



PATENTE DE INTRODUCCION

Le A 6508-Sp.

322776

Memoria Descriptiva

sobre

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE BAÑOS
PARA EL CHAPEADO QUIMICO"

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad ale-
mana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

Inventores:

Eberhard Zirngiebl
Heinz-Günter Klein

Ya se conocen los baños de chapeado químico para la obtención de revestimientos sobre superficies de metal o de material sintético. Como metales de revestimiento se emplean principalmente níquel y/o cobalto, pero sin embargo también se pueden precipitar

5.

322776



28 FEB 1968

- conjuntamente hierro o cinc con níquel y cobalto, medios de reducción conocidos son además de los hipofosfitos alcalinos ante todo los compuestos de boro con 1-4 átomos de hidrógeno ligados directamente al boro, por ejemplo los boronatos alcalinos o los N-alquilborazanos.
5. Para aumentar la velocidad del chapeado y el rendimiento de reducción se les pueden agregar a estos baños sales u otros compuestos de metales de los grupos IIb, IIIb, IVb, Vb y/o VIb del sistema periódico de los elementos.
10. Se ha demostrado sin embargo que los baños de chapeado tienden a segregar lentejuelas de metal o bien a descomponerse bajo formación de una precipitación negra tan pronto como en el transcurso del chapeado la concentración de los baños en metal de chapeado ha descendido en aproximadamente un 10 hasta un 25 %. En parte se pueden seguir empleando estos baños después de una filtración, pero el chapeado se para sin embargo en la mayoría de los casos después de breve tiempo y los baños deben desecharse o reponerse. Así se descompone por ejemplo
15. un baño de la composición 30 g/l de cloruro de níquel, 40 g/l de hidróxido sódico, 50 g/l de etilendiamina, 0,6 g/l de boranato sódico después de haberse extraído el 19,3% del níquel empleado al baño por el chapeado. Tampoco después de la filtración de este baño se presenta ningún chapeado más.
20. El objeto de la invención son baños de chapeado químico adecuados para la precipitación de metales sobre superficies de material sintético o metal, que contienen las sales de los metales a precipitar y los compuestos de hidrógeno bórico con 1 hasta 4 átomos de hidrógeno ligados
- 25.
- 30.

322776

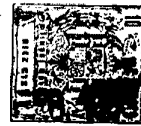


- al boro y que se caracterizan por un contenido en compuestos sulfúricos orgánicos solubles en agua con azufre bivalente formal. Los baños ácidos contienen además conocidas sustancias amortiguadas o tampón, los baños alcalinos los formadores de complejos conocidos y en caso dado sustancias amortiguadas o tampón. Además, estos baños pueden contener para aumentar el rendimiento de reducción y/o la velocidad de chapeado aditivos de metales químicamente ligados de los grupos IIb, IIIb, IVb, Vb y/o VIb del sistema periódico de los elementos.
- 5.
- 10.

- Mediante la adición de compuestos sulfúricos orgánicos solubles en agua con azufre bivalente formal a los baños de chapeado, que contienen como medio de reducción compuestos de hidrógeno bórico con 1 hasta 4 átomos de hidrógeno ligados directamente al boro, se mejora considerablemente la estabilidad de estos baños. Así se descompone por ejemplo un baño de níquel con una concentración óptima en sal de níquel ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) y boronato alcalino (NaBH_4) tan pronto como al baño de chapeado se le hayan retirado aproximadamente 25% del contenido original de níquel mediante el proceso de chapeado en una proporción de
- 15.
- 20.
- $$\frac{\text{Superficie cm}^2}{\text{Volumen del baño cm}^3} = \frac{0}{V} = 0,4.$$
- Agregando a un baño de igual concentración de partida en igual proporción $\frac{0}{V}$ 1,6 g/l de ácido tiodiglicólico entonces tampoco después de una precipitación del 75,65% del níquel (mediante chapeado) se presenta una descomposición.
- 25.

- Tampoco los rendimientos de reducción, referidos tanto al NaBH_4 como también a la sal de níquel, se mejoran considerablemente por la adición de compuestos sulfúricos orgánicos solubles en agua. Así se obtienen por ejemplo en un
- 30.

322776



baño de níquel con una concentración inicial de 30 g/l de cloruro sódico, 40 g/l de hidróxido sódico, 50 g/l de etilendiamina, 0,59 g/l de boranato sódico los siguientes valores para el rendimiento de reducción en dependencia de la cantidad de níquel precipitada por el chapeado:

5.

% de níquel precipitado	% de rendimiento de reducción
0 - 10,76	21,82
10,76 - 18,89	16,55
18,89 - 25,20	12,84

10.

Descomposición del baño.

En un baño de igual composición, que adicionalmente contiene 1,6 g/l de ácido tioglicólico se obtuvieron los resultados siguientes:

% de níquel precipitado	% de rendimiento de reducción
0 - 15,35	31,15
15,35 - 30,55	30,82
30,55 - 43,60	26,55
43,60 - 52,95	18,86
52,95 - 64,30	23,12
64,30 - 75,65	23,05

20.

Ninguna descomposición del baño

Los valores se encontraron después de que cada vez se habían consumido 0,59 g de boranato sódico para el chapeado.

25.

La adición de compuestos sulfúricos orgánicos solubles en agua con azufre bivalente formal a los baños de chapeado químico no solo logra una considerable estabilización de los baños, sino que al emplearse en los baños mixtos de cobalto-níquel se obtiene una precipitación preferente de níquel. Así se obtiene por ejemplo de una solución de

30.

322776

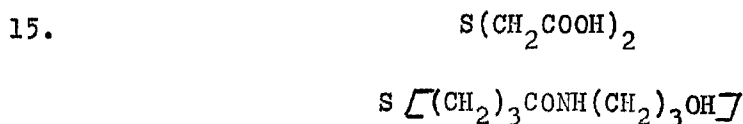


45 g de Ni(NH₃)₆Cl₂, 5 g de CoCl₂.6 H₂O, 5 g de NH₄Cl y 1 g de NaBH₄ en 1 litro de solución 2N de amoniaco a 50°C sobre superficies de metal o material sintético un revestimiento de Co-Ni que contiene 9,8% de Ni. De

- 5. un baño de igual composición, que adicionalmente contiene 1,0 g/l de ácido 3,4-difeniltiofendicarboxílico se obtuvo sobre superficies de metal o de material sintético un revestimiento de Co-Ni-B en el que se pudo demostrar un 31,7% de Ni.

10. Como ejemplos de los compuestos sulfúricos orgánicos solubles en agua con azufre bivalente formal sean mencionados:

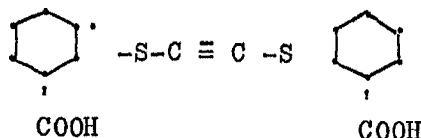
1) los ácidos carboxílicos alifáticos sulfurosos y derivados, por ejemplo;



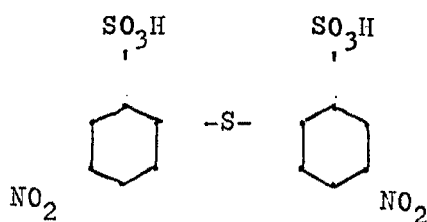
2) los ácidos carboxílicos mixtos sulfurosos, por ejemplo



3) los compuestos acetilénicos sulfurosos, por ejemplo



25. 4) los sulfuros aromáticos, por ejemplo:



322776



ejemplo N-dietilborazano, N-isopropilborazano, etc.

8 FEB 1966

- Facilitadores de la solución adecuados son por ejemplo el metanol, etanol, dioxano, etc. Como sustancias tampón para los nuevos baños de chapeado se pueden emplear por ejemplo el acetato sódico, el citrato sódico, el tartrato sódico, etc. formadores de complejos adecuados son por ejemplo el amoniaco y las minas, tal como por ejemplo etilendiamina, etanolamina, etc.
- 5.

EJEMPLO 1.

10. En 5 baños de chapeado químico a, b, c, d y e, cada uno con 1 litro de líquido de baño compuesto de 30 g/l de cloruro de níquel, 40 g/l de hidróxido sódico y 50 g/l de etilendiamina se suspenden cada vez dos placas ponderadas de cobre y dos placas de latón con una superficie de 1 dm²/placa. A los baños b, c, d y e se agregan b=0,2 g, c=0,4 g, d=0,8 g y e=1,6 g de ácido tiodiglicólico. El baño a no contiene ningún aditivo de ácido tiodiglicólico. Los baños se calientan a 90°C y a cada baño se agregan 0,59 g de boronato sódico (al 100%) que
15. antes se disolvieron en aproximadamente 50 cm³ del líquido del baño. Después de agregar el medio de reducción se inicia inmediatamente el chapeado de las placas de metal. Después de una duración del chapeado de 40 minutos no se podía demostrar en el baño ningún boronato sódico más por
20. via yodométrica. A continuación se sacaron las placas de los baños de chapeado, se enjuagaron, se secaron y se determinó el aumento de peso.

25. Se cuelgan en todos los baños de chapeado nuevamente cada vez 2 placas ponderadas de cobre y 2 de latón y a 90°C se agregan a todos los baños 0,59 g de boronato
- 30.

322776



98 FEB 1960

sódico. Este proceso se repite en total seis veces. Se obtienen los resultados de pesada siguientes en níquel precipitado, de los cuales se puede calcular los porcentajes en níquel precipitado del baño y los rendimientos de reducción para cada adición de medio de reducción.

5.

Baño a (sin adición de ácido tiodiglicólico)

g de Ni precipitado/4 placas	%de Ni precipitado	%de rendimiento de reducción
0,7966	10,76	21,82
0,6040	18,89	16,55
0,4687	25,20	12,84
Baño descompuesto		

Baño b (0,2 g ácido tiodiglicólico)

0,9340	12,6	25,6
0,7645	22,9	20,95
0,6125	31,2	16,78
0,3696	36,2	10,12
0,5084	43,0	16,0
0,4464	49,05	12,24
Ninguna descomposición		

Baño c (0,4 g ácido tiodiglicólico)

0,9365	12,65	25,69
0,6542	21,48	17,93
0,7160	31,9	19,63
0,4412	37,1	12,1
0,5802	44,9	15,9
0,4880	51,5	13,37
Ninguna descomposición		

Baño d (0,8 g ácido tiodiglicólico)

1,1471	15,43	31,4
0,9086	27,73	24,9
0,8141	38,7	22,3
0,5608	46,3	15,38
0,6344	54,8	17,37
0,6010	62,9	16,47
Ninguna descomposición		

Baño e (1,6 g ácido tiodiglicólico)

1,1375	15,35	31,15
1,1255	30,55	30,82
0,9690	43,60	26,55
0,6884	52,95	18,86
0,8440	64,30	23,12
0,8404	75,65	23,05
Ninguna descomposición		

322776



EJEMPLO 2

A tres baños de chapeado químico a, b y c de idéntica composición a la descrita en el ejemplo 1 y un volumen del baño de 1 litro se agregan: al baño b=0,08 g, al baño c=0,16 g de ácido acetilenditiosalicílico. El baño a no contiene ningún aditivo de estabilizador. La proporción $\frac{O}{V}$ es 0,4. El modo de trabajo es como en el ejemplo 1. Se obtienen los siguientes valores para el rendimiento de reducción en dependencia de la cantidad de níquel precipitado por el chapeado.

Baño a (sin adición de ácido acetilenditiosalicílico)

	% de níquel precipitado	% de rendimiento de reducción
	0 - 10,02	20,32
	10,02 - 18,37	16,95
	18,37 - 19,94	3,20
15.	Descomposición	

Baño b (0,08 g de ácido acetilenditiosalicílico)

	0 - 13,92	28,25
	13,92 - 27,85	28,18
	27,85 - 40,65	26,09
	40,65 - 50,5	19,97
	50,5 - 59,2	17,74
	Ninguna descomposición	

20. Baño c (0,16 g de ácido acetilenditiosalicílico)

	0 - 8,74	17,75
	8,74 - 27,6	37,18
	27,6 - 42,9	32,18
	42,9 - 56,0	26,75
	56,0 - 72,2	32,6
	Ninguna descomposición	

25. EJEMPLO 3

En 1 litro de un baño de chapeado químico de la composición 30 g/l de cloruro de níquel, 40 g/l de hidróxido sódico, 50 g/l de etilendiamina, 20 mg/l de cloruro de plomo, 160 mg/l de ácido 3-hidroxitionaftencarboxílico-(2), se suspenden 4 placas de hierro con una superfi-

322776



cie de 1 dm²/placa. Las placas se pesaron previamente. El baño se calienta a 90°C y se mezcla con aproximadamente 50 cm³ de líquido de baño que contenían disueltos 0,6175 g de NaBH₄ (al 100 %). Después de cada periodo de 30 minutos se sacó una placa del baño y se introdujo una placa ponderada en el baño así como 0,6175 g de NaBH₄. La proporción $\frac{O}{V} = 0,4$ por lo tanto no fué variada. El ensayo se realizó durante una duración de dos horas. El volumen del baño se mantuvo constante complementando el agua evaporada. El consumo total de NaBH₄ ascendió a 4 x 0,6175 g = 2,4700 g. Esto corresponde a una precipitación teórica posible de níquel de 15,284 g de Ni. Se precipitarón:

	Después de 30 minutos de estancia	0,4108 g/dm ²
	" 60 "	0,689 "
15.	" 90 "	0,9602 "
	" 120 "	1,1719 "
	" 90 "	0,8326 "
	" 60 "	0,5601 "
	" 30 "	0,3152 "

20.

La precipitación total de Ni (4,9406 g) corresponde a un rendimiento de reducción de 32,35 %, calculado sobre el consumo de NaBH₄. Se precipitaron 66,7% de níquel existente en el baño de chapeado sin que por ello se descompusiera el baño.

25.

EJEMPLO 4

En un litro de un baño de chapeado químico de la composición 30 g/l de cloruro de níquel, 40 g/l de hidróxido sódico, 50 g/l de etilendiamina, 0,2 g/l de ácido tioglicólico, 0,1 g/l de ácido S-(2-carboxifenil)-tio-

30.

322776



glicólico se suspenden 4 placas de hierro ponderadas con una superficie de 1 dm²/placa. La adición de boranato sódico asciende cada vez a 0,5795 g. El modo de trabajo corresponde al del ejemplo 1. Se obtuvieron los valores siguientes;

5.

g de Ni precipitado 4 placas	% de Ni precipitado	% de rendimiento de reducción
0,9813	0 - 13,24	27,5
0,8003	13,24 - 24,03	22,35
0,6827	24,03 - 33,5	19,15
0,6285	33,5 - 41,75	17,56
0,5745	41,75 - 49,45	16,05
0,5256	49,45 - 56,59	14,68

10.

EJEMPLO 5

Folios de acetil celulosa se tratan consecutivamente en los siguientes baños:

15.

a) 100 g de hidróxido sódico + 0,3 g de humectador + 900 g de agua.

Tiempo de estancia: 5 minutos, Temperatura 50-60°C.

b) 100 g de cloruro estannico + 200 cm³ de ácido clorhídrico concentrado + 0,2 g de humectador + 850 cm³ de agua.

Tiempo de estancia: 5 minutos. Temperatura 50-60°C.

20.

c) 0,5 g/l de cloruro de paladio + 10 cm³/l de ácido clorhídrico concentrado.

Tiempo de estancia: 5 minutos. Temperatura 20-30°C.

25.

Cuatro de los folios así tratados previamente con un espesor de 100 μ y una superficie de 1 dm²/folio se suspenden en un baño calentado a 70°C de la composición 30 g de cloruro de níquel, 5 g de cloruro amónico, 10 g de citrato sódico, 20 g de acetato sódico, 150 mg de ácido S-(2-carboxifenil)-tioglicólico. El pH es de 5,0. Después

30.

de agregar 50 ml de una solución de 3,55 g de N-dietilborazano en metanol se obtiene en todos los folios un reves-

322776



5. timiento de Ni-B brillante. Cada 45 minutos se recambiaron los folios del baño por 4 nuevos folios y cada vez se agregaron de nuevo 3,55 g de N-dietilborazano en 50 ml de metanol. La determinación del consumo de borazano por carga se determina por via yodométrica. Este proceso se repitió en total cinco veces. A base de la cantidad de Ni precipitada y del consumo de borazano por carga se determinan los rendimientos de reducción. Como comparación se indican los valores para un
10. baño de igual composición llevando el baño en la misma forma pero sin la adición del compuesto sulfúrico orgánico soluble en agua.

Se obtuvieron los valores siguientes:

1. baño sin aditivo

15.	% de niquel precipitado	% de rendimiento de reducción
	0 - 18,24	20,0
	18,24 - 32,7	14,15
	32,7 - 48,4	16,33
	48,4 - 61,78	13,82
	61,78 - 74,9	14,38

20. Después de la primera y segunda carga se hubo de filtrar el líquido del baño debido a la precipitación de lentejuelas de metal.

2. Baño con aditivo de 150 mg/l de ácido S-(2-carboxifenil)-tioglicólico.

25.	% de niquel precipitado	% de rendimiento de reducción
	0 - 13,45	28,39
	13,45 - 37,31	16,76
	37,31 - 54,2	17,05
	54,2 - 68,3	14,23
	68,3 - 79,1	12,15

EJEMPLO 6

30. En cuatro baños de chapeado químico a, b, c y d, compuestos de 15 g de cloruro de cobalto, 15 g de cloru-

322776



ro de níquel, 5 g de cloruro amónico, 20 g de acetato
sódico y 950 cm³ de agua se suspenden cada vez dos pla-
cas ponderadas de cobre y dos de latón con una superfi-
cie de 1 dm²/placa. A los baños b, c y d se agregan:

- 5. b = 50 mg, c = 100 mg y d= 150 mg de ácido tiodiglicóli-
co. El baño a no contiene ningún aditivo de ácido tiodi-
glicólico. Los baños se calientan a 70⁰C y a cada baño
se agregan 50 ml de una solución de 3,55 g de N-dietil-
borazano en metanol. El pH de los baños de chapeado es
- 10. de 5,0. Cada 45 minutos se cambian las placas por nuevas
placas de metal y cada vez se agregan 3,55 g de N-dietil
borazano en 50 cm³ de metanol. La determinación del con-
sumo de N-dietilborazano se efectúa por vía yodométrica.
Este proceso se repitió en total 4 veces. Ya en el colo-
rido del baño se podía apreciar que en los baños a y b
- 15. se precipitaba preferentemente níquel. El revestimiento
de metal precipitado sobre las placas de metal se disol-
vió con ácido nítrico y se comprobó su contenido en co-
balto y níquel. A base del consumo de borazano por car-
ga y la precipitación de metal sobre las placas de co-
bre y de latón se determinaron los rendimientos de re-
ducción.
- 20.

Baño a (sin adición de ácido tiodiglicólico)

- 25. El baño de chapeado se hubo de filtrar después
de la primera y la segunda carga de las lentejuelas de
metal precipitadas.

% de Ni-Co precipi- tado	% de rendimiento de reducción	%de Co	%Ni	%de B
0 - 14,78	15,46	75,0	18,6	6,4
14,78 - 33,25	19,1	66,4	28,1	5,5
33,25 - 49,4	16,55			
49,4 - 62,2				

30.

322776



Baño b (adición 50 mg/l de ácido tiodiglicólico)

El baño se filtró después de la segunda carga
(pocas lentejuelas de metal)

	0 - 19,8	28,8	51,7	43,9	4,4
	19,8 - 41,2	17,9			
5.	41,2 - 57,1	15,9	52,3	42,8	4,9
	57,1 - 70,3	13,5			

Baño c (adición 100 mg/l de ácido tiodiglicólico)

No fué necesario filtrar el baño

	0 - 19,6	30,0	41,7	55,6	2,7
	19,6 - 45,4	21,45			
	45,4 - 57,7	17,9	46,7	51,3	2,0
10.	57,7 - 71,8	16,2			

Baño d (adición 150 mg/l de ácido tiodiglicólico)

No fué necesario filtrar el baño

	0 - 16,65	29,4	30,8	68,0	1,2
	16,65 - 40,75	22,4	46,2	52,4	1,4
	40,75 - 52,4	16,5	41,7	55,6	2,7
15.	52,4 - 64,5	13,5			

EJEMPLO 7

A cuatro baños de chapeado químico a), b), c) y d) de la composición

- 45 g/l de cloruro de níquel
- 2,5 g/l de tetraborato sódico
- 160 ml/l de solución acuosa al 25% de amoníaco
- 1 g/l de boranato sódico

y un volumen del baño de 1 litro se agregan al baño a) 0,1 g, al baño b) 0,5 g y al baño c) 0,2 g de 2,5-dicarbonil-3,4-difenil-tiofeno. El baño d) no contiene ningún aditivo de estabilizador. La temperatura de servicio asciende a 45°C. En los baños se introdujo cada vez una placa de latón, de cobre y de hierro. La superficie de una placa es de 1 dm². La proporción entre superficie/volumen es por lo tanto de 0,3. El tiempo de estancia de

322776

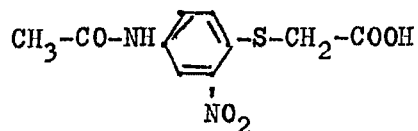


las placas en los baños fué de 45 minutos. Se obtuvieron los siguientes resultados de pesada en níquel precipitado por el chapeado:

Baño	Adición en estabilizador g/l	Resultado del pesaço en níquel
5.	a) 1.0	1,2828 g Ninguna descomposición del baño después de 45 minutos
	b) 0,5	1,1738 g - " -
	c) 0,2	1,0542 g - " -
10.	d) --	0,2735 g Descomposición del baño despues de 15 minutos.

EJEMPLO 8

A cuatro baños de chapeado químico a), b) c) y d) de la composición descrita en el ejemplo 7 y un volumen del baño de 1 litro se agregan al baño a) 0,1 g, al baño b) 0,06 g, al baño c) 0,2 g de



El baño d) no contiene ningún aditivo de estabilizador. El modo de trabajo es como en el ejemplo 7.

Se obtuvieron los siguientes resultados de pesado por níquel precipitado en el chapeado:

Baño	Adición en estabilizador g/l	Resultado del pesaço en níquel
25.	a) 0,1	1,274 g ninguna descomposición del baño
	b) 0,06	1,382 g -"-
	c) 0,02	1,218 g -"-
30.	d) - -	0,249 g descomposición del baño después de 12 minutos.

322776



8 FEB. 1966

EJEMPLO 9

En tres baños de chapeado químico a), b) y c) de la composición:

- 5. 31 g/l de cloruro de níquel
- 45 g/l de hidróxido sódico
- 65 g/l de alquilén diamina
- 0,6 g/l de boranato sódico

- se suspenden cada vez cuatro placas ponderadas de cobre con una superficie de 1 dm^2 por placa. Al baño b) se agregan 0,01 g y al baño c) 0,016 g de ácido 4,4-dinitrodifenilsulfuro-6,6'-disulfónico. El baño a) no contiene ningún aditivo, El modo de trabajo es como descrito en el ejemplo 1. El modo a) se descompone después de que por el chapeado se habían extraído 14,5% del níquel empleado. Los baños b) y c) no muestran ni aún después de una extracción del 50 % del níquel empleado (por chapeado) descomposición alguna.
- 10.
 - 15.

EJEMPLO 10

- En los baños de chapeado químicos de la composición como descrito en el ejemplo 7 se presenta una descomposición del baño después de máximo 20 minutos de tiempo de servicio. Una medida para el efecto estabilizador de las substancia mencionadas en la tabla es la estabilidad de estos baños durante un periodo de tiempo mayor. El modo de trabajo es como en el ejemplo 7. Todos los aditivos mencionados dieron una estabilización del baño de chapeado, Después de una hora de durección del chapeado no se había presentado ninguna descomposición del baño de chapeado
- 20.
 - 25.

322776



Estabilizador Fórmula	Adición en estabilizador al baño de chapeado	Estabilidad
$\begin{array}{l} \text{S-CH}_2\text{-COOH} \\ \text{CH}_2 \\ \text{S-CH}_2\text{-COOH} \end{array}$	0.1 g/l	Más de 1 hora
$\begin{array}{l} (\text{CH}_2)_3\text{-CONH-(CH}_2)_3\text{OH} \\ \text{S} \\ (\text{CH}_2)_3\text{-CONH-(CH}_2)_3\text{OH} \end{array}$	0,5 g/l	Más de 1 hora
$\begin{array}{l} \text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-COOH} \\ \text{S} \\ \text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-COOH} \end{array}$	0.5 g/l	Más de 1 hora
$\begin{array}{l} \text{CH(OH)-CCl}_3 \\ \text{S} \\ \text{CH(OH)-CCl}_3 \end{array}$	0.05 g/l	Más de 1 hora
$\begin{array}{c} \text{Cl} \quad \text{Cl} \\ \quad \\ \text{Cl}-\text{C}_6\text{H}_2-\text{S-CH}_2\text{-COOH} \\ \quad \\ \text{Cl} \quad \text{Cl} \end{array}$	1.0 g/l	Más de 1 hora
$\begin{array}{l} \text{CH(OH)-CH}_3 \\ \text{S} \\ \text{CH}_2\text{-CH}_3 \end{array}$	0.1 g/l	Más de 1 hora
$\begin{array}{c} \text{C}_6\text{H}_4\text{-Cl} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4\text{-S-CH}_2\text{-COOH} \end{array}$	0.1 g/l	Más de 1 hora
$\begin{array}{c} \text{SO}_3\text{H-} \\ \\ \text{COOH-} \end{array} \text{C}_6\text{H}_3\text{N-S} \text{---} \text{C}_6\text{H}_4\text{-NH}_2$	0.1 g/l	Más de 1 hora
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{-} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_3\text{N-S} \end{array} \text{---} \text{C}_6\text{H}_2\text{(SO}_3\text{H)}_2\text{-NH}_2$	0.1 g/l	Más de 1 hora
$\text{C}_8\text{H}_5\text{N-S} \text{---} \text{C}_6\text{H}_4\text{-NH}_2$	0,05 g/l	Más de 1 hora

322776

=8

FEB. 1966



EJEMPLO 11

1 litro de un baño de chapeado químico de la composición

- 30 g/l de cloruro de níquel ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- 5. 62 g/l de etilén diamina (96 - 98 %)
- 42 g/l de hidróxido sódico
- 1,0 g/l de ácido tiodiglicólico
- 0,01 g/l de cloruro de plomo
- 0,6 g/l de boranato sódico

- 10. se acciona a 90°C . Se suspenden cuatro placas de metal con una superficie de 1 dm^2 por placa. La proporción superficie de metal/volumen del baño es de 0,4. Cada media hora se retira una placa del baño y se suspende una nueva, de manera que el tiempo de la estancia de la primera placa es de 0,5 horas, el tiempo de estancia de la segunda 1 hora, el de la tercera 1,5 horas y el de cada una de las placas siguientes de 2 horas en el baño de chapeado.

- 15. Continuadamente se vierten mientras tanto 100 cm^3 / hora de una solución de boranato sódico de 12 g de NaBH_4 en un litro de sosa caustica 2N y 100 cm^3 / hora de una solución de sal metálica de complemento de 118 g/l de cloruro de níquel ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 60 g/l de alquilén diamina, 1 g/l de ácido tiodiglicólico y 0,1 g/l de cloruro de plomo.

- 20. Por hora se sacan continuadamente 100 cm^3 de la solución del baño. Después de 10 horas de trabajo se han introducido en el baño de chapeado 1 litro de la solución de boranato sódico y 1 litro de la solución de sal metálica de complemento. Durante el mismo tiempo se ha extraído 1 litro de líquido del baño de chapeado. Las pérdidas
- 25.
- 30.

322776



por evaporación ascienden en el recipiente de chapeado abierto a 1 litro en 10 horas.

5. El baño actuó durante 10 horas. El total se precipitarón 24,1836 g de aleación de Ni-B. Se consumieron 12,0 g de boranato sódico. Esto corresponde a un rendimiento de reducción de aproximadamente 32% calculado sobre el níquel. El baño no se descompuso. Las placas provistas de un revestimiento de níquel-boro tenían un aspecto brillante plateado.

10. N O T A

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE BAÑOS PARA EL CHAPEADO QUIMICO; caracterizado por lo siguiente:

20. 1.- Procedimiento para la preparación de baños para el chapeado químico, de superficies de metal o de material sintético, caracterizado porque a las sales de los metales a precipitar y los compuestos de hidrógeno bórico con 1 hasta 4 átomos de hidrógeno ligados directamente al boro se les agregan compuestos sulfúricos orgánicos solubles en agua con azufre bivalente formal.

25. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque al baño a formar se le agrega en la zona ácida o neutra, substancias amortiguadoras ó tampon

30.

322776



adicionales.

3.- Procedimiento según la reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se agregan al baño en la zona neutra o alcalina adicionalmente, formadores de complejos y en caso dado substancias amortiguadoras ó tampón.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se agregan a los baños metales quimicamente ligados de los grupos IIb, IIIb, IVb, Vb y VIb del sistema periódico de los elementos o sus mezclas.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4 caracterizado porque al emplearse compuestos de hidrógeno bórico insoluble en agua se agregan facilitadores de la solución.

6.- Procedimiento para la preparación de baños para el chapeado químico; tal y como queda descrito sustancialmente en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 20 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

28 FEB. 1966

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MODELL

B: B: Firmado: F. Hernández Ruiz