

**CARACTERIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES DEL
RECUBRIMIENTO ELECTROLÍTICO MEDIANTE LA
IMPLEMENTACIÓN DE LA TÉCNICA DE ONDAS
PULSANTES EN LA EMPRESA FANTAXÍAS LTDA**

**ADRIÁN ENRIQUE OROZCO ROZO
EFRAÍN ADOLFO OVALLE OROZCO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA
2006**

**CARACTERIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES DEL
RECUBRIMIENTO ELECTROLÍTICO MEDIANTE LA
IMPLEMENTACIÓN DE LA TÉCNICA DE ONDAS
PULSANTES EN LA EMPRESA FANTAXÍAS LTDA**

**ADRIÁN ENRIQUE OROZCO ROZO
EFRAÍN ADOLFO OVALLE OROZCO**

**Proyecto de grado para optar al título de
Ingeniero Químico**

**Director:
DIONISIO LAVERDE CATAÑO
Ingeniero Metalúrgico Ph.D.**

**Co-Director:
Jhon Wilver Guerrero Quintero
Ingeniero Metalúrgico**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA
2006**

DEDICATORIA

*A Dios le agradezco
lo inagotable
de sus bendiciones
que bien son reflejadas
en mi amada Silvia Juliana*

*Y el permitirme ver
un maravilloso milagro
llamado José David*

*A mi Padre José Efraín
le he de agradecer
toda mi vida:*

*Su obstinada insistencia
por darme lo mejor
y por ver mi vida
transformada
en triunfos sucesivos,
siempre estuvo dispuesto
a dar comienzo a lo inesperado,
mejor que cualquier aurora.*

*Así que papá
no hagas preguntar
quién se ha de graduar...*

*Eres tu quién lo hace
eres tu quién lo merece*

EFRAÍN ADOLFO OVALLE OROZCO

DEDICATORIA

*A Dios, quien ha sido mi fortaleza durante toda la vida,
pongo en sus manos este triunfo.
Que su luz me siga guiando
para poder servir de la mejor manera
a toda la sociedad.*

*A mis padres, quienes cumplen su sueño
de ver a su hijo profesional.
He llegado a este momento
gracias a sus sacrificios y a su devoción.
Este triunfo es de ustedes.*

*A mis hermanos,
por su apoyo incondicional.*

*A mis sobrinos, quienes han sido mi motivación,
he querido darles este ejemplo,
mostrándoles que con esfuerzo,
podemos conseguir lo que anhelamos.*

*A mis profesores y compañeros
con quienes además de conocimientos técnicos,
he adquirido valores que me ayudarán
a afrontar los retos de la vida.*

ADRIÁN ENRIQUE OROZCO ROZO

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan agradecimientos sinceros a:

Al Ph.D. Dionisio Antonio Laverde Cataño, por sus valiosas recomendaciones y confianza.

Al ingeniero Jhon Guerrero, por su acertada orientación y aporte de ideas al desarrollo de este proyecto.

Al grupo de investigaciones en minerales, biohidrometalurgia y ambiente.

Al ingeniero Wilson Vesga y al técnico Fermín Gómez, trabajadores del laboratorio de materiales de la escuela de ingeniería metalúrgica y ciencia de los materiales.

A los profesores Bibian Alonso Hoyos Madrigal, Carlos Sánchez y al ingeniero Joaquín Montaña de la Universidad Nacional de Medellín.

A las directivas de la empresa de FANTAXIAS LTDA, especialmente al ingeniero Eduardo Niño.

Al líder de la sección de galvanización, señor Pedro Blanco y a todo el grupo de trabajadores de la empresa FANTAXIAS LTDA.

A todas aquellas personas que colaboraron en la realización de este proyecto.

CONTENIDO

	Pág.
1. INTRODUCCIÓN	16
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	18
2.1. Descripción de los componentes usados en el proceso de experimentación	19
2.1.1. Pulido manual y mecánico	20
2.1.2. Desengrase con ultrasonido	21
2.1.3. Desengrase electrolítico	21
2.1.4. Decapado y neutralizado	21
2.1.5. Baño de cobre	21
2.1.6. Baño de latón	22
2.1.7. Baño de Níquel	22
2.1.8. Enjuagues	23
2.1.9. Secado	23
2.2. Implementación del proceso a escala de laboratorio	23
2.2.1. Probetas de trabajo	24
2.2.2. Rectificador de ondas pulsantes	24
2.3. Definición de las variables relacionadas en la aplicación de las ondas pulsantes	25
2.4. Pruebas preliminares para la selección las variables de experimentación	27
2.5. Metodología para el seguimiento y control de parámetros del proceso	27
2.6. Caracterización de los baños electrolíticos	27
2.7. Medición de las propiedades de los electros recubrimientos obtenidos	28
2.7.1. Determinación del espesor de los electrocubrimientos	28

2.7.2. Determinación de la adherencia	28
2.7.3. Determinación de microdureza	28
2.7.4. Determinación del brillo de los electro cubrimientos de níquel	29
2.8. Selección de las variables y sus rangos para el proceso de experimentación	29
2.9. Diseño factorial de experimentos	30
2.10. Análisis del diseño de experimentos	32
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS	33
3.1. Determinación de los parámetros fijos para el proceso experimental de electrodeposición	33
3.2. Análisis del aporte metálico de los ánodos de cobre, latón y níquel y masa depositada	34
3.3. Análisis de la masa depositada de cobre, latón y níquel	37
3.4. Análisis experimental de las variables de operación con respecto al espesor	41
3.4.1. Análisis de los espesores obtenidos mediante la aplicación de las ondas pulsantes	48
3.4.2. Caracterización de la adherencia en los electro recubrimientos	49
3.4.3. Caracterización del brillo de los recubrimientos de Níquel	50
3.4.4. Medida de la microdureza de los electro recubrimientos	51
4. CONCLUSIONES	53
5. RECOMENDACIONES	55
BIBLIOGRAFÍA	56
ANEXOS	58

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Características químicas del baño de cobre alcalino	21
Tabla 2. Condiciones de trabajo del baño de cobre alcalino	22
Tabla 3. Características químicas del baño de latón	22
Tabla 4. Condiciones de trabajo del baño de latón	22
Tabla 5. Características químicas del baño de Níquel	23
Tabla 6. Condiciones de trabajo del baño de Níquel	23
Tabla 7. Variables y rangos de experimentación de los cubrimientos electrolíticos	30
Tabla 8. Descripción del rango de Ton de los electro recubrimientos	30
Tabla 9. Diseño de experimentos	31
Tabla 10. Diseño de experimentos para la determinación de brillo	32
Tabla 11. Condiciones de operación a escala de laboratorio	33
Tabla 12. Promedio de peso desgastado por tiempo de prueba de los ánodos de cobre, níquel y latón	37
Tabla 13. Promedio de los espesores obtenidos de los recubrimientos electrolíticos	48
Tabla 14. Resultados para las pruebas de adherencia en los tres electro recubrimientos	50
Tabla 15. Escala cualitativa-cuantitativa de brillo para los recubrimientos de níquel	50
Tabla 16. Resultados del brillo obtenido en los electro recubrimientos de níquel en el rango de la mejor condición de experimentación.	51

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Metodología Experimental utilizada	19
Figura 2. Diagrama del proceso para la obtención de los recubrimientos electrolíticos	20
Figura 3. Esquema de la probeta	24
Figura 4. Rectificador de ondas pulsantes	25
Figura 5. Variables de trabajo que representa el rectificador de ondas pulsantes	26
Figura 6. Comportamiento del desgaste de los ánodos de cobre a lo largo de las pruebas con ondas pulsantes	35
Figura 7. Comportamiento del desgaste de los ánodos de latón a lo largo de las pruebas con ondas pulsantes	35
Figura 8. Comportamiento del desgaste de los ánodos de níquel a lo largo de las pruebas con ondas pulsantes	36
Figura 9. Variación de la concentración de los componentes del baño de cobre	37
Figura 10. Masa depositada sobre sustratos y masa aportada por los ánodos por prueba, aplicado ondas pulsantes en el baño de cobre	38
Figura 11. Variación de la concentración de los componentes del baño de latón	39
Figura 12. Masa depositada sobre sustratos y masa aportada por los ánodos por prueba, aplicado ondas pulsantes en el baño de latón	40
Figura 13. Variación de la concentración de los componentes del baño de níquel	40
Figura 14. Masa depositada sobre sustratos y masa aportada por los ánodos por prueba aplicado ondas pulsantes en el baño de níquel	41
Figura 15. Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de cobre	42
Figura 16. Efectos principales para el espesor de cobre	42

Figura 17. Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de latón	43
Figura 18. Efectos principales para el espesor de latón	44
Figura 19. Efectos de las interacciones entre Von y Ton para el espesor de latón	45
Figura 20. Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de níquel	46
Figura 21. Efectos principales para el espesor de níquel	47
Figura 22. Micrografía del recubrimiento de níquel sobre cobre a 200 aumentos	48
Figura 23. Micrografía del recubrimiento de níquel sobre cobre en el borde a 100 aumentos	49

LISTA DE ANEXOS

Anexo A. Descripción de la empresa FANTAXÍAS LTDA y fotografías de las diferentes secciones y equipos que la conforman

Anexo B. Montaje del proceso a escala de laboratorio realizado en el proyecto de tesis: caracterización y mejoramiento del proceso de electrodeposición de metales usado actualmente en la empresa FANTAXÍAS LTDA

Anexo C. Análisis volumétrico de los baños electrolíticos

Anexo D. Funcionamiento del equipo de brillo

Anexo E. Ensayo de microdureza vickers (hv)

Anexo F. Método metalográfico para la lectura de los espesores

Anexo G. Metodología de encendido y apagado para el buen funcionamiento del rectificador de ondas pulsantes.

Anexo H. Metodología para el seguimiento y control de parámetros del proceso

Anexo I. Caracterización de los ánodos de cobre, latón y níquel.

Anexo J. Descripción del equipo de adherencia y procedimiento de análisis

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

RESUMEN

TITULO*: CARACTERIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES DEL RECUBRIMIENTO ELECTROLÍTICO MEDIANTE LA IMPLEMENTACIÓN DE LA TÉCNICA DE ONDAS PULSANTES EN LA EMPRESA FANTAXÍAS LTDA

Autores: ADRIÁN ENRIQUE OROZCO ROZO
EFRAÍN ADOLFO OVALLE OROZCO**

Palabras Claves: Baño electrolítico, Recubrimiento electrolítico, Ondas pulsantes, Cobre, Níquel, Latón, Espesor, Brillo, Microdureza; Adherencia.

Descripción:

FANTAXÍAS LTDA, empresa productora de herrajes y hebillas, ha decidido enfrentar la problemática de una de sus etapas de producción; la etapa del cubrimiento metálico.

Desde su inicio, la empresa ha empleado la técnica de corriente directa para dicha etapa. A su salida, un número considerable de piezas presentan problemas como alta porosidad y brillo deficiente, entre otros. Como solución a este problema, se ha propuesto estudiar la técnica de ondas pulsantes con el fin de evaluar la viabilidad de su implementación por parte de la empresa.

El desarrollo de este proyecto comienza con un reconocimiento de los procesos que se llevan a cabo en la empresa, seguido de la realización de pruebas preliminares para definir las variables de mayor influencia en el proceso mediante la adecuación de un montaje del proceso a escala de laboratorio. Con los resultados obtenidos, se procede a desarrollar el diseño de experimentos, que una vez realizado; permite obtener las condiciones más apropiadas para el proceso de electro recubrimiento y la posterior evaluación de sus diferentes propiedades.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ingenierías FísicoQuímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Dionisio Antonio Laverde Cataño. Co- director: John Wilver Guerrero Quintero

SUMMARY

TITLE : CHARACTERIZATION OF ELECTROLYTIC PLATING PROPERTIES BY THE IMPLEMENTATION OF A PULSE WAVES TECHNIQUE IN FANTAXIAS LTDA.**

Authors: ADRIÁN ENRIQUE OROZCO ROZO
EFRAÍN ADOLFO OVALLE OROZCO**

Keywords: **Electrolytic bath, Electrolytic plating, pulse wave, Cooper, Nickel, Brass. Thickness, Shine, Microhardness, Adherence.**

FANTAXIAS LTDA, manufacturer of ironworks and buckles, has decided to mitigate problems in one of their production stages, namely the stage of metallic plating.

The company has always utilized the direct current technique for this stage. The problem was that at the outcome of the process, a large number of pieces present problems such as high porosity and faulty shine among others. As a solution to this inconvenient, a study of the pulse wave technique is proposed with the objective of assessing the viability of its implementation in FANTAXIAS plant.

The development of this project begins with an understanding of the production process in the plant, followed by preliminary tests oriented to define variables with the highest influence. This is achieved by means of a small-scale prototype implemented in laboratory. With the results obtained, the next step is to develop the design of experiments which once conceived allows obtaining the most appropriate conditions for the electroplating process and the evaluation of different properties.

* Degree Project

** Physical-Chemical Engineering Faculty. Chemical Engineering School. Director: Dionisio Antonio Laverde Cataño. Co-director: Jhon Wilver Guerrero Quintero

INTRODUCCIÓN

La búsqueda de soluciones a los problemas que diariamente enfrentan las diferentes industrias a nivel mundial, ha impulsado el desarrollo e implementación de nuevas técnicas que permitan aumentar la eficiencia de los procesos industriales y así obtener productos de mejor calidad y con costos de producción acorde a las exigencias del mercado.

La empresa FANTAXÍAS LTDA produce y comercializa, para el mercado nacional y los países de la región, herrajes y hebillas con recubrimientos metálicos obtenidos por medio de electrodeposición sobre otros metales o aleaciones tales como el zamak; aleación que está constituida en su mayor proporción por los metales de zinc y aluminio (93% y 3,6% respectivamente). También contiene cobre y magnesio, lo que le da excelentes propiedades para obtener piezas por inyección. Durante el tiempo que lleva en funcionamiento, la empresa se ha visto afectada en su producción debido a que un número no despreciable de piezas presentan no conformidad al salir de la etapa del recubrimiento metálico. Parte de las piezas muestran deficiencias en el acabado superficial, como por ejemplo, alta porosidad y poco brillo, además de heterogeneidad en el depósito. Esto repercute en sobrecostos debido al reprocesamiento que se le debe hacer a dichas piezas y en desventajas respecto a la competencia.

Para la etapa de recubrimiento metálico, FANTAXÍAS LTDA ha utilizado hasta la fecha la técnica de corriente directa. Debido a los problemas mencionados anteriormente, se planteó la idea de implementar la técnica de ondas pulsantes en dicha etapa, con el fin de mejorar las características del acabado superficial ya comentadas.

Este proyecto de grado pretende hacer llegar a un término de decisión por parte de las directivas de la empresa, entre las dos técnicas, luego de hacer una caracterización a las propiedades del recubrimiento por medio de ondas pulsantes. Estos resultados se presentan a las directivas de la empresa quienes tendrán el criterio de comparar con respecto a los resultados obtenidos mediante el uso de corriente directa realizado en un anterior proyecto de investigación.

El objetivo general de este trabajo fue estudiar las características de los cubrimientos electrolíticos en los herrajes que comercializa la empresa FANTAXIAS LTDA mediante la técnica de ondas pulsantes y evaluar el posible mejoramiento en la calidad de los recubrimientos con respecto a la técnica tradicional de corriente directa. Asimismo los objetivos específicos fueron:

Realizar un estudio teórico-práctico a escala de laboratorio, mediante la técnica de ondas pulsantes, para la etapa de recubrimiento galvánico de herrajes utilizado actualmente en la empresa FANTAXIAS LTDA.

Establecer las condiciones más adecuadas de operación mediante la identificación de las variables para la obtención de los diferentes tipos de recubrimientos (cobrizado, niquelado, latonado) producidos en la empresa.

Caracterización de los recubrimientos obtenidos en algunas de sus propiedades tales como espesor, brillo, densidad y adherencia.

Con el trabajo realizado y el cumplimiento de los objetivos antes nombrados se mostró las ventajas que la técnica de ondas pulsantes tiene con respecto al uso de la corriente directa y los beneficios que tendría su implementación.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

El proyecto se desarrolló mediante una serie de fases planteadas inicialmente en el plan de proyectos, las cuales consistieron en:

Fase I:

- Revisión bibliográfica.
- Localización de industrias nacionales e internacionales las cuales han aplicado dicha técnica.

Fase II:

- Reconocimiento de los procesos que se llevan a cabo en la empresa Fantaxías LTDA.
- Adecuación del montaje a escala de laboratorio ya existente e instalación del rectificador potencioestático cronoamperométrico para las pruebas de voltaje modulado

Fase III:

- Realización de pruebas preliminares que definen variables y niveles de alta influencia en la implementación de dicha técnica
- Elaboración de la matriz experimental a partir de las pruebas preliminares

Fase IV:

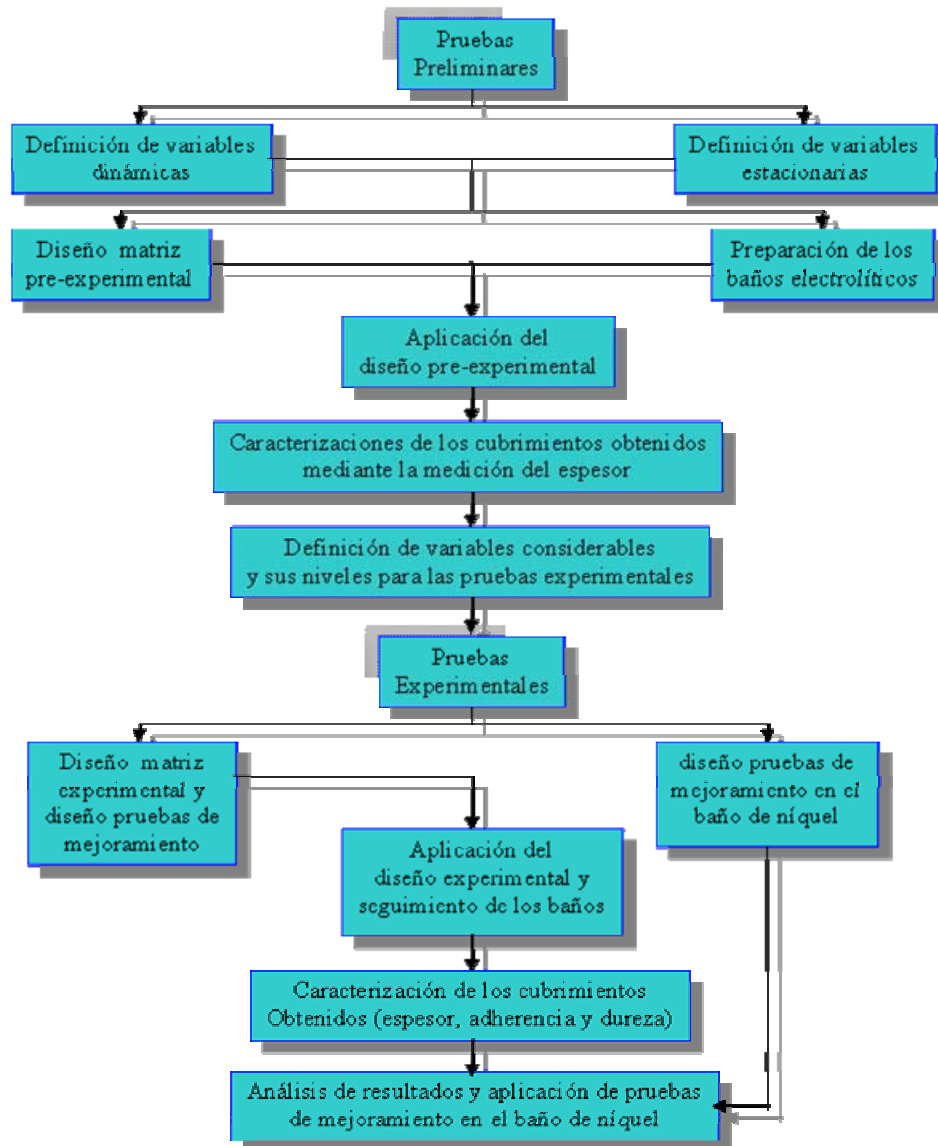
- Aplicación de la matriz experimental
- Estudio de los resultados

Fase V:

- Estudio de la incidencia en la variación de la concentración de aditivos en el baño de níquel con respecto al brillo de sus piezas electrocubiertas

- Elaboración del informe final.

Figura 1. Metodología Experimental utilizada.

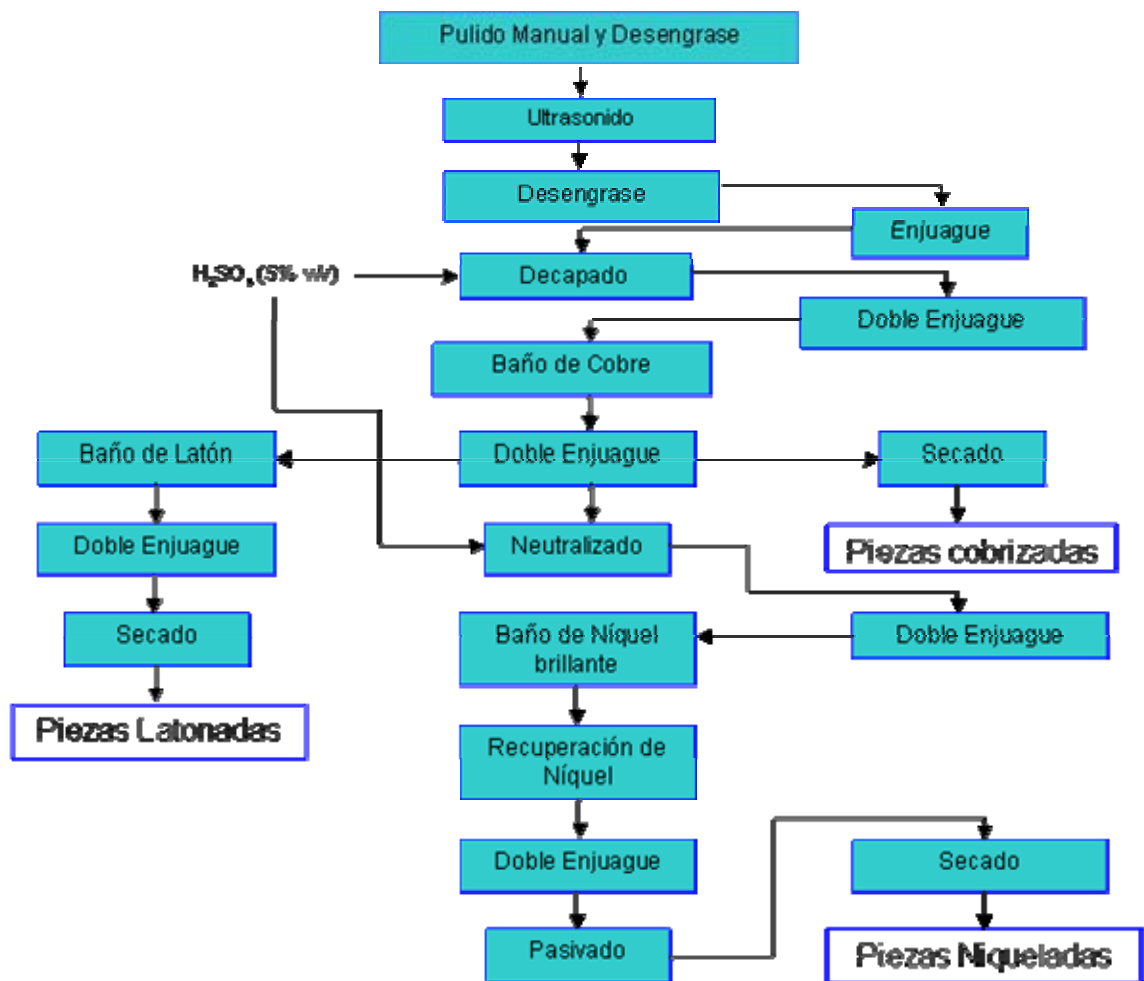


2.1. Descripción de los componentes usados en el proceso de experimentación². En la figura 2 se presenta un diagrama de bloques que

² Manual de procedimientos de la sección de galvanizado, Sistema de gestión de calidad de la empresa FANTAXÍAS LTDA.

describe el proceso de electrodeposición de los recubrimientos electrolíticos de cobre, níquel y latón.

Figura 2. Diagrama del proceso para la obtención de los recubrimientos electrolíticos.



2.1.1. Pulido manual y mecánico: El pulido de las piezas se realiza de dos formas: manual y mecánica. La primera con lijas esmeril y limas, y la segunda con vibradoras o Harper, para lograr un buen acabado de las piezas. (Ver anexo A, figuras A7 y A8).

2.1.2. Desengrase con ultrasonido: El desengrase con ultrasonido se realiza en un equipo ultrasónico (Ver anexo A, figura A4). Las piezas de zamak cuentan con un producto exclusivo para limpieza por ultrasonido llamado NOVACLEAN-ZA. Se prepara en solución acuosa a una concentración de 30 – 50 g/l y se debe trabajar a una temperatura de 50 – 60 °C, por un tiempo de 2 minutos.

2.1.3. Desengrase electrolítico: El desengrase electrolítico utiliza un producto exclusivo para limpieza de piezas de zamak llamado Z-Zamak 120. 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.

2.1.4. Decapado y neutralizado: En el decapado y neutralizado se utilizan soluciones con ácido sulfúrico (H₂SO₄) al 5 %. Las condiciones de trabajo del tratamiento con H₂SO₄ deben tener un pH igual a uno a temperatura ambiente y decapar por 20 segundos.

2.1.5. Baño de cobre: El baño de cobre tiene un carácter alcalino-cianurado. En las tablas 1 y 2 se presentan las características químicas y las condiciones de operación del baño electrolítico

Tabla 1. Características químicas del baño de cobre alcalino.

Características	
pH	11
Densidad (°B)	10
CuCN (g/l)	42
NaCN (g/l)	56
Sal de Rochelle (g/L)	45
Carbonatos (g/l)	25

Tabla 2. Condiciones de trabajo del baño de cobre alcalino.

Condiciones de trabajo	
T (°C)	35
Voltaje (V)	10
Tiempo (min)	45
Ánodos	Cu electrolítico

2.1.6. Baño de latón: El baño de latón posee un carácter alcalino-cianurado de cobre y zinc. En las tablas 3 y 4 se presentan las características químicas y las condiciones de trabajo del baño electrolítico.

Tabla 3. Características químicas del baño de latón.

Características	
pH	11
Densidad (°B)	09\10
CuCN (g/l)	30
NaCN (g/l)	50
Zn(CN) ₂ (g/l)	13
Sln. activadora (cm ³ /l)	45

Tabla 4. Condiciones de trabajo del baño de latón.

Condiciones de trabajo	
T (°C)	25
Voltaje (V)	6
Tiempo (min)	90
Ánodos (Cu/Zn)	70/30

2.1.7. Baño de Níquel: El baño sulfatado de níquel para la electrodeposición de níquel brillante presenta las características químicas en la tabla 5 y las condiciones de trabajo en la tabla 6 (Ver anexo A, figura A2)

Tabla 5. Características químicas del baño de Níquel.

Características	
Ph	4.2
Densidad (°B)	25
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

Tabla 6. Condiciones de trabajo del baño de Níquel.

Condiciones de trabajo	
Voltaje (V)	10
Tiempo (min)	75
Ánodos	Ni electrolítico

2.1.8. Enjuagues: 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.

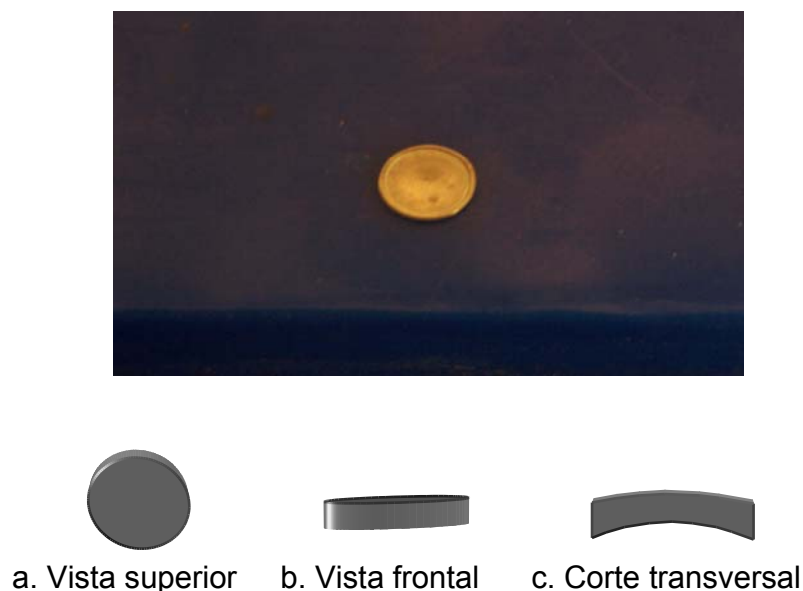
2.1.9. Secado: Las piezas terminadas se secan para eliminar el agua residual proveniente de los enjuagues y evitar que el producto salga con manchas. Las piezas se secan por aproximadamente 3 minutos en un secador rotatorio centrifugo.

2.2. Implementación del proceso a escala de laboratorio: El montaje utilizado para las pruebas con voltaje modulado fue el desarrollado en la ejecución del proyecto de grado: Caracterización y mejoramiento del proceso de

electrodeposición de metales usados actualmente en la empresa Fantaxías LTDA³

2.2.1. Probetas de trabajo: Se diseñaron piezas adecuadas para realizar los análisis de las propiedades de los electro recubrimientos, 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 presenta un esquema de las probetas que se utilizaron para los experimentos.

Figura 3. Esquema de la probeta.



2.2.2. Rectificador de ondas pulsantes: Se adquirió un rectificador de ondas pulsantes con las especificaciones necesarias para el proceso, que permite trabajar con voltaje en pulsos y con voltaje en pulsos invertido. Este equipo fue diseñado para rectificación con 25 A de salida para ciclo continuo tanto en la

³ JOYA, Y y RAMIREZ S. Caracterización y mejoramiento del proceso de electrodeposición de metales usados actualmente en la empresa Fantaxías LTDA. Trabajo de grado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Bucaramanga, 2005

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.

El equipo presenta dos sistemas de control: manual y automático. El sistema de control manual permite operar el sistema en corriente directa DC manipulando el voltaje de proceso. En el sistema de control automático permite operar el sistema en voltaje modulado mediante la facilidad en la manipulación del voltaje de Alta (Von), Voltaje de Baja (Voff), Tiempo de alta (Ton) y Tiempo de baja (Toff). En la figura 4 se muestra el equipo.

En el Anexo G se describe los pasos a seguir para el manejo del rectificador de ondas pulsantes.

Figura 4. Rectificador de ondas pulsantes.

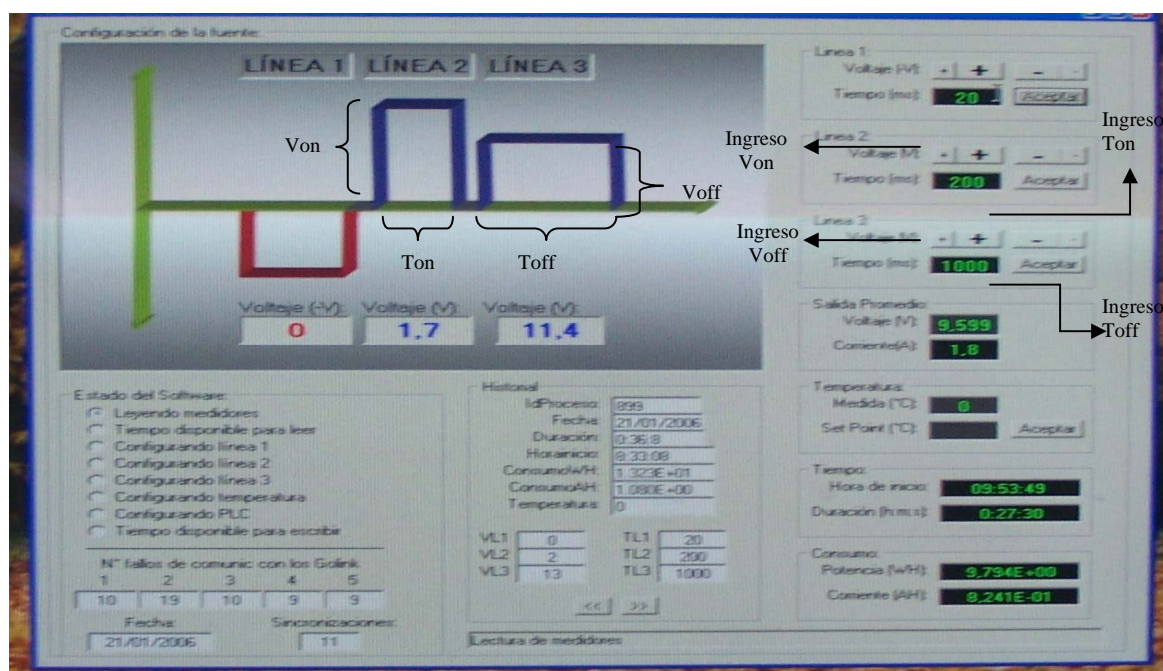


2.3. Definición de las variables relacionadas en la aplicación de las ondas pulsantes: La respuesta modulada del voltaje que ofrece el rectificador es de onda cuadrada. Las variables que la representa y el ingreso de sus valores se muestran en la figura 5.

A partir la figura 5 se define:

1. Voltaje de alta (Von). Representa la amplitud máxima del voltaje modulado que ingresa de 1V a 20 V.
2. Voltaje de baja (Voff). Representa el valor mínimo de voltaje modulado que puede estar entre 1V a 10 V.
3. Tiempo de alta (Ton). Representa el tiempo que se mantiene el voltaje de alta, puede ingresarse entre 20 ms (0.02 s) y 9999 ms (9.999 s)
4. Tiempo de baja (Toff). Representa el tiempo que se mantiene el voltaje de baja, este puede estar entre 20 ms (0.02 s) y 9999 ms (9.999 s).

Figura 5. Variables de trabajo que representa el rectificador de ondas pulsantes.



Adicional a estas variables se definen los siguientes parámetros:

1. **Periodo (T)**. Es el tiempo que toma un ciclo de onda cuadrada y se define a partir de la siguiente ecuación.

$$T = Ton + Toff$$

2. **Voltaje promedio (Vav).** Es la relación de los voltajes de alta y baja con respecto al periodo y se define a partir de la siguiente ecuación.

$$V_{av} = \frac{(V_{on} * T_{on}) + (V_{off} * T_{off})}{T}$$

3. **Ciclo de carga (θ).** Representa la relación entre el tiempo que toma el voltaje de alta y el periodo de la onda modulada y es representada mediante la siguiente ecuación.

$$\theta = \frac{T_{on}}{T_{on} + T_{off}} = \frac{T_{on}}{T}$$

2.4. Pruebas preliminares para la selección las variables de experimentación:

Con el fin de determinar las variables que tienen mayor influencia sobre el espesor obtenido mediante la aplicación de las ondas pulsantes, se realizaron pruebas preliminares para los cubrimientos de cobre, níquel y latón. Realizadas las pruebas se midieron los espesores de los recubrimientos obtenidos, empleando el método metalográfico convencional y se establecieron las variables y sus respectivos niveles de trabajo apropiados para ser aplicados en las pruebas de diseño.

2.5. Metodología para el seguimiento y control de parámetros del proceso:

Para garantizar la aplicación idónea de las pruebas preliminares y experimentales, se estableció la metodología de trabajo para la operación de los baños electrolíticos. En el anexo H se describen cada uno de los pasos que se deben tener en cuenta

2.6. Caracterización de los baños electrolíticos: La caracterización de los baños electrolíticos se realizó mediante seguimiento del consumo de reactivos y aporte metálico de los baños, además del seguimiento del metal depositado sobre las cargas.

Se realizó el seguimiento del consumo de reactivos mediante análisis cuantitativos volumétricos (ver anexo C) y de espectroscopia de absorción atómica utilizando un equipo Perkin Elmer 2380. El seguimiento del aporte metálico de los ánodos al baño se realizó mediante mediciones gravimétricas empleando una balanza de precisión ($\pm 0.0001\text{g}$, marca Answorth) para determinar la pérdida de peso de los ánodos. Asimismo se cuantificó el peso de metal depositado pesando la carga (piezas a electrodeponer) antes y después de la electrodeposición.

2.7. Medición de las propiedades de los electrocubrimientos obtenidos: Al ser obtenidos los electro recubrimientos se realizaron mediciones de algunas propiedades importantes tales como el espesor y adherencia, adicionalmente se realizaron mediciones de brillo y microdureza en los depósitos de níquel brillante.

2.7.1. Determinación del espesor de los electrocubrimientos: La determinación del espesor se llevó 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; previa lectura de los espesores se había realizado la preparación de las probetas mediante el uso de 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)

2.7.2. Determinación de la adherencia: La determinación de la adherencia se llevó a cabo según la norma ASTM 4541-02. Luego de calibrar el equipo para el intervalo de trabajo, se fijó el dispositivo indicador de fuerza en el nivel cero y se evaluaron los recubrimientos (ver Anexo J)

2.7.3. Determinación de microdureza: La microdureza de los recubrimientos de níquel se determinó mediante el ensayo de microdureza Vickers. El ensayo de microdureza Vickers se realizó en un microdurómetro marca Leitz, utilizando una

carga de 50 g. Los resultados de dureza reportados corresponden al promedio de 4 impresiones (Ver anexo E). Esta prueba es determinada según la norma ASTM B-578-99 y ASTM E384-89.

2.7.4. Determinación del brillo de los electro recubrimientos de níquel: En el laboratorio de Biohidrometalurgia Minerales y Ambiente ubicado en la sede UIS Guatiguará existe un equipo que es usado para la determinación del brillo y construido con base a las normas ASTM E430-97 y ASTM D523-89 (ver anexo D).

Para evaluar el brillo de las probetas niqueladas se tomaron como patrones de referencia probetas niqueladas en la empresa y clasificadas por el líder de la sección de galvanía de la empresa FANTAXIAS LTDA. A partir de lo anterior se elaboró una escala cualitativa-cuantitativa. A la calidad de brillo obtenida se le asignó un rango de variación en luxes.

2.8. Selección de las variables y sus rangos para el proceso de experimentación: La implementación de esta tecnología permite evaluar el comportamiento del consumo de los reactivos, variación modular del voltaje y sus respectivos tiempos en el campo de proceso, luego, las variables y rangos escogidos en el diseño experimental han sido aquellos que representan un resultado apropiado en los anteriores factores con respecto al espesor como variable de salida. A partir de las pruebas que arrojaron las condiciones más adecuadas para el recubrimiento; se evalúan propiedades como la adherencia, microdureza y brillo en el campo del análisis de las propiedades.

Para el análisis específico del brillo y microdureza en el cubrimiento de níquel se busca un resultado apropiado de estas propiedades mediante la variación de la concentración del aditivo usado en estos baños.

Las variables y el rango de variación se seleccionó con base en los resultados obtenidos en las pruebas preliminares, estas variables son: el voltaje de alta (Von), los tiempos de alta (Ton) y el ciclo de carga (θ), igualmente se determinó a partir de las pruebas preliminares los parámetros fijos que han de mantenerse en los sistemas de electrodeposición, estos parámetros son: el grado de agitación del electrolito mediante el número de revoluciones del tambor, el tiempo del proceso y las condiciones de los baños. En la tabla 7 se muestran los rangos de experimentación del voltaje y ciclo de carga y en la tabla 8 se describen el rango del tiempo de alta (ton) para la realización de los experimentos.

Tabla 7. Variables y rangos de experimentación de los cubrimientos electrolíticos.

Electrocubrimiento	Variable	Nivel		Variable de repuesta
		Alto	Bajo	
Cobre	Voltaje de alta (Von) V	13	10	Espesor
	Tiempo de Alta (Ton) ms	500	50	
	Ciclo de carga	0.8	0.5	
Latón	Voltaje de alta (Von) V	6	5	Espesor
	Tiempo de Alta (Ton) ms	1000	500	
	Ciclo de carga	0.8	0.5	
Níquel	Voltaje de alta (Von) V	13	10	Espesor
	Tiempo de Alta (Ton) ms	500	1000	
	Ciclo de carga	0.8	0.5	

Tabla 8. Descripción del rango de Ton de los cubrimientos electrolíticos.

Baño electrolítico	Tiempo de Alta (Ton) ms		
	Baja	Media	Alta
Cobre	50	250	500
Latón	500	750	1000
Níquel	500	750	1000

2.9. Diseño factorial de experimentos: Para el análisis de los resultados de las pruebas de electrodeposición, a partir de las variables y rangos escogidos se

diseñó un experimento factorial. Se planteó un diseño factorial 2^3 con tres repeticiones al azar y un nivel de prueba medio, resultando 12 experimentos por cada electrocubrimiento característico.

Se mantuvieron constantes las condiciones de operación y de concentración de los baños electrolíticos, así como las revoluciones del tambor y el tiempo de proceso de electrodeposición tal como se ha operado actualmente en la empresa. En la tabla 9 se presenta el diseño de experimentos.

Tabla 9. Diseño de experimentos.

N° prueba	Cobre			Níquel			Latón		
	Ton	Von	Θ	Ton	Von	Θ	Ton	Von	θ
1	50	10	0.5	500	5	0.5	500	10	0.5
2	500	10	0.5	1000	5	0.5	1000	10	0.5
3	50	13	0.5	500	6	0.5	500	13	0.5
4	500	13	0.5	1000	6	0.5	1000	13	0.5
5	50	10	0.8	500	5	0.8	500	10	0.8
6	500	10	0.8	1000	5	0.8	1000	10	0.8
7	50	13	0.8	500	6	0.8	500	13	0.8
8	500	13	0.8	1000	6	0.8	1000	13	0.8
9	250	12	0.7	750	4	0.7	750	12	0.7
10	500	13	0.8	1000	6	0.8	1000	10	0.8
11	500	10	0.5	500	6	0.5	1000	13	0.8
12	50	13	0.8	500	5	0.8	500	13	0.5

Cabe aclarar que el valor del tiempo de baja (T_{off}) para las pruebas anteriores se deduce de la ecuación

$$\theta = \frac{T_{on}}{T_{on} + T_{off}} = \frac{T_{on}}{T}$$

También se puede resaltar que el valor para el voltaje de baja (V_{off}) para todas estas pruebas fue 2V.

2.10. Análisis del diseño de experimentos: Para la realización del diseño de experimentos se prepararon nuevos baños bajo las especificaciones de las tablas 1, 3 y 5 y se ejecutaron las pruebas bajo las condiciones de operación de las tablas 2, 4 y 6. Como variable de respuesta se escogió el espesor de los respectivos recubrimientos electrolíticos y mediante los resultados obtenidos a partir de la matriz del diseño experimental (Tabla 9) se definieron las nuevas condiciones para determinar la propiedad de adherencia para los tres electrocubrimientos y de microdureza en el níquel. Para el electrocubrimiento de níquel se determinaron las propiedades de brillo de las piezas, mediante la variación de la concentración en % v/v del aditivo las cuales se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 10. Diseño de experimentos para la determinación de brillo.

Pruebas	1	2	3	4	5
% v/v aditivo	100	83	74	50	30

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 5.0.

3 RESULTADOS Y ANÁLISIS

En este capítulo se presentan y se analizan los resultados obtenidos con base en la metodología antes descrita mediante la implementación de las ondas pulsantes.

3.1. Determinación de los parámetros fijos para el proceso experimental de electrodeposición: Para la determinación de los parámetros fijos con los cuales se ha de implementar el proceso de experimentación, se tomó el siguiente criterio: Con base en los espesores observados mediante un análisis de sección de las hebillas producidas por la empresa FANTAXÍAS LTDA que fue desarrollado en un proyecto de investigación anterior⁴ 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. En la tabla 11 se presentan las condiciones de operación empleadas para el trabajo a escala de laboratorio entre las cuales se reporta los tiempos de operación.

Tabla 11. 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 (min)
Cobrizado	6	35	11	10	9	40
Niquelado	37	65	4	10	9	75
Latonado	4	26	10	6	9	90

⁴ JOYA, Y y RAMIREZ S. Caracterización y mejoramiento del proceso de electrodeposición de metales usados actualmente en la empresa Fantaxías LTDA. Trabajo de grado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Bucaramanga, 2005

3.2. Análisis del aporte metálico de los ánodos de cobre, latón y Níquel y masa depositada: En el Anexo I se presenta la caracterización de los ánodos de Cobre, Latón y Níquel.

Los electrocubrimientos de cobre y latón tienen la característica de ser resistivos al flujo de corriente, esto es debido a la intensa polarización química que se da en disoluciones de cianuros metálicos, afectando su solubilidad⁵. Por otro lado, estos baños necesitan una cierta cantidad de cianuro de sodio en exceso, llamada cianuro libre, para evitar deposiciones insolubles de cobre que llevan a formaciones de costras en la superficie del ánodo, producidas bajo la acción del ácido carbónico presente en el aire.

Se puede explicar entonces, que la resistividad al flujo de corriente en estos casos es debida a la baja cantidad de cianuro libre capaz de disolver el cianuro cuproso que se precipita a medida que la electrodeposición avanza y a las impurezas metálicas presentes⁶. Con respecto a este último, se debe tener en cuenta lo que sucede durante el tiempo de baja (Toff), cuando el voltaje se encuentra en su mínimo valor, porque ésta puede tener en cuenta la desorción de impurezas.

La presencia de las ondas pulsantes permite la difusión de los iones sobre el cátodo por capas, permitiendo un cubrimiento uniforme entre cada tiempo de alta (Ton) en comparación con el uso de corriente directa⁷, en consecuencia permite capas de espesor uniforme y una leve uniformidad iónica en el baño electrolítico, disminuyendo el efecto de la resistividad al flujo de corriente. En las figuras 6 y 7 se muestran el comportamiento del desgaste de los ánodos de cobre y latón a lo largo de las pruebas experimentales.

⁵ MACHU, Willi. Galvanotecnia moderna. Madrid: Aguilar, 1964. p. 188, 223.

⁶ BRENNER, Abner. Electrodeposition of alloys. Vol. 1. New York: Academic Press, 1963. p. 426.

⁷ MANDICH, N., V., Pulse and pulse-reverse electroplating. HBM Engineering Co. Vol 96 Nro. 1 1998 p. 375-380

Figura 6. Comportamiento del desgaste de los ánodos de cobre a lo largo de las pruebas con ondas pulsantes.

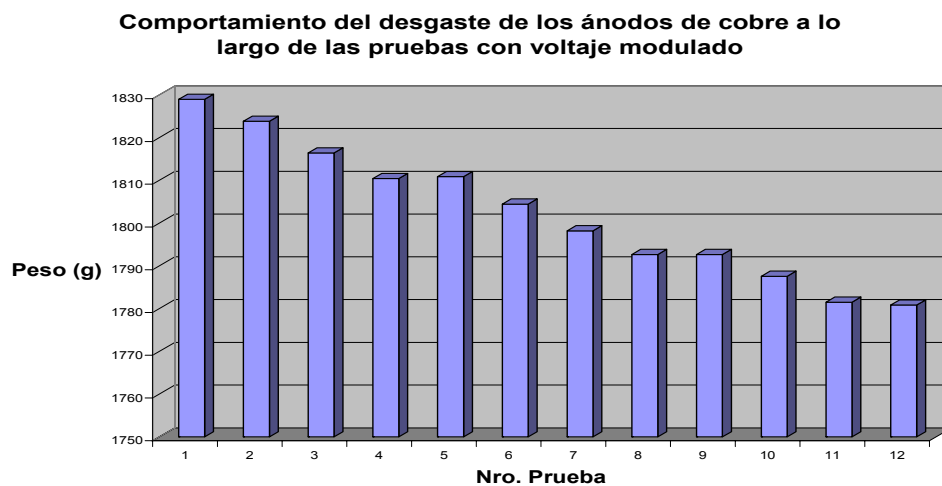
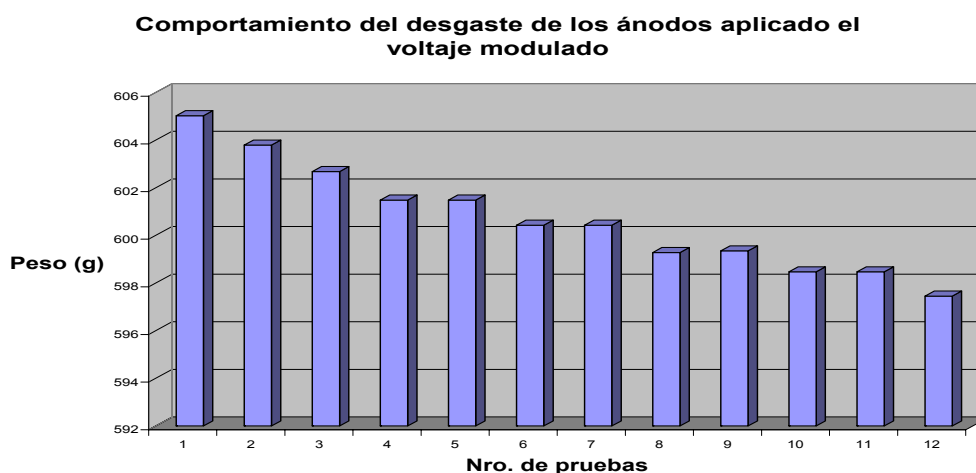


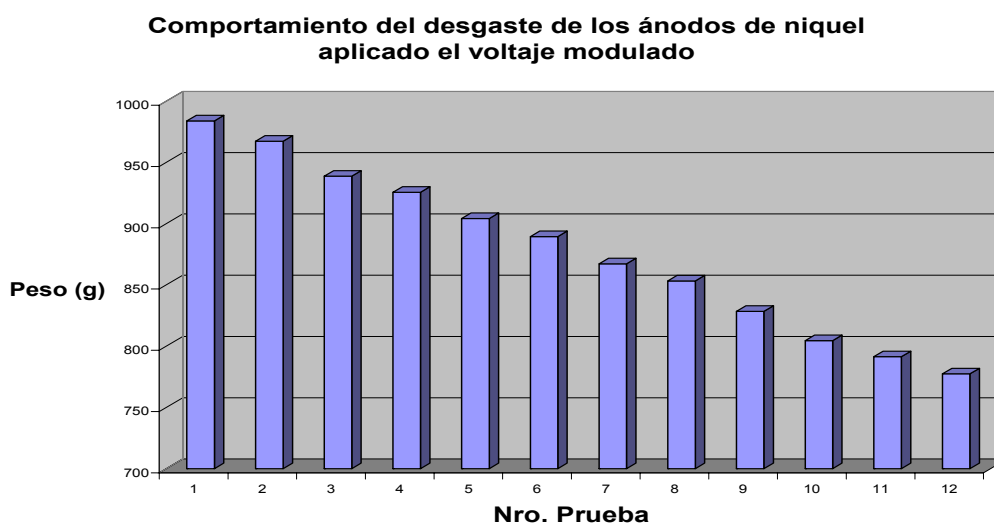
Figura 7. Comportamiento del desgaste de los ánodos de latón a lo largo de las pruebas con ondas pulsantes.



El efecto resistivo al flujo de corriente no se aprecia en el baño de níquel ya que 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,

por lo tanto los ánodos se han de envolver en fundas de tela de algodón previniendo que los residuos que se forman en la solución la contaminen. La alta conductividad del baño electrolítico de níquel favorece un desgaste más notable en los ánodos con respecto a los ánodos de cobre y latón. En la figura 8 se muestra el desgaste de los ánodos de níquel a lo largo de las pruebas con voltaje modulado.

Figura 8. Comportamiento del desgaste de los ánodos de níquel a lo largo de las pruebas con ondas pulsantes.



La cantidad de níquel desgastado por prueba no presenta variaciones significativas a medida que el proceso de electrodeposición avanza, deduciéndose el comportamiento regular del electrolito de níquel debido no solo a las condiciones de operación del baño sino a la presencia de las ondas pulsantes, es decir la solución tiende a mantenerse a sí misma. En comparación con los procesos de cobre y latón, el desgaste de los ánodos de níquel es mayor, efecto ligado directamente a la mayor solubilidad de los ánodos de níquel.

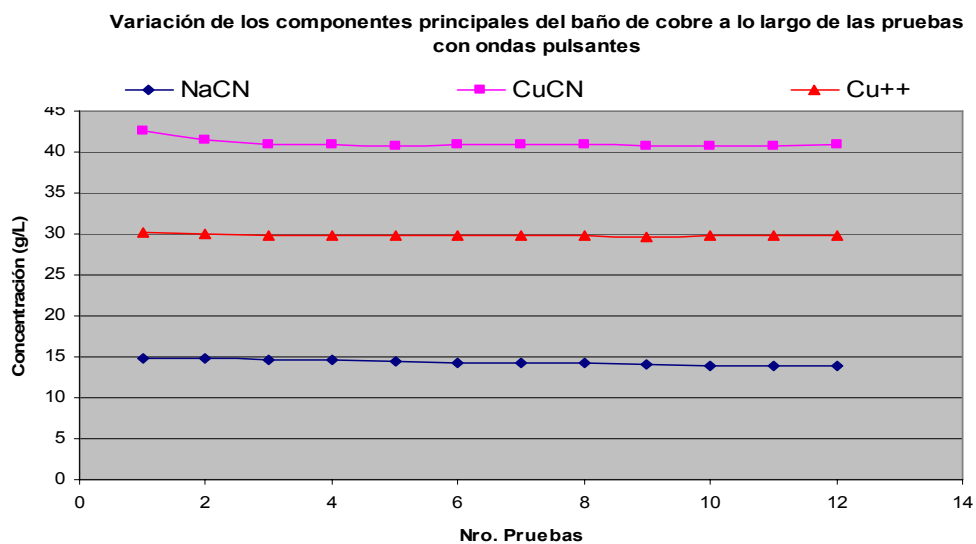
La tabla 12 muestra el promedio de peso desgastado por tiempo de prueba de los ánodos de cobre, níquel y latón

Tabla 12. Promedio de peso desgastado por tiempo de prueba de los ánodos de cobre, níquel y latón.

Ánodos	Promedio de peso desgastado por tiempo de prueba(g/min)
Cobre	0.16
Níquel	0.25
Latón	0.01

3.3. Análisis de la masa depositada de cobre, latón y Níquel: Una característica importante es el estudio de la variación de la concentración de los componentes a lo largo de las pruebas que constituyen los baños electrolíticos, y de los iones metálicos presentes en la solución. En la figura 9 se presenta las variaciones en la concentración que sufren los componentes del baño de cobre durante las pruebas experimentales.

Figura 9. Variación de la concentración de los componentes del baño de cobre.



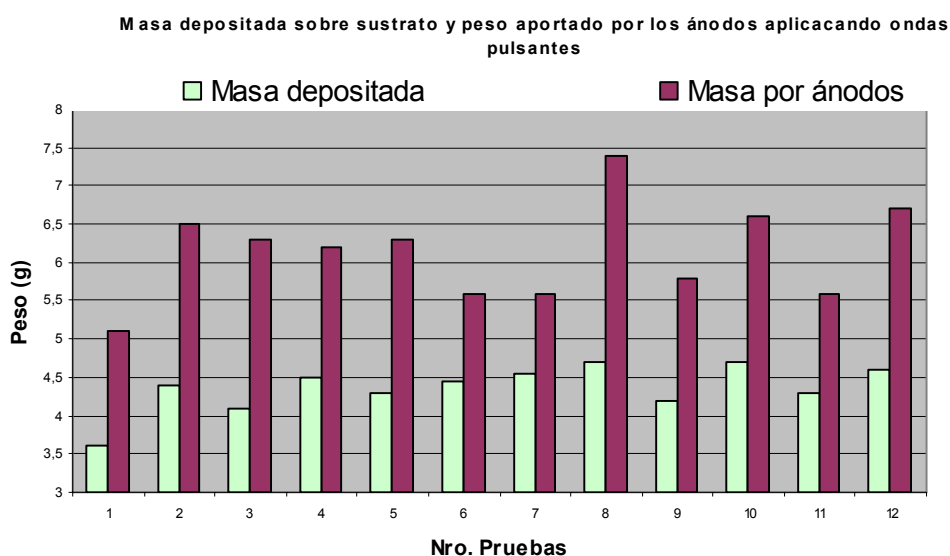
Según se observa en la figura 9, el electrolito de cobre presenta pocas variaciones en la concentración de sus componentes. El cianuro de sodio libre presenta una leve disminución en el baño, lo cual se evidenció por una cierta

aparición 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.

La presencia de las ondas pulsantes permite la difusión de los iones sobre el cátodo por capas, permitiendo un cubrimiento uniforme entre cada tiempo de alta (Ton) en comparación con el uso de corriente directa⁸, en consecuencia permite capas de espesor uniforme.

En la figura 10 se evidencia que la masa aportada por los ánodos a la solución es mayor que la masa depositada en el baño de cobre.

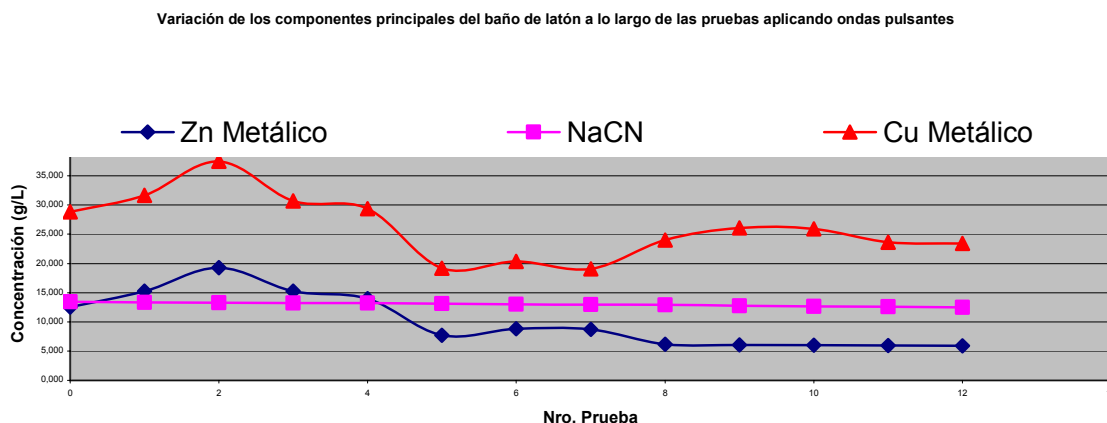
Figura 10. Masa depositada sobre sustratos y masa aportada por los ánodos por prueba, aplicando ondas pulsantes en el baño de cobre.



En la figura 11 se observa que la concentración de zinc metálico en el electrolito de latón disminuye al igual que la concentración de cobre metálico

⁸ MANDICH, N., V., Pulse and pulse-reverse electroplating. HBM Engineering Co. Vol 96 Nro. 1 1998 p. 375-380

Figura 11. Variación de la concentración de los componentes del baño de latón.

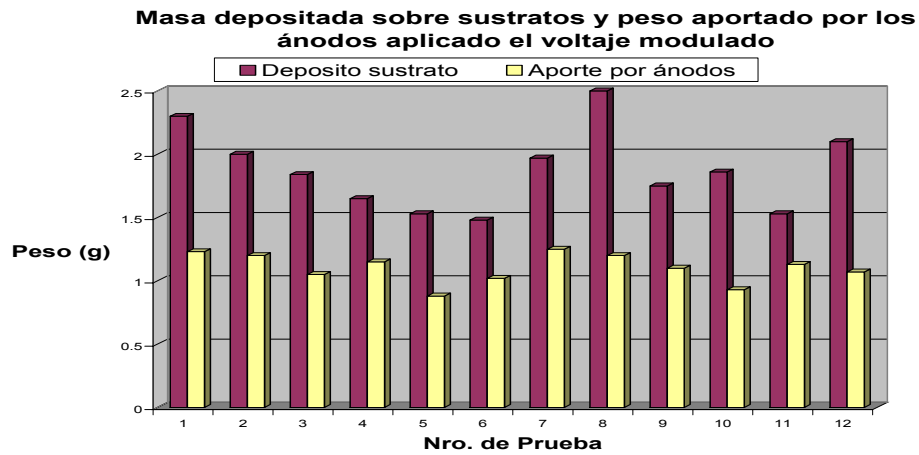


Como la concentración del ión cobre es mayor que la concentración del ión zinc en la solución, es razonable que se esté depositando una cantidad mayor de cobre en la aleación. La concentración de iones cobre, que es más noble, se reduce más fuertemente que la de zinc, que es menos noble, debido a la formación de cianuros complejos,⁹ luego la cantidad de cianuro de sodio en la solución afecta la composición de la aleación depositada. Durante el latonado se observó (figura 11) que la concentración de cianuro de sodio en la solución presentó una leve disminución.

En la figura 12 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 cual se deduce que la constitución de iones de cobre y zinc en el baño aportan la mayor parte de la masa depositada sobre los sustratos y es por esto que se deposita más de lo que aportan los ánodos.

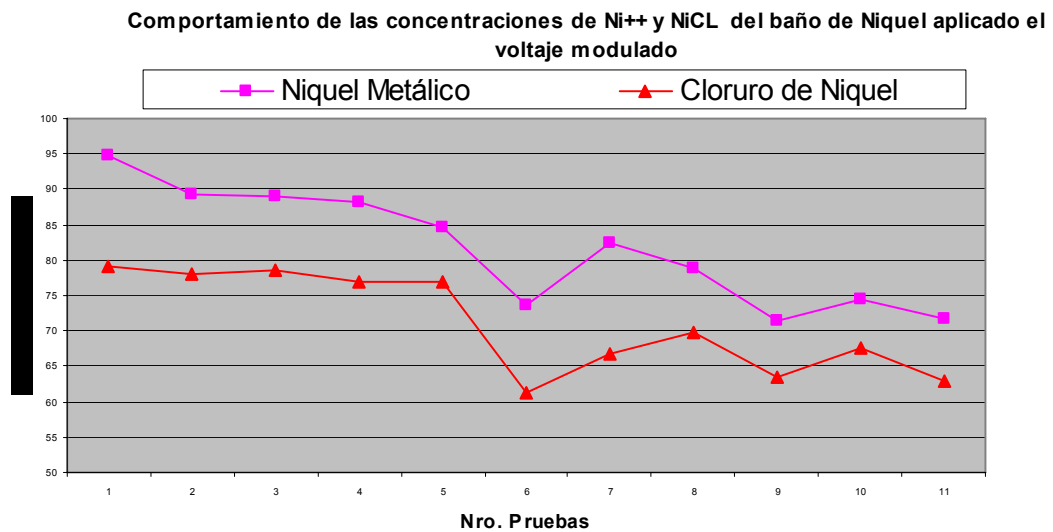
Figura 12. Masa depositada sobre sustratos y masa aportada por los ánodos por prueba, aplicando ondas pulsantes en el baño de latón.

⁹ MACHU, Willi. Galvanotecnia moderna. Madrid: Aguilar, 1964., p. 204



En la figura 13 se observa la disminución de la concentración del níquel metálico y cloruro de níquel a lo largo de las pruebas.

Figura 13. Variación de la concentración de los componentes del baño de níquel.



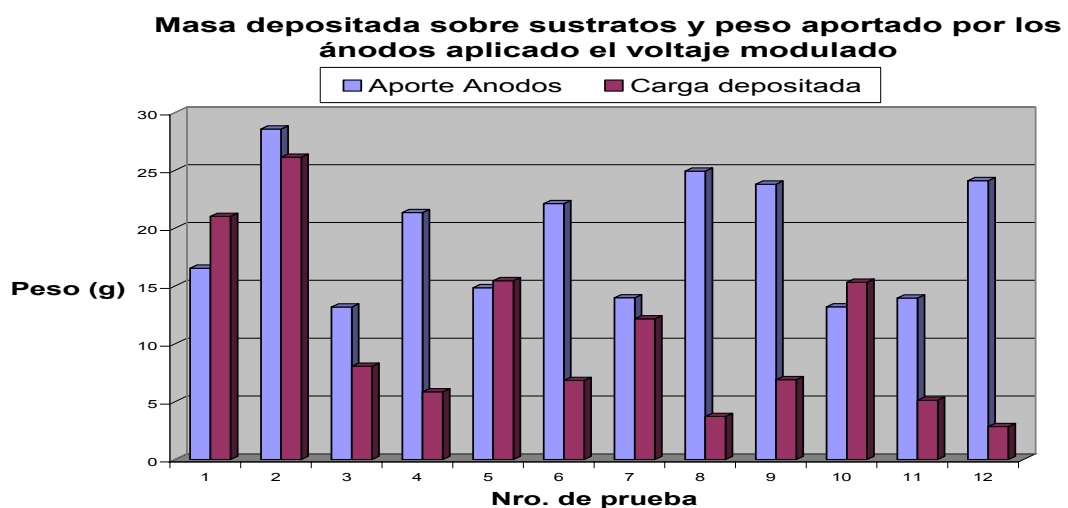
La solubilidad de los ánodos de níquel se ve afectada por la disminución en la concentración del cloruro de níquel y aumenta su tendencia a pasivarse. El cloruro de níquel también afecta la eficiencia de los ánodos de níquel, su disminución no sólo influye en el transporte de los iones en el baño, sino también reduce la masa depositada en los sustratos 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.

Las ondas pulsantes permiten en el baño de níquel flujos altos de corriente, esto es debido a la baja resistividad al flujo ofrecida por el baño, lo cual permite una marcada influencia en la aplicación de las ondas pulsantes, lo que genera una mayor electrodeposición asociada con la disminución en la concentración de los componentes del baño.

En la figura 14 se muestra la diferencia entre la cantidad de masa depositada y la masa aportada por los ánodos de níquel al baño.

Figura 14. Masa depositada sobre sustratos y masa aportada por los ánodos por prueba, aplicado ondas pulsantes en el baño de níquel.



3.4. Análisis experimental de las variables de operación con respecto al espesor: Para este análisis, se aplica la herramienta estadística STATGRAPHICS Plus 5.0. Los detalles de este análisis se presentan en el anexo K.

Los resultados globales del análisis estadístico de los resultados obtenidos del diseño factorial con ayuda del software mencionado, permitieron determinar los efectos de las variables de operación del electrolito (Voltaje de alta, Tiempo de alta y ciclo de carga) y sus interacciones sobre el espesor de los recubrimientos electrolíticos obtenidos en un intervalo de confianza del 95%.

En la figura 15 y 16 se muestran las variables que más influyen el electro recubrimiento de cobre

Figura 15. Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de cobre.

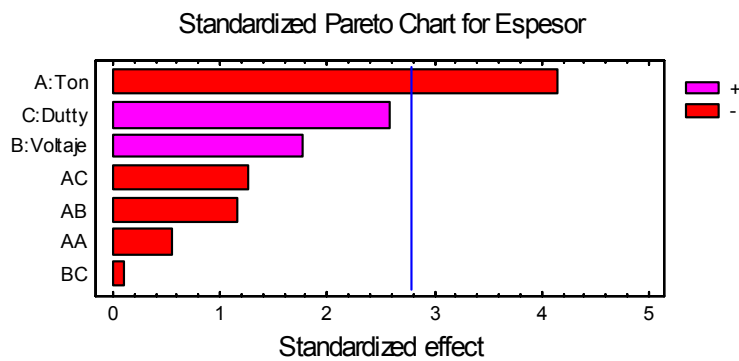
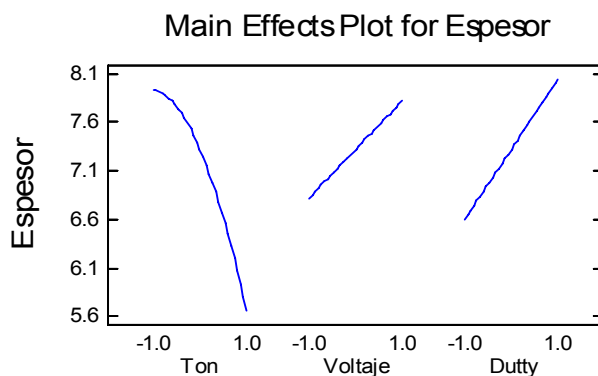


Figura 16. Efectos principales para el espesor de cobre.



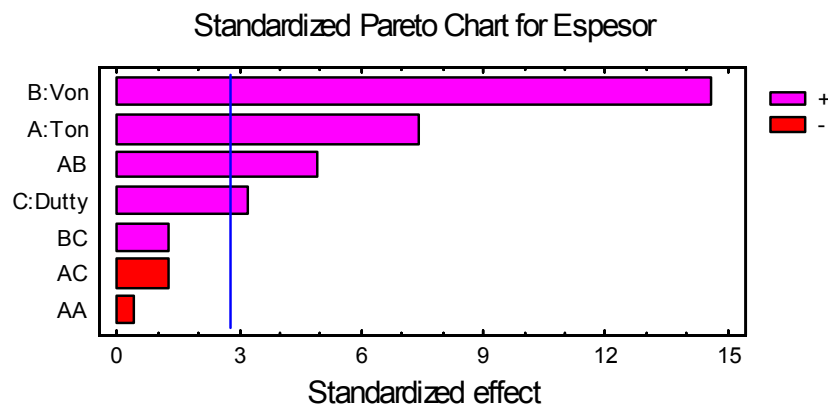
Se observa que el efecto predominante es el tiempo de alta (Ton) para el rango de experimentación. A medida que el Ton es más bajo el espesor de la probeta aumenta.

Como se muestra en la figura 16, al trabajar con Ton bajos, ciclos de carga altos (Dutty en la figura 16) y Von altos, se produce un efecto favorable en la velocidad de reacción electroquímica. Debido al carácter modular del voltaje con tiempos de electrodeposición bajos, que generan bajas densidades de corriente, y la constante agitación por parte del tambor hace que la concentración del cobre no presente una disminución apreciable y por ende la resistencia del baño electrolítico (que se opone al movimiento de los iones) disminuye.

Las condiciones más adecuadas de operación para este rango de experimentación que reporta electrocubrimientos de mayor espesor corresponden a la combinación de los tres factores de la siguiente forma: tiempos de alta (Ton) bajos (250-50 ms), voltajes de alta (Von) altos (12-13 V) y ciclo de carga (θ) altos (0.7-0.8).

La figura 17 presenta el diagrama estandarizado de Pareto para los resultados de diferencia de espesores obtenidos del diseño factorial de experimentos para los electrocubrimientos de Latón.

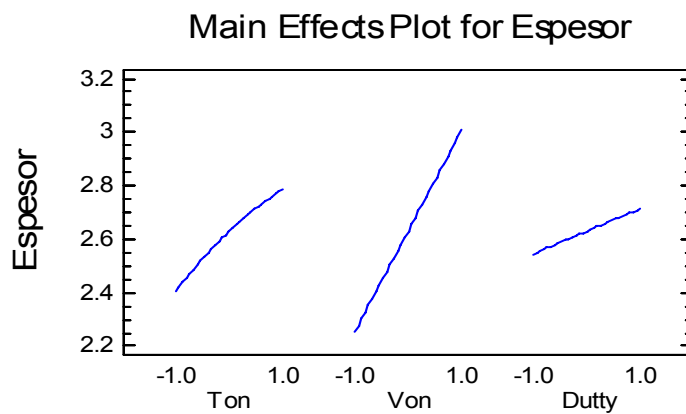
Figura 17. Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de la probeta de latón.



En el diagrama de Pareto se observa que el voltaje de alta (Von), el tiempo de alta (Ton) la interacción entre el voltaje de alta y el tiempo de alta y el ciclo de carga (Dutty en la figura K.3), son las variables que tienen mayor significancia en el espesor para este rango de experimentación.

En la figura 18 se muestra el gráfico de efectos principales sobre el espesor de las piezas de latón en el rango de experimentación.

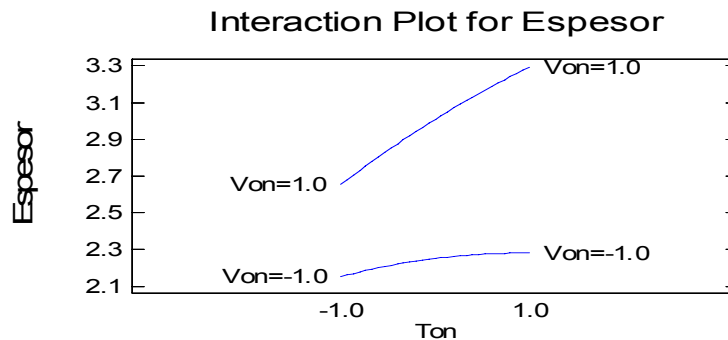
Figura 18. Efectos principales para el espesor de latón.



Se observa que el voltaje de alta es el efecto que tiene mayor influencia sobre el espesor en el rango de experimentación. Con un alto Von se obtienen mayores espesores. El tiempo catódico también influye sobre el espesor de las piezas, obteniéndose mayor espesor con un valor alto de Ton en el rango de experimentación indicado.

En la Figura 19 se observa el efecto de la interacción de los factores Voltaje de alta y Tiempo de alta sobre el espesor en el rango de experimentación considerado.

Figura 19. Efecto de las interacciones entre el Von y Ton para el espesor de latón.



En la figura 19 se observa que con una combinación de Von alto y Ton alto en el rango de experimentación, se obtuvo un mayor espesor.

Las mejores condiciones de operación del electrolito fueron los niveles altos en Von (5.5-6.0 V), Ton (750-1000 ms) y ciclo de carga (0.5-0.8).

La presencia de un voltaje modulado en el electrolito de latón conlleva al reporte de un aumento en el flujo de corriente, algunos investigadores reportan que un incremento en la densidad de corriente aumenta el contenido de cobre en la electrodeposición¹⁰, esto último puede generar un aumento de la concentración en los constituyentes del baño y así hacer 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.

La variación en los resultados indica que el tiempo de alta, el ciclo de carga y otras variables de operación influyen sobre el comportamiento de la composición del electrodeposición de latón.

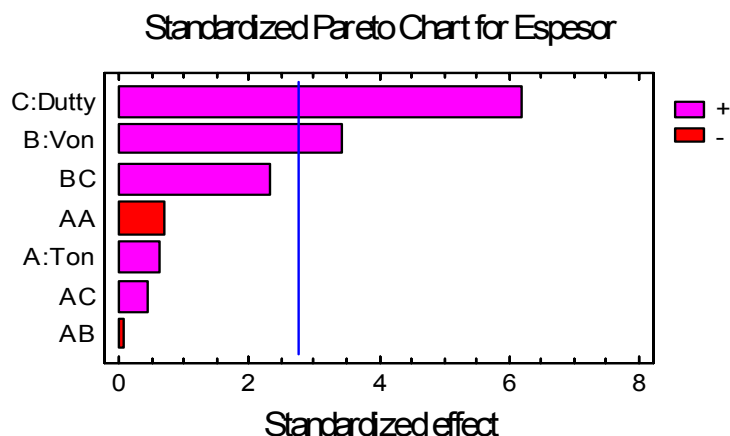
¹⁰ BRENNER, Abner. Electrodeposition of Alloys. Principles and practice. Vol.1. . New York: Academic Press, 1963. p. 451

La masa depositada en el cátodo aumenta a medida que se imprime un alto Von, pero su efecto se ve favorecido al ser aplicado este Von en un tiempo alto; el cianuro de sodio libre no exhibe un decrecimiento bajo esta condición (Figura 14) lo que favorece 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 alta y el tiempo de alta sobre los electrocubrimientos de latón.

El efecto del ciclo de carga sobre la composición del depósito se debe al aporte en tiempo de alta que ofrece, sin lugar a dudas los resultados apreciables en el espesor visto en el electrocubrimiento de latón bajo esta modalidad de voltaje es la mayor exposición del proceso a un voltaje de alta, es decir para ciclo de carga altos.

La figura 20 representa el diagrama estandarizado de Pareto para los resultados de diferencia de espesores obtenidos del diseño factorial de experimentos para los electros recubrimientos de Níquel.

Figura 20. Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de níquel.

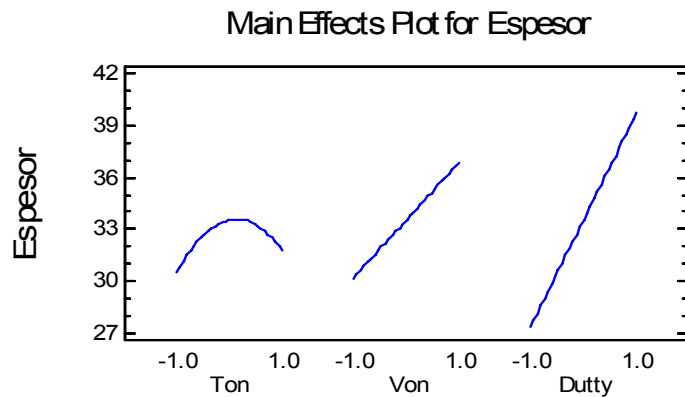


En el diagrama de Pareto se observa que el voltaje de alta y el ciclo de carga aplicado al electrolito son los efectos que tienen influencia en el espesor

conseguido para este rango de experimentación.

En la figura 21 se muestra la gráfica de los efectos principales que influyen en el baño electrolítico de níquel, notándose la influencia del Von, el ciclo de carga y Ton medios sobre el espesor en el rango de experimentación.

Figura 21. Efectos principales para el espesor de níquel.



Cuando se trabaja con Von altos se está controlando directamente el flujo de corriente en el cátodo, luego el aumento del Von en la solución (y trabajando con altas temperaturas que permiten una mayor flujo de corriente) aumenta la conductividad, la solubilización del níquel en la solución y la eficiencia en el ánodo y el cátodo. El efecto del tiempo de alta y el ciclo de carga consisten en un aumento del efecto catódico sobre los sustratos presentándose un máximo en el Ton ya que un aumento a partir de este punto representará una disminución en la concentración de níquel y de concentración de ión hidrógeno, reflejado en una disminución del espesor¹¹.

Las mejores condiciones de operación del electrolito corresponden a la combinación de los factores así: el voltaje de alta y el ciclo de carga en el nivel alto

¹¹ BLUM, W. and HOGABOOM G. Galvanotecnia y galvanoplastia. México: Mc Graw Hill, 1984. p. 445

(12-13 V y 0.7-0.8 respectivamente) y Tiempos de alta medios (750 ms).

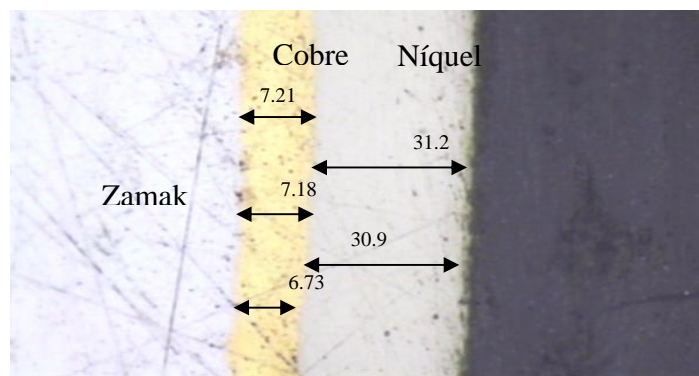
3.4.1. Análisis de los espesores obtenidos mediante la aplicación de las ondas pulsantes: El espesor de un recubrimiento metálico está directamente asociado con la cantidad de masa del metal depositado. En la tabla 13 se reportan los espesores promedio evaluados de los recubrimientos electrolíticos de níquel, cobre y latón, medidos en las partes internas de las probetas

Tabla 13. Promedio de los espesores obtenidos de los recubrimientos electrolíticos.

Espesor obtenido (μm)	
Cobre	6.89 ± 5.3
Latón	2.63 ± 0.7
Níquel	32.1 ± 7.5

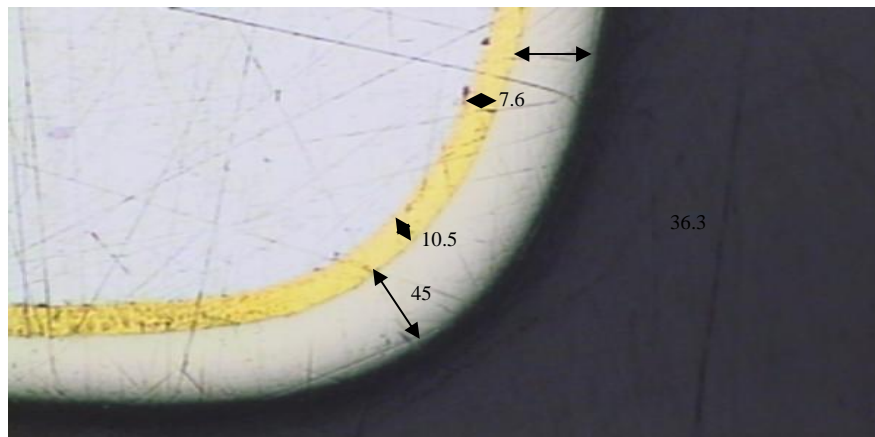
El espesor de la capa metálica mediante la aplicación de ondas pulsantes como se puede observar en la figura 22, es ligeramente uniforme en las partes internas del sustrato.

Figura 22. Micrografía del recubrimiento de níquel sobre cobre a 200 aumentos.



Una de las ventajas de la técnica de deposición con ondas pulsantes es el mejoramiento en la uniformidad en los espesores internos y en los bordes con respecto a la técnica de corriente directa, lo cual es debido al efecto de cubrimiento por capas. En la figura 23 se presenta la micrografía del sobreespesor del electrocubrimiento de níquel y cobre en los bordes.

Figura 23. Micrografía del recubrimiento de níquel sobre cobre en el borde a 100 aumentos.



3.4.2. Caracterización de la adherencia en los electrocubrimientos: La notable mejora en la adherencia obtenida por las ondas pulsantes se debe a la alta aglomeración de las partículas finas producidas mediante esta técnica ya que se reduce los espacios entre cada grano, aumentando su interacción; se han conocido casos que la adherencia bajo esta técnica es tan fuerte que algunos granos se liberan del cubrimiento, colocándose sobre la superficie del sustrato, observándose una fina capa que puede ser desprendida fácilmente. En el anexo K se describe el procedimiento para la caracterización de la adherencia en los tres electrocubrimientos. Los resultados se reportan en la tabla 14.

Tabla 14. Resultados para las pruebas de adherencia en los tres electrocubrimientos.

Electrocubrimiento	Prueba 1 Mpa	Prueba 2 Mpa	Prueba 3 Mpa	Promedio Esfuerzo Mpa
Cobre	450,259	433,126	468,470	450,618
Níquel	455,263	449,673	471,943	458,960
Latón	371,561	383,898	393,601	383,020
Cobre DC	314,550	312,333	320,590	315,824
Níquel DC	409,590	395,041	414,685	406,439
Latón DC	329,778	345,145	353,336	342,753

En la anterior tabla se observan incrementos en la adherencia al utilizar la técnica de ondas pulsantes. Para el caso de recubrimientos de cobre, aumentó 43% con respecto a la técnica de corriente directa; para el caso de latón, aumentó 13%; finalmente, para el caso de níquel, se registró un aumento de 12%.

3.4.3. Caracterización del brillo de los recubrimientos de Níquel: En la tabla 15 se presenta la escala cualitativa-cuantitativa de brillo que se realizó con base al criterio del líder de galvanía con respecto a la calidad de brillo que se maneja en la empresa y en la tabla 16 se presentan los resultados.

Tabla 15. Escala cualitativa-cuantitativa de brillo para los recubrimientos de níquel.

Calidad	Rango (luxes)
Bueno	>619
Aceptable	512-619
Regular	345-512
Malo	0-345

Tabla 16. Resultados del brillo obtenido en los electrocubrimientos de níquel en el rango de la mejor condición de experimentación.

Von: 13V Ton: 250 ms θ : 0.8	Medición (Luxes)	Calidad
Concentración aditivo (% v/v)		
100	806	Bueno
83	711	Bueno
74	705	Bueno
50	625	Bueno
30	412	Regular

Como se puede observar en la tabla 16, la calidad de brillo de las piezas niqueladas obtenidas es bueno, reduciendo la cantidad de aditivo hasta un 50%, debido al efecto de las ondas pulsantes en la transición entre el Ton y el Toff, causando dicha transición que el tamaño de grano del cubrimiento se haga más fino¹², bajo esta condición la capa de aditivo fácilmente se adhiere al cubrimiento y por lo tanto puede verse resultados excelentes con tan solo el 50% del aditivo.

3.4.4. Medida de la microdureza de los electrocubrimientos: La microdureza 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 electrocubrimiento de níquel, es el promedio de la dureza medida sobre 4 muestras. Cada medida de dureza en una muestra corresponde al promedio de cuatro impresiones.

¹² MANDICH,N.,V., Pulse and pulse-reverse electroplating. HBM Engineering Co. Vol 96 Nro. 1 1998 p. 375-380

El valor promedio de la microdureza, usando la técnica de ondas pulsantes fue de $603 \pm 34 \text{ Kg/mm}^2$; un 14% mayor con respecto al valor registrado en las pruebas realizadas con corriente directa, para las que valor fue de $\text{HV} = 530 \pm 34 \text{ Kg/mm}^2$

Algunos estudios revelan la tendencia general a conseguir depósitos más brillantes al aumentar la dureza.¹³ Los aditivos que se agregan a los baños producen además de recubrimientos de gran lustre recubrimientos de grano fino, uniformes y lisos, aumentando la microdureza.

¹³ BURNS, R.M. and BRADLEY, W. W. Recubrimientos protectores de los metales. 1ª. Ed. Madrid: Interciencias, 1964. p. 241

4. CONCLUSIONES

Con el estudio realizado a los recubrimientos electrolíticos de la empresa FANTAXÍAS LTDA empleando la técnica de ondas pulsantes, se observó un mejoramiento en diferentes propiedades del recubrimiento, a partir de las caracterizaciones hechas anteriormente a la técnica de corriente directa, usada en la actualidad por la empresa. Observaciones que van desde simples inspecciones visuales a su acabado superficial como el brillo, estudios mecánicos como la adherencia, hasta mediciones de propiedades a nivel microscópico tales como espesor y microdureza.

A partir de las variables de trabajo (voltaje de alta (V_{on}), el ciclo de carga (θ) y el tiempo de alta (T_{on})) y mediante el análisis experimental usando como variable de salida el espesor, se concluye que las condiciones apropiadas para los tres electrocubrimientos son las siguientes:

Para el recubrimiento electrolítico de cobre: Niveles bajos T_{on} (50-250 ms) y niveles altos en el V_{on} (12-13 V) y ciclo de carga (0.7-0.8). Para el recubrimiento electrolítico de latón: Niveles altos en V_{on} (5.5-6.0 V), T_{on} (750-1000 ms) y ciclo de carga (0.5-0.8). Para el recubrimiento electrolítico de níquel: Voltaje de alta y el ciclo de carga en el nivel alto (12-13 V y 0.7-0.8 respectivamente) y tiempos de alta medios (750 ms).

Se observó una notable mejora en la adherencia obtenida por las ondas pulsantes para los tres electrocubrimientos con respecto a la técnica tradicional usada por la empresa FANTAXIAS LTDA. Esta mejora puede representar un aumento en la adherencia de los sustratos del cobre en 134.79 Mpa (42.7%), en el latón 40.27 Mpa (11.7 %) y en el níquel en 52.52 Mpa (12.9%)

En el estudio de la microdureza y brillo del níquel mediante el uso de las ondas pulsantes y bajo las condiciones apropiadas de operación se concluye que el ahorro en la concentración de aditivo para obtener brillos mínimos de hasta 625 Luxes (Nivel bueno) es de un 50%. En la microdureza se observó un valor promedio de 613 Kg/mm^2 y un valor de 609 Kg/mm^2 para un 50% de aditivo usado, estos valores promedio de microdureza se encuentran dentro del rango con el que se obtienen generalmente los electrocubrimientos de níquel.

5. RECOMENDACIONES

A partir de los resultados presentados en este proyecto de investigación, desarrollado en la empresa FANTAXIAS LTDA., los autores recomiendan la aplicación de la técnica de ondas pulsantes en los cubrimientos electrolíticos de las piezas producidas por la empresa a escala industrial.

Asimismo, sería de provecho para la empresa FANTAXÍAS LTDA, hacer un estudio económico en el que se compare la implementación de la técnica de ondas pulsantes con respecto a la técnica de corriente directa usada actualmente, basándose en factores como consumo de potencia y tiempos de proceso, entre otros.

BIBLIOGRAFÍA

1. BLUM, W. and HOGABOOM G. Galvanotecnia y galvanoplastia. México: Mc Graw Hill, 1984. p. 445
2. BRENNER, Abner. Electrodeposition of alloys. Vol. 1. New York: Academic Press, 1963. p. 426, 451
3. BURNS, R.M. and BRADLEY, W. W. Recubrimientos protectores de los metales. 1ª. Ed. Madrid: Interciencias, 1964. p. 241
4. DIBARI, George. Nickel Plating. En: Metal Finishing. Vol. 100, Issue 1 (January, 2002) p. 19.
5. _____ Practical problem in copper cyanide plating. En: Metal Finishing. Vol 65, No. 7, (July,1967); p. 54
6. JOYA, Y y RAMIREZ S. Caracterización y mejoramiento del proceso de electrodeposición de metales usados actualmente en la empresa Fantaxías LTDA. Trabajo de grado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Bucaramanga, 2005
7. LOWENHEIM, F. Modern Electroplating. 2ªEd. New York: Wiley, 1963. p. 35-36
8. Manual de procedimientos de la sección de galvanizado, Sistema de gestión de calidad de la empresa FANTAXÍAS LTDA.
9. MACHU, Willi. Galvanotecnia moderna. Madrid: Aguilar, 1964. p. 188, 223, 267.
10. MANDICH, N., V., Pulse and pulse-reverse electroplating. HBM Engineering Co. Vol 96 Nro. 1 1998 p. 375-380

11. ORDÓÑEZ, S. Técnicas experimentales en Metalurgia American Society for Metals. En: Metals Handbook. Ohio, (1948); p. 1-13.
12. RONALD, Van't Wout H., The theory behind Pulse Plating Current, info@drpp.nl. 2002 p. 1-8
13. Standard Guide for Preparation of Metal Surfaces for Adhesive Bonding,
14. U.S. Federal Specification QQ-B-591, October 23, 1945.
15. BRADLEY, P.E., A surface coverage model for pulse-plating of binary alloys exhibiting a displacement reaction. Elsevier Science Direct, Volume 42, Issue 6, 1997, p. 993-1003
16. JUGOVIC, J., Electrochemically deposited Ni + WC composite coatings obtained under constant and pulsating current regimes. Journal of Applied Electrochemistry, Volume 34, 2004, p. 175-179.
17. BRADLEY, P.E., Pulse Plating of cobalt-iron-copper alloys. Journal of Applied Electrochemistry, Volume 31, 2001, p. 137-144
15. <http://es.wikipedia.org/wiki/Dureza>
16. http://www.procobreperu.org/pub_tub_ntps.htm

ANEXO A

DESCRIPCIÓN DE LA EMPRESA FANTAXÍAS LTDA Y FOTOGRAFÍAS DE LAS DIFERENTES SECCIONES Y EQUIPOS QUE LA CONFORMAN

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 troquelería 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 figuras A5, A6, A7 Y A8). El área de galvánica está ubicada en la segunda planta de la empresa (ver figura A1), 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 figura A3) 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.

Figura A1. Sección de galvanía.



Figura A2. Baño electrolítico de níquel.



Figura A3. Tambor de proceso.



Figura A4. Desengrase con ultrasonido.



Figura A5. Horno de la sección de microfundición.



Figura A6. Sección de moldes.



Figura A7. Máquina Harper de la sección de pulido.



Figura A8. Máquinas vibradoras de la sección de pulido.



ANEXO B

**MONTAJE DEL PROCESO A ESCALA DE LABORATORIO REALIZADO EN EL
PROYECTO DE TESIS: CARACTERIZACIÓN Y MEJORAMIENTO DEL
PROCESO DE ELECTRODEPOSICIÓN DE METALES USADO ACTUALMENTE
EN LA EMPRESA FANTAXÍAS LTDA¹⁴**

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

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.

1.1. Elementos del montaje

1.1.1. 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

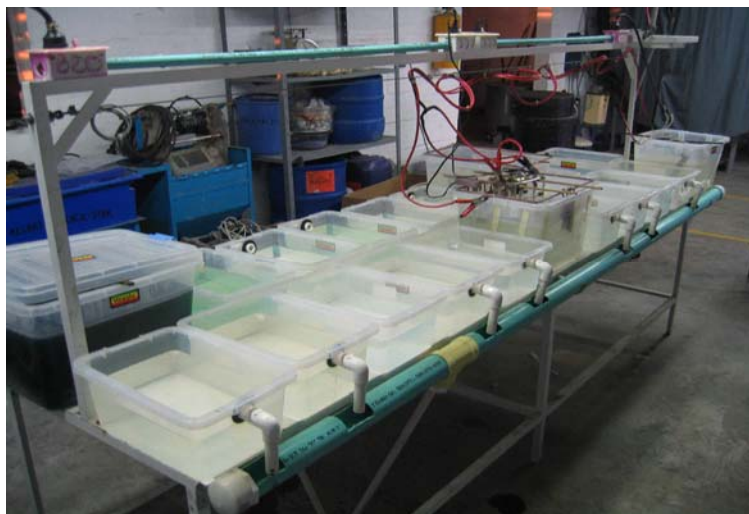
¹⁴ JOYA, Y y RAMIREZ S. Caracterización y mejoramiento del proceso de electrodeposición de metales usados actualmente en la empresa Fantaxías LTDA. Trabajo de grado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Bucaramanga, 2005

como réplica del proceso de galvanizado con el que trabaja la empresa.

Tabla B1. 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 B1. Montaje instalado.



1.1.2 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 B2. Especificaciones de las cubas.

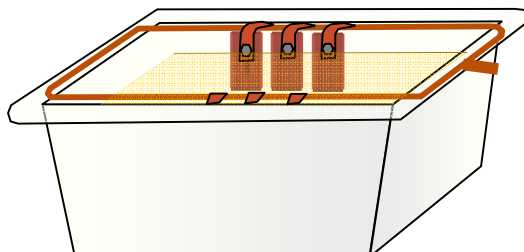
Material	Plástico
Forma	Trapezoidal
Dimensiones Cuba grande	Superior 26.5 x 37.5 cm
	Inferior 23.5 x 33.5 cm
	Alto 24.5 cm
	Volumen 22 litros
Dimensiones Cuba pequeña	Superior 20.5 x 30.5 cm
	Inferior 18.5 x 29.5 cm
	Alto 16 cm
	Volumen 12 litros

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

Ánodos solubles: Se utilizaron 6 ánodos metálicos solubles para cada baño electrolítico 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 B2 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 B2. Esquema del montaje del baño de cobre electrolítico.



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.

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 B3. 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 B3. Tambor de procesamiento.



ANEXO C.
ANÁLISIS VOLUMÉTRICO 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) cm³ gastados *3.179

Cianuro de cobre (g/l) cm³*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 LATÓN

2.1. 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

2.2. 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

2.3. 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.

3. BAÑO DE NÍQUEL BRILLANTE

3.1. 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

3.2. 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

3.3. 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.

3.4. 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

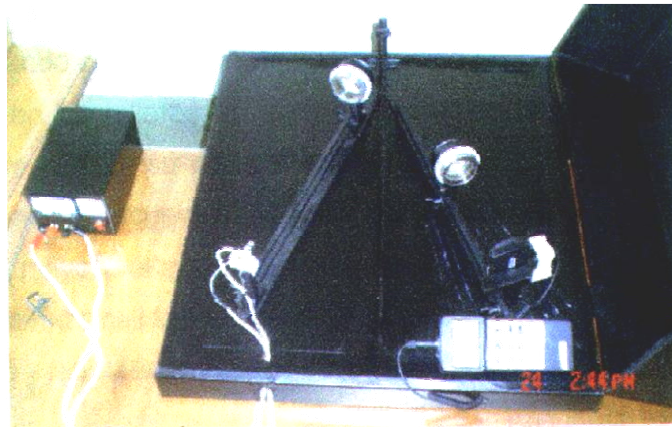
Acido bórico (g/l) cm³ gastados de soda * 6.18

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 Guatimar. 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).

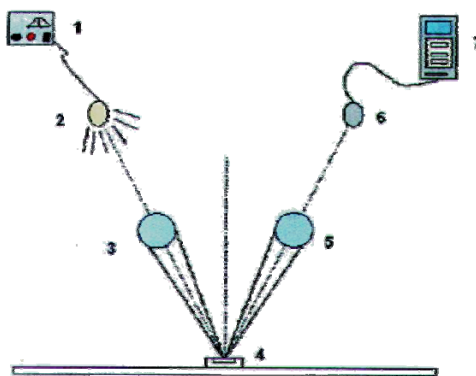
El equipo medidor de brillo consta de:

- 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).

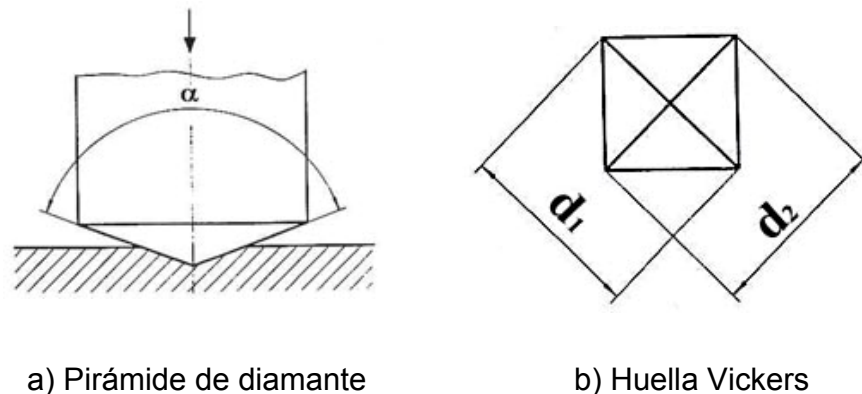
2. Calibrar el luxómetro. Cerrar la tapa del equipo, encender la fuente de luz, encender el luxómetro y fijar el valor cero.
3. Apagar la fuente de luz.
4. Colocar la probeta en el portamuestras y cerrar completamente la tapa del equipo.
5. Encender la fuente de luz.
6. Tomar el valor en luxes registrado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

ANEXO E

ENSAYO DE MICRODUREZA VICKERS (HV)^{15,16}

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 la huella que este deja.

Figura E1. Diagrama del ensayo de microdureza Vickers.



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

¹⁵ <http://es.wikipedia.org/wiki/Dureza>

¹⁶ http://www.procobreperu.org/pub_tub_ntps.htm

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 ESPESORES¹⁷

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

¹⁷ ORDÓÑEZ, S. Técnicas experimentales en Metalurgia American Society for Metals. En: Metals Handbook. Ohio, (1948); p. 1-13.

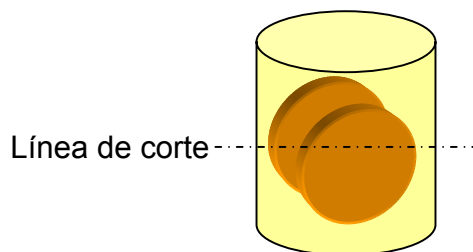
- Dureza similar a la muestra
- Resistencia a los reactivos químicos ordinarios

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 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 realizo sobre un paño de pulido metalográfico microclon 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
METODOLOGÍA DE ENCENDIDO Y APAGADO PARA EL BUEN
FUNCIONAMIENTO DEL RECTIFICADOR DE ONDAS PULSANTES.

La manipulación de la salida del rectificador de ondas pulsantes en manual o automático y el encendido general y del rectificador, se realizan en el panel de control que se muestra en la figura G.1.

Figura G.1. Panel de control del rectificador de ondas pulsantes.

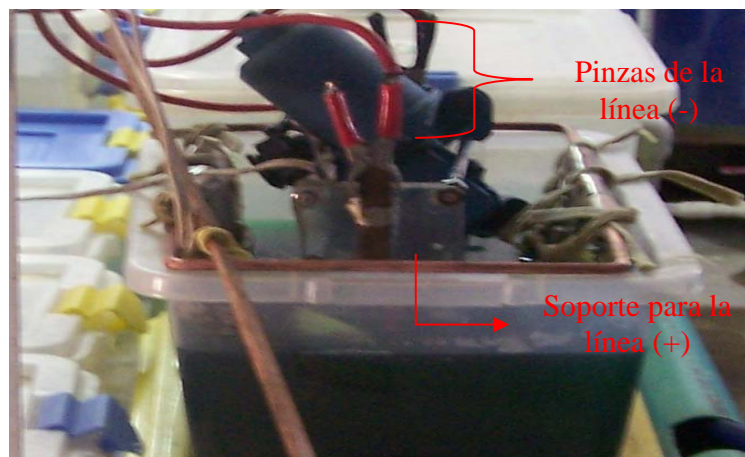


El buen funcionamiento del rectificador de ondas pulsantes se realiza mediante la aplicación de los siguientes pasos:

1. Se inspecciona antes de encender el rectificador que no se encuentre haciendo un circuito cerrado con el sistema de electrodeposición, ya que puede generar un aumento brusco en el flujo de corriente.
2. Se activa el alimentador de corriente al rectificador (encendido general) y luego el encendido del rectificador en manual.

3. Se ingresa las condiciones de tiempo de alta (T_{on}) y tiempo de baja (T_{off}), por medio del teclado de la computadora, este último se determina mediante el valor del ciclo de carga y del tiempo de alta (T_{on})
4. Se cambia el rectificador de operación manual a automática. Bajo esta condición se ingresa los datos de Voltaje de alta (V_{on}) y voltaje de baja (V_{off}), por medio de la manipulación del macro del programa .
5. Se cierra el circuito instalando las líneas de corriente catódica (+) en el tambor con las piezas a electrorecubrir y la línea de corriente anódica (-) en el marco de cobre donde reposa el tambor, la figura G.2 muestra esta instalación.

Figura G.2. Esquema de circuito cerrado en el sistema de electrodeposición.



Finalizado el proceso de electrodeposición se procede a apagar el rectificador siguiendo los siguientes pasos.

1. En el instante de finalizado el tiempo de proceso se procede a romper el circuito cerrado retirando las conexiones en el sistema de electrodeposición.
2. Se dispone el rectificador de ondas pulsantes de Automático a Manual.
3. Se apaga el rectificador y finalmente el encendido general.

ANEXO H
METODOLOGÍA PARA EL SEGUIMIENTO Y CONTROL DE PARÁMETROS
DEL PROCESO.

A continuación se describen cada uno de los pasos que se deben tener en cuenta Para garantizar la aplicación idónea de las pruebas preliminares y experimentales

1. La empresa FANTAXIAS LTDA. ha establecido condiciones de trabajo y de composición de los baños electrolíticos, luego se ha de verificar que los baños objetivo de experimentación operen con las mismas condiciones de trabajo y de composición manejadas por la empresa, en caso contrario, realizar una adecuación del baño hasta lograr su ajuste deseado.
2. Antes y después de cada prueba pesar la carga del tambor.
3. Activar los ánodos (en los procesos de cobre y latón) al iniciar la primera prueba, empleando HCl concentrado.
4. Antes y después de cada prueba pesar los ánodos.
5. Controlar las variables de operación del baño electrolítico (densidad, pH, temperatura inicial y final de cada prueba).
6. Mantener aforado el nivel del baño electrolítico.
7. Tomar muestras del electrolito después de cada prueba.
8. Realizar observaciones del aspecto exterior de los recubrimientos terminado el proceso de electrodeposición.

ANEXO I

CARACTERIZACIÓN DE LOS ÁNODOS DE COBRE, LATÓN Y NÍQUEL.

En la tabla I.1 se muestra la composición de los ánodos de cobre, latón y Níquel.

Tabla I.1. 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*,♦	50
				P*,♦	2
%Pb	<0.009	%Pb	<0.009	S*,♦	5

*Concentraciones máximas admisibles en ppm

♦ 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 ánodos de cobre, latón y níquel son solubles en el baño que les corresponde, aportan su elemento de mayor concentración como reposición al desgaste de sales metálicas que sufre el electrolito durante el proceso de electrodeposición.

En la tabla I.1 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.¹⁸

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.¹⁹

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 3.7 es mínimo, con lo que se disminuye la contaminación del baño electrolítico por impurezas.

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

¹⁸ GEDULD, H. Practical problem in copper cyanide plating. En: Metal Finishing. Vol 65, No. 7, (July, 1967); p. 54.

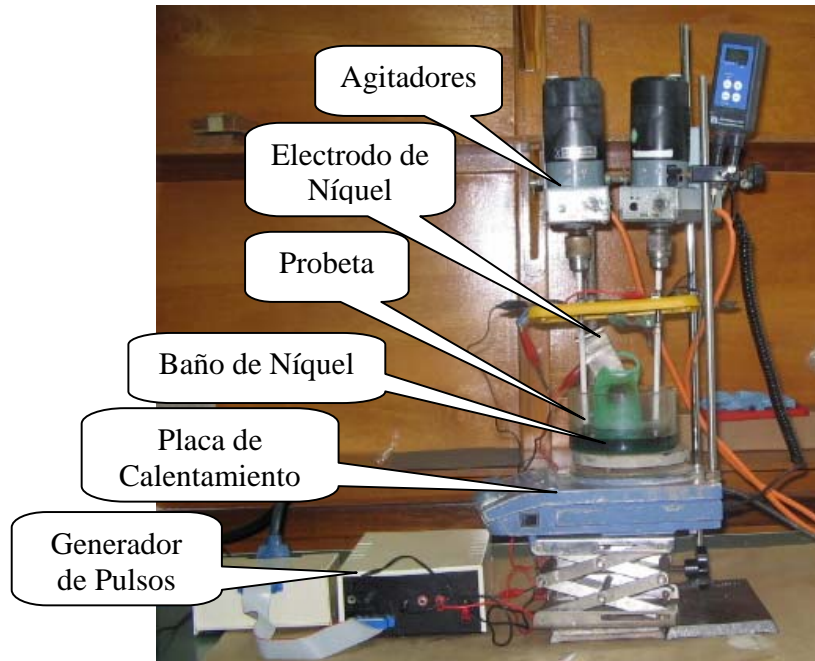
¹⁹ U.S. Federal Specification QQ-B-591, October 23, 1945.

más nobles.²⁰ Para contrarrestar este efecto, y para aumentar la solubilidad de los ánodos en baños cianurados, es conveniente activar la superficie de los ánodos.

²⁰ LOWENHEIM, F. Modern Electroplating. 2ª Ed. New York: Wiley, 1963. p. 35-36.

ANEXO J

DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO DE ADHERENCIA Y PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS.



J.1 Determinación del esfuerzo de adhesión: Para realizar la prueba se sugiere tener una breve comprensión del software LabVIEW, así como del funcionamiento del equipo de adherencia y de todas sus partes. Con lo anterior en mente y luego de especificados el tipo de probeta, adhesivo y el tratamiento previo a la unión del dispositivo de carga fija y la probeta, fueron propuestos los siguiente pasos para cuantificar el esfuerzo de adhesión.

J.1.1. Tratamiento previo del sustrato: Las probetas se lijaron en seco con papel de lija # 800 eliminando los óxidos, se lavaron con agua y jabón, se secaron y se les aplicó acetona retirándole residuos grasos. Luego se cubrieron las superficies de la periferia de la probeta con cinta para recubrir solo la cara superior. En esta etapa se evita el contacto de manos con la superficie. El tratamiento previo del

sustrato en el laboratorio emula el que sigue FANTAXÍAS LTDA. para el decapado y desengrase de metales base.

De las probetas elaboradas se seleccionaron las de superficie mas lisa, fuertemente adherida y que conservaban un espesor uniforme. Las superficies del recubrimiento y del dolly fueron delimitadas en la periferia sobre la cual se aplicó la tensión. La delimitación se hace con papel de lija # 800 removiendo las partes recubiertas perpendiculares al sector circular a evaluar. El lijado no debe afectar la estructura de grano pues ello ocasiona microfallas que disminuyen la adhesión.

Posteriormente se lavaron con agua y jabón las superficies del recubrimiento y del dolly, se secaron y se desengrasaron con acetona. Los anteriores tratamientos superficiales fueron realizados de acuerdo con la norma ASTM D 2651²¹.

J.1.2. Preparación del agente adhesivo: La preparación se llevó a cabo según las especificaciones del fabricante; los adhesivos de tipo acrílico (Pronto CA 40 Instant Adhesive) no requieren preparación, para los de tipo epóxico (Sinte Solda, Sikadur-31 y Welding Epoxy) se mezclan en partes iguales de sus componentes, y para el caso de la soldadura se cortó el alambre (D = 1 mm) en trozos de 5 mm de largo, luego se limpiaron con una lanilla húmeda los segmentos y por último se enrollaron en espiral.

J.1.3. Unión del sistema recubierto y el dolly: Las superficies del dolly y la cara recubierta de la probeta se limpiaron con acetona y se les aplicó el agente adhesivo. Los adhesivos acrílicos se aplicaron directamente sobre las superficies y se procedió a unir las caras rápidamente ya que su tiempo de curado es del orden de 10 minutos. Los adhesivos epóxicos previamente preparados fueron aplicados

²¹ Standard Guide for Preparation of Metal Surfaces for Adhesive Bonding, Anexo B.3

de manera uniforme, con una espátula plástica, sobre las superficies, se unieron éstas y se dejó fraguar por 4 horas.

En el caso de la soldadura se aplicó primero pasta para soldar sobre ambas superficies, luego se colocaron en paralelo con la espiral de soldadura en medio de ellas, se aseguraron mediante dispositivos de alineamiento y se llevó el sistema a 200 °C, por aprox. 20 segundos bajo una presión constante mediante pesos. El calor y la presión hacen que la soldadura funda y se distribuya uniforme (espesor de soldadura constante) sobre toda la superficie. Se retiró el sistema de la fuente de calor y se dejó enfriar durante 15 minutos a temperatura ambiente.

En todos los agentes adhesivos se emplearon dispositivos de alineamiento para garantizar que las superficies se unieran de forma paralela y sistemas de presión para obtener un espesor de adhesivo constante. La Figura J.1 ilustra el sistema Dolly-recubrimiento unido mediante la soldadura.

Figura J.1. Unión del sistema recubierto y el dolly.



J.1.3. Ensamble del sistema fijo a la celda de carga

El sistema fijo (probeta-dolly) se conectó cuidadosamente a la celda de carga, como se muestra en la Figura J.2, y se verificó la no existencia de protuberancias, ángulos de inclinación u otros factores que contribuyan a esfuerzos prematuros entre el metal depositado y el dispositivo de desprendimiento del equipo.

Figura J.2. Ensamble del sistema fijo a la celda de carga.



De la misma manera debe ensamblarse un sistema conformado por dos dollies para medir el esfuerzo de adhesión del agente adhesivo (prueba en blanco); esta medición debe hacerse cada vez que el ensayo se lleve a cabo, con el fin de detectar la preparación inadecuada o el descenso en la capacidad de adherencia.

ANEXO K
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

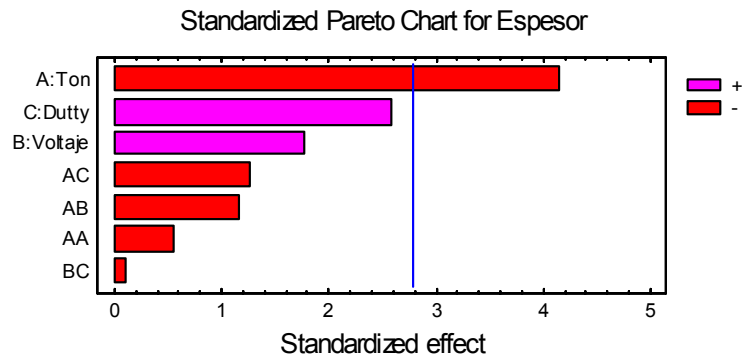
En la siguiente tabla se reportan los resultados obtenidos del diseño factorial de experimentos para el espesor de cobre.

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

Ton (ms)	Von (V)	Θ	Espesor (μm)
50	10	0.5	5.85
500	10	0.5	6.36
50	13	0.5	7.84
500	13	0.5	5.36
50	10	0.8	8.36
500	10	0.8	5.74
50	13	0.8	9.82
500	13	0.8	6.42
250	12	0.7	7.32
500	13	0.8	6.03
500	10	0.5	3.95
50	13	0.8	9.67

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

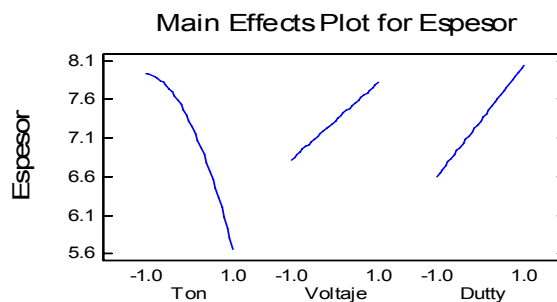
Figura K.1. Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de la probeta de cobre.



La figura K.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 el tiempo de alta (ton) es el efecto que tiene mayor significación en el espesor para este rango de experimentación.

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

Figura K.2. Efectos principales para el espesor de cobre



Se observa que el efecto predominante es el tiempo de alta (Ton) para el rango de experimentación. A medida que el Ton es más bajo el espesor de la probeta aumenta.

Como se muestra en la gráfica K.2, al trabajar con Ton bajos, ciclos de carga altos (Dutty en la figura K.2) y Von altos, produce un efecto favorable en la velocidad de reacción electroquímica. Debido al carácter modular del voltaje con tiempos de electrodeposición bajos que generan bajas densidades de corriente y la constante agitación por parte del tambor hace que la concentración del cobre no presente una disminución apreciable y por ende la resistencia del baño electrolítico (que se opone al movimiento de los iones) disminuye.

Las condiciones más adecuadas de operación para este rango de experimentación que reporta electrocubrimientos de mayor espesor corresponden a la combinación de los tres factores de la siguiente forma: tiempos de alta (Ton) bajos (250-50 ms), voltajes de alta (Von) altos (12-13 V) y ciclo de carga (θ) altos (0.7-0.8).

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

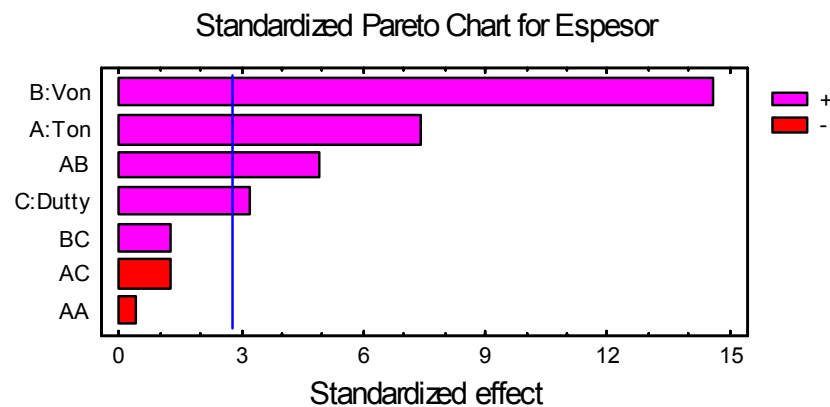
En la tabla K.2 se presentan los resultados obtenidos del diseño factorial de experimentos para el espesor de latón.

Tabla K.2. Resultados de espesor del diseño factorial para probetas de Latón.

Ton (ms)	Von (V)	θ	Espesor (μm)
500	5	0.5	2.11
1000	5	0.5	2.22
500	6	0.5	2.45
1000	6	0.5	3.25
500	5	0.8	2.15
1000	5	0.8	2.34
500	6	0.8	2.85
1000	6	0.8	3.31
750	4	0.7	2.63
1000	6	0.8	3.4
500	6	0.5	2.51
500	5	0.8	2.28

La figura K.3 presenta el diagrama estandarizado de Pareto para los resultados de diferencia de espesores obtenidos del diseño factorial de experimentos para los electrocubrimientos de Latón.

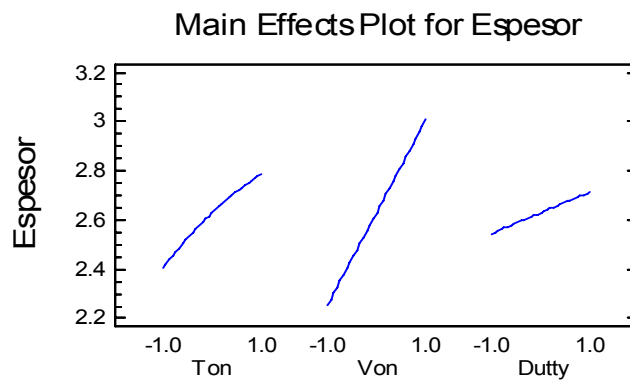
Figura K.3. Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de la probeta de latón.



En el diagrama de Pareto se observa que el voltaje de alta (Von), el tiempo de alta (Ton) la interacción entre el voltaje de alta y el tiempo de alta y el ciclo de carga (Dutty en la figura K.3), son las variables que tienen mayor significancia en el espesor para este rango de experimentación.

En la figura K.4 se muestra el gráfico de efectos principales sobre el espesor de las piezas de latón en el rango de experimentación.

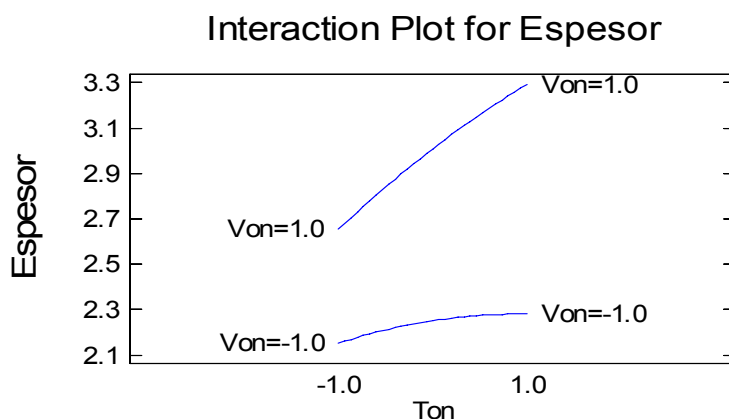
Figura K.4. Efectos principales para el espesor de latón.



Se observa que el voltaje de alta es el efecto que tiene mayor influencia sobre el espesor en el rango de experimentación. Con un alto Von se obtienen mayores espesores. El tiempo catódico también tiene significancia sobre el espesor de las piezas, obteniéndose mayor espesor con un valor alto de Ton en el rango de experimentación indicado.

En la Figura K.5 se observa el efecto de la interacción de los factores Voltaje de alta y Tiempo de alta sobre el espesor en el rango de experimentación considerado.

Figura K.5. Efecto de las interacciones entre el Von y Ton, para el espesor de latón.



En la figura K.5 se observa que con una combinación de Von alto y Ton alto en el rango de experimentación, se obtuvo un mayor espesor.

Las mejores condiciones de operación del electrolito fueron los niveles altos en Von (5.5-6.0 V), Ton (750-1000 ms) y ciclo de carga (0.5-0.8).

La presencia de un voltaje modulado en el electrolito de latón conlleva al reporte de un aumento en el flujo de corriente, algunos investigadores reportan que un incremento en la densidad de corriente aumenta el contenido de cobre en la

electrodeposición²², esto último puede generar un aumento de la concentración en los constituyentes del baño y así hacer 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 electrodeponer.

La variación en los resultados indica que el tiempo de alta, el ciclo de carga y otras variables de operación influyen sobre el comportamiento de la composición del electrodepósito de latón.

La masa depositada en el cátodo aumenta a medida que se imprime un alto Von, pero su efecto se ve favorecido al ser aplicado este Von en un tiempo alto; el cianuro de sodio libre no exhibe un decrecimiento bajo esta condición (Figura 14) lo que favorece 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 alta y el tiempo de alta sobre los electrocubrimientos de latón.

El efecto del ciclo de carga sobre la composición del depósito se debe al aporte en tiempo de alta que ofrece, sin lugar a dudas los resultados apreciables en el espesor visto en el electro recubrimiento de latón bajo esta modalidad de voltaje es la mayor exposición del proceso a un voltaje de alta, es decir para ciclo de carga altos.

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

En la tabla K.3 se presentan los resultados obtenidos del diseño factorial de experimentos para el espesor de níquel.

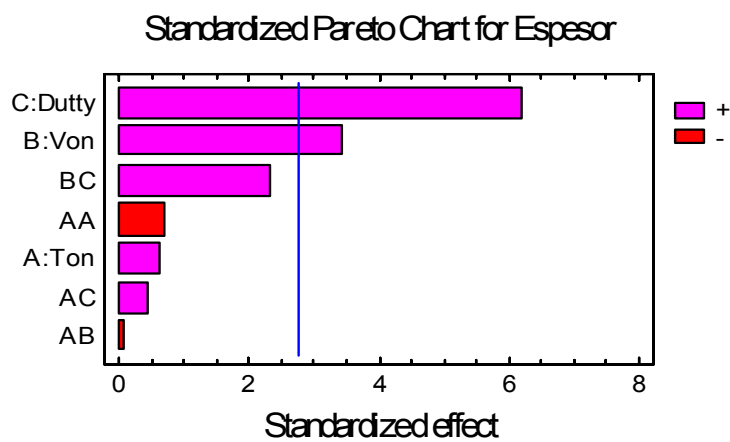
²² BRENNER, Abner. Electrodeposition of Alloys. Principles and practice. Vol.1. . New York: Academic Press, 1963. p. 451

Tabla K.3 Resultados de espesor del diseño factorial para probetas de níquel.

Ton (ms)	Von (V)	θ	Espesor (μm)
500	10	0.5	23.26
1000	10	0.5	24.42
500	13	0.5	27.82
1000	13	0.5	25.74
500	10	0.8	30.85
1000	10	0.8	36.52
500	13	0.8	41.56
1000	13	0.8	45.29
750	12	0.7	33.54
1000	10	0.8	28.83
1000	13	0.8	43.16
500	13	0.5	24.15

La figura K.6 representa el diagrama estandarizado de Pareto para los resultados de diferencia de espesores obtenidos del diseño factorial de experimentos para los electrorecubrimientos de Níquel.

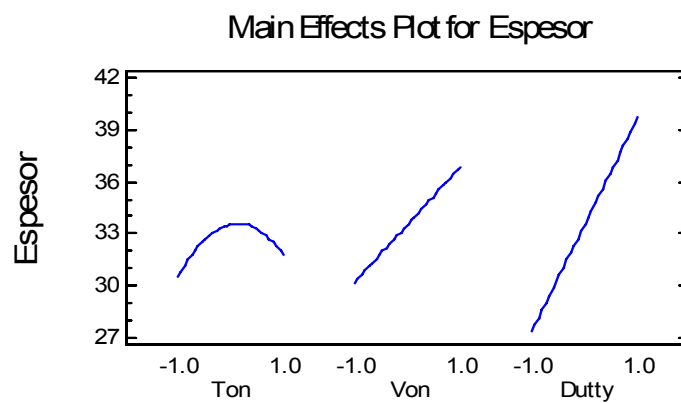
Figura K.6. Gráfico de Pareto estandarizado para el espesor de la probeta de níquel.



En el diagrama de Pareto se observa que el voltaje de alta y el ciclo de carga aplicado al electrolito son los efectos que tienen significancia en el espesor conseguido para este rango de experimentación.

En la figura K.7 se muestra la gráfica de los efectos principales que influyen en el baño electrolítico de níquel, notándose la influencia del Von, el ciclo de carga y Ton medios sobre el espesor en el rango de experimentación.

Figura K.7. Efectos principales para el espesor de latón.



Las mejores condiciones de operación del electrolito corresponden a la combinación de los factores así: el voltaje de alta y el ciclo de carga en el nivel alto (12-13 V y 0.7-0.8 respectivamente) y Tiempos de alta medios (750 ms).

Cuando se trabaja con Von altos se está controlando directamente el flujo de corriente en el cátodo, luego el aumento del Von en la solución (y trabajando con altas temperaturas que permiten una mayor flujo de corriente) aumenta la conductividad, la solubilización del níquel en la solución y la eficiencia en el ánodo y el cátodo. El efecto del tiempo de alta y el ciclo de carga consisten en un aumento del efecto catódico sobre los sustratos presentándose un máximo en el Ton ya que un aumento a partir de este punto representará una disminución en la

concentración de níquel y de concentración de ión hidrógeno, reflejado en una disminución del espesor²³.

3.1. Calidad de brillo de los depósitos electrolíticos de níquel: La variable más importante en la consecución de depósitos de níquel es la cantidad de aditivos introducidos en el baño electrolítico. El estudio de los baños de níquel 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 funcionan intachablemente aún con grandes variaciones de intensidad y temperatura. ²⁴

En la tabla K.4 se presentan los resultados de brillo de los electrorecubrimientos de níquel obtenidos en el rango de las mejores condiciones de experimentación.

Von: 13V Ton: 250 ms θ : 0.8	Medición (Luxes)	Calidad
Concentración aditivo (% v/v)		
100	806	Bueno
83	711	Bueno
74	705	Bueno
50	625	Bueno
30	412	Regular

3.2. Microdureza Vickers de los depósitos electrolíticos de níquel

En la tabla K.5 se presentan las lecturas de microdureza Vickers evaluadas en los recubrimientos de níquel.

²³ BLUM, W. and HOGABOOM G. Galvanotecnia y galvanoplastia. México: Mc Graw Hill, 1984. p. 445

²⁴ MACHU, Willi. Galvanotecnia Moderna. Madrid: Aguilar, 1959. p.267

Tabla K.5. Datos de microdureza para los espesores de níquel.

Von: 13V Ton: 250 ms θ : 0.8	Microdureza
Concentración aditivo (% v/v)	(Kg / mm ²)
100	673
83	645
74	625
50	609
30	513

Como se observa en la tabla K.5 la dureza Vickers de los electrocubrimientos de níquel se encuentra en un rango de 673-513 Kg/mm².

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.²⁵ 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.

4. Adherencia en los cubrimientos electroquímicos

Para obtener los datos de adherencia se trabajó con las condiciones adecuadas para los tres cubrimientos. Se fijó el dispositivo indicador de fuerza en el nivel cero y se evaluaron los recubrimientos (tres veces) de acuerdo al siguiente procedimiento:

1. Se incrementó la fuerza de la manera más suave y lenta posible, la relación de aumento de carga debe ser menor a 1 MPa/s, dicha relación en términos de

²⁵ BURNS, R.M. and BRADLEY, W. W. Recubrimientos protectores de los metales. 1^a. Ed. Madrid: Interciencias, 1964. p. 241

velocidad debe estar entre 0.013 y 0.021 mm/s. El valor para el cual se diseñó el equipo de tracción es 0.017 mm/s cumpliendo lo establecido en la norma.

2. El incremento se mantuvo hasta que ocurriera fractura total (máximo esfuerzo de adhesión), fractura parcial (falla adhesiva y/o cohesiva) o hasta transcurridos 100 segundos, tiempo en el cual se registra el valor del esfuerzo como máximo.

Se registró los valores de la adherencia obtenidos durante la prueba. En la tabla K.6 se muestran estos resultados:

Tabla K.6. Resultados para las pruebas de adherencia en los tres electrocubrimientos.

Electrocubrimiento	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3	Promedio Esfuerzo Mpa
Cobre	450,259	433,126	468,470	450,618
Níquel	455,263	449,673	471,943	458,960
Latón	371,561	383,898	393,601	383,020
Cobre DC	314,550	312,333	320,590	315,824
Níquel DC	409,590	395,041	414,685	406,439
Latón DC	329,778	345,145	353,336	342,753

Para la caracterización de la adherencia en los cubrimientos, se hicieron las pruebas con ondas pulsantes en conjunto con pruebas con corriente directa, estas últimas bajo las condiciones descritas en las tablas 2, 4 y 6

A partir de los resultados propuestos se observó que entre los cubrimientos con ondas pulsantes, la mayor adherencia la obtiene el electrocubrimiento de Níquel, seguido por el de latón y por último el electrocubrimiento de cobre. Además se observó que en la comparación entre la aplicación de las ondas pulsantes y la corriente directa, es mayor la adherencia (medida en Mpa) bajo el uso de las ondas pulsantes.