

Application Note AN-PAN-1018

Online-Analyse von Säuren, Basen und Aluminium in Eloxalbädern

Eloxieren ist ein elektrochemischer Prozess, bei dem ein Metall (normalerweise Aluminium) in ein saures Bad getaucht und mit elektrischem Strom behandelt wird. Das Metall selbst fungiert dabei als positive Elektrode (Anode). Diese elektrochemische Behandlung führt zu einer zärmeren, korrosions- und verschleißfesteren Oberfläche und verbessert gleichzeitig die Gesamtfestigkeit des Metalls.

Vor dem Eloxieren werden die Aluminiumoberflächen

in verschiedenen Bädern gereinigt. Um die Oberflächeneigenschaften zu erhalten, ist eine Online-Überwachung von Basen (z. B. NaOH), Säuren (z. B. H_2SO_4 , HNO_3 , HF, H_3PO_4) und Aluminium im Bad erforderlich. Dies gelingt am besten durch eine Online-Titration mit dem 2060 TI Process Analyzer oder dem 2026 HD Titrolzyzer, je nach ihren individuellen Anforderungen.

EINFÜHRUNG

Aluminium, das am häufigsten vorkommende Metall der Erdkruste, ist ein äußerst reaktives Leichtmetall [1]. Aufgrund der geringen Dichte, hohen elektrischen und thermischen Leitfähigkeit und hohen Korrosionsbeständigkeit verfügt es über viele günstige Eigenschaften für industrielle Anwendungen. [2].

Aluminium oxidiert spontan bei der Aussetzung von atmosphärischem Sauerstoff, Wasser oder anderen Oxidatoren, wobei sich durch den Vorgang der Passivierung (natürlicher Oxidationsprozess) eine Oxidschicht bildet [3–5]. Diese natürliche Oxidschicht schützt das darunterliegende Aluminium, mit einigen Einschränkungen, gegen Korrosion [5].

Eloxieren ist eine elektrochemische Behandlung, die die Dicke der Aluminiumoxidschicht auf der Metalloberfläche erhöht. Durch das Eloxal-Verfahren wird Aluminium härter und widerstandsfähiger gegen Korrosion [6]. Es umfasst Vorbehandlungs-, Kernbehandlungs- und Finishing-Schritte, um den Zyklus zu schließen (Abbildung 1) [7].

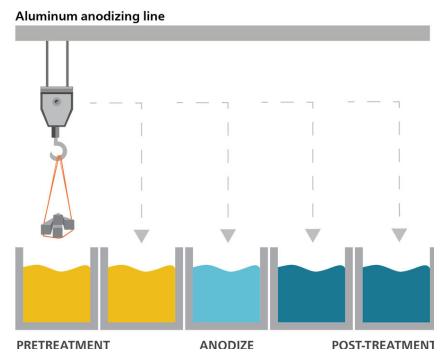


Abbildung 1. Abbildung einer typischen Eloxierungslinie.

EINFÜHRUNG

Zunächst wird das Werkstück gereinigt, um Schmutz, Öl und Schmiermittel zu entfernen. Dann wird es mit einer speziellen Lösung behandelt, um die natürliche Oxidschicht vor dem Eloxieren zu entfernen. Dieser Schritt wird als alkalisches Ätzen bezeichnet.

Um Verfahrensabweichungen zu vermeiden und um die gewünschte Oberflächenbeschaffenheit zu erzielen, ist das richtige Verhältnis zwischen gelöstem Aluminium und freiem Natriumcarbonat im Ätzbad zu jeder Zeit von entscheidender Bedeutung.

Sollte dieses Verhältnis nicht innerhalb der vorgeschriebenen Grenzen liegen, kann Natriumaluminat zu Aluminiumtrihydroxid hydrolysieren, wobei eine steinartige Ausfällung entsteht. Dieses

unerwünschte Nebenprodukt beschichtet das Werkstück und verhindert, dass der Eloxalprozess ein erfolgreiches Finish erzielt. Einfacher ausgedrückt sorgt das Einhalten des idealen Verhältnisses der Substanzen im Bad für einen reibungslosen Eloxalvorgang, während eine unzureichende Mischung den Prozess stört, indem sie eine Schicht bildet, die die Eloxierung blockiert.

In der Regel können Ätzprozesse Schwankungen unterliegen, da das Ätzmittel (wie in diesem Fall Natriumhydroxid) aufgebraucht ist. Ein Aufbrauchen des Natriumhydroxids führt zu einer allmählichen Verlangsamung der Ätzgeschwindigkeit, was zu Schwankungen im Aussehen des Endprodukts führt.

Um diesen Schwankungen entgegenzuwirken und eine hohe Qualität der Ergebnisse zu gewährleisten, ist eine wiederkehrende Überwachung mittels eines Online-Prozessanalysators notwendig. Diese Analysatoren analysieren kontinuierlich und automatisch zwei entscheidende Komponenten: die

Das Eloxalbad besteht in der Regel aus einem Schwefelsäure-Elektrolyten. Während des Eloxierens wird das Werkstück anodisiert, so dass die Metalloberfläche erst oxidiert wird und anschließend Sauerstoffionen zur Bildung einer Oxidschicht bindet. Für ein makelloses Eloxalfinish ist eine sorgfältige Kontrolle der Aluminium- und Schwefelsäurekonzentration unerlässlich. Ist die Aluminiumkonzentration zu hoch, kann sich dies negativ auf das endgültige Oberflächenbild auswirken und zu einem erhöhten elektrischen Widerstand während des Prozesses führen. Schwefelsäure wird aufgrund eines gewissen Produktaustrags verbraucht und muss regelmäßig nachdosiert werden, um die Betriebskosten zu begrenzen und gleichzeitig ein hochwertiges Finish zu erzielen.

Obwohl die Laboranalytik traditionell zur Überwachung der Chemikalien des Eloxalbades verwendet wird, hat sie einige Nachteile. In der Regel wird eine Probe manuell aus dem Bad entnommen, zur Analyse an ein Labor geschickt und dann auf die Ergebnisse gewartet. Diese Zeitverzögerung kann zu

Konzentration der basischen Lösung (oft Natriumhydroxid) und den Gehalt an gelöstem Aluminium im Ätzbad. Mit Hilfe der Onlineprozesskontrolle können höhere Ausbeuten und Durchsatzraten erzielt und mögliche Schäden und Nacharbeiten vermieden werden.

Schwankungen im Eloxalprozess führen, da die Badchemie zwischen der Probenahme und dem Erhalt des Analysenergebnisses schwanken kann. Darüber hinaus kann die Laboranalytik arbeitsintensiv und kostspielig sein.

Im Gegensatz dazu bieten Online-Prozessanalysatoren eine effizientere und zuverlässigere Lösung für die Aufrechterhaltung einer optimalen Badchemie. Die Systeme überwachen kontinuierlich die Konzentration kritischer Parameter im Bad, wie z. B. gelöstes Aluminium, Natriumhydroxid und Schwefelsäure (freie Säure). Die Daten werden nahezu in Echtzeit gewonnen und ermöglichen sofortige Anpassungen, um sicherzustellen, dass die Badchemie rund-um-die Uhr innerhalb des vorgeschriebenen Bereichs liegt.

Eine automatische Probenahme in Kombination mit der kontinuierlichen Überwachung durch Online-Analysatoren reduziert das Risiko von Schwankungen der Badchemikalien. Das Ergebnis sind gleichbleibend hochwertige Produkte und eine bestmögliche Qualität der zu produzierenden Produkte.

APPLIKATION

Eine Online-Überwachung der alkalischen und sauren Bestandteile sowie des Aluminiums ist mit dem 2060 TI Process Analyzer (**Abbildung 3**) oder dem 2026 HD Titrolyzer (**Abbildung 4**) von Metrohm Process Analytics möglich. Die Auswahl des optimalen Prozessanalysators hängt von den spezifischen Überwachungsanforderungen (Multiparameter bzw. Einzelparameter) ab.



Abbildung 3. Der 2060 TI Process Analyzer von Metrohm Process Analytics kann im Anodisierungsprozess mehrere kritische Parameter online überwachen.

Tabelle 1. Parameter, die in einer Eloxallinie überwacht werden sollen, und deren erwartete Konzentrationsbereiche.

Prozessschritt	Parameter	Messbereich [g/L]
Ätzbad	Alkalinität	50–120
	Aluminium	70–150
Eloxalbad	Freie Säure	0,1–300
	Aluminium	1–10

HINWEISE

Aluminium ist auch ein ideales Material für andere Anwendungen in der Oberflächenbehandlung. Es kann mit Säurebeizverfahren gereinigt werden, um eine vollständige Passivierung zu gewährleisten. Ein Beizverfahren wird auch verwendet, um das Aluminium für das Aufbringen einer Konversionsbeschichtung als schützende Oberflächenschicht vorzubereiten.



Abbildung 4. Der 2026 HD Titrolyzer von Metrohm Process Analytics kann im Anodisierungsprozess bis zu zwei kritische Parameter online überwachen.

FAZIT

Um sicherzustellen, dass beim Eloxieren von Aluminium optimale Oberflächeneigenschaften erzielt werden, ist eine kontinuierliche Überwachung sowohl der Reinigungschemikalien (basische und saure Lösungen) als auch des Aluminiums selbst von

entscheidender Bedeutung. Dies kann effektiv durch eine Online-Prozessanalyse mit dem 2060 TI Process Analyzer für die Multiparameter-Analyse oder dem 2026 HD Titrolyzer für die Einzelparameter-Überwachung erreicht werden.

1. Atwood, D. A.; Yearwood, B. C. The Future of Aluminum Chemistry. *Journal of Organometallic Chemistry* **2000**, 600 (1–2), 186–197. DOI:10.1016/S0022-328X(00)00147-9
2. Paz Martínez-Viademonte, M.; Abrahami, S. T.; Hack, T.; et al. A Review on Anodizing of Aerospace Aluminum Alloys for Corrosion Protection. *Coatings* **2020**, 10 (11), 1106. DOI:10.3390/coatings10111106
3. Zumdahl, S. S. *Introductory Chemistry*, 5th edition.
4. Spira, N. *Aluminum Oxidation: Does Aluminum Rust?*. Kloeckner Metals Corporation. <https://www.kloecknermetals.com/blog/aluminum-oxidation-is-aluminum-corrosion-resistant/> (accessed 2024-06-03).
5. Keijzer, M. *PICKLING, AN EXCELLENT SURFACE TREATMENT FOR ALUMINIUM*; Technical bulletin TB 2004/17; Vecom, 2004.
6. *How does Anodizing Increase Corrosion Resistance?*. <https://www.anoplate.com/news-and-events/how-does-anodizing-increase-corrosion-resistance/> (accessed 2024-06-03).
7. Dorigotti, D. Anodising Aluminium: Everything You Need to Know. *Dragon Metal Manufacturing*, 2023.

VERWANDTE APPLICATION NOTES

AN-PAN-1012 Online-Analyse des Nickelionen- und Hypophosphitgehalts in chemischen Vernickelungsbädern

AN-PAN-1019 Online-Analyse von Säuren und Eisen

in Beizbädern

AN-PAN-1064 Überwachung organischer Additive in galvanischen Bädern mit Inline-Raman-Spektroskopie

VORTEILE FÜR DIE ONLINE-PROZESSANALYSE

- Höhere Qualität des Endprodukts und erhöhter Metallumsatz (MTO) durch Online-Bestimmung der Badparameter.
- **Erweiterte** Reproduzierbarkeit, Produktionsraten und Rentabilität (weniger Abfall).
- **Vollautomatische Diagnose** – Automatische Alarme, wenn Proben außerhalb der Spezifikationsparameter liegen.



CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



2060 Process Analyzer

Der 2060 Process Analyzer ist ein Online-Analysengerät für die Nass-Chemie, das sich für zahlreiche Anwendungen eignet. Dieser Prozessanalysator bietet ein neues Baukastensystem, das eine zentrale Plattform hat, den sogenannten „Basisschrank“.

Der Basisschrank besteht aus zwei Teilen. Der obere Teil enthält einen Touchscreen sowie einen Industrie-PC. Im unteren Teil befindet sich der flexible Nassteil, in dem die Hardware für die eigentliche Analyse untergebracht ist. Wenn die Kapazität des Nassteils aus der Grundausstattung nicht ausreicht, um eine analytische Herausforderung zu bewältigen, kann der Basisschrank auf bis zu vier weitere Nassteilschränke erweitert werden. So lässt sich sicherstellen, dass selbst für die anspruchsvollsten Anwendungen genügend Platz vorhanden ist. Die zusätzlichen Schränke lassen sich so konfigurieren, dass jeder Nassteilschrank zwecks Erhöhung der Betriebszeit des Analysengeräts mit einem Reagenzienschrank, der über eine integrierte (kontaktlose) Füllstandserfassung verfügt, kombiniert werden kann.

Der 2060 Process Analyzer bietet verschiedene nasschemische Methoden: Titration, Karl-Fischer-Titration, Photometrie, Direktmessung und Standardadditionsverfahren.

Zur Erfüllung aller Projektanforderungen (oder all Ihrer Bedürfnisse) sind auch Probenaufbereitungssysteme erhältlich, die eine stabile Analyselösung garantieren. Wir können jedes Probenaufbereitungssystem liefern, unter anderem zum Kühlen oder Heizen, Druckmindern oder Entgasen, Filtrieren und für vieles mehr.