

Phosphatierüberzüge auf Metallen
Verfahren für die Festlegung von Anforderungen
Deutsche Fassung EN 12476:2000

DIN
EN 12476

ICS 25.220.99

Ersatz für
DIN EN 12476:2000-07 und
DIN 50942:1996-09

Phosphate conversion coatings of metals —
Method of specifying requirements;
German version EN 12476:2001

Couches de conversion phosphatées des métaux —
Méthode de spécifications des exigences;
Version allemande EN 12476:2001

Die Europäische Norm EN 12476:2000 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Der Arbeitsausschuss NMP 172 „Chemische und elektrochemische Überzüge“ ist für die vorliegende Norm zuständig. Im Ergebnis der Prüfung, welcher Inhalt von DIN 50942 neben DIN EN 12476 erhalten bleiben soll, beschloss der Arbeitsausschuss NMP 172, nur den Unterabschnitt 7.2 und die Tabellen 7 und 8 als Empfehlung in überarbeiteter Form eines informativen nationalen Anhangs zu DIN EN 12476 zu erhalten.

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

EN ISO 3892 siehe DIN EN ISO 3892

Fortsetzung Seite 2 bis 4
und 12 Seiten EN

Änderungen

Gegenüber DIN EN 12476:2000-07 und DIN 50942:1996-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Änderung des nationalen Vorwortes;
- b) Ergänzung des Nationalen Anhangs NA „Hinweise zur Anwendung der Norm“.

Frühere Ausgaben

DIN 50942: 1955-01, 1973-11, 1987-05, 1996-09
DIN EN 12476: 2000-07

Nationaler Anhang NA (informativ)

Hinweise zur Anwendung der Norm

NA.1 Qualitatives Prüfen der Überzugszusammensetzung

Außer den in diesem Anhang angegebenen Analysenverfahren sind alle sonstigen Analysenverfahren mindestens gleicher Empfindlichkeit zugelassen.

Zum Identifizieren der Überzüge als Phosphatüberzüge genügt der Nachweis von Phosphat im Überzug (siehe NA.2).

Um Phosphatüberzüge als Manganphosphat-, Zinkphosphat- oder Zinkcalciumphosphatüberzüge zu identifizieren, kann bei Eisenwerkstoffen nach NA.3 auf Mangan, bei zinkfreien Werkstoffen nach NA.4 auf Zink im Überzug geprüft werden.

Wird nach NA.3 Mangan im Überzug gefunden, so handelt es sich um Manganphosphatüberzüge.

Wird nach 3.2.4 Zink im Überzug gefunden, so muss noch nach NA.5 auf Calcium im Überzug geprüft werden, um zwischen Zinkphosphat- und Zinkcalciumphosphatüberzügen unterscheiden zu können.

Wird bei den Prüfungen nach NA.3 und NA.4 weder Mangan noch Zink im Überzug gefunden, so kann es sich bei Eisenwerkstoffen praktisch nur um Eisenphosphatüberzüge handeln.

NA.1.1 Reagenzien

Es sollten ausschließlich Reagenzien des Reinheitsgrads „zur Analyse“ verwendet werden.

- Natronlauge, etwa 5%ige Lösung von NaOH, hergestellt durch Auflösen von 50 g NaOH in einem Liter destilliertem Wasser¹⁾;
- Salpetersäure, etwa 40%ige Lösung von HNO₃, hergestellt durch Mischen von vier Volumenteilen konzentrierter Salpetersäure (Dichte 1,40 g/cm³) mit 2,5 Volumenteilen destilliertem Wasser;
- Ammoniummolybdat-Reagenz: 88,3 g Ammoniumheptamolybdat (NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4 H₂O, 30 ml etwa 25%iger konzentrierter Ammoniak (Dichte 0,91 g/cm³) und 240 g Ammoniumnitrat (NH₄)NO₃ werden in destilliertem Wasser zu einem Liter gelöst;

1) Destilliertes oder durch Ionenaustauscher voll entsalztes Wasser, im folgenden Text zur Vereinfachung als „destilliertes Wasser“ bezeichnet.

- Salzsäure, etwa 25%ige Lösung von HCl, hergestellt durch Mischen von 2,5 Volumenteilen konzentrierter Salzsäure (Dichte 1,19 g/cm³) mit 1,2 Volumenteilen destilliertem Wasser;
- Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung, etwa 5%ige Lösung von K₄Fe(CN)₆, hergestellt durch Auflösen von 50 g K₄Fe(CN)₆ in einem Liter destilliertem Wasser;
- Salpetersäure, etwa 17%ige Lösung von HNO₃, hergestellt durch Mischen von 1,7 Volumenteilen konzentrierter Salpetersäure (Dichte 1,40 g/cm³) mit 4,8 Volumenteilen destilliertem Wasser;
- Wasserstoffperoxid, etwa 3%ige Lösung von H₂O₂, hergestellt durch Mischen von einem Volumenteil Wasserstoffperoxid (Dichte 1,3 g/cm³) mit neun Volumenteilen destilliertem Wasser;
- Natriumbismutat, NaBiO₃;
- Ammoniumnitrat, (NH₄)NO₃;
- Ammoniak, etwa 10%ige Lösung von NH₃, hergestellt durch Mischen von zwei Volumenteilen konzentriertem Ammoniak (Dichte 0,91 g/cm³) mit fünf Volumenteilen destilliertem Wasser;
- Ammoniumoxalat, (NH₄)₂C₂O₄ · H₂O;
- Ammoniumchlorid, NH₄Cl;
- Salzsäure, etwa 10%ige Lösung von HCl, hergestellt durch Mischen von einem Volumenteil konzentrierter Salzsäure (Dichte 1,19 g/cm³) mit 2,7 Volumenteilen destilliertem Wasser;
- Schwefelsäure, etwa 45%ige Lösung von H₂SO₄, hergestellt durch Mischen von 4,5 Volumenteilen konzentrierter Schwefelsäure (Dichte 1,84 g/cm³) mit 5,3 Volumenteilen destilliertem Wasser;
- Kaliumpermanganat-Lösung, etwa 5%ige Lösung von KMnO₄, hergestellt durch Auflösen von 50 g KMnO₄ in einem Liter destilliertem Wasser.

NA.2 Prüfung auf Anwesenheit von Phosphat im Überzug

Eine Probe, deren zu prüfende Oberfläche etwa 100 cm² groß ist, wird mit 100 ml 5%iger Natronlauge bei 80 bis 90 °C so lange behandelt, bis der Überzug entweder abgelöst ist oder zum mindesten ein deutlicher Angriff stattgefunden hat. Notfalls wird der Überzug mit einem Gummiwischer abgestreift. Die entstandene Lösung wird anschließend filtriert. 25 ml des Filtrats werden mit etwa 40%iger Salpetersäure angesäuert. Zu der sauren Lösung werden 10 ml Ammoniummolybdat-Reagenz und etwa 5 g Ammoniumnitrat gegeben. Die Probe lässt man mindestens 15 Minuten stehen. Ein gelber Niederschlag zeigt die Anwesenheit von Phosphat an.

NA.3 Prüfung auf Anwesenheit von Mangan im Überzug

Zum Prüfen auf Anwesenheit von Mangan wird der Filtrerrückstand nach NA.2 mit warmer, etwa 17%iger Salpetersäure unter Zusatz einiger Tropfen 3%igen Wasserstoffperoxids vom Filter gelöst. Zum Zersetzen des Überschusses an Wasserstoffperoxid wird die Lösung einige Minuten am Sieden gehalten und dann auf Raumtemperatur abgekühlt. Die kalte Lösung wird dann in zwei etwa gleiche Teile geteilt. Durch Zusatz von 0,5 g Natriumbismutat zu dem einen Teil der Lösung wird anschließend etwa vorhandenes Mangan zu Permanganat oxidiert. Eine rotviolette Färbung zeigt die Anwesenheit von Mangan an.

Die andere Hälfte der Lösung findet zur Prüfung auf Calcium im Überzug nach NA.5 Verwendung, wenn bei der Prüfung nach NA.4 Zink im Überzug gefunden wurde.

NA.4 Prüfung auf Anwesenheit von Zink im Überzug (nur anwendbar bei Phosphatüberzügen auf zinkfreien Werkstoffen)

Zum Prüfen auf Anwesenheit von Zink werden 25 ml des nach NA.2 erhaltenen Filtrates mit 25%iger Salzsäure schwach angesäuert. Dann werden 5 ml 5%ige Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung zugesetzt. Ein weißer Niederschlag, der durch etwas Eisen eine leichte Grünfärbung aufweisen kann, zeigt die Anwesenheit von Zink an.