

## SIBAE 2012

XX Congresso da Sociedade Iberoamericana de Eletroquímica  
25 a 30 de março – Fortaleza, Brasil

### MODIFICACION DE LA COMPOSICION QUIMICA DE DEPOSITOS DE CROMO POR ELECTROLISIS PULSANTE

#### INTRODUCCION

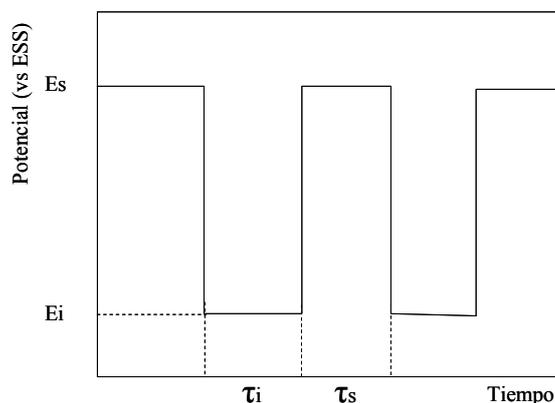
Para obtener depósitos de cromo con diferentes composiciones, morfologías y colores a partir de soluciones de Cr+6 es práctica usual el agregado de aditivos [1, 2]. En el presente trabajo se realizó un estudio sistemático de los efectos de la electrólisis pulsante potenciostática sobre la composición química y la morfología de los depósitos obtenidos a partir de una solución de cromado estándar de Cr+6 tipo Sargent sin modificar la composición del electrolito.

#### PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Como electrolito se utilizó una solución de CrO<sub>3</sub> 250 g/l y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2,5 g/l. Los depósitos se realizaron sobre electrodos de cobre electrolítico empleando una celda convencional de 3 electrodos conectada a un potenciostato-galvanostato marca Omnimetra modelo PG39 controlado por una PC. Los electrodos de trabajo fueron alambres de Cu electrolítico de 1 mm de diámetro, el contraelectrodo fue fabricado en una aleación de Pb/Sb y diseñado en forma concéntrica al electrodo de trabajo. Como electrodo de referencia se utilizó Cu/CuSO<sub>4</sub> sat. (ESCS). Se realizaron depósitos potenciostáticos, curvas voltamperométricas y electrólisis pulsante con control potenciostático. La morfología de los depósitos fue observada con microscopía electrónica de barrido (MEB) y su composición química fue caracterizada por espectroscopía dispersiva de rayos X (EDS) y espectroscopía fotoelectrónica de Rx (XPS).

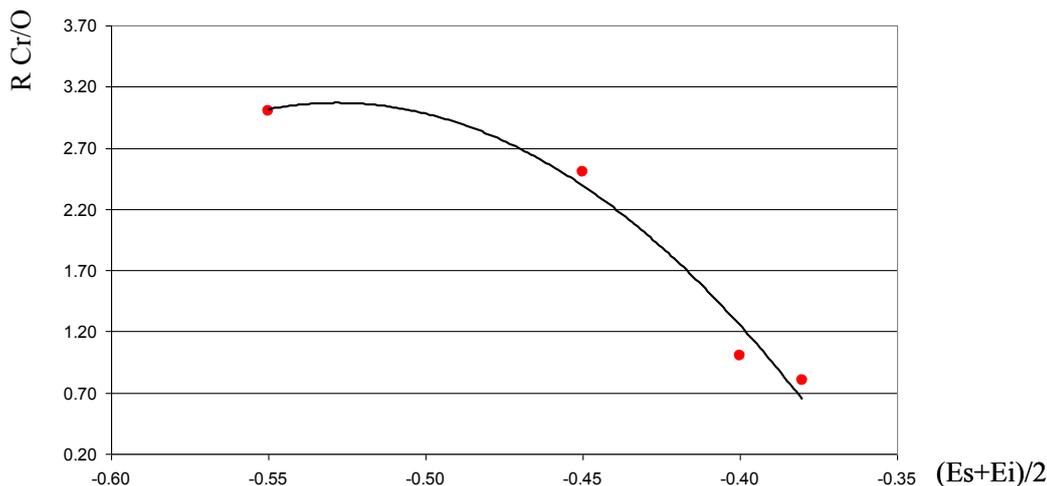
#### RESULTADOS Y DISCUSION

En la figura 1 se muestra la función de potencial aplicada sobre los electrodos de trabajo durante la electrólisis pulsante. El potencial de electrodo varía cíclicamente entre un valor superior ( $E_s$ ) y uno inferior ( $E_i$ ) durante un tiempo  $\tau_s$  y  $\tau_i$  respectivamente.



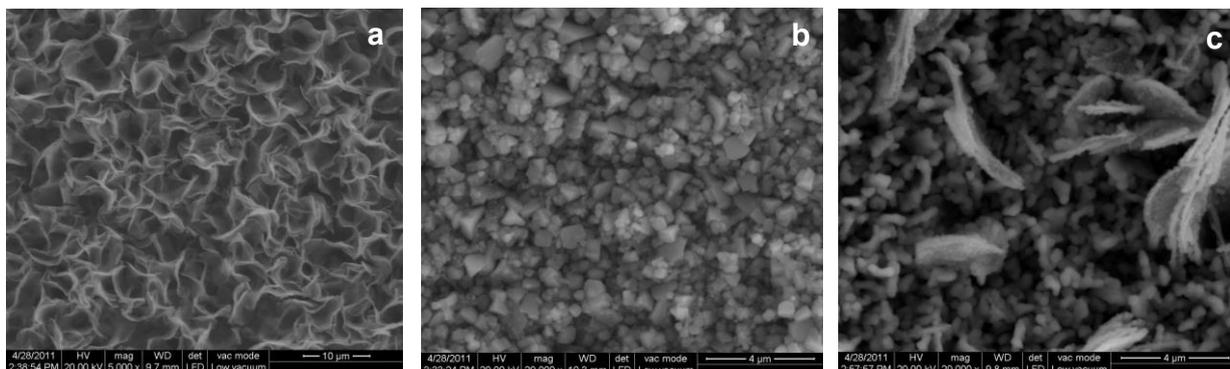
**Figura 1:** Electrólisis pulsante con control potenciostático.

Se realizó un estudio sistemático variando los valores de  $E_s$  y  $E_i$  manteniendo constantes los parámetros  $\tau_s$  (200 ms),  $\tau_i$  (200 ms) y el tiempo total de tratamiento (10 min). En la figura 2 se muestra la relación del contenido de Cr y O por EDS (R Cr/O) de los depósitos obtenidos en función del potencial electroquímico promedio  $\hat{E} = (E_s + E_i)/2$  de las funciones de potencial aplicadas.



**Figura 2:** Relación de composición EDS de Cr y O para distintos potenciales medios.

En la figura 3 se muestran las morfologías obtenidas para 3 situaciones particulares. En el caso a) se observan láminas distribuidas al azar cubriendo toda la superficie y su composición química en XPS es de un 80% de  $\text{Cr}(\text{HO})_3$ . La superficie del electrodo es de color negro mate y morfológicamente muy similar a las utilizadas en los paneles de absorción solar [3]. En el caso b) se observan cristales de tamaño sub-micrométrico y el electrodo toma un color gris metálico característico. Los resultados de XPS indican un 25% de Cr metálico. En el caso intermedio c) coexisten ambos tipos de depósitos.



**Imagen 1:** Morfología de depósitos de cromo para distintos potenciales medios. a)  $\hat{E} = -0,40$  V, b)  $\hat{E} = -0,55$  V y c) Zona intermedia,  $\hat{E} = -0,45$  V).

**CONCLUSIONES:** Se desarrolló un nuevo método electroquímico mediante el cual se puede controlar la obtención de distintas especies de cromo de diferente estado de oxidación, contenido de oxígeno y morfología sin la necesidad de agregar aditivos al electrolito.

**AGRADECIMIENTOS:** A la CICBA por el financiamiento de este trabajo.

## REFERENCIAS

- [1] M. Aguilar-Sánchez a, M. Palomar-Pardavé a,\* , M. Romero-Romo a, M.T. Ramírez-Silva b, E. Barrera c, B.R. Scharifker J. Electroanal. Chem. 647 (2010) 128–132
- [2] E. Barrera, M. Palomar-Pardavé, N. Batina, I. González, J. Electrochem. Soc. 147 (2000) 1787.
- [3] M. Aguilar, E. Barrera, M. Palomar-Pardavé, L. Huerta, S. Muhl, Journal of Non-Crystalline Solids 329 (2003) 31–38.