



PATENT-SCHRIFT 142569

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.³

(11) 142 569 (44) 02.07.80 3(51) C 23 F 3/02
C 25 F 3/20
(21) WP C 23 F / 211 735 (22) 22.03.79

(71) siehe (72)

(72) Below, Heidrun; Kühn, Marion; Löck, Manfred, Dipl.-Chem.;
Pöppler, Rosmarie; Striegler, Claus, Dr. Dipl.-Chem., DD

(73) siehe (72)

(74) VEB Galvanotechnik Leipzig, Patentstelle, 7050 Leipzig,
Torgauer Straße 76

(54) Verfahren zum elektrolytischen Glänzen von Aluminium und
Aluminiumlegierungen in einem alkalischen Elektrolyten

(57) Gegenstand der Erfindung ist ein alkalisches Verfahren zum elektrolytischen Glänzen von Aluminium und Aluminiumlegierungen, das im Arbeitsergebnis dem herkömmlichen sauren Elektrolyten entspricht, sich gegenüber letzteren aber durch eine wirtschaftliche Arbeitsweise, vor allem durch niedrigere Stromdichten, bessere Glanztiefenstreuung und Einsetzbarkeit in Automaten auszeichnet. Erfindungsgemäß wird ein Glänzelektrolyt verwendet, der als Hauptbestandteile Alkalihydroxide, -karbonate, -phosphate und/oder Alkalisilikate und als Zusätze Polyphosphate, Chelate oder Monosaccharide und als Tenside aliphatische Sulfonate oder Polyäthylen- bzw. Polypropylen-Addukte enthält. Nach dem Glänzen folgt ein Neutralisations- und Dekapierprozeß in einer Lösung aus Schwefel-, Phosphor-, Chrom-, Salpeter- sowie Phenol- oder Kresol-Sulfonsäure mit einem Zusatz nichtionogener Tenside auf Basis Äthylen oder Propylenoxid. Einsatzgebiet der Erfindung ist die Galvanotechnik, speziell die Aluminiumoxydation.



Titel der Erfindung

Verfahren zum elektrolytischen Glänzen von Aluminium und Aluminiumlegierungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein alkalisches Verfahren zum elektrolytischen Glänzen von Aluminium und Aluminiumlegierungen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Entsprechend seinen chemischen Eigenschaften kann Aluminium sowohl in sauren wie auch in alkalischen Elektrolyten gegläntzt werden. Durch bessere Einebnungsfähigkeit und einen breiteren Anwendungsbereich bei der Bearbeitung von Aluminiumlegierungen wird sauren Verfahren in der Praxis der Vorzug gegeben. Saure Glänzelektrolyte bestehen aus Gemischen konzentrierter Mineralsäuren. Die Elektrolyte arbeiten mit Stromdichten von mehr als 10 A/dm^2 (durchschnittlich mit $30 - 70 \text{ A/dm}^2$) und Temperaturen über 60° C . Die Standzeit beträgt durchschnittlich $100 - 200 \text{ Ah/l}$. Dieser Elektrolyttyp ist daher vor allem zum Glänzen kleinflächiger Gestellteile geeignet.

Aus der Notwendigkeit, den manuellen Anteil der mechanischen Vorbehandlung vor der Oxydation zu reduzieren, ergeben sich neue Anwendungsmöglichkeiten für das elektrolytische Glänzen.

Voraussetzungen für die Erschließung neuer Anwendungsgebiete sind:

- niedrige Arbeitsstromdichten
- gute Glanztiefenstreuung
- hohe Standzeiten
- umweltfreundliches Verhalten
- Einsatzfähigkeit in automatischen Anlagen.

Die sauren Glänzelektrolyte sind in ihren Elektrolyteigenschaften sauren, nichtkomplexen Elektrolyten zur Metallabscheidung vergleichbar. Charakteristischstes Merkmal ist die schlechte Glanztiefenstreuung. Als weiterer Nachteil sind die hohen Entgiftungs- und Neutralisationskosten sowie der enorme Anfall an Neutralsalzen bei der Beseitigung des verbrauchten Elektrolyten anzusehen.

Vergleichende Untersuchungen von alkalischen und sauren Glänzelektrolyten für Aluminium führten zu der Erkenntnis, daß saure Elektrolyte auf Grund der starken Abhängigkeit der Spannung und Expositionszeit von der Fremdmetallanreicherung für den Einsatz in automatischen Anlagen nicht geeignet sind.

Ziel der Erfindung

Der neue Glänzelektrolyt soll sich im Vergleich zu sauren Verfahren durch

- niedrige Stromdichten
- bessere Glanztiefenstreuung und
- Einsetzbarkeit in Automaten

auszeichnen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Gegenstand der Erfindung ist ein alkalisches Glänzverfahren zur Bearbeitung von Aluminium und Aluminiumlegierungen, das im Arbeitsergebnis dem herkömmlichen sauren Elektrolyten entspricht, sich gegenüber letzteren aber durch eine wirtschaftliche Arbeitsweise auszeichnet.

Erfindungsgemäß wird der Glänzvorgang in einem alkalischen Elektrolyten durchgeführt und nach dem Spülen anhaftende Reaktionsprodukte in einer nachfolgenden sauren Neutralisations- und Dekapierlösung beseitigt.

Der alkalische Glänzelektrolyt enthält als Hauptbestandteile Alkalihydroxide, -karbonate, -phosphate und/oder Alkalisilikate.

Überraschenderweise wurde festgestellt, daß Zusätze von Polyphosphaten den Metallabtrag um 10 - 15 % verringern und die Glanztiefenstreuung verbessern.

Durch Komplexbildner, wie Chelate oder Monosaccharide, wird der Schlammanfall im Elektrolyten verringert und die Standzeit erhöht. Zusätze von Tensiden gewährleisten einen gleichmäßigen Angriff des Werkstoffs. Geeignet sind für diese Zwecke aliphatische Sulfonate oder Polyäthylen- bzw. Polypropylen-Addukte.

Als besonders günstig erwies sich für den Glanzprozeß ein pH-Bereich von 10,5 bis 13. Das Verfahren zeichnet sich unter diesen Bedingungen durch hohen Glanzeffekt, gleichmäßigen Metallabtrag, gute Glanztiefenstreuung und sehr niedrige Arbeitsstromdichten aus.

Zur Neutralisation anhaftender Elektrolytreste und der Verbesserung der Anodisierfähigkeit der geglänzten Oberflächen, schließt sich nach dem Glänzen ein Neutralisieren und Dekapieren in Säuren mit einer Dissoziationskonstante $K > 10^{-8}$ an. Durch diesen Neutralisations- und Dekapierprozeß wird auch eine Fleckenbildung, wie sie vielfach nach dem Oxydieren beobachtet wird, vermieden. Vorzugsweise besteht diese Neutralisations- und Dekapierlösung aus Schwefel-, Phosphor-, Chrom-, Salpeter- sowie Phenol- oder Kresolsulfonsäure oder Gemischen dieser Säuren. Der Zusatz nichtionogener Tenside auf Basis Äthylen- oder Propylenoxid ($MG > 600$) erleichtert das Ablösen der anhaftenden Elektrolytreste und Reaktionsprodukte.

Ausführungsbeispiele bevorzugter Elektrolytzusammensetzungen:

1.	Kaliumkarbonat	150 g/l
	Trinatriumphosphat	200 g/l
	Kaliumdiphosphat	20 g/l
	Glukose	25 g/l
	Anod. Stromdichte	5 A/dm ²
	pH-Wert	10
	Temperatur	80° C

2.	Natriumkarbonat	250 g/l
	Trinatriumphosphat	50 g/l
	Natriumhydroxid	10 g/l
	Dinatriumdihydrogen- diphosphat	10 g/l
	Mannose	20 g/l
	Anod. Stromdichte	10 A/dm ²
	pH-Wert	10
	Temperatur	75° C

3.	Natriumkarbonat	100 g/l
	Trinatriumphosphat	200 g/l
	Natriummetaphosphat	30 g/l
	Sorbose	20 g/l
	Allylsulfonat	0,5 g/l
	Anod. Stromdichte	7 A/dm ²
	pH-Wert	10
	Temperatur	85° C

4.	Natriumkarbonat	150 g/l
	Trinatriumphosphat	100 g/l
	Glukose	40 g/l
	Natrium-Ammonium- Hydrogenphosphat	25 g/l
	Natriumhydroxid	10 g/l
	Anod. Stromdichte	5 A/dm ²
	pH-Wert	10,5
	Temperatur	75° C

5.	Natriumkarbonat	150 g/l
	Trinatriumphosphat	50 g/l
	Ammoniumhydroxid	20 g/l
	Natriumhexametaphosphat	25 g/l
	Pentose	15 g/l
	Anod. Stromdichte	7 A/dm ²
	pH-Wert	9,5
	Temperatur	80° C

6.	Ammoniumkarbonat	100 g/l
	Trinatriumphosphat	350 g/l
	Natriumsilikat	35 g/l
	Mannose	30 g/l
	Äthylenoxid-Addukt (MG > 800)	1 g/l
	Anod. Stromdichte	10 A/dm ²
	pH-Wert	10,5
	Temperatur	85° C

Bevorzugte Zusammensetzungen von Neutralisations- und Dekapierlösungen:

1.	Phosphorsäure	80 g/l
	Salpetersäure	15 g/l
	Äthylenoxid/Propylenoxid-Addukt (MG > 600)	0,2 g/l
	Temperatur	70° C
	Expositionszeit	10 - 15 min
2.	Chromsäureanhydrid	75 g/l
	Temperatur	60° C
	Expositionszeit	5 - 10 min
3.	Phenolsulfonsäure	60 g/l
	Äthylenoxid-Addukt (MG > 600)	0,2 g/l
	Temperatur	60° C
	Expositionszeit	10 - 15 min

Erfindungsansprüche

1. Verfahren zum elektrolytischen Glänzen von Aluminium und Aluminiumlegierungen, dadurch gekennzeichnet, daß der Glänzvorgang in einem alkalischen Elektrolyten durchgeführt wird und anhaftende Elektrolytreste und Reaktionsprodukte in einer nachfolgenden sauren Neutralisier- und Dekapierlösung beseitigt werden.
2. Verfahren nach Punkt 1 dadurch gekennzeichnet, daß der Grund-elektrolyt aus Alkaliphosphaten, -silikaten, -karbonaten und -hydroxiden aufgebaut ist und als Zusätze dem Elektrolyten Puffer-substanzen, wie Ammoniumverbindungen, Komplexbildner, wie Saccharide oder Chelate und Tenside, wie aliphatische Sulfonate oder Äthylen- bzw. Propylenoxid-Addukte, enthält.
3. Verfahren nach Punkt 1 und 2 dadurch gekennzeichnet, daß der Glänzvorgang unter folgenden Bedingungen durchgeführt wird:

pH-Wert	8 - 13
Anodische Stromdichte	1 - 10 A/dm ²
Temperatur	75 - 85° C
Expositionszeit	5 - 30 min.
4. Verfahren nach Punkt 1 dadurch gekennzeichnet, daß die Neutralisier- und Dekapierlösung oxydierende anorganische Säuren oder organische Sulfoverbindungen enthält.
5. Verfahren nach Punkt 1 und 4 dadurch gekennzeichnet, daß die Neutralisation und Dekapierung unter folgenden Bedingungen durchgeführt wird:

pH-Wert	< 2
Temperatur	40 - 70° C
Expositionszeit	1 - 10 min.