

Electrodeposición de la aleación estaño – níquel a partir de los baños cloruro – fluoruro y pirofosfato

Electrodeposition of tin - nickel alloy from the chloride - fluoride and pyrophosphate baths

Electrodeposição de tubo de aleación - níquel do choro de banho - fluoride e pyrophosphate

Humberto José Jiménez¹

Forma de citar: H.J. Jiménez, “Electrodeposición de la aleación estaño – níquel a partir de los baños cloruro – fluoruro y pirofosfato”, *Respuestas*, vol. 22, no. 2, pp. 23-35, 2017.

Recibido:
Febrero 9 de 2017
Aceptado:
Mayo 25 de 2017

Resumen

Los recubrimientos electrolíticos de Sn-Ni vienen siendo estudiados desde mediados del Siglo 20. Actualmente, los investigadores continúan haciendo aportes significativos, reformulando los baños electrolíticos y afinando los parámetros de electrodeposición para garantizar la calidad de los recubrimientos, debido a las múltiples aplicaciones que se les atribuyen a estos sistemas. La presente investigación, tiene como finalidad determinar el efecto de los parámetros que rigen el proceso de codeposición de estaño y níquel, fundamentalmente la densidad de corriente, la composición química del baño electrolítico y la agitación; sobre la composición y el espesor de los recubrimientos depositados sobre láminas de acero. El proceso de electrodeposición se realizó en celda Hull y celda paralela, a partir de los baños electrolíticos de cloruro-fluoruro y pirofosfato. Se utilizaron técnicas de absorción atómica, gravimetría, microscopía electrónica de barrido y energía dispersiva de rayos x, para determinar los porcentajes y perfil de Sn y Ni en las muestras recubiertas, morfología y espesor de los recubrimientos.

Los resultados demuestran que la densidad de corriente, tiene un efecto significativo en la composición, morfología y espesor de los recubrimientos, independientemente del tipo de baño electrolítico y de la condición de agitación. La procedencia del baño es determinante en la calidad de los recubrimientos y la condición de agitación reduce el espesor de los recubrimientos.

Palabras claves: Electrodeposición, Recubrimiento, Estaño – Níquel, Parámetros Deposition, Composición, Estructura.

Abstract

The electrochemical coatings of Sn-Ni have been studied since the mid-20th century. Researchers are continuing to make significant contributions by reformulating electrolytic baths and fine-tuning electrodeposition parameters to ensure the quality of coatings due to multiple applications they attribute to these systems. This research aims to determine the effect of the parameters that govern the process of codeposition of tin and nickel, mainly the current density, the chemical composition of the electrolytic bath and the stirring; on the

Doctor en Metalurgia y Ciencia
de los Materiales
humbertoj.jimenez@gmail.com
Orcid:0000 0002 8971 8363
Universidad Nacional
Experimental Politecnica
(UNEXPO)
Puerto Ordaz- Venezuela



composition and thickness of the coatings deposited on steel sheets. The electrodeposition process was performed in Hull cell and parallel cell, from the electrolytic chloride-fluoride and pyrophosphate baths. Atomic absorption, gravimetric, scanning electron microscopy and x-ray dispersive energy, were used to determine the percentages and profile of Sn and Ni in the coated samples, morphology and thickness of the coatings.

The results show that the current density has a significant effect on the composition, morphology and thickness of the coatings, regardless of the type of electrolytic bath and the agitation condition. The origin of the bath is decisive in the quality of the coatings and the condition of agitation reduces the thickness of the coatings.

Keywords: Electrodeposition, Coating, Tin - Nickel, Parameters Deposition, Composition, Structure.

Resumo

Os revestimentos eletrólitos de Sn-Ni foram estudados desde meados do século 20. Hoje, os pesquisadores continuam a fazer contribuições significativas reformulando os banhos eletrolíticos e ajustando os parâmetros de eletrodeposição para garantir a qualidade dos revestimentos devido a múltiplas aplicativos que são atribuídos a esses sistemas. A presente investigação tem como objetivo determinar o efeito dos parâmetros que regem o processo de codificação de estanho e níquel, principalmente a densidade atual, a composição química do banho eletrolítico e a agitação; sobre a composição e espessura dos revestimentos depositados em chapas de aço. O processo de electrodeposição foi realizado em células de Hull e células paralelas, a partir dos banhos eletrolíticos de cloreto-fluoreto e pirofosfato. A absorção atômica, gravimetria, microscopia eletrônica de varredura e energia dispersiva de raios-x foram utilizados para determinar as porcentagens e perfil de Sn e Ni nas amostras revestidas, morfologia e espessura dos revestimentos.

Os resultados mostram que a densidade atual tem um efeito significativo na composição, morfologia e espessura dos revestimentos, independentemente do tipo de banho eletrolítico e da condição de agitação. A origem do banho é decisiva na qualidade dos revestimentos e a condição de agitação reduz a espessura dos revestimentos.

Palavras-chave: Composição, Deposição, Eletrodeposição, Estanho - Níquel, Estrutura, Parâmetros, Revestimento.

1. Introducción

Los recubrimientos de estaño – níquel se le atribuyen una combinación de propiedades que lo hacen atractivos para aplicaciones con requerimientos funcionales y decorativos. Desde la década del 50 del siglo pasado hasta el presente, se viene investigando y aportando información sobre la composición de los baños electrolíticos, establecimiento del rango de los parámetros de electrodeposición más idóneo para obtener la composición y morfología de la aleación, descubriendo nuevos campos de

aplicación y dilucidando nuevos retos para estos sistemas de recubrimientos, que cada día despiertan más interés, constituyendo alternativas viables en los campos de la ingeniería, salud y ambiente [1], [2], [3], [4].

Los recubrimientos de estaño – níquel son muy utilizados en diversas aplicaciones en el campo de la ingeniería de superficie, específicamente en accesorios, componentes y/o dispositivos de la industria automotriz, química, eléctrica, electrónica, energética, entre otras.

La aleación más atractiva, la constituye un compuesto intermetálico de aproximadamente 65% de estaño y 35% de níquel, que reúne una combinación de propiedades que se le atribuyen, y que normalmente se obtiene por electrodeposición y sputtering. Actualmente, sigue siendo motivo de estudio, orientándose investigaciones en la búsqueda de nuevas aleaciones para satisfacer necesidades específicas [5], [6], [7], [8], [9]. En la práctica los baños a partir de los cuales se deposita la aleación, son soluciones electrolíticas Cloruro – Fluoruro [10], [11] y Pirofosfato [12], [13].

Particularmente, el electrolito que contiene Cloruro, fluoruro y bifloruro de amonio, es el más utilizado comercialmente, siendo una de sus limitaciones el grado de toxicidad que se le asocia por los vapores que emanan de las reacciones químicas que se producen en el proceso de electrodeposición. Dicha limitante, ha intentado solucionarse formulando nuevos electrolitos, razón por la cual surge el baño de pirofosfato, que ha sido aceptado en la práctica, pero que no se ha logrado superar los defectos que se generan en los recubrimientos y en la eficiencia del proceso. Dichas fallas, son motivo de permanente estudio para ofrecer una alternativa ambiental más satisfactoria.

La presente investigación surge de la necesidad de seguir ahondando sobre el efecto de los parámetros que intervienen en el proceso de electrodeposición, como lo son: densidad de corriente del proceso, características propias de los baños comerciales cloruro-fluoruro y pirofosfato, y de la agitación sobre la composición, morfología y espesor de los electrodepositos de Sn-Ni, aportando elementos que permiten una mayor comprensión de dichos sistemas y que obviamente abren nuevas posibilidades de estudio [14].

Las características finales de los recubrimientos electrolíticos están influenciadas por una serie de factores que de modo directo o indirecto,

controlan el proceso de electrodeposición. Los parámetros prácticos, relacionados con estos factores, permiten controlar las diversas etapas del mismo y modificar, simultáneamente, en mayor o menor medida, la estructura del electrodeposito, tales como: naturaleza y estado superficial del sustrato, densidad de corriente, temperatura del baño, agitación del electrolito, concentración de iones metálicos, concentración de iones hidrógeno (pH) y agentes de adición. Cualquiera de estos por sí solo, no tiene efecto determinado e independiente en las características y propiedades del electrodeposito. Sin embargo, puede ser considerado con respecto a sus efectos generales.

La densidad de corriente es decisiva en la electrodeposición metálica y constituye un parámetro muy utilizado para modificar, de manera rápida, la estructura del electrodeposito en formación.

Con base en las leyes de Faraday, se determina que la densidad de corriente es muy importante y es proporcional a la velocidad de reacción, pero que esta tiene valores límites por encima de los cuales es factible la generación de reacciones colaterales o consecutivas que afectarán la calidad final del depósito [15], [16].

La masa del material electrodepositado (**W**), es directamente proporcional a la eficiencia catódica (**β_i**), el equivalente electroquímico (**E_{eq}**) y la carga eléctrica (**Q**), de acuerdo con las leyes de Faraday:

$$W = \beta_i \cdot E_{eq} \cdot Q \quad \dots (1)$$

La mayoría de los procesos de electrodeposición son realizados en un baño controlado a una intensidad de corriente constante (**I**) a un tiempo (**t**). La velocidad promedio de la masa depositada por unidad de área (**A**), es entonces expresada por:

$$W/A.t = \beta i . I . M / z . F \quad \dots (2)$$

Donde el $E_{eq} = M / z . F$, M (peso molecular), z (valencia) y F (constante de Faraday),

La velocidad promedio de deposición puede ser estimada en base al espesor del recubrimiento (X), mediante la consideración de la ecuación 2, y conociendo la densidad de la aleación (ρ) y la densidad de corriente (i), tenemos:

$$X/t = \beta i . I . M / A . \rho . Z . F \dots (3)$$

$$X/t = \beta i . i . M / \rho . Z . F \dots (4)$$

En general, la composición más conveniente del electrolito será aquella que contenga pocos iones metálicos a depositar y muchas moléculas no disociadas y dispuestas a disociarse rápidamente, liberando los iones metálicos que sustituirán a los que desaparezcan de la película líquida catódica durante la deposición. Los electrodeósitos a partir de soluciones que contienen iones simples complejados, tienden a tener un grano más fino y ser más brillantes y adherentes que los formados a partir de soluciones de iones simples.

El pH del electrolito influye notablemente en la naturaleza y aspecto del recubrimiento, así como en la eficiencia o rendimiento de la corriente del proceso. Los efectos del pH sobre la composición y estructura de los electrodeósitos son específicos y generalmente impredecibles. La disminución del pH influye favorablemente en la conductividad y aumenta la polarización del depósito, evitándose la precipitación de sales básicas pero favoreciendo el desprendimiento de hidrógeno [16].

La agitación del electrolito es un factor que influye en la distribución más uniforme del electrolito como de las especies presentes, incidiendo considerablemente sobre la

difusión de iones hacia el cátodo, reduciendo el espesor del recubrimiento y desalojando las burbujas de gas, evitando porosidades y picaduras que afectan la calidad de los recubrimientos electrolíticos[15].

2. Materiales y métodos.

2.1 Características de los componentes de la celda electrolítica.

La electrodeposición de la aleación se realizó inicialmente en celda Hull tradicional de forma trapezoidal con una capacidad de 267 ml. Los experimentos fueron llevados a cabo a una intensidad de corriente de 1A, con una duración de 10 minutos y una temperatura de 60°C. Los resultados permitieron definir las condiciones operativas más favorables en cuanto a la distancia ánodo-cátodo de 4,5 mm y un intervalo de densidad de corriente entre 1,5 A/dm² y 1,5 A/dm².

En función de los resultados obtenidos en celda Hull, que satisfacen en primera instancia las exigencias de calidad de los requerimientos obtenidos a partir de las soluciones electrolíticas evaluadas, se procedió a fabricar los recubrimientos en celda paralela (simple) para reproducir la zona óptima a fin de reproducir las características de la aleación.

En ambos tipos de celda, las muestras seleccionadas del sustrato a recubrir que actuaron como cátodo, corresponden a láminas de acero de bajo carbono SAE 1006 y como ánodo, se utilizó láminas de níquel electrolítico de 99,9% de pureza. Previo a la deposición electrolítica, el sustrato se sometió a una preparación superficial que consistió en una limpieza mecánica en papel de carburo de silicio (lija) y limpieza electrolítica con una solución de carbonato de sodio al 10%. Posteriormente, la etapa de electrodeposición para la codeposición de estaño – níquel, a partir de soluciones electrolíticas de cloruro

– fluoruro (CF) y pirofosfato (PF), cuyas especificaciones se fueron especificadas por Jiménez [17].

2.2 Evaluación de la composición química de los recubrimientos.

Se procedió a calcular el valor de la densidad de corriente a lo largo del cátodo, mediante la utilización del modelo matemático sugerido en la literatura [15], que relaciona la densidad de corriente en función de la intensidad de corriente (I) y la distancia ánodo – cátodo (L), para una celda Hull de 267 ml.

$$i = I (5,10 - 5,24 \log L) \quad \dots (5)$$

Para determinar el efecto de la densidad de corriente en la composición química de las muestras recubiertas en celda Hull, se utilizó un espectrómetro de absorción atómica, marca Perkin – Elmer, modelo 2380.

2.3 Evaluación de la microestructura y espesor de los recubrimientos.

La evaluación del efecto de la densidad de corriente, tipo y agitación del baño electrolítico, se procedió a la fabricación de los recubrimientos en celda paralela, utilizando un diseño factorial combinado 3 x 2 para un total de 24 experimentos. Las muestras se pesaron antes y después de ser recubiertas en una balanza analítica marca Sartorius, cuya apreciación es de 0.0001 gramos, midiendo además el área recubierta (28.02 cm²) y se estimó la densidad de la aleación, tomando como referencia el porcentaje en

peso de los elementos de la composición química promedio obtenida (65% Sn y 35% Ni), conociendo las densidades teóricas de cada elemento [18]. Las muestras fueron identificadas como: CFXX y PFXX, donde XX corresponde a la densidad de corriente evaluada: 1.5 A/dm², 2.0 A/dm² y 2.5 A/dm².

Para la observación de las características microestructurales de los recubrimientos electrodepositados, se procedió inicialmente a la preparación metalográfica de muestras representativas y se realizó la caracterización a secciones planares y transversales por microscopía electrónica de barrido (MEB) con microanálisis por dispersión de energía de rayos X (EDX). Para ello, se utilizó un microscopio marca PHILLIPS modelo XL 30 con un detector de electrones retrodispersados (BSE) y un detector EDX de ventana liviana de berilio. Modelo EDAX DL4.

3. Resultados y análisis.

3.1 Evaluación de apariencia superficial celda Hull

Las muestras recubiertas en celda Hull, presentaron zonas que se podían diferenciar por su apariencia y uniformidad, lo que permitió seleccionar el área óptima en función de los baños electrolíticos y densidad de corriente (Tabla I y Fig.1), los intervalos reportados y calculados mediante la ecuación 5, se corresponden de manera general con las densidades de corriente recomendadas por los fabricantes para la electrodeposición con los electrolitos en referencia.

Tabla I: Área óptima muestras obtenidas celdas Hull

Muestras Recubiertas Baño Cloruro – Fluoruro (CF)		Muestras Recubiertas Baño Pirofosfato (PF)	
Intervalo Densidad de Corriente (A/ dm2)	% Área Óptima Promedio	Intervalo Densidad de Corriente (A/dm2)	% Área Óptima Promedio
1.80 – 2.50	20	0.90 – 1.50	25

Fuente: Autor

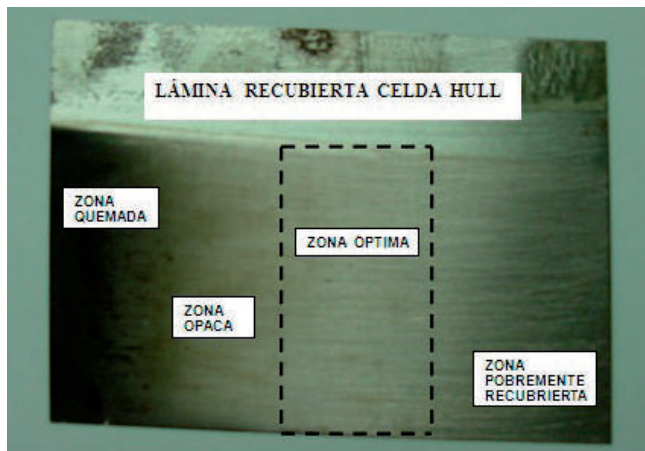


Figura 1: Muestra recubierta en celda Hull, representativa de las diferentes zonas que se aprecian según su apariencia.

Fuente: Autor

3.2 Evaluación de la Composición química del recubrimiento depositado en celda Hull.

Los resultados del análisis químico de las muestras recubiertas en celda Hull, a partir de las soluciones electrolíticas cloruro – fluoruro (CF) y pirofosfato (PF), se muestran en la fig. 2, donde se observa la variación de los porcentajes de Sn y Ni, presentes en la aleación en función de la densidad de corriente para una temperatura constante (60°C). En las gráficas, muestran que se deposita preferencialmente Sn, siendo este fenómeno más acentuado a bajas densidades de corriente (< 1 A/dm²). Para densidades de corriente entre 1 a 4 A/dm², la deposición de Ni aumenta ligeramente

y para densidades superiores a 4 A/dm², se tienden a estabilizar las proporciones de Sn y Ni en el depósito. Dicho comportamiento, en cierta medida guarda correspondencia con lo reportado en la literatura en referencia a los sistemas de deposiciones irregulares, donde especifica que la relación entre la densidad de corriente y la composición de la aleación en una codeposición es generalmente impredecible. Esto contrasta con la tendencia de los sistemas regulares [19], en los cuales la proporción del metal menos noble en el recubrimiento tiende a incrementar con el aumento de la densidad de corriente.

El efecto de la densidad de corriente sobre la relación Sn/Ni, se reporta en la fig. 3, donde

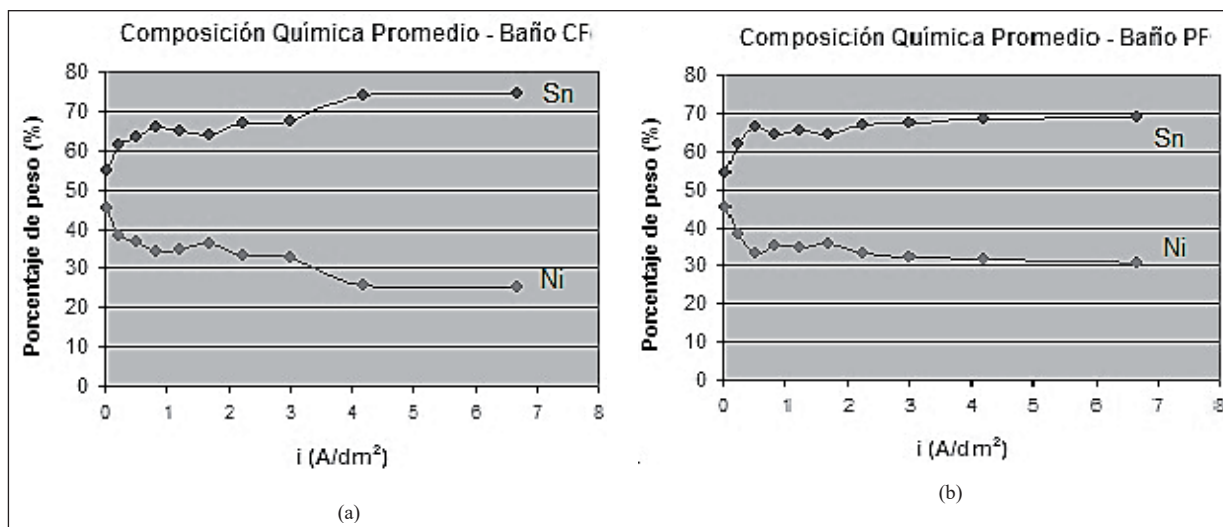


Figura 2: Porcentajes de Sn y Ni en función de la densidad de corriente. CF y (b) PF

Fuente: Autor

se incluye adicionalmente la composición química deseada en la aleación (65% Sn con 35 % Ni), la cual corresponde al compuesto intermetálico, que garantiza una combinación de propiedades deseables en la ingeniería de superficie. En general, se observa que existe un intervalo de densidades de corriente donde se logra depositar la composición del intermetálico o muy próximas a ellas, lo que verifica los reportado por Parkinson[9], donde se indica que bajo un amplio rango de condiciones operativas, principalmente la densidad de corriente, la composición de la aleación permanece prácticamente constante con una variación de 2 a 3% con respecto a la

composición estequiométrica.

La diferencia más relevante desde el punto de vista químico que presentan los recubrimientos descritos, es la cantidad de masa depositada de Sn y Ni, siendo mayor la masa depositada en los experimentos realizados con el baño CF en comparación con los conducidos con el baño PF, para una misma densidad de corriente con y sin agitación. Las causas por las cuales se generan estas divergencias, podrían explicarse con base en las características propias de cada baño electrolítico. Al revisar las especificaciones de las soluciones electrolíticas reseñadas en la literatura

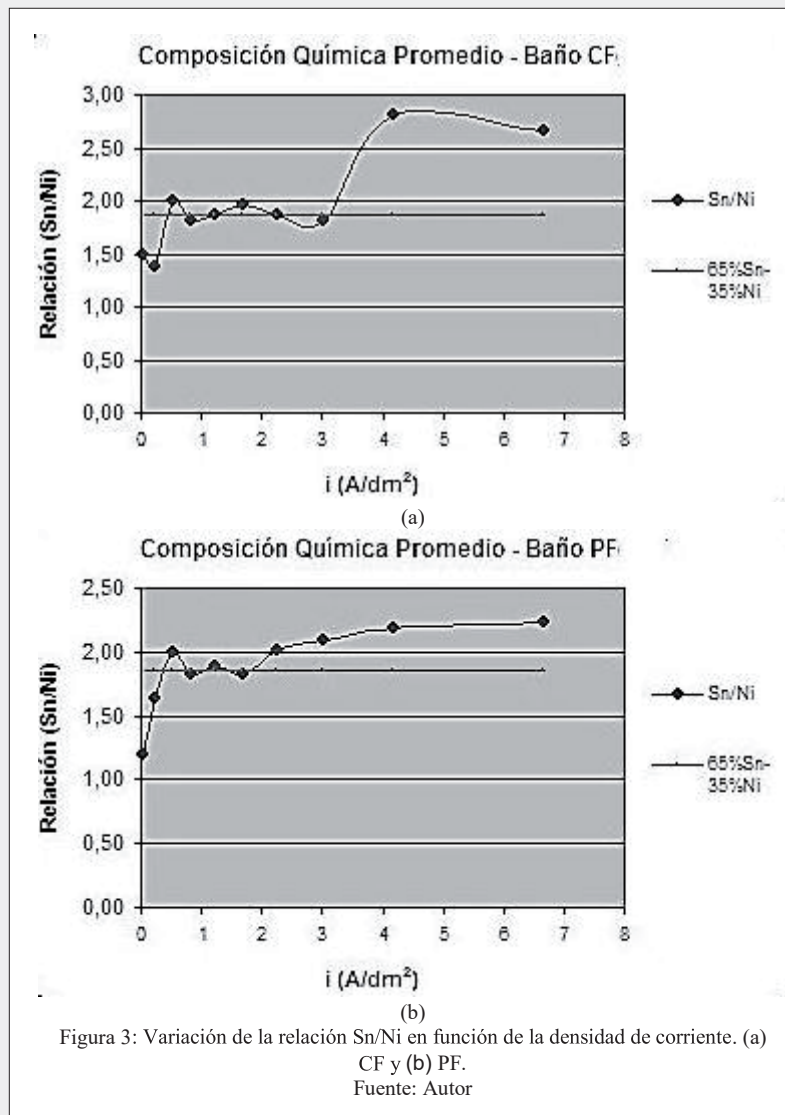


Figura 3: Variación de la relación Sn/Ni en función de la densidad de corriente (a) CF y (b) PF
Fuente: Autor

por Jalota [20] y Lowenhein [19], para la codeposición de Sn-Ni, son muy diferentes, no solo en la concentración de iones estaño y níquel, sino también en la concentración y tipo de aditivos estabilizantes empleados y el pH de la solución; lo que indudablemente hace diferente la conductividad iónica de los mismos, siendo superior en la solución electrolítica CF, [17].

3.3 Evaluación de las características microestructurales y espesor del recubrimiento depositado en celda paralela.

La influencia de la densidad de corriente sobre las características microestructurales de las muestras planares, representativas de los recubrimientos Sn-Ni, depositados a partir de los baños CF y PF en celda paralela se muestran en las fig.4. En general los electrodeósitos presentan una estructura de grano fino, siendo más acentuado en los provenientes del baño CF (1- 2µm, fig.4A), en comparación con el baño PF (3-4µm, fig. 4B). Cabe destacar que los recubrimientos procedentes de ambos baños copian la morfología del sustrato y tienden a formar centros de crecimiento preferenciales de tipo nodular en la medida que la densidad de corriente aumenta como consecuencia de una mayor polarización.

Un aspecto muy importante y que marca la diferencia entre la calidad de los recubrimientos Sn-Ni, tomando en cuenta el baño electrolítico de procedencia, es la marcada tendencia al agrietamiento que se observa en los depositados a partir de la solución PF en comparación a los obtenidos en CF. El aspecto de agrietamiento generalizado en forma de red que caracteriza los recubrimientos PF, para todas las densidades de corriente evaluadas, compromete la integridad del sistema recubrimiento-sustrato.

Dicho fenómeno fue citado por Eunomoto, investigador pionero en el estudio de estos sistemas, quien se limitó a mencionar el

defecto, pero no así las causas que lo originan. Sin embargo, otros investigadores [21],[22], señalan que la causa más probable obedece a la presencia de esfuerzos residuales, que podrían estar asociados a la naturaleza de los cationes presentes en la solución electrolítica. Otras investigaciones, orientadas a evaluar la naturaleza de los cationes en el nivel de esfuerzos residuales presentes en los recubrimientos [23], concluyen que la solución que contiene catión (K⁺), generan esfuerzos residuales más elevados y que los cationes (Na⁺ y NH⁺), generan tensiones de compresión y tracción en menor magnitud.

Esto explica que la presencia de pirofosfato de potasio (K₄P₂O₇·3H₂O), es determinante en el grado de agrietamiento en los recubrimientos PF, ya que es el reactivo que presenta mayor concentración (192.20 g/ lt) y las concentraciones de cloruro estaño y de níquel son menores (28.20 y 31.30 gr/ lt, respectivamente) son inferiores a las concentraciones en el baño CF (50 y 300 g/ lt),[17].

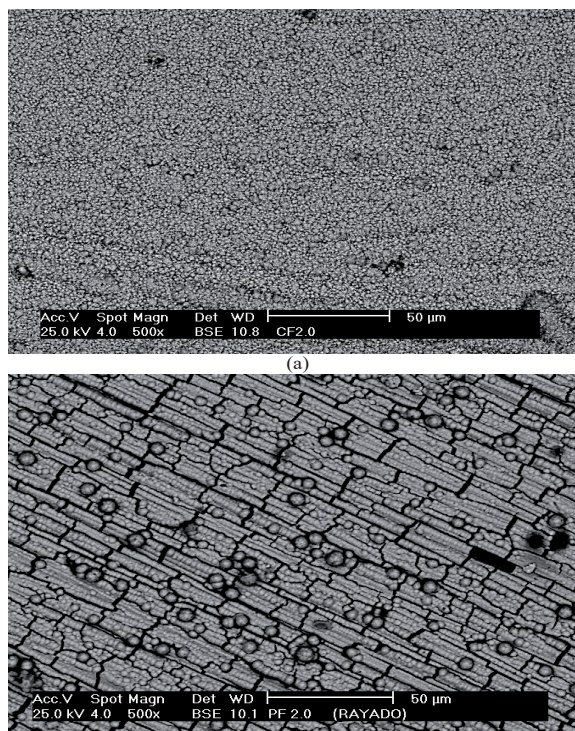


Figura 4: Morfología Superficial (MEB-BSE) de los recubrimientos de Sn-Ni, (a) CF y (b) PF a una densidad de corriente de 2.0 A/dm² y 60°C.

Fuente: Autor

La densidad de corriente que está implícita en la cantidad de electricidad que circula durante el proceso de electrodeposición y su efecto, al igual que la agitación sobre la cantidad de masa depositada a una temperatura de 60°C durante 10 minutos, se muestra en la Fig. 5. Los resultados verifican que la masa depositada a partir de ambos baños se incrementa en la medida que aumenta la densidad de corriente, de acuerdo con las leyes de Faraday, de acuerdo con la formulación teórica planteada en las ecuaciones (1) – (4). Sin embargo, la cantidad de materia depositada por unidad de

tiempo y área, es mayor cuando se recubre con el baño CF en comparación con el baño PF. Lo anteriormente expuesto, puede explicarse si se toma en cuenta las diferencias entre las conductividad eléctrica y la eficiencia de corriente catódica, las cuales son mayores para el baño CF en comparación con el baño PF [22], [15], [12]. En correspondencia con lo planteado, se observa la influencia de la densidad de corriente en el espesor del recubrimiento (Fig. 6), ya que es obvio que en la medida que aumenta la masa del depósito aumenta el espesor del recubrimiento.

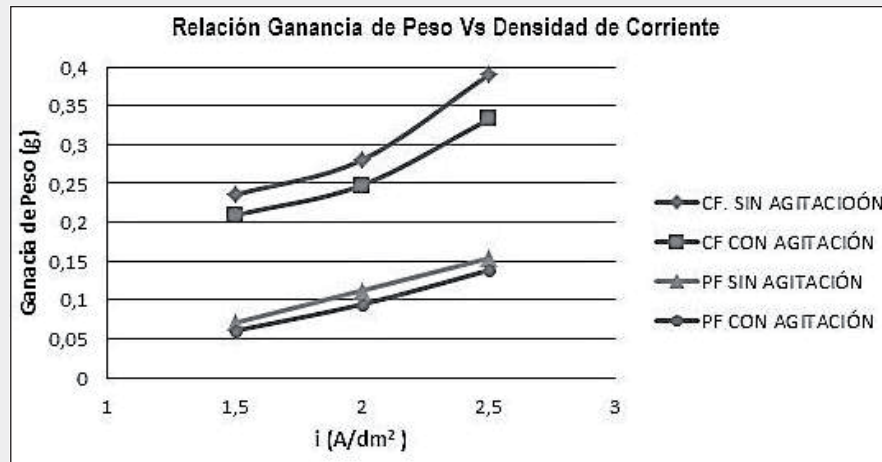


Figura 5: Variación de la masa promedio depositada del recubrimiento en función de la densidad de corriente y condición de agitación.

Fuente: Autor

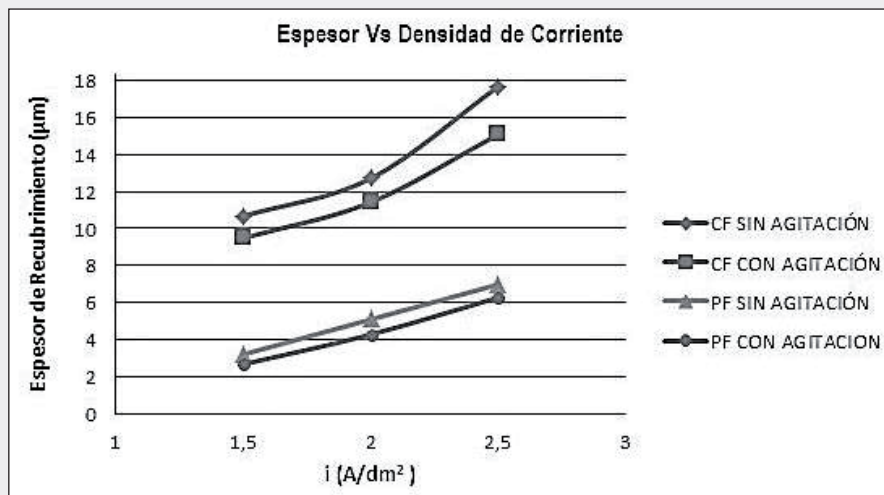


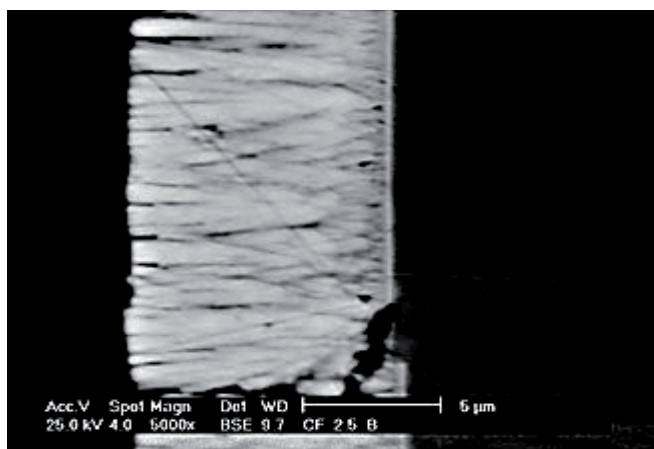
Figura 6: Variación del espesor promedio del recubrimiento en función de la densidad de corriente y condición de agitación.

Fuente: Autor

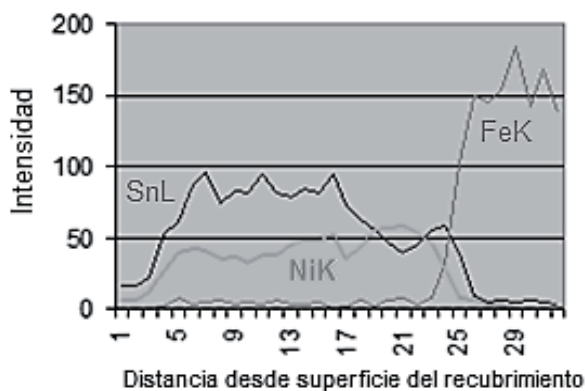
En las figuras. 7A y 8A, se observan los detalles de la sección transversal del sistema recubrimiento – sustrato, donde se revela el espesor de los recubrimientos obtenidos a partir de los baños electrolíticos CF y PF, respectivamente.

Las características microestructurales observadas ponen en evidencia la tendencia a producir recubrimientos arborescentes del tipo dendrítico en el sistema CF a elevadas densidades de corriente (Fig.7A) y el grado de agrietamiento y la falta de continuidad que se detallan en la sección transversal de los recubrimientos PF (Fig.8A), y anteriormente discutido en cuanto a la susceptibilidad al agrietamiento que presentan los recubrimientos obtenidos con el baño de pirofosfato (Fig.4B) en comparación

a los obtenido con el baño cloruro- fluoruro (Fig.4A). Esto influye notablemente en el comportamiento frente a la corrosión de ambos sistemas[17]. Los espectros EDX, figuras 7B y 8B, son representativos de ambos sistemas con sus respectivos microanálisis químicos, obtenidos mediante energía dispersiva de rayos X, que acreditan la presencia de estaño, níquel y hierro en los perfiles de concentración a lo largo del sistema recubrimiento-substrato. Se detecta las proporciones de Sn y Ni, a lo largo del espesor del recubrimiento y una vez alcanzada la interface recubrimiento – sustrato, prácticamente predomina la presencia de Fe, elemento predominante en el sustrato de acero. La relación Sn/Ni, guarda una mejor relación con la composición del intermetálico a nivel micro en el sistema CF (7B) en comparación con el PF (8B).



(a)



(b)

Figura 7: Características microestructurales y perfil de composición del recubrimiento Sn y Ni, obtenido a partir del baño CF a $2,5 A / dm^2$ y $60^{\circ}C$. (a): Espesor del recubrimiento de Sn-Ni (MEB). (b): Distribución de la composición elemental (Sn, Ni y Fe) en el sistema recubrimiento - sustrato (EDX).

Fuente: Autor

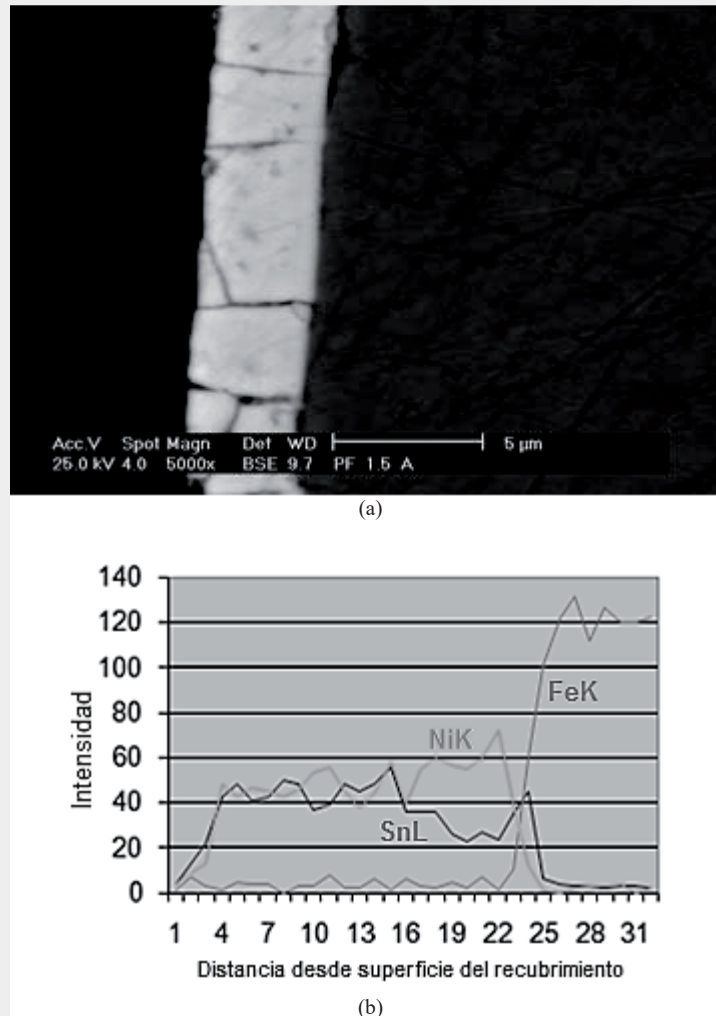


Figura 8: Características microestructurales y perfil de composición del recubrimiento Sn y Ni, obtenido a partir del baño PF a $2,5 A/dm^2$ y $60^{\circ}C$. (a) Espesor del recubrimiento de Sn-Ni (MEB). (b) Distribución de la composición elemental (Sn, Ni y Fe) en el sistema recubrimiento - sustrato (EDX).

Fuente: Autor

4. Conclusiones

A partir de los baños electrolíticos de cloruro – fluoruro y pirofosfato pueden codepositarse recubrimientos de estaño – níquel con la composición química correspondiente al compuesto intermetálico (65% Sn y 35% Ni), siendo el intervalo óptimo de densidades de corriente para una temperatura de $60^{\circ}C$, que garantizan la relación Sn/Ni deseada en los recubrimientos:

$$CF: 0.5 - 3.0 A/dm^2$$

$$PF: 0.5 - 2.5 A/dm^2$$

La cantidad de masa depositada y el espesor del recubrimiento, son proporcionales a la intensidad de corriente de acuerdo con las leyes de Faraday.

La agitación del baño durante el proceso de electrodeposición, disminuye ligeramente el espesor del recubrimiento, debido a una mayor difusión de los iones metálicos y descenso de la polarización por concentración, dando lugar a depósitos más uniformes.

Las características microestructurales observadas en los recubrimientos, evidencian

en general una estructura de grano fino, presentando un aspecto dendrítico a elevadas densidades de corriente en los sistemas CF, mientras que en los recubrimientos PF se muestra la presencia de discontinuidades asociadas a un agrietamiento generalizado en forma de red que atraviesan el espesor del depósito, inducidos probablemente por el nivel de esfuerzos residuales intrínsecos de la composición del baño electrolítico, siendo motivo de estudios, la verificación de la influencia de los cationes presentes en la solución electrolítica en las grietas presentes en los recubrimientos.

5. Agradecimientos

Agradezco a la Fundación para el Desarrollo de la Ciencia y a Tecnología en el Estado Bolívar, por financiarme el proyecto de investigación titulado “Electrodeposición y Caracterización de Recubrimientos Electrolíticos de Sn-Ni” y al Centro de Corrosión y Biomateriales de la Universidad Experimental Politécnica “Antonio José de Sucre”.

6. Referencias

- [1] S. Shetty and A. Chitharanjan, “Electrodeposition of Sn-Ni alloy coatings and their characterization”, *Materials Science Forum*, vol. 830-831, pp. 655-658, Oct. 2015
- [2] M. Uysal, H. Gormus, R. Karslioglu, A. Alp and H. Akbulut, “Electrochemical performance of pulse electrodeposited Sn-Ni/MWCNT composite anode for lithium – ion batteries” *Acta Physica Polonica A*, vol. 125, N° 2, pp. 632-641, Apr. 2014.
- [3] S. D. Jiang, X. Ma and Y. Fu, “High performance Sn-Ni alloy nanorod electrodes prepared by Electrodeposition for lithium ion rechargeable batteries”, *Journal of Applied Electrochemistry*, vol.42, Issue 8, pp. 555-559, Aug. 2012.
- [4] H. Jiménez, L. Gil, M. Staia and E. Puchi-Cabrera, “Effect of deposition parameters on adhesion, hardness and wear resistance of Sn-Ni electrolytic coatings” *Surface & Coating Technology*, pp. 2072-2079, Sep. 2008.
- [5] S. Shetty and A. Chitharanjan, “Electrodeposition of Sn-Ni alloy coatings from water – splitting application from alkaline medium”, *Metallurgical and Materials Transaction B*, vol. 48, Issue 13, pp. 632-641, Jan. 2017.
- [6] X. Hou, S. Hu, W. Peng, Z. Zhan and Q. Ru, “Study of lithium storage properties of the Sn–Ni alloys prepared by magnetic sputtering technology”. *Acta Metallurgical*, vol. 23, N° 5, pp. 363 – 369, Oct. 2010.
- [7] W. Sang, K. Koji, H. Hirokazu, K. Masato, and K. Kiyoshi, “Three-dimensionally ordered macroporous Ni-Sn anode for lithium batteries”, *Journal of Power*, vol. 189, pp. 726-729, Apr. 2009.
- [8] G. Vassilev, K. Lilova. And J. Gachon, “Phase diagram investigations of the Ni-Sn-Bi system”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 469, pp. 264-269. Feb. 2009.
- [9] S. Hitomi, S. Tomohide, Y. Tokihiko, M. Toshiyuki, and O. Tetsuya, “Electrodeposited Sn -Ni Alloy Film as a High Capacity Anode Material for Lithium – Ion Secondary Batteries”, *Electrochemical and Solid State*, vol. 6, pp. A218-A220, May. 2003.

- [10] N. Parkinson, S. Britton and R. Angles, "Electrodeposited Tin-Nickel Alloys coatings", Sheet Metal Industries, pp. 757-767, Ago. 1951.
- [11] H. Dillenberg, R. Kaiser and D. Wuppertal, "Electrolítica Plating of Tin – Nickel", Patent N° 3.772.168, US, Nov. 1973.
- [12] H. Enomoto and A. Nakagama, "Tin – Nickel Alloy Deposition from Pyrophosphate Baths", Metal Finishing, pp. 30-41, Ago. 1978.
- [13] H. Tadao, "From Art of Technology Developments in Electroplating in Japan", Plating and Surface Finishing, pp. 34-37, Sep. 1991.
- [14] H. Jiménez, "Electrodeposición y caracterización de recubrimientos de estaño – níquel sobre láminas de acero", Tesis PhD, Escuela de Metalurgia y Ciencia de los Materiales. UCV, Venezuela, 2005.
- [15] D. Fletcher and F. Walsh, "Industrial Electrochemistry", Second Edition, London: Blackie Academic & Professional, pp. 385-400, 1993.
- [16] E. Julve, "Electrodeposición de Metales", Primera Edición, Barcelona: E.J.S., pp. 29-70, 2000.
- [17] H. Jiménez, "Influencia de los parámetros de electrodeposición en la resistencia a la corrosión de recubrimientos de Sn-Ni", Puente Revista científica Universidad Pontificia Bolivariana seccional Bucaramanga, vol. 5, N° 2, pp. 33 – 38, Oct. 2011.
- [18] ASTM, B767-88, 2010
- [19] F. Lowenheim, "Electroplating American Electroplaters Society", McGraw-Hill Company, 1978, pp. 300-330.
- [20] S. K. Jalota, "Tin – Nickel Alloy Plating", Metal Finishing Guidebook, 2002, pp. 279-280.
- [21] W. Safanek, "The Properties of Electrodeposit Metals and Alloys", American Elsevier Publishing, pp. 1-19, 1974.
- [22] C. Faust, "Structure and Properties of Electroplates", ASM, MEI, pp. 1-17, 1979.
- [23] J. Cuthbertson and N. Parkinson, "Electrodeposition of Tin – Nickel Alloy Plate from Chloride – Fluoride Electrolytes", Journal of Electrochemical Society, pp. 107-119, Mar. 1953.