

Whitepaper

Neue Erkenntnisse zur Passivschicht auf
Edelstahloberflächen im pharmazeutischen
Apparatefeld

Folgen Sie uns:



© HENKEL 23.09.2021. 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.

Je nach Homogenität der Oberfläche bieten sich unterschiedliche Analysen an.

Das Cr/Fe-Verhältnis gibt Auskunft über die Güte der Passivschicht.

Allgemein ist bekannt, dass Edelstahllegierungen wie 1.4404/1.4435/316L unter bestimmten Umgebungs- bzw. Produktionsbedingungen eine mehr oder minder dünne Chromoxidpassivschicht bilden (Cr / Fe - bzw. Cr-oxid / Fe-oxid -Verhältnis $> 1,5$ bzw. $> 3,0$) und diese letztlich vor allem für den nicht-rostenden (passiven) Charakter der Oberfläche verantwortlich ist. Jüngere Erkenntnisse, speziell in Form von Nachbetrachtungen bei Schadensfällen (meist Korrosionen), gaben jedoch Veranlassung, dieses Phänomen näher zu untersuchen.

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

In weiteren Whitepapers (vgl. etwa [„Die Passivschicht von austenitischen Chromnickelstahllegierungen wie 1.4435 o. ä.“](#)) wurde bereits hervorgehoben, dass im Besonderen nur elektrochemisch polierte Edelstahloberflächen die notwendige morphologische Reinheit besitzen, die für die Ausbildung einer ungestört homogenen und stabilen Chromoxidpassivschicht nötig ist. Auch wurde stets darauf hingewiesen, dass dies bei mechanisch gefertigten Oberflächen in dieser gesicherten Form nicht möglich ist (vgl. hierzu [„Darstellung der verschiedenen Herstellverfahrensschritte betreffend der technischen Eigenschaften \[...\]“](#)). Daher wurden die nachfolgend berichteten Ergebnisse vor allem an elektrochemisch polierten (elektropolierten) Oberflächen aus Material 1.4435 mit einem anodischen Materialabtrag zwischen $10 - 20 \mu\text{m}$ und einer sich einstellenden Oberflächenrautiefe $R_a = 0,2 - 0,3 \mu\text{m}$ ermittelt.

Die Analysenergebnisse zeigen grundsätzlich ein typisches morphologisches Profil wie in Abb. 1 dargestellt.

Dabei ist zu erkennen, dass aufgrund des speziellen Passivierungsprozesses an der unmittelbaren Oberfläche infolge der deutlich ausgebildeten Chromoxidschicht ein Chrom-Eisen-Verhältnis 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-Verhältnis nimmt mit der Messtiefe stetig ab und reduziert sich bei ca. $50 - 60 \text{ \AA}$ (ent-

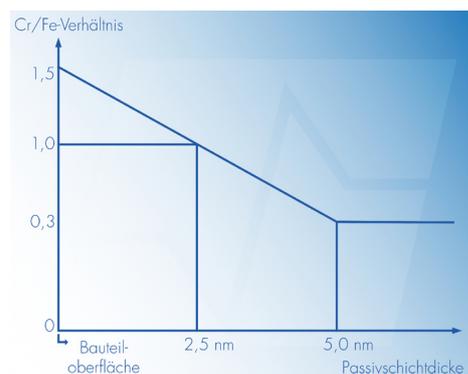


Abb. 1: Schematische Darstellung des Cr / Fe- Verlaufs in der Passivschicht, Material 1.4404/1.4435/316L

spricht 1nm) Tiefe auf den Legierungsbasiswert 0,3 : 1.

Der Ionentransport sollte unterbunden sein.

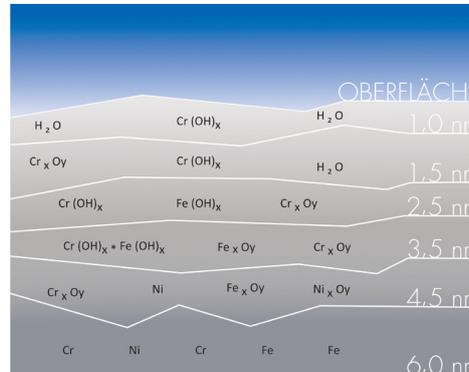


Abb. 2: Grundstruktur der metallischen Oberflächenmatrix, Material 1.4404/1.4435/316L

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 (entspricht 1nm) 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 (siehe Abb. 2.).

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

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

Kenntnisse über den Abbau der Passivschicht sind hilfreich im Praxisbetrieb.

Aufgrund des dynamischen Charakters (sprich der thermodynamischen Stabilität) 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 (Medien-) Einflüsse und Parameter stellt in der Tat eine Zusammenstellung typischer korrosionsverursachender Handlungen bzw. Betriebsverhältnisse dar.

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

Literaturhinweis und Quellennachweis für die Abbildungen:

G. Henkel, F. Stieneker, M. Wesch, Lexikon der Pharma-Technologie – Werkstoffe und Verfahren, 2. Aufl., Editio Cantor Verlag, Aulendorf, 2013.

G. Henkel, J. Rau, B. Henkel, Topographie und Morphologie funktionaler Edelstahloberflächen, 2. Aufl., Kontakt & Studium Band 691, Expert Verlag, Renningen, 2015.

Wenn Sie Fragen zu diesem Whitepaper
oder zu unseren Dienstleistungen haben,
sprechen Sie uns an.

Korrespondierender Autor ist Herr Benedikt Henkel.

Deutschland

HENKEL Beiz- und Elektropoliertechnik GmbH & Co. KG
An der Autobahn 12
D - 19306 Neustadt-Glewe
Tel. +49 (0) 38757 66-0
E-Mail: info@henkel-epol.com

Österreich

HENKEL Beiz- und Elektropoliertechnik Betriebs GmbH
Stoissmühle 2
A - 3830 Waidhofen / Thaya
Tel. +43 (0) 2842 543 31-0
E-Mail: info@henkel-epol.at

Ungarn

HENKEL Kémiai és Elektrokémiai Felületkezelő Kft.
H-9027 Győr, Ipari Park
Tibormajori út 18.
Tel. +36 (0) 96 510 110
E-Mail: info@henkel-epol.hu

Folgen Sie uns auf LinkedIn:

