

## **Bericht zur Untersuchung von SurTec 101 auf Nitrierbehinderung**

Reiner Grün

Oktober 1999

In Zusammenarbeit mit dem IWT Bremen (Stiftung Institut für Werkstofftechnik) wurde untersucht, ob die Anwendung des Reinigers SurTec 101 einen negativen Effekt auf den nachfolgenden Nitrierprozeß hat (Bildung von Sperrschichten).

## Problemstellung

Gegenstand der Untersuchung ist der spritzfähige Tauchreiniger mit temporärem Korrosionsschutz **SurTec 101**.

Hintergrund der Untersuchung ist die Tatsache, dass beim Reinigen ohne Spülen oder nach einem unzureichenden Spülprozess Reinigerrückstände auf der Bauteiloberfläche verbleiben. Aus diesem Grund sollte **SurTec 101** hinsichtlich seiner potentiellen Nitrierbehinderung beim Gasnitrieren (Sperrschichtbildung) überprüft werden.

## Produktbeschreibung

**SurTec 101** SFT-Reiniger ist flüssig und ab 40 °C schaumfrei spritzbar. Er ist zum Reinigen verschiedener Werkstoffe, wie Stahl, Edelstahl, Buntmetalle, Aluminium und Zink geeignet. Chromatierte, galvanisch verzinkte oder eloxierte Aluminiumbauteile werden ebenfalls nicht angegriffen. Bei Werkstücken aus Magnesium muss eine vorherige Prüfung erfolgen da verschiedene Legierungen nicht beständig sind.

**SurTec 101** ist demulgierend d.h. Badpflege, Standzeitverlängerung mittels Ölabscheider und/oder Membranfiltration (Ultra-, Mikrofiltration) ist möglich.

Durch seine spezielle Zusammensetzung ist **SurTec 101** auch für Verfahren mit Ultraschallunterstützung und/oder Druckfluten (Injektionsflutwaschen, Hydroson) sowie für das Hydrovac-, Vaccuclean-, Flexicleanverfahren (unter Vakuum „kochen“ bzw. unter Vakuum Luft oder Inertgas einleiten) geeignet.

Nach dem Auftrocknen verbleibt auf Stahlwerkstoffen ein abspülbarer Korrosionsschutzfilm (temporärer Korrosionsschutz).

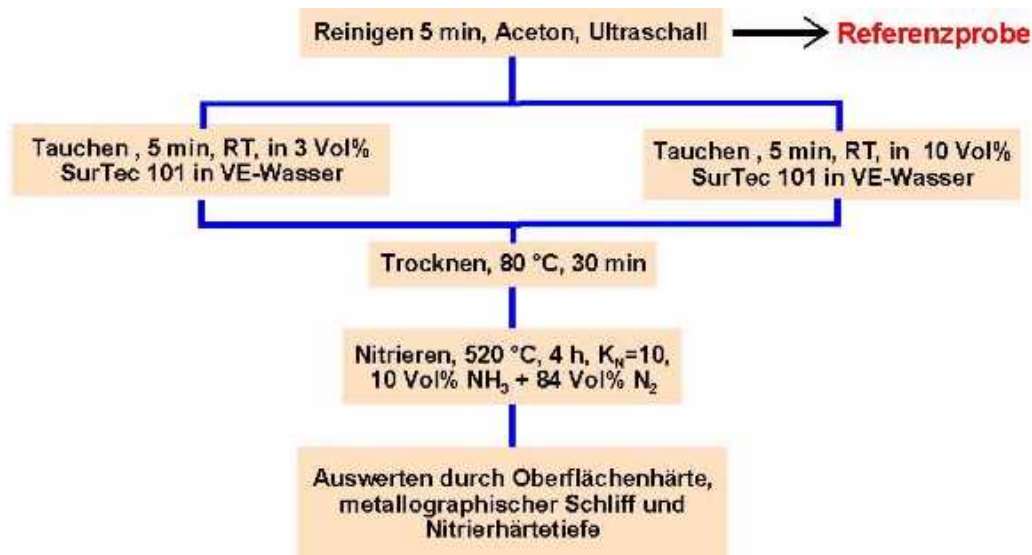
|                  |                          |                                 |
|------------------|--------------------------|---------------------------------|
| Konzentrationen: | Reinigen ohne Nachspülen | 1 - 2 Vol%                      |
|                  | Reinigen mit Nachspülen  | 2 - 3 Vol%, Spülen 0,5 - 1 Vol% |
|                  | Konservieren             | 0,5 - 1 Vol%                    |

Weitere Daten entnehmen Sie bitte dem Produktinformationsblatt **SurTec 101**.

## Versuchsdurchführung

Als Probenmaterial wurde ein 34CrAlMo5 verwendet. Die Proben waren Rundproben mit etwa 25 mm Durchmesser und 5 mm Höhe.

Der Versuchsablauf ist schematisch in der folgenden Grafik dargestellt.



Zur Gewährleistung eines einheitlichen Ausgangszustands wurden die Proben vor der Weiterbehandlung 5 min in Aceton mit Ultraschallunterstützung bei Raumtemperatur gereinigt. Dieser Zustand diente auch als Referenz (Referenzprobe).

Der Reiniger **SurTec 101** wurde folgendermaßen auf die Probenoberfläche aufgebracht: Zunächst wurden Lösungen mit 3 Vol% und 10 Vol% Reiniger in vollentsalztem Wasser angesetzt. Die Proben wurden dann 5 min in die entsprechenden Lösungen getaucht, wobei ein Magnetrührer für eine ständige Durchmischung der Lösung sorgte. Das Tauchen fand bei Raumtemperatur statt. Anschließend wurden die Proben bei 80 °C für 30 min im Trockenschrank getrocknet bis zur Verdunstung der Wasseranteile. Je Lösung wurden zwei Proben präpariert.

Das Nitrieren fand in einem inerten Quarzglasreaktor bei 520 °C für 4 h statt ( $K_N = 10$ ). Zunächst wurde der Reaktor etwa 10 min mit N<sub>2</sub> gespült. Aufgeheizt (30 min) und nitriert wurde dann in einem Gasmisch bestehend aus 16 Vol% NH<sub>3</sub> und 84 Vol% N<sub>2</sub>. Anschließend wurden die Proben in N<sub>2</sub> innerhalb von 30 min auf Raumtemperatur abgekühlt.

Das Nitrierergebnis wurde anhand von metallographischen Schliffen, Oberflächenhärtemessung nach Vickers und Nitrierhärteverlauf-Bestimmung beurteilt. Für die Bestimmung der Oberflächenhärte wurden über die Probe verteilt 5 Messungen gemacht, die der Errechnung eines Mittelwertes und der Standardabweichung dienten.

## Versuchsergebnisse

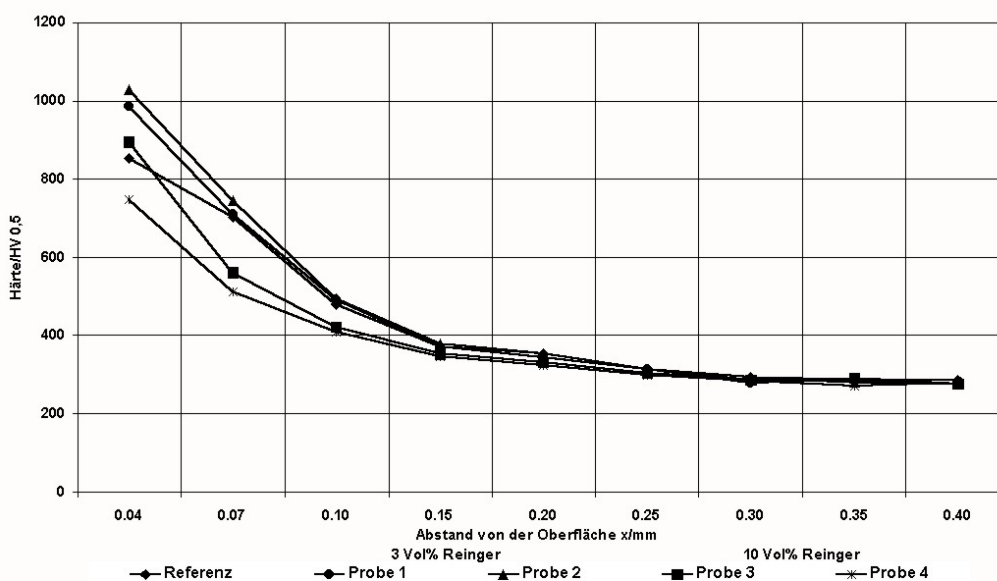
Die Oberflächenhärten und Nitrierhärteiefen der Referenzprobe sowie der getauchten Proben nach dem Nitrieren bei 520 °C, 4 h ( $K_N = 10$ ) sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengefasst.

| Probe                     | Oberflächenhärte<br>(HV0,5) | Nitrierhärteiefe<br>(mm) |
|---------------------------|-----------------------------|--------------------------|
| Referenzprobe             | 1110 ± 25                   | 0,23                     |
| Probe 1, 3 Vol% Reiniger  | 1000 ± 35                   | 0,22                     |
| Probe 2, 3 Vol% Reiniger  | 1100 ± 50                   | 0,23                     |
| Probe 3, 10 Vol% Reiniger | 1070 ± 45                   | 0,22                     |
| Probe 4, 10 Vol% Reiniger | 1060 ± 60                   | 0,21                     |

Tabelle 1: Oberflächenhärten und Nitrierhärteiefen (520 °C, 4 h,  $K_N = 10$ )

Die Kernhärte des Werkstoffs beträgt etwa 270 HV0,5. Die Oberflächenhärten der in 3 und 10 Vol% Reinigerlösung getauchten Proben liegen zwischen 1000 und 1100 HV0,5. Sowohl die Oberflächenhärten als auch die Standardabweichungen liegen im Bereich der Referenzprobe (1110 ± 25 HV0,5). Ähnliches gilt für die Nitrierhärteiefe, die bei allen Proben zwischen 0,21 und 0,23 mm liegt.

Die Nitrierhärteiefenverläufe aller Proben sind in nachfolgenden Grafik dargestellt. Hier läßt sich erkennen, dass die Härteiefenverläufe der Referenzprobe sowie der in 3 Vol% Reinigerlösung getauchten Proben (Probe 1 und 2) nur geringfügig voneinander abweichen. Die Härteiefenverläufe der in 10 Vol% Reinigerlösung getauchten Proben (Proben 3 und 4) liegen unterhalb der Kurven der anderen Proben, was auf eine niedrigere Härte innerhalb der Schicht hindeutet.



Nitrierhärteiefenverlauf

Die Ergebnisse der Oberflächenhärtemessung und der Nitrierhärte-tiefenbestimmung deuten darauf hin, dass bei den in 3 Vol% Reinigerlösung getauchten Proben keinerlei Nitrierbehinderung stattgefunden hat. Bei den in 10 Vol% Reinigerlösung getauchten Proben scheint eine geringfügige Nitrierbehinderung, jedoch keine vollkommene Unterbindung der Nitrierprozesse stattgefunden zu haben.

Um dieses Ergebnis weiter absichern zu können, sind auf den nachfolgenden Seiten die Schliffbilder aller Proben nach dem Nitrieren in drei verschiedenen Vergrößerungen gezeigt. Die kleine Vergrößerung (100:1) gibt einen Überblick über die Ausbildung der Schicht über einen größeren Probenbereich, um eventuelle Unregelmäßigkeiten der Schicht bzw. Weichfleckigkeit der Probe verdeutlichen zu können. Die größeren Vergrößerungen (500:1 und 1000:1) zeigen die Ausbildung der Verbindungsschicht an der Oberfläche.

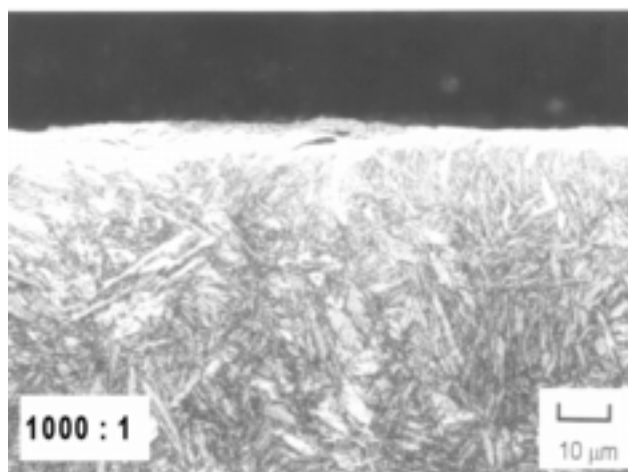
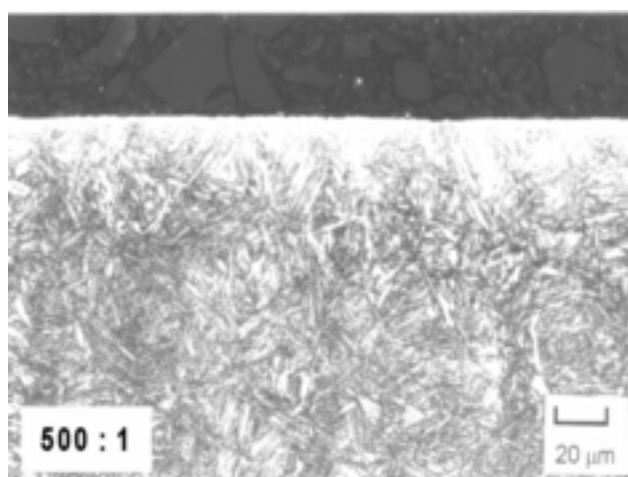
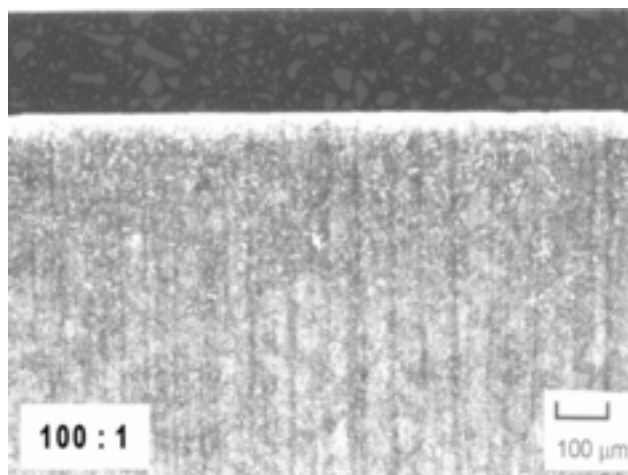
Auf allen Proben ist eine weiß angeätzte Verbindungsschicht erkennbar, die durchgängig ist. Eine darunter liegende Diffusionsschicht, die etwa 200 µm dick ist, ist deutlich zu sehen, so dass bei allen Proben von einer Stickstoffaufnahme ausgegangen werden kann.

Bei der Referenzprobe sowie bei den Proben 1 und 2 (in 3 Vol% Reinigerlösung getaucht) ist die Verbindungsschicht etwa 30 µm dick. Sie besteht bis in etwa 5 µm Abstand von der Oberfläche aus Eisennitriden (reine weiße Schicht) und enthält dann zusätzlich Chromnitride, die zu der großen Härtesteigerung beitragen. Die Verbindungsschicht bei den Proben 3 (in 10 Vol% Reinigerlösung getaucht) ist im Vergleich dünner und beträgt nur etwa 10 bis 20 µm. Die dünnste Verbindungsschicht weist Probe 4 auf. Hier ist die weiße Eisennitridschicht an der Oberfläche lediglich 2 bis 3 µm dick. Die sehr dünne Schicht wirkt sehr unregelmäßig, ist jedoch durchgängig ausgebildet. Zur Erhärtung der Ergebnisse von Reinigerkonzentrationen > 10 Vol% müssten noch weitere Proben präpariert werden. Dies wurde auf Grund fehlender Praxisnähe und aus Kostengründen unterlassen.

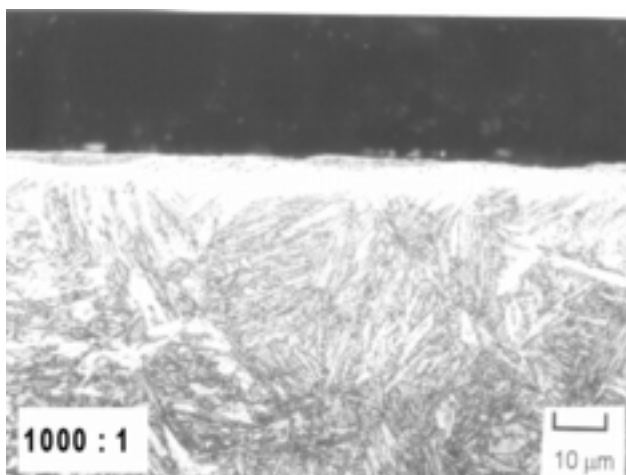
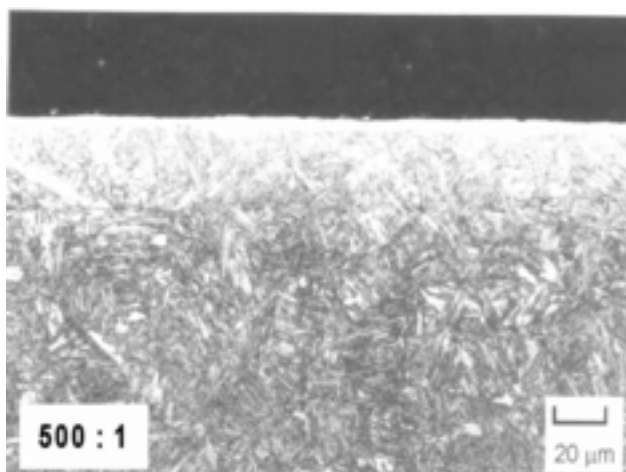
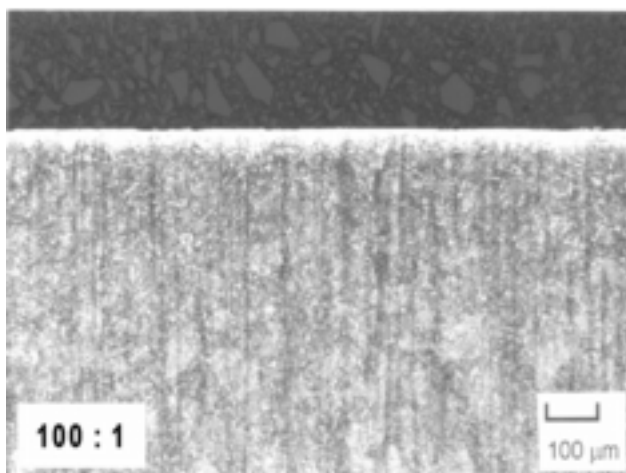
Die Diffusionsschicht ist bei allen Proben ähnlich ausgebildet.

## Schliffbilder

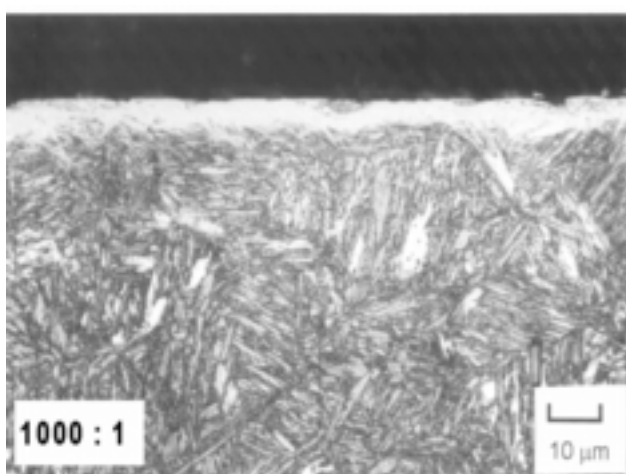
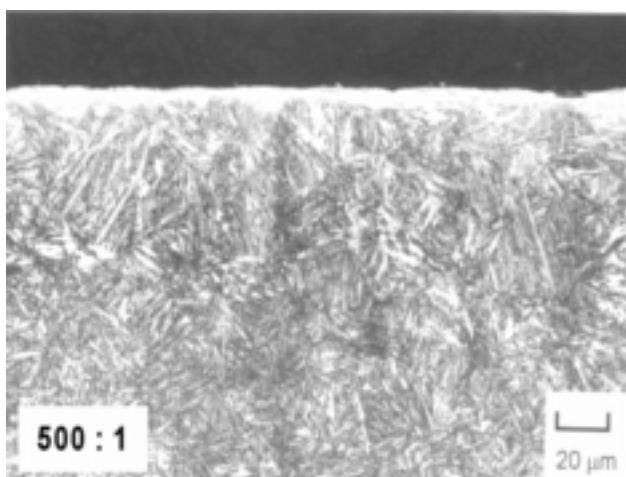
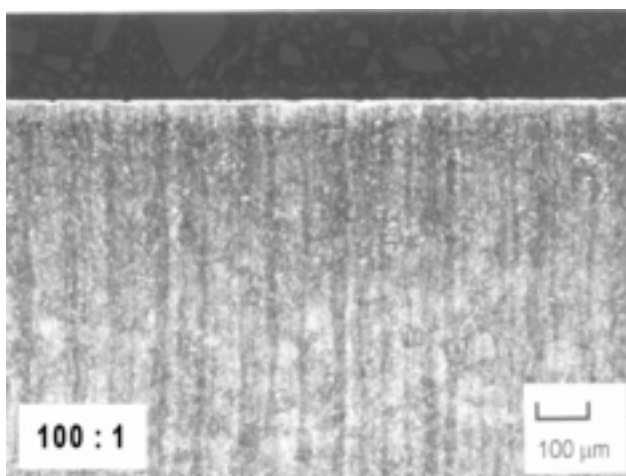
Referenzprobe angeätzt in HNO<sub>3</sub> (3 Vol%)



Probe **SurTec 101** (3 Vol%) angeätzt in  $\text{HNO}_3$  (3 Vol%)



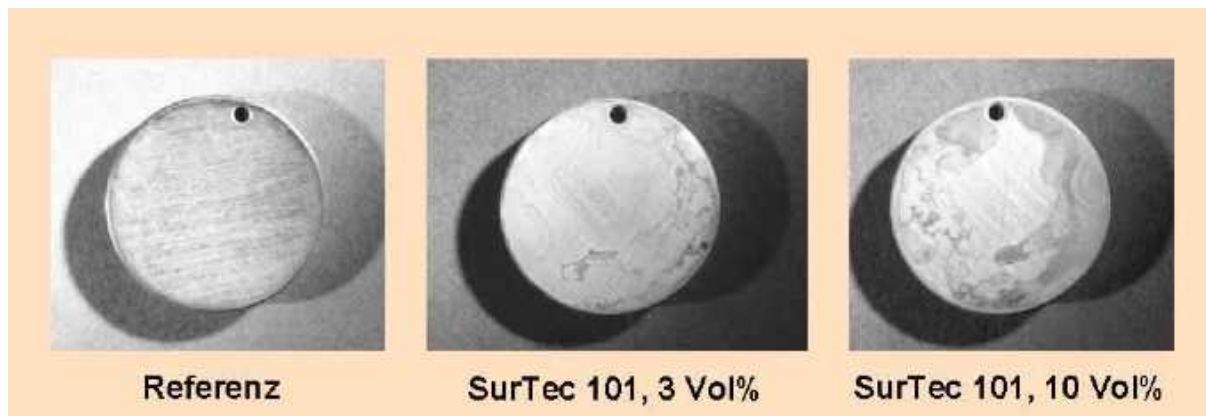
Probe **SurTec 101** (10 Vol%) angeätzt in  $\text{HNO}_3$  (3 Vol%)



## Zusammenfassung

Die Oberflächenhärten der getauchten Proben sind nur geringfügig niedriger als die der Referenzprobe und liegen innerhalb der zulässigen Standardabweichung. Die Standardabweichungen der getauchten Proben sind geringfügig höher als die der Referenzprobe, lassen aber bei Werten bis 60 HV0,5 nicht auf eine Weichfleckigkeit der Probe schließen. Die durchgängigen Verbindungsschichten bestätigen weiterhin, dass keine Weichfleckigkeit der Proben vorliegt. Die Nitrierhärte-tiefen aller Proben liegen im Bereich der Referenzprobe.

Die Schlibfbilder zeigen, dass alle Proben Stickstoff aufgenommen haben. Weiterhin hat sich auf allen Proben eine Verbindungsschicht und eine darunter liegende Diffusions-schicht gebildet. Die Dicke der Verbindungsschicht ist bei den in 10 Vol.-% Reinigerlösung (Probe 3) getauchten Proben etwas geringer im Vergleich zu der Referenzprobe bzw. zu den in 3 Vol% Reinigerlösung getauchten Proben. Dies lässt vermuten, dass die Stickstoffaufnahme bei den in 10 Vol% Reinigerlösung getauchten Proben verzögert stattgefunden hat. Ursache hierfür ist sicherlich die Reinigerschicht an der Oberfläche, die auch nach dem Nitrieren deutlich anhand von Verfärbungen an der Oberfläche (nächste Abbildung) zu sehen ist.



Es zeigt sich also, dass eine hohe Reinigerkonzentration an der Bauteiloberfläche zu einer Verzögerung der Stickstoffaufnahme führen kann. Da jedoch alle Proben Stickstoff aufgenommen haben und die Oberflächenhärten sowie die Nitrierhärte-tiefen alle innerhalb einer zulässigen Abweichung liegen, kann bestätigt werden, dass keine vollständige Unterbindung der für das Nitrieren notwendigen Prozesse (Ammoniak-adsorption und -dissoziation sowie Stickstoffdiffusion) stattgefunden hat.

Das Vorhandensein von Reinigerrückständen auf der Bauteiloberfläche führt zu sichtbaren Flecken, die zu einer verschlechterten Optik der Bauteile beitragen.

## Fazit

Es soll an dieser Stelle darauf hingewiesen werden, dass die hier aufgeführten Versuche durch Tauchen ohne anschließenden Spülprozess stattfanden. Ferner liegt eine Reinigerkonzentration von 10 Vol% weit über (3-5 fach) den in der Praxis gebräuchlichen Konzentrationen.

Daher kann anhand der hier dargestellten Ergebnisse davon ausgegangen werden, dass bei sachgemäßer Anwendung des Reinigers **SurTec 101** nach Produktinformationsblatt, keinerlei reinigerbedingte Nitrierbehinderung stattfinden wird. Bei Verwendung einer Reinigerlösung bis ca.5 Vol% ist auch ohne anschließendes Spülen nicht von einer Nitrierbehinderung auszugehen.

Konzentrationen ab 10 Vol% Reiniger führen ohne anschließenden Spülprozess jedoch zu einer Verzögerung der Nitrierprozesse, aber nicht zu einer totalen Unterbindung (keine Sperrschichtbildung) der Prozesse.

## Praxiserfahrungen

**SurTec 101** wird derzeit bei verschiedenen Anwendern sowie bei einem Wärmebehandlungsanlagenhersteller mit Lohnhärterei angewendet. Die Anwender betreiben unterschiedliche Verfahren wie Spritzen (1 und 2-Kammer), Durchlaufanlage (Reinigen und Spülen im Spritzverfahren) und Hydrowac (Reinigen, Spülen, Konservieren).

Nach der Reinigung werden die Werkstücke mit verschiedene Wärmebehandlungsverfahren wie Gasnitrieren, Plasmanitrieren und Aufkohlen behandelt. Nach Aussage der Betreiber sind die Werkstücke generell besser gereinigt und es gibt fast keine reinigungsbedingten Probleme bei der Wärmebehandlung. Dies führte zu einer verbesserten Prozesssicherheit.

Die Standzeiten der Bäder konnten durch Einsatz von Ölabscheider (ca. 3 Monate) und Mikrofiltration (6 Monate) erheblich verlängert werden (Kostenreduzierung).

Auf Grund der langen Standzeiten musste jedoch teilweise vollentsalztes Wasser (VE-Wasser) beim Nachfüllen verwendet werden, um eine Aufsalzung (Sperrschichtbildung!) durch Hart-, Leitungswasserinhaltsstoffe zu vermeiden.

Durch die guten demulgierenden Eigenschaften und die hohe Rückgewinnungsrate konnte der Verbrauch an Reiniger und somit die Betriebskosten nochmals gesenkt werden.