

ELECTRODEPOSICIÓN MAGNÉTICA EN MATERIALES CONDUCTORES

VÍCTOR JAVIER GÓMEZ MEZA

LAURA ANDREA CURUBO MANTILLA

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

BUCARAMANGA

2005

ELECTRODEPOSICIÓN MAGNÉTICA EN MATERIALES CONDUCTORES

VÍCTOR JAVIER GÓMEZ MEZA

LAURA ANDREA CURUBO MANTILLA

**Trabajo de Investigación Para Optar el Título de
Ingeniero Químico**

Director: Ph.D. RAMIRO AUGUSTO SALAZAR LARROTA

Profesor UIS

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2005

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan sus agradecimientos a:

Ramiro Augusto Salazar Larrota Ingeniero Químico Ph.D, director de esta investigación.

Custodio Vásquez y Darío Yesid Peña, miembros directivos del grupo de Investigaciones en el área de Corrosión (GIC-Guatiguará); José Luís Tristancho y Sandro Báez, aspirantes al título de maestría en Ingeniería Metalúrgica, también miembros del GIC.

Eduardo Carreño y Wilson Carreño, Técnicos del Laboratorio de Operaciones Unitarias de Ingeniería Química, UIS.

Carlos Alberto Reyes S., Jefe de Laboratorio de Control Magnético de Fluidos, ECOPETROL-ICP.

Luís Fernando Lozano Gómez, Director de Escuela Ingeniería Metalúrgica Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia (UPTC), Tunja-Boyacá.

Wilson Vesga y Ambrosio Carrillo, Técnicos de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica, UIS.

Enrique Mejía Ospino y demás miembros del Laboratorio de Espectroscopia Atómica y Molecular (LEAM), Escuela de Química, UIS.

A todas las personas que de una u otra forma hicieron parte de esta investigación.

*No hay que confundir nunca el conocimiento con la sabiduría,
el primero nos sirve para ganarnos la vida; la sabiduría nos ayuda a vivir.
Todas las acciones cumplidas sin ostentación y sin testigos me parecen más
loables.*

Cicerón

Laura

*Agradezco a Dios por ser mi consejero en los momentos difíciles.
A mis padres que con su sacrificio y comprensión me han ayudado a ser lo que hoy
soy y a estar donde hoy estoy.
A toda mi familia por su apoyo permanente.*

Victor

TABLA DE CONTENIDO

		Pág.
1	INTRODUCCIÓN	1
2	CONCEPTOS TEÓRICOS	3
2.1	GENERALIDADES	3
2.2	ELECTRÓLISIS	3
2.2.1	Polarización	4
2.2.2	Sobrepotencial de electrodos	5
2.2.2.1	Sobrepotencial de Hidrógeno	5
2.2.2.2	Sobrepotencial de Oxígeno	6
2.3	ELECTRODEPOSICIÓN	6
2.3.1	Electrodeposición Catódica	7
2.3.2	Electrodeposición Magnética	8
2.3.3	Electrodeposición de Aleaciones	9
2.3.3.1	Composición de la Aleación Electrodepositada	11
2.3.3.2	Estructura de los Depósitos Metálicos	13
2.3.3.3	Influencia de las Variables del Proceso	14
2.3.3.3.1	Densidad de Corriente	14
2.3.3.3.2	Temperatura	15
2.3.3.3.3	Composición del Electrolito	15
2.3.3.3.4	pH	16
2.3.3.3.5	Agitación del Baño	17
2.3.3.3.6	Distancia de Electrodos	17

2.3.3.3.7	Calidad de la Superficie	17
2.3.3.4	Propiedades de los Depósitos de Aleaciones	18
2.3.3.4.1	Adherencia	18
2.3.3.4.2	Porosidad	19
2.3.3.4.3	Dureza	19
2.3.3.4.4	Propiedades Magnéticas	20
3	DESARROLLO EXPERIMENTAL	21
3.1	REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	23
3.2	DISEÑO Y MONTAJE DEL PROCESO	23
3.2.1	Proceso 1: Proceso con Ferritas de Estroncio y de Bario	24
3.2.1.1	Preparación del Baño Electrolítico para el Proceso 1	25
3.2.2	Proceso 2: Proceso con Polvo de Imán de Neodimio	25
3.2.2.1	Preparación del baño Electrolítico para el Proceso 2	26
3.2.3	Adecuación de los Electrodo de Trabajo	26
3.2.3.1	Pulido	27
3.2.3.2	Desengrase	28
3.2.3.3	Decapado	28
3.2.3.4	Secado	28
3.3	PRUEBAS PRELIMINARES	28
3.3.1	Pruebas de Resistencia a la Polarización Lineal (RPL)	29
3.3.2	Pruebas Taffel o de Polarización Electroquímica	30
3.3.3	Evaluación y Selección de las Variables más Influyentes en el Proceso	30

3.3.3.1	SERIE 1: Evaluación de la Densidad de Corriente (J)	31
3.3.3.2	SERIE 2: Evaluación del Potencial Aplicado (Eap)	32
3.3.3.3	SERIES 3 Y 4: Evaluación de la Temperatura (T)	32
3.3.3.4	SERIES 5 Y 6: Evaluación del Tiempo de Proceso (θ)	33
3.3.3.5	SERIE 7: Evaluación de la Distancia entre Electrodo (d)	33
3.3.3.6	SERIES 8 Y 9: Evaluación de la Intensidad del Campo Magnético (B)	33
3.3.3.7	SERIE 10: Evaluación de la Orientación del Campo Magnético (s)	34
3.3.3.8	SERIE 11: Evaluación de la Agitación del Baño Electrolítico	34
3.4	AJUSTE DE LOS PARÁMETROS DE OPERACIÓN DE LA CELDA ELECTROLÍTICA Y CORRIDA DE PRUEBAS	34
3.5	CARACTERIZACIÓN PRIMARIA DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS	35
3.5.1	Apariencia del Recubrimiento	35
3.5.2	Magnetismo	36
3.5.3	Diferencia de Peso en las Probetas	36
3.6	CORRIDAS REPETITIVAS DE PRUEBAS MÁS POSITIVAS	36
3.7	CARACTERIZACION SECUNDARIA DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS	36
3.7.1	Diferencia de Peso en las Probetas	37

3.7.2	Propiedad Magnética	37
3.7.3	Comportamiento a la Corrosión Atmosférica	38
3.7.4	Espesor y Apariencia del Recubrimiento	39
3.7.5	Dureza	39
3.7.6	Caracterización Cualitativa de la Composición del Depósito	39
3.7.7	Adherencia	40
3.8	RESULTADOS Y ANÁLISIS	40
3.9	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	40
4	RESULTADOS Y DISCUSION	41
4.1	Selección de las Variables más Influyentes en la Electrodeposición Magnética en Materiales Conductores	41
4.1.1	Estudio del Comportamiento de la Concentración y el pH en la Formación de Depósitos Magnéticos	41
4.1.2	Estudio del Comportamiento de la Densidad de Corriente en la Formación de Depósitos Magnéticos	47
4.1.3	Estudio del Comportamiento del Voltaje en la Formación de Depósitos Magnéticos	48
4.1.4	Estudio del Comportamiento de la Temperatura en la Formación de Depósitos Magnéticos	48
4.1.5	Estudio del Comportamiento del Tiempo de Proceso en la Formación de Depósitos Magnéticos	49
4.1.6	Estudio del Comportamiento de la Distancia entre Electrodo en la Formación de Depósitos Magnéticos	50

4.1.7	Estudio del Comportamiento de la Intensidad del Campo Magnético Externo en la Formación de Depósitos Magnéticos	50
4.1.8	Estudio del Comportamiento de la Orientación del Campo Magnético Externo en la Formación de Depósitos Magnéticos	50
4.1.9	Estudio del Comportamiento de la Agitación del Baño Electrolítico en la Formación de Depósitos Magnéticos	51
4.2	Resultados del Ajuste de los Parámetros de Operación de la Celda Electrolítica	51
4.3	Resultados de la Caracterización de los Recubrimientos Obtenidos	53
5	CONCLUSIONES	61
6	RECOMENDACIONES	63
7	BIBLIOGRAFÍA	64
	ANEXOS	69
Anexo A	Descripción de Materiales y Reactivos Utilizados en el Montaje y Desarrollo de la Electrodeposición Magnética	69
Anexo B	Técnicas Utilizadas en la Caracterización Cualitativa de la Composición de los Recubrimientos	89
Anexo C	Montajes Realizados para Ensayos de Adherencia Recubrimiento-Metal Base	93
Anexo D	Registro de los Resultados de las Pruebas Preliminares	97

LISTADO DE TABLAS

		Pág.
Tabla 3.1	Variables de entrada para corrida de pruebas RPL y Taffel	30
Tabla 3.2	Serie 1	31
Tabla 3.3	Serie 2	32
Tabla 4.1	Velocidades de corrosión teniendo como medio el electrolito del proceso 1 con pH=0,7	44
Tabla 4.2	Velocidades de corrosión teniendo como medio el electrolito del proceso 2 con pH=0,9	47
Tabla 4.3	Resultados del ajuste de los parámetros de operación de la celda electrolítica empleada en la electrodeposición magnética	52
Tabla 4.4	Propiedades de los recubrimientos obtenidos (promedios)	55
Tabla A1	Composición química del Aluminio	69
Tabla A2	Propiedades físicas del Aluminio	69
Tabla A3	Composición química del Cobre	70
Tabla A4	Propiedades físicas del Cobre	70
Tabla A5	Composición química del Plomo	71
Tabla A6	Propiedades físicas del Plomo	71
Tabla A7	Composición química del Zinc	71
Tabla A8	Propiedades físicas del Zinc	72
Tabla A9	Composición química del Grafito	73

Tabla A10	Propiedades físicas del Grafito	73
Tabla A11	Propiedades físicas del imán de Neodimio	75
Tabla A12	Propiedades magnéticas de imán de Neodimio	76
Tabla A13	Propiedades físicas de las ferritas de Estroncio y de Bario	78
Tabla A14	Propiedades magnéticas de las ferritas de Estroncio y de Bario	78
Tabla D1	SERIE 1: Al	97
Tabla D2	SERIE 1: Cu	97
Tabla D3	SERIE 1: Pb	98
Tabla D4	SERIE 3: Al	98
Tabla D5	SERIE 5: Al	98
Tabla D6	SERIE 7: Al	99
Tabla D7	SERIE 8: Al	99
Tabla D8	SERIE 9: Al	99
Tabla D9	SERIE 10: Al	99
Tabla D10	SERIE 11: Al	99
Tabla D11	SERIE 1: Al	100
Tabla D12	SERIE 1: Cu	100
Tabla D13	SERIE 1: Pb	101
Tabla D14	SERIE 1: Zn	101
Tabla D15	SERIE 3: Al	102
Tabla D16	SERIE 5: Al	102
Tabla D17	SERIE 7: Al	102

Tabla D18	SERIE 8: AI	102
Tabla D19	SERIE 9: AI	102
Tabla D20	SERIE 10: AI	103
Tabla D21	SERIE 11: AI	103

LISTA DE FIGURAS

		Pág.
Figura 2.1	Diagrama de electrodeposición catódica	8
Figura 2.2	Forma general de las curvas de polarización para dos reacciones simultáneas, obtenidas a unas condiciones dadas	12
Figura 3.1	Diagrama de bloques del proceso	21
Figura 3.2	Esquema general del montaje utilizado para la “electrodeposición magnética”	24
Figura 3.3	Forma y dimensiones nominales de los electrodos de trabajo	27
Figura 3.4	Montaje para pruebas de resistencia a la polarización lineal (RPL) y Taffel	29
Figura 3.5	Zonas de referencia para mediciones del campo residual (Br)	37
Figura 4.1	Resistencia de los diferentes substratos a la polarización lineal (RPL) en el electrolito del proceso 1 con pH=0,7	42
Figura 4.2	Polarización electroquímica de los diferentes substratos en el electrolito del proceso 1 con pH=0,7	43

Figura 4.3	Resistencia de los diferentes sustratos a la polarización lineal (RPL) en el electrolito del proceso 2 con pH=0,9	45
Figura 4.4	Polarización electroquímica de los diferentes sustratos en el electrolito del proceso 2 con pH=0,9	46
Figura 4.5	Recubrimientos obtenidos con el proceso 2 para Al, Pb y Cu respectivamente	52
Figura 4.6	Microfotografía de los recubrimientos analizados (200 aumentos)	53
Figura 4.7	Microfotografías de la sección transversal de los recubrimientos	54
Figura 4.8	Orientación del campo Br presente en los recubrimientos obtenidos por los procesos 1 y 2	56
Figura 4.9	Caracterización química por difracción de rayos-x	57
Figura 4.10	Difractogramas para un recubrimiento del proceso 2 en Al como sustrato y para la aleación $Nd_2Fe_{14}B$	58
Figura 4.11	Espectrogramas obtenidos por LIBS para un recubrimiento del proceso 2 en Al como sustrato y para la aleación $Nd_2Fe_{14}B$	59
Figura 4.12	Recubrimiento obtenido en el proceso 2 e imán de $Nd_2Fe_{14}B$ expuestos a condiciones atmosféricas durante 30 días	60
Figura A1	Sustratos metálicos	69
Figura A2	Ánodos de Grafito	72

Figura A3	Imanes de Neodimio-Hierro-Boro sinterizados	73
Figura A4	Estructura de celda unitaria	74
Figura A5	Estructura cristalina tetragonal de la aleación sinterizada	75
Figura A6	Ferritas de Estroncio y Bario	77
Figura A7	Esquema del proceso de obtención ferritas duras	79
Figura A8	Imanes permanentes	81
Figura A9	Esquema de los dominios en una sustancia magnetizada y un imán	83
Figura A10	Líneas de campo magnético	84
Figura A11	Montaje del proceso de electrodeposición magnética	86
Figura B1	Esquema general del montaje utilizado en los ensayos de LIBS	91
Figura C1	Montaje A: Ensayo de adherencia recubrimiento-metal base aplicando la fuerza a 90°	93
Figura C2	Montaje B: Ensayo de adherencia recubrimiento-metal base aplicando la fuerza a 180°	95

RESUMEN

TITULO: ELECTRODEPOSICIÓN MAGNÉTICA EN MATERIALES CONDUCTORES*

AUTORES: Laura Andrea Curubo Mantilla
Víctor Javier Gómez Meza**

Palabras clave: Electrodepósitos, magnetismo, inducción remanente, remanencia, electrodeposición de aleaciones, ferritas, aleación Neodimio-Hierro-Boro.

DESCRIPCIÓN

Se plantea, diseña y desarrolla una nueva técnica para generar inducción remanente en conductores metálicos no magnéticos mediante electrorecubrimientos con características magnéticas, obtenidos a partir de dos procesos análogos y alternos que emplean diferentes materias primas disueltas en solución acuosa de HCl: Ferritas de bario y de estroncio en el proceso 1 y polvo de la aleación $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ en el proceso 2; como sustratos se utilizaron probetas de aluminio AA 1100, cobre C 11000 y plomo y zinc comerciales, previamente tratadas.

Se realizaron pruebas para establecer la influencia en la electrodeposición magnética de variables como la densidad de corriente, el voltaje, la concentración del electrolito, la temperatura, la agitación, el tiempo del proceso, la distancia entre electrodos y la intensidad y orientación de un campo magnético externo; con estas pruebas también se encontraron para cada proceso, valores o intervalos de operación que posteriormente fueron ajustados para producir los mejores depósitos en cada sustrato, de acuerdo con criterios preestablecidos.

Finalmente, los recubrimientos obtenidos por los dos procesos son caracterizados mediante diferentes ensayos basados en estándares actuales, con el fin de visualizar posibilidades de usos potenciales de estos materiales en aplicaciones tecnológicas e industriales.

* Trabajo de Grado.

** Facultad de Ingenierías Físico-Químicas, Escuela de Ingeniería Química, Ph D.
Ramiro Salazar.

ABSTRACT

TITLE: MAGNETIC ELECTRODEPOSITION ON CONDUCTOR MATERIALS*

AUTHORS: Laura Andrea Curubo Mantilla
V́ctor Javier G3mez Meza**

Key words: Electrodeposits, magnetism, remnant induction, remanence, electrodeposition of alloys, ferrites, Neodymium-Iron-Boron alloy.

DESCRIPTION

On basis of planning, designing and developing a new technique to generate remnant induction on nonmagnetic metallic conductors through electro re-covers with magnetic characteristics, which were gotten by two analogous and altern processes, they employ different primary dissolving substances into aqueous solution of HCl: Barium and strontium ferrites for process 1 and powder of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ alloy in process 2; the pieces of aluminium AA 1100, copper C 11000 and commercial lead and zinc previously worked, were used as substratum.

They were carried out tests to establish the influence on magnetic electrodeposition about variables such as current density, voltage, concentration of electrolyte, temperature, agitation, operating time, distance among electrodes and the intensity and orientation of external magnetic field; also, with these tests were found to each process, value or operating intervals which were later fit to produce the best deposits on each substratum, take into account pre-established criterions.

As a review, the re-covers obtained by two processes are characterized through different trials which are focus from actual standards, with the objective to visualize some possibilities by potential uses of these materials in technological and industrial applications.

* Degree work

** Faculty of Physical-Chemical Engineering, School of Chemical Engineering, Ph D.
Ramiro Salazar

1. INTRODUCCIÓN

Actualmente, las técnicas para adicionar la propiedad magnética a un material conductor se han limitado a la inducción magnética y al recubrimiento con pinturas magnéticas; cuando las condiciones de trabajo lo permiten, al mezclado homogéneo entre materiales magnéticos y no magnéticos. Dichos procedimientos aunque son de fácil aplicación y en ocasiones económicos, presentan limitaciones. Por ejemplo, en la inducción magnética el campo resultante sobre la pieza de trabajo será evidente mientras esta se encuentre sometida a la acción del campo externo, y en su posterior ausencia, irá disminuyendo con el tiempo. En los recubrimientos con pinturas magnéticas la duración del campo magnético resultante no es tan restringida como en la inducción, sin embargo, la intensidad en la propiedad magnética que puede lograrse mediante esta técnica es relativamente débil. A esto se suma la fragilidad y poca uniformidad del recubrimiento, el difícil acceso a estas pinturas y los altos costos.

De forma más avanzada se están investigando las propiedades de la aleación de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ como película de crecimiento sobre sustratos de silicona, mediante la técnica PLD (deposición por láser pulsado), bajo la influencia de un campo magnético externo perpendicular al sustrato ^[40], además de un estudio publicado sobre electrodeposición magnética de Ferritas de Estroncio y Bario en sustratos de aluminio ^[23].

En el presente trabajo se propone una nueva técnica llamada ELECTRODEPOSICIÓN MAGNÉTICA como una alternativa para adicionar la propiedad magnética a los materiales conductores que carecen de ella. Se espera que las piezas recubiertas presenten mejores resultados como:

- ⊕ Durabilidad permanente de la propiedad magnética
- ⊕ Mayor intensidad y constancia del campo resultante
- ⊕ Aumento en la resistencia mecánica
- ⊕ Optimización del material de recubrimiento
- ⊕ Uniformidad del recubrimiento
- ⊕ Mayores posibilidades para aplicaciones industriales y tecnológicas

Para lograr estos resultados, se utilizan como recubrimientos electrolíticos dos materiales diferentes y en procesos separados. En el primer proceso, las piezas conductoras no magnéticas se recubren electrolíticamente con ferritas de bario y de estroncio empleando procedimientos de electrodeposición catódica en presencia de un campo magnético externo, variando parámetros como la caracterización del sustrato, la densidad de corriente, la distancia entre electrodos, el tiempo de deposición, la intensidad y orientación del campo magnético externo, la concentración de las especies en el electrolito y la temperatura del baño electrolítico. El segundo proceso es análogo al primero, pero el material empleado como recubrimiento electrolítico es polvo de imán de neodimio.

Con la manipulación de estas variables, se determina su incidencia en la ELECTRODEPOSICIÓN MAGNÉTICA y se ajustan los valores que permiten obtener los máximos espesores posibles de recubrimiento y las mejores caracterizaciones de los mismos.

Así, este estudio ofrece la posibilidad de implementar una técnica viable para la adición de la propiedad magnética por medio de recubrimientos magnéticos que ofrezcan mejores propiedades a las ofrecidas por las técnicas hasta hoy desarrolladas.

2. CONCEPTOS TEÓRICOS

El estudio del proceso de “electrodeposición magnética en materiales conductores” involucra en primera instancia la fundamentación en los principios de electrólisis, termodinámica y cinética de las reacciones electroquímicas; las bases conceptuales necesarias que soportan y explican los principales fenómenos que se suceden en el proceso de electrodeposición de aleaciones y la influencia de las variables sobre el proceso; por último se presenta la caracterización de los depósitos metálicos.

2.1 GENERALIDADES

La electroquímica es la rama de la química que comprende el diseño, caracterización y operación de los aparatos y procesos en los que se produce interconversión de energía química y eléctrica ^[16]. Los procesos electroquímicos son reacciones redox en las cuales la energía liberada por una reacción espontánea se convierte en electricidad (par galvánico) o la energía eléctrica se aprovecha para provocar una reacción química no espontánea (electrólisis). La electrodeposición es una técnica que se emplea frecuentemente electroquímica para el recubrimiento de materiales conductores.

2.2 ELECTROLISIS ^[36]

Es un fenómeno interfacial que presenta la transformación química no espontánea de las sustancias inmersas en un electrolito al aplicarse una diferencia de potencial. Estos cambios son inducidos en los conductores electrónicos y, la conversión de una sustancia en otra (Ej. electrólisis de NaCl fundido) ocurre en el conductor iónico (electrolito); el nexo entre ambos conductores es la reacción electroquímica, la cual permite que los portadores

de carga electrónicos se transformen en iónicos y el circuito se pueda cerrar a través de esa reacción. Todas las transformaciones químicas implican ganancia o pérdida de electrones y por lo tanto un apartamiento de las condiciones de equilibrio originándose un flujo de corriente distinta de cero. El resultado para la celda de electrólisis es de dos reacciones, una de electro oxidación y una de electro reducción, las cuales mantienen la neutralidad eléctrica en el circuito global.

El electrodo de polaridad positiva dentro de la solución electrolítica, es decir, el que se conecta al positivo de la fuente generadora de corriente eléctrica, se conoce como ánodo, mientras que el electrodo que se conecta al polo negativo de la fuente generadora de electricidad, se denomina cátodo.

2.2.1 Polarización ^[15]

Al iniciar la electrólisis, la concentración de los iones metálicos varía muy rápido durante su transcurso. En el ánodo tiene lugar un aumento permanente de la concentración, por tanto un desplazamiento del potencial del metal hacia valores mas nobles, mientras que en el cátodo, como consecuencia del deposito metálico y de la menor concentración, el potencial del metal varia hacia valores negativos; si se interrumpe brevemente el paso de la corriente, el medidor de tensión dará a conocer el desarrollo de un elemento galvánico de concentración. La corriente de los elementos galvánicos se dirige constantemente contra la corriente exterior aplicada y se opone al proceso electrolítico producido por la tensión. Las materias que la corriente ha producido tratan de volver a su estado inicial. Para vencer este esfuerzo se requiere emplear energía química cuya tensión correspondiente es lo que se conoce como polarización. Es de naturaleza reversible para el caso de polarización por concentración e irreversible para polarización química. La polarización por concentración ^[14] es la diferencia de concentración catiónica, debida al empobrecimiento localizado de cationes por la velocidad insuficiente de acceso de los cationes desde la solución a la

interfase catódica. Esta diferencia provoca una transferencia de masa activa por difusión que actúa junto con la migración debida al campo eléctrico aplicado entre ánodo y cátodo. Para compensar estas limitaciones es necesario un suplemento de tensión sobre el potencial reversible denominado sobrepotencial de concentración.

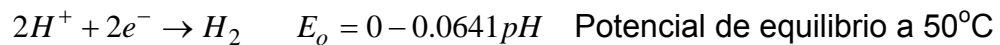
La polarización no tiene un valor constante durante la electrólisis, sino varia con la temperatura, tiempo, intensidad de corriente, etc. La polarización aumenta tanto como la densidad de corriente se eleve, entonces será mas intensa en los puntos en los que la densidad de corriente sea mayor como en las esquinas, bordes y resaltes de las piezas; las fuertes polarizaciones que se producen en estos puntos de deben a la mayor dificultad con que la corriente llega a ellos.

2.2.2 Sobrepotencial de electrodos ^[14]

Durante la electrodeposición, y debido al paso de corriente, aparecen otros fenómenos cinéticos sobre el electrodo y en la doble capa que polarizan al electrodo, haciendo necesaria la aplicación de un sobrepotencial elevado para mantener la intensidad en el valor deseado. De esta forma, se denomina sobretensión al exceso de potencial que es necesario aplicar para que una reacción electroquímica proceda activamente sobre un determinado electrodo por encima o por debajo del potencial de equilibrio reversible de la reacción (ASTM B 374). Este sobrepotencial representa la polarización asociada con la descarga de iones sobre el electrodo. El valor del sobrepotencial depende tanto de la reacción electroquímica considerada, como de la naturaleza y características del electrodo sobre el que se produce la reacción, cualificándose su valor a partir de las curvas de polarización.

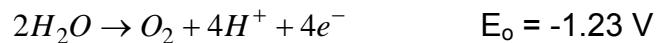
2.2.2.1 *Sobrepotencial de hidrógeno.* En una disolución acuosa de un solo metal se deposita también hidrógeno cuando se sobrepasa la densidad de corriente límite para la deposición del metal; pero el hidrógeno también se

deposita con corrientes inferiores a la limite, si su potencial en la disolución es menor o igual a la tensión de descomposición del metal a depositar ^[5]. La reacción de reducción de iones hidrógeno en el cátodo en los electrolitos acuosos es la causa mas frecuente de la reducción de la eficiencia catódica posiblemente dando lugar a la fragilización de las piezas electrodepositadas ^[14]:



Los potenciales de reducción observados son más negativos que E_o dependiendo de la densidad de corriente, el pH, la naturaleza y estado superficial del electrodo sobre el que se produce la reacción, la temperatura y el tiempo de electrodeposición.

2.2.2.2 *Sobrepotencial de oxígeno* ^[14]. Cuando se emplean ánodos insolubles en la celda de electrodeposición, la reacción básica anódica no incluye la disolución del metal, sino el desprendimiento de oxígeno.



2.3 ELECTRODEPOSICIÓN

Es un proceso que involucra el paso de corriente a través de una celda, la cual contiene un medio conductor bajo condiciones tales que el recubrimiento se depositará en uno de los electrodos. En estos electrodos por el paso de corriente se producen fenómenos electroquímicos, de reducción en el cátodo y de oxidación en el ánodo; en los metales la oxidación y la reducción van siempre unidas a una variación de la valencia o del número de electrones-valencia libres ^[15]. La pieza a ser recubierta es colocada dentro de un baño conductor y con la aplicación de un potencial, se deposita una película sobre su superficie. La película comenzará a depositarse en la sección del electrodo más cercana al electrodo de polaridad opuesta. Si la capa formada

ofrece una resistencia eléctrica mas alta que el substrato, la corriente buscará la menor resistencia y la electrodeposición se llevará a cabo en las áreas todavía no recubiertas, hasta que la superficie entera del substrato sea recubierta ^[20].

El proceso de electrodeposición es muy importante en la industria de los recubrimientos por ofrecer ventajas sobre los procedimientos convencionales. Algunas de ellas son: mayor aprovechamiento de las materias primas, alta eficiencia energética, obtención de películas delgadas, uniformes y resistentes eléctricamente, mejor protección contra la corrosión, alto poder de penetración, mejor adaptabilidad para la automatización y altos niveles de recubrimiento ^[16].

Existen varios tipos de electrodeposición, siendo los más destacados el anódico y el catódico. Estos se llevan a cabo en tres etapas: Primero, formación de la capa límite. Una vez formada, el crecimiento de la película depende del número de equivalentes electroquímicos requeridos para neutralizar los grupos de iones solubilizantes, del voltaje y de las características de la conducción de la capa; por último, la finalización del crecimiento que ocurre cuando la corriente que pasa a través del baño es cercana a cero debido al aislamiento progresivo que ocasiona el recubrimiento en la pieza.

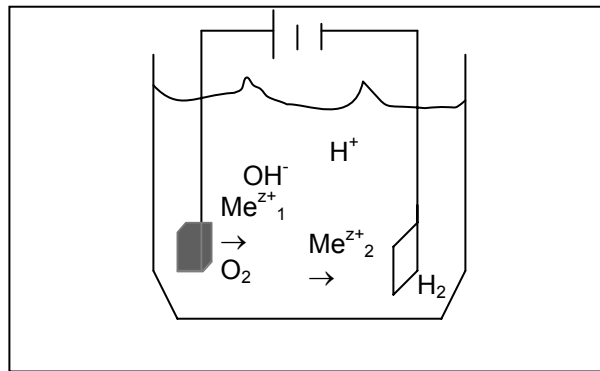
Los parámetros de estudio en un proceso de electrodeposición son generalmente: voltaje, densidad de corriente, distancia entre electrodos, tiempo, temperatura, agitación, pH, tipo de celda, tipo de substrato y concentración de especies activas ^[20].

2.3.1 Electrodeposición Catódica

En este tipo de electrodeposición la pieza de trabajo es el cátodo y las partículas deben llevar carga positiva; en general, los grupos catiónicos provienen de la disolución intrínseca del ánodo, o, por la disolución previa en

el electrolito. Muchos investigadores afirman que no hay disolución del sustrato durante la electrodeposición catódica, sin embargo, Murphy y Anderson ^[20] demostraron que la disolución sí ocurre pero en una proporción mucho menor que en la anódica. La figura 2.1 presenta un esquema del proceso de electrodeposición catódica.

Figura 2.1 Diagrama de electrodeposición catódica



Por la naturaleza de los fenómenos electroquímicos la tensión es la medida característica de la sustancia, mientras que la cantidad de corriente solo regula la amplitud de la descomposición. Por lo tanto el trabajo necesario para una electrolisis esta definido por la tensión. Cuando esta no alcanza el valor mínimo necesario para un determinado proceso electroquímico, este no puede realizarse; pero si posiblemente para el cual, la tensión disponible sea adecuada. Esta circunstancia es muy importante, especialmente para la deposición simultánea de varios elementos como en las aleaciones o metal e hidrógeno. Además la corriente debe poner en movimiento la cantidad de iones necesarios del proceso que se trate y vencer la resistencia que se opone al movimiento de estos.

2.3.2 Electrodeposición Magnética

En este trabajo, la electrodeposición magnética se plantea como una nueva técnica para adicionar la propiedad magnética a los materiales conductores

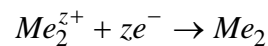
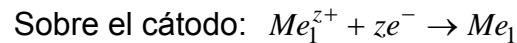
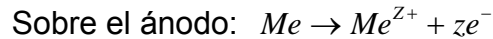
que no la poseen. Al igual que la electrodeposición convencional, la electrodeposición magnética se fundamenta en la migración de especies cargadas eléctricamente en solución hacia su respectivo electrodo, debido a la acción del campo eléctrico originado en los electrodos al ser aplicada una corriente entre ellos, pero a diferencia de esta, tiene la acción ejercida por el campo magnético del imán de Neodimio ubicado dentro del montaje de la celda y por la naturaleza del material magnético disuelto en el electrolito. Estos dos últimos aspectos contribuirán tanto a la migración de las especies (cargadas eléctricamente) en solución hacia su respectivo electrodo, como a la inducción magnética del material que se va depositando sobre la pieza a recubrir.

2.3.3 Electrodeposición de aleaciones^[14]

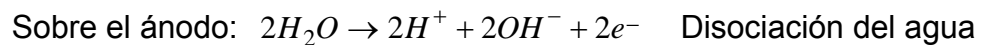
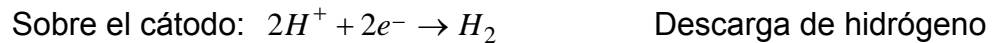
La electrodeposición de aleaciones supone la deposición electroquímica simultánea de dos o más metales sobre un mismo cátodo, a partir de una solución electrolítica que contiene a sus iones. La electrodeposición de aleaciones esta poco extendida, aunque muestran un firme avance; la obtención de nuevas posibilidades de aplicación en la técnica depende de una exacta investigación de las relaciones, a menudo complicadas, de los depósitos galvánicos de ciertas aleaciones^[15]. La escasa difusión de los depósitos de aleaciones se debe a las grandes dificultades para establecer las condiciones de funcionamiento de los baños, así como la estabilidad de la composición constante del baño y de los depósitos galvánicos; esta claro que si para los recubrimientos de un solo metal las dificultades ya existen, estas serán mucho mayores cuando se trate de depositar simultáneamente dos, pero siempre y cuando se disponga de instrucciones correctas de trabajo, establecidas con los resultados de series repetidas de experiencias y seguidas con exactitud, las dificultades ofrecidas serán menores.

Las reacciones básicas en los electrodos en el caso de la electrodeposición de aleaciones son^[14]:

➤ Reacciones primarias



En los electrolitos acuosos, la presencia de agua posibilita la existencia de otras reacciones, cuya naturaleza depende del pH de la solución. En baños ácidos son posibles las reacciones siguientes:



➤ Reacciones Secundarias

Además de las reacciones simples que se acaban de indicar, pueden producirse otras, denominadas secundarias, bien sobre los electrodos o en el seno de la solución. Este es el caso de la formación de hidróxidos sobre el cátodo, por reacción de los cationes presentes con los iones OH^{-} liberados por la descarga de hidrógeno, o la formación sobre el ánodo de ácido hipocloroso en baño de cloruros, por reacción del cloro desprendido con el agua.

Cuando se aplica una diferencia de potencial suficiente entre el ánodo y el cátodo, los iones de los dos o más metales disueltos en el baño se descargan sobre el cátodo, paralelamente con los átomos del metal que conforman el ánodo que se disuelve, obteniéndose el depósito electrolítico de forma que el proceso puede continuar indefinidamente hasta conseguir un depósito de espesor deseado.

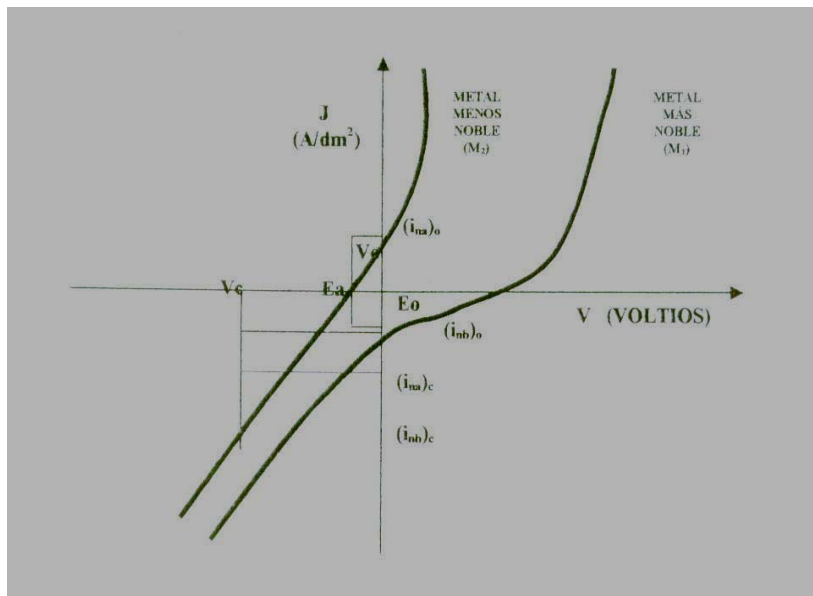
2.3.3.1 Composición de la aleación electrodepositada^[14]

La velocidad con que se deposita un metal sobre la superficie de un electrodo depende de la cinética de reacción, descrita por la curva de polarización del electrodo, para unas condiciones dadas de composición del baño, temperatura, potencial de electrodo y naturaleza del mismo. Cuando se depositan simultáneamente dos o más metales, la composición de la aleación esta controlada básicamente por tres fenómenos: a) cinética de electrodos, b) distribución de potencial sobre el cátodo y c) transferencia de masa a través de la doble capa. La actuación e importancia relativa de cada uno de estos depende de la composición de la solución, geometría de la celda, condiciones de flujo y densidad de corriente empleada. Si se asume que el potencial es uniforme sobre toda la superficie del electrodo y que la composición del baño, tanto en el seno de la solución como en la capa de difusión, son así mismo uniformes, la codeposición puede estudiarse a partir de las cinéticas de las reacciones de reducción individuales, definidas por sus curvas de polarización características.

Los depósitos de aleaciones no consisten solo en una mezcla de ambos metales, sino en disoluciones efectivas o combinaciones. Sin embargo son heterogéneas, los iones metálicos están dispuestos sin orden, en la red de sus sistemas cristalinos, ya que a bajas temperaturas no son tan movibles en el cristal para poder ordenarse uniformemente en los espacios de red.

Estudiando la codeposición de dos metales M_1 y M_2 , que se van a depositar sobre un cátodo a potencial uniforme E , asumiendo que las curvas de polarización de cada uno de los metales presentan la forma expuesta en la figura 2.2, el potencial E del cátodo se determina respecto de un electrodo de referencia próximo a la interfase catódica, de forma que las variaciones en la masa de la solución no afecten a la medida. La curva (M_1) representa el comportamiento del metal más noble y la curva (M_2) del metal menos noble^[6].

Figura 2.2. Forma general de las curvas de polarización para dos reacciones simultaneas, obtenidas para unas condiciones dadas.



La deposición simultanea de los dos metales sobre el cátodo cuyo potencial es E , implica necesariamente la igualdad:

$$E = E_1 = E_2$$

Sobre la misma figura 2.2 se indican las distintas situaciones que pueden darse, dependiendo del potencial del cátodo:

- Para valores de E más positivos que $E_{1,e}$ no se deposita ninguno de los metales.
- Para los valores de E comprendidos entre $E_{2,e}$ y $E_{1,e}$ se produce únicamente la Electrodeposición del metal más noble M_1 .
- Únicamente para los valores de E más negativos que el potencial de equilibrio del metal menos noble se produce deposición simultánea, que se conoce como codeposición normal. En condiciones de electrodeposición normal, el depósito obtenido es generalmente más rico en el metal más noble.

2.3.3.2 Estructura de los depósitos metálicos

La estructura de un depósito metálico monofásico puede juzgarse por el tamaño de sus granos, clase de cristales, orientación y grado de uniformidad. El ión metálico disuelto, hidratado, debe, en primer lugar transportarse a la superficie del cátodo, descargarse después de la toma de electrones y llevarse al estado de metal sólido. Como cada metal está constituido por innumerables cristales de tamaño pequeñísimo, los depósitos metálicos están formados también por cristales microscópicos. Para los depósitos metálicos la velocidad de formación de los cristales y la velocidad de crecimiento de los mismos son aspectos decisivos: cuanto más grande sea la velocidad de formación, mayor será el número de cristales individuales; si la velocidad de crecimiento de los cristales es grande, estos crecerán rápidamente ^[5]. Para obtener un recubrimiento de grano fino son necesarias una alta velocidad de formación de gérmenes y una baja velocidad de crecimiento de los cristales; se presenta un grano más fino en concentraciones reducidas de iones metálicos por el aumento de la polarización en el cátodo. La uniformidad, porosidad, adherencia, brillo y resistencia a la corrosión para el uso práctico del recubrimiento metálico ^[15], están fuertemente influenciados por la estructura final del depósito, así como por la estructura, tamaño y disposición de los cristales individuales.

Según investigaciones realizadas por G. I. Fink, H Wilman y L. Yang ^[8] sobre el crecimiento cristalino del metal en el cátodo, se desarrolla en tres etapas y esta influido por el substrato o condiciones externas de los depósitos y por el baño. En la primera etapa predomina el influjo de orientación del metal base, la segunda etapa es transitoria y en la tercera se produce el cristal propiamente dicho, dominado por las condiciones del baño.

2.3.3.3 Influencia de las variables del proceso

Estas variables están relacionadas por el efecto que ejercen sobre el carácter del recubrimiento electrodepositado, de manera tal que si una de ellas se modifica, puede ser necesario modificar las otras. En la práctica real, la electrodeposición sobre superficies metálicas no es tan sencilla ya que el carácter del depósito y, por tanto, su utilidad como recubrimiento varía dentro de límites muy amplios de acuerdo con las condiciones del proceso.

2.3.3.3.1 *Densidad de corriente.* La densidad de corriente ejerce un claro influjo sobre la composición de los depósitos de aleaciones; con densidad creciente se deposita el metal menos noble, en gran cantidad. La influencia de la densidad de corriente es muy intensa en las combinaciones sencillas de metal, intensa en los complejos y mínima en aquellos baños en los cuales ambos metales se encuentran unidos a complejos de diversas clases. La densidad de corriente límite en los baños con dos iones metálicos diferentes se establece por el metal más noble. El efecto de la intensidad de corriente es a su vez es disminuido por factores como la agitación; una fuerte agitación disminuye el espesor de la película catódica, facilitando la aportación de los iones metálicos, compensando de esta manera en parte el efecto de la densidad de corriente creciente y el deposito del metal mas noble que resulta favorecido. Si se sobrepasa la densidad de corriente la coherencia de los cristales se debilita, también pueden producirse recubrimientos esponjosos en las puntas por la mayor densidad que domina, resultando en un

recubrimiento quemado; si se sobrepasa la densidad de corriente límite, se obtienen recubrimientos ásperos y dendríticos, con muy altas densidades de corriente y bajas concentraciones de metal, se obtiene este finamente pulverizado. Las estructuras de grano fino se ven favorecidas con todas aquellas influencias que aumentan la diferencia de potencial entre la disolución y el cátodo como un aumento en la polarización catódica o la reducción de la concentración de los iones metálicos ^[5].

2.3.3.3.2 *Temperatura.* La temperatura creciente ejerce el mismo efecto que la agitación y un incremento en la intensidad de corriente, es decir, un aumento en la cantidad depositada de metal más noble; una elevación de temperatura actúa, generalmente, sobre los metales más nobles polarizables, despolinizándolos de un modo más intenso que a los menos nobles, pero también puede producir el efecto contrario. En los depósitos obtenidos por vía electrolítica, la temperatura del baño está por debajo de los 100°C por lo que es difícil, conseguir una aleación. La temperatura elevada hace a los recubrimientos de grano grueso débiles y poco adherentes pero reducen la viscosidad de la disolución, la absorción de hidrógeno y la formación de fallas, al desviar sus burbujas, además de facilitar la difusión y evitar la formación de grumos ^[5]. Su efecto es menor que el ejercido por la densidad de corriente.

2.3.3.3.3 *Composición del electrolito.* En la electrodeposición de aleaciones se presenta el inconveniente de producir una composición uniforme del depósito catódico y una solubilidad permanentemente constante del ánodo para que el rendimiento electrolítico sea igual al del cátodo. La composición de las aleaciones depende, ante todo, de las relaciones de actividad de los iones metálicos en la película catódica y de la amplitud de su movimiento en esta película; la mayoría de los metales no presentan solo una clase de iones, sino que están unidos a diferentes aniones, por lo que el conocimiento

del comportamiento del baño se dificulta aun más. Sin embargo, la concentración de las sales metálicas en los baños de aleación no es, en general muy diferente de la de los baños de la misma clase de metales simples. El problema de mantener constante la composición del baño se debe a que al variar esta, varía la composición de la aleación. Si el rendimiento electrolítico del cátodo es distinto al del ánodo, forzosamente ha de variar la composición y concentración del electrolito. Para que permanezcan constantes es preciso, emplear ánodos solubles, y que estos se disuelvan con la misma velocidad con que se deposita la aleación en el cátodo. Los ánodos para depósitos electrolíticos de aleaciones pueden estar formados por la aleación de los metales o por ánodos separados de cada metal. Este camino debe seguirse cuando entre los potenciales de ambos metales existe gran diferencia, es decir, la solubilidad de ambos ánodos metálicos pueda influenciarse con mayor o menor intensidad por la densidad de la corriente. Cuando se utilizan aleaciones como ánodos, si la aleación presenta estructura heterogénea, existe el peligro de una disolución externa de los componentes menos nobles. Las aleaciones que se comportan mas favorablemente son las homogéneas con una sola fase, pero también pueden aparecer diferencias de solubilidad de los componentes; como también la densidad de corriente, la temperatura, la agitación, la presencia de determinadas sustancias en los electrolitos y el pH influyen de diversos modos en el comportamiento de los ánodos de aleaciones respecto a la solubilidad de sus componentes, no es fácil encontrar la clase de ánodos susceptibles de utilización.

2.3.3.3.4 *pH*. En los baños fuertemente ácidos no tiene importancia esencial, cuanto mas bajo sea el pH del baño, mayor es la concentración de iones hidrógeno en la capa límite del cátodo. En disoluciones fuertemente ácidas la tendencia a formar combinaciones básicas oxidantes en la película catódica disminuye notablemente, por lo que los depósitos son puros y

presentan pocas inclusiones de óxidos que lo endurezcan. Los depósitos obtenidos en baños ácidos son, en general más blandos que los de las soluciones alcalinas; además en los baños ácidos pueden emplearse elevadas densidades de corriente sin sacrificar el aspecto externo del recubrimiento, aunque con rendimientos electrolíticos catódicos reducidos.

2.3.3.3.5 Agitación del baño. Facilita la difusión de los iones metálicos a través de la película catódica utilizando altas densidades de corriente sin que perturbe el aspecto exterior del depósito. La agitación del baño es relativa al movimiento rotatorio, vertical u horizontal del cátodo, aunque este último, favorece esta difusión en menor grado que con agitación del baño. La idea de la agitación es mantener la diferencia de concentración en el baño y, en la proximidad del cátodo la mayor concentración de iones metálicos. Su ventaja además de trabajar con altas densidades de corriente, es obtener una mejora importante en la uniformidad del recubrimiento pero como desventaja, la disminución de la polarización.

2.3.3.3.6 Distancia entre electrodos. La deposición de recubrimientos de espesor uniforme depende también de la propia disposición y espacio adecuado de las piezas de trabajo con respecto a los ánodos. La superficie de la pieza a recubrir que se encuentre más cercana al ánodo, recibirá un depósito algo más espeso que aquella que se encuentre más alejada. Este fenómeno se hace más notable y menos favorable entre más irregular sea la pieza.

2.3.3.3.7 Calidad de la superficie. El influjo de la intensidad y distribución del campo eléctrico, de la red cristalina y de la distancia interatómica del metal base sobre la formación y desarrollo de los cristales es discutido por R. Piontelli ^[22]. Un aspecto notable es el estado más o menos áspero de la superficie del substrato; solo es posible obtener recubrimientos lisos y pulidos sobre superficies en iguales condiciones. En la mayoría de los casos el

depósito metálico copia la estructura del metal base. Según A. W. Hothersall^[11], se debe considerar la calidad, el estado y la preparación de la superficie del metal base, así como sus procedimientos de fabricación.

Con respecto al espesor de recubrimientos metálicos delgados, la calidad y estado del sustrato afecta en menor grado a medida que el recubrimiento crece. La aspereza también denota la porosidad del recubrimiento y diferencias de espesor en los distintos puntos de su superficie, que serán mayores en la medida en que el metal base sea áspero; esto provoca mayores tensiones internas e impurezas químicas que en el caso de superficies metálicas lisas.

2.3.3.4 Propiedades de los depósitos de aleaciones

Entre las propiedades más importantes de los recubrimientos metálicos se presentan, la adherencia, la porosidad, la dureza y algunas propiedades magnéticas.

2.3.3.4.1 *Adherencia.* El mecanismo de la adherencia en los depósitos metálicos reside en la acción de las fuerzas atómicas. La mejor adherencia se consigue cuando la estructura cristalina del metal base continúa en el recubrimiento, lo cual es posible tanto para metales iguales, como para diferentes. En las primeras fases del depósito metálico, el metal depositado continúa la estructura del metal base, pero con temperaturas elevadas, grandes intensidad de corriente y espesores de recubrimiento crecientes, pasan los cristales de la superficie a una estructura filamentosa; en este cambio, según G. A. Homes y M. Maquestian^[10], es donde reside la buena adherencia de los depósitos electrolíticos. La adherencia también se ve influenciada por las películas de óxido y la microestructura del sustrato; además es importante la existencia de centros activos ya que la presencia de capas no cristalinas del sustrato, favorece la obtención de deposiciones con

tensiones internas y mala adherencia. La investigación sobre adherencia de recubrimientos metálicos no ha encontrado un método cuantitativo satisfactorio para determinarla.

2.3.3.4.2 *Porosidad.* Los poros del sustrato son aquellos puntos en donde no se deposita el metal. En los depósitos de metales no nobles, la porosidad de los recubrimientos es menos peligrosa, ya que se forma un elemento galvánico local en el que el más noble hace las veces de cátodo, mientras no se formen óxidos sobre el más activo que lo aislen; en los depósitos de metales nobles, ese elemento galvánico formado en los poros está constituido por el metal base que actúa como ánodo soluble, y cuya disolución se acelera por la existencia del recubrimiento metálico. Según U. R. Evans y S. C. Shone ^[6], en los recubrimientos metálicos, los poros verdaderos son formados a causa de los vacíos existentes en la estructura cristalina, teniendo gran influencia, el espesor sobre el número de poros. Los baños con una relación elevada de sobretensión catódica por densidad de corriente, producen recubrimientos con menos poros. La formación de grandes poros facilita el ataque selectivo a los puntos débiles y por lo tanto, menor resistencia a la corrosión intensa.

2.3.3.4.3 *Dureza.* La práctica ha demostrado que la resistencia a acciones mecánicas como plegaduras, uso diario, rozamiento, erosión, etc., puede ser medida de acuerdo a su dureza, y en parte a su elasticidad, porque un aumento de estas propiedades, influye intensamente en la separación mecánica de las partículas de la superficie. La dureza es una propiedad física, fácil de determinar por medio de los procedimientos de Vickers, Rockwell, Brinell, entre otros. La dureza de los recubrimientos delgados mide la dureza del sustrato, ya que por su delgadez, son fácilmente deformables; la mejor manera de determinarla es por el rayado, en donde la anchura de la raya sobre el recubrimiento hecha por un diamante, bajo una carga y velocidad determinada, es medida por un microscopio e indica su grado de

dureza; en los metales duros se obtiene una raya estrecha y en los blandos, mas ancha. La dureza varia dependiendo de las condiciones de deposición en la electrólisis, como la densidad de corriente, para la cual, aumenta; una estructura de grano cristalino fino aumenta la dureza del recubrimiento.

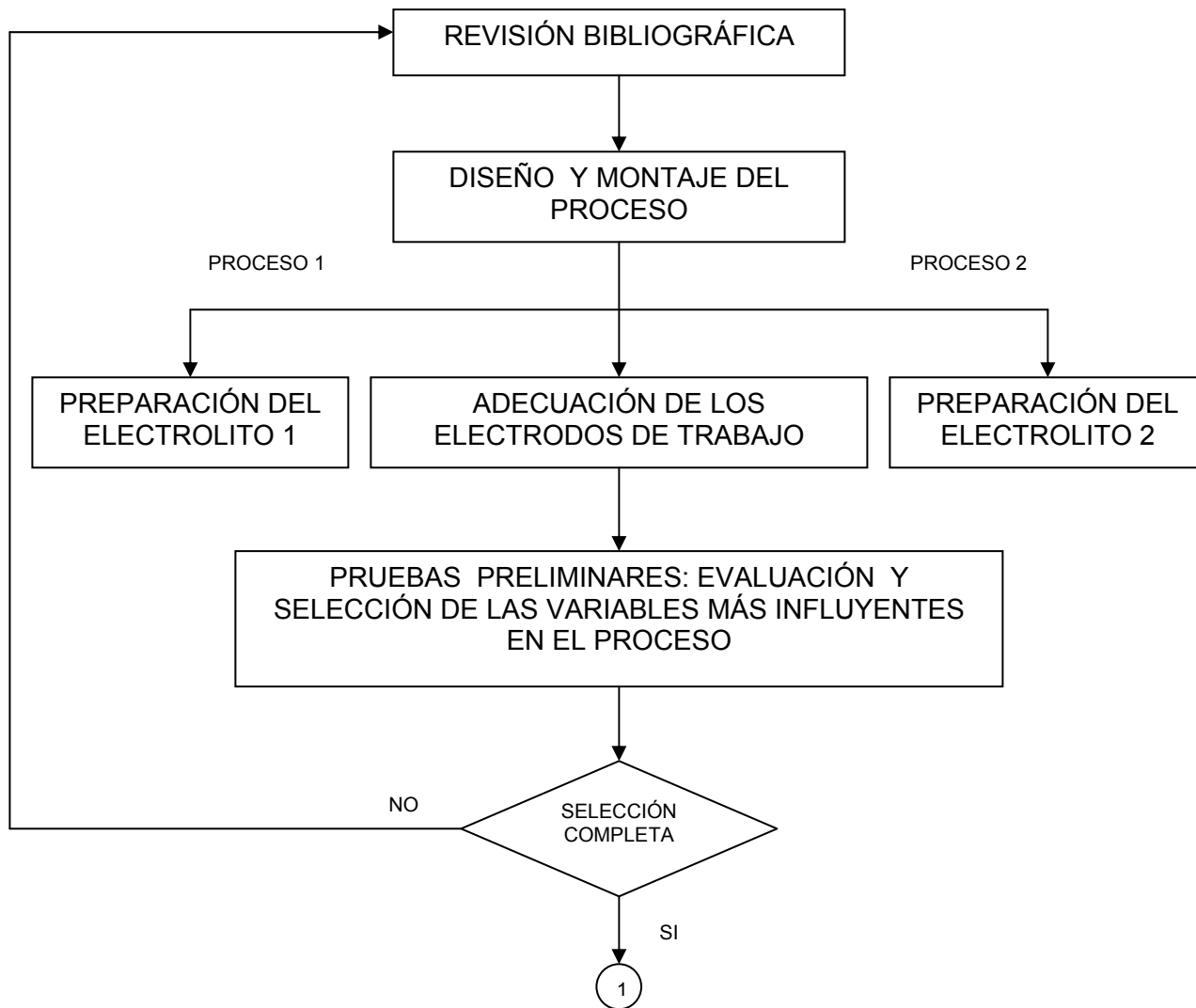
2.3.3.4.4 *Propiedades magnéticas* ^[5]. Las propiedades magnéticas de más importancia en la aplicación de materiales ferromagnéticos son: permeabilidad máxima, fuerza coercitiva e inducción residual o remanente. Una baja fuerza coercitiva indica que el metal es fácilmente magnetizable o desmagnetizable. Los magnetos permanentes requieren de altas fuerzas coercitivas para resistir la desmagnetización. La inducción residual o remanencia es el índice de magnetización retenido por un metal cuando el campo de magnetización es removido. Las aleaciones usadas para magnetos permanentes poseen una alta remanencia.

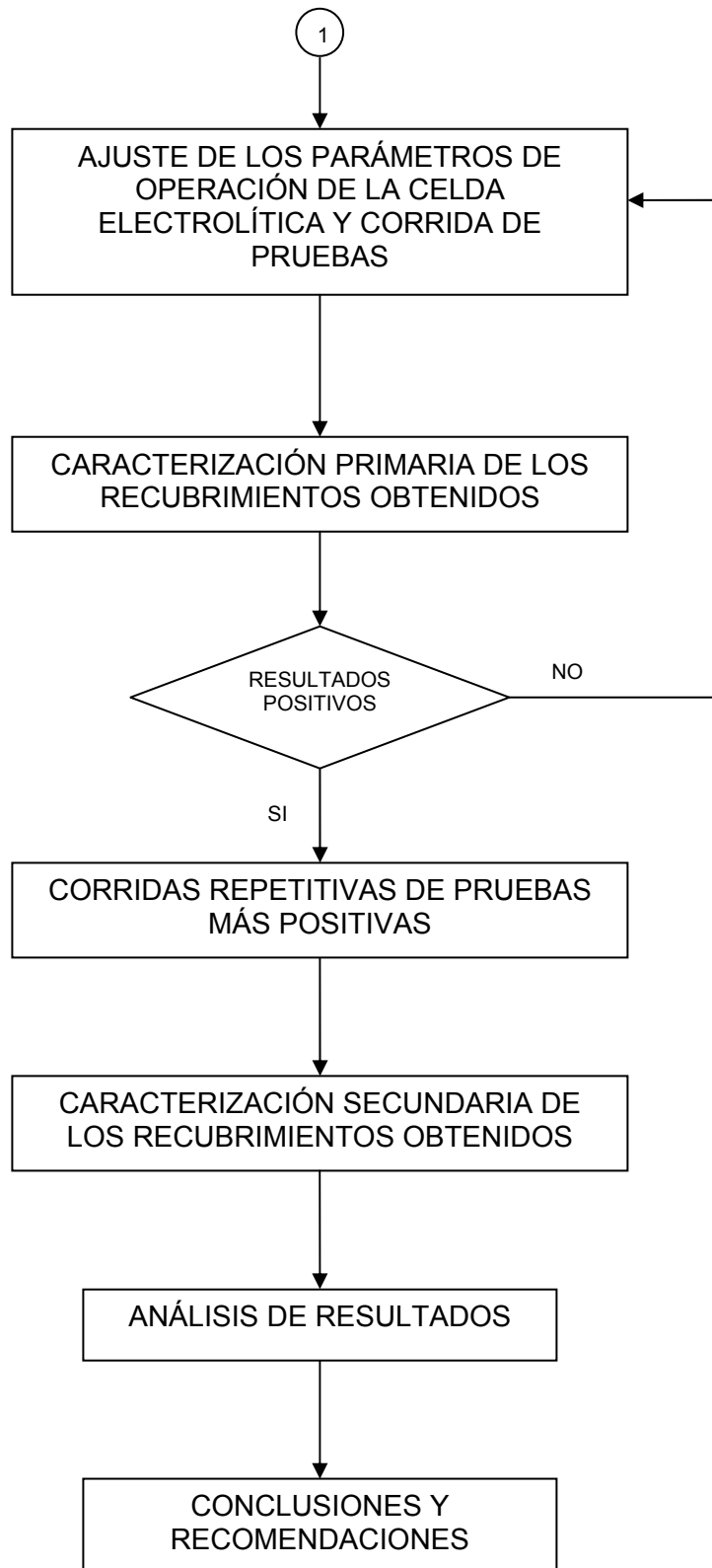
La permeabilidad magnética es una medida de la facilidad a la cual el flujo magnético es producido en un metal. Las propiedades que dan una alta permeabilidad magnética son generalmente opuestas a los que dan una alta fuerza coercitiva. Durante los últimos 5 años un considerable interés se ha desarrollado en la deposición de películas delgadas de aleación para unidades de memoria. Una película de unidad de memoria de alta velocidad debe poseer la capacidad para ser magnetizada en el orden de microsegundos; esto requiere un depósito delgado. La película magnética debería tener una anisotropía magnética tal que tenga una dirección de magnetización fácil y difícil. Esta anisotropía puede ser inducida por varios medios. En recubrimientos electrodepositados esto se produce más fácilmente por operación en presencia de un campo magnético.

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

A continuación se describe la metodología llevada a cabo durante esta investigación para alcanzar los objetivos propuestos. Inicialmente se presenta un diagrama de bloques que resume las diferentes etapas y posteriormente se da una descripción detallada de las mismas.

Figura 3.1. Diagrama de bloques del proceso





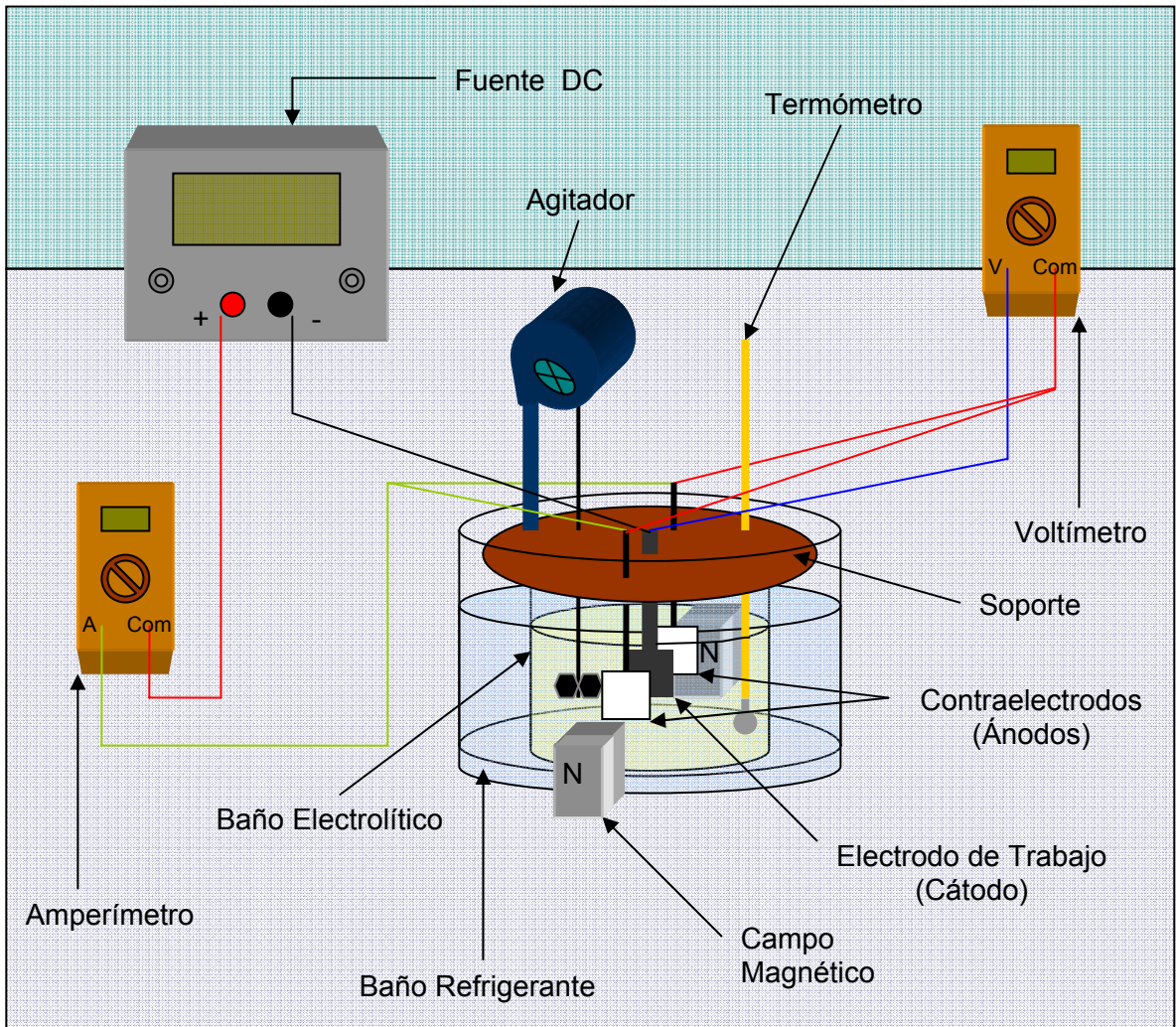
3.1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

En esta etapa se hace una investigación minuciosa de los conceptos, métodos y herramientas necesarias para ejecutar el desarrollo experimental involucrado en la técnica que se ha denominado “electrodeposición magnética”. Se consultó de revistas científicas, libros, patentes, bases de datos, información de Internet, entre otros.

3.2. DISEÑO Y MONTAJE DEL PROCESO

Se hizo necesaria la modificación de un diseño convencional de electrodeposición debido a la implementación en procesos individuales de dos materiales magnéticos como componentes del recubrimiento. El diseño general del montaje se esquematiza en la figura 3.2. Este montaje contiene una fuente de poder DC HEWLETT PACKARD HARRISON Modelo 6282A, un multímetro FLUKE modelo 85 (amperímetro), un multímetro TECH modelo TM -104 (voltímetro), un termómetro de capilar de mercurio de 360 °C, una celda electrolítica adecuada a un recipiente de polipropileno con un volumen aforado de 90 ml, un baño refrigerante de agua a temperatura ambiente contenido en otro recipiente de polipropileno con un volumen aforado de 400 ml, un campo magnético externo compuesto por imanes de la aleación $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (Br = 1200 Gauss cada uno), soporte circular de balsa de 5 mm de espesor y 10 cm de diámetro, conexiones eléctricas (cable flexible de cobre 16 AWG con recubrimiento de PVC y respectivas terminales), como electrodos de trabajo las probetas de estudio (aluminio, cobre, plomo y zinc), una pareja de contraelectrodos (varía de acuerdo al proceso) y un baño electrolítico (también varía de acuerdo al proceso). El diseño se incorporó a una cámara extractora por causa de los vapores que se desprenden del proceso.

Figura 3.2. Esquema general del montaje utilizado para la “electrodeposición magnética”



3.2.1. Proceso 1: Proceso con Ferritas de Estroncio y de Bario

Se denominó “proceso 1” al que utilizó como material magnético ferritas de estroncio y de bario. En el respectivo montaje, los contraelectrodos son ánodos insolubles de grafito (porcentaje de carbón fijo de 95.42%) con área transversal rectangular, cada uno de dimensiones 3.5 x 3.0 x 0.5 cm, debidamente acoplados por presión a tramos individuales de 8 cm de

alambre de cobre 10 AWG con revestimiento de PVC (ver Anexo A). Además, para disminuir la posible contaminación del baño electrolítico durante el proceso de electrodeposición por desprendimiento y arrastre de material, los grafitos fueron cubiertos con fundas de interlón previamente lavadas por inmersión en una solución jabonosa y después en abundante agua destilada, y secadas a temperatura ambiente. El baño electrolítico estaba compuesto por ferritas de estroncio y de bario disueltas en solución acuosa de HCl.

3.2.1.1. Preparación del Baño Electrolítico para el Proceso 1

El baño electrolítico para el proceso 1 se obtuvo así: A partir de HCl con una concentración del 37% reactivo Merck se prepararon dos muestras de 500 ml de solución acuosa de concentraciones 3 M y 1.5 M respectivamente. Luego, a cada una se adicionaron 0.5 g de ferritas de estroncio y de bario en polvo (ver Anexo A), se agitaron durante 5 minutos aproximadamente y, se dejaron en reposo durante 24 horas (saturación). Cumplido este tiempo las soluciones se filtraron. Para seleccionar la conveniencia de la concentración de las especies en el baño electrolítico, los filtrados fueron evaluados mediante las pruebas de resistencia a la polarización (RP) y Taffel que se describen en la sección 3.5, y los residuos se secaron y pesaron para determinar las constantes de solubilidad. Cuando se requirió hacer ajustes en el pH del electrolito, se utilizó para tal fin NaOH en lentejas (grado de pureza superior al 97% reactivo Carlo Erba).

3.2.2. Proceso 2: Proceso con Polvo de Imán de Neodimio

Se denominó “proceso 2” al que utilizó como material magnético polvo de imán de Neodimio (entiéndase por aleación $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ en polvo). En este montaje los contraelectrodos son ánodos de sacrificio de la aleación

magnética $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (Ver Anexo A), previamente desengrasados en solución acuosa de bicarbonato de sodio al 10%, lavados en abundante agua destilada, secados a temperatura ambiente mediante acetona del 99.8% de pureza reactivo Merck, y protegidos con el mismo tipo de funda empleado en el proceso 1. El baño electrolítico estaba compuesto por polvo de imán de neodimio disuelto en solución acuosa de HCl.

3.2.2.1. Preparación del Baño Electrolítico para el Proceso 2

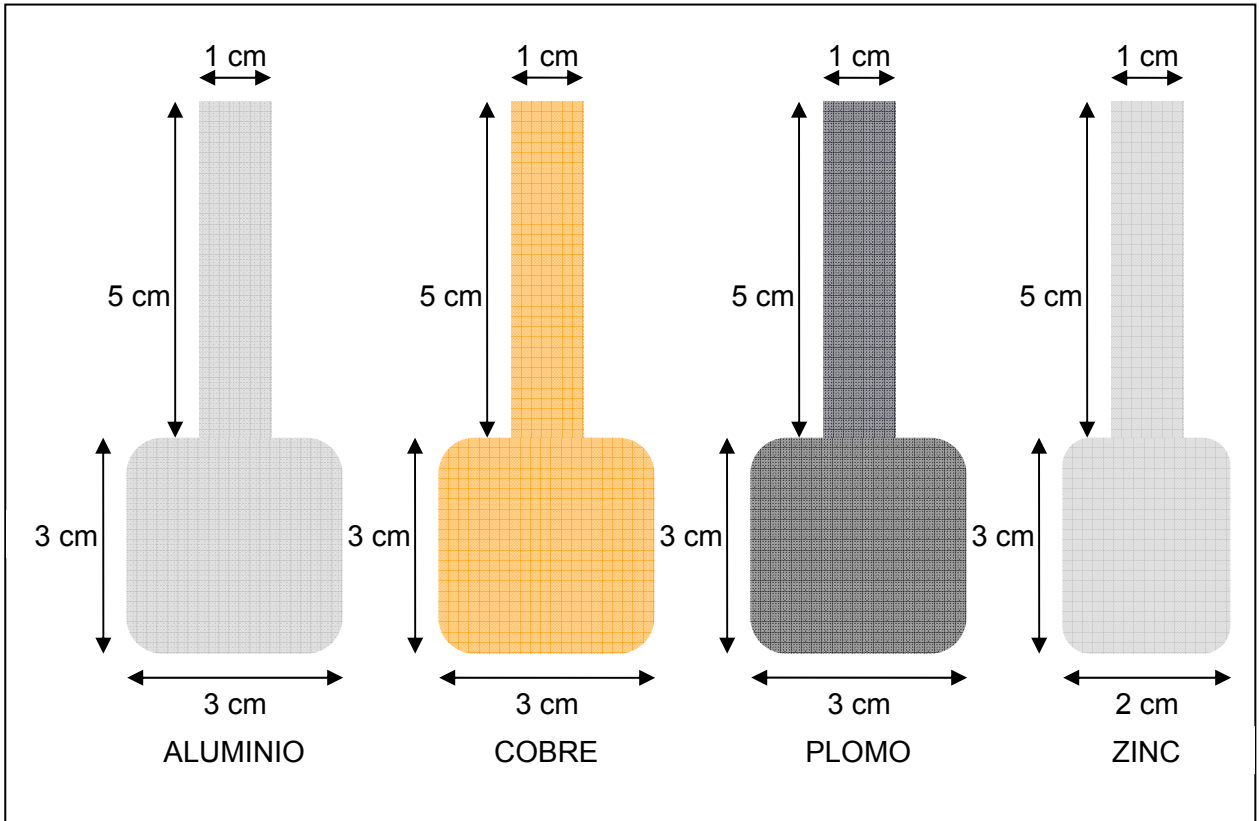
El baño electrolítico para el proceso 2 se obtuvo así: A partir de HCl con una concentración del 37% reactivo Merck se prepararon dos muestras de 500 ml de solución acuosa de concentraciones 3 M y 1.5 M respectivamente. Luego, a cada una se adicionaron 6 g de polvo de imán de neodimio (ver Anexo A), se agitaron durante 5 minutos aproximadamente y, se dejaron en reposo durante 6 horas (saturación). Cumplido este tiempo las soluciones se filtraron. Para seleccionar la conveniencia de la concentración de las especies en el baño electrolítico, los filtrados fueron evaluados mediante las pruebas de resistencia a la polarización (RP) y Taffel que se describen en la sección 3.5, y los residuos se secaron y pesaron para determinar las constantes de solubilidad.

3.2.3. Adecuación de los Electrodo de Trabajo

Los electrodos de trabajo (probetas) se obtuvieron a partir de cuatro materiales diferentes: Aluminio AA 1100, Cobre electrolítico 11000, Plomo comercial distribuido por la empresa “Representaciones e importaciones El Norteño” y Zinc distribuido por la empresa “C.I. MINEX S.A.” (ver Anexo A).

La forma y las dimensiones nominales de cada probeta se especifican en la figura 3.3

Figura 3.3. Forma y dimensiones nominales de los electrodos de trabajo



Antes de ser sometidas a cualquier tipo de prueba, cada probeta tuvo un tratamiento que permitió acondicionar su superficie a los requerimientos exigidos. En general, para los cuatro materiales (aluminio, cobre, plomo, zinc) el tratamiento se desarrolló en cuatro etapas: pulido, desengrasado, decapado y secado.

3.2.3.1. Pulido

El pulido de las probetas se hizo en seco, sobre una superficie completamente plana y hasta papel wetordry # 600, el cual estaba adherido a un disco giratorio acoplado a un motor con velocidad de 2400 RPM.

3.2.3.2. Desengrase

El desengrase de las probetas se hizo por inmersión en una solución acuosa de bicarbonato de sodio al 10%. Durante esta etapa que tardó aproximadamente 5 minutos para el aluminio, el cobre y el zinc, y 2 minutos para el plomo, cada probeta se frotó continuamente contra una superficie de interlón también inmersa. Completado el tiempo, las probetas fueron retiradas de la solución y enjuagadas con abundante agua destilada.

3.2.3.3. Decapado

El decapado solo fue necesario para aquellas probetas con evidencia de óxidos sobre su superficie. Para ello se utilizó una solución acuosa de HCl 0.15 M, en la cual fueron sumergidas durante 5 minutos las de aluminio, cobre y plomo, y 30 segundos las de zinc. Después de esto, a las probetas se les retiró inmediatamente el exceso de ácido en una corriente de agua destilada para proceder con la etapa de secado.

3.2.3.4. Secado

El secado se realizó después del decapado cuando las probetas aún estaban húmedas. Para eliminar esta humedad se utilizó acetona del 99.8% de pureza reactivo Merck. Una vez secas, cada probeta se introdujo en una bolsita de polipropileno con cierre hermético que sirvió como cubierta protectora hasta la ejecución de los ensayos.

3.3. PRUEBAS PRELIMINARES

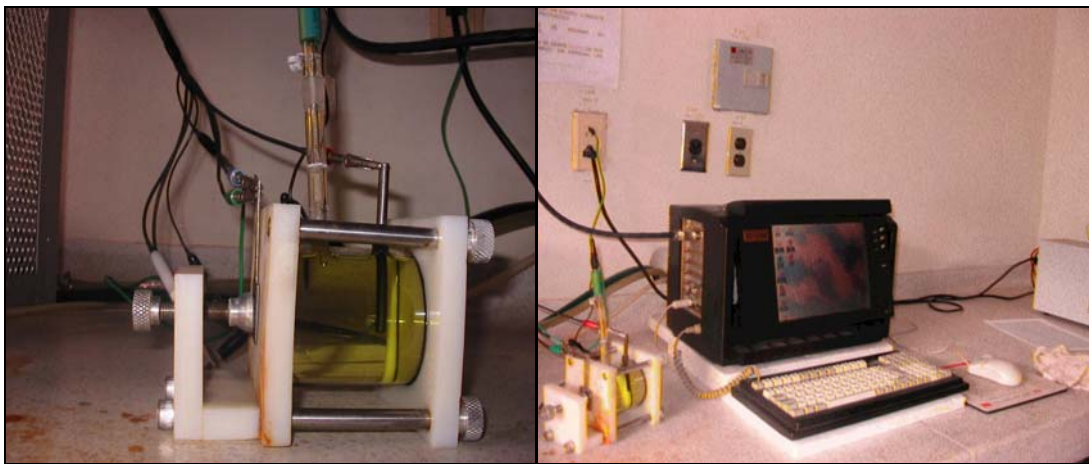
Se desarrolló una serie de pruebas preliminares con el objeto de establecer la factibilidad en el funcionamiento, operación y estabilidad del proceso diseñado para llevar a cabo la electrodeposición magnética. Las pruebas consisten en

hacer corridas de resistencia a la polarización lineal (RPL), corridas Taffel y corridas interactivas de densidad de corriente, voltaje, temperatura, concentración de especies en el electrolito, pH, agitación, espaciamiento entre electrodos, intensidad y orientación de campo magnético y tiempo de proceso para cada tipo de substrato.

3.3.1. Pruebas de Resistencia a la Polarización Lineal (RPL)

Estas pruebas se efectuaron en el laboratorio del grupo de Corrosión de la Universidad industrial de Santander sede Guatiguará. El montaje utilizado se muestra en la figura 3.4. Consta de una celda de vidrio en forma cilíndrica con una capacidad aproximada para 450 ml de electrolito (electrolito de proceso 1 o electrolito de proceso 2), la cual tiene un orificio de 1 cm² centrado en una de las caras laterales para permitir contacto entre el electrolito y el electrodo de trabajo (probeta de Al, Cu, Pb o Zn) que está sujetado mediante un tornillo prensa. La parte superior del cilindro posee dos agujeros en los cuales se introducen respectivamente un electrodo de Ag/AgCl (electrodo de referencia) y un electrodo de grafito (contraelectrodo) que cierra el circuito. Este sistema está debidamente conectado a un Potenciostato GAMRY con versión de programa 3.2 y opción "RPL".

Figura 3.4. Montaje para pruebas de Resistencia a la Polarización (RPL) y Taffel



Las variables de entrada al programa se dan en la tabla 3.1

Tabla 3.1. Variables de entrada para corrida de pruebas RPL y Taffel

VARIABLE DE ENTRADA	TIPO DE SUBSTRATO			
	ALUMINIO	COBRE	PLOMO	ZINC
Área de contacto, cm ²	1	1	1	1
Peso equivalente, g	8.9938	31.7730	103.60	32.6950
Densidad, g/ cm ³	2.699	8.95	11.34	6.9209
Intervalo de polarización respecto al Ecorr, V	± 0.02	± 0.02	± 0.02	± 0.01
Velocidad de barrido, mV/s	0.125	0.125	0.125	0.1

3.3.2. Pruebas Taffel o de Polarización Electroquímica

Las pruebas Taffel se realizaron en el mismo montaje utilizado para las pruebas RPL y con los mismos valores de la tabla 3.1, pero con la opción de programa "Taffel".

3.3.3. Evaluación y Selección de las Variables más Influyentes en el Proceso

Para evaluar y seleccionar las variables más influyentes en el proceso de electrodeposición magnética en materiales conductores se diseñó y ejecutó una serie de experimentos que involucraba a las variables en estudio de una forma interactiva. Este diseño se hizo teniendo en cuenta las especificaciones de los

equipos utilizados en el montaje, los resultados de las pruebas de resistencia a la polarización (RPL) y Taffel y, empleando como piezas de trabajo probetas de aluminio para todas las series debido a su favorabilidad en cuanto a obtención y menor costo, y además probetas de cobre, plomo y zinc solo en las series 1 y 2. A continuación se presentan las series de experimentos programadas.

3.3.3.1. SERIE 1: Evaluación de la Densidad de Corriente (J)

Los datos manejados en los experimentos de la serie 1 para los procesos 1 y 2 se observan en la tabla 3.2. Aquí se evalúa el comportamiento de la densidad de corriente durante el proceso y su facilidad de control.

Tabla 3.2. Serie 1

Número de Experimento	CONDICIONES*						Tiempo de Proceso, minutos
	Densidad de Corriente, A/dm ²	Temperatura, °C	Concentración del Electrolito, [M]		pH		
			Proceso 1	Proceso 2	Proceso 1	Proceso 2	
1	5.56	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
2	11.11	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
3	16.67	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
4	22.22	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
5	27.78	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
6	33.33	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
7	38.89	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
8	44.44	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
9	50.0	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
10	55.56	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15

* Otras condiciones: Distancia entre electrodos igual a 2 cm, no hay presencia de baño de temperatura, ni agitación, ni campo magnético externo.

3.3.3.2. SERIE 2: Evaluación del Potencial Aplicado (Eap)

Los datos trabajados para la serie 2 de los procesos 1 y 2 se exponen en la tabla 3.3. Esta serie se diseñó para evaluar el comportamiento del potencial aplicado al proceso y su facilidad de control.

Tabla 3.3. Serie 2

Número de Experimento	CONDICIONES*						Tiempo de Proceso, minutos
	Potencial Aplicado, V	Temperatura, °C	Concentración del Electrolito, [M]		pH		
			Proceso 1	Proceso 2	Proceso 1	Proceso 2	
1	1	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
2	2	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
3	3	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
4	4	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
5	5	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
6	6	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
7	7	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
8	8	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
9	9	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15
10	10	26	3.0	1.5	0.7	0.9	15

* Otras condiciones: Distancia entre electrodos igual a 2 cm, no hay presencia de baño de temperatura, ni agitación, ni campo magnético externo.

3.3.3.3. SERIES 3 y 4: Evaluación de la Temperatura (T)

Los datos empleados en las series 3 y 4 son los mismos del mejor o los mejores ensayos de las series 1 y 2 respectivamente. La única diferencia radica en haber utilizado el baño de temperatura incluido dentro del montaje del proceso. Estas

series se diseñaron para evaluar el comportamiento favorable o desfavorable de una transferencia de calor durante el proceso.

3.3.3.4. SERIES 5 Y 6: Evaluación del Tiempo de Proceso (θ)

Las series 5 y 6 se basaron en los resultados del mejor o los mejores ensayos del grupo I (series 1 y 3) y grupo II (series 2 y 4), respectivamente. De acuerdo a la favorabilidad y estabilidad presentada durante la ejecución de las series que hacen parte de estos grupos, se escogió la de mejor comportamiento en cada caso. Luego, las series 5 y 6 se efectuaron bajo esas mismas condiciones exceptuando el tiempo de proceso, el cual se prolongó a 40 minutos. Estas series se diseñaron para evaluar la influencia del tiempo sobre las variables del proceso ya analizadas.

3.3.3.5. SERIE 7: Evaluación de la Distancia entre Electrodo(s) (d)

La serie 7 se basó en los resultados obtenidos de las series 5 y 6. Teniendo en cuenta la facilidad de control y la estabilidad presentada durante el proceso, se escogió la mejor. Así, la serie 7 se desarrolló bajo esas mismas condiciones pero cambiando a 3 cm la distancia entre electrodos. Esta serie se diseñó para evaluar si una pequeña modificación en la distancia entre electrodos genera alteraciones al proceso.

3.3.3.6. SERIES 8 Y 9: Evaluación de la Intensidad del Campo Magnético (B)

Las series 8 y 9 se basaron en los resultados obtenidos de las series 5 y 6. Al igual que en la serie 7, se escogió la más conveniente de acuerdo a los criterios preestablecidos y se efectuó el desarrollo de las mismas en condiciones similares, pero en presencia de un campo magnético externo perpendicular en su mayoría al área por recubrir y con intensidades aproximadas de 4800 Gauss para la serie 8 y de 12000 Gauss para la serie 9. Estas series se diseñaron para

evaluar si la presencia e intensidad de un campo magnético externo tiene una incidencia real en la electrodeposición de un material magnético sobre un substrato metálico.

3.3.3.7. SERIE 10: Evaluación de la Orientación del Campo Magnético (S)

La serie 10 se basó en los resultados obtenidos de las series 8 y 9. Se escogió la más positiva y la nueva serie se efectuó en idénticas condiciones pero con una orientación de campo magnético externo paralelo en su mayoría al área por recubrir. Esta serie se diseñó para evaluar si la orientación de un campo magnético externo tiene alguna influencia en la electrodeposición de un material magnético sobre un substrato metálico.

3.3.3.8. SERIE 11: Evaluación de la Agitación del Baño Electrolítico

La serie 11 se basó en los resultados obtenidos de las series 8, 9 y 10. La nueva serie se efectuó con las condiciones de la más positiva de estas series, pero activando el dispositivo de agitación incluido en el montaje general del proceso. Esta serie se diseñó para evaluar si agitar el baño electrolítico durante la electrodeposición magnética es una condición favorable.

3.4. AJUSTE DE LOS PARÁMETROS DE OPERACIÓN DE LA CELDA ELECTROQUÍMICA Y CORRIDA DE PRUEBAS

Después de evaluar el comportamiento de las variables en estudio y de seleccionar las de mayor influencia, se debían encontrar los valores que permitieran obtener recubrimientos que cumplieran con los objetivos propuestos: buenas propiedades magnéticas, buena apariencia y tener el mayor espesor posible.

En esta parte de la investigación se utilizó como herramienta de ajuste el método del intervalo medio para la experimentación secuencial ^[7], el cual se aplicó a la región o a las regiones de mejor respuesta observadas para las variables evaluadas en las pruebas preliminares.

3.5. CARACTERIZACIÓN PRIMARIA DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS

La caracterización primaria de los recubrimientos obtenidos se hizo de igual manera para las probetas de aluminio, cobre, plomo, y zinc mediante un análisis más cualitativo que cuantitativo. En este análisis se revisaron tres propiedades preestablecidas como criterios de selección: apariencia del recubrimiento, magnetismo y diferencia de peso en las probetas.

Cabe resaltar que toda caracterización ocurrió después del curado de las probetas. El curado es un proceso posterior a la electrodeposición que consiste en remover cualquier exceso de material ajeno al del recubrimiento. En este trabajo investigativo, dicho proceso se efectuó sumergiendo durante 10 minutos el área recubierta en una solución acuosa de bicarbonato de sodio al 20% para neutralizar los residuos ácidos del baño electrolítico; después fueron lavadas en una corriente de agua destilada, secadas mediante acetona del 99.8% de pureza reactivo Merck y protegidas nuevamente en el empaque de polipropileno con cierre hermético.

3.5.1. Apariencia del Recubrimiento

La apariencia del recubrimiento en las probetas se caracterizó cualitativamente por simple observación, revisando aspectos como la uniformidad, la continuidad, la porosidad y en general la estética.

3.5.2. Magnetismo

En esta etapa, las propiedades magnéticas del recubrimiento también fueron evaluadas cualitativamente por medio de “imanes de Neodimio” del mismo tipo que los utilizados para el campo magnético del montaje del proceso, y por una pequeña aguja no imantada.

3.5.3. Diferencia de Peso en las Probetas

El peso de las probetas antes y después de la electrodeposición magnética fue registrado con la ayuda de una balanza analítica AINSWORTH tipo 24 N.

3.6. CORRIDAS REPETITIVAS DE PRUEBAS MÁS POSITIVAS

Después de revisar la información obtenida en la caracterización primaria, se seleccionó tanto en el proceso 1 como en el proceso 2 el grupo de condiciones de operación que en cada metal base permitió conseguir “el mejor” recubrimiento de acuerdo con los criterios y, se repitieron idénticamente estos ensayos tantas veces como fue necesario.

3.7. CARACTERIZACIÓN SECUNDARIA DE LOS RECUBRIMIENTOS OBTENIDOS

Los análisis hechos en esta segunda etapa de caracterización, fueron en su mayoría de tipo cuantitativo. A continuación se describirá brevemente la propiedad evaluada y la respectiva técnica utilizada.

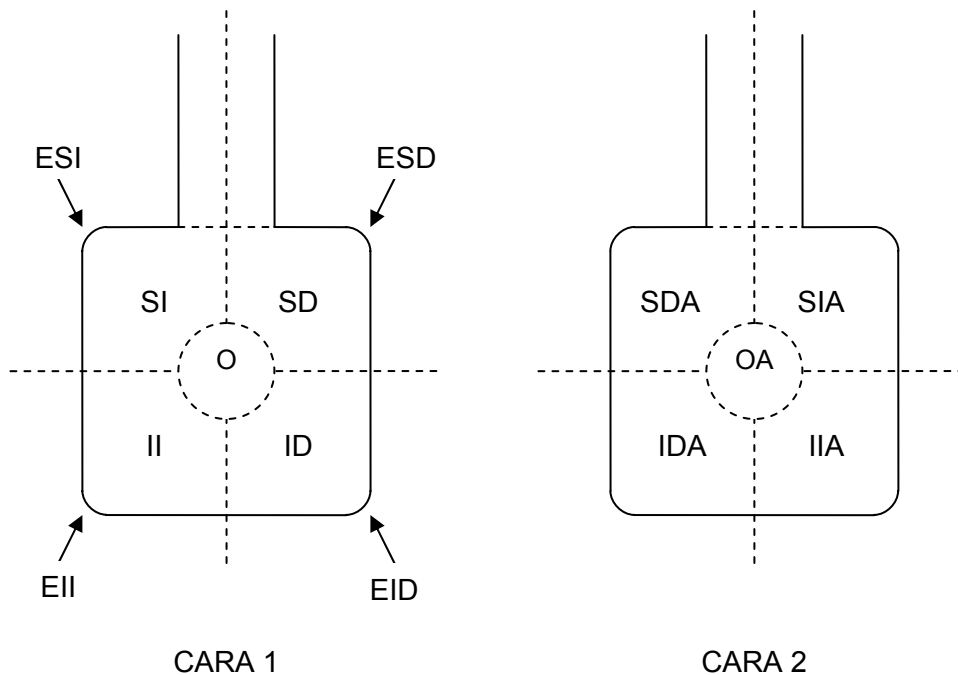
3.7.1. Diferencia de Peso en las Probetas

El procedimiento utilizado para cuantificar la diferencia de peso en las probetas fue el mismo de la caracterización primaria, tanto en método como en instrumentación.

3.7.2. Propiedad Magnética

La propiedad magnética fue caracterizada en el laboratorio de Control Magnético de Fluidos del Instituto Colombiano del Petróleo (ICP). Para esto se empleó un gaussímetro F.W. BELL modelo 4048 provisto de una sonda con la cual, se midió el valor más alto del campo residual (Br) en varias zonas del recubrimiento. Las zonas fueron previamente referenciadas como se muestra en la figura 3.5

Figura 3.5. Zonas de referencia para mediciones del campo residual (Br)



Donde:

SI = zona superior izquierda

SD = zona superior derecha

II = zona inferior izquierda

ID = zona inferior derecha

O = centro

ESI = esquina superior izquierda

ESD = esquina superior derecha

EII = esquina inferior izquierda

EID = esquina inferior derecha

SDA = anverso de la superior derecha

SIA = anverso de la superior izquierda

IDA = anverso de la inferior derecha

IIA = anverso de la inferior izquierda

OA = anverso del centro

Estos valores fueron comparados en cada caso con los obtenidos para los blancos de aluminio, cobre, plomo y zinc.

3.7.3. Comportamiento a la Corrosión Atmosférica

La evaluación del comportamiento del recubrimiento frente a la corrosión atmosférica se desarrolló por simple observación, tomando como muestra una de las probetas de aluminio por ser a estas condiciones el más estable de los cuatro metales base usados en esta investigación.

La probeta de aluminio recubierta fue expuesta durante treinta días continuos a la acción de las condiciones ambientales de la ciudad de Bucaramanga ^[38] (\bar{T} = 298 K, P = 680 mm Hg, Hr = 94%, radiación solar= 102 Watts/m²) junto

con un imán de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ sin recubrimiento de níquel. Día a día se hizo un seguimiento de las transformaciones sufridas por estos materiales, principalmente en la coloración y la forma, la extensión y la homogeneidad de esta coloración (presencia de óxidos).

3.7.4. Espesor y Apariencia del Recubrimiento

Para estos ensayos fue necesario cortar, montar y adecuar previamente en una resina epóxica una sección transversal representativa de las probetas recubiertas.

El espesor y la apariencia del recubrimiento fueron caracterizados con la ayuda de un sistema compuesto por un analizador de imágenes LEICA Q 500 MC, un microscopio OLYMPUS OBMX y una videocámara a color JVC TK 128OU.

3.7.5. Dureza

Las mediciones de la dureza del recubrimiento se hicieron sobre las probetas adecuadas para los ensayos descritos en 3.7.4 y teniendo en cuenta recomendaciones del trabajo hecho por Lozano L. ^[14] para ensayos de este tipo. El dispositivo utilizado aquí fue un microdurómetro LEITZ WETZLAR X – D4.

3.7.6. Caracterización Cualitativa de la Composición del Depósito

Debido a la naturaleza de los depósitos y a las limitaciones técnicas y económicas, fue imposible obtener una caracterización completa de la composición de dichos depósitos.

En este trabajo investigativo se recurrió entonces a la posibilidad de conseguir una caracterización cualitativa no muy detallada de las especies presentes en los recubrimientos, por medio de dos técnicas “convencionales”: difracción de rayos-x y espectroscopia de plasma inducido por láser (LIBS). En ambas técnicas, los espectros resultantes fueron comparados con los obtenidos para el material magnético en su forma inicial, bajo las mismas condiciones.

La difracción de rayos- x se realizó con un difractómetro RIGAKU modelo D/MAX IIIB, el cual se encuentra en el Laboratorio de Difracción de Rayos-X de la Universidad Industrial de Santander; el ensayo por LIBS, con el sistema descrito en el anexo B, el cual se encuentra en el Laboratorio de Espectroscopía Atómica y Molecular de la misma universidad.

3.7.7. Adherencia

La adherencia del recubrimiento se evaluó por medio del montaje descrito en el anexo C.

3.8. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Toda la información correspondiente a esta etapa se encuentra registrada en el capítulo 4 del presente trabajo.

3.9. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Las conclusiones y recomendaciones producto de esta investigación se exponen en los capítulos 5 y 6 respectivamente.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Este capítulo contiene los resultados obtenidos durante el desarrollo de la metodología planteada en el capítulo anterior. Para facilitar un mejor entendimiento del mismo, la información se mostrará en tablas, gráficos o figuras según sea conveniente. Además se presentan las respectivas discusiones y los juicios valorativos que genera el trabajo investigativo de un tema novedoso como lo es la “electrodeposición magnética en materiales conductores” [23].

4.1. Selección de las Variables más Influyentes en la Electrodeposición Magnética en Materiales Conductores

Los resultados obtenidos en las pruebas preliminares permiten realizar un estudio acerca del comportamiento de las variables que intervienen en la electrodeposición magnética y así, determinar cual es el grado de influencia en la misma.

4.1.1. Estudio del Comportamiento de la Concentración y el pH en la Formación de Depósitos Magnéticos

Durante la preparación del electrolito en el “proceso 1” se pudo notar que, la cantidad de ferritas de estroncio y de bario presente en la disolución de concentración 1,5 M era muy baja (0,346 g Ferritas por litro de HCl 1,5 M) para garantizar la formación de un depósito de este material sobre cualquiera de los metales base, teniendo en cuenta que la electrodeposición se iba a hacer con ánodos insolubles y en un volumen de 90 ml. Por tanto, se decidió trabajar con la otra opción, es decir, ferritas disueltas en HCl 3 M. La concentración de la especie magnética en este caso es de 0,912 g Ferritas

por litro de HCl 3M, cantidad que sigue siendo baja pero que ofrece mejores posibilidades para obtener un recubrimiento magnético.

Los resultados de las pruebas de resistencia a la polarización lineal (RPL) y Taffel para el electrolito del “proceso 1” se muestran en las figuras 4.1 y 4.2

Figura 4.1. Resistencia de los diferentes substratos a la polarización lineal (RPL) en el electrolito del proceso 1 con pH=0,7

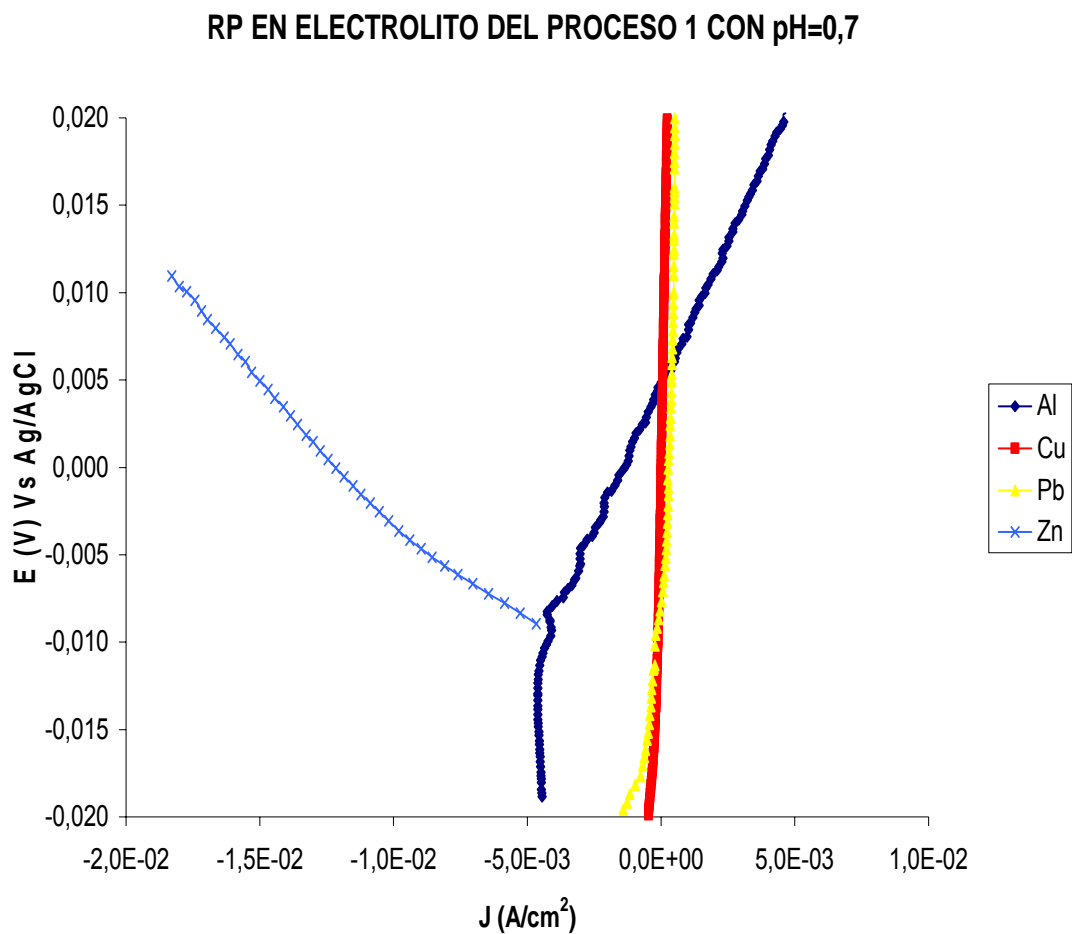
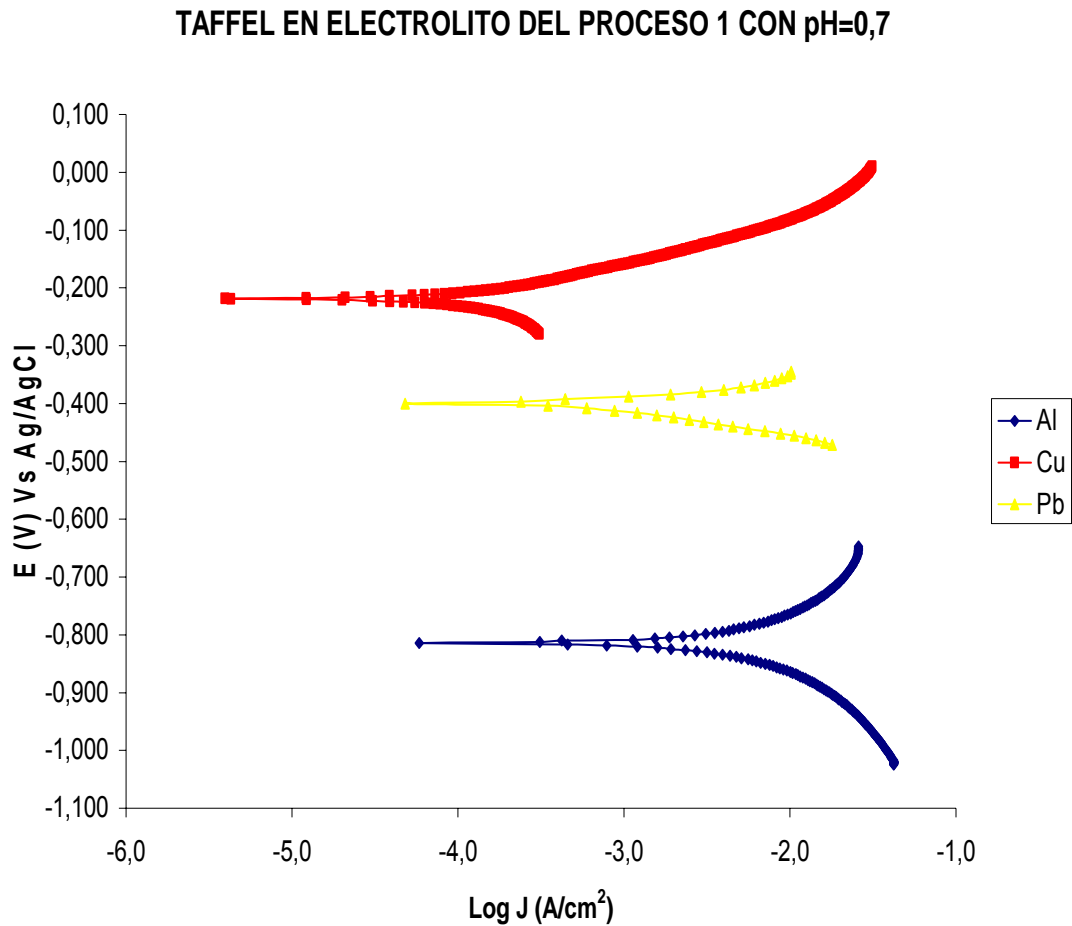


Figura 4.2. Polarización electroquímica de los diferentes substratos en el electrolito del proceso 1 con pH=0,7



Es inevitable observar a partir de estas figuras que el medio electrolítico resulta bastante corrosivo, sobre todo para el zinc, quien no experimentó una polarización electroquímica. Las velocidades de corrosión son calculadas empleando la ecuación de Stern-Geary y las pendientes de Tafel anódica y catódica (b_a y b_c) para cada metal base ^[28]. Los resultados se exponen en la tabla 4.1.

Tabla 4.1. Velocidades de corrosión teniendo como medio el electrolito del proceso 1 con pH = 0,7

SUBSTRATO	RP (Ohmios/cm ²)	PENDIENTES DE TAFEL (mV)		I _{corr} (μA/cm ²)	V _{corr} (mpy)
		ba	bc		
Aluminio	0,1882	160,289	131,799	8580,417	3716,996
Cobre	3,0251	80,537	299,426	484,476	223,589
Plomo	1,6512	20,939	33,917	184,301	218,886
Zinc	-0,11	-	-	-	-

Si se modifica con soda cáustica (o con hidróxido de amonio) el pH del electrolito desde su valor de 0,7 hacia un pH menos ácido, las ferritas de estroncio y de bario disueltas en el seno del fluido tienden a formar un complejo estable de características no magnéticas, inapropiado para la técnica aquí desarrollada.

En este punto de la investigación es necesario decir entonces, que la electrodeposición magnética no debe aplicarse para sustratos de zinc cuando se tiene como medio electrolítico ferritas de estroncio y de bario disueltas en HCl 3 M, debido al exagerado ataque químico que sufre este material.

Por otra parte y a diferencia del proceso 1, en el proceso 2 la cantidad porcentual de material magnético presente en disolución no es un parámetro que se encuentre severamente afectado con las concentraciones del solvente trabajadas y, por tanto, no es un factor crítico para la obtención de recubrimientos magnéticos. Las cantidades determinadas son 11,014 g de polvo de imán de Neodimio por litro de HCl 3 M y 10,271 g de polvo de imán de Neodimio por litro de HCl 1,5 M.

Sin embargo, teniendo en cuenta los antecedentes del proceso 1, para disminuir problemas por corrosión se decidió por conveniencia que la concentración a trabajar debía ser la menor de las dos. De esta manera, los resultados de las pruebas de resistencia a la polarización lineal (RPL) y Taffel para el electrolito del proceso 2 se exponen en la figuras 4.3 y 4.4 respectivamente.

Figura 4.3. Resistencia de los diferentes substratos a la polarización lineal (RPL) en el electrolito del proceso 2 con pH=0,9

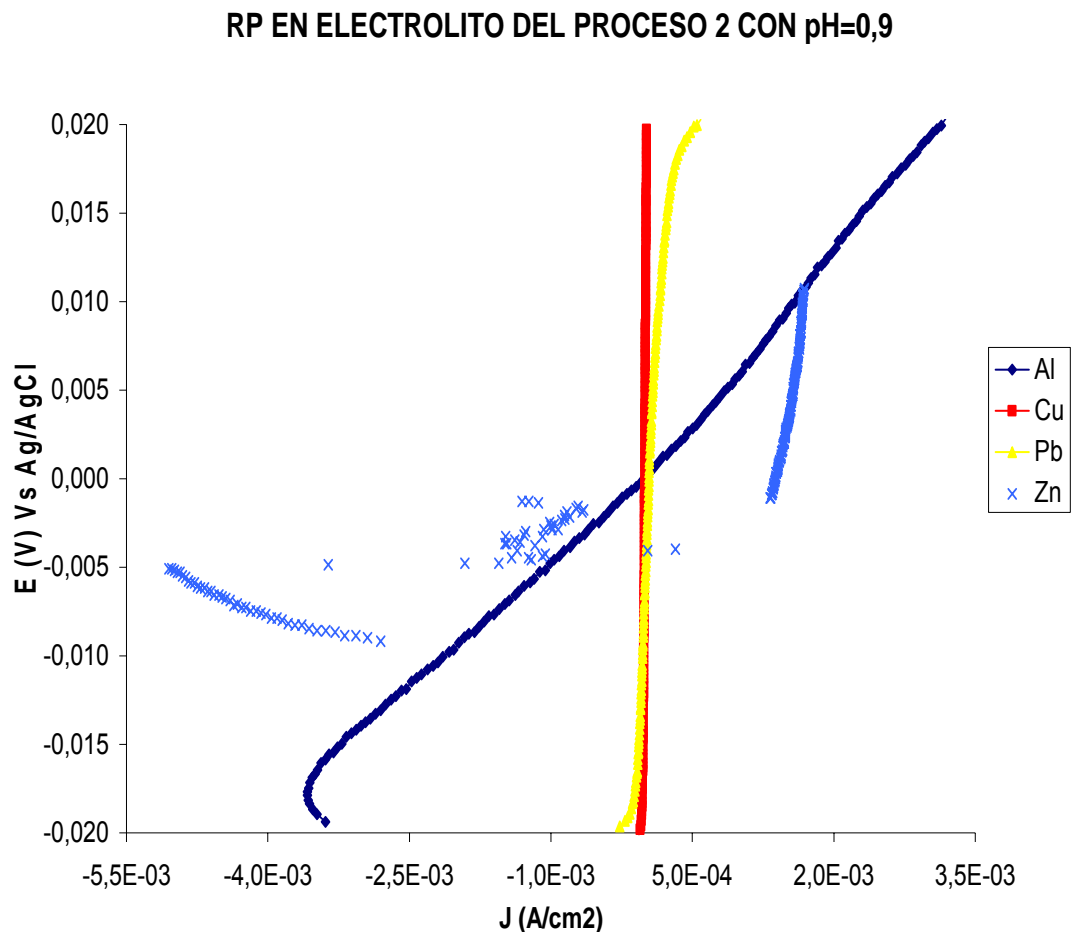
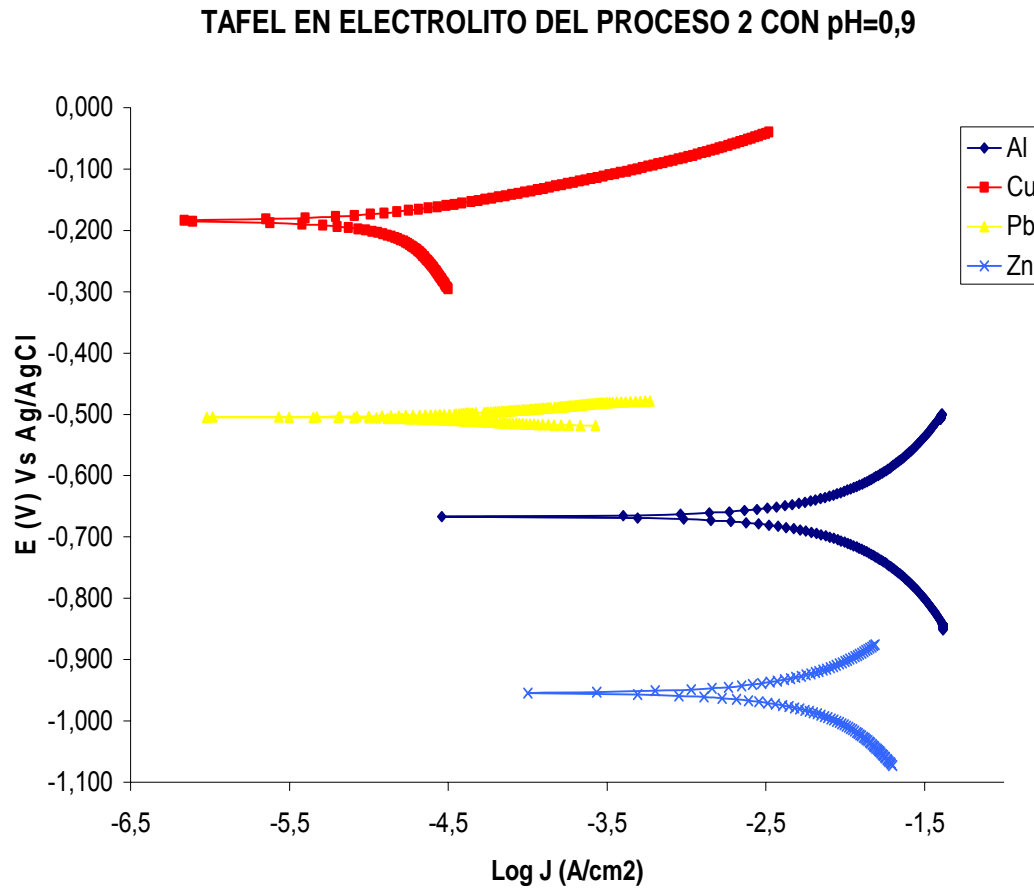


Figura 4.4. Polarización electroquímica de los diferentes substratos en el electrolito del proceso 2 con pH=0,9



En la figura 4.3 se observa que el zinc en el electrolito del proceso 2 presenta un comportamiento activo-pasivo, lo cual genera inconvenientes para la electrodeposición magnética, como se verá más adelante.

Las velocidades de corrosión de los diferentes metales base en este medio se encuentran en la tabla 4.2.

Tabla 4.2. Velocidades de corrosión teniendo como medio el electrolito del proceso 2 con pH = 0,9

SUBSTRATO	RP (Ohmios/cm ²)	PENDIENTES DE TAFEL (mV)		I _{corr} (μA/cm ²)	V _{corr} (mpy)
		ba	bc		
Aluminio	0,2776	151,0	160,8	6165,515	2670,872
Cobre	4,395	20,03	31,97	65,155	30,069
Plomo	3,931	11,7	12,2	35,713	42,415
Zinc	0,1635	161,5	171,0	15941,69	9790,31

4.1.2. Estudio del Comportamiento de la Densidad de Corriente en la Formación de Depósitos Magnéticos

Al ejecutar los experimentos correspondientes a la serie 1 del proceso 1 se encontró que, para el metal base aluminio solo en los ensayos No. 9 y No. 10 se generaban recubrimientos de tipo magnético; en los demás metales base (cobre y plomo) ninguna condición resultó favorable para la consecución del objetivo. Una posibilidad para explicar este comportamiento podría encontrarse en que para el aluminio primero se presenta la formación de una muy delgada película de óxido sobre su superficie, la que por sus características electroquímicas, puede favorecer la electrodeposición de ferritas de estroncio y de bario y el posterior crecimiento del depósito magnético, situación no observada ni en cobre ni en zinc.

En el desarrollo de la serie 1 para el proceso 2, se obtuvo una tendencia particular. Para todos los metales en estudio el único experimento que generó recubrimientos de tipo magnético fue el No. 4, inclusive en el zinc en donde la diferencia de peso registrada es negativa (pérdida de peso), por causa de la actividad presentada por este metal en el medio electrolítico

antes de su pasivación, comportamiento visto anteriormente en la figura 4.3. Los datos correspondientes a estos experimentos se incluyen en el anexo D.

En general, tanto para el proceso 1 como para el proceso 2, la densidad de corriente como una variable de proceso en la electrodeposición magnética presenta estabilidad y posibilidad de control favorables.

4.1.3. Estudio del Comportamiento del Voltaje en la Formación de Depósitos Magnéticos

En ambos procesos fue imposible registrar datos confiables acerca del comportamiento del voltaje como una variable de control, debido a la gran inestabilidad presentada por esta en el sistema diseñado para electrodepositar los materiales magnéticos sobre los substratos metálicos. Por lo tanto, no se pudo conseguir a partir de esta serie un grupo de condiciones que generara recubrimientos de tipo magnético. Este comportamiento se debe al carácter corrosivo del medio electrolítico, el cual, entra en actividad constante con las superficies de los substratos, alterándolas y produciendo la inestabilidad antes mencionada.

4.1.4. Estudio del Comportamiento de la Temperatura en la Formación de Depósitos Magnéticos

De acuerdo con lo observado en la serie 3, cuando se colocó la celda en el baño refrigerante la transferencia de calor por convección que surgió en el sistema hizo descender la temperatura final de los procesos 1 y 2 en 21 °C y 10 °C respectivamente, comparando con los valores observados durante el desarrollo de la serie uno. Además, las variaciones en el voltaje asociado a la densidad de corriente disminuyeron haciendo que la estabilidad de los procesos aumentara y el control se hiciera aún más fácil. Como si fuera poco,

la apariencia de los recubrimientos obtenidos mejoró, al igual que sus propiedades magnéticas. La explicación de esta tendencia consiste en que a mayor temperatura el HCl se vuelve más corrosivo, atacando fuertemente y con mayor rapidez la superficie del metal base e impidiendo una polarización adecuada de la misma, fenómeno previo a la deposición de un electrorecubrimiento.

Este comportamiento favorable de transferencia de calor también permite prolongar el tiempo del proceso para así conseguir depósitos magnéticos de mayor espesor.

Con este cambio sin embargo, tampoco se pudieron obtener registros confiables durante el desarrollo de la serie 4.

4.1.5. Estudio del Comportamiento del Tiempo de Proceso en la Formación de Depósitos Magnéticos

Después de realizada la serie 5 para los procesos 1 y 2, se notó que una prolongación en el tiempo de proceso ayuda a aumentar la cantidad de masa depositada, aumentando implícitamente el espesor y el campo Br de los recubrimientos. No obstante, este tiempo tiene un límite que debe ser ajustado (lo cual se hace más adelante), ya que para las condiciones aquí programadas los recubrimientos obtenidos desmejoraron en su apariencia al presentarse la formación homogénea de óxidos no magnéticos (hematita) en el proceso 1 y el crecimiento granular no homogéneo de óxidos con propiedades magnéticas en el proceso 2.

Como era de esperarse, no se obtuvo una muestra de datos precisos al ejecutarse la serie 6.

4.1.6. Estudio del Comportamiento de la Distancia entre Electrodo en la Formación de Depósitos Magnéticos

Los resultados de la serie 7 para los procesos 1 y 2 permiten asegurar que una pequeña variación en la distancia entre electrodos no introduce grandes cambios en la electrodeposición de un material magnético sobre un sustrato metálico (aluminio).

4.1.7. Estudio del Comportamiento de la Intensidad del Campo Magnético Externo en la Formación de Depósitos Magnéticos

Al revisar los datos originados por las series 8 y 9 se deduce que la intensidad del campo magnético externo aplicado al proceso de electrodeposición siempre y cuando no sea muy fuerte, si influye positivamente, sobre todo cuando se trata de electrodepositar ferritas de estroncio y de bario, mejorando de alguna manera las propiedades magnéticas de estos depósitos.

Comportamiento diferente presenta el proceso 2, donde esta condición resulta más bien desfavorable, al inhibir el crecimiento del depósito. Esto sucede porque los ánodos utilizados en la operación ya poseen un campo magnético (ánodos de sacrificio de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) que aunque va disminuyendo con la degradación de los mismos, se ve entorpecido en su configuración con la presencia del campo adicional.

4.1.8. Estudio del Comportamiento de la Orientación del Campo Magnético Externo en la Formación de Depósitos Magnéticos

De acuerdo con los resultados de la serie 10, tanto en el proceso 1 como en el proceso 2 la cantidad de material depositado y las propiedades magnéticas

son mayores si se utiliza una orientación de campo magnético con líneas de campo perpendiculares en su mayoría al área por recubrir.

4.1.9. Estudio del Comportamiento de la Agitación del Baño Electrolítico en la Formación de Depósitos Magnéticos

La serie 11 para los procesos 1 y 2 arrojó datos interesantes. En ambos casos, cualquier intento de agitación en el electrolito debilita la formación apropiada de la doble capa eléctrica al aumentar la movilidad de las especies corrosivas presentes en el baño, las cuales, atacan inmediatamente la superficie de los substratos y los deterioran.

Aquí finaliza el estudio del comportamiento de las variables revisadas anteriormente y su influencia en la electrodeposición magnética en materiales conductores, lo que permite entre otras cosas, clasificar a estas variables en dos grupos: variables de mayor influencia o primarias y variables de menor influencia o secundarias. Del primero hacen parte la densidad de corriente aplicada, la concentración de especies en el electrolito, la temperatura, la agitación, el tiempo de proceso, y la intensidad y la orientación del campo magnético; del segundo, el pH del electrolito y la distancia entre electrodos.

4.2. Resultados del Ajuste de los Parámetros de Operación de la Celda Electrolítica

Teniendo como referencia de partida los datos y comportamientos obtenidos en las pruebas preliminares y haciendo uso de la caracterización primaria, se realizaron los respectivos ajustes en cada una de las variables con el objeto de conseguir de manera repetitiva los “mejores” recubrimientos de acuerdo con los criterios preestablecidos, como los que se aprecian en la figura 4.5. Los resultados se exponen en la tabla 4.3.

Figura 4.5. Recubrimientos obtenidos con el proceso 2 para Al, Pb y Cu, respectivamente



Tabla 4.3. Resultados del ajuste de los parámetros de operación de la celda electrolítica empleada en la electrodeposición magnética

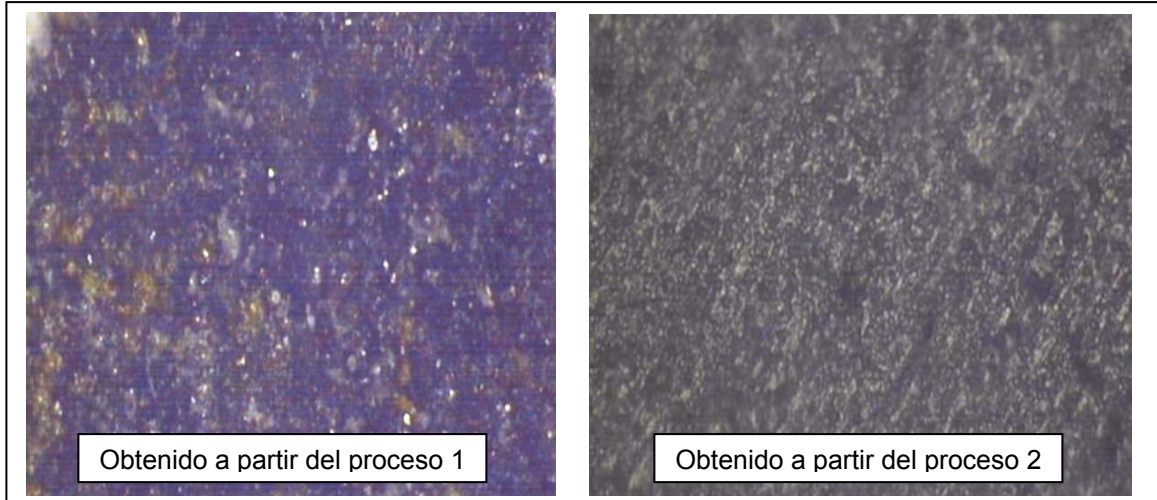
PARÁMETRO	SUBSTRATO				
	ALUMINIO Proceso 1	ALUMINIO Proceso 2	COBRE Proceso 2	PLOMO Proceso 2	ZINC* Proceso 2
J (A/dm ²)	50,3	20,95	21,24	21,62	28,87
T (°C)	25-48	25-45	25-45	25-45	25-45
θ (min.)	20	35	35	35	25
B (Gauss)	4800	Sin campo magnético externo	Sin campo magnético externo	Sin campo magnético externo	Sin campo magnético externo
S	Perpendicular a superficie por recubrir	Perpendicular a superficie por recubrir	Perpendicular a superficie por recubrir	Perpendicular a superficie por recubrir	Perpendicular a superficie por recubrir
Agitación	Sin agitación	Sin agitación	Sin agitación	Sin agitación	Sin agitación
d (cm)	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
pH	0,7-0,8	0,9	0,9	0,9	0,9

*Corresponden a la menor diferencia registrada en cuanto a pérdida de peso

4.3. Resultados de la Caracterización de los Recubrimientos Obtenidos

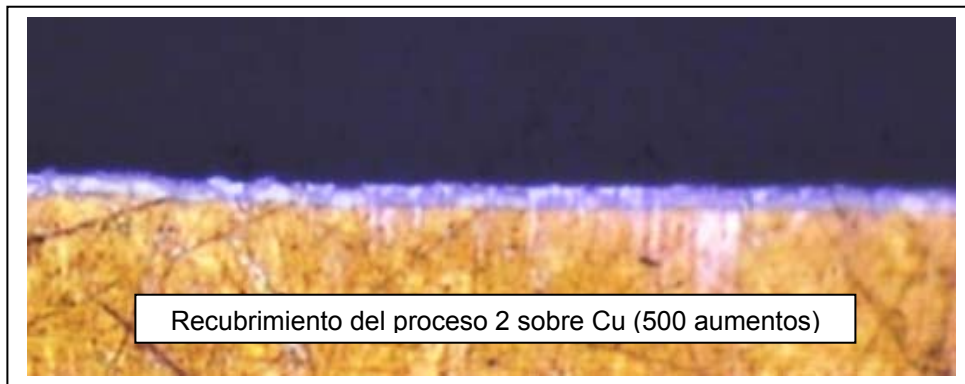
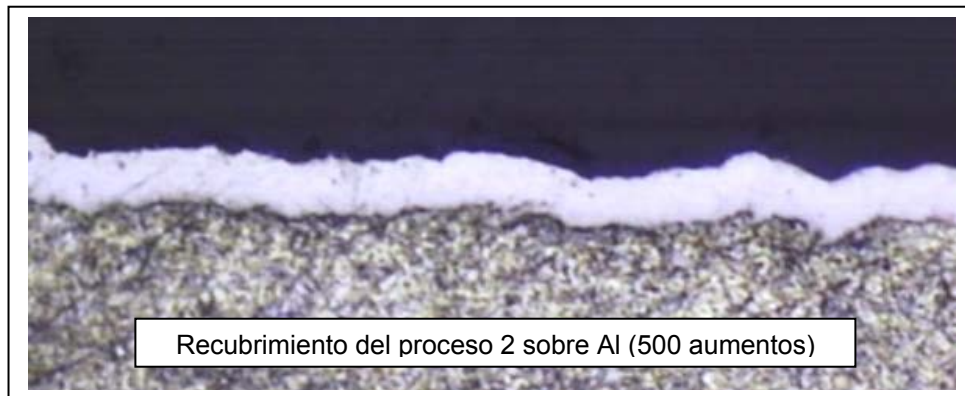
En esta parte de la investigación, los resultados hacen referencia al proceso de caracterización secundaria de los recubrimientos obtenidos, descrito anteriormente en la sección 3.7. No se hizo una caracterización de los recubrimientos obtenidos sobre zinc porque estos no cumplieron satisfactoriamente con los criterios preestablecidos. La figura 4.6 es una microfotografía de los tipos de recubrimientos aquí analizados.

Figura 4.6. Microfotografía de los recubrimientos analizados (200 aumentos)



Como se puede apreciar, microscópicamente estos recubrimientos presentan buena apariencia, homogeneidad y continuidad. Sin embargo, se identificaron zonas (bordes y esquinas) en donde estas cualidades no estaban al mismo nivel debido a la malograda formación del depósito, situación causada por variación en las condiciones del proceso asociadas a la geometría del electrodo de trabajo, tales como la acumulación de corriente y las desviaciones en la intensidad y configuración del campo magnético. En la figura 4.7 se muestran algunas microfotografías tomadas en una sección transversal de los recubrimientos sobre los diferentes sustratos.

Figura 4.7. Microfotografías de la sección transversal de los recubrimientos



* En todas las fotografías se observan tres capas: resina (superior), recubrimiento (intermedia) y sustrato (inferior)

Los promedios determinados para el peso (W), el campo magnético residual (Br), el espesor, la dureza y la adherencia de estos recubrimientos se encuentran en la tabla 4.4.

Tabla 4.4. Propiedades de los recubrimientos obtenidos (promedios)

PROPIEDAD EVALUADA	MATERIAL			
	RECUBRIMIENTO PROCESO 1	RECUBRIMIENTO PROCESO 2		
	Substrato: Al	Substrato: Al	Substrato: Cu	Substrato: Pb
Wdepósito (g)	0,07213	0,79879	0,77324	0,96582
Br (Gauss)	0,8	16,866	15,236	20,755
Dureza (Vickers HV)	-	602,33	605,67	594,2
Espesor (µm)	14,75	14,94	14,5	20,67
Adherencia (kPa)	492,735	554,567	272,553	1227,085

El dato registrado para Br corresponde al promedio de los promedios encontrados en cada una de las probetas analizadas. A su vez, en cada probeta el promedio se calculó teniendo en cuenta el valor absoluto de solo los valores positivos (o solo los negativos) encontrados en las zonas antes especificadas mediante la figura 3.5.

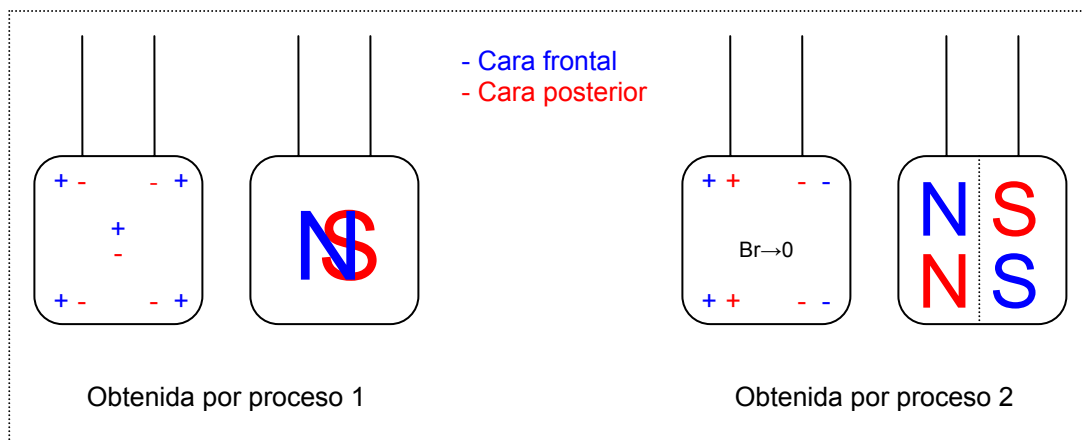
Como se aprecia, con este tipo de recubrimientos cada uno de los metales base adquiere la propiedad magnética, muy débil en el caso del proceso 1 y excelente en el caso del proceso 2, si se tiene en cuenta el espesor alcanzado por el depósito y el valor de esta propiedad que tanto para aluminio, cobre y plomo en su estado previo al proceso es de 0,0 Gauss.

La dureza evaluada para los recubrimientos del proceso 2 es muy similar a la que aparece reportada en la literatura ^[44] para magnetos de la aleación Nd₂Fe₁₄B, cuyo valor es 600 HV (Vickers)

En cuanto a la adherencia, los recubrimientos obtenidos con el proceso 2 presentan mejores resultados que los obtenidos con el proceso 1 (en aluminio). Y en lo que respecta específicamente a los recubrimientos del proceso 2, los obtenidos sobre plomo tienen la mejor adherencia y los de cobre la peor. Esto tiene una explicación: la evolución de hidrógeno en el electrodo de trabajo (substrato) como una reacción secundaria en procesos de electrodeposición catódica. Mientras en el caso del plomo esta reacción sucede lentamente y la formación de hidrógeno sobre su superficie es incipiente, en cobre esta reacción es más rápida al igual que la formación de hidrógeno, el cual no es liberado a la misma velocidad y tiende a quedarse en la superficie del metal, impidiendo una buena adherencia y en extremas situaciones, agrietando el recubrimiento. Estos comportamientos también tienen su incidencia en el peso y espesor alcanzados por los depósitos.

La orientación del campo residual presenta un comportamiento bien diferente. En los recubrimientos del proceso 1, esta tiene la de la configuración empleada durante la electrodeposición magnética; en los recubrimientos del proceso 2, esta parece no tener alguna relación. Los detalles se aprecian en la figura 4.8.

Figura 4.8. Orientación del campo Br presente en los recubrimientos obtenidos por los procesos 1 y 2



Debido a la poca satisfacción en los resultados obtenidos para los depósitos generados a partir del proceso 1 en lo que se refiere a la propiedad magnética además, del costo, del tiempo y de la complejidad que supone la caracterización química del mismo, el interés de esta investigación se centrará ahora en los depósitos generados a partir del proceso 2.

En la figura 4.9 se exponen los resultados de los ensayos de caracterización química por la técnica de difracción de rayos-x. En las figuras 4.10 y 4.11 los espectrogramas obtenidos por difracción de rayos-x y LIBS, respectivamente, para recubrimientos del proceso 2 y magnetos de la aleación $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.

Figura 4.9. Caracterización química por difracción de rayos-x

1. MUESTRA SÓLIDA-POLVO DE IMÁN (A9CF)				
	FASE	No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	39-473	Neodimio Boro hierro	35.34%
	$\text{Nd}(\text{OH})_3$	70-215	Hidróxido de Neodimio	3.71%
	SiO_2	88-2487	Oxido de silicio	5.77%
Amorfos				55.18%

2. MUESTRA METÁLICA-PROBETA DE ALUMINIO (A9CE)			
	FASE	No. TARJETA PDF-2	NOMBRE
	Fe	87-721	Hierro

OBSERVACIONES:

- En los difractogramas de las muestras se observan bandas anchas que indican la presencia de material amorfo.
- En el difractograma de la muestra metálica se observa una banda ancha de muy baja intensidad a valores entre 34 y 36° de 2θ que coinciden con las reflexiones más intensas de óxidos de hierro tales como: magnetita, hematina y magemita.
- Durante el retiro del recubrimiento de la muestra metálica se observó la presencia de material magnético.

Figura 4.10. Difractogramas para un recubrimiento del proceso 2 en Al como sustrato y para la aleación $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$

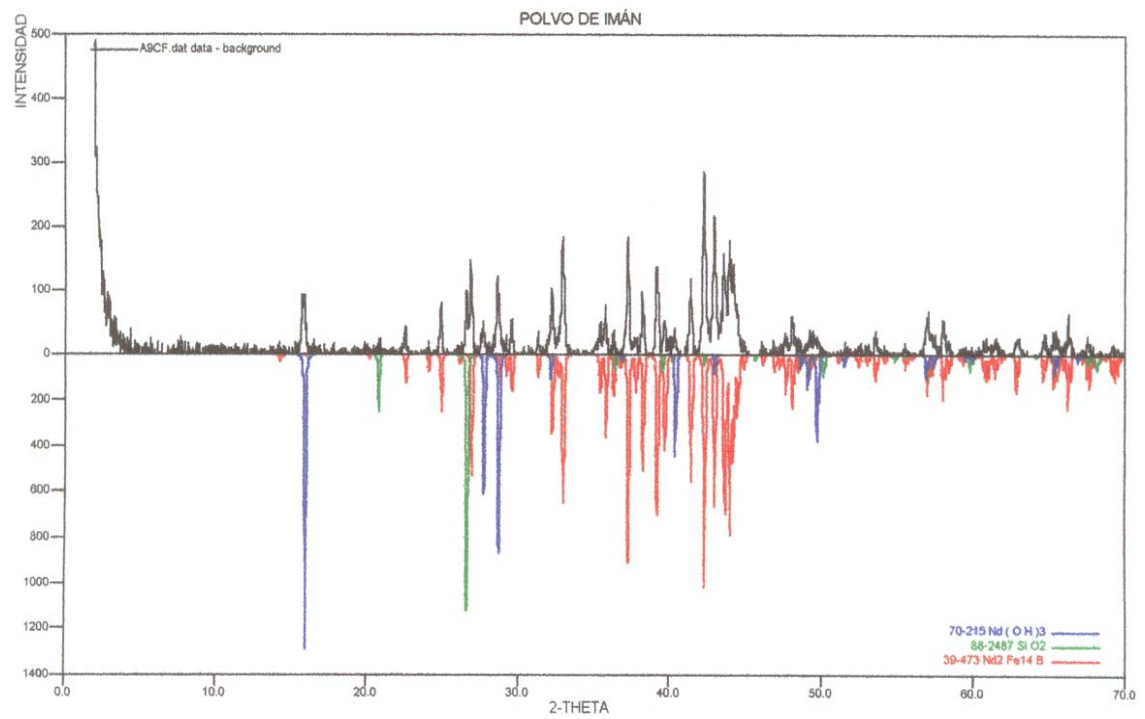
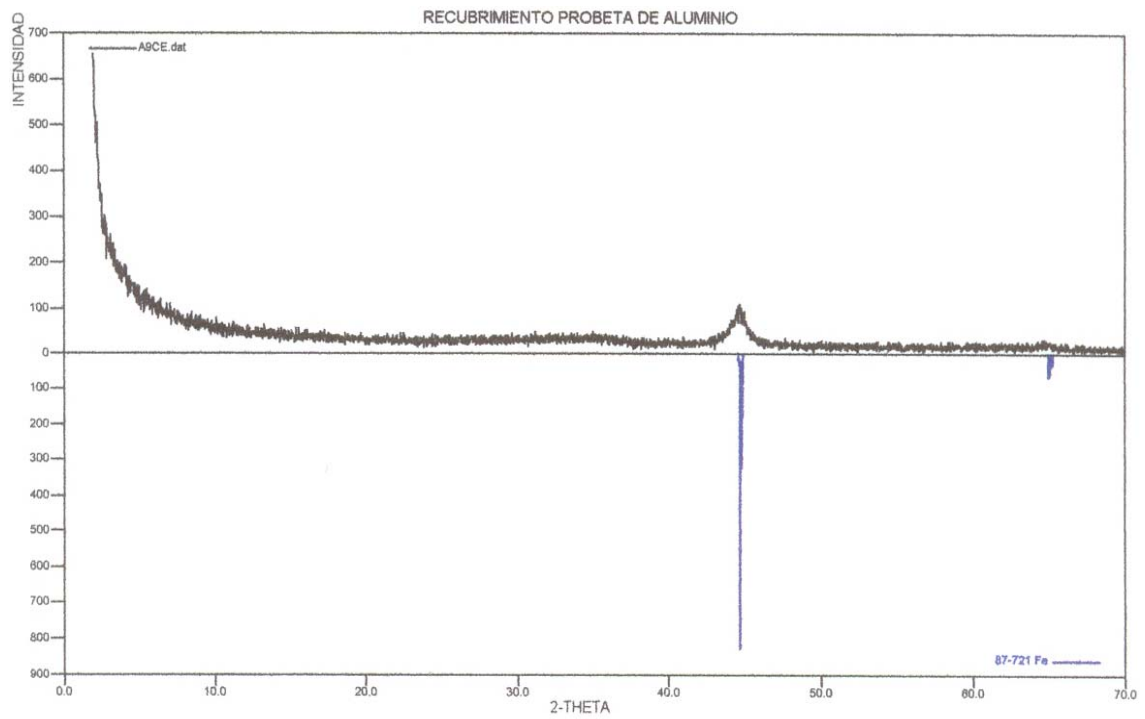
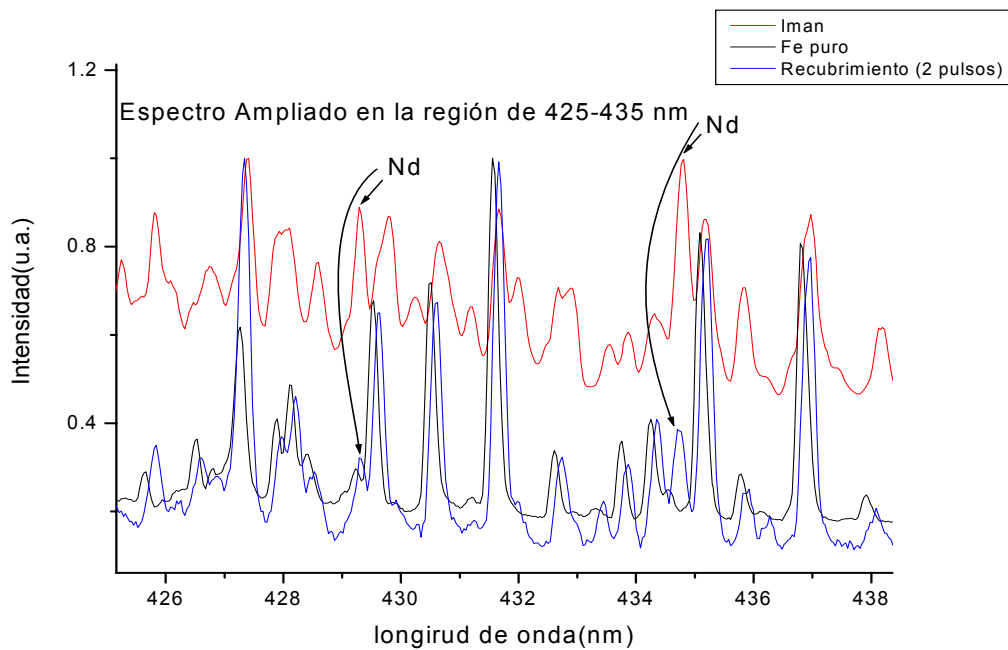
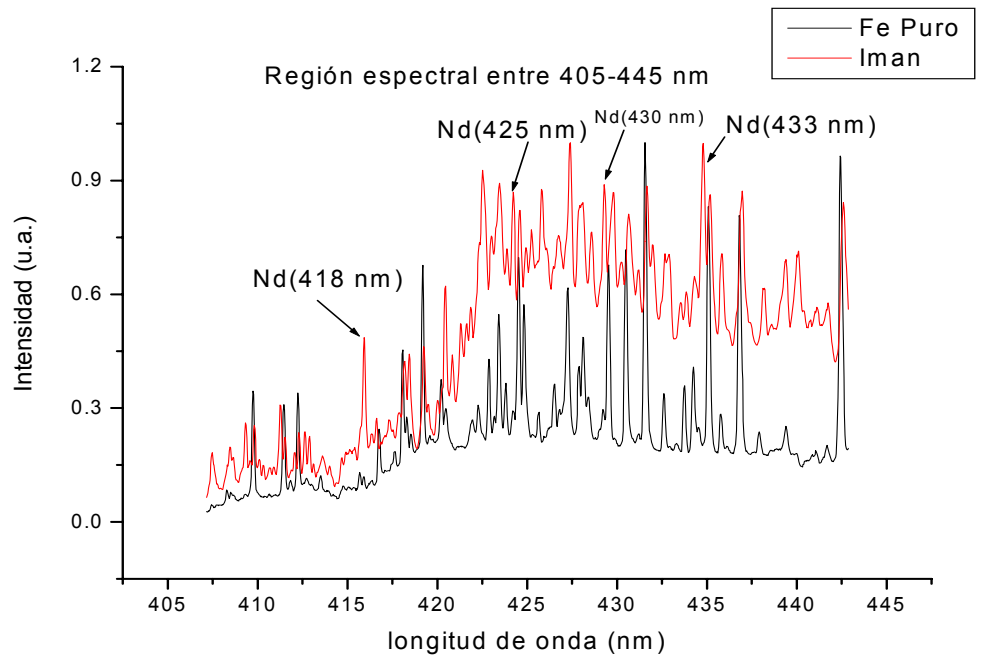


Figura 4.11. Espectrogramas obtenidos por LIBS para un recubrimiento del proceso 2 en Al como sustrato y para la aleación $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$



Como se observa, la caracterización química cualitativa y cuantitativa de la totalidad de especies presentes en un recubrimiento que ha sido generado por el proceso 2 no puede ser completa, porque las técnicas empleadas presentan limitantes de sensibilidad instrumental, sobre todo, para detectar la presencia del elemento boro y sus posibles derivados, inclusive donde se tiene la certeza de su existencia, como lo es la misma aleación $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. No obstante, en depósitos de este tipo se identifica la fuerte presencia de Fe (difracción de rayos-x y LIBS) y en menor intensidad, de Nd (LIBS); estos elementos hacen parte de la aleación magnética utilizada como materia prima, y son los principales responsables del campo Br.

Finalmente y como consecuencia de la composición, los recubrimientos del proceso 2 al igual que los magnetos de la aleación $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ son muy vulnerables al ataque atmosférico, ya que se presenta corrosión por picadura similar a la que se presenta en otros materiales ferrosos, deteriorándose rápidamente (figura 4.12). Este problema se soluciona fácilmente protegiendo el recubrimiento o el material magnético con un recubrimiento de níquel por vía electrolítica, o simplemente aplicando una resina sobre su superficie.

Figura 4.12. Recubrimiento obtenido en el proceso 2 e imán de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ expuestos a condiciones atmosféricas durante 30 días.



5. CONCLUSIONES

- ▶ En este trabajo investigativo se logró plantear, diseñar, y desarrollar mediante dos procesos similares pero con diferentes compuestos, la técnica aquí denominada “electrodeposición magnética en materiales conductores”, como una nueva alternativa para adicionar la propiedad magnética a materiales conductores que no la poseen, sustentando la propuesta con resultados producto de la experimentación a nivel de laboratorio y la comprobación de los mismos, mediante estándares actuales.
- ▶ En la electrodeposición magnética al igual que en una electrodeposición convencional, ciertas variables de diseño y operación requieren mayor atención y control que otras. Para este caso, las variables más influyentes de acuerdo con el estudio realizado son: la densidad de corriente aplicada, la concentración de especies en el electrolito, la temperatura, la agitación, el tiempo del proceso y la intensidad y orientación del campo magnético externo.
- ▶ La técnica “electrodeposición magnética en materiales conductores” propuesta en este trabajo investigativo puede ser utilizada para adicionar con éxito la propiedad magnética al aluminio, al cobre y al plomo, cuando se utiliza un diseño como el del proceso 2 y además, se opera con una densidad de corriente cercana a los $21\text{A}/\text{dm}^2$, a una temperatura comprendida entre $25\text{-}45\text{ }^\circ\text{C}$, con una distancia entre electrodos igual a 2 cm, durante 35 minutos; pero no es recomendable para materiales que presentan excesiva actividad electroquímica como en el caso del zinc.

- ▶ Los recubrimientos obtenidos por la técnica a través del proceso 2, presentan características magnéticas y apariencia semejantes a las del material original, es decir, a la aleación $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, indicativo de una electrodeposición de aleaciones.

6. RECOMENDACIONES

- ▶ Frente a la posibilidad de aplicar este tipo de recubrimientos a nivel industrial, este trabajo es una base preliminar de conocimientos pero es necesaria su profundización, con el fin de evaluar las potencialidades de la electrodeposición magnética en materiales conductores, y de los recubrimientos obtenidos por la técnica.
- ▶ También se recomienda hacer un estudio dirigido a incrementar y mejorar la propiedad magnética de los recubrimientos obtenidos, electrodepositando sobre estos una película de níquel que por sus características, sirve como sustrato para depositar nuevamente el material magnético (multicapas). Esto también ayuda a proteger el recubrimiento magnético del ataque atmosférico.
- ▶ Por las características intrínsecas a la técnica, se recomienda además realizar un estudio de impacto ambiental considerando la normatividad internacional vigente.

7. BIBLIOGRAFÍA

1. AOTANI, K. Studies on the electrodeposited alloys. Properties of electrodeposit of Ni-Fe alloys. Electrochem, soc, Japan 20, 1952
2. AOTANI, K. Studies on the electrodeposited alloys, on the microscopic structures or electrodeposit alloys. Electrochem. Soc, Japan 21, 1953.
3. BLUM, W. and HOGABOOM, G. Electroplating and electroforming, 3^a ed. Mcgraw-Hill, Washington, 1949.
4. BLUM, W. and HOGABOOM, G. Galvanotecnia y galvanoplastia; dorado-plateado-niquelado-cromado. Mx: Cecs. México, 1964.
5. BRENNER, A. Electrodeposition of alloys principles and practice. Volume 1. Ed Academic press, Washington.
6. EVANS, U. and SHOME, S. Electroplatess techm. Soc, 26. Num 9, 1950.
7. FERRADA, P. Optimización con aplicaciones a la ingeniería química, UIS, Bucaramanga, 1994.
8. FINK, G., WILLMAN H. and YANG, L. Discuss Faraday soc, 1947.
9. FORKER, W. Cinética Electroquímica. Buenos Aires: Eodeba, 1971.
10. HOMES, G and MAQUESTIAN, M. Comm. tech etats et. Proprieties surface metaux journnes etats surface. París, 1945.

11. HOTHERSALL, A. J. Electroplater techn, sec 7, 1932.
12. JONES, D. Principios y prevención de la corrosión, 2^a ed. Assistant: Meg Weist. Wasington, 1996.
13. KASATKIN, A. Fundamentos de electrotecnia. Ed MIR. Moscú, 1980.
14. LOZANO, L. Estudio de los parámetros de deposición y de las características fisicoquímicas de los recubrimientos electrolíticos. Postgrado en Ingeniería Metalúrgica, UIS. Bucaramanga 2003.
15. MACHU, W. Galvanotecnia moderna. Madrid: Aguilar.
16. MACHUCA, F. Estudio del proceso de electrodeposición de emulsiones poliméricas caso de estudio Estireno/Butadieno. Tesis de grado en Ingeniería Química, UIS. Bucaramanga, 1997
17. MANTELL, C. Electrochemical engineering, 4^a ed. Mcgraw Hill. New York, 1960.
18. MANTELL, C. Electroquímica Industrial, Información exhaustiva en la teoría y práctica de los procesos electroquímicos industriales. Barcelona: Reverté.
19. MEYER, W. and PHILLIPS, A. The structure of electrodeposited copper alloys. Trans. Electrochem soc, 73, 1938.
20. NAVARRO, A. Y GALLARDO, L. Recubrimiento de mallas metálicas de acero inoxidable con sílica por electrodeposición utilizando el método de sol-gel. Tesis de grado en Ingeniería química, UIS, 2004

21. ORJUELA, R. Materiales Magnéticos. Teoría metalúrgica y aplicaciones. Consejo superior de investigaciones científicas: Madrid, 1955.
22. PIONTELLI, R. Proc. J. Intern. Conf. 1947.
23. SALAZAR, R. Et. al. Memorias XXII Congreso Colombiano de Ingeniera Química, 2003.
24. SERWAY, R. Electricidad y magnetismo, 3^a ed. Mcgraw Hill. México.
25. STILLWELL, C. The x ray analysis of electrodeposited alloys metal ind. New York, 1933.
26. STILLWELL, W. and FEINBERG. The structure of electrodeposited alloys. The effect of current density and temperature of deposition on the structure of silver-cadmium deposits.
27. TSU, I. The preparation and properties of iron-niquel film, 1960.
28. ZAMBRANO, P. Estudio de las técnicas electroquímicas para el análisis de corrosión y organización de la información para el mantenimiento científico del PIC-ICP. Tesis de grado en Ingeniería Metalúrgica, UIS. Bucaramanga, 1992.
29. Imanes: Ferrita-tierras-raras-Alnico. Establecimientos electromecánicos Magnum.
<http://www.imanesmagnum.com.ar/accesorios/imanes/imanes.htm>

30. A Mossbauer investigation of the dissociation of the $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ phase.
<http://www.op.org/EJ/abstract/0953-8984/11/25/313>

31. A supplier of permanent magnets: Rare earth magnets, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ magnets, magnets, SmCo magnets.
<http://www.stanfordmagnets.com/magnets.html#begin>

32. Conferencias de Electromagnetismo 2004. Juan C Fernández. Departamento de física. Facultad de Ingeniería. Universidad de Buenos Aires.
<http://www.fi.uba.ar>

33. Chemistry: periodic table: Nd: key information.
<http://www.webelements.com/webelements/elements/text/Nd/key.html>.

34. Electrolisis.
<http://www.lenntech.com/español/electrolisis.htm>.

35. Imanes Victoria Kent, Madrid. Febrero de 2004
<http://centros.pnticmec.es/ies.victoria.kent/rincón-c/rincon.htm>

36. Magnetic nanocomposites research-inframat-nanomaterials for your infraestructura.
<http://www.inframat.com/magnetic.htm>

37. Magnetic properties or $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ magnets.
<http://www.iop.org/EJ/abstract/0022>

38. Monitoreo de calidad del aire de la CDMB.
<http://www.cdmb.gov.co/conozco/paginas/ibuca.htm#top>

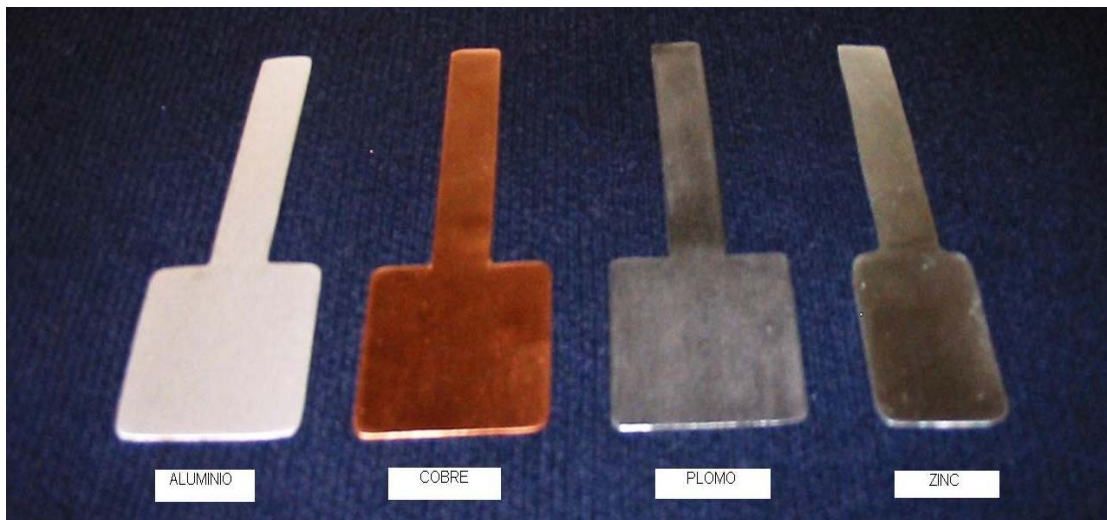
39. Neodymium iron boron in a hydrogen atmosphere.
<http://www.mceproducts.com/knowledge-base/article/article.dtl.asp?id=21>
40. Properties of Nd₂Fe₁₄B film grown on silicon substrate by PLD under external magnetic field. Pan Zheng et. al. 2005.
41. Rare-earth permanent magnets: new magnet materials and applications Collocott S. et. al. Division of telecommunications and industrial physic, Lind field, Australia 2070. School of electrical engineering, University of Technology, Sidney.
42. Shenzhen Shan Magnetism Industry co. Ltd.
<http://www.ndfeb.magnet.com/eparam.htm>

ANEXOS

Anexo A. Descripción de Materiales y Reactivos Utilizados en el Montaje y Desarrollo de la Electrodeposición Magnética

Electrodos de trabajo

Figura A1. Substratos metálicos



◆ Aluminio

Tabla A1. Composición química del Aluminio

Designación ASTM B-209	Al Mín %	Impurezas Máx %					
		Fe	Cu	Mn	Zn	Otros	Si
1100	99,00	1	0,05-0,20	0,5	0,10	0,15	Si+Fe

Tabla A2. Propiedades físicas del Aluminio

Propiedad	Valor
Temple	H -18
Fatiga (kg/mm ²)	6
Modulo de Elasticidad (MPa)	152
Tensión de Rotura al Corte (kg/mm ²)	9
Conductividad Térmica (W/m*K)	238,49
Resistividad Eléctrica ($\Omega\text{mm}^2/\text{m}$)	$1,603 \times 10^{-8}$
Densidad (kg/dm ³)	2,71
Coefficiente de Dilatación ($10^{-6}\text{mm}/^\circ\text{C}$)	23,8
Resistencia a la Tracción (kg/mm ²)	15
Dureza Brinell (kg/mm ²)	44

◆ Cobre

Tabla A3. Composición química del Cobre

Designación ASTM B-248	Ag+Cu Mín %	Impurezas Máx %					
		Ag	Sb	Bi	Fe	Pb	Te
C-11000	99,90	0,04	0,002	0,001	0,02	0,003	0,001
		S	As	Cd	Se	Total	
		0,03	0,001	0,001	0,001	0,1	

Tabla A4. Propiedades físicas del Cobre

Propiedad	Valor
Temple	H-08
Fatiga (MPa)	97
Limite de Elasticidad (MPa)	345
Conductividad Térmica (W/m*K)	388
Coefficiente Lineal de Expansión Térmica ($\mu\text{m}/\text{m}^*\text{K}$)	17
Resistividad Eléctrica ($\Omega\text{mm}^2/\text{m}$)	0,0178
Densidad (kg/dm^3)	8,89
Resistencia a la Tracción (kg/mm^2)	380
Esfuerzo de Cizalla (MPa)	200
Dureza Brinell	60

◆ Plomo

Tabla A5. Composición química del Plomo

Designación ASTM	Pb Mín%	Impurezas Máx %					
		As	Ag	Ca	Sb	Sn	Bi
L-50775	99,48	0,0005	0,001	0,11	0,0005	0,4	0,005
		Cu	Zn	Cd	Ni	Fe	Total
		0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,5195

Tabla A6. Propiedades Físicas del Plomo

Propiedades	Valor
Densidad (kg/dm ³)	11,35
Resistencia a la Tracción (MPa)	41-45
Dureza Rockwell	90-95

◆ Zinc

Tabla A7. Composición química del Zinc

Designación ASTM B-86	Zn Mín%	Impurezas Máx %				
		Al	Mg	Cu	Fe	Pb
AC41A	94,25	3,5-4,3	0,030-0,08	0,75-1,25	0,100	0,005
		Cd	Sn	Total		
		0,004	0,003	0,05		

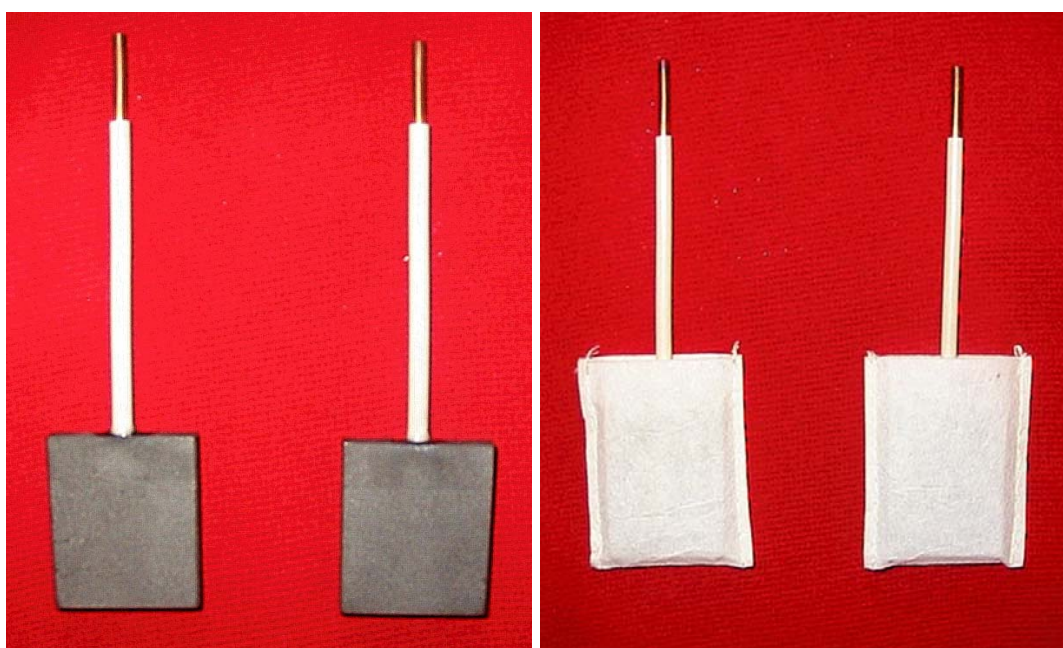
Tabla A8. Propiedades físicas del Zinc

Propiedades	Valor
Esfuerzo de Fatiga (MPa)	56,5
Resistencia a la Tracción (MPa)	328,2
Esfuerzo de Cizalla (MPa)	262
Conductividad Térmica (W/m*K)	109
Densidad (kg/dm ³)	6,7

Coeficiente Térmico de Expansión Lineal ($\mu\text{m}/\text{m}^*\text{K}$)	27,4
Resistividad Eléctrica ($\mu\Omega^*\text{cm}$)	6,5
Dureza Brinell	91

Contraelectrodos

Figura A2. Ánodos de Grafito



Ánodos

Ánodos con funda

Tabla A9. Composición química del Grafito

Grafito Mineral	Cenizas	Volátiles	Humedad	Carbón Fijo
%	0,196	4,229	0,155	95,42

Tabla A10. Propiedades físicas del Grafito

Propiedad	Valor
Modulo de Elasticidad (N/mm ²)	66,28-81,57
Tensión de Rotura al Corte (kg/mm ²)	0,8-1,3
Resistividad Eléctrica (Ω *mm ² /m)	8,51-9,011
Densidad (kg/dm ³)	2,18
Coefficiente de Dilatación (10 ⁻⁶ mm/m*°C)	-2,2
Esfuerzo de fractura (kg/mm ²)	0,8-1,30
Esfuerzo de Tensión (kg/mm ²)	0,5-0,7

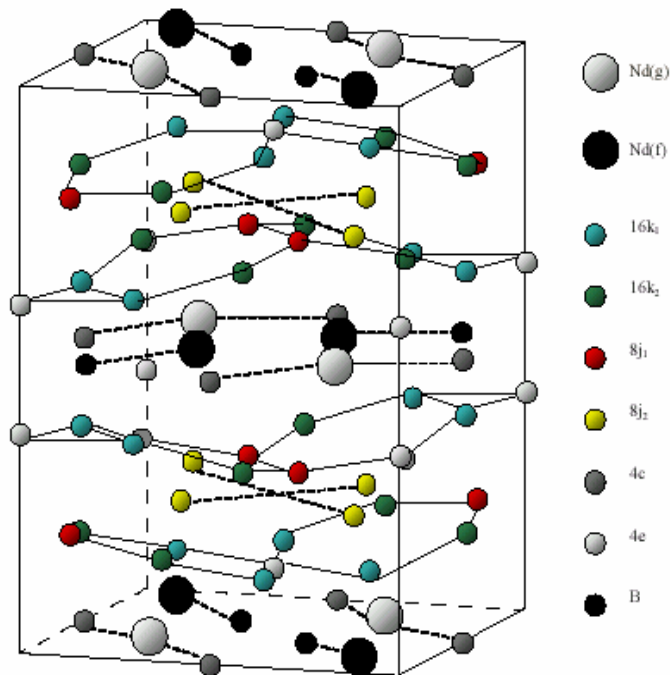
Figura A3. Imanes de Neodimio-Hierro-Boro sinterizados



Estructura de $Nd_2Fe_{14}B$ [32]

El hierro es un metal de transición mucho más barato que el cobalto, y el neodimio es una tierra rara liviana mucho más abundante que el samario. Diversas tierras raras X se combinaron con hierro en compuestos X_2Fe_{14} , pero todos presentaron temperaturas de operación muy bajas para propósitos prácticos. Una mejora significativa ocurrió con el descubrimiento que el agregado de boro formaba un compuesto ternario con fuerte anisotropía magneto-cristalina uniaxial y una mayor temperatura de operación. El compuesto de neodimio-hierro-boro de fórmula aproximada a $Nd_2Fe_{14}B$ presentó la mejor combinación de propiedades magnéticas y térmicas. La estructura de la celda unitaria de este material se muestra en la figura A4 y consiste de 68 átomos de los cuales 56 son de Fe, que ocupan sitios cristalográficamente no equivalentes denominados 16k1, 16k2, 8j1, 8j2, 4e y 4c.

Figura A4. Estructura de celda unitaria



La estructura de la aleación sinterizada consta de cuatro unidades que construyen una unidad básica con una estructura cristalina tetragonal.

Figura A5. Estructura cristalina tetragonal de la aleación sinterizada

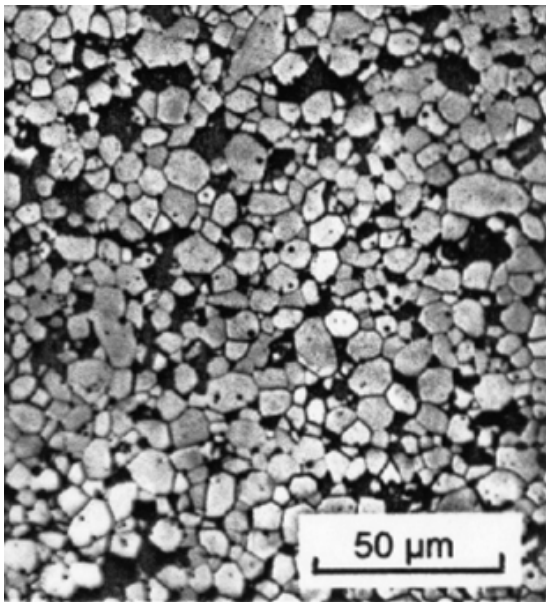


Tabla A11. Propiedades físicas del imán de Neodimio

Propiedades	Valor
Fatiga (kg/mm ²)	6
Modulo de Elasticidad (N/m ²)	16-17,6
Tensión de Rotura al corte (kg/mm ²)	9
Esfuerzo de Flexión (kg/mm ²)	25
Conductividad Térmica (W/m*K)	8,96x10 ⁻³
Temperatura de Curie (°C)	310

Temperatura Máx de Operación (°C)	150
Resistividad Eléctrica (nΩ*m)	1600
Densidad (kg/dm ³)	7,5
Coefficiente Térmico de Expansión Lineal (μm/m*K)	5
Resistencia a la tracción (MPa)	830
Dureza Vickers (Hv)	600

Tabla A12. Propiedades magnéticas de imán de Neodimio

Propiedades	Valor
Remanencia B _d (T)	0,60
Inducción Residual B _r (T)	1,2
Fuerza Coercitiva H _C (kA/m)	848
Fuerza Coercitiva Intrínseca H _{Cl} (kA/m)	>1350
Energía Máxima de Producto BH _{Max} (kJ/m ³)	255
Permeabilidad Relativa (Gauss/Oe)	1,05
Campo Magnetizante Requerido (kA/m)	>2000
Coefficiente de temperatura de B _r (%/°C)	-0,11
Coefficiente de temperatura de H _{Cl} (%/°C)	-0,60

Método de Procesamiento

Estos magnetos permanentes son producidos usando la técnica del proceso de polvo metalúrgico. El proceso de manufactura comienza fundiendo el lingote en un horno de vacío; en esta etapa los componentes se calientan hasta un nivel determinado para eliminar el lubricante usado que facilitara la compactación y conseguirá una buena homogeneidad de temperatura de toda la carga. Se somete a una trituración y molienda hasta llevarlo a la forma de polvo metálico; este polvo es compactado mediante una presión, en presencia de campos magnéticos aplicados, con la asistencia de un dispositivo diseñado especialmente para alinear los dominios magnéticos y optimizar su desarrollo magnético; la forma compactada es colocada dentro de un horno bajo una atmósfera reductora y con un ciclo de temperatura cuyo máximo, denominado temperatura de sinterización, está por debajo de la temperatura de fusión del material y es, habitualmente, 1120 °C, continuando con un enfriamiento rápido por convección. Después de la sinterización, la forma del magneto es trabajada para alcanzar el tamaño y forma deseados. Por ultimo una capa superficial de Cinc o Níquel es colocada para proteger al magneto de la corrosión y después ser magnetizados en presencia de un gran campo magnético. Este proceso produce un imán de tipo nucleación en el que las fronteras de grano se componen de desviaciones ricas en Nd de la composición primaria $Nd_2Fe_{14}B$, proveyendo la fijación de las fronteras de dominio.

Especies Disueltas

Figura A6. Ferritas de Estroncio y Bario



Las ferritas son materiales denominados ferrimagnéticos, cuya fórmula es $MO \cdot (Fe_2O_3)_n$, donde M es un ión de un metal divalente; son compuestos cerámicos de excelentes propiedades magnéticas que les permiten ser utilizados como imanes permanentes. La ferrita de Bario $BaFe_{12}O_{19}$ y la ferrita de estroncio $SrFe_{12}O_{19}$ son materiales magnéticos difundidos por su excepcional relación calidad/precio. La ferrita está compuesta por una mezcla de óxido de hierro y carbonato de bario o estroncio.

Estructura

Los iones de gran tamaño de Oxígeno, Bario y Estroncio determinan la estructura cristalina empaquetada densa hexagonal. Los pequeños iones de Fe son localizados en los sitios intersticiales y son los responsables de las propiedades magnéticas.

Tabla A13. Propiedades físicas de las ferritas de Estroncio y Bario

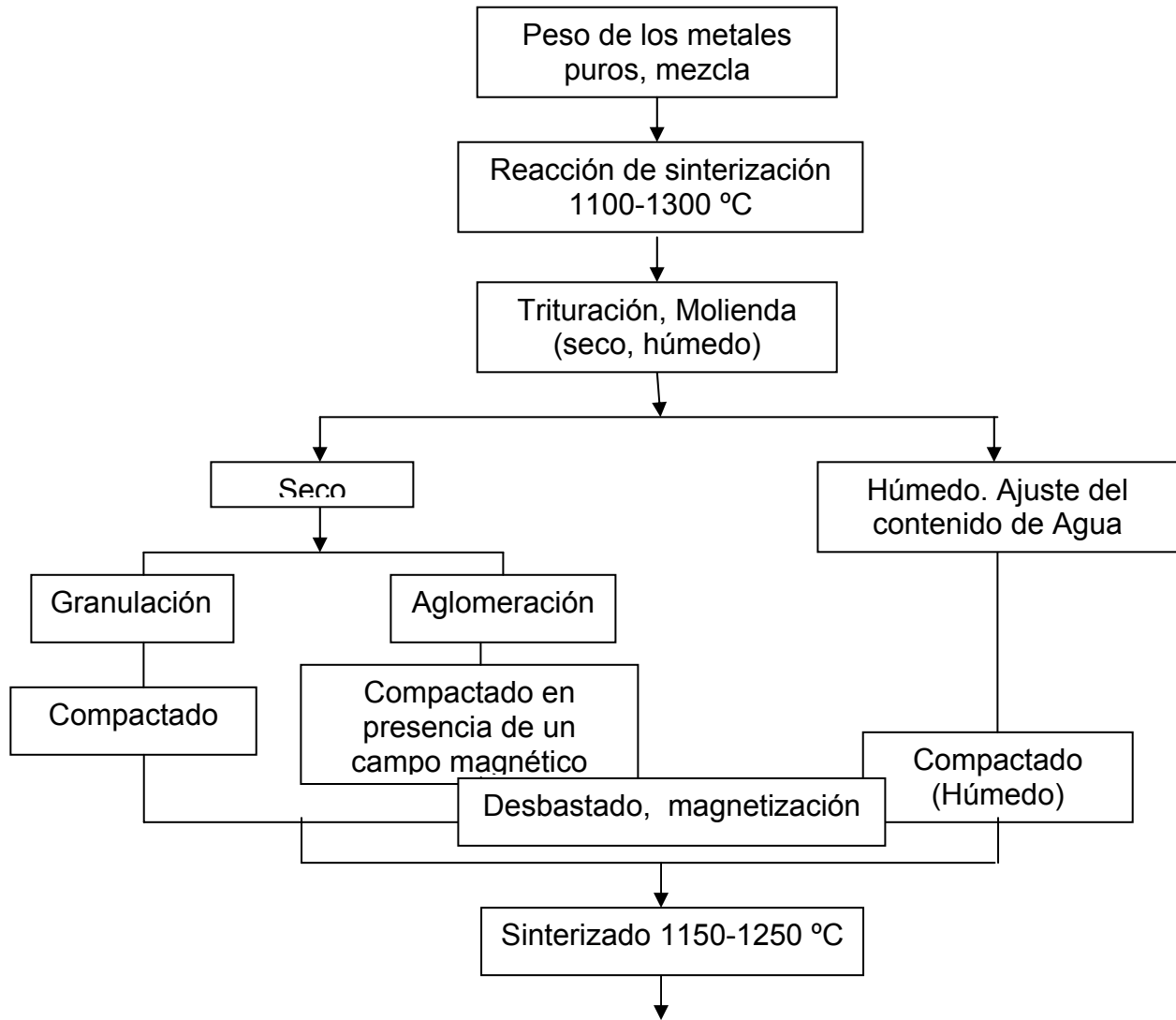
Propiedad	BaFe ₁₂ O ₁₉	SrFe ₁₂ O ₁₉
Densidad (kg/dm ³)	4,8	4,8
Temperatura de Curie (°C)	450	450
Temperatura Máxima de Operación (°C)	250	250
Dureza (MOHS)	6-7	6-7
Modulo de Elasticidad (N/mm ²)	0,15	0,15
Resistencia a la compresión (N/mm ²)	700	700
Resistencia a la Tracción (N/mm ²)	50	50
Resistencia a la Flexión (N/mm ²)	55	55
Coefficiente de Dilatación (10 ⁻⁶ m/K)	10	10
Resistencia eléctrica específica (Ωm)	> 10 ⁴	> 10 ⁴

Tabla A14. Propiedades magnéticas de las ferritas de Estroncio y Bario

Propiedad	Valor		
	BaFe ₁₂ O ₁₉	SrFe ₁₂ O ₁₉	
Energía Máxima de Atracción BH _{max} (KJ/m ³)	8	28	
Inducción Remanente B _r (mT)	215	385	
Fuerza Coercitiva H _C (KA/m)	H _{CB}	135	250
	H _{CI}	220	260
Permeabilidad (Gauss/Oe)	1,20	1,10	

Método de Procesamiento

Figura A7. Esquema del proceso de obtención Ferritas duras



Teniendo en cuenta el tipo de magnetización los materiales se pueden clasificar como diamagnéticos, paramagnéticos y ferromagnéticos.

- ◆ *Materiales diamagnéticos.* Son aquellos que en presencia de un campo magnético presentan una magnetización inducida en sentido opuesto a la dirección del campo aplicado debido a que perturba el movimiento orbital de los electrones.
- ◆ *Materiales paramagnéticos.* Son materiales que presentan electrones libres con momentos atómicos permanentes orientados de manera aleatoria, que se alinean en presencia de un campo magnético.
- ◆ *Materiales ferromagnéticos.* Los materiales ferromagnéticos presentan momentos magnéticos atómicos que se alinean con gran facilidad en presencia de un campo magnético; este tipo de materiales muestra dependencia de la temperatura, ya que a medida que se incrementa el alineamiento va desapareciendo hasta llegar al punto de Curie donde el material se torna paramagnético. Dentro de esta categoría encontramos el ferrimagnetismo en el que la compensación de los dipolos magnéticos es incompleta a causa de la disposición particular de la estructura. Por consiguiente, se origina un ferromagnetismo residual; un ejemplo de estos materiales son las ferritas que son compuestos cerámicos sinterizados con mejores propiedades magnéticas que la magnetita.

Tipos de imanes^[29]

Los imanes se dividen en naturales y artificiales, de acuerdo con su forma de fabricación. *Los imanes naturales* son los que se encuentran ya magnetizados en la naturaleza; ejemplo de estos tipos de imanes son la magnetita, la pirita y la calcetita. *Los imanes artificiales* son los que produce el hombre para su construcción.

Casi todos los imanes utilizados actualmente son imanes artificiales, no solamente porque son más intensos que los naturales, sino también por su mayor solidez y porque puede dárseles las formas más apropiadas. Los imanes artificiales se pueden clasificar en imanes temporales e imanes permanentes; los imanes temporales son materiales que poseen magnetismo cuando se coloca en un campo magnético, como los electroimanes, mientras que los imanes permanentes, conservan su magnetismo después de ser magnetizado sin calentar o golpear su estructura.

Figura A8. Imanes permanentes



Las familias de imanes permanentes más comunes para aplicaciones industriales son:

- Imanes cerámicos de grano orientado (remanencia de 4300 gauss)
- Imanes cerámicos de grano no orientado (remanencia de 900 gauss)
- Imanes de tierras raras:
 - Neodimio boro hierro (remanencia de 12300 gauss)
 - Samario Cobalto (Remanencia de 12000 gauss)

Imanes cerámicos

Los imanes cerámicos están compuestos por óxido de hierro, bario y estroncio. Estos imanes poseen alta densidad de flujo magnético, alta fuerza coercitiva y alta resistencia a la desmagnetización y oxidación, comparados

con los denominados tierras raras. La mayor ventaja de este grupo es su bajo costo.

Imanes permanentes

Pueden ser clasificados por su composición química en dos grupos:

- NEODIMIO($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$)
- SAMARIO-COBALTO(SmCo)

Los imanes de NEODIMIO ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) son los que poseen mayor fuerza coercitiva y su campo de aplicación es en todos aquellos casos que requieran BH máximo y con temperaturas de trabajo que no superen los 80 grados centígrados. Comparados con los imanes de SmCo su resistencia a la corrosión y a la oxidación es baja.

Magnetismo ^[24]

El magnetismo es la propiedad que tiene un cuerpo cuando crea a su alrededor un campo magnético por lo que puede afectar mediante fuerzas magnéticas a otros imanes como el hierro, el níquel o el cobalto.

Teoría del magnetismo

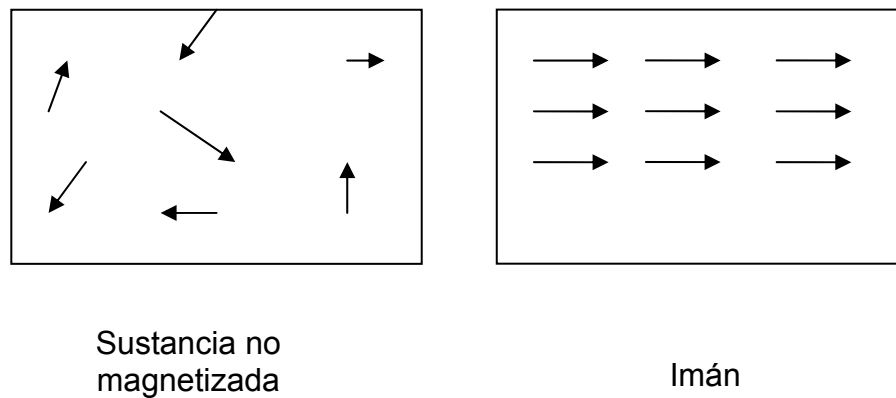
Actualmente se reconoce que el magnetismo de una sustancia es el resultado del movimiento de los electrones en sus átomos. Los electrones en movimiento tienen asociados tanto un campo eléctrico como un campo magnético.

Los electrones en rotación se pueden considerar como imanes diminutos. Si dos electrones giran en el mismo sentido constituyen un imán más intenso; en estas sustancias, los átomos vecinos que refuerzan su campo magnético

constituyen lo que se llama dominio magnético. Cada dominio magnético esta constituido por miles de átomos alineados que ocupan dimensiones microscópicas.

Aunque cada dominio magnético es un imán, dentro de la mayoría de las sustancias se encuentran totalmente desordenadas, esta es la razón por la cual la mayoría de los cuerpos no se comportan como imanes, ya que en los imanes, estos dominios están orientados en la misma dirección.

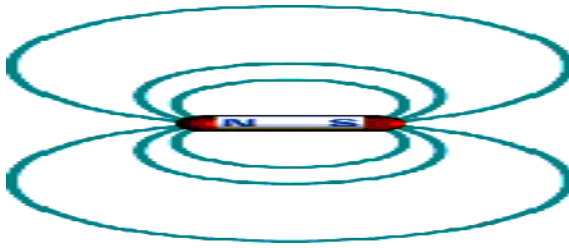
Figura A9. Esquema de los dominios en una sustancia magnetizada y un imán



Campo Magnético (B)

Es la región donde se manifiesta una fuerza magnética de atracción o repulsión que se ejerce sobre corrientes eléctricas o sobre cuerpos que posean propiedades magnéticas. Este campo es originado por imanes, corrientes eléctricas y la variación en el tiempo del campo eléctrico. Se representa mediante líneas de fuerza, que son líneas imaginarias, cerradas, que van del polo norte al polo sur, por fuera del imán y en sentido contrario en el interior de éste; se representa con la letra B; La densidad de las líneas de fuerza indica la intensidad del campo magnético.

Figura A10. Líneas de campo magnético



Magnetos Anisotrópicos: Son aquellos magnetos *que poseen* una dirección preferida de orientación magnética hacia la cual sus características magnéticas son optimas.

Magnetos Isotrópicos: Son aquellos cuyas propiedades magnéticas son las mismas en cualquier dirección y pueden sin embargo pueden ser magnetizados en cualquier dirección sin perdida de sus características magnéticas.

Fuerza Coercitiva: Es la fuerza desmagnetizadota, medida en Oersted, necesaria para reducir la inducción observada. B tiende a 0 después que el magneto previamente ha sido llevado hasta saturación.

Fuerza Coercitiva Intrínseca, H_{CI} : Es la habilidad intrínseca de un material a resistir la desmagnetización. Su valor es medido en Oersted y corresponde a una inducción intrínseca 0 en el material después de la saturación. Los magnetos permanentes con una alta fuerza coercitiva intrínseca son referidos como “magnetos permanentes duros” los cuales están asociados a una alta temperatura de estabilidad.

Temperatura de Curie: Temperatura a la cual el alineamiento paralelo de los momentos magnéticos elementarios desaparecen completamente y los materiales no son capaces de mantener la magnetización.

Densidad del flujo magnético (B): La densidad de líneas de flujo magnético en una región del campo magnético es el número de líneas de flujo

magnético que pasan a través de una unidad de área perpendicular, en esa región. La unidad de la densidad de flujo magnético es Weber por metro cuadrado, unidad que se conoce como Tesla (T).

Inducción Magnética B: Flujo magnético por unidad de área de una sección normal a la dirección del flujo. La unidad de la Inducción es el Tesla en el sistema SI.

Fuerza Magnetizante: Es la fuerza magnetomotriz por unidad de distancia hacia cualquier punto en el circuito magnético. Su unidad es Oersted en el sistema CGS, 1 Oersted equivale a 79.58 A/m en el sistema SI.

Energía Máxima de Producto, BH_{MAX} : Se refiere al producto máximo entre la fuerza magnetizante y la inducción B. Este parámetro indica la mayor energía que el material puede suministrar cuando se encuentra en un determinado punto de trabajo. La unidad de medida son kJ/m^3 .

Remanencia, B_d : Es la inducción magnética que permanece en el circuito magnético después de remover una fuerza magnetizante aplicada.

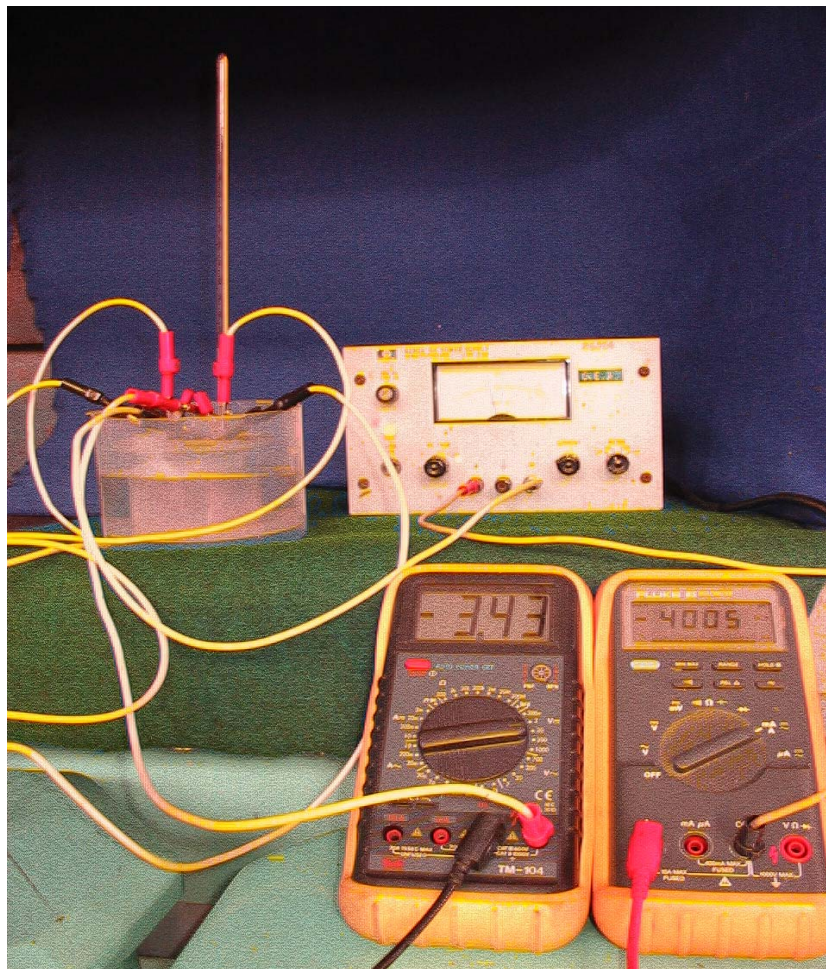
Coefficiente Reversible de Temperatura: Es una medida de los cambios reversibles en el flujo causados por variaciones en la temperatura.

Inducción Residual, B_r : Este parámetro representa la densidad de flujo magnético máximo de producto de un material sin un campo magnético externo.

Saturación: Condición bajo la cual la inducción de un material ferromagnético alcanza su máximo valor con el incremento de una fuerza magnetizante aplicada. Todos los momentos magnéticos elementarios comienzan a ser orientados en una dirección hacia la condición de saturación.

Montaje del Proceso de Electrodeposición Magnética

Figura A11. Montaje del proceso de electrodeposición magnética



METODOLOGÍA

1. Preparación y Montaje de las muestras

- Muestra metálica

El recubrimiento de la placa metálica fue retirado. El espécimen seleccionado de la muestra fue montado en un portamuestra de ZBH (Zero Background Holder).

- Muestra sólida

La muestra fue pulverizada en un mortero de ágata y llevadas a un tamaño de 25 μm (500 mesh). El espécimen seleccionado de la muestra fue montado en un portamuestra de aluminio mediante la técnica de llenado lateral.

2. Toma de datos de difracción

Se realizó en un difractómetro de polvo marca RIGAKU modelo D/MAX IIIB bajo las siguientes condiciones:

Voltaje		40(kV)
Corriente		20(mA)
Rendijas (Slits)	DS	1.0°
	RS	0.3mm
	SS	1.0°
Muestreo		0.02° 2theta
Rango de Medición		2-70° 2theta
Radiación		CuK α 1
Monocromador		Grafito

Identificación de fases

Tipo de barrido	continuo
Velocidad de Barrido	1.2°/min

Cuantificación de fases

Tipo de barrido	a pasos
Tiempo de muestreo	2 segundos

3. Análisis por Difracción de Rayos-X

Identificación de fases

El análisis cualitativo de las fases presentes en la muestra se realizó mediante comparación del perfil observado con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del International Centre for Diffraction data (ICDD).

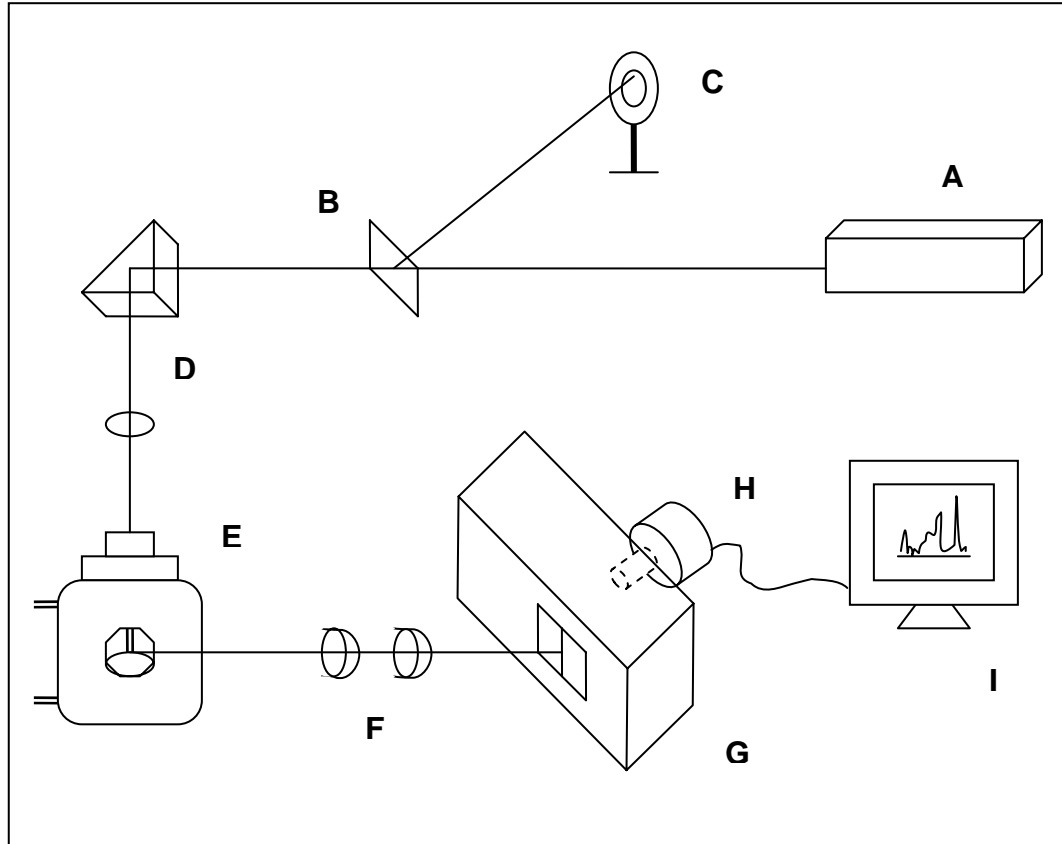
Cuantificación de fases

El análisis cuantitativo de las fases encontradas se realizó mediante el refinamiento por Rietveld del perfil observado que contiene una cantidad conocida de un estándar interno (Aluminum oxide, -100mesh, 99%. Corundum, α -phase. Aldrich No. 23,474-5) correspondiente al 20%.

*Los resultados se relacionan únicamente con las muestras analizadas.

► *ESPECTROSCOPIA DE PLASMA INDUCIDO POR LÁSER (LIBS)*

Figura B1. Esquema general del montaje utilizado en los ensayos de LIBS



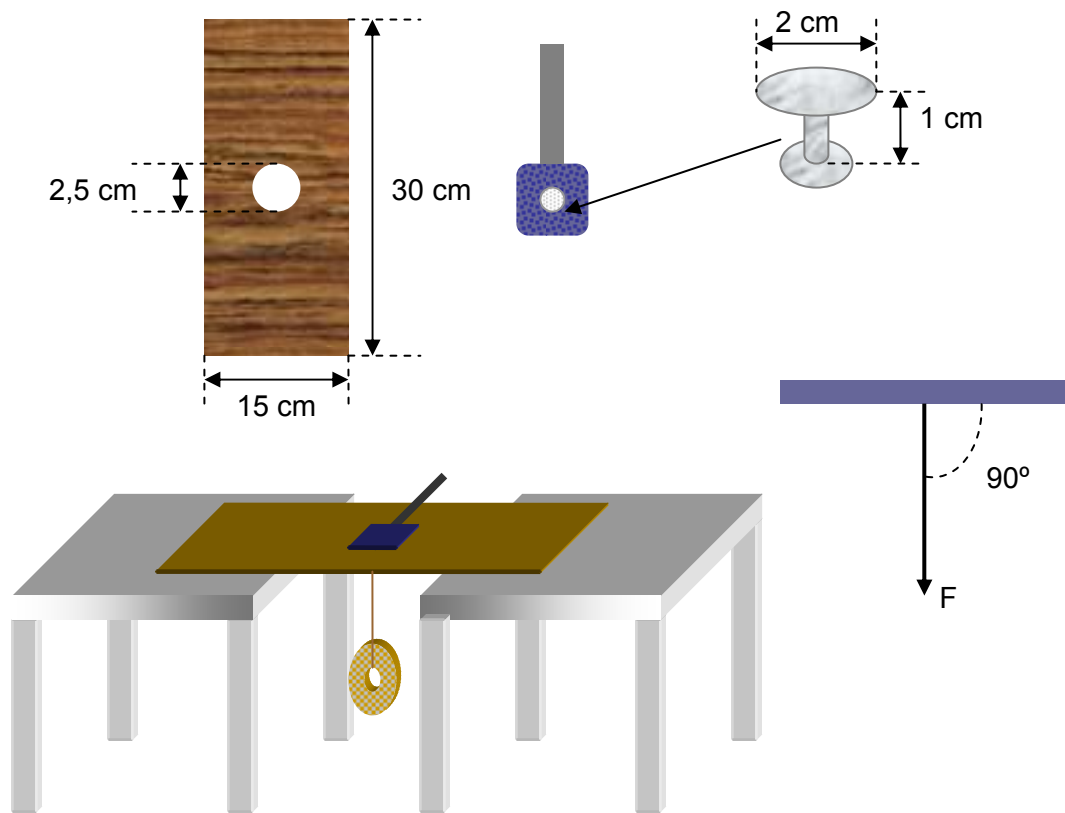
En la figura anterior se muestra el esquema del montaje que se encuentra en el Laboratorio de Espectroscopía Atómica y Molecular (LEAM) de la Universidad Industrial de Santander, utilizado para los ensayos de caracterización de los recubrimientos magnéticos mediante la técnica LIBS. Este contiene como fuente de radiación [A] un láser Nd: YAG pulsado (Quanta Ray, Spectra Physics) con frecuencia de 10 Hz y duración de pulso de 10 ns, empleando una longitud de onda de 532 nm. El haz láser atraviesa un separador de haz [B] (aproximadamente 10% de reflexión), el cual envía una parte de la radiación a un medidor de potencia [C] (NOVA, OPHIR) para el registro de la intensidad; el resto es enviado a un sistema de enfoque de

radiación [D] compuesto principalmente por un lente de 10 cm de distancia focal, que a su vez, dirige el haz hacia la superficie de la muestra que se encuentra dentro del sistema celda-porta muestra [E]. La radiación emitida por el plasma es conducida con la ayuda de un sistema óptico [F] hasta la hendidura de entrada de un espectrógrafo [G] tipo Czerny-Turner de 0,5 m de distancia focal (Digikröm 740, Spectral Products equipado con rejillas de difracción de 1200 surcos por mm) y un detector [H] tipo CCD (128 H, Princeton Instruments). Estos espectros son almacenados en un computador [I] para su posterior calibración y análisis.

Anexo C. Montajes Realizados para los Ensayos de Adherencia Recubrimiento- Metal Base

Los montajes realizados en esta investigación para evaluar la adherencia del recubrimiento sobre el metal base, aunque son específicos para el caso, surgen de algunas bases teóricas contenidas en las normas STD-ASTM B 905-00 y STD-ASTM C 633-01.

- Figura C1. Montaje A: Ensayo de adherencia recubrimiento-metal base aplicando la fuerza a 90°



El montaje A está compuesto por una tabla de madera (1,5 cm de espesor) con las dimensiones que se muestran en la figura, la cual se apoya en los extremos sobre las superficies de dos mesas con igual altura. Centrada en el agujero de la tabla descansa la probeta con el recubrimiento. Pegado al recubrimiento se encuentra el área circular ($d = 2 \text{ cm}$) de una pieza de aluminio que sirve como punto de aplicación de la fuerza F .

El material utilizado como pegante es el producto comercial WELDING EPOXY de la empresa UNIFIX S.A., que consta de dos partes: endurecedor y resina. Este producto, de acuerdo con sus instrucciones de uso alcanza su fuerza máxima de 300 kg/cm^2 a las 4 horas de aplicado. Además, tiene alta resistencia a la humedad, a diferentes tipos de solventes, ácidos y sustancias alcalinas, no es corrosivo ni tóxico, puede usarse hasta una temperatura inferior a $110 \text{ }^\circ\text{C}$, y pega plásticos, plomo, porcelana, cuero, hierro, aceros, caucho, aluminio, bronce, cobre, zinc, concreto, madera, vidrio, entre otros.

Completado el tiempo indicado para alcanzar la fuerza máxima, se remarca sobre el recubrimiento con la punta de un bisturí el perímetro de la pieza de aluminio que se ha pegado, con el fin de producir una discontinuidad en el depósito y garantizar que la fuerza se aplique solo en el área en cuestión.

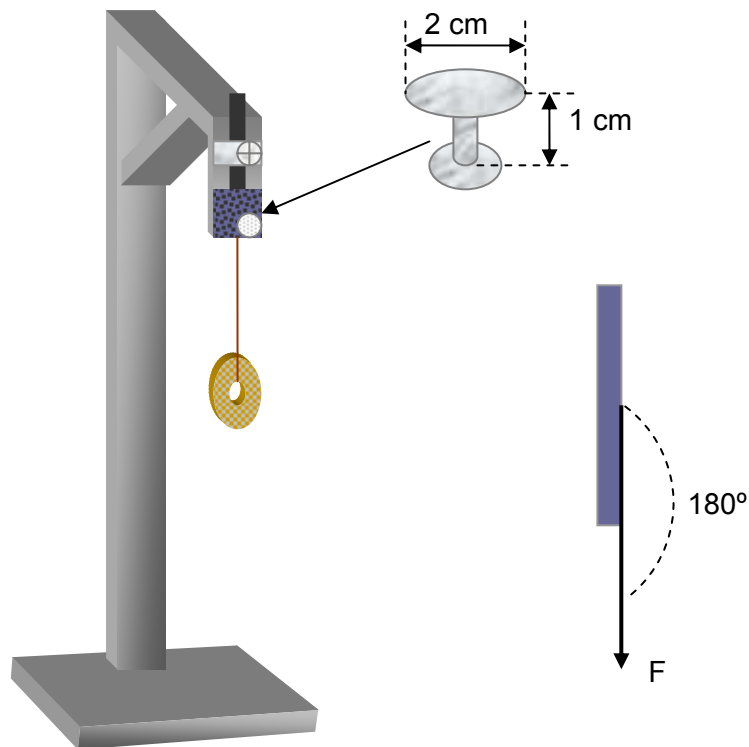
Sujeto al punto de aplicación hay un cordel de masa despreciable y de alta resistencia a la tensión, mediante el cual se suspenden perpendicularmente a la superficie recubierta, las masas que han de generar la fuerza (peso). Así, esta fuerza se evalúa mediante la expresión:

$$F = m \cdot g \text{ [N]},$$

donde F es la fuerza aplicada, m es la cantidad de masa suspendida (en kg) y g es el valor de la constante de aceleración de la gravedad (aquí se toma como 9.81 m/s^2).

La fuerza F_{\min} se define entonces, como la mínima fuerza necesaria para arrancar del material base (total o parcialmente), el recubrimiento de un área equivalente a 1 cm^2 .

- Figura C2. Montaje B: Ensayo de adherencia recubrimiento-metal base aplicando la fuerza a 180°



El montaje B está compuesto por un soporte como el que se observa en la respectiva figura. Con la ayuda de una pequeña prensa se sujeta a este la probeta recubierta con el material magnético. Pegado al recubrimiento se encuentra una pieza de aluminio con las mismas características y bajo las mismas condiciones descritas en el montaje A, incluyendo el cordel. Sin embargo, aquí las masas se suspenden paralelamente a la superficie recubierta formando un ángulo de 180° . La expresión utilizada para evaluar la fuerza aplicada F es la misma del montaje A, así como la definición de la fuerza F_{\min} .

Cabe resaltar que cada pareja de ensayos (montajes A y B) se ha de realizar en la misma probeta pero en diferente cara, con el fin de obtener resultados más concretos.

Anexo D. Registro de los Resultados de las Pruebas Preliminares

► PROCESO 1

Tabla D1. SERIE 1: Al									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
1	-5,56	-3,00	-2,53	0,7	0,8	26	36	15	-0,45405
2	-11,11	-3,01	-2,60	0,7	0,8	26	38	15	-0,22832
3	-16,67	-3,02	-2,99	0,7	0,8	26	39	15	-0,12442
4	-22,22	-3,07	-3,04	0,7	0,8	26	40	15	-0,10895
5	-27,78	-3,10	-3,12	0,7	0,8	26	43	15	-0,09723
6	-33,33	-3,14	-3,22	0,7	0,8	26	48	15	-0,01465
7	-38,89	-4,44	-4,53	0,7	0,7	26	55	15	-0,04061
8	-44,44	-4,64	-4,89	0,7	0,7	26	60	15	-0,01220
9	-50,0	-4,72	-4,92	0,7	0,7	26	61	15	+0,00813
10	-55,56	-4,95	-5,09	0,7	0,7	26	62	15	+0,01726

Tabla D2. SERIE 1: Cu									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
1	-5,56	-1,51	-1,51	0,7	0,7	26	37	15	-0,00521
2	-11,11	-1,71	-1,72	0,7	0,7	26	37	15	-0,00189
3	-16,67	-1,93	-1,94	0,7	0,7	26	39	15	-0,00513
4	-22,22	-2,18	-2,22	0,7	0,7	26	38	15	-0,00302
5	-27,78	-3,25	-3,32	0,7	0,7	26	40	15	-0,00425
6	-33,33	-3,31	-3,33	0,7	0,7	26	43	15	-0,00287
7	-38,89	-3,43	-3,45	0,7	0,7	26	45	15	-0,00009
8	-44,44	-3,48	-3,50	0,7	0,7	26	48	15	-0,00136
9	-50,0	-3,50	-3,51	0,7	0,7	26	52	15	-0,00222
10	-55,56	-3,63	-3,66	0,7	0,7	26	60	15	-0,00451

Tabla D3. SERIE 1: Pb									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
1	-5,56	-1,68	-1,69	0,7	0,7	26	36	15	-0,00712
2	-11,11	-1,88	-1,88	0,7	0,7	26	37	15	-0,00366
3	-16,67	-2,14	-2,13	0,7	0,7	26	39	15	-0,00527
4	-22,22	-2,74	-2,75	0,7	0,7	26	41	15	-0,00069
5	-27,78	-3,37	-3,38	0,7	0,7	26	43	15	-0,00142
6	-33,33	-3,45	-3,47	0,7	0,7	26	44	15	-0,00474
7	-38,89	-3,51	-3,55	0,7	0,7	26	47	15	-0,00098
8	-44,44	-3,59	-3,63	0,7	0,7	26	50	15	-0,00155
9	-50,0	-3,63	-3,66	0,7	0,7	26	57	15	-0,00621
10	-55,56	-3,72	-3,78	0,7	0,7	26	60	15	-0,00803

SERIE 2 : Al (No hay registro confiable de datos)
SERIE 2 : Cu (No hay registro confiable de datos)
SERIE 2 : Pb (No hay registro confiable de datos)

Tabla D4. SERIE 3: Al									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
9	-50,0	-4,71	-4,95	0,7	0,7	26	38	15	+0,01128
10	-55,56	-4,95	-5,11	0,7	0,7	26	40	15	+0,02030

SERIE 4 : Al (No hay registro confiable de datos)

Tabla D5. SERIE 5: Al									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
9	-50,0	-4,72	-5,08	0,7	0,7	26	46	22	+0,01326
10	-55,56	-4,95	-5,17	0,7	0,7	26	46	20	+0,03105

SERIE 6 : AI (No hay registro confiable de datos)

Tabla D6. SERIE 7: AI

# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
9	-50,0	-4,76	-5,05	0,7	0,7	26	46	22	+0,01321
10	-55,56	-4,99	-5,12	0,7	0,7	26	46	20	+0,03114

Tabla D7. SERIE 8: AI

# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
9	-50,0	-4,72	-5,13	0,7	0,7	26	45	23	+0,01419
10	-55,56	-4,94	-5,21	0,7	0,7	26	46	20	+0,03265

Tabla D8. SERIE 9: AI

# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
9	-50,0	-4,74	-5,07	0,7	0,7	26	45	20	+0,01192
10	-55,56	-4,96	-5,15	0,7	0,7	26	45	19	+0,03008

Tabla D9. SERIE 10: AI

# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
9	-50,0	-4,74	-5,20	0,7	0,7	26	46	22	+0,01234
10	-55,56	-4,95	-5,29	0,7	0,7	26	47	20	+0,03148

Tabla D10. SERIE 11: AI

# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
9	-50,0	-4,74	-4,70	0,7	0,7	26	45	15	-0,01057
10	-55,56	-4,95	-4,93	0,7	0,7	26	45	15	-0,00833

► PROCESO 2

Tabla D11. SERIE 1: Al									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
1	-5,56	-1,10	-2,25	0,9	0,9	26	41	15	-0,1770
2	-11,11	-1,11	-2,39	0,9	0,9	26	44	15	-0,01922
3	-16,67	-1,23	-2,73	0,9	0,9	26	45	15	-0,00585
4	-22,22	-1,44	-2,96	0,9	0,9	26	48	15	+0,30889
5	-27,78	-1,81	-2,92	0,9	0,9	26	51	15	-0,00873
6	-33,33	-2,02	-2,65	0,9	0,9	26	52	15	-0,01376
7	-38,89	-2,06	-2,92	0,9	0,9	26	54	15	-0,03088
8	-44,44	-2,17	-3,02	0,9	0,9	26	57	15	-0,09463
9	-50,0	-2,35	-3,11	0,9	0,9	26	60	15	-0,19881
10	-55,56	-2,70	-3,51	0,9	0,9	26	62	15	-0,23592

Tabla D12. SERIE 1: Cu									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
1	-5,56	-1,30	-3,01	0,9	0,9	26	41	15	-0,00271
2	-11,11	-1,33	-3,07	0,9	0,9	26	43	15	-0,00235
3	-16,67	-1,42	-3,14	0,9	0,9	26	44	15	-0,00018
4	-22,22	-1,69	-3,19	0,9	0,9	26	48	15	+0,29737
5	-27,78	-1,83	-3,43	0,9	0,9	26	52	15	-0,00102
6	-33,33	-1,90	-3,84	0,9	0,9	26	52	15	-0,00196
7	-38,89	-1,94	-4,11	0,9	0,9	26	54	15	-0,00224
8	-44,44	-2,0	-4,27	0,9	0,9	26	58	15	-0,00198
9	-50,0	-2,03	-4,34	0,9	0,9	26	61	15	-0,00241
10	-55,56	-2,06	-4,43	0,9	0,9	26	62	15	-0,00230

Tabla D13. SERIE 1: Pb									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
1	-5,56	-1,36	-3,02	0,9	0,9	26	41	15	-0,00357
2	-11,11	-1,43	-3,00	0,9	0,9	26	42	15	-0,00303
3	-16,67	-1,68	-3,09	0,9	0,9	26	44	15	-0,00102
4	-22,22	-1,75	-3,11	0,9	0,9	26	47	15	+0,55043
5	-27,78	-1,88	-3,25	0,9	0,9	26	48	15	-0,00185
6	-33,33	-1,93	-3,34	0,9	0,9	26	52	15	-0,00247
7	-38,89	-1,97	-3,35	0,9	0,9	26	55	15	-0,00396
8	-44,44	-2,04	-3,39	0,9	0,9	26	57	15	-0,00412
9	-50,0	-2,13	-3,40	0,9	0,9	26	61	15	-0,00408
10	-55,56	-2,23	-3,42	0,9	0,9	26	62	15	-0,00510

Tabla D14. SERIE 1: Zn									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
1	-8,33	-1,13	-2,09	0,9	0,9	26	45	15	-0,74295
2	-16,67	-1,21	-2,48	0,9	0,9	26	46	15	-0,72915
3	-25,0	-1,44	-3,28	0,9	0,9	26	47	15	-0,64682
4	-33,33	-1,73	-3,81	0,9	0,9	26	51	15	-0,45836
5	-41,67	-1,96	-4,12	0,9	0,9	26	55	15	-0,67324
6	-50,0	-2,05	-4,21	0,9	0,9	26	58	15	-0,74186
7	-58,33	-2,18	-4,39	0,9	0,9	26	60	15	-0,74549
8	-66,67	-2,25	-4,44	0,9	0,9	26	62	15	-0,70552
9	-75,0	-2,41	-4,63	0,9	0,9	26	64	15	-0,85843
10	-83,33	-2,68	-4,80	0,9	0,9	26	65	15	-0,79118

SERIE 2 : Al (No hay registro confiable de datos)
SERIE 2 : Cu (No hay registro confiable de datos)
SERIE 2 : Pb (No hay registro confiable de datos)
SERIE 2 : Zn (No hay registro confiable de datos)

Tabla D15. SERIE 3: AI									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
4	-22,22	-1,47	-2,51	0,9	0,9	26	38	15	+0,45420

SERIE 4 : AI (No hay registro confiable de datos)

Tabla D16. SERIE 5: AI									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
4	-22,22	-1,42	-3,99	0,9	0,9	26	51	40	+0,81569

SERIE 6 : AI (No hay registro confiable de datos)

Tabla D17. SERIE 7: AI									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
4	-22,22	-1,52	-4,67	0,9	0,9	26	52	40	+0,81399

Tabla D18. SERIE 8: AI									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
4	-22,22	-1,45	-3,93	0,9	0,9	26	50	40	+0,75724

Tabla D19. SERIE 9: AI									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
4	-22,22	-1,42	-3,91	0,9	0,9	26	49	40	+0,52118

Tabla D20. SERIE 10: Al									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
4	-22,22	-1,45	-3,95	0,9	0,9	26	52	40	+0,74931

Tabla D21. SERIE 11: Al									
# Ensayo	J (A/dm ²)	Easociado (V)		pH		T (°C)		θ (min)	ΔW (g)
		Vo	Vf	Vo	Vf	Vo	Vf		
4	-22,22	-1,45	-2,07	0,9	0,9	26	47	15	-0,01677