

Bestimmung der Unterrostungstiefe an kunststoffumhüllten Stahlrohren.

1. Grundlage des Verfahrens.

Die gebildeten Eisenoxide werden mit Salzsäure in Lösung gebracht. Durch Zusatz eines Inhibitors zur Salzsäure wird weitgehend vermieden, daß metallisches Eisen in Lösung geht. Die Salzsäure mit dem gelösten Eisen wird mit einer Tropfpipette von der Oberfläche des Stahlrohres aufgenommen und in ein Meßkölbchen überführt. Das Eisen wird nach einem fotometrischen Verfahren bestimmt. Unter Berücksichtigung der Größe der Probenfläche wird der erhaltene Wert in μm mittlere Unterrostungstiefe umgerechnet.

2. Erforderliches Gerät.

Ein Ausstecher (Korkbohrer oder dergl.) ein Kabelmesser, eine Metallsäge, ein Zentimetermaß, selbstklebendes Plastikband, ein Schraubenzieher, eine Pinzette, kleine Plastikdosen, 100 ml Meßkolben mit Stopfen, einige Tropfflaschen, einige Tropfpipetten, Sprühdose mit Kältespray. Weiterhin wird eine labormäßige Ausrüstung zur fotometrischen Eisenbestimmung benötigt.

3. Erforderliche Sonderlösungen.

Inhibierte Salzsäure: Analysenreine Salzsäure $D = 1,19$ wird mit dem gleichen Volumen an Reinstwasser verdünnt. Dazu wird 1 Vol % Propargylalkohol (Propin - (2) -ol - (1)) zugesetzt. Weiterhin werden die verschiedenen Reagenzien zur fotometrischen Eisenbestimmung benötigt.

4. Probenahme am beschichteten Rohr.

4.1. Rohre, die nach dem Pulveraufschmelzverfahren beschichtet sind.

Der Ausstecher wird durch die Kunststoffschicht unter Decken bis zum Stahlrohr gestochen. Das runde Kunststoffplättchen wird mittels

Schraubenzieher oder Messerspitze herausgehoben und in einer kleinen Plastikdose aufbewahrt. In die so entstandene runde Vertiefung wird die inhibierte Salzsäure eingetropft. Nach 2 Minuten Wartezeit, während der der Lösevorgang durch leichtes Reiben der Spitze der Tropfpipette gefördert wird, wird die eisenhaltige Salzsäure mit der Tropfpipette abgehebert und in den 100 ml Meßkolben übergeführt. Die ausgestochene Vertiefung wird mehrmals mit Reinstwasser gefüllt und dieses ebenfalls in den Meßkolben gebracht.

4.2. Rohre, die nach einem Extrusionsverfahren beschichtet sind:
Das Ausstechen des runden Plättchens wird wie unter 4.1. beschrieben ausgeführt. Sofern sich das runde Plättchen aus Gründen der starken Haftung nicht entfernen läßt, wird es mit einem Kälteblock abgekühlt. Es läßt sich dann leicht herausbrechen. Weiterhin wird wie unter 4.1. verfahren.

4.3. Rohre, die mit einer Isolierbinde umwickelt sind.

Bei dünnen Rohrisolierungen läßt sich, besonders dann, wenn die Haftung auf dem Rohr schlecht ist, die inhibierte Salzsäure nicht auf der ausgestochenen Fläche halten. Sie dringt dann in den umgebenden Spaltraum zwischen Isolierung und Rohr ein und breitet sich dort aus. In diesem Falle wird eine etwas größere Fläche der Isolierung eingeschnitten und abgezogen. Die Rohrfläche wird - eventuell unter Zuhilfenahme einer Lötlampe - getrocknet, jedoch nicht abgewischt. Auf die freigelegte Fläche wird eine möglichst dickwandige Klebefolie aufgedrückt. Aus dieser Folie wird dann, wie bereits beschrieben, ein rundes Plättchen ausgestochen. Selbstverständlich müssen die ausgestochenen Plättchen sowie die entsprechende Fläche der ursprünglichen Isolierung aufbewahrt werden. Weiter wird wie unter 4.1. verfahren.

5. Ausführung der Untersuchung im Labor.

Die Meßkolben werden zwecks vollständiger Auflösung der Eisenoxide kurz erwärmt. Die ausgestochenen Plättchen in den Plastikdosen werden in kleine Bechergläser übergeführt und die anhaftende

Eisenoxide durch Zusatz einiger Tropfen konzentrierter Salzsäure und kurzes Erwärmen abgelöst. Die erhaltene Lösung wird in die jeweiligen Meßkolben übergeführt und Becherglas und Plättchen mehrmals nachgespült.

Die stark saure Eisenlösung im Meßkolben wird nun tropfenweise mit Ammoniak versetzt, bis ein geringfügiger Hydroxid-Niederschlag verbleibt. Dieser wird mit einem Tropfen konzentrierter Salzsäure in Lösung gebracht. Der Meßkolben wird bis zur Marke aufgefüllt und ein aliquoter Teil für die Eisenbestimmung abpipetiert.

Es wird die fotometrische Bestimmung des Eisens nach dem Verfahren mit 1,10 - Phenanthrolin angewandt (1) (2).

6 Berechnung:

$$U = \frac{E \cdot A \cdot 10^{-2}}{D \cdot F}$$

Es bedeuten:

- U = mittlere Unterrostungstiefe in μm ,
- E = analytisch bestimmte Menge Eisen im aliquoten Anteil in $\mu\text{g Fe}$,
- A = reziproker Wert des aliquoten Anteiles,
- D = Dichte des Eisens in $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$
- F = Probenfläche in cm^2 .

7. Korrektur.

Für das Inlösengehen von Eisen an ursprünglich rostfrei beschichteten Rohren wird ein Wert von $0,3 \mu\text{m}$ in Abzug gebracht. Rohren, die nach dem Pulveraufschmelzverfahren beschichtet waren, beträgt der Korrekturwert erfahrungsgemäß $0,7 \mu\text{m}$. Ein etwas höhere Wert ist durch die Bildung einer in Salzsäure unlöslichen dünnen Eisenoxidschicht (Zunderschicht) bedingt.

(1) J. Fries, Erprobte photometrische Methoden, E. Merk, Darmstadt 1971, S. 52/53

(2) O.G. Koch, Koch Dedic G.A., Handbuch der Spurenanalyse, Springer-Verlag 1974, T. 1, S. 696 ff.