

Reinigbaarheid RVS na oppervlaktebehandeling

Recentelijk is een vergelijkend onderzoek gereed-gekomen naar de reinigbaarheid van een zestal oppervlaktebewerkingen van roestvast staal AISI 316. Dit onderzoek werd uitgevoerd door TNO-TPD en de Vecom Groep. Het betreft de volgende oppervlaktebehandelingen: elektrolytisch polijsten, borstelen, beitsen, keramisch parelstralen, glasparelstralen en schuren. Het doel van dit onderzoek is het opbouwen van kennis over welke factoren verband houden met de vuilaanhechting en reinigbaarheid. Er is onderzocht of er een direct verband kon worden gelegd tussen diverse ruheidsparemeters en de reinigbaarheid van het materiaal.

drs. E.J.D. Uittenbroek
www.coatingtransfer.com

Roestvast staal wordt in de industrie breed toegepast vanwege de goede corrosiebestendigheid, de gunstige prijs-kwaliteit verhouding, de goede verwerkbaarheid en de goede reinigbaarheid. De reinigbaarheid is vooral van belang in industrietakken waarbij hoge eisen worden gesteld aan de productreinheid (o.a. voeding- en genotmiddelenindustrie, farmaceutische industrie, chemie, en productieindustrie voor huishoudelijke apparatuur).

Door het verwerken (lassen, snijden etc.) van roestvast staal tot eindproducten kunnen de eigenschappen van het metaal zoals de corrosiebestendigheid en de reinigbaarheid verslechteren. Om deze eigenschappen te verbeteren krijgt het RVS, afhankelijk van de toepassing, één of meer oppervlaktebehandelingen. Dit artikel gaat vooral in op het effect dat deze oppervlaktebehandelingen hebben op de ruheid en daarmee op de reinigbaarheid.

Voor het onderzoek is gebruik gemaakt van een modelbevuilding (huidvet met of zonder deeltjes) en een goed gedefinieerde wijze van reinigen. Dit om alle andere invloeden op de reiniging zoveel mogelijk uit te schakelen. Op vuilhechting en vuilverwijdering zijn tal van factoren van invloed. Kader 1 gaat hier nader op in.

Karakterisering van de oppervlakte ruheid

Als maat voor de oppervlakterutheid wordt in de praktijk veelal de Ra-waarde gebruikt uitgedrukt in micrometer, mede omdat het een makkelijk te bepalen grootte is. De richtlijn voor de toepassing van roestvast staal in diverse bedrijfstakken is vaak alleen gebaseerd op Ra-waarde van het metaal, zoals bijvoorbeeld voor de volgende sectoren:

Voeding:	Ra $\leq 0,8 \mu\text{m}$ (ISO 468)
Zuivel:	Ra $\leq 0,8 \mu\text{m}$ (DIN 11480)
Farmacie:	Ra $\leq 0,3 \mu\text{m}$ (vaak met elektrolytisch polijsten)
Micro-elektronica:	Ra $\leq 0,25 \mu\text{m}$ (vaak met elektrolytisch polijsten)

Mettler (zie toelichting kader 3) toont echter aan dat het verband tussen Ra-waarde en vuilaanhechting of reinigbaarheid niet eenduidig is. Materialen met dezelfde Ra-waarde laten soms in de praktijk zeer verschillende vuilretentie (achtergebleven vervuiling) zien. In de onderhavige studie is de oppervlakterutheid nader onderzocht. Met behulp van laser scan-ruheidsmetingen is bepaald wat de inhoud van de dieper gelegen

Op de aanhechting van vuil op staal zijn veel factoren van invloed.

1
kader

De hechting wordt vooral bepaald door de specifieke eigenschappen van het vuildeeltje, het medium waarin het vuil zich bevindt en het substraat (in dit geval roestvast staal AISI 316) waarop het zich afzet. De aanhechting van vuil kan verschillende oorzaken hebben (de hechtingsmechanismen die bij de aanhechting van belang zijn o.a.: de chemische binding, van der Waals-aantrekking, waterstofbruggen, zuur-base interacties, elektrostatica, capillaire hechting en hechting door onderdruk). De mate waarin deze mechanismen in een specifiek geval een rol spelen is voor iedere combinatie van vuil, metaal en medium verschillend. Bij de reiniging moeten de hechtingskrachten worden overwonnen om het vuil daadwerkelijk te verwijderen. De belangrijkste factoren die een rol spelen bij de vuilverwijdering zijn: de toegepaste chemie (reinigingsmiddel, zuurgraad), de mechanische inwerking die het vuil en substraat ondervindt (stroming van het reinigingsmiddel), de temperatuur en de inwerkingstijd (de zogenaamde Sinner-factoren).

Bij het uitvoeren van een reinigingstechnologisch onderzoek is het van belang om alle aspecten die van invloed zijn op de vuilhechting, vuilveroudering en vuilverwijdering in beschouwing te nemen. Juist dit is het expertisegebied van TNO-Reinigingstechnologie. Meer informatie over dit onderwerp is vastgelegd in het TNO rapport: A. van de Runstraat, D. Martens, *Vuil en Vuilaanhechting*, TNO-RT rapport 741814213, Delft 1998.

delen van de ruwheid is. Daarnaast is bepaald wat de oppervlaktevergroting van het metaal is ten gevolge van de microruwheid. Deze afgeleide ruwheidskennallen van het oppervlak konden worden berekend aan de hand van de gemeten ruwheidswaarden (Ra, Rvk, MR2, Pc: zie beschrijving kader 2).

Resultaat oppervlakte karakterisering

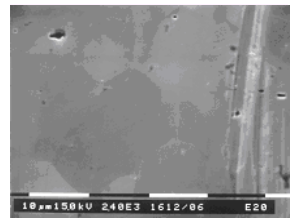
Bijgaand zijn REM-opnamen weergegeven van de zes onderzochte materialen. Het geëlektropolijste materiaal is het meest vlakke materiaal uit de serie en vertoont zelfs bij een vergroting van 2400 maal geen microruwheid. Op foto A zijn enkele kleine microgaatjes zichtbaar waarvan er circa 50-100 per vierkante centimeter voorkomen.

Het geborstelde materiaal typeert zich door de groeven op het materiaal en de relatief lage Ra-waarde van 0,31 micrometer (zie ook het overzicht in tabel 1).

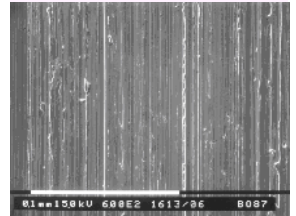
Het gebeitste materiaal heeft een heel herkenbare structuur doordat de korrelgrenzen van het materiaal duidelijk zichtbaar zijn. Het materiaal heeft een relatief lage Ra-waarde van 0,54 micrometer.

Het keramisch- en glasgeparelde materiaal heeft een mat uiterlijk. De Ra-waarde is circa 1,5 micrometer en dus duidelijk hoger dan de drie voorgaande materialen. Wat bij het glasgeparelde materiaal opvalt is dat het microruwer is dan het keramisch gepareld materiaal. Aan het oppervlak zijn scherpe putjes en gleufjes zichtbaar. Dit wordt veroorzaakt door de inslag van gebroken glasdeeltjes. Bij keramisch parelen is het breukpercentage van de parels lager waardoor deze extra putvorming niet of minder optreedt. Hierbij dient nog te worden opgemerkt dat het geteste glasgeparelde materiaal een relatief lage Ra-waarde heeft, doordat het breukpercentage van de parels nog vrij laag was en er dus minder scherpe inslag plaatsvond dan bij oudere, vaker gebruikte parels. In de praktijk zal de ruwheid kunnen variëren tot Ra-waarden die groter zijn dan 2 micrometer. In de laatste foto is het geschuurde materiaal weergegeven met een duidelijke groevenstructuur. Het materiaal heeft naast een hoge Ra-waarde van 1,55 micrometer een duidelijke microruwheid die vooral op de 2400 maal vergrote foto naar voren komt.

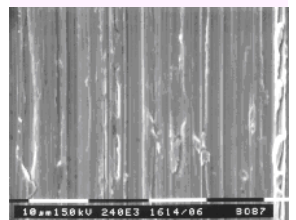
In tabel 1 zijn de ruwheidparameters weergegeven op volgorde van Ra-waarde. De spreiding van de Ra-waarde loopt van 0,29 tot 1,65 micrometer. Alle geteste materialen blijken een relatief lage waviness (Wt, zie uitleg gebruikte ruwheidskennallen in kader 2) te hebben, hetgeen betekent dat de materialen alle vrij vlak zijn. De maximale indringdiepte van de ruwheid R_{max} van het materiaal is een factor 8 tot 10 groter dan de gemiddelde ruwheidswaarde (Ra). Elektrolytisch polijsten levert beduidend minder pieken per cm dan de andere technieken, zoals ook uit de REM-foto A naar voren komt. De materialen hebben een percentage open ruimte in de dalen van 11,6 procent (keramisch parelen) tot 16,5 procent (beitsen) (zie kader 2 voor toelichting op open ruimte).



a) RVS-oppervlak na elektrolijsten, 2400 maal vergroot.



b) RVS-oppervlak na borstelen, 600 maal vergroot.



c) RVS-oppervlak na borstelen, 2400 maal vergroot.

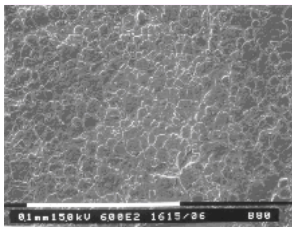
Werkwijze van uitvoeren reinigingsproeven

Bij de experimenten werden vlakke proefplaatjes gebruikt die op de reeds genoemde wijzen waren voorbehandeld. Op de plaatjes werd volgens standaard werkwijze een dunne laag bevuilding aangebracht. De bevuilding bestond uit een huidvet met daaraan toegevoegd een fluorescerende tracer Uvitex OB en eventueel een hoeveelheid ceriumoxyde deeltjes (grootte 0,3 micrometer).

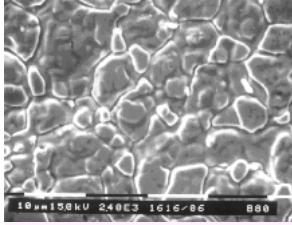
De plaatjes werden vervolgens gereinigd in een

Tabel 1 Ruwheidparameters van zes oppervlakte bewerkingen van RVS 316 (UBM laserruwheidsmeter, meting dwars op ruwheidsprofiel)

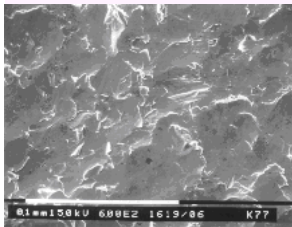
Materiaal	Roughness	Waviness	Maximum Roughness Depth	Aantal Pieken per cm	Percentage open ruimte in de dalen	Reduced valley Depth	Inhoud van de dalen	Oppervlakte Vergroting	Oppervlakte vergroting in de dalen
	Ra* [µm]	Wt [µm]	Rmax [µm]	Pc Aantal/cm	(100-Mr2) %	Rvk [µm]	mm ³ /m ²	% t.o.v. geometrisch	% t.o.v. geometrisch
Electropolish	0,29	1,43	2,99	34	15,99	0,67	54	0,4	0,06
Borstelen	0,31	0,58	2,93	156	13,42	0,57	38	1,99	0,27
Beitsen	0,54	0,70	5,39	172	16,48	1,23	101	3,81	0,63
Keramisch	1,47	1,42	12,56	140	11,63	2,54	147	8,5	0,99
Schuren	1,55	2,69	12,49	151	14,89	2,90	216	9,63	1,43
Glasparelen	1,65	1,98	13,01	131	12,11	2,54	153	8,82	1,07



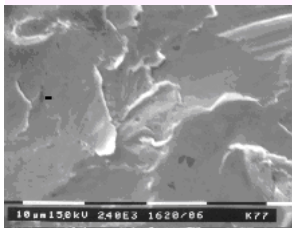
d) RVS-oppervlak na beitsen, 600 maal vergroot.



e) RVS-oppervlak na beitsen, 2400 maal vergroot.



f) RVS-oppervlak na keramisch pieren, 600 maal vergroot.



g) RVS-oppervlak na keramisch pieren, 2400 maal vergroot.

mechanische reinigingsmachine (Braive) voorzien van een standaard ASTM borstel van 900 gram. Als reinigingsmiddel werd 1 % Vecom Multiclean gebruikt. Voor de sproeitest werd gebruik gemaakt van een Miele G 7733

laboratoriumvaatwasser bij 50 °C met vaatwasmiddel IEC 60436 type A.

Na reiniging werd bepaald hoeveel vuil op de testplaatjes was achtergebleven en waar het vuil zich in de topografie van het oppervlak bevond door middel van röntgen-elektronen microscopie (REM) met C-mapping (koolstoflokalisering).

Kwantificering van het achtergebleven vuil vond plaats na ontsluiting van achtergebleven vuil door ultrasoon trillen in trichloorethyleen, gevolgd door fluorescentiedetectie van de Uvitex tracer.

Resultaat reinigingsproeven

In de figuren 1 en 2 is het restant vuil uitgezet tegen het type oppervlaktebewerking na de mechanische reiniging en de reiniging in een laboratorium vaatwasser. Uit de mechanische reiniging volgt:

De zes oppervlaktebehandelingen laten een duidelijk verschil zien in reinigbaarheid. In figuur 1 worden de materialen gerangschikt naar aflopende reinigbaarheid. Het restant vuil varieert van 6,3 tot 472 mg vet/m² hetgeen een vuilverwijdering betekent van 99

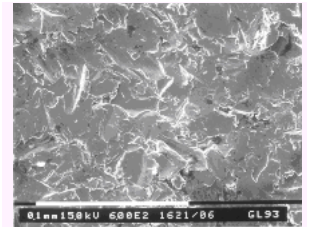
tot 99,99 %.

Het elektrolytisch gepolijste materiaal heeft zoals verwacht de beste reinigbaarheid.

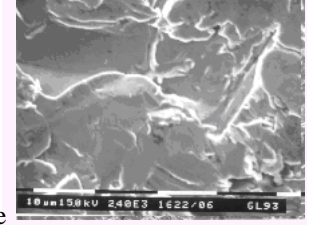
Het geborstelde materiaal heeft een relatief goede reinigbaarheid. Het materiaal laat zich beter reinigen indien evenwijdig aan de groeven wordt gereinigd, omdat in dat geval de mechanische actie van de borstel beter in de groeven van het materiaal wordt overgebracht. Een zelfde effect wordt ook bij het geschuurde materiaal gezien. Het gebeitste materiaal heeft ondanks de vrij lage Ra-waarde een middenpositie wat reinigbaarheid betreft. Waarschijnlijk wordt dit veroorzaakt door de relatief diepe en nauwe korrelgrietsgroeven waar de mechanische actie nauwelijks invloed op heeft. Het keramisch gepareld materiaal heeft een relevant betere reinigbaarheid ten opzichte van glaspareld materiaal, ondanks de vrijwel gelijke Ra-waarde (zie tabel 1).

Uit de reinigingsproeven met de vaatwasser volgt:

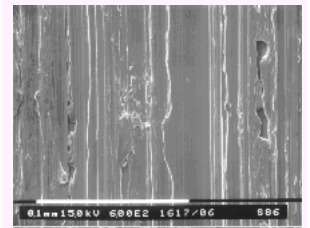
Ook bij deze reinigingstechniek is er een relevant verschil in reinigbaarheid van de zes onderzochte materialen. De volgorde komt in grote lijn overeen met de proeven met mechanische reiniging. Het verontreinigingsniveau was in alle gevallen ruim onder de 100



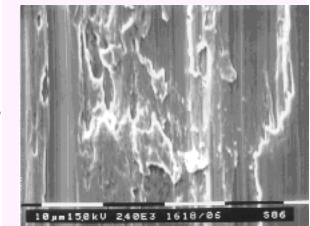
h) RVS-oppervlak na glasparelstralen 600 maal vergroot.



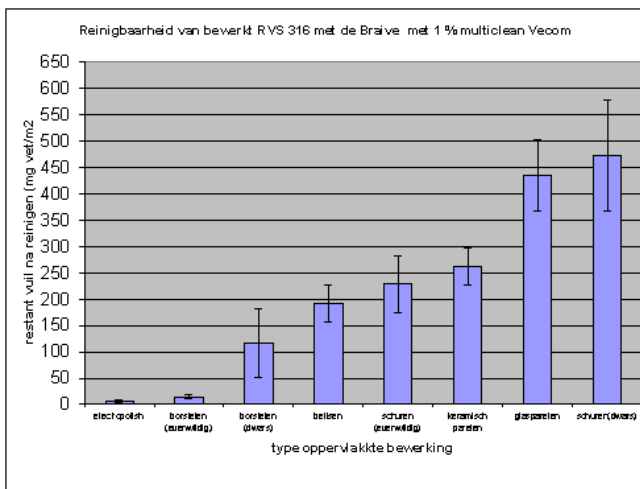
i) RVS-oppervlak na glasparelstralen, 2400 maal vergroot.



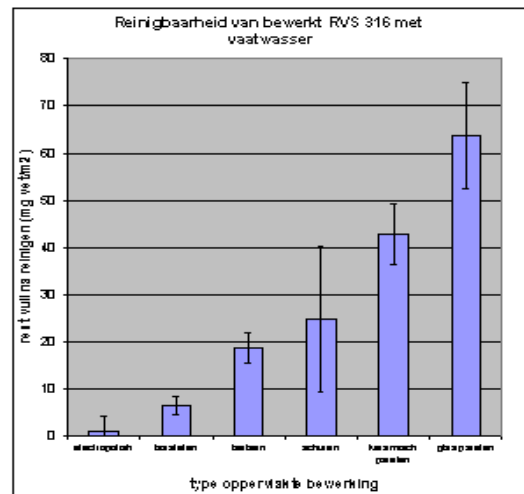
j) RVS-oppervlak na schuren, 600 maal vergroot.



k) RVS-oppervlak na schuren, 2400 maal vergroot.



Figuur 1 Resultaat mechanische reiniging van RVS 316



Figuur 2 Resultaat reiniging m.b.v. een sproeitest uitgevoerd in een laboratoriumvaatwasser

mg vet/m² hetgeen betekent dat 99,9 tot 99,999 % van het vuil is verwijderd.

Verband tussen reinigbaarheid en oppervlakteparameters

De berekende ruwheidparameters (Ra, inhoud dalen, oppervlaktevergroting en oppervlaktevergroting in de dalen) uit tabel 1 zijn uitgezet tegen de hoeveelheid restvuil hoeveelheid na reinigen uit figuur 1 en 2. Uit de resultaten volgt dat de beste correlatie wordt gevonden indien de hoeveelheid restvuil wordt uitgezet tegen de oppervlaktevergroting in de dalen, zie figuur 3. In de formule van de oppervlaktevergroting zijn de belangrijkste kenmerken van de oppervlakteruwheid verwerkt, namelijk: Ra (die de gemiddelde ruwheid weergeeft), de Pc (die aangeeft hoeveel profielpieken het materiaal heeft per cm; is het microruw of niet), en de 100-Mr2 (die aangeeft aan of het materiaal veel inhoud in heeft in de lagere delen van de ruwheid). Voor de afzonderlijke materialen kan het volgende worden opgemerkt:

Het elektrolytisch gepolijste materiaal heeft een relatief lage Ra-waarde en een lage Pc waarde. Beide parameters een gunstige invloed op de reinigbaarheid. Bij gebeitst materiaal wordt ondanks de lage Ra-waarde een gemiddelde restvervuiling gemeten. Het materiaal heeft echter hoge Pc en een relatief groot volume in de dalen hetgeen ongunstig voor de reinigbaarheid is.

Opvallend is het grote verschil in reinigbaarheid tussen glasgepareld en het keramisch gepareld materiaal.

Alhoewel de oppervlaktevergroting in de dalen nagenoeg hetzelfde is, heeft het glasgepareld materiaal toch een relevant hogere restvervuiling.

Op REM foto's (foto's F en H) zijn wel duidelijke verschillen waar te nemen in de vorm

microruwheid. Het glasgepareld materiaal bevat veel scherpe inslagen van gebroken glasdeeltjes. Hierdoor zijn zeer discrete putjes en microspleetjes in het materiaal geslagen. Deze onregelmatigheden laten zich dus niet goed uitdrukken in de ruwheidsparameters zoals gemeten.

Resultaat reiniging met vaatwasser:

Een groot verschil tussen de vaatwasserexperimenten en de mechanische reinigingstest is dat de reiniging in de

Omschrijving van de gebruikte ruwheidsparameters:

De driedimensionale oppervlaktestructuur van een metaal bevat oneffenheden, pieken en dalen, en is meestal het gevolg van oppervlaktebehandeling, slijtage en/of corrosie.

De componenten die de topografie van een oppervlak beschrijven zijn de volgende:

De glooiing van het oppervlak (Wt= waviness: relatief ver uit elkaar liggende, met lage frequentie, optredende oneffenheden, zie ook ISO 4287)

De gemiddelde ruwheid (Ra-waarde: de gemiddelde ruwheid van het oppervlak, zie ook ISO 4287)

De diepte van het ruwheidsprofiel (Rmax= de maximale afstand tussen de pieken en dalen zie ook DIN 4768, Rvk= reduced valley height: geeft de diepte weer van het onderste deel van de ruwheid, zie ook DIN 4776).

De frequentie van de ruwheidspieken (Pc=piekcount: het aantal ruwheidspieken per cm).

De open ruimte van het metaal over de gehele diepte. (De waarde 1-Mr2 geeft de open ruimte weer in het onderste deel van de ruwheid, zie ook DIN 4776).

Voor een nadere uitleg over de exacte definities van de ruwheidparameters en de wijze waarop ze worden gemeten wordt verwezen naar de vermelde standaarden.

vaatwasser niet richtingsafhankelijk zijn.

Bij de vaatwas experimenten zijn de meetpunten van borstelen en schuren niet meegenomen. De reden hier voor is dat geen representatieve ruwheidsmeting mogelijk is.

Indien dwars op de ruwheid wordt gemeten worden relatief hoge ruwheden gemeten ten opzichte van metingen die parallel aan de groef plaatsvinden. Niet duidelijk is hoe tot een gewogen gemiddelde van de ruwheid gekomen kan worden.

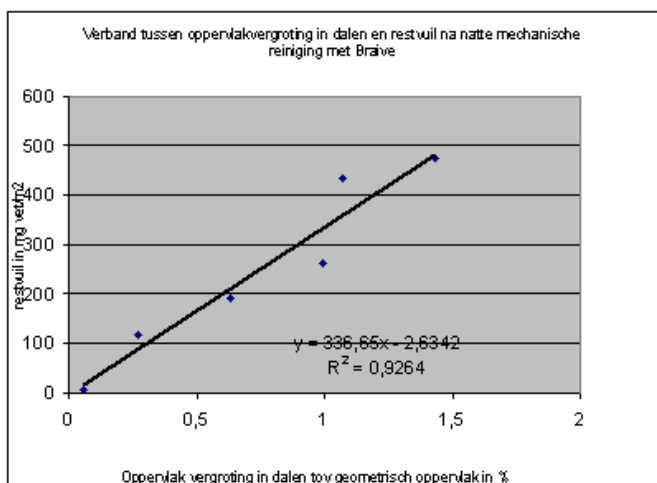
Het geschuurde materiaal laat een kleinere hoeveelheid restvuil zien dan op basis van de dwars gemeten ruwheid kan worden verwacht. Gezien de bovenstaande opmerkingen is dit te verklaren.

Ook voor de vaatwas experimenten geldt dat een goede correlatie wordt gevonden tussen de gemeten oppervlakteparameters en de reinigbaarheid.

Uit REM-foto's en fluorescentiemicroscopie blijkt dat het restvuil zich vooral bevindt in ruwheid van de lager gelegen delen en op voor het materiaal karakteristieke plekken. Deze "visuele" informatie ligt in lijn met wat op basis van de ruwheidparameters werd verwacht.

Uit metingen met deeltjeshoudende bevuiling (CeO van 0,3 micron) blijkt dat deeltjes op dezelfde plaatsen worden waargenomen als het vette restvuil. Het vervolgonderzoek zal zich ook richten op deeltjesvuil met een grotere diameter (1-100 micrometer).

In deze eerste fase van het onderzoek is een laboratoriumstudie uitgevoerd met modelvuil op vlakke plaatjes. Een vervolgstudie zal zich gaan richten op



Figuur 3 Verband tussen oppervlakteparameters en restvuil na reinigen

Ra-waarde kritisch beschouwd

In het onderzoek dat Mettler heeft uitgevoerd wordt de hygiënische kwaliteit van vloeren in relatie gebracht met de oppervlakteruwheid van de geteste materialen. In dit artikel is vooral gekeken naar de bacteriële restvuil hoeveelheid van verschillende vloermaterialen na uitvoering van gestandaardiseerde schoonmaakprocedures. Aangetoond werd dat de gemiddelde ruwheid (Ra-waarde) een lage correlatie vertoonde met de hoeveelheid restvuil na reinigen. Hier is geconcludeerd dat de Ra-waarde als richtlijn voor de reinigbaarheid.

praktijksituaties waarin meerdere aspecten worden meegenomen (o.a. vuilaanhechting, vuilveroudering, wijze van reinigen, keuze oppervlaktebewerking).

In de praktijksituatie zal men op basis van technisch en economische factoren een keuze moeten maken voor een bepaalde oppervlaktebewerking of -behandeling. Het elektrolytisch polijsten kan door de hoge kosten bijvoorbeeld minder aantrekkelijk zijn. Voor het reinigen van praktijkonderdelen speelt de productgeometrie een belangrijke rol. Men moet dan bijvoorbeeld denken aan gelaste hoekstukken en aan buizen die door borstels moeilijk overal te bereiken zijn. Hierbij maakt een dompel- of

sproeibehandeling een vollediger oppervlaktebehandeling mogelijk dan bijvoorbeeld borstelen of schuren. Anderzijds zijn bij vloeistofbehandelingen mogelijke luchtinsluitingen (dampelen) en eventuele onregelmatigheden bij handmatig sproei-beitsen aandachtspunten.

Conclusies

Uit het experimentele onderzoek blijkt dat de mechanische reinigbaarheid van zes oppervlaktebehandelingen afneemt in de volgende reeks: elektrolytisch polijsten, borstelen, beitsen, keramisch parelen, glasparelen en schuren. Ook bij reinigen door sproeien wordt dezelfde volgorde gemeten. Hoeveelheden restvuil variëren van 1-500 mg vet/m² (99 tot 99,999 % vuilverwijdering).

Uit het onderzoek blijkt dat de oppervlakte parameter "oppervlaktevergroting in de dalen" de beste voorspelling oplevert wat betreft de reinigbaarheid van het materiaal. Met deze studie is kennis opgebouwd die kan worden toegepast op praktijksituaties. Gezien de interessante resultaten van dit onderzoek zal worden bekeken op welke wijze door TNO een vervolgonderzoek kan worden opgestart samen met Vecom en probleembezitters uit het bedrijfsleven.

TNO onderzoek

Het reinigingstechnologisch onderzoek van TNO is ondergebracht in het Center for Contamination Control (onderdeel van TNO-TPD). Het werkterrein ligt vooral op het gebied van de parts- en precision cleaning. Het onderzoek richt zich op het introduceren van nieuwe reinigingstechnieken (CO₂ cleaning, lasercleaning, (diep)UV cleaning), milieuvriendelijk reinigen (toepassing vetzuuresters, toepassing vloeibaar CO₂) tot aan het ultraschoon reinigen voor de optische lithografie en ruimtevaart. TNO is o.a. betrokken bij de ontwikkeling van nieuwe *wafer stepper* machine voor de chipproductie.

Vecom

Al bijna 50 jaar is Vecom actief als corrosiespecialist in de metaaloppervlaktebehandeling. Daarnaast ontwikkelt, produceert en distribueert Vecom industriële reinigingsproducten. De groep richt zich op vier product / marktcombinaties met de volgende producten: metaaloppervlaktebehandeling, chemisch technisch reinigen, verwerking afvalwater en productverkoop. Daarnaast beschikt het moederbedrijf Vecom Metal Treatment Technology B.V. in Maassluis, over een modern laboratorium waar naast research en development ook veel tijd wordt besteed aan diverse analyses, controlewerkzaamheden en consultancy. Hart van het bedrijf zijn het laboratorium, de fabriek en het recent gemoderniseerde distributiecentrum (CPR 15-2). De Vecom-Groep heeft een omzet van ruim 20 miljoen Euro en heeft meer dan 160 medewerkers in dienst.