

**CARACTERIZACIÓN Y MEJORAMIENTO DEL PROCESO DE
ELECTRODEPOSICIÓN DE METALES USADO ACTUALMENTE EN LA
EMPRESA FANTAXÍAS LTDA**

**YAMILE JOYA CALDERÓN
SANDRA MILENA RAMÍREZ BÁEZ**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2005

**CARACTERIZACIÓN Y MEJORAMIENTO DEL PROCESO DE
ELECTRODEPOSICIÓN DE METALES USADO ACTUALMENTE EN LA
EMPRESA FANTAXÍAS LTDA**

**YAMILE JOYA CALDERON
SANDRA MILENA RAMÍREZ BÁEZ**

**Trabajo de investigación para optar al título de
Ingeniero Químico**

**Director: DIONISIO LAVERDE CATAÑO
Profesor UIS**

**Co – Director: JHON WILVER GUERRERO
Ingeniero Metalúrgico**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2005

RESUMEN

TITULO*: CARACTERIZACIÓN Y MEJORAMIENTO DEL PROCESO DE ELECTRODEPOSICIÓN DE METALES USADO ACTUALMENTE EN LA EMPRESA FANTAXÍAS LTDA

AUTORES: Sandra Milena Ramírez Báez
Yamile Joya Calderón♦

PALABRAS CLAVES: Fantaxías Ltda.; Baño electrolítico; Cobre; Níquel; Latón; Oro; Espesor; Caracterización.

DESCRIPCIÓN

La empresa FANTAXÍAS LTDA produce herrajes y hebillas con recubrimientos metálicos obtenidos mediante procesos de electrodeposición en tambor que emplean la técnica con corriente directa. La técnica con corriente directa presenta dificultades en la heterogeneidad del depósito, recubrimientos con altas porosidades y deficiencias en el acabado superficial. Estos problemas causan que el volumen de piezas rechazadas durante la etapa de control de calidad sea alto, ocasionando pérdidas y sobrecostos, factores que afectan la competitividad de la empresa en el mercado nacional y de exportación.

Para enfrentar la problemática anteriormente descrita se realizó una caracterización del proceso galvanico, desarrollando una etapa investigativa a nivel de laboratorio que involucró los diferentes tipos de electrorecubrimientos en tambor procesados en la planta. El estudio se dividió en dos etapas principales. La primera etapa contempla el seguimiento de las propiedades de los baños electrolíticos y en la segunda etapa se realiza la medición de las propiedades de los recubrimientos electrolíticos, obteniendo una caracterización del comportamiento de los electrolitos a medida que transcurre el proceso de electrodeposición y un estudio de las propiedades de los electrorecubrimientos que se obtuvieron.

Finalmente se realizó un diseño factorial de experimentos que permitió evaluar la forma en que la concentración del electrolito, el voltaje aplicado y el número de revoluciones del tambor afectan las propiedades de los electrorecubrimientos

* Trabajo de Grado

♦ Facultad de Ingenierías FísicoQuímicas. Ingeniería Química. Director: Dionisio Laverde Cataño

SUMMARY

TITLE: CHARACTERIZATION AND IMPROVEMENT OF THE METAL ELECTRODEPOSITION PROCESS WHICH IS ACTUALLY USED IN FANTAXÍAS LTDA BUSINESS^{*}.

**AUTHORS: Yamile Joya Calderón
Sandra Milena Ramírez Báez^{**}**

KEY WORDS: Fantaxías Ltda, Electrolytic bath, Copper, Nickel, Brass, Gold, thickness, characterization.

DESCRIPTION

FANTAXÍAS LTDA business produces ironworks and buckles with metallic covers obtained by means of eletrodeposition processes in drum which uses the technique of direct current. The technique of direct current presents some difficulties in the heterogeneity of the deposit, covers with high porosities and deficiencies in superficial finish. These problems cause a high amount of pieces rejected during the stage to control the quality, it produces wastes and overcosts, factors that affect the business's competitiveness in the national market and to export.

To face the problem mentioned, it was carried out a characterization of the galvanic process developing an investigative stage in laboratories that involved different kinds of electrocovers in dumb processed in the plant. The study was divided in two main stages. The first one contemplates to follow properties of electrolytic baths and the second one carries out to measure properties of electrolytic covers obtaining a characterization about electrolyte's behavior during the electrodeposition process and a study about electrocovers properties that were obtained.

Finally, it was carried out a factorial design of experiments that let us to assess the way in which electrolyte concentration, voltage applied and number of dumb revolutions affect electrocover properties.

^{*} Degree Project

^{**} Physical-Chemical Engineering Faculty. Chemistry Engineering. Director: Dionisio Laverde Cataño

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan su agradecimiento:

Al profesor Dionisio Laverde Cataño, por su acertada dirección.

Al ingeniero John Wilver Guerrero, por su valiosa colaboración.

Al ingeniero Eduardo Niño, al líder de la sección de galvanica Pedro Blanco y al grupo de trabajadores de la empresa FANTAXÍAS, por su valiosa contribución en la realización de este proyecto.

A todo el personal del grupo de investigaciones de Biohidrometalurgia, Minerales y Ambiente.

Al personal de los laboratorios de la Facultad de ingenierías Físico-Químicas, por su gran apoyo.

*A Dios por permitirme lograr mis sueños
A mis padres a quienes dedico principalmente este logro
A Edwin, por su apoyo incondicional
A mis viejos y nuevos amigos, de quienes aprendí algo nuevo cada día
y a todas las personas que contribuyeron en la realización de este trabajo*

Yamile Joya Calderón

*A Dios por estar siempre a mi lado,
por darme unos padres que con su apoyo, comprensión
y colaboración me han rodeado de cosas maravillosas,
y por otorgarme una gran familia, buenos amigos y maestros
que han hecho parte de todo lo que he aprendido cada día.*

Sandra Milena Ramirez

CONTENIDO

	Pág.
1. INTRODUCCIÓN	1
2. MARCO TEÓRICO	3
2.1 Tiempo de deposición	4
2.2 Polarización	4
2.3 Componentes del proceso de galvanizado	4
2.3.1 Preparación de los objetos a galvanizar	5
2.3.1.1 Pulido	5
2.3.1.2 Ultrasonido	5
2.3.1.3 Desengrase electrolítico	6
2.3.1.4 Decapado	6
2.3.1.5 Neutralización	6
2.3.1.6 Pasivación	6
2.3.1.7 Activación	7
2.3.2 Baños electrolíticos	7
2.3.2.1 Cobrizado	7
2.3.2.2 Niquelado	9
2.3.2.3 Latonado	11
2.3.2.4 Dorado	12
2.4 Zamak	13
2.5 Elementos del proceso de galvanotecnia	14
2.5.1 Cubas	14
2.5.2 Barras de suspensión	14
2.5.3 Ánodos y ganchos de contacto	14
2.5.4 Tambores	15
2.5.5 Calentamiento de los baños	15

2.5.6	Filtrado	15
2.5.7	Agua para los baños electrolíticos	16
2.5.8	Secado	16
2.6	Importancia de las propiedades físicas	16
2.6.1	Espesor	17
2.61.1	Procedimiento metalográfico para la lectura de espesores	17
2.6.2	Brillo	18
2.6.3	Dureza	18
2.7	Factores de operación en la electrodeposición	19
2.7.1	Composición y concentración del baño	19
2.7.2	Agitación	20
2.7.3	Densidad de corriente	20
3.	METODOLOGIA Y DESARROLLO EXPERIMENTAL	21
3.1	Descripción de la empresa.	22
3.2	Descripción de los componentes del proceso de galvanotecnia.	23
3.2.1	Pulido	23
3.2.2	Desengrase con ultrasonido	23
3.2.3	Desengrase electrolítico	25
3.2.4	Decapado y neutralizado	25
3.2.5	Baño de cobre	25
3.2.6	Baño de Latón	26
3.2.7	Baño de níquel brillante	27
3.2.8	Baño de oro	27
3.2.9	Enjuague y doble enjuague	28
3.2.10	Secado	28
3.3	Evaluación de las piezas producidas en la empresa	28
3.4	Implementación del proceso a escala de laboratorio	29
3.4.1	Determinación de la ubicación para la puesta en marcha	

	del montaje	29
3.4.2	Elementos del montaje	29
3.4.2.1	Mesa de trabajo	29
3.4.2.2	Cubas	30
3.4.2.3	Baños electrolíticos	31
3.4.2.4	Ánodos solubles	31
3.4.2.5	Resistencias para el calentamiento de los baños	32
3.4.2.6	Tambor	32
3.4.2.8	Rectificador de corriente	34
3.5	Pruebas preliminares para la selección del tiempo de trabajo.	35
3.6	Metodología para el seguimiento y control de parámetros del proceso.	35
3.7	Caracterización de los baños electrolíticos	36
3.8	Medición de las propiedades de los electrorecubrimientos obtenidos	36
3.8.1	Determinación del espesor de los electrorecubrimientos.	37
3.8.2	Determinación de microdureza.	37
3.8.3	Determinación del brillo de los electrorecubrimientos de níquel y oro.	37
3.9	Selección de los rangos de experimentación de las variables del proceso para el mejoramiento.	38
3.10	Diseño factorial de experimentos	39
3.11	Ejecución del diseño de experimentos para el mejoramiento	40
4	RESULTADOS Y ANÁLISIS	41
4.1	Evaluación de las piezas producidas en la empresa	41
4.1.1	Análisis superficial	41
4.1.2	Análisis químico	41
4.2	Determinación del tiempo de operación de los baños	

	electrolíticos	42
4.3	Caracterización del Proceso de electrodeposición en tambor	43
4.3.1	Caracterización de los ánodos	43
4.3.2	Aporte Metálico de los Ánodos al baño	45
4.3.3	Masa metálica depositada	49
4.3.4	Caracterización de la variación en la concentración de los baños electrolíticos	51
4.4	Medida de espesores de los electrorecubrimientos obtenidos	56
4.5	Caracterización del brillo de los electrorecubrimientos	58
4.6	Medida de la dureza de los electrorecubrimientos	59
4.7	Mejoramiento del Proceso de electrodeposición en tambor	60
5	Conclusiones	61
6	Recomendaciones	62
7	Bibliografía	63
8	Anexos	66

LISTA DE TABLAS

		Pág.
Tabla 3.1	Condiciones de trabajo del tratamiento con H ₂ SO ₄	25
Tabla 3.2	Composición química y condiciones de trabajo del baño de cobre alcalino	26
Tabla 3.3	Composición química y condiciones de trabajo del baño de latón	26
Tabla 3.4	Composición química y condiciones de trabajo del baño de níquel brillante	27
Tabla 3.5	Composición química y condiciones de trabajo del baño de oro	28
Tabla 3.6	Especificaciones de la mesa de trabajo	30
Tabla 3.7	Especificaciones de las cubas	31
Tabla 3.8	Especificaciones del tambor	33
Tabla 3.9	Rangos de experimentación de los baños electrolíticos	38
Tabla 3.10	Descripción del rango de concentración de los baños electrolíticos	39
Tabla 3.11	Diseño de experimentos a realizar y evaluar	40
Tabla 4.1	composición del metal base y de los electrorecubrimientos de níquel y cobre	42
Tabla 4.2	Condiciones de operación a escala de laboratorio	43
Tabla 4.3	Composición de los ánodos solubles	43
Tabla 4.4	Peso promedio consumido de los ánodos en g/h	47
Tabla 4.5	Espesores obtenidos de los recubrimientos electrolíticos	56
Tabla 4.6	Escala cualitativa-cuantitativa de brillo para los recubrimientos de níquel y oro	58
Tabla 4.7	Medida de brillo para probetas de níquel	58

Tabla 4.8	Medida de brillo para probetas de oro	59
Tabla H.1	Resultados de espesor del diseño factorial para probetas de cobre	87
Tabla H.2	Resultados de espesor del diseño factorial para probetas de níquel	90
Tabla H.3	Datos de brillo para las probetas de níquel	94
Tabla H.4	Datos de microdureza para los espesores de níquel	95
Tabla H.5	Resultados de espesor del diseño factorial para probetas de latón	96

LISTA DE FIGURAS

		Pág.
Figura 3.1	Diagrama de la metodología y desarrollo experimental del proyecto	21
Figura 3.2	Diagrama del proceso para la obtención de los recubrimientos electrolíticos	24
Figura 3.3	Montaje instalado	30
Figura 3.4	Esquema del montaje del baño de cobre electrolítico	32
Figura 3.5	Tambor de procesamiento	33
Figura 3.6	Esquema de la probeta	34
Figura 3.7	Rectificador de corriente	34
Figura 4.1	Micrografía (MEB 2500X) en la zona plana de la hebilla fabricada en Fantaxías Ltda.	41
Figura 4.2	Pérdida de peso en ánodos de cobre activados	45
Figura 4.3	Pérdida de peso en ánodos de cobre sin activar	46
Figura 4.4	Pérdida de peso en ánodos de latón activados	46
Figura 4.5	Pérdida de peso en ánodos de latón sin activar	46
Figura 4.6	Pérdida de peso en ánodos de níquel	47
Figura 4.7	Masa de cobre depositada	49
Figura 4.8	Masa de latón depositada	49
Figura 4.9	Masa de níquel depositada	50
Figura 4.10	Masa de oro depositada	51
Figura 4.11	Variación de la concentración del baño de cobre	53
Figura 4.12	Masa depositada - Masa desprendida por los ánodos del baño electrolítico de cobre	52
Figura 4.13	Variación de la concentración del baño de latón	53

Figura 4.14	Relación Masa depositada/Masa desprendida por los ánodos del baño electrolítico de latón	54
Figura 4.15	Variación de la concentración del baño de níquel	54
Figura 4.16	Masa depositada/Masa desprendida por los ánodos del baño electrolítico de Níquel	55
Figura 4.17	Variación de la concentración del baño de oro	55
Figura 4.18	Micrografía del recubrimiento de níquel sobre cobre	57
Figura 4.19	Micrografía del recubrimiento de latón sobre cobre	57
Figura 4.20	Micrografías de los sobreespesores de los depósitos de níquel	58
Figura D1.	Fotografía del equipo medidor de brillo	75
Figura D2.	Esquema del montaje del equipo medidor de brillo	76
Figura E1.	Diagrama del ensayo de microdureza Vickers	78
Figura F1.	Esquema para el corte del embutido	81
Figura G1.	Sección de galvánica	83
Figura G2.	Baño electrolítico de níquel	83
Figura G3.	Tambor de proceso	84
Figura G4.	Desengrase con ultrasonido	84
Figura G5.	Horno de la sección de microfundición	85
Figura G6.	Sección de moldes	85
Figura G7.	Maquina Harper de la sección de pulido	86
Figura G8.	Maquinas vibradoras de la sección de pulido	86
Figura H.1	Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de la probeta de cobre	88
Figura H.2	Efectos principales para el espesor de cobre	88
Figura H.3	Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de la probeta de níquel	91
Figura H.4	Efectos principales para el espesor de níquel	91
Figura H.5	Micrografía del sobreespesor en el electrorecubrimiento	

	de níquel	92
Figura H.6	Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de la probeta de latón	96
Figura H.7	Efectos principales para el espesor de latón	97
Figura H.8	Efectos de las interacciones para el espesor de latón	98

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
Anexo A. Preparación de los baños electrolíticos de cobre, níquel y latón	66
Anexo B. Procedimiento para la electrodeposición en tambor	68
Anexo C. Análisis volumétricos de los baños electrolíticos	69
Anexo D. Funcionamiento del equipo de brillo	75
Anexo E. Ensayo de Microdureza Vickers (HV)	78
Anexo F. Método metalográfico para la lectura de los espesores	80
Anexo G. Fotografías de las diferentes secciones y equipos que conforman la empresa FANTAXÍAS LTDA.	83
Anexo H. Análisis estadístico del diseño factorial de experimentos para los baños electrolíticos de cobre, níquel y latón.	82

1. INTRODUCCIÓN

La empresa FANTAXÍAS LTDA lleva catorce años produciendo y comercializando herrajes y hebillas con recubrimientos metálicos obtenidos mediante procesos de electrodeposición que emplean la técnica con corriente directa. Como es ampliamente conocido esta técnica se utiliza desde hace más de 100 años, siendo la solución para recubrir y proteger diferentes tipos de piezas metálicas.

Los procesos de electrorecubrimiento con corriente directa presentan una serie de dificultades como la heterogeneidad del depósito, recubrimientos con altas porosidades y deficiencias en el acabado superficial, entre otros. Tales problemas son frecuentes durante el proceso de electrorecubrimiento en tambor que utiliza actualmente la empresa FANTAXÍAS LTDA, lo cual causa que el volumen de piezas rechazadas durante la etapa de control de calidad sea alto, con las consecuentes pérdidas que esto significa, además de sobrecostos por los metales utilizados para los electrorecubrimientos, factores que afectan la competitividad de la empresa en el mercado nacional y de exportación.

El objetivo general de este trabajo es enfrentar la problemática anteriormente descrita, realizando una caracterización del proceso, teniendo en cuenta las variables más importantes que intervienen en los diferentes baños y estableciendo las mejores condiciones de operación para obtener los depósitos metálicos (niquelado, cobrizado, latonado y dorado) producidos en la empresa.

Para tal fin se llevó a cabo la caracterización del proceso de electrodeposición, desarrollando una etapa investigativa a nivel de laboratorio que involucró los

diferentes tipos de electrorecubrimiento en tambor procesados en la planta, realizando cada experimento según las condiciones de operación que maneja

actualmente la empresa. La definición de la concentración de los baños, el voltaje aplicado y la agitación del baño como las variables más importantes del proceso, permitieron desarrollar un diseño de experimentos que contribuyó en la obtención de las mejores condiciones de cada uno de los tipos de recubrimientos producidos.

Los resultados obtenidos durante esta investigación permitirán realizar una posterior evaluación de los recubrimientos que se obtengan, utilizando la técnica de corriente pulsante inversa como nueva tecnología en la industria de los electrorecubrimientos metálicos en Colombia.

2 MARCO TEÓRICO

En este capítulo se presentan los conceptos de importancia necesarios para llevar a cabo la caracterización de los procesos de electrodeposición en tambor que realiza la empresa FANTAXÍAS LTDA. El marco teórico de este proyecto de investigación comprende los conceptos básicos de la galvanotecnia, siendo estos el conjunto de operaciones necesarias para recubrir los metales con otros de distinta naturaleza, mediante la acción de la corriente eléctrica en baños de soluciones concentradas de los metales a depositar, junto con otros elementos inorgánicos u orgánicos que no varían o varían muy poco con el paso de la corriente entre los electrodos, pero que sin embargo desempeñan determinadas funciones.

Las soluciones de un baño contienen el metal a depositar en forma de iones, o combinados en forma de complejos. Al pasar la corriente eléctrica por el electrolito ocurre que las partículas cargadas de electricidad se ponen en marcha en el seno del electrolito bajo la influencia de la tensión eléctrica aplicada y de esta manera los iones metálicos cargados positivamente van hacia el cátodo y los cargados negativamente hacia el ánodo. La corriente eléctrica es conducida al electrolito a través de sustancias que poseen una buena conductividad. En estos electrodos y por el paso de la corriente se producen fenómenos electroquímicos, de reducción en el cátodo y de oxidación en el ánodo. En esta sección se hará referencia especialmente a los depósitos metálicos de cobre, níquel, latón y oro.

La galvanotecnia está regida por las leyes de Faraday¹, que formulan que la cantidad de metal desprendido en los electrodos es directamente proporcional a la intensidad y a la duración de la corriente, y que la cantidad de materia cambiada

¹ CANDELL, R. Galvanostegia Guía práctica para el galvanotécnico. Barcelona: Sintés, 1953. p.11-12

recíprocamente entre el ánodo y el cátodo son estequiométricamente equivalentes.

Es decir, que la intensidad de la corriente eléctrica que atraviesa el electrolito tiene importancia básica en la operación, generalmente esta se mide en amperios (A). Una corriente eléctrica tiene dirección, por consiguiente debe haber una fuerza que la impulse, esta fuerza recibe el nombre de fuerza electromotriz, la cual se mide en voltios (V).

2.1 Tiempo de deposición

El tiempo de deposición es el tiempo que debe permanecer la pieza a recubrir sumergida en el baño electrolítico para obtener un depósito de un metal con un espesor D.

2.2 Polarización²

La polarización consiste en la dificultad de deposición de los metales en el cátodo o en el desprendimiento del metal en el ánodo, que se da por la formación de capas insolubles de óxidos o hidróxidos, la adsorción de partículas coloidales en la superficie metálica y otras análogas, que no permiten el paso de los iones a electrodepositar.

2.3 Componentes del proceso de galvanizado^{3,4}

La electrodeposición de metales se efectúa a grandes rasgos de la manera siguiente: la superficie del objeto a recubrir se somete a un proceso de pulido y un

² Libro Blanco para la minimización de residuos y emisiones. IHOBE: 2003. p.34-36.

³ MACHU, W. Galvanotecnia Moderna. Madrid: Aguilar, 1959. p. 79-85

⁴ GLAYMAN, J. Galvanotecnia Técnica y procedimientos. 2ª- edición. Ediciones CEDEL. Barcelona. 1980

lavado posterior, se limpia en primer lugar para dejarla libre de óxido, herrumbre, grasa o tierra, posteriormente el objeto se lleva al baño de recubrimiento donde se conecta con el polo negativo de la fuente generadora de corriente eléctrica, y finalmente terminado el tiempo necesario de electrodeposición pasa a un proceso de secado.

2.3.1 Preparación de los objetos a galvanizar

Se deben realizar tratamientos de las superficies metálicas para conseguir recubrimientos metálicos o no metálicos. Un buen pulido y una limpieza a fondo de las piezas son el requisito esencial para la obtención de una buena adherencia, larga duración, uniformidad y una apariencia sin manchas. Tales tratamientos son:

2.3.1.1 Pulido

Tiene por objeto alisar las superficies ásperas de las piezas hasta lograr una superficie totalmente uniforme. Para esta operación se pueden utilizar diferentes tipos de medios mecánicos como vibradoras y máquinas Harper, y medios manuales como limas, lijas, etc.

2.3.1.2 Ultrasonido

Este proceso tiene por objeto eliminar de manera efectiva los aceites y grasas desde la superficie, gracias al efecto de la energía ultrasónica. Las frecuencias usadas normalmente para el rango de limpieza ultrasónico industrial son aquellas entre 20 KHz y 50 KHz. El efecto mecánico de la energía ultrasónica puede ser útil mejorando la disolución y desplazamiento de partículas con ayuda de un solvente alcalino.

2.3.1.3 Desengrase electrolítico

Las piezas provenientes del pulido se encuentran muy engrasadas y con sus concavidades y agujeros llenos de una mezcla de polvo metálico, grasa y material pulidor, para realizar la limpieza de estas piezas, el procedimiento más efectivo es el desengrase electrolítico, en el que las piezas, ejerciendo la mayor parte de las veces la función de cátodo, son desengrasadas en una solución alcalina en caliente con la cooperación de la corriente eléctrica. Estas soluciones están constituidas por detergentes compuestos por jabones, potasa cáustica, sosa cáustica, carbonato de sodio, fosfato trisódico, cianuro de sodio, etc.

2.3.1.4 Decapado

Este proceso tiene por objeto la eliminación, por vía química con ácidos, del óxido o el herrumbre producidos en las piezas por el ambiente y la manipulación de estas. El hidrógeno producido por el ataque del ácido al metal hace saltar la capa de óxido. Como ácidos para decapar se encuentran en primera línea el ácido sulfúrico y el clorhídrico.

2.3.1.5 Neutralización

En esta etapa se realiza la neutralización de la película que queda del proceso anterior y se elimina la película de empañamiento que se haya formado sobre la superficie metálica entre la ejecución de las operaciones.

2.3.1.6 Pasivación

La disolución de los ánodos se afecta por la formación de productos insolubles sobre esté. Los componentes del baño se precipitan sobre el ánodo por

alteraciones en las condiciones de proceso del baño electrolítico, impidiendo la difusión de los iones metálicos necesarios para disolver y depositar el metal.

2.3.1.7 Activación

La activación se debe realizar sobre la superficie de los ánodos para evitar la pasivación de estos y mejorar su solubilidad en el baño electrolítico. En esta etapa se activa la superficie de la pieza con soluciones ácidas o básicas (de acuerdo a la naturaleza del baño de recubrimiento) que reaccionan con el metal removiendo la capa de compuestos insolubles que se deposita sobre los ánodos.

2.3.2 Baños electrolíticos

Debido a la diversidad de procesos de electrodeposición metálica, se mencionan y se hará énfasis en este documento a los procesos de cobrizado, niquelado, latonado y dorado.

2.3.2.1 Cobrizado⁵

El cobre es un metal rojo, dúctil y maleable, fácil de trabajar, muy buen conductor del calor y la electricidad. Es más noble que el hidrógeno por lo cual no solo es resistente al agua y disoluciones salinas sino también a los ácidos minerales siempre que no sean oxidantes o contengan óxido en disolución.

Principalmente se emplean dos tipos diferentes de soluciones para la electrodeposición del cobre: las ácidas a base de sulfato de cobre y las alcalinas a base de cianuro.

⁵ MACHU, Op.cit., p.379, 398.

El baño de cianuro de cobre a pesar de su toxicidad se ha extendido mucho en la galvanotecnia y hasta hoy no ha podido ser sustituido por ningún otro que no sea tóxico. Los recubrimientos son de grano fino, extraordinariamente adherentes y cubren bien. La buena adherencia procede probablemente de que los cianuros alcalinos que contiene disuelven los óxidos, desengrasan y al mismo tiempo actúan como pasivadores del metal.

El principal componente de los baños de cobre alcalino cianurados es el cianuro de cobre, unido al cianuro sódico, como sal compleja $\text{NaCN}\cdot\text{CuCN}=\text{NaCu}(\text{CN})_2$ ó $2\text{NaCN}\cdot\text{CuCN}=\text{Na}_2\text{Cu}(\text{CN})_3$ y una determinada cantidad de cianuro alcalino libre. También se le incorpora generalmente algo de carbonato de sodio para disminuir la concentración de iones hidrógeno.

El baño de cobre alcalino cianurado necesita, además de la cantidad de cianuro de sodio necesario para formar el complejo de cobre, otra cierta cantidad conocida como cianuro libre. Esto es importante debido a que por la acción del ácido carbónico del aire, el cianuro se descompone desprendiendo ácido cianhídrico (muy tóxico) y el cobre se deposita como cianuro cuproso CuCN insoluble, ocasionando que los ánodos se recubran de una costra insoluble, reduciendo notablemente el rendimiento electrolítico anódico y empobreciendo mucho más en cobre al baño. Para que esto no ocurra, siempre debe existir un pequeño excedente de cianuro alcalino.

El carbonato sódico es un elemento esencial en los baños de cobre alcalino-cianurados. Se forma por oxidación del cianuro sódico por el oxígeno del aire, formando carbonato sódico y amoníaco, así como también por la absorción de dióxido de carbono del aire. Es conveniente que el contenido de carbonato sódico en el baño de cianuro sea pequeño. Un baño que ya haya funcionado, es decir, que contenga carbonato sódico, da mejores resultados que uno reciente que no lo

contenga. Aunque con una cantidad excesiva de carbonato sódico se obtienen recubrimientos muy porosos que cubren mal.

Generalmente, el contenido de cobre del baño varía entre 6 y 30 gramos por litro. La temperatura de funcionamiento de estos baños es de 20 – 30 °C. El baño puede utilizarse tanto en reposo como en tambores. El baño de cianuro alcalino con sal de Rochelle se puede trabajar a altas densidades de corriente ya que la sal de Rochelle forma complejos con el cobre, aumentando la cantidad de cianuro libre y permitiendo alcanzar con grandes densidades de corriente buenos rendimientos electrolíticos y una fácil solubilidad de los ánodos.

Cuando la marcha de la operación es normal, los ánodos presentan una coloración rosada, con algunas manchas blanquecinas de aspecto pulverulento sobre ellos, debido a las acumulaciones del cianuro de cobre. Un exceso de cianuro alcalino haría desaparecer rápidamente tales depósitos, obteniéndose una deposición irregular del cobre; por el contrario si el baño adoleciera de cianuro, los ánodos se tornarían de una coloración verdosa y el electrolito tomaría color azul.

2.3.2.2 Niquelado^{6,7}

El níquel junto con el cromo, son los metales que en la galvanotecnia se han utilizado en mayor escala, tanto para protección contra la corrosión como para fines decorativos sobre hierro, acero, latón, cobre. En el níquel puede conseguirse un hermoso brillo, no solamente por medio del pulido sino también con los llamados baños de níquel brillante, aún cuando el metal base no haya alcanzado un brillo muy intenso. Como consecuencia de la buena estabilidad química del níquel el brillo se mantiene inalterable por largo tiempo.

⁶ MACHU, Op.cit., p.379, 398.

⁷ BLUM, W. and HOGABOOM, G. Galvanotecnia y galvanoplastia. México: Mc Graw Hill,1984. p. 425.

En la práctica existe una gran similitud de baños de níquel que según el contenido de sales de níquel pueden funcionar con diversas densidades de corriente. Los baños contienen sulfato de níquel, cloruro de níquel y ácido bórico, y también otros productos como abrillantadores, detergentes, etc.

El sulfato de níquel es la principal fuente de iones níquel en estos electrolitos y su concentración determina la densidad de corriente límite para obtener depósitos de níquel. Pueden existir sales según la temperatura de cristalización como $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ o $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, en muchos casos la sal es una mezcla de estas dos sales, lo cual hace impracticable especificar la pureza del sulfato de níquel en términos del metal.

El cloruro de níquel se obtiene como $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Mejora la disolución de los ánodos, en caso de utilizar ánodos electrolíticos de níquel se incrementa la conductividad del electrolito, lo que reduce el voltaje requerido para conseguir una densidad de corriente indicada.

El ácido bórico es un ácido muy débil y se usa como agente tampón en un pH de 5 a 6; se emplea para ayudar a producir depósitos más dúctiles, blancos y especulares.

Para conseguir una gran velocidad de trabajo es preciso utilizar grandes densidades de corriente, y, por tanto, emplear baños con el mayor contenido posible de sal metálica. Estos baños deben utilizarse sólo en caliente para disminuir su resistencia y las polarizaciones que pueden presentarse por las elevadas densidades de corriente de varios A/dm^2 .

La temperatura de los baños de niquelado en caliente debe ser vigilada con toda atención, por ser esencial para su correcto funcionamiento. Muy frecuentemente, antes de niquelar se aplica sobre la superficie del sustrato una capa intermedia de

cobre, rara vez de latón, con el fin de reducir la porosidad del recubrimiento del níquel y mejorar su adherencia.

2.3.2.3 Latonado⁸

Los depósitos galvánicos de latón corresponden a los más importantes recubrimientos de aleaciones. Se sabe bien que los potenciales de deposición en solución de los iones más simples del cobre y zinc están demasiado lejanos para permitir una codeposición satisfactoria. Los potenciales normales del cobre y zinc son respectivamente 0.337 y -0.763 V, una diferencia de más de 1 voltio. Sin embargo los potenciales de la deposición de los metales son mucho más cercanos en las soluciones de cianuro en donde ocurre una codeposición satisfactoria. Los baños de latón consisten esencialmente en soluciones de cianuros de cobre y cianuros de zinc. El cobre y el zinc están presentes en el baño en forma de complejos cianurados, formando los siguientes compuestos respectivamente: $\text{Na}_2\text{Cu}(\text{CN})_3$ y $\text{Na}_2\text{Zn}(\text{CN})_4$.

El contenido de cianuro libre en un baño de latón se define con base en la composición de los complejos de cobre y de zinc presentes. Un pequeño contenido de cianuro libre es necesario para evitar la precipitación de cianuros insolubles de cobre y zinc y ayuda en la corrosión de los ánodos. Un gran exceso de cianuro libre causa una reducción en la eficiencia de la corriente catódica.

El material utilizado para el baño de latón es el mismo que el utilizado para el cobrizado en el baño alcalino, sustituyendo los ánodos de cobre por otros de latón. La tensión normal del baño en el tambor es de 6 – 12 V, la densidad de corriente del tambor es generalmente muy baja pues solo asciende entre 0.3 y 0.6 A/dm².

⁸ BRENNER, Abner. Electrodeposition of alloys. Vol. 1. New York. 1963. p. 415-423

Conviene hacer un depósito previo de cobre para asegurar una mayor adherencia del latón, pero tal práctica no es rigurosamente indispensable.

2.3.2.4 Dorado^{9,10}

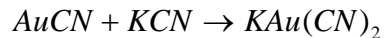
El oro es uno de los metales más nobles, no es atacado por los agentes atmosféricos, el agua, soluciones salinas o ácidos. Solo el agua regia (1 parte de HCl + 3 partes de HNO₃) o el ácido clorhídrico en presencia de oxidantes son capaces de disolverlo. Por su gran estabilidad y hermoso brillo, desde época remota fue el metal más usado por la industria de objetos de ornamentación y aún hoy, una de sus más importantes aplicaciones es el dorado galvánico.

A causa de su elevado precio, los recubrimientos galvánicos de oro son muy delgados. Los objetos de adorno baratos tienen un espesor de película de oro de 0.000025 mm, y los mejores de 0.00025 - 0.00125 mm. Para fines industriales, por ejemplo, en contactos eléctricos, el espesor debe ser mínimo de 0.0125 mm. Afortunadamente, los recubrimientos de oro, aún con espesores relativamente pequeños, están libres de poros, por lo cual cubren por completo el metal base protegiéndolo contra la corrosión.

Los baños de oro están compuestos a base de cianuro. El electrolito se prepara disolviendo el tricloruro de oro AuCl₃ o el cianuro de oro AuCN en una solución cianurada alcalina. El cianuro sódico o el potásico se usan indistintamente, aunque es más económico el cianuro sódico. Al disolverse el cloruro áurico en cianuro alcalino se forma inmediatamente cianuro de oro, AuCN insoluble, que con un exceso de cianuro alcalino se disuelve formando un complejo aurocianuro en el que se encuentra como ion monovalente

⁹ MACHU, Op.cit., p.522.

¹⁰ LOWENHEIM, F. Modern Electroplating. New York :Jhon Wiley & Sons. 1942. p.207-221.



Aunque el cloruro potásico que se forma en el baño se considera como no perjudicial, es preferible prepararlo con cianuro de oro o con los correspondientes cianuros dobles alcalinos $NaAu(CN)_2$ o $KAu(CN)_2$. Los baños de oro funcionan en general a temperaturas entre 25-70° C. Las densidades de corriente son relativamente pequeñas, sólo de 0.2-0.6 A/dm², y la tensión aplicada, de 1.5 - 6V. Para el dorado decorativo con espesores pequeños basta una duración de tratamiento de unos pocos segundos, durante los cuales se mantendrán las piezas en movimiento.

2.4 Zamak.

Las aleaciones a base de zinc presentan dos familias básicas, las cuales son la zamak y las aleaciones de zinc con alto contenido de aluminio. El zamak contiene zinc y aluminio, también algo de cobre y magnesio lo que le confiere excelentes propiedades para obtener piezas por inyección a presión en grandes volúmenes con alta precisión y reproducibilidad de detalles. Se utiliza en la fabricación de electrodomésticos, soporte de espejos, herrajes y hebillas, artículos de oficina, etc.

Características principales de la aleación comercial ZAMAK-5¹¹

- Composición: Aluminio 3.6%, Cobre 3.3%, Magnesio 0.1%, Zinc 93%.
- Resistencia a la tracción: 32-34 Kg/mm²
- Dureza Brinell: 95
- Densidad: 6.7 g/cm³
- Temperatura de fusión: 386 °C

¹¹ <http://www.gurelan.es/zamak.html>

2.5 Elementos del proceso de galvanotecnia ¹²

Sobre los talleres y sus instalaciones solamente pueden hacerse indicaciones generales, por la diversidad de clases de metales y aleaciones que se deben manipular, y el variable estado de su superficie, grado de limpieza y tamaño, número de piezas, aspecto deseado de las piezas terminadas, etc.

Una instalación para el proceso de electrodeposición está constituida por:

2.5.1 Cubas

Son tanques de almacenamiento de la solución electrolítica para el recubrimiento, para los baños que trabajan en caliente se utilizan cubas de hierro esmaltado, cuyo esmalte deberá ser resistente a los ácidos y a los álcalis llevando un borde en la parte superior. Las cubas se colocan en serie y se conectan en paralelo con la fuente generadora de electricidad.

2.5.2 Barras de suspensión

Estas barras se colocan sobre la cuba, paralelamente a sus lados más largos y están destinadas a soportar y suministrar la corriente a los ánodos; generalmente son de cobre y se sujetan con aisladores de porcelana en ambos extremos. Para conducir la corriente de la barra hacia los ánodos estos se sujetan con ganchos que proporcionan una buena conducción de la corriente.

2.5.3 Ánodos y ganchos de contacto

Para mantener constante la composición del baño es esencial la solubilidad de los ánodos, el ánodo es atacado por los ácidos que van al mismo polo, se consume

¹² MACHU. Op.cit., p. 120-158

poco a poco manteniendo el baño a la densidad deseada. Los ánodos solubles deben ser de metal químicamente puro, para evitar la contaminación con materias extrañas obligando a depurarlas o a rehacer el baño. Se pueden suspender los ánodos de los baños con ganchos metálicos de buena conductividad dependiendo de la naturaleza del baño electrolítico.

2.5.4 Tambores

La electrodeposición de piezas en grandes cantidades se trabaja en tambores. Estos consisten en un cilindro de material plástico, fibras u otros análogos, perforado por pequeños orificios y gira sobre su eje longitudinal en el interior de un recipiente que contiene el electrolito. En el interior del tambor se encuentran las piezas a recubrir que hacen el oficio de cátodo.

2.5.5 Calentamiento de los baños

Sabiendo que el calor favorece el recubrimiento metálico, puesto que el permitir el empleo de una densidad de corriente mayor acelera el trabajo, es conveniente que cada baño posea un medio de calentamiento. El calentamiento se lleva a cabo por medio de vapor, electricidad o gas.

2.5.6 Filtrado

Los baños para recubrimientos de níquel de alto brillo o cobre deben filtrarse de vez en cuando; sólo así pueden producir depósitos brillantes y lisos. Las partículas de suciedad, polvo, lodo, hidróxidos metálicos, etc.; poseen, por la adsorción de iones una carga eléctrica y son conducidos por la corriente eléctrica al cátodo, donde se descargan, introduciéndose en el recubrimiento metálico, volviendo áspera la superficie.

2.5.7 Agua para los baños electrolíticos

La pureza del agua es de gran exigencia en la galvanización, por la gran sensibilidad de los depósitos metálicos a las sales. Las combinaciones de calcio y magnesio en elevada concentración perjudican ante todo la preparación de los baños de limpieza alcalinos, los baños de lavado en caliente y los de abrillantado.

2.5.8 Secado

Las piezas metálicas deben secarse lo más rápidamente posible, después del galvanizado y del lavado final para evitar, ante todo, la aparición de manchas sobre los objetos. Las grandes masas de pequeños objetos se secan en aparatos centrífugos o eléctricos. En estos aparatos el agua adherida a las piezas es lanzada por la fuerza centrífuga contra las paredes perforadas de un tambor que gira con gran rapidez escurriéndose al fondo. Al mismo tiempo la humedad restante se evapora por medio de aire caliente que se introduce por la tapa.

2.6 Importancia de las propiedades físicas^{13,14,15}

Solamente por el aspecto externo no puede juzgarse la calidad de un depósito metálico galvánico; es de esencial importancia el examen de los objetos terminados, en relación con el brillo, burbujas o ampollas, existencia de poros, puntos quemados, uniformidad de la superficie, manchas, etc., que tanta influencia ejercen en el valor comercial de los objetos.

Dado que muchas de las propiedades físicas esenciales para la posterior permanencia de los recubrimientos como el espesor, brillo, dureza, resistencia a la

¹³ Recubrimientos protectores de los metales. p. 59, 87, 229, 275,317.

¹⁴ BLUM, and HOGABOOM. Op.cit., p. 131-195.

¹⁵ MACHU, W. Op.cit., p. 208-232.

corrosión y ductilidad, no pueden apreciarse a simple vista, se han introducido en la técnica numerosos procedimientos de ensayo para su determinación. En este documento se hará énfasis en las técnicas para determinar el espesor, el brillo y la dureza.

2.6.1 Espesor

La característica más importante de un recubrimiento en cuanto a la protección que ofrece, es el espesor. Este puede determinarse de diversos modos, una manera usual de determinarlo es por el procedimiento metalográfico para la lectura de espesores, obteniendo el espesor medio del recubrimiento.

2.6.1.1 Procedimiento metalográfico para la lectura de espesores¹⁶

Con este método, el objeto recubierto se secciona normalmente a la superficie, luego, el plano de la sección obtenida se esmerila y pule y entonces se mide el espesor por medio del microscopio. La probeta se secciona perpendicularmente en un punto señalado y se sujeta con pinzas o se embute en resinas plásticas fenólicas o acrílicas. Esta probeta debe mantenerse fija en el esmerilado y pulido, porque una desviación de la vertical implica un error en la medida del espesor.

El esmerilado y pulido se debe llevar a cabo siempre con abrasivos del grano más fino, como se hace en la preparación de probetas metalográficas y el último no debe ser mayor de 800 mallas.

¹⁶ ORDOÑEZ, S. Técnicas experimentales en Metalurgia. Metals Handbook, 1948, American Society for Metals, Metals Park, Ohio. p. 1-13.

2.6.2 Brillo

Una gran proporción de los depósitos galvánicos principalmente aquellos obtenidos mediante metales nobles, como el oro, la plata, el platino y los metales pasivos como el níquel y el cromo, deben principalmente su uso a la presencia y mantenimiento de un gran lustre. Para estos metales, el acabado inicial brillante se usa principalmente con propósitos de venta, y en este aspecto su importancia no debe ser tampoco menospreciada.

Habiendo seleccionado el depósito metálico, resulta importante medir y controlar el brillo, ya sea que éste se requiera con propósitos utilitarios de reflectividad o bien simplemente para una mejor apariencia.

En un sentido microscópico, solamente una superficie perfectamente brillante es plana; o sea, que cualquier desviación del brillo, está ocasionada por pequeñas irregularidades de la superficie. La medida exacta de las intensidades luminosas es difícil y poco exacta, debido a que las superficies brillantes reflejan más del 99% de la luz en forma especular. En este caso es necesario medir y comparar dos intensidades luminosas bastante diferentes.

2.6.3 Dureza

En muchos campos de aplicación de los recubrimientos metálicos galvánicos es importante la resistencia frente a las acciones mecánicas como son: plegaduras, desgaste por el esmerilado o pulido, uso diario, rozamiento, erosión, etc.

La dureza es una propiedad física fácil de determinar por medio de los procedimientos de Vickers, Rockwell, Brinell, Shore o Martens, y puede muy bien servir, en general, como medida característica de la resistencia al desgaste del recubrimiento metálico.

La dureza de los depósitos metálicos galvánicos, en correspondencia con el carácter de los diversos metales, no sólo es desigual, sino que también varía considerablemente según las condiciones en que se depositan durante el proceso de electrorecubrimiento. En general, aumenta con densidades de corriente elevadas y granos cristalinos finos.

2.7 Factores de operación en la electrodeposición ^{17,18}

En cada baño electrolítico hay una gama amplia de condiciones de operación como cambios en la composición del baño, grado de agitación del baño, densidad de corriente, temperatura y pH que influyen sobre la estructura de los depósitos. A continuación se presentan los efectos que se producen cuando se varían algunos de estos parámetros.

2.7.1 Composición y concentración del baño

Dado que los metales pueden depositarse solamente a partir de soluciones que tienen disueltos compuestos de esos metales, es aconsejable tener las concentraciones más altas posibles de cada sal, es decir, trabajar con soluciones saturadas. Entre las ventajas que se tienen por el uso de soluciones fuertes se encuentran: una conductividad mayor, una más alta densidad de corriente permitida y una eficiencia catódica más elevada, y las desventajas, por otra parte, son: un costo más alto en la preparación de los baños, mayor costo por pérdidas en el arrastre al retirar las piezas, y la tendencia de cristalización sobre las paredes del tanque y los electrodos debido a la evaporación o a descensos de la temperatura.

¹⁷ MACHU, W. Op.cit., p. 203-205.

¹⁸ BLUM, and HOGABOOM. Op.cit., p. 91-94.

Para cualesquiera de las condiciones de operación dadas, ciertas concentraciones de los constituyentes del baño representan las óptimas para determinados resultados; cuando estas condiciones han sido definidas, deben mantenerse lo más cercanas posible a ellas.

2.7.2 Agitación

La agitación de la solución produce un suministro fresco de sales o de iones metálicos al cátodo, reduciendo el espesor de la película catódica y facilitando así el abastecimiento de iones metálicos o de compuestos a la superficie catódica. La agitación barre con las burbujas gaseosas que pueden ocasionar porosidad, además mezcla la solución e impide la estratificación de soluciones más pesadas que se van al fondo del tanque. El resultado neto de la agitación es el que permitir operar con una densidad de corriente más alta con el propósito de producir un depósito con una estructura dada, incrementando la densidad límite de la corriente para depósitos pesados.

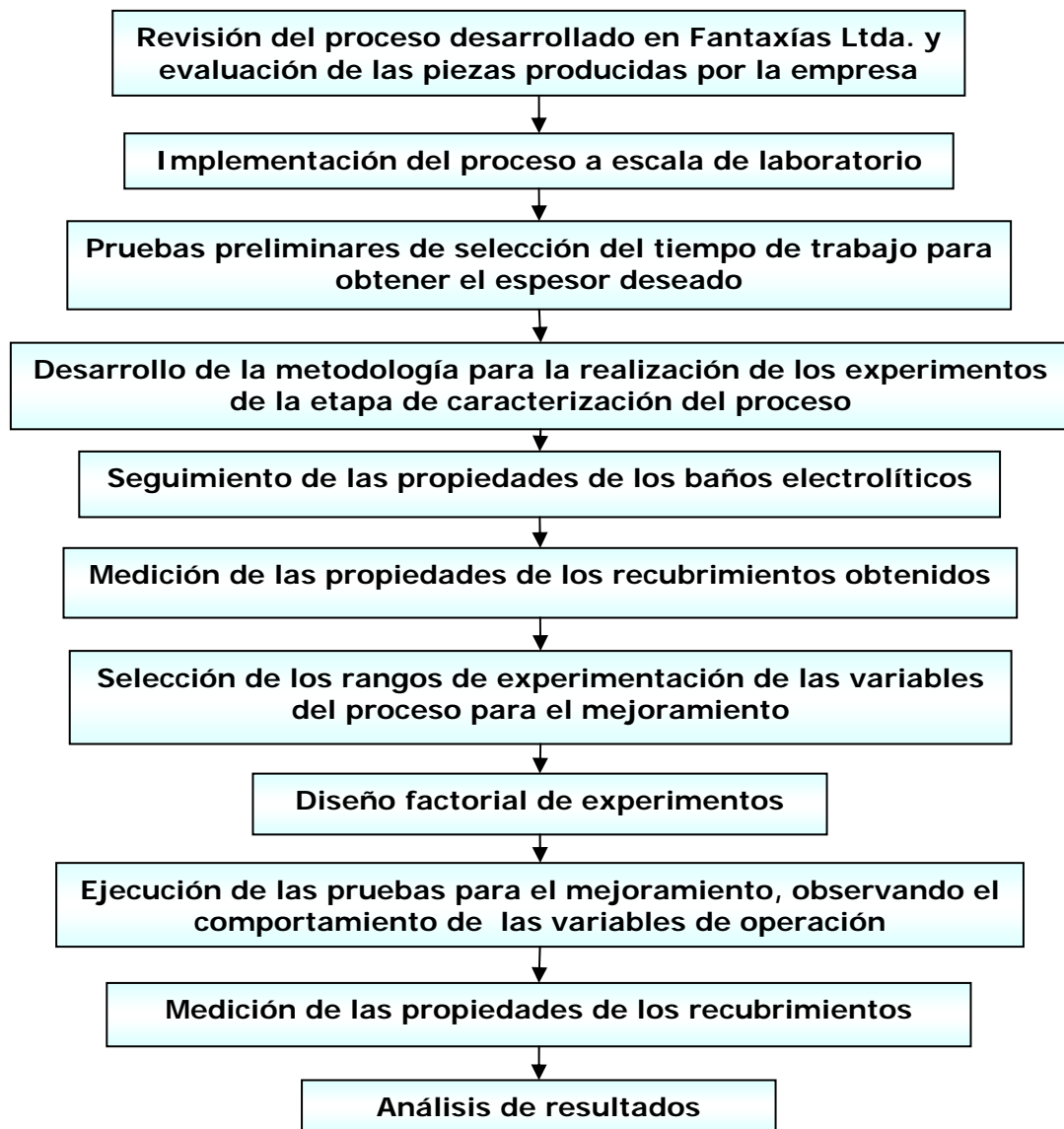
2.7.3 Densidad de corriente

En la mayoría de los metales los depósitos se consiguen con pequeñas densidades de corriente, pero en la técnica con corriente directa se tiende a trabajar con las mayores densidades posibles con la cual se obtiene un depósito más homogéneo. Dentro de ciertos límites un incremento de la densidad de corriente, disminuye el tamaño del grano. Si la densidad de corriente máxima admisible se sobrepasa, la adherencia de los cristales se debilita y el brillo se reduce; también pueden producirse recubrimientos esponjosos o quemados, especialmente en los bordes, puntas y esquinas. Todos estos cambios son consistentes con el hecho de que cuando se incrementa la densidad de corriente, la concentración disminuye, en tanto que la polarización aumenta.

3 METODOLOGIA Y DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se presenta una descripción detallada de cada etapa que se llevó a cabo durante este proyecto, con el fin de caracterizar y establecer las mejores condiciones de los diferentes tipos de electrorecubrimientos. En la figura 3.1 se presenta la metodología seguida durante la ejecución del proyecto.

Figura 3.1 Diagrama de la metodología y desarrollo experimental del proyecto



3.1 Descripción de la empresa.

FANTAXÍAS LTDA se encuentra ubicada en la calle 28 # 6-56 del barrio Girardot en la ciudad de Bucaramanga, está catalogada como una mediana empresa que se dedica a la producción de herrajes y piezas metálicas en fundición de zamak y troquelaría en lámina y alambre. FANTAXÍAS en la actualidad procesa 10 Toneladas de zamak mensuales, en promedio, para el desarrollo de sus actividades; el 85% de la producción de la empresa son herrajes y hebillas para la industria del cuero y confección, el 10% son regalos empresariales, en tanto que el 5% de la producción se destina a herrajes de ferretería.

La empresa esta conformada por dos grandes áreas; el área de microfundición y el área de galvánica. En la primera planta de la fábrica se encuentra el área de microfundición, constituida por la sección de moldes, fundición por centrifugado y pulido mecánico (ver anexo G, figuras G5, G6, G7 Y G8). El área de galvánica está ubicada en la segunda planta de la empresa (ver anexo G, figura G1), en esta sección se encuentran diferentes equipos para el proceso tales como, cubas para los electrólitos de recubrimiento distribuidas así: cuatro para el baño de cobre alcalino, cuatro para baño de níquel brillante, una para baño de níquel mate, una para baño de níquel negro, dos para baño de latón, una para baño de oro, una para baño de cobre ácido; estas cubas son metálicas con recubrimiento de resina antiácida y una capacidad de 500 a 1000 litros. En la sección también se encuentra una cuba en lámina laminada en frío calibre 20, revestida con fibra de vidrio y con una capacidad de 1000 litros para el desengrase electrolítico y veinte cubas plásticas con capacidad de 1000 litros destinadas a los enjuagues con agua, algunas de estas cubas para enjuague tienen recirculación de agua tipo cascada (doble enjuague) para optimizar el consumo de agua consiguiendo ahorros significativos. Además para la limpieza inicial de las piezas, la empresa cuenta con un sistema de desengrase por ultrasonido. La disposición de estas cubas, es de manera tal, que el proceso se realiza de forma ordenada y

secuencial (ver anexo B). El proceso de electrodeposición en tambor se realiza con dieciséis tambores giratorios en acrílico, dotados de un polipasto (ver anexo G, figura G3) para el manejo de cargas entre 60 y 10 kilogramos. La sección de galvanía esta equipada con diversos tipos de rectificadores de corriente directa que manejan intensidades de corriente que varían entre 15 y 1000 A. Como paso final del proceso, las piezas se secan utilizando dos secadoras centrífugas con una resistencia de 2000 V y una capacidad de 30 kilos.

3.2 Descripción de los componentes del proceso de galvanotecnia¹⁹

En la figura 3.2 se presenta un diagrama de bloques que describe el proceso de electrodeposición de los recubrimientos electrolíticos de cobre, níquel, latón y oro.

3.2.1 Pulido

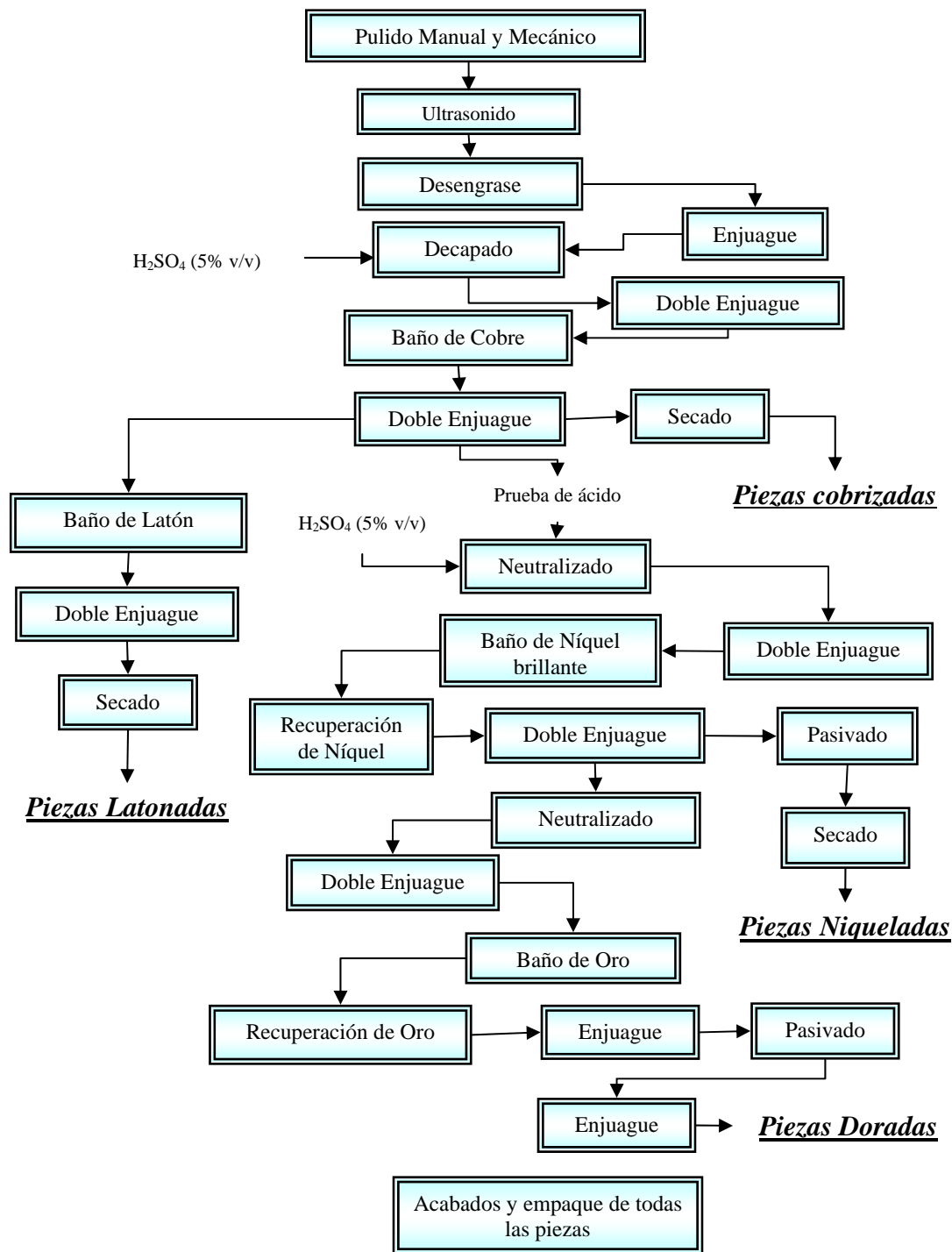
El pulido de las piezas se realiza de forma manual con lijas esmeril y limas, y de forma mecánica con vibradoras o Harper, para lograr un acabado liso y brillante de las piezas de zamak. (Ver anexo G, figuras G7 y G8)

3.2.2 Desengrase con ultrasonido

El desengrase con ultrasonido se realiza en un equipo ultrasónico (Ver anexo G, figura G4) que utiliza como producto desengrasante NOVACLEAN-ZA, producto exclusivo para limpieza por ultrasonido de piezas de zamak. La solución acuosa con este producto debe tener una concentración de 30 – 50 g/l y se debe trabajar a una temperatura de 50 – 60 °C y por un tiempo de 2 minutos.

¹⁹ Manual de procedimientos de la sección de galvanizado, Sistema de gestión de calidad de la empresa FANTAXÍAS LTDA.

Figura 3.2 Diagrama del proceso para la obtención de los recubrimientos electrolíticos



3.2.3 Desengrase electrolítico

El desengrase electrolítico se realiza con producto Z-Zamak 120 como desengrasante, producto exclusivo para limpieza de piezas de zamak. La solución acuosa con este producto debe tener una concentración aproximada de 70 g/l, un pH de 12 y una densidad de 5 °B, se debe trabajar a una temperatura de 60 – 65 °C y un voltaje de 10 V, por un tiempo de 2.5 minutos para cada proceso.

3.2.4 Decapado y neutralizado

Para esta operación se utilizan soluciones con ácido sulfúrico (H₂SO₄) al 5 %, en la tabla 3.1 se muestran las condiciones de trabajo para el decapado y neutralizado de las piezas.

Tabla 3.1 Condiciones de trabajo del tratamiento con H₂SO₄

pH	1
T(°C)	Ambiente
Tiempo (s)	30

3.2.5 Baño de cobre

La electrodeposición del cobre metálico se realiza en baños alcalino-cianurados de cobre, en la tabla 3.2 se presenta la composición química y las condiciones de operación del baño electrolítico.

Tabla 3.2 Composición química y condiciones de trabajo del baño de cobre alcalino

pH	11
T (°C)	35
Densidad (°B)	10
Voltaje (V)	10
Tiempo (h)	1.5
CuCN (g/l)	42
NaCN (g/l)	56
Sal de Rochelle (g/l)	45
Abrillantante (cm ³ /l)	12
Carbonatos (g/l)	25
Ánodos	Cu electrolítico

3.2.6 Baño de latón

La electrodeposición del latón se realiza en baños alcalino-cianurados de cobre y zinc, en la tabla 3.5 se presenta la composición química y las condiciones de trabajo del baño electrolítico.

Tabla 3.3 Composición química y condiciones de trabajo del baño de latón

pH	11
T (°C)	Ambiente
Voltaje (V)	6
Densidad (°B)	9-10
Tiempo (min)	75
NaCN (g/l)	50
CuCN (g/l)	30
Zn(CN) ₂ (g/l)	13
Solución activadora (cm ³ /l)	2
Ánodos (Cu/Zn)	70/30

3.2.7 Baño de Níquel brillante

La electrodeposición del cobre metálico se realiza en baños sulfatados de níquel, en la tabla 3.3 se presenta la composición química y las condiciones de trabajo del baño electrolítico. (Ver anexo G, figura G2)

Tabla 3.4 Composición química y condiciones de trabajo para el baño de níquel brillante

pH	4.2
T (°C)	60-65
Voltaje (V)	10
Densidad (°B)	25
Tiempo (h)	1.5
NiSO ₄ ·6H ₂ O (g/l)	300
NiCl ₂ ·6H ₂ O (g/l)	75
H ₃ BO ₃ (g/l)	50
Base (cm ³ /l)	40
Abrillantante (cm ³ /l)	2.5
Antiporo (cm ³ /l)	7
Ánodos	Ni electrolítico

3.2.8 Baño de oro

La electrodeposición del oro se realiza en baños alcalino-cianurados de oro. En la tabla 3.4 se presenta la composición química y las condiciones de trabajo del baño electrolítico de oro. En el baño de oro no se cuenta con ánodos solubles, para la corriente catódica se utilizan ánodos insolubles de acero inoxidable.

Tabla 3.5 Composición química y condiciones de trabajo del proceso de dorado

T (°C)	50
Densidad (°B)	2
AuCl ₂ (g/l)	1
KCN (g/l)	1.8
Ánodos	Acero inoxidable
Tiempo (seg)	7

3.2.9 Enjuague y doble enjuague

Se realizan enjuagues con agua limpia para evitar que en el paso de un baño a otro se contaminen los baños. Los enjuagues sencillos tienen una duración de un minuto y los dobles de dos minutos, se retira posteriormente el tambor elevándolo sobre el baño 40 cm, se deja escurrir por 10 segundos y se retira del enjuague.

3.2.10 Secado

Las piezas terminadas se secan para eliminar el agua residual proveniente de los enjuagues y evitar que el producto salga con manchas, para luego lacar si se requiere. Las piezas se secan por aproximadamente 3 minutos en un secador rotatorio centrifugo.

3.3 Evaluación de las piezas producidas en la empresa

Se llevó a cabo un análisis superficial de las hebillas y probetas producidas en la empresa utilizando Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) en un microscopio LEO ELECTRÓN MICROSCOPY, donde se observa la estructura típica del metal base zamak y las capas de recubrimiento metálico para determinar su espesor. Se realizó un análisis químico con la microsonda EDX para analizar la composición del metal base y de los recubrimientos metálicos presentes.

3.4 Implementación del proceso a escala de laboratorio

En el montaje a escala de laboratorio se replicó el proceso industrial que opera la empresa actualmente. Como parte de este proyecto se diseñaron cada uno de los elementos que hacen parte del área de la sección de galvanización: tambores, cubas, rectificador, ánodos de trabajo y piezas a electrodepositar, así como sus respectivas instalaciones.

3.4.1 Determinación de la ubicación para la puesta en marcha del montaje

Teniendo en cuenta las facilidades que brinda la empresa, el montaje del proceso se ubicó en la tercera planta de la empresa, junto al área de pintura electrostática. Por su ubicación el área ofrece facilidades y fortalezas como son suelo de hormigón resguardado de cemento para evitar los ataques de las soluciones, buena ventilación y un sifón que permite el lavado del suelo con agua.

3.4.2 Elementos del montaje

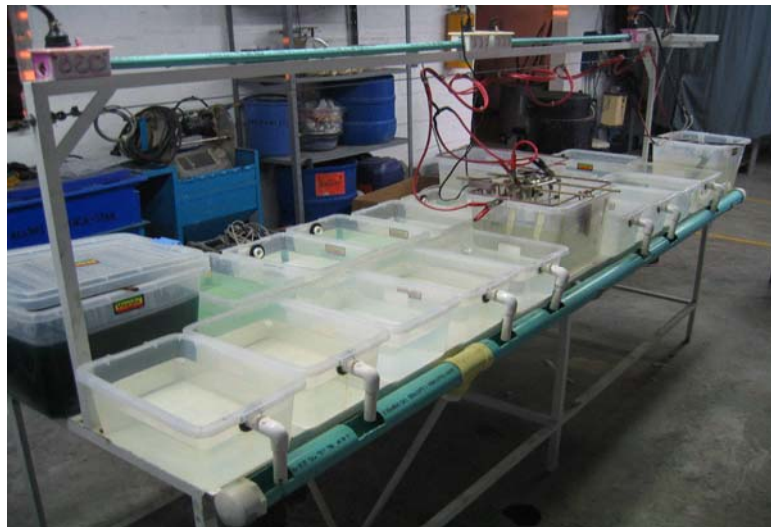
3.4.2.1 Mesa de trabajo

El montaje se ubicó sobre una mesa metálica provista de instalaciones eléctricas y de canales de desagüe. La tabla 3.6 describe las especificaciones para la construcción de la mesa de trabajo y la figura 3.3 muestra la mesa junto con la instalación del montaje a escala de laboratorio que se realizó como réplica del proceso de galvanizado con el que trabaja la empresa.

Tabla 3.6 Especificaciones de la mesa de trabajo

Dimensiones de la mesa	Ancho 60 cm Largo 280 cm Alto 72 cm
Dimensiones del soporte	Alto 66 cm Largo 260 cm
Desagües	2 tubos laterales con salida al sifón
Tomas de corriente	3 tomas de 220 V 2 tomas de 110 V

Figura 3.3 Montaje instalado



3.4.2.2 Cubas

Para el montaje se utilizaron 4 cubas para los electrolitos (cobre, níquel, latón y oro), una cuba para desengrase electrolítico y diecisiete cubas pequeñas que se utilizaron: una para decapado, dos para neutralizado, una para pasivado y trece para enjuagues (sencillo y doble) con agua. En la tabla 3.7 se describen las especificaciones para la adquisición de las cubas.

Tabla 3.7 Especificaciones de las cubas

Material	Plástico
Forma	Trapezoidal
Dimensiones Cuba grande	Superior 26.5 x 37.5 cm
	Inferior 23.5 x 33.5 cm
	Alto 24.5 cm
	Volumen 22 litros
Dimensiones Cuba pequeña	Superior 20.5 x 30.5 cm
	Inferior 18.5 x 29.5 cm
	Alto 16 cm
	Volumen 12 litros

3.4.2.3 Baños electrolíticos

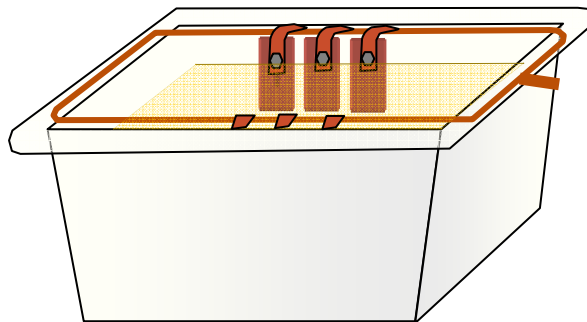
Se realizaron nuevos baños electrolíticos de cobre, latón, níquel y oro, empleando los reactivos y las composiciones empleadas por la empresa (ver anexo A).

3.4.2.4 Ánodos solubles

Se utilizaron 6 ánodos metálicos solubles para cada baño electrolítico (a excepción del oro que trabaja con ánodos insolubles de acero inoxidable) con una superficie anódica aproximada de 30 cm² cada uno, dispuestos en el baño de forma que se mantenga una correcta orientación y relación de distancia entre el ánodo y el cátodo. Para la disposición de los ánodos se utilizó un soporte de cobre y 6 ganchos de contacto para conducir la corriente eléctrica al ánodo. Para el baño de níquel se consideró que los ganchos fueran de titanio y no de otro material que pudiera contaminar el baño durante la operación. En la figura 3.4 se presenta el esquema del montaje del baño electrolítico de cobre, en esta figura se observa el soporte, los ganchos y la disposición de los ánodos en baño.

Los ánodos utilizados para cada tipo de proceso de electrodeposición fueron caracterizados mediante Espectrofotometría de Absorción Atómica, con previa disolución ácida, con el fin de determinar la cantidad de metal de interés y la presencia de otros elementos presentes.

Figura 3.4 Esquema del montaje del baño de cobre electrolítico



3.4.2.5 Resistencias para el calentamiento de los baños

Se adquirieron tres resistencias de 110 V, dos graduables con un tubo vidrio para la conducción del calor y una resistencia de titanio especial para el baño de níquel.

3.4.2.6 Tambor

Para realizar las electrorecubrimientos se diseñaron dos tambores giratorios para manejar cargas de 250 g, con un motor que permite ajustar las revoluciones del tambor. En la tabla 3.8 se describen las especificaciones de diseño para la construcción de los tambores y en la figura 3.5 se presenta una foto del tambor de procesamiento con las características indicadas.

Tabla 3.8 Especificaciones del tambor

Forma	Cilindro hexagonal
Material	Acrílico
Perforaciones	1mm cada una, paso de 2 mm entre ellas
Arista	4 cm
Longitud	13.5 cm
Diámetro	7.5 cm
Motor del tambor	1/8 de HP – 7-12 V – corriente continua
Contactos de lámina de cobre para la conducción de la corriente catódica a las piezas.	

Figura 3.5 Tambor de procesamiento



3.4.2.7 Probetas de trabajo

Se diseñaron piezas adecuadas para realizar los análisis de las propiedades de los electrorecubrimientos, esas piezas fueron fabricadas en la sección de fundición de la empresa. Se utilizaron probetas circulares y convexas de zamak de 1.45 cm de diámetro y 1.5 mm de espesor, apropiadas para facilitar su posterior esmerilado y pulido como etapa de preparación para realizar el recubrimiento metálico. La

Figura 3.6 presenta un esquema de las probetas que se utilizaron para los experimentos.

Figura 3.6 Esquema de la probeta



3.4.2.8 Rectificador de corriente

Se adquirió un rectificador de corriente con las especificaciones necesarias para el proceso, que posteriormente permitirá trabajar con corriente en pulsos y con corriente en pulsos invertida. Este equipo fue diseñado para rectificación en push pull con 25 A de salida para ciclo continuo tanto en la fuente positiva como en la fuente negativa y una alimentación monofásica de 120 VAC, con dos devanados 18-0-18 VAC y una potencia total de 1000 VA. En la Figura 3.7 se muestra el equipo.

Figura 3.7 Rectificador de corriente



3.5 Pruebas preliminares para la selección del tiempo de trabajo.

Inicialmente se llevaron a cabo una serie de pruebas preliminares, con el fin de seleccionar los tiempos de deposición en los baños de cobre, níquel y latón con base en los espesores que maneja la empresa. Realizadas las pruebas se midieron los espesores de los recubrimientos obtenidos, empleando el método metalográfico convencional y se establecieron los tiempos de trabajo apropiados para conseguir los espesores deseados. El baño de oro se trabajó con las condiciones y el tiempo de operación que la empresa tenía establecido.

3.6 Metodología para el seguimiento y control de parámetros del proceso.

Se estableció la metodología de trabajo para la operación de los baños electrolíticos. A continuación se describen cada uno de los pasos que se deben tener en cuenta para llevar de forma adecuada los experimentos:

1. Verificar que la composición y condiciones de trabajo de cada baño sean las que maneja la empresa, si no fuera así, realizar una adecuación del baño, obteniendo como resultado la composición y condiciones de trabajo deseadas para trabajar.
2. Pesar la carga del tambor antes y después de cada prueba.
3. Activar los ánodos (en los procesos de cobre y latón) al iniciar la primera prueba, empleando agua regia o HCl concentrado.
4. Manejar una determinada área anódica.
5. Pesar los ánodos antes y después de cada prueba.

6. Controlar las variables de operación del baño electrolítico (temperatura inicial y final de cada prueba, densidad y pH).
7. Nivelar el volumen del baño electrolítico.
8. Tomar muestras del electrolito después de cada prueba, para llevar el seguimiento de la concentración de los reactivos del baño.
9. Terminado el proceso de electrodeposición se deben realizar observaciones del aspecto exterior de los recubrimientos.

Los pasos 3, 4, 5 y 7 se omiten para los experimentos con el baño de oro.

3.7 Caracterización de los baños electrolíticos

Para realizar la caracterización de los electrolitos se realizó un seguimiento del consumo de los reactivos en el baño electrolítico mediante análisis cuantitativos volumétricos (ver anexo C) y de espectroscopia de absorción atómica utilizando un equipo Perkin Elmer 2380, de igual forma se llevó un seguimiento del aporte metálico de los ánodos al baño por mediciones gravimétricas empleando una balanza de precisión (± 0.0001 , marca Answorth) para determinar la pérdida de peso de los ánodos. Asimismo se cuantificó el peso de metal depositado pesando la carga (piezas a electrodepositar) antes y después de la electrodeposición.

3.8 Medición de las propiedades de los electrorecubrimientos obtenidos

Luego de obtener los electrorecubrimientos se procedió a evaluar algunas propiedades de gran importancia tales como el espesor, brillo (en los depósitos de níquel brillante y oro) y microdureza en el depósito de níquel.

3.8.1 Determinación del espesor de los electrorecubrimientos.

La determinación del espesor se llevo a cabo siguiendo los lineamientos de la norma ASTM B-487-2002, para lo cual se empleó un microscopio óptico de reflexión OLYMPUS OBX adaptado con una cámara de video JBC y un analizador de imágenes Q-500 MC LEICA; la preparación de las probetas se realizó mediante las técnicas metalográficas convencionales empleando una serie de lijas hasta malla 800 para la etapa de desbaste y alúmina de 1 y 0.05 micras para la etapa de pulido. (Ver anexo F)

3.8.2 Determinación de microdureza.

La microdureza de los recubrimientos de níquel se determinó mediante el ensayo de microdureza Vickers, según la norma ASTM B-578-99 y ASTM E384-89. El ensayo de microdureza Vickers se realizó en un microdurómetro marca Leitz, utilizando una carga de 100 g. Los resultados de dureza reportados corresponden al promedio de 4 impresiones. (Ver anexo E)

3.8.3 Determinación del brillo de los electrorecubrimientos de níquel y oro.

La determinación del brillo se realizó en un equipo existente en el laboratorio de Biohidrometalurgia Minerales y Ambiente ubicado en la sede UIS Guatiguará y construido con base a las normas ASTM E430-97 y ASTM D523-89 (ver anexo D).

Para evaluar el brillo de las probetas doradas y niqueladas (por ser lo recubrimientos exteriores y decorativos) se elaboró una escala cualitativa-cuantitativa tomando como patrones de referencia probetas niqueladas y doradas en la empresa y clasificadas por el líder de la sección de galvanica de la empresa FANTAXIAS LTDA. A la calidad de brillo obtenida se le asignó un rango de variación en luxes.

3.9 Selección de los rangos de experimentación de las variables del proceso para el mejoramiento.

Las variables de experimentación del proceso de electrodeposición se escogieron buscando una disminución en el consumo de los reactivos, un espesor y brillo apropiado y una reducción en el tiempo de proceso.

Las variables a evaluar fueron la concentración del electrolito, voltaje de trabajo y el grado de agitación del electrolito mediante el número de revoluciones del tambor. En la tabla 3.9 se muestran las variables escogidas y los rangos de experimentación y en la tabla 3.10 se describen los rangos de concentración de los baños electrolíticos para la realización de los experimentos.

El rango de variación se seleccionó con base en los resultados obtenidos en las pruebas preliminares y la caracterización del proceso.

Tabla 3.9 Rangos de experimentación de los baños electrolíticos

Electrolito	Variable	Rango		Variable de repuesta
Cobre	Concentración del electrolito	Alta	Baja	Espesor
	Voltaje (V)	10	8	
	Revoluciones del tambor (rpm)	12	8	
Níquel	Concentración del electrolito	Alta	Baja	Espesor
	Voltaje (V)	10	8	
	Revoluciones del tambor (rpm)	14	10	
Latón	Concentración del electrolito	Alta	Baja	Espesor
	Voltaje (V)	6	4	
	Revoluciones del tambor (rpm)	12	8	

Tabla 3.10 Descripción del rango de concentración de los baños electrolíticos

Baño electrolítico	Concentración del reactivo (g/l)	Alta	Intermedia	Baja
Cobre	CuCN	30	26	24
	NaCN	12	10	9
Níquel	NiSO ₄ .6H ₂ O	300	260	240
	NiCl ₂ .6H ₂ O	75	64	60
Latón	CuCN	30	26	24
	NaCN	16	14	13
	Zn(CN) ₂	13	11	10

3.10 Diseño factorial de experimentos

Para facilitar el análisis de los resultados de las pruebas de electrodeposición se diseñó un experimento factorial con las variables y rangos escogidos. Se planteó para cada baño electrolítico un diseño factorial 2^3 con tres repeticiones al azar y un nivel de prueba medio como punto central, resultando 12 experimentos.

Se trabajo con un nivel bajo y un nivel alto fijado como las condiciones de operación que actualmente maneja la empresa (excepto para el número de revoluciones). Se mantuvieron constantes las condiciones de operación de temperatura y pH de los procesos de electrodeposición operados actualmente en la empresa.

En la tabla 3.11 se presenta el diseño de experimentos a realizar con cada una de las variables en los rangos de trabajo establecidos anteriormente.

Tabla 3.11 Diseño de experimentos a realizar y evaluar

Nº prueba	Cobre			Níquel			Latón		
	C	V	R	C	V	R	C	V	R
1	Baja	8	8	Baja	8	10	Baja	4	8
2	Alta	8	8	Alta	8	10	Alta	4	8
3	Baja	10	8	Baja	10	10	Baja	6	8
4	Alta	10	8	Alta	10	10	Alta	6	8
5	Baja	8	12	Baja	8	14	Baja	4	12
6	Alta	8	12	Alta	8	14	Alta	4	12
7	Baja	10	12	Baja	10	14	Baja	6	12
8	Alta	10	12	Alta	10	14	Alta	6	12
9	media	9	10	media	9	12	media	5	10
10	Alta	10	12	Alta	10	14	Alta	4	12
11	Alta	8	8	Baja	10	10	Alta	6	12
12	Baja	10	12	Baja	8	14	Baja	6	8

C: Concentración del electrolito (g/l) V: Voltaje (V) R: Revoluciones del tambor (rpm)

3.11 Ejecución del diseño de experimentos para el mejoramiento

Para el desarrollo del diseño factorial de experimentos se realizaron nuevos baños electrolíticos con las concentraciones establecidas para la realización de los experimentos. Posteriormente se procedió a evaluar las propiedades de los electrorecubrimientos obtenidos. Como variable de respuesta se escogió el espesor de los respectivos recubrimientos electrolíticos, además para el electrorecubrimiento de níquel se midieron propiedades como el brillo de las piezas y la dureza. Para todas las pruebas se hicieron mediciones por duplicado, para lo cual se tomaron 2 probetas al azar.

El análisis de los resultados se realizó con la ayuda del software estadístico STATGRAPHICS Plus 5.1.

4 RESULTADOS Y ANÁLISIS

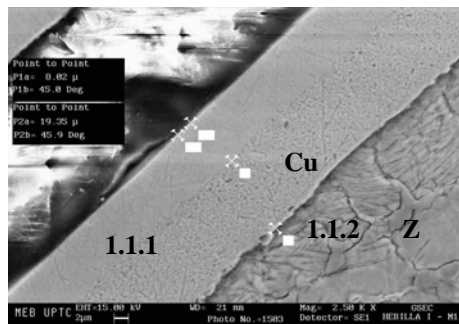
En este capítulo se presentan y se analizan detalladamente los resultados obtenidos de la metodología planteada en el capítulo anterior.

4.1 Evaluación de las piezas producidas en la empresa

4.1.1 Análisis superficial

Tras el barrido de todas las muestras, se observó la estructura típica del metal base (zamak) y además se observaron dos capas de recubrimiento una de cobre (sobre el zamak) y otra de níquel (exterior) cuyos datos de espesor son: 6 μm para la capa de cobre y 37 μm para la capa de níquel. Los datos de espesor reportados son el promedio de las medidas realizadas en las zonas de la muestra que presentan menor espesor. En la figura 4.1 se presenta una micrografía de una de las hebillas de la empresa que fue analizada.

Figura 4.1 Micrografía (MEB 2500X) en la zona plana de la hebilla



4.1.2 Análisis químico

En la tabla 4.1 se presenta la composición del metal base y de los electrorecubrimientos presentes en la hebilla elaborada en la empresa.

Tabla 4.1 composición del metal base y de los electrorecubrimientos de níquel y cobre

Metal base (aleación zamak)	Recubrimiento de cobre	Recubrimiento de Níquel
O ₂ : 9.1%	O ₂ : 0.8%	Ni: 100.0 %
Zn: 69.0%	Cu: 97.7%	
Al: 19.4%	Al: 1.0%	
Cu: 2.5%	Ni: 0.5%	

El análisis químico del zamak utilizado por la empresa tiene una diferencia notable con la composición del zamak especificada en la literatura y reportada en el numeral dos cuatro de este proyecto.

4.2 Determinación del tiempo de operación de los baños electrolíticos

Los resultados de las pruebas preliminares bajo las condiciones de operación estipuladas permitieron obtener para los baños electrolíticos de cobre, níquel y latón el tiempo de operación. Este tiempo se determinó con base en los espesores observados mediante el análisis superficial de las hebillas y corroborado por la empresa como el espesor apropiado en el caso del cobre y el níquel, para el baño de latón se trabajó únicamente con el espesor indicado por la empresa. Se establecieron tiempos de trabajo menores a los que se utilizan habitualmente en la empresa, debido a que el volumen de los baños electrolíticos del montaje es menor al volumen de los baños con que trabaja la empresa.

Como ya se había planteado en la metodología del proyecto, el baño electrolítico de oro se trabajo con las condiciones y el tiempo que tiene establecido la empresa para la operación de dicho baño. En la tabla 4.2 se presentan las condiciones de operación empleadas para el trabajo a escala de laboratorio entre las cuales se reporta el tiempo de operación obtenido.

Tabla 4.2 Condiciones de operación a escala de laboratorio

Proceso	Espesor apropiado (μm)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	pH	Voltaje (V)	Rotación del tambor (rpm)	Tiempo de operación obtenido (min.)
Cobrizado	6	35	11	10	8	40
Niquelado	37	70	4	10	8	75
Latonado	4	26	10	6	8	90

4.3 Caracterización del Proceso de electrodeposición en tambor

4.3.1 Caracterización de los ánodos

En la tabla 4.3 se muestra la composición de los ánodos, en cuanto al metal de interés y la presencia de otros elementos.

Tabla 4.3 Composición de los ánodos solubles

Ánodos de cobre		Ánodos de latón		Ánodos de níquel	
%Cu	99.975	%Cu	61.05	%Ni	99.97
				Cu*	10
%Zn	0.015	%Zn	38.77	Co*	3
				Fe*	30
%Ag	<0.0010	%Ag	<0.0010	Pb*	1
				Zn*	5
%Fe	<0.0020	%Fe	0.18	C*, \diamond	50
				P*, \diamond	2
%Pb	<0.009	%Pb	<0.009	S*, \diamond	5

*Concentraciones máximas admisibles en ppm

\diamond Datos suministrados por la empresa GMP Productos Químicos.

Los límites de detección mínima del espectrofotómetro de absorción atómica utilizado para la obtención de estos datos son: %Ag=0.0010 %Fe=0.0020 %Pb=0.0090.

Los baños electrolíticos de cobre, níquel y latón a diferencia del baño de oro, se trabajaron con ánodos solubles que aportan contenido metálico al baño, como reposición al desgaste de sales metálicas que sufre el electrolito durante el proceso de electrodeposición.

En la tabla 4.3 se observa que la cantidad de cobre metálico presente en el ánodo es elevada, con la cual se controla el contenido de metal en el electrolito. La mayor impureza presente en los ánodos de cobre es el zinc, el cual tiene una influencia nociva sobre el aspecto exterior del recubrimiento de cobre, produciendo depósitos frágiles y de mal color por codeposición con el cobre en áreas de baja densidad de corriente, creándose un depósito latonado.²⁰

La composición de los ánodos de latón es alrededor del 61% de cobre y 39% de zinc, (lo cual influye sobre el color del depósito), según se muestra en la tabla 4.3. El hierro es la impureza presente en mayor proporción (0.18%), produciendo graves perturbaciones en el baño y tendiendo a pasivar el ánodo, haciéndolo insoluble. Según la especificación Federal QQ-B-591 de los Estados Unidos, el contenido de hierro en el baño de latón debe ser de 0.03% máx.; y la cantidad total de otras impurezas presentes de 0.25% máx.²¹

La composición de los ánodos de níquel es mayor del 99% de níquel, condición de importancia tratándose de un baño con cloruro, ya que los ánodos se disuelven fácilmente y no se pasivan. El contenido de impurezas en el ánodo según la tabla 4.3 es mínimo, con lo que se disminuye la contaminación del baño electrolítico por impurezas.

²⁰ GEDULD, H. Practical problem in copper cyanide plating. En: Metal Finishing. Vol 65, No. 7, (July, 1967); p. 54.

²¹ U.S. Federal Specification QQ-B-591, October 23, 1945.

4.3.2 Aporte Metálico de los Ánodos al baño

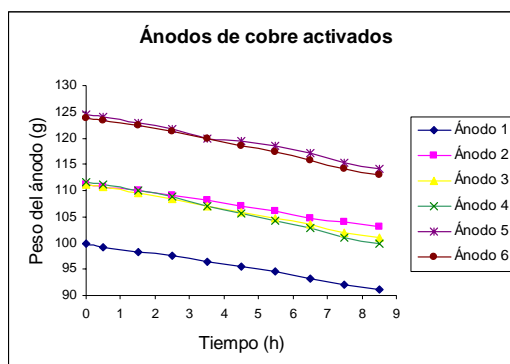
El aporte metálico de los ánodos al baño electrolítico depende de las condiciones de solubilidad de estos, que aparte de la constitución química del electrolito depende íntimamente de la composición química del electrodo.

El ánodo metálico se disuelve usualmente en su estado de oxidación más bajo, sin embargo, el metal puede formar una capa impermeable e insoluble de óxido u otros compuestos, con el desplazamiento del potencial del metal hacia valores más nobles.²² Para contrarrestar este efecto, y para aumentar la solubilidad de los ánodos en baños cianurados, es conveniente activar la superficie de los ánodos.

En las figuras 4.2, 4.3, 4.4 y 4.5 se reportan los datos de variación en peso de los ánodos activados y sin activar de cobre y latón con respecto al tiempo de operación del electrolito.

En la figura 4.5 se observa la variación en peso de los ánodos de níquel durante el tiempo de operación del electrolito, en donde los iones cloruro evitan la formación de la capa pasiva en los ánodos.

Figura 4.2 Pérdida de peso en ánodos de cobre activados



²² LOWENHEIM, F. Modern Electroplating. 2ª Ed. New York: Wiley, 1963. p. 35-36.

Figura 4.3 Pérdida de peso en ánodos de cobre sin activar

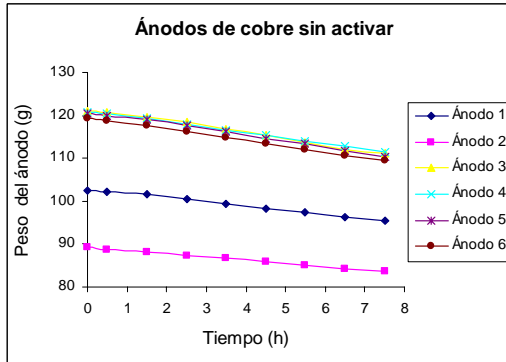


Figura 4.4 Pérdida de peso en ánodos de latón activados

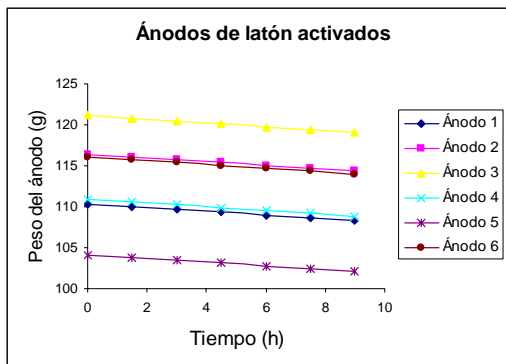


Figura 4.5 Pérdida de peso en ánodos de latón sin activar

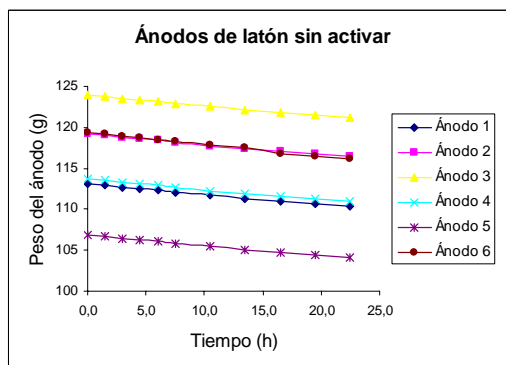
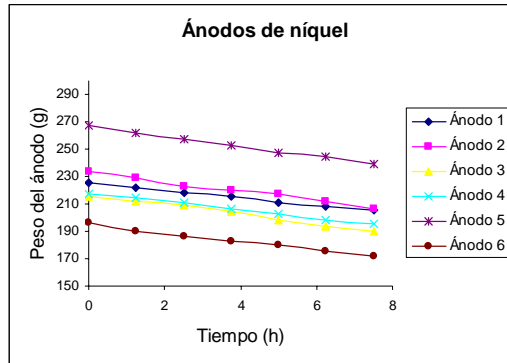


Figura 4.6 Pérdida de peso en ánodos de níquel



En las figuras anteriores se observa que los ánodos de los 3 procesos presentan una tendencia lineal de consumo a medida que transcurre el tiempo de deposición. Las curvas de cada ánodo son paralelas, por lo que se deduce que el grado de solubilidad de cada ánodo es similar, ya que los ánodos se encuentran igualmente distanciados del cátodo.

En la tabla 4.4 se reporta el peso promedio consumido de los ánodos. Como se observa en la tabla 4.4 los ánodos de níquel presentan una variación de peso mayor, en comparación con los ánodos de cobre y latón (que se solubilizan muy poco), lo cual está directamente asociado al espesor del recubrimiento depositado.

Tabla 4.4 Peso promedio consumido de los ánodos en g/h

Cobre		Latón		Níquel
Activado	6.6	Activado	1.37	21.232
Sin activar	6.93	Sin activar	0.76	

Entre las pruebas realizadas con los ánodos activados y sin activar de cobre y latón, se observa un mayor consumo promedio de los ánodos de latón activados a diferencia de los ánodos de cobre, en los que ánodos activados y sin activar sufren una pérdida de peso similar.

Durante la electrodeposición de cobre y latón se observó la formación de compuestos insolubles sobre la superficie de los ánodos, afectando su solubilidad debido a la intensa polarización química que se da en disoluciones de cianuros metálicos causando problemas de aspereza en los depósitos, influyendo no solo sobre al aspecto exterior del recubrimiento sino también sobre las diferencias de espesor en su superficie.²³ Este efecto a su vez puede ocurrir por las siguientes causas: baja cantidad de cianuro libre capaz de disolver el cianuro cuproso que se precipita a medida que la electrodeposición avanza, impurezas metálicas presentes y alta densidad de corriente.^{24, 25}

Los ánodos de níquel electrolítico se disuelven en el electrolito eficazmente gracias a las condiciones de operación del baño (temperatura, pH) y al contenido de cloruro presente en la solución, lo que también aumenta su conductividad. Los ánodos se desgastan rápidamente dejando algo de residuo insoluble que consiste principalmente en níquel finamente dividido, ocasionando una pérdida económica. Los ánodos se envolvieron en fundas de tela de algodón previniendo que los residuos que se forman en la solución la contaminen, causando asperezas y rugosidades en el depósito niquelado.

La inclinación en los últimos años hacia el uso de cestillos anódicos hechos de titanio y rellenos con piezas de níquel refinado se ha convertido en el método preferido de niquelado, debido a las ventajas de mantener una forma constante de los ánodos de níquel, además de las ventajas económicas, así como el reemplazo de ánodos de níquel electrolíticos por formulaciones de ánodos despolarizados, resultando la mejor aproximación al ánodo ideal.²⁶

²³ MACHU, Willi. Galvanotecnia moderna. Madrid: Aguilar, 1964. p. 188, 223.

²⁴ GEDULD, Herbert. Op. cit., p. 47.

²⁵ BRENNER, Abner. Electrodeposition of alloys. Vol. 1. New York: Academic Press, 1963. p. 426.

²⁶ WATSON. S. A. Evaluación técnica y práctica del níquel "S" activo. En: Corrosión y protección. Vol.3, No.1 (Enero-Feb. 1972); p.1-17.

4.3.3 Masa metálica depositada

La activación en los ánodos de cobre y latón es de importancia ya que no sólo aumentó la solubilidad de los ánodos de latón, sino que también aumentó la cantidad de masa metálica depositada en el período inicial del proceso, incrementando la concentración de iones del metal en la superficie del cátodo. En las figuras 4.7 y 4.8 se observa la diferencia de masa de metal depositada entre los procesos con y sin activación de los ánodos.

La alta conductividad del baño electrolítico de níquel favorece una velocidad de deposición máxima del metal. En la gráfica 4.9 se muestra la cantidad de masa de níquel depositada en el cátodo.

Figura 4.7 Masa de cobre depositada

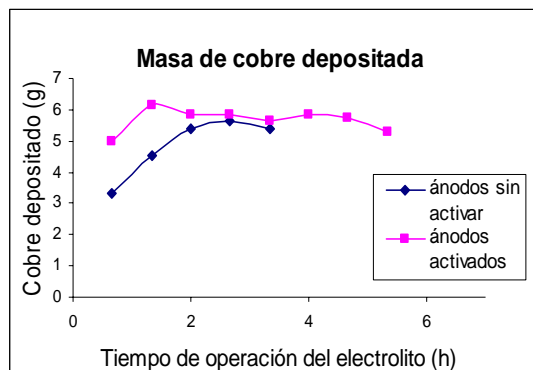


Figura 4.8 Masa de latón depositada

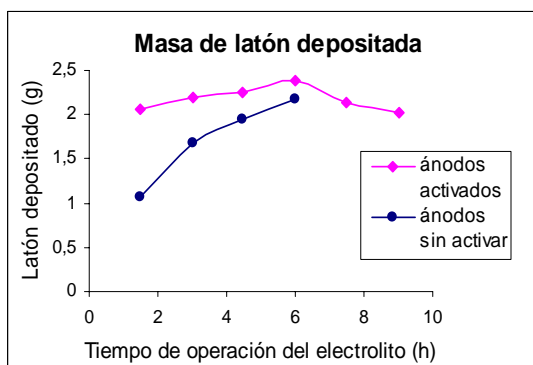
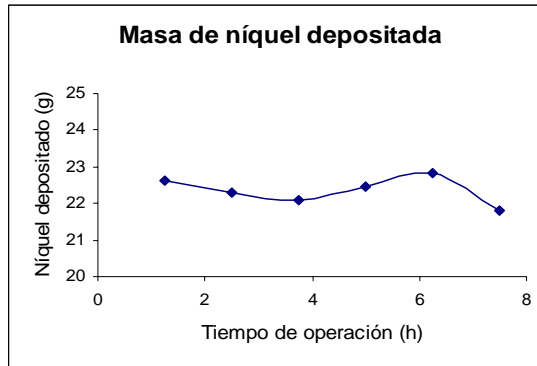


Figura 4.9 Masa de níquel depositada

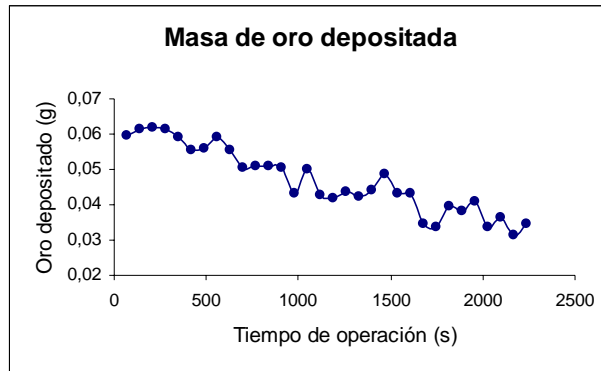


La cantidad de níquel depositado por hora de operación del electrolito no presenta variaciones significativas a medida que el proceso de electrodeposición avanza, deduciéndose el comportamiento regular del electrolito de níquel, es decir la solución tiende a mantenerse a sí misma. En comparación con los procesos de cobre y latón la masa depositada de níquel es mayor, efecto ligado directamente a la mayor solubilidad de los ánodos de níquel.

En el proceso de dorado el tiempo de deposición es de tan solo unos segundos, por lo que el espesor del recubrimiento obtenido es muy pequeño. En la figura 4.10 se muestra la variación en peso de la masa depositada del recubrimiento de oro durante el proceso de deposición realizado, que se extendió a 32 pruebas consecutivas.

En la figura 4.10 se observa que la cantidad de masa depositada de oro en el cátodo, previamente niquelado, bajo condiciones de operación continua del baño, decrece a medida que el proceso de electrodeposición avanza, ya que el dorado se llevó a cabo con ánodos insolubles y no se realizó reposición del ión metálico en la solución. El aspecto exterior del recubrimiento de oro obtenido se deteriora a medida que el tiempo de servicio del baño electrolítico aumenta.

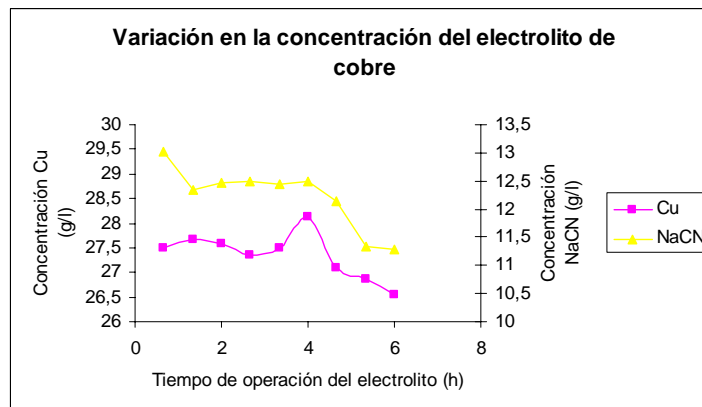
Figura 4.10 Masa de oro depositada



4.3.4 Caracterización de la variación en la concentración de los baños electrolíticos

La variación de la concentración en el tiempo de las sales metálicas, que constituyen los baños electrolíticos, y de los iones metálicos presentes en la solución, es de suma importancia para el desarrollo de los recubrimientos electrolíticos. En las figuras 4.11 y 4.13 se presentan las variaciones en la concentración que sufren los componentes de los baños electrolíticos durante la operación continua del electrolito.

Figura 4.11 Variación de la concentración del baño de cobre

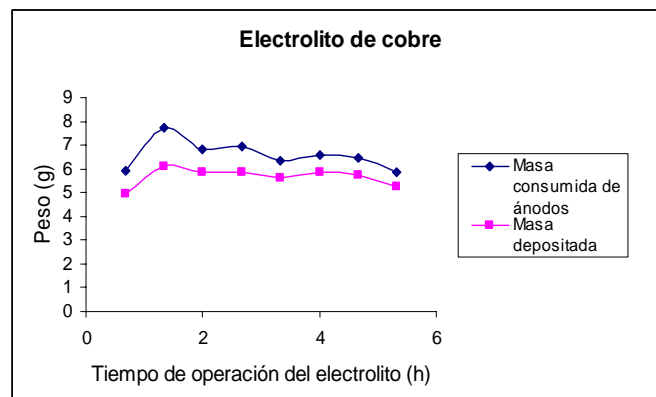


Según se observa en la figura 4.11 el electrolito de cobre presenta variaciones en la concentración de sus componentes. El cianuro de sodio libre presenta una disminución en el baño lo cual se evidenció por la apariencia azulosa de la solución en los alrededores del ánodo. El control de la cantidad de cianuro de sodio es sencillo y se corrige por la adición de cianuro a la solución logrando una composición más estable del baño.

El contenido del metal se incrementa durante la operación del baño porque la eficiencia del ánodo es mayor que la eficiencia del cátodo,²⁷ sin embargo la concentración de los iones de cobre metálico en el electrolito disminuye a medida que transcurre el proceso, lo que indica que se perdió masa, debido al arrastre, la evaporación del electrolito, y a la precipitación de complejos insolubles sobre el ánodo y en el fondo de la solución. En la figura 4.12 se evidencia que la masa aportada por los ánodos a la solución es mayor que la masa depositada de cobre.

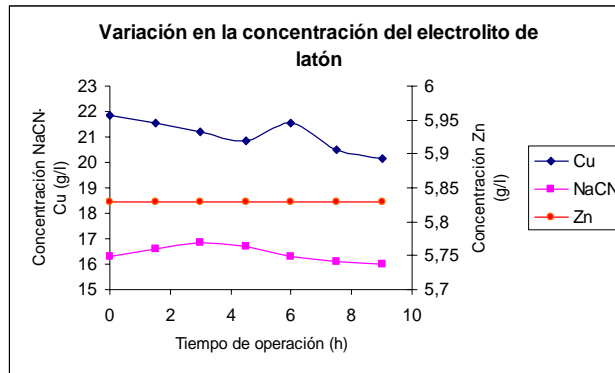
En la figura 4.13 se observa que la concentración de zinc metálico en el electrolito de latón es constante, mientras la concentración de cobre metálico disminuye.

Figura 4.12 Masa depositada - Masa desprendida por los ánodos del baño electrolítico de cobre



²⁷ LOWENHEIM, F. Op. cit., p.161.

Figura 4.13 Variación de la concentración del baño de latón

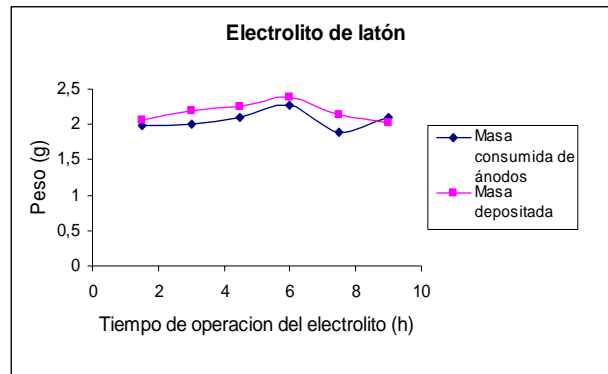


Como la concentración del ión cobre es mayor que la concentración del ión zinc en la solución, es razonable que se esté depositando una cantidad mayor de cobre en la aleación. La concentración de iones cobre que son más nobles se reduce más fuertemente que la de zinc que es menos noble, debido a la formación de cianuros complejos,²⁸ luego la cantidad de cianuro de sodio en la solución afecta la composición de la aleación depositada. Durante el latonado se observó (figura 4.13) que la concentración de cianuro de sodio en la solución disminuyó, favoreciendo una mayor codeposición del cobre.

El electrolito de latón se comporta de manera muy similar al electrolito de cobre, ocurriendo pérdidas de los iones metálicos debidas principalmente a la formación de lodos anódicos y precipitación de compuestos insolubles en el fondo. Para mantener constante la concentración y composición del electrolito de latón, los ánodos solubles se deben disolver con la misma velocidad con que se deposita la aleación en el cátodo. En la figura 4.14 se observa que la cantidad de masa depositada de aleación es mayor que la masa aportada por los ánodos al baño, los cuales se solubilizaron muy poco, lo que corrobora que el depósito esta constituido mayoritariamente por cobre.

²⁸ MACHU, W. Op. cit., p. 204

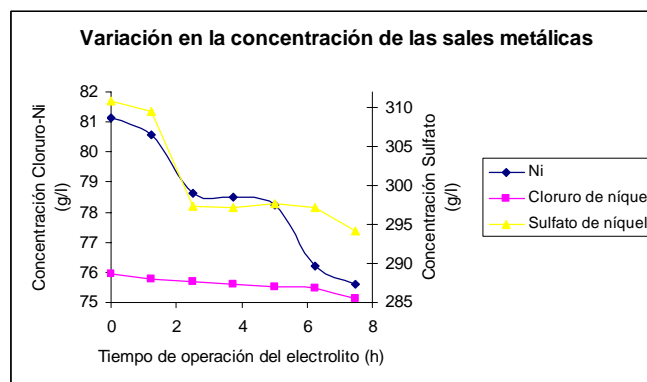
Figura 4.14 Masa depositada/Masa desprendida por los ánodos del baño electrolítico de latón



En la figura 4.15 se observa la disminución de la concentración de las sales metálicas de níquel durante el proceso de níquelado.

La variación en la concentración de níquel metálico en el baño, es directamente proporcional a la variación en la concentración del sulfato de níquel, por ser este la principal fuente de iones níquel en la solución.

Figura 4.15 Variación de la concentración del baño de níquel

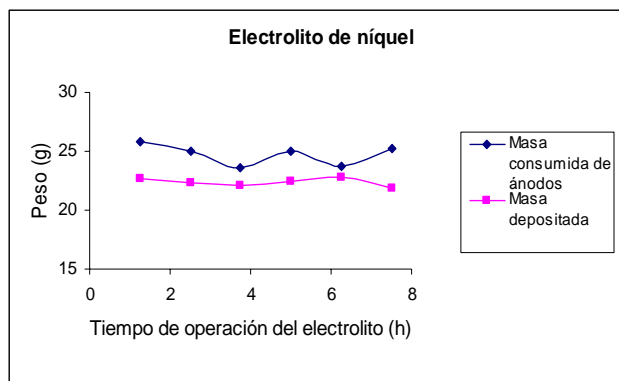


La disminución del sulfato de níquel aumenta la resistencia del electrolito, que se opone al movimiento de los iones. La disminución en la concentración del cloruro de níquel afecta directamente la solubilidad de los ánodos de níquel y aumenta su tendencia a pasivarse. El cloruro de níquel también afecta la eficiencia del cátodo

de níquel, su disminución no sólo reduce la masa depositada de níquel en la solución, sino también la masa depositada en el cátodo y por consiguiente el espesor obtenido. Sin embargo debido a las pérdidas de níquel por residuos en el ánodo y por evaporación del electrolito no todo el níquel aportado por los ánodos va al electrolito.

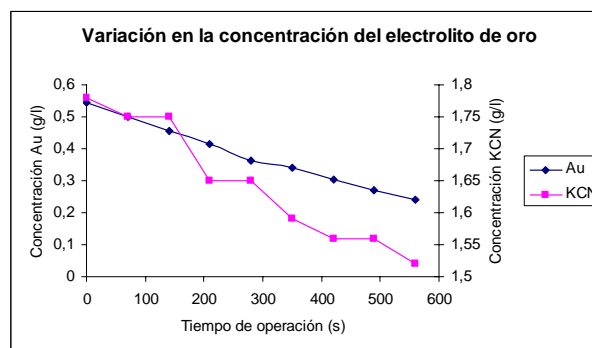
En la figura 4.16 se muestra la diferencia entre la cantidad de masa depositada y la masa aportada por los ánodos de níquel al baño.

Figura 4.16 Masa depositada/Masa desprendida por los ánodos del baño electrolítico de Níquel



En la figura 4.17 se observa la variación de la composición del electrolito de oro durante el tiempo de operación del proceso.

Figura 4.17 Variación de la concentración del baño de oro



La concentración inicial del baño de oro es muy diluida, alrededor de 0.5 g/l, para evitar pérdidas del metal que acarrearán altos costos de operación. El aspecto exterior del recubrimiento de oro es el factor empírico que determina el contenido de oro en el baño electrolítico. La concentración de los componentes del baño de oro disminuye con el tiempo de deposición cambiando la composición del electrolito. Sobre la prueba ocho el aspecto dorado de las piezas es débil y opaco debido a la insuficiencia de oro metálico en el electrolito, y en ausencia de ánodos solubles, el baño debe dosificarse cuando el contenido de oro metálico en el electrolito es alrededor de 0.240 gramos por litro. Las piezas obtenidas en el proceso de dorado presentaron espesores muy delgados que no pudieron cuantificarse por los métodos convencionales.

4.4 Medida de espesores de los electrorecubrimientos obtenidos

El espesor de un recubrimiento metálico está directamente asociado con la cantidad de masa del metal depositado. El espesor de la capa metálica depositada no es igual en todas las partes del objeto, por lo que su medida debe realizarse en aquellas zonas donde el espesor es mínimo. En la tabla 4.5 se reportan los espesores promedio evaluados en veinte pruebas de los recubrimientos electrolíticos de níquel, cobre y latón activados, medidos en aquellos puntos que presentan menor espesor.

Tabla 4.5 Espesores obtenidos de los recubrimientos electrolíticos

Espesor obtenido (μm)	
Cobre	7.02 ± 0.78
Latón	4.31 ± 0.31
Níquel	38.42 ± 0.88

En Las figuras 4.18 y 4.19 se presentan las micrografías para los espesores de cobre, níquel y latón.

Figura 4.18 Micrografía del recubrimiento de níquel sobre cobre

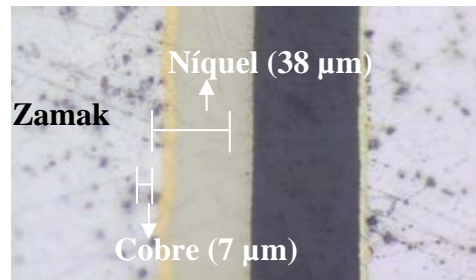
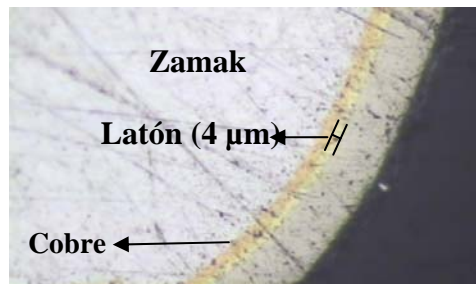


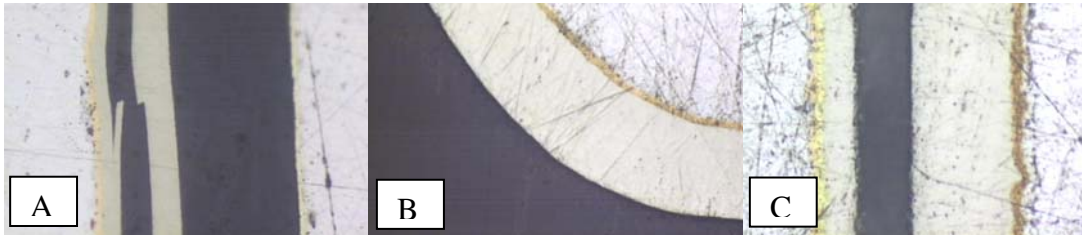
Figura 4.19 Micrografía del recubrimiento de latón sobre cobre



Uno de los inconvenientes de la técnica de deposición con corriente directa es la formación de sobreespesores en los bordes y esquinas de las piezas, los cuales se presentan debido a una mala distribución de la corriente.

En la figura 4.20 (A, B y C) se presentan micrografías de los sobreespesores en los recubrimientos de níquel. La formación de una doble capa de níquel, con fácil desprendimiento de la capa superior como consecuencia de los sobreespesores se observa en la figura 4.20A.

Figura 4.20 Micrografías de los sobreespesores de los depósitos de níquel



4.5 Caracterización del brillo de los recubrimientos

En la tabla 4.6 presenta la escala cualitativa-cuantitativa de brillo que se realizó con base al criterio de calidad de brillo que se maneja en la empresa.

Tabla 4.6 Escala cualitativa-cuantitativa de brillo para los recubrimientos de níquel y oro

Calidad	Rango (luxes)	Rango (Luxes)
	Níquel	Oro
Bueno	>619	>443
Aceptable	512-619	418-443
Regular	345-512	3701-418
Malo	0-345	0-371

En la tabla 4.7 se reportan los resultados de brillo obtenidos para las probetas de níquel. La calidad de brillo en las probetas se deteriora a medida que transcurre el tiempo de deposición del proceso y el electrolito se empobrece en aditivos abrillantantes obteniéndose recubrimientos más opacos.

Tabla 4.7 Medida de brillo para probetas de níquel

Tiempo de proceso (h)	Medición (Luxes)	Calidad
1.25	519	Aceptable
2.5	352	Regular
3.75	310	Malo
5	286	Malo
7.25	260	Malo
8.5	245	Malo

En la tabla 4.8 se presentan las medidas de brillo para las probetas de oro. La calidad de brillo en las probetas doradas disminuye con el tiempo de operación del electrolito, debido a la insuficiencia de oro metálico en la solución, produciéndose electrorecubrimientos de menor espesor que tienen una apariencia más opaca.

Tabla 4.8 Medida de brillo para probetas de oro

Tiempo de proceso (s)	Medición (Luxes)	Calidad
7	599	Bueno
14	545	Bueno
21	518	Bueno
28	476	Bueno
35	468	Bueno
42	447	Bueno
49	444	Bueno
56	420	Aceptable

4.6 Medida de la dureza de los electrorecubrimientos.

La dureza se midió para los recubrimientos de níquel, ya que los espesores de los recubrimientos de cobre y latón son pequeños y el tamaño de la huella del penetrador sobrepasa el espesor.

El resultado reportado de la medida de dureza Vickers para el electrorecubrimiento de níquel, es el promedio de la dureza medida sobre 10 muestras. Cada medida de dureza en una muestra corresponde al promedio de cuatro impresiones. El valor promedio de la microdureza fue:

$$HV = 530 \pm 34 \text{ Kg/mm}^2$$

Este valor promedio de dureza se encuentra dentro del rango con el que se obtienen generalmente los electrorecubrimientos de níquel.²⁹

²⁹ DIBARI, George. Nickel Plating. En: Metal Finishing. Vol. 100, Issue 1 (January, 2002) p. 19.

4.7 Mejoramiento del Proceso de electrodeposición en tambor

Los resultados globales del análisis estadístico de los resultados obtenidos del diseño factorial con ayuda del software (presentados en el anexo H) permitieron determinar los efectos de las variables de operación del electrolito (concentración, voltaje de trabajo, y el número de revoluciones del tambor) y sus interacciones sobre el espesor de los recubrimientos electrolíticos obtenidos en un intervalo de confianza del 95%.

El factor que tiene gran influencia sobre el espesor del electrorecubrimiento de cobre es la concentración del electrolito. La variación del voltaje y el número de revoluciones del tambor presentan prácticamente el mismo espesor.

La variable de mayor efecto sobre el espesor de níquel es el voltaje de trabajo. Los efectos separados de los otros dos factores de operación son insignificantes.

Por tratarse de baños con complejos cianurados, similar al cobre, la variable de mayor influencia sobre el espesor del recubrimiento de latón es la concentración del electrolito. La interacción entre la concentración y el voltaje también tiene efectos significativos sobre el espesor. Otra variable con menor efecto que las anteriores es la revolución del tambor.

En el anexo H se presentan en detalle los resultados obtenidos del diseño factorial de experimentos y su análisis en la determinación de las mejores condiciones de operación de cada uno de los electrolitos estudiados.

5 CONCLUSIONES

1. Mediante la implementación del montaje a escala de laboratorio se obtuvo una réplica del proceso industrial de la empresa, permitiendo la operación de los baños electrolíticos para realizar la caracterización y mejoramiento del proceso, además de servir para la realización de posteriores estudios que permitan la implementación de nuevas técnicas de electrodeposición.
2. La activación de los ánodos incrementa la solubilidad de estos durante la operación del baño electrolítico, aumentando el espesor de los electrorecubrimientos obtenidos.
3. La disolución homogénea de los ánodos genera una variación poco significativa en la cantidad de metal depositado y en la concentración de los baños electrolíticos de cobre, latón y níquel, indicando un comportamiento regular y estable de todo el proceso de electrodeposición.
4. En el diseño de experimentos planteado se reconocieron las variables críticas de operación y sus interacciones para los baños electrolíticos de cobre, níquel y latón que arrojan electrorecubrimientos de mayor espesor. La concentración alta del electrolito es la variable de mayor influencia sobre el espesor del depósito de cobre y latón, en el baño de níquel el voltaje de trabajo del electrolito en su nivel alto determina las condiciones de operación que arrojan recubrimientos de mayor espesor dentro del rango de experimentación establecido.

6 RECOMENDACIONES

- Sería importante realizar un estudio de las propiedades de los recubrimientos electrolíticos, tales como: adherencia, rugosidad y corrosión de las piezas, que junto con las propiedades ya estudiadas sirva como punto de partida para el estudio de la implementación de la técnica con corriente pulsante y pulsante inversa para solucionar las dificultades que se presentan con la técnica con corriente directa.
- Una línea para trabajos posteriores es la realización de estudios sobre el efecto que tienen los abrillantantes que se adicionan en los baños de níquel sobre el brillo de las piezas, con el fin de disminuir la cantidad de aditivos utilizados en el baño electrolítico.

7 BIBLIOGRAFÍA

1. ALTMAYER, F. Introduction to the surface finishing industry. American Electroplaters & Surface Finishers Society, 1999, p. 1-39.
2. BRENNER, Abner. Electrodeposition of Alloys. Principles and practice. Vol 1. New York: Academic Press, 1963.
3. BLUM, W. y HOGABOOM, G. Galvanotecnia y Galvanoplastia Dorado-Plateado-Niquelado-Cromado. México: Mc Graw Hill, 1984.
4. BLUM, W. and HOGABOOM G. Principles of electroplating and electroforming. New York: Mc Graw Hill, 1949.
5. BURNS, R. M. and BRADLEY, W.W. Recubrimientos protectores de los metales. Madrid: Ediciones Interciencias, 1964.
6. CANDELL, R. Galvanostegia Guía práctica para el galvanotécnico. Barcelona: Ed. Sintesis. 1953.
7. CONTRERAS, J. y RODRÍGUEZ, R. Estandarización de los procesos de microfundición y galvanoplastia en la línea de producción de hebillas y herrajes de la empresa Fantaxías Ltda. Trabajo de grado (Ingeniero Metalúrgico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Bucaramanga, 2001.
8. DIBARI, George. Nickel Plating. Metal Finishing. Vol.100. Issue 1. January, 2002.

9. DINI, Jack W. Electrodeposition The materials Science of coatings and substrates. New Jersey: Noyes Publications, 1993.
10. DREISINGER, J. y COOPER, W. Thermodynamics of the aqueous copper-cyanide system. Department of Metals and Materials Engineering, University of British Columbia. En: Hidrometallurgy , Vol. 66. (2002), p. 23-36.
11. GEDUL HERBERT. Geduld, H. Practical problem in copper cyanide plating. En: Metal Finishing. Vol 65, No. 7, (July, 1967).
12. GLAYMAN, J. Galvanotecnia Técnica y procedimientos. 2ª- edición. Barcelona: CEDEL, 1980.
13. GUTIÉRREZ, H. y DE LA VARA, R. Análisis y diseño de experimentos. México: Mc Graw Hill, 2003.
14. LANGFORD, K. Análisis de los baños electrolíticos. 2ª. Ed. Barcelona: Aguilar, 1963.
15. LOWENHEIM, F. Modern Electroplating. Estados Unidos de América: John Wiley and Sons. 1963.
16. MACHU, W. Galvanotecnia Moderna. Madrid: Aguilar, 1959.
17. Manual de procedimientos de la sección de galvanizado, Sistema de gestión de calidad de la empresa FANTAXÍAS LTDA.
18. MALLORY, Glenn O. and HAJDU, Juan B. Electroless Plating: Fundamentals and applications. American Electroplaters and Surface Finishers Society. New York: Noyes Publications, 1993.

19. MOHLER, J. B. and SEDUSKY, H.J. Electroplating for the metallurgist, engineer and chemist. . New York: Chemical Publishing, 1951.
20. OGBURN, Fielding. Coatings thickness its measurement and its significance. National Bureau of Standards. En: Properties of electrodeposits their measurement and significance. The electrochemical society. New Jersey, Cap. 14, (1975).
21. ORDÓÑEZ, M. y REYES, P. Estudio teórico-práctico del proceso de pulimento químico de oro amarillo de 18 quilates y plata de 925 milésimas con soluciones de tiourea. Trabajo de grado (Ingeniero Químico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Bucaramanga, 2004.
22. ORDÓÑEZ, S. Técnicas experimentales en Metalurgia. En: Metals Handbook, American Society for Metals. Ohio, (1948); p. 1-13.
23. PORTILLO, E. y RANGEL, A. Optimización de algunos parámetros cinéticos en la electrodeposición de níquel desde una solución de sulfato de níquel comercial. Trabajo de grado (Ingeniero Químico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Bucaramanga, 1982.
24. REYES, C. F. y VARGAS M. A. Estudios de algunos parámetros en la electrodeposición de níquel desde una solución ácida de sulfato de níquel Trabajo de grado (Ingeniero Metalúrgico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Bucaramanga, 1980.
25. <http://www.gurelan.es/zamak.html>
26. <http://www.estruers.com>

8 ANEXOS

Anexo A. Preparación de los baños electrolíticos de cobre, níquel y latón.

1. Baño de Cobre

Reactivos

- Cianuro de sodio NaCN (56 g/l)
- Cianuro de cobre CuCN (42 g/l)
- Sal de Rochelle (45 g/l)
- Abrillantante ($12 \text{ cm}^3/\text{l}$)

Procedimiento

1. En 6-8 litros de agua primero se disuelve el cianuro de sodio, luego el cianuro de cobre.
2. En un vaso aparte en aproximadamente 1 litro de agua se disuelve la sal de Rochelle.
3. Luego se le agrega a la solución de cianuros la sal de Rochelle previamente disuelta, se afora y se agrega el abrillantante.

2. Baño de Níquel Brillante

Reactivos

- Sulfato de níquel $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (300 g/l)
- Cloruro de níquel $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (75 g/l)
- Ácido bórico H_3BO_3 (50 g/l)
- Base ($40 \text{ cm}^3/\text{l}$)

- Abrillantante (2.5 cm³/l)
- Antiporo (7 cm³/l)

Procedimiento

1. En 6-8 litros de agua caliente disolver primero una cantidad de sulfato de níquel seguida de cloruro de níquel. Estos reactivos se pueden disolver en vasos de precipitados de menor capacidad calentando en una estufa y agitando.
2. Disolver aparte o en la solución anterior cantidades pequeñas de ácido bórico. Agitar.
3. Mezclar aparte la base y el antiporo y agregar a la solución anterior. Agregar luego el abrillantante agitando.

3. Baño de Latón

Reactivos

- Cianuro de sodio NaCN (50 g/l)
- Cianuro de cobre CuCN (30 g/l)
- Cianuro de zinc Zn(CN)₂ (13 g/l)
- Solución activadora (2 cm³/l)

1. En 6-8 litros de agua disolver una cantidad de cianuro de sodio, agitando, luego se adiciona el cianuro de cobre seguido del cianuro de zinc.
2. A la solución anterior se debe adicionar la solución activadora.
3. Se afora hasta la marca, y para empezar la operación del baño se adiciona 1 cm³ de amoníaco.

4. Baño de oro

La preparación del baño de oro no se adjunta en este anexo por ser un procedimiento de alta confidencialidad de la empresa.

Anexo B. Procedimiento para la electrodeposición en tambor

- a. Verificar las condiciones del baño para las piezas de zamak.
- b. Verificar el nivel del baño, en caso de que el nivel sea bajo, llevarlo hasta el indicado y homogenizarlo por 30 segundos.
- c. Limpiar con lija las barras de la armadura, los soportes de los electrodos y el contacto de los ánodos.
- d. Trasladar el tambor desde la cuba del último enjuague del proceso hasta la cuba del baño, por medio del polipasto.
- e. Encender el rectificador y verificar el voltaje, de acuerdo al tipo de material, forma y tamaño de las piezas que se van a procesar.
- f. Sumergir el tambor lentamente dentro del baño, descargarlo primero sobre el soporte frontal de la cuba, evitando que al descargar el soporte posterior, el frontal se levante causando una doble electrodeposición. Esto es especialmente importante en el depósito de níquel.
- g. Encender el motor para iniciar la rotación del tambor dentro del baño.
- h. Esperar el tiempo estipulado anteriormente para cada uno de los baños.
- i. Destapar el tambor y tomar 3 piezas, una de cada extremo y una del centro.
- j. Verificar la calidad del depósito de acuerdo a los requerimientos de calidad:
- k. Si es un depósito de cobre se sumergen las piezas en una solución de ácido sulfúrico al 5% y se observa si hay efervescencia de las piezas. Si no hay efervescencia el depósito es suficiente, de lo contrario es necesario darle más tiempo.
- l. Si el depósito es de níquel se verifica visualmente el brillo.
- m. Llevar el tambor al baño de recuperación si existe, sumergirlo durante 20 segundos.
- n. Llevar el tambor hasta la zona de descargue, para posterior secado.
- o. Al terminar el ciclo de secado las piezas pasan al tanque de almacenamiento, para darles un posterior acabado final y empaque.

Anexo C. Análisis volumétricos de los baños electrolíticos

1. BAÑO DE COBRE ALCALINO

1.1 Determinación de cobre metálico

Reactivos

- Persulfato de amonio
- Amoníaco
- Pan indicador
- E.D.T.A. 0.1 M

Procedimiento:

1. Tomar 2 cm³ de muestra y llevarlos a un erlenmeyer de 250 cm³
2. Añadir 3 gramos de persulfato de amonio y agitar de 2-3 minutos completa disolución.
3. Adicionar 20 cm³ de agua y colocar a hervir hasta cambio de verde a azul.
4. Dejar reposar y adicionar 2-5 cm³ de amoníaco, agitar bien hasta obtener el complejo azul de cobre.
5. Diluir con 100 cm³ de agua destilada.
6. Añadir 5-6 gotas de pan indicador.
7. Titular con E.D.T.A. 0.1 M hasta que el color cambie de morado a verde.

Cálculos

Cobre Metálico (g/l)	cm ³ gastados *3.179
Cianuro de cobre (g/l)	cm ³ *4.47

1.2 Determinación de cianuro de sodio libre

Reactivos

- Yoduro de potasio al 10%
- Nitrato de plata 0.1 Normal

Procedimiento

1. Tomar 10 cm³ de muestra y llevarlos a un erlenmeyer de 250 cm³
2. Adicionar 100 cm³ de agua destilada
3. Adicionar 2.5 cm³ de yoduro de potasio
4. Titular con nitrato de plata 0.1 Normal hasta obtener una turbidez tenue de color amarillo.

Cálculos

Cianuro de sodio libre (g/l) cm³ gastados de nitrato de plata *0.98

2. BAÑO DE NÍQUEL BRILLANTE

2.1 Determinación de cloruro de níquel

Reactivos

- Cromato de Sodio al 2%
- Nitrato de plata 0.1 N

Procedimiento

1. Tomar 5 cm³ de muestra y llevarlos a un erlenmeyer de 250 cm³.
2. Adicionar 90-100 cm³ de agua destilada

3. Adicionar 1 cm³ de cromato de Sodio al 2%
4. Titular con solución de nitrato de plata 0.1 N hasta obtener un precipitado café claro.

Cálculos

Cloruro de níquel (g/l) cm³ gastados de nitrato de plata* 2.4

2.2 Determinación de níquel metálico

Reactivos

- Amoníaco concentrado
- Murexida
- E.D.T.A. 0.1 M

Procedimiento

1. Tomar 2 cm³ de muestra en un erlenmeyer de 250 cc
2. Adicionar 90-100 cm³ de agua destilada
3. Adicionar 10 cm³ de amoníaco concentrado
4. Adicionar 0.5 gramos de murexida
5. Titular con solución de E.D.T.A. 0.1 M hasta viraje de verdoso a morado

Cálculos

Níquel metálico (g/l) cm³ gastados de E.D.T.A. *2.94

2.3 Determinación del contenido de sulfato de níquel

Dividir en cuatro el resultado del cloruro de níquel, se hace la diferencia con el resultado del níquel metálico total, este dato se multiplica por cinco y obtenemos los gramos de sulfato de níquel.

2.4 Determinación de ácido bórico

Reactivos

- Solución Indicadora
- Soda cáustica 0.1 N

Procedimiento

1. Tomar 1 cm³ de muestra y llevarlos a un erlenmeyer de 250 cm³
2. Adicionar 25 cm³ de solución de solución indicadora
3. Titular con soda cáustica 0.1 N hasta viraje de azul a lila

Cálculos

Acido bórico (g/l) cm³ gastados de soda * 6.18

3. BAÑO DE LATÓN

3.1 Determinación de zinc metálico

Reactivos

- Negro de eriocromo
- Formaldehído al 10%
- E.D.T.A. 0.1 M
- Solución Buffer
-

Procedimiento

1. Tomar 2 cm³ de muestra y llevarlos a un erlenmeyer de 250 cm³
2. Adicionar 100 cm³ de agua destilada

3. Adicionar 10 cm³ de solución buffer
4. Adicionar negro de eriocromo (punta de espátula)
5. Agitar y adicionar de 15-20 cm³ de formaldehído al 10%
6. Titular rápidamente con E.D.T.A. 0.1 M hasta que el color cambie de lila a azul. (B)

Cálculos

Zinc Metálico g/l (B) cm³ gastados *3.269

Cianuro de zinc g/l (B) cm³ *5.86

3.2 Determinación de cobre metálico

Los reactivos y el procedimiento a seguir utilizados para la determinación de cobre metálico en el baño de cobre, son los mismos para el baño de latón. Para los cálculos se tiene en cuenta que (A) es el volumen de E.D.T.A gastado en la determinación de cobre metálico y que (B) es el volumen de E.D.T.A gastado en la determinación del zinc metálico.

Cálculos

Cobre Metálico g/l (A-B) cm³ gastados *3.179

Cianuro de cobre g/l (A-B) cm³*4.47

3.3 Determinación de cianuro de sodio libre

Los reactivos y el procedimiento a seguir utilizados para la determinación del cianuro de sodio libre en el baño de cobre, son los mismos para el baño de latón.

4. BAÑO DE ORO

4.1 Determinación de cianuro de potasio

Reactivos

- Yoduro de potasio al 10%
- Nitrato de plata 0.1 Normal

Procedimiento

1. Tomar 10 cm³ de muestra y llevarlos a un erlenmeyer de 250 cm³
2. Adicionar 100 cm³ de agua destilada
3. Adicionar 2.5 cm³ de yoduro de potasio
4. Titular con nitrato de plata 0.1 Normal hasta obtener una turbidez tenue de color amarillo.

Cálculos

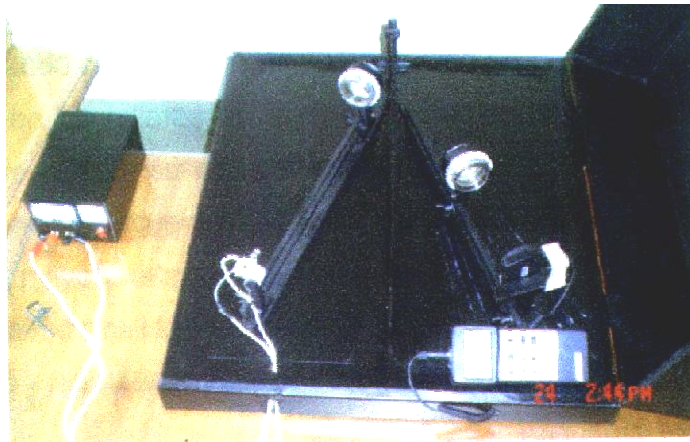
Cianuro de potasio (g/l) cm³ gastados de nitrato de plata *1.3

Anexo D. Funcionamiento del equipo de brillo

MEDIDA DEL BRILLO

El equipo utilizado para medir el brillo de las probetas niqueladas y doradas se encuentra en el laboratorio de Biohidrometalurgia Minerales y Ambiente ubicado en la sede UIS Guatiguará. El equipo fue diseñado, construido y montado por los estudiantes de Ingeniería Química Ordóñez C., Reyes P., Flórez A. y Muñoz A. En la figura D1 se presenta una fotografía del equipo medidor de brillo.

Figura D1. Fotografía del equipo medidor de brillo



El diseño del equipo se basó en las normas ASTM E430-97 y D523-89 así como el montaje de un goniómetro de referencia para mediciones de brillo especular del Nacional Institute of Standards and Technology (NIST).

El equipo medidor de brillo consta de:

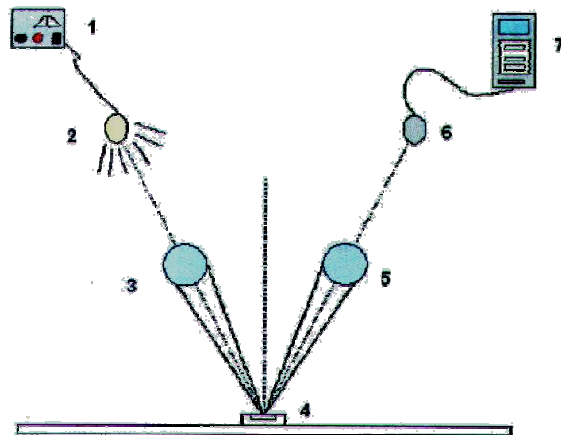
- Fuente de voltaje de 12 V que genera una potencia de 100 W
- Bombilla halógena de 12 V-100

- Luxómetro Lutron LX-105
- Dos lentes objetivo de Estereoscopio Wild M8
- Portamuestras donde se ubica la probeta
- Caja de hierro negra donde se ubican los elementos

Funcionamiento del Equipo

En la figura D2 se muestra la disposición de las partes del equipó medidor de brillo. La fuente de voltaje (1) alimenta al bombillo halógeno (2), cuya luz es recolectada por un lente objetivo (3) y es condensada en un solo punto incidente sobre la probeta (4), ésta refleja la luz a un segundo lente (5) haciéndose incidir luego hacia un fotosensor (6) conectado a un dispositivo (7) que reporta la medición de reflexión del haz de luz en unidades de luxes.

Figura D2. Esquema del montaje del equipo medidor de brillo



Operación del Equipo

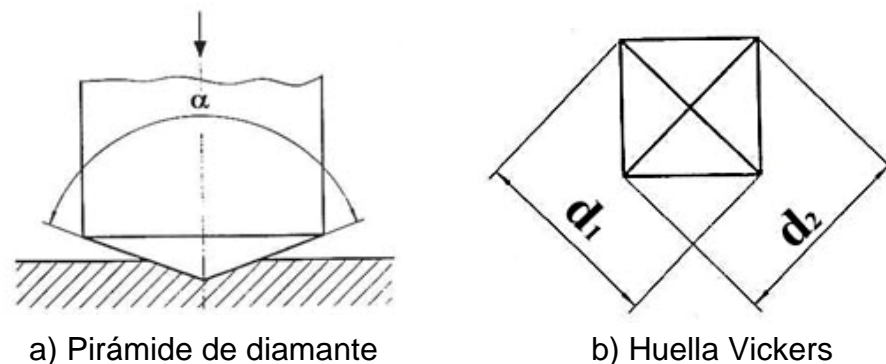
1. Establecer la posición del haz de luz incidente sobre el portamuestras como del haz de luz reflejada sobre el centro del fotosensor a 20° (ángulo de medición de brillo especular para superficies metálicas).

2. Calibrar el luxómetro. Cerrar la tapa del equipo, encender la fuente de luz, encender el luxómetro y fijar el valor cero.
3. Apagar la fuente de luz.
4. Colocar la probeta en el portamuestras y cerrar completamente la tapa del equipo.
5. Encender la fuente de luz.
6. Tomar el valor en luxes registrado en el luxómetro.

Anexo E. Ensayo de Microdureza Vickers (HV)^{30,31}

El ensayo de microdureza Vickers (método especificado en la norma ASTM 384-89 (UNE-EN ISO 6507-2), emplea un penetrador normalizado de diamante en forma de una pirámide recta con una base cuadrada y con un ángulo especificado entre dos caras opuestas al vértice que es forzado contra la superficie de una pieza de ensayo bajo una determinada carga (valores entre 25 y 1000 gramos-fuerza) y seguido por la medición de la longitud de las diagonales de la huella permanente dejada por el penetrador, una vez retirada la carga, definiéndose la dureza Vickers (HV) como el cociente de la carga, F (N), y el área superficial, A (mm^2), de la huella. En la figura E1 se presenta un diagrama del penetrador y de huella que este deja.

Figura E1. Diagrama del ensayo de microdureza Vickers



³⁰ <http://es.wikipedia.org/wiki/Dureza>

³¹ http://www.procobreperu.org/pub_tub_ntps.htm

El área se determina a partir de la medición por microscopia óptica de las diagonales de la huella ($A = d^2/2 \cdot \text{sen}(68)$), calculándose la dureza mediante la expresión:

$$HV = \frac{F}{A} = 0.1891 \frac{F}{d^2} \quad (\text{Ecuación E1})$$

La dureza Vickers HV ha de considerarse como una dureza plástica ya que se ha determinado a partir de la huella permanente o residual, es decir sobre la deformación plástica, obtenida en la superficie del material después de la penetración. La ecuación E1 supone que la huella permanente mantiene exactamente la misma geometría que la punta de penetrador Vickers que la ha creado. Esta hipótesis no supone un excesivo error cuando la carga aplicada es relativamente grande (por encima de 10 N) y cuando los materiales medidos sean poco elásticos. En otros casos, debido a fenómenos de fluencia plástica y elástica de los materiales, la huella residual sufre pequeñas deformaciones en comparación con la geometría del penetrador.

En el procedimiento se establece la condición de temperatura ambiente para llevar a cabo el ensayo, las fuerzas de ensayo que deben ser usadas, el proceso desde la colocación firme de la pieza a ensayar, la aplicación del penetrador hasta alcanzar el valor de la fuerza especificada y el tiempo de aplicación de la fuerza, las distancias de aplicación de las huellas con relación a los bordes de la pieza y las distancias entre centros de la huella y por último la medición de la longitud de las diagonales para el cálculo de la dureza.

Anexo F. Método metalográfico para la lectura de los espesores³²

La metalografía o microscopía estudia microscópicamente las características estructurales de un metal o de una aleación. Sin duda, el microscopio es la herramienta más importante del metalurgista tanto desde el punto de vista científico como técnico.

1. Preparación de la muestra para su observación al microscopio

Para el examen de un material al microscopio, la muestra ha de ser previamente preparada. Con el fin de poder observar su verdadera estructura la muestra debe reunir las siguientes condiciones:

- La muestra debe ser representativa
- La superficie debe estar libre de rayas y deformaciones
- No debe introducirse ningún elemento extraño en su estructura
- La muestra debe ser plana y altamente reflectante

Se realizó una preparación mecánica que incluye las siguientes etapas:

1.1 Embutición de la muestra

La embutición es esencial para proceder a una buena preparación. Una buena resina de embutición debe tener las siguientes propiedades:

- No tener contracción
- Dureza similar a la muestra

³² ORDÓÑEZ, S. Técnicas experimentales en Metalurgia American Society for Metals. En: Metals Handbook. Ohio, (1948); p. 1-13.

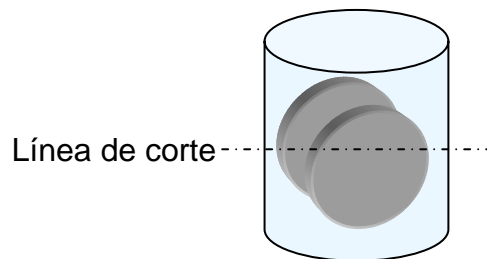
- Resistencia a los reactivos químicos ordinarios

Hay dos métodos de embutición, embutición en caliente y embutición en frío. Se realizó una embutición en frío mezclando una resina epóxica con un endurecedor en un molde plástico, luego se dejó endurecer por aproximadamente 25 minutos y se procedió a desmoldar.

1.2 Corte

El corte debe ser preciso, sin ninguna deformación térmica y presentar una superficie sin rugosidad. El corte se realizó con una cortadora manual, con un sistema de refrigeración con agua y eligiéndose para el corte un disco corte abrasivo de 1/16 in de espesor, cortando con gran rapidez y obteniendo unos cortes limpios y perfectos. El corte se realizó sobre el embutido como se indica en la figura F1 de tal forma que se obtuviera un buen un corte transversal de las probetas.

Figura F1. Esquema para el corte del embutido



1.3 Prepulido y pulido

El prepulido y pulido permiten obtener una muestra plana y altamente reflectante. Para el prepulido se utilizó lija como abrasivo pasando desde la lija número 150 hasta la lija 800 para obtener un buen desbaste. En el pulido se realizó sobre un

pañó de pulido metalográfico microclop utilizando una pasta de alúmina con un tamaño de grano de 0.1 μm y 0.05 μm .

1.4 Lectura de los espesores en el microscopio

La lectura de los espesores se realizó en un microscopio óptico de reflexión adaptado con un sistema de análisis de imagen Leica. Este microscopio trabaja con un programa que permite tomar medidas de los espesores de los electrorecubrimientos.

Anexo G. Fotografías de las diferentes secciones y equipos que conforman la empresa FANTAXÍAS LTDA.

Figura G1. Sección de galvanía



Figura G2. Baño electrolítico de níquel



Figura G3. Tambor de proceso



Figura G4. Desengrase con ultrasonido



Figura G5. Horno de la sección de microfundición



Figura G6. Sección de moldes



Figura G7. Máquina Harper de la sección de pulido



Figura G8. Máquinas vibratoras de la sección de pulido



ANEXO H. Análisis estadístico del diseño factorial de experimentos para los baños electrolíticos de cobre, níquel y latón.

A continuación se presenta el análisis estadístico de los tres diseños de experimentos realizados para cada proceso de electrodeposición.

1. Resultados del análisis estadístico para el espesor de las probetas de cobre

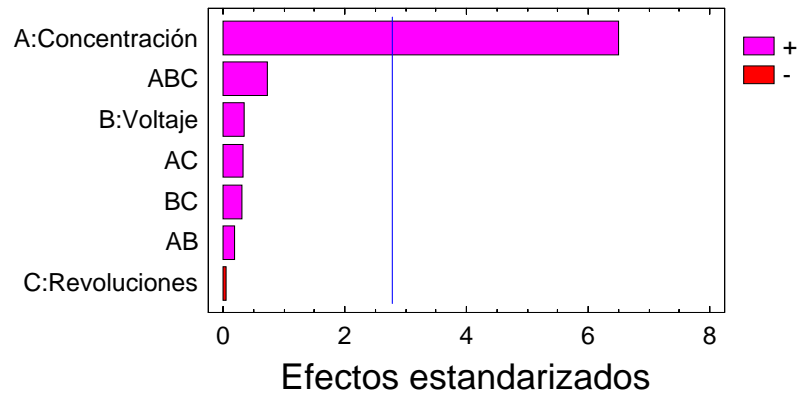
En la siguiente tabla se reportan los resultados obtenidos del diseño factorial de experimentos para el espesor de cobre.

Tabla H.1 Resultados de espesor del diseño factorial para probetas de cobre

Concentración	Voltaje	Revoluciones	Espesor
Baja	8	8	1.53
Alta	8	8	3.4
Baja	10	8	1.72
Alta	10	8	3,67
Baja	8	12	1.55
Alta	8	12	3.59
Baja	10	12	1.88
Alta	10	12	4.3
Alta	10	12	3.76
Alta	8	8	4.14
Baja	10	12	1.06
Media	9	10	3.12

En la figura H.1 se presenta el análisis estadístico de los datos presentados en la tabla H.1.

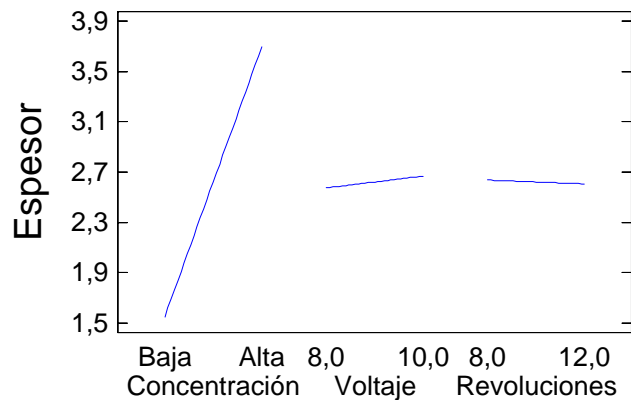
Figura H.1 Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de la probeta de cobre



La figura H.1 presenta el diagrama estandarizado de Pareto para los resultados de diferencia de espesores obtenidos del diseño factorial de experimentos para los electrorecubrimientos de cobre. En el diagrama de Pareto se observa que la concentración del electrolito es el efecto que tiene mayor significación en el espesor para este rango de experimentación.

En la figura H.2 se muestra la gráfica de efectos principales de las variables de experimentación.

Figura H.2 Efectos principales para el espesor de cobre



Se observa que el efecto predominante es la concentración para el rango de experimentación. A medida que la concentración es más alta el espesor de la probeta aumenta. Mientras que las demás variables en los niveles alto o bajo representan prácticamente el mismo espesor.

El programa estadístico genera una ecuación llamada de regresión, en la cual se relacionan las variables de experimentación mediante una ecuación.

La ecuación de regresión fue:

$$\text{Espesor} = 2,62971 + 1,08171 * \text{Concentración} \quad (\text{Ecuación H1})$$

En los baños alcalinos-cianurados de cobre la formación de iones cobre libre es muy limitada, debido a la fuerte polarización que presentan. Las sales metálicas de cobre forman complejos cianurados que reducen la concentración del metal. Si hay un suministro bajo de cianuro de cobre, y de sales metálicas en la solución la cantidad de cobre presente y disociada en el ánodo es muy baja, por lo que la solución se empobrece en cobre metálico produciendo durante el proceso de electrodeposición un espesor deficiente del recubrimiento.

Al trabajar con altas densidades de corriente y concentraciones diluidas de cobre se incrementa la resistencia del baño electrolítico (que se opone al movimiento de los iones), lo que ocasiona electrorecubrimientos con espesores muy pequeños porque la velocidad de reacción electroquímica es limitada.

La agitación en los baños electrolíticos de cobre impide que se depositen compuestos insolubles en la solución, sin embargo pueden llegar a perjudicar la apariencia del depósito causando asperezas en su superficie.

Las mejores condiciones de operación para este rango de experimentación que arrojan electrorecubrimientos de mayor espesor corresponden a la combinación de los tres factores en su nivel alto. Concentración del electrolito alta (CuCN 30 g/l y NaCN 12 g/l), voltaje 10 V y número de revoluciones del tambor 12 rpm.

2. Resultados del análisis estadístico para el espesor de las probetas de Níquel

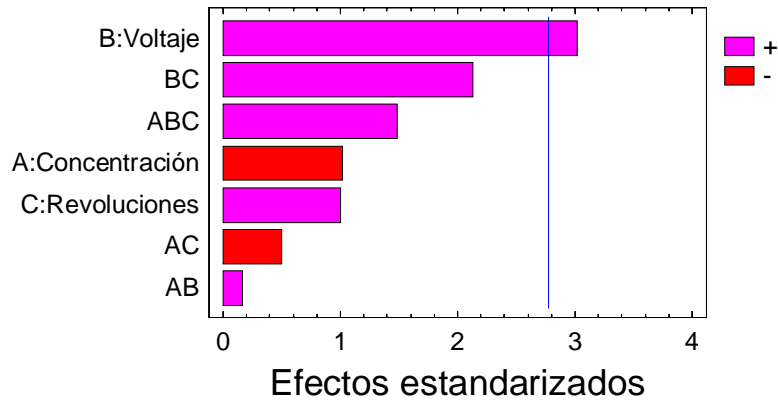
En la tabla H.2 se presentan los resultados obtenidos del diseño factorial de experimentos para el espesor de níquel.

Tabla H.2 Resultados de espesor del diseño factorial para probetas de níquel

Concentración	Voltaje	Revoluciones	Espesor
Baja	8	10	35.74
Alta	8	10	36.32
Baja	10	10	42.74
Alta	10	10	34.91
Baja	8	14	40.00
Alta	8	14	26.19
Baja	10	14	49.93
Alta	10	14	47.50
Alta	10	14	51.30
Baja	10	10	43.17
Baja	8	14	36.88
Media	9	12	47.38

La figura H.3 presenta el diagrama estandarizado de Pareto para los resultados de diferencia de espesores obtenidos del diseño factorial de experimentos para los electrorecubrimientos de Níquel.

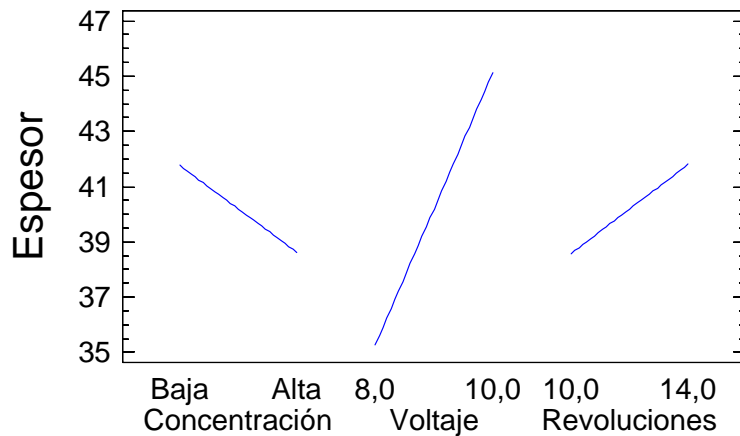
Figura H.3 Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de la probeta de níquel



En el diagrama de Pareto se observa que el voltaje aplicado al electrolito es el efecto que tiene significancia en el espesor conseguido para este rango de experimentación.

En la figura H.4 se muestra la gráfica de los efectos principales que influyen en el baño electrolítico de níquel, notándose solo la influencia del voltaje sobre el espesor en el rango de experimentación.

Figura H.4 Efectos principales para el espesor de níquel



La ecuación de regresión obtenida fue:

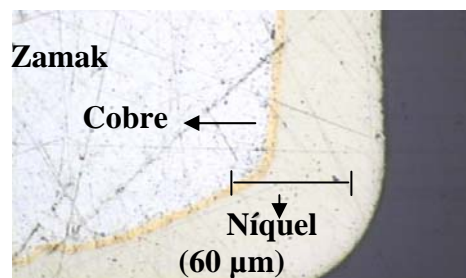
$$\text{Espesor} = -3,43954 + 4,89298 \cdot \text{Voltaje} \quad (\text{Ecuación H2})$$

Las mejores condiciones de operación del electrolito corresponden a la combinación de los factores así: la concentración, el voltaje y la rotación del tambor en el nivel alto. Concentración ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 300 g/l y $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 75 g/l), voltaje 10 V y número de revoluciones del tambor 14 rpm.

Cuando se controla el voltaje se está controlando directamente la densidad de corriente en el cátodo y la eficiencia como se dijo en la sección dos siete tres, luego el aumento de voltaje en la solución (y trabajando con altas temperaturas que permiten una mayor densidad de corriente) aumenta la conductividad, la solubilización del níquel en la solución y la eficiencia en el ánodo y el cátodo.

El hecho de trabajar con altas densidades de corriente en baños de níquel produce recubrimientos menos uniformes, presentándose sobreespesores considerables en los bordes de la probeta. En la figura H.5 se presenta una micrografía del recubrimiento de níquel donde se observa el sobreespesor obtenido en el borde de la probeta.

Figura H.5 Micrografía del sobreespesor en el electrorecubrimiento de níquel



Los espesores obtenidos en las piezas cuando el electrolito se opera con alto voltaje son muy grandes y adquiriendo las propiedades del níquel puro.

El efecto de la agitación consiste en un aumento de la concentración de níquel y de concentración de ión hidrógeno, lo que permite más altas densidades de corriente.³³

2.1 Calidad de brillo de los depósitos electrolíticos de níquel

El estudio de los baños de níquel brillante es muy limitado, por la cantidad de compuestos que son introducidos en el baño como abrillantadores además de los componentes convencionales del baño. Con una conveniente concentración y elección de las sustancias adicionales, los baños de niquelado brillante funcionan intachablemente aún con grandes variaciones de intensidad y temperatura.³⁴ Por lo que la variable más importante en la consecución de depósitos de níquel brillantes es la cantidad de aditivos introducidos en el baño electrolítico.

En la tabla H.3 se presentan los resultados de brillo de los electrorecubrimientos de níquel obtenidos en el rango de experimentación del diseño factorial de experimentos.

La calidad de brillo de las piezas niqueladas obtenidas es regular, debido a la falta de abrillantante como factor determinante para mejorar el brillo de los electrorecubrimientos.

³³ BLUM, W. and HOGABOOM G. Galvanotecnia y galvanoplastia. México: Mc Graw Hill, 1984. p. 445

³⁴ MACHU, Willi. Galvanotecnia Moderna. Madrid: Aguilar, 1959. p.267

Debido a los resultados obtenidos la variable brillo no se consideró como decisoria en la determinación de las mejores condiciones de operación del electrolito de níquel.

Tabla H.3 Datos de brillo para las probetas de níquel

PRUEBA			Medición (Luxes)	Calidad
Concentración	Voltaje	Revoluciones		
Alta*	10	14	418	Regular
Alta	10	10	373	Regular
Alta	8	14	347	Regular
Alta	8	10	383	Regular
Intermedia	9	12	408	Regular
Baja	10	14	388	Regular
Baja	10	10	387	Regular
Baja	8	10	378	Regular
Baja	8	14	406	Regular

2.2 Dureza Vickers de los depósitos electrolíticos de níquel

En la tabla H.4 se presentan las lecturas de dureza Vickers (microdureza) evaluadas en los recubrimientos de níquel.

Como se observa en la tabla H.4 la dureza Vickers de los electrorecubrimientos de níquel se encuentra en un rango de 607-673 Kg/mm². La medida de dureza de los depósitos de níquel no presentó diferencias significativas con el cambio de nivel de las variables del diseño factorial realizado.

Tabla H.4 Datos de microdureza para los espesores de níquel

PRUEBA			Microdureza Kg/mm ²
Concentración	Voltaje	Revoluciones	
Alta	10	14	673
Alta	10	10	610
Alta	8	14	638
Alta	8	10	624
Intermedia	9	12	653
Baja	10	14	615
Baja	10	10	607
Baja	8	10	634
Baja	8	14	624

Los resultados de microdureza para el recubrimiento de níquel se relacionan con los resultados obtenidos de brillo en las probetas de níquel. Algunos estudios revelan la tendencia general a conseguir depósitos más brillantes al aumentar la dureza.³⁵ Los aditivos que se agregan a los baños producen además de recubrimientos de gran lustre recubrimientos de grano fino, uniformes y lisos, aumentando la dureza.

3. Resultados del análisis estadístico para el espesor de las probetas de Latón

En la tabla H.6 se muestran los resultados obtenidos del diseño de experimentos para el electrolito de latón.

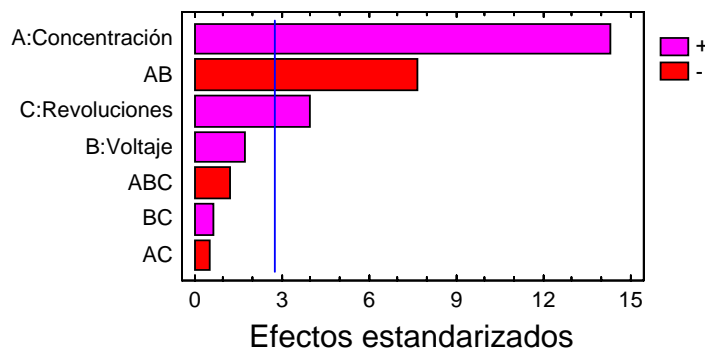
³⁵ BURNS, R.M. and BRADLEY, W. W. Recubrimientos protectores de los metales. 1ª. Ed. Madrid: Interciencias, 1964. p. 241

Tabla H.5 Resultados de espesor del diseño factorial para probetas de latón

Concentración	Voltaje	Revoluciones	Espesor
Baja	4	8	1.66
Alta	4	8	2.89
Baja	6	8	2.09
Alta	6	8	2.58
Baja	4	12	1.81
Alta	4	12	3.06
Baja	6	12	2.45
Alta	6	12	2.75
Alta	4	12	3.14
Alta	6	12	2.71
Baja	6	8	2.10
Media	5	10	2.64

La figura H.5 presenta el diagrama estandarizado de Pareto para los resultados de diferencia de espesores obtenidos del diseño factorial de experimentos para los electrorecubrimientos de Latón.

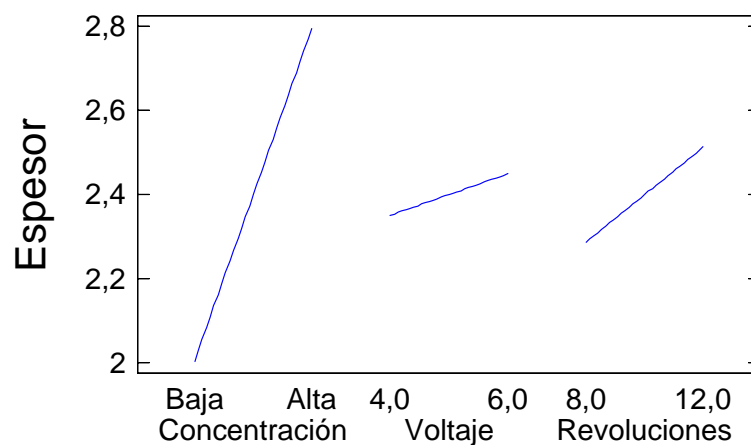
Figura H.6 Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de la probeta de latón



En el diagrama de Pareto se observa que la concentración, la interacción entre el voltaje aplicado al electrolito y la concentración, y las revoluciones del tambor durante el proceso, son las variables que tienen mayor significancia en el espesor para este rango de experimentación.

En la figura H.6 se muestra el gráfico de efectos principales sobre el espesor de las piezas de latón en el rango de experimentación.

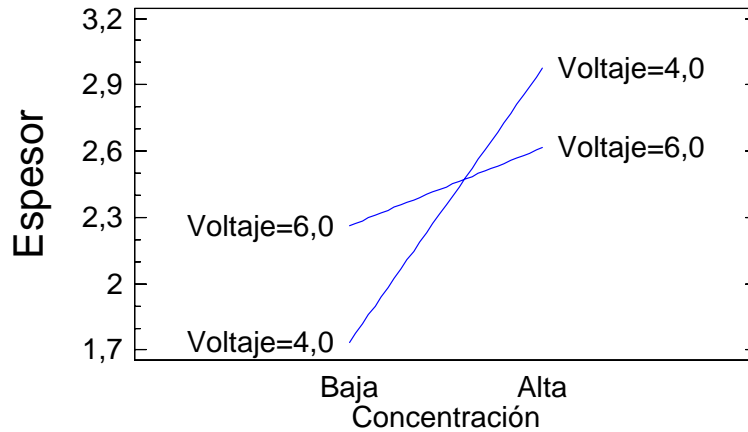
Figura H.7 Efectos principales para el espesor de latón



Se observa que la concentración es el efecto que tiene mayor influencia sobre el espesor en el rango de experimentación. Con una alta concentración del electrolito se obtienen mayores espesores. La revolución aplicada al tambor durante el proceso de electrodeposición también tiene significancia sobre el espesor de las piezas, obteniéndose mayor espesor con un número alto de revoluciones en el rango de experimentación indicado.

En la siguiente gráfica se observa el efecto de la interacción de los factores concentración-voltaje sobre el espesor en el rango de experimentación considerado.

Figura H.8 Efectos de las interacciones para el espesor de latón



En la gráfica H.7 se observa que con una combinación de concentración alta y voltaje bajo en el rango de experimentación, se obtuvo un mayor espesor.

La ecuación de regresión fue:

$$\text{Espesor} = 1,83851 + 1,45416 * \text{Concentración} + 0,0558663 * \text{Revoluciones} - 0,211795 * \text{Concentración} * \text{Voltaje} \quad (\text{Ecuación H3})$$

Las mejores condiciones de operación del electrolito fueron la concentración alta (CuCN 30 g/l, NaCN 16 g/l y Zn(CN)2 13 g/l) , voltaje 4 V y número de revoluciones del tambor 12 rpm.

La composición del baño de latón es el factor más importante en el control de las propiedades del depósito de latón. Un aumento de la concentración en los constituyentes del baño hace relativamente más fácil depositar más o menos metal en la aleación y por lo tanto aumentar la proporción en el depósito, consiguiéndose espesores mayores en la pieza a electrodepositar.

No se precisa sobre el efecto de la densidad de corriente sobre la composición del depósito de latón, algunos investigadores reportan que un incremento en la densidad de corriente aumenta el contenido de cobre en la electrodeposición, otros un decremento.³⁶ La variación en los resultados indica que la composición del baño y otras variables de operación influyen sobre el comportamiento de la composición del electrodeposición de latón con la densidad de corriente.

La masa depositada en el cátodo disminuye con un decremento en la densidad de corriente aplicada y de la cantidad de cianuro de sodio libre en la solución, disminuyendo la solubilidad de los ánodos aún cuando el contenido de cobre varía sobre el depósito. Esto explica la conveniencia del efecto combinado del voltaje de operación en su nivel más bajo y una mayor concentración de los componentes del baño de latón sobre los electrorecubrimientos de latón. Cuando el voltaje del baño electrolítico se incrementa, la resistencia del electrolito de latón es mayor dificultando el movimiento de los iones hacia el cátodo, depositándose menor masa de aleación y por consiguiente depósitos pequeños. La caída de tensión producida por la resistencia del baño libera calor, que constituye una pérdida, la cual se evidenció por el aumento de la temperatura que se produce en el baño electrolítico.

El efecto de la agitación sobre la composición del depósito se debe a cambios en la concentración del electrolito en las proximidades del cátodo. Durante la deposición de latón la película catódica se agota en iones metálicos y la relación de los metales sobre la superficie de las piezas catódicas es diferente de la composición en el baño, un aumento de la rotación del tambor disminuye la película catódica facilitando el flujo de iones metálicos hacia las piezas, lo que incrementa la velocidad de deposición del metal aumentando el espesor del electrorecubrimiento.

³⁶ BRENNER, Abner. Electrodeposition of Alloys. Principles and practice. Vol.1. . New York: Academic Press, 1963. p. 451