



**COMUNICACIONES**

SECRETARÍA DE INFRAESTRUCTURA, COMUNICACIONES Y TRANSPORTES



# Obtención de recubrimientos anticorrosivos base Níquel en placas paralelas para el sector transporte

---

Abraham López Miguel  
Jose Trinidad Pérez Quiroz  
Maura Arroyo Olvera

Publicación Técnica No. 728  
**Querétaro, México**  
**2023**

ISSN 0188-7297



Esta investigación fue realizada en la Coordinación de Ingeniería Vehicular e Integridad Estructural del Instituto Mexicano del Transporte, por el Dr. Abraham López Miguel, Dr. Jose Trinidad Pérez Quiroz y la Ing. Maura Arroyo Olvera. Investigadores del Instituto Mexicano del transporte adscritos a la especialidad de materiales alternativos

Esta investigación es el estudio preliminar del proyecto de investigación interna El 14/22 “Desarrollo de recubrimientos anticorrosivos base níquel como alternativa al uso de galvanizado para el sector transporte y estructuras metálicas expuestas en ambientes marinos”.

Se agradece la colaboración del Dr. Raúl Ortega Borges, investigador del Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica por las facilidades otorgadas para el desarrollo de ensayos en su laboratorio, así como también se agradece al Dr. Carlos Alberto González Rodríguez Coordinador del programa de Doctorado en Ciencia de Materiales, Maestro en Ingeniería José Antonio Juanico Loran ambos de la Universidad Politécnica del Valle de MEXICO, por brindar el apoyo para realizar los ensayos de DRX, así también se agradecen lo comentarios y observaciones a este trabajo realizadas por el Dr. Francisco Javier Carrión Viramontes, Jefe de División de la Coordinación de Ingeniería Vehicular e Integridad Estructural.



# Tabla de Contenido

---

	Página
Sinopsis.....	v
Abstract.....	vii
Introducción.....	1
1. Aspectos generales.....	3
1.1 Corrosión .....	3
1.2 Aspectos generales en recubrimientos de Níquel .....	6
1.2.1 Mecanismo general de electrodeposición.....	6
1.2.2 Características principales de los depósitos de Níquel .....	7
1.2.3 Caracterización del baño electrolítico por Celda Hull .....	8
2. Metodología.....	13
2.1 Caracterización del sustrato.....	13
2.2 Caracterización por Celda Hull .....	14
2.2.1 Diseño experimental.....	14
2.2.2 Preparación del baño electrolítico tipo Watts.....	14
2.3 Caracterización por placas paralelas.....	16
2.4 Caracterización del recubrimiento.....	17
2.4.1 Caracterización Física.....	17
2.4.2 Caracterización Química.....	18
3. Resultados y análisis .....	19
3.1 Caracterización del sustrato (Limpieza).....	19
3.1.1 Resultados de composición química del sustrato.....	19
3.2 Resultados de caracterización por celda Hull.....	19
3.3 Resultados de caracterización por placas paralelas.....	23
3.3.1 Caracterización física y química antes del recubrimiento.....	23

3.4 Caracterización del recubrimiento (morfología y composición química).....	26
3.4.1 Resultados de caracterización física (morfología) .....	26
3.4.2 Resultados de caracterización química .....	29
Conclusiones.....	33
Bibliografía .....	35

## Sinopsis

---

En este trabajo se presentan los resultados preliminares del estudio para la obtención y caracterización de recubrimientos electroquímicos base níquel sobre sustratos de acero al carbono, específicamente rondanas.

Los factores experimentales analizados fueron densidad de corriente y tiempo aplicado, mediante los cuales se pudieron obtener condiciones estables del baño electroquímico durante la formación del recubrimiento sobre el sustrato.

El adecuado diseño de la celda electroquímica (volumen, distancia y posición de los ánodos Vs sustrato), favoreció el logro de resultados reproducibles para la obtención de recubrimientos níquel-cobalto-boro.

Las condiciones de obtención del recubrimiento por vía electroquímica, permiten obtener recubrimientos homogéneos, de tipo granular y con buena adherencia. Sin embargo, es importante obtener diseños de celdas electroquímicas para diferentes piezas como tornillos, birlos y tuercas.

Los resultados preliminares sugieren que el recubrimiento base níquel, presenta buenas propiedades físicas y anticorrosivas.



# Abstract

---

This report presents the preliminary results of the study to obtain and characterize nickel-based electrochemical coatings on carbon steel substrates, specifically washers.

The experimental factors analyzed were current density and time, through which stable conditions of the electrochemical bath could be obtained during the formation of the coating on the substrate.

The adequate design of the electrochemical cell (volume, distance and position of the anodes vs. substrate), favored the achievement of reproducible results for obtaining nickel-cobalt-boron coatings.

The conditions for obtaining the electrochemical coating allow obtaining homogeneous, granular-type coatings with good adhesion. However, it is important to obtain electrochemical cell designs for different parts such as screws, studs, and nuts.

Preliminary results suggest that the nickel-based coating has good physical and anticorrosive properties.



# Introducción

---

La corrosión es la causa natural de la alteración, deterioro y desgaste de las piezas metálicas sintetizadas por el hombre. La norma ASTM G 193 la define como la reacción química o electroquímica entre un material, usualmente un metal y su medio ambiente, que produce un deterioro del material y de sus propiedades.

Cuando el metal se encuentra embebido en concreto, los productos de corrosión generan una presión de aproximadamente 490 MPa en el concreto generando fisuras en el mismo, lo cual facilita el transporte de iones agresivos a la superficie del acero, acelerando así su proceso de corrosión (Parthiban GT, 2008). El proceso de corrosión del acero embebido en estructuras de concreto está ligado a diversos fenómenos de naturaleza electroquímica, estos pueden ser acelerados por la presencia de agentes agresivos externos del ambiente, o internos, los cuales están incorporados en el concreto desde su fabricación.

Una característica de las estructuras que presentan alto riesgo de corrosión, son las expuestas en ambientes con alto contenido de iones cloruro ( $\text{Cl}^-$ ), por ejemplo, los expuestos en zonas marinas debido a su elevada concentración del ión cloruro ( $\text{Cl}^-$ ). También cantidades significativas de iones magnesio ( $\text{Mg}^{2+}$ ) y sulfatos ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) (Guangling song, 1998 y Bermúdez, 2007).

En este informe los resultados preliminares sugieren que el recubrimiento base níquel, el cual ha presentado buenas propiedades anticorrosivas que lo promueve como material de ánodo en sistemas de protección catódica por corriente impresa, una de sus propiedades a resaltar es su alta resistencia a la corrosión.



# 1. Aspectos generales

---

## 1.1 Corrosión

El concepto corrosión es definido de diversas formas, entre ellas destacan que la corrosión:

- ⇒ *Es un proceso de naturaleza electroquímico referido principalmente a metales, este involucra reacciones de oxidación (ánodo) y reducción (cátodo), una pérdida y ganancia de electrones.*
- ⇒ *Es una reacción química o electroquímica entre un material, usualmente un metal y su ambiente, que produce un deterioro del material y de sus propiedades, ASTM G 193.*
- ⇒ *Es el desgaste que sufre una superficie metálica cuanto se expone a ambientes reactivos (Morgan 1993).*
- ⇒ *Es el resultado de la interacción entre un metal y el ambiente que resulta en una destrucción gradual.*
- ⇒ *Es el ataque destructivo de un metal por una reacción química o electroquímica con el ambiente.*

De manera general, dicho concepto se puede agrupar considerando la corrosión como la interacción del metal con el medio que le rodea, ésta ocurre no solamente cuando un material de naturaleza predominante metálica se encuentra expuesto al medio ambiente, sino también como efecto de la interacción con el medio que le rodea.

El proceso de corrosión está presente en la mayoría de materiales metálicos que se encuentren expuestos al ambiente, como se presenta en la Tabla 1.1 Estos tipos de corrosión se clasifican de acuerdo con el mecanismo que sucede, apariencia del daño y de las condiciones que lo favorecen.

**Tabla 1.1 Presencia de corrosión en materiales metálicos en diferentes medios**



a) Corrosión del acero embebido en concreto.



b) Corrosión metálica de estructuras metálicas expuestas a la intemperie



c) Corrosión en cascos de embarcaciones.



d) Corrosión en piezas de maquinaria industrial



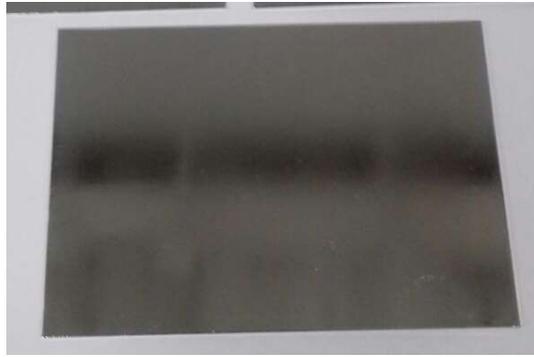
e) Corrosión en rieles de ferrocarril



f) Corrosión en piezas de fijación de soporte para anclaje de embarcaciones

Fuente: a), b), c), d) y f) autor, e) <https://www.google.com/search?q=google+photos+corrosion>

Los métodos de protección contra la corrosión están en función de la superficie a proteger, por ejemplo, en estructuras de acero en concreto se emplean los sistemas de protección catódica por corriente impresa y por ánodos galvánicos, en piezas de equipos que están expuestas en ambientes agresivos se utilizan recubrimientos metálicos y de pintura (Figura 1.1).



**Figura 1.1 Recubrimiento metálico como protección contra la corrosión**

En obras de alto impacto, la instalación de servicios (agua, luz, gas, etc.,) es una necesidad constante, por lo que muchos de estos servicios se instalan sobre la estructura original de concreto (Ver Figura 1.2). Estas instalaciones se fijan con birlos, tuercas y piezas de unión normalmente galvanizadas.



**Figura 1.2 Instalación horizontal de ducto de gas, en muelle de descarga, instalación con ángulos y tuercas y birlos fijados a la pantalla del muelle**

Como es de esperarse, al estar sometidas a condiciones de alta temperatura y presencia de iones cloruro ( $\text{Cl}^-$ ), estas piezas presentan problemas de corrosión en periodos cortos de tiempo de servicio.

Uno de los métodos contra la corrosión mayormente empleados es el recubrimiento metálico, este consiste en recubrir la superficie que se desea proteger con una capa de metal lo más compacta y adherente posible al sustrato.

En trabajos anteriores se ha encontrado y reportado que los recubrimientos base níquel presentan diversas propiedades, entre ellas su alta resistencia a la corrosión. Esta propiedad ha sido mejorada y reportada

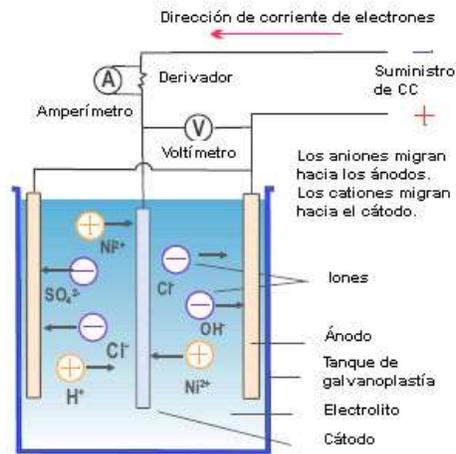
(A. López Miguel 2021), su método de obtención por vía electrolítica y la fácil adquisición de los precursores (reactivos químicos) la colocan como una opción viable para ser aplicada en este campo.

## 1.2 Aspectos generales en recubrimientos de Níquel

### 1.2.1 Mecanismo general de electrodeposición

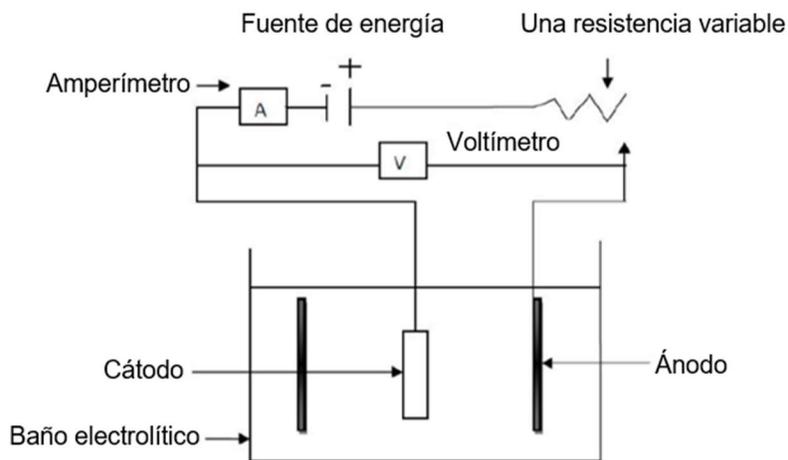
En la Figura 1.3 y 1.4 se presenta un esquema de los elementos de una celda de electrodeposición. La reducción/deposición del catión metálico del Níquel se lleva a cabo en el electrodo llamado cátodo y la disolución de una placa de níquel (ánodo proveedor de iones de Níquel). Este es necesario para mantener la concentración constante de iones  $\text{Ni}^{2+}$  en el baño electrolítico.

El electrolito proporciona la conductividad necesaria entre los dos electrodos y el espesor del depósito de níquel estarán sujetos al tiempo de inmersión de los electrodos en el baño electrolítico, de igual forma los parámetros que influyen directamente en el proceso son las propiedades eléctricas, térmicas y químicas del baño electrolítico.



Fuente: Adaptado de [http://www.sapiensman.com/tecnoficio/electricidad/eletrolisis\\_1.php](http://www.sapiensman.com/tecnoficio/electricidad/eletrolisis_1.php)

Figura 1.3 Proceso de electrolisis



Fuente: Paula 2017

**Figura 1.4 Diagrama del proceso de electrodeposición de Níquel**

El mecanismo de reducción global de níquel reportado muestra que se reduce de Ni (II) a Ni (0), a un potencial de -0.25 V:



## 1.2.2 Características principales de los depósitos de Níquel

Las principales características de las que depende la calidad de los recubrimientos de níquel, mencionadas por Mordechay y Paunovic (Paunovic & Schlesinger, 2010) son las siguientes:

- a) **Espesor:** los espesores obtenidos en la electrodeposición, están sujetos al tiempo inmersión del electrodo y la corriente aplicada. Esta definición está fundamentada en la Ley de Faraday (Bard 2022):

$$m = 1.095 (a)(I)(t)$$

Donde, (m) es la masa depositada, (a) es la eficiencia de la corriente, (I) es la corriente en amperes y (t) es el tiempo de la corriente que fluye en horas.

- b) **Corriente:** La densidad de corriente está en función de la geometría de la pieza a recubrir, la forma en cómo está ubicado con respecto al ánodo y las dimensiones del sistema de electrodeposición. Las zonas con una mayor exposición, particularmente son las aristas y las zonas puntiagudas, las cuales tienen un elevado número de líneas de corriente, por el contrario, las menos expuestas conllevan a menores líneas de corriente.

- c) *Poder de penetración*: Esta característica tiene una relación muy completa entre la distribución de corriente y la cantidad del depósito, cuando una disolución presenta un elevado poder de penetración, el espesor de los depósitos será equivalente a la del metal tanto en las zonas más expuestas como en las ocluidas.
- d) *Estrés interno*: Durante el proceso de electro cristalización o deposición de impurezas como, el hidrógeno y el azufre generan fuerzas creadas en los depósitos como resultado de ello. Generalmente no es deseado, ya que existen casos en el que los depósitos tienen poca adherencia y un aspecto poco vistoso.
- e) *Adhesión*: Para lograr una adhesión significativa, se recurre a una limpieza extrema, sea química o física sobre la superficie del depósito. Una excelente adhesión se presenta a través del sustrato cuando es continuo y sin interrupción con la red del depósito, sin embargo, se le considera una buena adhesión cuando la fuerza del enlace es mayor que la de tensión.
- f) *Nivelación y "microthrowing power" (poder cubriente)*: Esta característica tiene la singularidad de formar un depósito homogéneo y uniforme, nivelando los defectos que tenga la superficie del sustrato, como, arañazos o agujeros, de esta forma los depósitos resultarán con una apariencia lisa (tersa). El "microthrowing power", es capaz de rellenar las grietas mediante el depósito del metal y rellena continuamente sin ninguna clase de nivelación (Paunovic 2010).

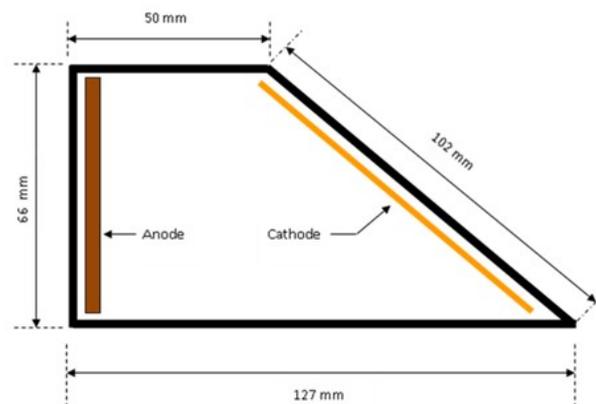
### **1.2.3 Caracterización del baño electrolítico por Celda Hull**

Richard O. Hull (1935) propuso estudiar los baños electrolíticos por medio de "Celda Hull" en baños electrolíticos a nivel industrial, esto favoreció la caracterización de parámetros descritos del inciso a al f en el punto 1.2.2. con mayor rapidez y permitía analizar el baño a diferentes densidades de corriente dentro de la misma prueba (Gabe: 2007). La celda es de forma trapezoidal (Ver Figura 1.5, celdas comerciales), en donde el cátodo (100 x 75 mm) se coloca de forma diagonal frente al ánodo (75 x 65 mm) (Ver Figura 1.5), permitiendo así diversos perfiles de densidad de corriente (Ver Figura 1.6) en una sola prueba. (García: 2019).



Fuente: Kocour 2022

**Figura 1.5 Tipos de Celdas Hull comerciales**



Fuente: García 2019

**Figura 1.6 Características dimensionales de la Celda Hull**

Este diseño de celda, permite obtener sobre un mismo cátodo su respuesta a diferentes densidades de corriente, ya que las mayores densidades de corriente se obtienen a 50 mm y las menores a 127 mm en el cátodo, esto reduce el número de ensayos para encontrar las condiciones óptimas del sistema y por lo tanto una idea clara de la influencia de las variables del proceso en la deposición electrolytica.

### 1.2.3.1 Cálculo de la densidad de corriente

La densidad de corriente es muy importante para lograr una electrodeposición metálica uniforme, esta constituye el parámetro que permitirá modificar de manera rápida y en tiempo real la estructura del

electrodepósito. El valor de la densidad de corriente se determina mediante el modelo matemático sugerido en la literatura (Dennis, 1993), este relaciona la densidad de corriente en función de la intensidad de la corriente aplicada (I) y la distancia medida sobre el cátodo en donde se encuentra la apariencia deseada (L), esto con la siguiente ecuación:

$$DC = I (5.103 - 5.238 \text{Log} (L))$$

Donde:

DC: Densidad de corriente (A/dm<sup>2</sup>)

I: Corriente total aplicada a la celda (A)

L: Distancia desde el borde del lado de alta corriente en la placa del cátodo (cm)

### **1.2.3.2 Zonas de densidad de corriente en un ensayo de deposición de Níquel en celda Hull**

Para el análisis de los resultados en el capítulo 3, es necesario tomar en cuenta los siguientes puntos:

El cátodo (lamina de latón) que tiene el recubrimiento se divide en tres zonas; la primera comprende la zona de alta densidad de corriente, es la zona más cercana al ánodo y representan los 3 primeros centímetros de distancia entre el borde izquierdo hacia el centro de la celda (Ver Figura 1.7).

La zona de baja densidad de corriente corresponde a los últimos 3 centímetros del cátodo, se denomina así por ser la parte más alejada del ánodo (Ver Figura 1.7).

Zona de densidad de corriente media, de brillo o de trabajo, es la parte central del cátodo, esta zona es la zona que se debe analizar ya que de esta depende directamente el comportamiento del baño a evaluar (Ver Figura 1.7).



Fuente: García 2019

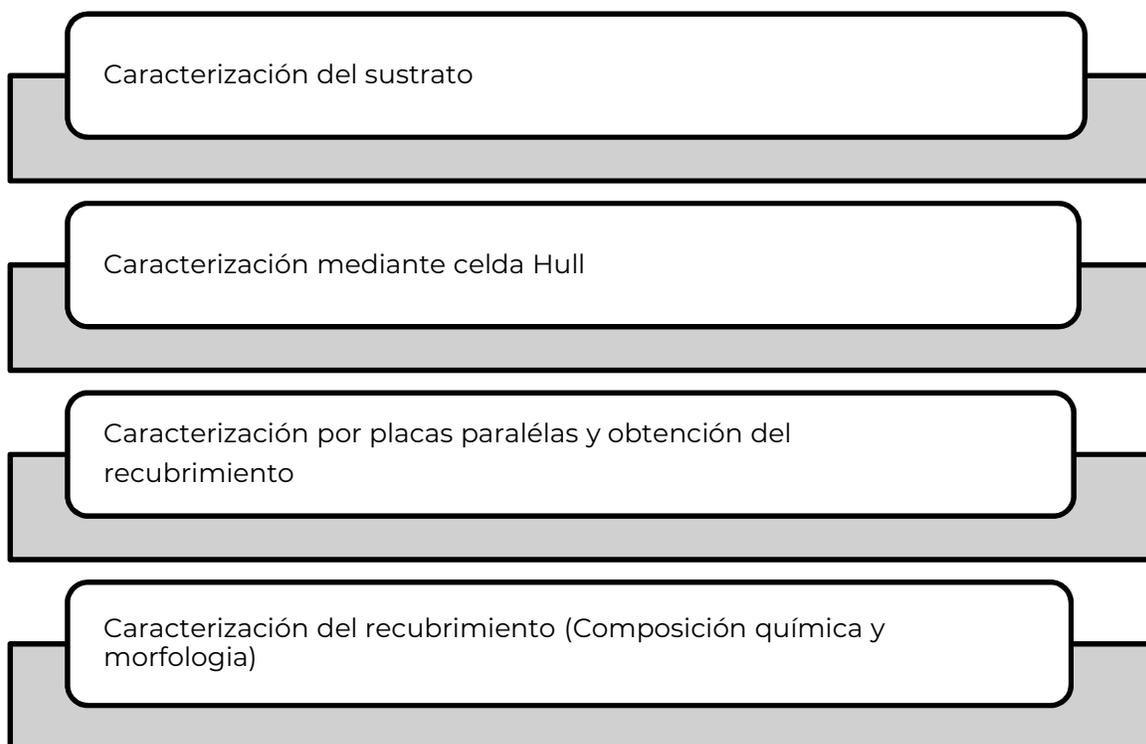
**Figura 1.7** Cátodo de latón en celda Hull indicando las diferentes zonas de densidad de corriente



## 2. Metodología

---

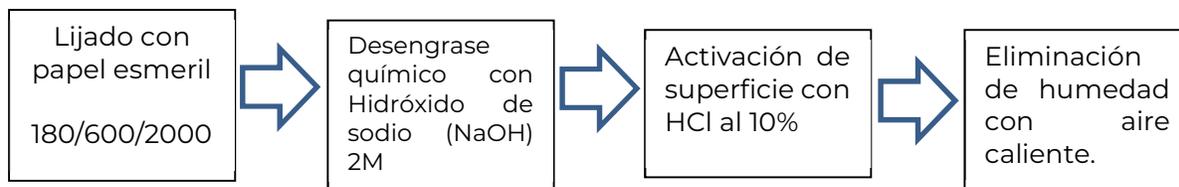
El Seguimiento del proyecto y actividades se realizó mediante los pasos que se describen en el siguiente diagrama de la Figura 2.1.



**Figura 2.1 Diagrama de la metodología experimental**

### 2.1 Caracterización del sustrato

Previa a la caracterización del sustrato, este es llevado a un proceso de limpieza con disoluciones alcalinas como desengrasante y ácidas para activación de la superficie, posteriormente a la eliminación de humedad en la superficie, esto puede ser mediante la aplicación de aire caliente. Como se describe en el diagrama siguiente (Figura 2.2):



**Figura 2.2 Diagrama de tratamiento de superficie para el sustrato**

La determinación del área geométrica es un factor importante en el diseño de experimentos, ya que esta permite determinar la densidad de corriente a aplicar en cada sustrato a recubrir.

Como se indicó anteriormente, el interés de este trabajo es obtener estos recubrimientos sobre sustratos rondanas, tuercas y tornillos. Sin embargo, en esta parte del trabajo se reporta únicamente sobre sustratos planos (rondanas).

## 2.2 Caracterización por Celda Hull

### 2.2.1 Diseño experimental

El diseño experimental considero los siguientes factores: corriente (3, 2 y 1 Amperes) y tiempo (5, 10 y 15 minutos) considerando constante la temperatura del baño 45°C y la relación de concentración de las sales precursoras  $[\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]/[\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 50\%$  en peso. Obteniendo la siguiente matriz experimental (Tabla 2.1):

**Tabla 2.1 Diseño experimental para ensayos en celda Hull**

Corriente (I) Amperes	Tiempo (t) (min)
3	10
2	5
1	10

### 2.2.2 Preparación del baño electrolítico tipo Watts

El baño tipo Watts, se preparó con los reactivos mostrados en la tabla 2.2 a 45°C con agitación constante en una parrilla eléctrica (Figura 2.3). Una vez realizado el baño, este se dejó 24hr en reposo para alcanzar la estabilidad química del baño y después se realizaron los ensayos de deposición en la celda Hull.



**Figura 2.3 Preparación de baño tipo Watts a 45°C y pH 4 para los ensayos en celdas Hull**

Para la obtención de recubrimientos níquel-cobalto-boro se emplearon los siguientes reactivos y equipos. Tanto para para limpieza del sustrato y preparación del baño electrolítico tipo Watts.

**Tabla 2.2 Reactivos y equipos para la caracterización por celda Hull**

Reactivos	Equipos
-Hidróxido de Sodio (NaOH) (J.T Baker)	-Material básico de laboratorio (vasos de precipitado, agitadores magnéticos, termómetros, parrilla, etc.) -Fuente de poder de 4 Amperes y 12 Volts -Multímetro de alta impedancia -Medidor de pH y conductividad
-Ácido Clorhídrico (HCl) 0.1N (Karal)	
-Sulfato de Níquel ( $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (Meyer)	
-Sulfato de Cobalto ( $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (Meyer)	
-Cloruro de Níquel ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (Meyer)	
-Ácido Bórico ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) (Meyer)	
-Dimetilamino borano (DMA) (Sigma Aldrich)	
-Dodecilsulfato sódico ( $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ ) (Sigma Aldrich)	
-Cloruro de potasio (KCl) (J.T Baker)	
-Agua destilada de conductividad 3 microsiemens por centímetro ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )	

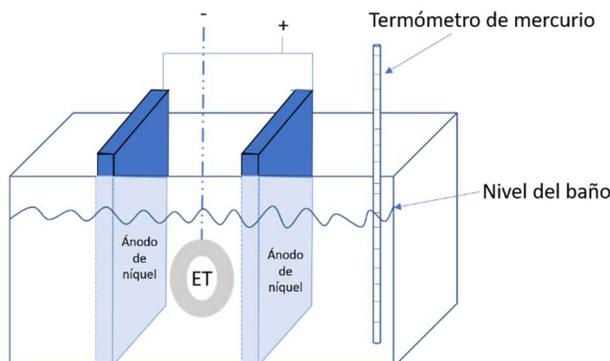
Las pruebas realizadas en este trabajo fueron en una celda Hull estándar de forma trapezoidal con control de temperatura y una capacidad de 267 ml (Fig. 2.4). En cada ensayo se realizaron pruebas de tiempo y amperaje aplicado. Los resultados obtenidos permiten definir condiciones operativas favorables en cuanto a densidad de corriente se refiere.



**Figura 2.4** Celda Hull de 267 ml con control de temperatura y agitación

## **2.3 Caracterización por placas paralelas**

La caracterización u obtención del recubrimiento por placas paralelas se realiza en una celda de vidrio horizontal de borosilicato de dimensiones 26 x 76 mm. Se utilizaron dos ánodos de níquel (separados a 3 cm) y rondanas de acero al carbono como electrodos de trabajo (ET) en un volumen de 30 ml de baño tipo watts. La temperatura del baño se mantuvo en el rango de 40 a 45°C y se monitoreo con un termómetro de mercurio (Ver Figura 2.5 y 2.6).



**Figura 2.5** Diseño de placa paralela para la obtención del recubrimiento en rondanas de 21 mm de diámetro exterior

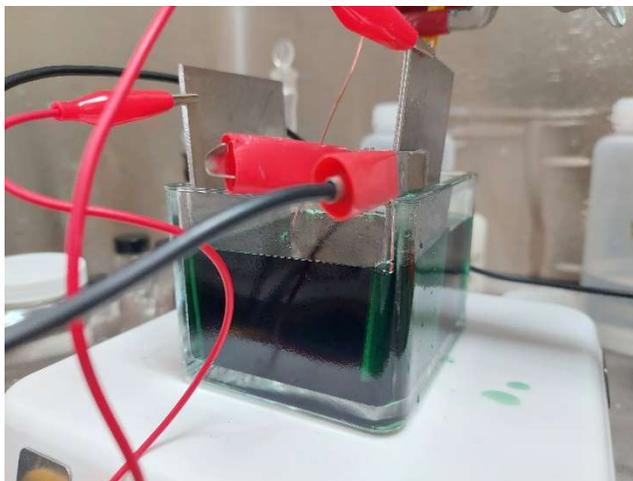


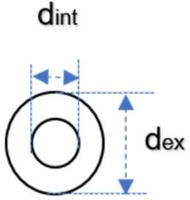
Figura 2.6 Montaje experimental de ensayo en placas paralelas

## 2.4 Caracterización del recubrimiento

La caracterización del recubrimiento se realizó por medio de técnicas físicas y químicas.

A continuación, se presentan las características (medidas y área geométrica) de los sustratos:

Tabla 2.3 Descripción de las piezas de unión ( $d_{int}$  = diámetro interior,  $d_{ext}$  = diámetro exterior)

Pieza de unión	Características
 <p>Rondana</p>	<p><b><math>d_{int} = 7 \text{ mm}</math>, <math>d_{ext} = 19 \text{ mm}</math></b></p> <p><math>A = \pi r^2 = 307.87 \text{ mm}^2</math> (<math>0.0307 \text{ dm}^2</math>) área de una cara</p> <p>Área total = <math>0.0615 \text{ dm}^2</math></p>

### 2.4.1 Caracterización Física

Como primera inspección al recubrimiento obtenido se realiza una revisión visual, en donde se busca que el recubrimiento se vea depositado en toda la superficie del sustrato, si es así, se observa el color o tonalidad que este recubrimiento presenta (ya que esto indica si hay un alto o bajo voltaje durante la obtención, normalmente el color oscuro a negro es indicativo de un alto voltaje aplicado y un color gris a opaco una deficiencia de voltaje).

Después de la revisión visual del color del recubrimiento se revisa que el recubrimiento presente buena adherencia en toda la superficie del sustrato, es decir, que durante la manipulación de la pieza no exista desprendimiento del recubrimiento, poniendo especial cuidado en las esquinas u orillas (zonas en las que se generan altas densidades de corriente).

Si el recubrimiento cumple con estos dos puntos importantes, se puede continuar, de lo contrario se recomienda volver a tratar toda la pieza desde la limpieza, y obtener nuevamente el recubrimiento.

### **2.4.2 Caracterización Química**

Composición química por Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS) (Análisis de superficie (morfología) y mapeos de composición química.

## 3. Resultados y análisis

---

### 3.1 Caracterización del sustrato (Limpieza)

#### 3.1.1 Resultados de composición química del sustrato

A continuación (Tabla 3.1), se presenta la composición química elemental del sustrato (arandela) y del material a utilizar como ánodos (placa de níquel).

**Tabla 3.1 Composición química elemental del sustrato y de la placa de Níquel**

Elemento	C	Mn	P	S	Fe
Wt %	0.18	0.5	0.04	0.05	Balance
Elemento	Ni	Otros	-----	-----	-----
Wt %	99.5	Balance	-----	-----	-----

### 3.2 Resultados de caracterización por celda Hull

Para el análisis de los siguientes resultados, la densidad de corriente con la que se inició la prueba fue de 3 Amperes, esto conforme lo aplicado comúnmente en baños tipo Watts.

**Ensayo # 1:** En este ensayo se aplicaron 3 Amperes por un tiempo de 10 minutos, obteniendo el siguiente resultado:



**Figura 3.1 Cátodo de Latón en el ensayo de 3 Amperes por 10 minutos**

En la Figura 3.1 se observa una lámina de latón con el recubrimiento NiCoB en su superficie, hasta una altura de 5 cm. Se observa desprendimiento del recubrimiento (hojuelas/escamas) en la zona de alta densidad de corriente, aunque no se observa negro ni con poros (la separación entre hojuelas es un problema de grietas), el recubrimiento es de buena apariencia en general, sin embargo, el desprendimiento del recubrimiento es un factor no deseado, este desprendimiento se observó durante toda la longitud del recubrimiento. Por lo que se continuo con el ensayo ahora disminuyendo la corriente y el tiempo aplicado.

Área de contacto de la disolución  $h = 5 \text{ cm}$ , por lo tanto:

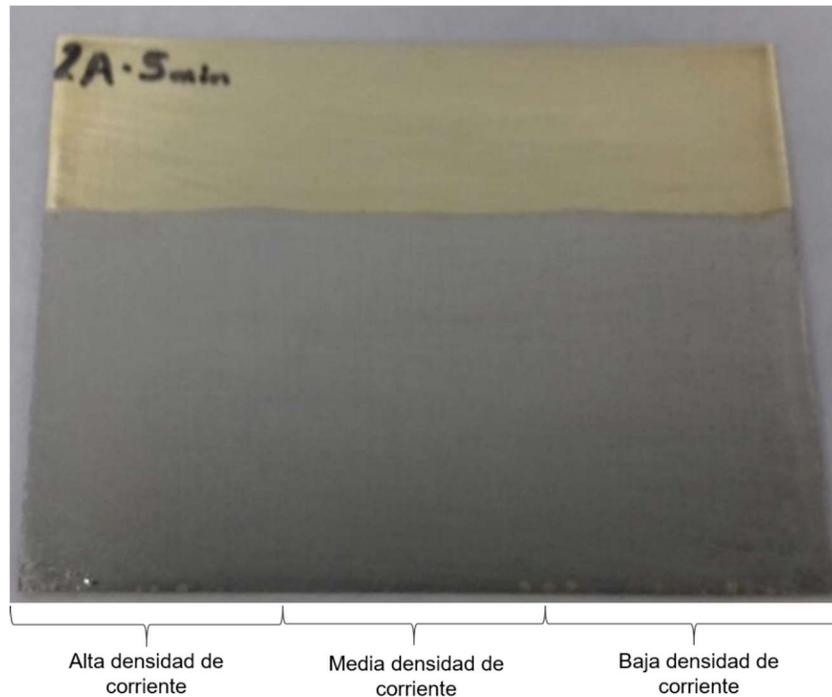
$$A = B * h = 10\text{cm} \times 5 \text{ cm} = 50\text{cm}^2 (0.5\text{dm}^2)$$

Para el cálculo de la densidad de corriente (DC) en celda aplicando esta corriente, será:

$$DC = I (5.103 - 5.238\text{Log} (L)) \text{ Donde } I = 3 \text{ A y } L=8.5 \text{ cm}$$

$$DC = 3\text{A} (5.103 - 5.238\text{Log} (8.5)) = 0.726 \text{ A/dm}^2$$

**Ensayo # 2.** En este ensayo se aplicaron 2 A por un tiempo de 5 minutos, obteniendo el siguiente resultado:



**Figura 3.2 Cátodo de Latón en el ensayo de 2 Amperes por 5 minutos**

En la Figura 3.2 se observa el recubrimiento obtenido en la placa de latón, de buena apariencia, recubrimiento en toda la superficie, brillante, poco desprendimiento del recubrimiento en la zona de alta densidad de corriente y poco desprendimiento en la parte inferior de la placa. La apariencia y adherencia del recubrimiento mejoró mucho en esta prueba, sin embargo, se continúan ajustando los parámetros del baño para mejorar aún más el recubrimiento.

Área de contacto de la disolución  $h = 5 \text{ cm}$ , por lo tanto:

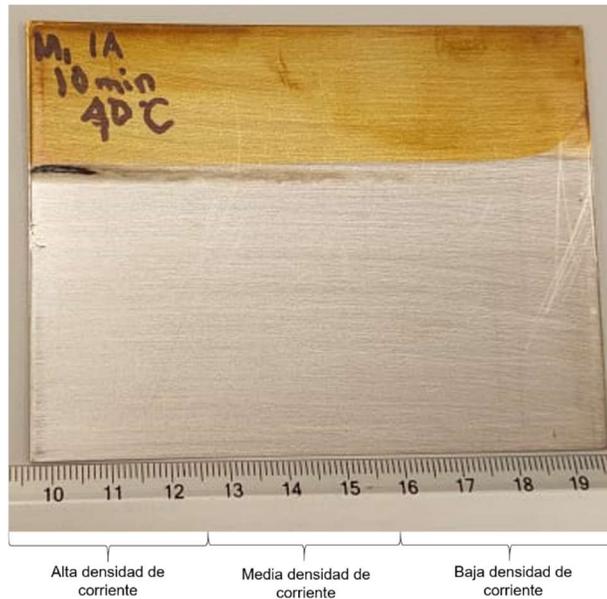
$$A = B * h = 10 \text{ cm} \times 5 \text{ cm} = 50 \text{ cm}^2 (0.5 \text{ dm}^2)$$

Para el cálculo de la densidad de corriente en celda aplicando esta corriente, será:

$$DC = I (5.103 - 5.238 \text{Log} (L)) \text{ Donde } I = 2A \text{ y } L=8 \text{ cm}$$

$$DC = 2A (5.103 - 5.238 \text{Log} (8)) = 0.759 \text{ A/dm}^2$$

**Ensayo # 3:** En este ensayo se aplicó 1 A por un tiempo de 10 minutos. En la Figura 3.3 se presenta la lámina de Latón obtenida al aplicar 1 A de corriente durante un periodo de tiempo de 10 minutos.



**Figura 3.3 Cátodo de Latón en el ensayo de 1 Amperes por 10 minutos**

Se obtuvo un recubrimiento más homogéneo en toda la superficie del cátodo, este se aprecia brillante, con muy poco desprendimiento del recubrimiento en la zona de alta densidad de corriente, por lo que se tomaron estas condiciones para realizar la deposición del recubrimiento en placas paralelas.

Área de contacto de la disolución  $h = 5 \text{ cm}$ , por lo tanto:

$$A = B * h = 10 \text{ cm} * 5 \text{ cm} = 50 \text{ cm}^2 (0.5 \text{ dm}^2)$$

Para el cálculo de la densidad de corriente en celda aplicando esta corriente, será:

$$DC = I (5.103 - 5.238 \text{Log} (L)) \text{ Donde } I = 1\text{A y } L=1.5 \text{ cm}$$

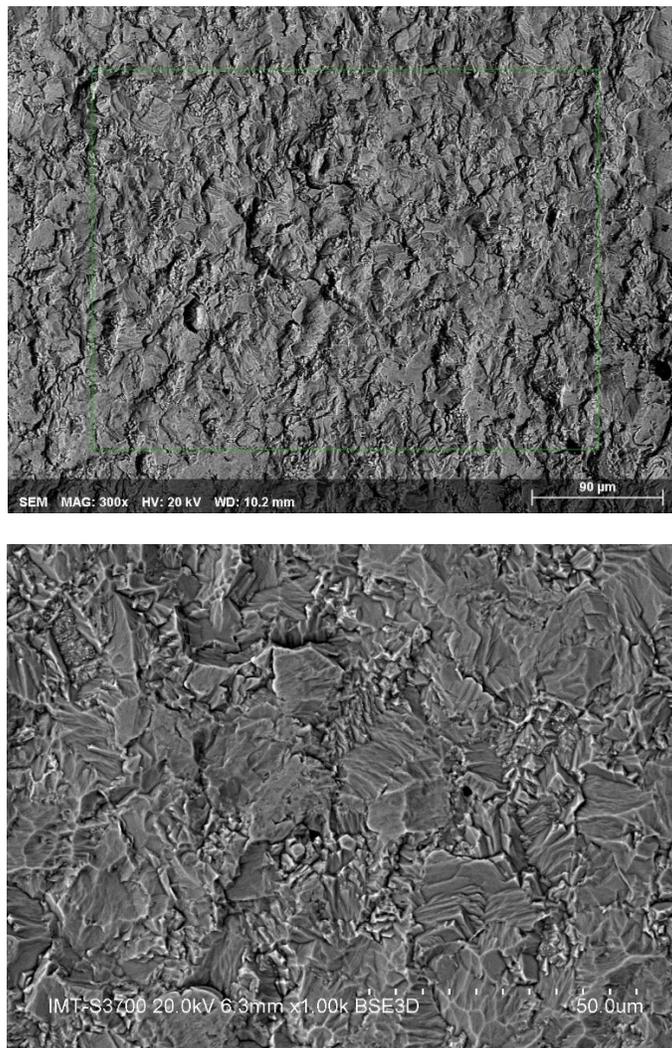
$$DC = 1\text{A} (5.103 - 5.238 \text{Log} (1.5)) = 4.182 \text{ A/dm}^2$$

Los resultados obtenidos en la celda hull, permiten aplicar estas condiciones experimentales de densidad de corriente y tiempo para obtener los recubrimientos en los sustratos rondanas.

### 3.3 Resultados de caracterización por placas paralelas

Previo a la obtención del recubrimiento sobre sustratos planos (rondanas), se realizó la limpieza de los sustratos como se indicó en la metodología (ver punto 2.1). Una vez limpios los sustratos, se analizaron por EDS, para conocer su composición química y su morfología antes de depositar el recubrimiento (Tabla 3.2).

#### 3.3.1 Caracterización física y química antes del recubrimiento



**Figura 3.4 Micrografías a 300x de la morfología de la rondana de acero al carbono después de la limpieza química**

La micrografía de la Figura 3.4 revela una superficie libre de agentes externos que puedan afectar la formación del recubrimiento metálico

sobre su superficie, sin embargo, es de observar una superficie rugosa, sin poros y homogénea, esto favorecerá la formación del recubrimiento sobre el sustrato.



**Figura 3.5** Mapeo de composición química de la superficie de la rondana de acero al carbono, después del baño de limpieza y antes de depositar el recubrimiento

**Tabla 3.2** Composición química del sustrato (rondana) después de la limpieza y antes del recubrimiento

Elemento	C	Mn	S	Fe
Wt %	0.18	0.5	0.45	Balance

A continuación (Tabla 3.3), se presentan fotografías de los recubrimientos obtenidos en rondanas de acero al carbono:

Tabla 3.3 Inspección visual de recubrimientos obtenidos

	<p><b>Color:</b> Plateado a brillante.</p> <p><b>Adherencia:</b> la capa del recubrimiento no se desprende al manipularlo, lo cual indica buena adherencia.</p> <p><b>Espesor:</b> Visualmente no se observa un recubrimiento amorfo, o de mayor espesor en los bordes, lo cual señala una buena distribución de la corriente.</p> <p><b>Porosidad:</b> En los primeros recubrimientos se lograron observar poros en su superficie, sin embargo, estos disminuyeron al cambiar las condiciones de baño.</p>
	<p><b>Color:</b> plateado, con poco brillo.</p> <p><b>Adherencia:</b> la capa del recubrimiento no se desprende al manipularlo, lo que indica una buena adherencia.</p> <p><b>Espesor:</b> Visualmente no se observa un recubrimiento amorfo, o de mayor espesor en los bordes, lo cual indica buena distribución de la corriente.</p> <p><b>Porosidad:</b> Se observan poros, sin embargo, en el análisis por microscopía se detalla más información.</p>
	<p><b>Color:</b> plateado a brillante, característico de un recubrimiento homogéneo.</p> <p><b>Adherencia:</b> la capa del recubrimiento no se desprende al manipularlo, lo cual indica buena adherencia.</p> <p><b>Espesor:</b> Visualmente no se observa un recubrimiento amorfo, o de mayor espesor en los bordes, lo cual indica de la buena distribución de la corriente.</p> <p><b>Porosidad:</b> Visualmente no se observan poros en la superficie.</p>

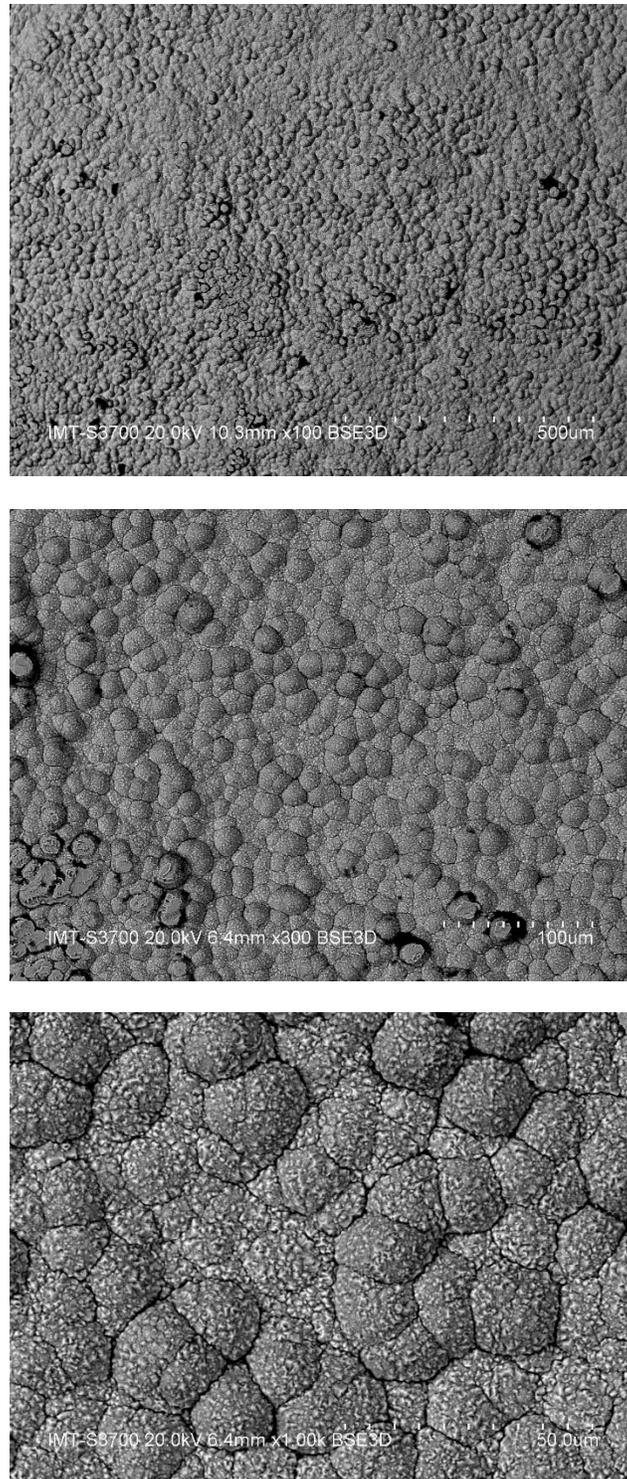
Los recubrimientos obtenidos se observan brillantes, homogéneos, buena adherencia, y sin poros, sin embargo, ciertos recubrimientos se observan

opacos, es posible que se deba al incremento del contenido de cobalto en recubrimiento, ya que estos recubrimientos no son de naturaleza brillante como los de níquel.

## **3.4 Caracterización del recubrimiento (morfología y composición química)**

### **3.4.1 Resultados de caracterización física (morfología)**

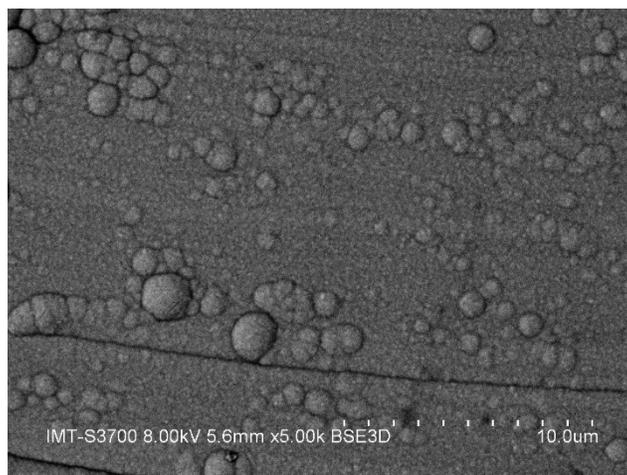
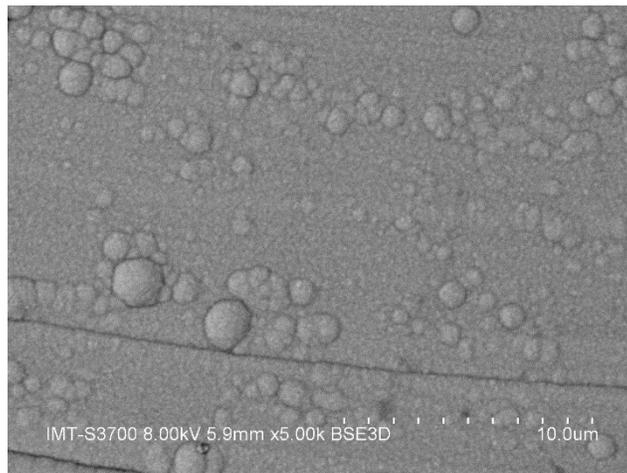
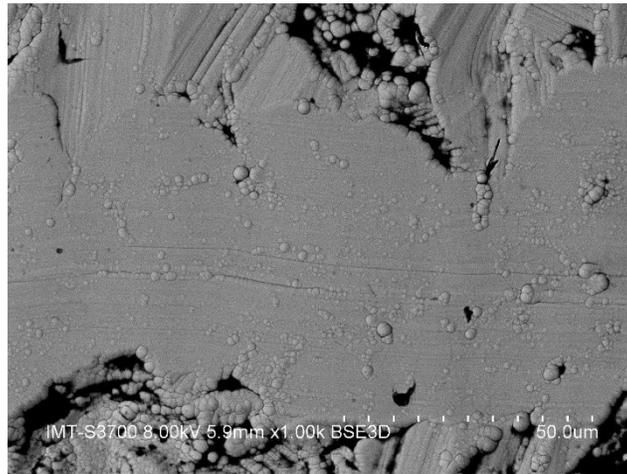
A continuación, se presentan las micrografías de la morfología de los recubrimientos obtenidos: Como puede observarse la electrodeposición del níquel y cobalto mayoritariamente en los recubrimientos se depositó de manera homogénea, aunque es evidente el cambio de morfología al incrementar la temperatura (Figura 3.6 y 3.7), principalmente a morfología tipo granular, lo cual se atribuye al incremento de energía cinética de los iones en el baño electrolítico obteniéndose así una mayor velocidad de depósito formando depósitos (núcleos) de tamaño superior al obtenido a 25°C. Los defectos como “microahujeros”, “fisuras” observadas en las Figuras 3.6 y 3.7 (x1000) son comunes en la formación de este tipo de recubrimientos y también han sido reportado por Gamboa, estos se atribuyen a diversos factores durante la formación del depósito, desde la falta de limpieza del sustrato hasta la formación de burbujas por falta de aditivos humectantes en el baño de depósito.



**Figura 3.6 Micrografías a x100, x300, x1000 de la morfología del recubrimiento**

El recubrimiento obtenido presenta una morfología tipo granular sobre el sustrato rondana, este tipo de morfología se obtiene en recubrimientos

ricos en concentraciones de sales de níquel y a temperaturas de 45°C de deposición.

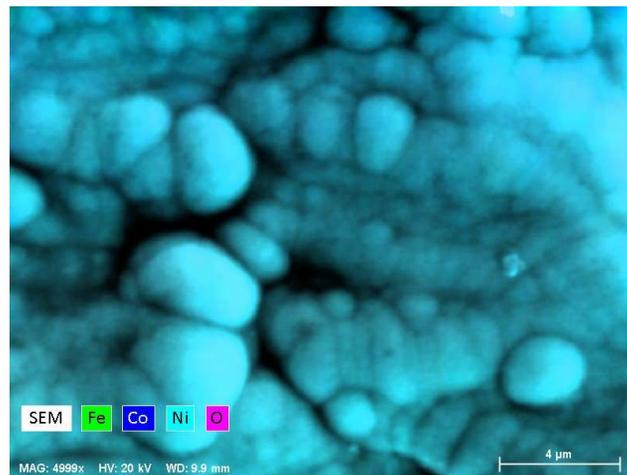
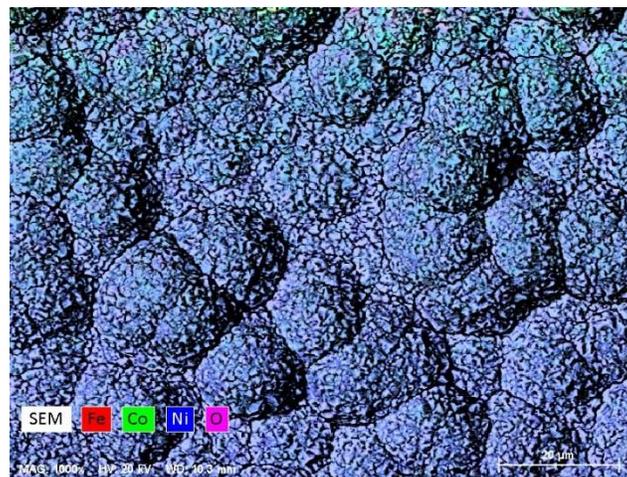


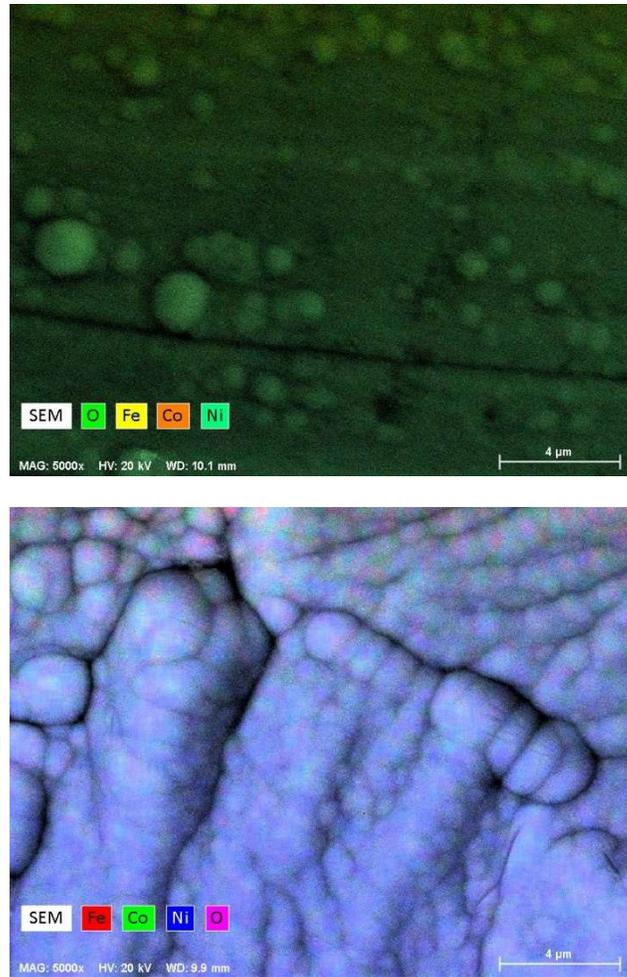
**Figura 3.7 Micrografía x1000 y x5000 de la morfología del recubrimiento**

### 3.4.2 Resultados de caracterización química

La distribución de los iones de níquel, cobalto y boro en toda la superficie del sustrato se verificó mediante el análisis de mapeos de composición química. Estos dan información cualitativa de composición y distribución de los elementos en la superficie del sustrato, en donde una coloración uniforme indicaría un depósito homogéneo.

A continuación, en la Figura 3.8 se presentan los mapeos de composición para los recubrimientos obtenidos al variar la relación de sales de cobalto y níquel en el baño electrolítico, en estos mapeos, se identifica siempre un recubrimiento rico en níquel (color azul y verde).





**Figura 3.8 Mapeo de composición química del recubrimiento base níquel sobre sustratos de rondanas**

### **-Difracción de Rayos X (DRX)**

Para la determinar las fases presentes en el recubrimiento, se realizó un análisis por difracción de rayos X. El análisis de los patrones de difracción se realizó por medio de la posición angular y altura de pico.

La figura 3.9 presenta el patrón de DRX del recubrimiento en donde se aprecian dos picos, un pico a  $44^\circ$  y  $65^\circ$  correspondiente a la formación de boruro de cobalto ( $\text{Co}_3\text{B}$ ) y boruro de níquel ( $\text{NiB}$ ), esto es reportado por Bekish y Campillo y atribuyen este tipo de fases a  $\text{CO}_3\text{B}$  y  $\text{NiB}$  en el recubrimiento. Estas fases en el recubrimiento son responsables de su alta resistencia a la corrosión y de sus buenas propiedades físicas.

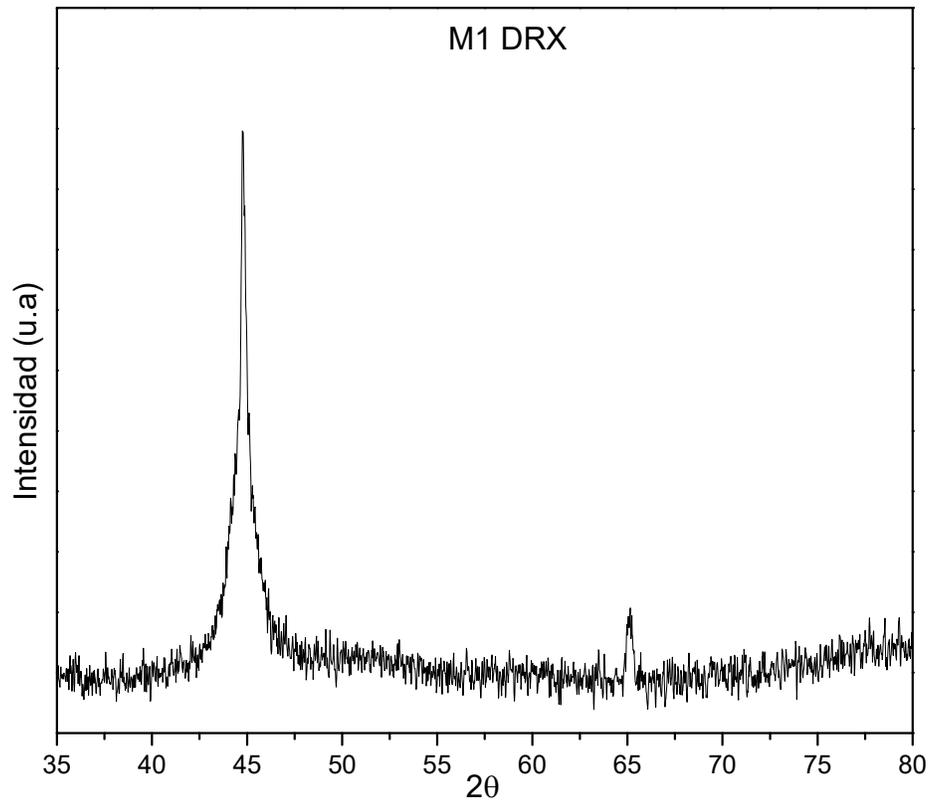


Figura 3.9 Patrón de DRX del recubrimiento depositado sobre las rondanas



## Conclusiones

---

Los resultados preliminares del estudio de la síntesis y caracterización de los recubrimientos base níquel, permiten plantear a las siguientes conclusiones:

a) Los parámetros de operación de un baño tipo Watts influyen sobre las propiedades de los recubrimientos:

- La relación de sales  $[\text{NiSO}_4]/[\text{CoSO}_4]$  50/50 permiten obtener recubrimientos ricos en cobalto (ligeramente opacos y porosos) y en níquel (brillantes y con buena adherencia).

b) En relación con la evaluación de las propiedades del recubrimiento en función de las variables seleccionadas (Temperatura y Composición) se observa que el proceso es eficiente a partir de una relación de sales en el baño de 50% volumen.

- ✓ Los recubrimientos obtenidos a 45°C presentan una morfología mayoritariamente de tipo granular y de tipo espinela, esto como consecuencia de la temperatura, esta morfología tipo granular es relacionada con la resistencia a la corrosión que presenta el recubrimiento.



## Bibliografía

---

- Ávila, J. y Genescá, J. (2013). *Más allá de la herrumbre 1*. Fondo de cultura económica.
- American Society for Testing and Materials [ASTM]. (2022). *ASTM G193-22 Standard Terminology and Acronyms Relating to Corrosion*. [www.astm.org](http://www.astm.org)
- Bard, A. J., Faulkner, L. R., & White, H. S. (2022). *Electrochemical methods: fundamentals and applications*. John Wiley & Sons.
- Bermúdez O y Alaejos G. (2007.) Permeabilidad a los cloruros del hormigón armado situado en ambiente marino sumergido. *Rev Ing construcción*, 22, 15-22. <https://doi.org/10.4067/S0718-50732007000100002>
- Berrio, P. (2017). *Desarrollo y caracterización de un recubrimiento por níquelado químico sobre aluminio*. [Tesis]. México: Universidad nacional Autónoma de México.
- Dennis, J. K. & Such, T. E. (1993). *Nickel and chromium plating*. Elsevier.
- Empresa Kokour. *Subcategoría, Electroplating*. <https://www.kocour.net/>
- Gabe, D.R. (2007). Hull and his cell. *Transactions of the Institute of Metal Finishing*, 85 (6). 285-286.
- García M. (2019). *Recuperación del baño de níquel contaminado con abrillantador primario usando carbón activado utilizando celda hull como método de comprobación*. [Tesis]. México: Instituto Politécnico Nacional.
- Guangling S. (1998). *Corrosion of steel in concrete: causes, detection and prediction*.
- López Miguel, A. (2021). *Estudio cinético y caracterización del recubrimiento anticorrosivo base níquel (ni) para su aplicación en sistemas de protección catódica por corriente impresa (pcci) como ánodo en estructuras de concreto*. [Publicación técnica No. 620].

México: Instituto Mexicano del Transporte. [Archivo PDF].  
<https://imt.mx/archivos/Publicaciones/PublicacionTecnica/pt620.pdf>

Morgan, J. (1993). *Cathodic Protection*, second edition, NACE publication, Houston Texas. 1-519.

Paunovic, M. & Schlesinger, M. (2010). *Fundamentals of electrochemical deposition*. John Wiley & sons.

Parthiban, G.T., Parthiban, T., Ravi, R., Saraswathy, V., Palaniswamy, N., & Sivan, V. (2008) Cathodic protection of steel in concrete using magnesium alloy anode. *Corros Sci*, 50(12), 3329–3335.  
<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2008.08.040>

Schlesinger, M. & Paunovic, M. (2011). *Modern electroplating*. John Wiley & Sons.





# COMUNICACIONES

SECRETARÍA DE INFRAESTRUCTURA, COMUNICACIONES Y TRANSPORTES



Km 12+000 Carretera Estatal 431 "El Colorado-Galindo"  
San Fandila, Pedro Escobedo  
C.P. 76703  
Querétaro, México  
Tel: +52 442 216 97 77 ext. 2610