

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 4: Investigación sobre recubrimientos exentos de Cr(VI) a escala de laboratorio

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:

Definición de las condiciones óptimas de deposición a partir de los electrolitos seleccionados que den lugar a recubrimientos con propiedades comparables a las del cromo duro. Conocer las características estructurales y funcionales de los recubrimientos desarrollados. Analizar la posibilidad de aplicar los recubrimientos vía *brush-plating*, de cara a evaluar su reparabilidad.

3. Tareas:

Tarea 4.1. Estudio y optimización de recubrimientos a partir de electrolitos de Cr(III)
(Líder: Chemplate)

En esta tarea se va a trabajar en una celda electroquímica con los electrolitos de Cr(III) seleccionados. Se van a modificar diferentes variables de electrodeposición como la densidad de corriente, el tiempo, la temperatura y el pH, teniendo en cuenta la ventana de trabajo definida en la A2. Asimismo, en función de los resultados obtenidos, se prevé la aplicación de pulsos de corriente (interrupción y/o inversión periódica de la corriente), estudiando el efecto de parámetros como la densidad de corriente de pico, la densidad de corriente media, la frecuencia y el *Duty cycle*.

Se estudiará el efecto de estas variables sobre las características de los recubrimientos. Algunos ejemplos de las propiedades pueden ser evaluadas para estudiar el efecto de los parámetros de electrodeposición sobre los recubrimientos son:

- Espesor de capa mediante fluorescencia de rayos X (XRF) y mediante inspección por microscopio del corte metalográfico en sección.
- Adherencia y continuidad de la capa con el sustrato mediante observación con microscopio de los recubrimientos en sección.
- Estudio de la rugosidad y topografía de las superficies mediante perfilometría y microscopía confocal.
- Estudio de la microestructura (continuidad de las capas, porosidad, presencia de grietas...) de los recubrimientos mediante análisis por microscopía electrónica de barrido de emisión de campo. (FE-SEM).
- Estructura cristalina y tamaño de grano mediante difracción de rayos X (XRD).
- Perfil de composición química en función del espesor de los recubrimientos mediante espectroscopia de emisión óptica por descarga luminiscente (GDOES).
- Resistencia a la corrosión: mediante técnicas electroquímicas y ensayo en cámara de niebla salina.
- Dureza mediante microindentación.
- Resistencia al desgaste mediante ensayo pin-on-disk realizado con un tribómetro.
- Ensayos de fragilización por hidrógeno de acuerdo con las normas ASTM F519 y EN2832.
- Ensayos de resistencia a fatiga, de acuerdo con la norma EN 6072.

Los resultados de esta caracterización permitirán encontrar relaciones entre las variables de electrodeposición, la estructura y las propiedades funcionales de los depósitos, información que se utilizará en la optimización de las propiedades de los

recubrimientos. Teniendo en cuenta el alto número de variables, se plantea utilizar métodos quimiométricos para el diseño de los experimentos, de manera que se puedan analizar los efectos de las variables y sus interacciones de forma sistemática y optimizada. Esta tarea se realizará en paralelo a la Tarea 2.2, realizando el mantenimiento de los electrolitos y estudiando su evolución a medida que se pasa carga sobre los mismos.

Tarea 4.2. Estudio y optimización de recubrimientos de Ni-P multicapa con alta resistencia al desgaste o corrosión (Líder: Elhco)

Esta tarea se llevará a cabo partiendo del conocimiento generado en el proyecto Eurostars TRUE-REPLACE. El trabajo realizado en ese proyecto ha llevado a desarrollar recubrimientos de Ni-P multicapa con diferente contenido en P y con inclusión de partículas, consiguiendo buenas propiedades mecánicas y de protección frente a la corrosión en función de las características de las capas aplicadas. Tomando como base este conocimiento, en el proyecto SUSCROM se investigarán distintas configuraciones de capa para dar lugar a nuevas arquitecturas, bien generando gradientes de concentración de P a lo largo del espesor del recubrimiento, o bien, alternando recubrimientos de distinta naturaleza a lo largo del espesor (distribución de P no lineal) para lograr maximizar las propiedades de los mismos. Esta aproximación multicapa implicará la generación de interfases artificiales, las cuales tienen impacto en las propiedades de los recubrimientos. Una vez definida la secuencia correcta de recubrimientos que compondrán la capa final de níquel químico, se estudiará también el efecto del número de capas en las propiedades finales de los recubrimientos, manteniendo siempre constante el espesor definido para este tipo de recubrimientos.

Adicionalmente, se evaluará el efecto del tratamiento térmico sobre las prestaciones de los recubrimientos. Para ello, se evaluará el impacto de la temperatura y duración del mismo en las propiedades finales de los recubrimientos, focalizando el análisis en potenciar tanto las propiedades mecánicas como en la resistencia a la corrosión para dar lugar a recubrimientos con las mejores propiedades. De esta forma, el estudio contemplará la evaluación de los siguientes parámetros:

- Composición de las capas a lo largo del espesor (gradiente de P)
- Orden de las capas
- Número y espesor de capas
- Aplicación de tratamientos térmicos

Las prestaciones que se evaluarán sobre los recubrimientos multicapa de Ni-P desarrollados en esta actividad serán los descritos en la tarea 4.1.

Tarea 4.3. Investigación de la combinación de los recubrimientos de Cr y Ni-P (Líder: Surtech)

En esta tarea se investigará sobre la posibilidad de combinar los recubrimientos obtenidos en las dos tareas anteriores. Se diseñarán diferentes arquitecturas de recubrimientos que contengan dos o más capas de Cr y Ni-P, en las que se estudiará el efecto de la composición (%P), el número y el espesor de las capas.

Se evaluarán las propiedades de los recubrimientos obtenidos, investigando su adherencia (con el sustrato y entre capas), su resistencia al desgaste, desgaste a alta

temperatura y su resistencia frente a la corrosión, comparando los resultados con los obtenidos a partir de los sistemas de cromo y níquel aplicados de forma separada.

Tarea 4.4. Investigación de la reparabilidad de recubrimientos vía *brush-plating* (Líder: Chemplate)

En esta tarea se evaluará la posibilidad de reparación de defectos locales en los recubrimientos de cromo obtenidos, para lo que se contempla el empleo de un tratamiento de reparación selectiva; el *brush-plating*. Se trabajará a escala de laboratorio sobre sustratos metálicos planos, tanto de los materiales originales como sustratos con recubrimientos aplicados en las tareas anteriores que se eliminarán y volverán a recubrir con el *brush-plating*, intentando simular una situación de reparación de estos recubrimientos.

En primer lugar, se investigará sobre el pretratamiento más adecuado para los sustratos seleccionados: tanto para los sustratos metálicos originales como para sustratos con recubrimiento a los que se provocará, de forma artificial, una eliminación parcial o total de la capa. Una vez definido el pretratamiento, se estudiará el efecto de las condiciones de deposición mediante *brush-plating* sobre las características de los recubrimientos. La optimización de las etapas de deposición selectiva mediante esta tecnología contempla el estudio de factores como la densidad de corriente, la velocidad de cepillado, la distancia de trabajo o el flujo del electrolito, entre otros.

En función de los resultados obtenidos, se contempla trabajar en la modificación de los electrolitos de Cr(III) para que sean adecuados para la aplicación de recubrimientos vía *brush-plating*, donde los parámetros de deposición resultan más extremos que al trabajar en un proceso por inmersión. Además, en la definición del estudio, se deberá considerar el área de trabajo, la estabilidad de los baños, el tiempo de proceso y los requerimientos definidos para los recubrimientos. Con las condiciones definidas se obtendrán una serie de recubrimientos que serán caracterizados con el mismo criterio seguido en las tres tareas anteriores, definiendo así la robustez y repetitividad del proceso de *brush-plating* para estos recubrimientos, aportando información sobre las ventajas y desventajas de esta técnica.

4. Resultados esperados:

Recubrimientos con propiedades comparables a las del cromo duro a partir de electrolitos en base a Cr(III) y Ni-P, obtenidos a escala de laboratorio. Categorizar la importancia de los parámetros estudiados y delimitar los intervalos de trabajo más adecuados. Aumentar el conocimiento sobre las características estructurales y funcionales de estos recubrimientos.


5. Entregables:

- E4.1 Informe que recoja los resultados de la obtención y caracterización de los recubrimientos individuales y combinados, obtenidos vía deposición química, electrodeposición y *brush-plating*

6. Hitos:

- H4.1 Definir las condiciones de deposición óptimas a partir de electrolitos de Cr(III) y Ni-P y disponer de conocimiento sobre las características de los recubrimientos obtenidos

7. Cronograma:

	LÍDER	Hito 2												Hito 3											
		Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Ago	Sep	Oct	Nov	Dic	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Ago	Sep	Oct	Nov	Dic
		2023												2024											
		M5	M6	M7	M8	M9	M10	M11	M12	M13	M14	M15	M16	M17	M18	M19	M20	M21	M22	M23	M24	M25	M26	M27	M28
Actividad 4. Investigación sobre recubrimientos exentos de Cr(VI) a escala de laboratorio	Chemplate																								
T4.1. Estudio y optimización de recubrimientos a partir de electrolitos de Cr(III)	Chemplate																								
T4.2. Estudio y optimización de recubrimientos de NiP multicapa con alta resistencia al des	Elhco																								
T4.3. Investigación de la combinación de los recubrimientos de cromo y NiP	Elhco																								
T4.4. Investigación de la aplicación de recubrimientos vía brush plating	Chemplate																								
HITOS																									
ENTREGABLES																									