

INSPECCIONES RUTINARIAS A LICENCIATARIOS	
Propuesta:	Comité Técnico
Decisión de QUALANOD:	Reunión noviembre 2012
Fecha de aplicación:	1 de julio de 2013
Parte de las Directrices a la que afecta:	Revisión del Apartado 3.3.6

Cambios propuestos al Apartado 3.3.6

3.3.6 Impregnación en frío / Sellado en frío (IF-SF) con fluoruro de níquel

Este apartado tiene por objeto dar prescripciones para la utilización de los procedimientos de sellado en frío basados en sales de níquel y sales fluoradas (notas 1, 2 y 3). Se tienen en cuenta los conocimientos acumulados después de varios años de aplicación de este tipo de procedimiento y se definen sus principales parámetros. El proceso está dividido en dos pasos; en el primero, se sella la capa anódica y en el segundo, se hidrata la capa anódica.

Condiciones de anodización

Como en el caso de cualquier otro procedimiento de sellado, es esencial que la capa anódica sea de buena calidad, obtenida de acuerdo con las condiciones estipuladas en el apartado 3.3.4.

Nota 1

Los procesos de sellado en frío se basan en sustancias químicas que se difuminan dentro de los poros de la capa de óxido anódico e inician una reacción química. Depende no solo de la temperatura sino también de las sustancias químicas utilizadas y de otros factores del proceso. Esta especificación es solo para los procesos de sellado en frío basados en fluoruro de níquel.

Nota 2

El producto disponible en el mercado puede ser una "mezcla" de sales de níquel y fluoruros o sales fluoradas, en las que el fluoruro de níquel puede suponer solo una mínima fracción de la cantidad total.

Nota 3

Dado que el consumo del fluoruro es ligeramente más elevado que la cantidad estequiométrica de níquel, algunos productos disponibles en el mercado contienen un leve exceso de fluoruros.

A) Primer paso del proceso de sellado

1) Concentración del producto: iones de níquel $1,5 \pm 0,3$ g/l

iones de fluoruro libres en un nivel dentro del rango 0,3 a 1,0 g/l

2) Temperatura del baño: 25 a 30°C

3) pH: 5,8 – 7,0 (preferentemente $6,5 \pm 0,2$)

4) Duración del sellado: $1,0 \pm 0,2$ min/ μ m de capa anódica

5) La concentración de iones de fosfato en la solución será de menos de 5 ppm.

Es esencial un lavado después del primer paso del sellado en frío, y es la responsabilidad del proveedor establecer las condiciones.

Nota 4

Un exceso de fluoruros, sobre todo en presencia de un pH baja, produce una degradación rápida de la solución debido al ataque químico a la superficie del óxido. Este tipo de ataque es evidente, especialmente en partes pulidas o brillantes.

Nota 5

Un exceso de iones distintos al fluoruro y al níquel pueden inducir una reducción en la actividad de la solución; en este caso, la filtración puede ayudar a superar el problema.

REQUISITOS ADICIONALES

Componentes químicos

El suministrador debe facilitar al anodizador detalles precisos sobre el porcentaje de componentes activos contenidos en los productos y, en el caso de que fuesen sólidos, el porcentaje de materia insoluble que contienen.

Preparación del baño

La calidad del agua deberá ser comprobada antes de su uso; es aconsejable utilizar agua desmineralizada para la preparación del baño.

Parámetros operativos

Los parámetros operativos del sellado en frío tienen una importancia primordial y, tal y como se indica a continuación, se deberán controlar detalladamente todos ellos con el fin de garantizar resultados satisfactorios. Es preciso recordar, igualmente, que estos parámetros son interdependientes. Una alta concentración de iones fluoruro

exige, por ejemplo, una temperatura baja y/o tiempos de sellado muy cortos así como un pH elevado.

Concentración del baño

Los principales componentes a controlar son el níquel y el fluoruro. Una cantidad excesiva de iones de fluoruro libre en el baño puede dañar la capa anódica.

El contenido de iones de Níquel se debe mantener en $1,5 \pm 0,3$ g/l.

Se recomienda que el contenido de iones de fluoruro libres esté dentro del rango de 0,3 a 1,0 g/l. Se debe mantener en el nivel especificado por el proveedor del producto de sellado en frío.

En algunos casos, se puede sustituir de un 5 a un 10% de níquel por cobalto, con el fin de minimizar la coloración verde de las capas incoloras

El contenido de fluoruro libre y níquel en el baño debe controlarse al menos una vez en cada turno. La rectificación debe hacerse con esmero y el baño no debe utilizarse antes de que los aditivos se hayan solubilizado por completo.

A veces, el fluoruro de níquel puede contener sustancias insolubles. Es recomendable efectuar las adiciones en un recipiente de mezcla exterior al baño. Por otra parte, el fluoruro se consume más rápidamente que el níquel y será necesario añadir fluoruro amónico o potásico para mantener el equilibrio requerido.

Los métodos de análisis para el control del baño deben ser indicados por el suministrador. En general, se utiliza el método EDTA para el níquel y un método potenciométrico con un electrodo sensible a los iones para el fluoruro libre.

Nota 6

Es aconsejable evitar el uso de ácido fluorhídrico o sales fluoradas muy ácidas que pueden alterar el pH de la solución. Las grandes variaciones en el pH nunca son positivas para la calidad final

Temperatura del baño

La temperatura del baño debe mantenerse entre 25 y 30 °C mediante el uso de un dispositivo termostático preciso.

Este parámetro ejerce una gran influencia sobre la dinámica de los procedimientos de sellado en frío. Una temperatura demasiado elevada, especialmente en el caso de una alta concentración de fluoruro libre, causa daños a la capa anódica dando una superficie pulverulenta.

Valor del pH del baño

El pH de la solución debe mantenerse entre 5,8-7,0 (preferentemente $6,5 \pm 0,2$).

Generalmente, cuanto más elevado es el valor del pH, más satisfactorio es el resultado. No obstante, es imposible sobrepasar el valor 7,0 sin desencadenar una precipitación leve de hidróxido de níquel. El pH ejerce una influencia sobre la cantidad de níquel precipitada en los poros y, por debajo de 5,8 la deposición de níquel sería demasiado baja, y el fluoruro puede desencadenar un ataque químico sobre la capa anódica.

Nota 7

La medida del pH debe efectuarse con precaución ya que el fluoruro contenido en la solución puede atacar los electrodos pH o dañar la membrana de vidrio. Por tanto se recomienda controlar regularmente los electrodos pH.

Tiempo de sellado

El tiempo de sellado debe ser de $1,0 \pm 0,2$ min/micra de espesor de la capa anódica.

Lavado después del sellado en frío

El lavado debe ser lo suficientemente minucioso para minimizar la transferencia de iones de fluoruro al segundo paso del proceso.

B) Segundo paso del proceso de sellado

Para terminar el proceso de sellado en frío, las partes tratadas necesitan un tiempo de exposición a una tasa de humedad muy elevada, el cual se puede disminuir si se sumergen las piezas selladas en frío en un baño de agua caliente. El baño tendrá una solución que contenga agua del grifo y $4,0 \pm 1,0$ g/l de sulfato de níquel ($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) o acetato de níquel, o agua desmineralizada con un aditivo antiharinado, y se operará a una temperatura mínima de 60 °C (preferentemente 70 °C). Las piezas se sumergirán en el baño durante un tiempo de $1,0 \pm 0,2$ min/ μm .

Tal tratamiento facilita la manipulación y el control de las piezas y debe ser considerado como una parte esencial del proceso.

Es indispensable efectuar un lavado minucioso entre el sellado en frío y el tratamiento con agua caliente ya que los iones fluoruro pueden inhibir el proceso de hidratación.

Las capas anódicas selladas en frío tienen una mayor tendencia a cuartearse que las capas selladas de forma convencional, especialmente cuando se les expone al calor o a la sequedad. Este efecto resulta bastante atenuado por el tratamiento de hidratación con agua caliente posterior al sellado en frío.

Nota 8

El agua de grifo dura puede ser muy útil para el lavado antes del segundo paso ya que puede provocar la precipitación del fluoruro.

Control de calidad

Si el proceso de sellado en frío, que incluya el primer y segundo paso, se aplica tal como aquí se describe, las piezas pueden ser controladas de la misma manera que las piezas tratadas con un sellado convencional.

Los ensayos más adecuados son el ensayo de la gota de colorante según la norma EN 12373-4 y el ensayo de la pérdida de peso según la norma EN 12373-7. Los niveles de calidad aceptables son los mismos que los especificados en los apartados 2.3.1 y 2.3.3.