

# Electrolytic polishing

Der Gründe für das Elektropolieren der Wärmeschilder innerhalb der Vakuumkammer sind:

- die soll Wärmestrahlung reflektiert werden
- Säuberungsprozess von Rückständen (kleiner Grund)

Nach dem Elektropolieren hatten wir Probleme mit dem "weißen Kristallinen" Rückständen und leichten Schmutz auf den Oberflächen, diese man nur gesehen hat wenn man die Wärmeschilde mit Aceton geputzt hat. Isopropanol haben wir nicht ausprobiert.

Wir haben mit einem Massenspektrometer ([Mass spectrometry](#)) und einem Teststück getestet was die Rückstände sein könnten. Ohne ein Erfolg :/

Folgendes System verwendet die PTB: Das Elektropoliersystem wurde von der Firma TOPfister GmbH (<http://www.topgmbh.com/>) gekauft und es nennt sich sowas wie, TOP 500. Als Elektrolyt wird ein Gemisch aus Phosphorsäure, Schwefelsäure, Salpetersäure und Isopropanol verwendet.

Danach haben wir verschiedene Firmen kontaktiert, unter anderem die Firma mivaco, diese uns mit folgenden Infos weiter geholfen hat:

Sehr geehrter Herr Isländer,

ich möchte mich vorab bei Ihnen bedanken! Nach unseren unseren Telefonat vom 02.06.2017 schicke ich Ihnen alle Informationen, wie zum Beispiel die E-Polierungsvorgänge sowie Beobachtungen, die wir zur Verfügung haben, einige Fragen und kurze Zusammenfassung unseres Gespräches:

1) Wir haben die Wärmeschildplatten aus Aluminium(EN AW-5083) hausintern an der PTB elektropolieren und säubern lassen. Als wir die Platten wieder erhalten haben, und sie in unserer Vakuumkammer bei 200°C ausgebackt haben, haben wir einen leichten Film auf den Platten entdeckt. Mit einem vakuumtauglichen Putztuch und Aceton haben wir die Platten gesäubert und auf dem Tuch etwas gesehen. Die Farbe war gelb/gold bis hellbraun, je nachdem wie viel man geputzt hat. In unseren Telefonat haben Sie gesagt, dass es Phosphatreste sein könnten. Diese entstehen, wenn man die Platten ohne den Strom anzuhaben im E-Polierbad lässt. Diese Rückstände an der Oberfläche lassen sich kaum verhindern, weil man so schnell das Schild nicht aus dem Becken ziehen kann. Ich hoffe ich habe diesen Effekt richtig verstanden?

2) Ebenfalls haben wir in den Gewindelöchern weiße kristalline Rückstände gehabt, diese die Gewinde funktionsuntüchtig gemacht haben, sodass wir die Gewinde wieder nach bohren mussten. Ich vermute, dass diese Rückstände vom Lufttrocknen kommen. Können Sie uns sagen, was das für chemische Rückstände sind? Im Telefonat hatten Sie gesagt, dass wenn man die Gewindesacklöcher auspustet, würden wiederum diese Rückstände sich auf die Oberfläche niederlassen.

3) Zu den vorherigen Tests: Nachdem wir diese Effekte gesehen haben, haben wir den Prozess des Elektropolierens und anschließenden Säubern im Salpetersäurebad verändert und mit einem Teststück (gleichen Material) wiederholt. Dazu haben wir das Teststück in einem Massenspektrometer (bis zur Masse 80) vermessen. Leider ohne Ergebnis, man sah keinen

Ausschlag. Und eine Analyse der Rückstände, ob es Oxide höherer Masse sein könnte, konnten wir nicht herausfinden. Den Effekt des gelb/goldlichen Films haben wir nach dem "neuen" Elektropoliervorgang ebenfalls gesehen, jedoch war er geringer, sodass die Verlängerung der Zeit von 2-3min zu 30min im Salpetersäurebad und die Änderung der Konzentration von 1:2 zu 1:1 die Sauberkeit erhöht hat. Den Effekt der weißen kristallinen Rückstände haben wir nicht gesehen, weil das Teststück keine Gewindelöcher hatte und so mit Druckluft abgepusht konnte.

Der "neue" Elektropoliervorgang war:

- 1] 3min elektropolieren im Elektropolierbad AL (Inhaltsstoffe: Isopropanol, Schwefelsäure, Phosphorsäure TOP-LYT AMC)
- 2] direkt mit Osmose-Wasser über dem Elektropolierbad abgeduscht
- 3] Im Kreislaufwasserbehälter getunkt
- 4] 30min Salpetersäure (HNO<sub>3</sub>) 65% mit Wasser (Mischung 1:1)
- 5] Im Standspüle-Aluminiumdekapierbad getunkt
- 6] Im Kreislaufwasserbehälter getunkt
- 7] mit Osmose-Wasser abgetuscht
- 8] Mit Druckluft abgepusht

Wir haben das Problem, dass die Schilde Gewindebohrungen besitzen und dass unsere hausinterne Galvanik, diese aus Sicherheitstechnischen Gründen nicht auspusten möchte. Sodass wir die Gewindebohrungen verschließen müssen. Nur so wird es dort nicht sauber. Haben Sie Tipps für das Reinigen bzw. haben wir etwas falsch gemacht?

4) Zu den Wärmeschilden: Es handelt sich dabei um 18 verschieden große Aluminium(EN AW-5083) Platten. Diese M3 und M6 Gewindebohrungen, ohne Belüftungslöcher, besitzen. Die größte Platten ist ~650x220x20mm groß.

5) Zu den möglichen Reinigungsmethoden hatten Sie gesagt, dass man es mit Chromsäure oder in einer Kaliumdichromat Lösung ausprobieren könnte.

Ich hoffe, Sie können uns nochmals weiterhelfen.

Mit freundlichen Grüßen

Steffen Sauer

Institut für Quantenoptik Leibniz Universität Hannover Welfengarten 1 D-30167 Hannover

Guten Tag Herr Sauer,

1.) Sicherheitsdatenblatt Könnten Sie mir bitte ein Sicherheitsdatenblatt des verwendeten Polierelektrolyten und der Dekapierung zukommen lassen.

2.) Dekapieren Ich muss noch einmal Ihre Aussage korregieren.

- Wenn die Aluminiumteile zu lange stromlos im Bad hängen, dann setzt die chemische Zersetzung (heftiger Prozess) unter Freisetzung von Wasserstoff ein.

- Grundsätzlich bekommen Sie auf Ihren Aluminiumteilen Phosphatbeläge, egal ob der chemische Zersetzungsprozess startet oder nicht. Vereinfacht gesagt wird beim Epolieren das Aluminium in

Sulfate und Phosphate überführt, die im Elektrolyten in Lösung gehen. Da der Polierprozess irgendwann gestoppt wird, verbleiben die Zwischenprodukte also die schlecht wasserlöslichen Phosphate auf der Bauteil-Oberfläche. Das anschließende Spülen entfernt nur den Elektrolyt.

- Die mehr oder weniger wasserunlöslichen Phosphate werden deshalb in einer Nachbehandlungslösung weitestgehend entfernt. Neben der Salpetersäure werden auch alkalische Klärbäder auf Basis Natriumcarbonat-, Natriumhydrogencarbonat-Lösungen verwendet. Doch auch nach dem Dekapieren verbleiben evt. hauchdünne Phosphatschichten auf der Oberfläche, die Interferenzfarben erzeugen können.

- Ihre Aluminiumlegierung enthält neben Magnesium auch Mangan. Während des Polierprozesses wird, durch Hydrolyse von Wasser, am Werkstück Sauerstoff abgeschieden. Sobald der Strom abgeschaltet wird, reagiert der Sauerstoff im bauteilumgebenden Elektrolyten sofort mit dem "blanken" Metall. Dabei wird auch das Mangan oxidiert.

- Was im Einzelnen an der Bauteil-Oberfläche passiert entzieht sich meiner Kenntnis. Aber soviel ich weiß kann Mangan sehr viele Oxidationsstufen einnehmen. Die höchste Stufe, das Permanganat, reagiert z.B. mit Aceton zu vierwertigem Mangandioxid (Braunstein), Farbe braun wie der Name schon sagt. Das könnte eine Erklärung für die Rückstände in Ihrem Putztuch sein.

- Führen Sie doch die Reinigung an einem, mit Aceton noch nicht behandeltem, Bauteil durch und verwenden Sie dazu Iso-Propanol in einer hochwertigen Qualität (keine technische Qualität).

- Gewinde- oder Sacklochbohrungen müssen generell sehr intensiv mit der Brause ausgespült werden, und zwar bevor die Teile in die Dekapierung getaucht werden. Ansonsten reagieren die Säurereste in den Bohrungen weiter mit dem Aluminium und es bildet sich Aluminiumsulfat und/oder -phosphat (weißes Pulver).

Ich hoffe, ich konnte Ihnen weiterhelfen.

Mit freundlichen Grüßen

MIVACO GmbH

Martin Ifländer Geschäftsführung

## Procedures











From: <https://iqwiki.iqo.uni-hannover.de/> - IQwiki

Permanent link: [https://iqwiki.iqo.uni-hannover.de/doku.php?id=groups:mg:project\\_ptb-cavity:vacuum:electrolytic\\_polishing](https://iqwiki.iqo.uni-hannover.de/doku.php?id=groups:mg:project_ptb-cavity:vacuum:electrolytic_polishing)

Last update: 2017/08/25 12:41

