

C23B 000/000



384302

| | |
|----------------------|------|
| SECCION TECNICA | |
| CLASIFICACION I.P.C. | |
| CLASE C 23 | C 07 |
| SUBCLASE B | F |

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

a favor de:

"SIDA, S.A.", de nacionalidad española, residente en calle Augusto Figueroa, 13 - Madrid, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE MEJORAS EN LA ELECTRODEPOSICION DE NIQUEL"

Inventor: D. Antonio Martínez García y equipo técnico de "Sida, S.A.".

-oOo-

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. Continuando los trabajos de desarrollo de nuevos procesos y electrolitos para baños ácidos de metalizado brillante, cuyos conceptos generales desarrollábamos en la patente española nº 381.136, hemos encontrado en el caso del níquel ciertas peculiaridades específicas y nuevas, que son la base del presente registro.

10. Esta invención se basa en un proceso para la deposición electrolítica de níquel y más particularmente con las soluciones galvánicas ácidas empleadas en la producción de depósitos de níquel. Los depósitos obtenidos de acuerdo con la presente invención, poseen mejor ductilidad y las soluciones galvánicas proporcionan un mejor poder cubriente, lo cual permite disimular las imperfecciones del metal de base, además de una mayor tolerancia a contaminaciones de tipo orgánico.

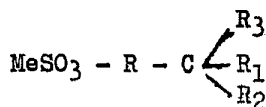
15. Hemos hallado que depósitos mejorados de níquel brillante y/o semibrillante, pueden obtenerse a partir de procesos de niquelado convencionales mediante la inclusión en el mismo sistema de una mezcla de ditolil-

.../...



disulfimida y un producto tal como los ácidos xilen ó cumensulfónicos ó sus sales de metales alcalinos ó de níquel, clasificados normalmente como hidrótropos, en proporciones y condiciones variables.

- De acuerdo con la presente invención, puede prepararse un electrolito
5. ácido acuoso para la deposición de níquel, que contenga al menos una sal de níquel como fuente de aprovisionamiento de dicho metal, una ditolildisulfimida y una sal de un compuesto aromático sulfonado de fórmula general



10. donde R es el grupo fenilo ó toluenil y R₁, R₂ y R₃ pueden ser H ó CH₃. Preferiblemente Me es un átomo de un metal alcalino ó alcalino térreo.

Sin embargo pueden emplearse otros cationes como níquel.

- Ejemplos representativos fácilmente asequibles de este tipo de productos son las sales sódicas, amónicas ó potásicas de los ácidos xilen ó cumen sulfónicos.
- 15.

Estos aditivos se emplean entre límites de 0'01 y 75 g/l. de solución electrolítica y de preferencia entre dosis de 1 y 4 g/l. de dicha solución.

- En general, el proceso de esta invención comprende el trabajo del baño electrolítico a temperaturas comprendidas entre aproximadamente temperatura ambiente a temperatura de ebullición, siendo sin embargo las más recomendables las comprendidas entre 40 y 70° C. Los valores de pH óptimos para dicho proceso están comprendidos entre 2,5 y 5,0 siendo especialmente adecuado el intervalo de 3,0 a 4,5.
- 20.

25. Las densidades de corriente catódicas a emplear, van desde 1 a 20 Amp/dm²,

.../...



dependiendo de la temperatura, sistema empleado para la agitación de la solución y composición del baño, así como tipo de mecanización escogido. Cuanto más elevada es la temperatura y más veloz la agitación, tanto ma yor es la densidad de corriente que se puede emplear eficazmente.

5. Los baños electrolíticos a los que se aplica esta invención contienen al menos una sal de níquel, como fuente proveedora de dichos iones y abarca tanto las formulaciones tipo WATTS, como las denominadas altas en cloruros. El baño WATTS comprende normalmente 200-400 g/l. de sulfato de níquel,
10. 30-75 g/l. de cloruro de níquel y 30-50 g/l. de ácido bórico. Un baño alto en cloruros puede contener 150-300 g/l. de cloruro de níquel, 40-150 g/l. de sulfato de níquel y 30-50 g/l. de ácido bórico y también puede usar sal común. Como fuente de iones níquel, pueden asimismo emplearse con resultados igualmente satisfactorios ó para el logro de efectos espe-
15. ciales el Amidosulfato ó el fluoborato de níquel, sólogos ó en combinación con cloruro ó sulfato de níquel.

Las ventajas que ofrece el nuevo proceso y productos objeto de esta invención son varias:

20. 1.- Mejorar la ductilidad y adherencia de los depósitos obtenidos tradicionalmente.
- 2.- Mejorar la finura de grano de los depósitos formados y asimismo el poder de penetración de los procesos de níquelado a los cuales se aplica.
- 3.- Su empleo aumenta la tolerancia de los baños de níquelado a la contaminación orgánica, al permitir emplear a límites mínimos los aditivos
25. que habitualmente se emplean para obtener propiedades específicas, exaltadas por el especial comportamiento de los aditivos innovados que forman esta invención.
- 4.- Por su carácter hidrótopo, es decir por su capacidad de una vez disueltos en agua asimilar las moléculas de otros compuestos normalmente poco solubles ó insolubles ó que alteran su reología, dando

.../...



compuestos típicos dispersados que permiten el empleo como aditivos de aquellos productos que poseyendo en su molécula grupos funcionales clasificados como abrillantadores, etc., no podían ser empleados, vista su escasa solubilidad específica original en soluciones ácidas.

5. Estos productos se obtienen por la acción del ácido sulfúrico concentrado u otro agente sulfonante sobre el xileno y el cumeno, neutralizando el ácido sulfónico formado por sosa ó potasa y dando productos muy solubles, lípidos, aniónicos, de baja ó ninguna tensioactividad.

10. Al proceso citado se adicionan abrillantadores típicos, por ej.: alcoholes alifáticos no saturados, alcohol propargílico, buteno y butinodiol, alcoholes vinílicos y alílicos, etc. y/o sus derivados sulfatados neutralizados, oxietilenados, aminados, fluorados, tratamiento con epiclorhidrinas ó sulfonas, amidados, etc., que mejoran su compatibilidad ó solubilidad original.

15. Los siguientes ejemplos contribuyen a aclarar la invención, constituyen unas variantes que obedecen a una base y principios comunes reseñados en la exposición anterior y en cuanto a su empleo, pueden destacarse distintas características variables como se verá en la práctica según la aplicación y propiedades del acabado y utillaje a que se destinen. En ellos,
20. una solución acuosa de sales de níquel se preparó con componentes específicos. La deposición electrolítica se realizó pasando una corriente eléctrica a través de un circuito eléctrico que comprende un ánodo de metal de níquel y una lámina metálica como cátodo, ambos sumergidos en el baño. El baño fué agitado mecánicamente, aunque puede asimismo emplearse la agitación por aire.
- 25.

.../...



En los siguiente ejemplos, se empleó como solución básica de partida una fórmula tipo baño WATTS.

- 5. Sulfato de níquel 300 g/l.
- Cloruro de níquel 60 g/l.
- Acido bórico 40 g/l.
- pH 3,0-5,0
- Temperatura 40-65 ° C
- Densidad de corriente 1-20 amp/ dm²

Ejemplo 1

- 10. Proceso de niquelado brillante para uso general (sobre latón, hierro, etc.)

- Xilensulfonato sódico 2 g/l.
- Ditolildisulfimida 1 g/l.
- Propargilol 0,05

Ejemplo 2

- 15. Proceso de niquelado brillante para trabajos en tambor

- Xilensulfonato sódico 4 g/l.
- Ditolildisulfimida 1 g/l.
- Vinilsulfato sódico 1 g/l.
- 1-4 Butinodiol 0,1 g/l.

- 20. Ejemplo 3

Proceso de niquelado semibrillante

- Buteno 0,1 g/l.
- Cumensulfonato sódico 1 g/l.
- Ditolildisulfimida 0,1 g/l.
- 25. Cumarina 0,1 g/l.

.../...



Ejemplo 4

Proceso de niquelado con gran poder de nivelación

| | | |
|----|----------------------------------|-----------|
| | Xilensulfonato sódico | 4 g/l. |
| | Ditolildisulfimida | 1 g/l. |
| 5. | Piridin-N-propansulfonato sódico | 0,25 g/l. |
| | Buteno | 0,2 g/l. |

Estos ejemplos ilustran procesos específicos. Las composiciones y condiciones pueden cambiarse en otros baños típicos, así:

Ejemplo 5

10. Proceso de niquelado con alto contenido en cloruros (para piezas de zamak)

| | | |
|-----|-----------------------------|--------------------------|
| | Cloruro de níquel | 200 g/l. |
| | Sulfato de níquel | 80 g/l. |
| | Acido bórico | 40 g/l. |
| | Xilensulfonato sódico | 1 g/l. |
| 15. | Ditolildisulfimida | 2 g/l. |
| | Alil-sulfato sódico | 0,5 g/l. |
| | 1-4 Butinodiol | 0,1 g/l. |
| | pH | 3,0 - 5,0 |
| | Temperatura | 40-65° C |
| 20. | Densidad de corriente | 1-20 Amp/dm ² |

Ejemplo 6

Proceso de niquelado con elevada velocidad de deposición

| | | |
|-----|--------------------------------|---------------------------|
| | Amidosulfonato de níquel | 450 g/l. |
| | Acido bórico | 30 g/l. |
| 25. | Xilensulfonato sódico | 4 g/l. |
| | Ditolildisulfimida | 3 g/l. |
| | 1-4 Butinodiol | 0,1 g/l. |
| | pH | 3,5 - 5 |
| | Temperatura | 40-60° C |
| 30. | Densidad de corriente | 10-30 Amp/dm ² |

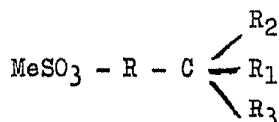


Descrita suficientemente la naturaleza de la invención, es obvio señalar que la misma podrá llevarse a cabo en las variantes, porcentajes y medios mecánicos que más interesen, puesto que con ello no se desvirtua la esencialidad de la misma, y a tal fin, se solicita su exclusividad, por término

5. no de VEINTE años, en todo el territorio nacional, mediante la siguiente NOTA de:

REIVINDICACIONES

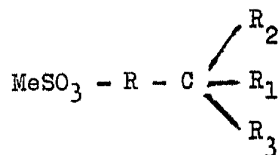
10. 1.- Un proceso de mejoras para la obtención con ayuda de la corriente eléctrica de depósitos de níquel a partir de electrolitos que contengan al menos una sal de níquel y una mezcla de diarilsulfimida y compuestos de fórmula



15. dónde R es el grupo fenilo ó toluenilo y R₁, R₂ y R₃ pueden ser H ó CH₃; en proporciones y condiciones variables según el tipo de acabado a conseguir. Tal proceso permite lograr níquelados de uso general sobre hierro, latón, zamak y cobre, en baños agitados mecánicamente ó por aire. Trabajos de piezas pequeñas en tambor, acabado brillante, semi-brillante ó matizado, alta nivelación y elevada velocidad de deposición.

20. 2.- Un proceso según se describe en la reivindicación n° 1, en la que la diarilsulfimida es la ditolildisulfimida, la cual se emplea a concentraciones de 0,1 a 75 g/l.

3.- Un proceso tal como se describe en la reivindicación 1, en que el compuesto de fórmula



25. usado como hidrótopo es el indicado como Xilensulfonato sódico, amónico

.../...



ó potásico ó el cumensulfonato alcalino que se emplean a concentraciones de 0,1 a 75 g/l., empleados ambos juntos ó por separado, sólo uno de ellos.

4.- Un proceso tal como se describe en las reivindicaciones anteriores, en que a los anteriores aditivos se adiciona según el tipo de trabajo a realizar, aquellos productos compatibles habitualmente usados como abri-
llantadores secundarios solos ó mezclados entre sí, en proporciones varia-
bles, solubles o sus derivados solubilizados por sulfatación-neutraliza-
ción total ó parcial, aminados, fluorados, por tratamiento con epíclorhi-
drina ó con sultonas, amidas u otros derivados similares, siendo las dosis
5. a emplear de los productos descritos, a concentraciones de 0,01 a 20 g/l.

5.- Un proceso para la producción de depósitos electrolíticos de níquel, que comprende los obtenidos a partir de una solución acuosa ácida tal como se describe en las reivindicaciones 1 á 5, empleando todos o parte de cada uno de los productos expuestos, en los que los depósitos de níquel se producen a temperaturas óptimas comprendidas entre 40 y 70° C, y en que el pH de la solución ácida está comprendida entre 2,5 y 5,0; siendo la densidad de corriente empleada comprendida entre 1 y 20 Amp/dm².

6.- UN PROCEDIMIENTO DE MEJORAS EN LA ELECTRODEPOSICION DE NIQUEL.

Tal y como se reivindica en la presente memoria que consta de OCHO hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 7 OCT. 1970
GERMÁN GONZÁLEZ PORTA
P. P.
Fdo.: Alejandro Martínez Delso