

PROCESO DE SELLADO EN FRIO	
Propuesta:	QUALITAL
Decisión de QUALANOD:	Reunión junio 2010 y octubre 2011
Fecha de aplicación:	1º de enero de 2012
Parte de las Directrices a la que concierne	Sección 3.3.6, además de 2.3, 2.3.3, 3.3.1, 3.3.4, 3.4.3 y Anexo I – Terminología (a efectos informativos)
<p>Párrafo modificado:</p> <p><b>3.3.6 Sellado en frío (IF-SF) con sales de níquel y sales fluoradas</b></p> <p>Ver páginas siguientes.</p>	

### 3.3.6 Proceso de sellado en frío con sales de níquel y sales fluoradas

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  $0,50 \pm 0,25$  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/ $\mu$ 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 sellado en frío, y se recomienda encarecidamente no utilizar agua desmineralizada.

##### 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. **Deben** controlarse severamente todos ellos con el fin de garantizar resultados satisfactorios. Es preciso saber, 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.

Los límites entre los que debe mantenerse el contenido de iones de níquel y de fluoruro libre son los siguientes:

Contenido de iones Níquel	1,5 ± 0,3 g/l
Contenido de iones de fluoruro libres	0,50 ± 0,25 g/l

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 incolores.

El contenido de fluoruro libre **y níquel** en el baño **debe** controlarse al menos una vez **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**

Después del **sellado en frío**, es indispensable un buen lavado con agua fría del grifo. **De hecho, el agua desmineralizada no enjuaga debidamente y puede contaminar la solución posterior.**

## B) Segundo paso del proceso de sellado

Para terminar el proceso de **sellado en frío** es necesario un tiempo de exposición a una tasa de humedad muy elevada. No obstante, este tiempo puede disminuirse 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 anti-harinado, 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/ $\mu\text{m}$ .

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 sellado **convencional**.

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 atenuado por el tratamiento con agua caliente posterior al sellado en frío.

## Control de calidad

Si el proceso de **sellado en frío** se aplica tal como aquí se describe, incluida la inmersión en agua caliente después del sellado en frío, 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.

## 2.3 Ensayos para control del sellado ~~/impregnación~~

Esta sección especifica los ensayos que se utilizarán para evaluar la calidad del sellado, así como los criterios relacionados para un desempeño aceptable del producto.

Se requiere un cuidado especial cuando en la instalación se empleen aditivos diseñados para prevenir la formación de depósitos en los baños de sellado y se prestará gran atención al método de arbitraje y a los resultados de la pérdida de peso y, si estuviera indicado, al ensayo de la gota de colorante

### 2.3.3 Medida de la pérdida de masa por inmersión en una solución de ácido fosfocrómico con inmersión previa en ácido nítrico según EN 12373-7 (ensayo de la pérdida de peso)

Este ensayo es el **ensayo de arbitraje** para evaluar la calidad del sellado.

Pérdida de peso máxima: **30,0 mg/dm<sup>2</sup>**.

Cuando se vaya a inspeccionar un lote, el ensayo de pérdida de peso debe realizarse siempre sobre la pieza que arroje el valor de la admitancia más alto o, si se trata de **sellado** ~~impregnación~~ en frío, sobre la pieza que presente el espesor de anodizado más elevado.

### 3.3.1 Requisitos del Proceso

No se usarán procesos de sellado que apliquen cualquier principio que no sea el **sellado** ~~sellado~~ por termo-hidratación o ~~impregnación~~ en frío ~~/sellado en frío~~ salvo que hayan sido ensayados tal y como se estipula en el Anexo VI y aprobados por Qualanod.

### 3.3.4 Anodizado

Este apartado especifica las condiciones típicas de anodización por cargas con **sellado** por termo-hidratación o ~~por impregnación (sellado~~ en frío). Es posible anodizar con otros electrólitos o bajo otras condiciones con tal que la calidad del anodizado sea equivalente a la obtenida siguiendo las Directrices (ver Anexo VI).

### 3.4.3 Instrumentos y soluciones para los ensayos de sellado

La planta debe disponer al menos de un aparato para medir la admitancia de la película anódica y una unidad de comprobación para verificar el correcto funcionamiento del instrumento.

**Excepción:** si una instalación trabaja el 100% de su producción mediante ~~impregnación~~ **sellado** en frío, este aparato no será obligatorio.

### **IMPREGNACIÓN O "SELLADO EN FRÍO" DEL ALUMINIO**

Tratamiento aplicado después de la anodización que consiste en la impregnación de la capa anódica mediante una solución de fluoruro de níquel con envejecimiento posterior en agua caliente, que produce los mismos efectos que el sellado.