

Derouging von austenitischen Edelstahloberflächen mittels pH-neutraler Hochleistungs- chemikalien

Neue Entwicklungen im Bereich des chemischen Derouging

Dr. techn. Georg Henkel • Henkel Beiz- und Elektropolieretechnik GmbH u. Co. KG, Waidhofen a.d. Thaya (Österreich)

Benedikt Henkel • Henkel Beiz- und Elektropolieretechnik GmbH u. Co. KG, Neustadt-Glewe

Korrespondenz: Benedikt Henkel, Henkel Beiz- und Elektropolieretechnik GmbH u. Co. KG, An der Autobahn 12, 19306 Neustadt-Glewe;
e-mail: b.henkel@henkel-epol.com

Autoren

Dr. techn. Georg Henkel studierte Maschinenbau an der TU Stuttgart bevor er ein Dissertationsstudium an der TU Wien abschloss. Seit 1975 ist er geschäftsführender Gesellschafter der Firma Henkel Beiz- und Elektropolieretechnik GmbH mit Niederlassungen in Waidhofen/Thaya (Österreich), Neustadt-Glewe (Deutschland) und Győrújváros (Ungarn). Seit 1995 fungiert er zudem als ständig gerichtlich beideter Sachverständiger für Edelstahlkorrosionsschäden und ist über das Ingenieurbüro NI-ROPLAN bei Oberflächen- und Korrosionsfragen von Edelstahl beratend tätig.



Dr. techn. Georg Henkel



Benedikt Henkel

Benedikt Henkel absolvierte ein Maschinenbaustudium an der TU Wien. Er ist seit 1999 in der Niederlassung der Firma Henkel Beiz- und Elektropolieretechnik GmbH u. Co. KG in Neustadt-Glewe (Deutschland) im Bereich der chemischen und elektrochemischen Oberflächenbehandlung von Komponenten aus Edelstahl und Sonderlegierungen tätig, seit 2007 als Geschäftsführer.

Zusammenfassung

Die detaillierte Darstellung der verschiedenen Mechanismen der Schichtbildungen (speziell Oxidschichtbildungen) auf Metallen und Metalllegierungen (speziell 1.4404/1.4435) führt zu der Erkenntnis, dass prinzipiell zwischen stabilen, passiven und dichten bzw. extrem reaktionsträgen Primärschichten und reaktionsfreudigen, korrosiven und porösen Sekundärschichten zu unterscheiden ist. In der Folge werden in dem Artikel neben den korrosionsfesten und passiven Verhältnissen von unbeschränkt intakten austenitischen Edelstahloberflächen wie z. B. 1.4404 auch die bekannten Phänomene der Rougingbildung auf derartigen Bauteiloberflächen mit den allgemeinen Schichtbildungsprinzipien dargestellt. Die Mechanismen der Rougingbildung z. B. auf 1.4404/1.4435 in gas- und ionenarmen Reinstwässern, wie etwa WFI ab Temperaturen $> 50^{\circ}\text{C}$, basieren eindeutig auf typische Bildungsmechanismen von porösen Sekundärschichten, wobei nachweislich Eisenoxidhydrat $\text{FeO} \cdot \text{OH}$ als (temporäre) Poröschicht entsteht. Aus diesen Erkenntnissen werden die prinzipiellen Anforderungen an chemische Derouginglösungen formuliert, wobei grundsätzlich zwischen sauren und pH-neutralen Lösungen unterschieden wird. Dieser Artikel stellt abschließend eine Reihe von pH-neutralen Lösungswegen dar und bewertet diese.

Einleitung

Die kennzeichnende rötlich/bräunlich/bläuliche Schichtbildung auf medienberührten Oberflächen (Abb. 1) von Bauteilen aus austenitischen Edelstahllegierungen 316L/1.4404/1.4571/1.4435 oder ähnlich entspricht metallurgisch eindeutig nicht mehr der korrosionsschützenden chromoxidreichen Passivschicht, sondern stellt eindeutig eine eisenoxiddominierte Rougeschicht dar [1–13, 17, 19–21]. In der Praxis können Rougeschichten direkt am Ort durch chemische Oberflächenreaktionen entstanden sein oder aber



Abb. 1: Beispiele für typische rougebelagte Bauteiloberflächen (Quelle aller Bilder: Henkel).

durch die Medienströmung aus entfernteren Systembereichen teilweise angeschwemmt worden sein [14–16, 18]. Rougeschichten zeigen im medienberührten Anlagenbereich einen völlig anderen Verhaltenscharakter als die typische korrosionsschützende Passivschicht der reinen Edelstahl Oberfläche. Je nach Dicke und Strukturcharakter der Rougeschicht können Rougepartikel durch die Medienströmung von der Oberfläche abgelöst werden und das Medium unkontrolliert partikulär kontaminieren [1, 8, 18, 22, 23, 24].

Anhand thermodynamischer Grundlagen können die in der Praxis identifizierten Schichtbildungsprinzipien bzw. Schichtinversionen von der ursprünglichen Passivschicht zur chemisch aktiven Rougeschicht nachvollziehbar gedeutet und typische Analogien zum Verhalten der Rougeschicht aus korrosionstechnischer wie auch aus verfahrenstechnischer Sicht des Anlagenbetreibers dargestellt werden. Nachhaltige und kontrollierte chemische (Abb. 2) oder elektrochemische Abreinigungsverfahren der verfahrenstechnisch stö-

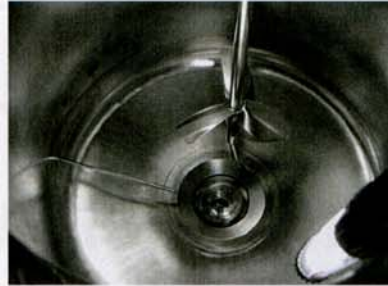
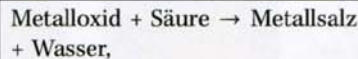


Abb. 2: Beispiel für chemisch derougte Edelstahl Oberflächen mittels Mineralsäuremischungen wie HENKEL HC 1106.

renden Rougeschichten (Derougingverfahren) von den betroffenen Edelstahl Oberflächen haben sich bisher vorwiegend der Nutzung saurer Chemikalien (ph 0...2) bzw. saurer Elektrolyte (ph 0...1) bedient.

Die chemischen Auflösungsprinzipien der eisenoxiddominierten Rougeschicht mittels wässriger Säurelösungen können dabei wie folgt beschrieben werden:



wobei die Säure nur das Fe-Oxid und nicht die Edelstahl Oberfläche selbst angreifen darf und das entstehende Metalloxid unbedingt wasserlöslich sein muss. Außerdem soll der Prozess bei Temperaturen < 100 °C und in Zeiträumen < 10 h ablaufen. Die verwendeten Reinigungsmedien und die entstandenen Salze müssen gesichert rückstandsfrei aus dem Anlagensystem entfernt werden können und auch die sicherheitstechnischen Abwicklungsgegebenheiten wie die umweltrelevanten Entsorgungsgesichtspunkte müssen dabei uneingeschränkt voll kontrollierbar sein. Alternative Lösungsansätze für chemische Derougingoperationen basieren auf der Nutzung von Chemikalien oder Chemikalienkombinationen, die einerseits den Nachteil von wässrigen Mineralsäuremischungen (aggressive ph-Werte von 0...2) mit entsprechenden Sicherheitsrisiken und Entsorgungsaufwänden vermeiden lassen und gleichzeitig auf der Basis der che-

mischen Reduktion und Metallkomplexbildung rückstandsfreie Derougingleistungen betreffend der medienberührten Edelstahl Oberfläche in akzeptablen Temperatur- und Zeitbereichen erreichen lassen ohne andere Nachteile zu offenbaren. Neue und bereits umfangreich im Praxisbereich getestete wässrige Lösungen von organischen und auch anorganischen Komplexbildnerkompositionen (Abb. 3) im ph-Bereich 6-8 erlauben es, die Aufgabe der rückstandsfreien Abreinigung von Rougebelägen und die Repassivierung der Edelstahl Oberfläche gesichert abzuwickeln. Hierdurch werden sowohl die Arbeiten vor Ort speziell aus sicherheitstechnischen Aspekten wesentlich einfacher, wie auch die Entsorgung der gebrauchten Chemikalien und der resultierenden Spülwässer deutlich vereinfacht.



Abb. 3: Beispiel für chemisch derougte Edelstahl Oberflächen mittels neutralem organischem Komplexbildnersystem HENKEL HC 4200.

Die Passivschicht

Mit Ausnahme der Edelmetalle zeigen alle übrigen Metalle und metallischen Legierungen in Reaktion auf die Umgebungsbedingungen das thermodynamische Grundverhalten, Verbindungen einzugehen und damit prinzipiell Korrosionstendenzen zu zeigen.

Die elektrochemische Spannungsreihe ordnet die Metalle/Legierungen in edle und unedle Stoffe, wobei edle Stoffe bei gleichen Umgebungsbedingungen deutlich weniger Bestreben

Tabelle 1

Thermodynamische Triebkraft (Reaktionsenthalpie) bei Normalbedingungen der chemischen Reaktion als Metalloxid und die Stellung des entsprechenden Metalls in der elektrochemischen Spannungsreihe (Quelle: [7]).

Me _n O _m	Reaktionsenthalpien - ΔG in kJ/mol O ₂	elektrochemische Spannungsreihe in V
Ag ₂ O	11	Ag: + 0,8
CuO	128	Cu: + 0,35
Fe ₂ O ₃	245	Fe: - 0,44
Fe ₃ O ₄	259	-
ZnO	318	Zn: - 0,76
Cr ₂ O ₃	349	Cr: - 0,56
Al ₂ O ₃	525	Al: - 1,69

zeigen, chemische Verbindungen einzugehen als unedle Stoffe.

Neben verschiedenen möglichen Reaktionen von Metallen/Legierungen mit chemischen Stoffen in der Umgebung sei hier speziell die Oxidation mit Sauerstoff zum Metalloxid gewählt. Tab. 1 gibt neben dem betreffenden Oxid die thermodynamische Triebkraft (Reaktionsenthalpie) der chemischen Reaktion bei Normalbedingungen und die Stellung des Metalls in der elektrochemischen Spannungsreihe an.

Edle Metalle zeigen dabei eine geringere Bereitschaft zum Oxidieren, während unedle Metalle/Metallegierungen dagegen sehr leicht Verbindungen eingehen und dann in der Regel auch sehr stabile Stoffe entstehen. Während Al als ein sehr unedles und reaktionsfreudiges Element gilt, ist Al₂O₃ zum Beispiel eine sehr reaktionsträge Verbindung. Gleiches gilt für Cr und Cr₂O₃.

Bei edlen Metallen (z. B. Ni) beruht der Korrosionswiderstand thermodynamisch auf der chemischen Reaktionsträgheit infolge der geringen Reaktionsenthalpie.

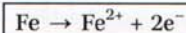
Bei unedlen Metallen (z. B. Cr), welche sich aufgrund einer sehr ra-

schen Ausbildung einer Passivschicht als quasi effektiv korrosionsbeständig zeigen (Cr₂O₃), liegt eine spezielle kinetische Hemmung des weiteren Korrosionsablaufs vor, durch die die Geschwindigkeit des Korrosionsvortriebs trotz starker thermodynamischer Triebkraft vernachlässigbar gering bleibt.

In diesem Zusammenhang lässt sich der Begriff der (dichten) Primärschicht (z. B. Al₂O₃ und Cr₂O₃) und der (porösen, durchlässigen) Sekundärschicht (z. B. Fe₂O₃) bei an sich

unedlen, korrosionsrelevanten Metallen bzw. Metalllegierungen definieren.

Speziell bei austenitischen Edelstahllegierungen 1.4301, 1.4401, 1.4404, 1.4435 etc. beruht die Korrosionsbeständigkeit ausschliesslich auf der Ausbildung einer sehr dünnen chromoxidreichen Passivschicht (Abb. 4) als effektive Schutzschicht auf der gesamten Oberfläche. Durch diese Schichtbildung werden Korrosionsprozesse wie etwa das in-Lösung-gehen von Metallatomen aus der Bauteiloberfläche wie zum Beispiel



gesichert vermieden.

Verschiedene Schichtcharaktere

Die thermodynamisch bedingte hohe Reaktionsbereitschaft eines (unedlen) Metalls ist die prinzipielle Voraussetzung für das erkannte Eintreten der kinetischen Reaktionshemmung nach der Primärschichtbildung und damit aber auch die notwendige Bedingung für die Ausbildung einer sehr dünnen, porenfrei dichten Oxidschicht, die in der Folge Metall und chemisches Angriffsmedium trennt (Abb. 5).

Die praktische Erkenntnis, dass auch Stoffen mit hoher Reaktions-

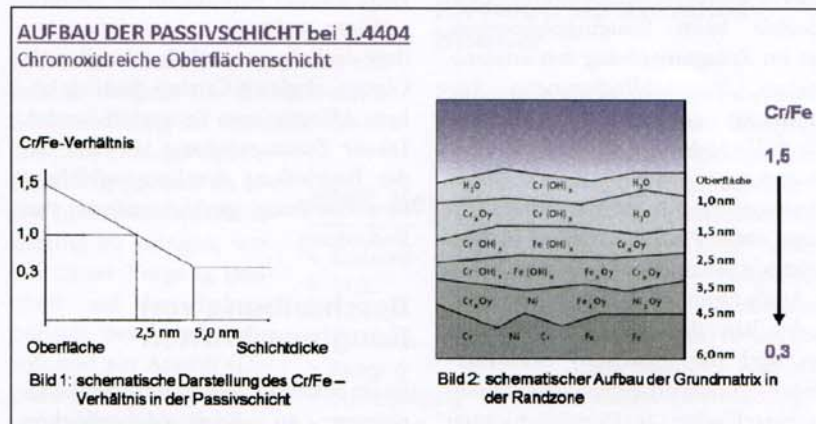


Abb. 4: Schematische Darstellung der Passivschichtausbildung auf einer austenitischen Edelstahloberfläche 1.4404 (Quelle: [2, 6]).

bereitschaft, wie etwa Fe mit Fe_2O_3 , eindeutig keine korrosionstechnische Schutzschicht erwächst, zeigt, dass die Bedingung einer hohen Reaktionsenthalpie keine hinreichende Bedingung ist und auch noch andere chemisch-physikalische Faktoren in Betracht zu ziehen sind.

Die Primärschicht als typisch schützende Passivschicht, wie etwa Cr_2O_3 , bei Austeniten, wie 1.4404 oder ähnlich, entsteht also aus einer Primärreaktion von Metall und Sauerstoff, also abhängig vom Passivierungsvorgang meist unmittelbar und ohne vorangehende Bildung von hydratisierten Metallionen ($\text{Me}_n(\text{OH})_n$).

Ungenügend korrosionsbeständige Metalle, wie etwa Eisen (Fe), bilden primär eine Schicht von Metallionen, Metalloxiden und gegebenenfalls Metallhydroxiden, die sich an der Metalloberfläche teilweise im Elektrolyten lösen, und die in einer Sekundärreaktion als poriges Oxidhydrat (Rost) ausgefällt werden. Durch die Poren der Rostschicht steht der angreifende Elektrolyt durch Diffusionswirkungen weiterhin in unmittelbarer Metallberührung (Abb. 6).

Die Eisenrostschicht stellt dabei eine typische Sekundärschicht dar, während die chromoxidreiche Passivschicht z.B. bei 1.4404 als Primärschicht bezeichnet wird. Bildet sich aufgrund des beteiligten Metalls und der Umgebungsbedingungen eine Primärschicht, so wird die Bildung einer Sekundärschicht unterbunden. Speziell beim Rougingphänomen, das im Zusammenhang mit austenitischen Edelstahllegierungen bekannt ist, wandelt sich offenbar durch Veränderung der Umgebungsbedingungen die korrosionsfeste chromoxidreiche Primärschicht im Sinne einer Phaseninversion in eine rostende Sekundärschicht um.

Auch atomare Transportprozesse in den bzw. durch die Primärschichten und die (porösen) Sekundärschichten sind erfahrungsgemäß völlig verschieden. In Primärschichten erfolgen Transporte vorwiegend durch Diffusionsvorgänge in festen

Körpern, also über Gitterbaufehler, wie Leerstellen oder Zwischengitteratome bzw. über statistische Platzwechsellvorgänge. Je höher der Fehlorderungsgrad in der Deckschicht ist, desto höher ist der Diffusionsgrad zu erwarten.

Für Schichtwachstumsvorgänge von Sekundärschichten sind zunächst ebenfalls Diffusionsgesetzmäßigkeiten im Metallverbund verantwortlich, wobei allerdings hinzukommt, dass die Penetration der korrosionsverursachenden Flüssigkeit durch die von Anfang an vorliegende Porosität der Sekundärschicht deutlich unterstützt wird.

Eisen verزندert deshalb wesentlich schneller als Chrom, obgleich Cr eine deutlich höhere Affinität zum Sauerstoff besitzt. Dieser Zusammenhang ist auch bei der Beurteilung der Rougingbildung bzw. des Rougingschichtaufbaus von Bedeutung.

Beschreibung von Rougingschichten

Es ist bekannt, dass Rougeschichtbildungen an Edelstahloberflächen 1.4401, 1.4404, 1.4435, etc. auftreten, die infolge sachgerechter Vorbehand-

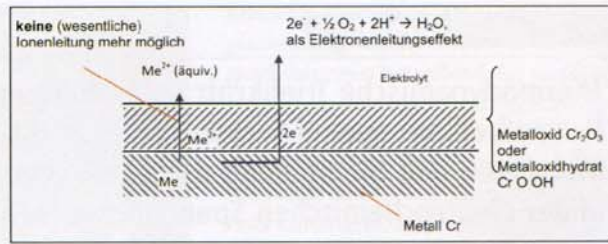


Abb. 5: Mechanismus der (nahezu) unterbundenen Metallauflösung bei porenfreier Primärschicht im Passivbereich (Quelle: [7]).

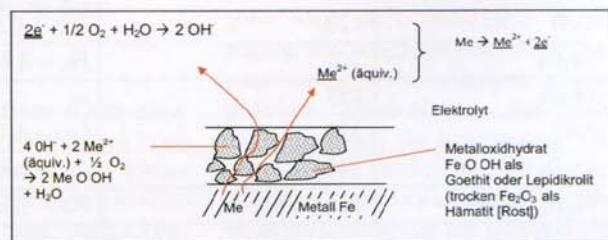


Abb. 6: Mechanismus der unbeschränkten Metallauflösung bei poriger Sekundärschicht; (Eisenrost bei unlegiertem Stahl bzw. Rouging bei Austeniten (Quelle: [7]).

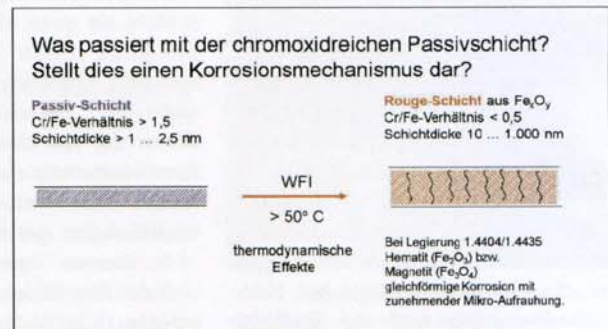
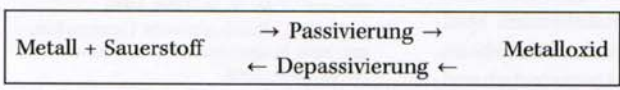


Abb. 7: Schematische Darstellung der Schichtinversion im Zuge der Rougingbildung (Quelle: [1,3,4,5]).

lung eine störungsfreie chromoxidreiche Passivschicht (Primärschicht) aufweisen und nach relativ kurzer Zeit (ca. 6–10 Monate) unter den neuen Umgebungsbedingungen (WFI, $> 80^\circ\text{C}$) eine völlige Schichteninversion unter deutlicher Bildung von vorwiegend Fe-Oxid erfahren.

Die Mechanismen dieser Schichteninversion von einer zunächst eindeutig chromoxiddominierten Passivschicht als Primärschicht in eine typische eisenoxiddominierte Sekundärschicht (Abb. 7) sind vergleichbar mit den Vorgängen im aktiven Bereich der

Strompotentialkurve von 1.4404 in 1-n-H₂SO₄. Beim Rougingprozess ist im Allgemeinen zwar kein elektrisches Potential anliegend – allerdings ist dem chemischen Angriffsprozess aufgrund der erheblich veränderten Umgebungsbedingungen (Temperatur, Sauerstoffmangel) ein eindeutig verstärkter thermodynamischer Vorgang überlagert, der das bisherig ausbalancierte Gleichgewicht der thermodynamischen Verhältnisse zwischen De- und Repassivierung maßgeblich und nachhaltig stört:



Überlegungen zum kontrollierten Derougingprozess

Aufgabenstellung ist, die entstandene Fe-Oxiddominierte Kontaminationsschicht chemisch gesichert und aber so schonend abzutragen, dass die darunter liegende Edelstahloberfläche möglichst unbeeinflusst bleibt (z.B. keine messbare Erhöhung der Mikrorauheitsverhältnisse) und in der Folge durch einfache chemische Repassivierung kurzfristig wieder zur unbeschränkten Verfügung steht.

In Kenntnis der vorliegenden Schichtverhältnisse eignen sich hierzu im Besonderen nur kontrollierte chemische oder aber elektrochemische Methoden der Oberflächendekontamination.

Während elektrochemische Prozesse zwar eine ideale Lösungsmöglichkeit implizieren, muss diese Option aufgrund beschränkter Zugänglichkeit für den Kathodeneinbau (z.B. verzweigte Rohrleitungssysteme) häufig ausscheiden.

Betreffend chemischer Lösungsmöglichkeiten bieten sich grundsätzlich folgende Varianten an:

- geeignete wasserlösliche saure Mischungen aus organischen oder anorganischen Säuren (ph 0...2) oder
- geeignete wasserlösliche chemisch neutrale Mischungen (ph 6...8)

Aus der prinzipiellen Aufgabenstellung:

- nachhaltige Entfernung (und nicht nur chemische Umwandlung) der Fe-reichen Schichten,
- Vermeidung des (korrosiven) Angriffs des unter der Belagsschicht vorhandenen Grundmaterials,
- Sicherheitsaspekte der Handhabung der Medien vor Ort in sensiblen Produktionsräumen,
- gesicherte und möglichst einfache Handhabung von gebrauchten Konzentraten und Spülwasser-

mengen hinsichtlich umweltkonformer Entsorgung,

- gesicherte Ausbringung von Medienresten aus dem behandelten System und
 - Kostenaspekte
- schränken sich die möglichen Alternativen hinsichtlich saurer Lösungen und chemisch neutraler Metallkomplexbildner aber entscheidend ein.

Saure Lösungen

Der kontrollierte Dekontaminationsvorgang basiert dabei chemisch verkürzt auf dem Prinzip



wobei die Tatsache ausgenutzt wird, dass Metalle in saurem Milieu (ph < 5) meist als Ionen gelöst vorliegen, während im alkalischen Bereich (ph > 9) meist wasserunlösliche Metallhydroxide erkannt werden. Die chemische Aufgabe für die verwendete Säuremischung ist insofern, das Fe aus dem Zustand des Fe-Oxids energetisch zu lösen und anschließend in Lösung zu bringen, wobei dieser Vorgang gesichert auf den Belagsbereich beschränkt sein soll und ein Angriff (Depassivierung und Anlösung) des Grundmaterials gesichert vermieden werden muss.

Diese Forderung schließt HF- und HCl-haltige Säuremischungen ebenso aus wie H₃PO₄ und auch die üblichen organischen Säuren. Als brauchbare Möglichkeit hat sich die Verwendung speziell inhibierter H₂SO₄/H₃PO₄-Mischungen angeboten, wobei speziell qualitätsgesicherte Grundwerkstoffe aus 1.4404/1.4435 erfahrungsgemäß gesichert und erfolgreich abgereinigt werden können. Probleme hinsichtlich Sicherheitsaspekten und Abwasserentsorgungen sind im Rahmen der Eigenschaften anorganischer Mineralsäuren allerdings nicht zu leugnen.

Derougingoperationen unter Verwendung heißer wässriger (organischer) Oxalsäurelösungen zeigen, dass damit zwar eine brauchbare Abreinigung der Fe-Oxid dominierten Schichten möglich ist, aber auch ein nachhaltiger korrosiver Angriff der Edelstahloberfläche nicht gesichert vermieden werden kann. Analoge Versuche mit heißen wässrigen Zitronensäurelösungen zeigen, dass das chemieenergetische Lösungsvermögen von Zitronensäure im Allgemeinen nicht ausreichend ist, die vorliegenden höheren Fe-Oxide in ausreichender Form zu reduzieren

und so die vorliegende Komplexierwirkung von

Zitronensäure nicht zur Wirkung kommen kann.

Ph-neutrale Komplexbildner

Prinzipielle chemische Aufgabenstellung ist hierbei, die in der Rougingsschicht vorliegenden chemiebindungsenergetisch unterschiedlichen Fe-Oxide unter chemisch möglichst neutralen Bedingungen aus der vorliegenden chemisch stabilen Sauerstoffverbindung zu lösen (chemisch zu reduzieren) und anschließend gesichert

Key Words

- Edelstahl
- 316L
- 1.4435
- Korrosion
- Rouging
- Schichtbildung
- Derouging
- Derougingchemikalien
- Neutralderougen

chemisch zu komplexieren. Umfangreiche Recherchen und ausgedehnte Laborversuche unter praxisnahen Bedingungen haben dabei eine Reihe von Chemikalien bzw. Chemikalienkombinationen ergeben, die diese Aufgabe in mehr oder weniger befriedigender Weise erfüllen:

Fe-Oxide → 1) chemische Reduktion von höheren Fe-Oxiden
2) chemische Komplexierung → organisches oder anorganisches Fe-Komplexsalz

Tabelle 2 zeigt, dass die Thioglykolderivate/-salze beide Aufgaben (Reduktion von Fe-Oxiden zu Fe und dann Komplexierung von Fe) parallel in idealer Weise chemisch bewältigen. Dieser Vorteil ist in einem neuen Deroungingsystem entsprechend ansatztechnisch im Labor geprüft worden und mittels umfangreicher praxisnaher Laborversuche verschiedener Thioglykolderivate in wässriger, chemisch neutraler Lösung getestet worden. Daraus wurde für den Praxiseinsatz vor Ort die Produktreihe HENKEL Bioderoung HC 4200 entwickelt, wobei in Abhängigkeit vom jeweiligen Rougebelegungsfall HC 4200-Lösungen bestimmter, abgeleiteter Konzentration, Temperatur (< 100 °C) und Wirkzeit (< 4 h) für den Praxiseinsatz vor Ort angeboten werden können und zwischenzeitlich auch sehr erfolgreich vor Ort eingesetzt werden. Versuche mit Zitronensäure/Oxalsäuremischungen, die aufgrund der eher schwachen Acidität organischer Säuren zumindest am Rande zu der Lösungszielgruppe gezählt werden können, haben ergeben, dass die nachhaltige Abreinigung von Rougingbelägen nicht in völlig befriedigender Weise möglich war.

Andere Lösungen bedingen die abgestimmte Kombination verschiedener Grundsubstanzen wie z. B. Na-Bisulfit (für Fe-Oxidreduktion) + NH₄-EDTA (für effektive Komplexierung) oder Na-Dithionit (für Fe-Oxidreduktion) + Kaliumoxalat (für effektive Komplexierung) oder

Na-Dithionit (für Fe-Oxidreaktion) + Na-Phosphit (für effektive Komplexierung) und haben den prinzipiellen Nachteil von entsprechenden Mischungsanforderungen.

Speziell bei HC 4200 ist durch die chemische Neutralität der ge-

keit des aus der Anlage auslaufenden Spülwassers.

Fachliteratur

- [1] G. Henkel, B. Henkel, „Rougebildungen auf Edelstahloberflächen 316L – Mechanismen der Bildungsreaktion“, Unveröffentlichter Fachbericht Fa. Henkel, Nr. 80/2006, 2006.
- [2] G. Henkel, „Die Passivschicht von austenitischen Chromnickelstahllegierungen wie I.4435“, CAV Nr. 06/1994, 1994.
- [3] G. Henkel, „Passivschichtphänomene bei austenitischen Edelstahllegierungen“, APV News, Nr. 1/2003, 2003.
- [4] G. Henkel, „Edelstahl derougen und repassivieren“, CAV Nr.06/1999, 1999.
- [5] G. Henkel, „Praxisrelevante Untersuchungen zum Rougeproblem“, APV News Nr. 01/2005, 2005.
- [6] G. Henkel, „Improved corrosion protection“, Chemical Plants and Processing 1/99, S. 50, 1999.

Tabelle 2		
Praktische Beispiele für Chemikalienkombinationen mit Bewertung.		
	Reduktionswirkung betr. Fe-Oxiden	Komplexierungswirkung betr. Fe
Zitronensäurelösungen	schwach	gut
Kaliumcyanoferrate	schwach	gut
Tannine	schwach	gut
Natriumbisulfit	gut	keine
Natruimdithionit	gut	keine
Ammonium-EDTA	schwach	gut
Natriumoxalat/Kaliumoxalat	schwach	gut
Phosphorige Säure	schwach	gut
Natriumphosphit	schwach	gut
Natriumthioglykolat/Thioglykolderivate	gut	gut

chemischen Wirkbreite der neutralen Substanz heraus ein Angriff des Basismaterials völlig ausgeschlossen.

Die chemische Methodik der Prüfung auf rückstandsfreie Ausspülung aus einem verzweigten System mittels konditionierten Wassers (WFI oder VE- oder RO-Wasser) erfolgt auf Basis der elektrischen Leitfähig-

- [7] G. Henkel, B. Henkel, „Rouging – Hinweise zu Schichtbildungen auf Oberflächen aus austenitischen Edelstahllegierungen“, Unveröffentlichter Fachbericht Fa. Henkel, Nr. 69/2005, 2005.
- [8] G. Menon, „Rouge and its removal for high purity water systems“, Biopharm. Nr.40/6/1990, 1990.
- [9] J. Tverberg, „Rouging of stainless steel in WFI and high purity water systems“, Trent tube Firmenschrift Nr. 9/2000, 2000.

Nur für den privaten oder firmeninternen Gebrauch / For private or internal corporate use only

- [10] E. Ammann, R. Morach, „Rouging in Reinstwasseranlagen der pharmazeutischen Industrie“, SRRT-Tagung in Basel 2002, 2002.
- [11] D. Coleman, R. Evans, „Fundamentals of passivation and passivity in the pharmaceutical industry“, Pharm. Engineering no. 10-03/1990, 43-49, 1990.
- [12] G. Henkel, „Die Passivierung von austenitischen Edelstahloberflächen in der pharmazeutischen Industrie“, APV News Nr. 4/2004, 2004.
- [13] G. Henkel, „Edelstahloberflächen im Bereich von WFI-Leitungen und Apparaten“, Chemietechnik Nr. 04/1996, 1996.
- [14] G. Henkel, „Neue Erkenntnisse zur Passivschicht auf Edelstahloberflächen im

pharmazeutischen Apparatefeld“, CAV Nr. 10/1998, 1998.

- [15] G. Henkel, „WFI-Systeme im ergänzenden Monitoringsystem zur QS hinsichtlich Rouging“, APV News Nr. 03/2006, 2006.
- [16] G. Henkel, B. Henkel, „Rougeanalytik- und Monitoring in WFI-Systemen“, Unveröffentlichter Fachbericht Fa. Henkel Nr. 81/2006, 2006.
- [17] B. Henkel, T. Mathiesen, J. Rau, J.E. Frantsen, J. Terävä, P. Björnstedt, „Using exposure tests to examine rouging of stainless steel“, Pharmaceutical Engineering, July/Aug. 2002, 21 (4), pp. 90-97, 2002.
- [18] A. Czech, „Rouging – Erfahrungen aus der Praxis am Beispiel einer WFI-Anlage“,

Pharmind 73, Nr.1, 184-190, 2011, ECV-Verlag Aulendorf, 2011.

- [19] M. Renner, „Rouging“, ISPE Dach Workshop, Liestal, CH, 09/2006, 2006.
- [20] M. Goebel, „Rouging“, ISPE Dach Workshop, Liestal, CH, 09/2006, 2006.
- [21] H. Lettnin, „Rouging“, ISPE Dach Workshop, Liestal, CH, 09/2006, 2006.
- [22] M. Jahnke, A. Kudernatsch, H. Kudernatsch u.a.; „Pharmawasser“, ECV-Verlag Aulendorf 2008.
- [23] G. Henkel, F. Stieneker, M. Wesch, Lexikon der Pharmatechnologie, ECV-Verlag Aulendorf, 2007.
- [24] M. Renner, „Rouging“, Europ. Meeting MTI; Nov. 2003, Maastricht NL, 2003.

Für Derouging gibt's nur eine Lösung:

DIRUNEUTRA, die **pH-neutrale** und revolutionäre Derouging-Lösung

- Kurze Prozesszeiten
- Keine Schädigung der Materialoberfläche
- Kostengünstige Entsorgung der Derouginglösung
- Kein Neutralisieren der Spülwasser nötig
- Keine Schäden bei Leckagen



Ihr Spezialist für Reinigung, Derouging und Passivierung von rostfreien Anlagen und Rohrleitungen

Ateco Services AG · Weidenweg 17 · CH-4310 Rheinfelden
Tel. +41 61 835 50 50 · info@ateco.ch · www.ateco.ch

Für die Reinraumtechnik in der Pharmaindustrie und Biotechnologie sowie für Apotheken und Labore

GRM – Ganzheitliches Reinraum Monitoring

Ganzheitlich bedeutet:

- ➔ Planungsunterstützung
- ➔ Fachmännische Montage und Inbetriebnahme
- ➔ Qualifizierung der Anlage
- ➔ Dauerhafte Wartung und Service



Folgende Parameter werden erfasst:

- ➔ Raumdruck
- ➔ Raumtemperatur
- ➔ Raumfeuchte
- ➔ Partikelkonzentration
- ➔ Luftgeschwindigkeit
- ➔ Gerätetemperaturen



www.grm-monitoring.de

Lauterstraße 23
D-72622 Nürtingen
Tel. +49 (0)70 22-60 92-0
Fax +49 (0)70 22-60 92-60
info@briem.de
www.briem.de

GRM – Ganzheitliches Reinraum Monitoring made by BRIEM Steuerungstechnik

Redaktion: Chefredakteur: Claudius Arndt, Redakteurin: Kerstin Jarosch. Verlag: ECV · Editio Cantor Verlag für Medizin und Naturwissenschaften GmbH, Baendelstockweg 20, 88326 Aulendorf (Germany). Tel.: +49 (0) 8191-98578 12, Fax: +49 (0) 8191-98578 19, e-mail: redaktion-tp@ecv.de, <http://www.ecv.de>. Herstellung: Rombach Druck- und Verlagshaus GmbH & Co. KG (Germany). Alle Rechte vorbehalten.

Bezugsbedingungen: Die Zeitschrift erscheint in 2011 zweimal (Oktober und Dezember), ab 2012 sechsmal pro Jahr und kann vom Verlag, von der Arbeitsgemeinschaft für Pharmazeutische Verfahrenstechnik e.V. (APV) oder durch eine Buchhandlung (ISSN 2191-8341) bezogen werden. Preise für das Jahresabonnement als Print-Ausgabe einschließlich Online-Zugang (inkl. MwSt., zzgl. Versand): Inland: 72,00 €, APV-Mitglieder und Studenten 54,00 €, zzgl. 14,00 € Versand; Ausland (Europa mit VAT ID Nr.): 67,29 €, APV-Mitglieder und Studenten 50,47 €, Versandkosten 16,82 €; Ausland (Europa ohne VAT ID Nr. und weiteres Ausland): 72,00 € APV-Mitglieder und Studenten 54,00 €, Versandkosten 18,00 €. Preis für das Einzelheft: 19,00 € (inkl. MwSt., zzgl. Versand). Das Abonnement ist weiter rechtsverbindlich, wenn es nicht mindestens 3 Monate vor Ende des Berechnungszeitraums gekündigt wird.

© ECV · Editio Cantor Verlag für Medizin und Naturwissenschaften GmbH, Aulendorf (Germany).

Printed in Germany · ISSN 2191-8341