

Schweizerische Gesellschaft
für Oberflächentechnik
Arbeitsgruppe Wasserstoffinduzierte
Versprödung



Ausgabe November 1990 Edition novembre 1990

Beizen und Passivieren von nichtrostenden Stählen

Décapage et passivation des aciers inoxydables

Inhalt	Seite	Table des matières	Page
1. Zweck	2	1. But	2
1.1 Beizen	2	1.1 Décapage	2
1.2 Passivieren	2	1.2 Passivation	2
2. Werkstoffe	3	2. Matériaux	3
3. Beiz- und Passivierungskemikalien	3	3. Produits chimiques de décapage et de passivation	3
3.1 Beizchemikalien	3	3.1 Produits chimiques de décapage	3
3.1.1 Beizbäder	4	3.1.1 Bains de décapage	4
3.1.2 Beizpasten	4	3.1.2 Pâtes de décapage	4
3.2 Passivierungskemikalien	4	3.2 Produits chimiques de passivation	4
4. Verfahrenstechnik	5	4. Procédés techniques	5
4.1 Chemisches Beizen von nichtrostenden Stählen	5	4.1 Décapage chimique d'aciers inoxydables	5
4.1.1 Vorbereitungen	5	4.1.1 Préparatifs	5
4.1.2 Ablauf des Beizens	6	4.1.2 Déroulement du décapage	6
4.2 Mechanische Reinigungsverfahren	7	4.2 Procédé mécanique de nettoyage	7
4.3 Lagerung der gebeizten Teile	8	4.3 Stockage des pièces décapées	8
5. Kontrolle der Oberflächenbeschaffenheit	9	5. Contrôle de l'état de surface	9
6. Kontrolle der Beizbadzusammensetzung	10	6. Contrôle de la composition du bain de décapage	10
6.1 Bestimmung des HNO ₃ /HF-Gehaltes	10	6.1 Détermination de la concentration en HNO ₃ /HF	10
6.2 Bestimmung des Metallgehaltes	10	6.2 Détermination de la concentration en métaux lourds	10
7. Beizen und Umwelt	11	7. Décapage et environnement	11
7.1 Abwasser	11	7.1 Eaux usées	11
7.2 Abluft	11	7.2 Evacuation de l'air	11
8. Arbeitssicherheit	12	8. Sécurité du travail	12
8.1 Persönliche Schutzmassnahmen und Ausrüstung	12	8.1 Mesures de protection personnelles et équipements	12
8.2 Bauliche Schutzmassnahmen und Ausrüstung	13	8.2 Mesures de protection des locaux et équipements	13
9. Anhang	13	9. Annexe	13
9.1 Chemische Zusammensetzung nichtrostender Stähle	13	9.1 Composition chimique des aciers inoxydables	13
9.2 Methoden zur Prüfung der Oberflächen-sauberkeit	14	9.2 Méthodes de contrôle de la qualité des surfaces	14
9.3 Literaturhinweise	16	9.3 Rappels bibliographiques	16
Auskünfte und Anregungen	18	Renseignements et propositions	18
Weitere SGO-Merkblätter	18	Autres notices de la SST	18

1. Zweck

1.1 Beizen

Die nichtrostenden Stähle verdanken ihre Korrosionsbeständigkeit einer mikroskopisch dünnen, von bloßem Auge unsichtbaren, oxidischen Schutzschicht, der sogenannten Passivschicht. Voraussetzung für die Bildung einer fehlerfreien, wirksamen Passivschicht ist eine saubere, metallisch blanke Oberfläche. *Zweck des Beizens ist es, Verunreinigungen und Oberflächenstörungen, welche die Ausbildung einer einwandfreien Passivschicht stören, in geeigneten Säuregemischen aufzulösen.* Gelegentlich wird das Beizen ebenfalls zur Erzeugung einer matten Oberfläche eingesetzt.

Die zu entfernenden Verunreinigungen und Oberflächenstörungen können von sehr unterschiedlicher Art sein, wie z.B.:

- Zunderschichten und Anlauffarben von einer Wärmebehandlung in oxidierender Atmosphäre, einer Warmformgebung oder vom Schweißen
- Schlackenrückstände vom Schweißen
- Ziehmittlerückstände auf Draht wie z.B. Kupfer oder Oxalate
- Oberflächenverunreinigungen mit unlegiertem Stahl, die zu sogenanntem Fremdstoff führen würden
- feine Schuppen oder Überlappungen, die bei der Bearbeitung entstanden sind und Spaltkorrosion verursachen können
- dünne Oberflächenbereiche mit Zug-Eigenspannungen, die von der Bearbeitung herrühren und bei gleichzeitiger Einwirkung gewisser Korrosionsmedien, die Spannungsrisskorrosion verursachen, sind z.B. Chloride, Schwefelwasserstoff, Laugen wie NaOH und KOH bei höherer Konzentration und Temperatur.

Das Risiko von Spannungsrisskorrosion ist bei den verschiedenen nichtrostenden Stählen unterschiedlich groß. So sind z.B. die meisten austenitischen Stähle anfälliger als die ferritischen Stähle.

Bei Unsicherheiten: Fachmann beiziehen

1.2 Passivieren

Obwohl sich die nichtrostenden Stähle auch an der Luft selbst passivieren, hat sich bei kritischer Korrosionsbeanspruchung eine zusätzliche Passivierung mit verdünnter Salpetersäure als vorteilhaft erwiesen, um ein Höchstmaß an Korrosionsbeständigkeit zu erreichen. Wegen der oxidierenden Wirkung der Salpetersäure erfolgt die Ausbildung der Passivschicht schneller und dichter.

Die Passivierung kommt beispielsweise wie folgt zur Anwendung:

- Als Nachbehandlung nach dem Beizen. Damit können auch Verfärbungen, die durch unzureichendes Spülen nach dem Beizen entstanden sind, beseitigt werden.
- Als Schlussbehandlung von geschliffenen, gebürsteten oder polierten Oberflächen, die nicht gebeizt werden können, weil sonst der erwünschte Oberflächenaspekt verlorengeht. Bei elektrolytisch oder mechanisch auf Hochglanz polierten Oberflächen sind Vorversuche vorzunehmen, da je nach Stahlsorte, wie z.B. bei schwefellegierten Automatenstählen, ein gewisser Glanzverlust auftreten kann.

1. But

1.1 Décapage

La résistance à la corrosion, des aciers inoxydables est due à une couche de protection d'oxyde très mince, invisible à l'œil nu, appelée couche passive. La condition préalable à la formation d'une couche passive efficace, exempte de défauts, est une surface métalliquement nue et propre. Le but du décapage est de dissoudre les impuretés et défauts superficiels qui gênent la formation d'une parfaite couche passive compacte dans des mélanges acides adéquats. Occasionnellement, le décapage est également utilisé pour la génération d'une surface mate.

Les impuretés et défauts de surfaces à éliminer peuvent être de types très différents, comme par exemple:

- Couches de calamine et colorations de revenu formées par traitement thermique en atmosphère oxydante, lors du formage à chaud ou du soudage
- Résidus de scories de soudures
- Résidus d'agents d'étréage sur des fils, comme par exemple le cuivre ou l'oxalate
- Impuretés superficielles d'acier non allié pouvant conduire à une rouille erratique
- Fines écailles ou peaux formées lors du laminage, étréage, forgeage, fraisage pouvant provoquer une corrosion cavernueuse
- Epaisseurs minces à la surface présentant des contraintes internes en traction qui sont suscitées par l'usinage et favorisent la corrosion sous contrainte dans certains milieux corrosifs. Les milieux corrosifs, qui provoquent la corrosion sous contrainte, sont par exemple les chlorures, l'hydrogène sulfuré, les bases, telles que NaOH et KOH, à concentration et température élevées.

Le risque de corrosion sous contrainte est d'une importance variable pour les différents aciers inoxydables. Ainsi par exemple la plupart des aciers austénitiques sont plus sensibles que les aciers ferritiques.

En cas d'incertitude: Consultez un spécialiste

1.2 Passivation

Bien que les aciers inoxydables se passivent d'eux-mêmes à l'air, une passivation supplémentaire, avec de l'acide nitrique dilué, s'est avérée avantageuse dans le cas d'une sollicitation critique à la corrosion de manière à obtenir un maximum de résistance à la corrosion. La formation de la couche passive intervient plus rapidement et de façon plus dense du fait de l'effet oxydant de l'acide nitrique.

La passivation est par exemple appliquée dans les cas suivants

- Comme traitement complémentaire après le décapage. Des colorations, qui sont le résultat d'un rinçage insuffisant après le décapage, peuvent ainsi être éliminées.
- Comme traitement final de surfaces rectifiées, broisées ou polies qui ne peuvent être décapées pour ne pas modifier l'aspect souhaité de la surface. Des essais préalables doivent être effectués dans le cas de surfaces de brillance élevée polies électrolytiquement ou mécaniquement; suivant la sorte d'acier, comme par exemple les aciers de décoltage alliés au soufre, une certaine perte de brillance peut intervenir.

- Bei Apparaten und Teilen, die chemisch hoch beansprucht werden, als periodische Unterhaltsarbeit, um eine möglicherweise leicht beschädigte Passivschicht wieder vollständig nachzubilden.
- Zur Auflösung von Oberflächenverunreinigungen aus unlegiertem Stahl, die nicht zu tief in die Oberfläche eingedrungen sind, sowie zur Entfernung von leichtem Fremdrost.

2. Werkstoffe

Nichtrostende Stähle sind Eisenbasiswerkstoffe mit im allgemeinen mindestens 12 % Chrom und höchstens 1,2 % Kohlenstoff. Sie können darüber hinaus noch andere Legierungselemente enthalten, wie beispielsweise Nickel, Molybdän und Kupfer, die das Korrosionsverhalten verbessern.

Die Tabelle im Anhang 9.1 enthält die chemische Zusammensetzung, die Werkstoffnummer sowie den Kurznamen einiger in DIN 17440 genormter nichtrostender Stähle.

Für den Vergleich der Werkstoffbezeichnungen nach DIN mit anderen Normen sei auf den «Stahlschlüssel», Verlag Stahlschlüssel-Wegst GmbH, D-7142 Marbach, verwiesen.

Im Zusammenhang mit dem Beizen muss der unterschiedlichen Säurebeständigkeit der verschiedenen Stähle Rechnung getragen werden. Dies bedeutet, dass die *Säurekonzentration des Beizbades, die Beizdauer und die Temperatur auf die jeweilige Stahlsorte und die zu entfernenden Verunreinigungen abgestimmt werden müssen*. Stähle, die stark kaltverformt sind sowie Stähle mit weniger als ca. 16 % Chrom und Automatenstähle erfordern allgemein eine niedrigere Säurekonzentration und kürzere Beizzeiten. Unter Umständen sind die optimalen Arbeitsbedingungen durch Vorversuche zu ermitteln. Dies gilt insbesondere auch für Sonderlegierungen, wie z.B. Hastelloy®, Incoloy®, Monel® usw.

Beim Beizen von martensitaushärtbaren Chromstählen, ausscheidungshärtbaren- und Maragingstählen mit einer Zugfestigkeit ab 1000 N/mm² entsprechend 300 HV oder 30 HRC besteht die Gefahr von wasserstoffinduzierter Versprödung. Bei diesen Stählen sind mechanische Reinigungsverfahren wie z.B. Sandstrahlen oder Bürsten vorzuziehen. Falls dies nicht möglich ist, muss unmittelbar nach dem Beizen bei 180–200 °C, während 4–6 Std. getempert werden. Weitere Einzelheiten zum Problem der wasserstoffinduzierten Versprödung können dem SGO-Merkblatt W1, «Wasserstoffinduzierte Versprödung bei der Oberflächenveredelung von Stahlteilen» entnommen werden.

3. Beiz- und Passivierungschemikalien

3.1 Beizchemikalien

Bei den nichtrostenden Stählen bestehen Zunder und Anlauffarben hauptsächlich aus Chromoxiden, die in den für unlegierte Stähle üblichen Beizsäuren nur schwer löslich sind.

- Dans les cas d'appareils et de pièces, qui sont chimiquement hautement sollicités, sous la forme d'un entretien périodique pour régénérer une couche passive éventuellement endommagée.
- Pour dissoudre les impuretés de surface en acier non allié qui n'ont pas pénétré trop profondément dans la surface, de même que pour éliminer une rouille erratique.

2. Matériaux

Les aciers inoxydables sont des matériaux à base de fer, comportant en règle générale au minimum 12 % de chrome et au maximum 1,2 % de carbone. D'autre part, ils peuvent également contenir d'autres éléments d'alliage, comme par exemple du nickel, du molybdène et du cuivre, qui améliorent le comportement à la corrosion.

Le tableau de l'annexe 9.1 indique la composition chimique, le numéro spécifique et la désignation de certains aciers inoxydables compris dans la norme allemande DIN 17440.

On peut comparer les désignations des matériaux selon la norme DIN à d'autres normes dans la «Clef des aciers», édition Stahlschlüssel-Wegst GmbH, D-7142 Marbach.

La résistance aux acides variable des différents aciers doit être prise en considération lors du décapage. Ceci signifie que la concentration en acide du bain de décapage, la durée de décapage et la température doivent être adaptées aux nuances d'aciers correspondantes et aux impuretés à éliminer. Les aciers fortement déformés à froid, les aciers comportant moins d'environ 16 % en chrome et les aciers de décoltage, nécessitent en règle générale une concentration d'acide plus faible et des durées de décapage plus courtes. Les conditions de travail optimales doivent, dans certaines circonstances, être déterminées par des essais préalables. Ceci s'applique, en particulier, aux alliages spéciaux, comme par exemple l'Hastelloy®, l'Incoloy®, le Monel®, etc.

Le risque d'une fragilisation induite par l'hydrogène existe lors du décapage d'aciers au chrome durcissables par transformation martensitique, d'aciers durcis par précipitation et maraging, leur résistance à la traction étant supérieure à 1000 N/mm², ce qui correspond à 300 HV ou 30 HRC. Des procédés de nettoyage mécaniques, comme par exemple le sablage ou le brossage, sont préférables dans le cas de ces aciers. Si ce n'est pas réalisable, une thermostabilisation à 180–200 °C doit être opérée pendant 4–6 heures immédiatement après le décapage. D'autres détails relatifs aux problèmes de la fragilisation induite par l'hydrogène peuvent être tirés de la notice SST W1 «Fragilisation induite par l'hydrogène lors des traitements de surface des pièces en acier».

3. Produits chimiques de décapage et de passivation

3.1 Produits chimiques de décapage

La calamine et les colorations de revenu des aciers inoxydables sont principalement constituées par des oxydes de chrome qui ne sont que difficilement solubles dans les acides de décapage usuels pour aciers non alliés.

Die für nichtrostende Stähle geeigneten Beizprodukte enthalten als Hauptbestandteil Salpetersäure mit wechselnden Gehalten an Flusssäure. Salzsäurehaltige Beizprodukte sollten nicht verwendet werden, weil Chloridionen ausserordentlich stark auf der Oberfläche haften. Sie lassen sich durch Spülen nicht mehr vollständig entfernen. Chloride können in der Folge Lochfrass und Spannungsrisskorrosion verursachen.

Die Zusammensetzung der Beizchemikalien richtet sich nach der Säurebeständigkeit der zu behandelnden Stähle, den zu entfernenden Verunreinigungen und dem Beizverfahren. Nachstehend einige Anhaltspunkte:

3.1.1 Beizbäder

- Chrom-Nickel-Stähle vom Typ W.Nr. 1.4301 und höher legiert sowie Chromstähle mit mehr als 15,5 % Chrom:
 15–25 % v/v HNO_3 conc. (ca. 60 % g/g)
 1– 8 % v/v HF conc. (ca. 70 % g/g)
 Temperatur: 20–60 °C
 Zeit: 5–30 Minuten bei einem frisch angesetzten Bad
- Chromstähle mit 12–15 % Chrom sowie Automatenstähle:
 10 –15 % v/v HNO_3 conc. (ca. 60 % g/g)
 0,5– 5 % v/v HF conc. (ca. 70 % g/g)
 Temperatur: 20–60 °C
 Zeit: 5–30 Minuten bei einem frisch angesetzten Bad
 v/v = Volumenprocente
 g/g = Gewichtsprocente

Auf die Kontrolle der Beizbäder wird im Kapitel 6 näher eingegangen.

3.1.2 Pasten zum Sprühbeizen oder für Handauftrag mit dem Pinsel

Beizpasten bestehen im wesentlichen ebenfalls aus Salpeter-Flusssäure-Gemischen, wobei die Flusssäure gelegentlich auch durch Hydrogenfluoride ersetzt wird. Um eine Paste zu erhalten, werden ausserdem Verdickungsmittel wie Bariumsulfat oder Aluminiumoxid zugesetzt. Die Menge an Verdickungsmitteln wird so eingestellt, dass sich die Paste gut sprühen oder streichen lässt und eine genügende Haftung auf senkrechten Flächen gewährleistet ist. Die meisten Beizpasten enthalten ausserdem noch Tenside, die eine bessere Benetzung der Oberfläche bewirken.

Das Zusammenmischen von Beizpasten nach eigenen Rezepturen kann nur als Notlösung gelten. Kommerzielle Produkte sind optimiert bezüglich Wirkung und Handhabung. Bei kommerziellen Produkten muss ebenfalls sichergestellt werden, dass diese keine Salzsäure enthalten.

3.2 Passivierungskemikalien

Passivierungslösungen bestehen, wie bereits im Abschnitt 1.2 erwähnt, hauptsächlich aus verdünnter Salpetersäure. Die Konzentration richtet sich nach der Säurebeständigkeit und der Oberflächenbeschaffenheit der zu behandelnden Werkstoffe. Automatenstähle sowie hochglanzpolierte Oberflächen erfordern verdünntere

Les produits de décapage convenant aux aciers inoxydables contiennent, comme constituant principal, de l'acide nitrique avec des teneurs variables d'acide fluorhydrique. Les produits de décapage contenant de l'acide chlorhydrique ne devraient pas être utilisés parce que les ions chlorures adhèrent de façon particulièrement forte à la surface. Ils ne peuvent plus être éliminés intégralement par un rinçage. Les chlorures peuvent, à la longue, provoquer une piquûration et une corrosion sous contrainte.

La composition des produits chimiques de décapage est fonction de la résistance à l'acide des aciers à traiter, des impuretés à éliminer et du procédé de décapage. Vous trouvez ci-dessous quelques points de référence:

3.1.1 Bains de décapage

- Aciers au chrome-nickel du type W N° 1.4301 et plus hautement alliés comme les aciers au chrome avec plus de 15,5 % de chrome:
 15–25 % v/v HNO_3 conc. (env. 60 % g/g)
 1– 8 % v/v HF conc. (env. 70 % g/g)
 Température: 20–60 °C
 Durée: 5–30 minutes dans un bain renouvelé
- Aciers au chrome comportant 12–15 % de chrome, ainsi qu'aciers de décoltage:
 10 –15 % v/v HNO_3 conc. (env. 60 % g/g)
 0,5– 5 % v/v HF conc. (env. 70 % g/g)
 Température: 20–60 °C
 Durée: 5–30 minutes dans un bain renouvelé
 v/v = pourcent en volume
 g/g = pourcent en poids

On reviendra plus précisément sur le contrôle des bains de décapage au chapitre 6.

3.1.2 Pâtes pour le décapage pour la pulvérisation ou l'application manuelle au pinceau

Les pâtes de décapage sont également, pour l'essentiel, constituées de mélanges d'acides nitrique et fluorhydrique, l'acide fluorhydrique étant occasionnellement remplacé par des fluorures d'hydrogène. D'autre part, un agent épaississant, tel que le sulfate de baryum ou l'oxyde d'aluminium, est ajouté pour obtenir une pâte. La quantité d'agent épaississant est ajustée pour que la pâte puisse être bien pulvérisée ou appliquée et garantisse une adhérence suffisante sur les surfaces verticales. La plupart des pâtes de décapage contiennent, d'autre part, des agents tensio-actifs qui assurent un meilleur mouillage de la surface.

Le mélange de pâtes de décapage, selon des recettes personnelles, ne peut être considéré que comme une solution de fortune. Les produits commerciaux sont dosés pour un effet et une manipulation optimaux. On doit également s'assurer que les produits commerciaux, ne contiennent pas d'acide chlorhydrique.

3.2 Produits chimiques de passivation

Comme mentionné au paragraphe 1.2, les solutions de passivation sont principalement constituées d'acide nitrique dilué. La concentration est fonction de la résistance à l'acide et de l'état de surface des matières à traiter. Les aciers de décoltage, de même que les surfaces à poli spéculaire, nécessitent des solutions plus diluées qui

Lösungen, die gelegentlich noch Natriumdichromat enthalten. Nachstehend einige Anhaltspunkte:

- Chrom-Nickel-Stähle vom Typ W.Nr. 1.4301 und höher legiert sowie Chromstähle mit 12 % Chrom und mehr
20–50 % v/v HNO₃ conc. (ca. 60 % g/g)
Temperatur: 20–40 °C
Zeit: 10–30 Minuten
- Automatenstähle sowie hochglanzpolierte Oberflächen:
15–25 % v/v HNO₃ conc. (ca. 60 % g/g)
2–6 % g/g Na₂Cr₂O₇ · 2H₂O
Temperatur: 15–40 °C
Zeit: 10–30 Minuten
v/v = Volumenprozent
g/g = Gewichtsprozent

Die Anwendung kann durch Tauchen, Sprühen oder Handauftrag mit einem säurebeständigen Pinsel erfolgen.

4. Verfahrenstechnik

4.1 Chemisches Beizen von nichtrostenden Stählen

4.1.1 Vorbereitungen

Vor dem eigentlichen Beizen sind verschiedene Abklärungen bzw. Vorbereitungen erforderlich:

Durch eine *visuelle Kontrolle*, ev. unter Zuhilfenahme von Stücklisten und Werkstattzeichnungen, ist die exakte Werkstoffnummer (s. Anhang, 9.1) zu ermitteln. Die Kennzeichnung «nichtrostender Stahl» allein ist ungenügend. Die Beizbedingungen sind teilweise von der Stahlqualität abhängig (s. Kapitel 2: Werkstoffe).

Bei komplizierten Bauteilen ist abzuklären, *ob ein einheitlicher oder verschiedenartige Werkstoffe verwendet wurden*; trifft letzteres zu, muss abgeklärt werden, ob alle Werkstoffe ohne Schaden der Beizflüssigkeit ausgesetzt werden können, oder ob eine Teilabdeckung notwendig ist. Beim Verwenden von Abdecklacken und -bändern muss sichergestellt werden, dass diese in der Beizlösung genügend beständig sind.

Stark kaltverformte Teile reagieren rascher in der Beizflüssigkeit als nichtverformte. Für derartige Teile ist unbedingt ein Vorversuch zur Festlegung der erforderlichen Beizdauer notwendig, ansonst besteht die Gefahr einer Überbeizung.

Der mit dem Beizen verfolgte Zweck sollte von Fall zu Fall mit dem Auftraggeber besprochen werden, um die optimale Behandlung festzulegen. Insbesondere ist abzuklären, ob ein «*abtragendes Beizen*» (Metallabtrag bis 25 µm) oder ob lediglich ein «*reinigendes Beizen*» (Metallabtrag bis 5 µm) erforderlich ist.

Handelt es sich lediglich um die Entfernung eines leichten Fremdrostanfluges, so kann unter Umständen eine Behandlung mit einer 5 bis 15%igen Phosphorsäurelösung (leichtere Handhabung) vorgenommen werden; ob eine anschließende Passivierung mit Salpetersäure erforderlich ist, hängt unter anderem vom Verwendungszweck des betreffenden Teiles ab.

contiennent aussi occasionnellement du dichromate de sodium. Vous trouverez ci-dessous quelques points de référence:

- Aciers au chrome-nickel du type W N° 1.4301 et à haute teneur en alliage, de même qu'aciers au chrome avec 12 % de chrome et plus
20–50 % v/v HNO₃ conc. (env. 60 % g/g)
Température: 20–40 °C
Durée: 10–30 minutes
- Aciers de décoltage ou de surfaces à poli spéculaire:
15–25 % v/v HNO₃ conc. (env. 60 % g/g)
2–6 % g/g Na₂Cr₂O₇ · 2H₂O
Température: 15–40 °C
Durée: 10–30 minutes
v/v = pourcent en volume
g/g = pourcent en poids

L'application peut intervenir par immersion, pulvérisation ou application manuelle avec un pinceau résistant à l'acide.

4. Procédés techniques

4.1 Décapage chimique d'aciers inoxydables

4.1.1 Préparatifs

Différentes clarifications ou préparatifs sont nécessaires avant le décapage proprement dit:

Le numéro exact du matériau selon DIN (voir annexe 9.1) doit être déterminé par un contrôle visuel en faisant éventuellement appel à des nomenclatures, listes de pièces et plants d'atelier. La désignation «acier inoxydable» à elle seule est insuffisante. Les conditions de décapage dépendent en partie de la qualité de l'acier (voir chapitre 2: matériaux).

Dans le cas de pièces mécaniques compliquées, il faut déterminer si un seul matériau ou des matériaux de types différents ont été utilisés; si c'est le cas, il faut alors déterminer si tous les matériaux peuvent être exposés au liquide de décapage sans dommage ou si un recouvrement partiel est nécessaire. On doit s'assurer que les bandes ou vernis de recouvrement sont suffisamment résistants à la solution de décapage.

Les pièces ayant subi une déformation à froid importante réagissent plus rapidement dans le liquide de décapage que celles n'ayant pas subi de formage. Un essai préalable pour la détermination de la durée nécessaire de décapage est indispensable pour de telles pièces afin d'éviter le risque d'un surdécapage.

Le but du décapage devrait être discuté cas par cas avec le mandataire de manière à déterminer le traitement optimal. Il faut en particulier déterminer si «un décapage d'enlèvement» (enlèvement de métal jusqu'à 25 µm) ou seulement un «décapage de nettoyage» (enlèvement de métal jusqu'à 5 µm) est nécessaire.

S'ils s'agit d'enlever un léger voile de rouille erratique, un traitement peut, dans certaines circonstances, être effectué avec une solution d'acide phosphorique (manipulation plus facile) de 5 à 15 %; la nécessité d'une passivation ultérieure avec de l'acide nitrique dépend, entre autres, de l'utilisation de la pièce concernée.

4.1.2 Ablauf des Beizens

Der Beizvorgang gliedert sich normalerweise in folgende Schritte: *Entfetten – Spülen – Beizen – Spülen – Passivieren – Spülen*.

Entfetten:

Die zu beizenden Teile müssen öl- und fettfrei sein. Unsaubere Oberflächen werden im Beizbad ungleichmässig angegriffen, es kann zu Überbeizungen kommen. Die Entfettungsverfahren und Entfettungsmittel müssen den vorhandenen Verunreinigungen angepasst sein. Unter Umständen sind Vorversuche vorzunehmen. Prüfung der Oberfläche auf Fettfreiheit: Beim Spülen soll die Oberfläche mit Wasser gleichmässig benetzbar sein.

Beizen:

Grundsätzlich kann das Beizen mittels Tauchen, Sprühen oder durch Auftragen von Beizpasten erfolgen. Die anzuwendende Technik richtet sich im wesentlichen nach der Grösse der zu beizenden Objekte, bzw. nach der Grösse der zur Verfügung stehenden Bäder; ist nur ein örtlich begrenztes Beizen erforderlich (z.B. Beizen von Schweissnähten), kann der Einsatz von Beizpasten sinnvoll sein.

Tauchen ist jeweils als ideales Verfahren anzusehen. Die gebeizten Teile erhalten hiermit ein gleichmässiges Aussehen.

Die zu beizenden Teile werden in Körbe aus Kunststoff oder nichtrostendem Stahl eingebracht oder – mit Nylontrassen am Kran hängend – ins Bad eingetaucht. Das Beizgut muss von Zeit zu Zeit im Bad bewegt werden. Lokal kann der Beizeffekt durch gleichzeitiges Bürsten (Kunststoffbürsten oder solche aus nichtrostendem Stahl) verstärkt werden. Der Beizeffekt kann ebenfalls mittels Ultra-Schall unterstützt werden.

Beizdauer: Die erforderliche Beizdauer hängt von der Stahlsorte, der Materialstärke, dem Zustand des Beizbades, der Temperatur und dem gewünschten Materialabtrag ab (s. Pkt. 3.1.1). Mit einem neu angesetzten Beizbad wird bei Raumtemperatur bereits innerhalb von 20–30 Minuten eine einwandfreie Beizung erzielt. Bei Beizbädern mit längerer Standzeit, bei denen also der Säuregrad des Beizbades ab-, bzw. der Eisengehalt zugenommen hat, kann sich die Beizezeit auf zwei Stunden und darüber verlängern. Längere Beizezeiten sind jedoch unwirtschaftlich und können zu unsicheren Ergebnissen führen. Die Beizdauer kann durch vorsichtige Erhöhung der Badtemperatur verkürzt werden.

Beiztemperatur: Das Beizen erfolgt in der Regel bei einer leicht erhöhten Badtemperatur: 35 bis 40 °C sind üblich. Bei Temperaturen über 40 °C nimmt die Emission von Säuredämpfen stark zu.

Standzeit: Wenn die Beizezeiten zu lang sind, sollte das Bad nachgeschärft werden, sofern der Eisengehalt noch entsprechend niedrig ist. Ab 15 Gramm Eisen pro Liter nimmt die Beizdauer rapide zu. Erreicht der Eisengehalt über 20 bis 25 g/Liter, sollte ein neues Beizbad angesetzt werden.

Nach Ablauf der Beizdauer wird das Beizgut aus dem Bad ausgefahren. Durch Halten über dem Bad kann überschüssige Säure abtropfen, wobei ein Eintrocknen der Säure unbedingt zu vermeiden ist (Gefahr von Flecken-

4.1.2 Déroulement du décapage

Le processus de décapage comporte normalement les phases suivantes: *dégraissage – rinçage – décapage – rinçage – passivation – rinçage*.

Dégraissage:

Les pièces à décaper doivent être exemptes d'huile et de graisse. Les surfaces qui ne sont pas propres sont inégalement attaquées dans le bain de décapage ce qui peut conduire à des surdécapages locaux. Les procédés de dégraissage et les agents de dégraissage doivent être adaptés aux impuretés existantes. Dans certaines circonstances, des essais préalables doivent être effectués. Contrôle d'absence de graisse sur la surface: lors du rinçage, la surface doit être uniformément mouillable avec de l'eau.

Décapage:

En principe, le décapage peut intervenir par immersion, pulvérisation ou application de pâtes de décapage. La technique à appliquer est fonction, pour l'essentiel, de la taille des objets à décaper et de la grandeur des bains à disposition. Si un décapage seulement localisé est nécessaire (par exemple décapage de cordons soudure), l'utilisation de pâtes de décapage peut être judicieuse.

L'immersion est considérée comme le procédé idéal. Les pièces décapées obtiennent ainsi un aspect uniforme.

Les pièces à décaper sont placées dans des corbeilles en matière plastique ou en acier inoxydable ou plongées dans le bain en étant suspendues à des tresses de nylon. Les objets à décaper doivent être déplacés de temps en temps dans le bain. Localement, l'effet de décapage peut être renforcé par brossage simultané (des brosses en matière plastique ou à fils d'acier inoxydable). L'effet de décapage peut également être renforcé par ultrasons.

Durée du décapage: La durée nécessaire de décapage est fonction de la nuance d'acier, de l'épaisseur de la matière, de l'état du bain de décapage, de la température et de l'enlèvement souhaité de matière (voir point 3.1.1). Un parfait décapage est obtenu à la température ambiante dans un délai de 20–30 minutes avec un bain de décapage nouvellement dosé. Dans le cas de bains de décapage ayant déjà été utilisés de façon prolongée, donc pour lesquels la concentration en acide du bain a diminué et, en conséquence, la teneur en fer a augmenté, la durée de décapage peut être prolongée à 2 heures et plus. Cependant, les durées de décapage plus importantes ne sont pas économiques et peuvent conduire à des résultats incertains. La durée de décapage peut être raccourcie par une augmentation de la température du bain, effectuée avec précaution.

Température de décapage: Le décapage intervient, en règle générale, à une température du bain de 35 à 40 °C typiquement. L'émission de vapeurs acides augmente fortement aux températures supérieures à 40 °C.

Durée de traitement: Si les durées de décapage sont trop importantes, le bain doit être réactivé tant que la teneur en fer est encore suffisamment faible. La durée de décapage augmente rapidement à partir de 15 g de fer par litre. Un bain de décapage doit être régénéré si la teneur en fer dépasse 20 à 25 g/litre.

Une fois la durée de décapage écoulée, les pièces à décaper sont sorties du bain. L'acide en excès peut s'égoutter par maintien au-dessus du bain, un séchage de l'acide devant être impérativement évité (risque de formation de

bildung). Das Spülen erfolgt unmittelbar nach dem Beizen.

Hat das Beizgut eine komplizierte Form (Sacklöcher usw.), so muss durch Drehen über dem Bad ein restloses Auslaufen von Säureresten sichergestellt werden.

Das *Sprühbeizen* ist besonders für das Beizen von grossen Behältern oder Komponenten geeignet. Das Beizprodukt wird mit einem speziellen Niederdruckspritzgerät aufgesprüht. Nach einer Einwirkzeit von einigen Stunden wird die Sprühbeize abgespült (Achtung: Auffangen und Entsorgen erforderlich). Da die aufgebrachte Säuremenge gering ist, ist ein Überbeizen nicht zu befürchten. Das Abspülen muss mit einem Hochdruckspritzgerät (Druck > 120 bar) erfolgen.

Beizpasten werden nahezu ausschliesslich für das lokale Beizen verwendet, insbesondere zum Entfernen von Zunder oder Anlauffarben von Schweissnähten. Bei örtlich stark verschmutzten Teilen können Beizpasten ebenfalls als Vorbehandlung zum Tauch- oder Sprühbeizen verwendet werden.

Achtung: eingetrocknete Beizpasten ergeben eine fleckige Oberfläche; Beizpastenreste sind äusserst schwierig zu entfernen. Das Spülen muss also rechtzeitig vorgenommen werden, wobei auf ein restloses Entfernen der Pastenrückstände zu achten ist.

Passivieren:

Das Passivieren wird mit ähnlichen Techniken wie das Beizen durchgeführt. Die Teile werden in verdünnte Salpetersäure (s. Pkt. 3.2) getaucht und anschliessend mit Wasser gespült.

Spülen:

Das Spülen nach dem Beizen kann mit Leitungswasser erfolgen (Chloridgehalt max. 50 mg/l). Nach dem Passivieren muss, je nach Verwendung des Beizgutes, unter Umständen demineralisiertes Wasser für die Spülung verwendet werden. Das Spülen erfolgt mittels Sprühen, Tauchen, Wischen usw. Beim Spülen mit demineralisiertem Wasser ist die Spüloperation solange fortzusetzen, bis die elektrische Leitfähigkeit des Spülwassers vor und nach dem Spülen unverändert bleibt; an schwer zugänglichen Stellen (z.B. Sacklöcher) ist mittels pH-Papiermessstreifen sicherzustellen, dass die Oberfläche säurefrei ist.

Elektropolieren: Artverwandt mit dem chemischen Beizen ist das *Elektropolieren von nichtrostenden Stählen*. *Elektropolieren ist nach DIN 8590 den sogen. elektrolytisch abtragenden Fertigungsverfahren zugeteilt und wird eingesetzt zur Erzeugung hochwertiger funktionaler Edelstahloberflächen. Das Elektropolieren ist nicht Gegenstand des vorliegenden Merkblattes. Es sei auf die spezifische Fachliteratur in Anhang 9.3 hingewiesen.*

4.2 Mechanische Reinigungsverfahren

Als alternative Verfahren zum chemischen Beizen werden oft mechanische Verfahren, wie z.B. Bürsten, Schleifen, Strahlen oder spanendes Bearbeiten empfohlen. Für zahlreiche Anwendungen stellen diese Verfahren eine brauchbare Alternative dar; bei hoher Korrosionsbeanspruchung der Metalloberfläche ist jedoch dem chemischen Beizen und Passivieren der Vorrang zu gewähren,

taches). Le rinçage intervient immédiatement après le décapage.

Si les produits à décaper ont une forme compliquée (trous borgnes, etc.), un écoulement intégral des restes d'acide doit être assuré par retournement au-dessus du bain.

Le décapage par pulvérisation convient tout particulièrement pour le décapage de grands réservoirs ou composants. Le produit de décapage est pulvérisé avec un appareil spécial de pulvérisation basse pression. La pièce décapée par pulvérisation est rincée après une durée d'action de quelques heures (attention: il faut récupérer et éliminer correctement les produits de décapage). On ne peut craindre un surdécapage étant donné que la quantité d'acide à appliquer est faible. Le rinçage doit intervenir avec un appareil à pulvérisation haute pression (pression > 120 bar).

Les pâtes de décapage sont presque exclusivement utilisées pour le décapage local, en particulier pour l'élimination de calamine ou de colorations de cordons de souder. Dans les cas de pièces localement fortement encrassées, des pâtes de décapage peuvent également être utilisées comme traitement préalable pour le décapage par immersion ou pulvérisation.

Attention: Les pâtes de décapage séchées donnent une surface tachée; les résidus de pâtes de décapage sont particulièrement difficiles à enlever. Le rinçage doit donc être effectué à temps en contrôlant l'élimination intégrale des résidus de pâte.

Passivation:

La passivation est réalisée avec des techniques analogues au décapage. Les pièces sont plongées dans de l'acide nitrique dilué (voir point 3.2) et ensuite rincées à l'eau.

Rinçage:

Après le décapage, les pièces peuvent être rincées à l'eau courante (teneur en chlorure max. 50 mg/l). Après la passivation, les pièces sont parfois rincées à l'eau déminéralisée; cela dépend de l'utilisation de ces pièces. Le rinçage intervient par pulvérisation, immersion, essuyage, etc. Dans le cas d'un rinçage avec de l'eau déminéralisée, l'opération de rinçage doit être poursuivie jusqu'à ce que la conductivité électrique de l'eau de rinçage reste identique avant et après le rinçage; il faut s'assurer, au moyen de rubans de papier de mesure du pH, que la surface est exempte d'acide aux endroits difficilement accessibles (par exemple les trous borgnes).

Electropolissage:

L'électropolissage d'aciers inoxydables est apparenté au décapage chimique. L'électropolissage est, selon la norme DIN 8590, placé dans la catégorie des procédés de fabrication par dissolution électrolytique et est utilisé pour la production de surfaces d'acier inoxydable de haute qualité. L'électropolissage ne fait pas l'objet de la présente notice. On se référera à la littérature spécialisée de l'annexe 9.3.

4.2 Procédés de nettoyage mécaniques

Des procédés mécaniques comme par exemple le brossage, le ponçage, le sablage ou l'usinage sont souvent recommandés en alternative au décapage chimique. Pour de nombreuses applications, ces procédés représentent une alternative utilisable; cependant dans le cas d'une haute sollicitation à la corrosion de la surface des métaux, le décapage et la passivation chimique sont préférés.

da nur so eine einwandfreie Passivschicht auf der Oberfläche gebildet wird. Bei den mechanischen Verfahren ist zudem – bei unsachgemässer Durchführung – mit der Erzeugung von oberflächennahen Spannungen zu rechnen, was nachträglich zu Schäden durch Spannungsrisskorrosion führen kann.

Zum *Bürsten* dürfen nur Bürsten aus artgleichem Material, also aus nichtrostendem Stahl oder Kunststoffbürsten mit eingelagerten Hartstoffen, verwendet werden. Zudem dürfen diese Bürsten nicht für die Reinigung anderer Werkstoffe zum Einsatz gelangen.

Beim *Schleifen* werden Schleifbänder und -scheiben eingesetzt. Auch hier gilt, dass diese Schleifmittel nicht für andere Werkstoffe verwendet werden dürfen – insbesondere auch nicht für un- und niedriglegierte Stähle. Die zu wählende Schleifmittelkorngrösse ist der gewünschten Oberflächengüte anzupassen. Wenn keine höheren Anforderungen vereinbart werden, ist es ausreichend, den Endschliff mit Körnung 180 vorzunehmen. Das Schleifen mit einer Körnung gröber als 180 birgt das Risiko hoher Eigenspannungen und Kaltverformung der Oberfläche in sich, wodurch die Korrosionsbeständigkeit verringert wird. Dies gilt insbesondere für molybdänfreie Chrom-Nickel-Stähle, bei denen sich in den oberflächennahen Bereichen Verformungsmartensit bilden kann, der eine reduzierte Korrosionsbeständigkeit (auch Spannungskorrosion) aufweist. Beim Schleifen ist zudem darauf zu achten, dass die Oberfläche nicht erwärmt wird: Neben Anlauffarben könnten hierdurch ungünstige Gefügeveränderungen verursacht werden.

Beim *Strahlen* unterscheidet man zwischen dem «abtragenden» und dem «verdichtenden, glättenden» Strahlen. Beim «abtragenden» Strahlen wird Elektrokorund oder Siliciumkarbid verwendet, die Oberfläche wird relativ stark aufgeraut. Aus diesem Grund wird heute das «glättende» Strahlen mittels Glaskugeln bevorzugt. Die Glaskugeln haben einen Durchmesser von 100 bis 200 µm, der Strahlendruck muss mindestens 4 bar betragen. Der Aufprallwinkel des Strahlmittels soll grösser als 30 Grad sein.

Das *Strahlen mit Glaskugeln* wird ebenfalls zur Erzeugung von oberflächennahen Druckspannungen eingesetzt: Hiermit wird allgemein die Gefahr von Spannungsrisskorrosion vermindert.

Achtung: Das Strahlgut darf nicht verunreinigt sein, d.h. beim Arbeiten mit Druckstrahlanlagen muss eine Aufbereitungsanlage vorhanden sein; beim Arbeiten nach dem Injektionsverfahren kommt nur neuwertiges Strahlgut in Frage. Strahlgut, welches bereits für unlegierten Stahl verwendet wurde, darf nicht mehr zum Strahlen von nichtrostenden Stählen eingesetzt werden. Der Ferrit- oder Eisenoxidgehalt im Strahlgut muss < 0,1 % sein.

4.3 Lagerung der gebeizten Teile

Die gebeizten Teile sind unmittelbar nach der Endspülung in trockenem Zustand vor Staub und Spritzwasser geschützt zu lagern. Die Unterlage muss sauber und nichtsaugend sein. Gebeizte Teile dürfen nicht in Hallen gelagert werden, in denen ferritische Werkstoffe bearbeitet werden. Ebenfalls zu vermeiden sind Lagerplätze in der Nähe von Eisenbahnlinien und Strassenbahnen

ables puisque c'est la seule méthode qui confère à la surface une couche passive compacte. Avec les procédés mécaniques, il faut tenir compte – dans le cas d'une réalisation non conforme – de la génération de contraintes internes proches de la surface, pouvant conduire ultérieurement à une corrosion sous contrainte.

Seules des brosses en matériau analogue, donc à fils d'acier inoxydable, ou des brosses en matière plastique avec des particules céramiques (oxydes) peuvent être utilisées pour le brossage. D'autre part, ces brosses ne devraient pas être utilisées pour le nettoyage d'autres matériaux.

Des bandes et disques abrasifs sont utilisés pour le ponçage. Ces outils, abrasifs ne doivent pas être utilisés pour d'autres matériaux – en particulier pas pour les aciers non et faiblement alliés. La grandeur de grain abrasif sélectionnée doit être adaptée à l'état de surface souhaité. Si une rugosité inférieure n'est pas exigée, il est suffisant de prévoir le ponçage final avec un grain de 180. Le ponçage avec un grain plus grossier que 180 comporte le risque de contraintes internes élevées et d'un écrouissage de la surface, ce qui réduit la résistance à la corrosion. A la surface des aciers au chrome-nickel exempts de molybdène peut se former de la martensite qui possède une résistance à la corrosion réduite (également corrosion sous contrainte). Lors du ponçage, il faut également veiller à ce que la surface ne soit pas chauffée: en plus des colorations de revenu, des modifications de structure réduisant la résistance à la corrosion peuvent apparaître.

Dans le cas du sablage, l'on différencie le sablage «d'enlèvement de matière» et le sablage «de densification, de lissage». On utilise du corindon électrique ou du carbure de silicium pour le sablage par «enlèvement de matière»; la rugosité de la surface augmente de façon relativement importante. Pour cette raison, on préfère aujourd'hui le sablage «lissant» au moyen de billes de verre. Les billes de verre ont un diamètre de 100 à 200 µm, la pression de sablage devant s'élever au minimum à 4 bar. L'angle d'incidence du jet de particules avec la surface doit être supérieur à 30°.

La projection de billes de verre est également utilisée pour la génération de contraintes de compression en surface: on réduit ainsi le risque de la corrosion sous contrainte.

Attention: L'agent de sablage ne doit pas être pollué. Une installation de traitement doit exister dans les installations de sablage sous pression. Seul un agent de sablage neuf entre en question lorsqu'on travaille selon le procédé d'injection. L'agent de sablage, qui a déjà été utilisé pour de l'acier non allié, ne doit plus l'être pour le sablage d'aciers inoxydables. La teneur en ferrite ou en oxyde de fer dans l'agent de sablage doit être inférieure à 0,1 %.

4.3 Stockage des pièces décapées

Les pièces décapées doivent être stockées à l'abri de la poussière et des projections d'eau immédiatement après le rinçage final et le séchage. Le support doit être propre et non absorbant. Les pièces décapées ne doivent pas être stockées dans des halles où sont usinés des aciers non alliés. Les emplacements de stockage à proximité des lignes ferroviaires et tramways (poussières d'acier

(ferritischer Bremsstaub) und Gehwegen (Streusalz im Winter).

Bei empfindlichen Teilen, hohen Ansprüchen, sowie allgemein bei langen Lagerzeiten, ist das Abdecken bzw. das Einpacken in Polyäthylenfolie zweckmässig. Beim Verwenden von Trocknungsmitteln (wie z.B. Silikagel) dürfen diese nicht unmittelbar mit der Stahloberfläche in Berührung kommen.

5. Kontrolle der Oberflächenbeschaffenheit

Nach der Endspülung bzw. nach der mechanischen Oberflächenbehandlung muss die Metalloberfläche frei sein von sichtbaren und nicht sichtbaren Verunreinigungen. Die Oberfläche muss glatt, höchstens leicht matt sein. Stark matte Oberflächen sind auf ein Ueberbeizen bzw. auf ein unsachgemässes Strahlen zurückzuführen. Je nach Anwendung sind allerdings die Anforderungen an die Oberflächenreinheit von Bauteilen unterschiedlich. Allgemein gilt: *Je höher die erwartete Korrosionsbeanspruchung, um so sauberer und feiner muss die Oberfläche sein. Die Kriterien für die Oberflächen-sauberkeit wie auch der Prüfumfang sind von Fall zu Fall mit dem Kunden abzusprechen.*

Folgende Prüfverfahren kommen zur Anwendung (Details zu diesen Prüfverfahren befinden sich im Anhang, 9.2):

- *visuelle Begutachtung* (allgemeine Sauberkeit, keine Anlauffarben)
- Nachweis von *ferritischen Verunreinigungen* mit dem Ferroxyd-Test, nur anwendbar bei gebeizten austenitischen CrNi-Stählen. Vorhandener Ferrit wird durch Blaufärbung angezeigt.
Bei nichtrostenden Chrom-Nickel-Stählen kann ebenfalls der Kupfersulfat-Test angewendet werden: Eine nach dem Eintauchen in eine Kupfersulfatlösung sichtbare Kupferausfällung ist ein Hinweis auf vorhandenen Fremdferrit. Bei nur mit Chrom legierten nichtrostenden Stählen ist das Prüfergebn unsicher.
Bei gestrahlten Oberflächen sowie bei gebeizten Teilen aus nichtrostenden martensitischen und ferritischen Chromstählen ist eine Prüfung durch Auslagerung in demineralisiertem Wasser während 6 Stunden vorzunehmen. Vorhandener Ferrit wird infolge Rostverfärbung der Oberfläche sichtbar.
- Zum Nachweis einer einwandfreien *Passivierung* der Oberfläche wird der Palladium-Test angewendet.
- Nachweis von *Reinigungsmittelrückständen*: Auslagern in demineralisiertem Wasser und Messen der Veränderung der elektrischen Leitfähigkeit.
- Nachweis von *Chlorid- bzw. Schwefelkontaminationen*: Wischprobe mit anschliessender analytischer Bestimmung von Chlorid und Sulfat.
- Prüfung auf *Beizschäden* mit Stereolupe bei mindestens 6-facher Vergrösserung. Beizschäden können auf unsachgemässes Beizen oder auf das Beizen eines unsachgemäss wärmebehandelten (dh. sensibilisierten) Stahles zurückgeführt werden. Im letzteren Fall kann ein Nachweis der Vorschädigung durch einen metallographischen Schliff, gegebenenfalls durch eine Prüfung auf Beständigkeit gegen interkristalline Korrosion nach DIN 50914 erbracht werden. Auch eine

non allié) et voies de circulation (sel de déneigement l'hiver) doivent également être évités.

Dans le cas de pièces sensibles à la corrosion, pour des exigences de propreté supérieures et lors de durées de stockage importantes, il est recommandé de procéder à un recouvrement ou à un emballage dans une feuille de polyéthylène. Dans le cas de l'utilisation d'agents dessiccateurs (par exemple de gel de silice), ceux-ci ne doivent pas être en contact direct avec la surface de l'acier.

5. Contrôle de l'état de surface

Après le rinçage final ou après le traitement mécanique de surface, la surface métallique doit être exempte d'impuretés visibles et invisibles. La surface doit être brillante, tout au plus légèrement mate. Les surfaces très mates sont dues à un décapage excessif ou à un sablage inapproprié. Toutefois, suivant l'application, les exigences imposées à la pureté de la surface des composants sont différentes. D'une façon générale: *plus la sollicitation à la corrosion escomptée est importante, plus les surfaces doivent être propres et lisses. Les critères de propreté de la surface, de même que l'importance des contrôles, doivent être discutés cas par cas avec le client.*

Les procédures de contrôle suivantes sont appliquées (vous trouverez des détails sur ces procédures de contrôle à l'annexe 9.2):

- *Inspection visuelle* (propreté générale, pas de coloration de revenu)
- Mise en évidence d'impuretés ferritiques avec le test au ferroxyde, uniquement applicable dans le cas d'aciers CrNi austénitiques décapés. La ferrite existante est indiquée par une coloration bleue.

Le test au sulfate de cuivre peut également être utilisé dans le cas d'aciers inoxydables au chrome-nickel. Une déposition visible de cuivre, après immersion dans la solution de sulfate de cuivre, indique la présence de ferrite étrangère. Le résultat du contrôle est incertain dans le cas d'aciers inoxydables uniquement alliés au chrome.

Dans le cas de surfaces sablées, de même que dans le cas de pièces décapées en aciers inoxydables martensitiques et ferritiques au chrome, un contrôle par immersion dans de l'eau déminéralisée pendant 6 heures doit être effectué. La ferrite est rendue visible par l'apparition de rouille à la surface.

- Le test au palladium est utilisé pour assurer une parfaite passivation de la surface.
- Mise en évidence de résidus de nettoyage: exposition à l'eau déminéralisée et mesure de la modification de la conductivité électrique.
- Mise en évidence de contaminations de chlorure ou de soufre: essai d'essuyage avec détermination analytique ultérieure des chlorures et sulfates.
- Contrôle des défauts de décapage à la loupe stéréo avec un grossissement d'au minimum 6 fois. Les défauts de décapage peuvent être dus à un décapage inapproprié ou au décapage d'un acier ayant subi un mauvais traitement thermique (c'est-à-dire sensibilisé). Dans ce dernier cas, une mise en évidence de la sensibilisation par une coupe métallographique, le cas échéant, par un contrôle de résistance à la corrosion interkristalline selon DIN 50914 est conseillée. Un

Rissprüfung mit Farbeindringmittel kann vorgenommen werden.

- Eine Bestimmung des pH-Wertes der Metalloberfläche ist nur beschränkt aussagefähig. Diese Prüfung zeigt zwar den Aciditätsgrad an, nicht aber neutrale Rückstände, wie z.B. Chloride.

6. Kontrolle der Beizbad-zusammensetzung

Um eine konstante Qualität des Beizgutes zu erhalten, muss das Bad von Zeit zu Zeit auf gewisse Parameter hin untersucht werden.

Wesentlich sind dabei der **Säure-** und der **Eisengehalt** des Bades. Der Säuregehalt sollte immer etwa der Ansatzkonzentration entsprechen, die Eisenkonzentration sollte max. 20–25 g/l betragen (in gewissen Fällen sogar nur 10–15 g/l).

Um den Eisengehalt des Bades auf einem bestimmten Niveau zu halten, besteht die Möglichkeit, das Bad über einen speziellen Ionenaustauscher laufend zu regenerieren: Metalle werden aus dem Bad entfernt, die Säureeinsparung beträgt mindestens 50 %.

6.1 Bestimmung des Salpeter- und Flusssäuregehaltes

Bei handelsüblichen Beizbädern, welche als Konzentrate geliefert werden, kann die Säurekonzentration via Säurepunkte (Bestimmung nach Angaben des Lieferanten) ermittelt werden. Hierzu werden 5 ml Badlösung mit destilliertem Wasser auf ca. 100 ml verdünnt und gegen 1 normale Kali- resp. Natronlauge titriert. Als Indikator wird Phenolphthalein verwendet. Bei diesen Methoden wird jedoch nur der *Gesamtsäuregehalt* ermittelt, es kann also keine separate Aussage über die Salpeter- resp. Flusssäurekonzentration gemacht werden, was in der Praxis jedoch auch oft nicht nötig ist.

Falls *Salpeter- und Flusssäure separat* bestimmt werden müssen, besteht die Möglichkeit, das Säuregemisch mit Aceton zu verdünnen und mit methanolischer Natronlauge in einem automatischen Titriergerät (Titroprozessor) zu titrieren. Durch Anwesenheit von Eisenionen in der Lösung werden Fluoridionen der Flusssäure komplexiert, was zu einem Fehler im Säuregehalt führt (zu tief). Die erzielte Genauigkeit ist jedoch bei einem Eisengehalt von bis zu ca. 10 g/l genügend genau für die Praxis.

6.2 Bestimmung des Metallgehaltes

Wenn nur die *Eisenkonzentration* im Beizbad erfasst werden muss, reicht es meistens, dies mit einem handelsüblichen *Schnelltest* zu machen. Der Eisengehalt wird über den 1,10-Phenanthrolin-Komplex (Farbreaktion) mittels Photometer gemessen (es besteht jedoch die Gefahr von Störungen durch andere Ionen).

contrôle de fissuration, avec un agent de ressuage, peut également être effectué.

- Une détermination de la valeur du pH de la surface du métal ne fournit qu'une indication limitée. Ce contrôle indique, il est vrai, le degré d'acidité mais non les résidus neutres, comme par exemple les chlorures.

6. Contrôle de la composition du bain de décapage

Certains paramètres du bain doivent être examinés de temps en temps pour obtenir une qualité constante des produits décapés.

La teneur en acide et en fer du bain joue un rôle primordial. La teneur en acide devrait toujours correspondre à la concentration initiale, la concentration de fer devrait s'élever au maximum à 20–25 g/l (dans certains cas, seulement 10–15 g/l).

De manière à maintenir la teneur en fer du bain à un niveau déterminé, on a la possibilité de régénérer en permanence le bain par un échangeur d'ions spécial: les ions métalliques sont extraits du bain, l'économie d'acide s'élève au minimum à 50 %.

6.1 Détermination de la concentration en acides nitrique et fluorhydrique

La concentration d'acide peut être déterminée via des points d'acidité (détermination selon les indications du fournisseur) pour les bains de décapage usuels qui sont livrés sous forme de concentré. A cet effet, on dilue 5 ml de solution du bain dans 95 ml d'eau distillée et on titre avec la potasse ou la soude caustique normale 1N. De la phénolphthaléine est utilisée comme indicateur. Seule la teneur totale en acide est ainsi déterminée. Il n'est pas possible d'avoir une indication séparée sur la concentration d'acide nitrique ou fluorhydrique, ce qui cependant, dans la pratique, n'est souvent pas nécessaire.

Dans le cas où l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique doivent être déterminés séparément, on a la possibilité de diluer le mélange d'acides avec de l'acétone et de titrer avec de la soude caustique méthanolique dans un appareil de titrage automatique (titroprocesseur). Les ions fluorures de l'acide fluorhydrique sont complexés en raison de la présence d'ions de fer dans la solution, ce qui conduit à une erreur en acide (trop basse). La précision obtenue est cependant suffisamment précise dans la pratique pour une teneur en fer ne dépassant pas env. 10 g/l.

6.2 Détermination de la concentration en métaux lourds

Lorsque seule la concentration de fer dans le bain de décapage doit être déterminée, il suffit généralement de l'effectuer avec un test rapide usuel. La teneur en fer est mesurée au moyen d'un photomètre par l'intermédiaire du complexe 1,10 de phénanthroline (réaction colorée) (il existe cependant un risque de perturbation par d'autres ions).

Um Störungen durch andere Ionen auszuschliessen oder auch *andere Metalle* (Eisen, Chrom, Nickel usw.) zu bestimmen, steht die aufwendigere Alternativmethode mittels *Atomabsorptions-Spektroskopie* (AAS) zur Verfügung.

7. Beizen und Umwelt

Verbrauchte Beizbäder und Spülwässer müssen entsprechend den geltenden gesetzlichen Vorschriften entsorgt werden. Ebenso müssen für die Beizereiabluft die bestehenden gesetzlichen Bestimmungen eingehalten werden.

7.1 Abwasser

Bei Einleitung der Abwässer in eine öffentliche Kanalisation müssen die Grenzwerte gemäss der eidgenössischen Verordnung über Abwassereinleitungen eingehalten werden. Zur Zeit gelten folgende Grenzwerte:

pH-Wert	6,5–9,0	Wenn es die Verhältnisse gestatten: 6,0–9,5
Eisen	20 mg/l	
Chrom-III	2 mg/l	
Chrom-VI	0,5 mg/l	
Nickel	2 mg/l	
Fluorid	10 mg/l	
Nitrit	10 mg/l	

Die Grenzwerte dürfen nicht durch Verdünnen mit unverschmutztem Wasser erreicht werden. Der Gesetzgeber kann zudem die Nitratfracht begrenzen.

Nebst der Neutralisation der Säure, dem Ausfällen der Metallionen und der Fluoride, müssen auch eventuell vorhandene Nitrite entgiftet werden. Beim Fällen der Fluoride mit Calciumhydroxid muss mindestens eine stöchiometrische Menge Calcium zugegeben werden. Nitrite werden mittels Amidosulfonsäure reduziert oder mit Javelle-Wasser oxidiert.

7.2 Abluft

Die Beizereiabluft muss den Bestimmungen der eidgenössischen Luftreinhalteverordnung (LRV) genügen. Gegenwärtig gelten nachstehende Grenzwerte:

- Fluor und seine dampf- oder gasförmigen Verbindungen: 5 mg/m³ bei einem Massenstrom von 50 g/h oder mehr.
- Stickoxide (Stickstoffmonoxid und Stickstoffdioxid, angegeben als Stickstoffdioxid): 500 mg/m³ bei einem Massenstrom von 5000 g/h oder mehr.

Können die Konzentrations- und Massenstromgrenzwerte nicht eingehalten werden, muss die Abluft durch eine Ablöslösung geleitet werden.

On dispose de la méthode alternative plus coûteuse par spectroscopie d'absorption atomique (AAS) pour exclure des perturbations dues à d'autres ions ou pour déterminer d'autres métaux (fer, chrome, nickel, etc.).

7. Décapage et environnement

Les bains de décapage usagés et les eaux de rinçage doivent être évacués selon les prescriptions légales en vigueur. Les dispositions légales existantes doivent également être respectées pour l'air évacué des ateliers de décapage.

7.1 Eaux usées

Les valeurs limites conformes à l'ordonnance fédérale sur les introductions dans les eaux usées doivent être respectées en cas de rejet d'eaux usées dans les égouts publics. Les valeurs limites suivantes sont actuellement applicables:

Valeur du pH	6,5–9,0	Si les conditions l'autorisent: 6,0 à 9,5
Fer	20 mg/l	
Chrom III	2 mg/l	
Chrom VI	0,5 mg/l	
Nickel	2 mg/l	
Fluorure	10 mg/l	
Nitrite	10 mg/l	

Les valeurs limites ne doivent pas être obtenues par dilution avec de l'eau propre. Le législateur peut, d'autre part, limiter la charge de nitrate.

En dehors de la neutralisation des acides, de la précipitation des ions métalliques et des fluorures, les nitrites éventuellement existants doivent également faire l'objet d'une détoxication. Une quantité stoechiométrique de calcium doit au minimum être ajoutée en cas de précipitations des fluorures avec de l'hydroxyde de calcium. Les nitrites sont réduits au moyen d'acide sulfamique ou oxydés avec de l'eau de javel.

7.2 Evacuation de l'air

L'air évacué des ateliers de décapage doit satisfaire les dispositions de l'ordonnance fédérale sur la pureté de l'air (OPair). Les valeurs limites suivantes sont actuellement applicables:

- Fluor et ses combinés sous forme de vapeurs ou de gaz: 5 mg/m³ pour un débit massique de 50 g/h ou plus.
- Oxydes d'azote (monoxyde et dioxyde d'azote indiqués sous forme de dioxyde d'azote): 500 mg/m³ dans le cas d'un débit massique de 5000 g/h ou plus.

Si les valeurs limites de concentration et de débit massique ne peuvent être respectées, l'air extrait doit être dirigé dans une solution basique.

8. Arbeitssicherheit

8.1 Persönliche Schutzmassnahmen und Ausrüstung

Eine Gefährdung von Personen kann durch falsches Zusammenmischen des Bades, Leckagen oder unsachgemässe Handhabung des Beizgutes hervorgerufen werden.

Verätzungen durch Dämpfe oder Flüssigkeit der Flusssäure sind besonders gefährlich, da sie tief ins Gewebe eindringen und sich so anfänglich harmlos scheinende Verletzungen verheerend auswirken (immer einen Arzt beiziehen resp. aufsuchen).

Eine ausführliche Instruktion des Beizpersonals sowie eventuell zuständiger Ärzte und Sanitätspersonen bezüglich der Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien *ist absolut notwendig* und kann vorbeugend sehr viel zur Sicherheit beitragen. Diese *Instruktionen* müssen in bestimmten Zeitabständen wiederholt werden.

Von allen verwendeten Chemikalien müssen Datenblätter (z.B. DIN-Sicherheitsdatenblätter) vorhanden sein.

Beim *Beizen von rostfreien Stählen* muss die folgende säurefeste Ausrüstung benutzt werden:

- SCHUTZBRILLE
- HANDSCHUHE
- SCHÜRZE
- STIEFEL (Hose über Stiefel)

Beim *Sprühbeizen* muss *zusätzlich* folgende Ausrüstung gebraucht werden:

- CHEMIEANZUG
- KOPFBEDECKUNG
- SCHUTZMASKE (voller Gesichtsschutz, Filter für saure Gase)

Als *vorbeugende Schutzmassnahmen* sind folgende Ausrüstungen erforderlich:

- AUGENSPÜLEINRICHTUNGEN
- NOTDUSCHEN
- ERSTE-HILFE-KASTEN
- BROSCHÜRE «Erste Hilfe bei Unfällen in der Galvanotechnik»
(Bezug SGO-Sekretariat)
- CHEMIKALIENDATENBLÄTTER (Bezug Lieferanten)

Am Arbeitsplatz müssen die MAK-Werte (maximale Arbeitsplatz-Konzentrationen) der SUVA eingehalten werden.

Zur Zeit gelten nachstehende Werte:

Flusssäure (als F^-)	:	1,8 ppm resp.	1,5 mg/m ³
Salpetersäure (HNO_3)	> 70 % :	2 ppm resp.	5 mg/m ³
Salpetersäure (HNO_3)	< 70 % :	10 ppm resp.	25 mg/m ³
nitrose Gase (als NO_2)	:	3 ppm resp.	6 mg/m ³

8. Sécurité du travail

8.1 Mesures de protection personnelles et équipement

Les personnes peuvent être mises en danger par une mauvaise composition du bain, des fuites ou une manipulation inappropriée des produits à décapier.

Les brûlures par l'acide fluorhydrique sous forme de vapeur ou de liquide sont particulièrement dangereuses étant donné qu'elles pénètrent profondément dans les tissus et sont trompeuses par l'aspect initialement inoffensif des blessures (faire appel au médecin dans tous les cas).

Une instruction complète du personnel chargé du décapage, de même que des éventuels médecins et personnels sanitaires compétents sur les risques des produits chimiques utilisés est absolument nécessaire et peut, à titre préventif, contribuer énormément à la sécurité. Ces instructions doivent être répétées à intervalles réguliers.

Les fiches techniques de tous les produits chimiques utilisés (par exemple les fiches de données de sécurité DIN), doivent être disponibles.

L'équipement suivant, résistant aux acides doit être utilisé pour le décapage d'aciers inoxydables:

- LUNETTES DE PROTECTION
- GANTS
- TABLIER
- BOTTES (pantalon au-dessus des bottes)

L'équipement suivant doit, d'autre part, être utilisé pour le décapage par pulvérisation:

- COMBINAISON DE PROTECTION
- PROTECTION DE LA TÊTE (capuchon)
- MASQUE DE PROTECTION
(protection intégrale du visage, filtre pour les gaz acides)

Les équipements suivants sont nécessaires à titre de mesures de protection préventives:

- DISPOSITIF DE RINÇAGE DES YEUX
- DOUCHES DE SECOURS
- COFFRET DE PREMIER SECOURS
- BROCHURE «Premier secours en cas d'accidents en galvanotechnique»
(disponible auprès du secrétariat SST)
- FICHES TECHNIQUES DES PRODUITS CHIMIQUES
(obtention auprès des fournisseurs)

Les valeurs MAK (concentration maximale au poste de travail) de la CNA doivent être respectées.

Actuellement, les valeurs ci-dessous sont applicables:

Acide			
fluorhydrique (sous forme de F^-)	:	1,8 ppm resp.	1,5 mg/m ³
Acide nitrique (HNO_3)	> 70 % :	2 ppm resp.	5 mg/m ³
Acide nitrique (HNO_3)	< 70 % :	10 ppm resp.	25 mg/m ³
Oxydes d'azote (sous la forme NO_2)	:	3 ppm resp.	6 mg/m ³

8.2 Bauliche Schutzmassnahmen und Ausrüstung

Um ein Auslaufen der Bäder in den Boden zu verhindern, müssen die Beizbäder in einer *Sicherheitswanne* mit säurefester Beschichtung stehen. Ebenso müssen Vorschriften baulicher- und arbeitshygienischer Art berücksichtigt werden. So ist z.B. das Aufstellen von Bädern mit einem Inhalt von mehr als 450 Litern in der Schweiz bewilligungspflichtig (von Kanton zu Kanton können weitere Auflagen gemacht werden).

Als *Werkstoffe für Beizbäder* sind rostfreier Stahl gummiert, PVC und PE geeignet, für Passivierungsbäder ist eine Gummierung des rostfreien Stahles nicht notwendig. Rohrleitungen, Heizungen, Hebevorrichtungen, Pumpen usw. müssen aus entsprechend beständigen Materialien gefertigt sein. Holz sollte *möglichst nicht* verwendet werden. *Auf keinen Fall* darf Holz in Kontakt mit den Beiz- oder Passivierungsbädern kommen.

Der Bodenbelag der Beizerei muss entsprechend chemikalienbeständig sein, versprühtes oder vergossenes Beizmedium muss leicht entsorgt werden können.

Um Mensch und Umwelt nicht durch giftige Dämpfe (HNO_3 , NO_x und HF) zu gefährden, muss eine gute *Raumlüftung* und *genügende Badabsaugung* (beides je nach Abgaswerten mit Abluftwäscher) vorhanden sein.

9. Anhang

9.1 Chemische Zusammensetzung nichtrostender Stähle

Die nachfolgende Tabelle gibt eine Übersicht über die Bezeichnung und Zusammensetzung der wichtigsten nichtrostenden Stähle.

8.2 Mesures de protection des locaux et équipements

Les baigns de décapage doivent être disposés dans une cuve de sécurité à revêtement résistant à l'acide de manière à prévenir un écoulement des baigns dans le sol. De même, les prescriptions de nature constructive et d'hygiène du travail doivent être prises en considération. Ainsi, par exemple, l'installation de baigns d'une contenance supérieure à 450 l est soumise à autorisation en Suisse (d'autres dispositions peuvent être applicables d'un canton à l'autre).

L'acier inoxydable caoutchouté, le PVC et le PE conviennent comme matériau pour les baigns de décapage. Un caoutchoutage de l'acier inoxydable n'est pas nécessaire pour les baigns de passivation. Les conduites, chauffages, dispositifs de levage, pompes, etc. doivent être fabriqués dans des matériaux résistants correspondants. Le bois dans la mesure du possible, ne devrait pas être utilisé. En aucun cas du bois ne doit entrer en contact avec les baigns de décapage ou de passivation.

Le revêtement du sol des ateliers de décapage doit être résistant aux produits chimiques correspondants; les produits de décapage pulvérisés ou versés doivent être éliminés facilement.

Une bonne ventilation et une aspiration suffisante du bain (tous deux, suivant les valeurs de gaz d'échappement, avec des laveurs d'air) doivent être prévues pour protéger l'homme et l'environnement des vapeurs toxiques (HNO_3 , NO_x et HF).

9. Annexe

9.1 Composition chimique des aciers inoxydables

Le tableau ci-dessous fournit un aperçu de la désignation et de la composition des principaux aciers inoxydables.

Bezeichnung Désignation	Werkstoff-Nr. Matière N°	Chemische Zusammensetzung in % / Composition chimique en %					Annähernde Qualitäten Qualités approchantes nach / selon ASTM
		C	Cr	Mo	Ni	Sonstige / Autres	
Ferritische und martensitische Stähle / Aciers ferritiques et martensitiques							
x 8 Cr 13	1.4000	≤ 0,08	12,0 – 14,0	–	–	–	–
x 6 CrAl 13	1.4002	≤ 0,08	12,0 – 14,0	–	–	Al 0,10 – 0,30	405
x 10 Cr 13	1.4006	0,08 – 0,12	12,0 – 14,0	–	–	–	410
x 15 Cr 13	1.4024	0,12 – 0,17	12,0 – 14,0	–	–	–	–
x 20 Cr 13	1.4021	0,17 – 0,25	12,0 – 14,0	–	–	–	420
x 30 Cr 13	1.4028	0,28 – 0,35	12,0 – 14,0	–	–	–	–
x 38 Cr 13	1.4031	0,35 – 0,42	12,5 – 14,5	–	–	–	–
x 46 Cr 13	1.4034	0,42 – 0,50	12,5 – 14,5	–	–	–	–
x 45 CrMoV 15	1.4116	0,42 – 0,50	13,8 – 15,0	0,45 – 0,60	–	V 0,10 – 0,15	–
x 6 Cr 17	1.4016	≤ 0,08	15,5 – 17,5	–	–	–	430
x 6 CrTi 17	1.4510	≤ 0,08	16,0 – 18,0	–	–	Ti 7 x % C – 1,20	–
x 4 CrMoS 18	1.4105	≤ 0,06	16,5 – 18,5	0,2 – 0,6	–	P ≤ 0,060; S 0,15 – 0,35; Mn ≤ 1,5	–
x 12 CrMoS 17	1.4104	0,10 – 0,17	15,5 – 17,5	0,2 – 0,6	–	P ≤ 0,060; S 0,15 – 0,36; Mn ≤ 1,5	–
x 20 CrNi 172	1.4057	0,14 – 0,23	15,5 – 17,5	–	1,5 – 2,5	–	–
Austenitische Stähle / Aciers austénitiques							
x 6 CrNi 1810	1.4301	≤ 0,07	17,0 – 19,0	–	8,5 – 10,5	–	304
x 5 CrNi 1812	1.4303	≤ 0,07	17,0 – 19,0	–	11,0 – 13,0	–	–
x 10 CrNiS 189	1.4305	≤ 0,12	17,0 – 19,0	–	8,0 – 10,0	P ≤ 0,060; S 0,15 – 0,36	–
x 2 CrNi 1911	1.4308	≤ 0,030	18,0 – 20,0	–	10,0 – 12,5	–	304 L
x 2 CrNiN 1810	1.4311	≤ 0,030	17,0 – 19,0	–	8,5 – 11,5	N 0,12 – 0,22	304 LN
x 6 CrNiTi 1810	1.4541	≤ 0,08	17,0 – 19,0	–	9,0 – 12,0	Ti 5 x % C – 0,80	321
x 6 CrNiNb 1810	1.4550	≤ 0,08	17,0 – 19,0	–	9,0 – 12,0	Nb 10 x % C – 1,00 ^{a)}	347
x 5 CrNiMo 17122	1.4401	≤ 0,07	16,5 – 18,5	2,0 – 2,5	10,5 – 13,5	–	316
x 2 CrNiMo 17132	1.4404	≤ 0,030	16,5 – 18,5	2,0 – 2,5	11,0 – 14,0	–	316 L
x 2 CrNiMoN 17122	1.4406	≤ 0,030	16,5 – 18,5	2,0 – 2,5	10,5 – 13,5	N 0,12 – 0,22	–
x 6 CrNiMoTi 17122	1.4571	≤ 0,08	16,5 – 18,5	2,0 – 2,5	10,5 – 13,5	Ti 5 x % C – 0,80	316 Ti
x 6 CrNiMoNb 17122	1.4580	≤ 0,08	16,5 – 18,5	2,0 – 2,5	10,5 – 13,5	Nb 10 x % C – 1,00 ^{a)}	–
x 2 CrNiMoN 17133	1.4429	≤ 0,030	16,5 – 18,5	2,5 – 3,0	11,5 – 14,5	N 0,14 – 0,22; S ≤ 0,025	–
x 2 CrNiMo 18143	1.4435	≤ 0,030	17,0 – 18,5	2,5 – 3,0	12,5 – 15,0	S ≤ 0,025	316 L
x 5 CrNiMo 17133	1.4436	≤ 0,07	16,5 – 18,5	2,5 – 3,0	11,0 – 14,0	S ≤ 0,025	316
x 2 CrNiMi 18164	1.4438	≤ 0,030	17,5 – 19,5	3,0 – 4,0	14,0 – 17,0	S ≤ 0,025	317 L
x 2 CrNiMoN 17135	1.4439	≤ 0,030	16,5 – 18,5	4,0 – 5,0	12,5 – 14,5	N 0,12 – 0,22; S ≤ 0,025	–
x 2 CrNiMo 18143	1.4435 / BN 2	≤ 0,030	17,0 – 18,0	2,5 – 3,0	12,5 – 14,0	N ≤ 0,10; Ti ≤ 0,05	–
x 2 CrNiMoN 17133	1.4429 / BN 2	≤ 0,030	17,0 – 18,0	2,5 – 3,0	12,5 – 14,0	N 0,15 – 0,20	–

9.2 Methoden zur Prüfung der Oberflächensauberkeit

9.2.1 Visuelle Begutachtung

Die gebeizte Oberfläche muss ein gleichmässig glänzendes bis leicht mattes, metallisch-graues Aussehen haben. Flecken jeder Art deuten auf mögliche Beizschäden hin. Das gleiche gilt für Schweissnähte bzw. für die wärmebeeinflusste Zone (dh. für den schmalen Streifen beidseits der Schweissraupe).

9.2.2 Nachweis von ferritischen Verunreinigungen

Der Ferroxyl-Test

Der Test dient der örtlich begrenzten Stichprobenkontrolle auf ferritische Verunreinigungen.

- anwendbar auf austenitischen CrNi-Stählen (nicht anwendbar auf Teilen aus nichtrostenden Chromstählen).
- benötigte Reagenzien:
Lösung A: 10 g $K_4Fe(CN)_6$
50 ml dest. Wasser
3 Tropfen Netzmittel
Lösung B: 50 ml dest. Wasser
15 ml konz. HNO_3 (65 Gew.-%ig).
- Vorgehen:
beide Lösungen A und B werden zu gleichen Volumenteilen gemischt. Auf die zu prüfende Oberfläche aufsprühen oder ein mit der Indikatorlösung getränktes Filterpapier auf die zu prüfende Fläche legen. *Bei Anwesenheit von Ferrit tritt nach 30 bis 60 Sekunden ein Farbumschlag nach Blau ein.*

Hinweise:

- nach der Prüfung sind die geprüften Oberflächenbereiche sofort mit Deionat zu reinigen.
- die Indikatorlösung ist nur etwa 2 Stunden haltbar, dh. sie muss immer frisch angesetzt werden.
- gestrahlte Oberflächen aus nichtrostenden CrNi-Stählen dürfen erst 24 Stunden nach dem Strahlen dieser Prüfung unterzogen werden (ansonsten Fehlanzeige möglich).
- Beizmittelrückstände werden ebenfalls durch Blaufärbung angezeigt (meist grossflächig).

Auswertung:

Je nach Sauberkeitsklasse werden die Anzahl Anzeigen pro Flächeneinheit angegeben, z.B. 6 Anzeigen pro 4 Prüfflächen à 1 dm² mit einer maximalen Ausdehnung von 2 mm.

Kupfersulfat-Test

Der Test kommt zur Anwendung bei nichtrostenden austenitischen Chrom-Nickel-Stählen sowie bei nichtrostenden ferritischen Stählen mit mehr als 16 % Chrom. Er ist nicht geeignet für Stähle mit weniger als 16 % Chrom. Die Prüflösung enthält auf 250 ml destilliertes Wasser 1 ml Schwefelsäure (Spez. Gew. 1,84) und 4 g Kupfersulfat ($CuSO_4 \cdot 5 H_2O$).

Die Prüflösung wird auf die zu prüfende Oberfläche aufgetupft. Nach ca. 6 Minuten Einwirkzeit wird die geprüfte Fläche vorsichtig abgetrocknet. Auszementiertes Kupfer deutet auf die Anwesenheit von Ferrit.

9.2 Méthodes de contrôle de la qualité des surfaces

9.2.1 Inspection visuelle

La surface décapée doit avoir un aspect métallique gris uniformément brillant à légèrement mat. Les taches de tout genre représentent un indice d'un décapage défectueux. Ceci est aussi valable pour les cordons de soudure ou pour la zone influencée thermiquement (c'est-à-dire pour les bandes étroites des deux côtés du cordon de soudure).

9.2.2 Mise en évidence d'impuretés ferritiques

Le test du ferroxyle

Le test sert aux contrôles par échantillonnage, localement limité, des impuretés ferritiques.

- Applicable aux aciers CrNi austénitiques (non applicable aux pièces en aciers au chrome inoxydables)
- Réactifs nécessaires:
Solution A: 10 g $K_4Fe(CN)_6$
50 ml d'eau distillée
3 gouttes d'agent de mouillage
Solution B: 50 ml d'eau distillée
15 ml de HNO_3 concentré (65 % en poids).
- Procédure:
Les deux solutions A et B sont mélangées dans les mêmes proportions en volume. Pulvériser sur la surface à contrôler ou placer un papier filtre imbibé de solution d'indicateur sur la surface à contrôler. Un virage de couleur au bleu intervient après 30 à 60 secondes en présence de ferrite.

Instructions:

- Les endroits contrôlés doivent immédiatement être nettoyés avec de l'eau déminéralisée après le contrôle.
- La solution d'indicateur n'est conservable que pendant environ 2 heures. Elle doit toujours être appliquée fraîche.
- Les surfaces sablées en aciers CrNi inoxydables ne peuvent être contrôlées que 24 h. après le sablage (sinon de fausses indications sont possibles).
- Les résidus d'agents de décapage sont également indiqués par une coloration bleue (généralement grandes taches).

Analyse:

Le nombre de taches par unité de surface est indiqué suivant la classe de propreté. Exemple: 6 taches pour 4 surfaces de contrôle de 1 dm² avec une étendue maximale de 2 mm.

Test au sulfate de cuivre

Le test est utilisé dans le cas d'aciers au chrome-nickel austénitiques inoxydables, de même que pour les aciers ferritiques inoxydables comportant plus de 16 % de chrome. Il ne convient pas pour les aciers comportant moins de 16 % de chrome. La solution de contrôle contient 1 ml d'acide sulfurique (poids spécifique 1,84) et 4 g de sulfate de cuivre ($CuSO_4 \cdot 5 H_2O$) pour 250 ml d'eau distillée.

La solution de contrôle est tamponnée sur la surface à contrôler. La surface contrôlée est soigneusement séchée après une durée d'action de 6 minutes. La déposition de cuivre indique la présence d'acier non allié.

Auslagerung in demineralisiertem Wasser

Der Test dient sowohl zur örtlich begrenzten Stichprobenkontrolle als auch zur Prüfung der gesamten Oberfläche. Der Test ist anwendbar bei nichtrostenden CrNi-Stählen sowie bei nichtrostenden Cr-Stählen.

Fremdferrit wird durch Umwandlung in Rost angezeigt (rotbraune Verfärbung). Die Einwirkzeit des Deionats muss wenigstens 6 Stunden betragen. Je nach Abmahlung kann die Prüftemperatur zwischen Umgebungstemperatur und 80°C betragen. Das verwendete Deionat muss folgenden Richtwerten entsprechen:

Leitfähigkeit: < 10 µS/cm

Chlorid : < 0,5 mg/kg

Sulfat : < 0,5 mg/kg

Wird lediglich eine Stichprobenprüfung vorgenommen, muss die minimal zu prüfende Oberflächengröße festgelegt werden.

9.2.3 Nachweis der Passivierung

Um zu prüfen, ob ein nichtrostender Stahl eine einwandfrei passivierte Oberfläche aufweist, kann die folgende Tropfenmethode angewendet werden:

Man tropft auf die mit einem organischen Lösungsmittel gereinigte Fläche eine Indikatorlösung bestehend aus

Palladiumchlorid	0,5 g
Salzsäure	2 ml
dest. Wasser	100 ml

und lässt diese 3 Minuten einwirken. War die Fläche passiv, tritt keine Verfärbung auf; Passivierungsfehler werden durch schwarze Fleckenbildung angezeigt.

9.2.4 Nachweis von Reinigungsmittelrückständen

Das Prüfverfahren dient zur Prüfung grösserer Oberflächenbereiche bzw. ganzer Bauteile zum Nachweis wasserlöslicher Verunreinigungen. Der Test beruht auf der Tatsache, dass wasserlösliche Verunreinigungen durch Messung der elektrischen Leitfähigkeit im Wasser nachgewiesen werden können. Die Teile werden 2 Stunden lang bei Raumtemperatur in vollentsalztem Wasser ausgelagert.

Die folgenden Angaben gelten z.B. für Komponenten für kerntechnische Anlagen mit hohen Anforderungen an die Oberflächenreinheit:

Bei einem Volumen- zu Flächenverhältnis von ≤ 200 Liter je m² Oberfläche darf der Leitfähigkeitsanstieg max. 5 µS/cm betragen. Kann das vorgeschriebene Volumen-/Flächenverhältnis nicht eingehalten werden, ist der zulässige Leitfähigkeitsanstieg durch lineare Interpolation zu ermitteln.

Wird ein höherer Leitfähigkeitsanstieg gemessen, muss im Prüfwasser zusätzlich der Chlorid- und Sulfatgehalt bestimmt werden. Bezogen auf die mediumbenetzte Oberfläche dürfen hierbei die folgenden Werte nicht überschritten werden:

0,1 mg Chlorid/dm² Oberfläche und
0,5 mg Sulfat/ dm² Oberfläche

Séjour dans de l'eau déminéralisée

Le test sert aussi bien aux contrôles par échantillonnage localement délimités qu'aux contrôles de la totalité de la surface. Le test est applicable pour les aciers CrNi inoxydables, de même que pour les aciers Cr inoxydables.

La présence de ferrite est mise en évidence par la formation de rouille (coloration brun-rouge). L'action de l'eau déminéralisée doit durer au minimum 6 heures. La température de contrôle peut, suivant l'accord convenu, se situer entre la température ambiante et 80°C. L'eau déminéralisée utilisée doit correspondre aux valeurs indicatives suivantes:

Conductivité: < 10 µS/cm

Chlorure : < 0,5 mg/kg

Sulfate : < 0,5 mg/kg

L'étendue minimale de la surface à contrôler doit être définie si l'on n'effectue qu'un contrôle par échantillonnage.

9.2.3 Mise en évidence de la passivation

La méthode suivante peut être appliquée pour contrôler si un acier inoxydable présente une surface parfaitement passivée:

On laisse s'égoutter sur la surface préalablement nettoyée avec un solvant organique, une solution indicatrice constituée de:

Chlorure de palladium	0,5 g
Acide chlorhydrique	2 ml
Eau distillée	100 ml

et on laisse celle-ci agir 3 minutes. Si la surface était passive, aucune coloration n'intervient; les défauts de passivation sont indiqués par une formation de taches noires.

9.2.4 Mise en évidence de résidus de nettoyage

Le procédé de contrôle sert à la vérification de grands domaines de surfaces ou de composants complets pour la mise en évidence d'impuretés solubles dans l'eau. Le test repose sur le fait que les impuretés solubles dans l'eau peuvent être mises en évidence par la mesure de la conductivité électrique de l'eau. Les pièces sont maintenues pendant 2 heures dans de l'eau totalement déminéralisée à la température ambiante.

Les indications suivantes sont valables par exemple pour les composants des installations de centrales nucléaires ayant des exigences élevées en ce qui concerne la pureté de la surface:

Dans le cas d'un rapport volume/surface de ≤ 200 litres par m² de surface, l'augmentation de la conductivité ne doit pas dépasser 5 µS/cm. L'augmentation autorisée de la conductivité peut être déterminée par interpolation linéaire si le rapport volume/surface prescrit ne peut être respecté.

La teneur en chlorure et en sulfate doit, d'autre part, être déterminée dans l'eau de contrôle si une augmentation supérieure de la conductivité est mesurée. Les valeurs suivantes ne doivent alors pas être dépassées.

0,1 mg de chlorure/dm² de surface mouillée
0,5 mg de sulfate/ dm² de surface mouillée

9.2.5 Nachweis von Chlorid- bzw. Schwefelkontaminationen auf metallischen Oberflächen

Das Verfahren beruht darauf, dass mittels Wischproben mit vollentsalztem Wasser, die Chlorid- und Schwefelkontamination von der Metalloberfläche auf einen Träger (Filterpapier) übergeführt und anschliessend durch chemische Analyse quantitativ bestimmt wird.

Wischprobenentnahme:

– **Benötigte Geräte:**

100 ml PE-Weithalsflaschen mit Schraubverschluss
PE-Spritzflasche mit Deionat
PE-Handschuhe
Filterpapier Schwarzband p.a. (Durchmesser 9 bis 12,5 cm).

– **Durchführung der Wischprobe:**

Vor jeder Wischprobe sind neue Handschuhe zu verwenden. Die zu prüfende Fläche (genau festhalten, ca. 1 dm²) wird nacheinander mit 4 Deionat-befeuchteten Filterpapieren abgewischt. Die 4 Filterpapiere werden zusammen in eine PE-Weithalsflasche gegeben und diese anschliessend verschlossen. Es sind mindestens 3 Wischproben an verschiedenen Stellen durchzuführen. Zur Erfassung des Blindwertes werden parallel zu diesen Wischproben in eine weitere PE-Flasche 4 befeuchtete Filterpapiere aus der gleichen Packung gegeben.

Durchführung der chemischen Analyse:

Zu den jeweils 4 Filterpapieren werden 50 ml Deionat in die PE-Flasche gegeben. Die Flaschen werden bei etwa 60°C in ein Wasserbad gestellt und darin 6 bis 8 Stunden belassen.

Nach dem Auslaugen in die 100 ml Messkolben filtrieren, mit Deionat nachspülen und den Messkolben mit Deionat bis zur Eichmarke auffüllen.

- Bestimmung der löslichen Chloride und Sulfate:
Diese erfolgt mittels gängiger Analysemethoden. Messwertangabe in mg Schadstoffe/dm² Oberfläche.
- Bestimmung des Gesamtschwefels:
Die Filterwischproben werden getrocknet, verascht und mittels NaOH/KNO₃ in der Schmelze aufgeschlossen. Auflösen in Deionat, Filtrieren und Bestimmung des Gesamtschwefels als Sulfat mittels gängiger Methoden.

Auswertung (Grenzwerte)

Die zulässigen Grenzwerte sind in der jeweiligen Spezifikation festzuhalten. Hohe Sauberkeitsklassen verlangen Grenzwerte von max. 0,1 mg Chlorid und 0,5 mg Gesamtschwefel pro dm² Oberfläche.

Bemerkung: Die hier beschriebene Wischprobe eignet sich für grössere Teile. Bei Klein- und Kleinstteilen kann dieser Wischtest sinngemäss durch einen Auswaschtest ersetzt werden.

9.3 Literaturhinweise

BADANALYTIK

Analytische Untersuchungen im galvanischen Betrieb, R. Weiner, 1968, Band 13

Massanalytische Schnellmethoden für Beizen und galvanische Elektrolyte, O. Borchert, Leipzig 1966

9.2.5 Mise en évidence de contaminations de chlorure et de soufre sur les surfaces métalliques

Le procédé repose sur le transfert de la contamination de la surface métallique à un support (papier filtre) et sur la détermination analytique ultérieure de la contamination.

Prélèvement d'un échantillon par essuyage:

– **Instruments nécessaires:**

Bouteille en PE à col large de 100 ml à fermeture à vis
Bouteille de pulvérisation en PE avec de l'eau déminéralisée
Gants en PE
Papier filtre à bande noire p.a.
(diamètre 9–12,5 cm)

– **Réalisation de l'échantillon par essuyage:**

De nouveaux gants doivent être utilisés pour chaque essai d'essuyage. La surface à contrôler (définir exactement, env. 1 dm²) est essuyée successivement avec 4 papiers filtres mouillés à l'eau déminéralisée. Les 4 papiers filtres sont disposés ensemble dans une bouteille de PE à col large et celle-ci est ensuite fermée. 3 échantillons d'essuyage doivent au minimum être effectués, à différents endroits. Parallèlement à ces échantillons d'essuyage, 4 papiers filtres mouillés du même emballage sont placés dans une autre bouteille de PE pour obtenir la valeur de référence.

Réalisation de l'analyse chimique:

50 ml d'eau déminéralisée sont ajoutés aux 4 papiers filtres dans les bouteilles de PE. Les bouteilles sont placées dans un bain d'eau à env. 60°C et y sont laissées 6 à 8 heures.

Filtrer ensuite dans un tube de mesure de 100 ml, rincer avec de l'eau déminéralisée et remplir le tube de mesure d'eau déminéralisée jusqu'au repère d'étalonnage.

- Détermination des chlorures et sulfates solubles:
Ceci est effectué au moyen de méthodes d'analyses usuelles. Indication des valeurs de mesure en mg de polluant/dm² de surface.
- Détermination du soufre total:
Les échantillons de papiers filtres sont séchés, incinérés et décomposés dans le bain au moyen de NaOH/KNO₃. Dissolution dans l'eau déminéralisée, filtration et détermination du soufre total sous forme de sulfate au moyen des méthodes usuelles.

Analyse (valeurs limites)

Les valeurs limites autorisées doivent être précisées dans la spécification correspondante. Des classes de propreté élevées exigent des valeurs limites d'au maximum 0,1 mg de chlorure et 0,5 mg de soufre total par dm² de surface.

Remarque: l'échantillon d'essuyage décrit ici convient pour les pièces de grandes dimensions. Dans le cas de petites pièces, ce test d'essuyage peut judicieusement être remplacé par un test de lavage.

9.3 Rappels bibliographiques

ANALYSE DES BAINS

Analytische Untersuchungen im galvanischen Betrieb, R. Weiner, 1968, Band 13

Massanalytische Schnellmethoden für Beizen und galvanische Elektrolyte, O. Borchert, Leipzig 1966

BEIZEN

Normen

Standard Practice for Cleaning and Descaling Stainless Steel Parts, Equipment and Systems, ASTM A 380-88

Basler Chemische Industrie, Basler Norm, BN 94: Beizen, Passivieren und Elektropolieren, Ausgabe 1985-02-13

Beizen allgemein

Die Oberfläche nichtrostender Stähle muss passiv sein. H. Geipl, Der Praktiker, (1987)7, 314-319

Wie beizt man Edelstähle? Praktische Tips für Anwender. Oberfläche (1975), 312-315

Die Oberflächenbehandlung von nichtrostenden Chromnickelstählen, G. Graf, Metall 9/1987, 1-8

Gezieltes Beizen von Apparaten aus chemisch beständigen Stählen, K. Risch, W. Althen, Z. Werkstofftechn. 12, 23-30, (1981)

Interventions occasionelles préalables ou périodiques sur les appareils en aciers inoxydables des installations industrielles, H. Monin, Aciers Spéciaux, 53(1981)2, 26-29

Influence des traitements de surface sur la résistance à la corrosion des aciers au chrome. L. Bäcker, E. Herzog, Corrosion - Traitements - Protection - Finition, 15(1967)3, 117-130

Nach dem Schweißen: Nichtrostenden Stahl vor Korrosion bewahren. Th. Rössel, Der Praktiker, (1979)11, 2-4

Oberflächenbehandlung von CrNi-Stahl-Schweißnähten, S. Vogt, Werkstoffe u. ihre Veredlung, 2(1980)5, 244-246

Edelstahl-Rostfrei, A. Mohr, Chemie, Anlagen u. Verfahren, (1987)1

Wasserstoffinduzierte Versprödung bei der Oberflächenveredlung von Stahlteilen. SGO-Merkblatt W3

ELEKTROPOLIEREN

Elektropolieren von Edelstahloberflächen für hohe Reinheitsanforderungen. S. Piesslinger, Metalloberfläche, 40(1986)8

Elektropolieren hochwertiger funktioneller Edelstahloberflächen. S. Piesslinger, Chemie-Technik, 12(1983)4, 1-4

OBERFLÄCHENSAUBERKEIT

Oberflächensauberkeit und temporärer Korrosionsschutz von Rohren aus nichtrostenden Stählen für die Kerntechnik. G. Herbsleb, VGB Kraftwerkstechnik, 56(1976)1, 29-33

Oberflächensauberkeit von Bauteilen (Kerntechnische Anlagen), DIN 25410

UMWELT

Auch Problemlösung in der Umwelttechnik - Beizen von austenitischen Edelstählen. A. Mohr, Verfahrenstechnik, (1985)5.

DECAPAGE

Normes

Standard Practice for Cleaning and Descaling Stainless Steel Parts, Equipment and Systems, ASTM A 380-88

Basler Chemische Industrie, Basler Norm, BN 94: Beizen, Passivieren und Elektropolieren, Ausgabe 1985-02-13

Décapage, généralités

Die Oberfläche nichtrostender Stähle muss passiv sein. H. Geipl, Der Praktiker, (1987)7, 314-319

Wie beizt man Edelstähle? Praktische Tips für Anwender. Oberfläche (1975), 312-315

Die Oberflächenbehandlung von nichtrostenden Chromnickelstählen, G. Graf, Metall 9/1987, 1-8

Gezieltes Beizen von Apparaten aus chemisch beständigen Stählen, K. Risch, W. Althen, Z. Werkstofftechn. 12, 23-30, (1981)

Interventions occasionelles préalables ou périodiques sur les appareils en aciers inoxydables des installations industrielles, H. Monin, Aciers Spéciaux, 53(1981)2, 26-29

Influence des traitements de surface sur la résistance à la corrosion des aciers au chrome. L. Bäcker, E. Herzog, Corrosion - Traitements - Protection - Finition, 15(1967)3, 117-130

Nach dem Schweißen: Nichtrostenden Stahl vor Korrosion bewahren. Th. Rössel, Der Praktiker, (1979)11, 2-4

Oberflächenbehandlung von CrNi-Stahl-Schweißnähten, S. Vogt, Werkstoffe u. ihre Veredlung, 2(1980)5, 244-246

Edelstahl-Rostfrei, A. Mohr, Chemie, Anlagen u. Verfahren, (1987)1

Wasserstoffinduzierte Versprödung bei der Oberflächenveredlung von Stahlteilen. SGO-Merkblatt W3

ELECTROPOLISSAGE

Elektropolieren von Edelstahloberflächen für hohe Reinheitsanforderungen. S. Piesslinger, Metalloberfläche, 40(1986)8

Elektropolieren hochwertiger funktioneller Edelstahloberflächen. S. Piesslinger, Chemie-Technik, 12(1983)4, 1-4

PROPRETE DES SURFACES

Oberflächensauberkeit und temporärer Korrosionsschutz von Rohren aus nichtrostenden Stählen für die Kerntechnik. G. Herbsleb, VGB Kraftwerkstechnik, 56(1976)1, 29-33

Oberflächensauberkeit von Bauteilen (Kerntechnische Anlagen), DIN 25410

ENVIRONNEMENT

Auch Problemlösung in der Umwelttechnik - Beizen von austenitischen Edelstählen. A. Mohr, Verfahrenstechnik, (1985)5.

9.2.5 Nachweis von Chlorid- bzw. Schwefelkontaminationen auf metallischen Oberflächen

Das Verfahren beruht darauf, dass mittels Wischproben mit vollentsalztem Wasser, die Chlorid- und Schwefelkontamination von der Metalloberfläche auf einen Träger (Filterpapier) übergeführt und anschliessend durch chemische Analyse quantitativ bestimmt wird.

Wischprobenentnahme:

– **Benötigte Geräte:**

100 ml PE-Weithalsflaschen mit Schraubverschluss
PE-Spritzflasche mit Deionat
PE-Handschuhe
Filterpapier Schwarzband p.a. (Durchmesser 9 bis 12,5 cm).

– **Durchführung der Wischprobe:**

Vor jeder Wischprobe sind neue Handschuhe zu verwenden. Die zu prüfende Fläche (genau festhalten, ca. 1 dm²) wird nacheinander mit 4 Deionat-befeuchteten Filterpapieren abgewischt. Die 4 Filterpapiere werden zusammen in eine PE-Weithalsflasche gegeben und diese anschliessend verschlossen. Es sind mindestens 3 Wischproben an verschiedenen Stellen durchzuführen. Zur Erfassung des Blindwertes werden parallel zu diesen Wischproben in eine weitere PE-Flasche 4 befeuchtete Filterpapiere aus der gleichen Packung gegeben.

Durchführung der chemischen Analyse:

Zu den jeweils 4 Filterpapieren werden 50 ml Deionat in die PE-Flasche gegeben. Die Flaschen werden bei etwa 60°C in ein Wasserbad gestellt und darin 6 bis 8 Stunden belassen.

Nach dem Auslaugen in die 100 ml Messkolben filtrieren, mit Deionat nachspülen und den Messkolben mit Deionat bis zur Eichmarke auffüllen.

- Bestimmung der löslichen Chloride und Sulfate:
Diese erfolgt mittels gängiger Analysemethoden. Messwertangabe in mg Schadstoffe/dm² Oberfläche.
- Bestimmung des Gesamtschwefels:
Die Filterwischproben werden getrocknet, verascht und mittels NaOH/KNO₃ in der Schmelze aufgeschlossen. Auflösen in Deionat, Filtrieren und Bestimmung des Gesamtschwefels als Sulfat mittels gängiger Methoden.

Auswertung (Grenzwerte)

Die zulässigen Grenzwerte sind in der jeweiligen Spezifikation festzuhalten. Hohe Sauberkeitsklassen verlangen Grenzwerte von max. 0,1 mg Chlorid und 0,5 mg Gesamtschwefel pro dm² Oberfläche.

Bemerkung: Die hier beschriebene Wischprobe eignet sich für grössere Teile. Bei Klein- und Kleinstteilen kann dieser Wischtest sinngemäss durch einen Auswaschtest ersetzt werden.

9.3 Literaturhinweise

BADANALYTIK

Analytische Untersuchungen im galvanischen Betrieb, R. Weiner, 1968, Band 13

Massanalytische Schnellmethoden für Beizen und galvanische Elektrolyte, O. Borchert, Leipzig 1966

9.2.5 Mise en évidence de contaminations de chlorure et de soufre sur les surfaces métalliques

Le procédé repose sur le transfert de la contamination de la surface métallique à un support (papier filtre) et sur la détermination analytique ultérieure de la contamination.

Prélèvement d'un échantillon par essuyage:

– **Instruments nécessaires:**

Bouteille en PE à col large de 100 ml à fermeture à vis
Bouteille de pulvérisation en PE avec de l'eau déminéralisée
Gants en PE
Papier filtre à bande noire p.a.
(diamètre 9–12,5 cm)

– **Réalisation de l'échantillon par essuyage:**

De nouveaux gants doivent être utilisés pour chaque essai d'essuyage. La surface à contrôler (définir exactement, env. 1 dm²) est essuyée successivement avec 4 papiers filtres mouillés à l'eau déminéralisée. Les 4 papiers filtres sont disposés ensemble dans une bouteille de PE à col large et celle-ci est ensuite fermée. 3 échantillons d'essuyage doivent au minimum être effectués, à différents endroits. Parallèlement à ces échantillons d'essuyage, 4 papiers filtres mouillés du même emballage sont placés dans une autre bouteille de PE pour obtenir la valeur de référence.

Réalisation de l'analyse chimique:

50 ml d'eau déminéralisée sont ajoutés aux 4 papiers filtres dans les bouteilles de PE. Les bouteilles sont placées dans un bain d'eau à env. 60°C et y sont laissées 6 à 8 heures.

Filtrer ensuite dans un tube de mesure de 100 ml, rincer avec de l'eau déminéralisée et remplir le tube de mesure d'eau déminéralisée jusqu'au repère d'étalonnage.

- Détermination des chlorures et sulfates solubles:
Ceci est effectué au moyen de méthodes d'analyses usuelles. Indication des valeurs de mesure en mg de polluant/dm² de surface.
- Détermination du soufre total:
Les échantillons de papiers filtres sont séchés, incinérés et décomposés dans le bain au moyen de NaOH/KNO₃. Dissolution dans l'eau déminéralisée, filtration et détermination du soufre total sous forme de sulfate au moyen des méthodes usuelles.

Analyse (valeurs limites)

Les valeurs limites autorisées doivent être précisées dans la spécification correspondante. Des classes de propreté élevées exigent des valeurs limites d'au maximum 0,1 mg de chlorure et 0,5 mg de soufre total par dm² de surface.

Remarque: l'échantillon d'essuyage décrit ici convient pour les pièces de grandes dimensions. Dans le cas de petites pièces, ce test d'essuyage peut judicieusement être remplacé par un test de lavage.

9.3 Rappels bibliographiques

ANALYSE DES BAINS

Analytische Untersuchungen im galvanischen Betrieb, R. Weiner, 1968, Band 13

Massanalytische Schnellmethoden für Beizen und galvanische Elektrolyte, O. Borchert, Leipzig 1966

Auskünfte und Anregungen:

Arbeitsgruppe "Wasserstoffinduzierte Versprödung"
Gregor Graf
c/o Notz Stahl AG
Postfach 1157
2501 Biel
Tel. 032/25 11 25

Weitere SGO-Merkblätter sind erhältlich beim

Sekretariat der SGO
Peter Epp
Wartenbergstr. 47
4052 Basel
Tel. 061/312 45 90

K1: Salzsprühnebelprüfungen

K2: Korrosionsprüfungen mit feuchter Wärme

W1: Wasserstoffinduzierte Versprödung bei der Oberflächenveredelung von Stahlteilen

W2: Das Säurebeizen von unlegierten und niedriglegierten Stählen als Vorbehandlung vor dem Galvanisieren

Renseignements et propositions:

Groupe de travail "Fragilisation induite par l'hydrogène"
Gregor Graf
c/o Notz Aciers SA
Case postale 1157
2501 Bienne
Tél. 032/25 11 25

Les notices SST suivantes peuvent être obtenues auprès du

Secrétariat de la SST
Peter Epp
Wartenbergstr. 47
4052 Bâle
Tél. 061/312 45 90

K1: Essais au brouillard salin

K2: Essais de corrosion à la chaleur humide

W1: La fragilisation induite par l'hydrogène dans le traitement de surface des pièces en acier

W2: Le décapage à l'acide d'aciers non alliés et faiblement alliés comme traitement préalable à la galvanisation