

AVALIAÇÃO DO EFEITO DOS PARÂMETROS OPERACIONAIS DENSIDADE DE CORRENTE E pH DO BANHO SOBRE AS PROPRIEDADES DA LIGA Mo-Co-Fe

Alison Silva Oliveira¹; José Anderson Machado Oliveira¹; Anamélia de Medeiros Dantas Raulino¹;
José Leonardo Costa Raulino¹; Shiva Prasad¹

¹ Universidade Federal de Campina Grande -UFCG, Centro de Educação e Saúde – CES, Unidade Acadêmica de
Biologia e Química - UABQ, Sítio Olho D'água da Bica, S/N, Cuité-PB, alison.oliveira18@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Devido ter um aumento nos processos de corrosão houve uma preocupação para inibir esse processo nas estruturas metálicas. Diante desse problema estudos são necessários para tentar inibir ou pelo menos amenizar os efeitos dos processos corrosivos, por exemplo, através de revestimentos metálicos, inibidores de corrosão, proteção catódica, entre outras, assim melhorando a propriedade de resistência do material contra a corrosão (SANTANA et al., 2007). A eletrodeposição de metais e ligas permite a obtenção de materiais com propriedade superiores, tais como, melhor resistência à corrosão, maior dureza, melhoria das propriedades magnéticas, melhor aspecto decorativo, dentre outras. (BRENNER, 1963).

Atualmente houve um grande crescimento no interesse de pesquisadores em estudar ligas que contenham o metal molibdênio, pois revestimentos com o Mo apresentaram boas propriedades físico-químicas, dentre algumas dessas propriedades temos boas propriedades elétricas, mecânica, magnética e resistência à corrosão. A obtenção de ligas de molibdênio pode ser feita por diferentes técnicas, entre elas destaca-se a eletrodeposição, pois, esta técnica permite a obtenção de revestimentos com propriedades específicas para cada tipo de aplicação. A eletrodeposição do molibdênio puro a partir de solução aquosa não tem sido conseguida com êxito, mas, a obtenção de ligas de Mo com metais do grupo do ferro (Fe, Co, Ni) por eletrodeposição através do processo conhecido como codeposição induzida pode ser alcançada. (SANTANA et al., 2010).

Este trabalho teve por objetivo a obtenção da liga Mo-Co-Fe por eletrodeposição, utilizando um planejamento experimental completo associado à metodologia de superfície de resposta (MSR), para avaliar o efeito das variáveis densidades de corrente e pH do banho eletrolítico sobre a composição química da liga e a eficiência do processo de eletrodeposição.

2. METODOLOGIA

2.1 Eletrodeposição

Os reagentes utilizados na preparação do banho eletrolítico são apresentados na Tabela 1. Foram utilizados reagentes de grau analítico, o pH do banho foi ajustado com H₂SO₄ (50 %) e NH₄OH (concentrado).

Tabela 1: Reagentes utilizados para a eletrodeposição da liga de Mo-Co-Fe.

Reagentes	Concentração (mol/L)
Sulfato de Cobalto	0,05
Sulfato de Ferro	0,01
Molibdato de Sódio	0,03
Citrato de Sódio	0,10

As ligas foram depositadas sobre um substrato de cobre com área superficial de 8 cm². Antes do processo de deposição o substrato passou por dois tratamentos: mecânico por meio de polimento com lixas em granulometria decrescente de 400, 600 e 1200 e depois por um tratamento químico onde o substrato foi imerso em solução de NaOH (10 %), lavado com água destilada, e imerso em solução de H₂SO₄ (1 %) para limpeza e ativação da superfície do substrato, respectivamente. Logo após os tratamentos os substratos foram levados ao banho para início da eletrodeposição. A eletrodeposição foi realizada sob controle galvanostático utilizando uma fonte de energia externa da marca MINIPA, modelo MPL-1303M, o substrato de cobre foi utilizado como cátodo e uma malha cilíndrica de platina como ânodo. A temperatura do banho foi mantida em 25°C ± 2°C, foi utilizada uma carga de 300 Coulombs em todos os experimentos.

A eficiência de corrente (EC) foi determinada a partir da carga utilizada no processo de eletrodeposição e a composição química do revestimento, por meio das leis de Faraday de acordo com a equação 1:

$$EC = \frac{\text{massa do depósito} \times 100}{\text{massa teórica (a parte das leis de Faraday)}} = \frac{W}{EW \times I \times \frac{t}{F}} = \frac{W \times F}{I \times t} \sum \frac{ci \times ni}{Mi} \times 100 \quad (1)$$

Onde que W é a massa que foi depositada no substrato em (g), t é o tempo que foi gasto na deposição em (s), I é a densidade de corrente que foi submetida (A), EW é o peso equivalente da liga em estudo (g.equiv⁻¹), ci é a fração do peso do elemento depositado, ni é o número de elétrons que cada átomo do metal transferiu para o revestimento, Mi é a massa atômico do elemento metálico (g.mol⁻¹) e F é a constante de Faraday (96,485 C mol⁻¹). (OLIVEIRA et al., 2015).

2.2 Composição química

A determinação da composição química foi realizada utilizando a técnica de energia dispersiva de raios-X, por um espectrômetro de fluorescência de raios-X por energia dispersiva da TESCAN, com Detector de EDS a seco da Oxford modelo X-ACT IE150.

2.3 Planejamento experimental

Na eletrodeposição da liga Mo-Co-Fe utilizou-se um planejamento experimental 3^2 , com dois pontos centrais, totalizando 10 experimentos. As variáveis densidade de corrente e pH do banho foram avaliadas nos níveis codificados -1, 0 e +1, baixo, central e alto, respectivamente (Tabela 2). Para análise dos resultados obtidos no planejamento foi utilizado o software STATISTICA®, versão 8.0.

Tabela 2: Níveis reais e codificados das variáveis avaliadas no planejamento 3^2 .

Variáveis independentes	Valores codificados		
	+1	0	-1
	Valore reais		
Densidade de corrente (mA/cm^2)	20	40	60
pH	4	6	8

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tabela 3, temos a matriz experimental completa com as variáveis: densidade de corrente ($j = \text{mA}/\text{cm}^2$), pH e os valores dependentes (resposta): percentual em massa de Co (wt%), percentual em massa de Fe (wt%), percentual em massa de Mo (wt%) e eficiência de corrente (%).

Tabela 3: Matriz do planejamento fatorial 3^2 (variáveis e respostas).

EXP.	j (mA/cm^2)	pH do banho	Co (wt%)	Fe (wt%)	Mo (wt%)	EC (%)
1	- (60)	+ (4)	25,47	22,37	52,16	7,76
2	- (60)	0 (6)	29,17	25,00	45,83	7,49
3	- (60)	- (8)	35,96	15,18	48,86	6,04
4	0 (40)	+ (4)	43,78	9,77	46,45	14,18
5	0 (40)	0 (6)	25,02	27,50	47,48	9,57
6	0 (40)	- (8)	32,16	20,96	46,88	7,52
7	+ (20)	+ (4)	45,12	12,48	42,40	36,32
8	+ (20)	0 (6)	39,05	14,85	46,10	13,56
9	+ (20)	- (8)	30,27	25,27	44,46	9,24
10	0 (40)	0 (6)	24,67	28,69	46,64	9,07

Observa-se nos resultados de composição química (Tab. 3) que o molibdênio foi depositado em maior quantidade na maioria dos experimentos. Já o ferro apresentou a menor proporção percentual em massa na maioria dos experimentos, desta forma, pode-se afirmar a deposição da liga Mo-Co-Fe. Os efeitos das variáveis de entrada (densidade de corrente e pH), sobre percentual das composições em massa de Co (wt%), Fe (wt%) e Mo (wt%), são apresentados nas Figuras 1, 2 e 3.

Através da superfície de resposta para o Co, na Figura 1 podemos observar que em valores de densidade de corrente entre 20 e 40 (mA/cm²) e pH 4 foram obtidos os maiores percentuais de cobalto. E na densidade de corrente 60 mA/cm² e pH 4 teve o menor percentual de cobalto. Desta forma, nota-se que a variável densidade de corrente apresentou uma maior influência sobre a redução do Co em relação ao pH do banho.

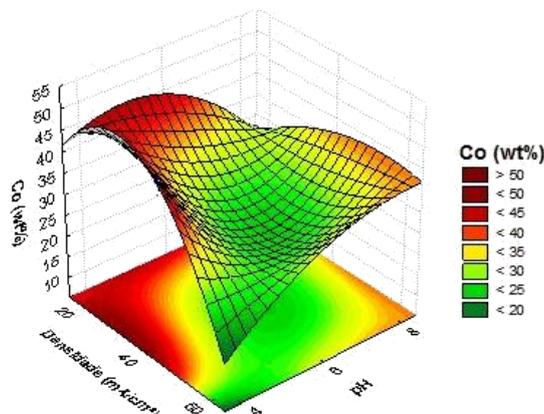


Figura 1: Superfície de resposta do percentual em massa do cobalto (wt%): densidade de corrente (mA/cm²) vs. pH.

Observa-se na Figura 2 que em toda faixa de densidade de corrente (20 a 60 mA/cm²) e valores de pH entre 4 e 6 obtiveram-se o maior percentual em massa de ferro. E os menores percentuais foram obtidos em valores de densidade de corrente entre 20 e 40 (mA/cm²) e pH 4.

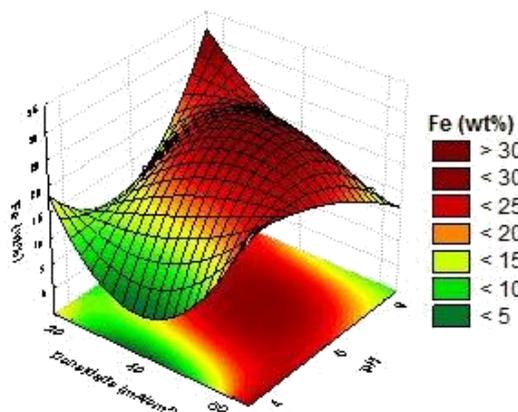


Figura 2: Superfície de resposta do percentual em massa de ferro (wt%): densidade de corrente (mA/cm²) vs. pH.

Na Figura 3, nota-se a influência das variáveis avaliadas neste estudo sobre a proporção percentual em massa de molibdênio no revestimento. Observa-se que o maior percentual em massa de Mo foi obtido com a densidade de corrente de 60 mA/cm² e com o pH 4. Já os menores valores do de Mo foram obtidos com a densidade de corrente de 20 mA/cm² e pH 4.

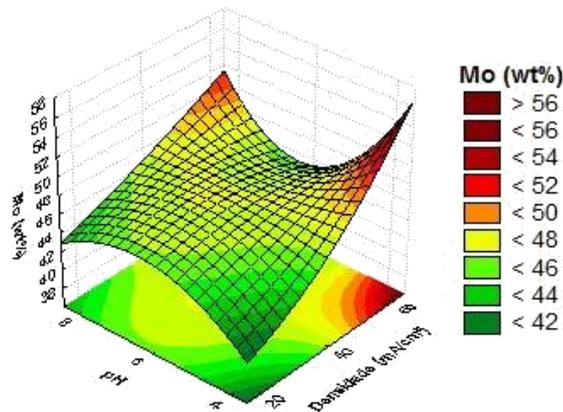


Figura 3: Superfície de resposta em percentual de massa do molibdênio (wt%): densidade de corrente (mA/cm²) vs. pH.

Na superfície de resposta para o percentual da eficiência de corrente (EC), Figura 4, nota-se que os maiores valores foram obtidos quando a densidade de corrente foi avaliada em 20 mA/cm² e pH 4. Já os menores valores foram obtidos com densidade de corrente entre 40 e 60 (mA/cm²) e pH entre 4 e 8. Portanto, observa-se que os melhores resultados para EC foram obtidos na menor densidade de corrente avaliada, esta observação é importante do ponto de vista industrial, pois permite uma maior eficiência do processo utilizando-se uma baixa energia para eletrodeposição da liga. Este comportamento pode estar associado com a elevação do percentual do cobalto depositado, pois a maior eficiência de corrente foi obtida para o experimento que apresentou a maior proporção do cobalto.

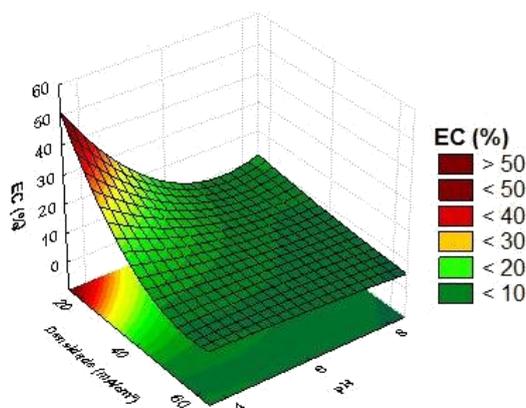


Figura 4: Superfície de resposta da eficiência de corrente (EC, %): densidade de corrente (mA/cm²) vs. pH.

4. CONCLUSÕES

A liga de Mo-Co-Fe pode ser obtida com sucesso por eletrodeposição, seguindo os parâmetros operacionais estabelecidos neste estudo.

Os resultados de composição química mostraram que o Mo depositou-se em maior quantidade na maioria dos experimentos, seguido do Co e em menor quantidade o Fe. O maior percentual de Co (45,12 wt%) foi obtido nas condições: 20 mA/cm² e pH 4; o maior percentual de Fe (28,69 wt%) foi alcançado nas condições: 40 mA/cm² e pH 6 e a maior quantidade de Mo (45,18 wt%) foi obtida nas condições: 60 mA/cm² e pH 4. O melhor percentual da eficiência de corrente obtido foi de 36,32%, no experimento 7, obtidos nas seguintes condições operacionais: 20 mA/cm² e pH 4.

5. REFERÊNCIAS

BRENNER, A. **Electrodeposition of alloys: principles and practice**. New York and London: Academic Press, v.1, p.1-74, 1963.

OLIVEIRA, A. L. M.; COSTA, J. D.; SOUZA, M. B.; ALVES, J. J. N.; CAMPOS, A. R. N., SANTANA, R. A. C.; PRASAD, S. Studies on electrodeposition and characterization of the Ni-W-Fe alloys coatings. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 619, p. 697-703, 2015.

SANTANA, R. A. C.; CAMPOS, A. R. N.; PRASAD, S. Otimização do banho eletrolítico da liga Fe-W-B resistente à corrosão. **Química Nova**, v. 3, n. 2, p. 360-365, 2007.

SANTANA, R. A. C.; CASIANO, P. N. S.; OLIVEIRA, A. L. M.; et al. Otimização dos constituintes do banho eletrolítico da liga Ni-Mo obtida por eletrodeposição. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 5, n. 2, p. 1-11, 2010.