



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE – UFCG
CENTRO DE EDUCAÇÃO E SAÚDE – CES
UNIDADE ACADÊMICA DE BIOLOGIA E QUÍMICA – UABQ
LICENCIATURA EM QUÍMICA

Rodrigo Cavalcanti Rodrigues

**DESENVOLVIMENTO DE UMA CONDIÇÃO PARA
ELETRODEPOSIÇÃO DO ELEMENTO QUÍMICO
NIÓBIO**

CUITÉ-PB

2018

Rodrigo Cavalcanti Rodrigues

**DESENVOLVIMENTO DE UMA CONDIÇÃO PARA
ELETRODEPOSIÇÃO DO ELEMENTO QUÍMICO
NIÓBIO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Coordenação do Curso de Licenciatura em Química
do Centro de Educação e Saúde da Universidade
Federal de Campina Grande, como requisito
obrigatório para obtenção do título de Licenciado em
Química.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Sérgio Gomes da Silva

CUITÉ-PB

2018

R696d

Rodrigues, Rodrigo Cavalcanti.

Desenvolvimento de uma condição para eletrodeposição do elemento químico nióbio / Rodrigo Cavalcanti Rodrigues. - Cuité-PB, 2018.
39 f.

Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciatura em Química) -
Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Educação e Saúde,
2018.

"Orientação: Prof. Dr. Paulo Sérgio Gomes da Silva".
Referências.

1. Nióbio. 2. Eletrodeposição. 3. Watts. 4. Ni-Nb. I. Silva, Paulo Sérgio
Gomes da. II. Título.

CDU 544.654.2(043)

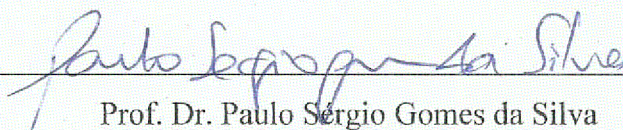
RODRIGO CAVALCANTI RODRIGUES

**DESENVOLVIMENTO DE UMA CONDIÇÃO PARA
ELETRODEPOSIÇÃO DO ELEMENTO QUÍMICO NIÓBIO**

Monografia apresentada ao curso de Licenciatura em Química da Universidade Federal de
Campina Grande, Centro de Educação e Saúde, como forma de obtenção do grau de
licenciado em química.

Aprovado em 04/12/2018

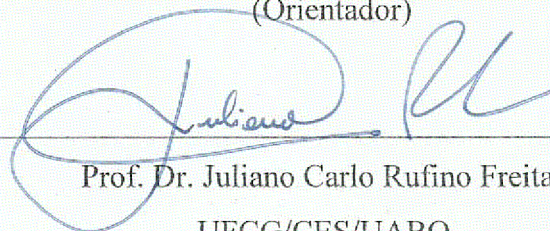
BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. Paulo Sérgio Gomes da Silva

UFCG/CES/UABQ


(Orientador)



Prof. Dr. Juliano Carlo Rufino Freitas

UFCG/CES/UABQ

(Examinador)



Prof. Dr. Gustavo Fabián Velardez

UFCG/CES/UABQ

(Examinador)

Cuité/PB

2018

Dedico esse trabalho primeiramente a Deus, segundo a meus pais Neuma Cavalcanti Rodrigues e Severino Rodrigues de Oliveira Junior e toda minha família e amigos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus pelo folego de vida e disposição para continuar lutando, a minha mãe, Nossa Senhora Aparecida a mãe de Jesus.

Ao meu orientador professor Dr. Paulo Sérgio Gomes da Silva pela orientação, paciência e pelo conhecimento compartilhado.

Aos avaliadores por todas as sugestões que enriqueceram este trabalho e a todos os professores que contribuíram para na minha formação durante todo o curso.

Aos meus pais Neuma Cavalcanti Rodrigues e Severino Rodrigues de Oliveira Junior e meus irmãos Rafaela Cavalcanti Rodrigues e Rennan Cavalcanti Rodrigues agradeço a meus padrinhos Josefa Isa Oriques e Luiz Rodrigues por me acolher aos domingos e aos meus primos por me proporcionar momentos de alegrias e a toda família Cavalcanti e Rodrigues.

Aos professores da UFCG/CES por todo o valioso conhecimento, em especial à orientador Dr. Paulo Sérgio Gomes da Silva e aos professores Dr. Juliano Carlo Rufino Freitas, Dr. José Carlos de Oliveira dos Santos, Dr. Fabio Medeiros e Dr. Ramilton Marinho pelo apreço, incentivo e também pelas oportunidades que foram fundamentais para que esse sonho se realizasse.

Aos meus companheiros e amigos da Residência Universitária João Batista, Rafaele Rodrigues, Ana Maria Araújo, Dimas Garcia que sempre me ajudam nas dificuldades e nos momentos difíceis, principalmente aos meus companheiros do quarto 01, Wellington Barbosa e Franciedson Dantas, Tiago Sousa, em especial ao meu amigo mestrando Nelso Leal Junior que sempre me ajudou nos momentos difíceis.

A todos os meus companheiros do Laboratório Eletroquímica e Corrosão (LEC), muito obrigado por proporcionar momentos de crescimento pessoal e profissional em especial a doutorando Anderson Oliveira que me ajudou nessa reta final do meu curso.

A todos os companheiros do PROPEX e Residência Pedagógica (RP) muito obrigado por proporcionar momentos de crescimento pessoal e profissional.

E por fim agradeço a **UFCG/CES**, por propiciar o meu crescimento acadêmico, ao curso de licenciatura em química e a cada pessoa que me ajudou durante meu crescimento acadêmico.

“A química da vida é a mesma da morte”

Rodrigues Rodrigo

RESSUMO

O Nióbio e suas ligas vêm sendo utilizados em diversas aplicações industriais há muitos anos. Essas aplicações incluem elementos de liga de aços e metais reativos, ânodos para proteção catódica, supercondutores, turbinas de foguetes (LIMA, 2010). O Nióbio tem sido empregado cada vez mais em equipamentos para processos químicos devido à sua excelente resistência à corrosão em uma ampla variedade de meios corrosivos. Além disso, tem sido usado como proteção catódica em tubulações de produção de óleos, pontes e tanques de estocagem. (SOUZA 2011). Pequenas quantidades de nióbio conferem maior resistência a outros metais, especialmente aqueles que estão expostos a baixas temperaturas. Carboneto de nióbio é usado em ferramentas de corte. É usado em ligas de aço inoxidável para reatores nucleares, jatos, mísseis, ferramentas de corte, tubulações, super ímãs e hastes de solda (LIMA, 2010). A eletrodeposição, utilizando Banho de Watts, é um processo que visa o revestimento de uma peça metálica a fim de agregar valor. Embora, a indústria utilize maciçamente este processo, o banho de watts gera vários tipos de resíduos, sendo gerado neste processo metais pesados, que apresentam forte tendência à bioacumulação, e por solventes e ácidos utilizados nas etapas de desengraxe e decapagem (CASAGRANDE et al., 2010). Neste trabalho foi utilizado o método de banho watts modificados 30% do sulfato de níquel por niobato de potássio obtemos um banho de níquel nióbio watts com isso foi obtido uma liga Ni-Nb. Os depósitos sobre cobre têm maior resistência à corrosão por apresentar maiores valores de R_p e EIE, foi observado grãos com distribuição irregular de até $5\mu\text{m}$ para Ni-Nb(Fe) e até $10\mu\text{m}$ Ni-Nb(Cu) com forma cristalina definida, a liga Ni-Nb (Cu) apresentou potencial mais positivo que Ni. As análises de EDS dos eletrodepositos mostram um percentual em torno de 1% de Nb que pode ser atribuída a melhor potencial de corrosão da liga obtida.

Palavras chaves: Nióbio, Eletrodeposição, Watts, Ni-Nb.

ABSTRAC

Niobium and its alloys have been used in many industrial applications for many years. These applications include reactive metal and alloying elements, cathodic protection anodes, superconductors, rocket turbines (LIMA, 2010). Niobium has been used more and more in equipment for chemical processes because of its excellent resistance to corrosion in a wide variety of corrosive media. In addition, it has been used as cathodic protection in production pipes for oils, bridges and storage tanks. (SOUZA 2011). Small amounts of niobium confer greater resistance to other metals, especially those that are exposed to low temperatures. Niobium carbide is used in cutting tools. It is used in stainless steel alloys for nuclear reactors, jets, missiles, cutting tools, pipes, super magnets and solder rods (LIMA, 2010). The electrodeposition, using Watts Bath, is a process that aims at the coating of a metal part in order to add value. Although the industry uses this process massively, the watt bath generates several types of residues, being generated in this process heavy metals, which have a strong tendency to bioaccumulate, and by solvents and acids used in the stages of degreasing and etching (CASAGRANDE et al., 2010). In this work was used the bath method modified watts 30% of the nickel sulfate by potassium niobate we obtained a bath of nickel niobium watts with which a Ni-Nb alloy was obtained. Copper deposits have higher resistance to corrosion due to higher values of R_p and EIE, grains with irregular distribution of up to $5\mu\text{m}$ for Ni-Nb (Fe) and up to $10\mu\text{m}$ Ni-Nb (Cu) with crystalline form Ni-Nb (Cu) alloy showed more positive potential than Ni. The EDS analyzes of the elerodeposites show a percentage around 1% of Nb that can be attributed to the better corrosion potential of the alloy obtained.

Keywords: Niobium, Electrodeposition, Watts, Ni-Nb.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Charles Hatchett (1765 – 1847)	16
Figura 2: Djalma Guimarães	17
Figura 3: Nióbio (Nb)	19
Figura 4: Eletrodo de Trabalho	25
Figura 5: Sistema de eletrodeposição.	26
Figura 6: Diagrama do sistema de equipamentos que serão utilizados.	27
Figura 7: Fotografia digital para os revestimentos Ni e Ni-Nb	29
Figura 8: Micrografia da superfície da liga Ni (Cu) com ampliação.....	30
Figura 9: Micrografia da superfície da liga Ni-Nb (Cu) com ampliação	31
Figura 10: Micrografia da superfície da liga Ni-Nb (Fe) com ampliação	32
Figura 11: EDS dos elerodepositos da liga Ni-Nb (Cu)	32
Figura 12: EDS dos elerodepositos Ni-Nb (Fe)	33
Figura 13. Curvas de PLP, 1A depósitos sobre cobre e 2B depósitos sobre ferro.	34
Figura 14: Curvas de EIE, 3C depósitos sobre cobre e 4D depósitos sobre ferro.....	35

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Reagentes utilizado no banho de watts para 1000 mL	20
Tabela 2: Reagentes utilizado no banho de watts modificado 30%.	24
Tabela 3 : Massas de depósitos reais e teóricas	28
Tabela 4: Condições de preparo dos banhos eletrolíticos e massas de depósitos.....	28
Tabela 5: Análise de composição por EDS em um ponto específico.....	33
Tabela 6: Análise de composição por EDS geral	34

LISTA DE ABREVIATURA

(H₃BO₃)-Ácido Bórico

(A)-Ampére

(CBMM)-Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração

(NiCl₂ (H₂O)₆)-Cloreto de Níquel

(Cu)-Cobre

(cm)-Centímetros

(EIE)-Espectroscopia de Impedância Eletroquímica

(MEV)-Estudo morfológico Microscopia Eletrônica de Varredura

(EDS)-Espectrômetro de Energia Dispersiva

(EC)-Eficiência de corrente

(Fe) Ferro

(FRA)-Frequency Response Analyse

(°C)-Graus célsius

(g)-Gramas

(GPES)-General Prupose Eeletchemical System

(LEC)-Laboratório de Eletroquímica e Corrosão

(L)-Litros

(ml)-Mililitros

(mA)-Miliampére

(M)-Molar

(Ni)-Níquel

(Nb)-Nióbio

(KNbO₃)-Niobato de potássio

(PLP)-Polarização Linear Potenciadinâmica

(pH)-Potencial hidrogeniônico

(Mol)-Quantidade de matéria

(Rp)-Resistência de polarização

(NiSO₄ (H₂O)₆)-Sulfato de Níquel

(UFCEG-CES)-Universidade Federal de Campina Grande campus Cuité

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	13
2. OBJETIVOS	15
2.1. Objetivo geral	15
2.2. Objetivos específicos	15
3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	16
3.1. História do nióbio	16
3.1.1. História do nióbio no Brasil	16
3.2. Nióbio oferta mundial	17
3.3. Obtenção do nióbio	18
3.1.1. Nióbio	19
3.4. Banho de watts	19
3.5. Corrosão	20
3.6. Eletrodeposição	21
3.6.1. Eletrodeposição galvanostática	21
3.7. Ligas metálicas	22
4. MATERIAIS E MÉTODOS	23
4.1. Processos	23
4.1.1. Eficiência da Eletrodeposição	23
4.2. Processos experimentais	23
4.2.1. Modificação do banho de Watts 30%	23
4.3. Parâmetros operacionais	24
4.3.1. Preparo do substrato (eletrodo de trabalho)	24
4.3.2. Tratamento químico para o substrato	25
4.4. Sistema de eletrodeposição	25
4.5. Estudo de corrosão	26

4.6.	Morfologia do eletrodeposito.....	27
4.7.	Caracterizações física e química dos revestimentos	27
5.	RESULTADOS	28
5.1.	Eficiência eletrodeposição	28
5.2.	Morfologia da ligar	29
5.3.	Caracterizações física e química dos revestimentos por MEV	29
5.4.	Análise de composição por EDS	32
6.	CONCLUSÃO	35
7.	REFERÊNCIAS	36

1. INTRODUÇÃO

O elemento químico nióbio, representado pelo símbolo (Nb), pertence ao grupo 5 da tabela periódica. É classificado como metal refratário e apresenta massa específica de 8,57 g/cm³, massa atômica 92,0638 g/mol e ponto de fusão é de 2,468 °C (SILVA, 2001, GRIFFITH E MORRIS, 2003, MARIANO, 2008, SOUZA JR, 2012, SILVA, 2017).

O nióbio é um elemento de ocorrência natural apresentando maleabilidade (capacidade de produzir lâminas e chapas muito finas), ductibilidade (capacidade de se transformar em fios e lâminas), condutibilidade (capacidade de conduzir corrente elétrica e calor) e altamente resistente à corrosão (dificuldade de perda de elétrons entre um elemento ou de um meio) (ROBIN; ROSA; SILVA, 2010). Devido a essas características, este elemento vem sendo utilizado em foguetes e motores a jato, como revestimento em alta fornos de temperatura e em forma de liga em alguns magnetos supercondutores (LIMA, 2010).

Algumas indústrias buscam esse material, com essas propriedades e características para seus produtos, podemos citar entre elas as indústrias metalúrgicas, que atuam no setor de galvanoplastia que utilizam o processo de eletrodeposição, ou seja, que atuam no tratamento superficial de peças, geralmente metálicas, utilizando soluções químicas contendo, entre outros insumos (CASAGRANDE et al., 2010). Essas empresas procuram um metal com essas características para desenvolverem os seus produtos para a comercialização. De acordo com Silva e Souza, (2018) empresas mineração procuram investir em pesquisas para obter formas de tratamento desse material para poder comercializar.

A galvanização, utilizando soluções químicas (Banho de Watts), é um processo que visa o revestimento de uma peça metálica a fim de agregar valor. Embora, a indústria utilize maciçamente este processo, o banho de watts gera vários tipos de resíduos, gerando neste processo resíduos de metais pesados, que apresentam forte tendência à bioacumulação, e por solventes e ácidos utilizados nas etapas de desengraxe e decapagem (CASAGRANDE et al., 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, tipo de substrato, eficiência de corrente e agitação da solução (SANTANA 2010 apud BRENNER).

Substituindo e adequando métodos para a substituição dos metais e adicionando o nióbio nesses banhos podemos obter um produto com um alto poder de comercialização atraindo mercados internacionais.

A eletrodeposição de ligas é um processo de controle complexo devido em parte à estabilidade dos eletrólitos utilizados, além de ser muitas vezes função de uma estreita faixa de condições de operação, fatores esses que interferem na qualidade e composição das camadas obtidas (SANTANA, 2010).

O conhecimento científico tem se revelado essencial para o elemento nióbio, pois os estudos sobre as propriedades do nióbio buscaram sempre suprir as necessidades do mercado e estimulou ao mesmo tempo o desenvolvimento tecnológico (SILVA, 2017).

Frente aos desafios e as dificuldades que têm em trabalhar com elemento nióbio e desenvolver estudos de eletrodeposição da liga níquel nióbio (Ni-Nb), esse trabalho consistiu no desenvolvimento de novas condições para eletrodeposição do elemento químico nióbio.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

O objetivo principal deste trabalho consiste em estudar as condições da eletrodeposição do nióbio visando obter a liga Níquel-Nióbio (Ni-Nb).

2.2. Objetivos específicos

- ✓ Eletrodeposição do Níquel-Nióbio (Ni-Nb).
- ✓ Caracterização eletroquímica por Polarização Linear Potenciodinâmica (PLP) e Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE).
- ✓ Estudo morfológico Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e de composição Espectrômetro de Energia Dispersiva (EDS).
- ✓ Calcular o rendimento da eletrodeposição da liga (Ni-Nb).

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1. História do nióbio

De acordo com Sir John Barrow (1849, p. 189) o descobridor do elemento químico nióbio foi Charles Hatchett (figura 1) o qual nasceu em Long Acre, Londres, em 2 de janeiro de 1765, (HELMENTINE, 2018; apud GRIFFITH E MORRIS, 2003). Charles Hatchett que pesquisava outros metais descobriu este elemento raro que tem características diferentes, onde foi observado que sua obtenção não era tão rara como se pensava, com grandes jazidas pelo mundo principalmente no Brasil.



Figura 1: Charles Hatchett (1765 – 1847)

Fonte: (HELMENSTINE, 2018)

De acordo com Azevedo (2010), o nome nióbio foi dado pelo pesquisador Heinrich Rose, quando em 1844, em homenagem a deusa grega Nióbe, filha do rei mitológico Tântalo, extraiu o metal de uma amostra de tântalo.

De acordo com J. L. Smith, (1877, p. 359-369) embora o nome de Rose para o metal, nióbio, foi adotado na Europa, Hatchett o nome 'columbium' era usado nos Estados Unidos, argumentou em 1877 para a retenção do nome original de columbium de Hatchett em vez do Nióbio Europeu (apud GRIFFITH E MORRIS, 2003).

3.1.1. História do nióbio no Brasil

De acordo com Marciano (2007) o nióbio brasileiro foi descoberto por Djalma Guimarães (figura 2), geólogo brasileiro que descobriu a reserva de nióbio em Araxá, Minas Gerais, em 1953.

O geólogo Djalma realizou estudos dos pegmatitos da região de São João Del Rei (MG) e daqueles pertencentes à província de Roraima, analisando, especialmente, os nióbo-tantalatos, entre outros (MARCIANO, 2007).



Figura 2: Djalma Guimarães

Fonte: (NÚCLEO MINAS GERAIS, 2018)

3.2. Nióbio oferta mundial

O Brasil é autossuficiente e líder mundial na produção de nióbio (SILVA, 2002) com uma das maiores reservas do mundo suprindo a necessidades de todos os mercados mundiais e sua exploração vem aumentando ainda mais.

O Brasil tem as maiores reservas mundiais de nióbio, seguido por Canadá (províncias de Québec e Ontário), Austrália (província da Austrália Ocidental), Egito, República Democrática do Congo, Groenlândia (território pertencente à Dinamarca), Rússia (Sibéria, República da Yakútia), Finlândia, Gabão, Tanzânia, dentre outros. É também o maior produtor mundial da substância, representando mais de 90 % do total mundial (P. JUNIOR, 2015).

Os jazimentos de nióbio descobertos no Brasil encontram-se associados aos complexos alcalinos carbonáticos (SILVA, 2001).

De acordo com Silva (2000) em 2000 houve uma grande evolução na produção e exploração do nióbio nas reservas brasileiras de pirocloro (Nb_2O_5), estando concentradas nos Estados de Minas Gerais (96,3%); Amazonas (2,7%) e Goiás (1,0%).

Essas reservas são as principais fornecedoras de todo nióbio brasileiro, onde a Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM) coleta nióbio produzidos nessas regiões.

A CBMM (Cia. Brasileira de Metalurgia e Mineração) e a COMIG (Cia. de Mineração de Minas Gerais), são as concessionárias das principais reservas situadas no município de Araxá (MG), ambas constituíram desde 1973 a COMIPA – Cia. Mineradora de Pirocloro de Araxá, que lavra os jazimentos das duas empresas e vende à CBMM todo o produto (SILVA, 2000).

De acordo com Cordeiro, Garattoni, (2017) a CBMM tem total liberdade de explorar o nióbio brasileiro por ser a primeira empresar com poder do governo e do exército para explorar essas regiões e exporta internacionalmente para outros países como Japão, Estados Unidos da América e China que são os maiores compradores.

Como Brasil liderando os rankings de exportação nos anos 2000 podemos ver a grade influencia que o mercado brasileiro tem na exportação do nióbio e na sua comercialização no mercado internacional. O valor total das exportações de minério de nióbio apresentou um crescimento de 66,1% em relação ao ano anterior. Os blocos econômicos de destino foram: EUA (55,0%), Europa Oriental (28,0%) e União Européia (17,0%) (SILVA, 2000). De acordo com CBMM, (2018) é a única empresa com presença em todos os segmentos de mercado do nióbio, abastecendo 100% o Brasil e cerca de 75% da demanda mundial em 2017.

3.3. Obtenção do nióbio

O nióbio é um metal extraído, principalmente, do mineral columbita. Contudo, o mesmo está presente em todos os minerais de tântalo e pode ser obtido, também, a partir do pirocloro, loparita, euxenita, mangantantalita e samarskita (Melo, 2017).

Até ao final da década de 50, o nióbio era obtido como um subproduto do tratamento das colombitas e tantalitas, minerais pouco abundantes, o que implicava em elevado preço e uso restrito na produção de um tipo especial de aço inoxidável e de algumas superligas (SILVA, 2001).

A CBMM e a Anglo American fizeram um alto investimento em pesquisas para chegar ao processamento do nióbio. Vale sinalizar que a CBMM não é considerada apenas uma empresa de mineração, mas principalmente empresa desenvolvedora de tecnologia e que se preocupa com o meio ambiente considerando os riscos que seus descartes podem ocasionar, o que faz dela um destaque na indústria de mineração e de importação em escala mundial (CBMM, 2018).

Os principais produtos de nióbio de interesse industrial são atualmente, o ferro-nióbio, o pentóxido de nióbio, as ligas grau vácuo e o nióbio metálico. O ferro-nióbio, é um ferro liga utilizada para adicionar nióbio aos aços (LIMA,2010).

3.1.1. Nióbio

O Nb é um metal de cor prateada observa-se na figura 3, com alto ponto de fusão, com boas propriedades de metal com boas características e ductibilidade, maleabilidade, resistente a corrosão essas características são bem aproveitadas no mercado.



Figura 3: Nióbio (Nb)

Fonte: (GARCIA, 2017)

O Nb não forma quase nenhum cátion sendo um metal, seus compostos no estado oxidação variam de (+1) a (+5) sendo mais estável o último estado (+5) tornando o elemento mais estável (SILVA, 2017 apud DEAN, 1985).

3.4. Banho de watts

Uma das formas de eletrodeposição de peças são por meios de soluções contendo metais, onde essas peças são mergulhadas, chamando esse processo de banhos.

O banho de watts consiste em uma solução eletrolítica que contem metais diluídos, onde se mergulhar um eletrodo de um metal que facilmente corrosivo, para obtenção de uma camada de material que tem um ponto mais alto de corrosão.

Os banhos de eletrodeposição são comumente formados por diferentes sais simples de metais da primeira série de transição, tais como sulfatos, nitratos ou cloretos de cobre, níquel, cobalto, cromo ou zinco (LOWENHEIM, 1974, PLETCHER, WALSH, 1993 apud WATANABE e LIMA-NETO, 2007).

A tabela 1 mostra um banho de watts utilizado, onde esse banho servira de base para a montagem de um novo banho.

Tabela 1: Reagentes utilizado no banho de watts para 1000 mL

Substância	Formula Química	Massas Indicadas	Massa molar	Função
Sulfato de Níquel	NiSO ₄ 6(H ₂ O)	200g/L	262,849g/mol	Fonte de Níquel
Cloreto de Níquel	NiCl ₂ 6(H ₂ O)	60,0g/L	237,690g/mol	Fonte de Níquel
Ácido Bórico	H ₃ BO ₃	40g/L	61,833g/mol	Tamponante

Fonte: (AURO'S QUÍMICA, 2015).

Sulfato de Níquel: Determina a densidade de corrente máxima permitida. É a principal fonte de íons de níquel no banho. Análises semanais são suficientes para manutenção da sua concentração dentro dos parâmetros. (AURO'S QUÍMICA, 2015).

Cloreto de Níquel É necessário para garantir a dissolução dos anodos, aumentar a condutividade da solução e a densidade máxima da corrente a ser usada. Melhora o depósito nas áreas de baixa densidade de corrente. (AURO'S QUÍMICA, 2015).

Ácido Bórico Evita problemas de queima nas áreas de alta densidade de corrente, descascamento e “pitting”. Importante também para efeito de brilho, aderência e ductibilidade (AURO'S QUÍMICA, 2015).

3.5. Corrosão

De acordo com Gentil (1996) em um aspecto geral é aceito universalmente podemos definir que corrosão como deterioração de um metal por ação química ou eletroquímica do meio ambiente aliada ou não a esforços mecânicos, causando pela alteração físico-química na peça, como por exemplo desgastes, variações químicas na estrutura entre outras tornado assim peças descartáveis.

Por esses e outros motivos os processos de eletrodeposição nessas peças que são facilmente corrosivas são importantes, tornado essas peças mais duráveis tendo assim uma economia significativa nas empresas que utilizam esses materiais.

Com o crescimento da tecnologia mundialmente avançada, os custos da corrosão evidentemente se elevam, tornando-se um fator de grande importância a ser considerado já na fase de projeto de grandes instalações industriais para evitar ou minimizar futuros processos corrosivos (GENTIL, 1996).

3.6. Eletrodeposição

O processo de eletrodeposição é muito usado para produção de camadas metálicas como, por exemplo, cobre, níquel, cromo, zinco, estânio e metais nobres. A eletrodeposição é uma técnica barata que não requer o uso de equipamentos sofisticados (ROBIN; ROSA; SILVA, 2010).

Com o desenvolvimento desses banhos podemos revestir peças frágeis e facilmente oxidáveis para obtenção de peças mais resistentes a corrosão e tornado peças mais bonitas visualmente, com um poder de comercialização no mercado maior.

A eletrodeposição é um dos métodos químicos mais utilizados nas indústrias por sua facilidade e sua necessidade nas principais aplicações da humanidade, com isso é uma técnica que vai ser sempre bem-vinda, exemplo na indústria metalúrgica, construção civil, automobilística, hospitalar entre outras que precisão desse método para o sucesso dos seus produtos (ROBIN; ROSA; SILVA, 2010).

3.6.1. Eletrodeposição galvanostática

A galvanoplastia é um ramo da indústria que vem sendo usada desde a antiguidade com o objetivo de revestir a superfície de objetos, conferindo-lhes maior resistência e beleza, protegendo-os contra a corrosão e alterando suas dimensões (SESI, 2007 apud CASAGRANDE et al., 2010). Onde esses revestimentos têm como vantagens: resistir à corrosão, maior durabilidade, aumentar a corrente elétrica ou térmica da peça e melhoramento da estética entre outros (SANTOS; DA COSTA; RAMOS, 2009).

Existe vários tipos de galvanoplastia onde podemos obter por diversas técnicas como cromagem, prateação, douração, zincagem, cademeação, estanhagem e niquelagem.

A galvanização pode ser obtida por duas técnicas. A primeira o objeto que vai ser recoberto é colocado no cátodo e o ânodo é interligado em um material inerte, onde esse objeto é colocado em uma solução saturada contendo sal que contenha metais.

A segunda técnica o objeto a ser recoberto é posicionado no cátodo e um metal utilizado para recobri é interligado no ânodo utilizando uma solução que o metal recebera o revestimento nessa técnica existe o processo de oxido redução. Essas técnicas utilizam a eletricidade como forma de eletrodeposição, mas independente da técnica o princípio é sempre o mesmo.

3.7. Ligas metálicas

Dentre os materiais encontrados no nosso dia-a-dia, muitos são reconhecidos como sendo metais, embora, em quase sua totalidade, eles sejam, de fato, ligas metálicas (PANNONI, 2002).

As ligas metálicas são obtidas por diferentes metais e uma liga consiste da união íntima de dois ou mais elementos químicos onde pelo menos um é um metal e onde todas as fases existentes tem propriedades metálicas (PANNONI, 2002).

A obtenção dessas ligas metálicas constitui um processo muito atrativo, pois, na maioria das vezes, esses materiais apresentam propriedades que melhora uma dada aplicação do que os metais puros que as compõem (SANTANA, 2010), essas ligas têm diferentes metais como níquel, ferro, zinco, prata, nióbio entre outros metais com diferentes finalidades industriais.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Processos

4.1.1. Eficiência da Eletrodeposição

A eficiência de corrente (EC) foi determinada através da composição química da liga e da carga utilizada, por meio das Leis de Faraday para uma melhor eletrodeposição de acordo com a equação 1.

$$ECC = \frac{\text{massa do depósito} \times 100}{\text{massa teorica da constante de Faraday}}$$

$$= \frac{m}{EW \cdot I \cdot \frac{t}{F}} = \frac{m \cdot F}{I \cdot t} \sum \frac{ci \cdot ni}{Mi} \cdot 100 \quad (\text{Equação 1})$$

Onde (m) é a massa que foi depositada (g), (t) é o tempo da deposição (s), (I) é a densidade de corrente (A), (EW) é o peso equivalente da liga (g.equiv⁻¹), (ci) é a fração do peso do elemento depositado, (ni) é o número de elétrons que cada átomo do metal, (Mi) é a massa atômica do elemento metálico (g.mol⁻¹) e (F) é a constante de Faraday (96,485 C mol⁻¹) (OLIVEIRA, et.al., 2017, Apud OLIVEIRA, et.al., 2015).

A eficiência foi obtida a partir de cálculos teóricos utilizando a Lei de Faraday para uma determinada liga levando em consideração as densidades e percentuais de cada metal no eletrólito (w_t) (Banho de eletrodeposição), comparando com a massa real eletrodepositada por diferenciação do eletrodo sem o eletrodepósito e após a eletrodeposição (w).

4.2. Processos experimentais

4.2.1. Modificação do banho de Watts 30%

Primeiramente foi desenvolvido o banho de watts substituindo 30% do sulfato de níquel por niobato de potássio (KNbO₃) afim de obter um banho de níquel-nióbio. A tabela 2 apresenta a composição do banho níquel-nióbio. O processo níquel Watts é um processo com alta velocidade de deposição, sem brilho, porém com um excelente nivelamento (AURO'S QUÍMICA, 2015).

Depois foram calculadas as proporções de cada reagente a fim de obter um banho Watts substcontendo 30% (KNbO_3). Segue abaixo a quantidade de cada reagente para uma solução de 50 mL.

Tabela 2: Reagentes utilizado no banho de watts modificado 30%.

Substância	Formula Química	Conc.	Massa molar	Função
Sulfato de Níquel	$\text{NiSO}_4 \cdot 6(\text{H}_2\text{O})$	7,31g	262,849g/mol	Fonte de Níquel
Niobato de potássio	KNbO_3	3,00g	180,003g/mol	Fonte de Nióbio
Cloreto de Níquel	$\text{NiCl}_2 \cdot 6(\text{H}_2\text{O})$	3,00g	237,690g/mol	Fonte de Níquel
Ácido Bórico	H_3BO_3	2,00g	61,833g/mol	Tamponante

Fonte: Própria com adaptação - (AURO'S QUÍMICA, 2015).

Esses reagentes foram pesados com suas devidas massas calculada para uma solução de 50 mL, misturadas e acrescentando o niobato de potássio, como os produtos do processo níquel watts possuem ácidos em sua composição. Depois da preparação do banho é colocado sobre agitação por 30 minutos com a sua temperatura a 55 °C.

4.3. Parâmetros operacionais

Os parâmetros que foram adotados durante todas as fases dos depósitos. São: 55-60 °C. A densidade de corrente de 50 mA/cm². Eletrodo rotativo (EG&G PARC 616), que manterá o eletrodo de trabalho sob agitação constante com 50 RPM. Durante o processo a solução sob temperatura. Agitação uma chapa aquecedora e agitadora FISATOM Modelo 752.

4.3.1. Preparo do substrato (eletrodo de trabalho)

A figura 4 mostra um desenho esquemático do eletrodo de trabalho (cobre ou ferro) de 1,5 cm x 1,5 cm, sendo a área total do substrato de (4,5 (2,25 cm² por face) x 2), com uma haste 3 cm na parte superior. No preparo do substrato para o processo de eletrodeposição foram feitos tratamentos com lixas de 400, 600 e 1200 mesh.

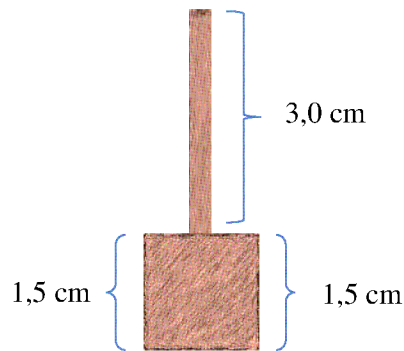


Figura 4: Eletrodo de Trabalho

Fonte: Própria autoria.

4.3.2. Tratamento químico para o substrato

O tratamento químico efetuado foi constituído de imersão do eletrodo em solução de (NaOH 10% m/v) que tem ação desengordurante, seguido de uma imersão em solução de (H₂SO₄ 1% m/v), que tem ação de neutralizador e ativador da superfície que será eletro depositada.

Esse tratamento tem como objetivos eliminar contaminantes na superfície do substrato, minimizando assim interferências no produto da eletrodeposição.

4.4. Sistema de eletrodeposição

O processo de eletrodeposição foi efetuado sob controle de um galvanostato Minipa MPL 1303M, com eletrodo rotatório EG&G PARC Modelo 616 RDE (cátodo), em um béquer de capacidade 50 mL. Foi utilizado como eletrodo auxiliar (ânodo) uma malha de platina de forma cilíndrica. (Figura 5).

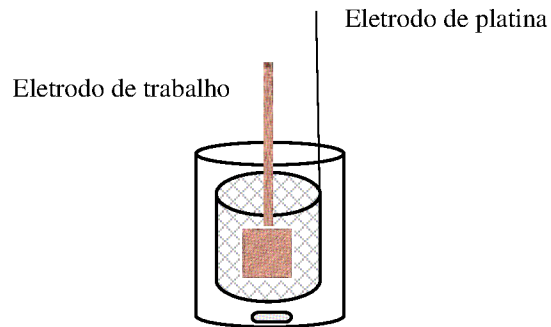


Figura 5: Sistema de eletrodeposição.

Fonte: Própria autoria.

4.5. Estudo de corrosão

Os estudos de resistência à corrosão foram constituídos por curvas de Polarização Linear Potenciodinâmica (PLP) e por Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE). Utilizou-se um postentostato/galvanostato AUTOLAB PG STATE 30[®]. Para a coleta dos dados e tratamento dos resultados foi utilizado um computador com os *softwares* General Purpose Eelectrochemical System (GPES) versão 4.9 para o tratamento das medidas de PLP e Frequency Response Analyse FRA versão 4.9 para as medidas de EIE. Os ensaios foram em meio de cloreto de sódio (NaCl 0,1 M), utilizando uma célula eletroquímica composta de três eletrodos: platina como contra eletrodo e cobre revestido com a liga de (Ni-Nb), como eletrodo de trabalho e eletrodo de referência (eletrodo de calomenano saturado - Hg/HgCl). Esses estudos foram realizados no Laboratório de Eletroquímica e Corrosão (LEC) da Universidade Federal de Campina Grande campus Cuité (UFCG-CES).

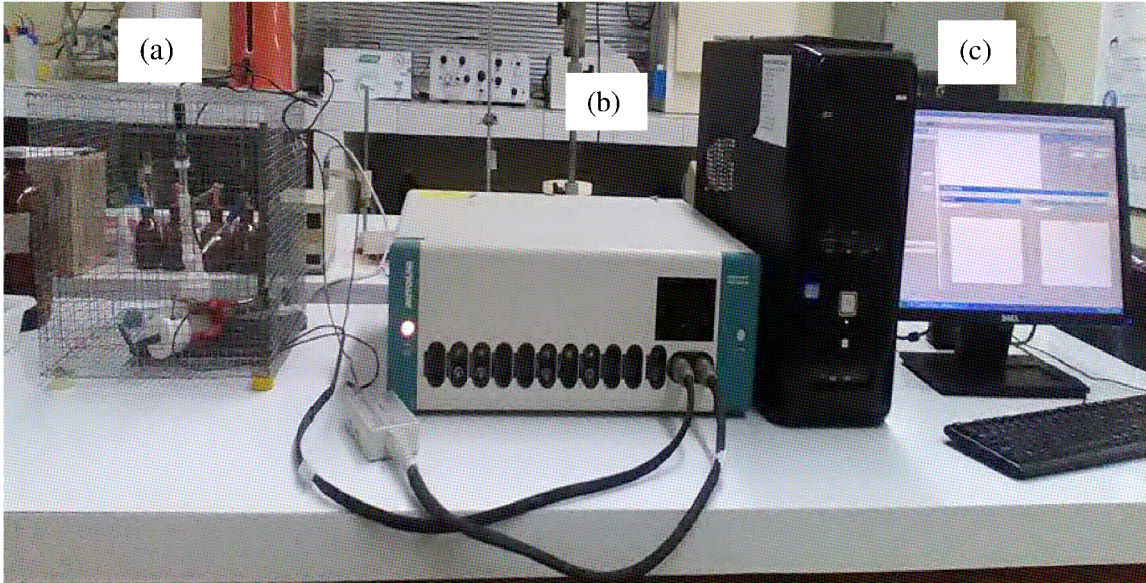


Figura 6: Diagrama do sistema de equipamentos que serão utilizados.

Fonte: Própria autoria.

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

4.6. Morfologia do eletrodeposito

A morfologia superficial foi analisada por fotografia digital, para observação da formação do eletrodepósito (Ni-Nb).

4.7. Caracterizações física e química dos revestimentos

A caracterização física foi realizada por da 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.

5. RESULTADOS

5.1. Eficiência eletrodeposição

Na tabela 2 observa-se as massas reais obtidas para os depósitos e massa teórica calculada e a partir destas informações foi determinada a eficiência de depósito (E). Os cálculos foram realizados a partir da fórmula da equação 2 (MELO,2009).

$$E = (m \times 100)/m_t \quad (\text{Equação 2})$$

Na tabela 3 os resultados obtidos da liga (Ni-Nb) tiveram um melhor rendimento no ferro com um bom valor de massa.

Tabela 3 : Massas de depósitos reais e teóricas

Eletródeposito	(m)	(m_t)	(%)
Eletródeposito Ni-Nb (Cu)	0,0276	0,0497	55,53
Eletródeposito Ni-Nb (Fe)	0,0296	0,0497	59,55
Eletródeposito Ni (Cu)	0,0274	0,0304	90,13
Eletródeposito Ni (Fe)	0,0304	0,0304	100

Fonte: Própria autoria.

O rendimento do eletródeposito ficou acima de 50% destacando que sob o eletrodo de ferro (Fe) apresenta maiores rendimentos que sobre o eletrodo de cobre (Cu), mesmo como se compara só o banho de watts que tem eficiência próximo a 100%.

O tempo e a corrente foi a partir de cálculos teóricos da lei de Faraday, levando em consideração a corrente que será utilizada e a área do eletrodo de trabalho como mostra na tabela 4.

Tabela 4: Condições de preparo dos banhos eletrolíticos e massas de depósitos

Eletródeposito	pH	i(mA/cm²)	Tempo (m)	Massa do depósito(g)
Eletródeposito Ni-Nb (Cu)	5,75	50	7,5	0,0276
Eletródeposito Ni-Nb (Fe)	5,75	50	7,5	0,0296
Eletródeposito Ni (Cu)	3,20	50	7,5	0,0274
Eletródeposito Ni (Fe)	3,20	50	7,5	0,0304

Fonte: Própria autoria.

Na análise de depósitos com mesma condição, podemos observar uma significativa de ganho de massas em cada depósito dependendo do eletrodo de trabalho utilizado Ni-Nb uma melhor massa no eletrodo de trabalho de (Fe).

5.2. Morfologia da ligar

A partir da análise da fotografia digital observa-se na figura 7 uma morfologia uniforme para Ni e Ni-Nb. Os revestimentos Ni-Nb tem aparência acinzentado fosco que difere do Watts (Ni) que é brilhante. Este comportamento evidência que a presença do nióbio no banho modifica a morfologia na liga resultante que pode ser atribuído à formação da liga Ni-Nb.

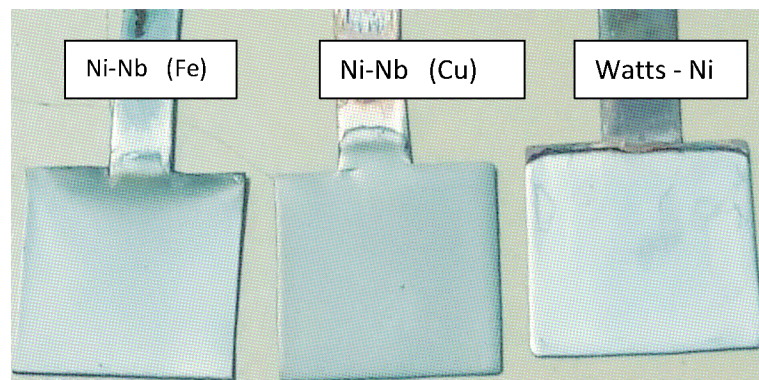


Figura 7: Fotografia digital para os revestimentos Ni e Ni-Nb

Fonte: Própria autoria.

5.3. Caracterizações física e química dos revestimentos por MEV

Na análise por MEV observa-se na figura 9, a presença de grãos destacados e de tamanhos não uniformes distribuídos nos revestimento de Ni-Nb (Cu) sobre substrato de cobre e Ni-Nb (Fe) da figura 10 sobre substrato de ferro atribuído à presença do Nb, conferindo uma aparência acinzentada fosca que difere do Watts (Ni) da figura 8 que é brilhante e não apresenta estes grãos.

A figura 8 apresenta o eletrodeposito de Ni sobre cobre (Cu) mostrando uma morfologia granular com grãos de até 3 μ m distribuídos uniformemente, com presença de pequenas falhas

no eletrodeposito que pode ser atribuído ao controle de agitação da solução como pode ser observado na figura 8 (B)

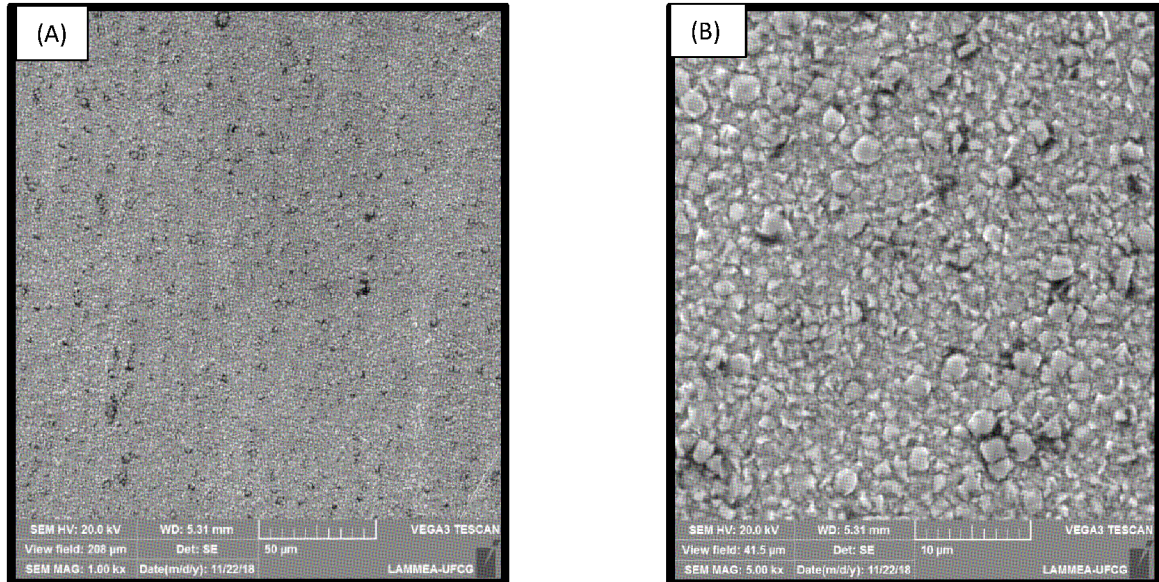


Figura 8: Micrografia da superfície da liga Ni (Cu) com ampliação de 1000x(A) e (B) 5000x

Fonte: Própria autoria.

A figura 9 apresenta a morfologia de MEV da liga Ni-Nb (A) 1000x e (B) 5000x depositado sobre cobre (Cu). Nesta figura observa-se grãos com distribuição irregular de até 5µm com forma cristalina definida que pode ser atribuído a nióbio, niobato ou oxido de nióbio que pode ser confirmado pela análise qualitativa de EDS. Observa-se ainda falhas no eletrodeposito de até 10µm onde se localizar os cristais observados que pode ser consequência da agitação da solução que contem grãos de oxido de nióbio e niobato não solubilizados que entra em choque com o eletrodeposito causando desprendimento na região, como mostrado na figura 9 (B).

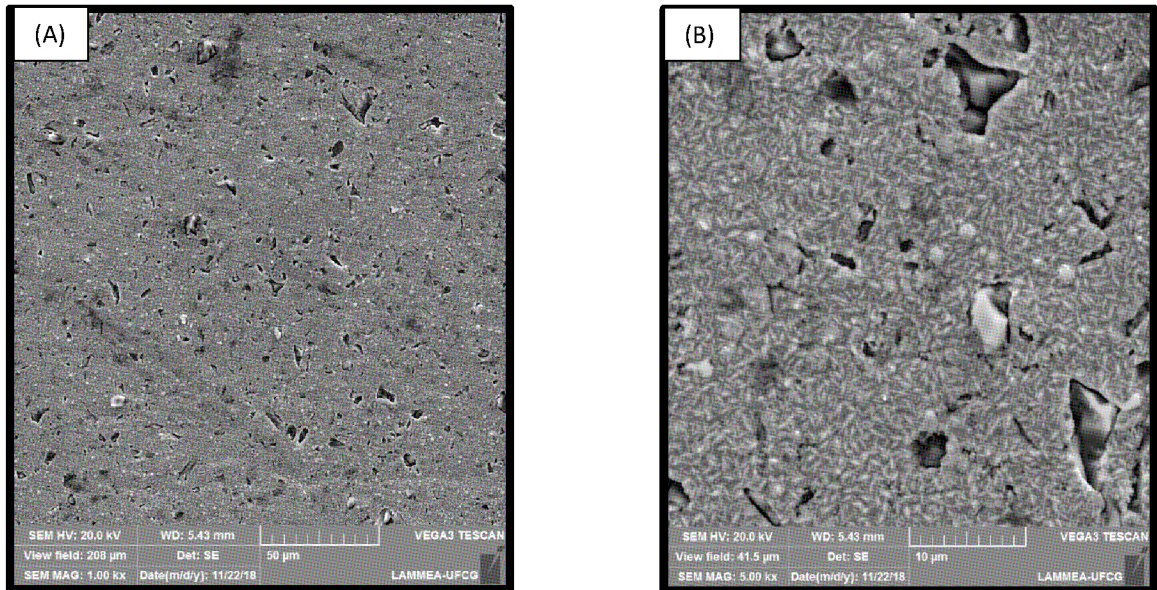


Figura 9: Micrografia da superfície da liga Ni-Nb (Cu) com ampliação de 1000x (A) e (B) 5000x

Fonte: Própria autoria.

A figura 10 apresenta a morfologia de MEV da liga Ni-Nb (A) 1000x e (B) 5000x depositado sobre ferro (Fe). Nesta figura observa-se grãos com distribuição regular de até $2\mu\text{m}$ sem forma cristalina definida que pode ser atribuído a nióbio. As falhas neste eletrodeposito são menores e em menor ocorrência que as ocorridas sobre o eletrodo de cobre (Cu) com dimensões até $2\mu\text{m}$ atribuídas também à agitação da solução que contem grãos não solubilizados que entra em choque com o eletrodeposito causando desprendimento na região, como mostrado na figura 10 (B). Isso mostra que eletrodeposição da liga (Ni-Nb) sobre o eletrodo de ferro mostra melhor interação já que são mais próximos na sua posição na tabela periódica que facilita a formação e ancoragem do eletrodeposito.

Figura 10: apresenta o revestimento Ni-Nb depositado no eletrodo de Ferro (Fe).

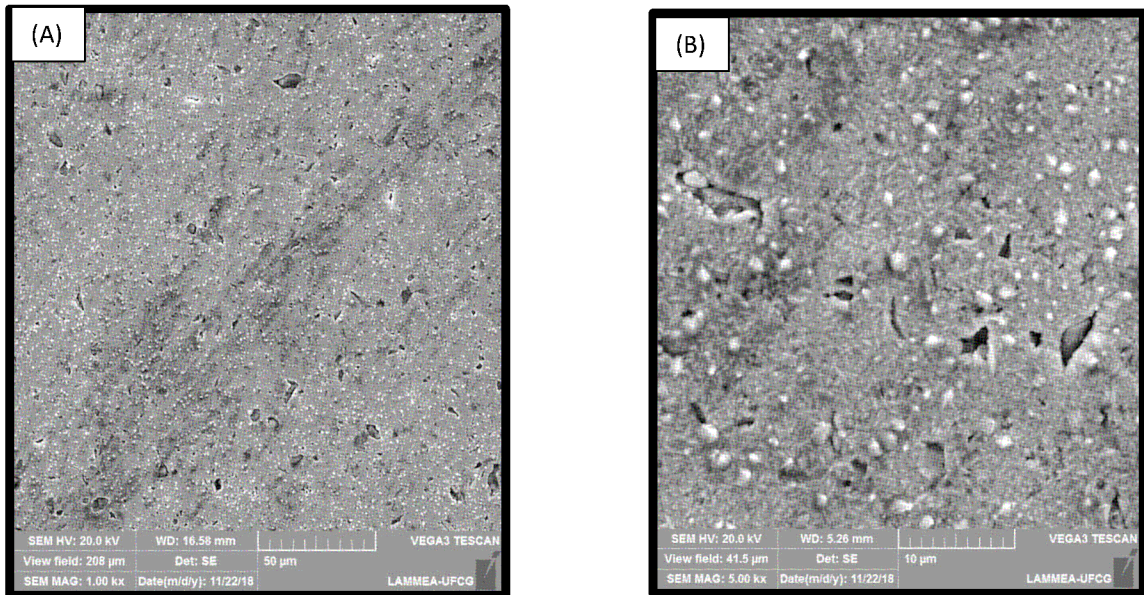


Figura 10: Micrografia da superfície da liga Ni-Nb (Fe) com ampliação de 1000x (A) e (B) 5000x

Fonte: Própria autoria.

5.4. Análise de composição por EDS

As análises qualitativas de EDS dos elerodepositos de Ni-Nb e Ni sobre os eletrodos de cobre e ferro mostram a composição percentual em massa. Para os eletrodeposito Ni-Nb os grãos em destaque com cristalização ou não, apresentaram percentual de até 71% de nióbio para eletrodeposito sobre o cobre e de até 6% de nióbio sobre o eletrodo de ferro mostrando que sobre o ferro pode ter nióbio metálico eletrodepositado como mostram as figuras 11 e 12.

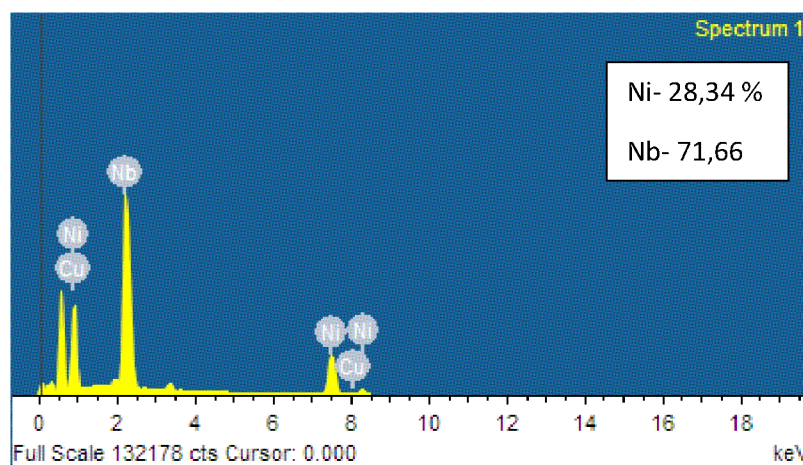


Figura 11: EDS dos elerodepositos da liga Ni-Nb (Cu)

Fonte: Própria autoria.

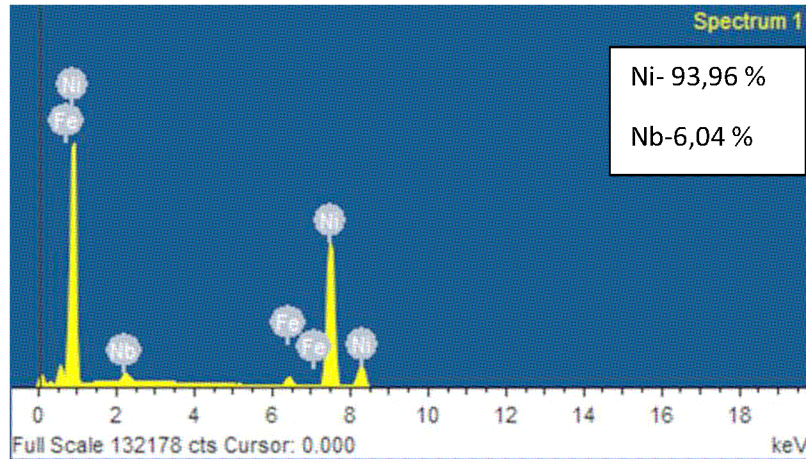


Figura 12: EDS dos elerodepositos Ni-Nb (Fe)

Fonte: Própria autoria.

As análises qualitativas de EDS geral dos elerodepositos mostram um percentual muito baixo de nióbio no eletrodeposito. A tabela 5 mostra os percentuais gerais dos eletrodepositos Ni-Nb (Fe) e Ni-Nb (Cu). A partir desses resultados concluí-se que a deposição de nióbio é mais eficiente sobre o ferro, confirmado pela analises de MEV que mostra uma melhor distribuição de grãos e menor número de falhas no eletrodeposito causada pela agitação da solução.

Tabela 5: Análise de composição por EDS em um ponto específico

	Ni-Nb(Cu)	Ni-Nb(Fe)	Ni - watts
elemento	% massa	% massa	% massa
Ni	99,57	98,93	100,0
Nb	0,43	1,07	-

Fonte: Própria.

A análise de composição por EDS, apresentou 0,40% e 0,27% de nióbio sobre cobre e ferro respectivamente como mostra a tabela 6. Nesta tabela, podemos observa os valores de potencial de corrosão (E_{corr}) e resistência de polarização (R_p), onde os depósitos sobre substrato de cobre tem maiores valores de potencial e de resistência à corrosão.

Tabela 6: Análise de composição por EDS geral

	Ni-Nb(Cu)	Ni-Nb(Fe)	Ni - watts	
elemento	atom%	atom%	atom%	
Ni	99,57	98,93	100,0	
Nb	0,43	1,07	Ni (Cu)	Ni (Fe)
E _{corr} (V)	-0,307	-0,515	-0,421	-0,378
R _p (Ω)	5,140 x10 ³	4,441x10 ²	1,043x10 ⁵	1,513x10 ⁵

Fonte: Própria autoria.

As curvas de PLP nas figuras 1A e 2B mostram níveis de correntes de corrosão semelhantes, com potencial de corrosão mais positivo para os depósitos sobre cobre, com uma pequena variação para menores correntes de corrosão em potencial próximo a 0,0V, comportamento este não apresentado para depósitos sobre ferro que se mostra menos resistente à corrosão. As curvas de EIE nas figuras 3C e 4D mostram os valores de R_p respectivamente para os depósitos sobre cobre e sobre o ferro, com valores maiores de R_p para depósitos sobre cobre indicando sua maior resistência à corrosão mesmo com depósito sobre o ferro tendo um revestimento mais uniforme da liga.

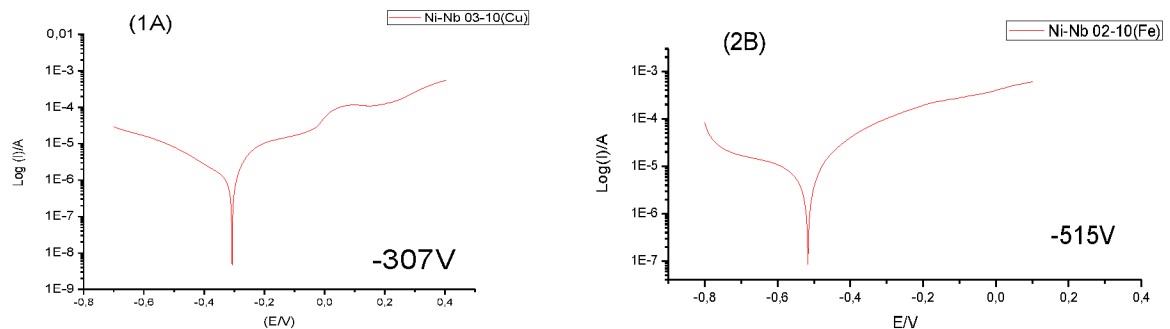


Figura 13. Curvas de PLP, 1A depósitos sobre cobre e 2B depósitos sobre ferro.

Fonte: Própria autoria.

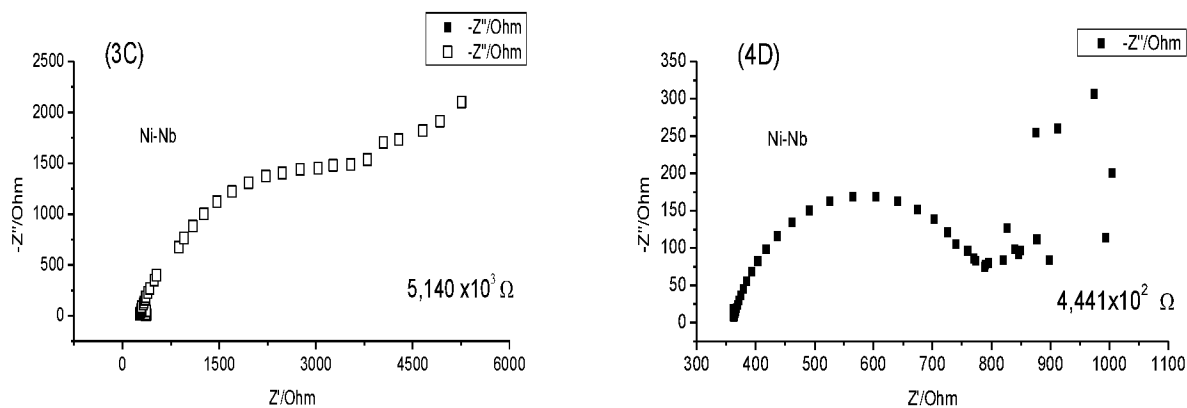


Figura 14: Curvas de EIE, 3C depósitos sobre cobre e 4D depósitos sobre ferro.

Fonte: Própria autoria.

6. CONCLUSÃO

A partir dos resultados conclui-se que a agitação da solução possibilita a deposição do nióbio junto do níquel por meio da eletrodeposição por araste, formando a liga Ni-Nb que modifica a morfologia do depósito tendo uma aparência fosco acinzentado que difere do Watts (Ni), esta morfologia está associada à presença de grãos no depósito, que modificar a sua aparência e sua retenciar a corrosão. Os depósitos sobre cobre têm maior resistência à corrosão por apresenta maiores valores de R_p e EIE de $(5,140 \times 10^3)$ mostrando assim a sua maior resistência a corrosão, que os valores R_p e EIE $(4,441 \times 10^2)$ sobre o ferro que mostram assim sua menor resistência a corrosão mesmo o ferro demonstrando uma melhor eletrodeposição do que o eletrodeposito de cobre e contrariando a eletrodeposição por EDS tendo o ferro uma melhor distribuição da liga Ni-Nb comprovando que o eletrodo de ferro tem uma melhor relação com o nióbio, mas o cobre tendo uma melhor resistência a corrosão por ter uma distribuição de grãos maiores de nióbio, tornando uma liga com maior resistência a corrosão.

7. REFERÊNCIAS

- AURO'S QUÍMICA. **Processo níquel watts**. 2015. [S.l.: s.n.]. Disponível em: <<http://www.aurosquimica.com.br/data/pdf/NIQUELWATTS.pdf-1429023545.pdf>>. Acesso em: 13/09/2018.
- AZEVEDO, L.M.S. **Síntese do Niobato de Sódio a partir do óxido e do niobato metálico**. Rio de Janeiro - RJ: Instituto Militar de Engenharia, 2010. Disponível em: <<http://www.ime.eb.mil.br/arquivos/teses/se4/cm/LucianaMaria.pdf>>. Acesso em: 09/setembro/2018.
- CASAGRANDE, Delci Fátima M. OLIVEIRA, Cláudia Trindade MALFATTI, Célia F. VEIT, Hugo M. Estudo de camadas eletrodepositadas a partir de soluções livres de cianeto. **Religião & Sociedade**, v. 63, n. 2, p. 307–313, 2010.
- CBMM. **Relatório De Sustentabilidade 2017**. p. 1–80, 2018. Disponível em: <<http://www.copasa.com.br/ri/-sustentabilidade-2017-portugues.pdf>>. Acesso em: 15/agosto/2018.
- CORDEIRO, Tiago; GARATTONI, Bruno. **A verdade sobre o nióbio**: Um tesouro gigantesco, capaz de transformar o Brasil em país de primeiro mundo? Um grande mal-entendido, envolto em mitos e exageros? Ou as duas coisas? Saiba o que é real, e o que é ficção, sobre o metal mais polêmico da atualidade. 2017. Disponível em: <<https://super.abril.com.br/ciencia/a-verdade-sobre-o-niobio/>>. Acesso em: 26/agosto/2018.
- GARCIA, Everthon. **Nióbio, a maior riqueza brasileira?** . 2017. Disponível em: <<http://www.conservadorismodobrasil.com.br/2017/05/niobio-maior-riqueza-brasileira.html>>. Acesso em: 25 nov. 2018.
- GENTIL, Vicente. **Corrosão**. 3. ed. Rio de Janeiro - RJ: [s.n.], 1996. Disponível em: <<http://bases.bireme.br/cgi-bin/wxislind.exe/iah/online/?IsisScript=iah/iah.xis&src=google&base=REPIDISCA&lang=p&nextAction=lnk&expSearch=137473&indexSearch=ID>>. Acesso em: 09/setembro/2018.
- GRIFFITH, William P.; MORRIS, Peter J.T. Charles Hatchett FRS (1765-1847), chemist and discoverer of niobium. **Notes and Records of the Royal Society**, v. 57, n. 3, p. 299–316, 2003.
- HELMENSTINE, Todd. **Science Notes Posts : Today in Science History ? January 2 ? Charles Hatchett**. 2018. Disponível em: <<https://sciencenotes.org/today-science-history-january-2-charles-hatchett/>>. Acesso em: 18 out. 2018.
- LIMA, José Maria Gonçalves. Relatório técnico 20: Perfil da Mineração do Nióbio. v. 2010, p. 49, 2010. Disponível em: <http://www.mme.gov.br/documents/1138775/1256650/P11_RT20_Perfil_da_Mineraxo_do_Nixbio.pdf/48860760-63f2-489e-b4b9-e16236fd1413>. Acesso em: 13/novembro/2018.
- MARCIANO, Vitória Régia Péres da Rocha Oliveiros. Um Mestre que Amava a Terra. **UFMG-80 anos**. 5. ed n° 11 Maio de 2007. Disponível em: <<https://www.ufmg.br/diversa/11/artigo4.html>>. Acesso em: 09/setembro/2018.
- MARIANO, Carolina. Obtenção de revestimentos de nióbio depositados por aspersão térmica para proteção à corrosão marinha. **Tese Mestrado - UFPR**, 2008.

MELO, Nathália de Paula Aquino e. **O nióbio no Brasil - um estudo sobre a variação do valor das exportações do minério (1999-2016)**. 2017. 32 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Relações Internacionais) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2017.

MELO, Régis Lopes. ELETRODEPOSIÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E ESTUDOS DE CORROSÃO DE CAMADAS DE Ni-Mo-P. p. 83, 2009. Disponível em: <http://repositorio.ufc.br/bitstream/riufc/9606/1/2009_dis_rlmelo.pdf>. Acesso em 27/setembro/2018.

NÚCLEO MINAS GERAIS, SOCIEDADE BRASILEIRA DE GEOLOGIA. **PERSONAGENS ILUSTRES DA GEOCIÊNCIAS**. Disponível em: <<http://sbg-mg.org.br/personagens/>>. Acesso em: 18 out. 2018.

OLIVEIRA, J. A. M. ; Dantas, A. M. ; RAULINO, J. L. C. ; CAMPOS, A. R. N. ; PRASAD, Shiva ; Santana, R.A.C. . Efeito da densidade de corrente e pH na obtenção da liga Ni-Fe por eletrodeposição. *Materia-Rio de Janeiro JCR*, v. 22, p. 1-10, 2017.

PANNONI, Fabio Domingos. Aços estruturais. v. 36, n. 2, p. 1–4, 2002. Disponível em: <http://www.acaogerdau.com.br/profissionaldoaco/blog/acos_estruturais.pdf>. Acesso em: 15/setembro/2018.

P.JUNIOR, Rui Fernandes. **Sumário Mineral 2015**. 2015. Disponível em: <<http://www.dnpm.gov.br/dnpm/sumarios/sumario-mineral-2015>>. Acesso em: 11 /setembro/2018.

ROBIN, A; ROSA, J. L; SILVA, M. B. **Obtenção e caracterização de eletro revestimentos compósitos cobre-nióbio**. Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá Resumo: Eletro revestimentos compósitos cobre-n. p. 379–388, 2010.

SANTANA, A.I.C. Estudo Cinético da Eletrodeposição da Liga NiFe em Solução de Sulfato. **Tese de Doutorado-UFRJ**, Rio de Janeiro – RJ, 2010.

SANTOS, A. C. S; DA COSTA, H. M; RAMOS, V. D. Efeito de um resíduo do processo de galvanoplastia sobre a vulcanização da borracha natural (NR). **Polimeros-Ciencia e Tecnologia**, v. 19, n. 3, p. 255–261, 2009. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/po/v19n3/v19n3a15>>. Acesso em: 15/setembro/2018.

SILVA, Adriano Gonçalves da; SOUZA, Rita de Cássia Martins de. **Mineração no Roteiro da Missão Cruls: ressignificação da fronteira no Planalto Central do Brasil**, 35 | 2018, Disponível em: <<http://journals.openedition.org/confins/13288>>. Acesso em: 09/setembro/2018.

SILVA, Bruna Nádia Neves da. **Síntese, simulação e estudo teórico-experimental comparativo das fases do NaNbO3**. Juiz de Fora: [s.n.], 2017.

SILVA, Cristina S.da. RESERVAS (2) (10 3 t) 2000. n. 062, p. 87–88, 2000.

_____. Nióbio – DNPM/GO. n. 062, p. 90–91, 2002.

SILVA, Cristina Socorro da. **Balanço Mineral Brasileiro - 2001 (Nióbio)**. Departamento Nacional de Produção Mineral, p. 17, 2001. Disponível em:

<<http://www.dnpm.gov.br/dnpm/paginas/balanco-mineral/arquivos/balanco-mineral-brasileiro-2001-niobio/view>>. Acesso em: 09/setembro/2018.

SOUZA JR, Jair Garcia. Revestimento à base de nióbio e nióbio-ferro obtido por aspersão térmica hipersônica sobre aço API 5L X70. **Saudi Med J**, v. 33, p. 3–8, 2012.

WATANABE, R H; LIMA-NETO B. S. Desenvolvimento de banhos eletrolíticos para tratamentos de superfícies usando compostos bem definidos de metais de transição. **Revista Analytica**, v. 31, p. 72–77, 2007.