



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO FACULTAD DE QUÍMICA

Evaluación de los recubrimientos de níquel y fosfatados aplicados en acero corroído

Tesis que para obtener el Grado de
Doctor en Ciencia de Materiales

Presenta:

M. en C. Jesús Eliseo Reyes Astivia

Comité de tutores:

Dr. Gonzalo Martínez Barrera (UAEM)

Dr. Carlos Barrera Díaz (UAEM)

Dr. Jaime Vite Torres (ININ)

Agradecimientos

A dios (Yhwh): Por estar conmigo en cada instante de mi vida y permitirme llegar hasta este momento.

A mi madre (Fernanda Astivia Segura): Porque ella ha sido el principal apoyo por el cual juntos hemos llegado hasta este momento tan importante para nosotros.

A mis hermanos (Rocio, Fernando y María Isabel): Quienes estuvieron apoyándome durante la elaboración de este trabajo.

A mis asesores: Que estuvieron trabajando junto conmigo durante todo el trayecto de investigación hasta la culminación de este trabajo.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT): Por el apoyo con la beca de manutención durante estos tres años de estudio.

Al Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ): Por apoyarme con sus instalaciones, equipos y servicios para la realización de este trabajo de investigación, y el apoyo económico cuando se terminó la beca de manutención otorgada por el CONACyT.

Al Consejo Mexiquense de Ciencia y Tecnología (COMECyT): Por el apoyo económico complementario en el proceso de obtención de grado.

Finalmente a todos y cada uno de las personas que me faltaron, por su apoyo moral durante la elaboración de este trabajo de investigación.

Gracias.

RESUMEN.

El objetivo principal de este trabajo de investigación es aplicar y validar una metodología para realizar recubrimientos metálicos como son: recubrimientos de níquel utilizando el método del baño de Watts y fosfatados, sobre acero al carbono, estos recubrimientos nos ayudarán a reducir desechos metálicos a cielo abierto por corrosión, los cuales producen un riesgo para el sector salud ambiental y económico en el Estado de México.

Las muestras fueron tomadas de los depósitos encontrados en el municipio Lerma, posteriormente se prepararon estas muestras con las dimensiones específicas de cada dispositivo de prueba a utilizar, se pesaron y se recubrieron por los métodos de baño de watts y fosfatado de zinc estableciendo las condiciones idóneas para la operación del dispositivo móvil de recubrimientos que se propone, y finalmente se realizan las pruebas físicas, mecánicas, química y electroquímicas.

Se analizaron y se evaluaron las pruebas hechas a los recubrimientos con respecto a los resultados obtenidos de las probetas de material base sin recubrimiento, esperando obtener un beneficio de proteger el acero al carbono aumentando su vida útil y de almacenamiento, y a su vez reducir el impacto ambiental, social y económico que esto ocasiona.

Se realizaron pruebas electroquímicas Tafel y cíclicas con ácido fosfórico (H_3PO_4) a una concentración del 70% con un pH de 1.5, a temperatura ambiente para acelerar el proceso de oxidación y determinar el tiempo de oxidación de los materiales recubiertos, a su vez se realizaron las mismas pruebas a las muestras que no tienen recubrimiento.

En la discusión teórica práctica, se analizaron los resultados favorables para la aplicación de los recubrimientos de níquel y fosfato de zinc en sustratos metálicos de acero al carbono con el dispositivo móvil propuesto para trabajos en campo y de esta forma ayudar a la reducción del impacto ambiental, social y económico del Estado de México.

ABSTRACT.

The main objective of this research work is to apply and validate a methodology to perform metallic coatings such as: nickel coatings using the Watts and phosphated bath method, on carbon steel, due to the fact that there is a great environmental contamination by waste open pit metal, which produces a risk for the environmental and economic health sector in the State of Mexico.

The samples were taken from the deposits found in the municipality of Lerma. Subsequently, these samples were prepared with the specific dimensions according to each test device to be used, to obtain the optimal coatings of the watt bath and zinc phosphate method, establishing the ideal conditions for operation of the mobile coating device that is proposed. The methodology begins with the initial cleaning until they are ready with the coating acceptable for physical, mechanical, chemical and electrochemical tests.

The tests done on the coatings were analyzed and evaluated with respect to the results obtained from the tested pieces of base material without coating, in the aim to obtain a benefit of protecting carbon steel by increasing its shelf life and storage, and at the same time, reducing the environmental, social and economic impact that this causes.

Tafel and cyclic electrochemical tests with phosphoric acid (H_3PO_4) were performed at a concentration of 70% with a pH of 1.5 at room temperature to accelerate the oxidation process and determine the oxidation time of the coated materials, in turn the same tests on samples that have no coating.

In the practical theoretical discussion, favorable results were obtained for the application of nickel and zinc phosphate coatings on metallic carbon steel substrates with the proposed mobile device for field work and thus help to reduce the environmental, social impact and economic of the State of Mexico.

INDICE.

	Pag.
RESUMEN.....	IV
ABSTRACT.....	V
INDICE.....	VI
INDICE DE FIGURAS.....	VIII
INDICE DE TABLAS.....	IX
1. INTRODUCCIÓN.....	1
2. ANTECEDENTES.....	2
2.1. Recubrimientos de acero con níquel.....	2
2.2. Recubrimientos de acero con fosfatados de zinc.....	6
3. JUSTIFICACIÓN.....	8
4. HIPÓTESIS.....	10
5. OBJETIVOS.....	10
5.1. Objetivo general.....	10
5.2. Objetivos específicos.....	10
6. MATERIALES Y MÉTODOS.....	10
6.1. Celda electrolítica.....	12
6.1.1. Celda electrolítica.....	13
6.2. Sistema de la técnica de inmersión en caliente.....	13
6.3. Proceso de recubrimiento mediante un sistema móvil.....	15
6.4. Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).....	17
6.5. Difractómetro de rayos X (DRX).....	18
6.6. Tribómetro perno sobre disco.....	19
6.7. Microdurómetro.....	20
6.8. Equipo de adherencia.....	21
6.9. Perfilómetro.....	22
6.10. Equipo electroquímico.....	23
7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	24
7.1. Celda electrolítica.....	24
7.2. Celda termostatazada para la técnica de inmersión en caliente.....	25
7.3. Sistema móvil con fuente de poder.....	26
7.4. Sistema móvil sin fuente de poder.....	26

7.5.	Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).	26
7.5.1.	Celda electrolítica.	27
7.5.2.	Celda termostatazada.	27
7.5.3.	Sistema móvil con fuente de poder.	31
7.5.4.	Sistema móvil sin fuente de poder.	32
7.6.	DRX.	33
7.6.1.	Celda electrolítica.	33
7.6.2.	Celda termostatazada.	34
7.6.3.	Sistema móvil con fuente de poder para electrodeposición en acero al carbón	36
7.6.4.	Sistema móvil sin fuente de poder para realizar depósitos de fosfatado sobre acero al carbono.	37
7.7.	Pruebas tribológicas (AST G99).	38
7.8.	Microdureza.	38
7.9.	Adherencia.	39
7.10.	Perfilometría.	39
7.11.	Electroquímica.	40
7.11.1.	Técnica de extrapolación de Tafel o de intersección.	42
7.11.2.	Técnica de extrapolación cíclica o Voltamperometría cíclica.	47
8.	CONCLUSIONES.	52
9.	PRODUCTOS DE INVESTIGACIÓN.	54
10.	REFERENCIAS.	57

INDICE DE FIGURAS.

Figura 1.	Fotografías de los depósitos de chatarra en Lerma Estado de México.	11
Figura 2.	Cortadora de lámina industrial	11
Figura 3.	Ohaus AP210 Precisión 0.0001g.....	11
Figura 4.	Esquema del sistema electrolítico.....	12
Figura 5.	Celda electrolítica de vidrio pyrex de doble fondo.	13
Figura 6.	Sistema para realizar el fosfatado mediante la técnica de inmersión en caliente.	14
Figura 7.	Sistema móvil para recubrimiento a) metálico, y b) fosfatado en caliente.	16
Figura 8.	Esquema del dispositivo móvil (la misma para el ánodo móvil).	17
Figura 9.	Microscopio electrónico de barrido.	18
Figura 10.	Difractómetro.....	19
Figura 11.	Tribómetro de configuración perno sobre disco.....	20
Figura 12.	Microdurómetro.....	21
Figura 13.	Equipo de adherencia.....	22
Figura 14.	Perfilómetro.	23
Figura 15.	Equipo electroquímico, 1. Computadora, 2. Potenciostato/Galvanostato, 3. Electrodo auxiliar de Grafito, 4. Solución electrolítica, 5. Electrodo de referencia ECS, 6. Celda electroquímica, 7. Electrodo de trabajo.....	24
Figura 16.	Electrodeposición, utilizando el Baño de Watts a 60 °C, por inmersión x2000.	27
Figura 17.	Fosfatado con la celda termostatzada a 13°C.	28
Figura 18.	Fosfatado con la celda termostatzada a 20°C.	28
Figura 19.	Fosfatado con la celda termostatzada a 30°C, x2000.	29
Figura 20.	Fosfatado con la celda termostatzada a 40°C.	30
Figura 21.	Fosfatado con la celda termostatzada a 80°C.	30
Figura 22.	Espesor de capa fosfatado con la celda termostatzada a 80°C x200.	31
Figura 23.	Baño de Watts a 60°C y 1800 s de exposición al rociado x2000.	32
Figura 24.	Fosfatado con el dispositivo móvil a 40°C.....	33
Figura 25.	Difractograma sobre acero al carbono (placa base).	34
Figura 26.	Difractograma del baño de Watts en acero al carbono con la celda electrolítica	34
Figura 27.	Difractograma del recubrimiento por inmersión de fosfatado de zinc a 40°C	35
Figura 28.	Difractograma del recubrimiento por inmersión de fosfatado de zinc a 80°C	35
Figura 29.	Difractograma del recubrimiento de Watts utilizando el dispositivo móvil	37
Figura 30.	Difractograma del recubrimiento por rociado del fosfatado de zinc a 40°C	37
Figura 31.	Tafel del acero al carbono como base.....	42
Figura 32.	Tafel sobre el recubrimiento aplicado con celda electrolítica.	43
Figura 33.	Tafel sobre el recubrimiento aplicado con el dispositivo móvil.....	44
Figura 34.	Tafel sobre el recubrimiento aplicado con la celda termostatzada.	45
Figura 35.	Tafel sobre el recubrimiento aplicado con el dispositivo móvil.....	46
Figura 36.	Voltamperograma cíclico al acero al carbono aplicado un barrido de E=0.73 iniciando de 0 a -600 mV a un barrido de 10 mV/min en un medio de ácido fosfórico (H ₃ PO ₄) al 70% a pH de 1.5.....	48
Figura 37.	Voltamperograma cíclico de la placa base recubierta de fosfato de zinc por el método de rociado aplicado un barrido de E=0.92 iniciando de 0 a -600 mV a un barrido de 10 mV/min en un medio de ácido fosfórico (H ₃ PO ₄) al 70% a pH de 1.5.....	49

Figura 38.	Voltamperograma cíclico de la placa base recubierta de fosfato de zinc por el método de inmersión aplicado un barrido de $E=0.92$ iniciando de 0 a -600 mV a un barrido de 10 mV/min en un medio de ácido fosfórico (H_3PO_4) al 70% a pH de 1.5.....	50
Figura 39.	Voltamperograma cíclico de la placa base recubierta de níquel por el método del baño de Watts aplicado un barrido de $E=1.30$ iniciando de 0 a -600 mV a un barrido de 10 mV/min en un medio de ácido fosfórico (H_3PO_4) al 70% a pH de 1.5.....	51
Figura 40.	Voltamperograma cíclico de la placa base recubierta de níquel por el método del baño de Watts aplicado un barrido de $E=0.47$ iniciando de 0 a -600 mV a un barrido de 10 mV/min en un medio de ácido fosfórico (H_3PO_4) al 70% a pH de 1.5.....	52

INDICE DE TABLAS.

Tabla 1.	Componentes del tipo de lámina que se recolecto (ASTM a 1008).....	11
Tabla 2.	Condiciones de operación.....	12
Tabla 3.	Componentes para el baño de Watts	13
Tabla 4.	Componentes para el fosfatado de zinc (primario)	14
Tabla 5.	Condiciones de operación del sistema inerte.....	15
Tabla 6.	Pesos obtenidos por el método de inmersión en electrólito de níquel. $T = 60^{\circ}C$, $I = 3$ A/dm ² , $t = 3600$ s, pH=5, Agitación=80 rpm.....	25
Tabla 7.	Pesos obtenidos por el método de inmersión en fosfato de zinc. $T=1800$ s, pH=2.12, Agitación=500rpm.....	25
Tabla 8.	Ganancia de peso utilizando el sistema móvil conectado a una fuente de poder. $T=60^{\circ}$, $I=3$ A/dm ² , $T=3600$, pH=5.....	26
Tabla 9.	Ganancia de peso sin fuente de poder en fosfatados. $T=1800$ s, pH=2.12.....	26
Tabla 10.	Pruebas de adhesión en recubrimientos metálicos e inertes.....	39
Tabla 11.	Escala de potencial.....	46

1. INTRODUCCIÓN.

El medio ambiente se considera como todo lo que rodea a los seres vivos el cual debemos de cuidar para poder subsistir, para esto están las ciencias ambientales que se encarga de estudiar la interacción de los seres vivos con el ambiente para que sea sostenible a largo plazo, conservando la naturaleza lo más limpia. A lo largo del tiempo la naturaleza se ha visto afectada por residuos generados por la humanidad los cuales están dañando tanto al ambiente como así mismos provocando accidentes y enfermedades. Dentro de los residuos encontramos los orgánicos y los inorgánicos, los primeros son los que se deterioran con el ambiente como, los fertilizantes, los segundos son los que tardan muchos años en deteriorarse provocando contaminación ambiental; un ejemplo de ellos son los plásticos, vidrios y metales. Este trabajo de investigación está enfocado a los residuos metálicos a base de hierro y carbono, los cuales son encontrados en los depósitos de chatarra o tiraderos industriales, provocando una contaminación ambiental y daños a la salud por el óxido del metal ya que se generan agentes patógenos causantes de enfermedades. Por otro lado se han provocado también accidentes por causa de la corrosión. El objetivo de este trabajo es reducir la contaminación por el constante desecho de piezas metálicas que se generan en el área industrial y de la construcción de estructuras metálicas.

El trabajo consiste en aplicar recubrimientos metálicos superficiales utilizando el método del baño de Watts y un recubrimiento primario a base de fosfatados utilizando un dispositivo móvil, el cual, está patentado en el Instituto Mexicano de Protección Industrial (IMPI). Éste consiste en dejar caer por gravedad el material recubridor sobre el substrato metálico a través de un ducto flexible para obtener una capa homogénea en toda la superficie del metal, la cual fue sometida a pruebas físicas del espesor de capa, rugosidad y análisis químico. Se analizaron las pruebas de adherencia de los recubrimientos utilizando una máquina tribológica de desgaste, la dureza de la capa y finalmente se hicieron las pruebas electroquímicas cíclicas y de Tafel. En base a los resultados obtenidos de estas pruebas determinamos si los recubrimientos ayudan a prolongar la vida útil del material base.

2. ANTECEDENTES.

La corrosión y el desgaste son los principales inconvenientes que presentan los aceros al carbono, los cuales pueden ser resueltos mediante el uso de recubrimientos compuestos, elaborados por diferentes técnicas como la de electrodeposición, la cual tiene varias ventajas, entre ellas: ser de aplicación simple, otra técnica es la deposición en caliente que su aplicación es también muy fácil de efectuarse en grandes cantidades por esta característica se reduce la contaminación que se produce en el medio ambiente. Los recubrimientos mejoran el deterioro por corrosión, la dureza, así como las propiedades superficiales, tribológicas y térmicas.

2.1. Recubrimientos de acero con níquel.

Estudios realizados en pilas de celdas de combustible de membrana de electrolito polimérico (PEMFC), cuya deficiencia son la baja energía de las placas bipolares de grafito no porosas. Este problema se puede resolver, mediante la técnica de electrodeposición de pulso, que consiste en el depósito de un revestimiento de dos capas (Ni y Ni/Cr/P), sobre acero con bajo contenido de carbono (AISI 1020). Cabe mencionar que los sustratos recubiertos con Ni-Ni/Cr/P exhiben mejor resistencia a la corrosión tanto en el entorno catódico (purga de aire), como en el anódico (purgado H_2), que el sustrato AISI 1020. Además, tienen mejor manejo del agua, ya que el recubrimiento Ni-Ni/Cr/P es más hidrófobo que el sustrato AISI 1020. Sin embargo, tienen menor resistencia de contacto interfacial (ICR), que el AISI 1020 y que el acero inoxidable. Estos resultados concluyen que el acero AISI 1020 recubierto con Ni-Ni/Cr/P, puede ser utilizado como reemplazo del grafito, en las placas bipolares de las pilas PEMFC (Uttam K. Chanda, Ajay Behera, Sudesna Roy Soobhankar Pati,, 2018).

En otro estudio los recubrimientos de Ni-Co-Cr-Al se depositaron en un sustrato de acero al carbono, mediante la combinación de galvanoplastia y cementación en paquete. Se estudiaron los efectos de la concentración de Co y la temperatura, en las propiedades de oxidación y dureza. La morfología de los recubrimientos, se estudiaron mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) y microscopía electrónica de transmisión (MET); mientras que la microdureza con un comprobador Vickers. Los resultados muestran que las muestras con 5% de FeNi recubiertas con Co-Cr-Al tuvieron mayores valores de oxidación y dureza que las muestras con 1% de FeNi. Las muestras fueron recubiertas con tres capas a 800°C y con dos capas a 1,000°C. Los resultados muestran que a 800°C se obtuvieron microestructuras similares y fases de los recubrimientos, como la fase ortorrómbica Al_3Ni . Se confirmó la formación de una capa intermetálica en todos los recubrimientos, además de las estructuras γ -(Ni, Fe); β -(Ni, Al) y ζ hexagonales, en las capas recubiertas de todas las muestras. Se establecieron las relaciones entre la estructura, las propiedades de dureza, los comportamientos de oxidación y la formación de fases (Eni Sugiarti, 2015).

En otro estudio, se aplicaron recubrimientos nanocristalinos de níquel de diferentes tamaños, mediante la técnica de electrodeposición modificada de un baño de Watts sin aditivos. Se estudiaron los efectos de medios flexibles con cepillos (polímeros, cerdas biológicas y fibras naturales), a diferentes temperaturas, sobre la morfología, la orientación y el tamaño de grano de los recubrimientos de níquel electrodepositados. Además, se discute el mecanismo de refinamiento de grano, los cambios en la textura y la microdureza. Los resultados muestran que la

fricción flexible dificulta el crecimiento del aglomeramiento de los átomos adsorbidos, se eliminan algunas especies adsorbidas en la superficie, se refina el tamaño de grano y la orientación cambia en los depósitos. Se inhibe el crecimiento de cristales cuando la temperatura y la presión aumentan. A 50°C, el recubrimiento de níquel nanocristalino obtenido por la fricción de los cepillos de cerdas biológicas, es más suave con una morfología superficial densa y una orientación preferida (111). Los tamaños de grano correspondientes se concentran en el intervalo de 20 a 30 nm, y la microdureza es entre 470 y 500 HV, la cual es mayor que la del recubrimiento de níquel electrodepositado de forma convencional (320 HV) (Biao Lv, 2015)

En otro estudio, se mejoró la propiedad del recubrimiento realizado con níquel nanocristalino, mediante la técnica de electrodeposición de chorro y fricción flexible. Para lo cual, se desarrolló un dispositivo móvil de fricción flexible, con una cerda biológica como medio de fricción y un dispositivo de detección de presión en línea. En los recubrimientos de níquel, se estudiaron los efectos de las diferentes presiones de contacto y la longitud de contacto entre el cepillo y la capa depositada, así como la morfología superficial, la estructura, la microdureza y el comportamiento a la corrosión. Esto mediante el uso de un microscopio electrónico de barrido por emisión de campo, un microscopio electrónico de difracción/transmisión de rayos X, un comprobador de microdureza y una estación de trabajo electroquímico. Los resultados muestran que la presión de contacto entre el medio de fricción flexible y el recubrimiento modifican las propiedades del recubrimiento. Cuando la presión de contacto se controla adecuadamente, se logra una superficie del recubrimiento más suave y más compacta, el tamaño del grano se reduce a 3.3 nm, la dureza se incrementa en un 12,6% y la resistencia a la corrosión del recubrimiento se mejora significativamente (Wei Zhuo, 2018)

En otro estudio, de recubrimientos compuestos de Ni-Si producidos por la técnica de electrodeposición, se investigaron el efecto del tratamiento térmico sobre la estructura, la dureza y el comportamiento a la corrosión. Primero, los recubrimientos compuestos de Ni y 10% en peso de Si, se depositaron sobre un sustrato de acero al medio carbono. Posteriormente, las muestras se calentaron a 900°C durante 120 minutos en un vacío de 10⁻³ atm. Los recubrimientos obtenidos se caracterizaron por difracción de rayos X (DRX), y microscopía electrónica de barrido acoplada con espectroscopia de rayos X de dispersión de energía (MEB-EDE). Las propiedades electroquímicas de los recubrimientos depositados y tratados térmicamente se evaluaron en una solución de NaCl al 3.5% en peso. Los resultados muestran que el tratamiento térmico cambia la morfología de los recubrimientos depositados y se forma la fase del metal (Ni₃Si); esta hace disminuir la densidad de la corriente de corrosión de los recubrimientos depositados, y evita que la dureza disminuya (Morteza Alizadeh, 2019)

Se realizaron estudios de recubrimientos de Ni utilizando la técnica de electrodeposición asistida por ultrasonido de baja frecuencia, de un baño de Watts sin aditivos. El análisis por DRX señala que la agitación mecánica favorece la electro-cristalización de Ni en la dirección [211], mientras que el ultrasonido promueve la electrodeposición de Ni con una orientación preferencial [100].

Las imágenes MEB de la superficie de los depósitos de Ni, corroboran la estructura superficial obtenida por la DRX, y confirmar los cambios producidos por el ultrasonido en la microestructura de los depósitos. Las características finales de los depósitos dependen de la potencia ultrasónica empleada. Los resultados muestran la mayor cantidad de cristales con una orientación

preferencial [100], el mayor grado de refinamiento del grano en la superficie y los valores más altos de microdureza, cuando se aplica una potencia ultrasónica de 0.124 W/cm^3 . Sin embargo, estos depósitos presentan marcas visibles de erosión en la superficie de los recubrimientos, debido a la formación de burbujas, localizadas cerca de la superficie del cátodo durante la electrodeposición (Ignacio Tudela, 2015)

Los aluminuros de níquel son ideales como recubrimientos protectores, ya que poseen resistencia a la oxidación a altas temperaturas y bajos índices de corrosión en atmósferas marinas. En un estudio, se aplicó un recubrimiento de doble capa mediante la técnica de deposición electroquímica. Primero una capa inicial de Ni seguida de una capa superior de Al depositada por cementación en paquete. Los resultados muestran que, en los recubrimientos, las fases Ni-Al se localizan en las áreas superiores y las fases de Ni-Fe en la interfaz sustrato/recubrimiento, como resultado de la difusión de Ni durante la etapa de aluminización. Las pruebas de oxidación termogravimétrica a alta temperatura y las mediciones electroquímicas de corrosión revelaron un aumento significativo de la resistencia de las muestras, en comparación con el acero no recubierto (Dimitra Kourtidou, 2018)

En otro estudio, se aplicaron recubrimientos de Ni-Zn (con alto contenido de níquel), mediante las técnicas de electrodeposición potencioestática y voltamperometría cíclica, en un baño tipo Watts. Se estudiaron los efectos del potencial de deposición, la temperatura del baño, la concentración de zinc y aditivos, así como la composición del revestimiento, la morfología y la estructura. La caracterización se realizó mediante difracción de rayos X (DRX), análisis de rayos X de dispersión de energía, microscopía electrónica de barrido (MEB) y microscopía electrónica de transmisión (MET). Los resultados muestran que la adición de Zn^{2+} al baño de deposición genera disminución en la densidad de corriente catódica, lo que produce reducción de Ni. No obstante, se obtuvieron aleaciones ricas en níquel debido al transporte de masa durante la deposición. Con un contenido del 7% de Zn se disminuyen las propiedades. La incorporación de Zn en la red fcc del Ni disminuyen el tamaño de grano. Con un contenido superior al 8% de Zn, se obtiene la fase β de la aleación Ni-Zn nanocristalina (G.Roventi, 2015)

Se ha desarrollado una técnica de galvanizado asistido mecánicamente (MAE), para depositar recubrimientos de Ni-P en acero al carbono. El tratamiento mecánico se lleva a cabo en un tambor rodante, donde se introduce el acero al carbono y bolas de vidrio de 2–3 mm de diámetro, las cuales se sumergen en una solución electrolítica. Los revestimientos de Ni son policristalinos, con una estructura de grano fino y superficies lisas. Los valores de la dureza y la resistencia a la corrosión de estos recubrimientos son mayores que los recubrimientos de Ni-P convencionales, lo cuales son amorfos. Después de un tratamiento térmico a 400°C durante una hora, se observan grietas y poros en el recubrimiento de Ni-P convencional, no así para el revestimiento por MAE (Zhaoxia Ping, 2010)

En los recubrimientos metálicos de piezas pequeñas se emplea la técnica de revestimiento de barril tipo horizontal. En un estudio, se utilizó una tuerca de rueda de automóvil como material a recubrir y un barril de 4.7 litros. Se evaluaron las características del revestimiento mediante el cambio en la velocidad de rotación del cilindro, el tiempo de chapado, la temperatura y voltaje del revestimiento. Se estudió la relación entre el tamaño de los poros del barril y el número de poros, así como los poros abiertos en el revestimiento del barril de cianuro de cobre. Los resultados

muestran que las condiciones de recubrimiento óptimas son: un barril con 22.5% de poro abierto, una cantidad óptima de carga, una temperatura de recubrimiento de 323 K, voltaje de recubrimiento de 1V y velocidad de rotación de 1.5 rpm. No obstante, los resultados muestran que una geometría compleja genera problemas en el espesor del revestimiento, debido a las fallas del suministro de la solución de revestimiento que se realiza entre el material de revestimiento y el cátodo, a través del cilindro de contacto (Kyong Ho Han, 2012), (Raymund Singleton, 2012)

El acero al carbono se utiliza como material de calefacción en los componentes de mitigación de reactores. Principalmente en la refrigeración del recipiente del reactor externo (IVR-ERVC). El recipiente a presión del reactor y algunos receptores principales en las centrales nucleares están hechas de este material. Durante un accidente grave, el corio (Masa, derretida o solidificada, formada por combustible nuclear) fundido se localiza en la cámara inferior o en la instalación del receptor central. El calor se elimina mediante el flujo de refrigerante depositado en la parte inferior, que es inducido por la circulación natural. El efecto del acero al carbono en condiciones orientadas hacia abajo, se ha considerado en diversos estudios, y la mejora del flujo de calor crítico (ICC) se puede cuantificar por los cambios en la morfología de la superficie inducida por la corrosión.

El acero SA508 Grado 3 Clase 1, se ha utilizado para evaluar su efecto en calentadores que operan en diversas condiciones de orientación y de ancho. En un estudio se encontró que a medida que disminuye el tamaño del diámetro y a ángulos de alta inclinación, se mejora gradualmente el acero al carbono, en comparación con los calentadores de acero inoxidable. Más aun, el punto de desgaste tiende a aumentar con la disminución del diámetro. En ángulos bajos, los efectos del ancho tienden a disminuir. El efecto de la oxidación se evaluó en diversos esquemas de ebullición, ángulos de contacto estáticos y concentraciones de oxígeno disuelto en el refrigerante (Dong Hoon Kam, 2018)

Es importante dar tratamiento superficial a los elementos metálicos, para prolongar su vida útil. La ejecución de la estrategia de Retención de Recipientes en Vaso (IVR) y del Enfriamiento de Vaso de Reactor Externo (ERVC), son indispensables para evitar accidentes en una planta de energía nuclear. Es importante controlar el flujo de calor crítico (CHF), en la superficie exterior del Recipiente de Presión del Reactor (RPV), para asegurar su integridad térmica y estructural. El CHF depende de las condiciones superficiales del material de calentamiento, a menos que se apliquen los tratamientos apropiados a la superficie exterior del RPV.

En este último trabajo, se realizó un experimento de transferencia de calor por ebullición en piscina, a presión atmosférica con agua desionizada, en un RPV oxidado (SA508 Grado 3 Clase 1). Se emplearon varios tiempos (3, 10, 20, 30 y 40 días), en la evaluación del grado de oxidación en la piscina. Los resultados muestran que el CHF del SA508 es el 140% del valor estándar conocido, en ebullición; esto debido a que la superficie del SA508 se convierte en hidrófila y nano-porosa, con la formación de nanopartículas de magnetita, durante la ebullición antes de alcanzar el CHF. Sin embargo, cuando el SA508 se oxida en aire a 300°C, el CHF disminuye 65% respecto al valor estándar, pero la superficie oxidada era hidrófila y no porosa. La capa de óxido cristalizado es de aproximadamente 1 μm , mientras que la efusividad térmica de la capa de magnetita disminuye 28% respecto del SA508. De acuerdo con una teoría relacionada con la actividad térmica, la presencia de una capa de magnetita, puede deteriorar la disipación de calor lateral cerca del CHF.

En consecuencia, el comportamiento de oxidación del material RPV puede generar un efecto adverso en el CHF (Kim, 2016)

En otro estudio, se aplican recubrimientos de nitruro de cromo en la superficie de aceros al carbono, mediante un proceso de cementación en paquete. Se utilizó una mezcla de polvo en paquete de una composición $30(\text{Cr}_2\text{N})-2(\text{NH}_4\text{Cl})-68(\text{Al}_2\text{O}_3)$ (% en peso). Se utilizaron aceros al carbono con diferentes contenidos de carbono, como sustratos. El calentamiento se llevó a cabo en el intervalo de temperatura de $1,000^\circ\text{C}$ a $1,100^\circ\text{C}$. Las microestructuras de los recubrimientos se caracterizaron mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) y espectroscopia de dispersión de energía (EDS), y las fases mediante difracción de rayos X (DRX). Los resultados muestran que los recubrimientos presentan una capa externa de Cr_2N , mientras que las microestructuras internas dependen del contenido de carbono en el sustrato de acero (X. J. Lu, 2017)

2.2. Recubrimientos de acero con fosfatados de zinc.

Se llevó a cabo un estudio sobre el fosfatado de zinc aplicado en acero al carbono, en el cual se analizaron: el mecanismo de nucleación y crecimiento, las microestructuras desarrolladas, así como el comportamiento al desgaste y la corrosión. La fosfatación se realizó en un baño de fosfato de zinc (6-8% ZnPO_4) con 0.43% en peso de Fe como catalizador a 90°C con un tiempo entre 60 y 1,800 s, seguido de un enjuague con agua y sellado con aceite. Los resultados muestran que la morfología del recubrimiento tiene forma tanto de placa como de aguja. Estos cambios graduales en la microestructura conforme al tiempo permitieron descifrar los fenómenos de nucleación y crecimiento. La microdureza de la capa recubierta es significativamente menor que la del acero convencional. Más aún, la fosfatación disminuye la resistencia al desgaste, lo que se atribuye a la presencia de agujas de fosfato que causaron un aumento del coeficiente de fricción. La resistencia a la corrosión por picadura se incrementó, mientras que la tasa de corrosión se redujo considerablemente mediante la fosfatación (Arun Kumar, 2012).

En este estudio se realizó un fosfatado de zinc después de un recubrimiento de cerio. Las muestras de acero se trataron previamente con una capa de conversión de cerio. Luego, se usó un revestimiento de conversión de fosfato de zinc, para mejorar su resistencia a la corrosión. El rendimiento de la corrosión y las características de la superficie de las muestras se caracterizaron por espectroscopia de impedancia electroquímica, microscopía electrónica de barrido (MEB) y espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (EDS). Los resultados muestran que el tratamiento posterior por revestimiento de fosfato generó una capa de conversión más densa con menos grietas sobre la superficie del acero, lo cual aumentó significativamente la energía libre de superficie y en consecuencia la resistencia a la corrosión (B. Ramezanzadeh, 2015).

Se estudiaron las propiedades de resistencia a la corrosión de acero al carbono con pinturas de fosfato de zinc, elaboradas con resina epoxi y caucho clorado. Se analizó el efecto de la concentración de pigmento (Cp), mediante el uso de pruebas de corrosión acelerada (rociado de sal y cambio climático cíclico) y espectroscopia de impedancia electroquímica. La caracterización de los productos de corrosión se realizó mediante microscopía electrónica de barrido acoplada a espectroscopia de rayos X de dispersión de energía (MEB-EDE). Los resultados muestran que las pinturas actúan como una capa protectora, la cual depende de la concentración de pigmento (Cp).

Hay un valor de la C_p para la cual las propiedades fisicoquímicas cambian bruscamente. Se encontró una mezcla de Fe y ZnO, como resultado del ataque del soporte metálico y la reacción del pigmento (A Guenbour, 1999)

Los inhibidores de la fosfatación y la corrosión se utilizan comúnmente para prevenir la corrosión de materiales metálicos, principalmente aceros al carbono. En este estudio, se investigó el efecto del BTAH agregado a un baño de fosfatación de zinc (PZn), para mejorar la resistencia a la corrosión de acero al carbono (1010). Se emplearon dos soluciones, H_2SO_4 (0.1 mol/L) y NaCl (0.5 mol/L), así como curvas de polarización anódica y espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS). Los resultados mostraron mejor resistencia a la corrosión para los aceros fosfatados con BTAH (E. P. Banczek, 2006).

En este estudio, se sintetizó un nuevo pigmento con fosfato de zinc potasio (PZP) y benzotriazol (BTA), mediante la técnica co-precipitación. La composición química del pigmento se investigó mediante espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier (FT-IR), espectroscopia fotoelectrónica de rayos X, análisis gravimétrico térmico (TGA) y microscopia electrónica de barrido (MEB). El rendimiento inhibitor del nuevo pigmento se estudió comparando el PZP y los pigmentos convencionales de fosfato de zinc, mediante la técnica de polarización. Los paneles de acero dulce con extractos de pigmentos, se sumergieron en soluciones de NaCl al 3,5% en peso. Después de la inmersión, se realizó un análisis por espectroscopia de rayos X de dispersión de energía y por análisis visual de los paneles de acero suave. Los resultados mostraron que el pigmento PZP-BTA se sintetizó con éxito. La unión química entre PZP y BTA se demostró mediante diferentes técnicas. La mayor acción inhibitoria se logró con el PZP-BTA, en comparación con la obtenida con el PZP y el fosfato de zinc (F. Askari, 2016).

Los pigmentos de fosfato de zinc y potasio (PZP) se sintetizaron utilizando diferentes proporciones molares de $KOH/ZnCl_2$ (1.5, 2, 2.5, 3, 3.5 y 4). Los efectos de inhibición de los pigmentos se estudiaron en la solución del extracto mediante la prueba de polarización y espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS). La morfología de la superficie se estudió mediante microscopia electrónica de barrido (MEB). El análisis de la superficie se realizó mediante espectroscopia fotoelectrónica de rayos X. También se incorporaron pigmentos en el recubrimiento epóxico y se implementaron pruebas de rociado y extracción de sal, para investigar sus propiedades de protección contra la corrosión.

Se encontró que la relación molar de $KOH/ZnCl_2$ afecta significativamente las propiedades de inhibición de la corrosión del PZP. El aumento de la relación molar $KOH/ZnCl_2$ hasta 2.5, causa una mejora significativa de las propiedades de inhibición de la corrosión del PZP, tanto en la fase de solución como en la de recubrimiento. Se demostró que un PZP de 2.5 molar, puede liberar iones de Zn y P más que un PZP de 3.5 molar, lo que indica su mayor solubilidad en la solución de NaCl al 3.5% en peso. El PZP retarda significativamente las tasas de reacciones anódicas y catódicas mediante la liberación de altas cantidades de iones Zn y P. Un PZP de 2.5 molar, mejora las propiedades de protección contra la corrosión del recubrimiento epoxi más que un PZP de 3.5 molar, y disminuye significativamente la pérdida de adherencia (F. Askari, 2015).

Las propiedades de inhibición de la corrosión de la superficie de acero con bajo contenido de carbono, recubierto con la mezcla y óxido de zinc (HCl 1 M y solución de H_2SO_4), se estudió por polarización potentodinámica, por medición de potencial de circuito abierto, microscopía óptica y

espectroscopia ATR-FTIR. Los resultados muestran mayor efectividad del compuesto en solución de HCl, con eficiencias de inhibición de 93.26% en HCl y 87.7% en soluciones de H₂SO₄. El compuesto cambia los valores de potencial de corrosión del acero catódicamente en HCl y anódicamente en H₂SO₄, lo que significa un comportamiento específico de inhibición de la corrosión sin potencial aplicado. En el acero se forma una cubierta protectora, la cual contiene a los grupos funcionales: alcoholes, fenoles, aminas, amidas, carbonilos, ésteres, alifáticos saturados, ácidos carboxílicos, éteres, aminas alifáticas, alquenos, compuestos aromáticos, haluros de alquilo y alquinos. La interacción molecular de fisisorción con la superficie del acero, se corrobora con los resultados obtenidos por las isotermas de adsorción de Langmuir y Frumkin. Las imágenes de microscopía óptica muestran mejor morfología para los aceros inhibidos y no inhibidos, que las del acero en solución de HCl (Loto, 2018)

3. JUSTIFICACIÓN.

Los costos por corrosión son difíciles de calcular, pero abundan pruebas que muestran que son tan altos que usualmente impactan a todos los sectores de la sociedad, desde el patrimonio familiar hasta la infraestructura productiva que mantiene la economía de cualquier país. Además de que la corrosión provoca la disolución de metales como, Cr, Pb, As en consecuente daños a la fauna flora y eventualmente al ser humano.

El Buró Nacional de Estándares (NBS, por sus siglas en inglés) estimó en 1996 que los costos por corrosión en Estados Unidos llegaron a 290 mil millones de dólares por año. Desafortunadamente, en México no se han hecho estudios completos que nos indiquen con claridad el impacto real que el fenómeno de la corrosión tiene en la economía del país.

Los efectos de la corrosión en la vida diaria se vuelven tan normales y cotidianos que ya no les damos importancia, a pesar del costo que implica el mantenimiento y reposición de la infraestructura dañada. Es cierto que una buena parte de la responsabilidad le corresponde a las autoridades para buscar la aplicación de métodos y procedimientos que minimicen dichos costos y que alarguen la vida útil de los materiales metálicos, pero también el ciudadano común debe preocuparse por cuidar el patrimonio familiar adoptando una filosofía de la protección anticorrosiva de los equipos y herramientas que utiliza en casa o que emplea en su trabajo. Por ejemplo, en México en 1993 se tenía una corrosión de acero al carbón de 15.4 micras por año según la revista de divulgación científica y tecnológica de la universidad veracruzana (Enero-Abril de 2011 Volumen XXIV Número 1), otro ejemplo es la corrosión en tuberías de acero de Pemex que ocasionó la explosión en Guadalajara en 1992(https://es.wikipedia.org/wiki/Explosiones_de_Guadalajara_de_1992).

El principal impacto de la corrosión es económico y pérdidas humanas, por la continua degradación de las infraestructuras metálicas, lo que obliga a elevar los costos por mantenimiento correctivo y de protección a corto plazo, o por la reposición completa de los materiales metálicos expuestos a las agresivas condiciones atmosféricas, principalmente en el litoral del Golfo de México y algunas de sus zonas industriales.

Unos ejemplos serían que los tanques estacionarios al cabo de diez años de uso, los consumidores se habrán ahorrado 4,053 pesos por el uso de un tanque estacionario y 3,055 pesos por cada poste utilizado por concepto de mantenimiento y reposición, los que de otra forma se habrían perdido

por causa de la corrosión. Las pérdidas se pueden prevenir si se hace la inversión inicial al utilizar un material de recubrimiento metalizado primario como método de protección para prevenir la corrosión.

El combate contra la corrosión requiere de estudios e investigación para la aplicación de diversos métodos de protección, los cuales también tienen un costo, pero que al final producen ahorros que se pueden optimizar cuando se combinan con una buena planeación de los programas de mantenimiento y con un buen programa de inversión.

Los beneficios de combatir la corrosión son el ahorro de dinero y esfuerzo por darle mantenimiento a sistemas metálicos; además, se minimizan las pérdidas materiales y en vidas humanas ante lo catastrófico que resultan sus efectos en las estructuras, recipientes y demás.

La corrosión está ligada en la industria a problemas tanto de seguridad como económicos. Los ingenieros son en la mayoría de los casos los responsables de minimizar los costos y los riesgos de la corrosión en muchos ámbitos como son: la industria de la aviación, plantas generadoras de energía (térmica, nuclear, hidroeléctrica, eólica), plantas de manufactura y de procesos químicos y estructuras de concreto. Sin embargo muchas veces ignoran las causas posibles de la corrosión y su forma de prevenirla.

Las pérdidas económicas que implica la corrosión pueden ser directas (relacionadas con el reemplazo de la parte dañada) o indirectas debidas a: a) paradas de planta imprevistas para efectuar reparaciones; b) pérdidas de producto de contenedores, tanques, cañerías, etc.; c) pérdidas de eficiencia por productos de corrosión en intercambiadores de calor; d) contaminación por los derrames producidos a causa de corrosión en tanques, cañerías, etc.; e) por sobredimensionamiento en el diseño de instalaciones debido a la falta de información sobre la corrosión de los componentes en un ambiente determinado. La corrosión además ha sido la causa de pérdidas de vidas humanas como ha sido el caso de accidentes aéreos ocurridos por corrosión bajo tensiones, o incendios ocasionados por pérdidas masivas de combustible.

Los metales se encuentran en la naturaleza en forma de óxidos, sales u otros compuestos siendo muy raros los que se encuentran en forma metálica pura. Para obtener el metal a partir del mineral es necesario gastar una apreciable cantidad de energía. En general, cuanto mayor es la energía empleada tanto mayor es su tendencia a recuperar su estado original. La corrosión es pues aparentemente inevitable desde el punto de vista Termodinámico.

Ante estas circunstancias, es necesario tomar iniciativas para solucionar el problema de la corrosión en acero al carbono. Más aún, los estudios de recubrimientos de níquel y fosfatados sobre acero al carbono se efectuaran en laboratorios, siendo muy complicado efectuarlos fuera de los mismos. En esta investigación se propone realizar los recubrimientos a aceros al carbono localizados en campo, mediante el uso de un dispositivo móvil, con el fin de reducir el tiempo de trabajo y los costos, al evitar desinstalar los elementos de acero y transportarlos al laboratorio.

Con esta contribución se espera aumentar el tiempo de vida de los aceros y por lo tanto reducir la gran cantidad de residuos presentes en mantos acuíferos, suelos y aire.

4. HIPÓTESIS.

Con los electrodeósitos de níquel y de fosfatados de zinc-manganeso sobre la superficie metálica del acero al carbono de desecho, utilizando un sistema móvil de depósito de recubrimientos, es posible evitar la cantidad de residuos del acero al carbono oxidado los cuales generan costos de mantenimiento y reparación tanto en la industria como en estructuras.

5. OBJETIVOS.

5.1. Objetivo general.

Reducir los constantes mantenimientos y reparaciones metálicas que ocasiona la corrosión de acero al carbono, mediante la aplicación y valoración de la técnica electrolítica de recubrimiento superficial utilizando un sistema móvil y pruebas electroquímicas como son: las pruebas de extrapolación Tafel y cíclicas las cuales determinarán la velocidad de corrosión por año del material recubierto con respecto al material base, el recubrimiento será sometido a pruebas físicas, químicas y mecánicas que serán aplicadas para garantizar un buen recubrimiento de níquel.

5.2. Objetivos específicos.

- ✓ Realizar una revisión de la literatura científica actualizada y de alto nivel, y el análisis teórico de la misma.
- ✓ Preparar y establecer las condiciones idóneas de las probetas para los recubrimientos metálicos, utilizando un dispositivo móvil, para obtener recubrimientos homogéneos sobre acero al carbono.
- ✓ Realizar pruebas (bajo normas ASTM), físicas, químicas, mecánicas y electroquímicas tanto al material base como a los recubrimientos obtenidos con la finalidad de que sean confiables para su aplicación.
- ✓ Evaluar y analizar los resultados obtenidos de las pruebas electroquímicas del material base con respecto al acero recubierto con el sistema móvil.
- ✓ Mediante prospectiva calcular el grado de impacto ambiental que corrige o previene el recubrimiento del acero al carbono.
- ✓ Realizar una discusión teórico-práctica de los beneficios ambientales del recubrimiento.

6. MATERIALES Y MÉTODOS.

Se recolectaron muestras de acero al carbono de residuos industriales de la zona Lerma, Estado de México (Ver Figura 1), que se encuentran a la intemperie, un ejemplo de esto se muestra en las siguientes imágenes. Se recolectaron 10 muestras ASTM a 1008 CS A (Tabla 1) de cada uno de los tres depósitos visitados de desechos metálicos; las cuales serán maquinadas para darle la forma geométrica requerida por cada uno de los porta muestras de los equipos a utilizar para su análisis.



Figura 1. Fotografías de los depósitos de chatarra en Lerma Estado de México.

Tabla 1. Componentes del tipo de lámina que se recolecto (ASTM a 1008)

Especificación	C	Mn	P	S	Dureza Rb máximo
ASTM A-1008 CS "A"	0.10	0.60	0.030	0.035	60 (101hv)

Las probetas que se utilizaron para los electrodepositos fueron de acero al carbón de diferentes geometrías las dimensiones de las probetas fueron de acuerdo a las características de las máquinas que se utilizaron para realizar las pruebas, estas se cortaron haciendo uso de una cortadora de lámina industrial.



Figura 2. Cortadora de lámina industrial

Previo al recubrimiento se debe de tener superficies libres de imperfecciones que no se puedan corregir en el proceso de recubrimiento así como la grasa, el polvo o algún otro material extraño que no esté contemplado en el proceso, por lo tanto se hizo una limpieza mecánica con lijas del No. 300 y 600 para eliminar todo tipo de contaminantes se utilizó acetona grado industrial y finalmente se pesaron con ayuda de una balanza analítica marca OHAUS con precisión de 0.0001 g.



Figura 3. Ohaus AP210 Precisión 0.0001g.

6.1. Celda electrolítica.

La técnica electrolítica se basa en la reacción de óxido reducción en un sistema electrolítico con iones metálicos y sales, al cual se le aplica una densidad de corriente con la finalidad de obtener un recubrimiento (Técnica galvanostática), la cual se deposita sobre la superficie de un sustrato, utilizando una celda electrolítica.

El sistema (Figura 4) consiste en hacer circular agua con temperatura determinada, proveniente de un contenedor, el cual tiene un circulador de temperatura controlada. El agua fluye a través de un tubo de látex de la celda electrolítica, elaborada con vidrio pyrex de doble fondo, el cual ayuda al sistema a mantener la temperatura requerida para el electrodeposición de níquel. Para llevar a cabo el recubrimiento se conecta a la corriente eléctrica en el ánodo y el cátodo.

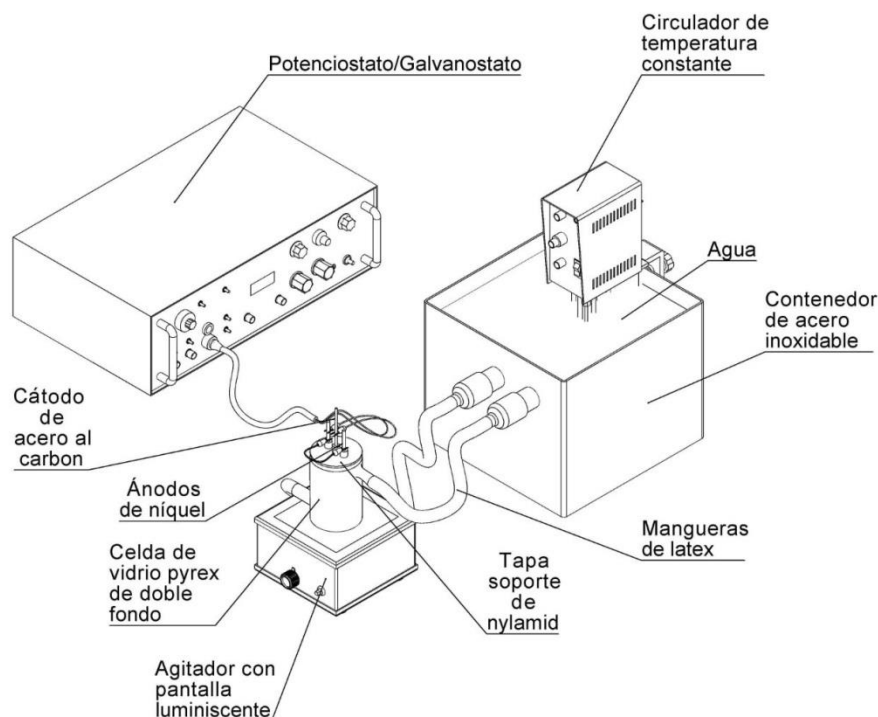


Figura 4. Esquema del sistema electrolítico.

Las condiciones de operación del sistema electrolítico se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Condiciones de operación.

Parámetro	Valor
Temperatura	60°C
Densidad de corriente	3 A/dm ²
Tiempo de depósito	3,600 s
pH	5
Agitación	80 rpm
Tipo de ánodo	Níquel 99.99% de pureza
Sustrato (Cátodo)	Acero al carbono

6.1.1. Celda electrolítica.

Dentro de la celda de vidrio pyrex (Figura 5) se localiza el electrolito con iones libres, el cual sirve como medio de transporte de los iones negativos (aniones) e iones positivos (cationes).

Se preparó la solución fosfatante con las cantidades de cada uno de los componentes (Tabla 3) ayuda de una balanza analítica marca OHAUS con precisión de 0.0001, se pesaron las cantidades y fueron disueltas con agua desionizada.

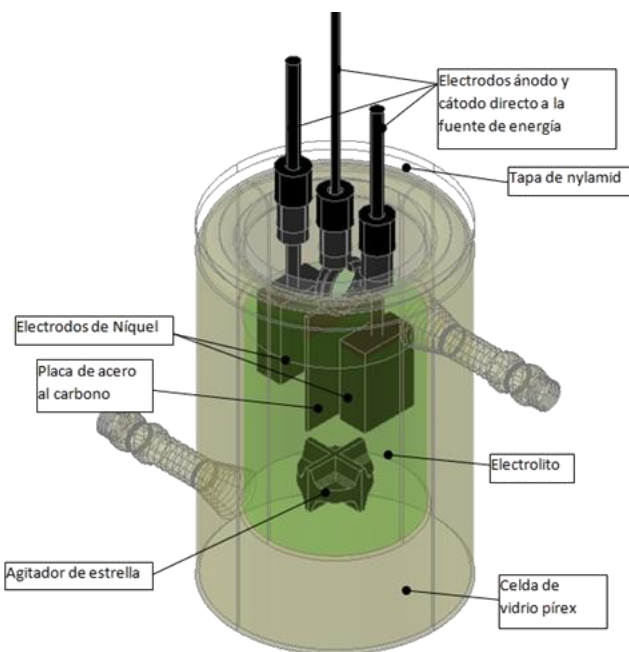


Figura 5. Celda electrolítica de vidrio pyrex de doble fondo.

Tabla 3. Componentes para el baño de Watts

Componente	Cantidad (g/l)
Sulfato de níquel ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	330
Cloruro de níquel ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	45
Ácido Bórico (H_3BO_3)	37

6.2. Sistema de la técnica de inmersión en caliente.

La celda termostatazada utiliza un vaso de vidrio pyrex, con capacidad de 600 mL, en el cual se depositan 500 mL de solución fosfatante (Tabla 4). El vaso de vidrio está unido a un contenedor mediante tubo de látex. En dicho contenedor se adapta un dispositivo de inmersión analógico, cuya función es calentar el fluido (aceite) a una temperatura constante de 90°C (Figura 6).

Se preparó la solución fosfatante con las cantidades de cada uno de los componentes las cuales fueron pesadas con ayuda de una balanza analítica marca OHAUS con precisión de 0.0001, se pesaron las cantidades y fueron disueltas con agua desionizada, posteriormente se fueron disolviendo éstas con el ácido fosfórico a razón de 5 ml/min (este proceso desprende CO_2) hasta que quedó una solución pastosa para posteriormente, agregar en cantidades pequeñas el agua

desionizada hasta tratar de formar una solución homogénea, evitando se forme sustancia coloide¹, finalmente fue aforada a 1000 ml.

Tabla 4. Componentes para el fosfatado de zinc (primario)

Componente	Cantidad (g/l)
Ácido fosfórico (H ₃ PO ₄)	28 ²
Carbonato de Manganeso (MnCO ₃)	12
Carbonato de zinc (ZnCO ₃)	3
Nitroguanidina (CH ₄ N ₄ O ₂)	0.8
Acetato de sodio (NaC ₂ H ₃ O ₂)	0.16

Posteriormente, el fluido es impulsado del contenedor a través de las mangueras, iniciando en la parte inferior del vaso de vidrio y terminando en su parte superior, para regresar al contenedor nuevamente. La celda tiene en la parte superior una tapa de nylamid con una perforación céntrica, en la cual se coloca un soporte para sujetar las probetas de acero al carbono, con el fin de que tengan contacto constante con la solución fosfatante. El periodo de fosfatación es de 30 minutos con agitación constante, a una velocidad de 500 rpm.

El proceso de fosfatado (o fosfatación), a diferencia del proceso electrolítico no utiliza una densidad de corriente (A/dm²) eléctrica externa. La fosfatación es una técnica de inmersión en caliente, que genera una película relativamente inerte y porosa, la cual suministra mayor adherencia a los recubrimientos posteriores.

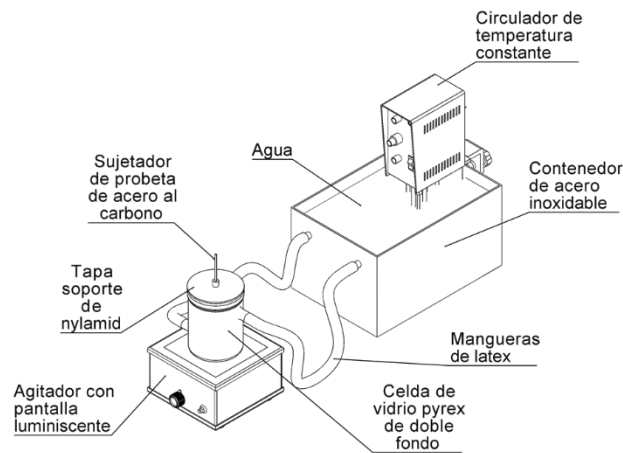


Figura 6. Sistema para realizar el fosfatado mediante la técnica de inmersión en caliente.

¹ Se llaman sustancias coloides, soluciones coloidales o simplemente coloides, a las pequeñas partículas que se esparcen por otra sustancia llamada dispersor y estas son las responsables de darle color o bien cambiarlo. Etimológica este término viene del griego “kolas” que significa “pegar o pegarse” ya que así es como se comportan estas sustancias, se “pegan” a la sustancia de dispersión y al ser tan pequeñas es muy difícil que podamos separarlas o aislarlas, únicamente utilizando procedimientos químicos como, el reposo de una solución o la coagulación.

² $\rho = m/v$

Ácido Fosfórico

$\rho = 1.88 \text{ gr/cm}^3$, $m = 28 \text{ gr}$

Volumen

$v = m/\rho = 28 \text{ gr} / 1.88 \text{ gr/cm}^3 = 14.8936 \text{ cm}^3 = 14.8936 \text{ ml}$

Tabla 5. Condiciones de operación del sistema inerte.

Parámetro	Valor
Temperatura	10-90°C
Tiempo de depósito	1,800 s
pH (por el ácido fosfórico)	2.12
Agitación	500 rpm
Sustrato	Acero al carbono

6.3. Proceso de recubrimiento mediante un sistema móvil.

Los recubrimientos se llevan a cabo en laboratorios, pero llevarlos a cabo fuera de ellos es muy complicado; ya que se requeriría desinstalar el dispositivo y transportar los materiales al lugar donde se encuentren los materiales a recubrir. En este trabajo, se diseñó y elaboró un prototipo móvil (patentado en el Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial, IMPI³).

En la Figura 7, se muestran los componentes del sistema móvil utilizado (el cual consta de dos partes que son la estructura y el dispositivo móvil), en la aplicación de los recubrimientos metálicos de níquel y fosfatado. Las operaciones de calentamiento de la solución se realizan a un metro de altura, por encima del ánodo (en caso del recubrimiento de níquel) y del dispositivo móvil (en caso del fosfatado de zinc). El calentamiento del fluido (aceite para el fosfatado y agua para el niquelado), se lleva a cabo por medio de un baño circulador. El fluido mantiene la temperatura de la solución para el depósito sobre el acero al carbono.

Cuando se ha alcanzado la temperatura deseada, la solución fluye por gravedad por un ducto flexible aislado térmicamente, lo cual evita la pérdida de calor hacia el cuerpo del ánodo o dispositivo móvil, el cual recibe la solución y la dispersa con ayuda de bolas de cerámica (Figura 8) que se encuentran dentro de la cámara del dispositivo depositándola finalmente en cualquier dirección donde se encuentre el sustrato metálico en forma plana o con curvatura, La solución sobrante es recogida y enviada a un recipiente que puede o no estar inmerso en un baño termostatzado opcional. Finalmente, mediante una bomba la solución recubridora es enviada de regreso al baño termostatzado a través de un ducto aislado térmicamente.

³ Vite Torres J. Dispositivo móvil termostatzado para recubrir con fosfato de cromo al aluminio. Patente Mexicana No. 245904, junio 2007.

Vite Torres J. Dispositivo móvil termostatzado para recubrir una aleación fosfatada de Zn-Mn acero al Carbono. Patente Mexicana, No. 268538, julio 2009.

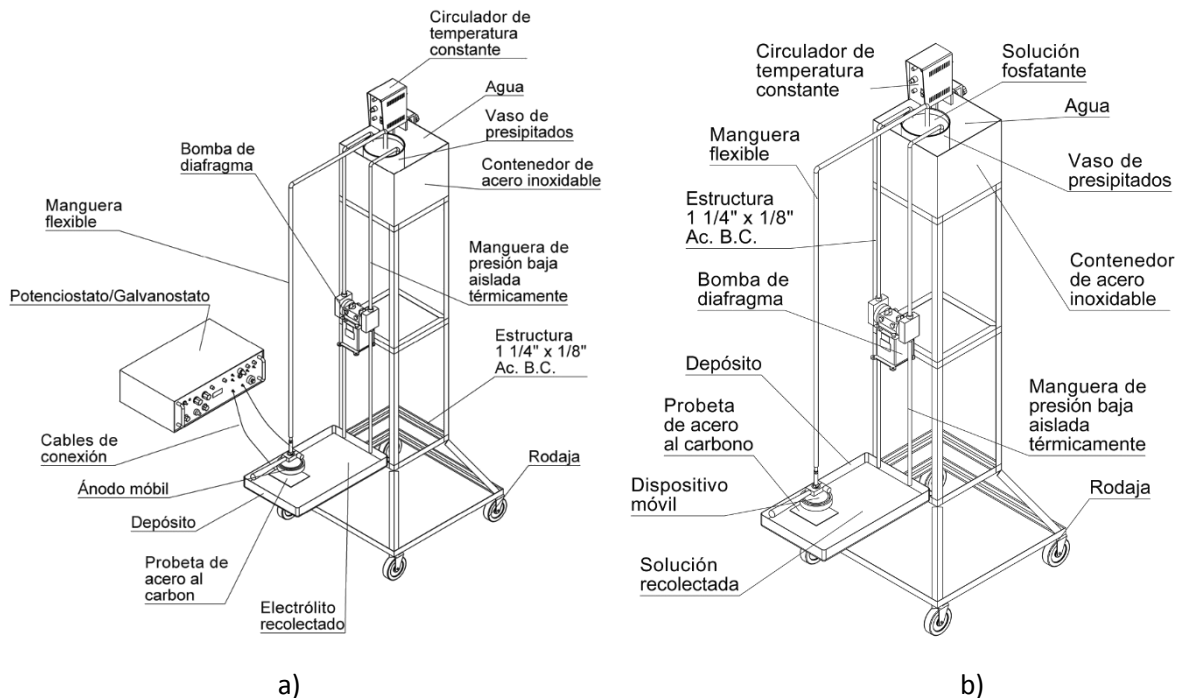


Figura 7. Sistema móvil para recubrimiento a) metálico, y b) fosfatado en caliente.

En la Figura 8 se muestra el diagrama del dispositivo móvil empleado, el cual consiste en un cuerpo principal de forma semiesférica, que forma una cámara interior construida con nylon. El dispositivo tiene tuercas hexagonales (de nylamid en el caso de fosfatado y metálicas en caso del níquelado) que unen el dispositivo con el ducto flexible (aislado térmicamente), que lleva la solución recubridora. En la parte superior del cuerpo principal del dispositivo, se encuentra un conector (de nylamid en el caso de fosfatado y metálico en el caso del níquelado) que lleva la solución recubridora desde la salida del ducto hasta el cuerpo del dispositivo; este conector tiene una salida inferior perforada de forma esférica (de nylamid en el caso de fosfatado y de titanio en el caso del níquelado), que permite dispersar la solución sobre la superficie a tratar.

En el interior de la cámara se encuentran unas esferas de material cerámico, que están colocadas encima de una placa circular perforada. Para el níquelado se utilizan ojuelas de níquel que ayudan a distribuir la solución dentro del cuerpo del dispositivo, de modo que pueda ser esparcida a lo largo de toda la placa circular perforada (de nylamid en el caso de fosfatado y de titanio en el caso del níquelado). Alrededor de la placa circular perforada, se encuentra una tuerca circular, que permite acceder al interior de la cámara del dispositivo en caso de que se requiera limpieza.

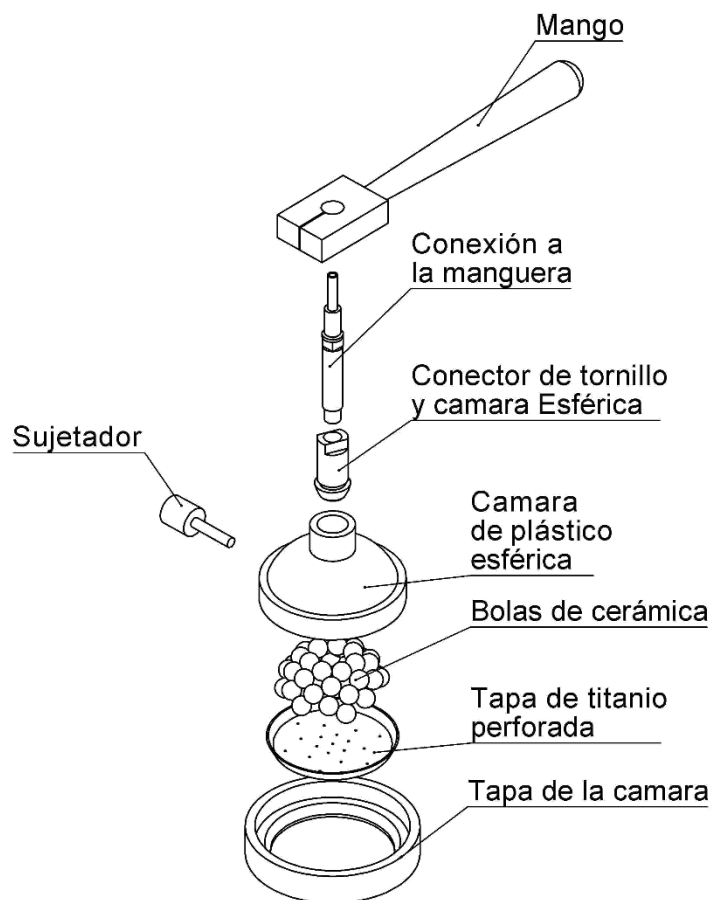


Figura 8. Esquema del dispositivo móvil (la misma para el ánodo móvil).

6.4. Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).

La microscopia electrónica de barrido (MEB) produce imágenes de alta resolución de la superficie de materiales, mediante el uso de un haz de electrones. Esta microscopia posee gran profundidad de campo, lo que permite examinar con gran amplificación las características de las muestras; las cuales son recubiertas con una capa de carbono o una capa delgada de un metal, como el oro, para darle carácter conductor. Posteriormente, se hace un barrido de la superficie con electrones acelerados. Un detector mide la cantidad e intensidad de los electrones que devuelve la muestra, para formar imágenes digitales tridimensionales.

Para la caracterización de los recubrimientos se utilizó un microscopio electrónico de barrido JEOL modelo JSM-6610LV (Figura 9), operado en modalidad de alto vacío con un voltaje de aceleración de 20 kV y con señal de electrones retro-dispersados.

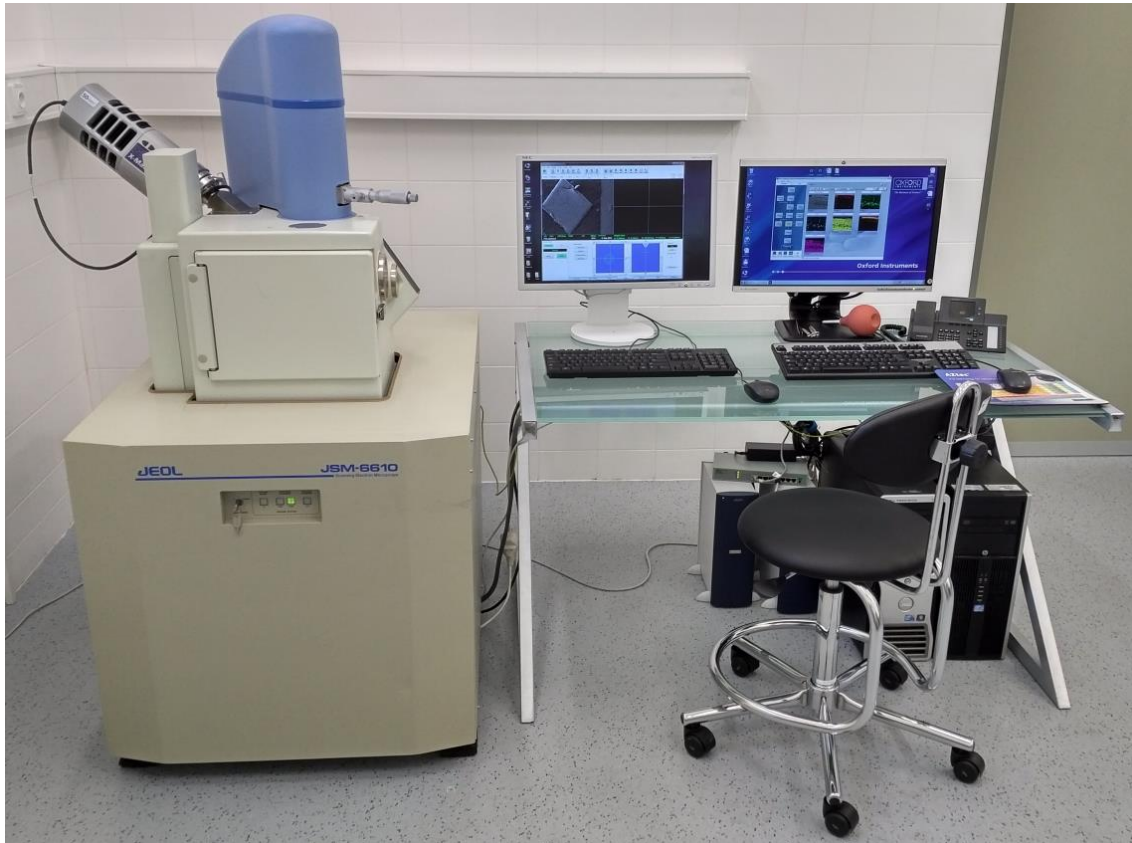


Figura 9. Microscopio electrónico de barrido.

6.5. Difractómetro de rayos X (DRX).

El difractómetro es un instrumento utilizado para medir la difracción de rayos x sobre una muestra de material, provocada por un haz de radiación incidente. Los difractómetros cuentan con monocromadores, goniómetros (para la orientación de la muestra respecto al haz incidente) y detectores digitales. La radiación incidente tiene una longitud de onda del orden de 10^{-10} m (1\AA), equivalente a la distancia interatómica en los sólidos.

Para la caracterización de la cristalografía se utilizó un difractómetro Bruker D8 discover (Figura 10), usando la técnica Bragg-Brentano con ángulo inicial de 5° hasta 85° ángulo final con un paso de 0.35° en un tiempo total de 30 min, a 35 kV y 25 mA. Dimensiones de las probetas de 1.5 x 1.5 mm Calibre 22, Se utilizó un detector tipo LynxEye, Slit fijo grid 2.5°, Filtro grid de 2.5°, Ánodo de cobre tubo de rayos x de Cu con longitud de onda $\lambda=1.54060 \text{\AA}$.



Figura 10. Difractómetro.

6.6. Tribómetro perno sobre disco.

Un tribómetro es un instrumento que mide propiedades tribológicas, como el coeficiente de fricción, la fuerza de fricción y volumen de desgaste entre dos superficies en contacto (Figura 11). Un tribómetro perno sobre disco consiste de un perno estacionario sometido a una carga aplicada, que está en contacto con un disco giratorio. El pasador puede tener cualquier forma para simular un contacto específico, pero a menudo se utilizan puntas esféricas para simplificar la geometría

del contacto. El coeficiente de fricción se determina por la relación entre la fuerza de rozamiento y la fuerza de carga sobre el pasador.

Para la caracterización de las pruebas de desgaste se utilizó un Tribómetro T-001, con características de operación de, carga de 1N, con velocidad de ensayo de 200 rpm, en un tiempo de 5 minutos y con un diámetro de recorrido de 13 mm usando como perno una bola de acero s440 de 3mm de diámetro, dimensiones de las probetas lamina calibre 22 de 25 x 25 mm.

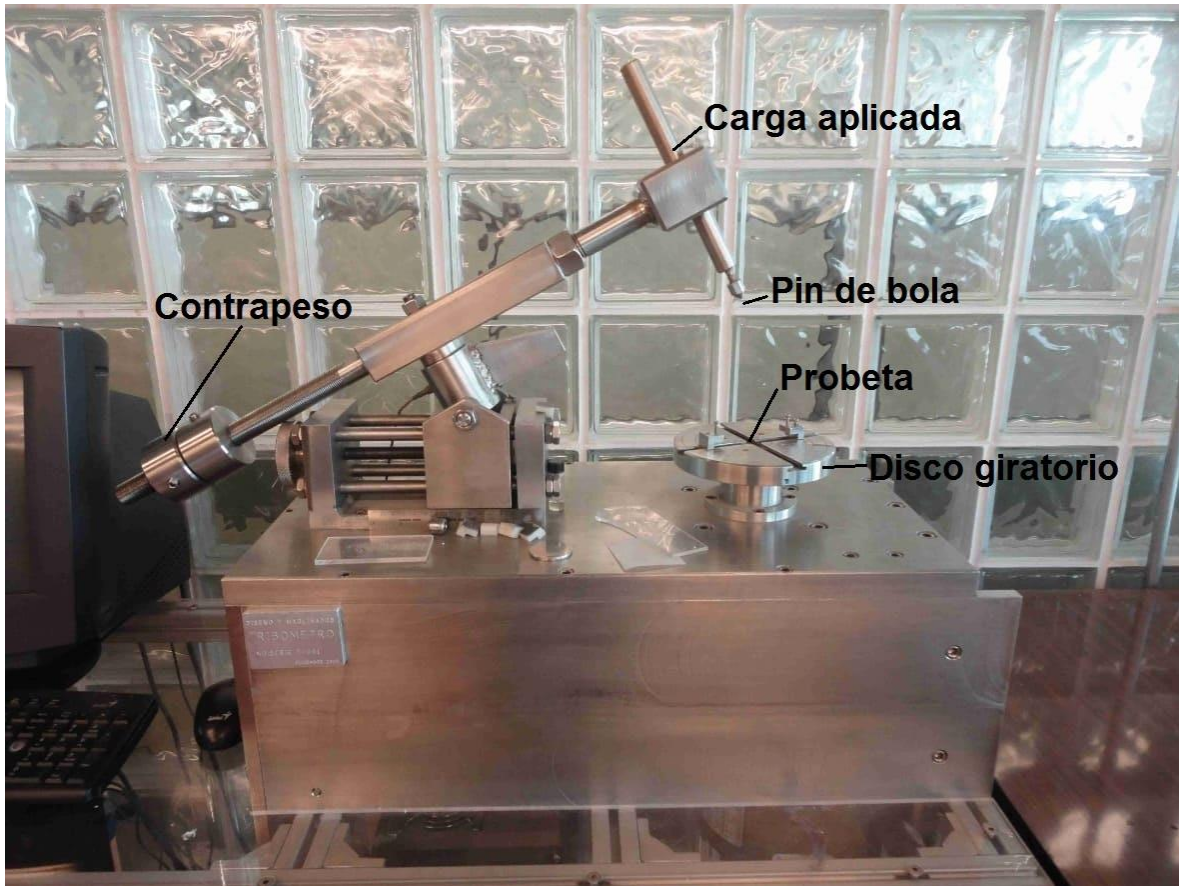


Figura 11. Tribómetro de configuración perno sobre disco.

6.7. Microdurómetro.

Un durómetro es un aparato que mide la dureza de los materiales, la cual se realiza mediante varios procedimientos. En el caso de la prueba vickers, se aplica una fuerza sobre un penetrador, que produce una huella sobre el material. El grado de dureza depende de la profundidad y del tamaño de la huella. Se realizan diversas combinaciones de cargas y penetradores, en función de la muestra a ensayar.

Para la caracterización de la dureza de los recubrimientos se utilizó un microdurometro Shimadzu (Figura 12), aplicando cargas de 100, 200, y 300 gf, dimensiones de las probetas lamina calibre 22 de 25 x 25 mm.



Figura 12. Microdurómetro.

6.8. Equipo de adherencia.

La prueba de adherencia permite conocer el valor de la fuerza entre el revestimiento y la superficie del material, o en capas de revestimiento, así como la fuerza de cohesión de algunos sustratos.

En la prueba se fija la sufridera con un adhesivo sobre la muestra se deja secar y se aplica una fuerza ascendente girando el disco superior, cuando la fuerza es suficiente para separar la sufridera de la superficie, un indicador muestra el valor numérico de la adherencia, es decir la cantidad de fuerza necesaria para despegar la sufridera.

Para la caracterización de las pruebas de adhesión se utilizó un equipo portátil de pruebas de adherencia Elcometer 106 (Figura 13), utilizando como adhesivo DF-ADH-Adhesivo Epoxico

EP11HT, cantidad de fuerza máxima: 0 - 20 MPa. dimensiones de las probetas lamina calibre 22 de 100 x 100 mm.



Figura 13. Equipo de adherencia.

6.9. Perfilómetro.

El perfilómetro utiliza ondas para medir la rugosidad de la superficie de un material; consiste de un palpador de diamante, el cual se desplaza sobre el material, detectando crestas y valles de su superficie. El equipo sigue reglas de normalización para la determinación de los parámetros Ra y Rz. Cuenta con un sistema de seis etapas. La primera la emplea para la toma de referencias y la corrección de curvaturas, mientras que las cinco restantes las utiliza para realizar las medidas.

Características: Longitud de escaneo de 55 mm, Alcance del sensor Z hasta 1.2 mm, Etapa de posicionamiento de muestra motorizada de 200 mm (movimiento de 150 mm x 178 mm), Control de fuerza 0.03mg - 10mg

Para la caracterización de rugosidad se utilizó un Perfilómetro KLA Tencor D-120 (Figura 14). Con probetas de lámina calibre 22 y dimensiones de 50 x 50 mm.



Figura 14. Perfilómetro.

6.10. Equipo electroquímico.

Las pruebas electroquímicas se realizaron con un equipo ACM Instruments Gill AC serial number 654 conectado a una celda electrolítica de vidrio, con una configuración de tres electrodos, los cuales están sumergidos en una solución de ácido fosfórico

(H_3PO_4), a una concentración del 70% con un pH de 1.5. a temperatura ambiente. Se utiliza un alambre de Platino (Pt) grafito como electrodo auxiliar (EA), un electrodo de calomel⁴ saturado (ECS) como electrodo de referencia (ER) y electrodos de trabajo (ET), todo este equipo es adaptado a una computadora para obtener sus gráficas Cíclicas y Tafel (Figura 15). Las dimensiones de los electrodos de trabajo fue de lámina calibre 22 y de 50 x 50 mm.

⁴ El electrodo de calomelanos o electrodo saturado de calomelanos (SCE por sus siglas en inglés) es un electrodo de referencia basado en la reacción entre mercurio y cloruro de mercurio. La fase acuosa en contacto con el mercurio y el cloruro de mercurio, (Hg_2Cl_2 , "calomelano"), es una disolución saturada de cloruro de potasio en agua.

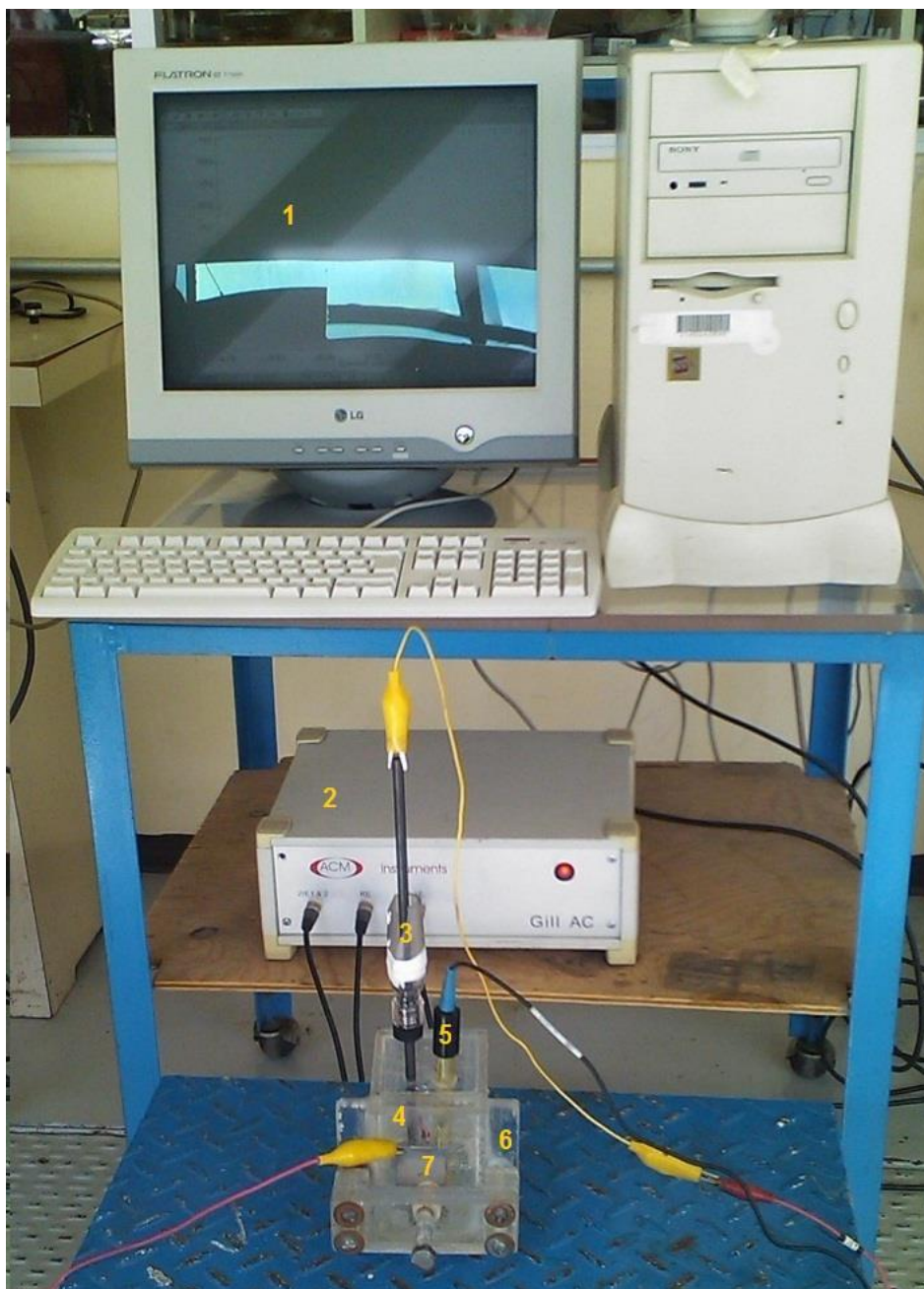


Figura 15. Equipo electroquímico, 1. Computadora, 2. Potenciostato/Galvanostato, 3. Electrodo auxiliar de Grafito, 4. Solución electrolítica, 5. Electrodo de referencia ECS, 6. Celda electroquímica, 7. Electrodo de trabajo.

7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

7.1. Celda electrolítica.

Se controlaron los parámetros de la celda electrolítica (Tabla 2) sumergiendo las placas por un tiempo de 60 minutos el cual fue el tiempo necesario para obtener un recubrimiento homogéneo, sin poros y adherente en toda la superficie, metálica del sustrato.

Tabla 6. Pesos obtenidos por el método de inmersión en electrólito de níquel. T = 60°C, I = 3 A/dm², t = 3600 s, pH=5, Agitación=80 rpm

Numero de muestra	Peso inicial (g)	Peso final (g)	Ganancia de peso (g)
1	17.91	18.09	0.18
2	18.33	18.51	0.18
3	18.66	18.84	0.18
4	18.94	19.13	0.18
5	18.46	18.64	0.18

En la Tabla 6 se observa que se ganó peso con los recubrimientos de aproximadamente 0.18 gr. Con respecto al peso inicial en un área de 30 x 30 mm el recubrimiento fue en ambos lados de la placa.

Si teníamos alguna variación de los parámetros (Temperatura, Corriente o agitación) el recubrimiento no se tenían buenos resultados ya que presentaba un desprendimiento de la capa formada o se formaban pequeñas porosidades en la superficie metálica.

7.2. Celda termostatzada para la técnica de inmersión en caliente.

En la Tabla 7 se muestra el aumento del peso de las placas con dimensiones de 30 x 30 mm, recubiertas a diferentes temperaturas utilizando la celda termostatzada con solución fosfatante de zinc.

Con temperaturas de 13, 20, 30... 80 en los depósitos se observó que las capas superficiales de fosfatos fueron aumentando el peso de la placa debido al área recubierta ya que esta presentaba partes sin material fosfatante como se verá más adelante en las (Figuras 17-20), a temperatura de 90° C, la solución entro a un proceso de ebullición lo cual ya no permitió realizar el recubrimiento en toda superficie ya que las burbujas impiden que continúe el procesos de formación de cristales, por tal motivo el metal comienza a corroerse.

Tabla 7. Pesos obtenidos por el método de inmersión en fosfato de zinc.T=1800 s, pH=2.12, Agitación=500rpm

Número de muestra	Temperatura °C	Peso inicial (g)	Peso final (g)	Ganancia de peso (g)
1	13 (amb)	37.10	37.18	0.08
2	20	36.54	36.60	0.05
3	30	35.76	35.83	0.07
4	40	37.07	37.16	0.09
5	50	37.12	37.24	0.11
6	60	36.46	36.58	0.11
7	70	33.84	33.95	0.12
8	80	35.46	35.63	0.17
9	90	36.42	36.58	0.17

7.3. Sistema móvil con fuente de poder.

En el sistema móvil se conectó una fuente de poder para realizar el baño de watts, se utilizaron pedazos de níquel dentro de la cámara la cual ayuda a esparcir la solución dentro de la cámara y a la vez a que no se pierda la concentración de níquel en la solución.

En la Tabla 8 se observa que aumento el peso en poca cantidad, por lo que el recubrimiento puede ser muy delgado ya que el área expuesta fue de 60 x 90 mm.

En la muestra 6 se observa que la muestra bajo de peso por la oxidación que tuvo el material al estar expuesto a una temperatura alta.

Tabla 8. Ganancia de peso utilizando el sistema móvil conectado a una fuente de poder. $T=60^{\circ}$, $I=3 \text{ A/dm}^2$, $T=3600$, $\text{pH}=5$

Numero de muestra	Peso inicial (g)	Peso final (g)	Ganancia (g)
1	51.65	51.66	0.0045
2	36.27	36.35	0.0792
3	50.94	50.99	0.0503
4	50.62	50.66	0.0444
5	52.78	52.83	0.0483
6	51.75	51.52	-0.2301

7.4. Sistema móvil sin fuente de poder.

El sistema móvil fue operado sin fuente de poder, solo se utilizó la solución con diferentes temperaturas En la Tabla 9 se aprecia que los recubrimientos a temperaturas menores de 40°C se tienen comportamiento diferente ya que antes de recubrir el área esta sufre un deterioro por oxidación y formación de herrumbre y a temperaturas mayores el comportamiento es similar.

Tabla 9. Ganancia de peso sin fuente de poder en fosfatados. $T=1800 \text{ s}$, $\text{pH}=2.12$

Numero de muestra	Temperatura	Pesos inicial	Pesos final	Ganancia	Resultado
1	13	51.65	51.66	0.0045	Óxido
2	15	36.27	36.35	0.0792	
3	30	50.94	50.99	0.0503	
4	40	50.62	50.66	0.0444	Recubrimiento
5	45	52.78	52.83	0.0483	Óxido y herrumbre

7.5. Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).

Se utilizó la técnica MEB para obtener imágenes de alta resolución de los recubrimientos obtenidos y saber con certeza que el recubrimiento se encuentra en toda el área expuesta analizando también el espesor del recubrimiento y un análisis espectrográfico de la composición química del recubrimiento.

7.5.1. Celda electrolítica.

Análisis de microscopía electrónica de barrido (MEB) en recubrimientos de níquel utilizado una celda electrolítica.

La fotomicrografía muestra que la placa recubierta de níquel (Baño de watts) por el método de deposición en una celda electrolítica está totalmente cubierta por níquel en forma de granos acomodados en toda la superficie metálica. Como se puede observar toda la superficie expuesta a 1800 s, quedo totalmente cubierta Figura 16.

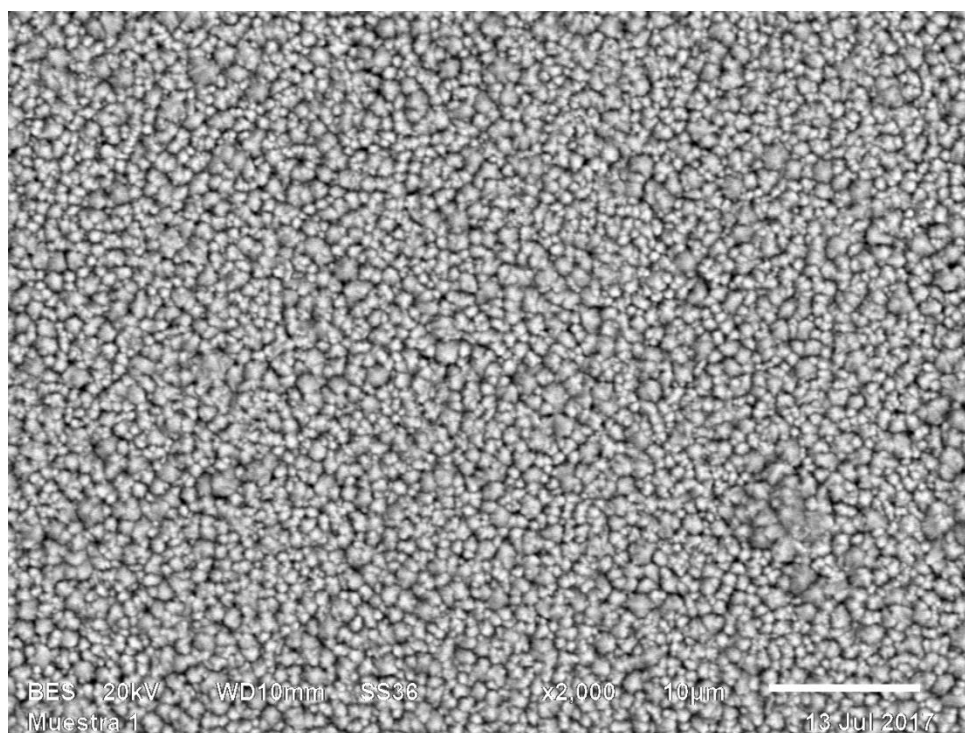


Figura 16. Electrodepósito, utilizando el Baño de Watts a 60 °C, por inmersión x2000.

7.5.2. Celda termostatazada.

Los análisis de microscopía electrónica de barrido se efectuaron a los depósitos de fosfatado en acero al carbono utilizando la celda electrolítica con diferentes temperaturas, para obtener la composición química y morfológica en la superficie del acero al carbono obtenido las siguientes microfotografías a x200, los cuales muestran un recubrimiento en forma de placas que van cubriendo toda la superficie metálica conforme va aumentando la temperatura de la solución química, como se puede apreciar en las figuras 17-21.

En la Figura 17 observamos el análisis superficial de la muestra con temperatura ambiente de 13°C, la cual nos muestra que no hay recubrimiento en toda la superficie metálica.

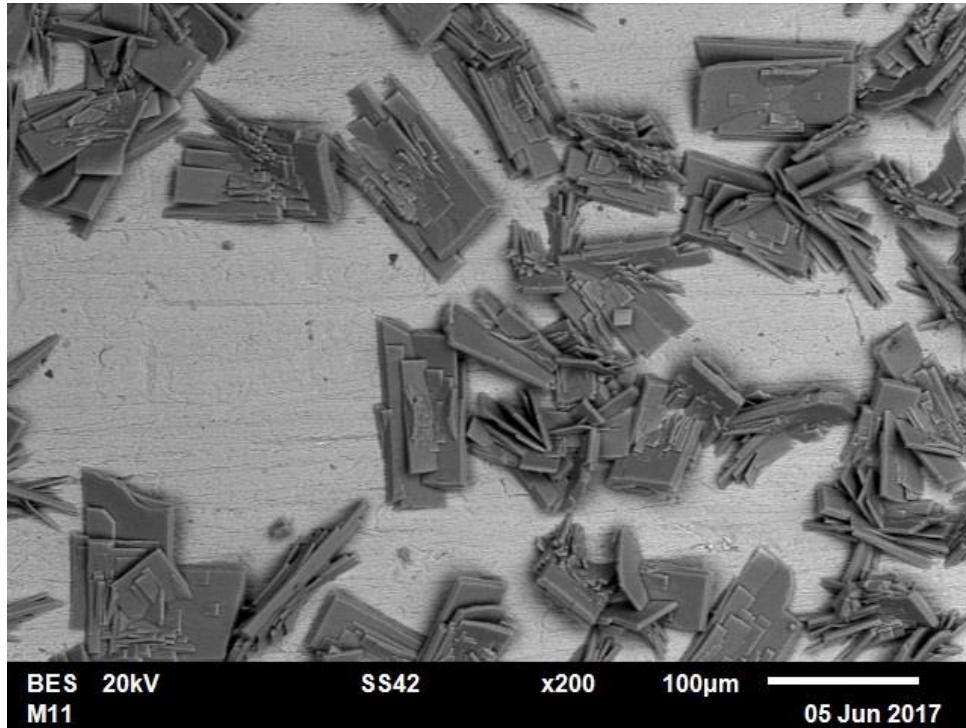


Figura 17. Fosfatado con la celda termostatzada a 13°C.

Se obtuvo un recubrimiento heterogéneo e irregular sobre la superficie metálica del sustrato debido a la baja temperatura de la solución fosfatante, observándose mayor área descubierta de Fe como lo muestra la Figura 18.

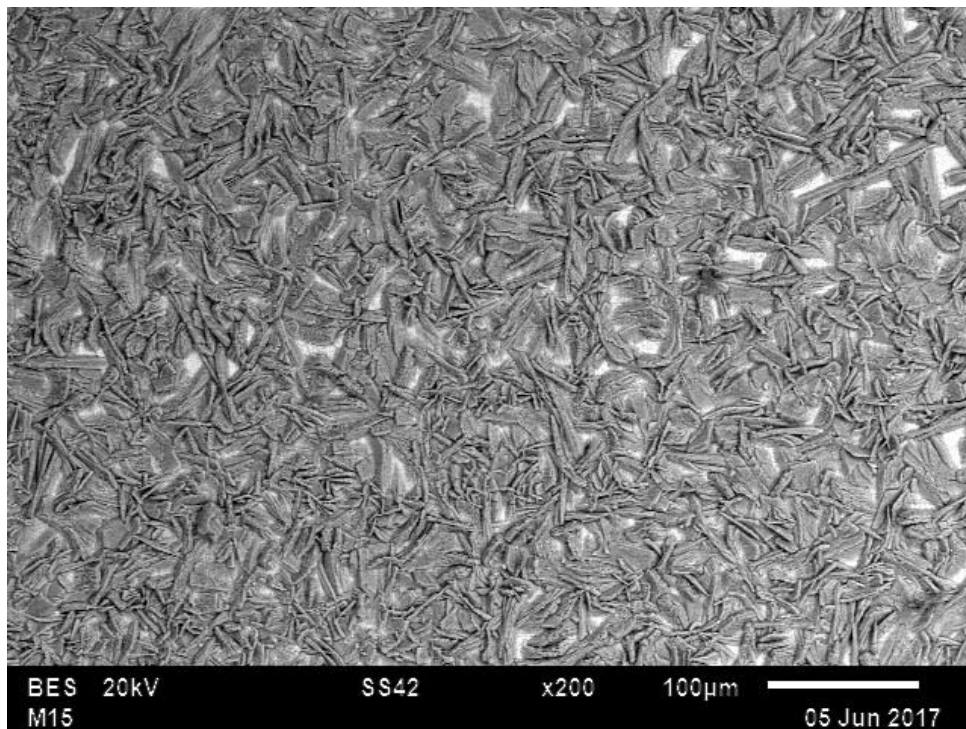


Figura 18. Fosfatado con la celda termostatzada a 20°C.

En la Figura 19 se obtuvo un recubrimiento más homogéneo que la Figura 18, sobre la superficie metálica del sustrato debido a la baja temperatura de la solución, observándose mayor área cubierta de fosfato.

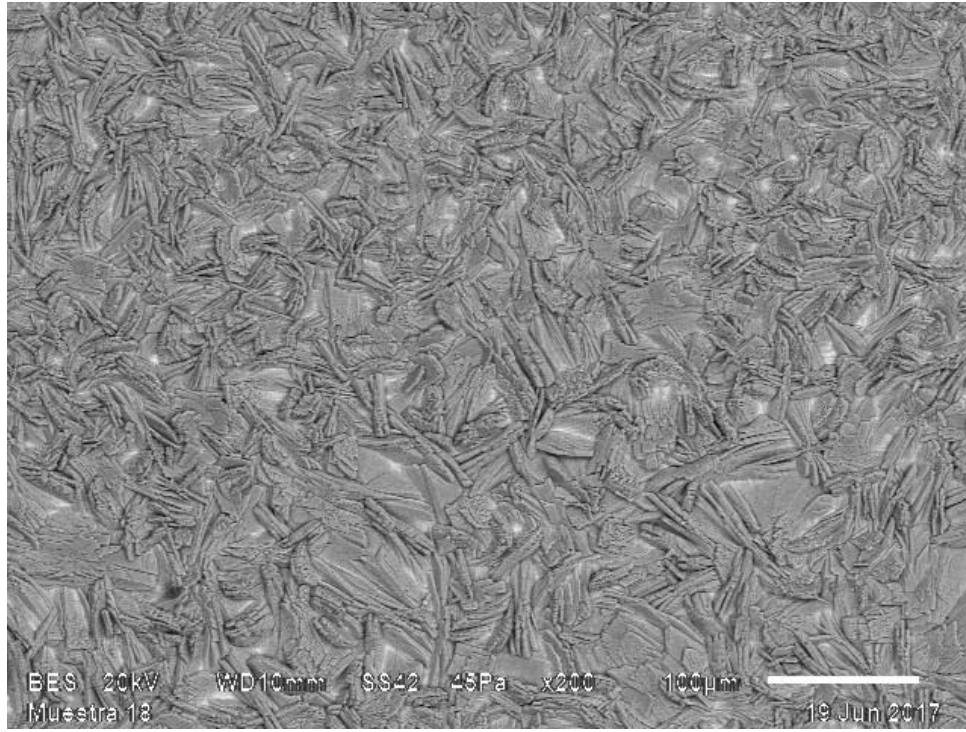


Figura 19. Fosfatado con la celda termostalizada a 30°C, x2000.

En la Figura 20 se observan características similares que en la Figura 19, aquí se aprecia la forma de placas que cubren casi toda la superficie expuesta.

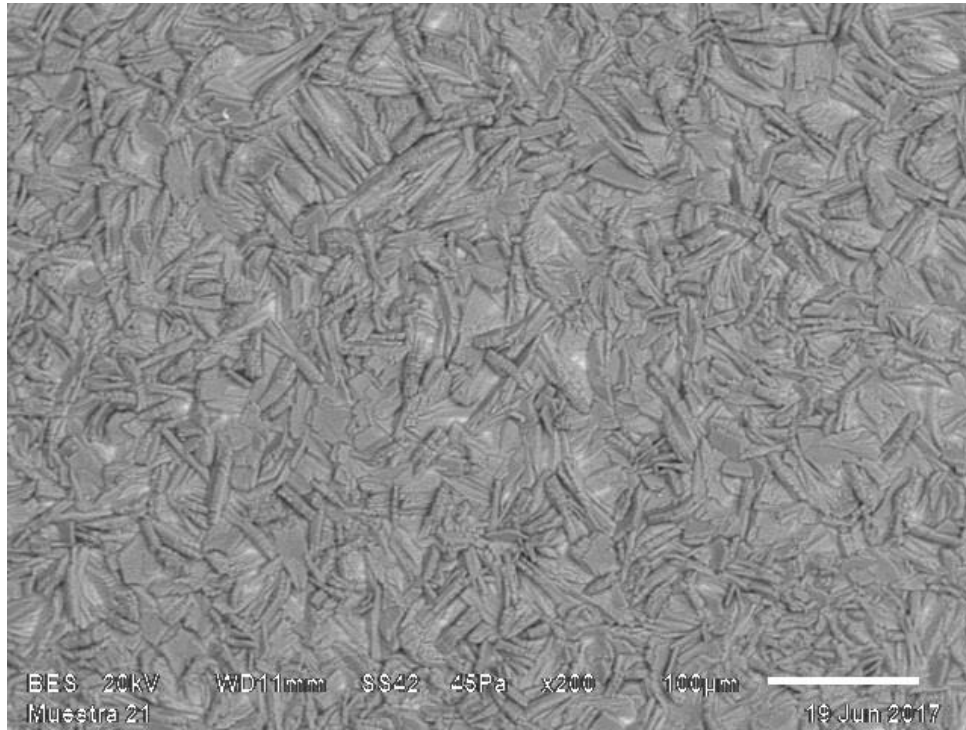


Figura 20. Fosfatado con la celda termostatzada a 40°C.

En la Figura 21 se puede observar que el recubrimiento primario está en toda la superficie del sustrato.

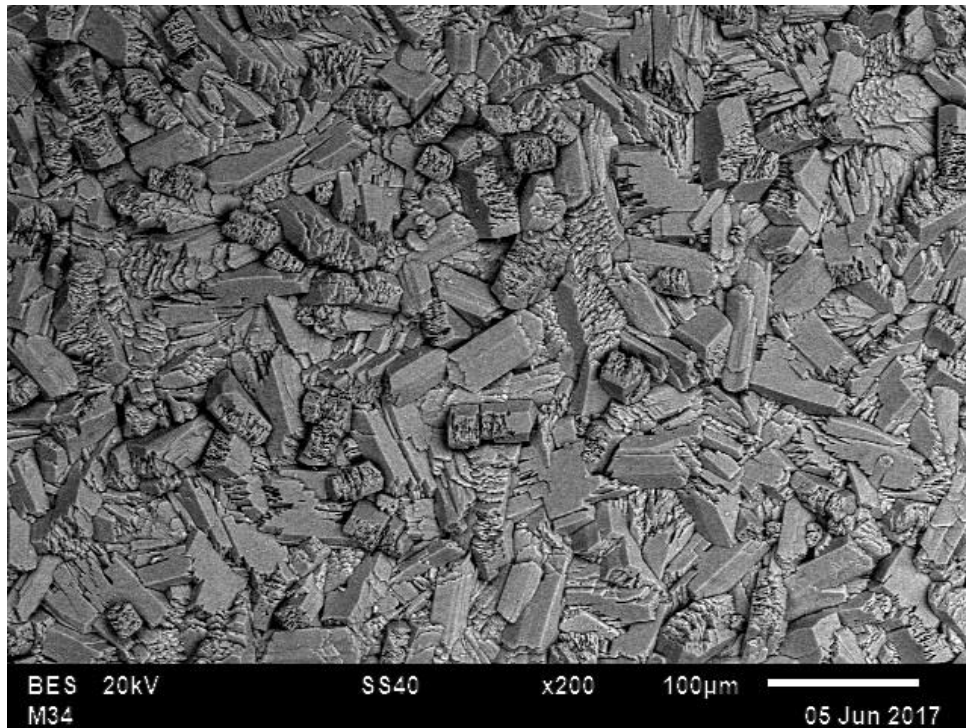


Figura 21. Fosfatado con la celda termostatzada a 80°C.

Como podemos ver en las Figuras 17, 18, 19 el contenido del recubrimiento de fosfatado aumento con respecto a la temperatura, la superficie del sustrato fue recubriéndose cada vez más hasta llegar a quedar completamente cubierta, al aumentar la temperatura a 90°C, la solución comienza un proceso de ebullición evitando que los cristales sean formados en la superficie del metal, lo cual ocasiona corrosión metálica superficial.

El espesor de capa del fosfatado a 80°C, fue de hasta 77 μm , como se muestra en la Figura 22.

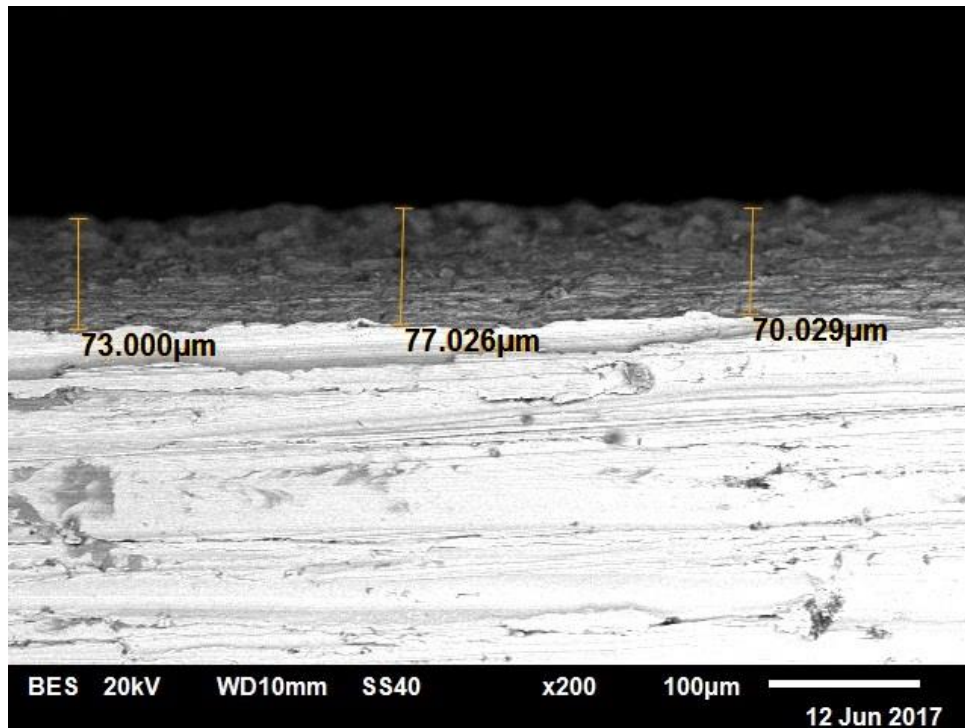


Figura 22. Espesor de capa fosfatado con la celda termostaticada a 80°C x200.

7.5.3. Sistema móvil con fuente de poder.

Después de que se adaptó una fuente de poder al sistema móvil para realizar el fosfatado superficial se observa que el recubrimiento metálico es mucho muy delgado (Figura 23) ya que se puede apreciar el acabado superficial de la muestra metálica.

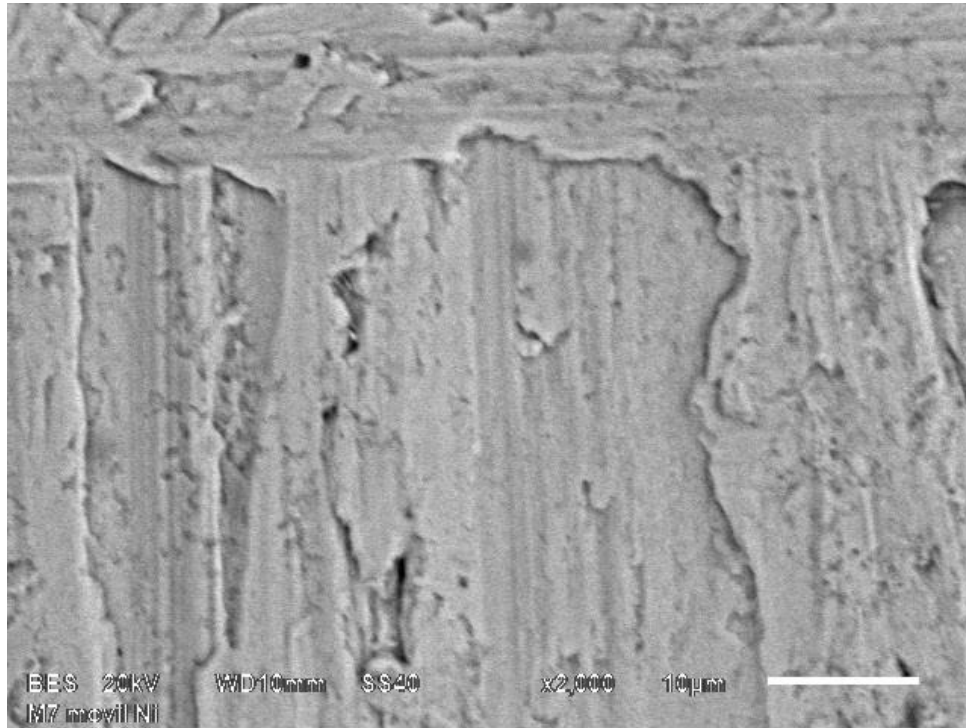


Figura 23. Baño de Watts a 60°C y 1800 s de exposición al rociado x2000.

7.5.4. Sistema móvil sin fuente de poder.

Se realizaron recubrimientos solo a temperaturas de 40°C, ya que es la temperatura ideal donde se observó que el recubrimiento cubre completamente toda la superficie expuesta después de 1800 s, en temperatura diferente no se logró un recubrimiento confiable ya que se observó óxido en la superficie.

En la Figura 24 Se observa un recubrimiento en toda la superficie en forma de agujas siendo más fino que el recubrimiento con la celda termostatazada (Figura 21), lográndose un área recubierta a menor temperatura (40°C).

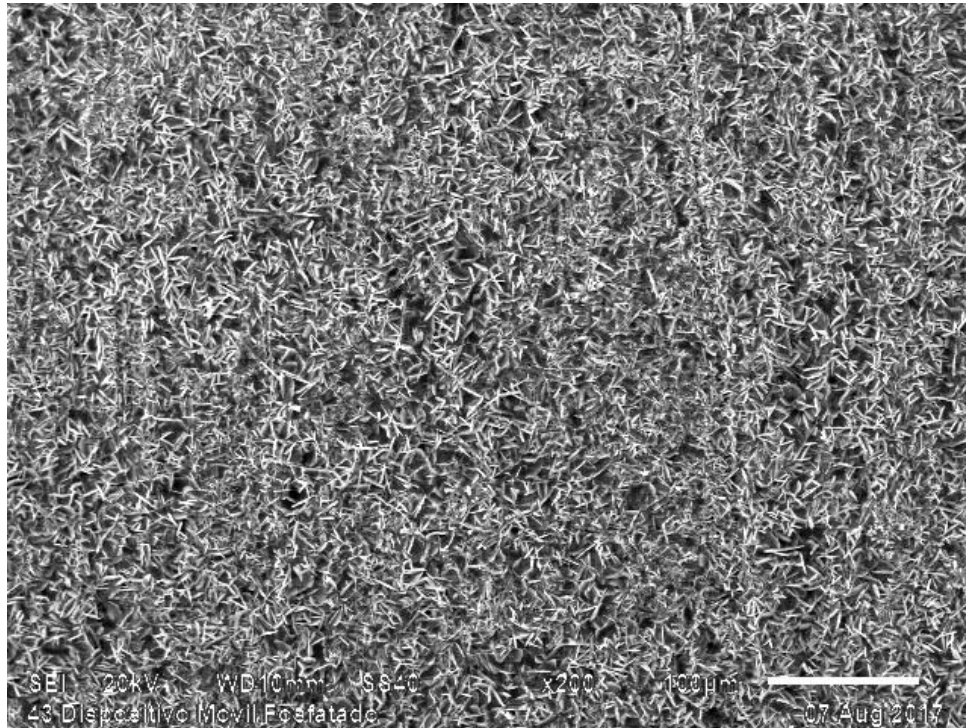


Figura 24. Fosfatado con el dispositivo móvil a 40°C.

El recubrimiento por inmersión mostrado en la Figura 21 indica que con temperatura de 80 grados se logra el recubriendo total en toda la superficie metálica y en la Figura 24 se observa que la temperatura fue menor para lograr el recubrimiento total, por lo que el sistema móvil nos permitió realizar la capa fosfatante a menor temperatura.

7.6. DRX.

Se realizaron los análisis de rayos X a los recubrimientos obtenidos de los diferentes métodos utilizados sobre acero al carbono.

7.6.1. Celda electrolítica.

En el difractograma (Figura 25) se observan los picos característicos de Fe y algunos componentes de esta placa.

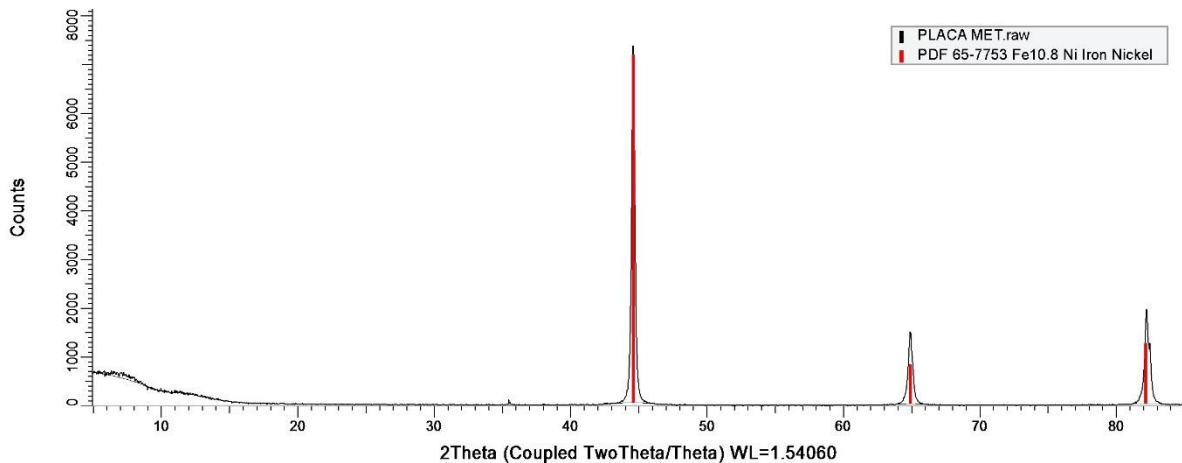


Figura 25. Difractograma sobre acero al carbono (placa base).

En el análisis cristalográfico nos dio un difractograma (Figura 26) encontrando los picos característicos del níquel y hierro níquel, indicando que no hay otro material que se tenga en la capa obtenida por inmersión, los picos del níquel de hierro disminuyeron con respecto a los observados en la placa base así como se incrementa y aparecen picos característicos del níquel.

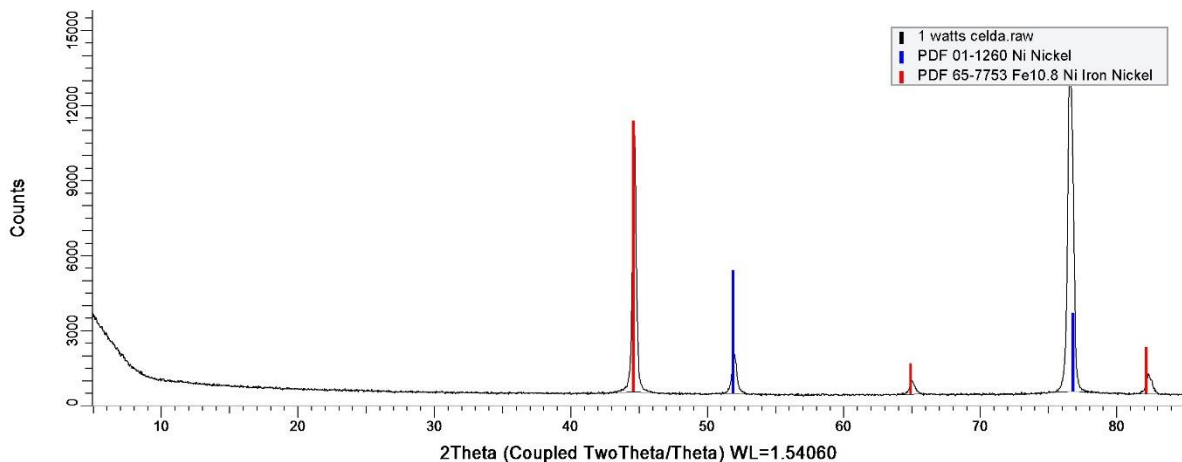


Figura 26. Difractograma del baño de Watts en acero al carbono con la celda electrolítica

7.6.2. Celda termostatazada.

Se realizaron DRX a los recubrimientos obtenidos a 40 y 80 °C, son los recubrimientos que se compararan por los métodos de inmersión y de rociado ya que se tiene una diferencia en la temperatura para lograr el recubrimiento en toda la superficie del metal.

En el difractograma (Figura 27) se observa el pico característico del níquel de hierro el cual nos indica que la capa de fosfato aplicado a 40 grados aún no recubre por completo la superficie metálica, ya que también se tienen los picos característicos del fosfato apareciendo el hopeite y la fosfilita, que son fosfatos de zinc.

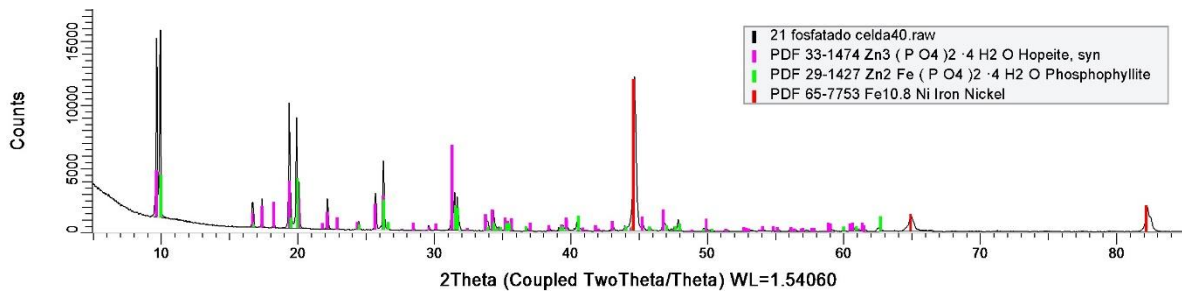


Figura 27. Difractograma del recubrimiento por inmersión de fosfatado de zinc a 40°C

En el difractograma mostrado en la Figura 28, indica que se encontraron picos característicos de fosfato siendo más intensos a una temperatura de aplicación de 80°C y casi desapareciendo los picos del nique hierro que se encuentran en la placa base y manteniendo los fosfatos de zinc como son el hopeite y la fosfilita.

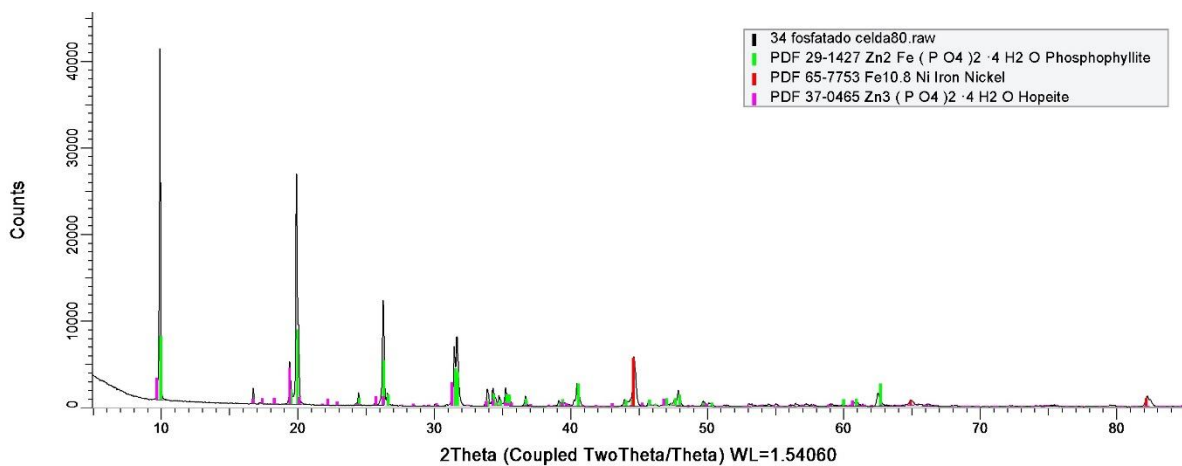


Figura 28. Difractograma del recubrimiento por inmersión de fosfatado de zinc a 80°C

En los difractogramas elaborados a los recubrimientos de fosfatos apareciendo fases características de Hopeite $Zn_3 (PO_4)_2 \cdot 4H_2O$ y phosphophyllite $Zn_2Fe (PO_4)_2 \cdot 4H_2O$ de acuerdo a los mecanismos de formación en acero al carbono, ya que todos los procesos convencionales de fosfatado utilizan una solución de hierro, manganeso o zinc en ácido fosfórico. El ácido fosfórico libre en estas soluciones reacciona con la superficie del hierro de la siguiente manera:

Ataque del ácido fosfórico sobre el acero

Mecanismos de reacción del Ácido fosfórico sobre la superficie de hierro



Se produce un fosfato ferroso o primario soluble y se libera hidrógeno. Ocurre un agotamiento local de ácido fosfórico en la interface metal/solución. Cuando los fosfatos primarios de hierro, zinc o manganeso se disocian en la solución acuosa, toman lugar las siguientes reacciones:

Fase 1: en donde $Me=Zn, Mn$ o Fe



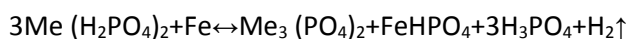
Fase 2



Fase 3



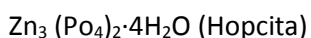
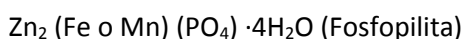
La reacción general es



La neutralización del ácido fosfórico mediante la reacción (1) altera la dirección del equilibrio las ecuaciones (2), (3) y (4) tiene la tendencia de producir fosfatos que se muestran hacia la derecha de las reacciones químicas y provoca la deposición de fosfatos secundarios y de fosfatos terciarios insolubles sobre la superficie del metal.

Como la reacción(1) toma lugar a un cuando la solución fosfatante contenga fosfato de zinc o manganeso con poco o nada de hierro disuelto, se observará que el tratamiento simple o no acelerado produce recubrimientos que siempre contienen fosfato ferroso derivado de las partes de acero que estén siendo procesadas. Después de un uso prolongado, un baño fosfatante de manganeso frecuentemente contiene más hierro en solución que manganeso y produce recubrimientos de tres o más veces hierro que manganeso.

Los compuestos formados producidos a través de la reacción del Fe del Acero al carbono y la solución fosfatante tienen la siguiente composición.



7.6.3. Sistema móvil con fuente de poder para electrodeposición en acero al carbón

Se realizó difracción de Rayos x en los recubrimientos de níquel por el método móvil obteniendo el difractograma (Figura 29) donde se puede apreciar los picos característicos del níquel de hierro, lo que indica que no se tiene un buen espesor en la capa de níquel sobre la superficie metálica.

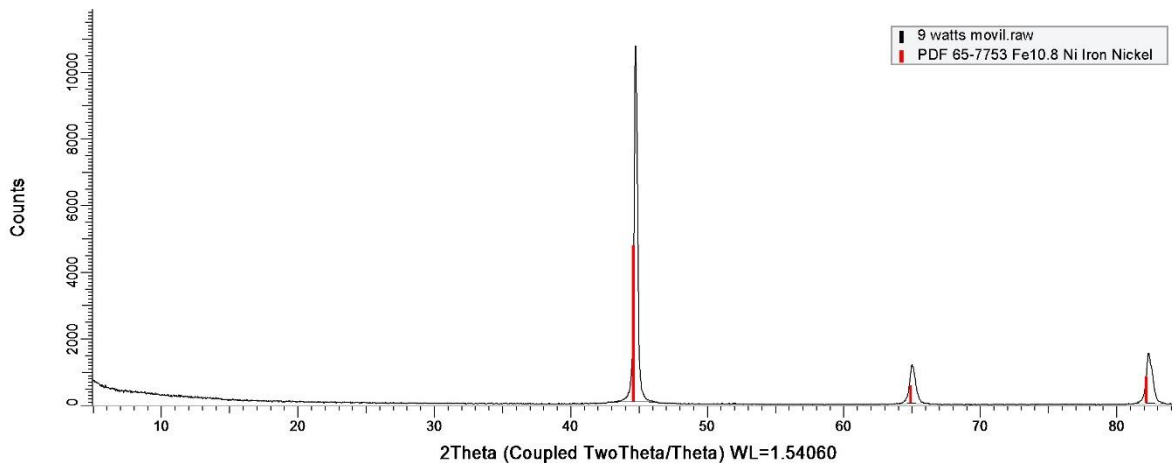


Figura 29. Difractograma del recubrimiento de Watts utilizando el dispositivo móvil

7.6.4. Sistema móvil sin fuente de poder para realizar depósitos de fosfatado sobre acero al carbono

Se realizaron los análisis de rayos X a los recubrimientos obtenidos de fosfatado sobre acero al carbono utilizando el dispositivo móvil a temperatura de 40°C obteniendo el siguiente difractograma (Figura 30), observándose que a temperatura baja los picos característicos del níquel de hierro disminuyen por el recubrimiento de fosfato de zinc como es el hopeite que se encuentra en toda la superficie metálica.

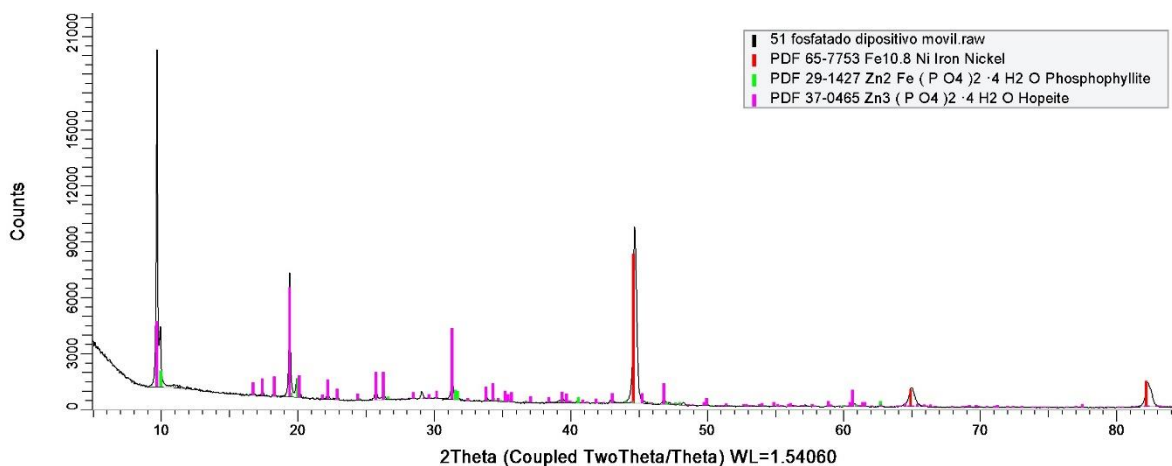


Figura 30. Difractograma del recubrimiento por rociado del fosfatado de zinc a 40°C

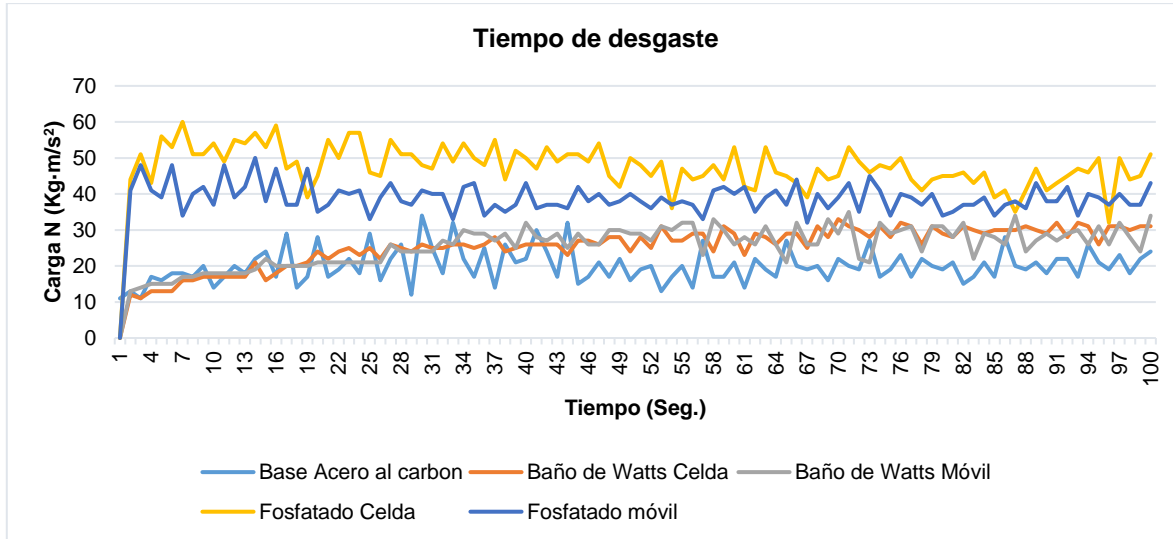
En los difractogramas observamos la formación de hopeite, que es un fosfato hidratado de zinc con un sistema cristalino ortorrómbico; y fosfopilita que es un fosfato hidratado de hierro y zinc teniendo un sistema cristalino monoclinico⁵, así de esta manera los cristales formados en la superficie son porosos los cuales ayudan a tener un buen anclaje con recubrimientos posteriores o buena lubricación aplicada sobre este.

⁵ Datos obtenidos de la base de datos DLU 2016 – PDF - 4+ 2016 RDB pertenece a: ICDD database

7.7. Pruebas tribológicas (AST G99).

Se efectuaron pruebas de desgaste utilizando un tribómetro de perno redondeado sobre disco, con carga de 1 newton con diámetro de huella de 13 mm a 200rpm y un tiempo de exposición de 5 minutos utilizando una bola de acero s440 como perno.

En la Gráfica 1 se tomaron los 100 valores iniciales ya que el resto del grafico los valores graficados fueron continuos sin variación alguna, en el eje "Y" nos muestra una vibración del sistema al entrar en fricción con el material, por lo que el valor de la carga varia.



Gráfica 1. Comparación del desgaste ocasionado del material base con los recubrimientos

En la Gráfica 1 nos muestra el tiempo que comenzó el desgaste, en el acero al carbono es casi de 0.27 minutos, ya que el contacto es metal con metal.

En el caso del método del baño de watts por inmersión dan una resistencia al desgaste de aproximadamente 0.97 minutos como se observa en la Gráfica 1. La exposición de la pieza a desgaste en este tiempo se ha desgastado el recubrimiento y hay contacto metal con metal.

En el caso del método del baño de watts por rociado dan una resistencia al desgaste de aproximadamente 0.67 minutos.

Para el fosfatado nos indica un desgaste inmediato eliminado el fosfatado, dejando en contacto el metal con metal, indicando de esta manera que el primario es muy blando.

En el fosfatado utilizando el dispositivo móvil, se observa que es el mismo caso que en los recubrimientos utilizando la celda termostatzada el desgaste es inmediato.

7.8. Microdureza.

Se realizaron pruebas de dureza en los recubrimientos primarios y de Watts aplicándoles cargas de 100, 200, y 300 gf, en el caso de los fosfatados no se aprecia la dureza porque es un recubrimiento poroso en el caso del recubrimiento metálico se obtuvieron valores de 253,170 y 187 Vickers, respectivamente a las cargas aplicadas.

7.9. Adherencia.

Se utilizó el Pegamento Araldite Loctite 907 con *dollies* con las siguientes características.

Tamaño: 20 mm.

Adhesión: 0 - 3000 psi.

Fuerza: 0 - 20 MPa (203.9 Kg/cm²).

Los resultados obtenidos en los recubrimientos fueron los que se muestran en la Tabla 10.

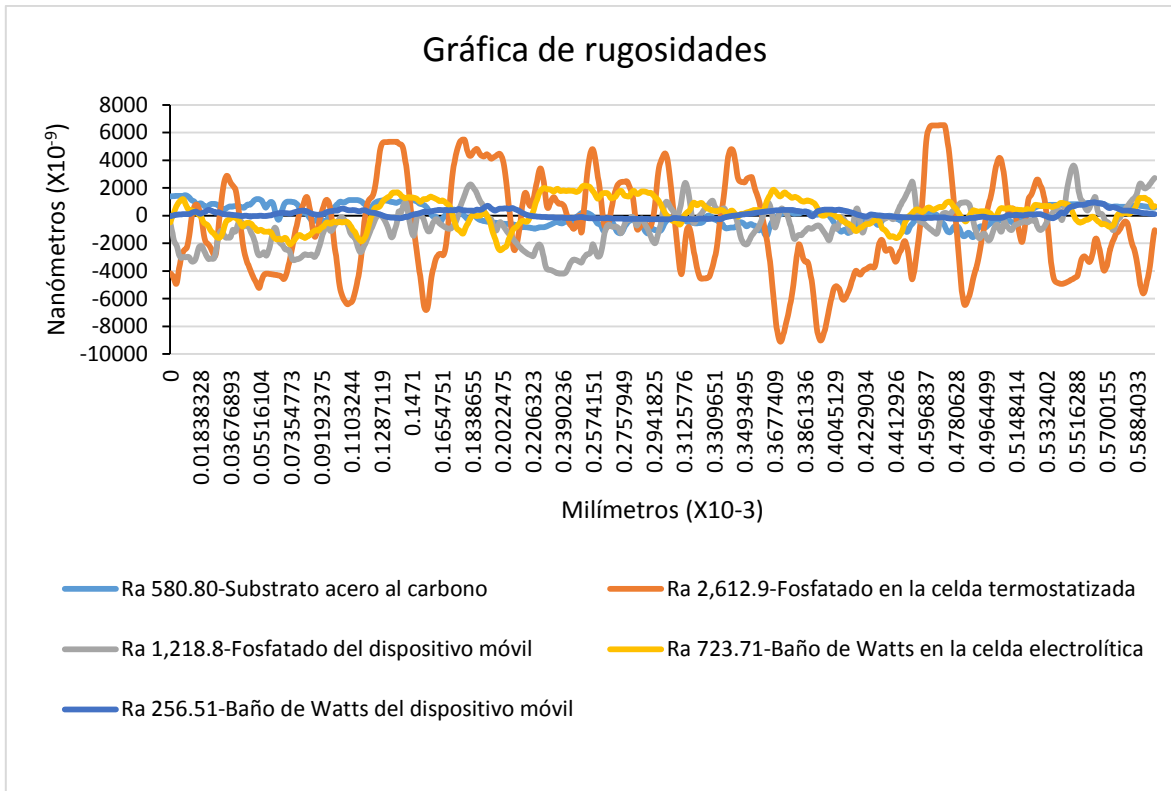
Tabla 10. Pruebas de adhesión en recubrimientos metálicos e inertes.

Tipo de recubrimientos	Fuerza Kg/cm ²
Baño de Watts celda	27
Fosfatado de zinc celda	15
Baño de Watts dispositivo móvil	33
Fosfatado de zinc dispositivo móvil	21

En todas las pruebas se rompió el pegamento entre la muñequita y los recubrimientos superficiales y no hubo desprendimiento del recubrimiento, por la rugosidad característica de cada uno de ellos varían los valores de la fuerza, por lo que son métodos confiables para garantizar la adherencia del recubrimiento de acuerdo a la norma ASTM D4541.

7.10. Perfilometría.

Se realizaron pruebas de rugosidad en diferentes puntos de las placas con un recorrido de prueba de 1mm., la gráfica muestra que los recubrimientos son más rugosos que la superficie base, el recubrimiento más rugoso fue usando la celda termostatzada a 40°C, con un tiempo de inmersión de 30 min.



Gráfica 2. Comparación de la Perfilometría de los recubrimientos contra material base.

7.11. Electroquímica.

Corrosión: es la reacción química o electroquímica de un metal en un medio que le rodea pasando de su estado basal a un estado iónico dando un producto oxidado color anaranjado llamándose a este cambio reacción electroquímica el cual su valor es un potencial electroquímico.

Las pruebas electroquímicas que aplicamos son: las pruebas de extrapolación Tafel y cíclicas las cuales determinarán la velocidad de corrosión por año del material recubierto con respecto al material base.

Para realizar las técnicas electroquímicas Tafel y Cíclicas se utilizó una solución de ácido fosfórico H₃PO₄ a una concentración del 70% con un pH de 1.5 a temperatura ambiente.

Técnicas electroquímicas de corriente directa para la determinación de la velocidad de corrosión técnica de extrapolación de tafel o de intersección

COEFICIENTES DE TAFEL

Si la concentración de los reactivos y de los productos es uniforme en el electrolito, la ecuación de Butler-Volmer toma la forma

$$j = j_0 \exp\left(\frac{\eta_a}{\beta_a}\right) - j_0 \exp\left(\frac{\eta_c}{\beta_c}\right)$$

Donde β_a y β_c , son los coeficientes de Tafel anódico y catódico respectivamente:

$$\beta_a = \frac{RT}{\alpha nF} \quad \beta_c = \frac{RT}{(1-\alpha)nF}$$

Esta ecuación se aplica a las reacciones electrónicas en las cuales la velocidad está controlada por el proceso de transferencia de carga en la interface electrodo/electrolito. Esta situación se conoce a menudo como control por activación o control activacional y el sobrepotencial correspondiente como sobrepotencial de activación, η_A .

El valor de los coeficientes de Tafel, β_a y β_c , depende del mecanismo de las reacciones que tiene lugar en los electrodos, los cuales comprenden muy a menudo varias etapas. Sin embargo, no es necesario conocer este mecanismo para poder utilizar la ecuación de Butler-Volmer, ya que ésta describe la cinética del proceso de transferencia de cargas de una manera global, independientemente del mecanismo, a partir de tres magnitudes fácilmente medibles: j_0 , β_a y β_c .

Las siguientes fórmulas definen los coeficientes de Tafel anódico y catódico.

$$\beta_a = \frac{dE}{d \ln j_0} \quad \beta_c = - \frac{dE}{d \ln |j_c|}$$

RECTAS DE TAFEL

Para determinar experimentalmente los parámetros cinéticos j_0 , β_a y β_c , es recomendable una representación gráfica en la que la densidad de corriente esté en una escala logarítmica, ya que así se pone en evidencia la relación lineal existente entre el log j y el sobre potencial, η , especialmente cuando este último, en valor absoluto, tiene un valor grande.

Se denomina región o dominio de Tafel anódico (zona Tafeliana), aquella región en la cual el potencial que corresponde a $\eta/\beta_a \gg 1$. La ecuación se convierte en

$$j = j_a = j_0 \exp\left(\frac{\eta_a}{\beta_a}\right)$$

Tomando logaritmos se obtiene:

$$\eta = -\beta_a \ln j_0 + \beta_a \ln j$$

Pasando a logaritmos de base diez y definiendo las constantes de Tafel anódicas, a_a y b_a se obtiene la ecuación de Tafel de una reacción anódica, también llamada recta de Tafel anódica.

$$\eta = a_a + b_a \log j$$

$$a_a = -2.303 \beta_a \ln j_0$$

$$b_a = 2.303 \beta_a$$

De manera análoga, para el dominio catódico de Tafel, $\eta/\beta_c \ll 1$:

$$j = j_c = -j_0 \exp\left(-\frac{\eta_c}{\beta_c}\right)$$

$$\eta = -\beta_c \ln j_0 + \beta_c \ln |j|$$

Lo cual permite expresar las constantes de Tafel catódicas, a_c y b_c de la ecuación de Tafel de una reacción catódica:

$$\eta = a_c - b_c \log |i|$$

$$a_c = -2.303 \beta_c \ln J_0$$

$$b_c = 2.303 \beta_c$$

7.11.1. Técnica de extrapolación de Tafel o de intersección.

Curvas de Tafel o Curvas de Polarización. Las curvas de polarización muestran la relación que existe entre el potencial de electrodo y la intensidad de corriente (i vs. E). Las curvas de polarización pueden determinarse aplicando una corriente constante y midiendo el potencial, repitiendo este procedimiento para diversos valores de corriente y midiendo en cada caso el nuevo potencial alcanzado. Otra forma de determinar la relación i - E corriente en (mA/cm^2) contra potencial en (mV), es aplicando un potencial constante y determinando la forma en que varía la corriente. Según el proceso existen curvas anódicas y catódicas.

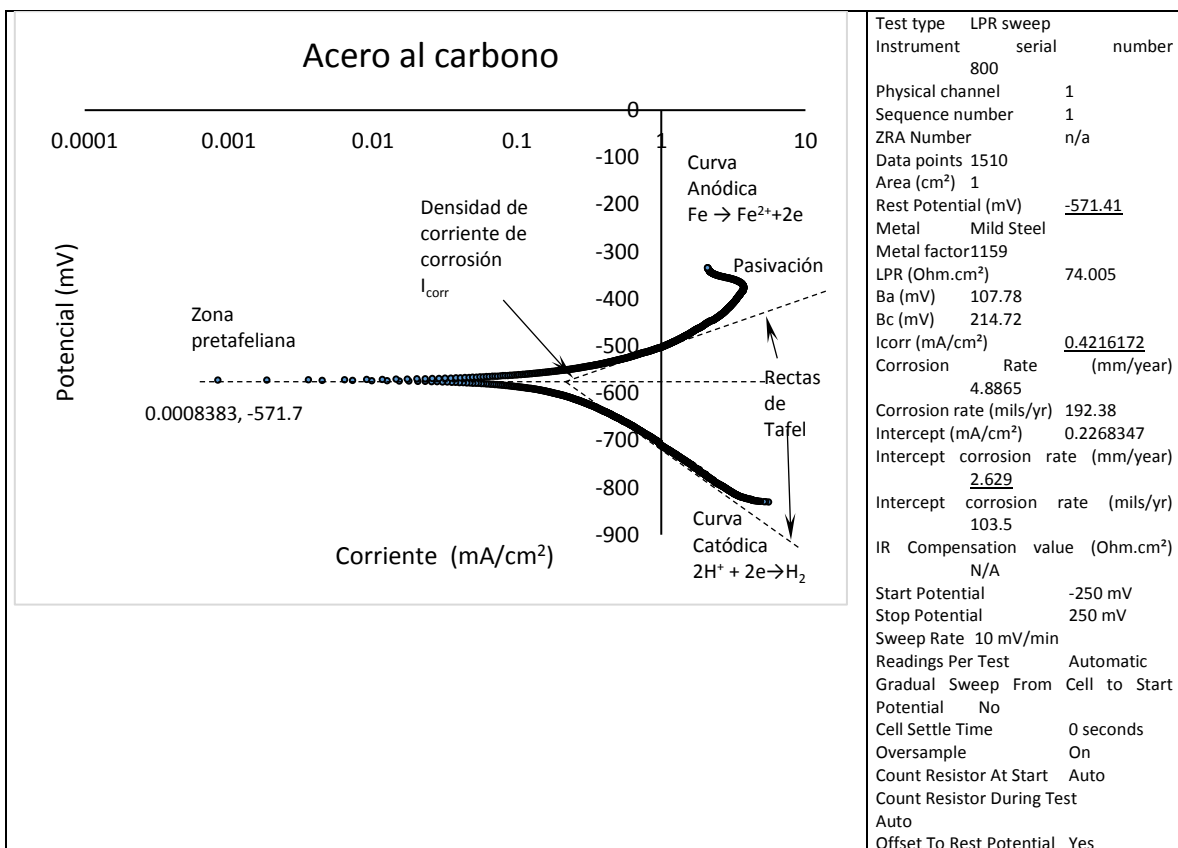


Figura 31. Tafel del acero al carbono como base.

En la Figura 31 se puede observar que el metal base empieza con un comportamiento catódico no lineal a bajas densidades de corriente en la zona tafeliana, conforme hay una reducción el

potencial va incrementando hasta llegar a un potencial máximo (-571.7), cuando el potencial es muy alto el metal comienza a disolverse y se comporta como ánodo comenzando de esta manera la oxidación, cuanto mayor es la intensidad de la corriente más rápido se produce la oxidación hasta llegar a un punto donde podemos ver que empieza a formarse una capa pasiva la cual estará protegiendo el metal para evitar que esté continúe oxidándose.

Para determinar la velocidad de corrosión de tales curvas de polarización, la región de Tafel se extrapola al potencial de corrosión, de acuerdo al método de extrapolación de Tafel, en el potencial de corrosión la velocidad de reacción catódica es igual a la velocidad de corrosión del metal y este punto corresponde a la velocidad de corrosión del sistema bajo prueba expresada en términos de densidad de corriente.

Conocida la densidad de corriente a la cual se corroe el material en la solución de prueba, es posible calcular la velocidad de corrosión en milésimas de pulgada por año (mpy) o en unidades equivalentes. Las leyes de Faraday, establecen que se necesitan 96493 coulombios para disolver un equivalente gramo de cualquier elemento. Recordando que un amperio corresponde al paso de un coulombio por segundo. Considerando lo anterior es posible hacer la conversión de densidad de corriente a velocidad de corrosión, en este caso fue de 2.629 mm/año.

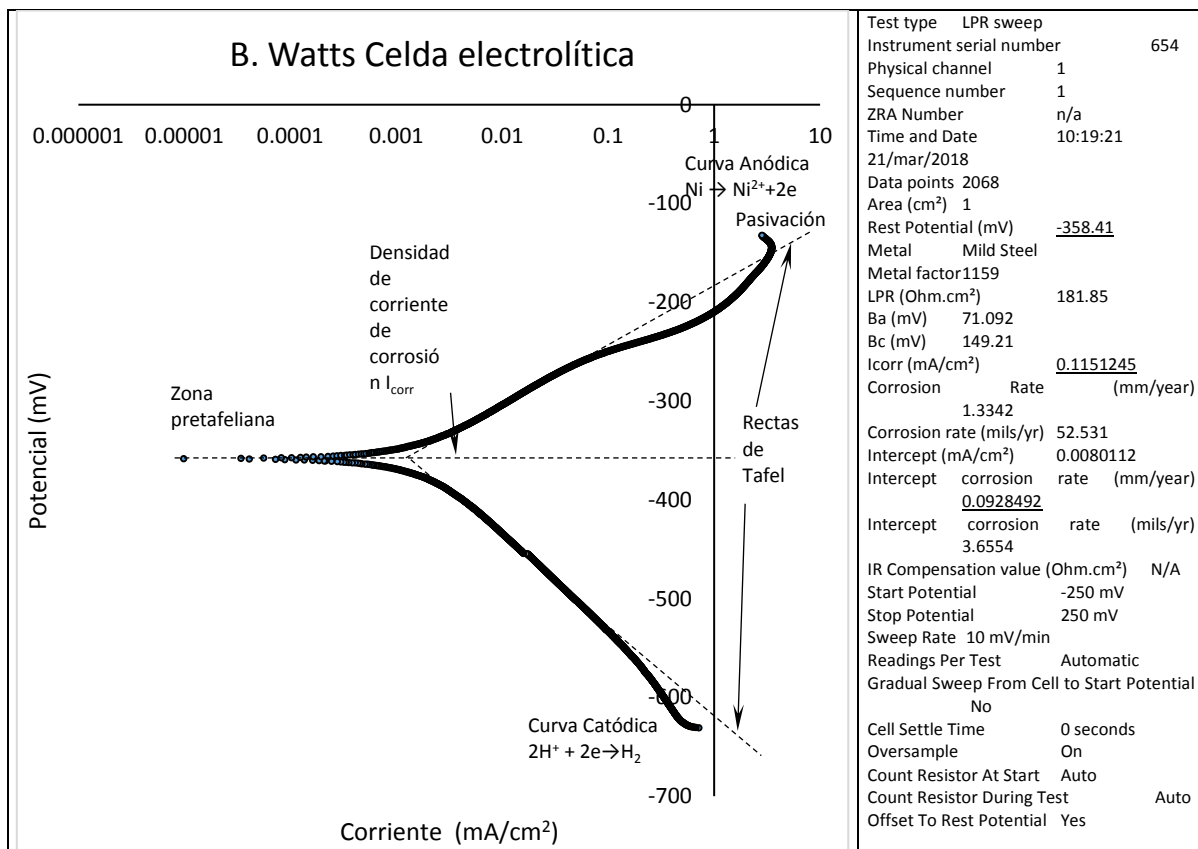


Figura 32. Tafel sobre el recubrimiento aplicado con celda electrolítica.

La Figura 32 muestra que el recubrimiento de níquel depositado sobre acero al carbono utilizando la celda electrolítica, comienza su comportamiento catódico en la zona pretafelina hasta llegar al

potencial máximo (-358.19 mV) para comenzar a oxidarse hasta llegar al punto donde comienza la pasivación (-147.11) en donde ya está formada una capa de óxido la cual evita se continúe con la oxidación Finalmente aplicando las leyes de Faraday obtuvimos velocidad de corrosión 0.092 mm/año.

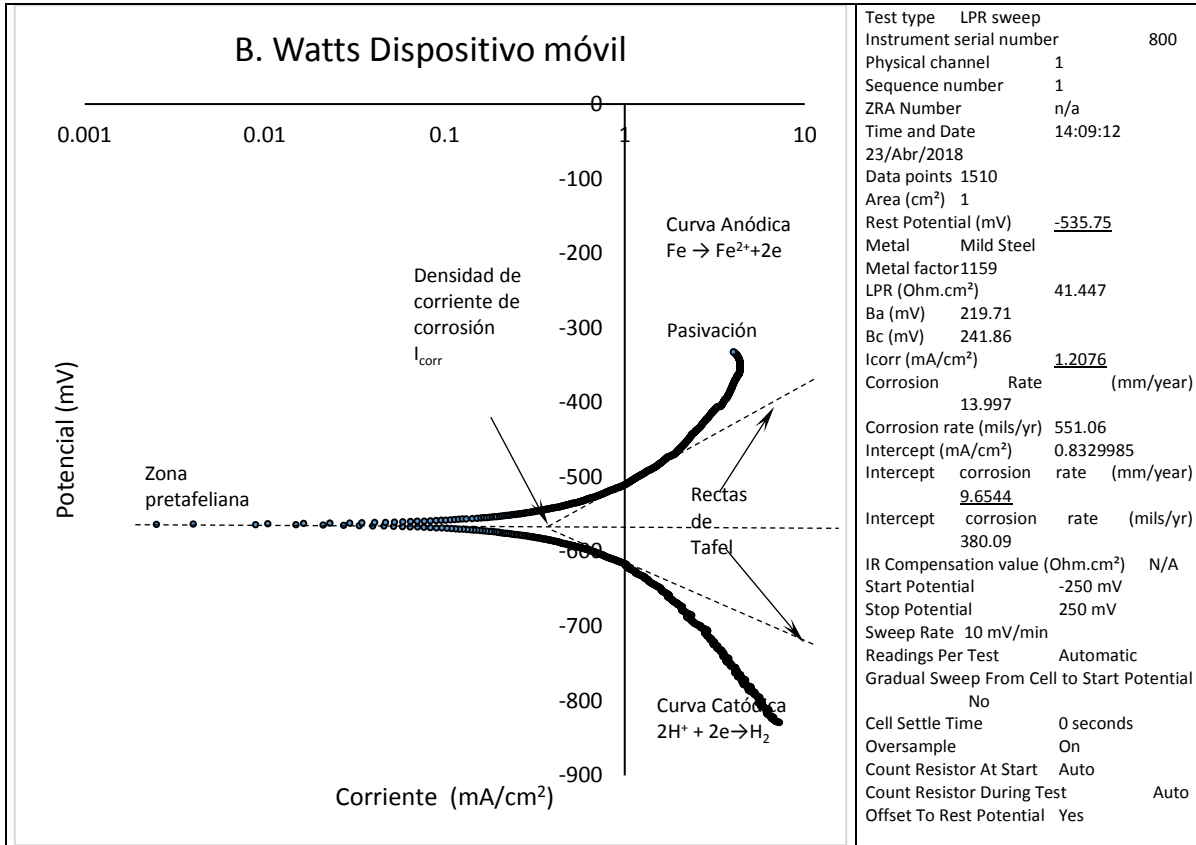


Figura 33. Tafel sobre el recubrimiento aplicado con el dispositivo móvil.

La Figura 33 muestra que el recubrimiento con níquel usando el baño de Watts con dispositivo móvil llega a su potencial máximo -563.06 semejante al gráfico del acero al carbono, para posteriormente comenzar a oxidarse y formar la capa pasiva.

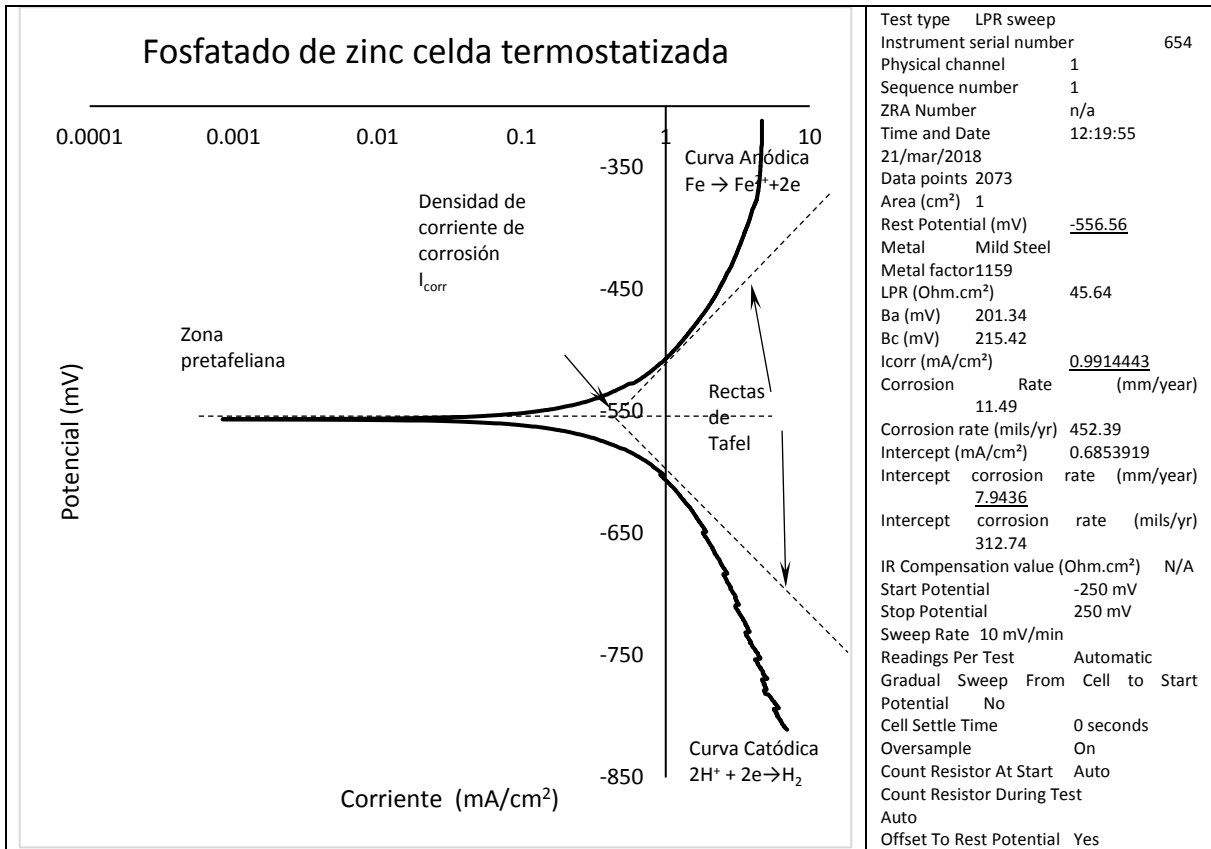


Figura 34. Tafel sobre el recubrimiento aplicado con la celda termostatzada.

La Figura 34 muestra que el primario (fosfatado de zinc) utilizando la celda termostatzada no evita que haya disolución del material, ya que el primario es un recubrimiento poroso que ayuda a que se tenga mayor adherencia entre el sustrato y la pintura que será aplicada, su actividad comienza de forma catódica hasta llegar a su potencial máximo de -556.56 para comenzar a oxidarse lentamente ya que el fosfatado sirve como capa pasiva (Velocidad de corrosión 7.943 mm/año).

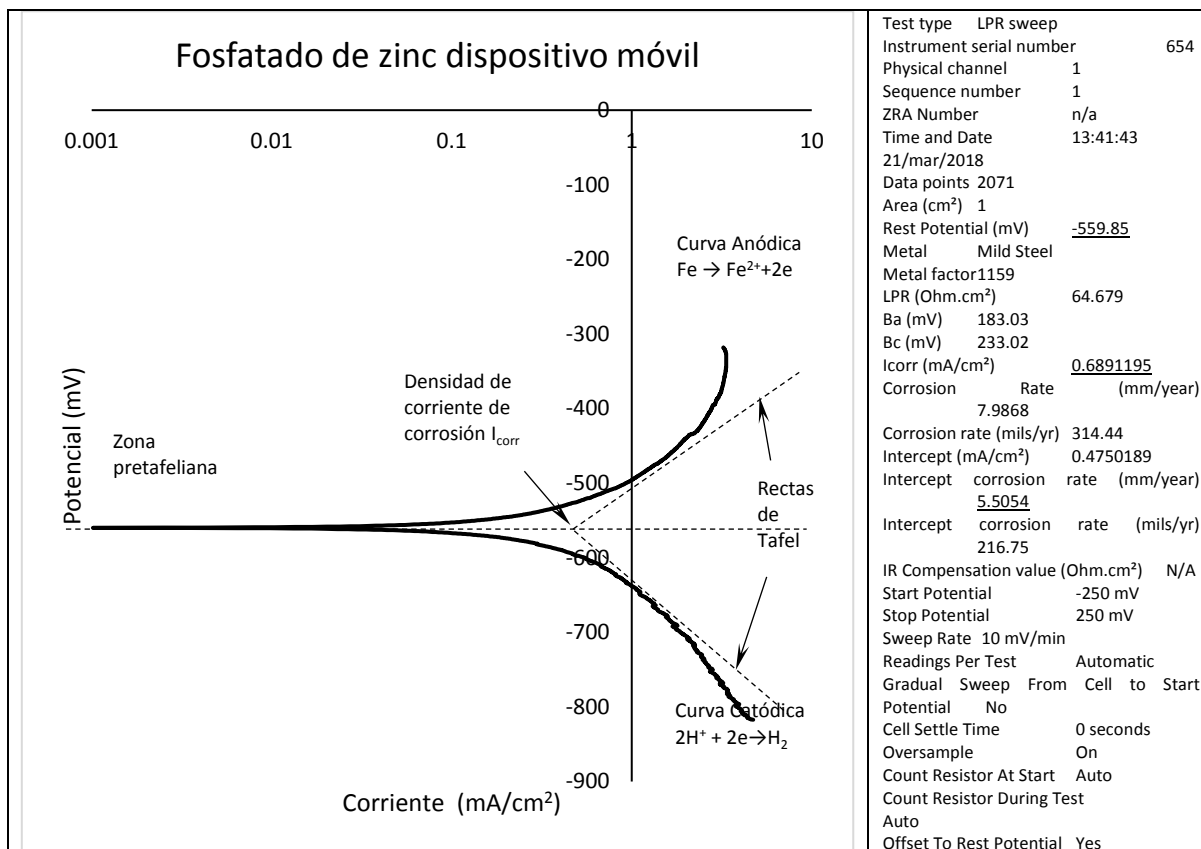


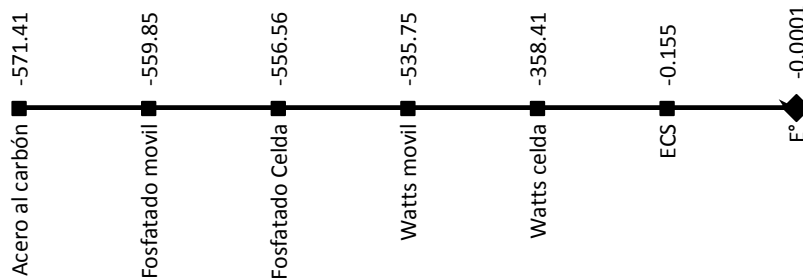
Figura 35. Tafel sobre el recubrimiento aplicado con el dispositivo móvil.

La Figura 35 muestra que el primario (fosfatado de zinc) utilizando el dispositivo móvil no evita que haya disolución del material, ya que el primario es un recubrimiento poroso que ayuda a que se tenga mayor adherencia entre el sustrato y la pintura que será aplicada, su actividad comienza de forma catódica hasta llegar a su potencial máximo de -559.85 para comenzar a oxidarse lentamente ya que el fosfatado sirve como capa pasiva (Velocidad de corrosión 5.505 mm/año).

Tabla 11. Escala de potencial

Material	i_{corr}	E_{corr}	Velocidad de corrosión (mm/año)
Acero al carbón	0.4216172	-571.41	2.6290
Watts celda	0.1151245	-358.41	0.0928
Watts movil	1.2076	-535.75	9.6544
Fosfatado Celda	0.9914443	-556.56	7.9436
Fosfatado movil	0.6891195	-559.85	5.5054

Escala de potencial



7.11.2. Técnica de extrapolación cíclica o Voltamperometría cíclica.

El nombre correcto es "voltamperometría", la cual consiste en hacer un barrido de potencial al electrodo de trabajo tanto voltamograma en el sentido directo como en el inverso, es decir realizando lo que se denomina barrido triangular de potencial.

Voltamogramas cíclicos que nos determinan la oxidación de los recubrimientos primarios de fosfatado de zinc y metálicos del baño de watts utilizando los dos métodos de la celda y dispositivo móvil.

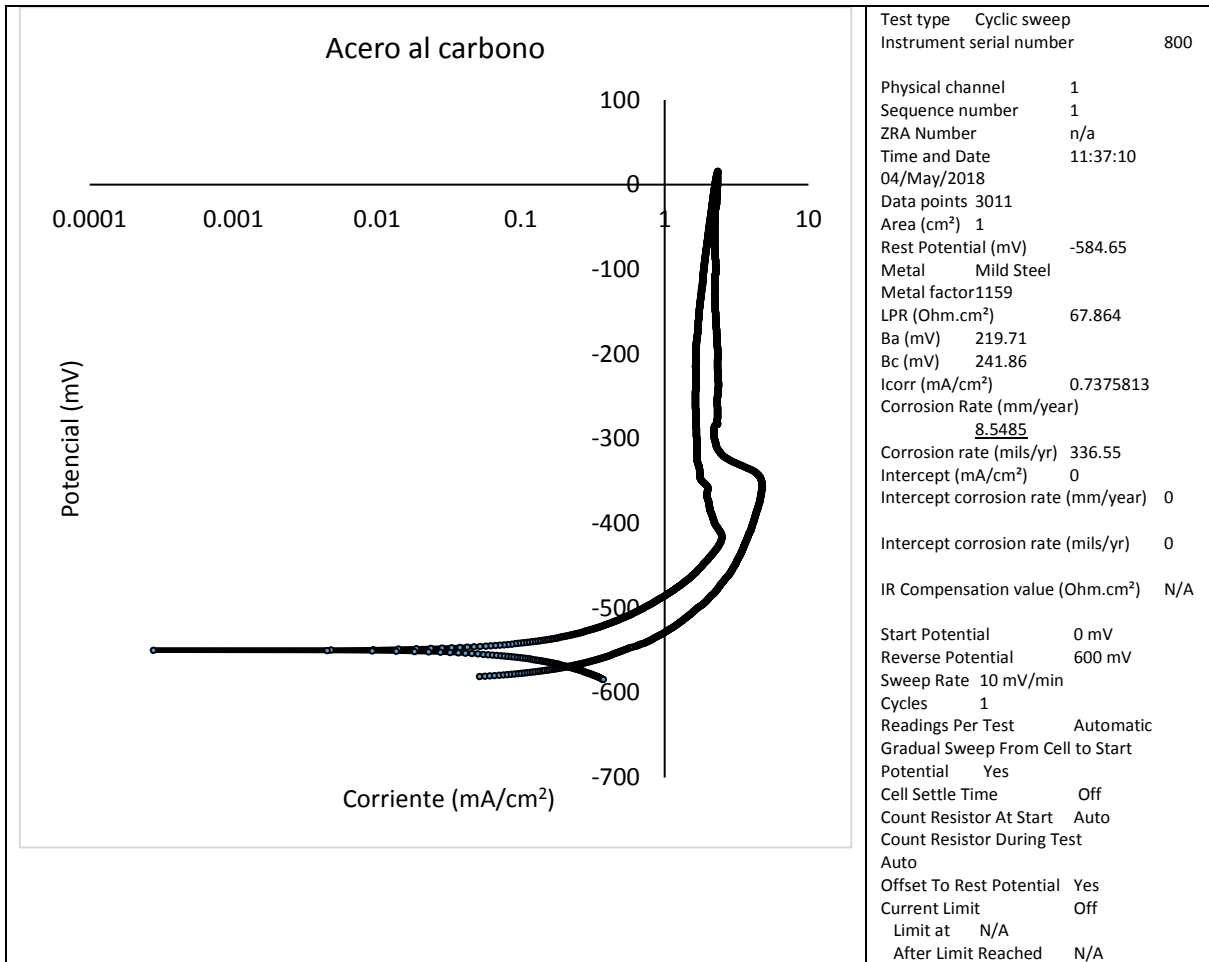


Figura 36. Voltamperograma cíclico al acero al carbono aplicado un barrido de $E=0.73$ iniciando de 0 a -600 mV a un barrido de 10 mV/min en un medio de ácido fosfórico (H_3PO_4) al 70% a pH de 1.5.

La Figura 36 muestra el voltagrama con un barrido de potencial definido en un rango de 0 mV a 600 mV haciendo potenciales de barrido negativos con velocidad de 10 mV/min, observándose el pico llegando hasta 15.824 mV en el lado positivo de la intensidad de corriente, durante este trayecto se oxido el material para posteriormente terminar reduciéndose en forma catódica.

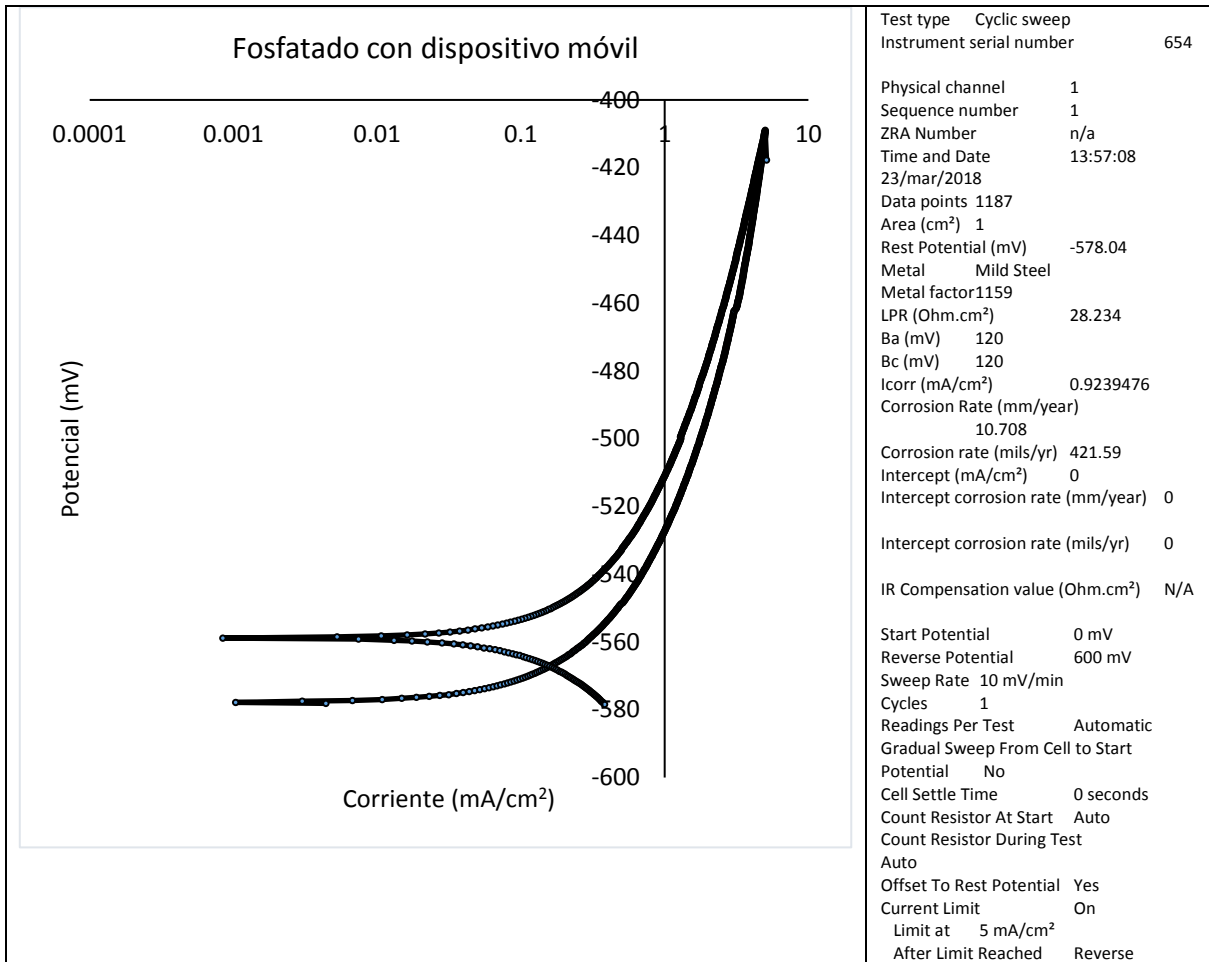


Figura 37. Voltamperograma cíclico de la placa base recubierta de fosfato de zinc por el método de rociado aplicado un barrido de $E=0.92$ iniciando de 0 a -600 mV a un barrido de 10 mV/min en un medio de ácido fosfórico (H_3PO_4) al 70% a pH de 1.5.

La Figura 37 muestra el voltagrama con un barrido de potencial definido en un rango de 0 mV a 600 mV haciendo potenciales de barrido negativos con velocidad de 10 mV/min, observándose el pico llegando hasta -410 mV en el lado negativo del potencial, durante este trayecto se oxido el material para posteriormente terminar reduciéndose en forma catódica

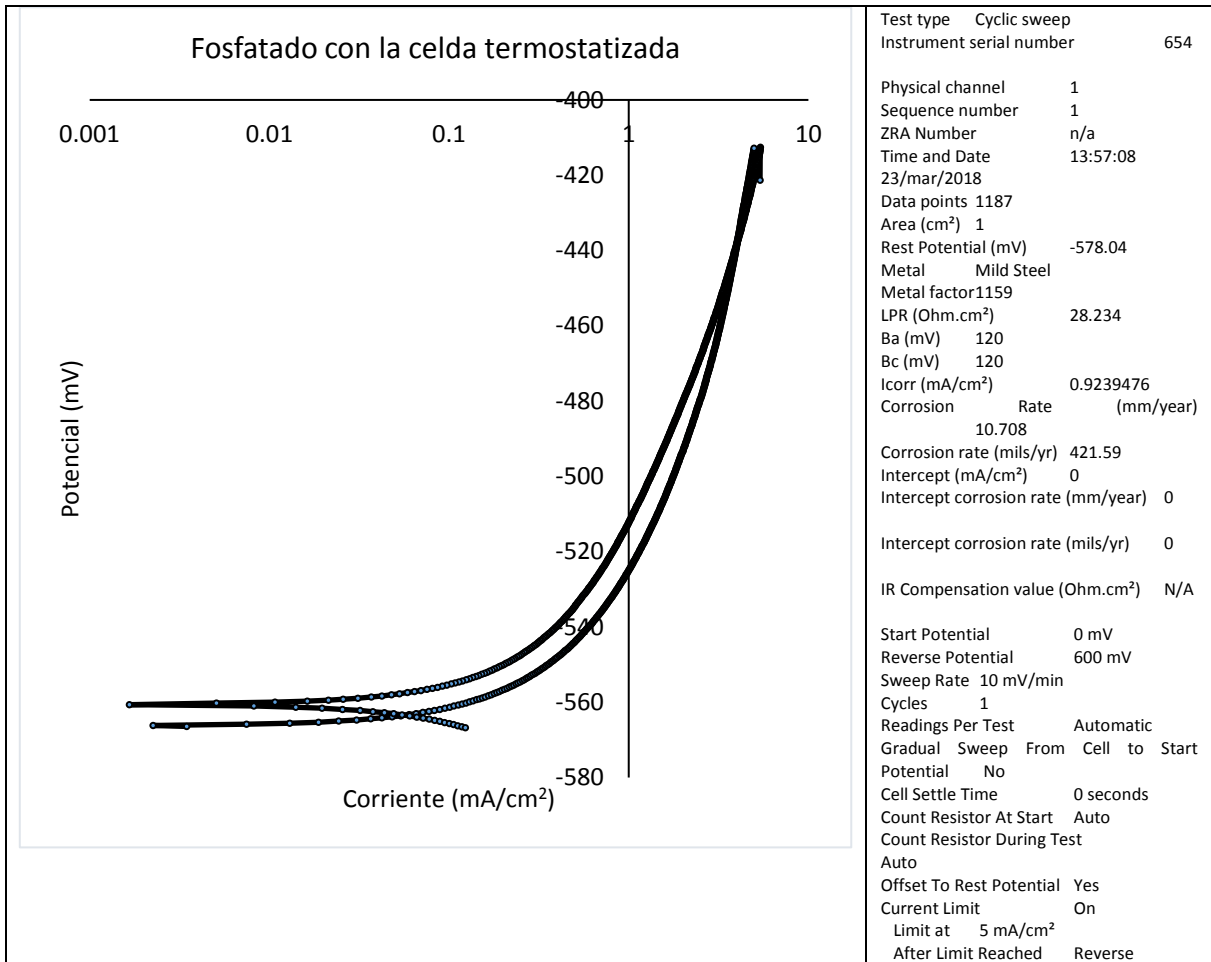


Figura 38. Voltamperograma cíclico de la placa base recubierta de fosfato de zinc por el método de inmersión aplicado un barrido de $E=0.92$ iniciando de 0 a -600 mV a un barrido de 10 mV/min en un medio de ácido fosfórico (H_3PO_4) al 70% a pH de 1.5.

La Figura 38 muestra el voltograma con un barrido de potencial definido en un rango de 0 mV a 600 mV haciendo potenciales de barrido negativos con velocidad de 10 mV/min, observándose el pico semejante al del fosfatado con el dispositivo móvil.

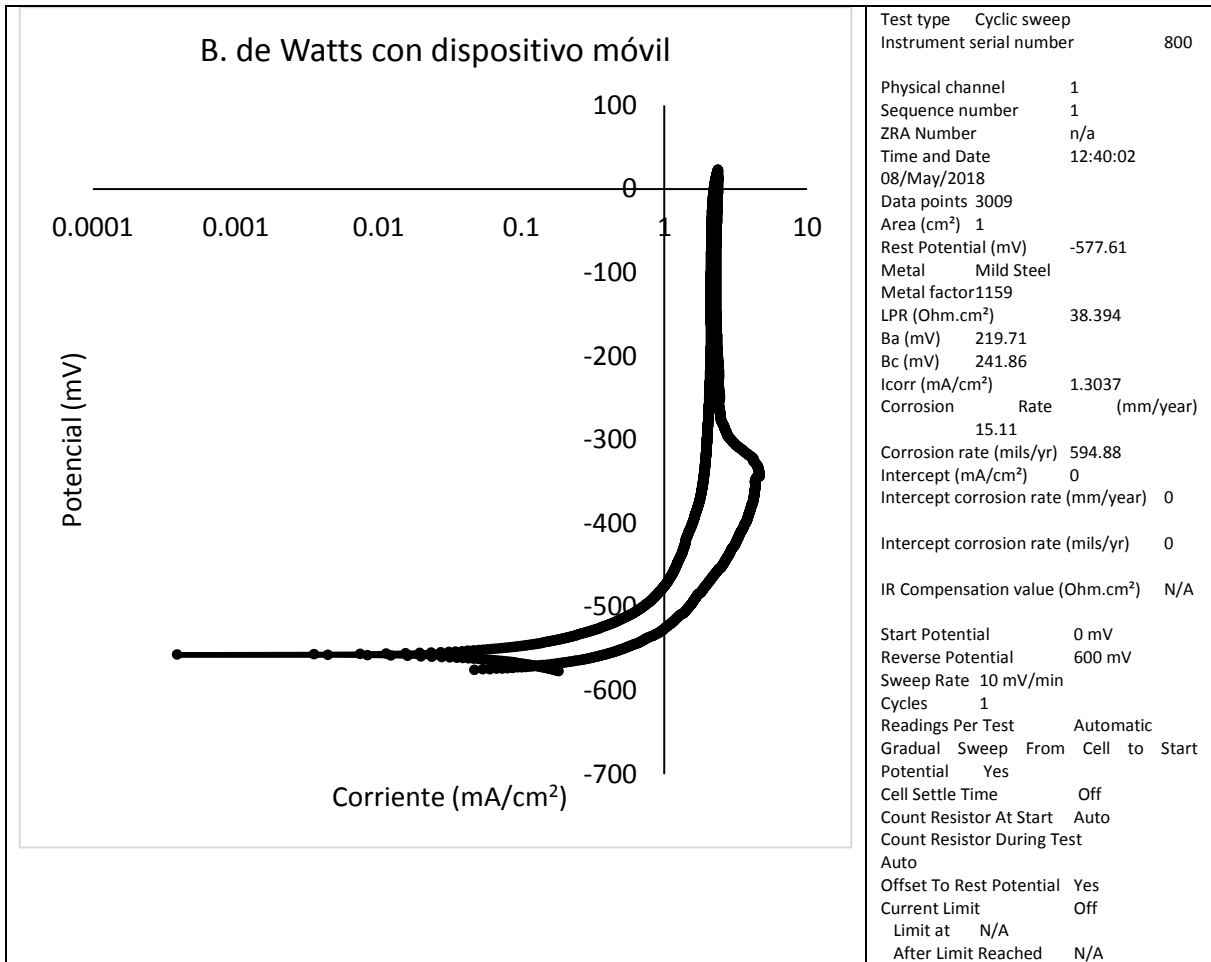


Figura 39. Voltamperograma cíclico de la placa base recubierta de níquel por el método del baño de Watts aplicado un barrido de $E=1.30$ iniciando de 0 a -600 mV a un barrido de 10 mV/min en un medio de ácido fosfórico (H_3PO_4) al 70% a pH de 1.5.

La Figura 39 muestra el voltagrama con un barrido de potencial definido en un rango de 0 mV a 600 mV haciendo potenciales de barrido negativos con velocidad de 10 mV/min, observándose el pico llegando hasta 22.132 mV en el lado positivo de la intensidad de corriente, durante este trayecto se oxido el material para posteriormente terminar reduciéndose en forma catódica.

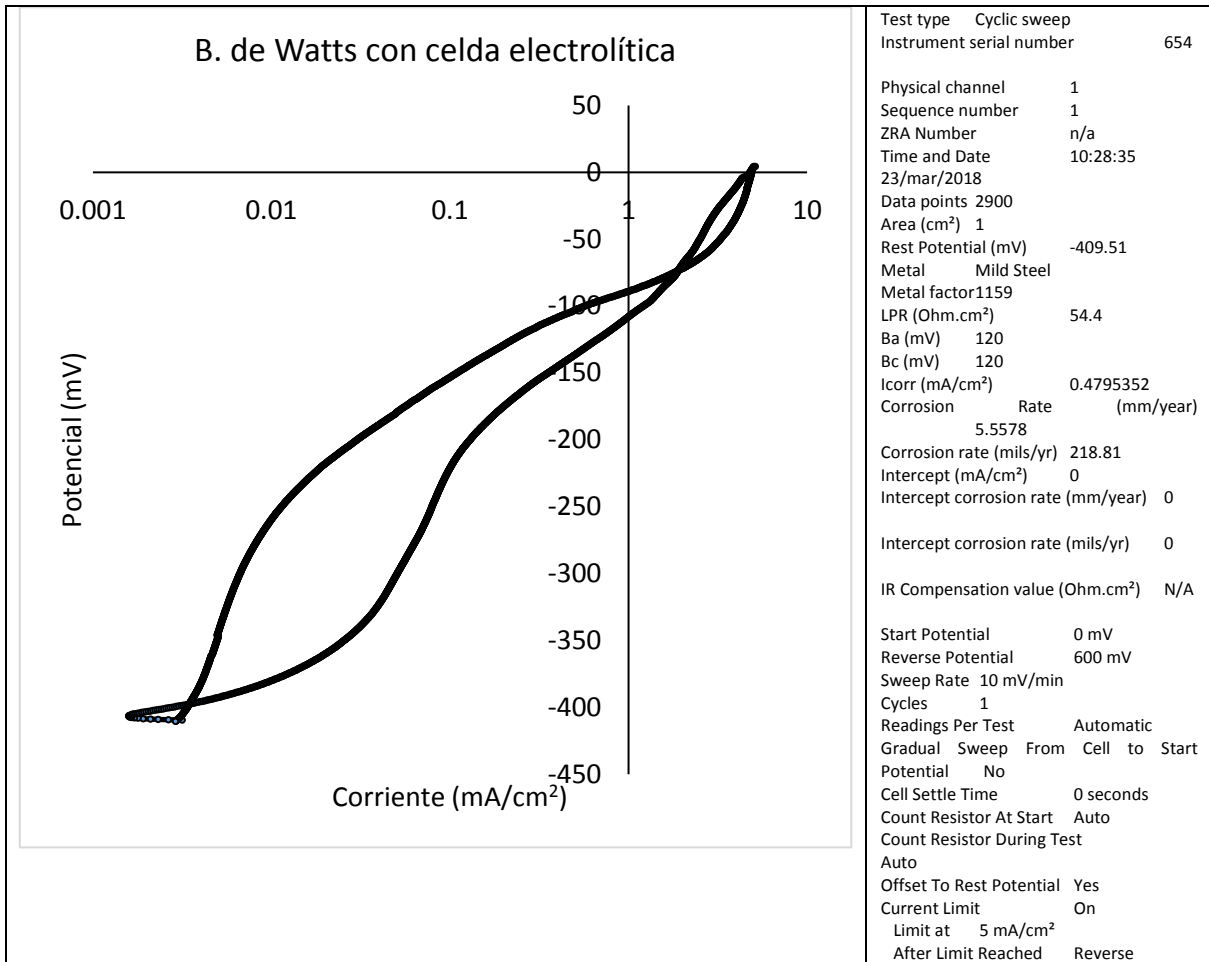


Figura 40. Voltamperograma cíclico de la placa base recubierta de níquel por el método del baño de Watts aplicado un barrido de $E=0.47$ iniciando de 0 a -600 mV a un barrido de 10 mV/min en un medio de ácido fosfórico (H_3PO_4) al 70% a pH de 1.5.

La Figura 40 muestra el voltagrama con un barrido de potencial definido en un rango de 0 mV a 600 mV haciendo potenciales de barrido negativos con velocidad de 10 mV/min, observándose el pico llegando hasta 4.33 mV en el lado positivo de la intensidad de corriente, durante este trayecto se oxido el material para posteriormente terminar reduciéndose en forma catódica.

8. CONCLUSIONES.

Los recubrimientos elaborados de fosfato de zinc con ayuda del dispositivo móvil nos permite cubrir toda la superficie metálica con temperatura de 40°C ya que le ayuda el contacto que se tiene con el oxígeno a comparación con la celda termostatazada que fue de 80°C estando sumergida la placa totalmente en la solución, los espesores obtenidos de capas fueron de 3.6 μm y 15.1 μm respectivamente lo que el método del sistema móvil nos permite hacer el recubrimiento con una capa más delgada y a menor temperatura

Los recubrimientos de níquel el sistema no fue de gran ayuda ya que los recubrimientos muestran capas muy delgadas en comparación con las capas que se obtuvieron en los recubrimientos de níquel con ayuda de la celda electrolítica que fueron del orden de 80 a 85 μm .

En los recubrimientos de fosfato utilizando la celda termostatzada y el dispositivo móvil se encontró que en ambos casos contienen hopeite y fosfofilita que son minerales de fosfatos hidratados de zinc y hierro-zinc respectivamente por la reacción química con la superficie metálica del acero.

En los recubrimientos de Baño de watts utilizando los dos sistemas de la celda electrolítica y el sistema móvil conectado a una fuente de poder se encontró que en la superficie se tiene únicamente níquel en la capa superficial.

En las pruebas tribológicas y de dureza se mostró que un recubrimiento de fosfato o primario es muy poroso ya que en la prueba se desgasto inmediatamente el recubrimiento de fosfato, la porosidad no permitió que se dejara huella del identador por lo que la característica de este es de darle una mejor adherencia a recubrimientos posteriores sobre la superficie donde se aplique este tipo de recubrimiento, en el caso de los recubrimientos de níquel mostraron que tiene un mayor rendimiento al desgaste ya que el níquel le da propiedades de dureza superficial al acero ya que su dureza es menor con respecto a la del níquel.

Las técnicas electroquímicas mostraron una mayor duración del material sin ser deteriorado por efectos de la oxidación protegiéndolo mayormente contra la corrosión y dándole de esta manera una vida útil mayor.

9. PRODUCTOS DE INVESTIGACIÓN.

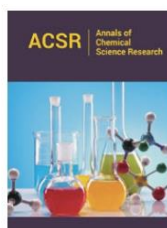
Properties of Zinc Phosphate Coatings on Carbon Steel Using a Thermostatic Cell and a Mobile System

Reyes Astivia JE¹, Vite Torres J^{2*}, Martínez Barrera G³ and Barrera Díaz C³

¹Doctorate in Materials Science of the Faculty of Chemistry, University Autonomous State of Mexico, Mexico

²National Institute of Nuclear Research, Mexico

³Joint Centre for Research in Sustainable Chemistry UAEM-UNAM, Mexico



For HTML Version scan this QR code:



***Corresponding author:** Torres JV, National Institute of Nuclear Research, Mexico

Submission:  February 11, 2019

Published:  March 12, 2019

Volume 1 - Issue 2

How to cite this article: Reyes A M, Torres J, Barrera G and Díaz C. Properties of Zinc Phosphate Coatings on Carbon Steel Using a Thermostatic Cell and a Mobile System. *Ann Chem Sci Res.* 1(2). ACSR.000507.2019.

Copyright@ Torres JV. This article is distributed under the terms of the Creative Commons Attribution 4.0 International License, which permits unrestricted use and redistribution provided that the original author and source are credited.

Abstract

Phosphate coatings can prevent or minimize the environmental corrosion of metals and they are often used as the base for subsequent coatings or painting processes. In this work a mobile device was used to perform carbon steel phosphating, which will work against corrosion. The methodology used involved mechanical cleaning of the substrate as well as a chemical cleaning to eliminate possible contaminants on the metal surface. Following that, the superficial phosphating was performed to find the ideal conditions that gave the best results. Finally, the results from SEM and XRD analysis showed the morphology and surface composition of the coatings obtained from both studied methods. The results from the applied dipped cell method compared with the mobile system indicated the reliability of the methods.

Introduction

The effect of corrosion is of concern in the health sector. It can cause disease-corrosion in metals used for implants. The risk of metals being transferred to the environment can cause infections in respiratory diseases. The damage caused at a global level by rust can result in high costs and human loss. It is estimated that 5 tons of steel are dissolved in each second. This phenomenon is invisible in each piece of metal, since it involves a few nano meters or picometers, but when this is multiplied by the quantity of steel used in the world in different areas, the total corrosion is a high value [1]. One of the objectives of this work is to reduce this loss using surface coatings based on the zinc phosphate technique with a mobile device. This work has been carried out using zinc phosphate dipped coatings at room temperature on mild steel at 25 °C for 30minutes in the phosphate solution [2], as well as magnesium phosphate on low carbon steel using the electrochemical cathodic immersion method [3]. Phosphate processing with benzotriazole produce a different morphology to other magnesium deposits on carbon steel [4].

Although the surface characterization of zinc coatings on low carbon steel showed that coatings were not hard, but on the other hand they reduced the corrosion and provide a good adhesion for subsequent coatings [5]. There are other types of coatings produced by dipping which have different surface morphologies, such as iron-phosphate coatings on low carbon steel [6]. They are also used to prevent or minimize corrosion and give good adhesion for paints and back coverings.

Methodology

The chemical composition of the phosphate solution is given in Table 1. The composition of carbon steel samples used for containing is as follows: 0.10% C, 0.60% Mn, 0.030% P, 0.035% S and the remaining is Fe. The samples were obtained from industrial residues from 3 steel scrapheaps. From each one, 10 samples of were chosen and prepared for coatings. The

Tribological Test and Mechanical Properties of Electrodeposited Nickel Coating on the Metal Surface of Carbon Steel 4140

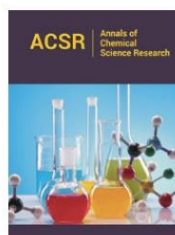
Vite Torres J^{1*}, Reyes Astivia JE², Martínez Barrera G², Barrera Díaz C³ and Vite Torres M⁴

¹National Institute of Nuclear Research, México

²Doctorate in Materials Science of the Faculty of Chemistry, University Autonomous State of Mexico, Mexico


³Joint Center for Research in Sustainable Chemistry UAEM-UNAM, México

⁴SEPI-ESIME Zacatenco, México



*Corresponding author: Torres JV, National Institute of Nuclear Research, México

Submission:  May 11 2019

Published:  May 28, 2019

Volume 1 - Issue 3

How to cite this article: Torres JV, MC Jesús ERA, Barrera GM, Díaz CB, Torres MV. Tribological Test and Mechanical Properties of Electrodeposited Nickel Coating on the Metal Surface of Carbon Steel 4140. *Ann Chem Sci Res.* 1(3). ACSR.000513.2019.

Copyright@ Torres JV. This article is distributed under the terms of the Creative Commons Attribution 4.0 International License, which permits unrestricted use and redistribution provided that the original author and source are credited.

Abstract

In this study, we used the electrodeposition technique of nickel on the metal surface of carbon steel 4140. To produce the coating, we worked with Watts and Sulfamate baths. The sliding wear properties were analyzed for tribological test, so as the roughness, hardness, and thinness layer, all these in accordance with the normative ASTM.

Keywords: Nickel coating; Electrodeposition; Adhesion; Hardness; Corrosion

Introduction

Wear and corrosion are the main problems in mechanical elements in mechanical contact and therefore there are economical losses. To enhance the tribological properties of the metallic materials, nickel coating has found a wide application in aerospace, automobile, chemical industries and other. In this research nickel coating on carbon steel substrate were developed using nickel sulfamate bath and Watts nickel bath to obtain homogeneous electrodeposits so as good adherence and nonporous material. Nickel is one of the most used metals in the nuclear industry as well as in conventional industry, so it is important to study its morphological composition and its mechanical properties. The crystal structure of nickel: It is distributed in two phases, gamma (γ) and gamma prime (γ'): -Gamma phase: solid solution centered on the faces that acts as a matrix. Gamma prime phase: dispersion of ordered inter-metallic precipitates, responsible for the great resistance of the super-alloys.

Experimental development

Electroless nickel coatings [1-3] based on the bath types have been progressively applied to a wider variety of applications in Industry. Several researches [4,5] have investigated the application of different electroless nickel coatings. They have observed that the nickel coating improved the tribological properties and protect the material surfaces in mechanical contact. In addition, the coating process can provide properties to reduce the stresses, to improve the adhesion and the corrosion resistance. In this study, we used the electrodepositions technique of nickel to produce a coating on the metallic surface of carbon steel with the objective to reduce the corrosion process. To obtain these coating we worked with two solutions, one of them is, Watts bath and the other one is sulphamate bath [6-10]. We used an electrolytic cell made of Pyrex glass. To produce the electrodeposition on the metallic surface of carbon steel used as cathode, in the upper head of the electrolytic cell was adapted a cap made of Teflon with 3 holes where it was connected whit two anodes in the extremes and one cathode middle of the cap, as anode was used nickel bars. A constant temperature circulator was adapted to the electrolytic cell through a hose. As power supply was used a galvanostat.

Mechanical properties and tribologicals test of electrodeposited nickel coating on the metal surface of carbon steel 4140

Dr. Jaime Vite Torres^{1*}, M. en C. Jesús Eliseo Reyes Astivia², Dr. Gonzalo Martínez Barrera³, Dr. Carlos Barrera Díaz⁴, Dr. Manuel Vite Torres⁵

¹ Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Carretera México-Toluca s/n, C.P. 52750. La Marquesa Ocoyoacac, Estado de México

² Posgrado en Ciencia de Materiales, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México, C.P.50180, México

³ Laboratorio de Investigación y Desarrollo de Materiales Avanzados (LIDMA), Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México, Km.12 de la carretera Toluca-Atlacomulco, San Cayetano 50200, México

⁴ Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM-UNAM, Universidad Autónoma del Estado de México, Campus El Rosedal. Autopista Ixtlahuaca-Atlacomulco, km 14.5, C.P. 50200. Estado de México

⁵ SEPI-ESIME Zacatenco, IPN. Edificio 5, 3er. Piso, Col. Lindavista. C.P. 07738, México, D.F

* jaime.vite@inin.gob.mx

Introduction

Nickel is one of the most used metals in the nuclear industry as well as in conventional industry, so it is important to study its morphological composition and its mechanical properties. The crystal structure of nickel: It is distributed in two phases, gamma (γ) and gamma prime (γ'): - Gamma phase: solid solution centered on the faces that acts as a matrix. Gamma prime phase: dispersion of ordered inter-metallic precipitates, responsible for the great resistance of the super-alloys.

Keywords: Nickel coating, electrodeposition, adhesion, hardness, corrosion.

Experimental development

In this study, we used the electrodepositions technique of nickel to produce a coating on the metallic surface of carbon steel with the objective to reduce the corrosion process. To obtain these coating we worked with two solutions, one of them is, Watts bath and the other one is sulfamate bath^{1,2}.

We used an electrolytic cell made of Pyrex glass. To produce the electrodeposition on the metallic surface of carbon steel used as cathode, in the upper head of the electrolytic cell was adapted a cap made of Teflon with 3 holes where it was connected whit two anodes in the extremes and one cathode middle of the cap, as anode was used nickel bars.

A constant temperature circulator was adapted to the electrolytic cell through a hose. As power supply was used a galvanostat.

Preparation of electrolytes

The electrolytes used to make the different nickel coatings are shown in table 1:

10. REFERENCIAS.

- A Guenbour, A Benbachir, A Kacemi. (12 de March de 1999). Evaluation of the corrosion performance of zinc-phosphate-painted carbon steel. *Surface and Coatings Technology*, 113, 36-43.
- Arun Kumar, S. K. Bhola, Jyotsna Dutta Majumdar. (25 de April de 2012). Microstructural characterization and surface properties of zinc phosphated medium carbon low alloy steel. *Surface and Coatings Technology*, 206, 3693-3699.
- B. Ramezanzadeh, H. Vakili, R. Amini. (25 de October de 2015). Improved performance of cerium conversion coatings on steel with zinc phosphate post-treatment. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 30, 225-233.
- Biao Lv, Zhenfeng Hu, Xiaohe Wang, BinshiXu. (25 de May de 2015). Electrodeposition of nanocrystalline nickel assisted by flexible friction from an additive-free Watts bath. *Surface and Coatings Technology*, 270, 123-131.
- Dimitra Kourtidou, Dimitrios Chaliampalias, Christos Vogiatzis, Evangelia Tarani, Aikaterini Kamou, Eleni Pavlidou, Stefanos Skolianos, Konstantinos Chrissafis, George Vourlias. (2018). Deposition of Ni-Al coatings by pack cementation and corrosion resistance in high temperature and marine environments. *Corrosion Science*.
doi:<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.11.003>
- Dong Hoon Kam, Young Jae Choi, Yong Hoon Jeong. (January de 2018). Critical heat flux on downward-facing carbon steel flat plates under atmospheric condition. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 90, 22-27.
- E. P. Banczek, P. R. P. Rodrigues, I. Costa. (4 de December de 2006). Investigation on the effect of benzotriazole on the phosphating of carbon steel. *Surface and Coatings Technology*, 201, 3701-3708.
- Eni Sugiarti, Fredina Destyorini, Kemas A. Zaini, Yongming Wang, Naoyuki Hashimoto, Somei Ohnuki, Shigenari Hayashi. (15 de March de 2015). Characterization of Ni-based coatings on carbon steel by electron microscopy. *Surface and Coatings Technology*, 265, 68-77.
- F. Askari, E. Ghasemi, B. Ramezanzadeh, M. Mahdavian. (August de 2015). The corrosion inhibitive properties of various kinds of potassium zinc phosphate pigments: Solution phase and coating phase studies. *Progress in Organic Coatings*, 85, 109-122.
- F. Askari, E. Ghasemi, B. Ramezanzadeh, M. Mahdavian. (January de 2016). Synthesis and characterization of the fourth generation of zinc phosphate pigment in the presence of benzotriazole. *Dyes and Pigments*, 124, 18-26.
- G. Roventi, R. Cecchinib, A. Fabrizi, T. Bellezze. (25 de August de 2015). Electrodeposition of nickel-zinc alloy coatings with high nickel content. *Surface and Coatings Technology*, 276, 1-7.
-

- Ignacio Tudela, Yi Zhang, Madan Pal, Ian Kerr, Timothy J. Mason, Andrew J. Cobley. (25 de February de 2015). Ultrasound-assisted electrodeposition of nickel: Effect of ultrasonic power on the characteristics of thin coatings. *Surface and Coatings Technology*, 264, 49-59.
- Kim, Hong Hyun Son Uiju Jeong Gwang Hyeok Seo Sung Joong. (February de 2016). Oxidation effect on the pool boiling critical heat flux of the carbon steel substrates. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 93, 1008-1019.
- Loto, Roland Tolulope. (March de 2018). Surface coverage and corrosion inhibition effect of Rosmarinus officinalis and zinc oxide on the electrochemical performance of low carbon steel in dilute acid solutions. *Results in Physics*, 8, 172-179.
- Morteza Alizadeh, Simin Narouei. (25 de January de 2019). Properties of Ni-Ni₃Si composite coatings prepared by electrodeposition and subsequent heat treatment. *Journal of Alloys and Compounds*, 772, 565-572.
- Raymund Singleton, Eric Singleton. (2012). Fundamentals of Barrel Plating. *Metal Finishing*, 110, 39-41.
- Uttam K. Chanda, Ajay Behera, Sudesna Roy Soobhankar Pati,. (27 de December de 2018). Evaluation of Ni-Cr-P coatings electrodeposited on low carbon steel bipolar plates for polymer electrolyte membrane fuel cell. *International Journal of Hydrogen Energy*, 43, 23430-23440.
- Wei Zhuo, Lida Shen, Mingbo Qiu, Zong jun Tian, Wei Jiang. (15 de January de 2018). Effects of flexible friction on the properties of nanocrystalline nickel prepared by jet electrodeposition. *Surface and Coatings Technology*, 333, 87-95.
- X. J. Lu, Z. D. Xiang. (15 de January de 2017). Formation of chromium nitride coatings on carbon steels by pack cementation process. *Surface and Coatings Technology*, 309, 994-1000.
- Zhaoxia Ping, Guoan Cheng, Yedong He. (2010). Mechanically Assisted Electroless Barrel-plating Ni-P Coatings Deposited on Carbon Steel. *Journal of Materials Science & Technology*, 26, 945-950.