

MEMORIA TÉCNICA DEL PROYECTO (Convocatoria PTA 2022 – Categoría PTA PYMES)

“**SUS**titución definitiva del **CROM**o duro hexavalente en el sector aeronáutico (Acrónimo: SUSCROM)”



Actividad 2: Estudio de las características y ventana de trabajo de los electrolitos

CONSORCIO			
Coordinador	Socio Participante	Socio Participante	Socio Participante
 electroless hard coat, s.a.	 CHEMPLATE MATERIALS, S.L.	 SURTECH ENGINEERING	 Egile
ELECTROLESS HARD COAT, S.A. (ELHCO)	CHEMPLATE MATERIALS, S.L. (CHEMPLATE)	SURTECH ENGINEERING, S.L. (SURTECH)	EGILE MECHANICS, S.L. (EGILE)

1. Participantes:

Líder: CHEMPLATE. Resto participantes: ELHCO

2. Objetivo:

Conocer las características y limitaciones de los electrolitos, estableciendo una ventana de trabajo (pH, temperatura, densidad de corriente, agitación, tiempo...) en cada caso, sin provocar su desestabilización, precipitación, una baja eficiencia de proceso o una baja calidad de los recubrimientos. Definir los métodos de análisis de los componentes de los baños y establecer un protocolo de control y mantenimiento de los mismos, de forma que se pueda evaluar su estabilidad con el tiempo y la carga aplicada.

3. Tareas:

Tarea 2.1. Establecimiento de la ventana de trabajo de los electrolitos (Líder: Elhco)

En esta tarea se partirá de los electrolitos seleccionados: el baño de níquel químico utilizado en el proyecto TRUE-REPLACE y los electrolitos de Cr(III) con agentes complejantes orgánicos y sin complejantes, suministrados por ATOTECH e INEOSURF, respectivamente. Tomando como base estos electrolitos, se llevará a cabo un estudio para definir la ventana de trabajo más adecuada de los mismos, teniendo en cuenta los materiales seleccionados como sustrato, de forma que no se obtengan efectos no deseados ni en los baños, ni en los recubrimientos.

Subtarea 2.1.1. Electrolitos de Cr(III)

En el caso de los electrolitos de Cr(III), en primer lugar, se llevará a cabo un estudio mediante célula Hull, método práctico empleado para el control de baños galvánicos a nivel industrial que permite analizar el comportamiento del electrolito en un amplio abanico de densidades de corriente. Se analizará el efecto de la concentración de diferentes componentes del baño, el pH y la temperatura sobre el espesor y el aspecto de los recubrimientos. Posteriormente, se trabajará a escala de laboratorio sobre piezas planas, utilizando una celda electroquímica en la que se estudiará el efecto de variables de la electrodeposición de cromo sobre la estabilidad de los electrolitos y el aspecto y espesor de las capas. Se modificarán variables como el pH, la temperatura, la densidad de corriente, el tiempo y la agitación, analizando su efecto sobre la estabilidad de los electrolitos (precipitados, lodos, etc.), su eficiencia (espesores de capa) y los acabados obtenidos (falta de adherencia, zonas quemadas, velados, acabados pulverulentos, etc.).

Subtarea 2.1.2. Electrolito de Ni-P

En el caso del Ni-P, se trabajará con el electrolito utilizado en el marco del proyecto TRUE-REPLACE. En esta subtarea se comprobará el adecuado funcionamiento del electrolito bajo las condiciones definidas en el Actividad 1 en lo relativo al volumen de trabajo, los sustratos seleccionados (composición, geometría) y los requerimientos establecidos. En función de la estabilidad del electrolito y de las características de los recubrimientos en estas condiciones, se realizarán las optimizaciones que se consideren oportunas (relación superficie/volumen, agitación...).

Tarea 2.2. Análisis de la evolución de los electrolitos y propuesta de monitorización en continuo (Líder: Chemplate)

Esta tarea se realizará en paralelo con las Actividades 3-5 hasta el final del proyecto. Por un lado, servirá para analizar la evolución de los electrolitos al utilizar las condiciones definidas de forma continua y, por otro, para controlar y mantener dichos electrolitos en el escalado que se va a llevar a cabo en la Actividad 5.

Subtarea 2.2.1. Electrolitos de Cr(III)

En primer lugar, se trabajará con una celda de tres electrodos (50 mL) y se utilizarán diferentes técnicas electroquímicas (voltametría cíclica, curvas potencioestáticas, etc.) para estudiar el mecanismo de deposición de cromo y analizar la influencia de la carga aplicada sobre la deposición de cromo mediante estas técnicas.

Por otra parte, se estudiará la evolución de los electrolitos para lo que será necesario definir los métodos de análisis de sus componentes, tanto los iones, como los complejantes y aditivos que pueda llevar. Dependiendo de la naturaleza de los componentes del baño, puede que no se puedan analizar con las técnicas disponibles en las empresas y en CIDETEC, por lo que se contempla su control mediante célula Hull.

Una vez definidos y validados estos métodos de análisis de los electrolitos, se llevará a cabo un control periódico de los mismos a medida que se va trabajando. Se irán registrando las concentraciones de los componentes de los electrolitos y se relacionarán con las características de los recubrimientos obtenidos. Se establecerá el valor de carga en el que es necesario realizar los ajustes, adicionando los componentes consumidos. Se evaluará si el control y ajuste de los diferentes compuestos permite continuar trabajando, manteniendo las propiedades de los recubrimientos y si hay efectos sobre los baños (eficiencia, degradación de aditivos, precipitaciones, formación de lodos, etc.).

En función de los resultados del estudio de la evolución de los electrolitos de Cr(III) se contempla trabajar en una celda con electrodos separados por una membrana semipermeable para evitar la oxidación de los componentes de los baños. Asimismo, será necesario ajustar la composición y concentración de los reductores y estudiar la disposición anódica más adecuada para evitar la formación de Cr(VI) en los electrolitos. En estos casos también se estudiará el comportamiento de los baños y su evolución a medida que se trabaja con los mismos en estas condiciones.

Subtarea 2.2.2. Electrolitos de Ni-P

En esta subtarea se monitorizará el electrolito de Ni-P, tanto a escala de laboratorio mediante técnicas analíticas convencionales, como mediante el empleo de un equipo de medida de pH y de [Ni] por colorimetría automatizado. Este equipo será capaz de analizar la concentración de níquel en el baño pero no de otras especies presentes en el electrolito, por lo que el resto de componentes se adicionarán en base a la concentración del metal.

Teniendo en cuenta que se va a trabajar con electrolitos con diferentes concentraciones de P, lo que da lugar a disoluciones de diferente color, será necesario modificar el sistema de medida para que sea capaz de monitorizar los diferentes electrolitos que se van a estudiar en el proyecto, empleando un único

equipo. Dada la complejidad de las modificaciones a realizar en el equipo de medida, se realizará un estudio en paralelo en el laboratorio, utilizando métodos de análisis convencionales como respaldo a las medidas obtenidas de forma automatizada.

Tarea 2.3. Definición de los protocolos de mantenimiento de los electrolitos (Líder: Chemplate)

En base a los resultados obtenidos en la Tarea 2.2 y en la Actividad 5, se definirán las actuaciones que se deben realizar al trabajar en continuo con los electrolitos de Cr(III) y Ni-P para asegurar su correcto mantenimiento. Por una parte, se definirá el mantenimiento diario de los baños en cuanto a control del pH, nivel de la cuba, filtraciones, temperatura y agitación cuando no se está trabajando, etc. En el caso de los electrolitos de Cr(III) se contempla la posibilidad de trabajar con compartimentos anódicos y catódicos separados. Se establecerá la frecuencia de toma de muestra y análisis de los electrolitos, teniendo en cuenta tanto la carga aplicada como el tiempo y la realización de piezas de control en las condiciones que se definan como nominales para comprobar que se mantienen las propiedades de los recubrimientos. Se elaborará una tabla de control para registrar todas las acciones realizadas en los baños, posibles imprevistos que han podido suceder y los resultados de los análisis y la caracterización de los recubrimientos, de forma que se puedan extraer conclusiones de la evolución de los electrolitos y, si fuera necesario, reajustar los protocolos de mantenimiento.

4. Resultados esperados:

Disponer de información relativa a las características, limitaciones y evolución de los electrolitos de Cr(III) y Ni-P con el uso, de forma que se conozcan sus protocolos de control y mantenimiento.

5. Entregables:

- E2.1 Informe que recoja la ventana de trabajo establecida para los electrolitos
- E2.2 Ficha técnica con los protocolos de análisis y mantenimiento de los electrolitos en función de la carga y tiempos aplicados
- E2.3 Tabla de control de los electrolitos, con los análisis y adiciones realizadas

6. Hitos:

- H2.1 Definición de la ventana de trabajo y los métodos y protocolos de control de los electrolitos
- H2.2 Análisis de la evolución de los electrolitos

