



ESPAÑA

Concedido al Registro de acuerdo
con la Ley de Patentes de 1984
se ha inscrito en el Registro de Patentes
tomando como fecha de presentación

ES

11

NUMERO

470685

10

A3

21

22

FECHA DE PRESENTACION

9-6-78

PATENTE DE INTRODUCCION

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C25D
------------------------	--

54 TITULO DE LA INVENCION MEJORAS EN UN METODO DE ELECTRODEPOSICION DE UNA ALEACION DE NIQUEL-HIERRO BRILLANTE. 55 PATENTE EXTRANJERA U OTRA FUENTE DE INFORMACION Patente USA 3.974.044.
--

71 SOLICITANTE (S) OXY METAL INDUSTRIES CORPORATION.	DOMICILIO DEL SOLICITANTE 21441 Hoover Road, WARREN, Michigan 48089 ESTADOS UNIDOS
72 INVENTOR (ES)	
73 TITULAR (ES)	
74 REPRESENTANTE D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU	

**POOR
QUALITY**

1

RESUMEN DE LA INVENCION

5

10

15

Un baño para la deposición de una aleación de níquel-hierro que contiene iones níquel y iones hierro, un agente complejante no reductor soluble y un sacárido reductor seleccionado entre el grupo formado por monosacáridos y disacáridos. La combinación de complejantes de ácido hidroxicarboxílico y sacárido reductor en estos baños permite formar depósitos de aleación níquel-hierro uniformes y brillantes, con un alto contenido en hierro, de hasta el 50 % de hierro, al mismo tiempo que mantienen la concentración de Fe^{+3} en el baño en un valor mínimo y reducen la cantidad de agentes complejantes requerida. En general, se prefiere utilizar alrededor de 1 a 50 gramos por litro de un sacárido reductor y alrededor de 2 a 100 gramos por litro del agente complejante.

20

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

25

Recientemente se han puesto a punto revestimientos decorativos de aleación de níquel-hierro para su aplicación a los substratos conductores. La electrodeposición de estas aleaciones y los baños adecuados para esta aplicación están descritos en la patente estadounidense 3.806.429, concedida al concesionario de esta invención y en un artículo titulado "Decorative Coatings of Nickel-Iron Alloy", publicado en Plating Magazine, Agosto, edición de 1973.

30

Como se describe en esta referencia, y como se ha practicado en la técnica anterior, pueden obtenerse depósitos brillantes y uniformes a partir de baños de deposición de níquel-hierro que contienen agentes complejantes en combinación con ciertos abrillantadores orgánicos primarios y secundarios. Los agentes complejantes son ácidos hidrox-

1 carboxílicos, por ejemplo gluconato sódico, citrato sódico
y similares.

5 En general, los baños de deposición de níquel-hierro
de la técnica anterior son capaces de producir con constan-
cia depósitos de aleación de níquel-hierro uniformes y bri-
llantes, que contienen hasta alrededor del 30 % de hierro.

10 Los depósitos de aleación con mayor contenido en
hierro no han podido ser realizados previamente ya que son
necesarias concentraciones más altas de hierro en el baño
y con ello unas concentraciones incluso relativamente bajas
de iones férrico son perjudiciales. El exceso de hierro fé-
rrico en el baño reduce el brillo y las propiedades de uni-
formidad del depósito, aumenta la tensión interna del depó-
sito y reduce la ductibilidad. Los problemas de formación
15 de hierro férrico en el baño son incluso más agudos cuando
se utiliza agitación por medio de aire.

COMPENDIO DE LA INVENCION

20 Normalmente es deseable una pequeña cantidad de
 Fe^{+3} (0,1-0,2 g/l) en un baño de deposición de aleación de
níquel-hierro, donde contribuye a producir depósitos más
lisos, más brillantes y más uniformes. Sin embargo, las
cantidades excesivas de Fe^{+3} , habitualmente de 1 g/l como
mínimo o más, perjudican gravemente a las propiedades físi-
cas del depósito así como a su aspecto. Además, cuando el
25 depósito de aleación contiene más del 30 % de hierro, la
cantidad de Fe^{+3} presente en la solución resulta crítica.
Las concentraciones de Fe^{+3} que normalmente no interfieren
en los depósitos típicos de aleación de níquel-hierro, como
30 los que contienen alrededor de 20 a 25 % de hierro, resul-

1 tan bastante perjudiciales cuando el hierro en la aleación
pasa del 30 %. Además, las composiciones de aleación más al-
tas en hierro requieren unas concentraciones totales de ión
5 hierro considerablemente más elevadas en el baño de deposi-
ción y, por lo tanto, es más probable que la concentración
de Fe^{+3} resulte excesiva.

Introduciendo un sacárido reductor en el baño de
aleación alto en hierro, la concentración de Fe^{+3} puede ser
ahora reducida a un valor mínimo y con ello se limitan sus
10 efectos perjudiciales.

Ahora se ha encontrado que los baños de níquel-hie-
rro pueden operar a concentraciones más altas de ión hierro
y durante periodos prolongados de tiempo sin formación per-
judicial de hierro férrico en exceso, mediante la incorpo-
15 ración al baño de monosacáridos y disacáridos reductores.
Como estos sacáridos no complejan con eficacia al hierro,
se utilizan en combinación con agentes complejantes del ti-
po de ácido hidroxycarboxílico, como gluconato sódico, ci-
trato sódico y similares. Cuando estos sacáridos reductores
20 y agentes complejantes se emplean en combinación, pueden ob-
tenerse constantemente depósitos de aleación de níquel-hie-
rro, uniformes y brillantes, con unas composiciones de la
aleación que contienen más de alrededor del 40 % de hierro.
Esto es debido esencialmente a la utilización de los sacá-
25 ridos que reducen el ión férrico en el baño, manteniendo así
en un valor mínimo la concentración de Fe^{+3} en el baño. Los
sacáridos también reducen la cantidad necesaria de agente
complejante.

1 puestos de níquel tales como sulfamato de níquel y similares.
 Cuando se emplean las sales sulfato de níquel, normalmente
 están presentes en proporciones que oscilan entre 40 y
5 300 gramos por litro (calculado como sulfato de níquel.6H₂O);
 también puede utilizarse el cloruro de níquel y se encuentra
 en una proporción que oscila aproximadamente entre 80 y 250
 g/l. Los iones cloruro o haluro se emplean para obtener una
 conductividad satisfactoria de la solución y al mismo tiempo
10 obtener unas propiedades satisfactorias de corrosión de los
 ánodos solubles.

 Preferiblemente se emplean sales inorgánicas ferro-
 sas de hierro, tales como sulfato ferroso, cloruro ferroso y
 similares. Estas sales se encuentran en una proporción com-
15 prendida aproximadamente entre 2 y 60 g/l. También pueden em-
 plearse otras sales de hierro solubles en el baño como el
 fluoborato o sulfamato ferroso solubles y similares.

 El agente complejante del hierro que se emplea en
 esta invención es soluble en el baño y contiene grupos forma-
20 dores de complejos independientemente seleccionados entre el
 grupo formado por carboxi e hidroxilo, siempre que por lo menos
 uno de los grupos complejantes sea un grupo carboxi y con la
 condición adicional de que haya por lo menos dos grupos com-
 plejantes. El agente complejante que puede ser empleado se
25 encuentra en unas proporciones que oscilan aproximadamente
 entre 2 y 100 g/l. Los agentes complejantes adecuados son los
 ácidos carboxílicos alifáticos inferiores hidroxilados que
 contienen de 2 a 8 átomos de carbono, de 1 a 6 grupos hidro-
 xilo y de 1 a 3 grupos carboxilo, tales como ácido ascórbico,
30 ácido isoascórbico, ácido cítrico, ácido málico, ácido glutá-
 rico, ácido glucónico, ácido mucónico, gluheptonato, ácido

1 glicólico, ácido aspártico y similares, así como sus sales
solubles en agua tales como las sales de amonio y metales al-
calinos como potasio, sodio, litio y similares. También puede
5 observarse que el hierro puede ser introducido en el baño en
forma de sal del agente formador de complejo.

Por "carboxi" se entiende el grupo $-COOH$. Sin em-
bargo, hay que observar que en solución el protón se disocia
del grupo carboxi y, por lo tanto, este grupo ha de ser in-
cluído en el significado de carboxi.

10 El sacárido reductor que se utiliza como constituyen-
te del baño de esta invención puede ser un monosacárido o un
disacárido. Los monosacáridos pueden ser definidos como po-
lihidroxialdehídos o polihidroxicetonas que contienen por lo
15 menos tres átomos de carbono unidos alifáticamente. Los mono-
sacáridos más sencillos son el gliceraldehído (generalmente
denominado aldosa) y la dihidroxiacetona (generalmente deno-
minada cetosa). Otros monosacáridos adecuados útiles en esta
invención son la dextrosa, sorbosa, fructosa, xilosa, eritro-
sa y arabinosa. Los disacáridos son derivados del tipo glu-
cósido de monosacáridos, donde un azúcar forma un glucósido
20 con un grupo $-OH$ de algún otro azúcar. Los disacáridos re-
ductores útiles son la lactosa, maltosa y turanosa. Pueden
utilizarse otros disacáridos en el que el segundo monosacári-
do puede contener, por lo menos momentáneamente, un grupo
25 carbonilo libre.

El objeto del agente complejante es mantener en so-
lución los iones metálicos, en especial los iones ferroso y
férico. Se ha encontrado que a medida que aumenta el pH de
un baño normal de niquelado Watts por encima del valor 3,0,
30 los iones férrico presentan tendencia a precipitar en forma

1 de hidróxido férrico. El agente complejante evitará que tenga lugar la precipitación y por lo tanto permite que se mantengan disponibles los iones hierro y níquel, para su electrodeposición a partir del agente complejante.

5 El hierro se introduce siempre en el baño de níquel-hierro en forma de sal ferrosa pero, en ausencia de los sacáridos reductores de esta invención, una parte del hierro en solución se oxida del estado ferroso al férrico. Se cree que esta oxidación puede ser debida a la oxidación de iones ferroso a iones férrico en el ánodo. Otros factores influyen también en la concentración de iones férrico en el baño. 10 Un pH bajo inhibe la oxidación ferroso a férrico y la agitación mediante aire de la solución aumenta la concentración de ión férrico sobre la obtenida en los baños agitados mediante el cátodo. 15

Los sacáridos reductores de esta invención reducen el hierro férrico contenido en el baño a hierro ferroso, manteniendo con ello en un valor mínimo la concentración de Fe^{+3} . Como la formación de hierro férrico es inhibida o 20 impedida por los sacáridos, se requiere menos agente complejante. Así, los sacáridos reductores de esta invención reducen la cantidad de agente complejante anteriormente incorporada al baño para mantener en solución las proporciones más altas de hierro férrico.

25 Esto puede influir favorablemente en la operación del baño, ya que los productos de degradación formados a partir del agente complejante en exceso suelen formar precipitados metálicos insolubles que obturan el ánodo y las bolsas filtrantes y que producen asperezas sobre el cátodo metalizado. 30 Estos productos de degradación también pueden produ-

1 cir la cantidad de hierro normalmente co-depositada a una
concentración dada.

5 Mediante el uso de la combinación de sacárido reduc-
tor (del tipo mono- o di-) con un ácido hidroxicarboxílico
complejante, se obtienen, con aleaciones de muy elevado con-
tenido en hierro, los siguientes efectos sinérgicos: (1) re-
ducción del ión férrico en el baño, (2) menores cantidades
de productos de degradación procedentes del agente complejan-
te, (3) mayor contenido en hierro en la aleación de níquel-
10 hierro electrodepositada y (4) un depósito de aleación de
mayor brillo, mayor uniformidad, menores tensiones internas
y mayor ductilidad.

15 Debido a los parámetros de operación empleando el
agente complejante, el pH del baño preferiblemente oscila
entre 2,0 y 5,5 aproximadamente y todavía mejor entre 3 y
4,6 aproximadamente.

20 La temperatura del baño puede oscilar entre unos
120 y unos 189°F (49 y 87°C), preferiblemente alrededor de
150°F (65°C).

La densidad de corriente catódica media puede osci-
lar aproximadamente entre 5 y 100 amperios/pie² (0,538 y
10,76 A/dm²), preferiblemente alrededor de 45 amperios/pie²
(4,84 A/dm²).

25 Se prefiere que la concentración de agente comple-
jante, cuando se utiliza en combinación con un sacárido re-
ductor, sea por lo menos igual a la concentración total de
ión hierro en el baño. La relación de concentración de agen-
te complejante a concentración total de ión hierro puede
oscilar aproximadamente entre 1:1 y 20:1.

30 Se prefiere que el sacárido reductor esté presente

1 en una proporción que oscila aproximadamente entre la canti-
dad de agente complejante y una cantidad alrededor del 10 %
de la cantidad de agente complejante. La relación de concen-
5 tración de agente complejante a concentración de agente re-
ductor, por lo tanto, oscila preferiblemente entre alrededor
de 1:1 y alrededor de 10:1.

La cantidad de sacárido reductor presente oscila
preferiblemente entre alrededor de 1 g/l y 50 g/l. La canti-
dad de sacárido presente varía en proporción directa con la
10 cantidad de hierro disuelto en el baño y con la cantidad de
agente complejante presente. Además, los baños agitados por
aire requieren mayores cantidades de sacárido debido a la
tendencia de estos baños a aumentar el contenido en ión fé-
rrico.

15 La cantidad de agente complejante presente oscila
preferiblemente entre unos 2 g/l y unos 100 g/l. Como se ha
explicado antes, el uso de un sacárido reductor en combina-
ción con el agente complejante reduce considerablemente la
cantidad de agente complejante anteriormente requerida.

20 El baño también puede contener diversas sustancias
reguladoras tales como ácido bórico y acetato sódico y simi-
lares, cuya proporción oscila aproximadamente entre 30 y
60 g/l, preferiblemente 40 g/l. La relación de iones níquel
a iones hierro oscila aproximadamente entre 5:1 y 50:1.

25 Aunque el baño puede funcionar sin agitación, pueden
utilizarse diversos medios de agitación tales como agitación
mecánica, agitación por aire, movimiento de la barra catódi-
ca y similares.

30 Se ha encontrado que pueden emplearse diversos adi-
tivos abrillantadores del níquel para comunicar brillo, ducti-

1 lidad y uniformidad a los depósitos de hierro-níquel. Los
aditivos adecuados son los compuestos sulfooxigenados como
los descritos como abrillantadores de la primera clase des-
crita en "Modern Electroplating", publicada por John Wiley
5 and Sons, segunda edición, pág. 272.

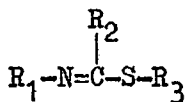
La cantidad de compuestos sulfooxigenados empleada
en esta invención oscila aproximadamente entre 0,5 y 10 g/li-
tro. Se ha encontrado que la sacarina puede ser utilizada
en cantidades que oscilan entre 0,5 y unos 5 g/litro, dando
10 lugar a un depósito dúctil y brillante. Cuando se emplean
otros compuestos sulfooxigenados como ácido naftalentrissul-
fónico, sulfobenzaldehído y dibencenosulfonamida, se obtie-
ne un buen brillo pero la ductilidad no es tan buena como
en el caso de la sacarina. Además de los compuestos sulfo-
oxigenados anteriores, pueden utilizarse otros compuestos
15 como alilsulfonato sódico, bencenosulfonatos, vinilsulfona-
tos, β -estirensulfonatos, cianoalcanosulfonatos (de 1 a 5
átomos de carbono), etc.

Los compuestos sulfooxigenados solubles en el baño
20 que pueden ser utilizados en esta invención son, por ejemplo,
los ácidos sulfónicos alifáticos insaturados, los ácidos sul-
fónicos aromáticos de 1 y 2 núcleos, los ácidos sulfínicos
aromáticos de un solo núcleo, las sulfonamidas y sulfonimi-
das aromáticas de un solo núcleo y similares.

25 Tambien se ha encontrado que pueden utilizarse
abrillantadores de níquel acetilénicos en proporciones que
oscilan aproximadamente entre 10 y 500 mg/l. Los compuestos
adecuados son los compuestos sulfooxigenados acetilénicos
mencionados en la patente estadounidense 2.800.440. Estos
30 abrillantadores de níquel son los compuestos sulfooxigena-

1 dos acetilénicos que contienen oxígeno. Otros abrillantado-
res acetilénicos del níquel son los descritos en la patente
estadounidense 3.366.557, como los poliéteres resultantes
de la reacción de condensación de alcoholes acetilénicos
5 y dioles como alcohol propargílico, butinodiol y similares
y óxidos de alquileo inferior como epíclorhidrina, óxido
de etileno, óxido de propileno y similares.

A veces, las zonas de baja densidad de corriente
no son totalmente brillantes. Para ampliar el intervalo de
10 densidades de corriente del baño de hierro-níquel de esta
invención, se emplean otros abrillantadores del níquel a ba-
se de sulfuros orgánicos, en proporciones que oscilan apro-
ximadamente entre 0,5 y 40 mg/l de la composición de baño
de electrodeposición. Estos sulfuros orgánicos responden a
15 la fórmula:



donde R_1 es hidrógeno o un átomo de carbono de un radical
orgánico, R_2 es nitrógeno o un átomo de carbono de un ra-
20 dical orgánico y R_3 es un átomo de carbono de un radical
orgánico. R_1 y R_2 o R_3 pueden estar unidos entre sí a tra-
vés de un radical orgánico sencillo. En la patente estado-
unidense 3.806.429 se describen compuestos específicos de
este tipo.

25 Hay que observar que los abrillantadores del níquel
pueden ser solubles en el baño de electrodeposición y pueden
ser introducidos en el baño, cuando se utiliza un ácido, en
la propia forma ácida o en forma de sal con cationes solu-
bles en el baño, tales como los iones amonio o los iones metá-
30 licos alcalinos como litio, potasio, sodio y similares.

1 Se ha encontrado que los depósitos brillantes de
níquel-hierro que contienen alrededor de 10 a 40 % de hie-
rro funcionan igual de bien o mejor en lo que se refiere a
la corrosión que los depósitos de níquel brillante en cier-
5 tos sistemas electrodepositados combinados.

 En especial, los revestimientos relativamente delga-
dos de níquel-hierro brillante, con un espesor inferior a
alrededor de 0,5 mils (0,127 mm) (por ejemplo 0,1 mils,
0,025 mm), cuya aleación contiene alrededor de 20 a 50 % de
10 hierro, funcionan más eficazmente que un revestimiento equi-
valente de níquel brillante cuando se emplean capas de fondo
de cobre o latón. En especial, si el contenido en hierro es
alrededor del 35 % o más, los depósitos de aleación se co-
rroen con más preferencia sobre las capas de fondo de cobre
15 o latón que el depósito de níquel brillante. Esta acción
retrasa la penetración hasta el metal de base.

 Estos revestimientos brillantes de níquel-hierro
también funcionan bien como capa de acabado delgada o depó-
sitos de níquel semibrillante exento de azufre. El níquel-
20 hierro brillante es muy eficaz en estos electrodepósitos
compuestos cuando se recubren de revestimientos de cromo
microdiscontinuos como los descritos en las patentes estado-
unidenses 3.563.864 y 3.151.971-3. Los revestimientos de cro-
mo microdiscontinuos pueden ser obtenidos mediante delgados
25 depósitos de níquel que inducen una microporosidad o micro-
agrietamiento en el cromo o por aplicación del depósito de
cromo a partir de una solución específica que deposita un
cromo microagrietado.

 Puede observarse que las sales de níquel pueden ser
30 sustituidas por pequeñas proporciones, de hasta el 50 % de

1 las sales de níquel, de sales de cobalto con objeto de conseguir un comportamiento diferente frente a la corrosión.

EJEMPLOS DE ELECTRODEPOSICION

5 Esta invención será mejor comprendida mediante los siguientes ejemplos:

EJEMPLO 1

Se prepara un baño de níquel-hierro de la siguiente composición:

10	NiCl ₂ .6H ₂ O	100 g/l
	FeSO ₄ .7H ₂ O	40 g/l
	H ₃ BO ₃	40 g/l
	Gluconato sódico	30 g/l
	Sacarina	2,0 g/l
	Alilsulfonato	4,0 g/l
15	Abrillantadores acetilénicos secundarios	0,025 g/l
	pH	3,2
	Temperatura	150° F. (65°C)
	Agitación por aire	

20 Los paneles metalizados con esta solución son brillantes pero sus características de uniformidad son bastante medianas, su ductilidad es baja y presentan depresiones oscuras porque el contenido en hierro del depósito es superior al 40 %.

EJEMPLO 2

25 Al baño del Ejemplo 1 anterior se añaden:

Lactosa 10 g/l

30 Unos paneles se metalizan con esta solución en las mismas condiciones de operación. Los electrodepósitos mejoran marcadamente y los paneles metalizados son en toda su

1 superficie brillantes, uniformes, dúctiles y las depresio-
nes son limpias y brillantes. Analizando la lámina metálica,
se encuentra que el depósito electrolítico contiene un 50 %
de hierro.

5

EJEMPLO 3

Se prepara un baño de níquel-hierro de 4 litros
cuya composición es la siguiente:

	NiCl ₂ .6H ₂ O	97,7 g/l
	Ni ⁺²	35,0 g/l
10	H ₃ BO ₃	40,7 g/l
	Fe (total)	2,41 g/l
	Fe ⁺²	2,20 g/l
	Gluconato sódico	10 g/l
	Dextrosa	5 g/l
15	Sacarina	2,5 g/l
	Alilsulfonato	4,0 g/l
	Abrillantadores acetilénicos secundarios	0,025 g/l
	pH	3,3
20	Temperatura	150°F (65°C)
	Agitación con aire	

Con esta solución se recubren unos paneles y todos
los depósitos resultaron brillantes, dúctiles y con buenas
características de uniformidad. Continuando la operación
25 del baño, al cabo de 6 horas el contenido en hierro férrico
se había reducido a solamente el 3 % del hierro total. Al
cabo de varios días de electrolisis, el contenido en hierro
férrico permanecía entre 1 y 5 % del hierro total. Además,
se obtuvieron depósitos excelentes con contenidos de hierro
30 de hasta el 35 %.

1 Normalmente (es decir sin la presencia de dextrosa),
el contenido en hierro férrico oscilaría entre 10 y 30 %.
Asimismo, a concentraciones tan bajas de gluconato sódico,
5 normalmente sería imposible obtener estas elevadas inclusio-
nes de hierro en el depósito.

EJEMPLO 4

Al baño del Ejemplo 1 se añaden:

Fructosa 10 g/l

10 Los resultados son iguales a los descritos en el
Ejemplo 2.

EJEMPLO 5

Al baño del Ejemplo 1, se añaden:

Sorbosa 10 g/l

15 Los resultados son iguales a los descritos en el
Ejemplo 2.

EJEMPLO 6

Se prepara un baño de deposición de níquel-hierro
agitado con una barra catódica, de la siguiente composición:

20	NiCl ₂ ·6H ₂ O	90 g/l
	NiSO ₄ ·6H ₂ O	165 g/l
	Ni ⁺²	57,9 g/l
	H ₃ BO ₃	39,0 g/l
	Fe (total)	10,05 g/l
	Fe (ferroso)	9,00 g/l
25	Fe (férrico)	10 %
	Gluconato sódico	22,0 g/l
	Citrato sódico	3,0 g/l
	Lactosa	10,0 g/l
30	pH	3,4

1	Temperatura	150°F (65°C)
	Sacarina	3,0 g/l
	Alilsulfonato	3,0 g/l
5	Abrillantadores acetilénicos secundarios	0,025 g/l

Unos paneles se recubrieron a 45 amperios/pie² (4,84 A/dm²). Los electrodepósitos eran totalmente brillantes y dúctiles, con excelente uniformidad y zonas deprimidas muy limpias. El electrodepósito contenía 38,8 % de hierro.

10

Después se hizo funcionar el baño casi continuamente durante varias semanas obteniéndose los mismos resultados. Transcurrido el primer día, el contenido en hierro férrico nunca pasó del 1 % del contenido total en hierro del baño.

15

EJEMPLO 7

Se prepara una solución de níquel-hierro de la siguiente composición:

20	NiSO ₄ ·6H ₂ O	75 g/l
	NiCl ₂ ·6H ₂ O	75 g/l
	H ₃ BO ₃	50 g/l
	FeSO ₄ ·7H ₂ O	10 g/l
	Lactosa	20 g/l
	pH	3,5

25

Temperatura 140°F (60°C)

Este baño fue aireado durante 1 hora a la temperatura citada. Al cabo de este tiempo, se formó en el baño una cantidad bastante grande de precipitado de hidróxido férrico pardo rojizo.

30

1

EJEMPLO 8

Se prepara una solución idéntica a la del Ejemplo 7 pero sustituyendo la lactosa por fructosa. Se obtuvieron los mismos resultados que en el Ejemplo 7.

5

Como ilustran los Ejemplos 6 y 7, el uso de los sacáridos reductores sin el uso simultáneo de agentes complejantes solubles da lugar a soluciones de electrodeposición poco satisfactorias.

10

EJEMPLO 9

Se prepara una solución de niquelado de la siguiente composición:

15

Ni ⁺²	81,7 g/l
NiCl ₂ .6H ₂ O	60,0 g/l
NiSO ₄ .6H ₂ O	300,0 g/l
H ₃ BO ₃	40,0 g/l
pH	3,5
Sacarina	3,0 g/l
Alilsulfonato sódico	6,0 g/l
Abrillantadores acetilénicos secundarios	0,025 g/l

20

La solución se divide en dos células electrolíticas de 350 cc, A y B. A cada célula se añaden 4 g/l de gluconato sódico y 10 g/l de FeSO₄.7H₂O y además, se añaden 3 g/l de dextrosa a la célula B. Las soluciones se agitan con aire durante varias horas. Durante la aireación, se forma en la célula A un precipitado pardo rojizo de hidróxido férrico mientras que la solución en la célula B permanece transparente.

25

30

Los paneles recubiertos en cada baño a 45 A/pie² (4,84 A/dm²) durante 10 minutos, indican que los depósitos

1 formados en la célula B (la que contiene la dextrosa) son
esencialmente superiores a los formados en la célula A. Los
depósitos de la célula A son bastante ásperos y frágiles
mientras que los depositados en la célula B son brillantes,
5 dúctiles y muy lisos.

Por consiguiente, el uso de un sacárido reductor,
la dextrosa, permite el uso simultáneo de una concentración
inferior a la normal de un agente complejante soluble.

EJEMPLO 10

10 Se prepara un litro de una solución electrolítica
alta en hierro del tipo de níquel-hierro cuyo análisis es
el siguiente:

	NiCl ₂ ·6H ₂ O	46,2 g/l
	Ni ⁺²	30,3 g/l
15	Cl ⁻	13,7 g/l
	H ₃ BO ₃	40,0 g/l
	Fe (total)	4,95 g/l
	Fe ⁺²	4,79 g/l
	Sacarina	3,0 g/l
20	Alilsulfonato	4,0 g/l
	Abrillantadores acetilénicos secundarios	0,025 g/l
	Gluconato sódico	20 g/l
	Lactosa	10 g/l
25	pH	3,2
	Temperatura	150°F (65°C)

Recubriendo unos paneles mediante agitación con aire
se obtuvieron excelentes resultados. Los depósitos sobre los
paneles eran todos brillantes y muy dúctiles, con buena uni-
30 formidad y depresiones muy limpias. Por análisis de la lámi-

1 na se halló que el contenido en hierro del depósito era del 41,2 %.

5 La operación del baño se prosiguió durante casi 700 amperios-horas por galón (1 galón = 3,78 litros) y se obtuvieron buenos resultados. El baño fue filtrado por carbón ocasionalmente y se realizaron adiciones periódicas de abrillantadores y estabilizantes.

En resumen, la Patente de Introducción que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

10

REIVINDICACIONES

15

20

25

30

1.- Mejoras en un método de electrodeposición de una aleación de níquel-hierro brillante sobre un sustrato conductor desde un baño acuoso ácido que contiene iones hierro, iones níquel y un compuesto sulfo-oxigenado orgánico como abrillantador primario del níquel, caracterizadas porque consisten en hacer reaccionar con el baño: 1) un sacárido reductor, seleccionado entre el grupo formado por monosacáridos y disacáridos, para efectuar la reducción de los iones férricos presentes en dicho baño a iones ferrosos y 2) un agente complejante, seleccionado entre el grupo formado por ácidos hidroxicarboxílicos alifáticos de 1 a 3 grupos carboxilo, 2 a 8 átomos de carbono y 1 a 6 grupos hidroxilo, que reacciona con los iones ferrosos y férricos formando un compuesto complejo que permite mantener en solución a dichos iones.

2.- Mejoras según la reivindicación 1, donde el sacárido reductor está seleccionado entre el grupo formado por lactosa, dextrosa y fructosa.

3.- Mejoras según la reivindicación 1, donde el sacárido reductor se encuentra presente en una proporción

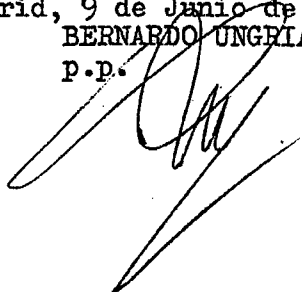
1 que oscila entre 1 y 50 gramos por litro de bano aproxi-
madamente; el agente complejante se encuentra en una pro-
porción tal que la relación de concentración de agente
5 complejante a concentración de iones hierro en el baño es-
tá comprendida entre 1:1 y 20:1 aproximadamente; la rela-
ción de iones níquel a iones hierro es alrededor de 5 a
50:1 y el compuesto sulfooxigenado orgánico se encuentra
en una proporción de 0,5 a 10 gramos por litro aproximada-
mente.

10 4.- Mejoras según las reivindicaciones 1, 2 ó 3,
donde la concentración de sacárido reductor es alrededor
de 1 a 50 gramos por litro de baño y la relación de con-
centración de agente complejante a concentración de sacá-
rido reductor oscila entre 1:1 y 10:1 aproximadamente.

15 5.- Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Introducción que se soli-
cita: MEJORAS EN UN METODO DE ELECTRODEPOSICION DE UNA
ALEACION DE NIQUEL-HIERRO BRILLANTE.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en
la presente Memoria descriptiva que consta de veintiuna pá-
ginas mecanografiadas.

Madrid, 9 de Junio de 1978
BERNARDO UNGRIA
p.p.



25

30