



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE EDUCAÇÃO E SAÚDE  
UNIDADE ACADÊMICA DE BIOLOGIA E QUÍMICA  
CAMPUS CUITÉ – PB



**ISRAEL LÁZARO MANGUEIRA TAVARES**

**ELETRODEPOSIÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA LIGA NiFe(10) E NiFe(25)**

CUITÉ – PARAIBA

2015

ISRAEL LÁZARO MANGUEIRA TAVARES

**ELETRODEPOSIÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA LIGA NiFe (10) E NiFe (25)**

Trabalho de conclusão de curso  
apresentado à Universidade  
Federal de Campina Grande,  
Campus Cuité/PB, como  
requisito para a obtenção do  
grau de licenciatura em química.

ORIENTADOR: Prof. Dr. PAULO SÉRGIO GOMES DA SILVA

Cuité – Paraíba

2015



FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA NA FONTE  
Responsabilidade Jesiel Ferreira Gomes – CRB 15 – 256

T231e Tavares, Israel Lázaro Mangueira.

Eletrodeposição e caracterização da liga NiFe (10) e NiFe (25). / Israel Lázaro Mangueira Tavares. – Cuité: CES, 2015.

48 fl.

Monografia (Curso de Licenciatura em Química) – Centro de Educação e Saúde / UFCCG, 2015.

Orientador: Paulo Sérgio Gomes da Silva.

1. Eletrodeposição. 2. Liga NiFe. 3. Banho de Watts. I. Título.

CDU 544.654.2

ISRAEL LÁZARO MANGUEIRA TAVARES

**ELETRODEPOSIÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA LIGA NiFe (10) E NiFe (25)**

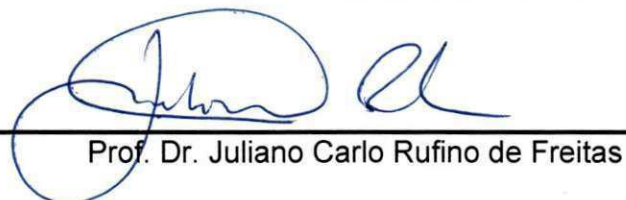
Monografia apresentada ao Curso de Licenciatura em Química, como um dos requisitos para obtenção do grau de licenciatura em química.

Aprovado em 26/11/2015

BANCA EXAMINADORA

  
Prof. Dr. Paulo Sérgio Gomes da Silva

  
Prof. Dr. Renato Alexandre Costa de Santana

  
Prof. Dr. Juliano Carlo Rufino de Freitas

## AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer aos meus familiares por todo apoio.

Agradecer aos meus pais: Francisco Antônio Tavares e Irani Manguiera Tavares.

Aos colegas/amigos que conheci durante o curso.

Aos meus professores do curso.

Ao professor Dr. Marciano Henrique de Lucena Neto, por toda dedicação e paciência.

Ao professor Dr. Paulo Sérgio Gomes da Silva, pela orientação e dedicação.

Aos professores Dr. Renato Alexandre Costa de Santana e o Dr. Juliano Rufino de Freitas, por participarem da banca avaliadora deste trabalho.

Ao Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LAMMEA), por realizar análises de MEV e EDS.

Ao meu amigo José Anderson M. Oliveira, por toda paciência e apoio durante este trabalho.

Aos meus amigos Cleudismar Alexandre Maciel e Maria das Graças Belmont Batista Maciel pelo apoio e amizade.

À Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Centro de Educação e Saúde (CES) e o Laboratório de Eletroquímica e Corrosão (LEC)

## EPIGRAFE

*“E nessa corrida sem fim  
Nomes são eternizados  
Deixando suas ideias  
Como forma de legado  
Para no futuro distante  
Lembrarem-se dos gigantes  
Que fizeram o passado”.*  
Autoria própria

## RESUMO

O processo de eletrodeposição de ligas é um estudo significativo no tratamento de superfícies. A deposição de dois metais em uma liga constitui-se em unir propriedades distintas em um único material. As características químicas do metal níquel, às vezes não superam o fator econômico de utiliza-lo, por isso a necessidade de unir as características do Ni (níquel) com um metal menos nobre, como o Fe (ferro), formando uma liga de NiFe. Para uma base de referência na proporção do banho eletrolítico, foi utilizado o banho de Watts e por meio de substituição de uma porcentagem do sal de níquel por um sal de ferro, os banhos de NiFe(10) e (25) foram estabelecidos. Os eletrólitos utilizados no depósito desta liga foram sais simples. Trabalhou-se em pH ácido em 2,4, 2,5 e 4,1 devido favorecimento do depósito desejado. As MEVs mostraram a ocorrência de uma formação granular em todos os revestimentos, com grãos maiores nos revestimentos contendo Fe, com uma melhor distribuição dos grãos na liga NiFe(10). Uma visão superficial o depósito apresentou aspecto semibrilhante e cobertura total do substrato. A composição wt% final obtida na deposição das duas ligas foi de  $Ni_{89,11}Fe_{10,89}$  para liga NiFe(10) e  $Ni_{75,41}Fe_{24,59}$  para liga NiFe(25). O teste de corrosão em meio a NaCl 0,1M apresentou um potencial mais positivo para liga NiFe(10), assim como a resistência a polarização, com valores mais próximos aos valores do revestimento de Ni puro, dessa forma a liga NiFe(10), nestas condições, apresenta melhor resultado para utilização contra o processo de corrosão.

**Palavras chaves:** liga NiFe, Modificação no banho de watts, Eletrodeposição NiFe.

## ABSTRACT

The alloy electroplating process is a significant study in the treatment of surfaces. The deposition of two metals in an alloy is constituted in uniting different properties in a single material. Chemical properties of nickel metal, sometimes not outweigh the economic factor to use it, so the need to unite the characteristics of Ni (nickel) with a less noble metal, such as Fe (iron), forming an alloy of NiFe. For a reference base in proportion to the electrolytic bath, a Watts bath, and by replacing a percentage of the nickel salt by an iron salt is used, the baths NiFe (10) and (25) were established. The electrolytes used in the deposit of this alloy were simple salts. Worked out at acidic pH at 2.4, 2.5 and 4.1 due favoring the desired deposit. The MEVs showed the occurrence of a granular formation in all coatings with larger grains in coatings containing Fe, with a better distribution of the grains in the league NiFe (10). A superficial view the deposit presented semi-gloss appearance and full coverage of the substrate. The final composition obtained wt% in the deposition of the two alloys was  $\text{Ni}_{89,11}\text{Fe}_{10,89}$  for NiFe alloy (10) and to  $\text{Ni}_{75,41}\text{Fe}_{24,59}$  NiFe alloy (25). The corrosion test medium to 0.1M NaCl had a more positive potential NiFe alloy (10) and the polarization resistance with values closer to those of pure Ni coating values thus NiFe alloy (10) in these conditions shows better results for use against corrosion.

Keywords: alloy NiFe, Change in watts bath, Electroplating NiFe.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Ilustração esquemática da região anódica de dissolução de ferro e reação catódica de evolução do Hidrogênio nas (a) diferentes regiões da mesma superfície (b) superfícies de diferentes metais.....	16
Figura 2 – Formas de corrosão.....	19
Figura 3 – Diagrama de Pourbaix do Ni. ....	27
Figura 4 – Diagrama Pourbaix do Fe. ....	28
Figura 5 – Intercessão dos diagramas de Pourbaix de Ni e Fe para uma visão melhor da região de depósito de ambos os metais.....	28
Figura 6 – Eletrodo de trabalho (substrato de cobre).....	33
Figura 7 – Eletrodos de trabalho e contra eletrodo (eletrodo de platina). ...	34
Figura 8 – Diagrama esquemático do sistema experimental utilizado.....	35
Figura 9 – Imagens superficiais do substrato (a) antes do depósito (b) depois do depósito.....	36
Figura 10 – Espectro de EDS/EDX do eletrodepósito de Ni (Watts). ....	38
Figura 11 – Espectro de EDS/EDX do eletrodepósito de NiFe(10).....	38
Figura 12 – Espectro de EDS/EDX do eletrodepósito de NiFe(25).....	39
Figura 13 – Morfologia superficial do eletrodepósito de Watts com aproximação de 2500x.....	40
Figura 14 – Morfologia superficial do eletrodepósito de NiFe(10) com aproximação de 2500x.....	41
Figura 15 – Morfologia superficial do eletrodepósito de NiFe(25) com aproximação de 2500x.....	41
Figura 16 – Curvas de polarização entre os revestimento NiFe(10), NiFe(25) e Watts. ....	43
Figura 17 – Diagrama de Impedância eletroquímica.....	44

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Composição da solução eletrolítica para o eletrólito de Watts (Ni) .....	30
Tabela 2 Composição da solução eletrolítica para o eletrólito da liga NiFe(10). Substituição de 20% do sulfato de níquel por sulfato ferroso. ....	31
Tabela 3 Composição da solução eletrolítica para o eletrólito da liga NiFe(25). Substituição de 30% do sulfato de níquel por sulfato ferroso. ....	31
Tabela 4 Valores de composição das ligas NiFe(10), NiFe(25) e Watts.....	37
Tabela 5 Valores de $E_{corr}$ , $I_{corr}$ e $R_p$ obtidos pela técnica de Polarização potenciodinâmica linear.....	43

## LISTA DE SÍMBOLOS

Ni	Níquel
Fe	Ferro
g	Gramas
L	Litros
ml	Mililitros
M	Molar
Mol	Quantidade de matéria
°C	Graus Célsius
mA	Miliampére
A	Ampére
Cm	Centímetros
E	Potencial externo
log	Logaritmo
$R_p$	Resistência polarização
$E_{corr}$	Potencial de corrosão
$I_{corr}$	Corrente de corrosão de um sistema eletroquímico
$\Omega$	Ohms
rpm	Rotação por Minuto

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	
LISTA DE TABELAS.....	
LISTA DE SÍMBOLOS.....	
<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>12</b>
<b>2 OBJETIVOS.....</b>	<b>14</b>
<b>3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>15</b>
<b>3.1 CORROSÃO.....</b>	<b>15</b>
3.1.1 FORMAS DE CORROSÃO.....	16
<b>3.2 REVESTIMENTOS METÁLICOS.....</b>	<b>19</b>
3.2.1 FINALIDADES DE ALGUNS REVESTIMENTOS.....	21
<b>3.3 ELETRODEPOSIÇÃO.....</b>	<b>22</b>
<b>3.4 ELETRODEPOSIÇÃO DE LIGAS METÁLICAS.....</b>	<b>23</b>
3.4.1 CODEPOSIÇÃO NORMAL.....	24
3.4.2 CODEPOSIÇÃO ANÔMALA.....	24
3.4.3 CODEPOSIÇÃO INDUZIDA.....	25
<b>3.5 ELETRODEPOSIÇÃO DA LIGA NiFe.....</b>	<b>25</b>
3.5.1 FATORES QUE INFLUÊNCIAM A DEPOSIÇÃO DA LIGA NiFe.....	26
<b>4 METODOLOGIA.....</b>	<b>30</b>
<b>4.1 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....</b>	<b>30</b>
4.1.1 PREPARO DOS ELETRÓLITOS.....	30
<b>4.2 PARÂMETROS OPERACIONAIS.....</b>	<b>31</b>
<b>4.3 PREPARAÇÃO DO SUBSTRATO (ELETRODO DE TRABALHO).....</b>	<b>32</b>
4.3.1 PROCESSO DE LIMPEZA PARA O SUBSTRATO DE COBRE.....	32
4.3.2 TRATAMENTO QUÍMICO PARA O SUBSTRATO DE COBRE.....	32
<b>4.4 SISTEMA DE ELETRODEPOSIÇÃO.....</b>	<b>33</b>
<b>4.5 ESTUDO DE CORROSÃO.....</b>	<b>34</b>
<b>4.6 CARACTERIZAÇÕES FÍSICA E QUÍMICA DOS REVESTIMENTOS.....</b>	<b>35</b>
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>36</b>
5.1 MORFOLOGIAS SUPERFICIAIS DO REVESTIMENTO.....	36
5.2 ESTUDO DAS MEDIDAS DE CORROSÃO NOS REVESTIMENTOS NiFe.....	42
5.3 ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA.....	43
<b>6 CONCLUSÃO.....</b>	<b>45</b>
<b>7 REFERÊNCIAS.....</b>	<b>46</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A utilização de metais abrange um campo industrial amplo, como por exemplo, nas indústrias químicas, petrolíferas, petroquímicas, naval, construção civil, automobilística, nos meios de transportes aéreo, ferroviário, metroviário, marítimo, rodoviário, nos meios de comunicação, odontologia, medicina e estruturas de obras de artes. Um dos grandes problemas enfrentados frequentemente nas mesmas é o processo de desgaste dos metais por meio da corrosão. Com os danos causados pela corrosão, surgem perdas econômicas significativas nas indústrias, o que leva à procura de tratamentos que possam minimizar este processo (GENTIL, 2007).

A produção de revestimentos metálicos constitui um dos estudos mais importantes no processo de contenção dos efeitos de corrosão nos metais. Nas últimas décadas, as pesquisas voltadas para produção de revestimentos tem se intensificado, isso devido à necessidade de materiais que possam proteger os metais que sofrem com os problemas de corrosão e desgastes, criando revestimentos com propriedades similares ao metal até mesmo melhorando-as. Um revestimento pode ser constituído de um único material protetor ou a combinação de dois ou mais, visando melhorar, dependendo da aplicação desejada, propriedades como resistência térmica, resistência à fadiga, resistência a corrosão, endurecimento de superfícies, etc (SPADA, 2007).

Os materiais constituídos de um ou mais elementos, no qual pelo menos um deles é um metal, é denominado de liga metálica. Esses materiais geralmente possuem propriedades metálicas e podem ser obtidos através de processos de eletrodeposição, processos metalúrgicos, compressão, fusão e oxidação (OLIVEIRA, 2008).

Dentre as técnicas mais frequentes para aplicação de revestimentos, a eletrodeposição destaca-se para produção de algumas ligas, podendo oferecer (dependendo do material utilizado no revestimento) depósitos de grande grau de pureza, alta eficiência e uma boa relação custo/benefício, também possuindo a capacidade de revestir objetos com diversas geometrias (SANTANA, 2010).

Na eletrodeposição ocorre o processo onde há o crescimento de depósitos de materiais condutores, em reações de oxidação e redução, fazendo com que os íons das soluções sejam reduzidos, através da passagem de uma corrente elétrica, sobre um eletrodo, produzindo uma camada deste material, revestindo o metal trabalhado (GENTIL, 2007).

Devido a sua característica de resistência a corrosão, o metal Ni (níquel) é amplamente utilizado na indústria eletrolítica, porém o seu alto custo fez despertar o interesse em desenvolver materiais com características semelhantes às deste metal. A principal consumidora de níquel é a indústria de aço inoxidável, consumindo cerca de 62% do metal no mundo. O restante é utilizado como ligas especiais (14%), Niquelagem (7%), ligas de aço (5%), baterias (3%) e outros (9%) (FARIAS, 2009).

O consumo mundial de níquel em 2008 foi de aproximadamente 1,31 milhões de toneladas e especialistas preveem que para 2015 esse consumo alcance 1,5 milhões, sendo grande sua aplicação em decorações e na engenharia, com aplicação de suas ligas em um vasto espaço na indústria: transporte, construção civil, farmacêutica, etc (HENRIQUES, CUNHA e SILVA, 2014).

O níquel possui propriedades que o torna muito importante na produção de revestimentos como: sua grande resistência à corrosão, resistência mecânica e capacidade de operar continuamente em elevadas temperaturas (até uma temperatura de 453,15K), sendo muito utilizado na indústria no tratamento de superfícies. No preparo dos seus banhos eletrolíticos, utilizam-se sais simples e ele possui uma deposição suficiente em um pH abaixo de 6 (CECCONELLO, 2006).

As ligas formadas por níquel e ferro (NiFe) vem sendo estudadas há várias décadas, elas são da classe ferromagnéticas e possuem alta performance e permeabilidade, possuindo importantes características metalúrgicas como, por exemplo, a resistência a corrosão. A eletrodeposição desta liga é considerada anômala, pelo fato do metal menos nobre ferro (Fe) ser depositado preferencialmente ao metal mais nobre níquel (Ni) (SANTANA, 2010).

O interesse nas ligas NiFe é explicado também pelo fato da liga adquirir características provenientes do ferro como: dureza elevada, alta força e a resistência

à fadiga e ao desgaste. Os materiais obtidos por esta técnica com banhos de cloretos são constituídos de ótimas propriedades magnéticas (NAKAMURA, 1985).

Procura-se dessa forma, produzir um revestimento constituído pelos metais níquel e ferro utilizando uma técnica de eletrodeposição com adaptação no banho de níquel (watts), diminuindo o teor de níquel e acrescentando ferro nas proporções 20% e 30% respectivamente, conferindo propriedades provenientes do ferro, mas mantendo características do níquel, produzindo um material economicamente mais viável à utilização como possível substituto para esse tipo de revestimento.

## 2 OBJETIVOS

Os objetivos deste trabalho consistem em contribuir para o desenvolvimento das ligas de NiFe a partir de modificações do banho de Watts. Substituindo 20% do teor de níquel por ferro no eletrólito, obtendo a liga NiFe(10) e 30% do teor de níquel por ferro no eletrólito, obtendo a liga NiFe(25).

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 CORROSÃO

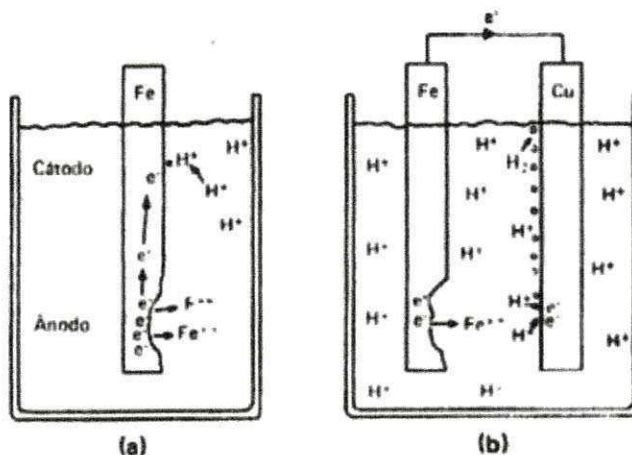
A corrosão é um processo definido como sendo a deterioração causada por interações entre o material e seu meio operacional. Ela pode ocorrer de diversas formas, tais como desgastes, variações químicas ou modificações estruturais, tornando o material inadequado para a aplicação designada. Por este motivo o tempo de vida útil dos materiais pode ser afetado pelo processo de corrosão (GENTIL, 2007).

Dentre os meios corrosivos (corrosão em meios aquosos, corrosão quente, corrosão em meios orgânicos e corrosão por metais líquidos) a corrosão em meio aquoso é a mais comum, com cerca de 90% das vezes ela ocorrendo neste meio, isso devido à maioria dos fenômenos de corrosão ocorrem no meio ambiente, tendo a água como principal solvente (RODRIGUES, 2011).

Basicamente as reações de corrosão em meios aquosos envolvem ânodo, cátodo e eletrólitos. O cátodo e o ânodo também são chamados de eletrodos, eles podem ser constituídos de dois metais distintos ou apenas áreas diferente de um mesmo metal. Onde ocorre a formação de íons na região anódica, gerando um fluxo de elétrons de um metal para outro ou para uma área diferente deste metal (RAMANATHAN, 1988).



**Figura 1** – Ilustração esquemática da região anódica de dissolução de ferro e reação catódica de evolução do Hidrogênio nas (a) diferentes regiões da mesma superfície (b) superfícies de diferentes metais.



Fonte: RAMANATHAN 1988 – Corrosão e seu controle

### 3.1.1 FORMAS DE CORROSÃO

O processo de corrosão se passa geralmente na superfície de separação entre o metal e o meio corrosivo em que se encontram, os ataques corrosivos podem ocorrer de diversas formas, onde o tipo de corrosão pode ser classificado pela forma de ataque e causas da corrosão e seus mecanismos (GENTIL, 2007).

Dessa forma pode-se determinar corrosão segundo:

- **Sua morfologia;**
- **Suas causas ou mecanismos;**
- **Seus fatores mecânicos;**
- **Seu meio corrosivo.**

**Morfologia:** Uniforme, por placas, alveolar, puntiforme ou por pite, intergranular (intercristalina), intragranular (transcristalina), filiforme, por esfoliação, grafítica, dezincificação.

**Causas ou Mecanismos:** por aeração diferencial, eletrolítica ou por correntes de fuga, galvânica, associada a solicitações mecânicas (sobtensão fraturante).

**Fatores mecânicos:** sobtensão, sob fadiga, por atrito, associada à erosão.

**Meio corrosivo:** meio corrosivo, pelo solo, induzida por microrganismos, pela água do mar, por sais fundidos, etc.

A caracterização da forma de corrosão ajuda a esclarecer o seu mecanismo e na aplicação de medidas para a proteção contra a mesma. Algumas características das diferentes formas de corrosão, segundo GENTIL, são:

- **Corrosão Puntiforme ou por pite**
- **Corrosão Alveolar**
- **Corrosão Uniforme**
- **Corrosão Por placas**
- **Corrosão Intragranular**
- **Corrosão Filiforme**
- **Corrosão Por Esfoliação**
- **Corrosão de Empolamento Pelo Hidrogênio**
- **Corrosão em Torno do Cordão de Solda**

**Corrosão Uniforme:** este tipo de corrosão ocorre uniformemente sobre toda a extensão superficial do material.

**Corrosão Por Placas:** neste processo a corrosão ocorre em algumas regiões da superfície do material, formando placas com escavações.

**Corrosão Alveolar:** a corrosão se passa na superfície do material formando escavações ou sulcos semelhantes a alvéolos. Apresenta um fundo arredondado e profundidade menor que o seu diâmetro.

**Corrosão Puntiforme ou Por Pite:** a corrosão ocorre em pequenas áreas na superfície do material produzindo pites, que são cavidades que apresentam um fundo com forma angulosa e sua profundidade geralmente maior que o seu diâmetro.

**Corrosão Intragranular:** a corrosão ocorre em grãos da rede cristalina do material, o qual, perdendo suas propriedades mecânicas, poderá fraturar à menor sollicitação mecânica.

**Corrosão Filiforme:** nesse processo a corrosão ocorre na forma de finos filamentos, não muito profundos, se propagando em diferentes direções, mas não se ultrapassando, pois admite-se que o produto da corrosão, em estado coloidal, apresenta carga positiva, daí a repulsão. Ocorre geralmente na superfície de materiais revestidos com tinta ou outros metais, o que ocasiona o deslocamento do revestimento. Esse tipo de corrosão é mais frequente em materiais expostos a umidades relativas do ar altas, em revestimentos permeáveis a penetração do oxigênio e água ou que apresentem falhas, riscos ou regiões de arestas.

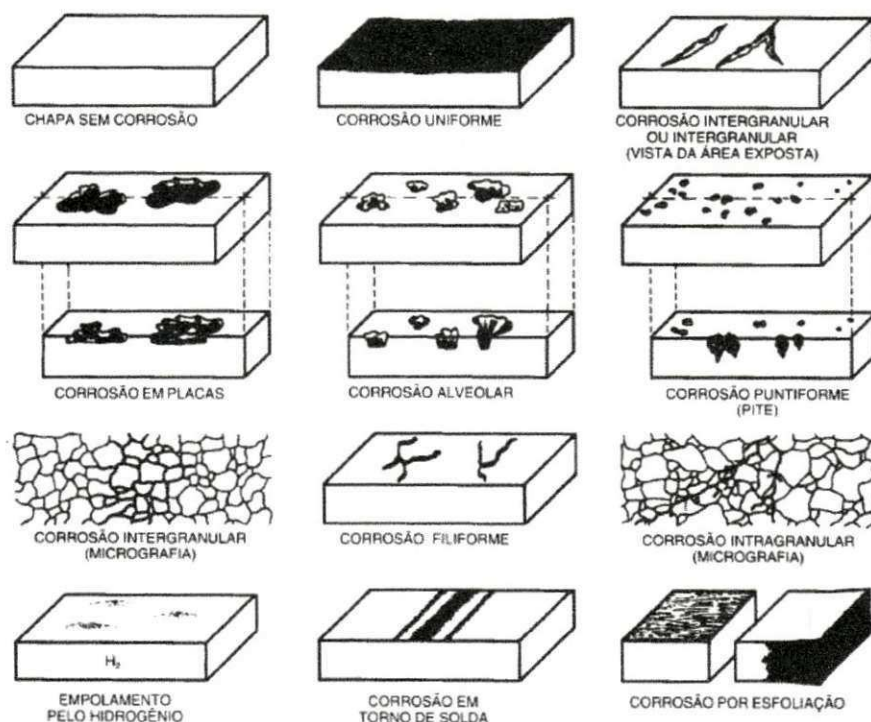
**Corrosão Por Esfoliação:** se processa de forma paralela a superfície do material. Ocorre em chapas ou componentes extrusados que possuem seus grãos alongados e achatados, criando condições para inclusão ou segregações, presente no material. Essa forma de corrosão foi observada mais comumente em ligas de alumínio das series 2.000 (Al, Cu, Mg), 5.000 (Al, Mg) e 7.000 (Al, Zn, Cu, Mg).

**Corrosão de Empolamento Pelo Hidrogênio:** nesse processo o hidrogênio atômico penetra no material, por possuir um pequeno volume atômico, difunde-se rapidamente e em regiões com descontinuidade, se transforma em hidrogênio molecular,  $H_2$ , exercendo pressão e originando a formação de bolhas.

**Corrosão em Torno do Cordão de Solda:** geralmente ocorre em aços inoxidáveis não estabilizados ou com teores de carbono maiores que 0,03%, e a corrosão se processa intergranularmente.

A Figura 2 apresenta as imagens de algumas formas de corrosão citadas acima.

**Figura 2 – Formas de corrosão**



Fonte: Gentil 2007 – Corrosão

Além das formas de corrosões citadas, existem também outros processos de corrosão, como por exemplo, a corrosão galvânica. Esse processo ocorre quando dois materiais, com diferentes potenciais, estão em contato na presença de um eletrólito, ocorrendo como consequência desse diferencial de potencial a transferência de elétrons. Dessa forma a corrosão galvânica ocorre frequentemente quando se tem um metal colocado em uma solução contendo íons, facilmente reduzíveis, de um metal que seja catódico em relação ao primeiro (GENTIL, 2007).

### 3.2 REVESTIMENTOS METÁLICOS

Uma das formas de minimizar os processos de corrosão dos materiais é por meio da técnica por revestimento, que consiste em formar um filme, de um metal pouco corrosivo ou uma combinação de dois ou mais metais (ligas), sobre a

superfície do material a ser protegido. Dentre os métodos de revestimentos, os mais comuns são:

- **Cladização;**
- **Reposição por imersão a quente;**
- **Metalização;**
- **Eletrodeposição;**
- **Deposição química.**

De acordo com GENTIL (2007), esses métodos são caracterizados da seguinte forma:

**Cladização:** essa técnica de controle de corrosão é frequentemente utilizada na indústria química, ela pode ser feita pelo processo de explosão ou por soldagem, onde se tem uma laminação conjunta, a quente, de duas chapas do metal base com o do metal a revestir no meio. O resultado é um conjunto de chapa onde o revestimento recebe o nome de *clad*, normalmente com espessura entre 2-4 mm, normalmente.

**Reposição por imersão a quente:** este processo também é muito utilizada, trata-se da imersão do material metálico em um banho do metal (ou liga) revestidor fundido. Os quatro metais mais utilizados nesta técnica são o estanho, cobre, alumínio e zinco. Os revestimentos a base de estanho recebem o nome de estanhagem, o *Copperweld* é o nome do revestimento a base de cobre, os processos de revestimentos a base de alumínio, ou suas ligas, são chamados de aluminação e a galvanização é o nome que se dá ao processo de revestimento por reposição por imersão a quente com o metal zinco.

**Metalização – Aspersão térmica:** esse processo de revestimento consiste na aplicação de um metal ou não-metal, usando-se uma pistola de aspersão ou metalização. Essa pistola de aspersão é constituída de uma chama oxi-acetilênica, que é alimentada por um fio ou pó do material utilizado para revestir. Esse material é aquecido até a fusão por meio de ar comprimido e projetado sob o substrato, quando as partículas tocam o substrato, se solidificam, formando um revestimento na superfície do mesmo em camadas lamelares. Esse processo é muito utilizado na

recuperação de peças gastas, em aplicação de revestimentos duros e também na proteção contra corrosão.

**Eletrodeposição:** é um dos processos de revestimentos que teve seu estudo intensificado, por apresentar boa qualidade no produto final. Nesse processo, o material a ser revestido é colocado como catodo de uma cuba eletrolítica, com eletrólito contendo o sal de um ou mais metais que serão depositados como revestimento. Tanto a espessura desse revestimento como as suas propriedades irão depender de alguns fatores como, a densidade de corrente aplicada, a concentração dos sais, a temperatura do banho, a presença de aditivos e a natureza do metal base.

**Deposição Química:** nesse processo o vapor de uma substância volátil, contendo o sal do metal a ser utilizado no revestimento entra em contato com o material a ser revestido, resultando na deposição do metal ou formando uma liga com o material base do substrato. A temperatura do substrato fornece energia para reação química que resultará num produto sólido.

### 3.2.1 FINALIDADES DE ALGUNS REVESTIMENTOS

Os revestimentos metálicos são usados com diferentes finalidades como, por exemplo:

- Decorativo – ouro, prata, níquel, cromo, etc.
- Resistência ao atrito – índio, etc.
- Resistência à oxidação em contatos elétricos – estanho, prata, ouro, ródio, etc.
- Endurecimento superficial – cromo;
- Resistência à corrosão – cromo, níquel, alumínio, zinco, cádmio, estanho, etc.

O pesquisador GENTIL (2007) explica alguns fatores que caracterizam as ações protetoras dos metais empregados no processo de revestimento. Como por exemplo:

Formação de películas protetoras de óxidos, hidróxidos ou outros compostos, pela reação com oxidantes do meio corrosivo (caso do alumínio, cromo, níquel e zinco);

Alguns metais usados nos revestimentos apresentam valores elevados de sobretensão ou sobrevoltagem, sendo por isso mais resistentes aos ataques ácidos em meios não aerados (caso do estanho, chumbo, zinco e cádmio).

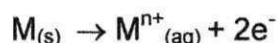
### 3.3 ELETRODEPOSIÇÃO

A eletrodeposição é um processo associado a reações eletroquímicas promovendo uma transferência de cargas na interface eletrodo/eletrólito, o produto formado por estas reações são depósitos sólidos. Geralmente este tipo de processo é uma forma de modificar propriedades de uma superfície. Por meio de reações redutoras e reações oxidantes, ocorre a formação do depósito (SANTOS, 2007).

Segundo SANTOS (2007), a produção de revestimentos através desta técnica possibilita o controle de muitas variáveis, tais como temperatura, densidade de corrente e tempo de depósito. Com este processo, é possível variar as características morfológicas e estruturais dos filmes formados de acordo com a densidade de corrente utilizada.

Na eletrodeposição o depósito pode ser formado de duas maneiras, quando se utiliza um substrato constituído do mesmo material que está sendo depositado, a camada de revestimento sobre a superfície do eletrodo cresce naturalmente, sem a necessidade de formação de núcleos. Quando o substrato é de um material diferente da espécie iônica do banho eletrolítico, a deposição ocorre em duas partes: a formação de núcleos no substrato e depois o subsequente crescimento dos núcleos. Inicialmente distribuídos em um volume de solução solvatados pela água, os íons metálicos são incorporados ao eletrodo sendo parcialmente ou totalmente neutralizados, após entrar em um estado intermediário, o estado iônico na solução e metálico no depósito, ele se desloca na superfície do substrato fixando-se na região de menor energia (ZOUDAN, 2007).

No mecanismo envolvido no processo de deposição, ocorrem duas reações na superfície do metal, uma catódica e outra anódica, onde há a redução dos íons metálicos ( $M^{n+}$ ) em solução aquosa, que podem ser representadas da seguinte forma:



### 3.4 ELETRODEPOSIÇÃO DE LIGAS METÁLICAS

A eletrodeposição de ligas metálicas constitui um processo muito atrativo, pois, na maioria das vezes, esses materiais apresentam propriedades melhores para uma dada aplicação do que os metais puros que as compõem. Por exemplo, uma melhora nas propriedades mecânicas (dureza, força, alta estabilidade térmica) e uma maior resistência à corrosão e etc. O processo de eletrodeposição ocorre sobre uma superfície de um substrato, depositada de maneira que se formam filme/camadas de metais puros ou ligas, sendo um procedimento tecnológico comum, mas considerado significativamente importante. As aplicações destes filmes de revestimentos são amplas, por exemplo, proteção contra corrosão, endurecimento de superfícies, filtros ópticos, dispositivos microeletrônicos, etc (SPADA, 2007).

De acordo com SANTANA (2010) a composição de uma liga eletrodepositada é função de um grande número de variáveis, tais como: concentração dos metais no banho, agentes complexantes, pH da solução, densidade de corrente, temperatura e agitação da solução.

O processo de eletrodeposição de ligas pode ser classificado como: codeposição normal, anômala e induzida.



### 3.4.1 CODEPOSIÇÃO NORMAL

A codeposição normal é caracterizada pelo fato das proporções dos metais na liga ocorrerem de acordo com potenciais padrões de redução dos íons metálicos na solução, assim, a preferência de depósito é do metal mais nobre na solução. Outra característica desta técnica é a possibilidade um controle do metal na liga, já que, o aumento da concentração do metal no banho promoverá, conseqüentemente, um aumento do teor do mesmo na liga. Esse tipo de codeposição ocorre geralmente para íons metálicos não complexados com potenciais de redução distantes (OLIVEIRA, 2008).

### 3.4.2 CODEPOSIÇÃO ANÔMALA

Segundo ESTEVES (2009) esse tipo de deposição ocorre mais frequentemente em processos envolvendo metais do grupo do Fe, é caracterizado pelo fato de o metal menos nobre acabar sendo depositado preferencialmente ao metal mais nobre quando os dois estão em uma mesma solução. A liga NiFe é um dos principais modelos que representam este tipo de deposição, em pesquisas iniciais realizadas pelos pesquisadores Dahms e Croll, isso ocorria devido a elevação do pH promover a formação de hidróxidos dos elementos menos nobres sobre a superfície do eletrodo, bloqueando a redução do metal mais nobre. Outros autores sugerem que uma espécie do tipo  $(MOH)_n$  é produzida durante o processo de transferência de carga do eletrodo para o íon, e que em um determinado pH essas espécies assumem uma ordem de formação preferencial de eletrodeposição:



Esse modelo pode explicar o fato de algumas vezes as correntes parciais destes metais na forma de ligas é maior quando comparado com sua deposição realizada de forma individualmente.

### 3.4.3 CODEPOSIÇÃO INDUZIDA

O interesse por esse tipo de técnica surgiu com estudo de alguns metais que não conseguem depositar em soluções aquosas, como no caso do molibdenio (Mo) e tungstenio (W), a deposição ocorria apenas na presença de elementos do grupo do Fe. A primeira teoria foi que elementos como Mo e W formariam intermediários óxidos na superfície do eletrodo e em seguida seriam reduzidos ao metal pelo  $H_2$ . Outros estudos propuseram que a formação de intermediário teria como responsável a presença dos íons do grupo do ferro, onde esses íons assumiriam o papel de catalizadores, através da formação de um intermediário misto que adsorve na superfície do substrato e em seguida é reduzido (ESTEVES, 2009).

### 3.5 ELETRODEPOSIÇÃO DA LIGA NiFe

A eletrodeposição de ligas a partir de metais do grupo 8 (Ni, Co e Fe), é um dos principais exemplos de codeposição anômala, devido suas propriedades magnéticas, estabilidade e resistência a corrosão tornou-se um material de grande aplicação no campo tecnológico (SANTANA et. al 2012).

O banho eletrolítico de Ni (banho do tipo Watts) é um dos mais empregados na indústria de galvanização, isto se as propriedades físicas e químicas concebidas ao revestimento pelo metal Ni ter mostrado grande eficiência como sendo um material protetor. A camada formada por este tipo de revestimento apresenta uma dureza significativa, assim como, um grau de resistência a ataques químicos alto, ganhando espaço na indústria com aplicações diversas, onde uma das suas principais aplicações é voltada para materiais decorativos, devido ser brilhante. O eletrólito de Ni tem basicamente em sua composição os sais sulfato de níquel, cloreto de níquel e ácido bórico, caso a necessidade seja um revestimento mais brilhante faz-se o uso de abrilhantadores, geralmente constituídos de substâncias orgânicas. O uso do Ni em forma de liga também é bastante explorado na indústria,

como a eletrônica na qual é utilizado como matéria prima para produção de memórias de computadores e gravação/armazenamento de dados (SANTOS, 2011).

As propriedades da liga NiFe deu a este material, condições para uma possível aplicação na fabricação de memórias ferromagnéticas, em forma de uma fina camada da liga eletrodepositada. Dentre os inúmeros fatores que leva a substituição de um revestimento de metal puro por uma de suas ligas, o fator econômico ainda é um dos principais motivos para a utilização de revestimento desta forma, que são, muitas das vezes, bem mais baratos que um revestimento com um metal puro (BIALLOZOR e LEIDER, 1984).

De acordo com SANTOS (2007) o preparo do banho eletrolítico, para a composição da liga NiFe, é de grande importância. A composição e propriedades das ligas eletrodepositadas estão diretamente ligadas com a composição do banho e as condições de depósito.

A preparação da liga NiFe por métodos físicos ou metalúrgicos apresenta a vantagem de um bom controle de composição, mas com um alto custo de produção. Portanto, devido aos baixos custos de fabricação, grande pureza dos depósitos, e uma grande variedade das formas de peça, a técnica de eletrodeposição foi muitas vezes favorecido para preparar muitos sistemas (ROUSSE, FRICOTEAUX 2011).

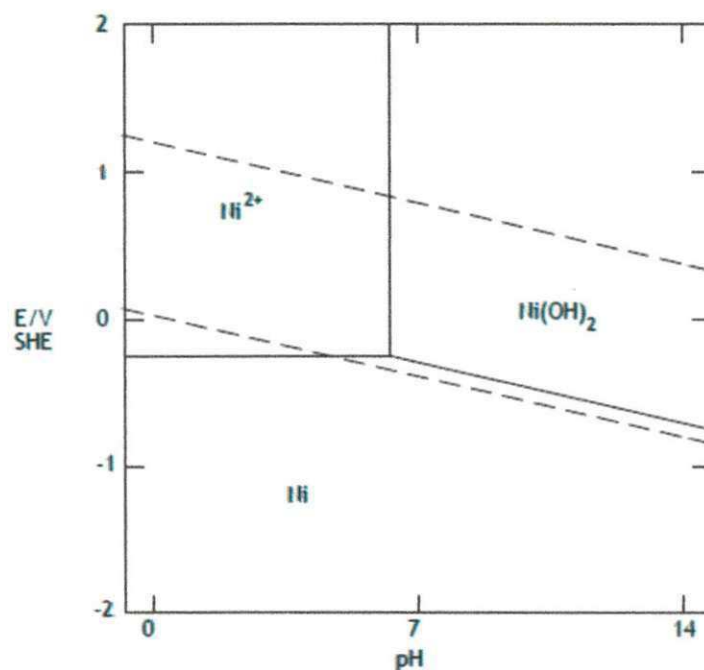
### 3.5.1 FATORES QUE INFLUÊNCIAM A DEPOSIÇÃO DA LIGA NiFe

O níquel possui deposição satisfatória entre um pH 3 a 5, em pH muito baixo há uma certa dificuldade em seu depósito devido a evolução do hidrogênio. Assim como o Ni, o Fe também sofre influencia com o pH da solução, SANTANA observou que teor deste metal no revestimento pode ser aumentado diminuindo-se o pH da solução contendo seus íons (SANTANA et. al. 2012).

É importante ressaltar certa dificuldade no depósito de níquel em valores de pH elevados, ao utilizar um pH acima de 5 é possível que aja uma redução do íons  $H^+$  no catodo, induzindo assim o pH no domínio do  $Ni(OH)_2$ , surgindo a possibilidade de incorporá-lo no depósito. Em casos de pH muito baixo, menor que 3, há a

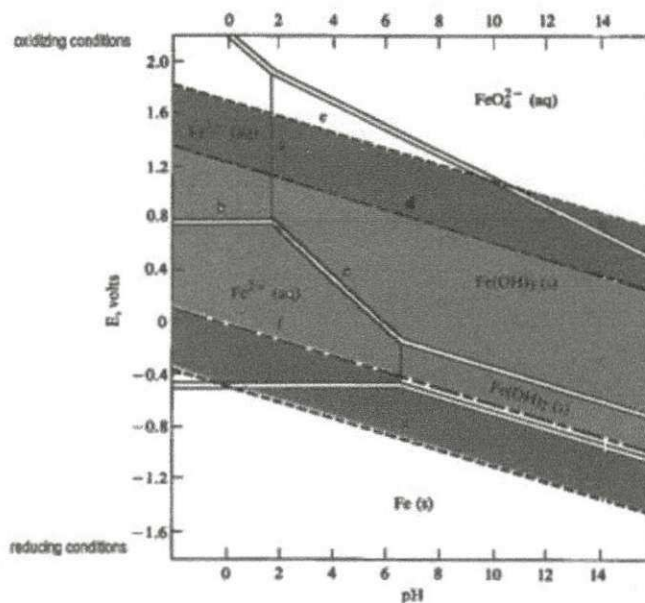
possibilidade de uma evolução do hidrogênio no substrato reduzindo a deposição dos íons metálicos, uma vez que sua concentração na superfície do substrato aumenta, diminuindo a interação dos íons metálicos com substrato. Através do diagrama de Pourbaix é possível visualizar algumas informações como estas (CECCONELLO 2006).

**Figura 3 – Diagrama de Pourbaix do Ni.**



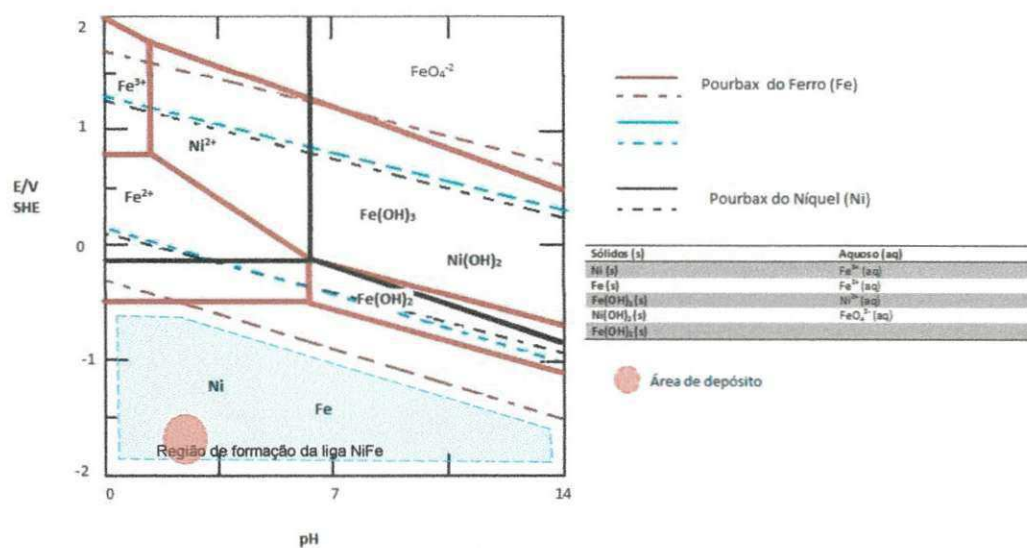
Fonte: Ceconello 2006

Figura 4 – Diagrama Pourbaix do Fe.



Fonte: <http://www.wou.edu/las/physci/ch412/pourbaix.htm>

Figura 5 – Intercessão dos diagramas de Pourbaix de Ni e Fe para uma visão melhor da região de depósito de ambos os metais.



Fonte: Próprio autor

Outro fator que pode ser levado em conta é a densidade de corrente, segundo SANTOS (2007), as características morfológicas e estruturais do revestimento podem variar de acordo com a densidade de corrente, o níquel possui uma maior deposição em densidade de corrente abaixo de  $15\text{mA}/\text{cm}^2$ . SANTOS (2007) observou, ainda, que as quantidades de ferro e níquel apresentavam certa estabilidade após a densidade de corrente  $15\text{mA}/\text{cm}^2$ , o que independente do potencial aplicado as porcentagens de deposição dos dois elementos seriam basicamente as mesmas.

A temperatura também apresenta um papel significativo na obtenção de um revestimento de boa aparência, com o aumento da temperatura há uma diminuição na sobretensão e tanto a velocidade de formação de núcleos quanto às de crescimento de cristais são favorecidas. Entretanto a qualidade de depósitos com temperatura acima de  $40^\circ\text{C}$  tendem a apresentar uma baixa qualidade, havendo queimaduras nas extremidades a  $60^\circ\text{C}$  e totalmente escuro a  $80^\circ\text{C}$ . Usualmente é sugerida uma faixa de temperatura de  $55 - 65^\circ\text{C}$  (CECCONELLO 2006).

Segundo LUDWIG (2013), a constante agitação da solução trabalhada, favorece a manutenção do pH na interface do eletrodo, assim como a difusão dos íons.

## 4 METODOLOGIA

### 4.1 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

#### 4.1.1 PREPARO DOS ELETRÓLITOS

Todas as análises e preparação dos materiais trabalhados foram realizadas no Laboratório de Eletroquímica e Corrosão (LEC), da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG) CES – Cuité.

As soluções utilizadas no processo de eletrodeposição foram preparadas com sais dos metais desejados, que foram: sulfato de níquel hexahidratado ( $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), como fonte de níquel, cloreto de níquel hexahidratado ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), como fonte de níquel, sulfato ferroso heptahidratado ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), como fonte de ferro e ácido bórico como tamponante. As soluções foram todas preparadas com água deionizada. Para uma análise mais detalhada os valores de concentrações propostas na composição de cada banho eletrolítico foram distribuídos nas Tabelas 1: banho eletrolítico de Watts, Tabela 2: banho eletrolítico com 20% de substituição de sal de Ni por sal de Fe e Tabela 3: banho eletrolítico com 30% de substituição de sal de Ni por sal de Fe.

Os banhos preparados com as tabelas descritas, foram trabalhados em pHs de: 4,1 para o banho da Tabela 1, 2,5 para o banho da Tabela 2 e 2,4 para o banho da Tabela 3.

Tabela 1 Composição da solução eletrolítica para o eletrólito de Watts (Ni)

Reagentes	Concentração $\text{g.L}^{-1}$	Concentração $\text{mol.L}^{-1}$	Função
$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	28,0	0,1064 M	Fonte de Ni
$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	9,0	0,03983M	Fonte de Ni
$\text{H}_3\text{BO}_3$	4,5	0,08818M	Tamponante

Fonte: SANTOS 2007

**Tabela 2** Composição da solução eletrolítica para o eletrólito da liga NiFe(10). Substituição de 20% do sulfato de níquel por sulfato ferroso.

Reagentes	Concentração g/ L <sup>-1</sup>	Concentração mol.L <sup>-1</sup>	Função
NiSO <sub>4</sub> 6H <sub>2</sub> O	22,40	0,08514 M	Fonte de Ni
FeSO <sub>4</sub> 7H <sub>2</sub> O	5,49	0,01953M	Fonte de Fe
NiCl <sub>2</sub> 6H <sub>2</sub> O	9,0	0,03983M	Fonte de Ni
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	4,5	0,08818M	Tamponante

Fonte: próprio autor

**Tabela 3** Composição da solução eletrolítica para o eletrólito da liga NiFe(25). Substituição de 30% do sulfato de níquel por sulfato ferroso.

Reagentes	Concentração g/ L <sup>-1</sup>	Concentração mol.L <sup>-1</sup>	Função
NiSO <sub>4</sub> 6H <sub>2</sub> O	19,6	0,07450M	Fonte de Ni
FeSO <sub>4</sub> 7H <sub>2</sub> O	8,29	0,02949M	Fonte de Fe
NiCl <sub>2</sub> 6H <sub>2</sub> O	9,0	0,03983M	Fonte de Ni
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	4,5	0,08818M	Tamponante

Fonte: próprio autor

Dessa forma foram propostas concentrações para os sais no eletrólito de Watts e por meio da substituição de uma porcentagem deste sal de Ni pelo sal ferroso, foram montados outros dois banhos.

## 4.2 PARÂMETROS OPERACIONAIS

Os parâmetros adotados foram mantidos durante todo o processo de deposição. Foram ajustados da seguinte forma: a temperatura trabalhada foi de 60°C para todas as soluções, estando dentro da faixa sugerida por CECCONELLO (2007), que seria entre 55 – 65°C, para o controle desta temperatura foi utilizado um termostato de modelo Minipa MDM – 80. A densidade de corrente utilizada em todos



os processos de depósito foi de  $73,33 \text{ mA/cm}^2$ , para o controle da densidade utilizou-se um potenciostato Minipa MPL – 1303M. Foi utilizado um eletrodo rotativo EG&G PARC 616, que manteve o eletrólito sob agitação constante com 60 rpm para todos os depósitos. O pH das soluções foram mantidos em 4,1 para solução de Watts, em 2,5 para a solução com 20% de substituição e em 2,4 para a solução com 30% de substituição.

### **4.3 PREPARAÇÃO DO SUBSTRATO (ELETRODO DE TRABALHO)**

#### **4.3.1 PROCESSO DE LIMPEZA PARA O SUBSTRATO DE COBRE**

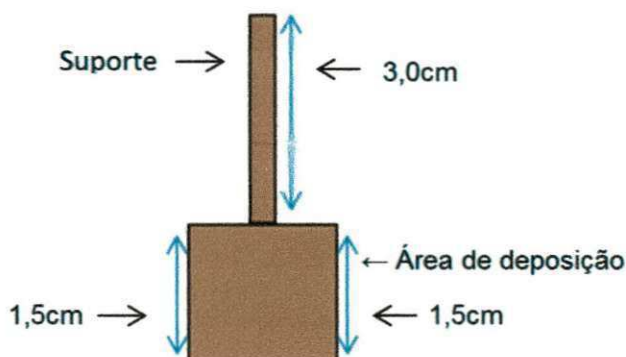
Foi trabalhado utilizando-se um substrato (eletrodo de trabalho) de cobre de  $1,5 \text{ cm} \times 1,5 \text{ cm}$ , sendo a área total do substrato de  $4,5 \text{ cm}^2$ , com uma haste na parte superior. No preparo do substrato para o processo de deposição foram feitos tratamentos mecânicos e químicos. O tratamento mecânico empregado constituiu-se do preparo das placas (substratos) a partir de folhas de cobre, foram cortadas placas quadradas com  $1,5 \text{ cm}$  de largura e  $1,5 \text{ cm}$  de altura, com um “cabo” na extremidade superior. O segundo passo do tratamento mecânico foi o tratamento da superfície de depósito dos metais, para isso foi feito o polimento simples com lixas em granulação crescente de 400, 600 e 1200 Mesh.

#### **4.3.2 TRATAMENTO QUÍMICO PARA O SUBSTRATO DE COBRE**

O tratamento químico empregado foi constituído de uma imersão do substrato em uma solução de NaOH 10% m/v seguido de uma imersão em uma solução de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1% v/v, esse tratamento tem como objetivo eliminar contaminantes na superfície do substrato, minimizando assim interferências no produto da eletrodeposição.

A Figura 6 mostra a estrutura do eletrodo de trabalho utilizado para todos os depósitos.

**Figura 6** – Eletrodo de trabalho (substrato de cobre)

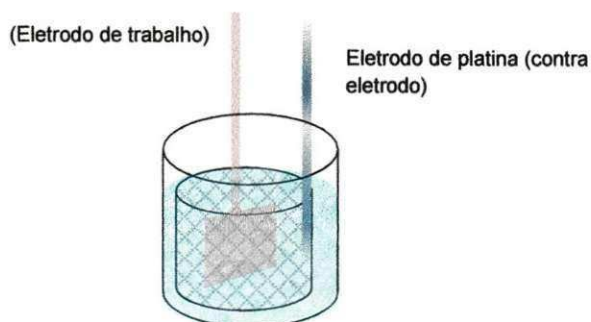


#### 4.4 SISTEMA DE ELETRODEPOSIÇÃO

O processo de eletrodeposição ocorreu sob controle de um galvanostato, com eletrodo rotatório (cátodo), em um béquer de 100 mL. Foi utilizado como eletrodo auxiliar (ânodo) uma malha de platina de forma cilíndrica de forma a possibilitar a rotação do substrato no seu interior.

A Figura 7 representa um desenho esquemático do sistema eletrolítico de deposição (destacando o eletrodo de trabalho e o contra – eletrodo). Para o processo de eletrodeposição foi utilizada uma célula eletroquímica com dois eletrodos, estabelecendo uma placa de cobre como cátodo, onde foi depositado o revestimento, e um eletrodo de platina para o transporte de carga durante o processo.

**Figura 7** – Eletrodos de trabalho e contra eletrodo (eletrodo de platina).

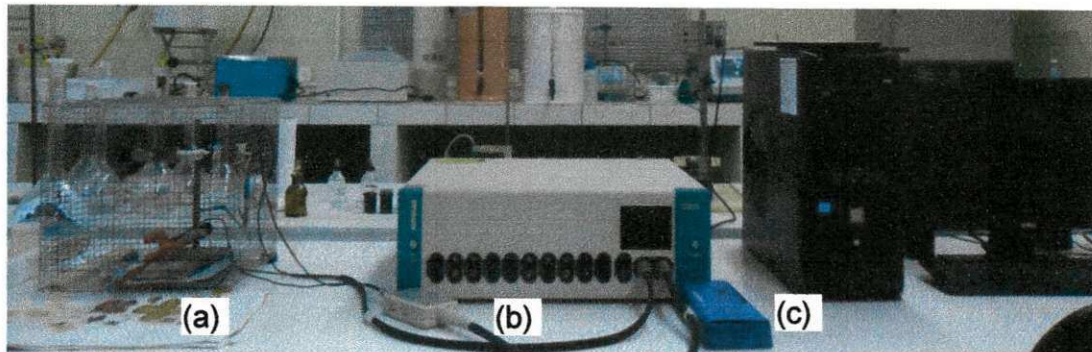


Fonte: próprio autor

#### 4.5 ESTUDO DE CORROSÃO

Os estudos de resistência à corrosão foram feitos por curvas de Polarização Potenciodinâmica Linear (PPL) e por Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE). Utilizando-se um postentostato/galvanostato AUTOLAB PG STATE 30<sup>®</sup>. As curvas de PLP foram obtidas com uma taxa de varredura de  $1 \text{ mV.s}^{-1}$  e os de EIE foram obtidos numa faixa de frequência de 10Khz a 4mHz distribuídos logaritmicamente em cinquenta pontos, com amplitude de 5mV. Para processamento dos dados foi utilizado um computador com os software GPES e FRA. As curvas de PPL foram geradas pela software GPES, já as curvas da EIE foram obtidas por meio do software FRA. Os ensaio foram realizados em meio solução de cloreto de sódio (NaCl 0,1 M), utilizando um célula eletroquímica composta por três eletrodos: o eletrodo de cobre com o depósito, um contra eletrodo de platina e um eletrodo de referência de calomelano saturado (ECS).

**Figura 8** – Diagrama esquemático do sistema experimental utilizado.



Fonte: próprio autor

- (a) Célula eletroquímica.
- (b) Potenciostato/galvanostato.
- (c) Microcomputador com o sistema AUTOLAB (GPES-4 E FRA)

#### **4.6 CARACTERIZAÇÕES FÍSICA E QUÍMICA DOS REVESTIMENTOS**

A caracterização física foi realizada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) para a análise morfológica da liga e EDS para análise qualitativa e quantitativa. As micrografias de MEV foram obtidas usando um microscópio TESCAN (modelo VEGA 3). As análises de EDS foram obtidas usando um espectrômetro digital X – act da OXFORD. As análises foram realizadas no Laboratório Multidisciplinar de Materiais e estruturas Ativas (LAMMEA) da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG) em Campina Grande – PB.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 MORFOLOGIAS SUPERFICIAIS DO REVESTIMENTO

Foram preparados três banhos eletrolíticos, já descritos neste trabalho. Com base no banho de níquel ou banho de Watts, foram estipuladas as concentrações para os banhos eletrolíticos das ligas desejadas. Para a primeira liga foi substituído 20% do sal de níquel ( $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) pelo sal ferroso ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) na composição do banho, caracterizando a liga NiFe(10). Para a segunda liga foi adotado mesmo procedimento, mas para uma porcentagem de 30% de substituição, caracterizando a liga NiFe(25). Dessa forma promovendo uma maior concentração de Ni no eletrólito.

A eletrodeposição do revestimento sobre o substrato pode ser observada na Figura 9, com a formação de uma camada semibrilhante, uniforme e aparentemente sem falhas superficiais. O revestimento apresentou uma cobertura total da área do substrato, com aspecto mais brilhante em suas extremidades.

**Figura 9** – Imagens superficiais do substrato (a) antes do depósito (b) depois do depósito.



Fonte: próprio autor

Embora todos os revestimentos tenham mostrado uma deposição significativa com aspecto semibrilhante, os substratos revestidos com a liga NiFe(10) apresentou superfícies mais limpas e brilhantes que os outros. Isso pode ser explicado devido a maior concentração de níquel nesta liga.

As condições dos depósitos, já descritas na metodologia, onde foi mantida uma corrente de 73,33 mA/cm<sup>2</sup> constante, com uma carga de 103,95C e a temperatura se manteve a 60°C com agitação em forma de rotação constante em 60 rpm.

A formação das ligas com a presença dos metais Ni e Fe foi comprovada pela análise de EDS. Para melhor análise, os valores foram distribuídos na Tabela 4, observando a composição em massa (wt.%).

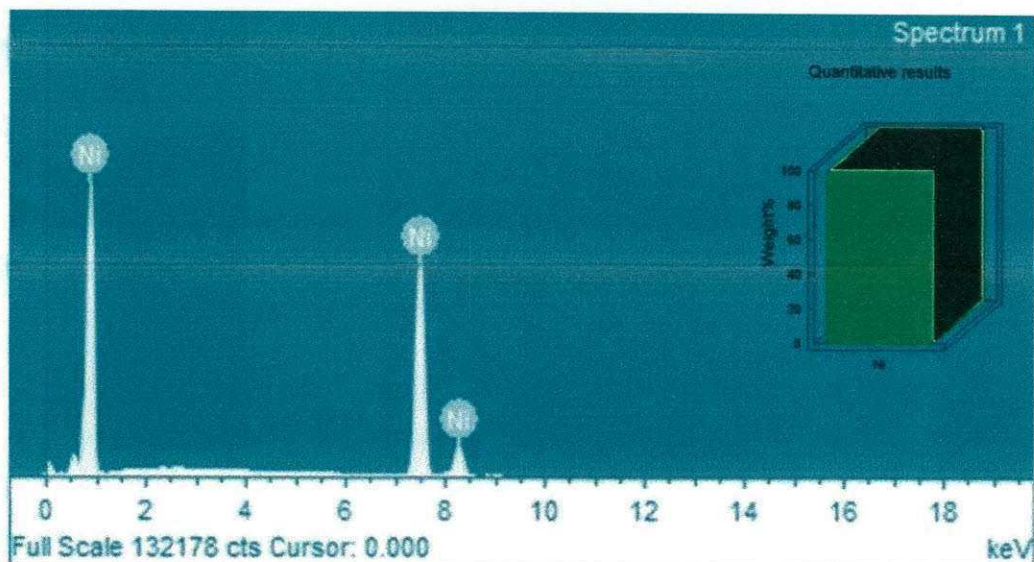
**Tabela 4** Valores de composição das ligas NiFe(10), NiFe(25) e Watts

Liga	Composição de Ni (wt.%)	Composição de Fe (wt.%)	Representação
<b>WATTS</b>	100	—	Ni
<b>NiFe(10)</b>	89,11	10,89	Ni <sub>90</sub> Fe <sub>10</sub>
<b>NiFe(25)</b>	75,41	24,59	Ni <sub>75</sub> Fe <sub>25</sub>

Fonte: próprio autor

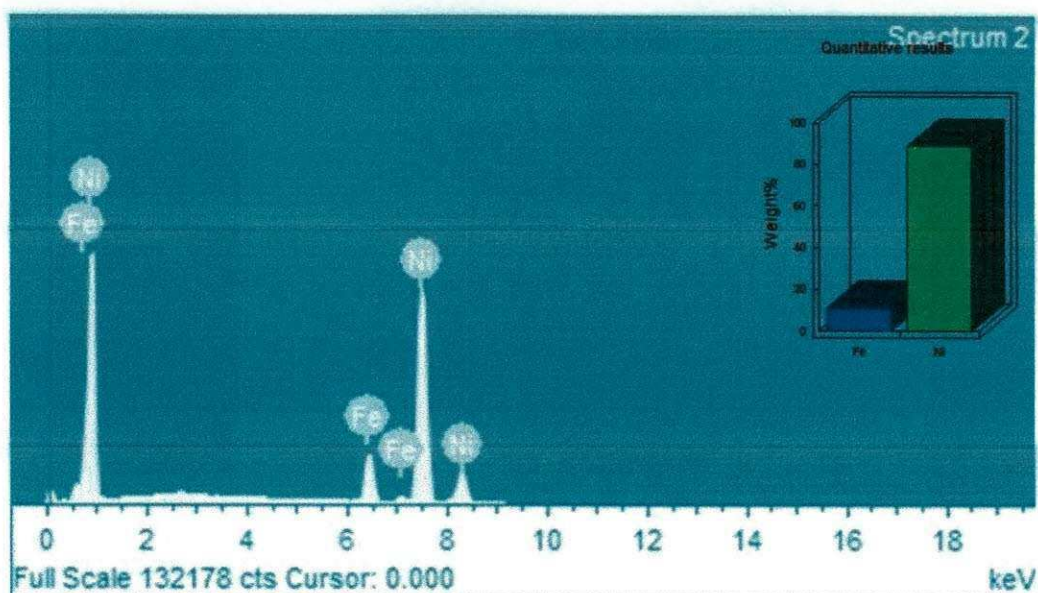
As Figuras 10, 11 e 12 mostram os espectros de EDS/EDX obtidos por meio do Espectrômetro OXFORD X – act, mostrando ocorrência dos átomos nos eletrodepósitos e seus percentuais de ocorrência de acordo com a Tabela 4. A partir destes espectros podemos observar picos referentes somente a Fe e Ni, confirmando os metais presentes nos eletrólitos.

Figura 10 – Espectro de EDS/EDX do eletrodeósito de Ni (Watts).



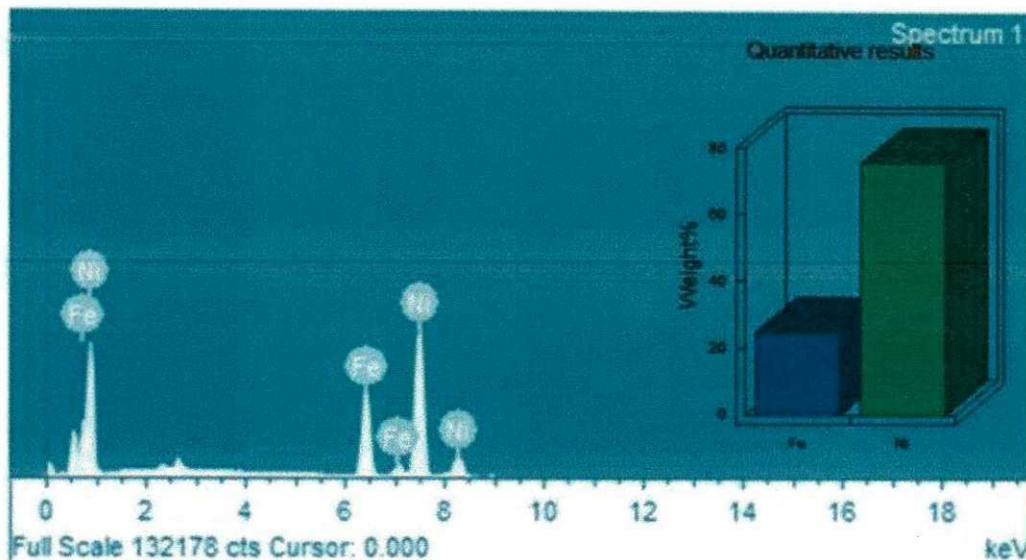
Fonte: próprio autor

Figura 11 – Espectro de EDS/EDX do eletrodeósito de NiFe(10).



Fonte: próprio autor

Figura 12 – Espectro de EDS/EDX do eletrodepósito de NiFe(25).



Fonte: próprio autor

As Figuras 13, 14 e 15 apresentam a análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) dos revestimentos obtidos com aproximação de 2.500x. Foram feitas imagens possibilitando uma visão estrutural superficial do revestimento. A Figura 13 mostra a morfologia superficial do eletrodepósito de Ni (Watts), não apresentando trincas, ou defeitos visuais. Sua estrutura mostra uma formação granular, os grãos demonstravam uma distribuição uniforme e com tamanhos relativamente parecidos. A morfologia do eletrodepósito NiFe(10), mostrada na Figura 14, apresentou a formação de uma superfície isenta de trincas ou rachaduras, com formação de grãos maiores, se comparados ao do depósito de Watts, apresentando também a presença de grãos menores, distribuídos sem nem um tipo de orientação aparente. A Figura 15 mostra as imagens morfológicas do eletrodepósito NiFe(25), também com uma formação granular em sua superfície, não observando nem um tipo de rachadura ou trincas até a aproximação utilizada. Entretanto sua estrutura de grãos maiores ocasionaram formação de picos mais elevados e áreas com diferentes alturas em sua superfície.

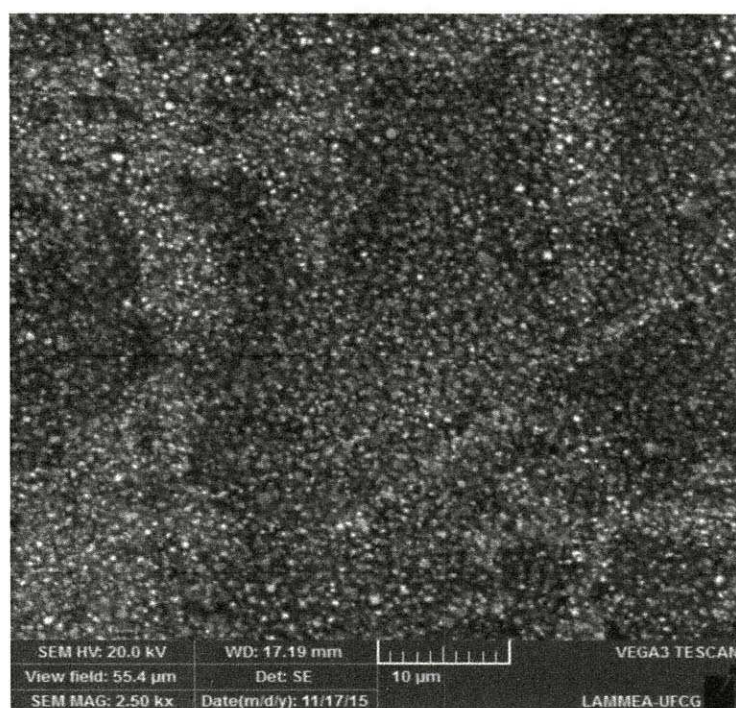
De acordo com ROUSSE e FRICOTEAUX, as ocorrências de grãos maiores possam está relacionada com a diminuição do teor de Ni no depósito, e consequentemente ao acréscimo do metal Fe no mesmo.



Segundo CECCONELLO, uma possível explicação para formação de grãos com baixa orientação, mas com boa cobertura do substrato, seria devido à densidade de corrente utilizada ser um pouco alta.

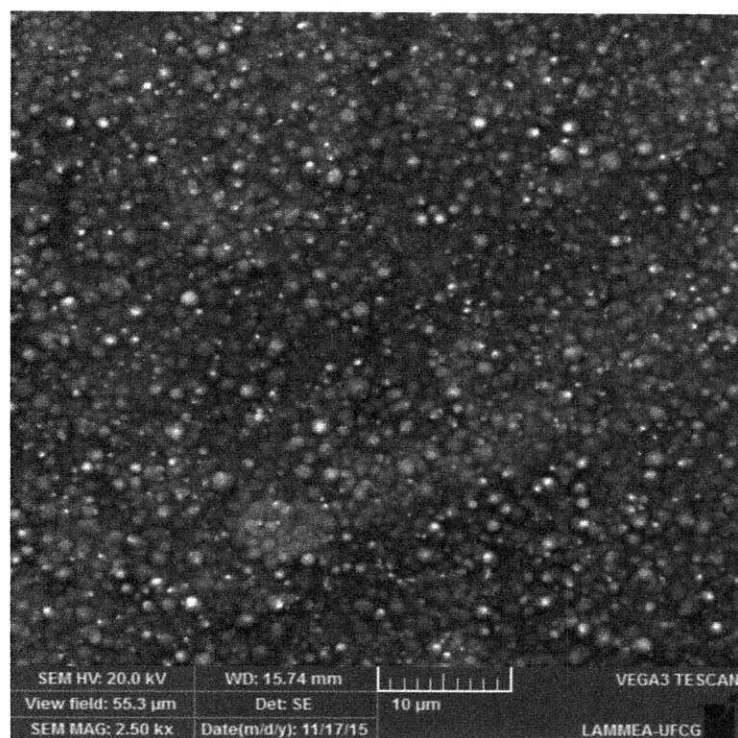
A granulação irregular com grãos de tamanhos diferentes pode induzir a formação de regiões de diferentes potenciais, e assim, facilitar o processo de corrosão do material.

**Figura 13** – Morfologia superficial do eletrodeposição de Watts com aproximação de 2500x.



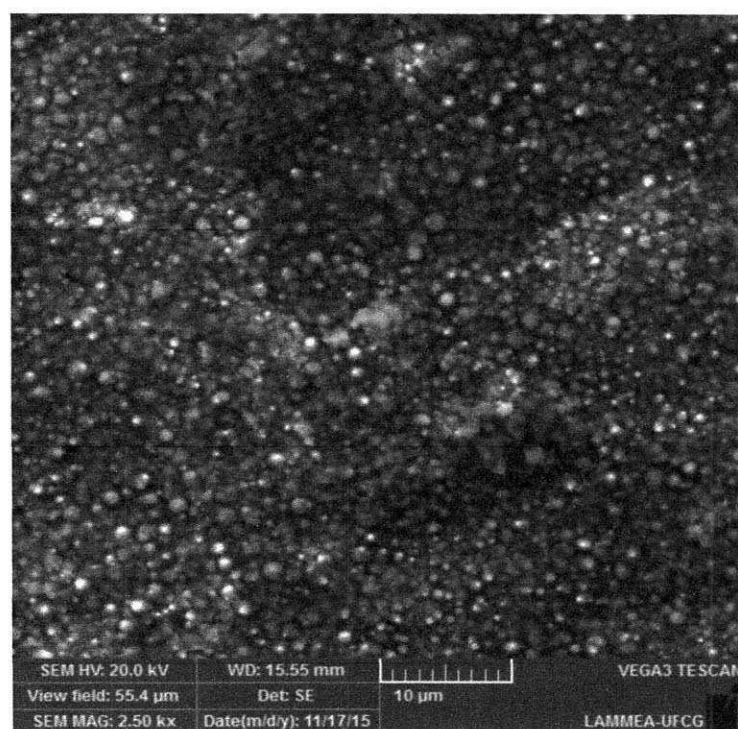
Fonte: próprio autor

**Figura 14** – Morfologia superficial do eletrodeposição de NiFe(10) com aproximação de 2500x.



Fonte: próprio autor

**Figura 15** – Morfologia superficial do eletrodeposição de NiFe(25) com aproximação de 2500x



Fonte: próprio autor

## 5.2 ESTUDO DAS MEDIDAS DE CORROSÃO NOS REVESTIMENTOS NiFe

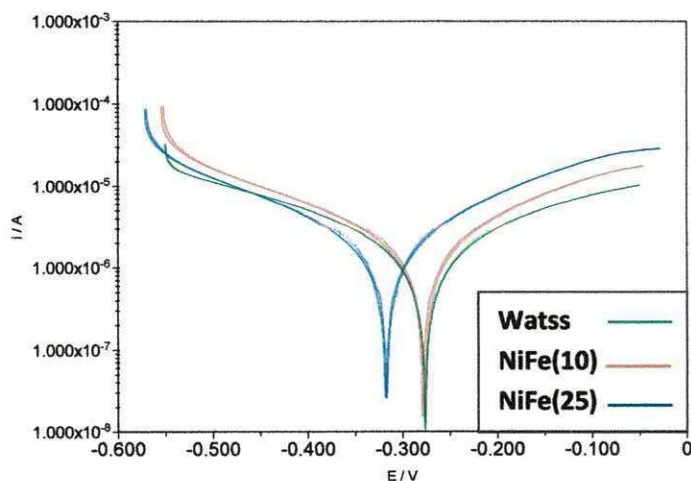
As curvas de polarização para as ligas Ni(Watts), NiFe(10) e NiFe(25) são mostradas na Figura 16. Observa-se que o valor de  $E_{Corr}$  da liga NiFe(10) se aproxima do valor do revestimento de Watts, porém o seu valor de  $R_p$  está próximo ao valor de  $R_p$  da liga NiFe(25).

É possível observar também uma concordância com trabalho de HENRIQUES (2009), com densidade de corrente elevada o depósito apresentou características semelhantes nas curvas de PPL.

Foi possível observar também, um deslocamento no potencial de corrosão para valores mais negativos, de acordo com a diminuição do teor de Ni no eletrodepósito.

É possível fazer comparação entre as curvas de polarização das ligas em relação à curva do revestimento apenas com metal níquel (Watts). Com adição de 10,89 wt% de teor de Fe na liga NiFe(10) variou de -0,276V para Ni(Watts) e -0,278V para NiFe(10) em seu valor de potencial de corrosão. Para resistência de polarização houve uma pequena redução passando de  $2,642 \times 10^4 \Omega$  do Ni(Watts) para  $2,028 \times 10^4 \Omega$ , esta redução de resistência está associada a presença de Fe na liga que é menos resistente a corrosão que o Ni.

**Figura 16** – Curvas de polarização entre os revestimento NiFe(10), NiFe(25) e Watts.



Fonte: próprio autor

Pela técnica de polarização potenciodinâmica linear (PPL) foi possível determinar valores de resistência à polarização  $R_p$ , potenciais de corrosão ( $E_{corr}$ ) e corrente de corrosão de um sistema eletroquímico ( $I_{corr}$ ), observados na Tabela 5.

**Tabela 5** Valores de  $E_{corr}$ ,  $I_{corr}$  e  $R_p$  obtidos pela técnica de Polarização potenciodinâmica linear.

Revestimento	$E_{corr}/V$	$R_p/\Omega$	$I_{corr}/A/cm^2$
<b>WATSS</b>	-0,276	$2,642 \times 10^4$	$3,539 \times 10^{-8}$
<b>NiFe(10)</b>	-0,278	$2,028 \times 10^4$	$3,599 \times 10^{-6}$
<b>NiFe(25)</b>	-0,317	$1,98 \times 10^4$	$2,589 \times 10^{-7}$

Fonte: próprio autor

### 5.3 ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA

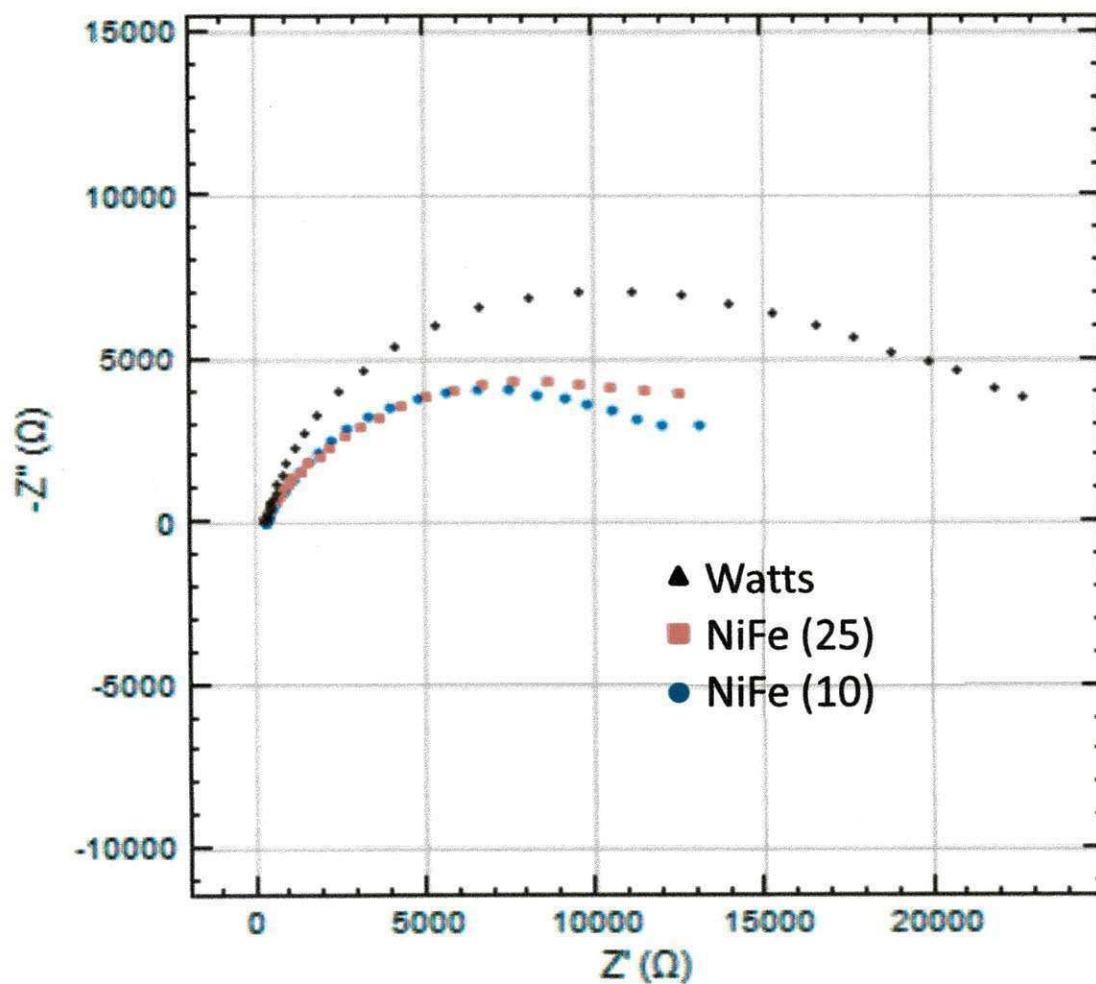
O diagrama de impedância eletroquímica na Figura 17, mostra que os arcos formados pelas liga NiFe(10) e NiFe(25) ocorreram com valores semelhantes, enquanto o eletrodepósito de Ni(Watts) significativamente superior. É possível

observar a ocorrência de um ponto que poderia ocasionar a possibilidade de mais de um arco.

De acordo com HENRIQUES (2009), a formação de um primeiro arco é associado a uma possível ocorrência de formação de filme de passivação, sucedido de uma ruptura desse filme caracterizando um segundo arco.

É possível observar certa discrepância com os valores obtidos na PPL, assim, uma necessidade de um possível estudo sobre esse tipo de comportamento nas condições trabalhadas.

Figura 17 – Diagrama de Impedância eletroquímica



## 6 CONCLUSÃO

Nas condições trabalhadas foi possível obter a liga NiFe(10) no qual os valores reais foram 89,11 wt% de Ni e 10,89 wt% de Fe. Enquanto a liga NiFe(25) para os valores 75,41 wt% de Ni e 24,59 wt% de Fe.

As imagens de MEV mostraram os três revestimentos com morfologia granular, uma estrutura de grãos menores foi observada no eletrodepósito de Ni(Watts) com distribuição uniforme, mostrou também um aumento no tamanho dos grãos formados na superfície, com a presença de Fe no eletrodepósito, na liga NiFe(10), com deposição aparentemente uniforme, a imagem da liga NiFe(25) também apresentou uma estrutura de grãos desordenada com formação de áreas de alturas diferentes. Todos os depósitos tiveram uma cobertura total do substrato e não apresentando defeitos aparentes.

A presença de Fe nas duas ligas contribuiu para valores mais negativos nos testes de corrosão. A liga NiFe(10) apresentou valores superiores ao da liga NiFe(25), onde ocorreu um deslocamento para valores mais negativos da liga com 10,89 wt% para a liga com 24,59 w% de Fe respectivamente. Os diagramas de impedância mostraram uma discrepância com os valores obtidos na PPL, com comportamentos semelhantes para as duas ligas contendo Fe.

Para um estudo posterior pode ser analisado a influência da agitação e o pH no controle da qualidade do revestimento, obtido em temperaturas elevadas.

## 7 REFERÊNCIAS

BIALLOZOR, S. e M. LIEDER., "Study of the electrodeposition process on Ni-Fe alloys from chloride electrolytes: I." SURFACE TECHNOLOGY 21.1 (1984): 1-10.

CECCONELLO, E. L. S., **Morfologia e Porosidade de Níquel Eletrodepositado em Cobre**, DISSERTAÇÃO DE MESTRADO, UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS (UFMG), BELO HORIZONTE 2006.

ESTEVES M. C., **Eletrodeposição de filmes finos e materiais nanoestruturados das ligas magnéticas cobalto - níquel - molibdênio**, TESE DE DOUTORADO, UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO (USP), SÃO PAULO 2009.

FARIAS, J. O. G., "**Relatório Técnico 64**", MINISTÉRIO DE MINAS E ENERGIA – MME, 2009.

GENTIL, V., **Corrosão**. LTC – LIVROS TÉCNICOS E CIENTÍFICOS EDITORA: RIO DE JANEIRO, 2007.

HENRIQUES, I. P. S. A, CUNHA, R. S., e SILVA, G. P., "**Resistência À Corrosão De Eletrodepósitos Ni-Fe Obtidos A Partir De Eletrólitos De Watts Modificados.**" XX CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA, FLORIANÓPOLIS – SC 2014.

LUDWIG, G. A., **Revestimentos de óxido do tipo espinélio à base de Ni-Fe como tratamento superficial do aço inoxidável férreo para aplicação em interconectores de células a combustível do tipo ITSOFC**. UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRS), PORTO ALEGRE – RS.

NAKAMURA, K. UMETANI, M. e HAYASHI, T., **Eletrodeposição De Ricos Em Ferro Ni-Fe Ligas De Sulfato E Banhos De Cloreto**, SURFACE TECHNOLOGY, 25 (1985) 111 – 119.

OLIVEIRA, E. M., **Desenvolvimento de banhos ácidos na presença de poliacóis para eletrodeposição de liga de Zn-Ni. Caracterização eletroanalítica do processo de deposição e caracterização química, física e morfológica dos**

**filmes Zn-Ni**, TESE DE DOUTORADO, UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS (UFSC), SÃO CARLOS 2008.

RAMANATHAN, L. V., **Corrosão e seu controle**. SÃO PAULO: HEMUS EDITORA LTDA, 1988.

RODRIGUES, A. P. G., **Estudo Comparativo De Características Físicas, Químicas E De Resistência À Corrosão De Ligas Metálicas De Fe-W E Co-W Obtidas Por Eletrodeposição**, MONOGRAFIA, UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE (UFCG), CUITÉ 2011.

ROUSSE, C. FRICOTEAUX, P., **Electrodeposition of thin films and nanowires Ni-Fe alloys**, STUDY OF THEIR MAGNETIC SUSCEPTIBILITY, SPRINGER SCIENCE 2011.

SANTANA, A. I. C., **Estudo Cinético da Eletrodeposição da Liga Ni-Fe em Soluções de Sulfato**, TESE DE DOUTORADO, UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO (UFRJ), RIO DE JANEIRO 2010.

SANTANA, A. I. C. DÍAZ, S. L. BARCIA, O. E. MATTOS, O. R., **Caracterização eletroquímica e morfológica de ligas Ni-Fe obtidas em solução de sulfato**. v. 9, n. 1, jan.-mar. 2012.

SANTOS, T. C., **Ligas magnéticas NiFe e NiFeCo eletrodepositadas, voltadas para aplicações em micro sensores magnéticos tipo fluxGate planar**, DISSERTAÇÃO DE MESTRADO, UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO (USP), RIBEIRÃO PRETO 2007.

SANTOS, W. A. T., **Investigação da citotoxicidade e resistência à corrosão de revestimentos eletrodepositados de cobre, níquel e bronze branco, com e sem camada de ouro, utilizados em aplicações decorativas**, DISSERTAÇÃO DE MESTRADO, UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO (USP), SÃO PAULO 2011.

SPADA, E. R., **Eletrodeposição de redes porosas ordenadas de cobalto e NiFe via Litografia de Nanoesferas**, DISSERTAÇÃO DE MESTRADO, UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA (UFSC), FLORIANÓPOLIS 2007.



ZOUDAN, V. C., **Eletrodeposição de Fe em Si Monocristalino**. DISSERTAÇÃO DE MESTRADO, UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA(UFSC), FLORIANÓPOLIS 2007.