

# Technical Bulletin

provided by



Copyright by Henkel 2003. All rights reserved.  
Data shown is typical, and should not be construed  
as limiting or necessarily suitable for design. Actual  
data may vary from those shown herein.

## NEUE ERKENNTNISSE ZUR PASSIVSCHICHT AUF EDELSTAHLLOBERFLÄCHEN IM PHARMAZEUTISCHEN

Aufsatz Nr. 13 / Rev. 00

Dr. -Ing. Georg Henkel  
Dipl.-Ing. Benedikt Henkel

*The component's  
value is assured  
by its surface*



---

## NEUE ERKENNTNISSE ZUR PASSIVSCHICHT AUF EDELSTAHL OBERFLÄCHEN IM PHARMAZEUTISCHEN APPARATEFELD

Während bisher in weiten Bereichen bekannt gewesen ist, dass Edelstahllegierungen unter bestimmten Umgebungs- bzw. Produktionsbedingungen eine mehr oder minder dünne Chromoxidpassivschicht bilden und diese letztlich vor allem für den nichtrostenden Charakter der Oberfläche verantwortlich ist, haben jüngere Erkenntnisse, speziell in Form von Nachbetrachtungen bei Schadensfällen (meist Korrosionen), Veranlassung gegeben, dieses Phänomen näher zu untersuchen.

Als praktikable Untersuchungsmethoden für den strukturellen Aufbau von Oberflächenschichten, also die Morphologie, eignen sich im besonderen Auger- oder ESCS-Analysenmethoden (für relativ homogene Strukturen) sowie bei Inhomogenitäten (lokale Einschlüsse) die bekannte EDX-Analyse mit der Ergänzung von REM-Aufnahmen.

Nachdem in früheren Berichten in dieser Schrifreihe bereits ausführlich darauf eingegangen wurde, dass im besonderen nur elektrochemisch polierte Oberflächen die notwendige morphologische Reinheit besitzen, dass sich relativ ungestört homogene und stabile Chromoxidpassivschichten ausbilden können und dies bei mechanisch gefertigten Oberflächen in dieser gesicherten Form nicht möglich ist, wurden die nachfolgend berichteten Ergebnisse vor allem an elektrochemisch polierten Oberflächen Mat. 1.4435 mit einem anodischen Polierabtrag zwischen 30 - 40 µm und einer sich einstellenden Rauhtiefe Ra = 0,2 - 0,3 µm ermittelt.

Die Analysenergebnisse zeigen grundsätzlich ein typisches morphologisches Profil gemäß beiliegender **Typskizze 1**). Dabei ist zu erkennen, dass aufgrund des speziellen Passivierungsprozesses an der unmittelbaren Oberfläche infolge der deutlich ausgebildeten Chromoxidschicht ein Chrom-Eisen-Gewichtsverhältnis von 1,5 : 1 ermittelt werden kann, obgleich die Grundlegierung bekanntlich ein Verhältnis von 0,3 : 1 aufweist.

Dieses der Chromoxidschicht typische und signifikante Chrom-Eisen-Gewichtsverhältnis nimmt mit der Meßtiefe stetig ab und reduziert sich bei ca. 50 - 60 Å Tiefe auf den Legierungsbasiswert 0,3 : 1.

Dies bedeutet, dass die korrosionsschützende, vorwiegend chromoxiddominierte Matrixschicht eine typische Dicke von mindestens 20 Å (= 2 Nanometer) besitzt, wobei an der unmittelbaren Oberfläche ein Chrom-Eisen-Gewichtsverhältnis von 1,5 : 1 und in einer Tiefe von 10 Å von ca. 1 : 1 vorliegt.

Diese signifikante eisen- und damit eisenoxidunterdominante Schutzschicht enthält natürlich auch Nickel und Nickeloxide, sowie Molybdän und Molybdänoxide wie auch über Brückenbindung eingelagerte Wassermoleküle (**Typdiagramm 2.**)

Weiters ist für diese stabile Schutzschicht in Sinne der Korrosionshemmung signifikant, dass ein Ionentransport unterbunden wird.

Messungen betreffend Korrosionspotentialen an Oberflächen der beschriebenen Form zeigen eindeutig Vorteile in der Widerstandsfähigkeit gegenüber deutlich schwächer ausgebildeten Passivschichten.

Aufgrund des dynamischen Charakters derartiger Passivschichten ist neben dem Aufbau und der dafür verantwortlichen Parameter vor allem auch von Bedeutung die Erkenntnisse über den Abbau bzw. den Zerfall und gegebenenfalls den Neuaufbau zusammenzutragen.

Eine Listung der für den Zerfall der Chromoxidpassivschicht verantwortlichen Einflüsse und Parameter stellt in der Tat eine Zusammenstellung typischer korrosionsverursachender Handlungen bzw. Betriebsverhältnisse dar.

Die Kenntnisse dieser beschriebenen Mechanismen stellt somit ein recht hilfreiches Mittel für die optimale Behandlung und Betreuung von Edelstahloberfläche für die problemlose betriebliche Nutzung dar und kann in einfacher Weise in einem Wartungsplan mit wiederkehrenden Reinigungs-, Kontroll- und Passivierungsoperationen Niederschlag finden.

Anlage: Skizze 1  
Skizze 2

Für weitere Auskünfte stehen wir Ihnen gern zur Verfügung

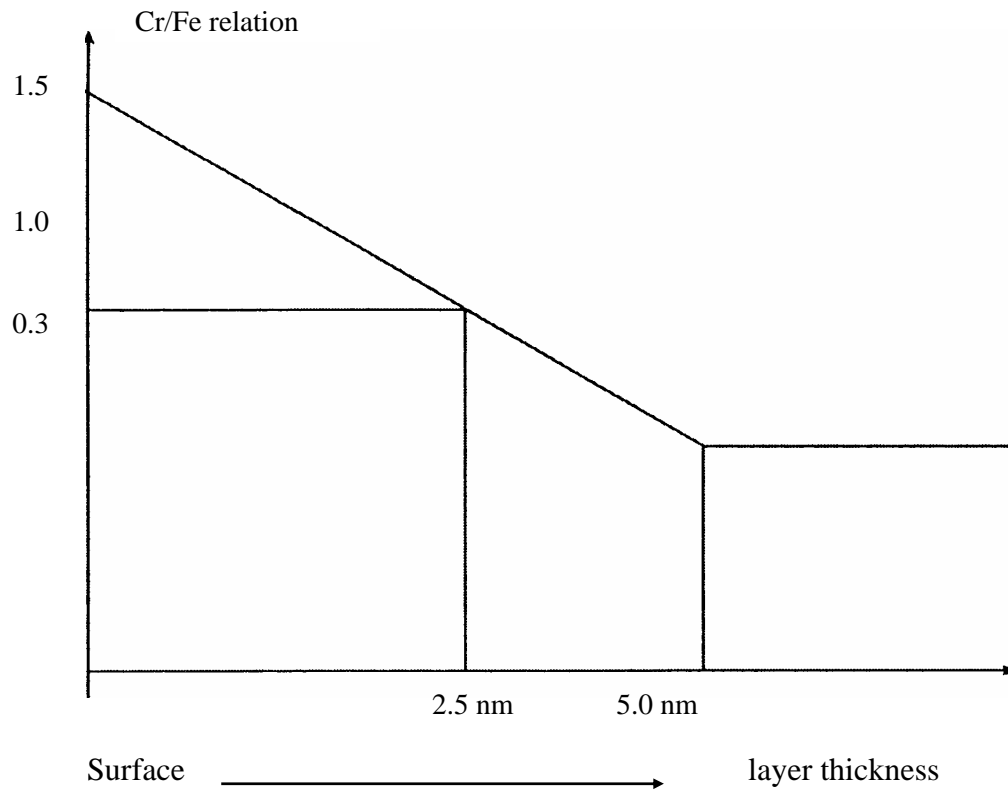


Fig. 1: Schematic diagram of the Cr/Fe ratio in the passive layer

Quelle: Dr. Georg Henkel: *Improved corrosion protection*, Chemical Plants and Processing **1/99**, S. 50.

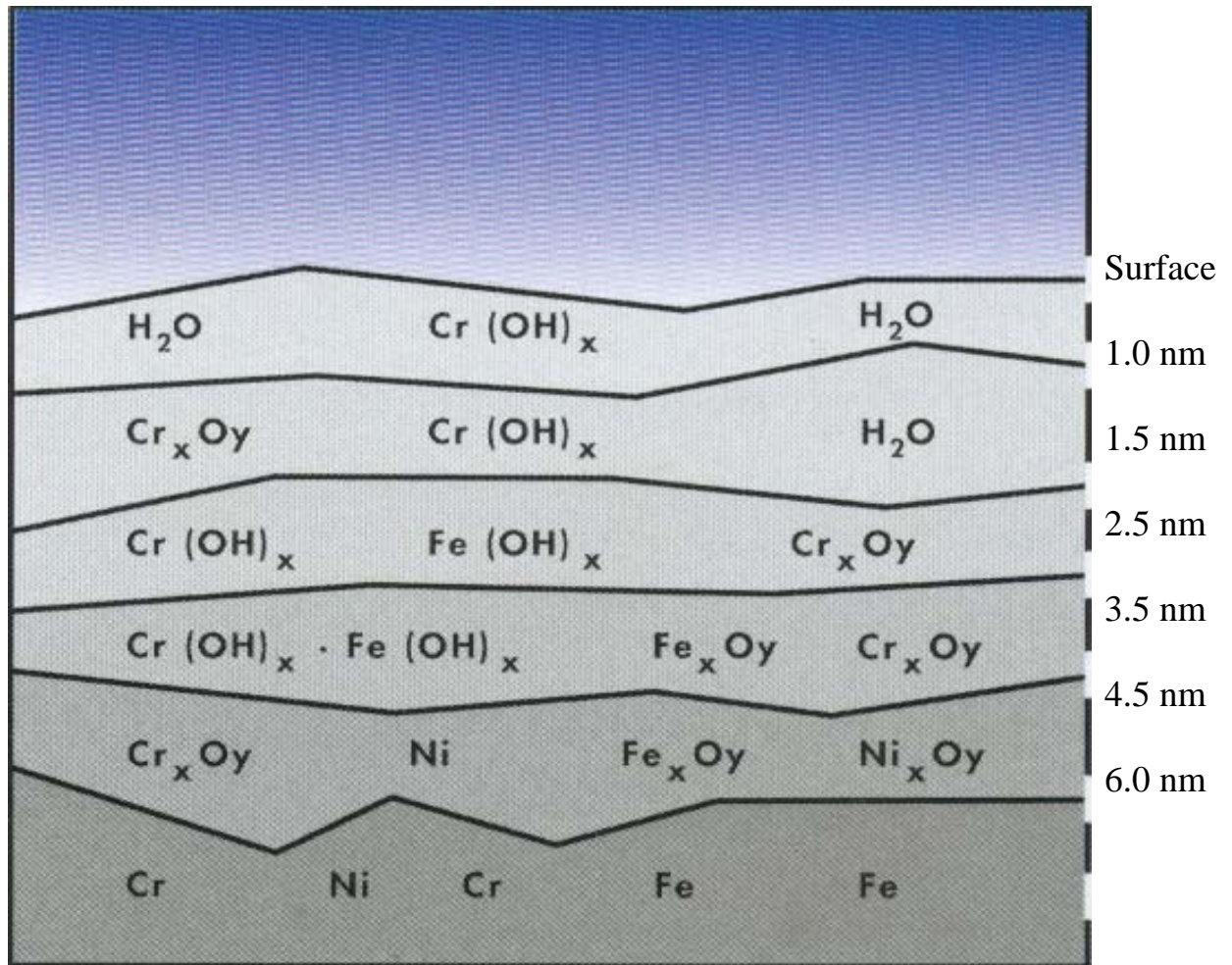


Fig. 2: Basic structure of the metallic matrix in the surface zone

Quelle: Dr. Georg Henkel: *Improved corrosion protection*, Chemical Plants and Processing **1/99**, S. 50.

# Technical Bulletin

## Procedures for the treatment of metal surfaces

- ▶ Electrochemical polishing
- ▶ Electrochemical and chemical deburring
- ▶ Chemical polishing
- ▶ Chemical pickling
- ▶ Passivation
- ▶ Derouging and professional repassivation

All services can be carried out on the premises of the customer

## Development and supply of

- ▶ chemicals for pickling, electropolishing and passivation of metal surfaces
- ▶ chemicals for derouging and repassivation of stainless steel surfaces
- ▶ turnkey constructions/equipments for the chemical and electrochemical surface treatment of metals

## Technical consultation

- ▶ for the surface treatment of
  - Stainless steel (i.e. 1.4435 / 1.4404 / 316l, 1.4539 / 904l, etc.)
  - Nickel and Nickel Alloys (i.e. Alloy 59, Hastelloy, Inconel)
  - Aluminium
  - Copper
  - Niobium
  - Titanium
  - Zirkonium
  - C-steel
- ▶ for apparatus, tubes and fittings in the food, beverage, chemical, cosmetic and pharmaceutical industries, bio and medical technology, plant, refrigeration and heat technology
- ▶ for surface treatment specifications for apparatus and tube systems
- ▶ concerning corrosion of stainless steel

## Further services

- ▶ Colouring of stainless steel
- ▶ Clean room treatment
- ▶ Waste water technology
- ▶ Research & Development

**We are member of VDMA, EHEDG und ISPE**

For further information please contact us

[info@henkel-epol.com](mailto:info@henkel-epol.com)  
[www.henkel-epol.com](http://www.henkel-epol.com)



Certified according to EN ISO 9001:2000  
Certificate no : A06/0007



HENKEL Beiz- und Elektropolieretechnik  
GmbH & Co. KG  
Stoissmühle 2  
A – 3830 Waidhofen / Thaya  
Tel : + 43 (0) 28 42 / 543 31 - 0\*  
Fax : + 43 (0) 28 42 / 543 31 - 30  
[info@henkel-epol.at](mailto:info@henkel-epol.at)  
[www.henkel-epol.com](http://www.henkel-epol.com)

HENKEL Beiz- und Elektropolieretechnik  
GmbH & Co. KG  
An der Autobahn 12  
D – 19306 Neustadt-Glewe  
Tel : + 49 (0) 387 57 / 66 - 0\*  
Fax : + 49 (0) 387 57 / 66 - 122  
[info@henkel-epol.com](mailto:info@henkel-epol.com)  
[www.henkel-epol.com](http://www.henkel-epol.com)

HENKEL Kémiai és Elektrokémiai  
Felületkezelő Kft  
H – 9172 Györzámoly, Központi Major  
Tel : + 36 (0) 96 / 352 - 035  
Fax : + 36 (0) 96 / 585 - 035  
[info@henkel-epol.hu](mailto:info@henkel-epol.hu)  
[www.henkel-epol.com](http://www.henkel-epol.com)

*The component's  
value is assured  
by its surface*

