grad B $\geq 36 \text{ g/m}^2$) konnten reproduzierbar 480 bzw. 720 h NaCl-Beständigkeit für alle Belastungszustände erreicht werden.

Im Rahmen der gesamten Untersuchung ist kein Teil im NaCl-Test gemäß DIN 50021-SS durch Grundmetallkorrosion vor Erreichen der Prüfdauer von 720 Stunden ausgefallen. Dies gilt auch für Teile nach mechanischer bzw. thermischer Vorbelastung (siehe [Abbildung 1](#)).

5 Schichtdicke / Lehrenhaltigkeit

Die Schichtdicke der Oberfläche "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" ist grundsätzlich vergleichbar mit der einer bekannten Dacromet Beschichtung. Je nach Bauteilgeometrie und Schichtgewicht (Grad A $\geq 24 \text{ g/m}^2$, Grad B $\geq 36 \text{ g/m}^2$) beträgt die Schichtdicke der Zinklamellenbeschichtung „Geomet[®] 321“ im Mittel 6 – 8 μm bzw. 8 – 10 μm . Die Schichtdicke der Deckbeschichtung / Versiegelung "Plus[®] VL" liegt zwischen 1 und 3 μm .

Für Schrauben der Abmessungen $\geq \text{M8}$ sind keine Probleme bzgl. Lehrenhaltigkeit zu erwarten. Bei Abmessungen $\leq \text{M6}$ sowie Innenschlüsselgriffen in Schrauben $\leq \text{M8}$ kann es aufgrund der relativ harten Deckbeschichtung verstärkt zu entsprechenden Lehrenhaltigkeitsproblemen kommen.

Diesem Problem kann jedoch durch eine 100%-Automatenkontrolle begegnet werden. Die Oberfläche "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" unterscheidet sich in diesem Punkt nicht von anderen Systemen mit Deckbeschichtung.

6 Reibungszahlen gemäß DIN 946 / Mehrfachverschraubung

Die Ermittlung der Reibungszahlen sowie die Prüfung des Verhaltens bei Mehrfachanzug gegen Stahl wurde gemäß DIN 946 durchgeführt. Die dargestellten Ergebnisse zeigen sehr gleichmäßige Reibungszahlen im gewünschten Bereich zwischen 0,09 und 0,14 mit sehr geringen Streuungen für alle Schraubengeometrien (Beispiel siehe [Abbildung 2](#)). Im 5-fach-Anzug ist ebenfalls ein sehr gleichmäßiges Verschraubungsverhalten mit konstanten Vorspannkraften zu beobachten (Beispiel siehe [Abbildung 3](#)).

Das Verschraubungsverhalten der Oberfläche "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" stellt im Bezug auf Streuung der Reibungszahlen bzw. Konstanz der Vorspannkraft bei Mehrfachverschraubung eine deutliche Verbesserung gegenüber Zinklamellenbeschichtungen mit Wachsschmierung dar. Die Spannweite der Reibungszahlen bei herkömmlichen, im Tauch-Schleuder Verfahren aufgetragenen Wachsschmierungen ist im Vergleich zur hier vorgestellten integrierten Schmierung bedeutend größer und als generelle Schwäche dieses Verfahrens bekannt.

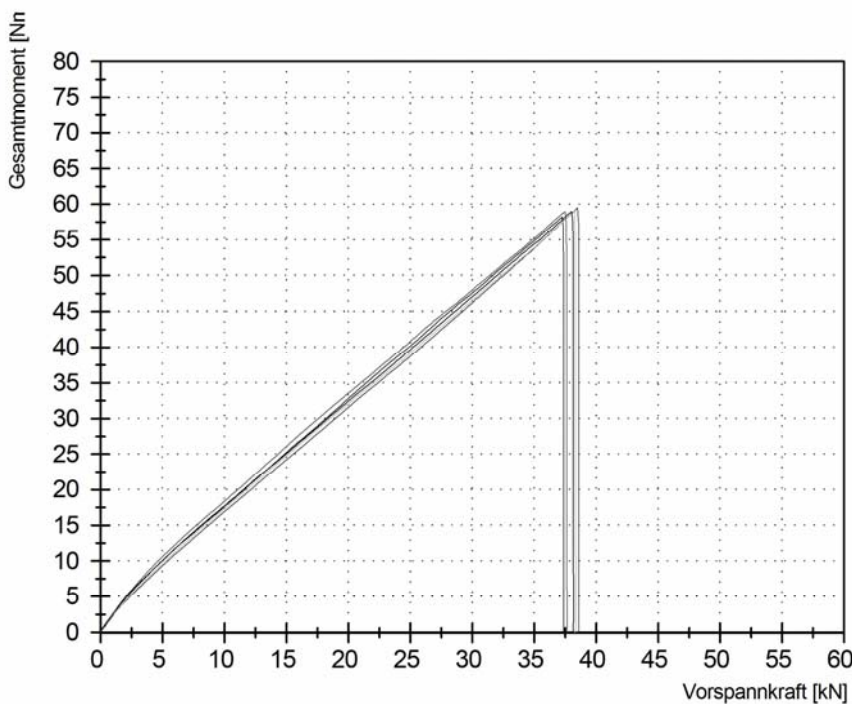
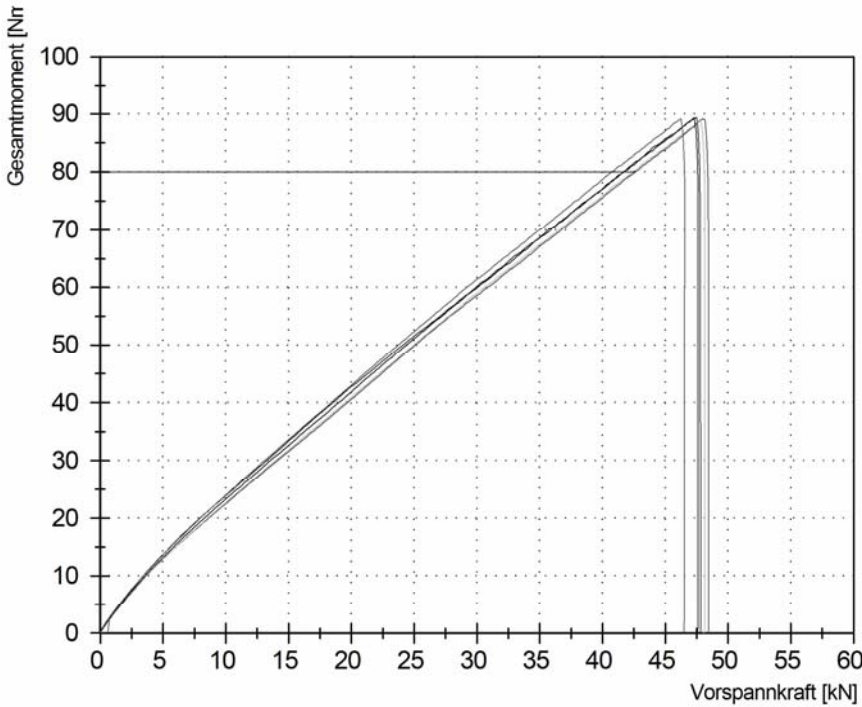


Abb. 2: Verschraubungsdiagramm M10, Erstanzüge von fünf Schrauben (DIN 946)

Fig. 2: Tightening diagram M10, initial tightening of 5 bolts (DIN 946)

Auswertung bei 50 Nm

	μ Ges.	μ Gew.	μ Kopf	Fv [kN]
Messung_1	0.106	0.127	0.092	31.720
Messung_2	0.103	0.119	0.092	32.613
Messung_3	0.104	0.118	0.094	32.366
Messung_4	0.105	0.120	0.095	31.992
Messung_5	0.107	0.124	0.096	31.420
Minimalwert	0.103	0.118	0.092	31.420
Maximalwert	0.107	0.127	0.096	32.613
ArithmMittel	0.105	0.122	0.094	32.022
Spannweite	0.004	0.009	0.004	1.193



Auswertung bei 80 Nm

	μ Ges.	μ Gew.	μ Kopf	Fv [kN]
Messung_1	0.104	0.104	0.105	41.801
Messung_2	0.102	0.103	0.101	42.517
Messung_3	0.102	0.105	0.100	42.335
Messung_4	0.104	0.109	0.101	41.627
Messung_5	0.106	0.115	0.101	40.931
Minimalwert	0.102	0.103	0.100	40.931
Maximalwert	0.106	0.115	0.105	42.517
ArithmMittel	0.104	0.107	0.102	41.842
Spannweite	0.004	0.012	0.005	1.586

Abb. 3: Verschraubungsdiagramm M12, Mehrfachverschraubung, Fünffach-Anzug (DIN 946)

Fig. 3: Tightening diagram M12, multiple tightening, 5 times (DIN 946)

7 Verschraubungsverhalten unter praxisnahen Bedingungen

Das Verschraubungsverhalten gegen KTL-beschichtete Bleche und Aluminium wurde unter praxisnahen Montagebedingungen mit hohen Einschraubdrehzahlen von 200 min⁻¹ geprüft. Die Verschraubungsversuche wurden im Verschraubungslabor KAMAX F+E auf einem mit Bosch-Montagespindeln ausgerüsteten Prüfstand durchgeführt. Nach dem Einschrauben mit hoher Drehzahl (200 min⁻¹) bis zum Erreichen eines Fügемomentes schaltet die Spindel kurzzeitig ab. Drehmoment und Drehzahl fallen auf Null ab, bevor mit einer Drehzahl von 20 min⁻¹ bis zum Montage Drehmoment weitergezogen wird. Diese Verschraubungsprüfung wurde ebenfalls als Mehrfachverschraubung (3-fach) durchgeführt. Hohe Reibungszahlen und Ruckgleit-Effekte (Stick-Slip) treten bei einem solchen Anziehvorgang auf KTL beschichteten Gegenlagen meist beim Wiederanfahren mit niedriger Drehzahl aus dem kurzzeitigen Stillstand auf. Dieses Phänomen wurde in letzter Zeit bei Verschraubung diverser Zinklamellenbeschichtungen verstärkt beobachtet. Ein robustes Verhalten in entsprechenden Verschraubungssituationen gegen KTL-beschichtete Gegenlagen war der wesentliche Ansatz zur Entwicklung des hier vorgestellten Beschichtungssystems „Geomet[®] 321 + Plus[®] VL“.

Auch diese Prüfung wurde für verschiedene Schraubenabmessungen und -geometrien (Innen- und Außenträger) mit positivem Ergebnis durchgeführt. Das

Verschraubungsverhalten gegen KTL-beschichtete Gegenlagen ist auch bei Einsatz praxisgerechter Montagebedingungen hervorragend (siehe [Abbildung 4](#)).

8 Lösemomente bei erhöhten Temperaturen (150°C)

Das Verhalten der Oberflächenbeschichtung bei 150°C, speziell die Veränderung der Reibungszahlen wurde durch die Ermittlung von Warmlösemomenten bei 150°C untersucht. Hierzu wurden die zu prüfenden Schrauben bei Raumtemperatur in Stahlblöcke verschraubt. Die verschraubten Blöcke wurden in einen auf 150°C vorgeheizten Ofen gelegt und nach Ablauf von zwei Stunden gelöst. Aus dem ermittelten Verhältnis "Lösemoment bei 150°C / Anzugsmoment bei RT" ($M_{L(150°C)} / M_{A(RT)}$) kann ausgehend von Schraubengeometrie und Reibungszahl bei Raumtemperatur die Reibungszahl bei 150°C abgeschätzt werden. Wird eine Reibungszahl von $\mu = 0,06$ als kritisch für das Auftreten von selbsttätigem Lösen definiert, so ist abhängig von den genannten Parametern ein Verhältnis $M_{L(150°C)} / M_{A(RT)}$ über 30 - 37% zu fordern. Dies wurde mit allen Standard-Schraubengeometrien in Verbindung mit einer „Geomet[®] 321 + Plus[®] VL“ Beschichtung erreicht. Bei Kombischrauben liegen aufgrund der Relativbewegung zwischen zwei beschichteten Oberflächen unter Kopf die Werte etwas niedriger,

jedoch nicht im kritischen Bereich (siehe [Abbildung 5](#)).

Die ermittelten Warmlösemomente bei 150°C entsprechen bei allen geprüften Geometrien den Anforderungen.

9 Verträglichkeit mit klebenden und klemmenden Sicherungselementen

Die Verträglichkeit der untersuchten Oberflächenbeschichtung mit mikroverkapselten Klebern wurde mit zwei bekannten Sicherungsklebern „precote[®] 80 rot“ und „3M Scotch-Grip[™] 2353 blau“ untersucht. Die Prüfung wurde gemäß DIN 267- 27 Ausgabe Januar 2004 durchgeführt. Die ermittelten Werte für das Verhältnis Lösemoment zu Anzugsdrehmoment (M_L / M_A) liegen über dem in der Norm geforderten Wert von 0,9.

Die Funktion einer klemmenden Nylon-Patch Beschichtung wurde gemäß DIN 267- 28 Ausgabe Januar 2004 geprüft. Auch hier wurden alle Anforderungen erfüllt.

Die vorstehend genannten Prüfungen mit klebenden und klemmenden Gewindebeschichtungen können allerdings nur als erste Stichproben angesehen werden. Die Wirksamkeit entsprechender Gewindesicherungen muss durch umfangreiche Prüfungen unter Serienbedingungen nachgewiesen und im Einzelfall bewertet werden.

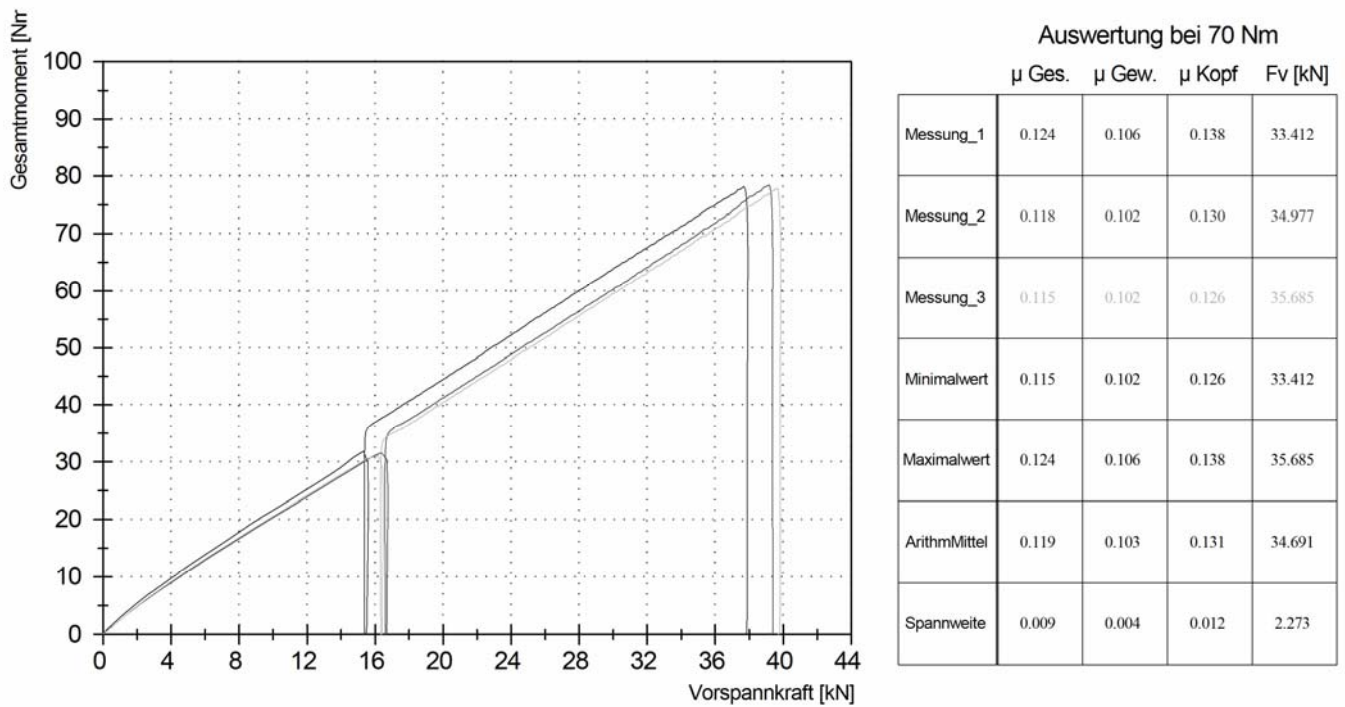


Abb. 4: Verschraubungsdiagramm M12, Dreifach-Anzug gegen KTL (200 min⁻¹ / 20 min⁻¹)

Fig. 4: Tightening diagram M12, multiple tightening against e-coat bearing surfaces (200 min⁻¹ / 20 min⁻¹)

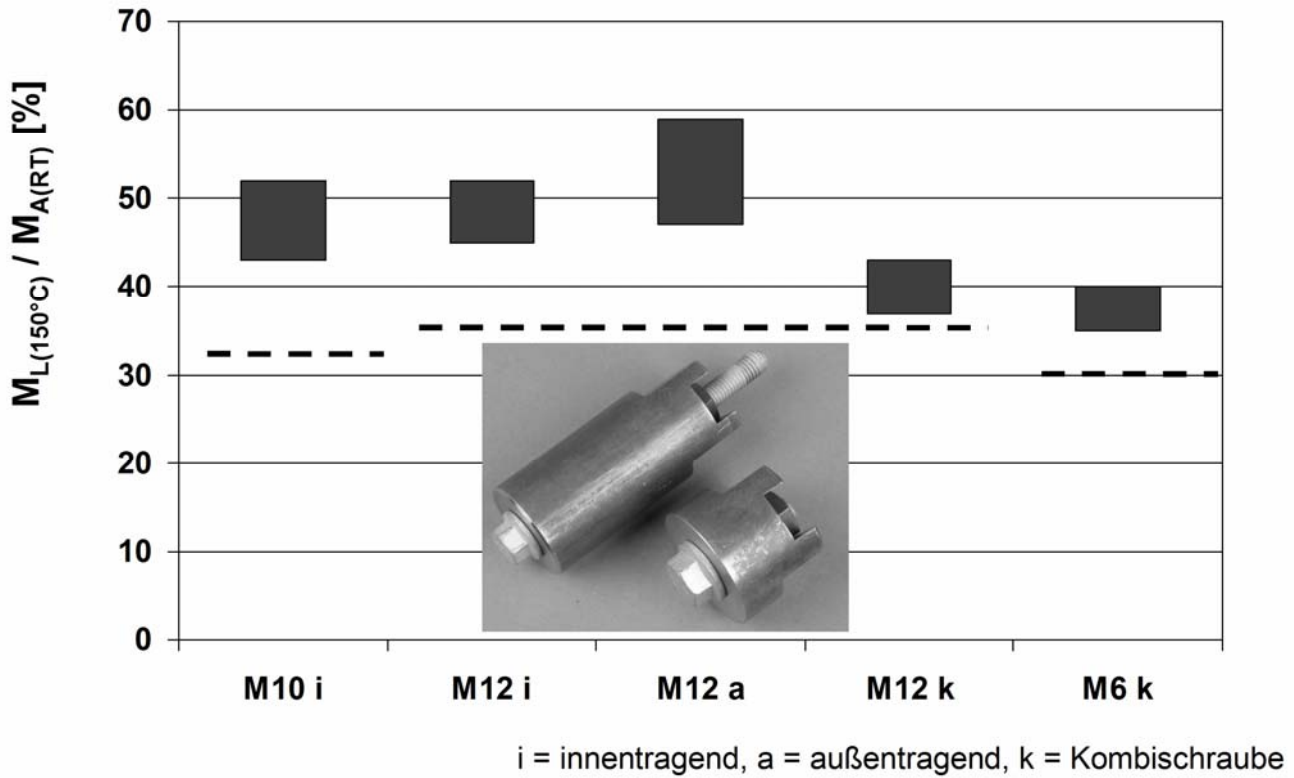


Abb. 5: Warmlösemomente bei 150 °C, ermittelt an verschiedenen Schraubengeometrien mit einer „Geomet® 321 + Plus® VL“- Beschichtung (i = Innenträger / konvex, a = Außenträger / konkav, k = Kombischraube)

Fig. 5: Loosening torques at 150°C for different bolt geometries coated with „Geomet® 321 + Plus® VL“ (i = convex, a = concave, k = bolt with captive washer)

10 Zusammenfassung

In Kooperation der Firmen Dacral, Leist und KAMAX wurde basierend auf der Cr(VI)-freien Zinklamellenbeschichtung "Geomet[®] 321" das Beschichtungssystem "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" entwickelt. Durch geeignete Kombination verschiedener Schmierstoffzusätze in der Deckschicht "Plus[®] VL" konnte ein sehr konstantes Verschraubungsverhalten bei Erst- und Mehrfachanzug gegen verschiedenste Kontaktflächen (z.B. Stahl, Aluminium, KTL-beschichtetes Blech) erreicht werden. Die hervorragenden

Verschraubungseigenschaften mit konstanten Reibungszahlen im angestrebten Bereich bestätigten sich auch bei praxisnahen, hohen Einschraubdrehzahlen. Das Verhalten bei erhöhten Betriebstemperaturen ist ebenfalls gut.

Durch eine optimierte Applikationstechnik konnten die von der Automobilindustrie für Zinklamellenbeschichtungen geforderten Korrosionsbeständigkeiten unter Serienbedingungen sicher erreicht werden. Das System erfüllt die Anforderungen an moderne Korrosionsschutzbeschichtungen

für Verbindungselemente und stellt auch wirtschaftlich eine Alternative zu heutigen Cr(VI)-haltigen Zinklamellenbeschichtungen dar.

Die vorstehend dargestellten Ergebnisse konnten inzwischen mehrfach verifiziert und in Serie umgesetzt werden. Das Beschichtungssystem "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" wurde inzwischen von VW/Audi und BMW als Standardbeschichtung für Verbindungselemente mit metrischem Gewinde freigegeben.

11 Literaturhinweise

- [1] Westphal, K.: *Keine Patentlösung in Sicht ... - Neue Chrom(VI)-freie Zinklamellensysteme für Verbindungselemente der Automobilindustrie*. In: mo metalloberfläche 56 (2002) Nr. 5, S. 20-23, Carl Hanser Verlag, München
- [2] Beyer, St.: *Cr(VI)-freie Zinklamellen-Überzüge für Verbindungselemente in der Automobilindustrie*. Stuttgarter DGO-Seminar "Die Galvanotechnik auf dem Weg zur Cr(VI)-freien Zone", 12. Dezember 2001

Der Autor



Dr.-Ing. Knut Westphal ist im Bereich Forschung und Entwicklung der KAMAX-Werke R. Kellermann GmbH & Co. KG für die Werkstoffentwicklung zuständig.

Geomet[®] :

Eingetragenes Warenzeichen der Firma Metal Coatings International Inc.

Plus[®] :

Eingetragenes Warenzeichen der Firma Metal Coatings International Inc.

precote[®] :

Eingetragenes Warenzeichen der Firma omni Technik

3M Scotch-Grip[™] :

Eingetragenes Warenzeichen der Firma 3M

An optimized Coating System for Fasteners with Metric Threads

In cooperation between Dacral, Leist and KAMAX the Cr(VI)-free coating system "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" was developed on the basis of the zinc flake coating "Geomet[®] 321". The optimized topcoat „Plus[®] VL" guarantees a constant tightening behavior in first and multiple tightening against different bearing surfaces. In this article, the investigation results and experiences with the optimized coating system are described.

1 Introduction

Based on the EU directive "End of live – vehicles" hexavalent chrome in corrosion protection coatings is prohibited after July 1st 2007 in automotive industry. Therefore new Cr(VI)-free coating systems were developed during the last years.

During introduction of new coating systems in assembly and serial production various problems are found in a lot of applications. Reasonable field experiences are missing for most of the new systems and optimization concerning chemistry of the products, application technology and processes is still running.

This situation led to the development of the coating system "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL". The investigation results and experiences with this optimized coating system are described in this paper.

2 Requirements defined for modern Cr(VI)-free corrosion protection coatings for fasteners

In automotive industry the following major requirements are defined for corrosion protection coatings for fasteners with metric threads:

- **appearance:** silver
- **corrosion resistance:** 480/720 h salt spray test in accordance with DIN 50021-SS
 - as coated
 - after mechanical loading

(operation-conveyer, feeding, ...)

- after thermal loading (engine, gearbox, ...)

- **gaugeability:** => limited layer thickness
- **tightening behavior:**
 - coefficient of friction, e.g. $\mu_{tot} = 0,09 - 0,14$ (VDA 235-101)
 - constant behavior in multiple tightening
 - tightening against steel, aluminum and e-coat bearing surfaces even at high tightening speed ≥ 200 rpm: avoidance of stick-slip behavior
 - reduced influence of elevated temperatures up to 150°C on loosening torque
- **function of micro encapsulated adhesives** (e.g. DIN 267-27 + DIN 267-28)

These requirements with the necessary information on testing are basically defined in national and international standards, customer specifications, VDA-sheets etc. This is not valid however for all requirements. Especially the topic of tightening behavior as well as behavior at elevated temperatures is not defined comprehensively, detailed information on the examination is missing almost completely.

Based on this lack of information as well as the unavailability of test facilities these requirements mostly are not considered by the developers of the coating systems. Thus, the examination takes place by practical application of coated fasteners in automotive industry. A more close cooperation between the developers of coating systems, job coaters, bolt

manufacturers and automotive industry therefore is needed.

Additionally it has to be mentioned, that Cr(VI) containing coatings have relevant advantages in corrosion protection. These advantages are of even higher value for fasteners in bulk production, due to the inevitable handling and sorting operations ("self-healing-effect").

3 Development of the coating system "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL"

Based on the unsatisfactory investigation results from the VDA inter-laboratory test of "Cr(VI)-free zinc flake coatings" 2001 [1, 2] as well as the present experiences of Dacral, Leist and KAMAX the introduced coating system "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" was developed.

Using an optimized application process, the improved topcoat „Plus[®] VL" was applied on top of the zinc flake basecoat „Geomet[®] 321". The combination of different lubricants in the top coat is influencing the tightening behavior favorably and improved corrosion resistance is achieved by the optimized application process.

For the examination of the subsequently explained characteristics, bolts of different dimensions (M6 to M12, length: 40 – 140 mm) and geometry (flange bolts, bolts with captive washers, bolts with external and internal drive geometry) were coated in production-like batch sizes at Leist. KAMAX

and Leist performed the necessary testing. Investigations were verified by experiments in automotive industry and meanwhile in different serial applications.

4 Corrosion resistance

Due to a lack of time corrosion resistance of coatings cannot be tested under real conditions, neither in development nor in serial production. Therefore accelerated lab-tests are used (e.g. salt spray test acc. to DIN 50021-SS, accelerated cyclic indoor corrosion test acc. to VDA 621-415). Although the transferability of salt spray test results into reality is very controversially discussed, this method is still used as standard test for corrosion resistance of coated fasteners. For fundamental examination of coating systems the bolts can be mechanically or thermally loaded before testing. Especially mechanical preloads are not yet defined in standards and specifications.

Common demands for corrosion resistance of zinc flake coated fasteners in automotive industry are defined between 480 and 720 hours in salt spray test before start of ferrous corrosion. Within the present investigation corrosion resistance was tested in salt spray test on bolts in three different conditions:

- as coated
- after mechanical loading (5 minutes operation conveyer)
- after thermal loading (96h / 180°C, in accordance with VDA 235-104)

Depending on the thickness of the base coat (definition Dacral; grade A ≥ 24 g/m², grade B ≥ 36 g/m²) 480 respectively 720 h salt spray resistance could be achieved in reproducible form for all conditions.

Within the limits of this investigation no part in the salt spray test in accordance with DIN 50021-SS failed through ferrous corrosion before attaining the claimed 720 hours. This is valid also for parts after mechanical as well as after thermal load (see figure 1).

5 Coating thickness / gaugeability

The coating thickness of "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" is generally similar to the known Dacromet coating. Depending on part geometry and coating weight (grade A ≥ 24 g/m², grade B ≥ 36 g/m²) the coating thickness of the zinc flake coating "Geomet[®] 321" is measured between 6 and 8 μ m respectively between 8 and 10 μ m. The coating thickness of the top coat "Plus[®] VL" averages 1 to 3 μ m.

For bolts with dimensions \geq M8 no gaugeability problems have to be expected. For dimensions \leq M6 as well as internal drive geometries in bolts \leq M8 problems may occur due to the relatively hard top coat. This problem can be solved by a 100% sorting operation. Concerning this issue, the coating system "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" does not differ from other coating systems with similar top coats.

6 Coefficient of friction / multiple tightening

The determination of the coefficient of friction as well as the behavior in multiple tightening was performed according to DIN 946 with hardened and ground steel bearing surfaces. The results show very even coefficients of friction in the aimed range between $\mu_{tot.} = 0,09 - 0,14$ with a very small scatter (example see figure 2). In multiple tightening (5-times) also a very even tightening behavior with constant clamp loads could be found (example see figure 3).

Concerning the scatter of coefficients of friction as well as constant clamp loads in multiple tightening, the tightening behavior of the coating system "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" demonstrates a major improvement compared to conventional wax lubrications on zinc flake coatings. It is known, that wax lubrication of bolts in dip-spin processes generally has the weakness of a relatively large scatter in coefficients of friction.

7 Tightening against e-coat bearing surfaces under practical conditions

The tightening behavior against e-coat bearing surfaces was tested under practical conditions with high tightening speeds of 200 rpm. Tightening tests were carried out in the KAMAX R&D lab on a test unit equipped with Bosch assembly spindles. After tightening with high rotation speed (200 rpm) up to a defined snug torque the spindle stops for a split second. Torque and rotation speed drops to zero before the tightening process is completed with a rotation speed of 20 rpm up to the final assembly torque. This test was also carried out as multiple tightening test (3-times). High coefficients of friction and stick-slip in discontinuous tightening processes mostly appear during the restart with low rotation speed after temporary stand still for conventional zinc flake coatings.

This test also has been carried out with different bolt sizes and geometries with positive results. An example is shown in figure 4. The tightening behavior against e-coat bearing surfaces under practical assembly conditions is excellent.

8 Loosening torques at elevated temperature (150°C)

Behavior of the coating system at elevated temperature (150°C), especially the influence on the coefficient of friction was tested by the determination of loosening torques at 150°C. The bolts to be tested were tightened at room temperature in steel blocks. The blocks were placed in an oven, preheated to 150°C. The loosening torques were determined after two hours at temperature. From the determined ration "loosening torque at 150°C to assembly torque at room temperature" ($M_{L150°C} / M_A$) the coefficient of friction at 150°C can be estimated. A coefficient of friction of $\mu \leq 0,06$ is regarded as critical for the

occurrence of self-loosening. Thus, a ratio of $M_{L150°C} / M_A$ above 0,3 to 0,37 is required, depending on the bolt geometry. This was achieved with all standard bolt geometries coated with "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" (see figure 5). For bolts with captive washers the values were closer to this limit due to the relative movement between two coated surfaces under head. However, the determined values are not regarded as critical.

The determined loosening torques at 150°C correspond to the demands for all tested geometries.

9 Function of micro encapsulated adhesives and plastic patch

The function of micro encapsulated adhesives on bolts with the "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" coating was tested with two common products „precote[®] 80 red“ and „3M Scotch-Grip[™] 2353 blue“.

The tests were performed according to DIN 267- 27, edition January 2004. The determined results for the ratio "loosening torque to assembly torque" (M_L / M_A) were all above the required value of 0.9.

The function of plastic patch coatings were tested according to DIN 267- 28, edition January 2004. Here also all defined requirements were achieved.

However, the described tests with micro encapsulated adhesives and plastic patch coatings can just be regarded as first samples. The effectiveness of these securing elements has to be proven in a wide range of experiments under practical conditions and has to be evaluated for each application.

10 Summary

In cooperation between Dacral, Leist and KAMAX the Cr(VI)-free coating system "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" was developed on the basis of the zinc flake coating "Geomet[®]". The optimized topcoat "Plus[®] VL" guarantees a constant tightening behavior in first and multiple tightening against different bearing surfaces (e.g. steel, aluminum, e-coat). Excellent tightening properties were also found in practical tests against e-coat bearing surfaces using high speed assembly spindles.

Due to an improved application process the corrosion resistance required by automotive industry for zinc flake coatings could be achieved reproducibly. The system "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" meets the technical and economical requirements defined for modern corrosion protection coatings for fasteners.

The results described in this paper could be verified several times and implemented in serial applications. Meanwhile, the coating system "Geomet[®] 321 + Plus[®] VL" was specified in VW/Audi and BMW standards as Cr(VI)-free zinc flake coating for fasteners with metric threads.