

181613



PATENTE DE INVENCION

por 20 años

para "Un procedimiento para el pulimentado anódico del níquel y sus aleaciones no ferrosas" - - - - -

a favor de la: Societé JACQUET HISPANO-SUIZA, de nacionalidad francesa, domiciliada en 57, 59, rue de St, Mandé, MONTREUIL-sous-BOIS (Seine, Francia).

- - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para el pulimento anódico del níquel, níquel electrodepositado, aleaciones de níquel no ferrosas y sus similares, y se refiere más especialmente al empleo de un electrolito acuoso que se compone de ácido fosfórico, ácido crómico y agua en el pulimento anódico del níquel.

Se ha descubierto que puede emplearse con resultados satisfactorios en el pulimento anódico del níquel 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 níquel 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 níquel, níquel electrodepositado, aleaciones de níquel no ferrosas y similares, para darles una superficie muy lustrosa.

Otra finalidad importante de la invención es establecer un procedimiento para el pulimento anódico del níquel, níquel electrodepositado, aleaciones de níquel no ferrosas y similares 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-



porciones 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 constituyen composiciones de electrolito que son eficaces para el pulimento anódico del níquel. El área que representa las composiciones de electrolito eficaces está delimitada en el diagrama por las líneas de trazo fuerte ACB y BA. Dentro del área así delimitada, cualquiera composición que se elija resultará eficaz en el procedimiento descrito a continuación para el pulimento anódico del níquel.

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 la línea AD, la línea DE de puntos y rayas, y la EA. 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.

La lectura de un diagrama como el que se acompaña se comprende fácilmente, pero daremos las siguientes indicaciones a fin de que quede mejor explicada. El punto indicado en el

181613



- 4 -

diagrama por la letra A, por ejemplo, indica la composición que comprende 85 % de ácido fosfórico, una proporción pequeña pero no insignificante --por ejemplo 0,1 %-- de ácido crómico, y el resto --algo menos de 15 %-- de agua; al punto indicado por la letra B, una composición que comprende alrededor de 58 % de ácido fosfórico, alrededor de 0,1 % de ácido crómico y el resto --algo menos de 42 %-- de agua; el punto indicado por la letra C, una composición que comprende 33 % de ácido fosfórico, 38 % de ácido crómico y 29 % de agua; y el punto indicado por la letra D, una composición que comprende 46 % de ácido fosfórico, 29 % de ácido crómico y 25 % de agua.

Se observará que el contenido máximo de ácido fosfórico es 85 % y el mínimo 33 %; el contenido máximo de ácido crómico es 38 % y el mínimo alrededor de 0,1 %; y el contenido máximo de agua es alrededor de 42 % y el mínimo 13 %. Los límites preferidos de composición son de 46 a 85 % de ácido fosfórico; de 0,1 a 29 % de ácido crómico; y de 13 a 34 % 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.

Se comprenderá, asimismo, que si bien el diagrama adjunto sirve para indicar los porcentajes relativos de ácido fosfórico, ácido crómico y agua en el caso de emplear únicamente esos tres componentes, un electrolito adecuado para el pulimento anódico del níquel puede también comprender otros ingredientes, tales como otros ácidos y sales metálicas. No obstante, independientemente de los demás ingredientes que puedan estar presentes en el baño, este debe contener ácido fosfórico, ácido

181613



- 5 -

crómico y agua en porcentajes relativos tales que su composición se encuentre dentro de las áreas preferida o menos preferida delimitadas en el diagrama adjunto.

5 Al componer un electrolito para el pulimento anódico del níquel, se podría por ejemplo escoger el punto X del diagrama como baño incluido dentro del área de composiciones preferidas. La composición representada por dicho punto X sería de 70 % de ácido fosfórico, 10 % de ácido crómico y 20 % de agua. Durante el curso del empleo de dicho baño en el pulimen-  
10 to electrolítico del níquel, la composición del baño quedaría necesariamente alterada, debido a la disolución anódica de níquel 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 de-  
15 bida 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.

20 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 AD, DE, y EA, el baño seguirá fun-  
25 cionando satisfactoriamente. Aún en caso de que 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 DE, EB, y BCD del diagrama



el baño seguiría funcionando, aunque no tan satisfactoriamente.

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 preferidas o menos preferidas delimitadas en el diagrama triangular, se entiende que dicha composición del baño entra 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 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 ( $\text{CrO}_3$ ) y los pesos equivalentes estequiométricamente de cromatos y bicromatos solubles.

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 níquel níquel electrodepositado, aleaciones de níquel no ferrosas y similares, mediante el empleo de un baño de una composición indicada como apropiada según el diagrama triangular adjunto, el metal u objeto fabricado con el mismo, se dispone como ánodo en un baño de la composición 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

181613



- 7 -

lustre o pulimento en la superficie de níquel. Empleando un  
electrolito que tenga una composición comprendida dentro de  
las áreas preferidas delimitadas en el diagrama triangular  
adjunto, se obtiene pronto una superficie muy lustrosa, espe-  
5 jada, Esta superficie muy lustrosa que puede obtenerse median-  
te el procedimiento que constituye la invención, empleando un  
electrolito de composición preferida, es una característica  
importante del mismo, y es la que distingue claramente el aca-  
bado conseguido de los producidos anteriormente en la limpie-  
10 za electrolítica del níquel.

La formación de superficies muy pulidas y lustrosas está  
indudablemente asociada con la presencia de una película pola-  
rizante en la superficie del níquel durante el proceso de di-  
solución anódica. La naturaleza de esta película es tal que  
15 queda reducido al mínimo el ataque selectivo del níquel o de  
las aleaciones de níquel no ferrosas durante todo el transcur-  
so del tratamiento. La disolución anódica tiene lugar aparen-  
tamente en un grado relativamente elevado y con un coeficiente  
elevado de polarización anódica, con el resultado de que dicha  
20 disolución anódica de metal actúa para nivelar las superficies  
cristalinas del mismo y producir un acabado espejado, Estas  
condiciones no prevalecen en el simple tratamiento electrolíti-  
co de limpieza conocido hasta la fecha.

Con objeto de obtener los mejores resultados en un lapso  
25 de tiempo racional, es preferible emplear densidades de co-  
rriente relativamente elevadas, tales como las del orden de  
magnitud de 11 a 55 amperios por  $\text{dm}^2$ . Debe observarse, no obs-  
tante, que pueden emplearse densidades de corriente inferiores,



aún tan bajas como la de 5,5 amperios por  $\text{dm}^2$ , con la consi-  
guiente prolongación del tiempo de tratamiento. También pueden  
emplearse densidades de corriente más elevadas, tan altas como  
la de 220 amperios por  $\text{dm}^2$ , pero semejantes densidades impli-  
5 can por lo general corrientes de mayor intensidad que requieren  
un equipo más costoso. El lapso de tiempo necesario para conse-  
guir los resultados deseados depende de la magnitud de las den-  
sidades de corriente empleadas, y hasta cierto punto de las  
características del níquel, del tamaño de su grano y de otras  
10 causas similares. El pulimento de las superficies ásperas re-  
quiere, naturalmente, más tiempo que el de las relativamente  
suaves.

Con cualquiera de las composiciones de electrolito  
que se encuentran dentro del área preferida, delimitada por  
15 las líneas AE, ED, y DA del diagrama triangular adjunto, se  
obtienen excelentes pulimentos sobre superficies de níquel,  
metal electrodquelado, o aleaciones de níquel no ferrosas,  
utilizando la superficie como ánodo en el baño con densi-  
dades de corriente de 13,7 a 27,5 amperios por  $\text{dm}^2$ , y con-  
20 tinuando el tratamiento durante un periodo de 4 a 12 minu-  
tos, a una temperatura del baño alrededor de 37 a 68° 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°  
25 C. resultan muy satisfactorias.

De la descripción que antecede resultará manifiesto que  
se ha logrado establecer con la presente invención un proce-  
dimiento que permite obtener pulimentos muy lustrosos de ní-  
quel, metal electrodquelado, aleaciones de níquel no ferrosas  
30 y similares. Dicho procedimiento permite obviar los inconve-  
nientes de los antiguos métodos de pulimento mecánico y hace

181613



- 9 -

posible la producción de superficies de níquel que quedan exentas de huellas mecánicas, empañados y "batidos" y que son superiores a las que pueden obtenerse con los procedimientos de pulimento mecánico.

5           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  
10           que se formulan a continuación.

#### NOTA

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

15           1.- Un procedimiento para pulimentar el níquel y sus aleaciones no ferrosas, que consiste en hacer desempeñar a dicho metal la función de ánodo en un electrolito que contenga esencialmente ácido fosfórico, ácido crómico y agua en concentraciones variables.

20           2.- Un procedimiento para pulimentar el níquel y sus aleaciones no ferrosas tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de utilizar en el electrolito concentraciones comprendidas entre 33 y 85 por 100 de ácido fosfórico, entre 0,1 y 38 por 100 de ácido crómico y entre 13 y 42 por ciento de agua.

25           3.- Un procedimiento para pulimentar el níquel y sus aleaciones no ferrosas tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de utilizar en el electrolito concentraciones de 70 por 100 de ácido fosfórico, 10 por 100 de



ácido crómico y 20 por 100 de agua.

4.- Un procedimiento para pulimentar el níquel y sus aleaciones no ferrosas 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 níquel y sus aleaciones no ferrosas 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 níquel y sus aleaciones no ferrosas tal como el especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el empleo de densidades de corriente comprendidas entre 14 y 28 amperios por decímetro cuadrado a una temperatura comprendida entre 27 y 70 grados centígrados, durante de 4 a 12 minutos.

7.- Un procedimiento para pulimentar el níquel y sus aleaciones no ferrosas 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 níquel y sus aleaciones no ferrosas tal como el especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de utilizar ácido fosfórico bajo su forma de "meta".

9.- Un procedimiento para pulimentar el níquel y sus aleaciones no ferrosas tal como el especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de utilizar

181613



- 11 -

ácido fosfórico bajo su forma "piro"

10.- Un procedimiento para pulimentar el níquel y sus aleaciones no ferrosas tal como el especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de substituir el ácido crómico propiamente dicho ( $\text{Cr O}_3$ ) 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 concurren con su esencialidad definida en las anteriores reivindicaciones, cual objeto es:

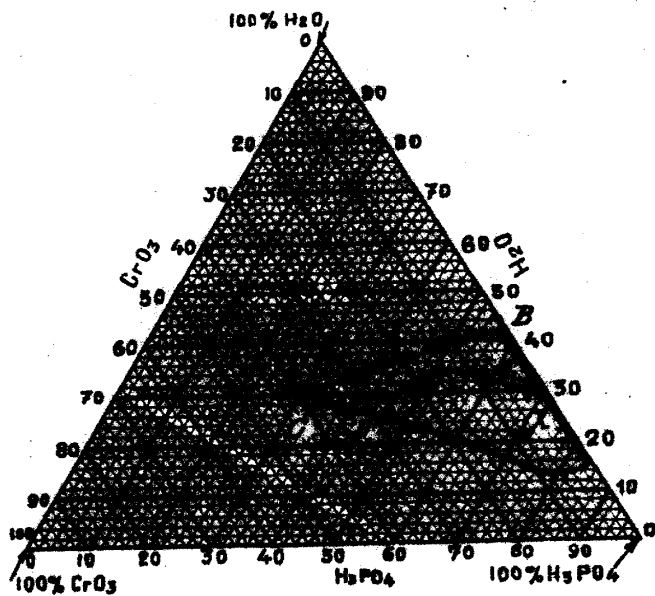
"Un procedimiento para el pulimentado anódico del níquel y sus aleaciones no ferrosas"

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

Barcelona, 30 de Diciembre de 1947

P. p. de: Sociéte JACQUET HISPANO-SUEZA

181613



ESCALA VARIABLE  
Barcelona 130 DIC. 1947