

# ANÁLISIS DEL EFECTO DE ALGUNOS PARÁMETROS EN EL PROCESO DE ELECTROFORMADO DE PIEZAS CILÍNDRICAS DE NIQUEL A ESCALA MILI

## EFFECT ANALYSIS OF SOME PARAMETERS IN THE ELECTROFORMING PROCESS OF NIQUEL CYLINDRICAL PART AT MILI SCALE

SANTIAGO VELEZ

*Escuela de Procesos y Energía Facultad de Minas, Universidad Nacional de Colombia, Medellín*

ANDRES F. CARDONA

*Escuela de Procesos y Energía Facultad de Minas, Universidad Nacional de Colombia, Medellín*

JUAN C. GAVIRIA

*Escuela de Ing. de Materiales Facultad de Minas, Universidad Nacional de Colombia, Medellín*

JUAN M. VELEZ

*Escuela de Ing. de Materiales, Facultad de Minas, Universidad Nacional de Colombia, Medellín, jmvelez@unalmed.edu.co*

JAVIER GONZALEZ

*Escuela de Procesos y Energía, Facultad de Minas, Universidad Nacional de Colombia, Medellín*

Recibido para revisar enero 30 de 2007, aceptado abril 04 de 2007, versión final abril 24 de 2007

**RESUMEN:** En este trabajo se caracterizaron piezas cilíndricas de níquel electroformadas a partir de un baño Watts con corriente directa en moldes de acrílico. Se evaluó la influencia de la densidad de corriente, la relación de aspecto y el régimen de flujo sobre las características de las piezas. La caracterización incluyó: conformación externa e interna, análisis de microestructura y análisis de microdureza.

Bajo todas las condiciones de operación se lograron piezas con un buen acabado superficial y adecuada reproducción del molde acrílico. El análisis conformacional reveló que los defectos se ubican preferentemente en la parte interna y hacia el último tercio del crecimiento. Las piezas más homogéneas y con menos defectos fueron las depositadas con densidad de corriente de  $10 \text{ A dm}^{-2}$  y velocidad de flujo  $10 \text{ mm s}^{-1}$  en un molde de 0.4 mm de diámetro. Los valores de dureza se ubicaron alrededor de 250 HV, pero se encontraron valores de hasta 400 HV.

**PALABRAS CLAVE:** Proceso LIGA, electrodeposición, densidad de corriente, relación de aspecto, régimen de flujo.

**ABSTRACT:** In this work cylindrical nickel pieces electroformed from an standard Watts bath with direct current in acrylic moulds were characterised. The influence of current density, aspect ratio and flow regime on the piece's characteristics was evaluated. The characterisation included: external and internal conformation analysis, microstructure and microhardness analysis.

Pieces with a good superficial finish and adequate acrylic mould reproduction were obtained under all tested conditions. The conformational analysis revealed that the defects were located preferably in the internal part and toward the last third of the growth. The most homogeneous and with less defects pieces were those deposited with current density  $10 \text{ A dm}^{-2}$ , bath speed  $10 \text{ mm s}^{-1}$  and diameter 0.4 mm. Hardness values were located around 250 HV, but values up to 400 HV were observed.

**KEYWORDS:** LIGA process, electrodeposition, current density, aspect ratio, flow regime.

## 1. INTRODUCCIÓN

Desde hace aproximadamente tres décadas existe una creciente tendencia hacia la miniaturización en todos los campos de la ciencia, principalmente en la ingeniería, la biología, la electrónica y la medicina. Hasta el momento se ha pretendido desarrollar dispositivos de tamaños del orden de mili, micro y nano metros que involucren partes electrónicas conjuntamente con partes mecánicas. Dichos dispositivos incluyen sensores, acelerómetros, motores, implantes, válvulas y bombas, entre otros.

Estos dispositivos están compuestos de lo que se denomina micropiezas. Estas eran fabricadas mediante adaptaciones de procesos existentes de ingeniería de precisión, pero en la medida en que las piezas se hicieron más y más pequeñas, dichos procesos se tornaron obsoletos por lo que fue necesario proponer otros, acorde con las nuevas necesidades.

A finales de la década del 70 fue desarrollado en el centro de investigaciones Karlsruhe, Alemania, un nuevo método orientado a la fabricación de microestructuras o micropiezas, conocido como LIGA acrónimo en alemán de *Lithographie, Galvanoformung, Abformung*, que significa litografía, electrodeposición y moldeo. Este nuevo método permite la fabricación en serie de micropiezas o microcomponentes de diferentes materiales como plástico, metal, cerámica o combinaciones de los mismos.

Las micropiezas con elevadas relaciones de aspecto tienen aplicaciones en muchos campos de investigación, al igual que en gran variedad de productos comerciales y en muchas aplicaciones mecánicas, ópticas y de almacenamiento, así como en otras áreas.

Una de las aplicaciones más importantes son los MEMS acrónimo en inglés de *micro electromechanical systems*, que significa microsistemas electromecánicos, los cuales requieren partes con estrechas tolerancias, pero al mismo tiempo elevada resistencia. LIGA por ser una técnica tridimensional permite fabricar dispositivos capaces de producir y soportar grandes fuerzas o torques, cosa que con técnicas bidimensionales es irrealizable. La gran gama de materiales, especialmente metales y aleaciones

permite la construcción de piezas magnéticas muy precisas como anillos magnéticos y partes de motor, para ser usados en actuadores magnéticos, válvulas y bombas de control o en micro generadores de potencia por inductancia. La precisión de LIGA permite la obtención de partes como engranajes, rodamientos y ejes, las cuales requieren gran resistencia y al mismo tiempo baja rugosidad para poderlas ensamblar. Este tipo de componentes tienen aplicaciones potenciales en microcirugía, robótica y ensamblaje, industria automotor y aeroespacial y armamento entre otras. La relación volumen/masa beneficia la resolución y la sensibilidad de sensores como micro giroscopios, acelerómetros, espectrómetros. Dentro del grupo de los MEMS se encuentran también las herramientas para relacionar el mundo micro con el macro, estas incluyen pinzas para la manipulación precisa de micro material biológico o mecánico. Las estructuras formadas mediante LIGA también pueden actuar pasivamente como guías durante el montaje de micro dispositivos.

Otro gran grupo de aplicaciones es el de los MOEMS o *micro optical electro mechanical systems*, que al español significa dispositivos micro ópticos electromecánicos. Estos incluyen sensores ópticos como micro espectrómetros y sensores de proximidad entre otros. El proceso LIGA mediante replicación del molde metálico permite la fabricación a gran escala de microlentes, espejos y filtros. La baja rugosidad de las piezas obtenidas por LIGA las hace ideales para aplicaciones ópticas, pues evitan la difracción. La resistencia y precisión de las piezas las hace ideales para dar soporte, servir de guía y alinear microlentes y otros dispositivos ópticos. El proceso LIGA permite la integración de elementos mecánicos y ópticos en un solo sustrato. LIGA también puede utilizarse en almacenamiento de datos y en el transporte de los mismos sirviendo de soporte, conexión y guía para fibra óptica, lo mismo que como redireccionador de señal.

Una de las etapas críticas en el proceso LIGA es la electrodeposición del metal [1] debido a que en la fabricación de micropiezas, dadas las pequeñas dimensiones y altas relaciones de aspecto, se presenta una dificultad de

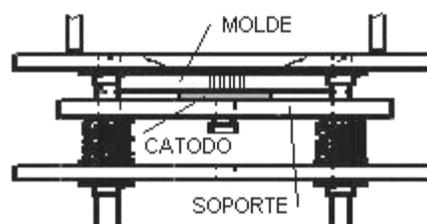
renovación del ion metálico al interior del molde aún con una buena agitación del baño en la parte superior de este. Esta limitación de transporte de masa hace que se presente un agotamiento del ión metálico al interior del molde, razón por la cual las velocidades locales de depositación del metal pueden variar ampliamente, conduciendo a un llenado irregular de este, lo cual se manifiesta en superficies rugosas y eventualmente en regiones vacías en la estructura de la pieza electroformada [2, 3, 4, 5, 6]. La última situación se da cuando el agotamiento es significativo ya que en este caso se favorece la generación de burbujas de hidrogeno que quedan atrapadas dando lugar a cavidades en la estructura de la pieza [7, 8, 9, 10]. Como este tipo de problemas no se presentan en los procesos convencionales de recubrimiento de superficies desde baños metálicos, ha sido necesario realizar estudios tendientes a definir los efectos de algunos parámetros de operación en el proceso de electroformado de piezas de pequeñas dimensiones.

En este trabajo se exploró el efecto de la densidad de corriente y el régimen de flujo de la solución sobre la formación de piezas cilíndricas, con relaciones de aspecto de 3:1, 6:3 y 12:6, a partir de la electrodeposición de níquel en moldes de acrílico, con el fin de definir parámetros que permitan la integración de la etapa de electrodeposición al proceso LIGA.

## 2. METODOLOGÍA

Para la electrodeposición del níquel se diseñó y construyó un compartimiento rectangular de acrílico de 10 cm de alto, 37 cm de largo y 10 cm de ancho, con tres agujeros circulares de 4.0 cm de diámetro en la superficie del fondo. A cada uno de estos agujeros se ajustó, mediante un sistema de resorte-tornillo, una placa cuadrada de acrílico de 6,5 cm de lado y 5 mm de espesor (molde) perforada con brocas de diferente tamaño según la programación experimental y a continuación una placa cuadrada de cobre calibre 28 de 1,5 cm de lado, la cual cubría toda el área perforada. Como ánodos se emplearon placas de níquel de alta pureza de aproximadamente 2,5 cm por 2,2 cm y

1,0 cm de espesor, las cuales se suspendieron de la cubierta del compartimiento mediante tornillos de 11 cm de largo, quedando a una distancia de 0,75 cm del plano superior del molde y centrado con respecto a las perforaciones. Con el fin de prevenir la oxidación de los tornillos, estos se recubrieron con manguera de polietileno sellada en sus extremos con silicona para alta temperatura. En la Figura 1 se muestra el ensamble del molde al cátodo.



**Figura 1.** Ensamble Cátodo-Molde

**Figure 1.** Cathode-form Joinery

Antes de cada depositación los cátodos se sometieron a un pretratamiento de lavado rápido (aproximadamente 10 segundos) con ácido nítrico concentrado adicionando constantemente agua desionizada para remover óxidos y una posterior inmersión en etanol anhidro por espacio de un minuto para eliminar grasas y compuestos orgánicos.

La solución electrolítica fluye por el compartimiento rectangular entrando y saliendo por una sección cuadrada de 3 cm de lado y es impulsada a través de las tres celdas mediante el empleo de una bomba centrífuga *MARCH AC-3PC-MD* de 1/14 HP. Para lograr una distribución de flujo uniforme a través de todo el ancho de la canal se dispuso una placa perforada con un arreglo de agujeros 0.8 y 1.6 mm de diámetro, ubicada a la entrada de la misma. El resto del sistema de flujo está compuesto por un serpentín de calentamiento, una válvula de desagüe y un circuito de tubería en PVC de alta temperatura de ½ pulgada de diámetro. En la Figura 2 se presenta el montaje de las tres celdas electrolíticas.



**Figura 2.** Montaje de celdas electrolíticas

**Figure 2.** Assembling of electrolitics cell

Las velocidades de la solución en el canal a las cuales se trabajo fueron  $10 \text{ mm/s}$  y  $60 \text{ mm s}^{-1}$ . Estas velocidades se estimaron empleando el método del flotador descrito por Martin [11], según el cual la velocidad del fluido se estima a partir del tiempo ( $t$ ) que le toma a un flotador recorrer una distancia ( $L$ ), como se ilustra en la ecuación (1).

$$v = L/t \quad (1)$$

La solución se mantuvo a una temperatura de  $50^\circ\text{C}$  haciéndola circular por un serpentín de vidrio pirex resistente a altas temperaturas sumergido en una cubeta de acrílico con agua que se mantenía a  $52^\circ\text{C}$  por medio de un termostato *JULABO*.

La solución electrolítica se preparó de acuerdo con la formulación típica de un baño Watts, utilizando duodecilsulfato de sodio como agente humectante [12] y manteniendo el pH en un valor de 3.5 [13, 14]. La composición de la solución empleada en todas las pruebas se presenta en la Tabla 1. Para cada prueba se preparo solución, siendo necesario verificar su composición cada cierto periodo de tiempo, debido a que en general las pruebas duraron más de veinticuatro horas. La verificación se realizó empleando análisis químicos.

**Tabla 1.** Composición del baño

**Table 1.** Bath composition

Compuesto		gr/L <sup>-1</sup>
Sulfato de Níquel	NiSO <sub>4</sub> ·6H <sub>2</sub> O	340,0
Cloruro de Níquel	NiCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	45,0
Ácido Bórico	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	45,0
Lauril Sulfato de Sodio		1,0

Las placas de acrílico utilizadas como moldes se perforaron con brocas de 1.6, 0.8 y 0.4 mm de diámetro en arreglos cuadrados. En la tabla 2 se muestra el número de perforaciones y las relaciones de aspecto logradas para cada diámetro.

Como el espesor del molde es siempre el mismo, de aquí en adelante se hará referencia a las piezas por su diámetro, teniendo presente siempre que a menor diámetro mayor relación de aspecto.

**Tabla 2.** Relaciones de aspecto

**Table 2.** Aspect ratio

Diámetro		Relación de Aspecto	Número de Agujeros
in	mm		
1/64	0,4	12,6	16
1/32	0,8	6,3	16
1/16	1,6	3,1	9

La corriente que fue necesario aplicar en cada prueba se suministro a cada una de las celdas mediante una fuente de corriente controlada y su valor se calculó, con base en el área geométrica, para densidades de corriente de 4,0, 6,0 y  $10 \text{ A dm}^{-2}$ , teniendo en cuenta el intervalo recomendado por Aristone y Falco [13, 9] y Cheng [8] para esta variable. En la especifican las corrientes correspondientes al intervalo de densidades de corriente para cada relación de aspecto. Las corrientes fueron medidas usando amperímetros *UNI-T UT50C*. Una vez realizada la electrodeposición, los moldes con las piezas se separan de los cátodos aprovechando la escasa adherencia entre estos y las piezas. Posteriormente, mediante el

empleo de una herramienta de corte, las piezas son separadas con una fracción de acrílico adyacente el cual se disuelve sumergiéndolo por espacio de 30 a 45 minutos en cloruro de metileno. Finalmente las piezas seleccionadas para los análisis de microscopia electrónica se sometieron a calentamiento en un horno a una temperatura de 200°C durante un período de 30 minutos, para eliminar el acrílico restante.

**Tabla 3.** Valor de corriente para cada relación de aspecto.

**Table 3.** Current Value for each aspect ratio.

Diámetro		Área total $\text{dm}^2$	i ( $\text{A}/\text{dm}^2$ )	I (mA)
in	mm			
1/64	0,4	1,98E-04	4,0	0,792
			6,0	1,188
			10,0	1,979
1/32	0,8	7,92E-04	4,0	3,167
			6,0	4,750
			10,0	7,917
1/16	1,6	1,78E-03	4,0	7,126
			6,0	10,688
			10,0	17,814

Para la observación metalográfica se usaron un microscopio óptico (OM) *Olympus PME3B* con su sistema digital de análisis de imágenes *LEICA GZ6*, y un microscopio de barrido electrónico (SEM) *JEOL JSM 5910LV*.

Con el microscopio electrónico se observó la conformación de la superficie externa de las piezas, mientras que con el microscopio óptico se observaron las microestructuras y las características conformacionales. Estas observaciones se realizaron sobre secciones transversales previamente pulidas y atacadas químicamente. Para el ataque químico las muestras se frotaron de 1 a 5 minutos con una solución de 10 gr de sulfato de cobre ( $\text{CuSO}_4$ ), 50 ml de ácido clorhídrico fumante ( $\text{HCl}$ ) y 50 ml de agua ( $\text{H}_2\text{O}$ ), de acuerdo a lo establecido en la norma ASTM E 407 [4].

Los análisis morfológicos y de microestructura se realizaron únicamente en las piezas electroformadas con densidades de corriente de

4.0 y 10  $\text{A}/\text{dm}^2$  y con diámetros de 0.4 y 1.6 mm.

Las medidas de microdureza se hicieron sobre secciones transversales en la dirección axial de las piezas, en escala de Vickers (HV), con carga de 200 gr durante 10 seg. Las mediciones se realizaron a 2,0 mm de la parte inferior de la pieza.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1 Análisis De Conformación

Del análisis de conformación se concluye que las micrografías de las piezas atacadas químicamente muestran la misma tendencia de aquellas tomadas para las piezas sin este ataque, lo que permite concluir que como consecuencia del ataque químico no se originó ningún tipo de defecto, pudiendo afirmarse que este se aplicó correctamente.

En la figura 3 se presentan las micrografías de la sección transversal pulida de piezas electroformadas a las condiciones de operación que se indican. Al comparar las piezas electroformadas a velocidad del baño alta con aquellas a velocidad del baño baja, se puede observar que las últimas presentan una conformación más homogénea, es decir, tienen menos discontinuidades, cambios de crecimiento y poros que las primeras. Estos resultados son posiblemente una consecuencia de la forma en la cual se da el transporte de materia a velocidades del baño altas. Una configuración favorable de flujo dentro del agujero comprende una celda de convección abierta, donde el espesor de la capa difusiva en el fondo es mínimo. Con una velocidad baja del baño sobre el agujero, esta configuración es viable y el fluido nuevo rico en la especie que se debe reducir puede penetrar el molde lográndose una adecuada renovación de la solución. Con una velocidad alta del baño la configuración más probable es una celda de convección cerrada, donde además de la zona difusiva en la parte inferior del molde, existe otra en la parte superior, con lo cual se aumenta la resistencia a la transferencia de

masa impidiendo la adecuada renovación de la solución.

De igual manera al comparar las imágenes de las piezas depositadas con una densidad de corriente de  $10 \text{ A/dm}^2$  y las depositadas a  $4 \text{ A/dm}^2$  se encuentra que las primeras presentan mayor homogeneidad y menos porosidad que las segundas. Este comportamiento se conserva para ambos valores del flujo. Esto puede deberse a que a una densidad de corriente de  $10 \text{ A/dm}^2$ , aún no se presenta un agotamiento apreciable del níquel dentro del molde.



**Figura 3.** Análisis de Conformación. a).  $0.4 \text{ mm}$ ,  $10 \text{ Adm}^{-2}$ ,  $10 \text{ mm s}^{-1}$ . b)  $0.4 \text{ mm}$ ,  $4 \text{ A dm}^{-2}$ ,  $10 \text{ mm s}^{-1}$ . c)  $0.4 \text{ mm}$ ,  $10 \text{ A dm}^{-2}$ ,  $60 \text{ mm s}^{-1}$

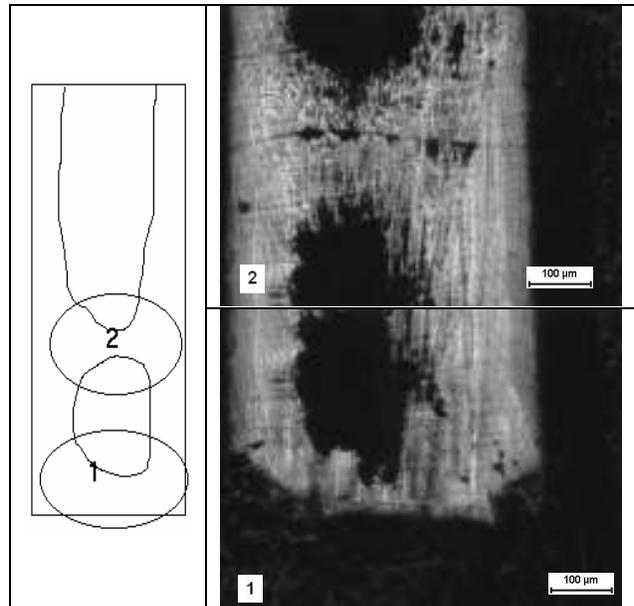
**Figure 3.** Conformation Analysis. a)  $0.4 \text{ mm}$ ,  $10 \text{ A dm}^{-2}$ ,  $10 \text{ mm s}^{-1}$ . b)  $0.4 \text{ mm}$ ,  $4 \text{ A dm}^{-2}$ ,  $10 \text{ mm s}^{-1}$ . c)  $0.4 \text{ mm}$ ,  $10 \text{ A dm}^{-2}$ ,  $60 \text{ mm s}^{-1}$

La mayoría de las piezas presentan homogeneidad hasta aproximadamente  $1/3$  de altura de la base inferior, es decir al inicio de su crecimiento, observándose superficies parejas y sin la presencia de poros. Esto puede deberse a que al inicio del proceso de electrodeposición posiblemente no se tiene un agotamiento importante de iones de Níquel en la parte inferior del molde lo cual da lugar a que las velocidades de electrodeposición sean semejantes. Igualmente puede apreciarse que los bordes laterales de todas las piezas presentan una buena conformación, con ausencia de poros. Estos se ubican en la parte central. Las imperfecciones

que se aprecian en los bordes, dada su forma y características de discontinuidad, pueden atribuirse a defectos del molde de acrílico.

### 3.2 Microestructura

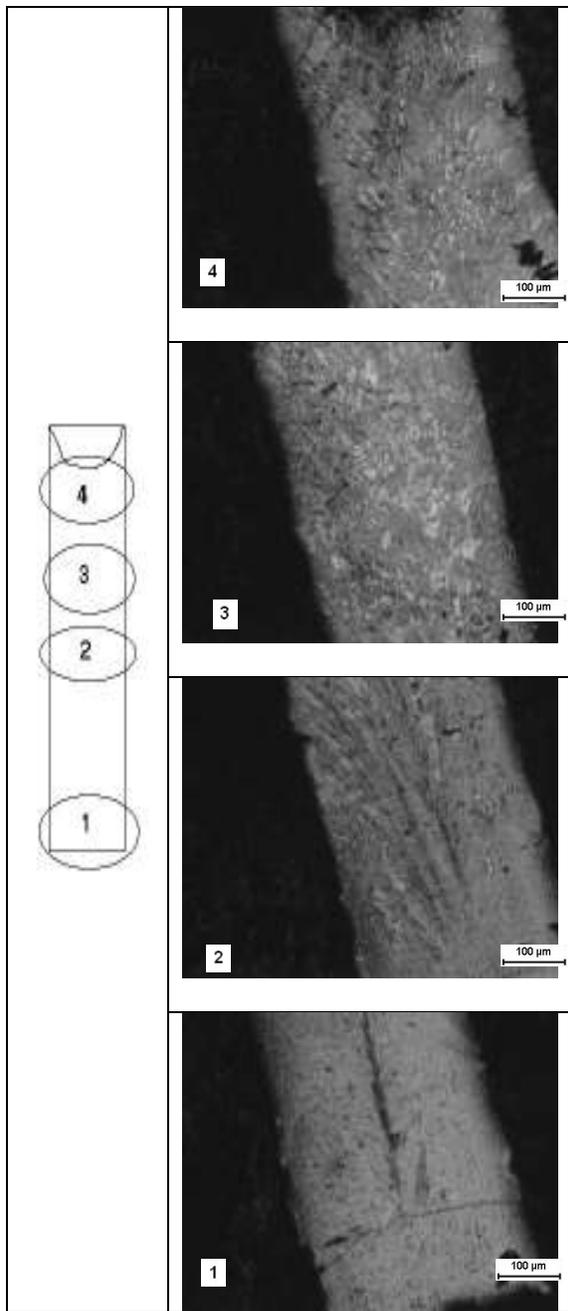
De las micrografías que se presentan en la Figura 4 se observa que la parte central de la pieza presenta grandes vacíos y poros rodeados de granos; la estructura esta formada por columnas largas y delgadas orientadas axialmente.



**Figura 4.** Microestructura: velocidad del baño  $60 \text{ mm s}^{-1}$ , densidad de corriente  $4 \text{ A dm}^{-2}$ , diámetro  $0.4 \text{ mm}$

**Figure 4.** Microstructure: Bath velocity  $60 \text{ mm s}^{-1}$ , Current density  $4 \text{ A dm}^{-2}$ , diameter  $0.4 \text{ mm}$

En la pieza correspondiente a las micrografías de la Figura 5 se observa que el crecimiento inicial de la pieza es en forma de columnas muy largas orientadas axialmente. En la región 3 se da paso a granos equiaxiados más grandes. En la región 4 aparecen de nuevo columnas alargadas aunque de menor tamaño y se aprecian algunos poros.

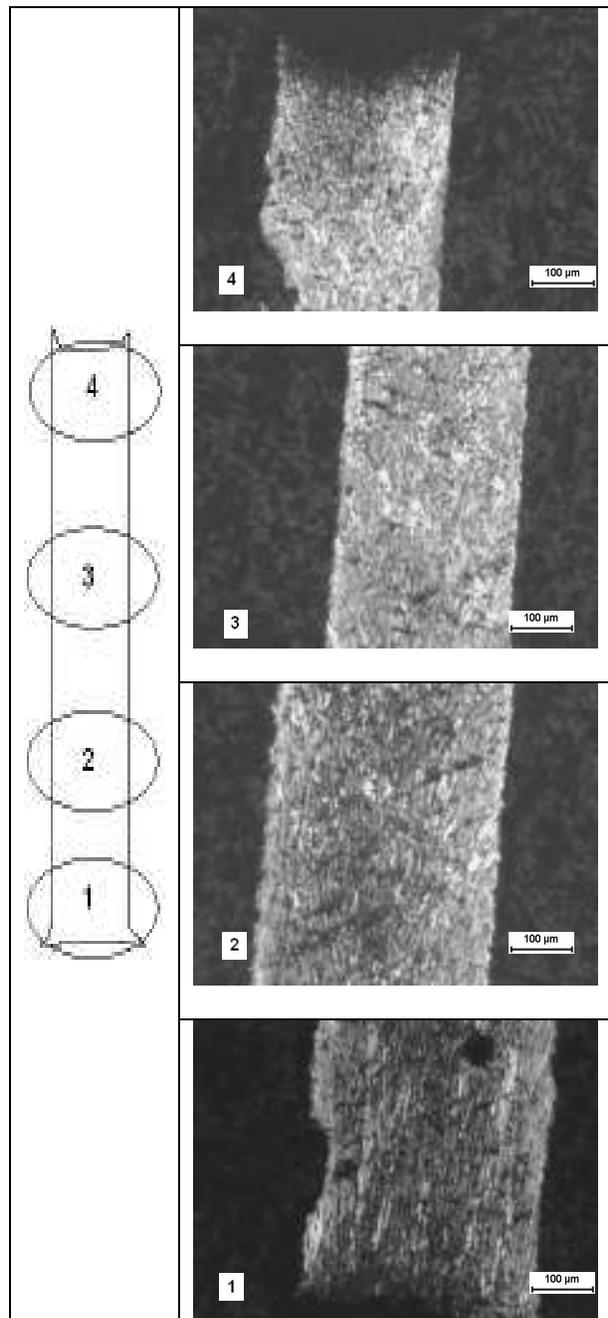


**Figura 5.** Microestructura: velocidad del baño  $60 \text{ mm s}^{-1}$ , densidad de corriente  $10 \text{ A dm}^{-2}$ , diámetro  $0.4 \text{ mm}$

**Figure 5.** Microstructure: Bath velocity  $60 \text{ mm s}^{-1}$ , current density  $10 \text{ A dm}^{-2}$ , diameter  $0.4 \text{ mm}$

De las microfotografías de la Figura 6 se puede observar que las piezas inician el crecimiento con una estructura de columnas largas y ordenadas pasando rápidamente a granos equiaxiados. El tamaño de los granos parece

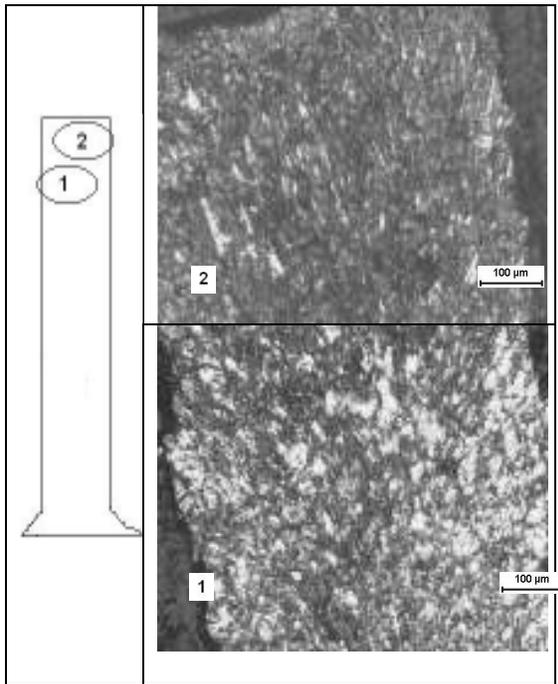
disminuir a medida que se ascienda a la parte superior de la pieza apreciándose un aumento de la porosidad.



**Figura 6.** Microestructura: velocidad del baño  $10 \text{ mm/s}$ , densidad de corriente  $4 \text{ A/dm}^2$ , diámetro  $0.4 \text{ mm}$ .

**Figure 6.** Microstructure: Bath velocity  $10 \text{ mm s}^{-1}$ , current density  $4 \text{ A dm}^{-2}$ , diameter  $0.4 \text{ mm}$

La pieza depositada bajo las condiciones referidas en las microfotografías de la Figura 7, presenta una microestructura en forma de columnas bien definidas de forma alargada y granos pequeños hasta alcanzarse una altura de aproximadamente del 80% de la pieza. Esta es la pieza con la mayor homogeneidad en su microestructura.



**Figura 7.** Microestructura: velocidad del baño 10 mm/s, densidad de corriente 10 A/dm<sup>2</sup>, diámetro 0.4 mm

**Figure 7.** Microstructure: Bath velocity 10 mm s<sup>-1</sup>, current density 10 A dm<sup>-2</sup>, diameter 0.4 mm.

A pesar de que la microestructura de cada pieza individual presenta características específicas, es posible identificar algunos aspectos comunes en el proceso de electrodeposición. En la primera etapa de crecimiento la estructura tiene forma de columnas orientadas axialmente, es decir en la dirección del crecimiento de la pieza. En la mayoría de los casos, a cierta altura de la pieza, lo cual depende de las condiciones de operación, el crecimiento cambia a granos equiaxiados de mayor tamaño. Igualmente algunas estructuras presentan crecimiento dendrítico en forma de ramas. En algunas ocasiones hacia el final de la pieza se retorna a la configuración de columnas

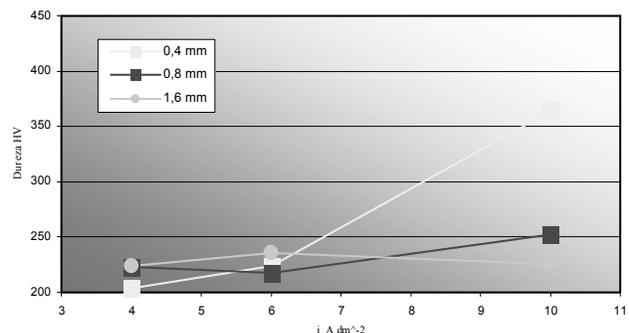
esbeltas y alargadas orientadas en la dirección del crecimiento.

Confirmando lo observado en el análisis conformacional, puede apreciarse que las microestructuras de las piezas obtenidas operando a densidad de corriente 10 A dm<sup>-2</sup> son más homogéneas que aquellas obtenidas operando a densidad de corriente de 4 A dm<sup>-2</sup>. La pieza con microestructura más homogénea es sin lugar a dudas la electroformada con una velocidad del baño de 10 mm s<sup>-1</sup>, densidad de corriente 10 A dm<sup>-2</sup> y diámetro 0.4 mm.

### 3.3 Dureza

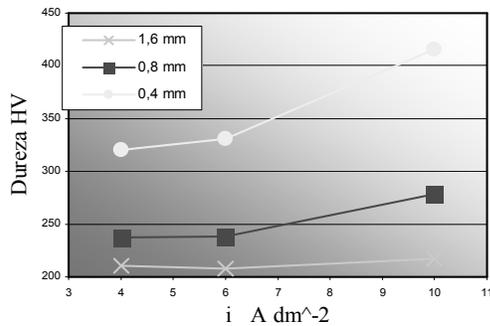
En las Figuras 8 y 9 se presentan los valores de dureza contra densidad de corriente para velocidades del baño de 10 mm/s y 60 mm/s y diámetros de 0.4, 0.8 y 1.6 mm. Es claro que independientemente de la velocidad del baño a la cual se opere las únicas piezas que presentan una variación apreciable de la dureza con la densidad de corriente son las de menor diámetro (0.4 mm) esta variación es mucho más marcada a velocidades del baño baja.

Para todas las densidades de corriente las durezas de las piezas aumentan al disminuir el diámetro, el aumento de 0.8 a 0.4 es mucho más significativo que el de 1.6 a 0.8.



**Figura 8.** Dureza contra densidad de corriente. Velocidad de flujo 10 mm s<sup>-1</sup>

**Figure 8.** Hardness again current density. Rate flow: 10 mm s<sup>-1</sup>



**Figura 9.** Dureza contra densidad de corriente. Velocidad de flujo 60 mm s<sup>-1</sup>

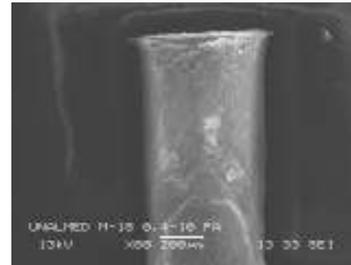
**Figure 9.** Hardness against current density. Rate flow: 60 mm s<sup>-1</sup>

El efecto del diámetro es notorio en las piezas electroformadas con velocidad del baño alta. Esto se apoya igualmente en la falta de homogeneidad que presentan en la microestructura.

Comparando las microestructuras obtenidas a diferentes diámetros se observa que en las piezas de diámetro igual a 0.4 mm la estructura se orienta verticalmente, mientras que para diámetros mayores se aprecia mayor porosidad y tamaño de grano, lo cual tiene implicaciones en las propiedades mecánicas; la medida de dureza fue mayor en la estructura más fina. Esto está de acuerdo con lo expuesto en la literatura que prevé mayor resistencia a la deformación en estructuras de grano pequeño y con mayor cantidad de intercaras. Adicionalmente el crecimiento columnar puede contribuir al aumento de la dureza. Para obtener relaciones cuantitativas entre la dureza y el tamaño de grano, debe realizarse un trabajo más sistemático.

Los máximos valores de dureza fueron 420 HV y 380 HV correspondientes a las piezas de 0.4 mm de diámetro depositadas con densidad de corriente 10 A dm<sup>-2</sup> para velocidades del baño de 60 mm s<sup>-1</sup> y 10 mm s<sup>-1</sup> respectivamente. Este comportamiento está de acuerdo con las microestructuras presentadas en las Figuras 5 y 7; las dos son muy similares hasta aproximadamente 2/3 de la altura de la pieza, pero los granos son más finos en la microestructura de la Figura 5.

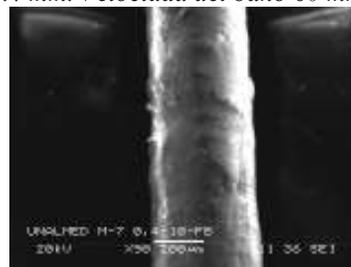
Debido a que los análisis de dureza se realizaron sobre una zona muy específica, estos no son concluyentes respecto a la dureza de la pieza en su totalidad, sin embargo conjuntamente con los análisis de microestructura dan luz respecto a la conformación general de la pieza.



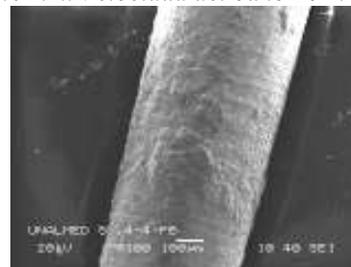
*Densidad de corriente 10 A/dm<sup>2</sup>. Diámetro 0.4 mm. Velocidad del baño 60 mm/s*



*Densidad de corriente 4 A/dm<sup>2</sup>. Diámetro 0.4 mm. Velocidad del baño 60 mm/s*



*Densidad de corriente 10 A/dm<sup>2</sup>. Diámetro 0.4 mm. Velocidad del baño 10 mm/s*



*Densidad de corriente 4 A/dm<sup>2</sup>. Diámetro 0.4 mm. Velocidad del baño 10 mm/s*

**Figura 10.** Micrografías SEM

**Figure 10.** Sem film

### 3.4 Análisis Superficial

Los análisis de las imágenes obtenidas en el microscopio electrónico muestran que las superficies replican bastante bien el molde, alcanzándose incluso a observar los surcos dejados por la broca en el momento de perforación del acrílico. La réplica es más fiel y el acabado superficial más liso en las piezas depositadas a una densidad de corriente de 10 A dm<sup>-2</sup>. Puede concluirse que la variable que tiene mayor efecto sobre la rugosidad de las piezas es la densidad de corriente. Finalmente se puede apreciar que en la superficie no existen poros.

En las piezas de diámetro 0.4 mm el acabado superficial no es muy bueno, posiblemente a causa de defectos en el molde, ya que las imperfecciones que se aprecian tienen forma y características que no corresponden a poros o cavidades formadas por burbujas de hidrógeno atrapadas, sino más bien a la viruta de acrílico que queda adherida a las paredes después del proceso de perforación.

## 4. CONCLUSIONES

Para los valores de velocidad del baño y densidad de corriente explorados en este trabajo se encontró que las mejores características de las piezas cilíndricas en cuanto a conformación, micro estructura y acabado superficial se obtienen operando a una velocidad del baño de 10 mm/s y densidad de corriente 10 A/dm<sup>2</sup>.

La velocidad del baño tiene una influencia marcada en las características de las piezas. Las piezas electroformadas a velocidad baja tienen una estructura más homogénea que las electroformadas con velocidad alta.

En general las piezas presentan una microestructura poco homogénea que varía tanto transversal como axialmente. La microestructura inicial es en forma de columnas largas y delgadas orientadas axialmente. Los mayores defectos se ubican preferentemente en el tercio superior de la pieza y en la parte central.

Las piezas de 0.4 mm de diámetro, densidad de corriente 10 A dm<sup>-2</sup> y velocidad del baño 60 mm s<sup>-1</sup> presentaron valores de dureza más altos (del orden de 420 HV).

Las piezas con mejores características superficiales fueron las obtenidas a una velocidad del baño de 10 mm s<sup>-1</sup> y densidad de corriente 10 A dm<sup>-2</sup>.

Las piezas con mejores características internas en cuanto a conformación y micro estructura son las electroformadas a una velocidad del baño de 10 mm/s, densidad de corriente 10 A/dm<sup>2</sup> y diámetro 0.4 mm; su dureza fue del orden de 360 HV. Luego estas pueden ser las condiciones más adecuadas para una posible aplicación o estudios más profundos.

## 5. AGRADECIMIENTOS

A la dirección de investigación DIME, por financiar el proyecto.

A los laboratorios de metalografía y microscopía avanzada de la sede, donde se realizaron las micrografías; al laboratorio de Ingeniería eléctrica por la construcción de la fuente de corriente; al laboratorio de termodinámica por facilitar espacio, materiales y equipos.

## REFERENCIAS

- [1] LANDOLT D. Electrodeposition Science and Technology in the Last Quarter of the Twentieth Century Journal of The Electrochemical Society, 149 (3), S9-S20, 2002.
- [2] GRIFFITHS S.K, NILSON R.H, BRADSHAW R.W, TING A, BONIVERT W.D, HACHMAN J.T, HRUBT J.M. Transport limitations in electrodeposition for LIGA microdevice fabrication, Sandia National Laboratories, USA.
- [3] GRIFFITHS S.K, NILSON R.H, BRADSHAW R.W, TING A, BONIVERT W.D, HACHMAN J.T, HRUBT J.M. Modeling electrodeposition for LIGA microdevice fabrication, Sandia National Laboratories, USA.

- [4] ASTM Norm E 407. Microetching Metals and Alloys.
- [5] NILSONZ R.H, GRIFFITHS S.K. Natural Convection in Trenches of High Aspect Ratio, *Journal of The Electrochemical Society*, 150 (6), C401-C412, 2003.
- [6] ROSAUR I, MICKA K, KIMLA A, *Electrochemical engineering*, Chapter 1, Transport equations for dilute electrolytes, ELSEIVER, 1986.
- [7] ALLAMEH S.M, LOU J, KAVISHE F, BUCHHEIT T, SOBOYEJO O. An investigation of fatigue in LIGA Ni MEMS thin films, *Material Science and Engineering, A* 371, 256-266, 2004.
- [8] CHENG C.M, CHEN R H. Experimental investigation of fabrication properties of electroformed Ni-based micro mould inserts, *Microelectronic Engineering*, 75, 4, 423-432. 2004.
- [9] SON D, KIM J.J, LIM T.W, KWON D. Evaluation of fatigue strength of LIGA nickel film by microtensile tests, *Scripta Materialia*, article in press, 2004.
- [10] STAUSS S, SCHWALLER P, BUCAILLE J.L, RABE L, ROHR L, MICHLER J, BLANK E. Determining the stress-strain behaviour of small devices by nanoindentation in combination with inverse methods, *Microelectronic Engineering*, 67-68, 818-825, 2003.
- [11] MARTIN J.M, MCCUTCHEON S.C, *Hydrodynamics and Transport for Water Quality Modeling*, Lewis Publishers, 1999.
- [12] WEI Z.J, WANG Y.Y, WAN C.C, HUANG C.H. Study of wetters in nickel electroforming of 3D microstructures, *Materials Chemistry and Physics*, 63, 235-239, 2000.
- [13] ARISTONE F, FALCO J.R. Nickel electrodeposition over LIGA processed microstructures, [www.dfi.ccet.ufms.br/dfi/microfabricacao/nickel](http://www.dfi.ccet.ufms.br/dfi/microfabricacao/nickel)
- [14] FALCO J.R, ARISTONE F, SARAIVA L.O. Nickel electroforming of LIGA processed structures, [www.dfi.ufms.br/dfi/microfabricacao/nickel](http://www.dfi.ufms.br/dfi/microfabricacao/nickel).