

26 MAR 1965

307672

P - 28.279

Case P. 241/250



MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 29 de Diciembre de 1.964, con el núm. 307.672

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de ALBRIGHT & WILSON (MFG) LIMITED, entidad británica establecida en Oldbury, cerca de Birmingham, Warwickshire, Inglaterra, por:

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA PREPARACION DE COMPOSICIONES PARA ABRILLANTAR EL ALUMINIO O SUS ALEACIONES"

=====

Este invento se refiere al abrillantamiento de aluminio y sus aleaciones.

El abrillantamiento de aluminio y sus aleaciones por un procedimiento de pulido químico está resultando empleado de manera creciente. Este procedimiento comprende sumergir el artículo de aluminio durante un corto período en una composición química mantenida normalmente a temperatura elevada; es disuelta una pequeña cantidad de aluminio del artículo, y después del tratamiento la superficie del artículo tiene una reflectividad especular aumentada. El

5

10

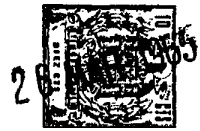


pulido electroquímico del aluminio se emplea también algunas veces, pero menos frecuentemente; aquí el artículo de aluminio es puesto como anodo en un electrolito apropiado para un corto tratamiento en el que tiene lugar una diso-
5 lución selectiva de la superficie del artículo para proveerla con un brillo mejorado.

Han sido descritos muchos tipos de composiciones químicas de pulido para el aluminio, pero la utilizada mas comunmente es basicamente una mezcla de ácido fosfórico
10 concentrado y una pequeña proporción de ácido nítrico concentrado, es decir que contiene como ingredientes esenciales una proporción principal de ácido fosfórico y proporciones menores de ácido nítrico y agua. Sin embargo, se acostumbra incluir en la composición una proporción significativa de ácido sulfúrico concentrado ya que mejora el
15 acabado comunicado a la superficie de aluminio por la composición pulidora. Tal composición es hecha actuar normalmente a una temperatura entre 80 y 125°C. Pueden estar presentes también cantidades menores de otros compuestos
20 para acrecentar el efecto de la composición o hacer más fácil su modo de empleo.

Aunque se emplea comunmente esta composición ácida concentrada, como en determinadas circunstancias se puede hacer que proporcione un acabado altamente especular
25 sobre el aluminio con una alta claridad de imagen, su utilización va acompañada por el inconveniente de que, mientras es mantenida a temperaturas elevadas durante períodos de inación y particularmente durante la utilización a estas temperaturas, se desprenden de la composición cantidades
30 copiosas de humos nitrosos consistentes en dióxido de nitro

307872



5 geno y óxidos nítrico y nitroso. Por ésto, es necesario
instalar un equipo de extracción de humos y de lavado para
separar el dióxido de nitrógeno perjudicial, y tal equipo
es caro. Hemos hecho intentos para reducir la cantidad des
prendida de humos nitrosos, reduciendo la concentración en
ácido nítrico de las composiciones, pero ésto dió como re-
sultado un brillo inferior del aluminio. Se hicieron otros
intentos en un esfuerzo de reducir el contenido "in si-tu"
compuestos nitrosos, por adición a la composición de com-
puestos de urea o amonio, pero ésto no solamente redujo el
desprendimiento de humos nitrosos, sino también el brillo
del artículo pulido. Así, parece que la presencia de com-
puestos nitrosos en este tipo de composición es esencial si
su utilización es para proporcionar un nivel de brillo sa-
tisfactorio.

15 Se ha descubierto ahora que si el nitrato cupri-
co reemplaza el ácido nítrico libre en la composición, es
decir el ácido nítrico que es incorporado a la composición
como tal, el grado de brillo no queda seriamente afectado
pero se reduce significativamente el desprendimiento del
dióxido de nitrógeno nocivo. Esto es sorprendente, ya que
hasta ahora se suponía que la presencia de ácido nítrico
libre en la composición era esencial si se había de lograr
un brillo especular. Se ha encontrado que este efecto de
reducción de humos parece ser exclusivo de la utilización
de nitrato cuprico ya que hemos encontrado que se ocasiona
un brillo muy inferior o nulo del aluminio cuando se emplea
nitrato de manganeso, níquel, cobalto, zinc o plomo, en lu-
gar del nitrato cuprico. Se ha encontrado también que tal
composición que contiene nitrato cuprico en lugar del ácido
nítrico libre puede ser utilizada para el pulido electroli-
tico del aluminio y sus aleaciones en un procedimiento com-



binado de pulido químico y electrolítico.

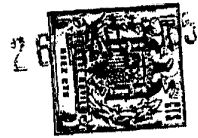
El nitrato cuprico ha sido evocado precedentemente para su utilización como aditivo en una composición de pulido químico de aluminio, pero solamente en proporciones pequeñas como aditivo para mejorar la eficacia de abrillan-
5 tamiento de la composición, y tal composición ha contenido siempre una cantidad sustancial de ácido nítrico libre que ha producido un aumento en el desprendimiento de humos nitrosos.

10 Por consiguiente, desde un aspecto, el invento proporciona una composición para el abrillantamiento de aluminio o sus aleaciones, de la que el ácido nítrico libre está sustancialmente ausente, y que comprende como ingredientes esenciales ácido fosfórico, agua en una cantidad
15 que no exceda del 25% en peso de la composición total y nitrato cuprico en una cantidad de 0,5 a 20% en peso de la composición.

Desde otro aspecto, el invento proporciona un procedimiento de abrillantar un artículo de aluminio o de
20 una aleación en éste, que comprende tratar el artículo con una composición del invento a una temperatura entre 80 y 125°C, preferiblemente entre 90 y 110°C, durante un período de 0,5 a 10 minutos, preferiblemente entre 1 y 5 minutos; si se desea, durante casi todo, o parte de, el tratamiento,
25 el artículo puede ser puesto como anodo en un sistema electrolítico en el que dicha composición es el electrolito.

Sorprendentemente, se ha encontrado también que la regeneración de dicha composición para un uso continuado puede llevarse a cabo, si se desea, por la adición de cantidades limitadas de ácido nítrico libre sin un aumento sig-
30

3 0 7 6 7 2



nificativo en la cantidad de dióxido de nitrógeno desprendido, durante el subsiguiente abrillantamiento del aluminio, en la composición. Con tal que la cantidad de ácido nítrico añadida de esta manera no aumente sustancialmente el contenido total en nitrato de la composición por encima de su valor original, la composición regenerada de esta manera es no obstante una "de la que el ácido nítrico libre está sustancialmente ausente", de manera que sigue siendo una composición del invento.

Por consiguiente, el presente invento proporciona también un método de regenerar una composición usada, es decir una composición del invento después de haber sido utilizada para el abrillantamiento de aluminio o de sus aleaciones de acuerdo con el procedimiento del invento, cuyo método comprende la adición de ácido nítrico a la composición usada en una cantidad tal que el contenido total de nitrato de la composición no excede sustancialmente del de la composición de constitución original. El invento proporciona también un procedimiento para el abrillantamiento de un artículo de aluminio, o de una aleación de éste, en el que se hace uso de tal composición regenerada.

El ácido fosfórico presente en la composición del invento es normalmente ácido ortofosfórico, aunque puede ser total o parcialmente ácido pirofosfórico u otro ácido fosfórico condensado. Es conveniente utilizar ácido fosfórico concentrado de peso específico de 1,70 a 1,75. El agua está presente normalmente en la composición únicamente en la extensión en que está presente en el ácido fosfórico concentrado comercial y en cualquier otro ácido concentrado presente, aunque se pueden añadir pequeñas cantidades adi-



cionales de agua, con tal que el contenido total en agua de la composición no exceda del 25% en peso de la composición.

5 La cantidad de nitrato cuprico presente puede ser de 0,5 a 20%, preferiblemente de 2 a 5%, en peso de la composición; el margen de cantidades para una eficacia optima depende en cualquier caso de la constitución del resto de la composición y puede ser determinado fácilmente por experimentos a pequeña escala. Se encuentra frecuen-

10 temente que este margen optimo es menor que el esperado si el nitrato cuprico reemplazase simplemente el ácido nítrico libre en una composición comparable; se supone que es debido al uso más eficaz del ion nitrato en el presente procedimiento y a haber evitado las pérdidas por evapora-

15 ción cuando se emplea ácido nítrico libre. También es reducida la cantidad requerida de nitrato cuprico, si está también presente en la composición nitrato amónico. El nitrato cuprico es consumido durante el procedimiento del invento, por lo que de forma preferida es incorporado inicial-

20 mente a la composición con el valor máximo del margen de eficacia óptima y, cuando la cantidad presente ha sido reducida al mínimo de este margen, se efectua una renovación apropiada de la composición tal como se describe seguidamente. Si se desea, las concentraciones deseadas en

25 ion cobre y nitrato se pueden obtener "in situ" en la composición por incorporación a ésta de sulfato cuprico y nitrato de amonio, metal alcalino y/o aluminico.

30 Se prefiere que la composición comprenda también ácido sulfúrico, ya que el acabado de superficie brillante comunicado al aluminio en el procedimiento del invento

3 0 7 3 7 2



150

5 es normalmente acrecentado entonces. Es usual emplear ácido sulfúrico concentrado de peso específico 1,84, de manera que no aumente indebidamente el contenido en agua de la composición. La cantidad de ácido sulfúrico puede ser cualquier cantidad hasta de 50% en peso sobre el peso de ácido fosfórico presente en la composición, pero se prefiere que esta cantidad sea de 5 a 25% en peso sobre el peso del ácido fosfórico.

10 Otros constituyentes potestativos preferidos de la composición son los iones amonio en una cantidad hasta de 5% en peso de la composición. Estos pueden ser añadidos como amoniaco o en forma de nitrato, sulfato o fosfato amonico, prefiriéndose particularmente la utilización de nitrato amonico, ya que posibilita que sea reducida la cantidad presente de nitrato cuprico.

15 Es considerada por el presente invento la inclusión de otros ingrediente en la composición, por ejemplo hasta de 5% en peso sobre la composición, de cada uno de los siguientes: ácido clorhídrico, ácido bórico, sulfato ferroso, compuestos de titanio o vanadio, ácido oxálico o tartárico, o carboximetilcelulosa como agente humectante, pero no parece resultar de esto ninguna ventaja particular con la mayoría de composiciones del invento. Sin embargo, se ha encontrado que algunos agentes humectantes, particularmente agentes tensioactivos no ionicos, aumentan la velocidad de disolución del aluminio durante el abrillantamiento.

20 La composición del invento se utiliza para abrillantar aluminio y sus aleaciones. El aluminio puede ser aluminio de pureza comercial, es decir de 99,0% de pureza aunque se obtiene un brillo mayor con aluminio superpuro de 25 99,99% de pureza, aleado potestativamente con pequeñas can-

30



tidades de magnesio.

El procedimiento del invento se lleva a cabo su-
mergiendo el artículo a abrillantar en la composición duran-
te 0,5 a 10 minutos, preferiblemente 1 a 5 minutos, mante-
niéndose la composición entre 80°C y 125°C, preferiblemente
5 entre 90°C y 110°C; en la mayor parte de los casos es ade-
cuada una duración de tratamiento de tres minutos a 100°C.
Después del tratamiento, el artículo sumergido es sañado
rápidamente, lavado y secado. Preferiblemente, el lavado
10 comprende sumergir sucesivamente el artículo abrillantado
en una serie de líquidos de lavado, por ejemplo en agua ca-
liente, seguida por una solución "desenlodadora, despues,
por agua fría y finalmente por agua caliente desmineraliza-
da, antes de secar. La utilización de estos líquidos de
15 lavado finaliza rápidamente la acción abrillantadora que
de otra manera continuaría debido a que parte de la composi-
ción se adhiere al artículo después de sacarlo de ella. La
solución "desenlodadora" deberá ser tal que dé como resul-
tado rápidamente la eliminación de cualquier cantidad de co-
20 bre adheridas a la superficie del aluminio; se ha encontrado
que es particularmente apropiada una mezcla sustancialmen-
te a 1:1 de ácido nítrico (peso específico 1,42) y agua,
aunque se puede utilizar alternativamente una mezcla de áci-
do cromico/ácido fosfórico o una mezcla de bisulfato acido
25 y dicromato de sodio.

Si se desea, la acción de pulido puede ser acom-
pañada por una acción de pulido electrolítico. En tal pro-
cedimiento el artículo a abrillantar es puesto como anodo
con la composición como electrolito. Seguidamente es hecha
30 pasar una corriente entre aproximadamente 10 y 20 voltios,

307872

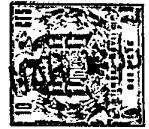


503

entre el artículo y un catodo, que puede ser un electrodo
separado o el recipiente de la composición. El artículo
es sometido primeramente a un corto período inicial de pu-
lido químico antes de que la corriente eléctrica sea conec-
5 tada para completar el abrillantamiento por un método combi-
nado de pulido químico y electrolitico ; de esta manera se
logra normalmente un brillo acrecentado. Si se desea se
puede desarrollar un método de "pulido por contacto", en
el cual un contra-electrodo de un metal catodico con respec-
10 to al aluminio es colocado en la composición, separado a
una distancia uniforme del artículo a abrillantar, y el ar-
tículo y el contra-electrodo son conectados por un conduc-
tor eléctrico.

El artículo de aluminio que ha sido abrillantado
15 por el procedimiento del invento puede ser recubierto sub-
siguientemente, si se desea, con una capa transparente de
barniz o ser sometido a un tratamiento de anodizado para
proveer el artículo de una resistencia aumentada a la corro-
sión. Un tratamiento de anodizado efectuado sobre aluminio
20 de pureza comercial puede reducir en cierto grado el brillo
del acabado producido por la composición del invento. Las
calidades de aluminio de alta pureza y de pureza superior
no son afectadas de esta manera.

Durante su utilización para el abrillantamiento de
25 aluminio o de sus aleaciones, la composición es mantenida a
una temperatura elevada, de manera que el agua se evapora
de la composición; el ion nitrato es también consumido duran-
te el abrillantamiento y las sales de aluminio se acumulan
en la composición. La composición puede ser renovada por
30 adición periódica de ion nitrato, por ejemplo en forma de



5 nitrato cuprico, aunque se puede añadir también, o en lugar de aquel, nitrato amónico. Es también necesario reemplazar el agua evaporada de manera que el ion nitrato pueda ser añadido como solución acuosa. El creciente contenido de aluminio de la composición es controlado en cierto grado por su separación parcial como pérdidas "por escurriduras" de la composición. Estas pérdidas se resarcan o compensan "reponiendo" periódicamente la composición con una nueva cantidad de la composición abrillantadora original.

10 Esta "reposición" con composición original es una práctica normal en la técnica del abrillantamiento químico del aluminio y sus aleaciones. La acción abrillantadora de la composición parece que incluye la descomposición del nitrato cuprico presente con deposición de cobre metálico sobre

15 la superficie que está siendo pulida, de la cual es separado fácilmente por la utilización de una composición "desenlodadora" apropiada, tal como se ha mencionado previamente.

20 Aunque las composiciones del invento después de un período de utilización pueden ser regeneradas tal como se describe anteriormente, es también posible llevar a cabo la regeneración por adición nítrico libre a la composición, pero en una cantidad tal que después de la regeneración el contenido total en nitrato de la composición no exceda sustancialmente del de la composición de constitución original es decir de la composición no usada. La regeneración lleva consigo frecuentemente la adición tanto de ácido nítrico como de mezcla original. La determinación de la

25 cantidad de ácido nítrico libre a añadir en tal regeneración se efectúa de la manera más conveniente por análisis

30



del contenido en nitrato de la composición. Tal análisis es convenientemente un proceso analítico volumetrico en el que se toma una pequeña muestra de la composición de volumen conocido, preferiblemente 5 ml. y se coloca en un vaso de precipitados seco. A este se añade, aproximadamente 20 veces el volumen de la muestra de ácido fosforico concentrado y se valora la solución a 40-45°C. frente a una solución normal o patrón de sulfato ferroso hasta que se forma la primera coloración permanente pardo-dorada. Si el volumen de la muestra tomada es de 5 ml., el contenido en ion nitrato de la composición se dá en términos de contenido equivalente de ácido nítrico por la expresión % (v/v) HNO_3 (peso específico 1,42) = $5,3 \frac{y}{x}$, en que y es la concentración observada de sulfato ferroso y x es una normalidad obtenida por valoración de 25 ml. de solución patrón de dicromato potásico 0,5 N frente a sulfato ferroso, utilizando ferricianuro potásico como indicador externo. Cuando se utiliza este método de análisis, es conveniente añadir a la composición una cantidad de ácido nítrico concentrado de peso específico 1,42, correspondiendo la cantidad añadida a la diferencia entre el contenido en ion nitrato expresado sobre esta base y el valor para la composición original. Se ha encontrado que si se trabaja frecuentemente con la composición para abrillantar aluminio mientras está a una temperatura de 80°C o superior, el contenido en agua de la composición se mantiene frecuentemente sustancialmente constante por adición de ácido nítrico de peso específico 1,42 (que contiene aproximadamente 30% en peso de agua) para renovar el contenido en nitrato de la composición tal como se ha explicado anteriormente.

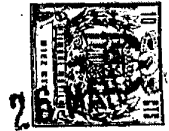


Sin embargo, es normalmente necesario revisar pe-
riódicamente el peso específico de la composición y añadir
entonces una pequeña cantidad de agua si es necesario. La
pérdida de agua por evaporación y la acumulación de sales
de aluminio en la composición, resultante de la disolución
5 de aluminio durante el abrillantamiento, da cada una de ellas
como resultado una elevación del peso específico de la com-
posición. La experiencia ha mostrado que al peso específico
de la composición no se le deberá permitir exceder de un va-
10 lor de 0,10, preferiblemente no mas de 0,05, por encima del
valor de la composición original, que normalmente está entre
1,65 y 1,85 y que deberá ser controlado dentro de estos lí-
mites por adición del agua necesaria.

De esta manera un aumento en el peso específico
15 de la composición debido a un aumento de contenido en alumini-
o disuelto es contrarrestado por la adición de agua. Se
ha encontrado que el aumento del contenido de agua de la com-
posición cuando se acumula el contenido en aluminio disuelto
de la composición, aumenta la vida de la composición, fre-
20 cuentemente hasta un grado tal que todavía se logra un grado
satisfactorio de brillo para el "contenido estabilizado de
aluminio" de las composiciones, es decir para el máximo en
concentración de aluminio disuelto, que aparece cuando la
cantidad de aluminio que se añade a la composición por diso-
25 lución es contrapesada por la cantidad pérdida por la compo-
sición debido a las pérdidas por "escurriduras", cuyas pér-
didas son compensadas por la adición de una composición de
la constitución original que no contiene aluminio disuelto.

Así, hemos encontrado que, cuando las pérdidas por
30 "escurriduras" y la renovación equilibran de manera que se

307872



5 mantiene una concentración apropiada de aluminio, tal como es frecuentemente el caso, muchas composiciones del invento de la especificación original tienen una vida casi indefinida si las pérdidas por "escurriduras" son repuestas por
5 adición de la composición original, el ion nitrato consumido es reemplazado por la adición de cantidades controladas de ácido nítrico libre (preferiblemente de peso específico 1,42) y/o de nitratos de amonio, metal alcalino, cuprico o de aluminio, y se añade el agua necesaria de manera que el
10 peso específico no pase de 0,10, y preferiblemente no pase de 0,05, por encima del valor de la composición original.

Las composiciones preferidas para la utilización presente tienen una constitución original de 60-80% en peso de ácido ortofosforico; 5-25% en peso de ácido sulfurico;
15 2-5% en peso de nitrato cuprico; y hasta un 3% en peso de nitrato amonico, siendo el resto esencialmente agua. Tales composiciones tendrán un peso específico inicial entre 1,70 y 1,75 aproximadamente; se prefiere una composición de peso específico inicial de 1,72 y no se le deberá permitir aumentar durante la operación hasta un valor mayor que 1,85.
20 Convenientemente el ácido fosforico es incorporado a la composición como ácido concentrado comercial de peso específico 1,65, 1,70 o 1,75, preferiblemente de 1,75. El ácido sulfurico es incorporado como ácido concentrado comercial de peso específico 1,84.
25

El invento será ilustrado ahora por los siguientes ejemplos:

EJEMPLO 1:

30 Se preparó una composición disolviendo nitrato

307272



cuprico y nitrato amonico en una mezcla de acido ortofosforico concentrado (peso especifico 1,70) y acido sulfúrico concentrado (peso especifico 1,84) para producir la siguiente composición:

	<u>% en peso</u>
5	
Acido ortofosforico	73,5
Acido sulfúrico	9,8
Nitrato cuprico	2,5
Nitrato amonico	1,0
10	
Contenido total en agua	13,2
	<hr/>
	100,0%

Esta composición tiene una concentración en ion nitrato de 3,5% v/v, expresada sobre la base de una solución al 70% en peso de ácido nítrico, es decir ácido nítrico de peso específico 1,42. Esta composición fué calentada a 90-110°C y seguidamente fueron suspendidos en la composición durante 3 minutos unos discos de aleación de aluminio de una pureza tal como la citada más abajo, Después de separarlos fueron lavados sucesivamente en agua a 60°C, en ácido nítrico (mezcla 1:1 de ácido de peso específico 1,42 y agua), en agua fria y en agua caliente desmineralizada antes de secar. El brillo de los discos resultantes puede ser descrito como sigue.

La reflectividad especular de cada uno de los discos tratados se comparó con relación a la reflexión interna total de luz incidente sobre la cara hipotenusa de un prisma recto de vidrio óptico a 45° (que se supone que tiene una reflectividad especular de 90%) de acuerdo con el método de la British Standard Specification nº 1615/1961 (apéndice F).

3 0 7 8 7 2



Los resultados se representan más abajo juntamente con las reflectividades especulares de las calidades no tratadas de aluminio, tal como se dan en dicha British Standard Specification nº 1615/1961.

5

Naturaleza de la muestra de aluminio (% de pureza del aluminio)	Reflectividad especular del disco tratado (%)	Reflectividad especular del disco no tratado (%)
99,0	78	-
99,5	80	25-50
99,8 (aleación con magnesio)	80	50-75
99,99	82	más de 75

15

La medición cuantitativa de la cantidad de dióxido de nitrógeno presente en la atmósfera directamente encima de la composición durante el uso, mostró que aquella era solamente un octavo aproximadamente de la existente cuando el nitrato cuprico fué reemplazado por ácido nítrico libre en una cantidad suficiente para comunicar un acabado superficial equivalente sobre el aluminio.

20

25

Después de un cierto tiempo se encontró que el grado de abrillantamiento obtenido con la composición se deterioró y que la superficie de aluminio tratada con ella se empañó. Esta superficie fué eliminada y se restauró el nivel de abrillantamiento por adición de nitrato cuprico o de un metal alcalino. Sin embargo, se encontró igualmente posible regenerar con ácido nítrico de peso específico 1,42. Así, se encontró por análisis el contenido en nitrato de la composición y se restauró a su concentración original por adición de ácido nítrico de peso específico 1,42. Esto pro-

30



dujo una mejora marcada en la calidad del abrillantamiento.
 Con disminuciones sucesivas de la concentración en ion ni-
 trato, se encontraron posibles regeneraciones sucesivas con
 ácido nítrico; no se produjo una caída significativa en la
 5 calidad del abrillantamiento obtenido. Se encontró que la
 regeneración con ácido nítrico de esta manera no ocasiona
 una elevación en la cantidad de dióxido de nitrógeno des-
 prendido durante el abrillantamiento del aluminio, y que es-
 ta cantidad era considerablemente menor que la cantidad de
 10 humos desprendidos de una composición comparativa de conte-
 nido equivalente en nitrato, pero en la que el nitrato esta-
 ba en forma de ácido nítrico libre en lugar de como sales
 de nitrato cúprico u otras como con la composición de la
 formulación principal. Esto era así tanto si se hacía una
 15 comparación visual, como una comparación cuantitativa, utili-
 zando el método Dräger.

EJEMPLO 2:

Se preparó otra composición como en el ejemplo 1.
 20 Esta tenía la siguiente constitución:

	<u>% en peso</u>
Acido ortofosforico	77,8
Acido sulfurico	4,9
25 Nitrate cuprico	2,5
Nitrato amonico	1,0
Contenido total en agua	13,8
	<hr/>
	100,0%

30

Se empleó esta solución para proporcionar un alto



grado de abrillantamiento a aleaciones de aluminio distintas que las conocidas como "comercialmente puras". La regeneración más afortunada fué cuando se hicieron adiciones de ácido nítrico (peso específico 1,42) para mantener la concentración de ion-nitrato de la mezcla en su valor original de 3,5% v/v, expresado como ácido nítrico de peso específico 1,42.

La cantidad de humos desprendidos fué considerablemente menor que en una composición convencional que contiene ácido nítrico libre en exceso sobre el requerido para formar nitrato de cobre.

EJEMPLO 3:

Se preparó una composición disolviendo sólo nitrato cúprico en ácido fosfórico concentrado de peso específico 1,70. Esta composición tenía la siguiente constitución:

	<u>% en peso</u>
Acido ortofosforico	80,8
Nitrato cúprico	5,0
Contenido total en agua	14,2
	<hr/>
	100,0%

Esta composición se empleó como en el ejemplo 1 y mostró que proporcionaba una superficie abrillantada sobre el aluminio, aunque ésta no era tan bruñida como la producida por las composiciones de los ejemplos 1 y 2 que contenían ácido sulfúrico, No obstante, la cantidad de dióxido de nitrógeno desprendida de la composición durante



la utilización se redujo mucho comparada con la cantidad desprendida de una composición comparable en que el nitrato cúprico había sido reemplazado por ácido nítrico libre.

Se encontró también que la regeneración de la solución con ácido nítrico (peso específico 1,42) era muy apropiada para llevar a la solución a su condición original. Con tal que la concentración en ion nitrato no excediese del valor original de 4,7% v/v expresado como ácido nítrico de peso específico 1,42, no hubo un cambio significativo en la cantidad de humos nitrosos desprendidos.

EJEMPLO 4:

Se preparó una nueva composición para tener la composición seguidamente dada:

15

	<u>% en peso</u>
Acido ortofosforico	80,8%
Nitrato cuprico	3,0
Nitrato amonico	2,0
20 Contenido total en agua	14,2

Los resultados para esta composición fueron esencialmente los mismos que en el ejemplo 3, en calidad de acabado, cantidad de humos nitrosos desprendidos y en la técnica de regeneración. La concentración en ion nitrato era de 5,0% v/v, expresada como ácido nítrico de peso específico 1,42.

25

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña el 30 de Diciembre de 1.963 bajo el núm. 51142/63 y el 14 de Mayo de 1.964 bajo el número 20104/64, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Pro

30

3 0 7 6 7 2



propiedad Industrial.

5

N O T A

10 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años son los siguientes:

15 1.- Mejoras introducidas en la preparación de composiciones para abrillantar el aluminio o sus aleaciones de las cuales está sustancialmente ausente el ácido nítrico libre, caracterizadas porque las mismas comprenden como ingredientes esenciales ácido fosfórico, agua en una cantidad que no excede de 25% en peso de la composición total y nitrato cuprico en una cantidad de 0,5 a 20% en peso de la composición.

20 2.- Mejoras según el punto 1 según las cuales las composiciones comprenden también ácido sulfúrico en una cantidad de hasta 50% en peso del peso del ácido fosfórico presente.

25 3.- Mejoras según el punto 2 según las cuales el ácido sulfúrico está presente en una cantidad de 5 a 25% en peso del ácido fosfórico presente.

4.- Mejoras según cualquiera de los puntos 1 a 3 según las cuales la cantidad de nitrato cúprico presente es de 2 a 5% en peso de la composición.

30 5.- Mejoras según cualquiera de los puntos anterior



res caracterizadas porque las composiciones comprenden también iones de amonio en una cantidad de hasta 5% en peso de la composición.

5 6.- Mejoras según cualquiera de los puntos anteriores según las cuales las composiciones tienen un peso específico de 1,65 a 1,85.

7.- Mejoras según el punto 6 según las cuales la composición tiene un peso específico de 1,70 a 1,75.

10 8.- Mejoras según los puntos anteriores, según las cuales las composiciones comprenden de 60 a 80% en peso de ácido ortofosforico, 5, a 25% en peso de ácido sulfurico, 2 a 5% en peso de nitrato cúprico y hasta 3% en peso de nitrato amónico, siendo el resto sustancialmente agua.

15 9.- Un procedimiento de abrillantar un artículo de aluminio o de una aleación del mismo, que comprende tratar el artículo con una composición preparada según cualquiera de los puntos anteriores a una temperatura de 80 a 125°C durante un período de 0,5 a 10 minutos.

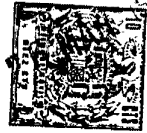
20 10.- Un procedimiento según el punto 9 en el cual el tratamiento se lleva a cabo a una temperatura de 90 a 110°C.

11.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 9 ó 10 en el cual el tratamiento se lleva a cabo durante un período de 1 a 5 minutos.

25 12.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 9 a 11, en el cual el artículo recibe primero un tratamiento inicial según cualquiera los puntos 9 a 11 y luego forma el ánodo de un sistema electrolítico en el cual dicha composición es el electrolito.

30 13.- Un procedimiento según el punto 12 en el cual

307872



se emplea una corriente de 10 a 20 voltios.

5 14.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 9 a 13 en el cual el artículo, rápidamente después de que ha sido realizado el tratamiento, es lavado sucesivamente con una serie de líquidos de lavado.

15.- Un procedimiento según el punto 14, en el cual uno de los líquidos de lavado es ácido nítrico diluido que corresponde en esencia a una mezcla 1:1 de ácido nítrico (peso específico 1,42) y agua.

10 16.- Un método de regenerar una composición usada, es decir una composición que ha sido preparada según cualquiera de los puntos 1 a 9, después de que ha sido usada para abrillantamiento de aluminio o de sus aleaciones según el procedimiento de cualquiera de los puntos 9 a 15, cuyo método comprende la adición de ácido nítrico a la composición
15 usada en una cantidad tal que el contenido total de nitrato de la composición no exceda en esencia del de la composición de constitución original.

20 17.- Un método de regeneración según el punto 16, en el cual el contenido en nitrato de las composiciones original y usada se determina por un procedimiento analítico volumétrico.

25 18.- Un método de regeneración según cualquiera de los puntos 16 ó 17 en el cual el ácido nítrico se añade como ácido de 1,42 de peso específico.

30 19.- Un método de regeneración según cualquiera de los puntos 16 a 18, en el cual se añade agua en la medida necesaria y el peso específico de la composición usada se mantiene a no más de 0,10 por encima del de la composición de constitución original.

307372



20.- Un método según el punto 19, en el cual el peso específico de la composición usada se mantiene dentro de 0,05 por encima o por debajo del de la composición de constitución original.

5 21.- Mejoras introducidas en la preparación de composiciones para abrillantar el aluminio o sus aleaciones.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

10 Esta Memoria consta de veintidos hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,
P. A.

26 MAR 1965

[Handwritten signature]
Alfredo de Cárdenas
E. P. P. P.

ACV.

[Handwritten initials]