

## 1 Einleitung

In der pharmazeutischen Industrie werden üblicherweise austenitische Edelstähle wie z.B. 1.4435 oder 1.4404 verwendet, da diese gegen die üblichen Prozess- und Reinigungsmedien beständig sind.

Abhängig von den Legierungsanteilen und der Wärmebehandlung können austenitische Edelstähle Anteile von Delta-Ferrit enthalten. Diese können die Korrosionsbeständigkeit negativ beeinflussen, weshalb teilweise eine Beschränkung des Delta-Ferrit-Anteils gefordert wird.

## 2 Entstehung von Delta-Ferrit

Beim schnellen Abkühlen von austenitischen Legierungen kann eine teilweise Umwandlung von austenitischem Gefüge in ferritisches Gefüge erfolgen. Diese Abkühlung kann während der Herstellung des Rohmaterials auftreten oder durch einen nachfolgenden Bearbeitungsschritt. Hier sind insbesondere Schweißungen von Bedeutung.

Bei mechanischen Belastungen (Verformung, Zerspanung) kann sich Austenit teilweise in sog. Verformungsmartensit umwandeln. Eine Umwandlung in Delta-Ferrit tritt aber nur auf, wenn sich das Werkstück bei der mechanischen Bearbeitung stark erwärmt hat, wie z.B. beim Bohren ohne Kühlschmierstoff.

### 2.1 Einfluss der Legierungsbestandteile

Die Neigung zur Delta-Ferrit-Bildung bei Abkühlung hängt entscheidend von der Legierungszusammensetzung ab. Dabei wird zwischen Ferrit-Bildnern (Chrom, Molybdän, etc.) und Austenit-Bildnern (Nickel, Cobalt, Mangan etc.) unterschieden.

Die Materialnormen für Edelstähle definieren nur Spannen für die Legierungsanteile. Verschiedene Materialchargen mit gleicher Werkstoffnummer können deshalb eine unterschiedliche Delta-Ferrit-Neigung zeigen.

Im Laufe der Zeit wurden verschiedene Methoden entwickelt, um die Ferrit-Bildung nach einer Schweißung vorherzusagen. Das WRC-1992-Diagramm [WRC-1992] (eine Weiterentwicklung des bekannten Schaeffler-Diagramms) gilt als die aktuell beste Methode für diesen Zweck.

Bei der Anwendung werden zuerst aus den Legierungsbestandteilen des Edelstahl die sogenannten Chrom- und Nickel-Äquivalente berechnet. Mit diesen Werten kann dann aus dem Diagramm der maximal zu erwartende Anteil an Delta-Ferrit nach einer Schweißung ermittelt werden.

## **3 Bestimmung des Delta-Ferrit-Gehaltes**

Delta-Ferrit und Austenit unterscheiden sich nur durch die Kristallstruktur nicht jedoch durch die chemische Zusammensetzung. Das schränkt die Möglichkeiten der Analyse ein. Zerstörende Messungen sind genau, können aber nicht am Endprodukt durchgeführt werden. Eine zerstörungsfreie Messung ist mit Unsicherheiten behaftet.

### **3.1 Metallographisches Verfahren**

Das sicherste Verfahren ist die metallographische Untersuchung. Dabei wird eine Probe geschliffen und geätzt und dann unter dem Lichtmikroskop beurteilt. Durch die Vorbehandlung unterscheiden sich Delta-Ferrit Anteile durch ihre geringere Helligkeit von dem umgebenden Austenit.

### **3.2 Magnetinduktives Verfahren**

Das zerstörungsfreie, magnetinduktive Verfahren zur Bestimmung des Delta-Ferrit-Gehaltes nutzt den Umstand, dass Delta-Ferrit magnetisierbar ist, Austenit aber nicht [FISCHER].

Nachteil dieser Methode ist, dass alle magnetisierbaren Anteile erfasst werden und nicht nur Delta-Ferrit. Dazu gehört insbesondere das oben erwähnte Verformungsmartensit, das ebenfalls magnetisierbar ist.

Es muss außerdem beachtet werden, dass Messungen an dünnwandigen Teilen, Krümmungen und Rändern fehlerbehaftet sind. Weiterhin ist die räumliche Auflösung der Messung begrenzt. Gängige Messgeräte nach dem magnetinduktiven Verfahren fordern deshalb Mindestvolumina von 2-3 mm Kantenlänge. Eine rechnerische Korrektur dieser Effekte ist teilweise möglich, führt aber auf jeden Fall zu Einbußen bei der Messgenauigkeit.

## **4 Normative Anforderungen**

In relevanten Normen, die Angaben zur Bestimmung des Delta-Ferrit-Gehaltes machen (z.B. [DIN11865], [DIN11866], [BN2]) werden alle magnetisierbaren Gefügebestandteile für den Grenzwert zusammengefasst und eine magnetinduktive Prüfung vorgeschlagen.

## **5 Anwendung auf LABOM-Druckmittler**

### **5.1 Medienberührte Oberflächen**

Der mit Abstand größte Teil der medienberührten Oberfläche eines Druckmittlers ist üblicherweise die Membran. Je nach Druckmittlertyp kann noch ein Teil des Grundkörpers ebenfalls medienberührt sein. Die Verbindung von Membran und Grundkörper erfolgt bis auf wenige Ausnahmen per Laserschweißverfahren mit einer Nahtbreite von wenigen Zehntelmillimetern. Eine weitere Wärmebehandlung findet nicht statt.

### **5.2 Beurteilung**

Die Druckmittlermembran wird lediglich verformt. Da es sich um sehr dünne Folien handelt, ist auch der Verformungsgrad gering. Der Delta-Ferrit-Gehalt der geprägten Membran entspricht deshalb dem Gehalt des Rohmaterials.

Die Zerspanung des Grundkörpers erfolgt generell mit Kühlschmierstoff. Durch die erforderliche Oberflächengüte erfolgt der letzte Bearbeitungsschritt zudem mit geringem Vorschub und Spanabhub, sodass auch für den Grundkörper eine Delta-Ferrit-Bildung während der Herstellung ausgeschlossen werden kann.

Das Fügen mittels Laserschweißung stellt eine mögliche Ursache für eine Delta-Ferrit-Bildung dar. Die Wärmeeinflusszone ist beim Laserschweißen allerdings sehr klein, sodass nur ein sehr kleiner Anteil der medienberührten Fläche gefährdet ist.

Beim Schweißvorgang schmilzt hauptsächlich die Membran auf. Unter anderem deshalb wird 1.4435 als Membranmaterial eingesetzt, da es durch den im Vergleich zu 1.4404 höheren Nickelanteil weniger zur Delta-Ferrit-Bildung neigt. Darüber hinaus wird bei besonderen Anforderungen an den Delta-Ferrit-Gehalt das Zeugnis des Rohmaterials herangezogen. Mit Hilfe des WRC-1992-Diagramms kann dann, wie z.B. in [ASME BPE] vorgeschlagen, geeignetes Rohmaterial identifiziert werden.

### 5.3 Nachweis des Delta-Ferrit-Gehaltes

Wie in Kapitel 5.2 beschrieben, können für die Membran und den Grundkörper die Zeugnisse des Vormaterials als Beleg für den Delta-Ferrit-Gehalt herangezogen werden. Der Nachweis für die Schweißnaht ist durch deren geringe räumliche Ausdehnung schwierig (siehe Kapitel 3.2) und durch die Messungenauigkeiten von zweifelhaftem Wert.

Ungeachtet dessen kann natürlich auf Wunsch ein Zeugnis über eine magnetinduktive Messung des Delta-Ferrit-Gehaltes ausgestellt werden.

## Quellen

- [ASME BPE] ASME Bioprocessing Equipment 2019
- [BN2] Basler Norm 2 der Basler Chemischen Industrie (BCI)
- [DIN11865] DIN 11865:2012-02  
Komponenten aus nichtrostendem Stahl für aseptische Anwendungen in der chemischen und pharmazeutischen Industrie – T-Stücke, Bogen und Reduzierstücke
- [DIN11866] DIN 11866:2016-11  
Komponenten aus nichtrostendem Stahl für aseptische Anwendungen in der chemischen und pharmazeutischen Industrie – Rohre
- [FISCHER] <https://www.helmut-fischer.de/de/deutschland/fachwissen/methoden/material-und-werkstoffpruefung/ferritgehaltmessung/>
- [WRC-1992] D. J. Kotecki and T. A. Siewert,  
„WRC-1992 Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metals: A Modification of the WRC-1988 Diagram“, Welding Journal 71(5), p. 171-s, 1992.