

RECUBRIMIENTOS PROTECTORES APLICADOS MEDIANTE REDUCCIÓN QUÍMICA PARA ACEROS

María Alonso-González^{1,2,*}, Mercedes Jiménez-Rosado¹, Víctor Manuel Pérez-Puyana¹, Alicja Stankiewicz²

¹ *Departamento de Ingeniería Química, Universidad de Sevilla, Sevilla.*

² *Edinburgh Napier University. The School of Engineering & the Built Environment.*

E-mail de correspondencia: maralonso@us.es

Resumen

Científicos de todo el mundo trabajan para lograr formas más eficientes de proteger los metales de la corrosión. Una de las formas más empleadas por mejorar otras propiedades además de la resistencia a la corrosión en aceros, es la reducción química de níquel. Cuando se emplea hipofosfito como agente reductor en este proceso, se desarrollan recubrimientos cuyas propiedades pueden mejorarse aún más tras un tratamiento térmico. Para evitar los problemas asociados a estos tratamientos, se pueden codepositar durante el mismo proceso partículas cerámicas duras que proporcionan a la pieza las propiedades deseadas en la deposición. Este trabajo tiene como objetivo diseñar un procedimiento adecuado para el desarrollo de recubrimientos de níquel, fósforo y nanopartículas de ceria en aceros.

1. Introducción

Proteger los metales contra la corrosión es de muy importante y, para ello, existen infinidad de métodos entre los que es posible destacar los recubrimientos protectores por su elevada eficacia. Uno de los procesos más empleados para desarrollar recubrimientos protectores es la reducción química, que implica la introducción del sustrato en una solución (baño) que contenga iones del metal que compondrá el recubrimiento además de un agente reductor de forma que estos iones son reducidos a metal en la superficie del sustrato sin necesidad de corriente eléctrica.

La reducción química de níquel empleando hipofosfito como agente reductor es de los procesos más empleados para dar lugar a recubrimientos con elevadas propiedades superficiales (Alberth, 1979). Estos recubrimientos se pueden mejorar para englobar otras aplicaciones. En este sentido, una de las principales líneas de investigación es la codeposición de nanopartículas cerámicas de elevada dureza. En estudios recientes se ha demostrado que la adición de nanopartículas de ceria

(CeO₂) da lugar a recubrimientos protectores de alta dureza (Jin, Jiang, y Zhang, 2008) aunque se requiere más conocimiento del proceso para optimizar las condiciones de procesado y las propiedades de los recubrimientos obtenidos. Con este objetivo, en este trabajo se desarrollan recubrimientos protectores de níquel, fósforo y nanocería sobre la superficie de aceros mediante tres métodos diferentes para la adición de la fase cerámica. El éxito de los procesos vendrá dado por la eficiencia de obtención de los recubrimientos y las propiedades de estos.

2. Materiales y métodos

2.1. Composición y condiciones del baño

La composición del baño incluye una fuente de iones de níquel (NiO₄S·6H₂O), un agente reductor (H₂NaO₂P·H₂O) y un agente complejante (C₆H₅Na₃·2H₂O), todos ellos en concentraciones adecuadas según la literatura. Ningún otro reactivo se tuvo en cuenta aunque en estudios similares otras sustancias como reguladores del pH y aceleradores son añadidas frecuentemente. Dada la composición, el valor del pH (8,0, ajustado empleando NaOH y HCl) y temperatura (70 °C) fueron escogidas como aquellas que daban una mayor estabilidad al baño.

2.2. Procesos de recubrimiento

En estas condiciones de referencia se depositaron recubrimientos únicamente de níquel y fósforo (Ni-P) para posteriormente seguir el mismo protocolo para la codeposición de nanocería. La fase cerámica se añadió de tres formas diferentes: en forma de nanopartículas, nanodispersión y sol, siempre en la misma concentración dada por Balaraju (2003).

2.3. Caracterización de los recubrimientos

En primer lugar se midió el grosor de los recubrimientos para calcular la velocidad de deposición. A continuación, la morfología y composición de los mismos fueron evaluadas empleando el microscopio de barrido electrónico (SEM) y análisis de rayos X (EDX). Finalmente, la dureza de los recubrimientos, su resistencia a la abrasión y a la corrosión fueron evaluados.

3. Resultados y discusión

En la Tabla 1 se muestran los resultados obtenidos para cada uno de los procesos para las velocidades de deposición, composición y dureza. Como se puede apreciar, solo se incluyen dos procesos con nanocería además del recubrimiento de referencia

pues el baño con la adición de ceria en forma de sol no resultó en deposición. El proceso con mayor velocidad de deposición es el correspondiente a la adición de nanopartículas seguido por el de referencia y finalmente el llevado a cabo con nanodispersión, que resultó ser el más lento. En cuanto a la composición (el contenido no indicado corresponde a Ni y O), el único proceso que dio lugar a la deposición de la fase cerámica fue el que incluía la nanodispersión con un contenido en Ce del 6.8 wt. % y en P ligeramente superior al de referencia. La adición de nanopartículas no causó la deposición de Ce pero aumentó el contenido en P del 3.2 al 5.2 wt.%. El efecto sobre la morfología se puede observar en la Figura 1 donde se ve que las nanopartículas parecen aportar sitios para la nucleación resultando en un tamaño de grano menor en comparación con el recubrimiento de referencia. Por el contrario, la nanodispersión no afina el tamaño de grano además de producir pequeños depósitos en sus superficies. Aquí es donde se ve que los parámetros escogidos resultan en un proceso de codeposición diferente que se hace patente en la morfología de los depósitos obtenidos pues difieren considerablemente de los obtenidos por Balaraju (2003).

Tabla 5. Velocidad de deposición, composición y dureza de los distintos procesos.

Recubrimiento	Ni-P	Ni-P/CeO ₂ nanopartículas	Ni-P/CeO ₂ nanodispersión
Velocidad de deposición (mm/min)	0,175	0,233	0,058
Composición P (wt. %) Ce (wt. %)	3,2 -	5,2 0,1	3,7 6,8
HV	469	327	318

Fuente: elaboración propia.

Siguiendo con las propiedades mecánicas, la dureza disminuye cuando aumenta el contenido de P de los depósitos (baño con nanopartículas), como cabe esperar según la literatura (Jin *et al.*, 2008). Por el contrario, la deposición de nanocería nos lleva a un resultado similar al del proceso de codeposición, es decir, por debajo del resultado de referencia siendo el contenido en P similar, lo que no era el resultado esperado. La resistencia a la abrasión sigue un comportamiento similar al de la dureza, como cabe esperar para este tipo de materiales sin diferencias significativas en los índices de abrasión obtenidos, por ello no se muestran explícitamente. Finalmente, la resistencia a la corrosión se evaluó mediante la observación de los recubrimientos sometidos a unas condiciones corrosivas durante 48 h. Las primeras muestras en fallar fueron las correspondientes al baño con nanodispersión, es decir, aquellas con ceria. De nuevo la codeposición no resulta en una mejora de los recubrimientos.

Posteriormente comenzaron a ser visibles marcas de corrosión en los recubrimientos de referencia quedando los recubrimientos con alto contenido en P, es decir, los correspondientes al baño con nanopartículas, intactos. Como era de esperar, estos últimos presentan la mayor resistencia.

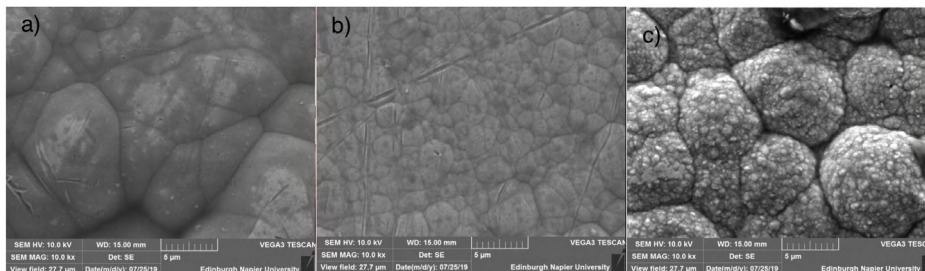


Figura 1. Imágenes SEM de los recubrimientos de a) Ni-P b) Nanopartículas de Ni-P/CeO₂ c) Nanodispersión de Ni-P/CeO₂.

Fuente: elaboración propia.

4. Conclusiones

Se concluye que los parámetros escogidos para el desarrollo del proceso no eran los adecuados para la codeposición de nanocería distribuida sobre la matriz conteniendo níquel y fósforo ya que las propiedades medidas no mejoran las del recubrimiento de referencia.

Agradecimientos

Los autores agradecen el tiempo y dedicación de Alicja supervisando el trabajo en todo momento así como las becas predoctorales de Víctor M. Pérez Puyana (VPPI-US) y de Mercedes Jiménez Rosado (FPU17/01718).

Referencias bibliográficas

- Alberth, W.** (1979). *Chemical (Electroless) Nickel Plating*. GALVANOTECHNIK.
- Balaraju, J.** (2003). Electroless Ni-P composite coatings. *Journal of Applied Electrochemistry*, 33, 807–816. <https://doi.org/10.1023/A:1025572410205>
- Jin, H. M., Jiang, S. H., y Zhang, L. N.** (2008). Microstructure and corrosion behavior of electroless deposited Ni-P/CeO₂ coating. *Chinese Chemical Letters*, 19(11), 1367-1370. <https://doi.org/10.1016/j.ccllet.2008.06.040>