

1µm

# WERKSTOFFE UND STRUKTUREN HARTANODISIEREN

## Entwicklung eines Hartanodisierprozesses bei Raumtemperatur

Die niedrige Elektrolyttemperatur beim Hartanodisieren (0-5 °C) ermöglicht die Herstellung harter und dichter oxidischer Konversionsschichten und minimiert deren Rücklösung. Um gleiche Schichteigenschaften durch Hartanodisation bei Raumtemperatur (15-20 °C) und damit verbunden eine verbesserte Energieeffizienz durch die reduzierte Kühlleistung zu ermöglichen, muss der Anodisierprozess vor allem im Hinblick auf die Rücklösung verbessert

werden. Dafür müssen deren Einflussgrößen identifiziert und nutzbare Effekte aus Elektrolytmodifikationen und Anpassungen des Strom-/Spannungsregimes miteinander kombiniert werden. Bisher wurde eine Vielzahl an Elektrolytzusammensetzungen auf Schwefelsäurebasis mit verschiedenen Additiven erprobt. Als Vergleichsgröße zur Rücklöserate wurde die mit dem Porenvolumen korrelierende Mikrohärtigkeit der Schichten ermittelt und in Abhängigkeit der Elektrolyttemperatur (5 °C, 10 °C, 20 °C) und -zusammensetzung (mit und ohne Additive) untersucht.

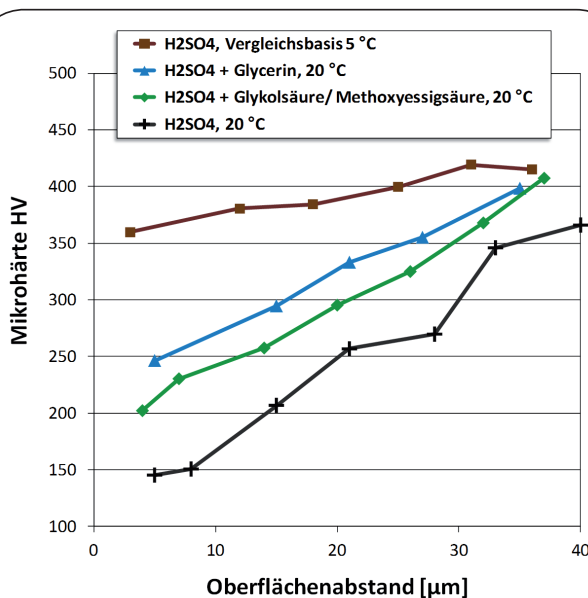


Bild 1: Härteverläufe (nach Vickers) über die Schichtdicke bei Schichten hergestellt mit verschiedenen Elektrolytmodifikationen bei Raumtemperatur (20 °C) im Vergleich zur klassischen Hartanodisation (5 °C)

# WERKSTOFFE UND STRUKTUREN

## HARTANODISIEREN

Als Substratwerkstoff wurde Reinaluminium (Al99,5) gewählt. Nach beizender Vorbehandlung wurde als Ausgangspunkt das Gleichstrom-Schwefelsäure-(GS-)Verfahren angewendet, da diese Variante industriell am häufigsten eingesetzt wird und die breite Anwendung der Forschungsergebnisse gewährleistet ist.

Durch die Zugabe von Additiven auf Basis organischer Säuren (Glykolsäure, Methoxyessigsäure) in einen schwach konzentrierten Schwefelsäureelektrolyten (10 Vol.-%  $H_2SO_4$ ) konnte die resultierende Konversionsschichtstärke um bis zu 20 % (im Vergleich zu additivfreien Schwefelsäureelektrolyten und Temperaturen von 20 °C) gesteigert werden. Die Additive wirken an der Grenzfläche der sich bildenden Aluminiumoxidschicht zum Elektrolyten und hemmen sowohl die elektrochemische als auch die physikalische Rücklösung des Oxids. Bei der Untersuchung von Mischelektrolyten, d.h. Elektrolyten de-

nen größere Mengen verschiedener weiterer Additive zugegeben wurden (z.B. Aluminiumsulfat, Zitronensäure, Borsäure, Isopropanol, Oxalsäure oder Glycerin) wurde ebenfalls eine reduzierte Rücklösung beobachtet. Beste Ergebnisse erbrachte ein Schwefelsäure-Glycerin-Mischelektrolyt, mit dem eine Härtesteigerung um 24 % und Erhöhung der spezifischen elektrischen Durchschlagfestigkeit um rund 280 % erreicht werden konnten (Bild 1 und 2).

Ebenso wurden die Additive hinsichtlich ihrer gegenseitig verstärkenden Wirkung bei Kombination untersucht. Hierzu wurden zunächst die einzelnen Konzentrationsoptima ermittelt, bei denen sich durch minimierte Rücklösung maximale Schichtstärken einstellen (Oxalsäure 10 g/l, Glycerin 30 Vol.-%). Durch die Kombination beider Substanzen im Bereich des Konzentrationsoptimums lässt sich die Rücklösung jedoch nicht weiter minimieren.

Dennoch zeigt der Vergleich zu additivfrei hergestellten Schichten auch hier eine Härtesteigerung von bis zu 30 %. Das Ziel eines Hartanodisationsprozesses bei Raumtemperatur mit gleichen Konversionsschichteigenschaften, wie sie aus gekühlten Prozessen heraus resultieren, ist bisher nur teilweise erreicht, da insbesondere in den oberen Schichtbereichen noch starke Unregelmäßigkeiten existieren. Jedoch sind mit den bisher vorliegenden Ergebnissen für den großtechnischen Einsatz (i.d.R. Badvolumina von mehreren Tausend Litern) der modifizierten Elektrolyten durch die bereits mögliche Steigerung Elektrolyttemperatur von bspw. 5 °C auf 10 °C merkliche Einsparungen an elektrischer Kühlleistung erzielbar. Damit wurde bereits ein wichtiger Beitrag zu einer deutlich energieeffizienteren Hartanodisation geleistet.

Durch Modifikation des meist schwefelsäurebasierten Elektrolyts kann die Rücklösung während der Anodisation minimiert werden. Dadurch ist eine höhere Elektrolyttemperatur möglich, ohne jedoch Defizite bei den funktionalen Eigenschaften der Schichten hinnehmen zu müssen. Daraus ergeben sich energetische aber auch investive Einsparungseffekte. Einerseits können bestehende Anlagen in Ihrer Kühlleistung gedrosselt werden. Andererseits können neugeplante Anlagen bezüglich ihrer Kühlleistung schlanker gestaltet werden, was wiederum die Investitionskosten senkt. In enger Zusammenarbeit mit einschlägigen Fachfirmen wurde ein kontinuierlicher Erfahrungsaustausch angestrebt, der eine rasche Umsetzung der Untersuchungsergebnisse in die industrielle Praxis ermöglicht.

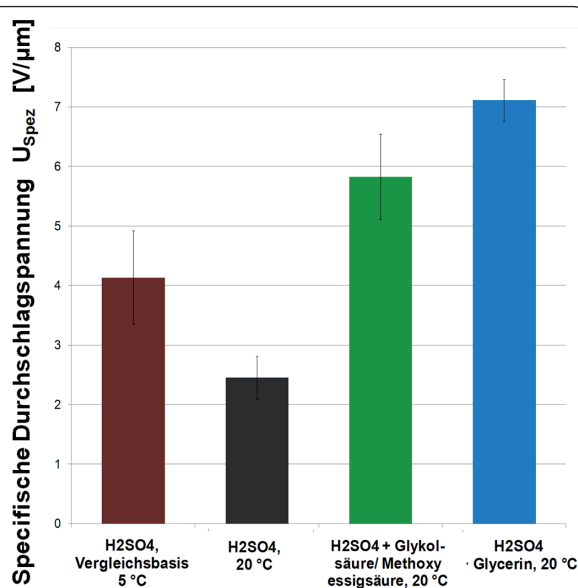


Bild 2: Spezifische elektrische Durchschlagspannung von Schichten hergestellt mit verschiedenen Elektrolytmodifikationen bei Raumtemperatur (20 °C) im Vergleich zur klassischen Hartanodisation (5 °C)