

JIFI2018

JORNADAS DE INVESTIGACIÓN ENCUENTRO ACADÉMICO INDUSTRIAL

FACULTAD DE INGENIERÍA UCV

23 - 26 DE OCTUBRE

INVESTIGACIÓN + DESARROLLO + INNOVACIÓN

OPTIMIZACIÓN DE LAS CONDICIONES TÉRMICAS PARA LA OBTENCIÓN DE FASES FOSFURADAS EN RECUBRIMIENTOS NÍQUEL FOSFORADO

Nelson Gomes¹, Susana Pinto-Castilla²

¹Unidad de Control y Gestión de Desechos Químicos, Centro de Química “Dr. Gabriel Chuchani”, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas – IVIC, Venezuela. Email: bureta2001@hotmail.com.

²Laboratorio de Fisicoquímica de Superficies, Centro de Química “Dr. Gabriel Chuchani”, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas – IVIC, Venezuela. Email: cspc99@gmail.com.

El recubrimiento “Níquel Fosforado o Electroless Nickel Phosphorous–ENP” genera un tipo de material usado ampliamente en diferentes áreas industriales para la protección de superficies metálicas en aspectos como la corrosión, abrasión y desgaste, entre otros; brindado además dureza superficial [1]. El uso de este recubrimiento como un catalizador en reacciones de hidrodecloración plantea grandes retos, debido a la fuerte dependencia de sus propiedades con respecto a la composición química del baño de deposición [2]. Características como el contenido de fósforo, rugosidad y espesor de capa son definidas por condiciones como el pH y la temperatura [3-6]. El presente trabajo forma parte de una serie de estudios orientados a la optimización del recubrimiento como catalizador, al buscar la modificación de la superficie del ENP para obtener un material con una actividad catalítica mejorada y con estabilidad en el tiempo, manteniendo la selectividad hacia la decloración completa.

Esta opción se plantea por la capacidad del ENP de generar fosfuros de níquel cuando es sometido a un tratamiento térmico durante un tiempo específico, resultando en la formación de ciertas fases que han sido reportadas por ser activas catalíticamente hacia reacciones de hidrodecloración como lo son el Ni_2P , Ni_3P y Ni_{12}P_5 , además de formar varias fases de níquel cristalino [7-10]. Para ello se realizaron varios experimentos en los cuales se sometieron probetas de aluminio recubiertas con ENP a tres temperaturas distintas (250, 300 y 325 °C), así como a tres tiempos diferentes de calentamiento (1,5, 3 y 5 h), empleando para ello un equipo de reacción en flujo continuo con un caudal de hidrógeno de 100 ml min^{-1} y a presión atmosférica. El desarrollo de las fases cristalinas se siguió por Difracción de Rayos-X.

Los resultados obtenidos indican que el cambio de temperatura entre 250 y 325 °C produce una variación en las fases obtenidas en la capa, que va desde Ni_2P , Ni_3P , Ni_{12}P_5 y Ni para 250 °C (Figura 1.A) hasta Ni_3P y Ni para 325 °C (Figura 1B), lo cual indica que una pequeña variación en la temperatura (no mayor de 75 °C) genera modificaciones importantes en el material, desde el punto de vista de composición de fases cristalinas. Dichos cambios se observan con mayor detalle en la figura 2.A, en la cual se hace una comparación total de todos los difractogramas obtenidos, apreciándose como las fases Ni_2P y Ni_{12}P_5 van desapareciendo mientras se intensifican las intensidades de las señales de Ni y Ni_3P , en la medida que se aumenta la temperatura.

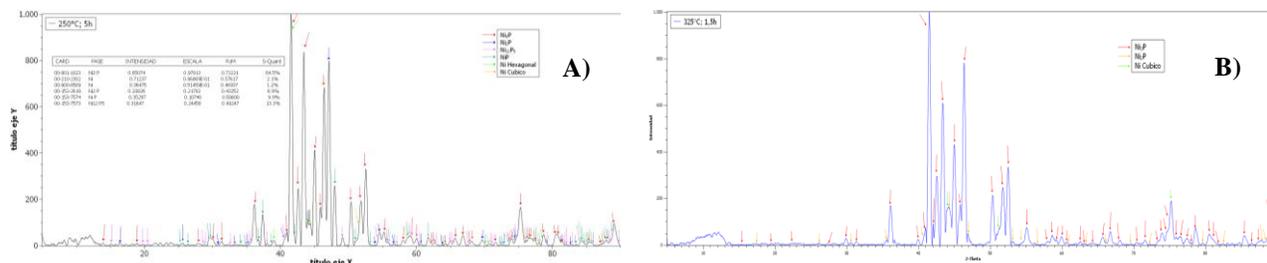
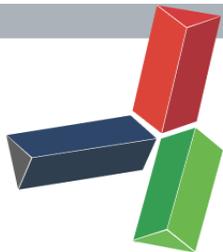


Figura 1. Identificación de fases cristalinas. A) Tratamiento de 5 horas a 250 °C B) Tratamiento de 1,5 horas a 325 °C

Otro resultado importante, es la diferencia que se observa en los difractogramas al ser comparados para una misma temperatura a diferentes tiempos de calentamiento. Se observa una diferencia significativa en algunas de las señales



JIFI2018

JORNADAS DE INVESTIGACIÓN ENCUENTRO ACADÉMICO INDUSTRIAL

FACULTAD DE INGENIERÍA UCV

23 - 26 DE OCTUBRE

INVESTIGACIÓN + DESARROLLO + INNOVACIÓN

características para las fases de Ni_2P y de $Ni_{12}P_5$, las cuales aumentan su intensidad en la medida en que el tiempo es mayor, obteniéndose señales más definidas e intensas.

De los resultados obtenidos se concluyó que la temperatura de trabajo idónea es a 250 °C, con un tiempo de tratamiento de 5 horas, ya que permite obtener las tres fases de fosfuros de níquel que son catalíticamente activas, garantizando una transformación completa del recubrimiento hacia estructuras cristalinas bien definidas.

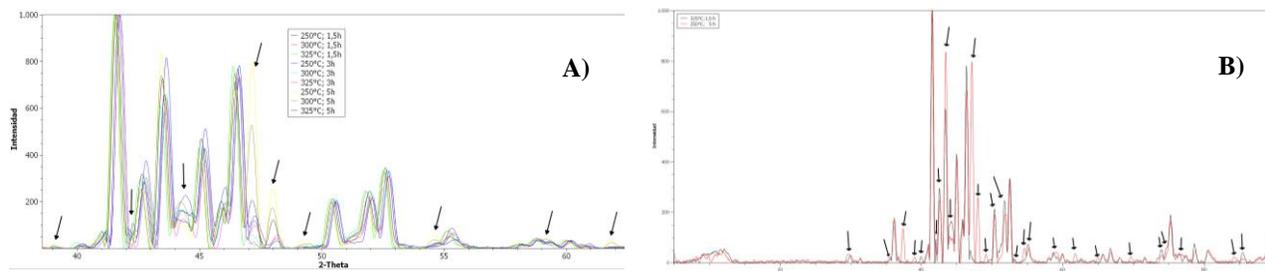


Figura 2.A) Comparativo total de difractogramas B) Comparativo a condiciones tope y fondo de tratamiento térmico

REFERENCIAS

- [1] Agarwala, R. C., Agarwala, V. 2003. Electroless alloy/composite coatings: A review. *Sadhana*. 28(3-4): 475-493.
- [2] Gomes N. 2018. Estudio de la actividad catalítica del recubrimiento “níquel fosforado” soportado en monolitos metálicos hacia reacciones de hidrodecloración (HDCI). Tesis maestría. Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas - IVIC.
- [3] Agarwala RC, Ray SZ. 1988. Variation of structure in electroless Ni-P films with phosphorous content. *Zeitschrift fuer Metallkunde/Materials Research and Advanced Techniques*. 79(7): 472-475.
- [4] Narayanan, T. S., Baskaran, I., Krishnaveni, K., Parthiban, S. 2006. Deposition of electroless Ni-P graded coatings and evaluation of their corrosion resistance. *Surface and Coatings Technology*. 200(11): 3438-3445.
- [5] Riddle, Y. W., McComas, C. E. 2005. Advances in Electroless Nickel-Boron Coatings: Improvements to Lubricity and Wear Resistance on Surfaces of Automotive Components (No. 2005-01-0615). SAE Technical Paper.
- [6] Parker, K. 1974. Hardness and wear resistance tests of electroless Ni deposits. *Plating*. 61(9): 834-841.
- [7] Rajam KS, Rajagopal I, Rajagopalan SR, Viswanathan B. 1993. DSC, X-ray and magnetic studies on electroless Ni-P films grown in alkaline ethanalamine baths. *Materials Chemistry and Physics*. 33: 289-297.
- [8] Apachitei UI, Duszczyc J. 2000. Autocatalytic nickel coatings on aluminium with improved abrasive wear resistance. *Surface and Coatings Technology*. 132: 89-98.
- [9] Antonelli SB, Allen TL, Johnson DC, Dubin VM. 2005. Crystallization Behavior of Ni-P Alloy Films on Co and Cu Seed Layers. *Journal of The Electrochemical Society*, 152(9): J120-J124.
- [10] Keong KG, Sha W, Malinov S. 2002. Crystallisation kinetics and phase transformation behaviour of electroless nickel-phosphorus deposits with high phosphorus content. *Journal of Alloys and Compounds*. 334: 192-199.