

181616

MEMORIA DESCRIPTIVA

SOCIÉTÉ JACQUET HISPANO-SUIZA. (Seine, Francia)

181616



PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "Un procedimiento para el pulimentado electrolítico del níquel" - - - - -

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

- - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La invención se refiere a un procedimiento para el pulimento anódico continuo del níquel.

El níquel puede ser pulido anódicamente en un electrolito que contenga como elemento activo esencial una mezcla de  
5 ácido fosfórico y ácido sulfúrico. La concentración de la mezcla de ácido fosfórico y ácido sulfúrico debe ser al menos de 50 % en peso de la solución, y preferentemente no mayor del 95 % en peso de la misma, siendo el resto agua. En la práctica, el 90 % debe constituir el límite máximo de la  
10 concentración ácida total. Si bien es posible obtener puli-



181616

- 2 -

mentos con disoluciones acuosas que contengan el 50 % de  
agua, es preferible que el contenido acuoso del baño elec-  
trolítico sea relativamente pequeño, pues en general los  
baños que contienen pequeñas proporciones de agua pueden ser  
5 utilizados empleando pequeñas densidades de corriente, por  
lo cual permiten obtener con poco coste satisfactorios re-  
sultados. Las proporciones entre los ácidos esenciales pue-  
den variar del 5 al 85 % de cada uno. Salvo que sea de otro  
modo especificado, todas las proporciones deben entenderse  
10 en peso más bien que en volumen. Asimismo las referencias  
a los ácidos deben entenderse tanto al citar los mismos como  
al dar sus fórmulas  $H_2SO_4$  y  $H_3PO_4$ .

El níquel es de tal modo electropulido, con un acabado  
de espejo, entre 38° C. y 55° C. con una densidad de corrien-  
15 te de 11 a 27,5 amperios por decímetro cuadrado, en un baño  
acuoso que contenga el 15 % de ácido sulfúrico y el 63 % de  
ácido ortofosfórico, en un corto espacio de tiempo determi-  
nado por las condiciones físicas iniciales del níquel que haya  
de ser pulido. No obstante, con el fin de mantener el baño  
20 en las debidas condiciones de trabajo, es necesario retirar  
periódicamente el níquel disuelto en el mismo. Antes de que  
precise retirar el níquel disuelto, la concentración de é-  
ste puede aumentar hasta el 4 % en peso del baño, aunque sin  
embargo del 1 al 1,5 % es en realidad el punto de saturación  
25 para una solución estable. La acción exacta que produce la  
sobresaturación de níquel es desconocida. Cuando el baño  
está caliente, el níquel que exceda de la saturación de  
1 a 1,5 % es precipitado en forma de sulfato de níquel. por

181616



- 3 -

consiguiente, estando el baño en continuo uso se precipitará sulfato de níquel en las superficies calientes de los arrollamientos y en los cátodos (que serán calentados por la corriente eléctrica que fluya de ellos). Tales depósitos de sulfato de níquel aumentan el voltaje de la cuba, y hacen decrecer notablemente la eficacia de la calefacción y de la refrigeración.

Si el baño se emplea a una temperatura suficientemente elevada para precipitar el sulfato de níquel de modo continuo, por ejemplo a 82°C., habrá de ser empleada una densidad de corriente de más de 27,5 amperios por decímetro cuadrado, y si bien la superficie del níquel sería pulida brillantemente resultaría no obstante picada. Las elevadas densidades de corriente que son precisas para evitar el picado a temperaturas elevadas no son deseables bajo el punto de vista comercial.

Para vencer estas dificultades, el baño ha de ser temporalmente corregido para mantenerlo a una elevada temperatura que precipite el sulfato de níquel, quedando entonces la composición del baño ajustada y pudiendo durar solamente la utilización hasta que un nuevo reajuste sea necesario. Tal reajuste o recomposición no es prácticamente posible más que disponiendo de una pluralidad de cubas y de equipos auxiliares.

Es pues una importante finalidad de la invención establecer la utilización de un electrolito para el pulimento del níquel capaz de actuar de un modo continuo con bajas densidades de corriente, sin necesidad de recomponer el baño y

181616



- 4 -

sin trascendente cambio en la composición.

La invención proporciona además la posibilidad de tener un procedimiento de electropulimento del níquel capaz de permitir una operación continua sin necesidad de un progresivo aumento del voltaje empleado.

Otros diversos fines y características de la invención quedarán de manifiesto en la siguiente descripción y las subsiguientes reivindicaciones.

Se ha descubierto que la adición de aluminio trivalente o de aluminio trivalente y cromo trivalente a la mezcla de ácido sulfúrico y ácido fosfórico de los baños ácidos antes citados (tal como el que contiene 15 % de ácido sulfúrico y 63 % de ácido fosfórico) permite obtener baños en los cuales puede ser el níquel electropulido a temperaturas alrededor de 80° C. o más elevadas empleando densidades de corriente de 13,75 a 27,5 amperios por decímetro cuadrado, siendo precipitado el níquel en exceso de la saturación de un modo continuo en forma de sulfato. El voltaje en la cuba y las densidades de corriente son esencialmente los mismos que para el baño de baja temperatura que contenga 15 % de ácido sulfúrico y 63 % de ácido ortofosfórico, pero las duraciones de los tratamientos son más cortas por la alta eficacia anódica de los baños que contienen aluminio trivalente y cromo trivalente utilizados a elevada temperatura.

En consecuencia aunque el empleo del aluminio trivalente y del cromo trivalente no es esencial para la producción de brillantes pulimentos espejados del níquel en un baño que contenga una mezcla de ácido sulfúrico y ácido ortofosfórico, la adición de dichos ingredientes sirve para



181616

- 5 -

hacer posible el electropulimento en condiciones más fa-  
vorables para la marcha continua de la operación, sin que  
sean necesarias cubas separadas ni tratamientos especia-  
les de regeneración del baño. Solo precisa realizar oca-  
sionales filtraciones para retirar el precipitado de sul-  
fato de níquel.

La adición de aluminio trivalente o de aluminio triva-  
lente y cromo trivalente, produce un efecto semejante en  
todos los baños con mezclas de ácido sulfúrico y ácido fos-  
fórico antes citados, como se ha evidenciado por el hecho  
de que la adición de aluminio trivalente y cromo trivalente  
a un baño que contenga 15 % de ácido sulfúrico y 63 % de  
ácido ortofosfórico diluidos en el 27 % de agua sirve para  
obtener electropulimentos continuos, posibles de 46° C. a  
55° C. La adición de aluminio trivalente, o de aluminio  
trivalente y cromo trivalente, elimina el picado y permi-  
te obtener electropulimentos a elevadas temperaturas emplean-  
do densidades de corriente más bajas que las que suelen  
ser requeridas para tal operación. Las temperaturas propias  
para el trabajo industrial pueden ser escogidas entre 38° C.  
y 99° C. en baños que eliminan la necesidad de un tratamien-  
to especial de reconstitución. La escala de temperaturas  
particulares de trabajo es muy extensa, y por ello han de  
escogerse aquéllas según la composición del baño. Han de  
hacerse mayores adiciones en proporción a las precisas al  
empezar la operación, a medida que el correspondiente baño  
compuesto de la mezcla de ácido sulfúrico y ácido fosfóri-  
co es empleado. Sin embargo, el exceso de níquel disuelto



181616

- 6 -

seguirá siendo precipitado en forma de una sal que pueda ser retirada de la cuba de pulimento.

Ejemplos demostrativos de baños que contienen aluminio trivalente y cromo trivalente son dados a continuación:

5           Un baño que contenga 15 % de ácido sulfúrico y 63 % de ácido ortofosfórico junto con de 0,5 a 2,6 % de aluminio trivalente dará un terso y brillante electropulimento del níquel a 80° C. con una densidad de corriente de 13,75 a 27,5 amperios por decímetro cuadrado. El baño preferible  
10 es el que contiene adicionado de 0,5 a 1,4 % de cromo trivalente. La cantidad exacta de aluminio y cromo adicionados al baño dependen en cierto modo de la temperatura. Para una operación a 85° C. pueden ser adicionados de 0,5 a 1 % de aluminio trivalente y 0,9 % de cromo trivalente.  
15 Para operar a 99° C. se adicionará 2,6 % de aluminio trivalente y 1,4 % de cromo trivalente. Todos estos baños dejan precipitar el exceso de sulfato de níquel disuelto, a temperaturas de 80° C. o más. El voltaje en la cuba permanece constante en el valor correspondiente al baño saturado con de 0,5 a 1 % de níquel. Debe añadirse a intervalos  
20 agua, para mantener la composición del baño.

La adición de aluminio trivalente, o de aluminio trivalente y cromo trivalente, es también eficaz para mejorar la operación en otras baños de electropulimento del níquel que contenga una mezcla de ácido sulfúrico y ácido fosfórico. Se aseguran muy buenos resultados adicionando 1 % de aluminio trivalente y 1% de cromo trivalente a un baño que  
25 contenga 20 % de ácido sulfúrico y 67 % de ácido ortofos-

181616



- 71 -

fórico. Sin embargo, el baño que contiene 15 % de ácido sulfúrico y 65 % de ácido ortofosfórico produce los mejores resultados de electropulimento, y posee las más favorables características de voltaje, tal como se vé en el siguiente cuadro. . .

Cualquiera de las mezclas únicamente de ácido fosfórico y de ácido sulfúrico que figuran en el cuadro dan a la temperatura de 80 grados centígrados pulidos picados, y son todas aptas para producir pulidos satisfactorios a temperaturas superiores con densidades de corriente menos elevadas, a consecuencia de la adición de aluminio trivalente con o sin cromo trivalente, manteniéndose en la misma la relación entre la proporción  $H_2SO_4/H_3PO_4$  y la tensión de cuba.

CUADRO I

PROPORCION $H_2SO_4/H_3PO_4$ en el baño	60° C.		80 C.	
	tensión de cuba a 13'5 amp/dm <sup>2</sup>	tensión de cuba a 27 amp/dm <sup>2</sup>	tensión de cuba a 13'5 amp/dm <sup>2</sup>	tensión de cuba a 27 amp/dm <sup>2</sup>
0	4:5	6:0	4:0	5:5
0:1	4:2	5:6	3:7	4:7
0:2	3:4	4:6	3:0	4:0
0:3	4:2	5:3	3:5	5:0
0:4	4:5	5:5	3:8	5:2
0:5	4:4	5:5	3:8	5:1
0:6	4:5	5:4	3:8	4:9
0:7	4:2	5:3	3:7	4:7
0:8	4:1	5:3	3:7	4:6
0:9	4:5	5:2	3:7	4:6
1:0	4:4	5:4	3:9	4:8

15

La composición cuantitativa y temperaturas de funcio-

# 181616



- 8 -

namiento de los baños particulares para el pulido electro-  
lítico del níquel se establecen como sigue:

CUADRO II

	baño nº 1	baño nº 2	baño nº 3	baño nº 4
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> - - - - -	14'5	14'9	13	10
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> - - - - -	60'6	62'3	56	62
Al <sup>+3</sup> - - - - -	2'4	0'5	2'6	2'2
Cr <sup>+3</sup> - - - - -	1'3	0'3	1'4	nada
agua- - - - -	residuo	residuo	residuo	residuo
Ni <sup>+2</sup> - - - - -	0'5-1	0'5-1	0'5-1	0'5-1
temperatura de funcionamiento	80°C.	46-55°C.	45-55°C.	80°C.

Los baños 1 a 3 son más fáciles de mantener en buenas  
condiciones para el pulido electrolítico, y por ello son  
5 preferibles al baño 4.

Como lo demuestra la composición de baño 4 la asocia-  
ción del cromo trivalente no es absolutamente necesaria por-  
que el aluminio trivalente produce por sí solo los efectos  
deseados. El cromo trivalente por sí solo no es eficaz, co-  
10 mo el aluminio trivalente. Para lograr mayor eficacia deben  
adicionarse ambos.

Los baños de la presente invención son utilizables pa-  
ra el electropulimento del níquel que tenga aliados otros  
ingredientes en proporciones tales que no afecten las condi-  
15 ciones del níquel para el tratamiento electrolítico. Los  
principios de la invención incluyen ampliamente el electro-  
pulimento del níquel en baños que contengan aluminio triva-  
lente a los cuales puede ser adicionado cromo trivalente,  
siendo satisfactorias relativamente débiles densidades de



corriente y temperaturas que alcancen 46° C., 55° C. o 70° C.  
La adición del aluminio y el cromo trivalentes tiene espe-  
cial interés para el electropulimento del níquel a eleva-  
da temperatura, tal como cuando el electropulimento es  
5 llevado a término rápidamente, ya que las citadas adiciones  
reducen las exigencias de densidad de corriente de tales ba-  
ños.

Algunos detalles de composición y manera de proceder  
pueden variar en un amplio margen sin salirse del campo de  
10 la invención, y que por consiguiente la patente no ha de con-  
siderarse limitada más que por el cumplimiento de lo especi-  
ficado en las siguientes reivindicaciones.

## N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presen-  
te memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la explo-  
15 tación exclusiva de:

1.- Un procedimiento para el pulimento electrolítico  
continuo del níquel, que consiste en hacer actuar el metal  
que se ha de pulir como ánodo en un electrolito que contenga  
aluminio trivalente.

20 2.- Un procedimiento para el pulimento electrolítico  
continuo del níquel, tal como el especificado en 1, caracte-  
rizado por el hecho de emplear un electrolito que contenga  
entre otros elementos, el aluminio trivalente.

25 3.- Un procedimiento para el pulimento electrolítico  
continuo del níquel, tal como el especificado en 2, caracte-  
rizado por el hecho de que electrolito contiene además cromo  
trivalente.

181616



- 10 -

4.- Un procedimiento para el pulimento electrolítico continuo del níquel, tal como el especificado en 2 y 3, caracterizado por el hecho de que las concentraciones en el electrolito están comprendidas entre 5 por 100 y 85 por 100 de ácido sulfúrico, entre 5 por 100 y 2'6 por 100 de ácido ortofosfórico, entre 0'5 por 100 y 2'6 por 100 de aluminio trivalente y entre 0 y 1'4 por 100 de cromo trivalente, estando el complemento hasta 100 esencialmente formado por agua y quedando el título total ácido comprendido entre el 50 por 100 y el 90 por 100.

5.- Un procedimiento para el pulimento electrolítico continuo del níquel, tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de utilizar un electrolito tal como el especificado en 4 y por el empleo de una densidad de corriente comprendida entre 13'5 y 27 amperios por decímetro cuadrado a una temperatura comprendida entre 38 y 99 grados centígrados.

6.- Un procedimiento para el pulimento electrolítico continuo del níquel, tal como el especificado en 2 y 3, caracterizado por el hecho de que las concentraciones en el electrolito están comprendidas entre el 75 y el 84 por 100 de ácido ortofosfórico, del 0'25 al 2 por 100 de aluminio trivalente y del 0 al 2 por 100 de cromo trivalente, estando el complemento, hasta 100, esencialmente constituido por agua.

7.- Un procedimiento para el pulimento electrolítico continuo del níquel, tal como el especificado en 2, 3 y 4, caracterizado por el hecho de tener el electrolito, destinado



181616

- 11 -

a ser utilizado a 99 grados centígrados, concentraciones del 15 por 100 de ácido sulfúrico y el 63 por 100 de ácido ortofosfórico, el 2'6 por 100 de aluminio trivalente y el 1'4 por 100 de cromo trivalente, estando el complemento hasta 100 esencialmente constituido por agua con un poco de sulfato de níquel.

8.- Un procedimiento para el pulimento electrolítico continuo del níquel, tal como el especificado en 2, 3 y 4 caracterizado por el hecho de tener el electrolito destinado a ser utilizado a 80 grados centígrados concentraciones del 14'5 por 100 de ácido sulfúrico y del 60'6 por 100 de ácido fosfórico, 2'4 por 100 de aluminio trivalente y 1'3 por 100 de cromo trivalente, estando el complemento hasta 100, esencialmente constituido por agua con 0'5 a 1 por 100 de níquel trivalente.

9.- Un procedimiento para el pulimento electrolítico continuo del níquel, tal como el especificado en 2, 3 y 4, caracterizado por el hecho de tener el electrolito destinado a ser utilizado a una temperatura comprendida entre 46 y 55 grados centígrados, concentraciones de 14'9 por 100 de aluminio trivalente, 0'3 por 100 de cromo trivalente y el complemento, hasta 100, esencialmente constituido por agua con de 0'5 a 1 por 100 de níquel trivalente.

10.- Un procedimiento para el pulimento electrolítico continuo del níquel, tal como el especificado en 2, 3 y 4, caracterizado por el hecho de tener el electrolito, destinado a ser utilizado a una temperatura comprendida entre 45 y 55 grados centígrados, concentraciones de 13 por 100 de



181616

- 12 -

ácido sulfúrico, de 56 por 100 de ácido fosfórico, de 2'6 por 100 de aluminio trivalente, de 1'4 por 100 de cromo trivalente y el complemento, hasta 100, esencialmente constituido por agua con de 0'5 a 1 por 100 de níquel trivalente.

5           11.- Un procedimiento para el pulimento electrolítico continuo del níquel, tal como el especificado en 2, 3 y 4, caracterizado por tener el electrolito, destinado a ser utilizado a 80 grados centígrados, concentraciones de 10 por 100 de ácido sulfúrico, de 62 por 100 de ácido fosfórico, de 2'2 por 100 de aluminio trivalente y el complemento, hasta 100, esencialmente constituido por agua con de 10  
15           0'5 a 1 por 100 de níquel trivalente.

12.- 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 electrolítico del níquel"

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

Barcelona, 30 de Diciembre de 1947.

P. p. de: Sociéte JACQUET HISPANO-SUIZA.