

SurTec® 712

Cyanidfreies, alkalisches Zink/Eisen-Verfahren (Kaliumzinkat-Elektrolyt)

Eigenschaften

- für Trommel- und Gestellbeschichtung, mit hervorragender Metallverteilung
- ausgezeichnetes Deck- und Streuvermögen, geeignet für stark profilierte Teile
- Eisengehalte von 0,3-0,7 % einstellbar (größer 0,7 % ist nicht sinnvoll)
- scheidet je nach Bedarf halbgänzende bis glänzende Zink/Eisen-Schichten ab
- blasenfreie, duktile und gut chromatierbare Überzüge
- hohe Wasserstoffdurchlässigkeit, zur Beschichtung gehärteter Teile geeignet
- mit der Gelbchromatierung SurTec 671 und der silberfreien Schwarzchromatierung SurTec 698 sehr guter Korrosionsschutz, auch nach mehrstündiger Wärmebehandlung bei 120 °C
- vollständig temperbeständiger Korrosionsschutz mit SurTec 680 Chromitierung
- dreiwertig schwarzpassivierbar mit der Schwarzchromitierung SurTec 695
- IMDS-Nummer: 213579

Anwendung

Das Verfahren SurTec 712 (Kaliumzinkat-Elektrolyt) beinhaltet folgende Produkte:

- SurTec 712 I Grundzusatz bewirkt eine hervorragende Metallverteilung
- SurTec 712 Fe-C Eisenkomplex liefert das Eisen und den Komplexbildner nach während der Beschichtung
- SurTec 712 Fe Eisenlösung wird bei Eisenmangel zugesetzt, wenn gleichzeitig Komplexbildner-Überschuss herrscht
- SurTec 712 C Komplexbildner wird bei Neuansatz zugegeben und falls im laufenden Betrieb Komplexbildner fehlt (nach Analyse)
- SurTec 700 S Sprühnebelverhinderer wird bei Bedarf zugegeben, um die aggressiven alkalischen Sprühnebel zu reduzieren
- SurTec 700 EK Kaliumzinkatkonzentrat enthält Zink, Kaliumhydroxid (KOH) und Kaliumcarbonat (K_2CO_3) für den Bad-Ansatz (als Alternative für den Ansatz aus den Salzen)

Ansatzwerte:

Zinkoxid	12,5 g/l	
Kaliumhydroxid	170 g/l *	
Kaliumcarbonat	40 g/l	
<i>oder aus Elektrolytkonzentrat:</i>		
SurTec 700 EK	33 Vol%	
SurTec 712 I Grundzusatz	6 ml/l	(4 - 8 ml/l)
SurTec 712 Fe-C Eisenkomplex (enthält auch SurTec 712 C)	9 ml/l	(7-11 ml/l)
SurTec 712 C Komplexbildner	65 ml/l	(55-75 ml/l)
(SurTec 700 S Sprühnebelverhinderer	0,1 ml/l	(0,05-0,2 ml/l))

* Dieser Wert gilt für 100 % KOH; bei geringerem Wert (siehe Spezifikation!) den Ansatzwert neu berechnen. Beispiel: KOH 86 % => $170/0,86 = 198$ g/l

Analysensollwerte:	Zink	10 g/l	(8-12 g/l)
	Kaliumhydroxid	170 g/l	(160-210 g/l)
	Kaliumcarbonat	40 g/l	(20-80 g/l)
	Eisen	180 mg/l	(150-200 mg/l)
	SurTec 712 C	70 ml/l	(60-80 ml/l)

Ansatz: Arbeitsschritte beim Ansatz:

1. 20 % demineralisiertes (VE-)Wasser vorlegen.
2. Kaliumhydroxid und Zinkoxid portionsweise unter kräftigem Umrühren darin lösen (Lösung wird heiß!).
Alternativ dazu kann das Bad auch mit 33 Vol% SurTec 700 EK Kaliumzinkatkonzentrat (30 g/l Zn) angesetzt werden.
3. Nach dem Abkühlen mit VE-Wasser bis fast auf das Endvolumen auffüllen.
4. Die Zusätze zugeben und durchmischen.

Temperatur: 30 °C (25-35 °C)

Stromdichte: 0,75-1,5 A/dm² *Trommel*
1,5-4 A/dm² *Gestell*

Stromausbeute: 65 % (50-85 %)

Abscheidungsrate: 0,3 µm/min bei 2 A/dm²

Verhältnis

Anode/Kathode: 2:1

Bewegung: Warenbewegung;
Lufteinblasung kann nicht angewendet werden

Badbehälter: Stahl mit Kunststoff- oder Gummiauskleidung

Filtration: notwendig: 2-3 Badumwälzungen pro Stunde

Heizung: notwendig

Kühlung: Bäder mit hoher Belastung kühlen

Absaugung: aus Arbeitsschutzgründen empfohlen

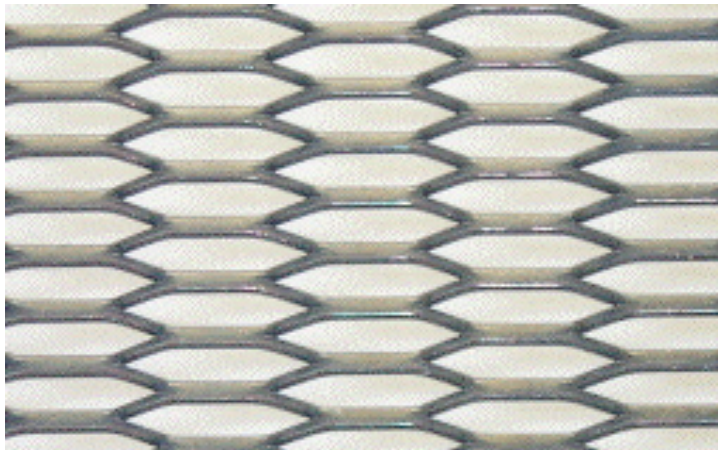
Hinweise: Ins Bad gefallene kupferhaltige Teile sofort entfernen.
Der Eisengehalt in der Schicht sollte stets bei 0,4-0,6 % gehalten werden.

Anoden

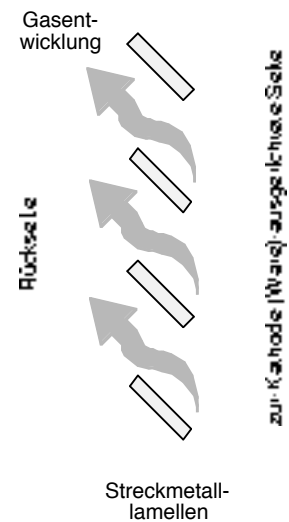
Anoden: aus mit 15 µm halbglanzvernickeltem Streckmetall aus Normalstahl, Piccolo-Masche 30 x 8, Steg-breite 6, Materialstärke 2 (alle Maße in mm). Das Streckmetall wird vorzugsweise mit den Lamellen horizontal eingebaut, so dass die Gasentwicklung nach hinten abgeleitet werden kann.

Vor der Beschichtung mit Halbglanznickel wird das Streckmetall zweckmäßigerweise mit vertikalen Schienen aus Normalstahl, die oben in die Anodenhaken münden, versteift. Für eine optimale Stromverteilung nehmen die Anoden durchgängig die gesamte Badbreite ein, bei einer anodischen Stromdichte von bis zu 20 A/dm².

Löseabteil: mit Zinklösekörben (bevorzugt 62,5 mm x 62,5 mm x 1000 mm aus 1,5 mm Lochblech aus Feinblech DD 11 GK nach DIN 10111/10051; Lochung Rv 3-5 DIN 24041), beschichtet mit dem SurTec-Katalysator. Die Körbe werden mit Zinkstranggussabschnitten (ca. 10 mm Ø, Bleigehalt < 0,002 %) gefüllt. Der Zinkgehalt wird durch die Austauschrate zwischen Bad und Löseabteil gesteuert.



Führung der Gasentwicklung bei korrektem Einbau der Streckmetallanoden



Zur Auslegung des Löseabteils und zur Online-Berechnung der notwendigen Anzahl Körbe siehe:

<http://Berechnung.SurTec.com/Zinkgenerator.html>

Technische Spezifikation

(bei 20 °C)	Aussehen	Dichte (g/ml)	pH-Wert (Konz.)
SurTec 712 I	flüssig, farblos-gelblich	1,017 (1,01-1,03)	9,0 (8-10)
SurTec 712 Fe-C	flüssig, dunkel rotbraun	1,104 (1,09-1,12)	2,3 (2-4)
SurTec 712 C	flüssig, farblos-gelb	1,035 (1,02-1,05)	11,2
SurTec 712 Fe	flüssig, braun	1,121 (1,11-1,13)	1,2 (0,2-2,2)
SurTec 700 S	flüssig, farblos-opal	1,001 (0,95-1,05)	7,5 (6-9)
SurTec 700 EK	flüssig, farblos	1,485 (1,46-1,51)	>11,0

Instandhaltung und Analyse

Die Konzentrationen an Zink, Eisen und Kaliumhydroxid regelmäßig analysieren und korrigieren.

Additive entsprechend der Verbrauchswerte nach Ampèrestundenzähler dosieren (siehe unten).

Verschleppungsverluste und eingebautes Eisen mit SurTec 712 Fe-C korrigieren. Dabei entsprechen 1 ml SurTec 712 Fe-C einer Menge von 20 mg Eisen und 0,5 ml SurTec 712 C.

Regelmäßige Analysen des Eisen- und Komplexbildnergehaltes sind zur Kontrolle notwendig. Bei ausreichendem Komplexgehalt aber Mangel an Eisen muss SurTec 712 Fe zudosiert werden. Dabei enthält 1 ml SurTec 712 Fe 40 mg Eisen. Der Komplexgehalt muss ggf. mit SurTec 712 C korrigiert werden.

Probenahme

An einer gut durchmischten Stelle eine Badprobe entnehmen, auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Bei vorhandener Badtrübung die Trübung absetzen lassen und die Badprobe über Faltenfilter filtrieren.

Zink (Zn) – Analyse per Titration

- Reagenzien: 0,1 mol/l EDTA (Titriplex III)
Pufferlösung (100 g/l NaOH + 240 ml/l Eisessig in VE-Wasser)
Indikator: Xylenorange-Tetranatriumsalz
(1 %ige Verreibung in KNO₃)
- Durchführung: 1. 5 ml Badprobe in einen 250 ml Erlenmeyerkolben pipettieren.
2. Mit 100 ml VE-Wasser verdünnen.
3. 30 ml Pufferlösung zugeben.
4. Eine Spatelspitze Indikator zugeben.
5. Mit 0,1 mol/l EDTA von violett nach gelb-orange titrieren.
- Berechnung: Verbrauch in ml · 1,3074 = g/l Zn

Kaliumhydroxid (KOH) – Analyse per Titration

- Reagenzien: 1 N Schwefelsäure
Indikator: Tropäolin O (0,04 % in 50 % Ethanol)
- Durchführung: 1. 5 ml Badprobe in einen 250 ml Erlenmeyerkolben pipettieren.
2. Mit 100 ml VE-Wasser verdünnen.
3. 3 Tropfen Indikatorlösung zugeben.
4. Mit 1 N Schwefelsäure von rot nach gelb titrieren.
- Berechnung: Verbrauch in ml · 11,20 = g/l KOH
- Hinweis: Für die Nachdosierung der KOH auf die Konzentration der Ware achten (siehe auch bei „Ansatzwerte“).

Eisen (Fe) – Analyse per Photometer

- Geräte: Photometer mit einstellbarer Wellenlänge (345 nm)
und einer 10 mm Rechteckküvette oder
Photometer mit einem 340 nm Filter
und eine 11 mm Rundküvette
3 ml und 30 ml Vollpipette, 50 ml Messkolben
- Reagenzien: konz. Salzsäure, p.a. (37 %)
- Durchführung: 1. 3 ml der filtrierten Badprobe in einen 50 ml Messkolben pipettieren.
2. Exakt 30 ml Salzsäure (Vollpipette) langsam und vorsichtig zugeben und gut durchmischen (Vorsicht, Gasentwicklung! Die Lösung wird heiß!)
3. Die Probe im Wasserbad auf Raumtemperatur abkühlen lassen (ca. 15 min).
4. Anschließend den Messkolben mit VE-Wasser bis zur Marke auffüllen.
5. Diese Lösung in eine Küvette geben und die Extinktion messen. (Die Messung sollte innerhalb einer Stunde nach der Säurezugabe erfolgen.)
Als Blindprobe VE-Wasser verwenden.
- Berechnung: Extinktion · 294,1 = ppm Fe (345 nm, Rechteckküvette)
oder
Extinktion · 256,4 = ppm Fe (340 nm, 11 mm Rundküvette)
- Korrektur: Zugabe von 1 ml/l SurTec 712 Fe-C = Erhöhung um 20 mg/l Fe
oder
Zugabe von 1 ml/l SurTec 712 Fe = Erhöhung um 40 mg/ml Fe

Eisen (Fe) – Analyse per AAS

Gerät:	Atomabsorptions-Spektrometer (AAS)
Reagenzien:	Salzsäure (konz.) p.a. Eisen-Standardlösungen
Durchführung:	1. 1 ml Badprobe in einen 100 ml Messkolben pipettieren. 2. Mit 5 ml konz. Salzsäure ansäuern. 3. Auf 100 ml mit VE-Wasser auffüllen. 4. Im AAS gegen Standards messen.
Berechnung:	Messwert in ppm · 100 = mg/l Fe
Korrektur:	Zugabe von 1 ml/l SurTec 712 Fe-C = Erhöhung um 20 mg/l Fe oder Zugabe von 1 ml/l SurTec 712 Fe = Erhöhung um 40 mg/ml Fe

SurTec 712 C Komplexbildner – Analyse per Titration

Reagenzien:	Kupferchlorid-Lösung (50 g/l $\text{CuCl}_2 \times 2 \text{H}_2\text{O}$) Natronlauge (10 %) Schwefelsäure (halbkonz.) Kaliumiodid 0,1 N Natriumthiosulfat-Lösung Stärkelösung (1 %, frisch angesetzt)
Durchführung:	1. 10 ml Badprobe in ein 100 ml Becherglas pipettieren. 2. 5 ml Natronlauge zugeben. 3. Mit ca. 50 ml VE-Wasser verdünnen. 4. Unter Schwenken 10 ml Kupferchlorid-Lösung zugeben (es entsteht eine tiefblaue Lösung mit hellblauem Niederschlag). 5. Den Kolben mit VE-Wasser auf 100 ml auffüllen. 6. 1 min kräftig schütteln. 7. Die gesamte Lösung in ein trockenes 250 ml Becherglas überführen. 8. Unter Rühren auf 50 °C erwärmen. 9. Die Lösung abkühlen lassen. 10. Durch ein trockenes Blaubandfilter filtrieren. 11. 50 ml des Filtrates in ein weiteres 250 ml Becherglas pipettieren. 12. Mit VE-Wasser auf ca. 150 ml auffüllen. 13. Ca. 2 g Kaliumiodid zugeben. 14. Unter Rühren auf 50 °C erwärmen. 15. Mit 5 ml halbkonz. Schwefelsäure ansäuern (Lösung färbt sich hellbraun-trüb). 16. Mehrere ml Stärkelösung zugeben (Lösung wird schwarz). 17. Mit 0,1 N Natriumthiosulfat-Lösung bis zu einem bleibenden Farbumschlag nach farblos-trüb titrieren (die Aufhellung muss 1 Minute stabil bleiben).
Berechnung:	Verbrauch an Thiosulfat in ml · 12,56 = ml/l SurTec 712 C

Kaliumcarbonat (K_2CO_3) – Analyse per Titration

- Reagenzien: Bariumnitrat-Lösung (5 %)
1 N Salzsäure
1 N Natronlauge
Indikator: Methylorange-Lösung (0,04 %)
- Durchführung:
- 10 ml Badprobe in einen 250 ml Erlenmeyerkolben pipettieren.
 - 50 ml VE-Wasser zugeben und bis zum Sieden erhitzen.
 - 75 ml Bariumnitrat-Lösung zugeben (es bildet sich ein Niederschlag).
 - Nach Absetzen des Niederschlages über Papierfilter filtrieren und mit VE-Wasser gut auswaschen.
 - Niederschlag samt Filter in einen Erlenmeyerkolben geben.
 - In 100 ml VE-Wasser und 20 ml 1 N Salzsäure auflösen.
 - Kurz aufkochen lassen.
 - Nach dem Abkühlen 3 Tropfen Indikator zugeben.
 - Die überschüssige Salzsäure mit 1 N Natronlauge von rot nach gelb-orange zurücktitrieren.
- Berechnung: $(20 - \text{Verbrauch in ml}) \cdot 6,91 = \text{g/l } K_2CO_3$

Bestimmung der Fe-Einbaurrate in der Zn/Fe-Legierungsschicht

- Durchführung:
- Zusammen mit der normalen Ware ein Stück Kupferrohr (ca. 3 cm) in der Anlage beschichten lassen.
 - Das beschichtete Kupferstück nicht in die Passivierung geben, sondern gut spülen und trocknen.
 - Das Kupferrohr mit der Zink/Eisenschicht auf der Analysenwaage wiegen (**A**).
 - Das Kupferrohr in ein kleines Becherglas geben und halbkonz. Salzsäure zugeben, bis das Teil vollständig bedeckt ist.
 - Die Zink/Eisenschicht restlos von dem Kupferstück ablösen lassen.
 - Das Kupferstück herausnehmen, mit wenig VE-Wasser in die Lösung abspülen, trocknen und auf der Analysenwaage wiegen (**B**). Die Differenz (**A-B**) sollte ca. 0,2-0,4 g betragen.
 - Die Salzsäurelösung aus dem Becherglas in einen 100 ml Messkolben überführen.
 - Die Lösung mit VE-Wasser bis zum Endvolumen auffüllen und gut mischen.
 - Ohne weitere Verdünnung den Eisengehalt der Lösung im AAS messen (Wert in ppm = **C**).

Berechnung: $C / [(A - B) \cdot 100] = \% \text{ Fe}$

Bemerkung: Um den Eiseneinbau in der Schicht tendenziell zu beurteilen, kann unabhängig von der verwendeten Passivierung in der Anlage ein frisch angesetztes Laborbad der Schwarzschrömatierung SurTec 698 verwendet werden. Chromatiert man dort ein frisch mit Zn/Fe beschichtetes Teil, so kann man anhand der Fehlertabelle (siehe Seite 9) die Eiseneinbaurrate ungefähr abschätzen.

Hullzell-Test

Zur Beurteilung der Abscheidungen in einer 250 ml Hullzelle mit 2 A, 15 min auf sorgfältig vorbehandelten Stahlblechen (abgebeizt und anodisch elektrolytisch entfettet) Probeabscheidungen durchführen. Die beschichteten Bleche 15 s in 0,5 Vol% Salpetersäure aufhellen, unter Leitungswasser spülen, in einer frisch angesetzten Schwarzchromatierung (z. B. SurTec 698) chromatieren (die Bedingungen müssen gleich denen in der Anlage sein), wieder spülen und mit Pressluft bzw. Fön trocknen.

Das Blech anhand der Fehlertabelle bewerten und die geänderten Einstellungen anhand eines weiteren Hullzell-Tests überprüfen.

Aufgrund der hohen Literbelastung in der Hullzelle wird empfohlen, für jeden neuen Hullzell-Test frische Elektrolytprobe zu verwenden.

Verbrauch und Vorratshaltung

Zusätze werden sowohl durch Verschleppung als auch elektrochemisch, d.h. durch anodische Oxidation und kathodischen Einbau, verbraucht.

Folgende Verbrauchswerte pro 10.000 Ah können als Anhaltspunkte dienen:

SurTec 712 I	ca. 0,5 l	
SurTec 712 Fe-C	ca. 2 l	(bei 0,5 % Fe-Einbaurate)
(SurTec 700 S	ca. 0,1 l)	

Damit es keine Verzögerungen im Produktionsablauf gibt, sollten folgende Produktmengen pro 1000 l Bad auf Vorrat gehalten werden:

SurTec 712 I	Grundzusatz	25 kg
SurTec 712 Fe-C	Eisenkomplex	25 kg
SurTec 712 C	Korrekturlösung	25 kg
SurTec 712 Fe	Eisenlösung	30 kg
(SurTec 700 S	Sprühnebelverhinderer	25 kg)

Produktsicherheit und Umweltschutz

Die Sicherheits- und Umweltschutzhinweise müssen im Umgang mit den Produkten befolgt werden, um Menschen und Umwelt nicht zu gefährden. Detaillierte Angaben hierzu enthalten die EU-Sicherheitsdatenblätter.

Folgende Gefahrenbezeichnungen und Einstufungen in Wassergefährdungsklassen (WGK) müssen beachtet werden:

<u>Produkt</u>	<u>Gefahrenbezeichnung</u>	<u>Wassergefährdungsklasse</u>
SurTec 712 I	-	WGK 3
SurTec 712 Fe-C	Xi - Reizend	WGK 1
SurTec 712 C	-	WGK 1
SurTec 712 Fe	C - Ätzend	WGK 1
SurTec 700 S	-	WGK 1
SurTec 700 EK	C - Ätzend N - Umweltgefährlich	WGK 1

Gewährleistung

Wir haften für unsere Produkte im Rahmen der geltenden gesetzlichen Bestimmungen. Die Gewährleistung greift ausschließlich für den Anlieferungszustand eines Produktes. Gewährleistungs- und Schadensersatzansprüche nach Weiterverarbeitung unserer Produkte bestehen nicht. Einzelheiten entnehmen Sie bitte unseren [Allgemeinen Geschäfts- und Lieferbedingungen \(AGB\)](#).

Ansprechpartner

In unserem Forum können Sie über Themen der Oberflächentechnik diskutieren: <http://forum.surtec.com/> oder besuchen Sie uns auf unserer Homepage: <http://www.SurTec.com>.

Wenn Sie Fragen haben, helfen Ihnen unser Außendienst und unsere Technische Zentrale gerne weiter:

Tel.: 06251/171-744, **Fax:** 06251/171-844, **e-Mail:** TZ@SurTec.com

SurTec Deutschland GmbH

SurTec-Straße 2

64673 Zwingenberg

Amtsgericht Darmstadt - HRB 25505 - Geschäftsführung: Dr. Karl Brunn

31. Mai 2010/DK, MO

Fehlertabelle

Zunächst muss sichergestellt werden, dass Stromdichten, Temperaturen und Analysenwerte innerhalb der Sollbereiche liegen.

Zur weiteren Beurteilung Hullzell-Tests durchführen.

Problem	mögliche Ursache	Abhilfe
oliv-grünes Aussehen der Schwarzchromatierung SurTec 698	a) Eisengehalt im Elektrolyten ist zu niedrig	Eisengehalt analysieren und mit SurTec 712 Fe-C auf 180 mg/l korrigieren
	b) Zinkgehalt im Elektrolyten ist zu hoch	Zinklöseabteil anpassen
	c) Temperatur des Elektrolyten ist zu niedrig	Bad erwärmen auf mindestens 25 °C
	d) Kontaktzeit in der Schwarzchromatierung ist zu kurz	Chromatierungszeit erhöhen
	e) pH-Wert der Schwarzchromatierung ist zu hoch	pH-Wert von SurTec 698 mit Schwefelsäure auf pH 1 bringen
	f) SurTec 712 C Komplexbildner ist zu hoch	Komplexbildner-Gehalt erniedrigen durch Ausarbeiten
mattes Aussehen der Schwarzchromatierung SurTec 698	a) Eisengehalt im Elektrolyten ist zu hoch	SurTec 712 C Komplexbildner erhöhen und Eisen ausarbeiten
	b) Zinkgehalt im Elektrolyten ist zu niedrig	Zinklöseabteil anpassen
	c) Temperatur des Elektrolyten ist zu hoch	Elektrolyten auf Solltemperatur bringen
	d) Kontaktzeit in der Schwarzchromatierung ist zu lang	Kontaktzeit erniedrigen
	e) pH-Wert von SurTec 698 ist zu niedrig	pH-Wert der Schwarzchromatierung mit NaOH auf pH 1 einstellen
	f) Stromdichte ist zu niedrig	Stromdichte erhöhen auf mind. 1 A/dm ² (Trommel) oder 2 A/dm ² (Gestell)
mattes Aussehen der Schwarzchromatierung SurTec 695	a) Eisengehalt im Elektrolyten ist zu niedrig	Eisengehalt analysieren und mit SurTec 712 Fe-C auf 180 mg/l korrigieren
	b) Zinkgehalt im Elektrolyten ist zu hoch	Zinklöseabteil anpassen
	c) Temperatur des Elektrolyten ist zu niedrig	Bad erwärmen auf mindestens 25 °C
	d) Kontaktzeit in der Schwarzchromatierung ist zu lang	Passivierungszeit verkürzen
	e) pH-Wert der Schwarzchromatierung ist zu niedrig	pH-Wert von SurTec 695 mit Natriumcarbonat auf pH 1,9 bringen
	f) SurTec 712 C Komplexbildner ist zu hoch	Komplexbildner-Gehalt erniedrigen durch Ausarbeiten
schlechte Streuung, Anbrennungen	Mangel an SurTec 712 I Grundzusatz	SurTec 712 I zugeben, nach Test in der Hullzelle
fleckige Passivierungs- bzw. Chromatierungsschicht	teilweise Passivierung der Zn/Fe-Schicht in der letzten Spüle vor der Passivierung/Chromatierung	Anzahl der Bäder zwischen Zn/Fe und Passivierung/Chromatierung minimieren und Verweilzeit verkürzen