

## Tesis de Posgrado

# Electrodeposición de aluminio

Böhm, Ursula Carmen Elsa

1960

Tesis presentada para obtener el grado de Doctor en Ciencias Químicas de la Universidad de Buenos Aires

Este documento forma parte de la colección de tesis doctorales y de maestría de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en [digital.bl.fcen.uba.ar](http://digital.bl.fcen.uba.ar). Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the doctoral theses collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in [digital.bl.fcen.uba.ar](http://digital.bl.fcen.uba.ar). It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

**Cita tipo APA:**

Böhm, Ursula Carmen Elsa. (1960). Electrodeposición de aluminio. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires.

[http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis\\_1058\\_Bohm.pdf](http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_1058_Bohm.pdf)

**Cita tipo Chicago:**

Böhm, Ursula Carmen Elsa. "Electrodeposición de aluminio". Tesis de Doctor. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 1960.

[http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis\\_1058\\_Bohm.pdf](http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_1058_Bohm.pdf)

**EXACTAS** UBA

Facultad de Ciencias Exactas y Naturales



**UBA**

Universidad de Buenos Aires

第 105 页

1059





u. Bot

---

757 1030







ejemplo el ácido nítrico, ácido sulfúrico y ácido acético; así mismo el aluminio resiste muy bien a los compuestos sulfurosos presentes en los petróleos. No puede utilizarse como material de construcción de equipos, etc. por tratarse de un metal fácilmente deformable; pero en forma de revestimiento puede tener múltiples aplicaciones. Así por ejemplo se sugiere revestir:

Los tubos de acero de los economizadores que están en contacto con gases calientes, ricos en compuestos sulfurosos, muy corrosivos

Los cilindros de almacenaje de gases comprimidos, donde a causa del contacto prolongado entre los gases envasados y el hierro se forman impurezas volátiles, que corroen el hierro fuertemente.

Las cámaras de cracking, reactores, cañerías, etc.

Además, dada la posibilidad de obtener electrolíticamente una superficie brillante de aluminio, se puede destinar al uso en reflectores, espejos astronómicos

El aluminio puro puede ser usado para condensadores electrolíticos, reducidas pérdidas de corriente residual; para aparatos magnéticos de alta sensibilidad, donde se exige la eliminación total de perturbaciones de magnetización; para envases y envoltorios en la industria alimenticia, etc.

Sin embargo en la práctica el uso del aluminio espectroscópicamente puro tropieza con serios obstáculos. Prescindiendo de su precio considerablemente mayor, que el de las calidades comerciales normales, las impurezas que se introducen en el aluminio durante la elaboración mecánica pueden reducir seriamente su resistencia química. Considerando por otra parte que la importancia tecnológica del aluminio purísimo está justamente en su elevada resistencia al ataque por agentes químicos







1.) GALVANICA, TRATAMIENTO DE SUPERFICIES METALICAS, ENSAYOS, ETC.  
-----

Hugo Krause: Galvanotechnik.

H. Silman: Acabado químico y galvanoplástico de los metales.

Riedel: Ratgeber der Galvanotechnik.

Pfanhauser: Galvanotechnik.

V. Gaertner: Electroquímica.

Jahrbuch der Oberflächentechnik.

Manual de Galvanotécnica (Duperial).

L.P.W. Taschenbuch für Galvanotechnik.

H. Gasnier: Depots Metalliques Directs et Indirects.

W. Burkart: Modernes Schleifen und Polieren.

A.G. Gray: Modern Electroplating.

Bloom and Hogaboom: Principles of Electroplating and Electroforming.

2.) ELECTRODEPOSICION DE ALUMINIO.  
-----

Gmelins Handbuch der Anorganischen Chemie - 8. Auflage (1934),

Teil A, Lieferung 1:

"Bibliografía de los ensayos realizados"

Scheibler u. Zimmer: Z. Anorg. und Allgem. Chem. (1952) - 269

"Electrodeposición a partir de compuestos organometálicos"

Couch y Bremer: J. of Electrochem. Soc. 99, 6 (1952)

"Un Baño de hidruro para la electrodeposición"

Hurley y Wier: J. of Electrochem. Soc. 98, 5 (1951)

"Electrodeposición a partir de sales de aminas cuaternarias"

K. Ziegler: Z. Anorg. y. Allgem. Chem., 283, 414 (1956)

"Electrodeposición a partir de compuestos organometálicos,

Na (Al (C<sub>2</sub> H<sub>5</sub>)<sub>3</sub> F) y Al (C<sub>2</sub> H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>"

Keyes: Ind Eng. Chem., 20, 1068 (1928)

"Electrodeposición a partir de halogenuros de etil-aluminio"

Fink y Solenki: Trans. of the Electrochem Soc., 91, 203 (1947)

"Aluminio a partir de un baño de cloruro fundido"

Verdiek e Yntema: J. of Phys. Chem., 48, 259 (1944)

"Electroquímica de baños de haluros de aluminio fundidos"

### 3.) SINTESIS, PREPARACION DE DROGAS, PROPIEDADES DE LOS COMPUESTOS

#### ----- UTILIZADOS. -----

A. Vogel: Practical Organic Chemistry.

L. F. Fieser: Organic Chemistry.

E. Krause y A. von Grosse: Die Chemie der metallorganischen Verbindungen.

N.V. Sidgwick: The Chemical Elements and their compounds.

G. E. Coates: Organo-metallic compounds.

E. Rochow - D. Hurd - R. Lewis: The Chemistry of Organometallic compounds.

J. Houben: Methoden der organischen Chemie.

A. Weissberger: Technique of Organic Chemistry.

A. A. Morton: Laboratory Technique in Organic Chemistry.

L. Gattermann: Prácticas de Química Orgánica.

A. Thomas: Anhydrous Aluminium Chloride in Organic Chemistry.

T. Hurd: Chemistry of the Hydrides.

#### Síntesis de trifenilaluminio:

Friedel y Crafts: Ann. Chim. Phys. (6) 14, 457

Hilpert y Grüttner: Ber. Dtsch. Chem. Ges., 45, 2828

Krause y Dittmar: Ber. Dtsch. Chem. Ges., 63, 2401

#### Síntesis de compuestos de Grignard:

Grignard: Ann Chim. Phys (7) 24, 436

4.) ANALISIS

Scott's Standard Methods of Chemical Analysis.

J.M. Kolthoff: Textbook of Quantitative Inorganic Analysis.

A.J. Vogel: Química Analítica Cualitativa.

A.J. Vogel: Química Analítica Cuantitativa.

5.) ALUMINIO

M. Schenk: Werkstoff Aluminium.







### 3.) Eter:

Las principales impurezas del éter comercial son agua, alcohol etílico y peróxido de etilo.

La presencia de los peróxidos se revela por la liberación de yodo (papel de almidón) cuando se agita un pequeño volumen con igual volumen de yoduro de potasio al 2 % y unas gotas de ácido clorhídrico. Se eliminan, agitando con una solución acuosa al 6 % de sulfato ferroso cristalizado y 0,6 % de ácido sulfúrico concentrado. El agua y alcohol se eliminan con sodio metálico, previo secado con cloruro de calcio.

### 4.) Benceno:

Para obtener benceno anhidro se lo somete a la destilación. A 69°C destila el aceótropo que contiene un 29,6 % de agua.

El benceno seco destila a 80° C.

### 5.) Hidruro de litio:

Deben tenerse muchas precauciones en el manejo del hidruro de litio, ya que el material finamente pulverizado es muy inflamable y sensible a la humedad. El hidruro de litio inflamado, por su parte, no puede ser extinguido con los elementos comunmente utilizados, tales como agua, anhídrido carbónico o tetracloruro de carbono, ya que éstos son reducidos por el hidruro con gran desarrollo de calor. El único método eficaz es, cubrir la zona de fuego con un gas inerte (argón o nitrógeno).

Por otra parte el H Li es fisiológicamente ofensivo, pues irrita las mucosas y ataca la piel.

Se pulveriza y maneja el hidruro de litio en una "Dry Box".



## PREPARACION DE LAS CHAPAS METALICAS PARA LA INMEDIATA APLICACION DE

### RECUBRIMIENTO ELECTROLITICO

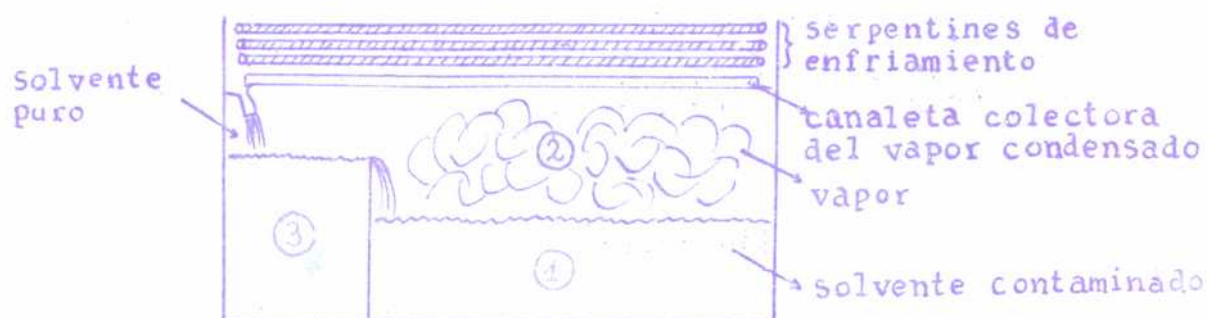
Antes de introducir las chapas en el baño de electrodeposición son sometidas sucesivamente a los siguientes procesos:

#### 1.) Desengrase y limpieza:

Es una operación preliminar que elimina los distintos tipos de suciedad a veces presentes en la superficie metálica.

- a) Aceites, grasas, lubricantes, etc. dejados sobre la superficie del metal como consecuencia de las operaciones mecánicas.
- b) Virutas de metal, arenilla, polvo atmosférico.

Se utiliza percloroetileno o tricloroetileno sometiendo la pieza sucesivamente a la acción del mismo en la fase líquida (1), fase gaseosa (2) y fase líquida (3).



Las piezas también pueden desengrasarse frotándolas con una papilla de carbonato de calcio.

#### 2.) Desbastado y pulido:

- a) Las chapas de hierro y latón han sido sometidas al desbastado y pulido a tambor (Método Roto Finish o Trowal).

Este método es muy eficaz y barato para piezas pequeñas. Consiste en someter el material a la acción de piedras (chips) y compuestos abrasivos en tambores poligonales que giran a bajas velocidades durante 3 - 4 horas.

Los chips de desbastado son elaborados con materiales naturales duros que se gastan poco y mantienen sus bordes cortantes por largo tiempo.

Los chips de lustrado son más blandos que los de desbastado y dan una terminación semi-lustrosa en las piezas metálicas.

Los compuestos químicos, adicionados como soluciones diluidas (0.5 - 2 kg por cada 100 kg de chips), producen la lubricación necesaria para los chips y las piezas metálicas sometidas al proceso. Evitan el opacamiento, rayado y herrumbrado de las piezas, mantienen la limpieza en el tambor y evitan que los chips se recubran con las finas partículas removidas por ellos mismos de las piezas que están siendo tratadas.

El compuesto usado en la etapa del lustrado contiene un material que forma una capa sobre los chips, que permite que los chips actúen como medio pulidor en vez de abrasivo.

- b) Las chapas de cobre han sido pulidas con disco de tejido que lleva pasta de pulir en su superficie.

La velocidad periférica óptima es de 1.900 m/min que corresponde a 3.000 r.p.m. para un disco de 20 cm de diámetro. Para velocidades menores disminuye la eficacia, puesto que el material de pulido es "arrastrado" sobre la superficie a pulir.

El objeto del pulido es obtener una superficie lo más lisa posible, puesto que cuanto más brillante el material base, tanto mejor y menos poroso será el depósito galvánico. El mecanismo no está aún aclarado. Según una teoría el pulido consiste en un desgaste de la superficie, eliminando las crestas y arancando uno u otro cristal de la superficie. Según la teoría moderna de Beilby no hay desgaste de material. Se supone que por la presión ejercida por el medio pulidor y el desarrollo simultáneo de calor, se funde la capa superior del metal y las partículas fundidas fluyen hacia la zona más fría (valles) solidificándose nuevamente.



### 3.) Abrillantado:

Las chapas de cobre y de latón se han sometido al abrillantado químico.

- a) Primero se produce una superficie mate, sumergiendo las piezas en una solución caliente, formada por un litro de ácido nítrico y un litro de ácido sulfúrico concentrados.
- b) Para producir el abrillantado, se los sumerge en una solución de 8 litros de ácido sulfúrico, 4 litros de ácido nítrico, un litro de agua y un poco de cloruro de sodio.

### 4.) Decapado:

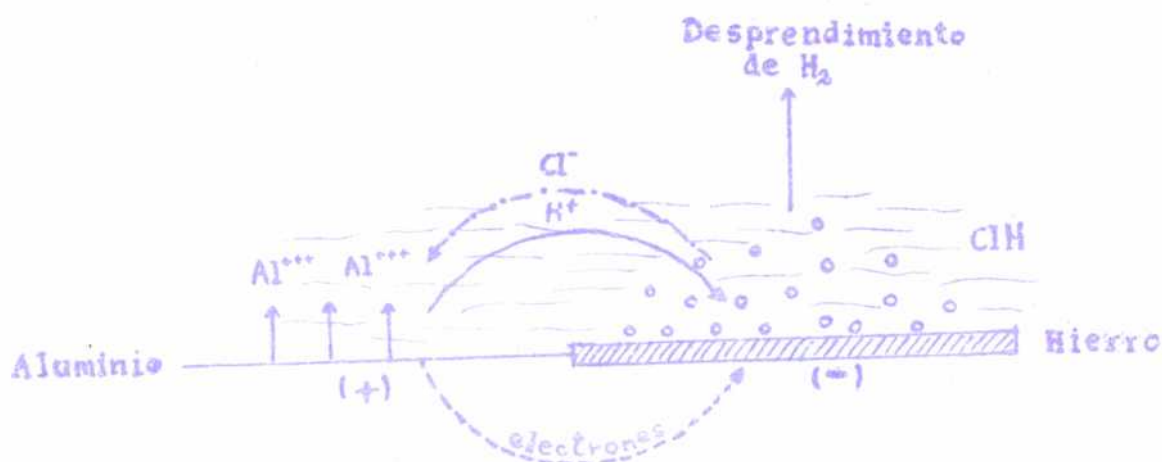
Consiste en la eliminación de una posible capa de óxido, así como de otros cuerpos minerales extraños. (Tiene especial importancia para los metales ferrosos; el cobre y latón se desoxidan con poca dificultad).

7

d) Se elaboró además un método de decapado muy eficiente, introduciendo una variante en el método primeramente citado:

Se sumerge la pieza de hierro junto con un alambre de aluminio (con el cual debe hacer contacto) en ácido clorhídrico 1 : 1. Se forma así un elemento galvánico, donde el metal más noble (hierro) actúa como cátodo y el menos noble (aluminio) como ánodo. Debido a la creación de la diferencia de potencial hay un intercambio de electrones, provocando la disolución del metal menos noble y la descarga de hidrógeno en el metal más noble. El óxido de hierro se elimina principalmente como resultado de la acción mecánica del gas desprendido en la superficie del metal.

En 5 minutos se consigue así un decapado perfecto.



##### 5.) Desengrase electrolítico:

Se utilizó un baño a base de carbonato e hidróxido de sodio (00303). Las condiciones de trabajo son las siguientes:

Concentración del baño: 0,1 kg de sal 00303/lit. de agua.

Temperatura:  $40^{\circ} C$ .

Tiempo: 3 minutos.

Electrodos: acero inoxidable.





## Cobreado de las chapas de hierro.

- Antes de depositar aluminio sobre piezas de hierro, conviene recubrir las con una delgada capa de cobre, por las siguientes razones:
- a) Se obtienen depósitos de mejor adherencia, puesto que el cobre adhiere muy bien sobre hierro y el aluminio a su vez sobre cobre.
  - b) Se disminuye la porosidad de los depósitos y con ello se aumenta el valor protector de los recubrimientos. El cobre tiene un poder de penetración muy grande y "rellena" bien los poros del metal base, produciendo superficies perfectamente lisas.
  - c) Se evita la contaminación del baño electrolítico de aluminio por el hierro, metal innoble que tiene una elevada presión electrolítica de disolución.

Se usó un baño electrolítico que contiene cianuro de cobre, cianuro y carbonato de sodio.

Las condiciones de trabajo son las siguientes:

Temperatura: 38-40°C

Tiempo: 25 minutos

Electrodos: cobre electrolítico

Voltaje: 4 volt

Densidad de corriente: 1 amp/dm<sup>2</sup>

Período catódico: 28 segundos

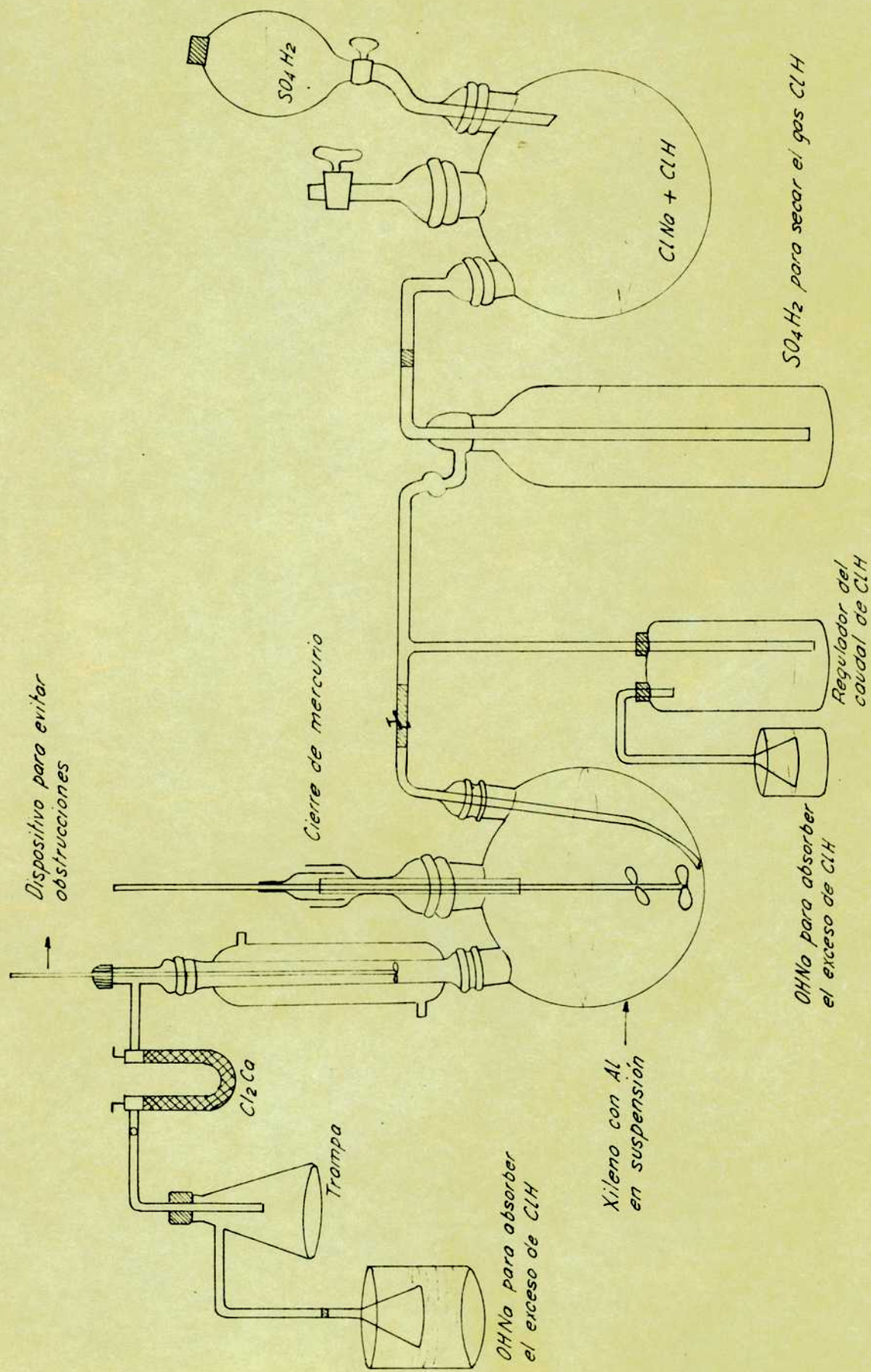
Período anódico: 4 segundos

Los depósitos obtenidos tienen un espesor de 6 micrones según determinaciones que se describen en el capítulo Ensayos de Control.

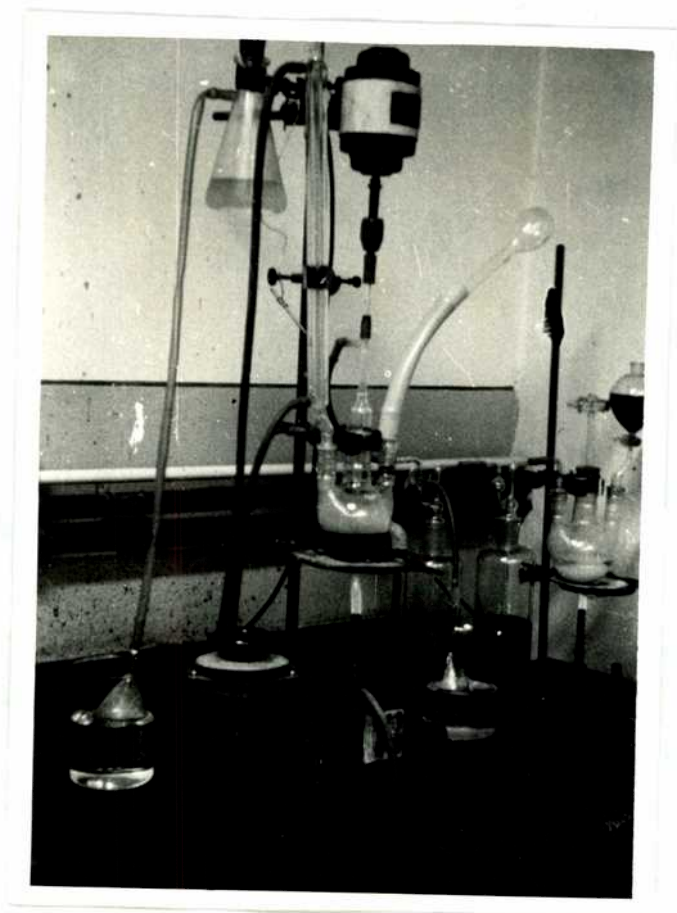








Síntesis del cloruro de xileno-aluminio a partir de xileno, ClH y Al



Aparato utilizado en la síntesis del cloruro de xilenaaluminio.



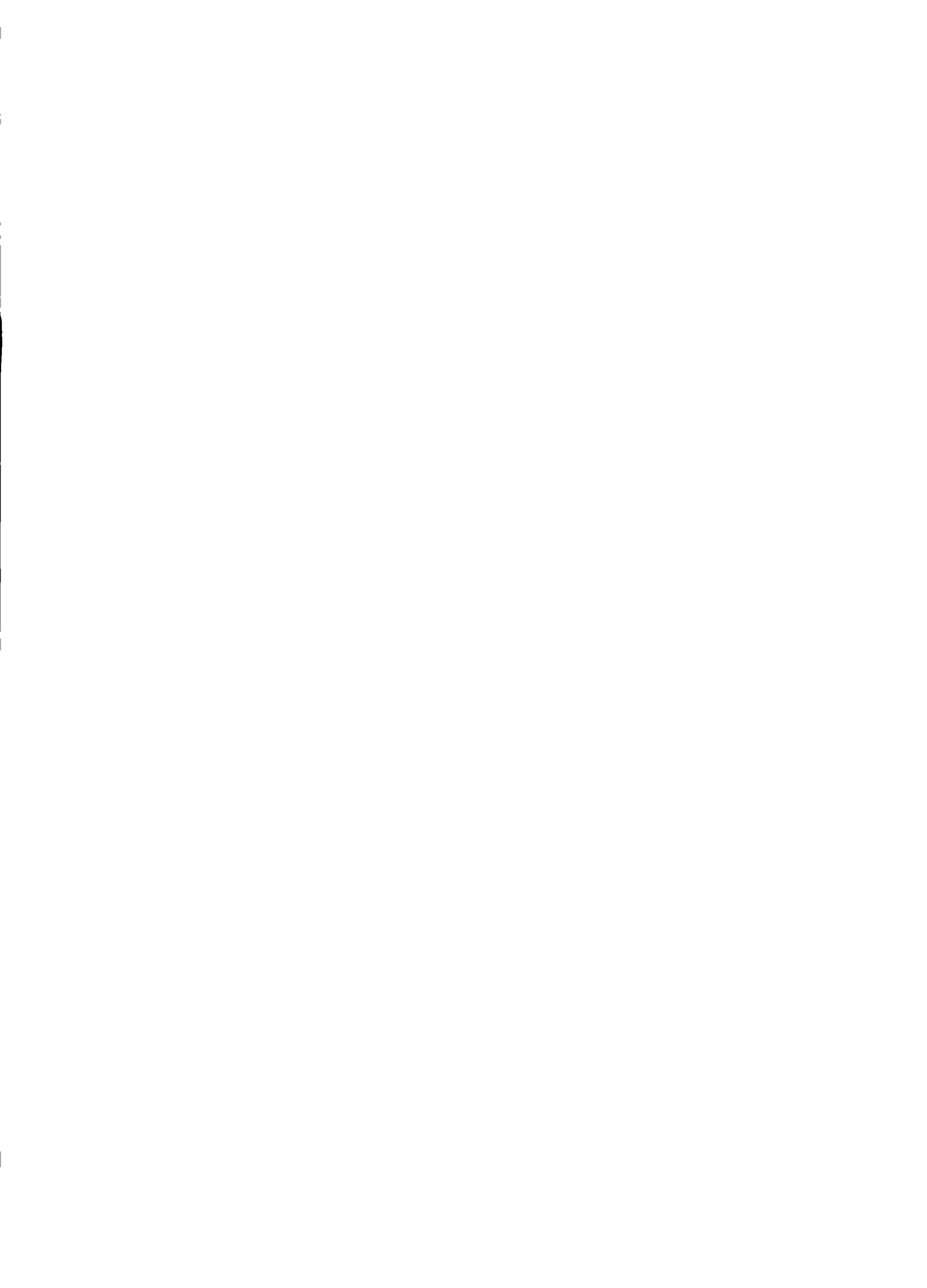




andu











métricamente haciendo amoniacal, añadiendo 30 ml de ácido acético al 1/3, IK y titulando con  $S_2O_3Na_2$  N/10. El filtrado del  $SCu$  se hierve hasta eliminar el  $SH_2$ , se oxida con agua de bromo y precipita el Fe y Mn, que pueden incluir algo de Al, se filtra y redisuelve, así 4 veces, reuniendo los líquidos. En el precipitado se determina Fe por colorimetría. El filtrado del Fe + Mn se lleva a ebullición, y precipita el Ni con dimetilgloxina, hirviendo unos minutos, enfriando y filtrando. (La determinación de Ni se hará luego también sobre muestra aparte).

El filtrado se hace amoniacal (viraje a la fenolftaleína), se agregan agitando de 10 - 25 ml (según la cantidad de Mg) de  $PO_4(NH_4)_3$  10 % y luego un exceso de 1/3 del volumen de  $NH_3$ , se deja 24 horas. Se filtra el fosfato amónico magnésico, lavando con  $NH_3$  1/3, se calcina y pesa como  $P_2O_7Mg_2$ . Los filtrados se separan después del segundo lavado, hirviéndose hasta eliminación de  $NH_3$  (no más olor de amoníaco) viraje al metilorange y se precipita el Zn, con  $PO_4(NH_4)_3$  10 %, se filtra, lava con agua caliente, calcina y pesa como  $ZnP_2O_7$ .

#### ESTAÑO:

1 g de viruta más 1 g de Sb metálico finamente polifirizado se colocan en un Philips de 500 ml. Se añaden 100 ml de agua y de a poco 100 ml de  $ClH$  1 : 1.

Una vez disuelto el aluminio se filtra a erlenmeyer de 500  $cm^3$ , se agrega Fe metálico, se tapa con válvula de Gökely, se deja en digestión sobre plancha hasta disolución del Fe, se enfría y titula con I N/10 en presencia de almidón.

#### SILICIO:

Se pesan por cuadruplicado 1 g en vaso de 250  $cm^3$ , se atacan con 25 ml de  $NO_3H$  1 : 3 y 25 ml de  $SO_4H_2$  1 : 1 mezclados anteriormente. Se agregan



gotas de CLH de forma que el ataque sea lento (para no formación de silanos); una vez atacado exceso de 20 gotas CLH y se lleva a vapores sulfúricos sobre baño de arena. Se enfría, se toma con 125 ml de CLH 10 %, se hierve (3 - 4 minutos), se agregan 2 ml de gelatina 5 %, se hierve un minuto más y se filtra por papel 40 (3 filtrados en vaso de 400; 1 en matraz aforado de 500). SiO<sub>2</sub> se lava hasta eliminación de Fe, Al, etc. y si está negro se pasa a platino, calcina y pesa. (Si está blanco se pesa directamente en crisol de porcelana). (El negro indica que hay Si libre aún). Los negros calcinados en platino se toman en la cápsula con SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> y FH, se lleva a vapores, se calcina y pesa; se determina así la parte que está como SiO<sub>2</sub>; el resto se toma con NO<sub>3</sub>H y FH y se manda a vapores, etc., calcina, etc. y se determina Si elemental sin atacar.

#### NIQUEL:

A uno de los tres filtrados de SiO<sub>2</sub> se le agrega 10 ml de tartárico, se hace amoniacal y se precipita con dimetilgloxima (15 - 20 ml); si hay Ni se determina también en los otros dos filtrados.

#### TITANIO:

Del filtrado llevado a 500 se toman 100 por duplicado, se compleja Fe con PO<sub>4</sub>H<sub>3</sub>; a uno de ellos se le pone H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> y el otro se iguala con un blanco con soluciones de Fe, Cu; etc. según el color que aparezca en el nesler sin H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> y se hace la colorimetría correspondiente.

#### RESULTADOS:

Silicio	0,058 %
Estaño	vestigios
Titanio	"
Niquel	"
Magnesio	"
Zinc	"
Manganeso	0,015 %
Cromo	vestigios
Hierro	0,474 %
Cobre	vestigios
Plomo	"
<u>Aluminio</u>	<u>99,453 %</u>
(por diferencia)	



RESULTADOS:

Cianuro de sodio	30 g/l
Hidróxido de sodio	80 g/l
Carbonato de sodio	40 g/l
pH	12,5
Densidad	20° Bé.

ANALISIS DEL BAÑO DE DESENGRASE (00303)  
-----

Se determina:                      OHNa                                      pH  
   CO<sub>3</sub>Na<sub>2</sub>                                      Densidad

Se determinan igual que en el baño de decapado, solo que no hace falta agregar bicloruro de mercurio para complejar el cianuro, por cuanto éste no se halla presente.

RESULTADOS:

Hidróxido de sodio	80 g/l
Carbonato de sodio	30 g/l
pH	12,5
Densidad	15° Bé.

ANALISIS DEL BAÑO DE COBREADO  
-----

Se determina:                      Cu    pH  
   CNNa    Densidad  
   CO<sub>3</sub>Na<sub>2</sub>

COBRE:

5 ml del baño se pasan a una cápsula de porcelana, se agregan 15 ml de ácido sulfúrico concentrado y 5 ml de ácido nítrico concentrado. Se deja hervir bajo campana hasta aparición de humos blancos densos.

Luego de enfriarse se agregan 100 ml de agua y 20 ml de solución de Bruhns (80 g de sulfocianuro de amonio y 10 g de ioduro de potasio en un litro de agua).

Se valora con solución standard de tiosulfato de sodio hasta apari













# FOVINA

## 1.) Suministro de corriente continua; circuito eléctrico.

Se utilizó en este trabajo un rectificador de selenio, de 4 amperes de capacidad aproximadamente.

Otra parte esencial del equipo es un transformador, disminuidor de tensión, con varias derivaciones de toma en el arrollamiento secundario, con el cuál se alimenta el rectificador con corriente alternada de tensión variable.

A la salida del rectificador se instaló una célula de filtrado en pi, consistente en una resistencia de 1 ohm que actúa así mismo como limitadora (limitando la corriente a un valor seguro en el caso de producirse un cortocircuito), protegiendo así al rectificador, y además dos condensadores electrolíticos del tipo de bajo voltaje, cuyas capacidades se muestran en el circuito

En esta forma se logra una fuente de regulación bastante buena y con un mínimo de corriente alternada residual.

A fin de disminuir las variaciones de carga de la fuente a su salida, se le conectó una resistencia que actúa como potenciómetro y sobre la cual se efectúa la regulación fina del voltaje a aplicar.

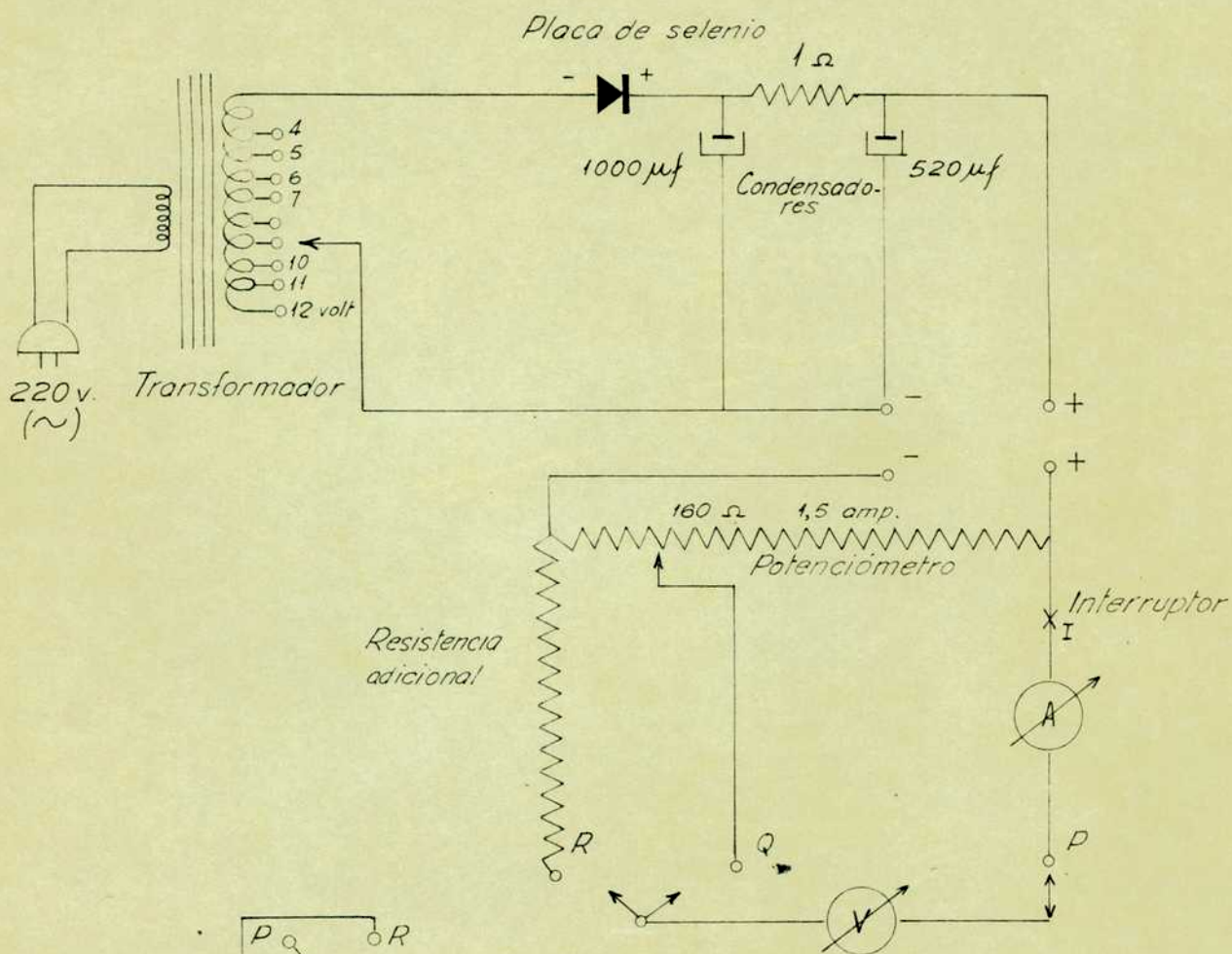
## 2 ) Inversión de polaridad.

En algunos casos se trabajó con "inversión de polaridad" con el objeto de obtener cristales más finos, menos poros y depósitos más brillantes. En el período catódico puede ocurrir que se descarguen gases que no permiten la deposición coherente del metal; en el período anódico se despié el gas ocluido y además se redisuolve el metal depositado de los picos y crestas, obteniéndose recubrimientos más parejos.



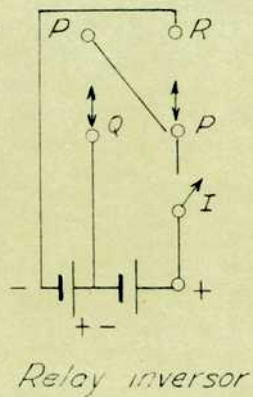


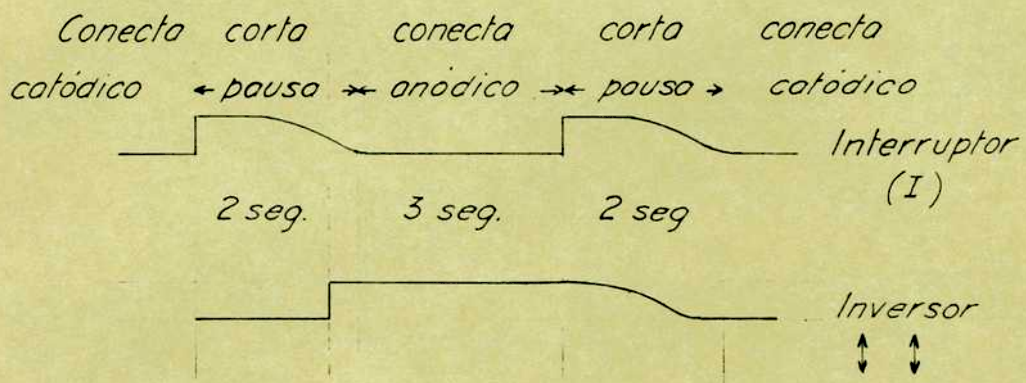
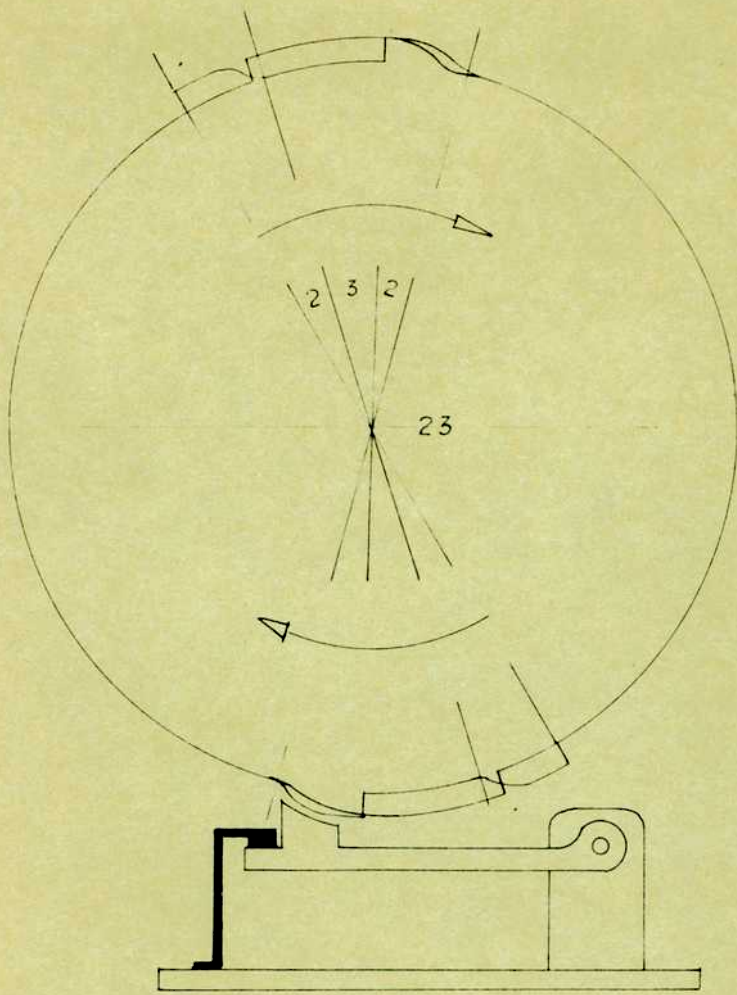
Instalación eléctrica utilizada.



P-R o P-Q  
a la celda

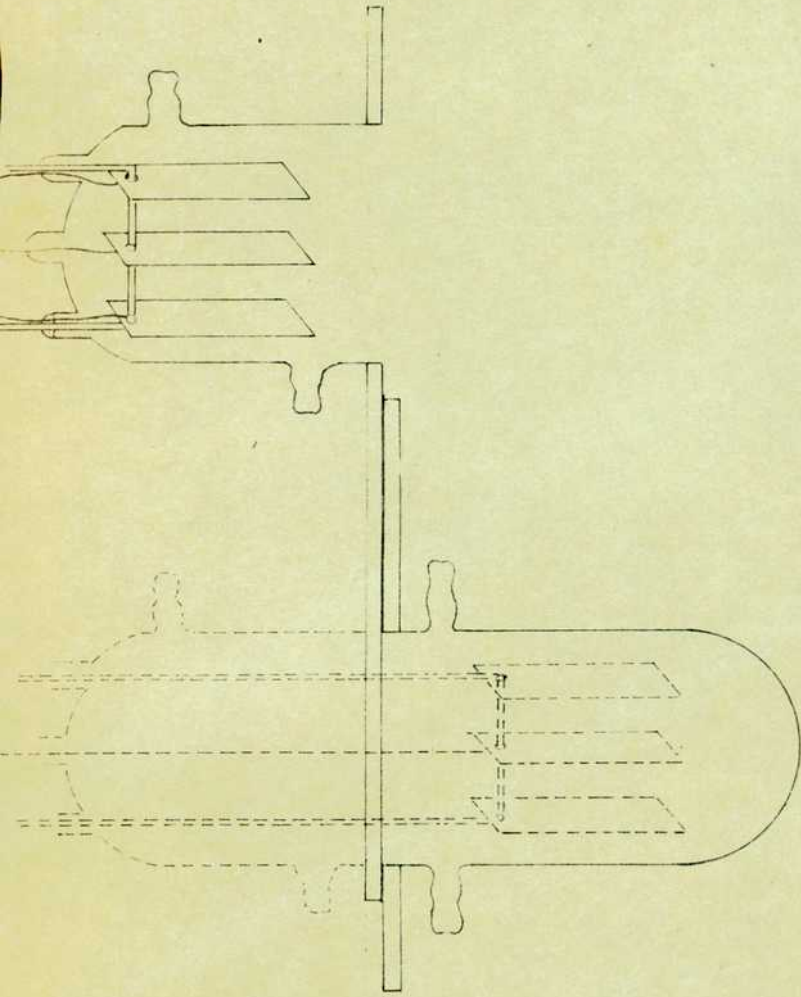
Circuito para la  
electrodeposición





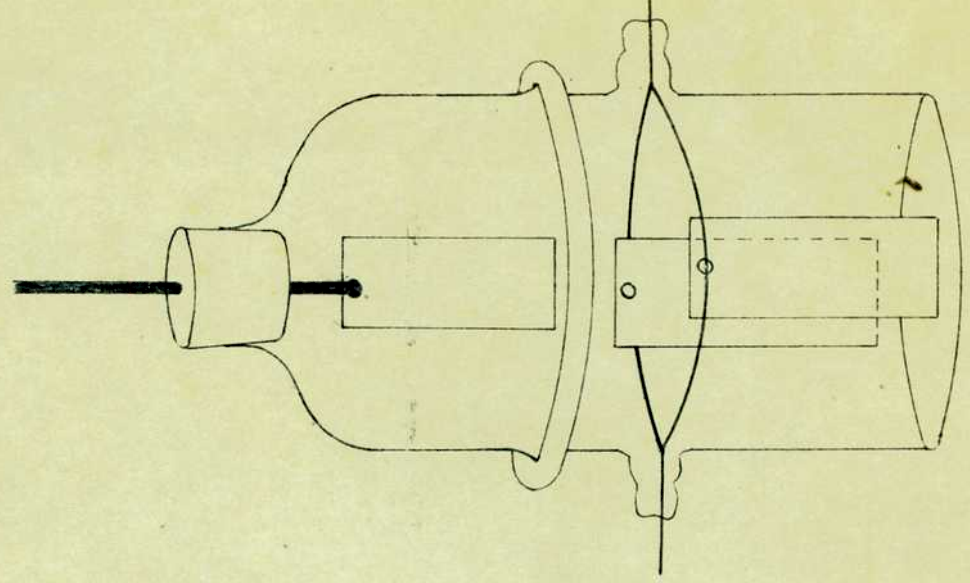
*Esquema del Inversor Automático*



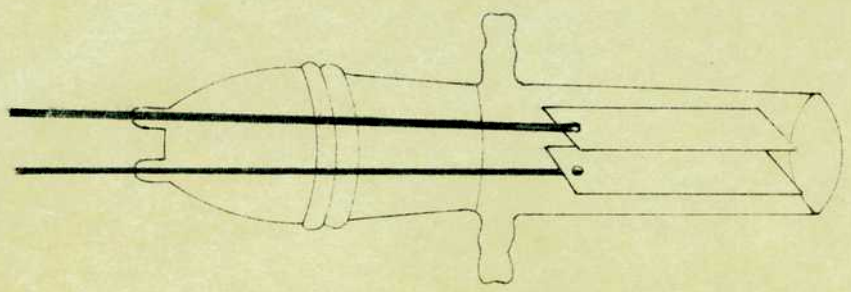


Nº 2

*Celdas utilizadas en la  
electrodeposición de  
aluminio*



Nº 3



Nº 1

### 5.) Anodos:

Como ánodos se utilizaron placas de aluminio de 99,453 % de 6 mm de espesor y de tamaño algo menor que los cátodos correspondientes

### 6.) Rendimiento de corriente:

En la práctica, el peso de metal depositado por una cantidad dada de electricidad difiere generalmente del calculado por las leyes de Faraday. La cantidad de metal obtenida suele ser mucho menor que la prevista, debido a la cantidad de corriente consumida en la disociación del electrolito, disolución del cátodo, etc. Viceversa la cantidad de metal disuelta en el ánodo generalmente es mayor que la calculada, debido a la acción química del electrolito, que la incrementa sobre la debida a la acción electroquímica de disolución.

En algunos casos se determinó la eficiencia anódica y/o catódica que es la relación porcentual entre la cantidad de metal separada o depositada práctica- y teóricamente.

La cantidad teórica (G) de metal correspondiente a la cantidad de corriente que circuló en cada caso, se calculó mediante la ley de Faraday:  $G = E \cdot i \cdot t$ .

E: equivalente electroquímico del aluminio

: 0,09317 mg/amp.seg.

i: intensidad en amperes

t: tiempo en segundos

La cantidad práctica (g) de metal se determinó por diferencia de pesada, antes y después de la electrólisis.



### 7.) Espeesor de los depósitos:

El espesor del recubrimiento se calculó en algunos casos a partir del aumento de peso, la superficie del depósito y la densidad del aluminio, método bastante exacto para pequeños objetos.

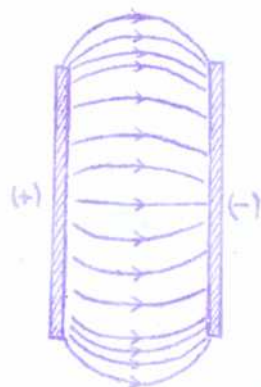
$$e (\mu) : \frac{g \text{ (mg)} \cdot 10}{S \text{ (cm}^2) \cdot d \text{ (g/cm}^3)} \quad d_{Al} : 2,7 \text{ g/cm}^3$$

En otros casos se determinó por el método magnético, que será descrito en el capítulo siguiente.

### 8.) Densidad de corriente:

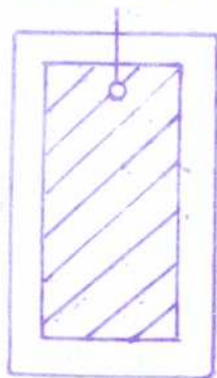
En todos los casos se determinó la densidad de corriente, o sea la intensidad de la corriente que circula por unidad de superficie, por ser un dato importante para un estudio comparativo.

Para densidades de corriente elevadas, los depósitos suelen ser desparejos y de mayor espesor en los bordes del objeto, debido a una concentración de las líneas de fuerza del campo eléctrico:



En la práctica se habla de "Bordes Quemados"

Se puede subsanar este inconveniente colocando un "Alambre Compensador" alrededor del objeto a recubrir.



Se obtiene así una mejor distribución del campo eléctrico.







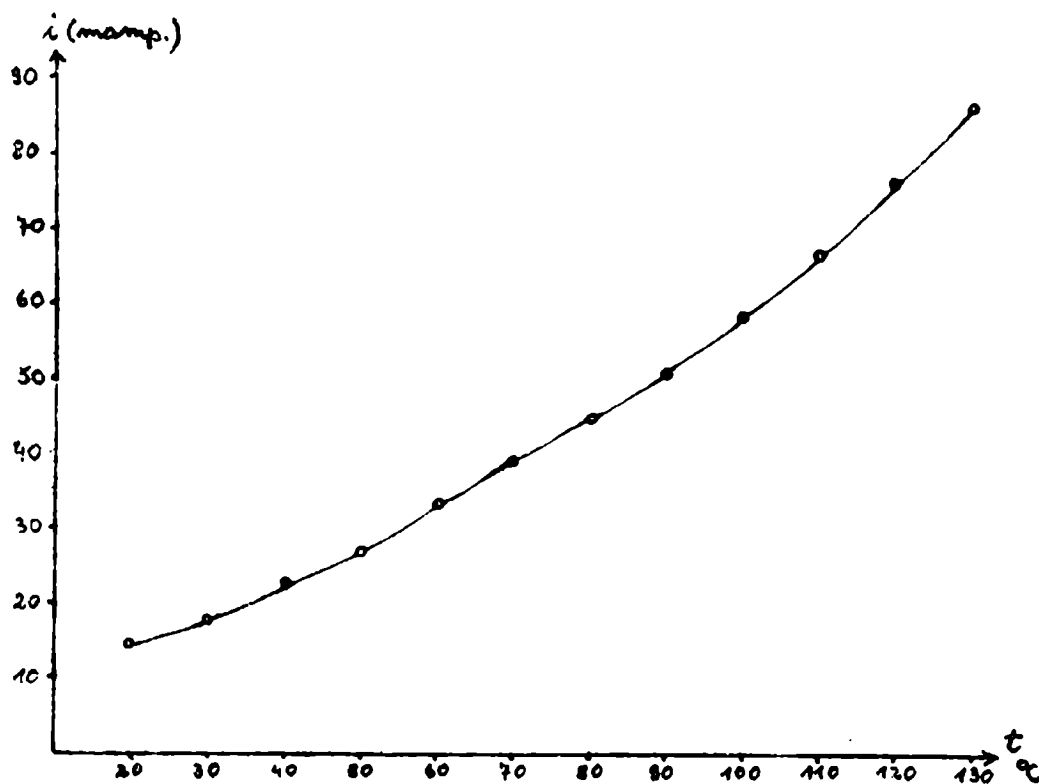


al prolongar la recta hasta cortar a la abscisa se obtiene un valor de 0,05 Volt para la tensión de descomposición. Es decir es el potencial mínimo, necesario a aplicar para que haya electrodeposición de aluminio.

VARIACION DE LA INTENSIDAD CON LA TEMPERATURA:

Se hicieron las mediciones trabajando con electrodos de platino y un potencial constante de 4 Volt.

Temperatura ° C	Intensidad Miliampere
20	14,5
30	18,0
40	22,5
50	26,5
60	33,0
70	39,0
80	44,5
90	50,5
100	58,5
110	66,5
120	76,0
130	86,0



La variación de la intensidad en función de la temperatura es prácticamente lineal, como ocurre con los electrolitos comunes.



2.) Material base: C o b r e

Tensión volt	cat. 150	1 ramp. cat.	ar. -	tiem. p.o. min.	dist. cm	sup. cm <sup>2</sup>	dens. amp. cm <sup>2</sup>	ALUMINIO mg teor. dep. dis.	γ cat. %	γ anód. %	e μ	Observaciones
4	150	-	-	280	1,5	6,2	2,32	234 200 282	85	120	59	Depósito brillante te con formación de módulos en los bordes.
0,7	65	-	-	210	1,5	4,8	1,35	-	-	-	-	Depósito semi- brillante y pa- rejo.
0,5	55	-	-	100	1,4	3,8	1,44	-	-	-	-	Depósito se- brillante y pa- rejo.
2	245	145	-	60	1,3	8	3,06	58 20 65	35	112	4,63	Con alambre con pasañor bri- llante y parejo.
0,9	80	-	-	180	1,3	7	1,14	-	-	-	-	Depósito parejo, bueno bien puli- nstable.
1,4	200	-	-	60	1,3	8	2,5	67 26 70	38	104	6,02	Bordes vueltos y opacos; muy bueno y adhe- rante.



3.) Material base: Latón

Tensión Volt	I mámp. cat.	I mámp. an.	tiempo. po. mín.	tiempo. sup. cm <sup>2</sup>	dens. mámp. cm <sup>2</sup>	ALUMINIO		γ cat. %	γ anód. %	Observaciones
						teor.	ng dep.			
3	150	-	180	2,8	5,35	-	-	-	-	Depósito opaco, quemado en los bordes
4	200	-	60	5,2	3,94	44,5	18	58	130	Semibrillante, coherente
2	100	-	120	4	2,5	-	-	-	-	Semibrillante, bordes oscuros
0,9	85	110	180	8,2	1,03	-	-	-	-	Muy brillante, bordes algo quemados
0,8	75	-	180	3,2	1,04	85,3	30	110	129	Gris, opaco
1	60	-	160	5,6	1,07	-	-	-	-	Muy bueno y semibrillante

4.) Material base Hierro cobreado

0,9	80	110	150	1,0	5,6	1,43	43,1	15	-	34,9	-	14,95	Brillante, algunas manchas, depósito deficiente
0,5	48	105	150	1,3	8,0	0,6	-	-	-	-	-	-	Muy coherente y brillante

BAÑO REGENERADO

Condiciones de Trabajo:

Celda N° 1

Temperatura: 110 - 120° C

Distancia de electrodos: 1,8 cm

1.) Con desplaque:

Material de base: F i e r r o

Mensión Volt	i cat.	amp. an.	tiem po min.	sup. cm <sup>2</sup>	dens. amp. dm <sup>2</sup>	e $\mu$	Observaciones
3	100	90	90	4,6	2,18	2,5	Depósito brillante; mancha debida a decapado deficiente.
8	220	90	60	5,8	3,8	4,9	Adherente; bordes quemados.
8,5	250	90	60	6,0	4,16	6,4	Adherente; bordes quemados.
6	150	110	80	4,0	3,75	4,7	Muy blanco y coherente.

2.) Deposición catódica.

Material base: C o b r e

Con adición de 1 % de emulsionante "DIOLPOL 400".

6	150	-	20	6,8	2,20	Depósito poroso, desparejo.	
8	180	-	45	6,6	2,72	Muy brillante y parejo.	
8	200	-	100	6,2	3,22	Muy bueno y brillante.	
8	200	-	65	6,2	3,22	Muy bueno y brillante.	







División Volt	I cat.	I an.	bien po an.	dist. cm	sup. cm <sup>2</sup>	dens. amp. cm <sup>2</sup>	ALUMINIO		η cat. %	η anod. %	e μ	Observaciones	
							teor. f dep. f	dist.					
3.) Material base: Hierro													
4	150	-	90	1,3	5	3,0	75	39	82	52	109	14,4	Gris, muy abso- rrente
8	290	200	60	1,6	6	4,66	-	-	-	-	-	10	Oscuro, bien pulimentable
2	80	110	150	1,3	6	1,33	43	25	50	58	116	7,7	Muy brillante y parejo, con emulsiónante
4.) Material base: Hierro cobreado													
6,5	200	150	60	1,3	8	2,5	46	28	52	51	113	6,5	Semibrillante y parejo
10,5	400	-	70	1,6	7,2	5,55	156	68	160	43,6	103	17,5	Oscuro con má- gulos en los bordes







CICLORO DE ALUMINIO E HIDRURO DE LITIO EN ETER

Condiciones de Trabajo:

Celda : Nº 3

Temperatura: 20° C

Deposición catódica y con desplaque.

1.) Material base: C o b r e

Tensión Volt	i cat. / manp.	tiem. po an. / min.	dist. cm	sup. cm <sup>2</sup>	dens. amp. / dm <sup>2</sup>	ALUMINIO mg teor. / dep.	γ cat. %	μ	observaciones
3	400	-	1,8	8,2	4,98	156 / 114	73,2	25,7	Depósito blanco, cristalino con dentritas en los bordes
2,5	200	150	3,0	9,0	2,2	46,2 / 46	100	9,5	Blanco, bien pulimentable, algunas ampollas.
2,7	250	280	3,0	10,0	2,5	55 / 54	98,3	10,0	Blanco y parejo, poco adherente.

2.) Material base: L a t ó n

2,3	250	180	1,8	9,0	2,2	58,1 / 58	100	12,0	Parejo, bien pulimentable.
5	250	180	1,8	10,0	3,5	55,8 / 55	98,6	10,2	Blanco y cristalino.
4,4	300	250	3,0	9,0	3,3	68,6 / 68	100	14,0	Blanco, cristalino, pequeñas ampollas en un lado.

Qual:

10

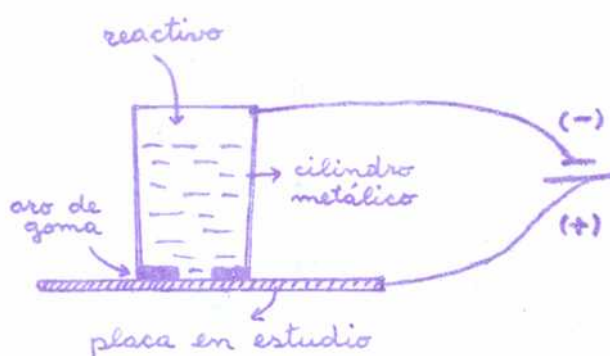




se despegan y en este momento se hace la lectura en el dial. Recurriendo a las curvas de calibración del instrumento se obtiene con este dato el espesor del depósito.

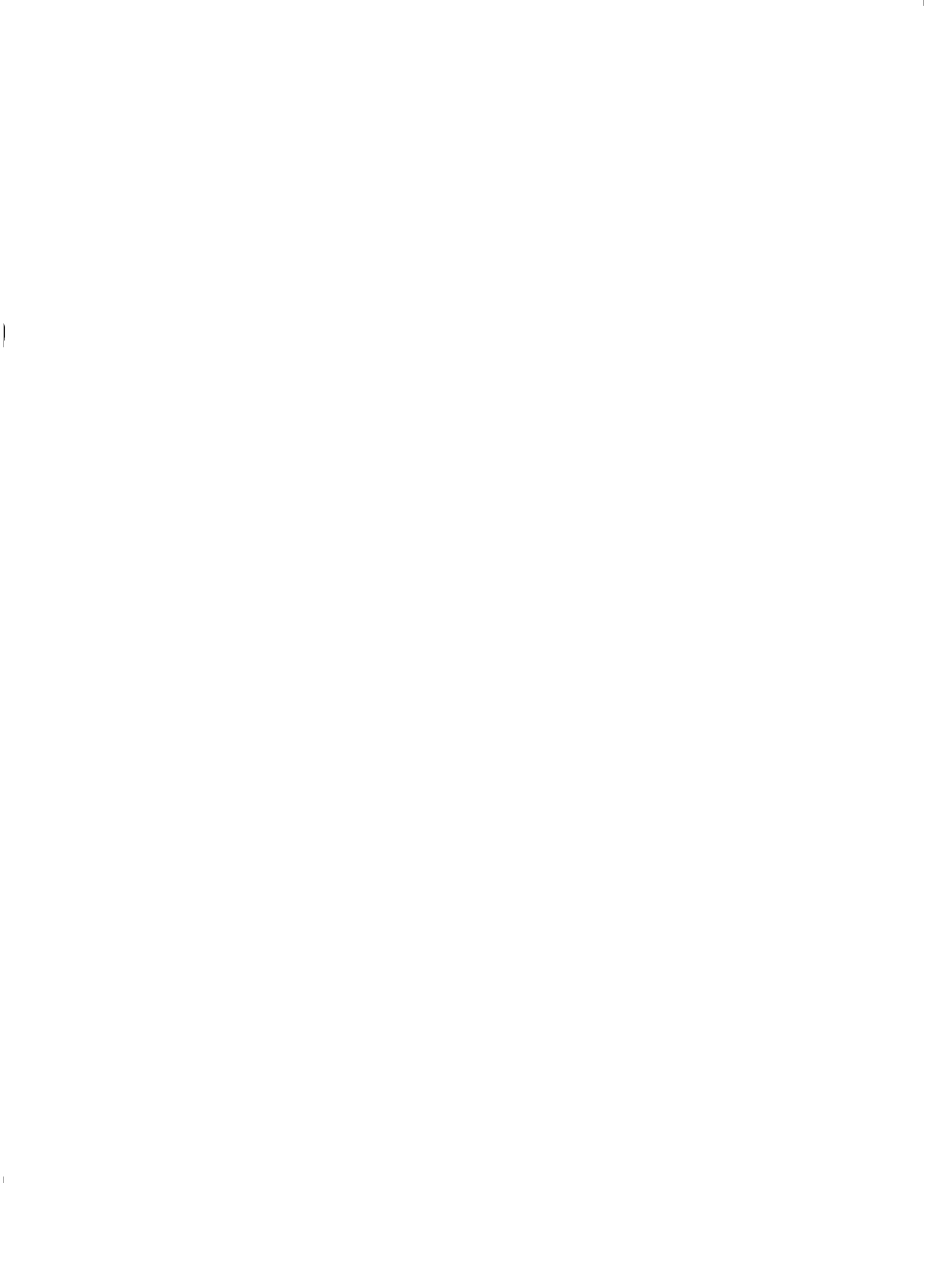
Los resultados figuran en las tablas.

El espesor de las películas de cobre depositadas sobre las chapas de hierro se determinó con un aparato indicador de espesores. Su funcionamiento se basa en la disolución anódica de una superficie preestablecida del revestimiento de cobre mediante un electrolito formado por 100 ml de agua destilada, 25 ml de etanol y 25 g de nitrato de amonio. Este electrolito se introduce en un cilindro metálico cuya base se apoya sobre la placa en estudio con interposición de un aro de goma de diámetro interno calibrado. El cilindro y la placa se conectan a una fuente electromotriz, actuando el primero como cátodo y la segunda como ánodo.



A este sistema se halla conectado un instrumento, sobre cuyo cuadrante se indican directamente, en micrones, los espesores disueltos en cada instante.

El funcionamiento del mismo se basa en la primera ley de Faraday:





constante innoble. No obstante tiene una elevada resistencia a la corrosión. Esto se debe a la presencia de una película delgada de óxido, invisible y relativamente impermeable, sobre la superficie del metal. La capa de óxido modifica el potencial del aluminio y lo hace más noble. También sobre aluminio purísimo se forma en fracciones de segundo una capa molecular de óxido que crece con el tiempo hasta llegar a obtener un espesor de 0,0005 micrones.

Sin embargo la calidad de esta capa protectora de óxido depende en alto grado de la homogeneidad del aluminio mismo. La capa puede quedar interrumpida por ejemplo por inclusiones heterogéneas del metal, y ofrecer así puntos de ataque para la corrosión.

Aquí se pone en evidencia una gran ventaja del aluminio electrodepositado:

ya que los depósitos electrolíticos de aluminio son absolutamente puros, de superficie uniforme y sin poros, se obtienen también capas de óxido de las mismas cualidades.

De acuerdo a lo anteriormente visto, ésto elimina prácticamente la aparición de diferencias de potencial y la consiguiente corrosión electroquímica.

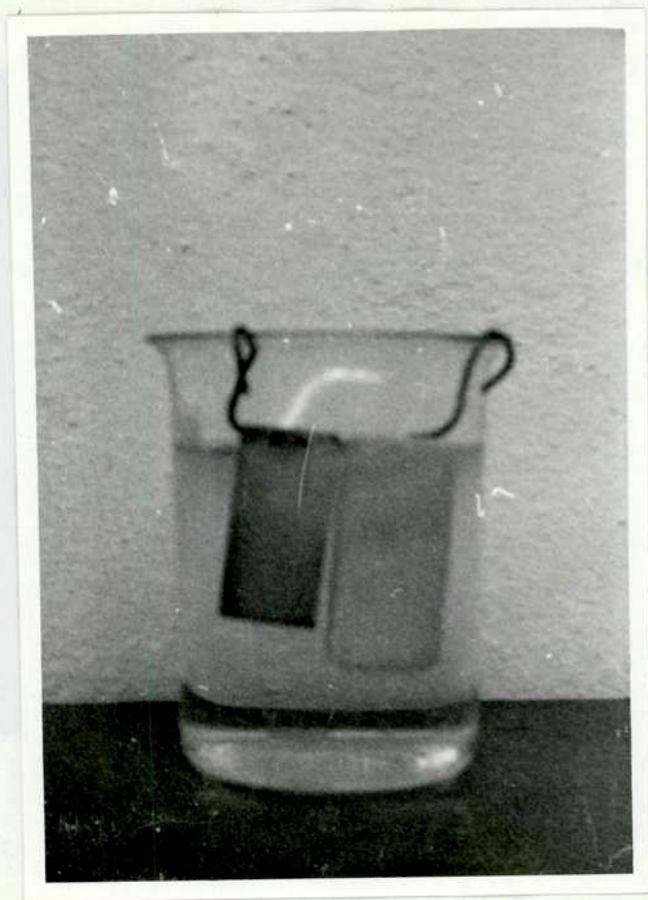
A los fines de comprobar la resistencia a la corrosión de los depósitos electrolíticos realizados, se han efectuado los siguientes ensayos

1). - En cámara de corrosión a 25°C, humedad 93%, durante 15 días.

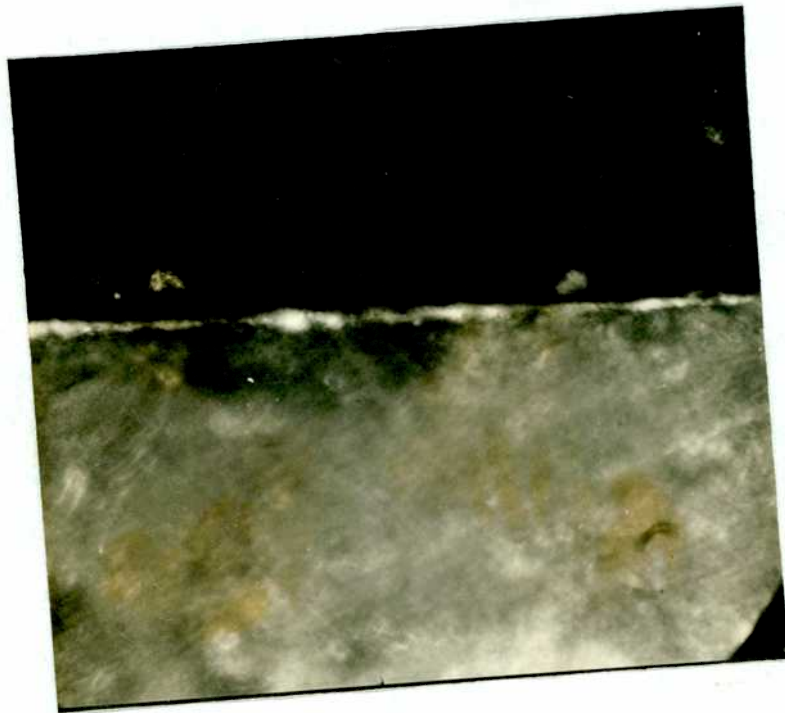
Probeta de:	Espesor del revestimiento de aluminio	Observaciones
cobre	5 micrones	inalterado
hierro	6,2 micrones	inalterado
latón	4,8 micrones	inalterado
hierro cobreado	8 micrones	inalterado







En la foto se observan dos probetas de aluminio, sumergidas en ácido clorhídrico al 50 %. La de la derecha es de aluminio 99,453 % mientras que la izquierda es de cobre recubierta electrolíticamente de aluminio. Las burbujas de hidrógeno que cubren la probeta de aluminio 99,453 %, la hacen aparecer más clara.



Fotomicrografia 450 x  
Depósito de aluminio sobre hierro  
Espesor: 5,5 micrones  
Se nota la perfecta adherencia



Fotomicrografía 450 x  
Depósito de aluminio sobre latón  
Espesor: 13,3 micrones



Durante la realización de este trabajo se ha comprobado, que utilizando baños electrolíticos no acuosos y partiendo de ánodos de aluminio de calidad comercial (99,453%), se obtienen depósitos de aluminio con propiedades superiores a las del aluminio común. Particularmente se destaca su resistencia a la corrosión, mencionándose como ejemplo su extraordinario comportamiento frente al ácido clorhídrico concentrado.

El estudio comparativo de los tres baños utilizados permite deducir las siguientes conclusiones:

El baño de  $\text{AlI}_3$  y  $\text{Cl}_3\text{Al}$  en éter ofrece las mayores ventajas prácticas en cuanto a su fácil preparación y mantenimiento, su elevada conductividad y eficiencia catódica. En cambio presenta la desventaja de proporcionar en general depósitos de adherencia deficiente, que por lo tanto no satisfacen como capas protectoras. Sin embargo presenta la posibilidad de producir cuerpos huecos de aluminio de acuerdo a lo mencionado en la introducción.

Los dos baños de xileno han permitido obtener depósitos de igual calidad. Sin embargo el baño de cloruro de xilanaluminio, que es aproximadamente 10 veces más conductor que el de trifenilaluminio, presenta el inconveniente de trabajar a temperatura elevada (120°C), menos estable y de tener una eficiencia catódica menor que el segundo.

En todos los baños se ha comprobado, que cuanto más baja la densidad de corriente, tanto más brillante y parejo es el depósito; necesitando en este caso más tiempo para producir depósitos de espesor suficiente. Utilizando densidades de corriente mayores que  $4 \text{ amp/dm}^2$ , se obtienen depósitos oscuros y opacos, produciéndose con facilidad pequeños nódulos.

Trabajando con INVERSIÓN DE POLARIDAD pueden disminuirse estos defectos.



Ug N. Handwritten

RPot



