

OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE Cu/Ni SOBRE SUSTRATOS DE ZAMAK MEDANTE LA TÉCNICA DE CORRIENTE PULSANTE INVERSA

W. Aperador¹, M. Mora¹, M. Alvarez¹, A. Camargo¹, E. Vera¹, J. Guerrero²,
D. Laverde²

1 Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Tunja, Colombia, Grupo de Superficies, Electroquímica y Corrosión.

2 Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia, Grupo de Investigaciones en Minerales Biohidrometalurgia y Ambiente.

(Recibido 09 de Sep.2005; Aceptado 20 de Jun. 2006; Publicado 20 de Nov. 2006)

RESUMEN

Se presenta la implementación de la técnica de corriente pulsante inversa para electrodepositar películas delgadas Cu/Ni en forma de bicapa sobre sustratos de zamak, controlando los voltajes y tiempos de electrodeposición anódicos (V_{Low} , T_{Low}) y catódicos (V_{High} , T_{High}), obteniendo como respuesta el monitoreo de la corriente anódica (I_{Low}) y catódica (I_{High}) en función del tiempo anódico (T_{Low}) y catódico (T_{High}), respectivamente. Utilizando Microscopía de Fuerza Atómica (AFM) se observó que el control pulsante del voltaje durante el depósito permite obtener películas de Cu/Ni más densas y de tamaño de grano más fino, que las películas convencionales depositadas por la técnica de corriente directa. Se determinó la composición química de las capas usando la sonda de difracción de rayos X (EDX) con el microscopio electrónico de barrido.

Palabras claves: Corriente Pulsante Inversa, Corriente Directa, AFM, EDX, Electrodeposición de Cu-Ni.

ABSTRACT

The implementation of the Pulsating Inverse Current (PRC) technique is presented to electroplate Cu/Ni thin films on bi-layer zamak substrates, controlling the voltages and anodic electroplating (V_{Low} , T_{Low}) times and cathodic (V_{High} , T_{High}) times, obtaining the monitoring of the anodic (I_{Low}) and cathodic (I_{High}) currents based on the anodic (T_{Low}) and cathodic (T_{High}) times, respectively. Using Atomic Force of Microscopy (AFM), it was observed that the pulsating control of the voltage during the deposit allowed obtaining denser and finer grain Cu/Ni films, rather than the conventional films deposited by the technique of direct current. Furthermore, The chemical composition of the layers was determined using the sounding of diffraction X ray (EDX) with the Scanning Electronic Microscope (SEM).

Key words: Pulsating Inverse Current (PRC), Direct Current (DC), AFM, EDX, Electroplating of Cu-Ni.

1. Introducción

La electrodeposición de metales es un proceso que busca alterar las características superficiales de un material, por lo cual ha sido ampliamente empleado para mejorar su resistencia al desgaste y para obtener superficies metálicas con acabados superficiales específicos [1]. Dentro de la gama de electrorecubrimientos existentes, el níquel se constituye en uno de los más ampliamente

te utilizados para recubrir aceros, aleaciones de cobre y aleaciones de zinc, debido a las buenas características superficiales que presenta. Los procesos industriales siempre se encuentran a la vanguardia de los avances tecnológicos que les permitan obtener notorios mejoramientos en todas sus líneas de producción, lo que ha motivado a diversos investigadores a estudiar los efectos de las diferentes formas de suministrar la corriente directa (DC), empleando alternativas como la corriente pulsante inversa (PRC). Con esta técnica se puede conseguir un refinamiento en el tamaño de grano de los cristales formados [2,3]. Se ha encontrado que los recubrimientos nanocristalinos de níquel obtenidos con corriente pulsante han presentado una mayor dureza que el níquel electrogalvanizado con corriente directa [3,4].

2. Desarrollo Experimental

Para la obtención de los electrodepositos de Cu se empleó un electrolito alcalino (pH=11) compuesto de NaCN (56g/L), CuCN (42g/L), KNaC₄H₄O₆*4H₂O (45g/L), la temperatura de trabajo fue de 35°C y el tiempo de proceso fue de 40 minutos. Los electrodepositos de níquel se obtuvieron empleando un electrolito tipo Watt's (pH = 4.2) compuesto de NiSO₄*6H₂O (300g/l), NiCl₂*6H₂O (75 g/l), H₃BO₃ (50 g/l) y aditivos para mejorar la apariencia del depósito, la temperatura de trabajo fue de 65°C y el tiempo de electrodeposición fue de 75 minutos.

Para la obtención de los electrodepositos se construyó un hardware de 30 amperios, voltaje de 30 voltios pico además, se desarrolló un software empleando Labview 7.1 lo cual permitió programar y monitorear los voltajes catódico (V_{High}) y anódico (V_{Low}), los tiempos catódico (T_{High}) y anódico (T_{Low}), el tiempo de electrodeposición (T_{proc}), la corriente y la carga consumida. Los parámetros involucrados y los rangos de trabajo empleados se muestran en la Tabla 1.

Tabla No.1 Parámetros utilizados para la obtención de películas delgadas

| Técnica | V _{High} (V) | V _{Low} (V) | T _{High} (mseg) | T _{Low} (mseg) | T _{proc} (min) |
|---------|-----------------------|----------------------|--------------------------|-------------------------|-------------------------|
| DC | 10 | 10 | 100 | 100 | 75 |
| PRC | 10 | -2 | 100 | 10 | 75 |

3. Resultados y Discusión

3.1. Software y hardware del equipo

En la Figura 2 se muestra el hardware diseñado y elaborado para la obtención de los electrorecubrimientos, en donde básicamente se utilizaron dos transistores de potencia, uno PNP el cual maneja la parte negativa del voltaje necesario (se obtienen las corrientes pulsantes inversas) y otro NPN el cual maneja la parte positiva necesaria (se obtiene corriente directa). También se desarrolló una etapa de control que permite tener comunicación entre la fuente y el software. En la misma figura se muestra el software, el cual fue desarrollado con Labview 7.1, éste, permite controlar los voltajes y los tiempos catódico y anódico, el tiempo de electrodeposición, así como también monitorear la carga y la corriente consumida.

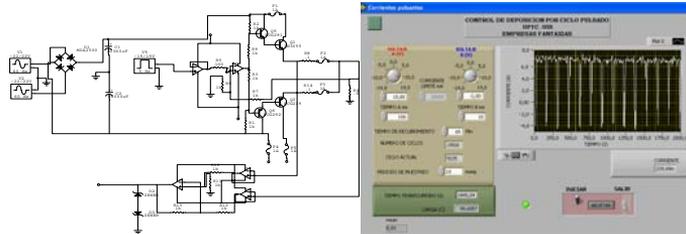


Fig. 2. Hardware de potencia y Software de manejo del prototipo.

3.2. Topografía de los recubrimientos de níquel

En la Figura 3 se observan las diferentes topografías de las películas de níquel obtenidas con las técnicas DC (3.a) y PRC (3.b). Se puede observar de manera muy clara que las películas producidas con corriente pulsante inversa presentan la mayor uniformidad, la menor rugosidad y el tamaño de grano más fino. Se puede notar el efecto que presenta el uso de las ondas pulsantes inversas sobre los recubrimientos, ya que induce velocidades más altas de nucleación de los granos, por lo cual se obtienen estructuras con tamaño de grano más refinado [5].

En la Tabla 2 se pueden apreciar los valores correspondientes al tamaño de grano promedio y la rugosidad en cada uno de los recubrimientos obtenidos por las diferentes técnicas. Los valores encontrados permiten corroborar la ventaja del empleo de la corriente pulsante inversa para la obtención de películas con un menor grado de rugosidad ligado a una disminución el tamaño de grano, lo que contribuye a que los recubrimientos posean un mayor grado de compactación.

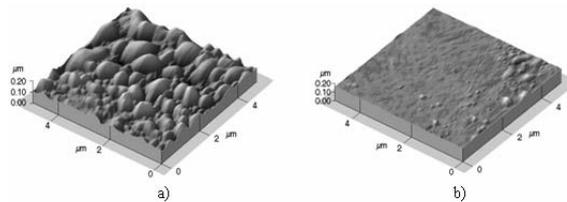


Fig. 3. Topografía de las películas electrodepositadas de Ni obtenidas mediante: a) DC, b) PRC.

Tabla No.2. Mediciones de tamaño de grano y rugosidad en las películas de níquel

| Técnica | Tamaño de grano (ηm) | Rugosidad (ηm) |
|---------|------------------------------------|------------------------------|
| DC | 2250 | 4610 |
| PRC | 624 | 1673 |

3.4. Análisis de Rayos – X en Microscopia Electrónica de Barrido.

Se realizó análisis de composición química en las tres fases correspondientes: la primera el sustrato (zamak), la segunda fase correspondiente al cobre y la tercera al níquel. Este análisis químico se realizó para conocer como varía la composición en la segunda y tercera fase al ser obtenidas por la técnica PRC. Los resultados obtenidos permitieron determinar que la composi-

ción de las capas no varía con la aplicación de la técnica PRC, lo cual permite la obtención de recubrimientos electrolíticos de elevada pureza.

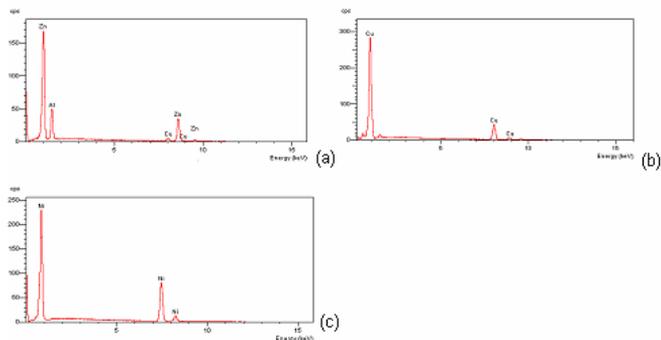


Fig. 4. Análisis de EDX. a) sustrato correspondiente al zamak (67.1% Zn, 26.9% Al, 5.9% Cu) b) segunda fase (100% Cu) y c) tercera fase (100% Ni)

Conclusiones

Se diseñó y construyó un equipo manejado por computador que permite obtener películas delgadas de Cu/Ni por vía electrolítica empleando corriente pulsante inversa (PRC) y corriente directa (DC).

Se logró una disminución en el tamaño de grano y una mayor uniformidad de los depósitos electrolíticos mediante la implementación de la técnica de corriente pulsante inversa, obteniéndose tamaños de grano de hasta 624 nanómetros.

Se estableció con análisis de rayos X, que la composición del recubrimiento de cobre y níquel es la misma y que no cambia con respecto a las técnicas PRC y DC.

REFERENCIAS

[1] F. Lowenhweim, *Modern Electroplating*, 2ª ed. John Wiley & Sons, New York, 1963.
 [2] A.M. El-Sherik, U. Erb, J Page, *Surf Coat Techn.*, 1996, 88, 70.
 [3] BRADLEY, P. E. Pulse plating of cobalt iron copper alloys. Institut de microsysteâmes, ecole Polytechnique FeÂdeÂrale de Lausanne, Switzerland (2000).
 [4] BERGENSTOF. C. N. On texture formation of nickel electrodeposits. Institute of Process Technology, The Technical University of Denmark, DK-2800 Lyngby, Denmark. 1996.
 [5] S. Pagotto, C. Alvarenga, M. Ballester, *Surf Coat Techn.*, 1999, **122**, 10