

181611



PATENTE DE INVENCIÓN
por 20 años

por "Un procedimiento para el pulimentado anódico del
cobre" - - - - -

a favor de: Sociéte JACQUET HISPANO-SUIZA, de naciona-
lidad francesa, domiciliada en: 57, 59, rue de St. Man-
dés, MONTEUIL-sous-BOIS (Seine, Francia).

- - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento
para el pulimento anódico del cobre, y se refiere más es-
pecialmente al empleo de un electrolito acuoso que se com-
pone de ácido fosfórico, ácido crómico y agua en el puli-
5 mente anódico del cobre.

Varias composiciones de electrolito han sido propues-
tas para el tratamiento anódico del cobre.

Se ha descubierto no obstante que puede emplearse con
resultados satisfactorios en el pulimento anódico del co-



- 2 -

181611

bre un electrolito acuoso compuesto de ácido fosfórico, ácido crómico y agua, como ingredientes esenciales. Manteniendo las proporciones relativas de estos ingredientes dentro de ciertos límites, que han sido determinados, pueden producirse pulimentos muy satisfactorios del cobre resultando las superficies obtenidas relativamente superiores a las que pueden obtenerse mediante operaciones de pulido o lustrado, en lo que se refiere a la ausencia de capas amorfas y de huellas mecánicas.

Constituye, por lo tanto, una finalidad importante de la invención establecer un electrolito que contenga ácido fosfórico, ácido crómico y agua dentro de ciertos límites bien definidos en cuanto a sus proporciones relativas, destinado a ser empleado en el pulimento anódico del cobre y de las aleaciones de cobre para darle una superficie muy lustrosa.

Otra finalidad importante de la invención es establecer un procedimiento para el pulimento anódico del cobre, empleando un electrolito de nueva composición que es eficaz dentro de un amplio margen de densidades de corriente anódica y de temperaturas.

Otras y más importantes finalidades de la invención se harán patentes de las explicaciones de la presente memoria y del dibujo adjunto.

La invención (en su forma preferida) queda ilustrada en el dibujo y se describe más detalladamente en los párrafos siguientes.

El dibujo es un diagrama triangular que indica las pro-

- 3 - 181611

proporciones relativas de ácido fosfórico, ácido crómico y agua para las composiciones de electrolito que entran dentro del cuadro de la invención.

En dicho diagrama los lados respectivos del triángulo indican los porcentajes de ácido fosfórico (H_3PO_4), de agua (H_2O) y de ácido crómico (CrO_3) de 0 al 100 %. A base de los datos experimentales, se han determinado las proporciones relativas de ácido fosfórico, ácido crómico y agua que constituyan composiciones de electrolito que son eficaces para el pulimento anódico del cobre. El área que representa las composiciones de electrolito eficaces está delimitada en el diagrama por las líneas de trazo fuerte, AB, BC, CD y DA. Dentro del área así delimitada, cualquiera composición que se elija resultará eficaz en el procedimiento descrito a continuación para el pulimento anódico del cobre.

Se ha descubierto, sin embargo, que con objeto de obtener los mejores resultados en el pulimento, debe mantenerse el cuadro de proporciones del ácido fosfórico, del ácido crómico y del agua dentro de límites algo más estrechos, y éstos quedan representados en el diagrama por el área delimitada por las líneas EH, BF y la línea FE de puntos y rayas. Las composiciones de electrolito preferidas con respecto a las proporciones relativas de ácido fosfórico, ácido crómico y agua, se encuentran dentro de esta área más reducida que queda totalmente incluida en el mayor campo de la primera.

La lectura de un diagrama como el que se acompaña se



181611

- 4 -

comprende fácilmente, pero daremos las siguientes indicaciones a fin de que quede mejor explicada. El punto indicado en el diagrama por la letra A, por ejemplo, indica la composición que comprende 1 % de ácido fosfórico, 65 % de ácido crómico, y el resto —algo menos de 35 %— de agua; el punto indicado por la letra B, una composición que comprende 85 % de ácido fosfórico, alrededor de 0,1 % de ácido crómico y el resto —algo menos de 15%— de agua; el punto indicado por la letra C una composición que comprende 10 % de ácido fosfórico, 0,1 % de ácido crómico y 90 % de agua; y el punto indicado por la letra D, una composición que comprende aproximadamente 0,1 % de ácido fosfórico, 10 % de ácido crómico y 90 % de agua; el punto indicado por la letra E una composición que comprende 50 % de ácido fosfórico, 26 % de ácido crómico y 24 % de agua y el punto representado por la letra F una composición que comprende alrededor de 20 % de ácido fosfórico, 0,1 % de ácido crómico y algo menos de 80 % de agua.

Se observará que el contenido máximo de ácido fosfórico es 85 % y el mínimo 0,1 %; el contenido máximo de ácido crómico es 65 % y el mínimo alrededor de 0,1 %; y el contenido máximo de agua es de 90 % y el mínimo 13 %. Los límites preferidos de composición son de 20 a 85 % de ácido fosfórico; de 0,1 a 39 % de ácido crómico; y de 13 a 80 % de agua. Los porcentajes de los tres ingredientes, no obstante, son interdependientes, y deben encontrarse dentro de las áreas descritas más arriba para obtener los mejores resultados.

181611



- 5 -

Si bien el diagrama adjunto indica los porcentajes relativos de ácido fosfórico, ácido crómico y agua en un baño constituido con estos tres componentes, algunos baños pueden contener además otros ingredientes tales como otros ácidos y o sales. No obstante según el diagrama las proporciones relativas en que el ácido fosfórico, el ácido crómico y el agua deben entrar en cada composición es independiente de los elementos no esenciales que entren en el baño.

Así, por ejemplo, al componer un electrolito para el pulimento anódico del cobre, se podría escoger el punto X del diagrama como baño incluido dentro del área de composiciones preferidas. La composición representada por dicho punto X sería de 60 % de ácido fosfórico, 10 % de ácido crómico y 30 % de agua. Durante el curso del empleo de dicho baño en el pulimento electrolítico del cobre, la composición del baño quedaría necesariamente alterada, debido a la disolución anódica de cobre pulido en el mismo. También podría haber algún cambio en el contenido de agua, por ejemplo un aumento debido a la absorción por el baño de humedad de la atmósfera, o una disminución debida a evaporación de agua de la superficie del baño, a descomposición del agua por la acción electrolítica o a pérdida de agua en el baño por ser ésta arrastrada en los gases desprendidos del mismo.

A pesar de los cambios que pueden ocurrir en la composición durante un uso continuado, si los porcentajes relativos de ácido fosfórico, ácido crómico y agua, expresados



en porcentajes en peso del peso total de solo dichos tres ingredientes de la composición del baño, permanecen dentro del área delimitada por las líneas EB, BF y FB, el baño seguirá funcionando satisfactoriamente. Aún en caso de que
5 la composición del baño fuese alterada durante el curso de la operación de modo tal que quedara comprendida dentro del área menos preferida delimitada por las líneas AE, EF, FC, CD y DA el baño seguiría funcionando, aunque no tan satisfactoriamente.

10 Por consiguiente, cuando los porcentajes relativos de ácido fosfórico, ácido crómico y agua de una determinada composición del baño se encuentran dentro de una u otra de las áreas preferida o menos preferida delimitadas en el diagrama triangular, se entiende que dicha composición del baño entra
15 dentro del margen de la invención, aunque contenga otros ácidos distintos del fosfórico y del crómico y aunque contenga una cantidad substancial de sales metálicas.

En lugar de ácido crómico pueden emplearse cromatos y bicromatos solubles, los cuales deben considerarse como los
20 equivalentes del ácido crómico partiendo de una base estequiométrica. La expresión "equivalente de ácido crómico" empleada en esta memoria y en las reivindicaciones comprende, por consiguiente, el propio ácido crómico (CrO_2) y los pesos equivalentes estequiométricamente de cromatos y bicromatos solubles.
25

Del mismo modo, en lugar de ácido ortofosfórico, pueden emplearse otros ácidos fosfóricos, tales como ácidos meta y pirofosfóricos, los cuales deben considerarse como incluidos en el término ácido fosfórico.



En el procedimiento para el pulimento anódico del cobre mediante el empleo de un baño de una composición indicada como apropiada según el diagrama triangular ad-
junto, el cobre u objeto que tenga la superficie de co-
bre se dispone como ánodo en un baño de la composición
5 escogida, y se hace pasar por el mismo una corriente de
densidad suficiente durante un lapso de tiempo también
suficiente para producir el grado deseado de lustre o pu-
limento en la superficie metálica. Empleando un electro-
lito que tenga una composición comprendida dentro de las
10 áreas preferidas delimitadas en el diagrama triangular
adjunto, se obtiene pronto una superficie muy lustrosa,
espejada. Esta superficie muy lustrosa que puede obte-
nerse mediante el procedimiento que constituye la inven-
15 ción, empleando un electrolito de composición preferida,
es una característica importante del mismo, y es la que
distingue claramente el acabado conseguido de los produ-
cidos anteriormente en la limpieza electrolítica del cobre.

La formación de superficies muy pulidas y lustrosas
20 está indudablemente asociada con la presencia de una pelí-
cula polarizante en la superficie del cobre durante el pre-
ceso de disolución anódica. La naturaleza de esta película
es tal que queda reducido al mínimo el ataque selectivo del
cobre durante todo el transcurso del tratamiento. La diso-
25 lución anódica tiene lugar aparentemente en un grado rela-
tivamente elevado y con un coeficiente elevado de polariza-
ción anódica, con el resultado de que dicha disolución anódi-
ca de metal actúa para nivelar las superficies cristalinas



181611

- 8 -

del mismo y producir un acabado espejado. Estas condiciones no prevalecen en el simple tratamiento electrolítico de limpieza conocido hasta la fecha.

5 Con objeto de obtener los mejores resultados en un lapso de tiempo racional, es preferible emplear densidades de corriente relativamente elevadas, tales como las del orden de magnitud de 11 a 55 amperios por dm^2 . Debe observarse, no obstante, que pueden emplearse densidades de corriente inferiores, aún tan bajas como la de 5,5 amperios por dm^2 , con la consiguiente prolongación del tiempo de tratamiento. También pueden emplearse densidades de corriente más elevadas, tan altas como la de 220 amperios por dm^2 , pero semejantes densidades implican por lo general corrientes de mayor intensidad que requieren un
10 equipo más costoso. El lapso de tiempo necesario para conseguir los resultados deseados depende de la magnitud de las densidades de corriente empleadas, y hasta cierto punto de las características del cobre y también de las condiciones de la superficie inicial del cobre. El pulimento de las superficies ásperas requieren naturalmente,
15 más tiempo que el de las relativamente suaves.

Con cualquiera de las composiciones de electrolito que se encuentran dentro del área preferida, delimitada por las líneas KB, BF y FR del diagrama triangular adjunto, se
25 obtienen excelentes pulimentos del cobre cuando el metal es empleado como ánodo a una densidad de corriente de 55 amperios por centímetro cuadrado continuando el tratamiento durante un periodo de 1 1/2 a 18 minutos, a una tempera-



181611

- 9 -

tura del baño alrededor de 13 a 77° C. Por regla general, la temperatura del baño puede mantenerse en cualquier grado comprendido entre la del ambiente y la de ebullición del agua, pero las temperaturas alrededor de 37° C. resultan muy satisfactorias.

De la descripción que antecede resultará manifiesto que se ha logrado establecer con la presente invención un procedimiento que permite obtener pulimentos muy lustrosos del cobre. Dicho procedimiento permite obviar los inconvenientes de los antiguos métodos de pulimento mecánico y hace posible la producción de superficies de cobre que quedan exentas de huellas mecánicas, empañados y "batidos" y que son superiores a las que pueden obtenerse con los procedimientos de pulimento mecánico.

Debe observarse, naturalmente, que pueden variarse varios detalles del procedimiento dentro de un amplio margen sin apartarse de los principios de la invención, y que por consiguiente no se desea limitar la patente que se solicita más de lo que corresponde al alcance de las reivindicaciones que se formulan a continuación.

N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la explotación exclusiva de:

1.- Un procedimiento para pulimentar el cobre que consiste en hacer desempeñar a dicho metal la función de ánodo en un electrolito que contenga esencialmente ácido

181611



- 10 -

fosfórico, ácido crómico y agua en concentraciones variables.

2.- Un procedimiento para pulimentar el cobre tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de utilizar en el electrolito concentraciones comprendidas entre 0'1 y 85 por 100 de ácido fosfórico, entre 0'1 y 65 por 100 de ácido crómico y entre 13 y 90 por 100 de agua.

3.- Un procedimiento para pulimentar el cobre tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de emplear en el electrolito concentraciones de 60 por 100 de ácido fosfórico de 10 por 100 de ácido crómico y de 30 por 100 de agua.

4.- Un procedimiento para pulimentar el cobre tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de emplear densidades de corriente comprendidas entre 0'3 y 330 amperios por decímetro cuadrado.

5.- Un procedimiento para pulimentar el cobre tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de emplear densidades de corriente comprendidas entre 11 y 110 amperios por decímetro cuadrado a una temperatura comprendida entre el ambiente y 100 grados centígrados.

6.- Un procedimiento para pulimentar el cobre tal como el especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de emplear una densidad de corriente aproximadamente de 55 amperios por decímetro cuadrado a una temperatura comprendida entre 15 grados centígrados y 77 grados centígrados durante de un minuto y me-



181611

- 11 -

do a 12 minutos.

7.- Un procedimiento para pulimentar el cobre tal como el especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de utilizar ácido fosfórico bajo su forma de "orto".

8.- Un procedimiento para pulimentar el cobre tal como el especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de utilizar ácido fosfórico bajo su forma "meta".

9.- Un procedimiento para pulimentar el cobre tal como el especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de utilizar ácido fosfórico bajo su forma "piro".

10.- Un procedimiento para pulimentar el cobre tal como el especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de substituir el ácido crómico propiamente dicho (CrO_3) por cromatos y bicromatos solubles, en pesos estequiométricamente equivalentes.

11.- La propiedad y la explotación exclusiva del objeto de la patente, sean cuales fueren las circunstancias que concurran con su esencialidad definida en las anteriores reivindicaciones, cual objeto es:

"Un procedimiento para el pulimentado anódico del cobre".

Consta

181611



- 12 -

Consta la presente memoria de doce hojas foliadas,
escritas por una sola cara.

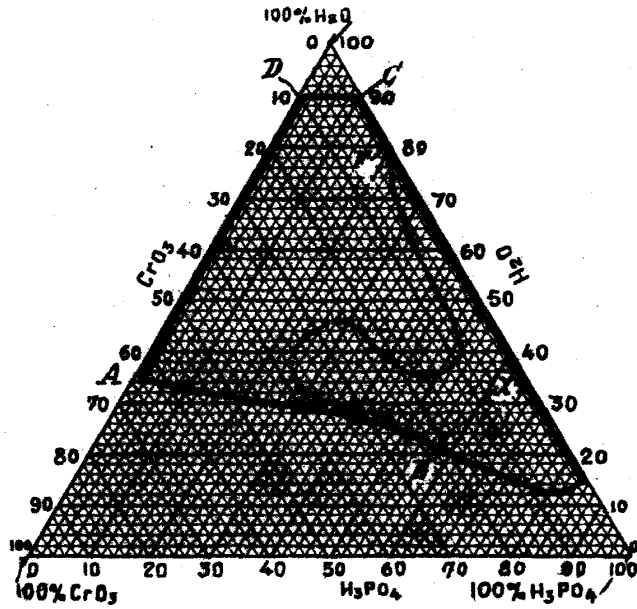
Barcelona, 30 de Diciembre de 1947.

P. p. de: Societat JACQUET HISPANO-SUIZA,

A large, stylized handwritten signature in black ink, written over the typed name of the company.



181611



ESCALA VARIABLE
Barcelona 30 DIC. 1947