

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 CrO₃ 250 g/l y H₂SO₄ 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/CuSO₄ 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 τ_s y τ_i respectivamente.

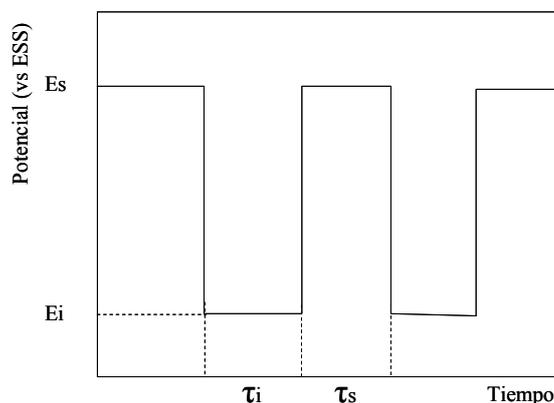


Figura 1: Electrólisis pulsante con control potenciostático.

Se realizó un estudio sistemático variando los valores de E_s y E_i manteniendo constantes los parámetros τ_s (200 ms), τ_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.

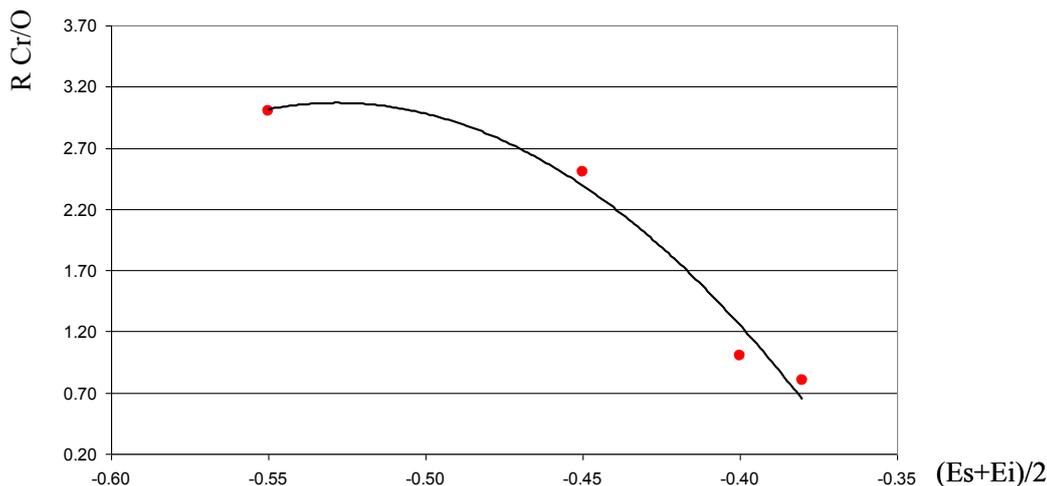


Figura 2: Relación de composición EDS de Cr y O para distintos potenciales medios.

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.

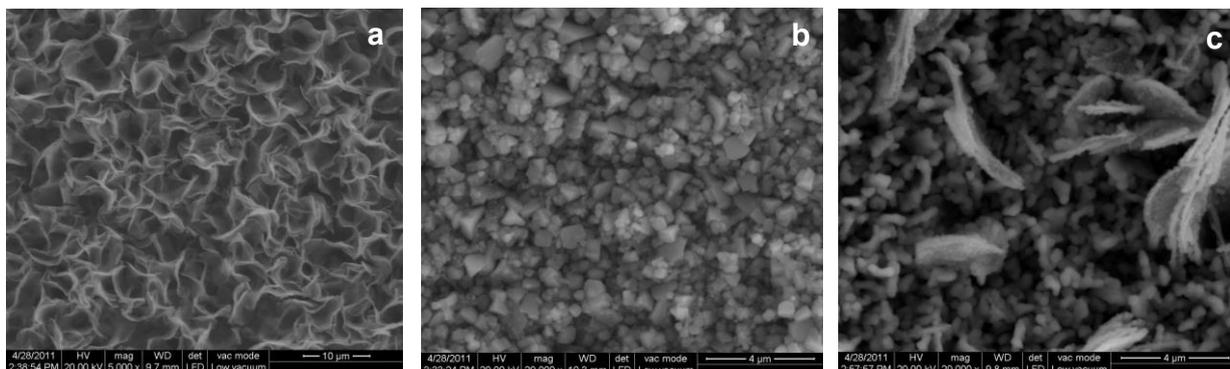


Imagen 1: Morfología de depósitos de cromo para distintos potenciales medios. a) $\hat{E} = -0,40$ V, b) $\hat{E} = -0,55$ V y c) Zona intermedia, $\hat{E} = -0,45$ V).

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.