



Obtenção da liga Ni-W-P por eletrodeposição sobre aço carbono

Heleno da Costa Neto¹
Arthur Filgueira de Almeida²
Renato Alexandre Costa de Santana³

RESUMO

A eletrodeposição tem sido uma das técnicas mais importantes para a obtenção de revestimentos protetores devidos ao seu baixo custo e à possibilidade de fabricar ligas que seriam muito difíceis de se obter utilizando outras técnicas. O objetivo deste trabalho foi desenvolver e otimizar os parâmetros de eletrodeposição (pH e densidade de corrente) para obtenção da liga Ni-W-P. O planejamento experimental rotacional foi uma importante ferramenta para otimizar os parâmetros envolvidos. Os revestimentos obtidos foram caracterizados quanto à sua composição química e eficiência de corrente catódica. Com o aumento do pH foram obtidos o maior teor de níquel no revestimento. Em pH ácido foram obtidos os maiores teores de W e em pH neutro ocorreu o aumento do teor de P. A liga com composição Ni 86wt% W 2wt% e P 12wt% foi a que apresentou a maior eficiência de deposição 34%.

Palavras-chave: Planejamento Experimental, Revestimentos Metálicos, Eletrodeposição, Aço 1020.

INTRODUÇÃO

A corrosão é responsável por diversos prejuízos industriais. De acordo com a NACE, os custos para países desenvolvidos podem chegar a 4% do PIB, trazendo para escala mundial, esse número pode chegar a 2,5 trilhões de dólares. Os danos causados por corrosão e, conseqüentemente as perdas econômicas, evidenciam a necessidade de novas alternativas contra corrosão serem consideradas já na fase de projeto de grandes instalações industriais para que possam ser minimizados os futuros processos corrosivos. Por isso, faz-se necessário o desenvolvimento de materiais que visem mitigar o efeito da corrosão (GAVRILA et al., 2000; HARB et al., 2020; SANTANA et al., 2007).

A obtenção de materiais resistentes à corrosão podem ser produzidos de diversas técnicas e uma delas é a eletrodeposição. Apesar da existência de outras formas de obtenção desses revestimentos, a eletrodeposição é uma técnica que oferece melhores alternativas para a indústria, devido ao seu baixo custo quando comparado a outras técnicas, além de ser

¹ Mestrando do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Federal Campina Grande - UFCG, netohelleno@gmail.com;

² Doutorando do Curso de Engenharia Química da Universidade Federal de Campina Grande - UFCG, arthur.filgueira@eq.ufcg.edu.br;

³ Professor orientador: Doutor, Engenharia de Processos - UFCG, renatoacs@ufcg.edu.br.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.



facilmente ajustável às necessidades industriais (YAO et al., 1996). A eletrodeposição apresenta um enorme potencial para a indústria e engenharia. Além de apresentar revestimentos com excelentes qualidades, são conhecidos os diversos fatores que influenciam na qualidade do produto final. Quando parâmetros como temperatura, pH, densidade de corrente e composição do banho eletroquímico são ajustados para suas condições otimizadas é possível obter revestimentos com excelentes qualidades (YU et al., 2017).

Segundo POROCH-SERITAN e colaboradores, (2011), o pH tem forte influência na eficiência de deposição, nas propriedades físicas, nas tensões internas e composição química dos revestimentos. A densidade de corrente controla composição química, microestrutura, taxa de deposição e eficiência de corrente (BELTOWSKA-LEHMAN, 2002; SANTANA et al., 2006). Dessa forma, conhecendo os parâmetros ótimos é possível obter excelentes revestimentos.

Este trabalho teve como objetivo avaliar o efeito do pH e da densidade de corrente nas ligas Ni-W-P obtidas por eletrodeposição. Como ferramenta de análise e otimização de dados, foi utilizado um planejamento experimental associado à Metodologia de Superfície de Resposta (MRS). Além de caracterizar os revestimentos quanto à composição química,

METODOLOGIA

ELETRODEPOSIÇÃO

O banho eletroquímico utilizado para o desenvolvimento desse trabalho foi preparado utilizando reagentes com alto grau de pureza e água destilada. As concentrações e reagentes são mostrados na Tabela 1.

Tabela 1 Formulação dos reagentes para eletrodeposição da liga Ni-W-P.

Reagentes	Concentração (mol/L)
$C_6H_5Na_3O_7$	0,35
$NiSO_4 \cdot 6H_2O$	0,05
$Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$	0,30
$NaPH_2O_2 \cdot H_2O$	0,05
$(NH_4)_2SO_4$	0,10

O substrato de aço SAE 1020 com área de 2,25cm² utilizado para a eletrodeposição passou pelo tratamento mecânico onde foram utilizadas lixas de carbetto de silício com granulometrias de 80, 100, 320, 400, 600, 800 e 1200. Em seguida o substrato foi tratado



quimicamente utilizando hidróxido de sódio (NaOH) 10% para retirada de resíduos presentes na superfície e ácido sulfúrico (H₂SO₄) 1% para a ativação da superfície.

A eletrodeposição foi realizada através de uma célula eletroquímica convencional com temperatura de 60°C e um sistema de três eletrodos, sendo um de referência de prata cloreto de prata (Ag/AgCl), um catodo de aço e um anodo de platina. A eletrodeposição foi conduzida com o auxílio de um potenciostato/galvanostato Autolab PGSTAT 302N.

PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

O planejamento experimental foi usado como uma ferramenta de otimização do processo de eletrodeposição, foi utilizado um Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) 2² com 2 pontos axiais e 2 pontos centrais, totalizando 10 experimentos. As variáveis e níveis de experimentos podem ser observadas na Tabela 2.

Tabela 2 Níveis e variáveis do planejamento fatorial quadrático 2² com 2 pontos centrais.

Variáveis/níveis	-1.41	-1	0	+1	+1.41
pH	4,17	5,0	7,0	9,0	9,82
Densidade de corrente (mA/cm ²)	41,72	50	90	130	154,8

COMPOSIÇÃO QUÍMICA

A composição química foi determinada pela técnica de Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDX) usando um espectrômetro de energia dispersiva por raios X, EDX-Shimadzu modelo 720.

REFERENCIAL TEÓRICO

A eletrodeposição baseia-se nos conceitos da eletroquímica, mais especificamente em reações de oxirredução, dessa forma, espécies químicas (íons) são reduzidas e depositam-se sobre a superfície de um material pela passagem de uma corrente elétrica, geralmente contínua. Assim, podem-se obter depósitos de metais puros ou ligas com diferentes composições, além de propriedades físicas e químicas características dependendo dos metais utilizados no revestimento. As propriedades do revestimento, assim como sua espessura, vão depender de fatores como, por exemplo, da densidade de corrente utilizada no processo, da



temperatura do banho eletrolítico, da concentração dos sais dos metais, da presença ou ausência de aditivos, entre outras (ALMEIDA, 2019).

Os revestimentos metálicos são camadas finas formadas por metais puros ou ligas metálicas entre um material e meio externo. Esses revestimentos podem ser utilizados para melhorar as propriedades de proteção contra corrosão do material, melhorar as propriedades de condutividade elétrica, aumentar a dureza, melhorar o aspecto físico, entre outras propriedades dependendo do tipo de metal utilizado no revestimento e da aplicação do material recoberto(COSTA, 2012).

A deposição de ligas Ni-W-P é regida pela deposição induzida que é caracterizada pela dependência de metais como, tungstênio, molibdênio e germânio, que não conseguem ser depositados sem a presença de metais do grupo ferro. Dessa forma os metais pertencentes ao grupo ferro induz a deposição desses metais, assim os metais que não conseguem serem depositados sozinhos são denominados metais relutantes. Quando comparado aos outros tipos de deposição, a induzida oferece maior incerteza com relação ao efeito das variáveis sobre a composição química (BRENNER, 1963; QUEIROGA, 2019)

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A matriz do planejamento experimental presente na Tabela 3, apresenta os resultados de composição química para as ligas Ni-W-P obtidas pelo processo de eletrodeposição, avaliando o efeito do pH da solução e a densidade de corrente.

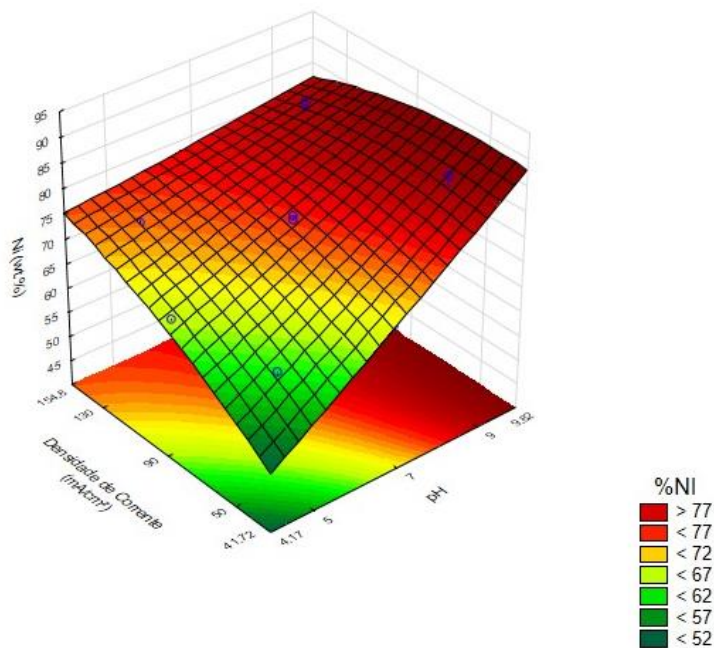


Tabela 3 Resultados de composição química e eficiência de deposição.

4	Experimento	pH	Densidade (mA/cm ²)	Ni (wt%)	W (wt%)	P (wt%)
	1	-1 (5)	-1 (50)	63	28	9
	2	-1 (5)	1(130)	74	12	14
	3	1 (9)	-1 (50)	86	2	12
	4	1 (9)	1 (130)	84	3	13
	5	-1,41 (4,17)	0 (90)	67	23	10
	6	1,41 (9,82)	0 (90)	84	3	13
	7	0 (7)	-1,41 (41,72)	68	21	11
	8	0 (7)	1,41 (154,8)	78	8	14
	9	0 (7)	0 (90)	76	11	13
	10	0 (7)	0 (90)	77	9	14

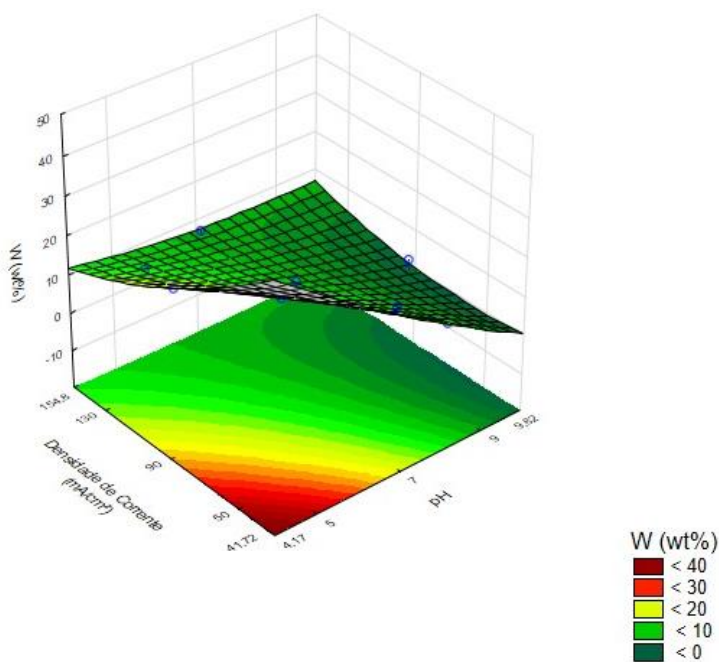
Os resultados descritos na Tabela 3 foram utilizados para gerar as curvas de superfície de resposta, através das curvas é possível observar a influência das variáveis estudadas na determinação do teor de cada elemento presente na liga. A Figura 1 representa o teor de Ni presente na liga, é possível observar que os maiores teores de Ni foram obtidos em pH mais elevados e densidades de corrente em nível medio para baixo. Logo os maiores teores de Ni foram obtidos nas seguintes condições, pH 9 e 9,82 e densidade de corrente entre 130 e 50mA/cm², favoreceram a deposição do Ni, produzindo uma liga com teores de 80 wt%.

Figura 1 - Superfície de resposta do efeito do pH vs densidade de corrente para teor de Ni



Analisando a Figura 2 é possível observar que a deposição do W favorecida em pH ácido e densidades de corrente mais baixas, ou seja, com pH entre 4,17 e 5, e densidade de corrente entre 41.72 e 90mA/cm² o tungstênio foi depositado em maiores quantidades. Esse comportamento é totalmente distinto a deposição do Ni, ou seja, quando o Ni foi depositado em maiores teores, o W foi depositado em menor quantidade, ou seja, quando muita energia é gasta para depositar Ni, não são depositados teores mais elevados de W.

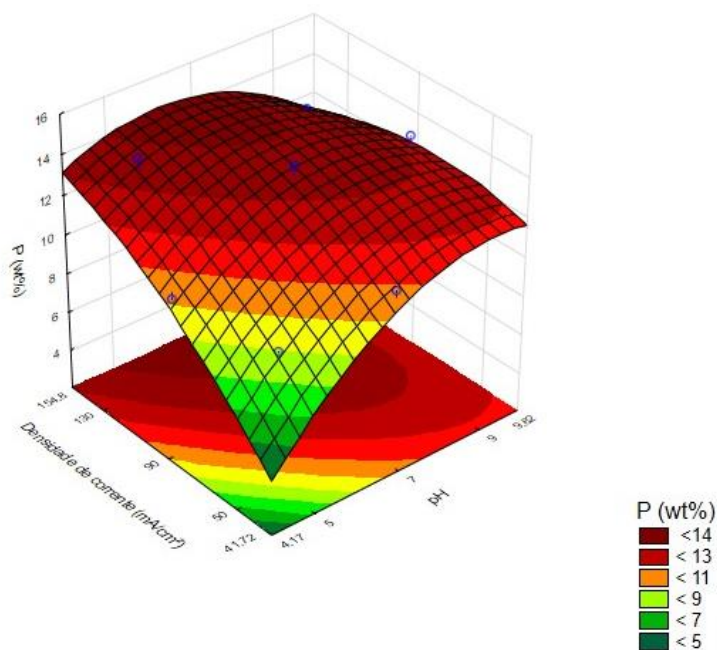
Figura 2 - Superfície de resposta do efeito do pH vs densidade de corrente para teor de W.





Para a deposição do fósforo foi identificado um comportamento totalmente distinto dos outros elementos. Embora a deposição do P tenha quase que se mantida constante durante todos os experimentos, sendo esse comportamento característico do P segundo Morikawa (1997). A deposição do P para maiores quantidades é obtida em pH neutro e densidade de corrente mais altas, assim é possível obter teores mais elevados de P nos experimentos.

Figura 3 - Superfície de resposta do efeito do pH vs densidade de corrente para teor de P.



CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os experimentos realizados comprovaram que é possível obter revestimentos de Ni-W-P sobre o aço SAE 1020. O planejamento experimental mostrou-se uma ótima ferramenta de otimização e análise dos fatores que exercem maior influência no processo de obtenção da liga metálica. A composição química dos revestimentos obteve bastante influência dos parâmetros estudados, com o aumento do pH é possível obter revestimentos com maior quantidade de níquel, com o pH neutro é possível observar melhor deposição do fósforo e em pH ácido foi favorecido a deposição do W.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) e ao LaMMEA pelo fornecimento de parte dos insumos para o desenvolvimento deste trabalho.



REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, A. FILGUEIRA DE. O ESTUDO DA ELETRODEPOSIÇÃO DE LIGAS DE Ni-Mo UTILIZANDO GLUCONATO DE SÓDIO COMO COMPLEXANTE. 2019.
- BELTOWSKA-LEHMAN, E. Electrodeposition of protective Ni-Cu-Mo coatings from complex citrate solutions. **Surface and Coatings Technology**, v. 151–152, p. 440–443, 2002.
- BRENNER, A. B. T.-E. OF A. (ED.). Electrodeposition of Alloys: PRINCIPLES and PRACTICE. In: **Electrodeposition of Alloys**. [s.l.] Elsevier, 1963. p. ii.
- COSTA, J. D. **OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE ELETRODEPOSIÇÃO DA LIGA Co-Fe**. [s.l.] Universidade Federal de Campina Grande, 2012.
- GAVRILA, M. et al. Corrosion behaviour of zinc-nickel coatings, electrodeposited on steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 123, p. 164–172, 2000.
- HARB, S. V. et al. Effective corrosion protection by eco-friendly self-healing PMMA-cerium oxide coatings. **Chemical Engineering Journal**, v. 383, n. October, p. 123219, 2020.
- MORIKAWA, T. Electrodeposition of Ni-P alloys from Ni-citrate bath. v. 42, n. 1, p. 1–4, 1997.
- POROCH-SERITAN, M. et al. Design of experiments for statistical modeling and multi-response optimization of nickel electroplating process. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 89, n. 2, p. 136–147, 2011.
- QUEIROGA, R. A. Obtenção e caracterização da liga Ni-Co-P obtida por eletrodeposição. 2019.
- SANTANA, R. A. C. et al. Electrodeposition and corrosion behaviour of a Ni-W-B amorphous alloy. **Journal of Applied Electrochemistry**, v. 36, n. 1, p. 105–113, 2006.
- SANTANA, R. A. C. et al. Studies on electrodeposition of corrosion resistant Ni-Fe-Mo alloy. **Journal of Materials Science**, v. 42, n. 7, p. 2290–2296, 2007.
- YAO, S. et al. with High Corrosion Resistance. v. 52, n. 3, p. 183–186, 1996.
- YU, J. et al. Effects of Sodium Hypophosphite on the Behaviors of Electrodeposited NiWP Alloy Coatings. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 26, n. 8, p. 3915–3920, 2017.