

## Optimierung und Dokumentation der Qualität von Passivierungsschichten bei Edelstählen

### Zusammenfassung der Prüfergebnisse

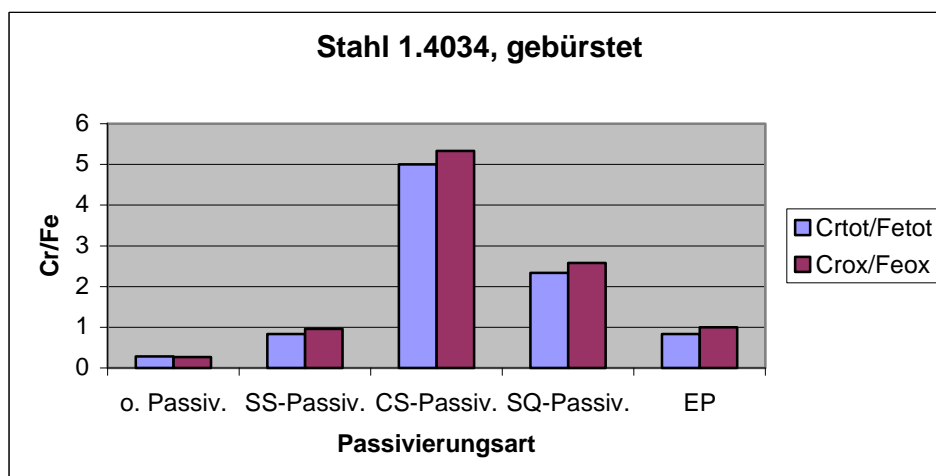
In dem vorliegenden Verbundvorhaben wurde eine Bewertung der Qualität von Passivierungsschichten über die Messung der chemischen Zusammensetzung des Werkstoffes an der Oberfläche und der Untersuchung der Topographie erarbeitet. Die Untersuchungen an passivierten Edelstahloberflächen wurden dabei in Anlehnung an die Standards 90120403B-STD (XPS) und 90120401B-STD (SEM) durchgeführt. Um einen gewissen Anschluß an konventionelle Analysenverfahren zu erhalten wurden an ausgewählten Proben Ruhepotentialmessungen und Zyklische Voltammetrie durchgeführt.

Untersucht wurden die beiden Stähle 1.4034 und 1.4021. Als Passivierungsverfahren kamen zur Anwendung das Salpetersäureverfahren, das Zitronensäureverfahren, das Sequestrierungsverfahren und das Elektropoliturverfahren.

Hinsichtlich der Oberflächenzustände wurden die Zustände mattiert („3M“ gebürstet) und hochglanzpoliert verwendet, wobei die hochglanzpolierte Oberfläche der elektropolierten Oberfläche entspricht.

Die Prüfung der chemischen Zusammensetzung der Werkstoffoberflächen wurde in Anlehnung an den Standard 90120403B-STD (XPS) mit der Photoelektronenspektroskopie XPS durchgeführt. Dabei wurden insbesondere die Konzentrationsverhältnisse Chromoxid / Eisenoxid sowie Chrom / Eisen quantitativ bestimmt.

Die Untersuchungen zeigen, daß bei allen Passivierungsprozessen und bei allen Oberflächen sowohl eine Erhöhung des Chromgehaltes an der Oberfläche als auch eine Erhöhung des Chromoxidanteiles an der Oberfläche erreicht wird. Unterschiede gibt es allerdings bei der quantitativen Auswertung. In den folgenden Diagrammen sind die Konzentrationsverhältnisse von Chrom zu Eisen bzw. von Chromoxid zu Eisenoxid zusammenfassend dargestellt.

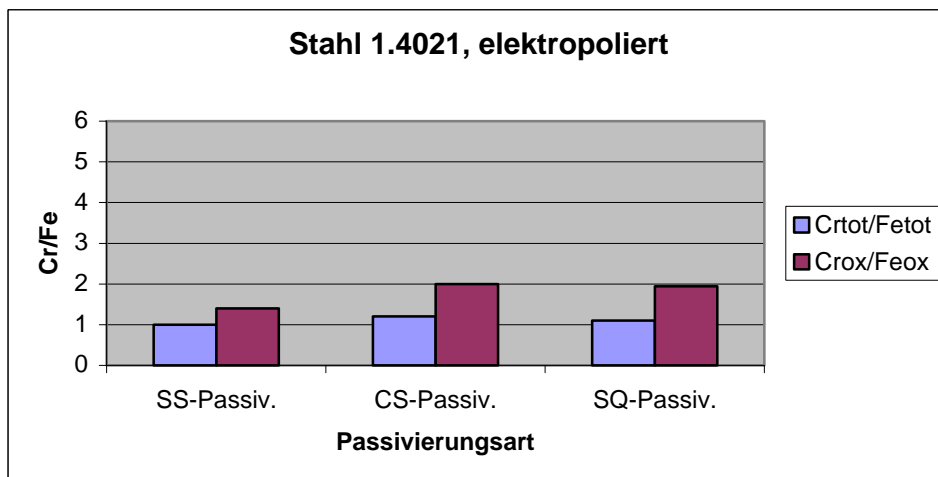
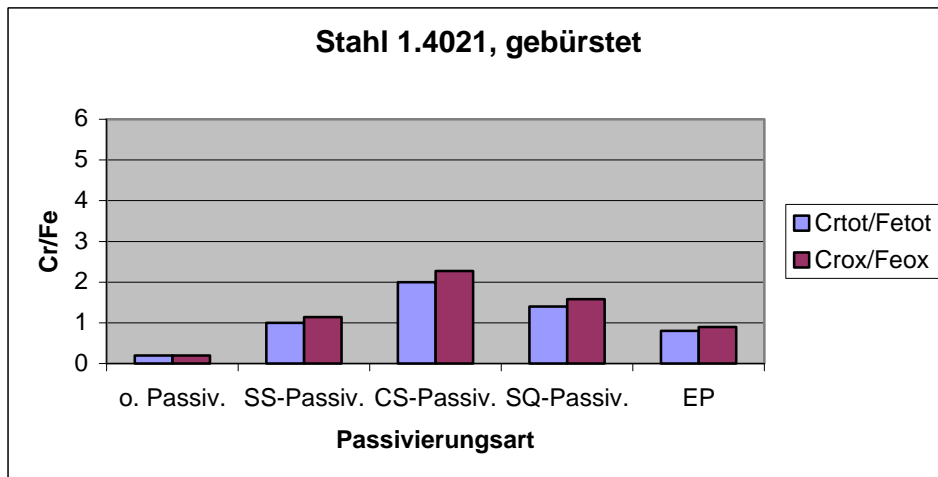
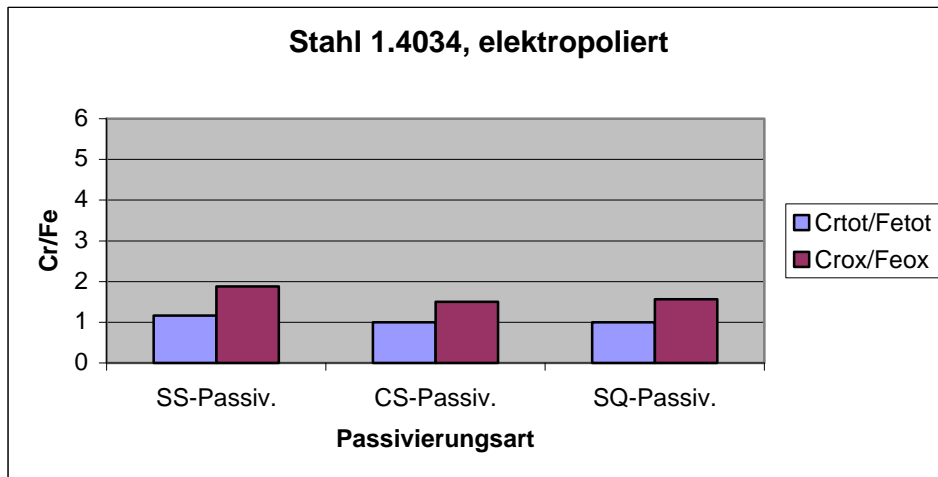


NMI  
Naturwissenschaftliches  
und Medizinisches Institut  
an der Universität Tübingen

Markwiesenstraße 55  
D-72770 Reutlingen  
Tel. 0 71 21 5 15 30 - 0  
Fax 0 71 21 5 15 30 - 16

Die durchgeführten Prüfungen beziehen sich nur auf die benannten Prüfgegenstände. Die Vervielfältigung und Weitergabe des Berichts ist nur in vollem Umfang erlaubt.

Bericht DAP P08F020 Rev 01  
ZusammenfassungPrüfergebnisse.doc  
Seite 1 von 4

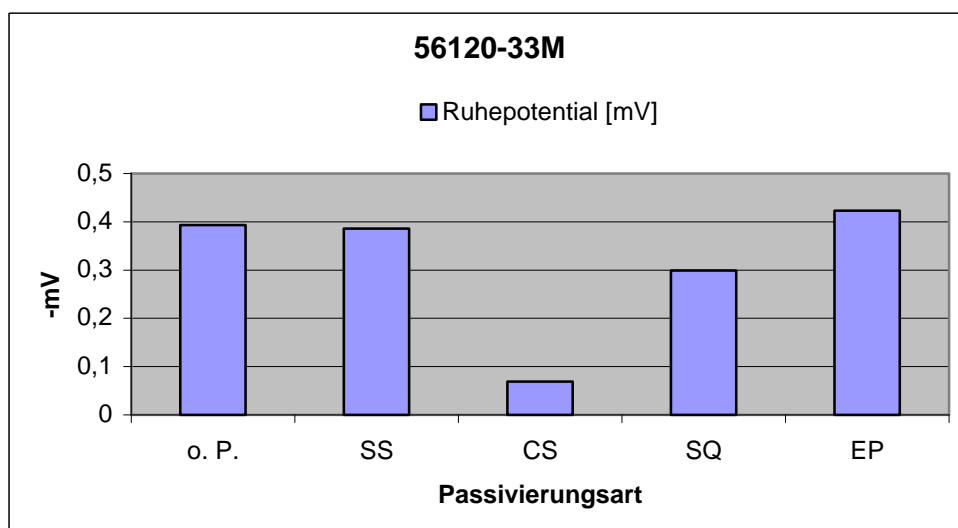
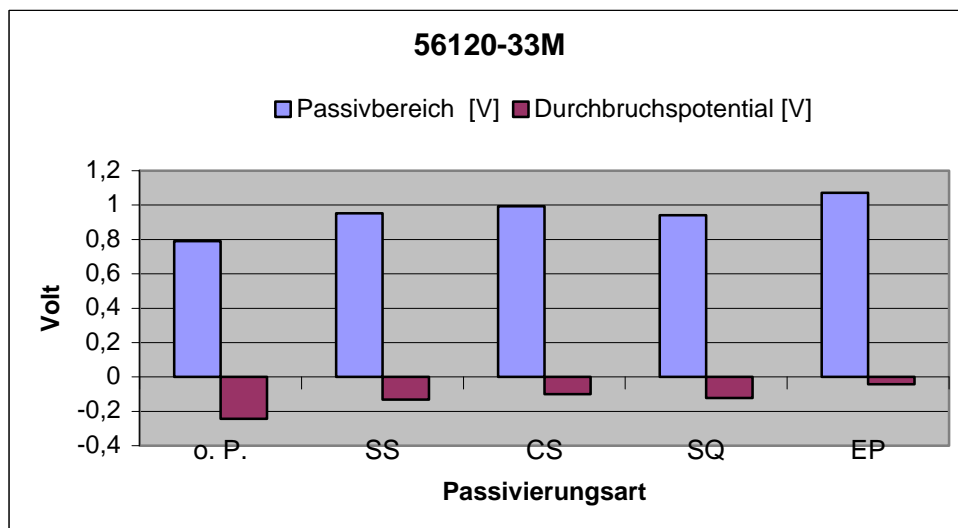


## Optimierung und Dokumentation der Qualität von Passivierungsschichten bei Edelmetallen

Die Auswertung der Diagramme ergibt ein ähnliches Ergebnis der vier Passivierungsverfahren Salpetersäure (SS), CitriSurf 2250 (CS), Sequestrierung (SQ) und Elektropolitur (EP) bei den beiden Werkstoffen 1.4034 und 1.4021. Die höchsten Konzentrationsverhältnisse von Chrom zu Eisen bzw. von Chromoxid zu Eisenoxid werden mit CitriSurf 2250 erreicht, gefolgt von Sequestrierung, Salpetersäure und Elektropolitur. Beim 1.4034 werden dabei mit CitriSurf 2250 und Sequestrierung höhere Werte erreicht als beim 1.4021, während die Konzentrationsverhältnisse mit Salpetersäure und Elektropolitur bei beiden Werkstoffen vergleichbar sind.

Die Wirkung der Passivierungsverfahren auf die elektropolierte Oberfläche führt zu vergleichbaren Konzentrationsverhältnissen. Die Werte sind dabei deutlich niedriger als bei den gebürsteten Oberflächen und nur geringfügig höher als bei der elektropolierten Oberfläche ohne nachträgliche Passivierung.

Die Ergebnisse aus den Ruhepotentialmessungen und der Zyklischen Voltammetrie stimmen mit den Untersuchungen nach Standard 90120403B-STD (XPS) gut überein. Lediglich bei der elektropolierten Oberfläche werden bei den elektrochemischen Methoden höhere Werte gemessen als mit XPS. Die Ursache dafür ist noch unklar.



## ***Optimierung und Dokumentation der Qualität von Passivierungsschichten bei Edelstählen***

Die Prüfung der Struktur der Werkstoffoberfläche wurde in Anlehnung an den Standard 90120401B-STD (SEM) mit der Rasterelektronenmikroskopie SEM durchgeführt. Hierbei sollten mögliche Schäden der Oberflächenstruktur durch den Passivierungsprozeß erkannt werden.

Die Werkstoffe mit Oberflächenzustand gebürstet (3M) ohne Passivierung zeigen eine raue Oberfläche mit Bearbeitungsriefen.

Durch die Passivierung mit Salpetersäure, CitriSurf 2250- bzw. Sequestrierung treten keine signifikanten Unterschiede im Vergleich zu den nicht passivierten Oberflächen auf. Allerdings wird bei der Salpetersäurepassivierung eine hohe Partikelzahl beobachtet, deren Herkunft nicht bekannt ist.

Die Werkstoffe 1.4034 und 1.4021 mit Elektropolitur-Passivierung zeigen eine stark veränderte Oberflächenstruktur. Die Oberfläche ist glatt und Bearbeitungsriefen sind nicht mehr erkennbar. Beim Werkstoff 1.4034 fällt eine große Zahl kleiner Löcher und dunkler Flecken auf, während diese beim Werkstoff 1.4021 deutlich geringer ist. Die Flecken weisen dabei teilweise eine längliche Form auf.

Die passivierten Werkstoffe mit elektropoliertem Ausgangszustand zeigen keine strukturellen Veränderungen durch den Passivierungsprozeß.