



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo
con los datos que figuran en la pre-
sente descripción y según el con-
tenido de la memoria adjunta.

ES	11 21	NUMERO 484.002	10 A1
	23	FECHA DE PRESENTACION 7-9-1979	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
CADUCADO		
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C25 F 3/20	67 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
54 TITULO DE LA INVENCION "UN PROCEDIMIENTO PARA EL PULIDO ELECTROLITICO EN CORRIENTE CON- TINUA DE UN COMPONENTE DE ALUMINIO O DE UNA ALEACION A BASE DE ALUMINIO"		
71 SOLICITANTE (ES) THE BRITISH ALUMINIUM COMPANY LIMITED (ROL/JB/27137)		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE 7 Baker Street, Londres, W1M 1AB, Inglaterra		
72 INVENTOR (ES) Peter Godfrey Harris		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-72.876)		

1 Esta invención se refiere al pulido electrolítico en corriente continua de aluminio y aleaciones de base aluminio en electrolitos alcalinos.

5 En las patentes británicas de los mismos autores Nos. 449162 y 513530, se describe un procedimiento para el pulido electrolítico de aluminio que se ha hecho ampliamente conocido en escala comercial por la Marca Comercial Registrada "Brytal" y con el empleo de un electrolito que incluye una solución acuosa de Na_2CO_3 y Na_3PO_4 con ciertos aditivos opcionales, teniendo dicho electrolito un pH de al menos 10 y una temperatura de operación preferida de 75-85°C. En dichas patentes se indica que con este procedimiento la reflectividad especular de la chapa comercialmente pura puede "elevarse quizás a 80%". Más específicamente, los valores de reflectividad especular medidos subsiguientemente por el co-solicitante, Pullen, y sus colaboradores, sobre metal de purezas 99,7% y 99,5, fueron 79% y 72% respectivamente. Estos valores de reflectividad especular, junto con los dados por Pullen y Scott (Trans. Inst. of Met. Finishing 1956, vol. 33, págs. 163-176) se obtuvieron todos con el Potómetro Guild, en el que el semiángulo subtendido por la abertura de diafragma empleada es 14,5°, introduciendo así un componente importante de reflectividad difusa en las medidas y dando de este modo resultados artificialmente altos.

10

15

20

25

 Para superar este inconveniente, fue desarrollado por Scott un Cabezal de Brillo Modificado (Modified Gloss Head), empleando una abertura de diafragma que subtendía un semiángulo de aproximadamente 1°, y éste ha sido adoptado como método estándar para las medidas de reflectivi-

30

1 dad especular en la Norma Británica B.S. 1615: 1972, en -
la que se describe en el Apéndice Q. Los datos suminis--
trados por Scott y Bigford (A.D.A. Conference on Anodising,
Nottingham, 1961, Sesión II, documento 4) ilustran el - -
5 efecto del ángulo de recepción del reflectómetro sobre la
reflectividad especular medida; así, en un caso típico, -
una superficie con una reflectividad especular de sólo 53%
medida con el Cabezal de Brillo Modificado que aceptaba -
un semiángulo de 12°, exhibió un valor muy superior a 80%
10 cuando se midió con un semiángulo de recepción de 14,5°. Todas las referencias que se hacen de aquí en adelante a la reflectividad especular se referirán a las medidas más exactas realizadas de acuerdo con la especificación de la Norma Británica antes mencionada.

15 Está perfectamente establecido, como resultado de mu
chos años de operación comercial, que el procedimiento --
Brytal da resultados excelentes sobre metal de pureza 99,99
y sobre ciertas aleaciones producidas a partir del mismo,
alcanzando los valores de la reflectividad especular obte
20 nidos el 85%, o incluso sobrepasándolo. En cambio, con -
una pureza decreciente del metal la reflectividad especu
lar disminuye rápidamente, siendo como máximo aproximada
mente 75% para una pureza del metal base de 99,8%, y 60%
para una pureza del metal base de 99,5%. En los últimos
25 años, se ha acostumbrado en la práctica comercial general
a efectuar adiciones de NaOH al baño de Brytal, elevando
así el pH por encima del valor original preferido de apro
ximadamente 11,5 (medido en la solución caliente por medio
de un electrodo de vidrio), incrementándose de este modo
30 la densidad de corriente y ganando en velocidad de trata-

1 miento, pero sin efecto beneficioso alguno sobre el bri--
llo.

5 A causa de los resultados mediocres obtenidos con me-
tal de pureza base menor que 99,99%, muchos productores de
componentes de aluminio anodizado brillante han preferido
utilizar procedimientos de abrillantado químico que impli-
can sumergir el componente en un baño ácido caliente, que
comprende típicamente una mezcla de ácidos fosfórico y ní-
trico, sin aplicación de corriente eléctrica. Con un tal
10 procedimiento, pueden alcanzarse valores de reflectividad
especular de al menos 80% (esto es, un aumento de hasta -
30% sobre el procedimiento "Brytal") incluso en el caso -
de metal con una pureza base de sólo 99,5%. Los procedi--
mientos de este tipo son, no obstante, de operación desa-
gradable, y desde hace muchos años se ha reconocido la ne-
15 cesidad de un procedimiento químico o electroquímico de -
pulido ambientalmente satisfactorio que pudiera tratar --
eficazmente metal de pureza base menor que 99,99%.

20 Se han propuesto otros tipos de electrolito alcalino
para uso en el pulido electrolítico del aluminio, por --
ejemplo (a) álcali cáustico con un agente complejante del
aluminio, tal como gluconato de sodio como se describe en
la Patente Británica 1.070.644, (b) cianuro de metal alcal-
lino solo o con tiocianato de metal alcalino como se des-
25 cribe en la Patente Británica 655514, (c) hidróxido y or-
tofosfato de metal alcalino (sin carbonato), como se des-
cribe en la Patente Británica 658699 y (d) electrolitos -
que contienen sosa cáustica libre como se describe en las
patentes Británicas Nos. 521290 y 1.070.644, pero única--
30 mente los electrolitos del tipo carbonato de sodio-fosfa-

1 to trisódico (p.ej. Brytal) han encontrado aplicación co-
mercial extendida. Muchos posibles aditivos para los ba-
ños de tipo Brytal, con inclusión de amoníaco, sales de -
amonio, amoníacos sustituidos, bicarbonatos y fosfatos --
5 ácidos, se mencionaban en las patentes originales o han -
sido probados desde entonces en el transcurso de los años,
pero aunque en algunos casos pueden haberse obtenido mejo-
ras en la reflectividad especular, los resultados con alea-
ciones de baja pureza no han alcanzado nunca la alta cali-
10 dad del acabado superficial obtenible con las mismas alea-
ciones tratadas por los abrillantadores químicos del tipo
ácido fosfórico-ácido nítrico.

Al reconsiderar el procedimiento "Brytal" de las ante-
riores patentes británicas iniciales 449162 y 513530 de -
15 los mismos autores y las muchas variaciones que se han rea-
lizado en aquél en todo el mundo durante los últimos cua-
renta años de utilización comercial, los autores de la in-
vención han tenido en cuenta los cambios en los patrones
de medida de pH en el mismo período.

20 Utilizando las técnicas más exactas de que se dispone
ahora, se midió el pH de soluciones de dos grados, puro y
técnico, tanto de carbonato de sodio como de ortofosfato
trisódico y de los cuatro posibles electrolitos "Brytal"
fabricados a partir de ellos, a temperaturas de 20°-90°C.
25 La totalidad de los resultados se dan en la Tabla 1.

30

17109

Tabla 1.- pH de Soluciones de Carbonato y Fosfato y de
Los Electrolitos de Tipo Brytal originales

Soluciones de Productos Químicos:	Concentra- ción	pH					
		20°	40°	60°	70°	80°	90°
Na_2CO_3 (calidad analítica)	150	11,9	11,5	11,2	11,1	10,9	10,85
Na_2CO_3 (calidad técnica)	150	10,95	10,75	10,6	10,6	10,45	10,4
$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, puro	50	12,85	12,25	11,8	11,7	11,45	11,25
Na_3PO_4 secado, calidad técnica	50	12,45	11,95	11,65	11,53	11,30	11,20
<u>Electrolitos Brytal</u>							
Na_2CO_3 (calidad analítica)	150	12,9	12,3	11,9	11,7	11,4	11,35
+ $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (puro)	50						
Na_2CO_3 (calidad técnica)	150	11,70	11,45	11,30	11,20	11,05	10,95
+ Na_3PO_4 secado (calidad técnica)	50						

Tabla I - (continuación)

Soluciones de Productos Químicos	Concentración g/litro	pH					
		20°	40°	60°	70°	80°	90°
Na ₂ CO ₃ (calidad analítica) + Na ₃ PO ₄ Secado (calidad técnica)	150 50	12,20	11,85	11,6	11,45	11,25	11,15
Na ₂ CO ₃ (calidad técnica) + Na ₃ PO ₄ ·12H ₂ O (puro)	150 50	12,20	11,8	11,6	11,45	11,2	11,1

1 A 20°C, las calidades puras de carbonato y fosfato -
dan soluciones, a la concentración del electrolito Brytal,
de pH sustancialmente más alto que las calidades técnicas,
esto es, 0,95 y 0,4 unidades de pH respectivamente.

5 Los electrolitos Brytal de 150 g/litro-50 g/litro di-
fieren también considerablemente, teniendo el electrolito
constituido en su totalidad por calidades puras un pH 1,2
unidades más alto que el electrolito totalmente de calida-
des técnicas, mientras que los dos electrolitos constitui-
10 dos por un componente de calidad pura y otro de calidad -
técnica dan valores de pH idénticos situados aproxima-
mente en un punto intermedio entre los electrolitos total-
mente puro y totalmente técnico.

15 A la temperatura de trabajo, de 70-90°C, los valores
de pH de las soluciones de sustancias simples y de electro-
litos disminuyen en aproximadamente 0,5-1,0 unidades de -
pH, mientras que las diferencias de pH entre las calidades
puras y técnicas se reducen aproximadamente a la mitad.

20 Se observará que ninguno de los electrolitos tiene -
un pH menor que 11,70 a 20°C y 10,95 a 90°C.

25 Por esta razón, se llega a la conclusión de que el -
pH del electrolito Brytal original medido por el procedi-
miento del electrodo de vidrio de los autores de la inven-
ción a 20°C estaba de hecho comprendido dentro del inter-
valo que va de 11,7 a 12,9, mientras que a la temperatura
de trabajo especificada, esto es, 75°-85°, estaba compren-
dido entre 11,0 y 11,6 de acuerdo con la pureza de los --
productos químicos, dando los productos químicos puros el
valor más alto.

30 Así, los autores de la invención creen que si hubieran

1 -estado disponibles las técnicas actuales de medida del pH
en el momento de la presentación de las solicitudes que -
dieron como resultado las Patentes Británicas 449162 y --
513530, no se habrían hecho referencias a un valor de pH
5 tan bajo como 10, y conocen plenamente ahora que el proce-
dimiento "Brytal" tal como se describe en dichas memorias
descriptivas no dará un resultado satisfactorio a no ser
que el electrolito se mantenga a un valor más elevado de
pH. Esta creencia ha sido confirmada por L. Läser en ---
10 Galvanotechnik 1971 62(a) 779-784, donde se afirma: "El
valor de pH del electrolito es aproximadamente 10,5 a 12",
aunque incluso en este caso los autores de la invención -
creen que el nivel mínimo a que se hace referencia es en-
gañoso.

15 Es un objeto de la presente invención proporcionar -
un procedimiento de pulido electrolítico alcalino capaz -
de dar resultados satisfactorios tanto con metal base de
pureza baja como con metal base de alta pureza.

20 De acuerdo con un aspecto de la presente invención,
se proporciona un procedimiento para el pulido electrolíti-
tico en corriente continua de un componente de aluminio o
una aleación a base de aluminio en el que el componente -
constituye un ánodo en un electrolito que comprende una -
solución acuosa que contiene carbonatos y fosfatos en el
25 que la solución contiene al menos un miembro seleccionado
del grupo constituido por los carbonatos, hidrogenocarbon-
atos y sesquicarbonatos de los metales alcalinos y el --
amonio; y al menos un miembro seleccionado del grupo. - -
constituido por los ortofosfatos mono-, di-, y tribásicos
30 de los metales alcalinos y el amonio; caracterizado por -

1 el hecho de que el valor de pH de la solución medido por
electrodo de vidrio a 70°C es de 9,0 a 10,7; y en el que
los productos locales de reacción y las soluciones agota-
das se dispersan continuamente desde la superficie del --
5 componente a un ritmo tal que permite que la densidad de
corriente se incremente automáticamente en un factor de 2
a 4 sobre su valor en ausencia de tal dispersión continua.
La temperatura de trabajo de la solución puede estar com-
prendida entre 80°C y el punto de ebullición de la solu-
10 ción, y ventajosamente está comprendida entre 90°C y di-
cho punto de ebullición.

En el electrolito, la relación del contenido de car-
bonato total, calculado como CO_3 , al contenido de fosfato
total, calculado como PO_4 , puede estar comprendida entre
15 1 y 8, y preferiblemente entre 1,25 y 3. La concentración
de carbonato preferiblemente no es menor que 50 g CO_3 /li-
tro, y la concentración de fosfato preferiblemente no es
menor que 20 g PO_4 /litro. En cada caso, la concentración
máxima está limitada únicamente por consideraciones de so-
20 lubilidad a la temperatura de operación. Contenidos tota-
les adecuados de fosfato y carbonato son 60-125 g/litro -
de PO_4 y 170-220 g/litro de CO_3 , respectivamente. Un in-
tervalo preferido de valor de pH es 9,5-10,5; siendo par-
ticularmente satisfactorio 9,8-10,3.

25 La solución abrillantadora puede contener también al
menos un radical ácido adicional. Este puede ser, por --
ejemplo, del grupo constituido por nitrato, sulfato, fluo-
ruro, borofluoruro, tartrato y citrato. Tal radical áci-
do puede incorporarse en la solución abrillantadora hacien-
30 do adiciones a la misma de los ácidos correspondientes o

1 de las sales de metal alcalino o de amonio de estos áci--
dos. El sulfato y el fluoruro se pueden añadir también -
en la forma de las sales ácidas bisulfato y bifluoruro, -
5 contribuyendo así a la obtención del valor bajo de pH de-
seado.

La dispersión continua de los productos de reacción
locales y de la solución agotada desde la superficie del
componente puede conseguirse manteniendo el componente y
la solución abrillantadora en un estado de agitación rela-
10 tiva vigorosa durante el paso de la corriente, por ejem--
plo por aplicación de uno o más de los procedimientos si-
guientes:

- (a) Bombeo de chorros de electrolito sobre la super-
ficie tratada del componente.
- 15 (b) Agitación enérgica del electrolito alrededor del
componente por medios neumáticos o mecánicos.
- (c) Oscilación o rotación rápida del componente.
- (d) Operación del electrolito a una temperatura tal
que induzca una ebullición local enérgica en las
20 proximidades del componente o, alternativamente,
por adición de una pequeña cantidad de una sustan-
cia volátil tal como un alcohol.
- (e) Vibración del componente por medios mecánicos o
eléctricos. Con vistas a promover un pulido uni-
25 forme, el artículo puede exponerse a vibración -
acústica o ultrasónica mientras que permanece en
el electrolito.

En estudios recientes del procedimiento tipo Brytal,
los autores de la invención han utilizado un montaje de -
30 electrodo de vidrio diseñado específicamente para medir -

1 valores de pH en soluciones fuertemente alcalinas a fin -
de realizar medidas en el electrolito caliente, típicamen
te a 70°C. No se encontró posible utilizar los ingredien
tes especificados en la patente Británica No. 449162 para
5 obtener valores de pH inferiores a 11,0-11,5. Los auto--
res de la invención hicieron luego adiciones de NaHCO_3 al
electrolito para rebajar el valor del pH, y pudieron aumen
tar la reflectividad especular del aluminio de pureza 99,5%
desde un valor máximo de 60% a un valor máximo de aproxi
10 madamente 68%. A aproximadamente pH 10,8, los autores de
la invención encontraron una macrorrugosidad rechazable -
de la superficie metálica, sobre metal de pureza 99,99%.
A valores todavía inferiores de pH (10,0-10,5), alcanzados
por adiciones sustanciales de NaHCO_3 en el intervalo de -
15 50-100 g/litro, se obtuvo un acabado brillante "escarcha-
do", no especular. Al examinar microscópicamente la su--
perficie escarchada, se encontró que la superficie estaba
de hecho pulida en escala microscópica, pero estaba com--
puesta de numerosas áreas pequeñas de las que se habían -
20 separado diferentes cantidades de metal. Se creyó que es
te fenómeno se debía a efectos locales de protección con-
tra el ataque químico atribuibles a películas sólidas o -
capas viscosas no uniformes. Se probó el efecto de la --
agitación suave del electrolito, además de la oscilación
25 suave normal de la muestra introducida en el electrolito,
pero se obtuvo un beneficio escaso o nulo. En cambio, por
una agitación enérgica de la muestra y del electrolito --
uno con relación al otro, de tal modo que se lavase comple
tamente la superficie del metal, se desarrolló un acabado
30 especular brillante por toda la superficie, incrementándo

1 se la densidad de corriente por un factor de 2-4. Cuando
se pulió electrolíticamente aluminio de pureza 99,5% en
el electrolito de pH 10,0-10,5 utilizando agitación violen-
ta, se obtuvieron valores de reflectividad especular exce-
5 lentes, de aproximadamente 85%. Esta cifra debe compararse
se con un valor máximo de aproximadamente 60% utilizando
el procedimiento Brytal convencional en condiciones satis-
factorias y hasta 85% por abrillantado o pulido químico -
con mezcla de ácidos fosfórico-nítrico.

10 En el electrolito, la relación del contenido total
de carbonato, calculado como CO_3 , al contenido total de
fosfato, calculado como PO_4 , puede estar comprendida en-
tre 1 y 8, y preferiblemente entre 1,25 y 3. La concen-
tración de carbonato es preferiblemente no inferior a 50
15 g CO_3 /litro y la concentración de fosfato es preferible-
mente no inferior a 20 g PO_4 /litro. En cada caso, la con-
centración máxima está limitada únicamente por considera-
ciones de solubilidad a la temperatura de operación. Con-
tenidos totales adecuados de PO_4 y CO_3 son 60-125 y 170-
20 220 g/litro respectivamente. Un intervalo preferido de -
valor de pH es 9,5-10,5; es particularmente satisfactorio
un intervalo de 9,8-10,3.

25 Cuando se prepara el electrolito no es posible utili-
zar mezclas de carbonato y tri-ortofosfato de metal alcali-
no solamente; una forma conveniente de alcanzar el ni-
vel de pH bajo deseado es introducir cierta proporción de
sales más ácidas, tales como mono- ó di-hidrogenofosfatos,
hidrogenocarbonatos, o sesquicarbonatos. El baño así pre-
parado comprenderá por tanto una solución acuosa que con-
30 tiene los aniones HCO_3^- , $\text{HPO}_4^{=}$, H_2PO_4^- , $\text{CO}_3^{=}$, $\text{PO}_4^{=}$ y OH^- ,

1 y al menos un catión seleccionado del grupo constituido -
por los cations Na^+ , K^+ y NH_4^+ .

5 El contenido de aluminio de un electrolito nuevo se
elevará naturalmente como resultado del uso, pero el ni-
vel de equilibrio es tan bajo que no hay necesidad alguna
de efectuar adiciones de $\text{Al}(\text{OH})_3$ o aluminio metálico al -
baño con objeto de establecer una concentración de equili-
brio de iones aluminio antes de iniciar la operación del
baño.

10 Algunas veces es deseable que pueda obtenerse el ni-
vel bajo deseado de pH sin adiciones a los cationes pre--
sentes, y esto puede hacerse pasando CO_2 ó SO_2 a través -
del baño hasta que se obtiene el valor de pH deseado. Es
15 posible también hacer adiciones de ciertos ácidos para es-
te propósito, por ejemplo los ácidos minerales HNO_3 , - -
 H_3PO_4 , HF , HBF_4 y los ácidos orgánicos cítrico, salicíli-
co, tartárico y benzoico. Se cree que prácticamente cual-
quiera de los ácidos orgánicos más fuertes con inclusión
de los ácidos acético y oxálico puede utilizarse para es-
20 te propósito, aunque el uso de estos últimos no se reco--
mienda específicamente. Como corolario, nitratos, sulfata-
tos, fluoruros, borofluoruros, tartratos, citratos y sa--
les de muchos otros ácidos orgánicos pueden estar presen-
tes en el baño y pueden añadirse algunas veces con venta-
25 ja. En general se prefiere rebajar el valor de pH del ba-
ño al nivel deseado efectuando adiciones de sales ácidas
como se ha descrito previamente, evitando así la pérdida
de CO_2 asociada con el uso de ácidos para este propósito.

30 Así pues, los radicales ácidos pueden incorporarse a
la solución de abrillantado efectuando adiciones a la mis

1 ma de los ácidos correspondientes o de las sales de metal
alcalino o de amonio de estos ácidos. El sulfato y el --
fluoruro pueden añadirse también en la forma de las sales
ácidas bisulfato y bifluoruro, contribuyendo de este modo
5 a la obtención del valor bajo de pH deseado.

Pueden añadirse al baño secuestrantes de aluminio, --
agentes tensioactivos y agentes dispersantes conocidos.

Otros constituyentes conocidos que se incorporan en
baños de pulido electrolítico alcalinos pueden tolerarse
10 generalmente en el baño de la presente invención o añadir
se algunas veces con ventaja al mismo. Ejemplos de tales
constituyentes son hidroxilamina, etanolaminas y sales de
amonio.

La temperatura de operación del baño puede ser desde
15 aproximadamente 80°C hasta el punto de ebullición del elec
trolito, el cual puede ser al menos tan alto como 105°C.
Preferiblemente, la temperatura es como mínimo 90°.

El electrolito puede estar contenido en un depósito -
hecho de acero dulce o acero inoxidable u otro material -
20 capaz de resistir al electrolito moderadamente alcalino a
la temperatura de trabajo. Si es de un material eléctri-
camente conductor, el depósito puede constituir el cátodo
de la célula de tratamiento electrolítico.

En la realización del procedimiento puede utilizarse
25 un intervalo de aproximadamente 2-25 voltios de corriente
continua, siendo preferidos 10-15 voltios.

La agitación relativa enérgica deseada entre el elec
trolito y el artículo a pulir puede conseguirse de diver-
sas maneras, por ejemplo por aplicación de uno o más de -
30 los procedimientos siguientes:

- 1 (a) Bombeo de chorros de electrolito sobre la superficie tratada del componente.
- (b) Agitación enérgica del electrolito alrededor del componente por medios neumáticos o mecánicos.
- 5 (c) Oscilación o rotación rápidas del componente.
- (d) Utilización del electrolito a tal temperatura -- que induzca una ebullición local enérgica en las proximidades del componente.
- (e) Vibración del componente por medios mecánicos o
- 10 eléctricos. Con vistas a promover un pulimentado uniforme, los artículos pueden exponerse a vibración acústica o ultrasónica mientras que se hallan introducidos en el electrolito.

15 Los autores de la invención han realizado intentos --
ulteriores con objeto de lograr el pulido electrolítico --
con el pH de la solución de abrillantado igual a 10,8 o li-
geramente inferior a este valor, y han encontrado que en --
estas condiciones incluso el metal de pureza 99,99% desa--
rolla una superficie con macrorrugosidades que no puede --
20 corregirse por agitación relativa enérgica entre el metal
y la solución sin producir estrías blancas rechazables. A
este valor de pH, el micro-pulido del metal de pureza baja
es muy deficiente. Parecer ser, por consiguiente, que éxis
te una banda estrecha de pH dentro de la cual no es practi-
25 cable un pulido electrolítico satisfactorio. Por encima --
de esta banda, es posible un abrillantado o pulido satis--
factorio por el método de la técnica anterior, pero sólo --
para metal de pureza base 99,99% como mínimo; por debajo --
de esta banda de pH puede conseguirse un pulido satisfacto-
30 rio con aluminio o una aleación de aluminio que tenga una

1 — pureza base normalmente adecuada para nodizado, por el mé
todo de la presente invención.

5 Utilizando el procedimiento de la presente invención,
se han obtenido los valores de reflectividad especular si
guientes sobre aluminio no aleado de pureza especificada
y sobre ciertas aleaciones de aluminio de pureza conforme
con las especificaciones apropiadas, incluyéndose los con
tenidos reales de hierro, magnesio y cobre en los casos -
pertinentes.

10

15

20

25

30

17109



Aleación o pureza	Contenido real (%) de los elementos especificados			Reflectividad Espeular, %
	Cu	Mg	Fe Otros	
99,99%				88-90
99,8%		0,01	0,06	88
99,8%	0,04		0,06	88
(carpin tería do méstica)				
99,5%	0,002	0,02	0,21	86
5457	0,04	0,90	0,06	87
5252	0,05	2,5	0,07	87
5005	0,004	0,98	0,29	86
7016	0,80	0,96	0,08	83
EA732	0,24	1,0	0,06	85
Aleación rica en hierro	0,001	0,01	1,06	80 como mínimo

1 Se verá que, con el procedimiento de la presente invención, son alcanzables reflectividades especulares que
exceden de 80% dentro de un amplio campo de composiciones
que abarca los diversos tipos de aleaciones de aluminio -
5 que pueden desearse abrillantar. Son particularmente notables (i) los altos valores de reflectividad para pureza
99,8% y pureza 99,5%, que pueden compararse con las cifras
75% y 60% ya indicadas como alcanzables con el baño Brytal
convencional en las condiciones óptimas, y (ii) la posibilidad
10 de alcanzar valores que exceden de 80% incluso en presencia de más de 1% de hierro.

 El procedimiento de la presente invención tiene cierto número de ventajas sobre la técnica anterior representada por el baño Brytal original y sus diversas modificaciones. Así:

15 1. Para resultados de alta calidad, ya no existe una limitación a metal de pureza base de 99,99% como mínimo.

 2. Toda la gama de aleaciones de anodizado brillante pueden abrillantarse a un tipo equivalente, y en algunos -
20 casos superior, al que puede obtenerse por tratamiento químico en soluciones ácido nítrico-ácido fosfórico, y sin incurrir en los problemas de control de humos y de eliminación de aguas ácidas asociados con el último método.

 3. Las condiciones de tratamiento óptimas para el metal de pureza base 99,99% y para toda la gama de aleaciones de anodizado brillante son similares, de tal modo que estas aleaciones pueden, si se desea, tratarse al mismo --
25 tiempo en el mismo electrolito y en las mismas condiciones de operación.

30 4. La reflectividad especular es comparativamente in

1 sensible a la temperatura de operación en todo el interva
lo de temperaturas útiles (esto es, desde aproximadamente
20°C hasta el punto de ebullición del baño).

5 5. Las densidades de corriente pueden llegar a ser
hasta al menos 15 A/dm^2 , y los tiempos de tratamiento pue
den ser tan cortos como 3 minutos o tan largos como 45 mi
nutos. En consecuencia, el tiempo del procedimiento de -
la operación puede alterarse fácilmente para incorporarlo
10 en una secuencia de operaciones de anodizado brillante, p.
ej. en las instalaciones de anodizado brillante automáti
cas.

15 6. Mientras que en el procedimiento de pulido elec
trolítico alcalino convencional es una práctica aceptada
la evitación, en la medida de lo posible, de toda circula
ción del electrolito, p.ej. por aislamiento de los cátodos
del depósito de tratamiento, adaptación a dichos cátodos
de pantallas separadoras para restringir la circulación -
inducida por el desprendimiento de hidrógeno, y evitación
del calentamiento del baño durante la operación activa, -
20 el procedimiento de la presente invención se ve afectado
beneficiosamente por el movimiento del electrolito. Por
esta razón, el electrolito puede hacerse circular libre--
mente, incluso enérgicamente, facilitando así el calenta-
miento, la filtración y el mantenimiento de condiciones -
25 uniformes. El depósito de tratamiento propiamente dicho
puede emplearse, por consiguiente, como cátodo sin temor
de que el efecto de abrillantado se vea perjudicado por -
corrientes de gas catódico.

30 7. No existe período de puesta en marcha importante
cuando se pone en servicio un baño nuevo de electrolito.

1 Con el baño de la presente invención, el contenido de alu-
minio se estabiliza rápidamente en un valor muy bajo, tí-
picamente menor que 0,4 g/litro, y tan bajo como 0,049 --
5 g/litro, lo que es al menos un orden de magnitud menor que
el valor correspondiente al baño de tipo Brytal de pulido
electrolítico alcalino convencional. En consecuencia, la
respuesta de abrillantado variable exhibida por el baño -
convencional durante el período que el contenido de alumi-
nio del electrolito está aumentando hasta el valor de de-
10 posición no es exhibida por los baños de acuerdo con la -
presente invención. La baja concentración de aluminio di-
suelto en este último baño facilita notablemente, además,
los problemas de separación del lodo por sedimentación o
filtración.

15 8. Como resultado del hecho de que el aluminio di-
suelto por el electrolito durante el abrillantado se repre-
cipita espontáneamente para dejar el electrolito virtual-
mente exento de aluminio, la vida del electrolito puede -
prolongarse casi indefinidamente.

20 9. Por operación del procedimiento con un valor de
pH inferior a 11, cualesquiera precipitaciones de compues-
tos de aluminio en el electrolito son granulares y fácil-
mente separables por sedimentación o filtración, mientras
que tales precipitados a valores de pH más altos serían -
25 gelatinosos y difíciles de separar por filtración.

30 10. La viscosidad del electrolito de la presente in-
vención es comparativamente baja y no aumenta de modo sig-
nificativo durante el uso. A la temperatura de trabajo -
deseada, la viscosidad es comparable a la del agua a la -
temperatura ambiente, por lo que cuando se retira un com-

1 -ponente del electrolito las pérdidas por goteo son peque-
ñas. En comparación, las soluciones no utilizadas de áci-
dos fosfórico y nítrico empleadas en los procedimientos -
de pulido químico tienen típicamente una viscosidad cuatro
5 veces mayor, la cual se eleva a un valor mucho más alto -
durante el uso, por lo que las pérdidas por goteo pueden
ser muy altas.

10

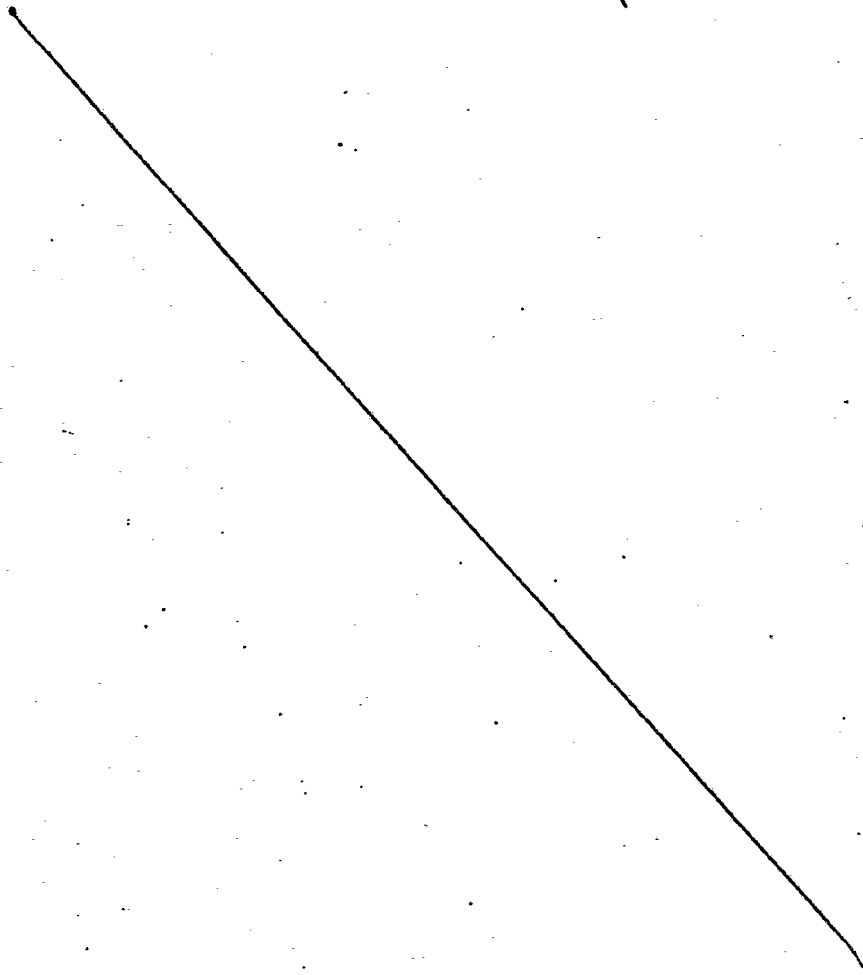
15

20

25

30

17109



REIVINDICACIONES

1

5

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15

20

25

30

1ª.- Un procedimiento para el pulido electrolítico en corriente continua de un componente de aluminio o una aleación a base de aluminio, en el que el componente constituye un ánodo en un electrolito que comprende una solución acuosa que contiene carbonatos y fosfatos en la que la solución contiene al menos un miembro seleccionado del grupo constituido por los carbonatos, hidrogenocarbonatos y sesquicarbonatos de los metales alcalinos y el amonio; y al menos un miembro seleccionado del grupo constituido por los ortofosfatos mono-, di-, y tribásicos de los metales alcalinos y el amoníaco; caracterizado por el hecho de que el valor de pH de la solución medido por un electrodo de vidrio a 70°C, está comprendido entre 9,0 y 10,7; y por el hecho de que los productos locales de reacción y la solución agotada se dispersan continuamente de la superficie del componente a una velocidad que permite que la densidad de corriente se eleve automáticamente en un factor de 2 a 4 sobre su valor en ausencia de tal dispersión continua.

17109

1 2ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que la temperatura de trabajo de la solución está comprendida entre 80°C y el punto de ebullición de la solución.

5 3ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2ª, caracterizado por el hecho de que la temperatura de trabajo de la solución está comprendida entre 90°C y el punto de ebullición de la solución.

10 4ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado por el hecho de que la relación del contenido de carbonato total, calculado como CO_3 , al contenido de fosfato total, calculado como PO_4 , está comprendida entre 1 y 8.

15 5ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4ª, caracterizado por el hecho de que la relación es está comprendida entre 1,25 y 3.

20 6ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que la concentración de carbonato no es menor que 50 g CO_3 /litro y la concentración de fosfato no es menor que 20 g PO_4 /litro, estando limitadas las concentraciones máximas en cada caso por consideraciones de solubilidad a la temperatura de operación.

25 7ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que los contenidos totales de fosfato y carbonato son respectivamente 60-125 g/litro de PO_4 y 170-220 g/litro de CO_3 .

30 8ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el he-

1 cho de que el valor de pH de la solución es 9,5 a 10,5.

9ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8ª, caracterizado por el hecho de que el valor de pH de la solución es 9,8 a 10,3.

5 10ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que el pH deseado de la solución se obtiene haciendo pasar CO_2 ó SO_2 a través de la solución.

10 11ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, caracterizado por el hecho de que el pH deseado de la solución se obtiene por adición de ácidos seleccionados de los grupos HNO_3 , H_3PO_4 , HF , -- HBF_4 y los ácidos cítrico, salicílico, tartárico y benzoico.

15 12ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que la solución contiene los aniones HCO_3^- , HPO_4^{2-} , H_2PO_4^- , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} y OH^- y al menos un catión seleccionado del grupo constituido por Na^+ , K^+ y NH_4^+ .

20 13ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, realizado en un depósito de material eléctricamente conductor, caracterizado por el hecho de que el depósito constituye el cátodo de la célula de tratamiento electrolítico.

25 14ª.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que el voltaje de operación es 2 a 25 voltios de corriente continua.

30 15ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 14ª, caracterizado por el hecho de que el voltaje de

1 - operaciones de 10-15 voltios de corriente continua.

16a.- "UN PROCEDIMIENTO PARA EL PULIDO ELECTROLITICO EN CORRIENTE CONTINUA DE UN COMPONENTE DE ALUMINIO O DE UNA ALEACION A BASE DE ALUMINIO".

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

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

Madrid, 24. OCT. 1979

10

P.A.

Fernando de Elizaburu
Por Feder. 

15

20

25

30

ARS/.

17109