

SurTec® 680 Chromitierung®

Dickschichtpassivierung für Zink und Zinklegierungen

Eigenschaften

- flüssiges Konzentrat auf Chrom(III)-Basis
- übertrifft die Korrosionsschutznormen von Gelbchromatierungen nach DIN 50 021 SS
- erzeugt Überzüge mit einem klaren, grünen, leicht irisierenden Farbton
- die Passivierungsschicht ist auch organisch oder mit SurTec 680 Y einfärbbar
- lange Standzeit, auch bei Rückführung der Spülbäder
- die Schicht erfüllt alle Anforderungen von ELV, RoHS und WEEE, wenn die empfohlene Prozessfolge verwendet wird (siehe "Anwendung")
- weltweites Patent erteilt: Europa 0 907 762; Japan 3597542; USA 6,287,704
- IMDS-Nummer: 900896

Anwendung

SurTec 680 kann im Trommel- und Gestellverfahren angewendet werden.

Das Verfahren SurTec 680 beinhaltet folgende Produkte:

- SurTec 680 Chromitierungskonzentrat enthält Chrom(III) und Cobalt im richtigen Verhältnis, sowie die benötigte Menge an Komplexbildner
- SurTec 680 K Salz ist das Korrektursalz, das bei steigendem Zinkgehalt benötigt wird, um überschüssiges Zink zu binden
- SurTec 680 C Cobalt-Lösung zum Nachdosieren von Cobalt, entsprechend den Analysenergebnissen

optional empfohlen:

- SurTec 680 S Stabilisierung in der letzten Spüle (2 Vol%)

Ansatzwerte:	SurTec 680	12,5 Vol%
	SurTec 680 K Salz	wenn nötig
	SurTec 680 C	nur zum Korrigieren des Cobalt-Gehaltes

Analysensollwerte:	SurTec 680	12,5 Vol%
	Cobalt	2,5 g/l (> 1,5 g/l)

(gilt für den Ansatz mit 12,5 Vol% SurTec 680)

Ansatz: Arbeitsschritte beim Ansatz:

1. Die berechnete Menge an SurTec 680 Chromitierungskonzentrat in die Arbeitswanne geben.
2. Mit Leitungswasser auf Endvolumen auffüllen (heiBes Leitungswasser ist möglich).
3. Den pH-Wert kontrollieren und ggf. einstellen.

Temperatur: 60°C (55-80°C)

pH-Wert: 1,8 (1,8-2,0)
einstellen mit Salpetersäure bzw. Natriumcarbonat (Na₂CO₃)

Tauchzeit:	60 s (30-90 s)
Badbehälter:	Stahlwannen mit hitze- und säurebeständiger Kunststoffauskleidung
Heizung:	aus säurebeständigem Material (z. B. Glas, Teflon)
Bewegung:	Warenbewegung oder (leichte) Lufteinblasung
Hinweise:	<p>Als Aufhellung vor der Chromitierung empfehlen wir 0,5 Vol% Salpetersäure (konz.), besonders nach der Verzinkung in alkalischen Elektrolyten. Nach Zink/Nickel-Beschichtung muss mit verdünnter Salzsäure aufgehellt werden (bei pH 2,0).</p> <p>Aufgrund der hohen Konzentration von SurTec 680 ist die Installation einer Spülrückführung empfohlen. Wir errechnen Ihnen gerne die Bedingungen für Ihre Anlage, siehe unter: http://Chromitierung.SurTec.com/.</p> <p>Bei Fahrweise mit Spülwasserrückführung ist eine Vorrichtung zum Entfernen des anfallenden Zink-Schlammes notwendig (Absetzbecken oder Filtration).</p> <p>Bei Gestellanlagen wird empfohlen, einen Spritzkranz mit Wasser über dem Bad zu installieren, um beim Überheben der Ware das Auftrocknen von Badflüssigkeit auf den warmen Teilen zu verhindern.</p> <p>Da mit steigender Eisenkonzentration im Chromitierungsbad die Optik und später auch der Korrosionsschutz beeinträchtigt werden, empfehlen wir für Bäder mit hohem Eiseneintrag die Installation eines Ionentauschers. Der spezielle Ionentauscher SurTec 680 IAT (siehe separates Produktinformationsblatt) entfernt selektiv das Eisen aus Chromitierungslösungen, ohne den Prozess des Passivierens zu stören.</p>

Empfohlene Prozessfolge:

1. Zink- oder Zinklegierungs-Verfahren
2. Kaskadenspüle
3. Aktivierung in Salpetersäure, pH 1,4-2,0
4. **Chromitierung SurTec 680**
5. Kaskadenspüle
6. Letzte Spüle mit 2 Vol% SurTec 680 S Stabilisierung
7. optional: Versiegelung (z. B. SurTec 555 oder SurTec 555 S)
8. Heißlufttrocknung (70-85°C)

Die Spültechnik muss an die Anlage angepasst werden.

Technische Spezifikation

(bei 20°C)	Aussehen	Dichte (g/ml)	pH-Wert (Konz.)
SurTec 680	flüssig, dunkelgrau-violett	1,466 (1,44-1,49)	1,7 (1,4-2,0) (bei 12,5 Vol%)
SurTec 680 K Salz	Salz, weiß	0,900 (0,70-1,10) kg/l	-
SurTec 680 C	flüssig, dunkelrot	1,235 (1,21-1,26)	5,7 (4,8-7,0)
SurTec 680 S	flüssig, farblos	1,120 (1,09-1,15)	6,5 (5,8-7,3)

Anmerkung: Im SurTec 680 Chromitierungskonzentrat kann ein leichter Bodensatz auftreten, der die Funktion des Produkts aber nicht beeinträchtigt.

Instandhaltung und Analyse

Den pH-Wert regelmäßig kontrollieren und einstellen. Die Konzentration an SurTec 680 regelmäßig analysieren und korrigieren.

Bei sehr starker Dosierung von SurTec 680 K Salz kann es unter Umständen zur Reduzierung der Cobalt-Konzentration kommen. Der Co-Gehalt kann durch Zugabe von SurTec 680 C wieder in den Sollbereich gebracht werden. Dabei entsprechen 10 ml/l SurTec 680 C genau 1 g/l Cobalt. Auch SurTec 680 Chromitierungskonzentrat enthält Cobalt und kann zum Erhöhen des Co-Gehaltes zugegeben werden: 50 ml/l SurTec 680 entsprechen genau 1 g/l Cobalt.

Bei Verwenden von SurTec 680 S in der letzten Spüle erfolgt die Nachdosierung der Stabilisierung im gleichen Verhältnis wie SurTec 680 Konzentrat für die Chromitierung; oder SurTec 680 S wird entsprechend der Analyse dosiert.

Probenahme

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

SurTec 680 – Analyse per Titration

Reagenzien: Schwefelsäure (konz.) p. a.
Ammoniumperoxodisulfat p. a.
0,1 N Silbernitrat-Lösung
Kaliumiodid p. a.
0,1 N Natriumthiosulfat-Lösung (= 0,1 mol/l)
Stärkelösung (1 %)

Durchführung:

1. Exakt 2 ml Badprobe in ein 250 ml Becherglas pipettieren.
2. Mit 3 ml konz. Schwefelsäure ansäuern und durch Schwenken mischen (Probe wird klar grün).
3. Mit ca. 50 ml VE-Wasser verdünnen.
4. 15 ml Silbernitrat-Lösung zugeben.
5. Mit 2 g Ammoniumperoxodisulfat versetzen.
6. Mit einem Uhrglas abdecken, auf der Heizplatte zum Sieden erhitzen und 20 min lang auf Siedehitze halten (nur schwach kochen, Probe wird langsam klar gelb).
7. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur die am Uhrglas und an der Becherglas-Wandung anhaftende Flüssigkeit mit wenig VE-Wasser in das Becherglas spülen.
8. Die Probe mit VE-Wasser auf ca. 100 ml auffüllen.
9. Ca. 2 g Kaliumiodid zugeben (Probe wird milchig hellbraun).
10. Mit 0,1 N Natriumthiosulfat-Lösung titrieren, bis die Lösung nur noch schwach bräunlich gefärbt ist.
11. Mehrere ml Stärkelösung zugeben (Probe wird milchig dunkelbraun).
12. Weiter titrieren bis zur Entfärbung nach milchig blass-grün.

Berechnung: Verbrauch in ml · 1,083 = Vol% SurTec 680

SurTec 680 – Analyse per Photometer

Geräte:	Spektralphotometer oder Filterphotometer mit Filter um 560 nm (\pm 50 nm) 100 ml Messkolben, 10 ml Vollpipette, 1 cm Küvette
Reagenzien:	Salzsäure (1:1) p. a.
Durchführung:	Erstellung des 12 Vol%-Standards (mindestens alle 3 Monate frisch ansetzen, siehe „Fehlerquellen“): 10 ml halbkonz. Salzsäure in einen 1000 ml Messkolben vorlegen. 12 ml SurTec 680 Chromitierungskonzentrat dazugeben, mit VE-Wasser auffüllen und gut durchmischen. Vor jeder Probemessung die 12 Vol%-Standardlösung in eine 1 cm Küvette füllen, von außen reinigen und im Photometer bei 560 nm vermessen. Die Extinktion ES notieren. Für den Blindwert die Küvette mit Wasser füllen und im Photometer vermessen. Messung der Badprobe: <ol style="list-style-type: none">1. 10 ml filtrierte Badprobe in einen 100 ml Messkolben pipettieren.2. Ca. 1 ml halbkonz. Salzsäure zugeben.3. Mit VE-Wasser auffüllen und gut durchmischen.4. Die Lösung in eine 1 cm Küvette geben.5. Die Küvette im Photometer bei 560 nm vermessen.6. Die Extinktion EP notieren.
Berechnung:	$EP / ES \cdot 12 = \text{Vol\% SurTec 680}$
Fehlerquellen:	<ul style="list-style-type: none">▪ Badtrübungen spiegeln eine höhere Konzentration vor, deshalb die Badprobe vorher filtrieren.▪ Höhere Eisenkonzentrationen verfälschen das Ergebnis.▪ Die 12 Vol%-Standardlösung nicht länger als maximal 3 Monate verwenden.

SurTec 680 – Analyse per AAS

Geräte:	Atomabsorptions-Spektrometer (AAS) Wellenlänge: 357,9 nm 1000 ml Messkolben, 1 ml Vollpipette
Reagenzien:	Acetylen/synth. Luft Chrom-Standardlösungen: 5, 10 und 20 ppm Salzsäure (konz.) p. a.
Durchführung:	Eine Verdünnung von 1:1000 herstellen: <ol style="list-style-type: none">1. 10 ml konz. Salzsäure in einen 1000 ml Messkolben vorlegen.2. 1 ml der Badprobe dazugeben und kurz durchmischen.3. Vor dem Auffüllen 5 min warten.4. Mit VE-Wasser auffüllen und gut durchmischen.5. Das AAS mit den Cr-Standards kalibrieren, und direkt danach die vorbereitete Verdünnung vermessen.
Berechnung:	$\text{Messwert in ppm} \cdot 1,25 = \text{Vol\% SurTec 680}$

- Fehlerquellen:
- Die Pipette muss sauber sein und soll mit Badlösung gespült werden, bevor mit ihr die Probe in den Messkolben gegeben wird.
 - Reagiert die Salzsäure nicht lange genug mit der Badprobe, liegt das Chrom in einer für die AAS-Analyse ungünstigen Form vor. Man erhält ein zu niedriges Ergebnis.
 - Die AAS-Lampe sollte 10-15 min aufwärmen (bitte nach Handbuch des AAS richten).
 - Die Kalibrierung vor jeder Messung durchführen.
 - Alte AAS-Lampen emittieren ein zu schwaches Licht und der Photomultiplier muss zunehmend empfindlicher eingestellt werden, so dass schließlich der lineare Messbereich verlassen wird.

Cobalt – Analyse per AAS

- Geräte: Atomabsorptions-Spektrometer (AAS)
Wellenlänge: 240,7 nm
Spalt: 0,2 nm
- Reagenzien: Salzsäure (1:1)
Cobalt-Standardlösungen
- Durchführung: Eine Verdünnung von 1:500 herstellen:
1. 1 ml Badprobe in einen 500 ml Messkolben pipettieren.
 2. 5 ml Salzsäure (1:1) zugeben.
 3. Mit VE-Wasser auf 500 ml auffüllen und gut mischen.
 4. Gegen Cobalt-Standardlösungen im AAS vermessen.
- Berechnung: Messwert in ppm $0,5 = \text{g/l Cobalt}$
- Korrektur: Erhöhung um 1 g/l Cobalt = Zugabe von 10 ml/l SurTec 680 C
oder 50 ml/l SurTec 680

SurTec 680 S (in der letzten Spüle) – Analyse per Titration

- Reagenzien: 0,1 N Iodlösung
Salzsäure (1:1)
Stärkelösung (1 % in VE-Wasser)
- Durchführung:
1. 50 ml des letzten Spülbades in einen 300 ml Erlenmeyerkolben pipettieren.
 2. Mit 50 ml VE-Wasser verdünnen.
 3. Mit 20 ml Salzsäure (1:1) ansäuern.
 4. Einen Tropfen Stärkelösung zugeben.
 5. Mit 0,1 N Iodlösung von farblos nach blau titrieren.
- Berechnung: Verbrauch in ml $\cdot 0,272 = \text{Vol\% SurTec 680 S}$

Inhaltsstoffe

SurTec 680 S

- Borsäure

Verbrauch und Vorratshaltung

Der Verbrauch hängt bei der Chromitierung sehr stark von der Verschleppung ab. Zur genauen Ermittlung der Verschleppungswerte siehe [SurTec Technischer Brief 11](#).

Für jeden Liter verschleppte Lösung müssen 125 ml SurTec 680 Konzentrat zugegeben werden; am besten ist eine taktabhängige (automatische) Dosierung.

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

SurTec 680	210 kg
SurTec 680 K Salz	60 kg
SurTec 680 C	30 kg
SurTec 680 S	30 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 680	T - Giftig N - Umweltgefährlich	WGK 2
SurTec 680 K Salz	Xn- Gesundheitsschädlich	WGK 1
SurTec 680 C	T - Giftig N - Umweltgefährlich	WGK 2
SurTec 680 S	-	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

25. August 2011/DK, AB

Fehlertabelle

Problem	mögliche Ursache	Abhilfe
leichte schleierartige Wolken in/auf der Chromitierungsschicht	a) die Wolken sind bereits auf dem verzinkten Teil (nach der Aktivierung) zu sehen	Qualität der Teile, der Vorbehandlung und des Zinkverfahrens kontrollieren
	b) ungenügende Spül- und Trocknungsbedingungen	pH-Wert der Aktivierung messen (≤ 2); Spülzeit verkürzen (in Summe < 2 min); pH-Wert der letzten Spüle kontrollieren (optimal: pH 5-6) oder SurTec 680 S in der letzten Spüle verwenden
	c) pH-Wert der Chromitierung ist zu hoch	pH-Wert mit Salpetersäure auf pH 1,8 einstellen
	d) Mangel an Komplexbildner SurTec 680 K Salz (hohe Zinkgehalte fällen den Komplexbildner aus)	SurTec 680 K Salz in Schritten von 1 g/l zugeben (pro 1 g/l Zink Zugabe von 2 g/l SurTec 680 K Salz)
gelbstichige Chromitierungsschicht	Eisengehalt im Bad ist zu hoch	Ursache des Fe-Eintrags finden und ausschalten: sehr hohe Fe-Gehalte können bei pH 3,5 mit Na-Carbonat ausgefällt und abfiltriert werden; weiterer Fe-Eintrag kann durch Zugabe von SurTec 660 A verhindert werden (nur wenn nicht mit SurTec 680 IAT gearbeitet wird); dauerhafte Abhilfe: Installation des Ionentauschers SurTec 680 IAT
blasse Farbe der Chromitierungsschicht + schlechter Korrosionsschutz	Parameter der Chromitierung sind nicht korrekt eingestellt	Konzentration, pH-Wert, Temperatur, Tauchzeit, Badbewegung überprüfen und evtl. Parameter korrigieren
Verfärbung der Chromitierungsschicht nach 1-4 Wochen	a) falsche Lagerbedingungen	hohe Luftfeuchte, hohe Temperatur und Salze auf der Teileoberfläche beeinträchtigen die Chromitierungsschicht
	b) zu niedrige Zink-Schichtdicke	mögliche Migration der Metallkationen des Grundmaterials an die Oberfläche => Beschichtungszeit erhöhen
	c) Metallverunreinigung im Zinkbad oder in der Chromitierung	Ursache der Verunreinigung ausschalten (minimieren); für das Chromitierungsbad: Ionentauscher SurTec 680 IAT verwenden
	d) bei Verwendung einer Versiegelung: möglichst geringe Alkalität einstellen und geringere Schichtdicke aufbringen	Versiegelungsbad evtl. verdünnen; pH-Wert möglichst niedrig einstellen