

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 982 514**

51 Int. Cl.:

C25F 3/16	(2006.01)
B22F 10/62	(2011.01)
C22C 1/04	(2013.01)
C09G 1/02	(2006.01)
C25F 3/26	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.11.2019 PCT/ES2019/070751**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **22.05.2020 WO20099699**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.11.2019 E 19884027 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.03.2024 EP 3882379**

54 Título: **Uso de un HCl en electrolitos secos para pulir Ti y otros metales y aleaciones a través de transporte iónico**

30 Prioridad:

12.11.2018 ES 201831093

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.10.2024

73 Titular/es:

**DRYLYTE, S.L. (100.0%)
C/. Salvador Alarma nº 16
08035 Barcelona, ES**

72 Inventor/es:

SARSANEDAS MILLET, PAU

74 Agente/Representante:

ESPIELL GÓMEZ, Ignacio

ES 2 982 514 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

Uso de un HCl en electrolitos secos para pulir Ti y otros metales y aleaciones a través de transporte iónico

5 Campo de la invención

El campo de la presente invención es el sector de la industria enfocado en alisar, bruñir y pulir superficies metálicas, con aplicaciones en campos tales como, por ejemplo, odontología, medicina, sinterización láser, automotriz y aeronáutica, entre otros.

10

Objeto de la invención

15 El objeto de la presente invención se refiere a un método para alisar y pulir superficies de titanio y otros metales, caracterizado por el uso de transporte iónico usando un electrolito seco que contiene ácido clorhídrico como electrolito, y también, al mencionado electrolito seco que contiene ácido clorhídrico para llevar a cabo este método. El uso del mencionado sistema tiene ventajas y características distintivas que representan una novedad significativa en comparación con el estado de la técnica conocido.

20 Antecedentes de la invención

El titanio y las aleaciones derivadas son materiales que tienen un bajo peso y una buena resistencia a la corrosión. Por lo tanto, cumple una función clave en una serie de aplicaciones tales como componentes en la industria química, implantes médicos, automóviles e industria aeronáutica, entre muchas otras. Actualmente, existe una creciente demanda de superficies de titanio pulidas.

25

Además, existe un mercado en crecimiento en la sinterización láser selectiva y la fusión selectiva por láser, comúnmente conocida como impresión 3D en metal. Estas son técnicas de fabricación aditiva capaces de producir formas complejas usando diferentes tipos de materiales. El uso de estos procesos con titanio y otros metales produce como resultado superficies muy rugosas. Este es un inconveniente importante en muchos campos de aplicación porque las superficies rugosas aumentan la fricción y la corrosión, facilitan la colonización de bacterias y hongos y ocultan defectos por tensión y fracturas. Por lo tanto, se necesita un método eficiente y rentable para pulir formas complejas.

30

Las técnicas de pulido mediante abrasión mecánica no son adecuadas para formas complejas. Además, estos métodos tienden a retirar una gran cantidad de metal, producir inclusiones y contaminación en la superficie metálica y redondear bordes y vértices excesivamente afilados.

35

Las técnicas actuales de electropulido provocan una reducción de hasta el 50 % de la rugosidad inicial. Esto implica que las partes con una rugosidad inicial alta deben tratarse previamente con otro método de pulido para obtener resultados aceptables, lo cual aumenta el tiempo y los costos globales.

40

La irradiación del haz en una gran área es capaz de pulir el titanio para generar superficies con una rugosidad baja. Sin embargo, es una técnica muy compleja de manejar y tiene costos asociados elevados.

45

El mismo solicitante es el titular de la patente ES2604830A1 que se refiere a un "método para alisar y pulir metales a través del transporte iónico mediante cuerpos sólidos libres (...)". Los mencionados cuerpos sólidos libres capaces de realizar el transporte iónico consisten en un conjunto de partículas porosas que retienen una cierta cantidad de líquido y un electrolito líquido conductor que debe retenerse en las partículas, preferentemente fluoruro de hidrógeno acuoso que varía de 1 a 10 %. Sin embargo, este electrolito no proporciona resultados satisfactorios en muchos metales tales como, por ejemplo, el titanio. Se describen procesos de electropulido de materiales metálicos en los documentos US 7691250 B2, GB 1513532 A y US 2003/066760 A1.

50

El objeto de la presente invención es el uso de electrolitos secos para alisar y pulir superficies de titanio y otros metales y aleaciones a través de transporte iónico, en el que el electrolito seco comprende un conjunto de partículas porosas que retienen un líquido conductor que comprende HCl.

55

Resumen de la invención

60 El uso de ácido clorhídrico en electrolitos secos para pulir superficies metálicas a través del transporte de iones es una novedad en el campo del pulido de metales que tiene ventajas y características que se explican en el texto a continuación.

60

Un electrolito seco comprende un conjunto de partículas porosas con la capacidad de retener una cantidad determinada de líquido y una cantidad determinada de líquido eléctricamente conductor retenido en las partículas.

65

La presente invención se refiere específicamente a electrolitos secos que comprenden partículas porosas que tienen la capacidad de retener una cantidad determinada de líquido y una cantidad determinada de líquido eléctricamente conductor que contiene ácido clorhídrico.

5 Las partículas pueden ser de cualquier material, tal como polímero o cerámica, con la condición de que tengan la capacidad de retener una cantidad determinada de líquido y sean químicamente resistentes al ácido clorhídrico. Preferentemente, las partículas se basan en materiales poliméricos. Se ha comprobado que las partículas porosas basadas en un polímero sulfonado (lo que significa que el polímero tiene grupos de ácido sulfónico activo enlazados) proporcionan buenos resultados. Preferentemente, el polímero sulfonado de las partículas porosas se basa en un copolímero de estireno y divinilbenceno.

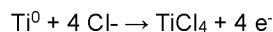
10 El tamaño y la forma de las partículas pueden seleccionarse en función de la rugosidad involucrada. Específicamente, las partículas porosas pueden ser esferas de resina de intercambio iónico, tales como, por ejemplo, pero sin propósitos de limitación, AMBERLITE 252RFH que tiene una capacidad de intercambio iónico de 1,7 eq L⁻¹, una densidad de 1,24 g ml⁻¹, un tamaño de diámetro que varía de 0,6 a 0,8 mm y una capacidad de retención de agua que varía de 52 a 58 %.

15 La característica principal de la presente invención es que el líquido eléctricamente conductor contiene HCl. La concentración de HCl en el electrolito seco depende, entre otros parámetros, del metal o aleación a pulir, de la superficie completa y de la forma. Entre todos los posibles disolventes, el agua es el disolvente preferido. El proceso de electropulido se puede llevar a cabo usando un electrolito seco que contiene un líquido eléctricamente conductor equivalente (cuando se tiene en cuenta la cantidad total de disolvente en la resina) a una solución de HCl en agua en un intervalo que varía de 1 a 38 %. Una concentración superior al 38 % debería provocar la emisión de gas cloruro de hidrógeno corrosivo, lo que haría necesario trabajar en un sistema sellado presurizado. Los mejores resultados se obtienen en un intervalo del 3 al 20 %, preferentemente de 5 a 15 %. Concentraciones cercanas al 15 % obtienen una velocidad de proceso rápida que se adapta a grandes áreas de superficie. Concentraciones más bajas cercanas a un rendimiento del 5 % son las mejores para áreas de superficie más pequeñas y formas más complejas.

20 Un problema común en los sistemas de electropulido es la formación de capas pasivadas en la superficie del metal que bloquea el proceso. Este problema es extremo en el caso del titanio, que forma una capa homogénea de TiO₂, que no es conductora y no es fácil de transportar.

25 Experimentalmente, se demostró que, de forma no evidente, el ácido clorhídrico favorece el transporte de iones metálicos desde la superficie hacia las partículas. El ácido clorhídrico tiene varios efectos. Es un ácido fuerte, lo que significa que proporciona protones o iones hidronio (H⁺ H₃O⁺) a la solución. Estos iones tienen una mayor movilidad iónica en agua, lo cual aumenta la conductividad eléctrica, acelerando el proceso. Por otro lado, proporciona aniones cloruro Cl⁻ al medio. En presencia de este anión, la oxidación del titanio genera no solo óxido de titanio, sino también una fracción de cloruro de titanio.

40



45 No es evidente que la formación de cloruro de titanio vuelva inestable la capa de pasivación formada en la superficie, haciéndola, por lo tanto, propensa a retirarla. Además, los aniones de cloruro tienen una capacidad de formación de complejos con metal relativamente alta, lo cual favorece el transporte de iones metálicos desde la superficie hacia la partícula.

50 El uso de la solución de ácido clorhídrico para el electropulido puede ser engorroso debido a las emisiones de gas cloruro de hidrógeno, que son peligrosas para la salud y provocan corrosión en el equipo eléctrico. Además, la inmersión prolongada de la parte metálica en ácido clorhídrico puede provocar ataques en la superficie y tener un efecto perjudicial en el proceso de nivelación.

55 Por lo tanto, el efecto del ácido clorhídrico es interesante cuando forma parte de un electrolito seco. Debido a que está confinado en partículas, el efecto del HCl se concentraría en los picos de la rugosidad superficial, teniendo así un efecto más fuerte donde se requiere. Además, el movimiento relativo de las partículas con respecto a la parte metálica hace que el tiempo de contacto partícula-metal sea relativamente corto, lo cual favorece una acción localizada en la superficie. Además, el hecho de que el ácido clorhídrico esté confinado dentro de las partículas reduce la emisión de gas cloruro de hidrógeno.

60

65 En resumen, se puede usar un electrolito seco que contenga HCl para pulir superficies metálicas, incluso cuando el metal forma capas de pasivación estables. Por esta razón, se puede usar un electrolito seco que contenga HCl en una amplia gama de metales, sin embargo, está especialmente indicado para aquellos metales que forman estas capas de pasivación tales como el titanio.

Por lo tanto, el uso de electrolitos secos que contienen ácido clorhídrico permite pulir electrolíticamente superficies de titanio y otros metales de manera rápida y rentable.

5 Además, un objeto de la presente invención es el electrolito seco que contiene ácido clorhídrico.

Ejemplos de realización

10 Estos son algunos ejemplos sin propósito de limitación.

Ejemplo 1

15 Se usó un electrolito seco hecho de AMBERLITE 252RFH que contenía HCl al 7 % en agua como líquido conductor para pulir una superficie de titanio. Se trasladó una pieza de titanio que tiene una superficie de 8 cm² dentro del electrolito seco en un ciclo orbital y se hizo vibrar el recipiente del electrolito seco. Se aplicó una corriente eléctrica de 18 V, 20 μs positivo, 20 μs negativo y 10 μs a 0 V a la pieza de titanio usando una malla de iridio sobre titanio como contraelectrodo. Después de 10 min, la superficie había adquirido propiedades espectaculares.

20 Ejemplo 2

25 Se usó un electrolito seco, AMBERLITE 252RFH, que contenía HCl al 14 % en agua como líquido conductor, para pulir. Se trasladó una pieza de titanio de 55 cm² dentro del electrolito seco en un ciclo orbital y se hizo vibrar el recipiente del electrolito seco. Se aplicó una corriente eléctrica de 40 V, 20 μs positivo, 20 μs negativo y 10 μs a 0 V a la pieza de titanio usando una malla de iridio sobre titanio como contraelectrodo. Después de 30 min, la superficie había adquirido propiedades espectaculares.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Uso de electrolitos secos para pulir superficies de Ti y otros metales y aleaciones a través de transporte iónico, caracterizado porque el electrolito seco comprende un conjunto de partículas porosas que retienen un líquido conductor que comprende HCl.
- 10 2. Uso de electrolitos secos para pulir superficies de Ti y otros metales y aleaciones a través de transporte iónico de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la concentración de HCl en relación con el disolvente varía de 1 a 38 %.
- 15 3. Uso de electrolitos secos para pulir superficies de Ti y otros metales y aleaciones a través de transporte iónico de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado porque la concentración de HCl en relación con el disolvente varía de 5 % a 15 %.
4. Electrolito seco caracterizado porque comprende un conjunto de partículas porosas que retienen un líquido conductor que comprende HCl como líquido conductor de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores.

REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

Este listado de referencias citadas por el solicitante tiene como único fin la conveniencia del lector. No forma parte del documento de la Patente Europea. Aunque se ha puesto gran cuidado en la compilación de las referencias, no pueden excluirse errores u omisiones y la EPO rechaza cualquier responsabilidad en este sentido.

Documentos de patentes citados en la descripción

- ES 2634830 A1 [0008]
- US 7691250 B2 [0008]
- GB 1513532 A [0008]
- US 2003066760 A1 [0008]