

Informe Técnico

Caracterización estructural de recubrimientos de aleación de Zn-Ni con partículas de CSI o de Al₂O₃ obtenidos por electrodeposición

Mahmud, Z., Túlio, P., Areas, P., Míngolo, N.,

2016-07

Este documento forma parte de la colección de Reportes Técnicos de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en digital.bl.fcen.uba.ar. Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the Technical Report collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in digital.bl.fcen.uba.ar. It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

Cita tipo APA:

Mahmud, Z.; Túlio, P.; Areas, P.; Míngolo, N.; . (2016-07). Caracterización estructural de recubrimientos de aleación de Zn-Ni con partículas de CSI o de Al₂O₃ obtenidos por electrodeposición. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/technicalreport/technicalreport_00018.pdf

Cita tipo Chicago:

Mahmud, Z.; Túlio, P.; Areas, P.; Míngolo, N.; . "Caracterización estructural de recubrimientos de aleación de Zn-Ni con partículas de CSI o de Al₂O₃ obtenidos por electrodeposición". Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 2016-07.

http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/technicalreport/technicalreport_00018.pdf

CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DE RECUBRIMIENTOS DE ALEACIÓN DE Zn-Ni CON PARTÍCULAS DE CSi O DE Al_2O_3 OBTENIDOS POR ELECTRODEPOSICIÓN

Zulema A. Mahmud⁽¹⁾, Paulo Tulio⁽²⁾, Pablo Areas⁽³⁾, Norma Míngolo⁽³⁾

⁽¹⁾ INTI. Av. General Paz 5445, (1650) San Martín, Buenos Aires; e-mail: zulema@inti.gob.ar

⁽²⁾ Universidade Tecnológica Federal do Paraná. UTFPR. Dois Vizinhos – Paraná, Brasil.

⁽³⁾ CNEA. Av. General Paz 1499, (1650) San Martín, Buenos Aires.

INTRODUCCIÓN

Los electrocompuestos matriz metálica-partículas cerámicas duras son obtenidos por electrodeposición y consisten de una matriz metálica dúctil en la cual hay una segunda fase insoluble dispersa de, por ejemplo, partículas duras como carburos, nitratos, óxidos, etc. Esta fase insoluble puede mejorar muchas propiedades de la matriz metálica como tribológicas [1] y anticorrosivas [2].

Los recubrimientos electroquímicos de zinc-níquel (ZnNi) se emplean en la industria automotriz o de la construcción (en piezas pequeñas que se producen en tambor o en rack) [3], y también de electrodomésticos [4], por sus características, en el caso en que se requiera un material con propiedades particulares como buena soldabilidad, dureza o resistencia contra la corrosión, en general, para reemplazar los recubrimientos de cadmio (por su toxicidad) o los de zinc (para mejorar la resistencia a la corrosión). Según René Winand [5] la resistencia a la corrosión de las aleaciones de zinc-níquel aumenta cuatro veces respecto de la resistencia del depósito de Zn sólo, para espesores similares, particularmente cuando el contenido de níquel está alrededor del 13 %. Con relación a los electrocompuestos cuya matriz metálica está constituida por ZnNi, son pocos los trabajos que han investigado sus propiedades para posibles aplicaciones. Dada la buena resistencia contra la corrosión de la matriz ZnNi, la incorporación de partículas duras de CSi a ella mejora sus propiedades mecánicas (dureza).

En una primer etapa del trabajo, se investigaron principalmente las posibilidades de obtención de electrocompuestos ZnNi-CSi o Al_2O_3 y se analizaron sus propiedades estructurales, tales como la morfología superficial, la variación en la composición de la matriz metálica de ZnNi, la microdureza, la caracterización de fases presentes y la posible existencia de orientaciones preferenciales (textura cristalográfica). El agregado de partículas al recubrimiento, aumenta el porcentaje de Ni en el Zn-Ni, lo cual está relacionado con una mayor resistencia contra la corrosión, se ha encontrado que el Ni varía entre 11 y 17 %, para densidades de corriente aplicadas entre 8 y 30 Adm^{-2} (figuras que se presentan en el trabajo completo). Los valores de microdureza del Zn-Ni sólo, son de 200 Hv, y con el agregado de partículas de CSi al baño, aumentan a 400 Hv; con el agregado de partículas de Al_2O_3 aumentan de 200 a 500 Hv (los resultados se presentan en el trabajo completo).

Para la realización de los recubrimientos electroquímicos, se utilizó una celda convencional aplicando una corriente fija desde una fuente externa. Los electrodos utilizados fueron un ánodo de níquel puro de unos 25 cm^2 y un cátodo de acero 1010 con un área de 25 cm^2 , sobre el que se realizó la electrodeposición a 8 Adm^{-2} . La solución de trabajo contenía $NiSO_4$ 1,36 M y $ZnSO_4$ 0,84 M sin aditivos a pH=3 y se preparó con drogas p.a. marca Merck. Se agregaron partículas de CSi (diámetro promedio de 9 μm) y Al_2O_3 (diámetro promedio de 2 μm) en una concentración de 20 g/l de solución. Se agitó la solución a lo largo del cátodo. Al final de la electrodeposición, el cátodo se lavó con agua destilada, ultrasonido, luego se secó con calor y se guardó en desecador.

A fines de analizar posibles cambios microestructurales con la variación en algún parámetro del proceso de deposición, se realizaron los depósitos sobre sustratos de acero a partir de soluciones concentradas en ambos componentes, Zn y Ni a corriente constante, y a tiempos de deposición en orden creciente de 5 a 30 minutos, con y sin partículas en solución. Posteriormente, se realizaron las medidas de los diagramas de difracción por rayos X correspondientes a las muestras de los depósitos de Zn-Ni utilizando radiación de Cu ($\lambda K_{\alpha} = 1.5406 \text{ \AA}$) en un equipo modelo Philips X'PERT. Para la evaluación de la microestructura se utilizó un equipo Microscopio electrónico de barrido Philips 505. Se midieron en cada muestra los espesores que se depositan a cada tiempo, que son proporcionales a 1 $\mu m \text{ min}^{-1}$ y, los contenidos de Ni en el Zn - Ni se realizaron por fluorescencia de rayos X, mediante un equipo marca FISCHERSCOPE, modelo XUVm, siendo la incertidumbre en la medición del porcentaje de Ni del $\pm 10 \%$ del valor medido. Para las mediciones de microdurezas en una sección transversal del recubrimiento, las muestras fueron previamente incluidas en resina epoxi. El equipo usado era marca Leitz Miniload 2 (la carga elegida según el material de tablas: 25 g). Se encontró que la microestructura (Figura 1) cambia notablemente con el agregado de CSi o de Al_2O_3 a la aleación.

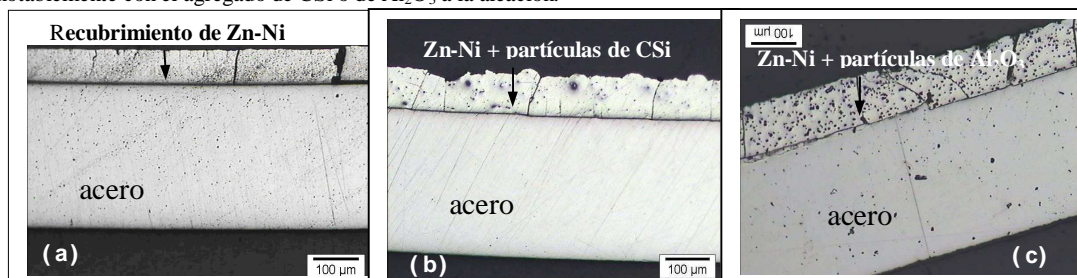


Figura 1. Fotos obtenidas mediante Microscopio Óptico. Corte transversal del acero con recubrimiento de Zn-Ni: (a) sin partículas, (b) + partículas de CSi o (c) + Al_2O_3 incorporada. Se incluyó el material en resina epoxi y luego de curada se pulió y se observó la muestra en el Microscopio. Depósitos obtenidos a 8 Adm^{-2}

Se muestra la incorporación de la partícula al recubrimiento (Figura 2).

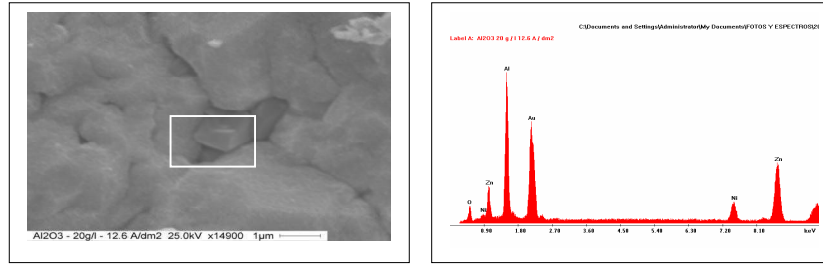


Figura 2. Fotomicrografía por SEM que muestra la incorporación de la partícula de alúmina al recubrimiento (20 g/l) de Al_2O_3 y el espectro que muestra la presencia de Al en el análisis semicuantitativo por Microsonda EDX, en la zona indicada (recuadro alrededor de la partícula).

A partir de los diagramas de difracción por rayos X (Figura 3) se observaron en los depósitos La presencia de las fases mayoritarias γ de estructura cúbica, η de estructura hexagonal y α -Zn hexagonal en menor proporción. Con el agregado de partículas (Figura 3b, 3c, 3d) se destaca una presencia importante de orientaciones preferenciales o textura cristalográfica del tipo (330) en la fase γ , los cuales se incrementan con el tiempo de deposición. Asociado al incremento de textura en orientaciones (330), se observó además un incremento de las tensiones residuales compresivas en los depósitos de Zn-Ni debido a variaciones en los parámetros de red de la fase γ . Con el agregado de partículas de alúmina, sumado a la presencia de orientaciones preferenciales (330) en la fase γ , se observa el desarrollo de una fuerte textura asociada con las orientaciones (110) de la fase η en tiempos de deposición menores a 10 minutos. La relación entre la presencia de determinadas texturas cristalográficas y la variación de la concentración de iones de Ni con el tiempo de deposición es objeto de posteriores estudios. En las muestras preparadas, sin partículas, con tiempos de deposición de 5 minutos a 30 minutos, los contenidos de Ni promedio disminuyen del 11 % a 8,5 % ($\pm 1\%$), que deberá estudiarse más en relación a la resistencia a la corrosión.

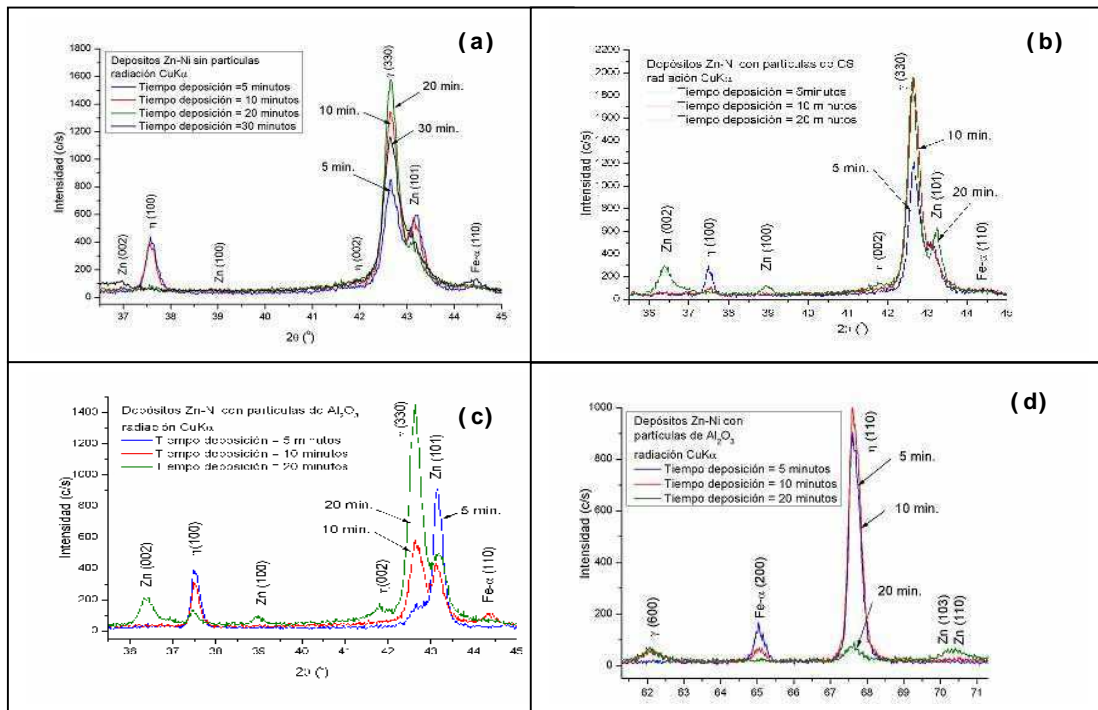


Figura 3. En la figura 3, se muestran los diagramas de difracción de rayos X de recubrimientos de Zn-Ni sin y con el agregado de partículas (a) sin partículas, (b) con CSi, (c) y (d) con Al_2O_3 .

REFERENCIAS

1. G. Wu, N. Li, D. Zhou and K. Mitsuo, Surface and Coatings Technology, Vol. 176 (2004) p. 157-164.
2. A. Takahashi, Y. Miyoshi and T. Hada, Journal of the Electrochemical Society 141 (1994) 954-957.
3. B. Sonntag, Galvanotechnik 7 (2009) p. 1499-1513.
4. Z. A. Mahmud, I. Alanis. Revista SAM. Asociación Argentina de Materiales. Vol 6, N° 1. (2009) p. 5-11.
5. R. Winand, Symposium on Electrodeposition Technology. Theory and Practice. Edited by Lubomyr T. Romankiw. 1987. p. 207-232.