

01.03.2018

PTFE DURNI DISP N

aussenstromlos abscheidendes Nickelbad für Verschleiss- Gleit/Reib- und Antihafanwendungen

PTFE Durni Disp N ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von Nickel-Phosphor-Legierungen mit gleichmässig und homogen verteilt eingelagerten PTFE-Partikeln, die eine Korngrösse von 0,1 – 0,5 µm besitzen. Dieses Bad wurde speziell zur Abscheidung besonders gleitfähiger Schichten mit guter Anti-Haft-Wirkung entwickelt.

PTFE Durni Disp N eignet sich für die Beschichtung von metallischen Werkstoffen.

Tribologische Eigenschaften

Der PTFE-Anteil der Schicht liegt bei 20 – 30 Vol.-%. Der Phosphorgehalt liegt zwischen 7,5 – 9 %. Die Überzüge besitzen sehr gute Gleit-Reibeigenschaften:

Der mittlere Reibkoeffizient liegt bei 0,1 – 0,2 bei geringem Verschleiss und einer Lebensdauer von 100'000 bis 200'000 Umdrehungen (10 cm/sek - Gleitgeschwindigkeit; 1 – 5 N - Last; 50 % Luftfeuchte; Raumtemperatur).

Die Abscheidungsgeschwindigkeit liegt bei einem neu angesetzten Bad bei ca. 7 – 8 µm/h und sinkt mit zunehmendem Badalter auf ca. 5 µm/h.

PTFE Durni Disp N wird in 6 flüssigen Konzentraten geliefert:

PTFE Durni Disp N Badansatzlösung

PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 1

PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 2

PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 3

PTFE Durni Disp N Dispersion

PTFE Durni Disp N Tensidlösung T1a

Optional

PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 2 stabilisatorfrei

Zum Neuansatz werden benötigt:

PTFE Durni Disp N Badansatzlösung

PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 1

PTFE Durni Disp N Dispersion

für den Badbetrieb:

PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 1, 2 & 3

PTFE Durni Disp N Dispersion

PTFE Durni Disp N Tensidlösung T1a

Badbehälter und Ausrüstung

PTFE Durni Disp N kann in Anlagen zur chemischen Vernicklung eingesetzt werden, wobei anodisch geschützte Edelstahlwannen als Behältermaterial bevorzugt eingesetzt werden sollten. Es ist auch möglich in Wannen aus PP zu arbeiten.

Die Beheizung soll mit Edelstahldampfschlangen oder elektrischen Tauchbadwärmern (Mantel: Edelstahl, Glas, Porzellan oder PTFE) erfolgen, wobei eine optimale Wärmeverteilung gewährleistet sein sollte. Eine indirekte Beheizung ist einer direkten Beheizung vorzuziehen. Es sollte eine Heizung mit Thyristorschaltung verwendet werden, um Instabilitäten der Dispersion durch lokale Überhitzungen zu vermeiden.

Bei einer Heizung mit Dampf sollte der Druck soweit gedrosselt sein, dass die Dampftemperatur nur bei 105 °C liegt.

Die Anlage sollte mit einer Umwälzvorrichtung ausgestattet sein, die eine Umwälzung bei möglichst geringer Anströmung der zu beschichtenden Teile erlaubt.

Eine Absaugvorrichtung ist zur Entfernung von Sprühnebeln oder Dämpfen nötig. Da das **PTFE Durni Disp N**-Bad vor allem während der Beschichtung stark schäumt, ist dafür Sorge zu tragen, dass nicht zuviel Schaum und damit Tensid über die Absaugung entfernt wird. Während Betriebsstillstandszeiten sollte das Bad mit einem Deckel verschlossen werden, um Verdunstungsverluste zu vermeiden und das Einschleppen von Schmutzpartikeln aus der Umgebung zu verhindern.

Filtration und Badbewegung

Der Elektrolyt kann nicht kontinuierlich über einen Beutelfilter (200 µm) gefiltert werden, weil sich dieser schnell zusetzt. Bei einer erforderlichen Badfiltration kann ein Beutelfilter für ca. 1 – 2 Stunden eingesetzt werden.

Ist es erforderlich, den Elektrolyten auszupumpen, so muss darauf geachtet werden, dass auch im Ruhebehälter eine Bewegung erfolgt. Bei Wiederinbetriebnahme wird über einen 20 µm-Filter zurückgepumpt und vor Beginn eine PTFE-Analyse durchgeführt, um evtl. fehlendes PTFE über Zugabe von Dispersion zu ergänzen.

Die Badbewegung sollte bei maximal 4-facher Badvolumenumwälzung pro Stunde liegen, um die Dispersionsstabilität auch über einen längeren Zeitraum zu gewährleisten. Die Ware sollte bei einer ca. 2- bis 4- fachen Badvolumenumwälzung pro Stunde beschichtet werden. Eine schnellere Badumwälzung kann zu einem strukturierten Aussehen der Teile, zu Strömungspassivitäten und zu vorzeitiger Instabilität der Dispersion führen.

Arbeitsbedingungen

Badansatz:

deionisiertes Wasser	75 Vol.-% (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm)
PTFE Durni Disp N Badansatzlösung	18 Vol.-%
PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 1	4,2 Vol.-%

Der pH-Wert wird nach dem Badansatz auf 4,95 bei 20 °C mit konz. Ammoniak chemisch rein eingestellt (Verbrauch ca. 2 – 3 L/100 L Bad). Nach der Einstellung des pH-Wertes wird die gut aufgeschüttelte homogene **PTFE Durni Disp N Dispersion** langsam zugegeben. Die benötigte Menge liegt bei 10 g/L und ist dem beigefügten Zertifikat für die entsprechende Charge an **PTFE Durni Disp N Dispersion** zu entnehmen. Bei 4-facher Badvolumenumwälzung pro Stunde wird der Elektrolyt nach ca. 5 Stunden Durchmischungszeit auf Arbeitstemperatur aufgeheizt. Der pH-Wert wird bei 85 °C auf 5,05 mit 1:1 verdünntem Ammoniak, chemisch rein, eingestellt und mit deionisiertem Wasser auf das endgültige Niveau aufgefüllt. Nach ca. 30-minütigem Durchmischen ist der Elektrolyt betriebsbereit.

Regenerierung:	PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 1	120 g/L Nickel
	PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 2	540 g/L Natriumhypophosphit 70 mg/L Stabilisator
	PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 3	600 mL/L Ammoniak 25 % Beschleuniger
	PTFE Durni Disp N Dispersion	60 % PTFE
	PTFE Durni Disp N T1a-Lösung	24 g/L

Dosierverhältnis:

1 L **Reg. 1** : 1,32 L **Reg. 2** : 0,5 L **Reg. 3** : 35 g **Dispersion** : 40 g **T1a-Lösung**

Arbeitstemperatur:	85 ± 1 °C
pH-Wert:	5,05 (5,00 – 5,10) (gemessen bei 85 °C, elektrometrisch) 5,00 (4,95 – 5,05) (gemessen bei 20 °C, elektrometrisch) Messung mit Unitrode/Metrohm
Nickelgehalt:	5,0 g/L (4,3 – 5,2 g/L)
Reduktionsmittel:	20 g/L (16 – 21 g/L)
Stabilisator	0,3 mg/L (0,2 – 0,4 mg/L), ab 0,5 MTO: 0,2 – 0,7 mg/L
Literbelastung:	bei 15 µm Schichtdicke maximal 0,8 dm ² /L
Abscheidegeschwindigkeit:	7 – 8 µm/h; mit zunehmendem Badalter abfallend auf 5 µm/h

Badansatz

Vor Neuansatz bzw. Erstansatz eines **DNC** Bades sind alle Anlagenteile, die mit **PTFE Durni Disp N** Badlösung in Berührung kommen, mit konzentrierter Salpetersäure zu behandeln. Die Wanne muss zudem von evtl. fest anhaftenden PTFE-Rückständen durch Ultraschall oder mechanisch befreit werden. Nach gründlicher Spülung vorgenannter Aggregate mit Wasser und deionisiertem Wasser ist die Wasserqualität bei Umwälzung zu prüfen. Der Leitwert muss niedriger als 15 µS sein. Das zum Badansatz benötigte Volumen an deionisiertem Wasser wird zu ca. 60 % vorgelegt. Nach Einschalten des Filterkreislaufes gibt man die **PTFE Durni Disp N** Badansatzchemikalien dazu wie vorher beschrieben. Nach dem Aufheizen auf Arbeitstemperatur wird der pH-Wert bei 85 °C gemessen und mit Ammoniak ca. 13 % chem. rein auf Sollwert eingestellt.

Arbeitshinweise

Die stromlos zu vernickelnden Teile werden nach sorgfältiger Vorbehandlung einfach in die **PTFE Durni Disp N**-Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist. Die Schichtdicke sollte 15 µm nicht überschreiten, da darüber hinaus keine Verbesserung der spez. Schichteigenschaften mehr zu erwarten ist. Wird eine höhere Schichtdicke oder auch gute Korrosionsbeständigkeit gewünscht, sollte vorher eine Chemisch-Nickel-Schicht in geeigneter Schichtdicke aufgebracht werden. Die anschliessende Beschichtung im **PTFE Durni Disp N**-Elektrolyten muss dann direkt anschliessend nass in nass erfolgen. Da Dispersionsschichten besonders empfindlich mit Haftungsproblemen auf eine nicht ordnungsgemässe Vorbehandlung reagieren, ist auch die Qualität der Vorbehandlungslösungen zu überwachen.

Die Beschichtung der Teile erfolgt bei 2- bis 4- facher Badvolumenumwälzung pro Stunde. Der Elektrolyt wird auf Abreicherung gefahren. Da der Nickelgehalt nicht mehr als 14 % absinken sollte, ist die Badbelastung unter Berücksichtigung der gewünschten Schichtdicke so zu wählen, dass ein Absinken des Nickelgehaltes unter 4,3 g/L nicht erfolgt.

Der Stabilisatorgehalt hat einen grossen Einfluss auf die Stabilität des Dispersionselektrolyten. Daher muss er nach jeder Charge gemessen und evtl. separat nachdosiert werden, um den Sollwert wieder zu erreichen. **Das Bad ist zu Beginn besonders empfindlich gegenüber einem zu hohen Stabilisatorgehalt. Daher soll der Wert von 0,3 mg/L unbedingt eingehalten werden.** Ab einem Badalter von ca. 0,5 MTO sind auch etwas höhere Stabilisatorwerte möglich.

Wenn keine Messung des Stabilisators möglich ist, sollte man bei den ersten Regenerierungen mit **PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 2 stabilisatorfrei** nach folgendem Schema arbeiten, um Passivierungen zu vermeiden

Für die Regenerierung nach der ersten Charge: **Reg 2 : Reg. 2 stabifrei 1 : 1**

Für die nachfolgenden drei Chargen **Reg 2 : Reg. 2 stabifrei 2 : 1**

Alle nachfolgenden Regenerierungen mit **PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 2**

Die Regenerierung erfolgt entsprechend der Analyse oder über die beschichtete Oberfläche und kann nur zwischen den Chargen erfolgen. Bei 4-facher Badvolumenumwälzung sollte nach Zugabe der Regenerierchemikalien eine Durchmischungszeit von ca. 15 – 30 Minuten eingehalten werden.

Ein Arbeiten mit kontinuierlicher Regenerierung ist möglich, wenn der Nickel-Gehalt z.B. über "on-line" - Titration kontinuierlich als Steuergrösse überwacht wird. Eine automatische Dosierung der **PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 3** über pH-Wert-Steuerung ist sehr empfehlenswert.

Wird im **PTFE Durni Disp N** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, den **PTFE Durni Disp N** Elektrolyt abzukühlen ($t < 40\text{ °C}$) und ihn im kalten Zustand bei 2-facher Badumwälzung pro Stunde mischen zu lassen, um eine maximale Lebensdauer und Stabilität der Lösung zu erreichen.

Die Lebensdauer des **PTFE Durni Disp N** Elektrolyten hängt stark von der Menge an eingeschleppten Verunreinigungen und Häufigkeit der Produktionspausen ab und kann unter optimalen Bedingungen 4 MTO (= 20 g Ni/L) erreichen.

Basismaterialien

PTFE Durni Disp N kann für die Beschichtung von metallischen Werkstoffen eingesetzt werden. RIAG-Oberflächentechnik stellt gerne die für den Anwendungsfall notwendige Vorbehandlungsvorschrift zur Verfügung.

Arbeitstemperatur

Die normale Arbeitstemperatur liegt bei 85 °C. Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate und können zur Passivität der Schichten führen. Höhere Temperaturen machen den Elektrolyten instabil. Eine ständige Bewegung des **PTFE Durni Disp N** Elektrolyten ist zwingend notwendig, um die **Dispersion** stabil in Schwebelage zu halten. Zudem werden so lokale Überhitzungen während des Aufheizens und im Betrieb vermieden.

Badinstandhaltung

Zur Erzielung einer optimalen Abscheidegeschwindigkeit und einwandfreien Schichtqualität ist es notwendig, die unter "Arbeitsbedingungen" vorgesehenen Parameter einzuhalten (siehe dazu "Badüberwachung"). Unter normalen Bedingungen können mit 1 Liter **PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 1** ca. 148 dm² à 15 µm Schichtdicke beschichtet werden.

Es sollte darauf geachtet werden, dass der Elektrolyt nicht mehr als 14 % vom Sollmetallgehalt (siehe "Arbeitsbedingungen") abweicht. Nach jeder gefahrenen Charge sollte eine Analyse durchgeführt werden, um ordnungsgemäss regenerieren zu können. Insbesondere der Stabilisatorgehalt des Elektrolytes muss gut überwacht werden, da bei zu niedrigem Gehalt Instabilitäten und eine vorzeitige Koagulation der Dispersion auftreten können. Anfangs sollte der Stabilisatorgehalt bei 0,3 mg/L (polarographisch gemessen) liegen. Ab 0,5 MTO sind bis zu 0,7 mg/L im Bad unkritisch. Werden Chargen mit nur geringer Badauslastung gefahren, so sollte spätestens ab einer insgesamt gefahrenen Badbelastung von 0,5 dm²/L (bei 15 µm Schichtdicke) per Analyse regeneriert werden, da sonst die Sollwerte im Bad zu stark absinken, ebenso wie die Abscheiderate.

Pro g Nickel (abgeschieden) müssen zugesetzt werden:	8,33 mL	PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 1
	11,0 mL	PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 2
	4,17 mL	PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 3
	0,29 g	PTFE Durni Disp N Dispersion
	0,33 g	PTFE Durni Disp N T1a-Lösung

Die Zugabe an **PTFE Durni Disp N Dispersion** und **PTFE Durni Disp N T1a-Lösung** kann aufgrund der Schaumbildung nur nach Gewicht erfolgen.

Während des Badbetriebs kann der PTFE-Gehalt sinken. Wenn er niedriger als 5 g/L PTFE ist, sollte man separat Dispersion nachdosieren, um wieder Werte oberhalb 5 g/L zu erhalten. Es sollen nicht mehr wie 0,3 g/L **PTFE Durni Disp N Dispersion** auf einmal nachgegeben werden, um Ablagerungen von PTFE auf den Teilen zu vermeiden.

Ein Metallturnover (MTO) wird erzielt, wenn 5.0 g/L Nickel (= 42 mL/L **PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 1**) aus der Lösung abgeschieden wurden.

Schichtdickenbestimmung

Die Schichtdickenbestimmung erfolgt durch Bestimmung der Gewichtszunahme von Stundenplättchen im Bad (0,2 dm²).

$$\frac{(\text{Auswaage [g]} - \text{Einwaage [g]}) * 1000}{14,07} = \mu\text{m Schichtdicke}$$

pH-Wert-Korrektur

Zur Senkung verwendet man Schwefelsäure ca. 10% (60 mL konzentrierte Schwefelsäure p.a./L) oder besser konz. Essigsäure, zur pH-Erhöhung im Badbetrieb **PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 3**. Der Behälter für die **PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 3** muss stets geschlossen gehalten werden, da sonst durch Verdunstung die Ammoniakkonzentration sinkt und es bei der pH - Nachdosierung zu einer Überdosierung des in der Lösung enthaltenen Beschleunigers und damit zu Schichtstörungen kommt. Die Konzentration an Ammoniak sollte daher 1x wöchentlich überprüft werden. Alle Zugaben müssen langsam erfolgen, da sonst die Stabilität der Dispersion beeinträchtigt wird. Insbesondere ein zu hoher pH-Wert führt zu einer raschen Koagulation. Bei Verwendung von Ammoniak, Schwefelsäure oder Essigsäure sind die Unfallverhütungsvorschriften für Lauge und Säure zu beachten.

Beurteilung der Schichten

Zur Qualitätskontrolle sollte jeweils ein s-förmig gebogenes Blech bei jeder Charge mitbeschichtet werden. Die Bleche müssen ein mattgraues Aussehen haben und eine glatte schmierfähige Oberfläche aufweisen. Die Haftung wird durch einen Wechselbiegeversuch überprüft. Die Einlagerungsrate an PTFE sowie die Schichtqualität sollte regelmässig durch Querschliffanalysen beurteilt werden.

Trommelbeschichtung

Für die Beschichtung von Kleinteilen in der Trommel gelten folgende Richtwerte:

3 – 8 Minuten Ruhen / 3 Sekunden Drehen im Wechsel bei ca. 4 – 5 Umdrehungen /min.

Je nach Ware können die tatsächlichen Parameter abweichen, da die Ruhezeit, Drehzeit und Umdrehungsgeschwindigkeit mit der Art der Ware optimiert werden muss. So wird z.B. bei flacheren Teilen eine kürzere Ruhezeit eingestellt als bei gewölbten Teilen. Die Umdrehungszahl der Trommel und die Drehzeit sollten so gering wie möglich gehalten werden, um einen zu starken Abrieb und dadurch verursachte Instabilitäten und Schichtfehler der Ware zu vermeiden.

Grundsätzlich sollte der Stabilisatorgehalt bei Trommel-Ware sehr sorgfältig überwacht werden, um durch Fremdvernicklung auftretende Rauigkeiten zu vermeiden.

Beschichtung unter Drehen der Ware

Ein langsames Drehen (ca. 2 bis 4 Umdrehungen/min.) der Ware ist möglich. Insbesondere bei sehr kompliziert geformten Teilen wird so dafür gesorgt, dass die PTFE-Verteilung unabhängig vom Badalter sehr homogen ist. Ebenso können so die Schichteinschnürungen verringert werden.

Wärmebehandlung

Die Haftfestigkeit der Ni/P/PTFE-Schicht zum Grundmaterial kann innerhalb weniger Stunden nach der Beschichtung durch eine Wärmebehandlung bei 180 °C verbessert werden.

Die Mischhärte der Schicht kann durch eine Wärmebehandlung von 3 – 6 h bei 300 °C gesteigert werden. Allerdings kann es hierbei zu einer Beeinträchtigung der Gleitfähigkeit kommen.

Die Anti-Haft-Wirkung der Schicht kann durch eine kurze Wärmebehandlung (15 bis 20 min) bei ca. 340 °C verbessert werden.

Abwasserbehandlung

PTFE Durni Disp N und seine Spülwässer müssen vor dem Ablassen in die Kanalisation entgiftet und neutralisiert werden. Abwasserbehandlungsmethoden werden bei Bedarf von RIAG mitgeteilt.

Gefahren- und Sicherheitshinweise

Diese sind den Sicherheitsdatenblättern für **PTFE Durni Disp N Badansatzlösung**, **PTFE Durni Disp N Regenerierlösung 1, 2 und 3** zu entnehmen. Die Lösungen sollten bei Temperaturen von 5 – 25 °C gelagert werden und nicht in Berührung mit Haut und Augen kommen. Die für den Umgang mit Ammoniak, relevanten Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern.

Die **PTFE Durni Disp N Dispersion** soll bei 10 – 20 °C gelagert werden, wobei die Dispersion durch geeignete Drehgestelle ständig in langsamer Bewegung bleiben soll, um ein Sedimentieren zu verhindern. Ist eine Lagerung unter Bewegung nicht möglich, so muss die Dispersion vor Gebrauch rückstandsfrei aufgeschüttelt werden.

Die **PTFE Durni Disp N Badansatzlösung**, die **PTFE Durni Disp N Regenerierlösungen 1, 2 und 3**, und Ammoniaklösung sollten nicht mit Haut und Augen in Berührung kommen. Im Schadensfall mit viel kaltem Wasser spülen und bei Augenverletzungen einen Arzt aufsuchen bzw. hinzuziehen.

Haftung

Die vorliegende Betriebsanleitung wurde unter Berücksichtigung des Stands der Technik sowie der geltenden Normen erstellt und beruht auf langjährigen Erkenntnissen und Erfahrungen von RIAG. Das Einhalten dieser Betriebsanleitung und der beschriebenen Methoden beim Kunden/Anwender können von RIAG nicht überwacht werden. Das Arbeiten mit Produkten von RIAG muss den örtlichen Verhältnissen entsprechend angepasst werden. Insbesondere bei Nichtbeachtung der vorliegenden Betriebsanleitung, unsachgemässer Anwendung der Methoden, eigenmächtigen technischen Veränderungen, fehlender oder mangelhafter Wartung der technischen und notwendigen Geräte/Apparaturen und beim Einsatz von nichtqualifiziertem Personal übernimmt RIAG keine Haftung für Schäden, Verluste oder Kosten. Für durch RIAG oder ihre Erfüllungsgehilfen entstandene Schäden haftet RIAG nur bei Vorsatz oder grober Fahrlässigkeit.

RIAG behält sich zudem das Recht vor, ohne vorherige Mitteilung Änderungen bezüglich der Produkte, Methoden und Betriebsanleitung vorzunehmen.

Wir liefern und leisten zu den im Internet unter www.riag.ch einsehbaren Allgemeinen Lieferbedingungen der Vereinigung Lieferfirmen für Oberflächentechnik VLO (Link „AGB“, Dokument „RIAG Oberflächentechnik AG (Wängi, Schweiz) 53 KB“ Version 1/2014), die wir Ihnen auf Anforderung auch gerne zusenden.

Auf dieses Geschäft findet das materielle Schweizer Recht (Obligationenrecht) unter Ausschluss des Kollisionsrechts und völkerrechtlicher Verträge, insbesondere des Wiener Kaufrechts, Anwendung.

RIAG Oberflächentechnik AG
Murgstrasse 19a
CH- 9545 Wängi
Tel. + 41 (0) 52 / 369 70 70
Fax + 41 (0) 52 / 369 70 79
www.riag.ch
info@riag.ch

Analysenvorschrift

Nickel

- Sollwert: 5,0 g /L Ni
- benötigte Reagenzien: Na₂EDTA 0,1 mol/L
Ammoniaklösung konzentriert
Murexidverreibung (1 g Murexid und 99 g Natriumchlorid)
Deionisiertes Wasser
- benötigte Geräte: Erlenmeyerkolben, 300 mL
Pipette, 5 mL
Mikrobürette, 10 mL
- Durchführung: 5 mL Elektrolyt (20 °C) werden in einen 300 mL Erlenmeyerkolben abpipettiert. Nach Zugabe von 10 mL Ammoniaklösung und einer Spatelspitze Murexidverreibung wird mit deionisiertem Wasser auf ca. 150 mL verdünnt. Nun wird mit Na₂EDTA 0,1 mol/L bis zum scharf erfolgenden Farbwechsel von gelb nach violett titriert.
- Berechnung: Nickel (g/L) = 1,174 x verbrauchte mL Na₂EDTA 0,1 mol/L

Natriumhypophosphit

- Sollwert: 20 g/L Natriumhypophosphit
- benötigte Reagenzien: Stärkelösung 1 %
Salzsäure ca. 6 mol/L HCl (600 mL/L HCl 32 %)
0,05 mol/L Kaliumiodid-iodatlösung KIO₃/KI (oder Jodlösung)
0,1 mol/L Natriumthiosulfatlösung Na₂S₂O₃
- benötigte Geräte: Pipette, 2 mL
2 Büretten, 50 mL -1/20 Teilung
1 Kippautomat, 20 mL
Erlenmeyerkolben mit eingeschliffenem Glasstopfen (Iodzahlkolben)
- Durchführung: 2 mL Elektrolyt (20 °C) in Erlenmeyerkolben pipettieren,
20 mL Kaliumiodid-iodatlösung zugeben und mit
20 mL Salzsäure ansäuern.
Erlenmeyerkolben mit dem Schliffstopfen verschliessen und die Probe
30 Minuten unter Lichtausschluss bei ca. 20 °C reagieren lassen.
Anschliessend mit Natriumthiosulfatlösung titrieren bis zur leichten
Gelbfärbung der Lösung. Um den Umschlagspunkt genau zu
markieren, gibt man 2 Tropfen Stärkelösung 1 % zu. Dann wird bis
zum Umschlag von blauviolett nach farblos weiter titriert.
- Achtung:** Durch die Anwesenheit von Tensiden kann der Umschlag schleppend verlaufen.
- Berechnung: Na-hypophosphit (g/L) = (mL 0,05 mol/L KIO₃/KI – mL 0,1 mol/L Na₂S₂O₃) x 2,65

Stabilisator

Die Bleibestimmung erfolgt inversvoltametrisch am hängenden Quecksilbertropfen (HMDE). Hierbei wird das in der Badprobe enthaltene Blei zunächst während 70 Sekunden bei – 700 mV Spannung angereichert. Danach wird ein Spannungs-Scan von – 550 mV bis – 250 mV durchgeführt. Hierbei wird das am Quecksilbertropfen angereicherte Blei wieder aufgelöst, wodurch es beim Halbstufenpotential des Bleis (ca. – 350 bis – 450 mV) zu einem Stromsignal kommt proportional der vorliegenden Bleikonzentration. Die Konzentrationsbestimmung erfolgt durch Standardaddition mit anschliessender linearer Regression. Da die Kontamination des Probengefässes und der Elektroden aus vorherigen Messungen eine grosse Rolle spielt, muss vor jeder Probenzugabe der Blindwert ermittelt werden, indem eine Messung mit den reinen Chemikalien durchgeführt wird. Der Blindwert sollte nicht grösser als 5 nA sein.

Sollwert: 0,3 mg/L Stabilisator (ab 0,5 MTO 0,2 – 0,7 mg/L)

benötigte Reagenzien: Salpetersäure (suprapur)
Blei-Standardlösung 10 mg/L Pb

benötigte Geräte: Polarograph (z.B. Fa. Metrohm)
1 Inertgasanschluss (Stickstoff)
1 Eppendorfpipette (1 – 1000 µL)

Durchführung: In das Messgefäss werden 20 mL deionisiertes Wasser und 20 µL Salpetersäure pipettiert. Es wird eine Messung unter den entsprechend der Gerätebedienungsanleitung eingestellten Parametern durchgeführt. Ist der Blindwert < 5 nA werden 1000 µL Probe in das Messgefäss pipettiert. Die Messung erfolgt nach dem Standardadditionsverfahren, indem 2 mal mit je 1 µg Blei (100 µL Blei-Standardlösung 10 mg/L) bei je einer Messwiederholung aufgestockt wird.

Berechnung: $\text{Stabilisator [mg/L]} = \text{Bleigehalt [mg/L]} \times 1,83$

PTFE

Sollwert:	6 g/L PTFE entsprechen 10 g/L PTFE Durni Disp N Dispersion
Prinzip:	Die PTFE-Bestimmung im Bad erfolgt gravimetrisch nach Abtrennung des PTFE's durch Zentrifugation.
Geräte:	1 Zentrifuge (mind. 4300 UPM) 1 Pipette (30 mL) 1 – 4 Zentrifugengläschen (50 mL) 1 Analysenwaage 1 Trockenschrank
Durchführung	Das trockene Zentrifugengläschen wird gewogen. 30 mL Badprobe werden in das Glas pipettiert und 30 min lang bei mind. 4300 Umdrehungen pro Minute zentrifugiert. Direkt nach Auslaufen der Zentrifuge unter Einschaltung der Bremse wird der Überstand vorsichtig abgenommen. Der PTFE-Rückstand wird mit deionisiertem Wasser gewaschen (beste Aufmischung mit Ultraschall). Danach wird erneut zentrifugiert und das Waschwasser abgetrennt und verworfen. Diese Waschprozedur wird nochmals wiederholt. Der PTFE-Rückstand wird im Trockenschrank bei 100 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen (Trocknungszeit ca. 1 h).

Berechnung: (Glas mit PTFE – Glas leer) [g] x 33,3 = PTFE [g/L]

pH – Messung

Die pH-Wert-Einstellung erfolgt elektrometrisch, wobei der einzustellende Soll - pH-Wert von 5.05 sich immer auf eine Temperatur von 85 °C bezieht.

Wichtig ist, dass bei der Messung von kalten Badproben andere pH-Werte erhalten werden. Diese pH-Wert - Differenz zwischen "heisser" und "kalter" Messung ist abhängig von der Elektrolytzusammensetzung, vom Badalter und von der Art der verwendeten pH - Elektrode. Daher muss diese Differenz immer wieder neu ermittelt werden, wenn der pH-Wert bei niedrigerer Temperatur gemessen wird.