



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 304 986**

(51) Int. Cl.:
C25D 21/14 (2006.01)
C25D 21/18 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **00980265 .3**
(86) Fecha de presentación : **21.11.2000**
(87) Número de publicación de la solicitud: **1252374**
(87) Fecha de publicación de la solicitud: **30.10.2002**

(54) Título: **Procedimiento para el uso extendido de electrolitos.**

(30) Prioridad: **25.11.1999 DE 199 56 666**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.11.2008

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.11.2008

(73) Titular/es: **Enthone Inc.**
350 Frontage Road
West Haven, Connecticut 06516, US

(72) Inventor/es: **Tolls, Elmar;**
Ludwig, Ralf, Wilhelm y
Schöngen, Gerd

(74) Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 304 986 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para el uso extendido de electrolitos.

La invención se refiere a un procedimiento para el uso extendido de electrolitos, en especial para depositar recubrimientos metálicos que no producen reflejos sobre una superficie metálica.

Se entiende que los recubrimientos metálicos también incluyen recubrimientos de aleaciones metálicas, y las superficies metálicas también incluyen superficies metalizadas de objetos no metálicos.

Los electrolitos que se usan para chapar generalmente se basan en los componentes de composiciones habituales, conocidos para el metal particular que se esté chapando. Por ejemplo, en el caso de los depósitos de níquel a partir de los electrolitos de tipo níquel de Watts, estos deberían ser sulfato de níquel, cloruro de níquel y ácido bórico.

Los electrolitos con base de cloruro, sulfato, sulfamato, fluoroborato o sus mezclas pueden usarse para los metales níquel, cobre, cinc, estaño, así como para los metales nobles. Además, los electrolitos pueden contener abrillantadores básicos orgánicos o inorgánicos seleccionados, mejoradores del grano, abrillantadores o agentes de formación de complejos.

Para lograr la ausencia de reflejos, se genera un sistema finamente disperso en el electrolito mediante la adición de materiales exógenos inorgánicos u orgánicos, de forma que estos aditivos durante la precipitación o bien se incorporan al depósito y/o interrumpen durante un periodo breve la precipitación de la película catódica de forma local.

En el caso de los procedimientos conocidos, se añaden materiales insolubles finamente molidos, tales como grafito, sulfato de bario, óxido de aluminio, vidrio, etc. al electrolito. Estos productos se mantienen en suspensión mediante agitación vigorosa del electrolito y se incorporan al depósito durante la precipitación.

En los procedimientos modernos, la fase dispersa fina se genera en los electrolitos mismos. Se añaden uno o más tensioactivos a la solución que forma una solución homogénea bajo su punto de enturbiamiento, pero que forma una emulsión finamente dispersa por encima de su punto de enturbiamiento.

Al igual que con todas las emulsiones, la estabilidad de la fase de dispersión fina es limitada. Con el tiempo, las gotículas aumentan de tamaño y afectan negativamente a la uniformidad de la precipitación.

En la práctica, la emulsión se estabiliza porque el electrolito se enfría de forma continua por debajo de su temperatura de punto de enturbiamiento, por lo cual el tensioactivo de nuevo vuelve a disolverse completamente en el electrolito. Posteriormente, el electrolito se lleva otra vez a la temperatura de trabajo. El circuito de calentamiento/refrigeración necesario conlleva un coste operativo adicional sustancial.

Si se trabaja con un contenido en sales elevado, la adición de algunos miligramos por litro de tensioactivos seleccionados ya es suficiente para lograr una precipitación sin reflejos. Se logra la supresión del reflejo de alta calidad incluso sin la formación de una emulsión visiblemente turbia. El tensioactivo posteriormente puede reajustarse varias veces, de forma que se produce un empeoramiento del aspecto de las capas debido a que la coagulación se produce tras un periodo de solo 12 - 14 horas. El electrolito opera sin

un circuito secundario. El coagulado puede eliminarse mediante filtración sobre carbono activado.

Además, puede generarse una fase de dispersión fina mediante la reacción de aniónicos y catiónicos solubles combinados con sales de difícil disolución, de molécula mayor en los electrolitos. Sin embargo, también en este caso, después de un ciclo de trabajo de 8 - 10 horas el material exógeno debe eliminarse por completo de los electrolitos mediante filtración debido a los efectos de coagulación. Durante el siguiente ciclo de trabajo la fase de dispersión debe reconstruirse de nuevo cada vez mediante la adición de los componentes.

Los compuestos de mayor molécula también pueden añadirse directamente a los electrolitos.

Los materiales tales como proteínas o polisacáridos están presentes en las soluciones acuosas en forma coloidal y producen recubrimientos sin reflejos con composiciones de electrolitos adecuadas. Estos compuestos se reducen mediante hidrólisis y/o reacción en los electrodos y la propiedad de eliminación de los reflejos se destruye cada vez más.

La invención trata el problema técnico de la preparación de un procedimiento para el uso extendido de electrolitos que asegura una gran calidad de los electrolitos con una baja inversión económica, sin tener que aceptar interrupciones en la producción para la regeneración.

En especial, se prevé realizar el procedimiento para la precipitación de recubrimientos metálicos que no producen reflejos de tal forma que el trabajo pueda realizarse en tres turnos, cinco días a la semana sin afrontar interrupciones en la producción debidas a la coagulación o destrucción de la fase de dispersión fina, respectivamente, y sin el coste operativo adicional de un circuito de calefacción/refrigeración.

La solución que propone la invención es que durante el uso continuado de un electrolito una parte del flujo se desvía, se filtra y si fuera necesario, se reconstituye mediante la adición de sustancias activas y posteriormente se reintegra al ciclo de trabajo.

Por lo tanto se sugiere, en un flujo parcial del electrolito, eliminar de forma continua mediante filtración, totalmente o en parte, las partículas coaguladas y las partículas todavía no coaguladas, así como los compuestos de moléculas grandes y sus productos de descomposición y añadir la cantidad apropiada de aditivos al filtrado antes de su reintegración.

La filtración extendida quiere decir que la filtración se produce principalmente durante el ciclo de operación.

Los fines de semana puede realizarse una limpieza más completa del electrolito.

La invención describe un procedimiento para el uso extendido de electrolitos para la precipitación de recubrimientos metálicos que no producen reflejos que, además de la sal metálica, también pueden contener sales conductoras, abrillantadores básicos, mejoradores del grano y agentes de formación de complejos en los que se genera una fase coloidal finamente dispersa para lograr propiedades de ausencia de reflejos. Este se caracteriza por un flujo parcial del electrolito en el que las partículas coaguladas y las partículas que todavía no se han coagulado se eliminan total o parcialmente mediante filtración y posteriormente se añade una cantidad apropiada de sustancias activas antes de la reintegración.

Una porción del electrolito puede dirigirse a un

compartimiento de rebosado para su filtración. El compartimiento de rebosado debería poder contener entre el 5 y 25% del volumen real del baño.

Puede emplearse cualquier tipo de filtración capaz de eliminar las partículas dispersas muy finas y las partículas dispersas finas y más grandes, total o parcialmente, del electrolito. La diferente porosidad de los materiales de filtrado y el uso de adyuvantes de la filtración y/o de carbono activado puede servir para diferenciar entre los diversos tamaños de partículas.

Pueden usarse filtros de placas de porosidad definida que se emplean habitualmente en el electro-

5

chapado, previamente recubiertos con adyuvantes de filtración y/o carbono activado, así como los filtros de tubos múltiples previamente recubiertos habituales con porosidad definida. Sin el recubrimiento previo, pueden usarse filtros tubulares enrollados.

También pueden emplearse procedimientos clásicos de sistemas coloidales de fraccionamiento, tales como diálisis, ultrafiltración y filtración con membrana.

10

Cada hora debería filtrarse entre el 5 - 40% del volumen del baño.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para extender el uso del chapado metálico que no produce reflejos para formar un depósito metálico que no produce reflejos que emplea un baño de electrolito que comprende un material que no produce reflejos que tiende a coagularse en las condiciones de operación del chapado metálico que no produce reflejos, comprendiendo el procedimiento:

a) desviar un flujo de electrolito del baño de electrolito;

b) filtrar el flujo de electrolito para eliminar las partículas del material que no produce reflejos que se han coagulado en las condiciones de operación del chapado metálico que no produce reflejos, en el que el material que no produce reflejos constituye aditivos que se pretende que queden incorporados en el depósito metálico y/o que interrumpan durante un periodo corto el chapado de forma local; y

c) devolver el flujo de electrolito filtrados al baño de electrolito.

2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el material que no produce reflejos comprende un tensioactivo, y en el que las condiciones de operación del chapado metálico que no produce reflejos incluyen trabajar con una temperatura del baño de electrolito superior a la temperatura del punto de enturbiamiento del tensioactivo.

3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el flujo de electrolito tiene una velocidad de flujo tal que se filtra un volumen de electrolito de entre 5% y 40% del volumen del baño de electrolito cada hora.

4. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la etapa de filtrado comprende un procedimiento de filtración que se selecciona a partir del grupo constituido por filtración mediante placas previamente re-

cubiertas, filtración mediante tubos múltiples previamente recubiertos, filtración mediante tubos enrollados, diálisis, ultrafiltración y filtración con membranas.

5. El procedimiento de la reivindicación 1, que además comprende filtrar el flujo de electrolito para eliminar materiales que se seleccionan a partir del grupo constituido por material supresor de los reflejos sin coagular, compuestos de molécula grande y productos de descomposición de los compuestos de molécula grande.

6. El procedimiento de la reivindicación 1 que además comprende la etapa de reponer el baño de electrolito mediante la adición de una sustancia activa al flujo de electrolito en una cantidad que es sustancialmente igual a la cantidad de la sustancia activa que se elimina por el consumo durante la operación de chapado metálico que no produce reflejos y mediante filtración del flujo de electrolito.

7. El procedimiento de la reivindicación 6, en el que la sustancia activa se selecciona a partir del grupo constituido por tensioactivos, sales metálicas, sales de conducción, abrillantadores básicos, mejoradores del grano y agentes de formación de complejos.

8. El procedimiento de la reivindicación 6, en el que la sustancia activa se añade al flujo de electrolitos después de la etapa de filtrado y antes de devolver el flujo de electrolito al baño de electrolito.

9. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la operación de chapado metálico que no produce reflejos se realiza de forma continuada durante un periodo superior a 14 horas.

10. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la operación de chapado metálico que no produce reflejos se realiza de forma continuada durante un periodo superior a 5 días.