

Universidade de Brasília – UnB
Faculdade UnB Gama – FGA
Engenharia Aeroespacial

Eletrodeposição de Níquel com e sem SiC

Autor: Hannah Marrocos Neves
Orientador: Prof. Rhander Viana

Brasília, DF
2020



Hannah Marrocos Neves

Eletrodeposição de Níquel com e sem SiC

Monografia submetida ao curso de graduação em Engenharia Aeroespacial, da Universidade de Brasília, FGA, como requisito parcial para obtenção do Título de Bacharel em Engenharia Aeroespacial.

Universidade de Brasília – UnB

Faculdade UnB Gama – FGA

Orientador: Prof. Rhander Viana

Brasília, DF

2020

Hannah Marrocos Neves

Eletrodeposição de Níquel com e sem SiC

Monografia submetida ao curso de graduação em Engenharia Aeroespacial, da Universidade de Brasília, FGA, como requisito parcial para obtenção do Título de Bacharel em Engenharia Aeroespacial.

Trabalho aprovado. Brasília, DF, 14 de dezembro de 2020:

Prof. Rhander Viana
Orientador

MSc. Danilo dos Santos Oliveira
Convidado 1

Eng. João Carlos Wohlgemuth
Convidado 2

Brasília, DF
2020

Resumo

A eletrodeposição é um procedimento muito eficaz para o revestimento de metais e bastante usado na indústria moderna. Apesar dos diferentes tipos de materiais, que podem ser usados na eletrodeposição, capazes de oferecer uma boa resistência mecânica ao metal revestido, o Níquel é uma excelente opção por suportar altas temperaturas, poder ser empregado no revestimentos de uma grande variedade de ligas metálicas e por ser um dos mais econômicos. Utilizando o processo de eletrodeposição e como soluto a solução de Brenner, 4 amostras de aço ABNT 1020 foram devidamente preparadas e revestidas de NiP em 4 combinações diferentes: 1 amostra sem adição de SiC e sem o uso do agitador magnético, 1 amostra sem adição de SiC e com o uso do agitador magnético, 1 amostra com adição de SiC e sem o uso do agitador magnético e 1 amostra com adição de SiC e com o uso do agitador magnético. Após feito o experimento, todas as amostras foram submetidas aos ensaios de espessura, massa, rugosidade e MEV/EDS a fim de constatar os resultados provenientes do experimento.

Palavras-chave: Eletrodeposição. Níquel. Aço ABNT 1020. Resistência mecânica.

Lista de ilustrações

Figura 1 – Desgaste por abrasão para revestimentos de níquel químico (avaliação da perda de massa com o tempo).	11
Figura 2 – Representação do processo de eletrodeposição.	14
Figura 3 – Fluxograma do experimento.	15
Figura 4 – Comparativo de espessuras das amostras antes e depois da eletrodeposição. Obs: A espessura está variando apenas de 4,5mm até 4,8mm com a intenção de ampliar a região no qual mostra a dispersão.	18
Figura 5 – Comparativo de massas das amostras antes e depois da eletrodeposição. Obs: A massa está variando apenas de 6,9g até 7,3g com a intenção de ampliar a região no qual mostra a dispersão.	19
Figura 6 – Comparativo de Rugosidade média (RA) das amostras antes e depois da eletrodeposição.	20
Figura 7 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 0.	21
Figura 8 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 1.	22
Figura 9 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 2.	23
Figura 10 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 3.	24
Figura 11 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 4.	25
Figura 12 – Caracterização superficial da amostra 0. (A) Aumento de 200x, (B) Aumento de 600x, (C) Aumento de 2000x parte A, (D) Aumento de 2000x parte B, (E) Aumento de 4000x e (F) Aumento de 8000x.	26
Figura 13 – Caracterização superficial da amostra 1. (A) Aumento de 200x, (B) Aumento de 600x, (C) Aumento de 2000x parte A, (D) Aumento de 4000x parte B, (E) Aumento de 8000x e (F) Aumento de 12000x.	27
Figura 14 – Caracterização superficial da amostra 2. (A) Aumento de 200x, (B) Aumento de 600x, (C) Aumento de 2000x parte A, (D) Aumento de 4000x parte B, (E) Aumento de 8000x e (F) Aumento de 12000x.	28
Figura 15 – Caracterização superficial da amostra 3. (A) Aumento de 200x, (B) Aumento de 600x, (C) Aumento de 2000x parte A, (D) Aumento de 4000x parte B, (E) Aumento de 8000x e (F) Aumento de 12000x.	29
Figura 16 – Caracterização superficial da amostra 4. (A) Aumento de 200x, (B) Aumento de 600x, (C) Aumento de 2000x parte A, (D) Aumento de 4000x parte B, (E) Aumento de 8000x e (F) Aumento de 20000x.	30

Lista de tabelas

Tabela 1 – Concentração dos Compostos utilizados na Solução de Brenner.	13
Tabela 2 – Características da deposição.	15
Tabela 3 – Organização das amostras.	18
Tabela 4 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 0.	21
Tabela 5 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 1.	22
Tabela 6 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 2.	23
Tabela 7 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 3.	24
Tabela 8 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 4.	25

Lista de abreviaturas e siglas

LMM	Laboratório de Microscopia e Microanálise
IB	Instituto de Ciências Biológicas
UnB	Universidade de Brasília
RA	Rugosidade Média
RQ	Rugosidade Quadrática Média
Fe	Ferro
Co	Monóxido de Carbono
Ni	Níquel
NiP	Níquel Fósforo
SiC	Carbeto de Silício
Al ₂ O ₃	Óxido de Alumínio
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
EDS	Espectroscopia por Energia Dispersiva
NiSO ₄	Sulfato de Níquel (II)
NiCl ₂	Cloreto de Níquel
Na ₂ SO ₄	Sulfato de Sódio
H ₃ PO ₄	Ácido Fosfórico
H ₃ PO ₃	Ácido Fosforoso
C	Carbono
O	Oxigênio
Na	Sódio
Si	Silício
P	Fósforo

Cl	Cloro
Zn	Zinco
S	Enxofre
Al	Alumínio

Lista de símbolos

μm

Mícron

Sumário

1	INTRODUÇÃO	10
2	MATERIAIS E MÉTODOS	13
2.1	Preparação das amostras	13
2.2	Solução de Brenner	13
2.3	Eletrodeposição	14
2.4	Ensaio de Espessura	16
2.5	Ensaio de Massa	16
2.6	Ensaio de Rugosidade	16
2.7	Ensaio de análise química por EDS	16
2.8	Ensaio de caracterização superficial por MEV	17
3	RESULTADOS	18
3.1	Espessura	18
3.2	Massa	19
3.3	Rugosidade	20
3.4	MEV/EDS	21
3.5	Caracterização superficial	26
4	CONCLUSÃO	31
	REFERÊNCIAS	32

1 Introdução

A eletrodeposição é um processo que pode oferecer resultados muito relevantes para as indústrias nas quais se fazem interessadas em trabalhar com metais revestidos ou blindados, de forma a melhorar o desempenho superficial do mesmo. Atualmente, é um processo bastante comum na área de tratamento de superfícies metálicas, por proporcionar resistência à corrosão, abrasão e temperatura, aumento da dureza, melhoria da estética, entre outros.

Este processo pode ser empregado no tratamento de superfícies de diversos modelos de peças, e dependendo da geometria da peça, podem ser adotados diferentes métodos de tratamento, e até mesmo diferentes tipos de materiais.

No passado, durante um longo período de tempo, as camadas de cromo eram um dos materiais mais utilizados no setor metal-mecânico. No entanto, o mesmo apresentava uma grande limitação de uso quando exposto a temperaturas muito elevadas e, assim, comprometendo as propriedades mecânicas do substrato revestido. Além de significativos impactos/prejuízos ao meio ambiente, devido à exposição e ao descarte dos resíduos tóxicos resultantes participantes do processo industrial de obtenção destas camadas em ambientes aquáticos. Sendo assim, há um bom tempo, as indústrias vêm procurando e testando a substituição do cromo por ligas metálicas. Em razão de ligas metálicas terem uma boa resistência à corrosão e gerar resíduos descartáveis bem menos prejudiciais ao meio ambiente. (MELO, 2009)

Contudo, a deposição em meio aquoso destes metais exige a presença de elementos como Fe, Co ou Ni. Neste artigo, é analisado o uso do níquel na eletrodeposição, pelo mesmo já possuir vários resultados e aplicações satisfatórios na indústria metal-mecânica em virtude de propiciar melhoria na resistência mecânica em meio a altas temperaturas, resistência à corrosão e gerar camadas capazes de apresentar boa ductilidade e alta dureza para uma grande variedade de ligas metálicas. (MELO, 2009)

A corrosão consiste na deterioração dos materiais pela ação química ou eletroquímica do meio, podendo estar ou não associado a esforços mecânicos. O controle de corrosão eletroquímica pode ser por meio de reações de oxidação, reações de redução ou misto. Os materiais metálicos podem possuir resistência própria a determinados meios corrosivos. Esta resistência está associada à passivação do material no meio corrosivo considerado, o qual é função da composição química do material. Dentre os elementos de liga que formam a camada passiva podemos citar: alumínio, cromo, titânio, níquel, dentre outros.

Composições como a de NiP são requisitadas atualmente nas indústrias por permitirem ser tratados termicamente para a obtenção de um revestimento com maior dureza e

resistência ao desgaste. "Revestimentos de níquel fósforo podem ser tratados termicamente, e atingir dureza de aproximadamente 1000 Hv. Existe também a possibilidade de tratar termicamente revestimentos de NiP com incorporação de partículas, conferindo desta forma dureza e resistência ao desgaste superiores em relação ao revestimento de NiP sem partículas com tratamento térmico. Comumente, os revestimentos de níquel são nobres e, por esta razão, são utilizados para a proteção contra a corrosão do substrato. Além disso, o revestimento de níquel pode propiciar ao substrato resistência ao desgaste. No entanto, as propriedades de dureza e resistência ao desgaste dependerão da composição do revestimento obtido."(MALFATTI, 2000)

"O emprego do NiP tem aumentado e apresenta um mercado muito promissor. A proteção de equipamentos e de componentes utilizados na exploração de petróleo em águas profundas, na exploração de minérios e na indústria química é uma aplicação clássica do NiP, sendo usado originalmente nos equipamentos e componentes e/ou manutenção destes. O NiP pode encontrar muitas aplicações, devido à obtenção de vários tipos de revestimento com diferentes teores de fósforo que podem apresentar diversas propriedades. Porém, esta grande variedade no teor de fósforo tem gerado confusão e má utilização do revestimento por não se ter conhecimento pleno de suas propriedades."(CARDOSO, 2006)

Na Figura 1 é apresentado os resultados dos testes feitos com a intenção de mostrar a variação de massa do substrato revestido em relação ao tempo, isto é, o quanto foi o desgaste do revestimento de quando o NiP está e não está incorporado de partículas com o passar do tempo.

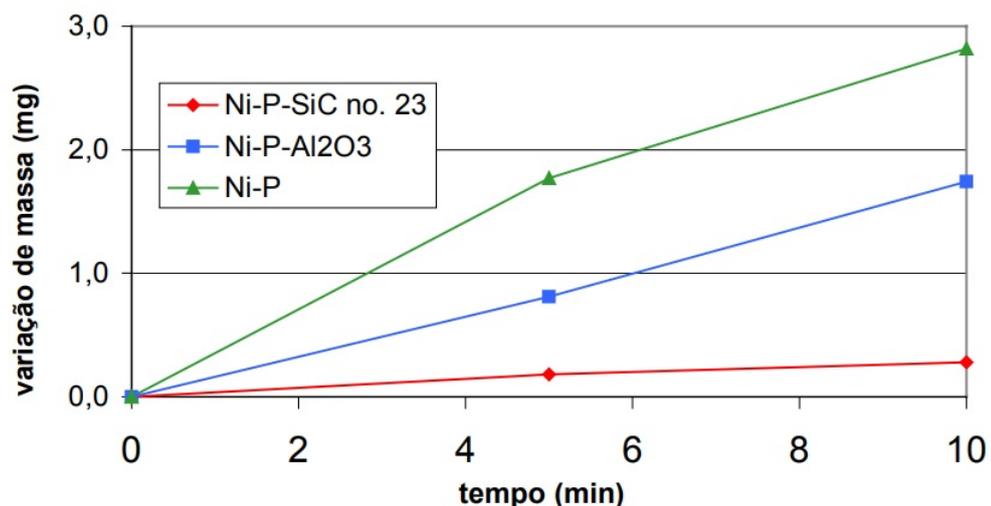


Figura 1 – Desgaste por abrasão para revestimentos de níquel químico (avaliação da perda de massa com o tempo).

Fonte – (MALFATTI, 2000)

Então, apesar do revestimento de níquel já proporcionar um melhor desempenho quanto ao desgaste, a incorporação de partículas como o SiC agrega ainda mais resistência ao desgaste do revestimento.

"O revestimento NiP sem incorporação de partículas foi o que apresentou maior perda de massa, confirmando desta forma que a incorporação de partículas, como Al_2O_3 ou SiC, em uma matriz de níquel, aumenta a resistência ao desgaste do revestimento metálico, constituindo desta forma uma alternativa para substituição, em algumas aplicações, de revestimentos como o cromo duro."(MALFATTI, 2000)

O objetivo deste trabalho é averiguar e constatar a eficácia do revestimento de NiP, com e sem adição de SiC ao soluto, em aço ABNT 1020 com relação ao prolongamento da vida útil do mesmo. Tomando por base a solução de Brenner e contando com o uso de um agitador magnético, 4 amostras de aço ABNT 1020 foram devidamente preparadas e revestidas de Ni-P em 4 combinações diferentes: 1 amostra sem adição de SiC e sem o uso do agitador magnético, 1 amostra sem adição de SiC e com o uso do agitador magnético, 1 amostra com adição de SiC e sem o uso do agitador magnético e 1 amostra com adição de SiC e com o uso do agitador magnético. Após feito o experimento, todas as amostras foram submetidas aos ensaios de espessura, massa, rugosidade e MEV/EDS a fim de constatar os resultados provenientes do experimento.

2 Materiais e Métodos

2.1 Preparação das amostras

O material escolhido para metal de base das amostras foi o Aço 1020 em forma de barra chata, com espessura aproximada de 4,65mm e largura de 12,7mm. A partir da barra chata foram retiradas 15 secções de aproximadamente 25mm de comprimento, essas secções foram agrupadas em grupos de 5 peças e então fresadas.

A medida final das amostras ficou em 10mm de largura por 20mm de comprimento. A superfície das amostras foi preparada com lixamento progressivo a partir da granulometria 200 até a granulometria 1200 e então foram submetidas à análise de rugosidade. As amostras também foram submetidas a medições de espessura após o lixamento utilizando-se de micrômetro.

Os corpos de prova foram então guardados submergidos em óleo solúvel para evitar a corrosão da superfície.

Antes de executar o experimento, os corpos de prova foram limpos utilizando-se de uma solução decapante e em sequência foram submersos em álcool isopropílico, sendo secados após isso utilizando-se de estopa. Após a limpeza, foi utilizado ácido sulfúrico 72% para ativação da superfície, deixando cada corpo de prova submerso por um período de aproximadamente 1 minuto.

2.2 Solução de Brenner

Dentre as diversas soluções que podem ser escolhidas para realizar o processo de eletrodeposição em aço carbono, neste trabalho a mistura escolhida para efetuar o experimento foi a “solução de Brenner”, composto que leva o nome do seu criador, no qual consiste em um soluto onde são predominantes os elementos níquel (NI) e fósforo (P). (BRENNER, 1984)

Tabela 1 – Concentração dos Compostos utilizados na Solução de Brenner.

Composto	Concentração
NiSO ₄	210 g/L
NiCl ₂	60 g/L
Na ₂ SO ₄	50 g/L
H ₃ PO ₄	50 g/L
H ₃ PO ₃	20 g/L

Os compostos da Tabela 1 foram dissolvidos em água destilada de forma a obter o volume final de 5L de solução de Brenner.

Posteriormente, com auxílio de uma balança de precisão, foi adicionado 10g de carbeto de silício (SiC) em 200mL da solução de Brenner.

2.3 Eletrodeposição

A Figura 2 mostra uma ilustração da montagem do experimento para a eletrodeposição dos revestimentos testados.

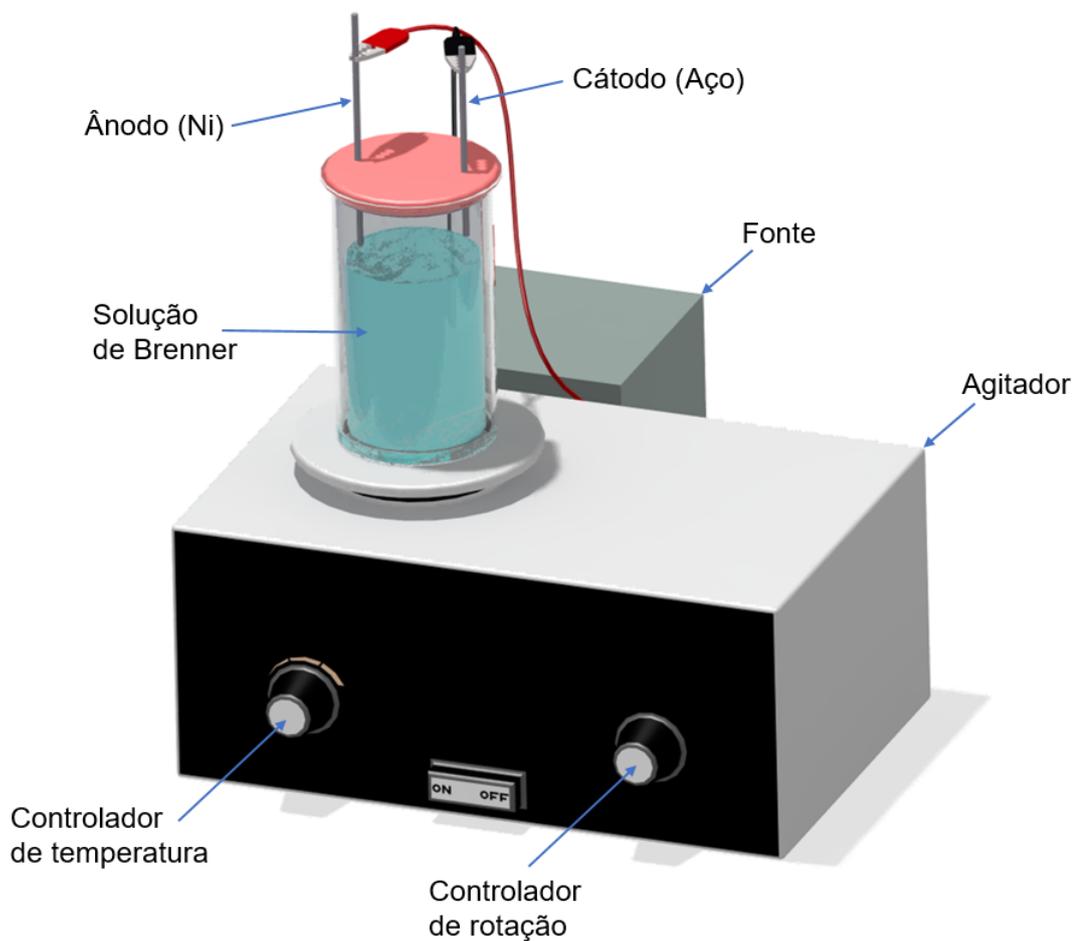


Figura 2 – Representação do processo de eletrodeposição.

A Tabela 2 mostra as condições estabelecidas para a eletrodeposição dos revestimentos ensaiados.

Tabela 2 – Características da deposição.

Temperatura do banho	60 °C
Tempo de experimento	35 minutos
Corrente aplicada	0,21 A
Tensão aplicada	5 V

A Figura 3 mostra um fluxograma que resume a metodologia estabelecida na execução dos ensaios de realizados.

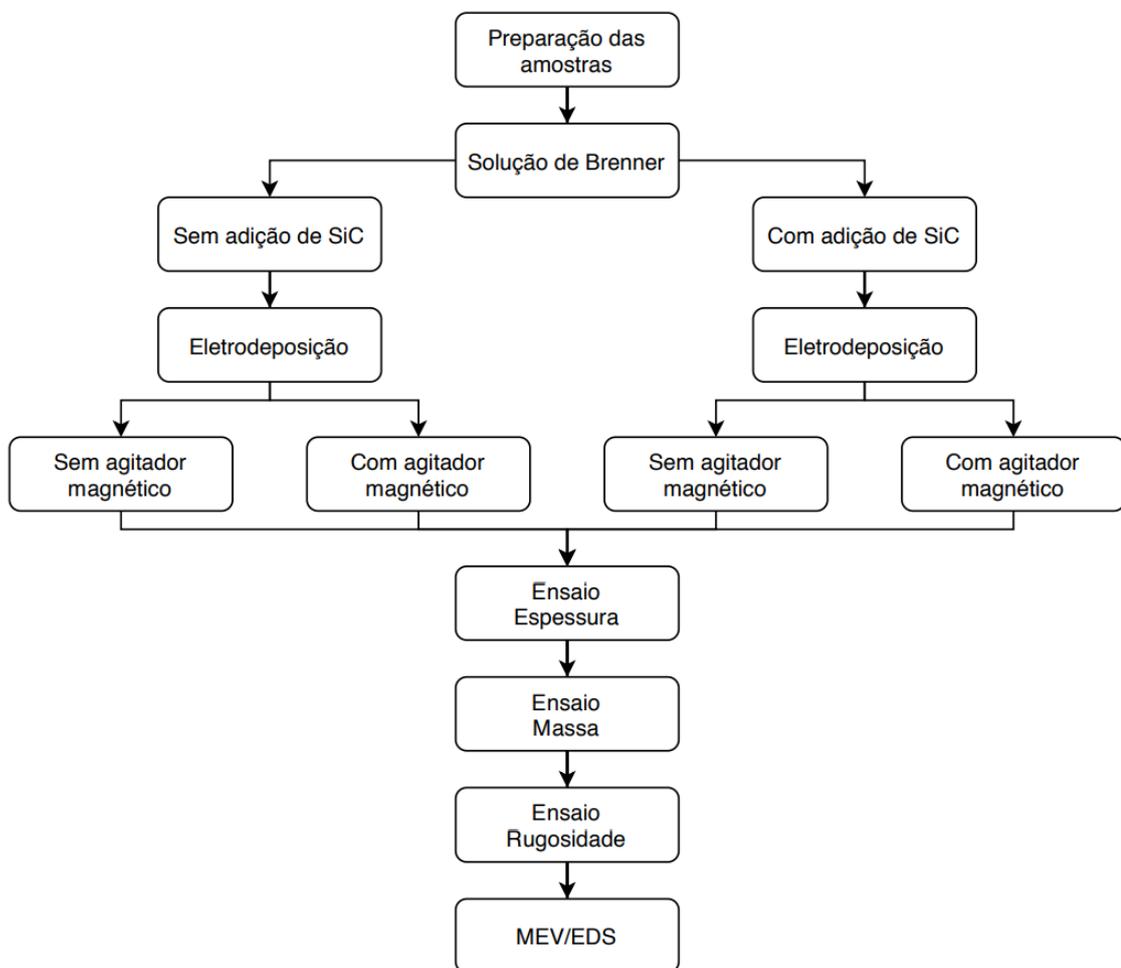


Figura 3 – Fluxograma do experimento.

2.4 Ensaio de Espessura

Para mensurar a variação na espessura dos corpos de prova, e assim determinar a espessura das camadas depositadas de Ni-P e Ni-P+SiC, foi utilizado um micrômetro externo analógico de 0-25 mm com resolução de 0,01 mm da marca Mitutoyo, segundo a norma JIS B 7502 (2016).

2.5 Ensaio de Massa

Para mensurar a variação nas massas dos corpos de prova antes e após a deposição dos revestimentos de Ni-P e Ni-P+SiC com e sem agitação magnética, as amostras foram pesadas utilizando-se uma balança de precisão semi analítica com resolução de 0,0001g da marca OHAUS, modelo AR 5120. Foram realizadas três medições para cada corpo de prova, antes e após a deposição dos revestimentos.

2.6 Ensaio de Rugosidade

O objetivo destes ensaios foi obter a rugosidade média (Ra) dos corpos de prova antes e após a deposição dos revestimentos de Ni-P e Ni-P+SiC com e sem agitação magnética. Foram realizadas seis medições, três em cada face 10x20 mm dos corpos de prova. Os ensaios de rugosidade foram realizados utilizando-se um rugosímetro Mitutoyo modelo SJ-210 cutt-of de 0,25 mm, aplicando a norma JIS B0601 (2001) para perfis de rugosidade RA (rugosidade média) e RQ (rugosidade quadrática média) não periódicos.

2.7 Ensaio de análise química por EDS

As amostras revestidas de Ni-P e Ni-P+SiC com e sem agitação mecânica foram avaliadas também por meio de uma análise química qualitativa e semiquantitativa, utilizando-se de uma sonda de Espectrometria de Raios-x por Dispersão de Energia (EDS) acoplada ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). O EDS permitiu uma análise qualitativa e semiquantitativa dos elementos constituintes dos filmes depositados, pois cada elemento químico presente no filme tem uma assinatura de absorção e outra de emissão. A análise química das amostras foi realizada utilizando-se uma sonda EDS acoplada ao MEV JEOL modelo JSM-7000F, equipamento pertencente ao Laboratório de Microscopia e Microanálise (LMM) do Instituto de Ciências Biológicas (IB) da Universidade de Brasília (UnB).

2.8 Ensaio de caracterização superficial por MEV

Para caracterizar as superfícies das amostras revestidas de Ni-P e Ni-P+SiC com e sem agitação mecânica, foram realizados ensaios de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). As imagens obtidas por MEV permitiram observar com maior detalhamento aspectos da morfologia, microestrutura e topografia das superfícies revestidas, possibilitando uma análise comparativa das amostras ensaiadas e observação da incorporação de partículas de SiC no filme de Ni-P. As imagens de MEV foram obtidas utilizando-se um equipamento da marca JEOL modelo JSM-7000F, pertencente ao Laboratório de Microscopia e Microanálise (LMM) do Instituto de Ciências Biológicas (IB) da Universidade de Brasília (UnB).

3 Resultados

Na Tabela 3, segue as especificações referentes às quatro amostras. Todas as amostras foram submetidas ao mesmo experimento, ao mesmo ambiente e aos mesmos equipamentos.

Tabela 3 – Organização das amostras.

Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4
Ni	Ni	Ni + Sic	Ni + Sic
Agitação ✓	Agitação ×	Agitação ✓	Agitação ×

3.1 Espessura

Na Figura 4 são mostradas as medidas aferidas da espessura das amostras antes e depois da eletrodeposição e a dispersão das mesmas.

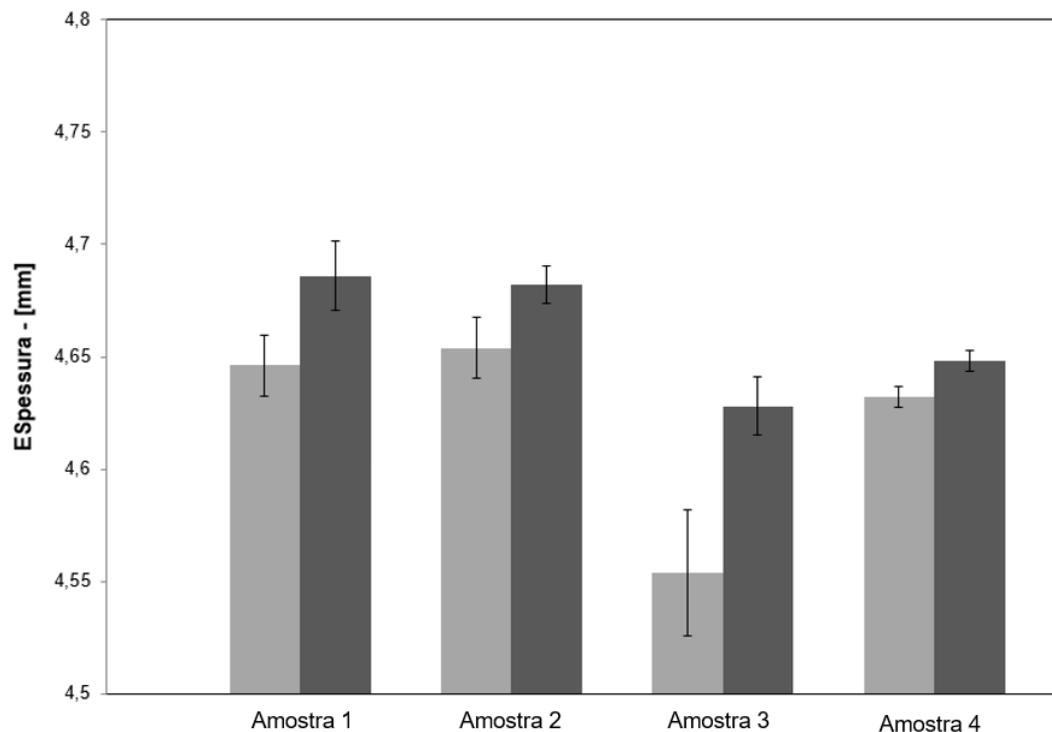


Figura 4 – Comparativo de espessuras das amostras antes e depois da eletrodeposição. Obs: A espessura está variando apenas de 4,5mm até 4,8mm com a intenção de ampliar a região no qual mostra a dispersão.

As amostras depositadas com o agitador (Amostras 2 e 4) apresentaram menor variação com relação ao aumento da espessura quando comparados com as amostras depositadas sem o agitador (Amostras 1 e 3). Analisando assim, pode-se dizer que com a presença do agitador há um menor aumento na espessura da camada. No entanto, isso se dá pelo fato de que o agitador dispersou o conteúdo do depósito com maior uniformidade em ambas as faces do corpo de prova. Justificando o porquê das amostras 2 e 4 terem apresentado menor discrepância entre as 5 medições.

É interessante perceber que entre as amostras com diferente composição na solução (com e sem adição de SiC) e sem uso do agitador na deposição há uma variação considerável na espessura, enquanto as amostras que depositaram com agitador tiveram a mesma variação, apesar da diferença na composição da solução.

3.2 Massa

Na Figura 5 são mostradas as medidas aferidas da massa das amostras antes e depois da eletrodeposição e a dispersão das mesmas.

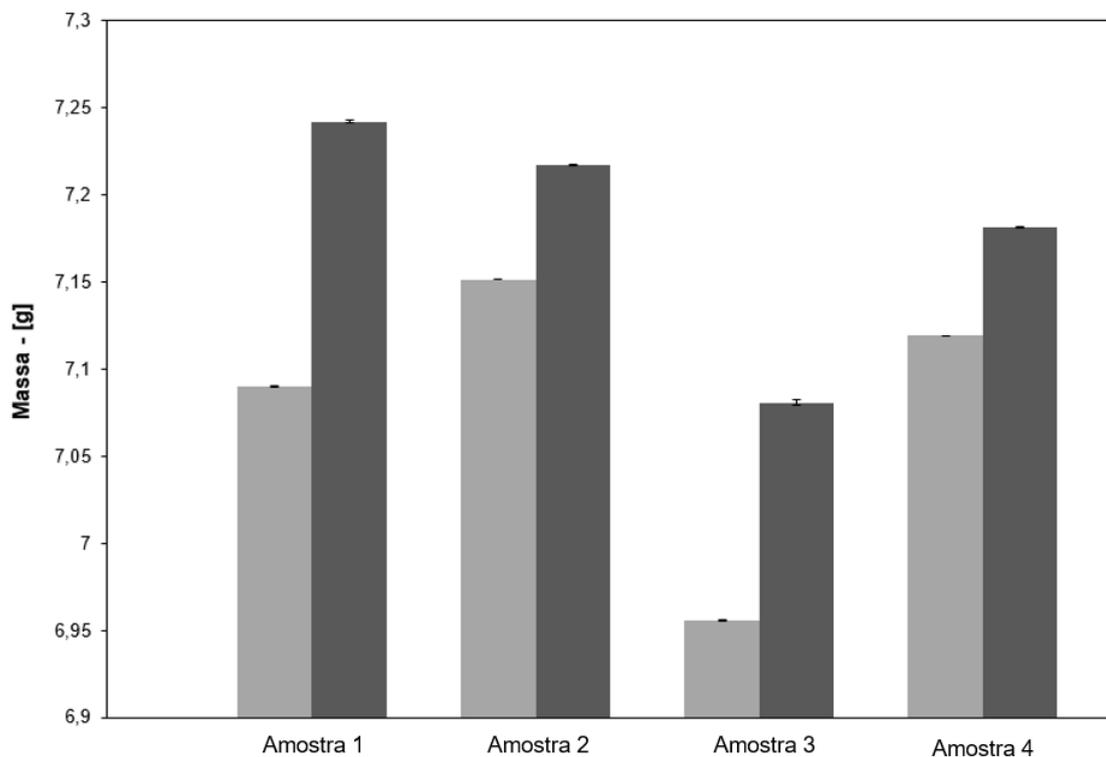


Figura 5 – Comparativo de massas das amostras antes e depois da eletrodeposição. Obs: A massa está variando apenas de 6,9g até 7,3g com a intenção de ampliar a região no qual mostra a dispersão.

As amostras que foram depositadas sem a presença do agitador apresentaram uma grande variação na massa, com a diferença chegando a 152,1mg para a amostra 1 e 124,7mg para a amostra 3. Enquanto, as amostras que contaram com a presença do agitador em sua deposição apresentaram menor variação na massa e denotaram resultados mais próximos entre si, sendo 65,6mg para a amostra 2 e 62,2mg para a amostra 4.

Novamente, é possível perceber que as amostras depositadas com a presença de agitador apresentaram menores discrepâncias entre si, mesmo com a diferença na composição da solução.

3.3 Rugosidade

Na Figura 6 são mostradas as medidas aferidas da rugosidade média superficial em ambas as faces das amostras antes e depois da eletrodeposição e a dispersão das mesmas.

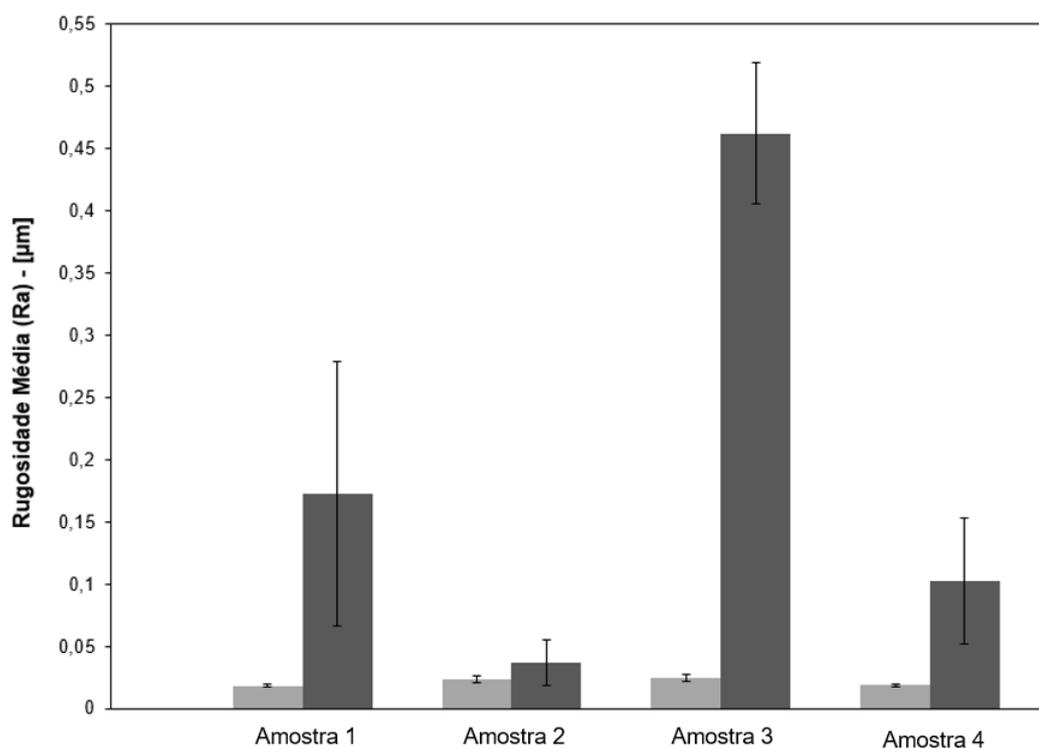


Figura 6 – Comparativo de Rugosidade média (RA) das amostras antes e depois da eletrodeposição.

Inclusive, na RA é possível observar que as amostras depositadas com a presença do agitador apresentaram uma menor discrepância. Constatando o fato, já averiguado anteriormente nos testes de espessura e massa, de que as amostras que foram depositadas na presença do agitador tiveram melhor distribuição e uniformidade no depósito do substrato, mesmo quando depositadas com adição de carvão de silício.

3.4 MEV/EDS

Foram levadas 5 amostras ao microscópio eletrônico de varredura. Sendo 4 as amostras já citadas anteriormente na Tabela 3 e uma amostra do metal de base, denominada de amostra 0.

Os resultados obtidos para todas as amostras foram decorrentes da análise de eletroscopia de raios x das mesmas, efetuadas no equipamento da marca JEOL modelo JSM-7001F.

Tabela 4 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 0.

Element Line	Net Counts	Weight %	Atom %	Formula	Compnd %
C K	0	0,00	0,00	C	0,00
Si K	38	0,27	0,54	Si	0,27
S K	24	0,15	0,27	S	0,15
Fe K	3128	98,43	98,11	Fe	98,43
Ni K	22	1,14	1,08	Ni	1,14
Total		100,00	100,00		100,00

Tanto na Tabela 4 como da Figura 7 verifica-se a predominância do ferro (Fe), o que condiz com o esperado, já que a amostra base utilizada foi de aço carbono. Nota-se também a presença de uma quantidade significativa de níquel. No entanto, essa porcentagem é de material residual proveniente da fabricação do material ou do processo de lixamento e preparação da amostra.

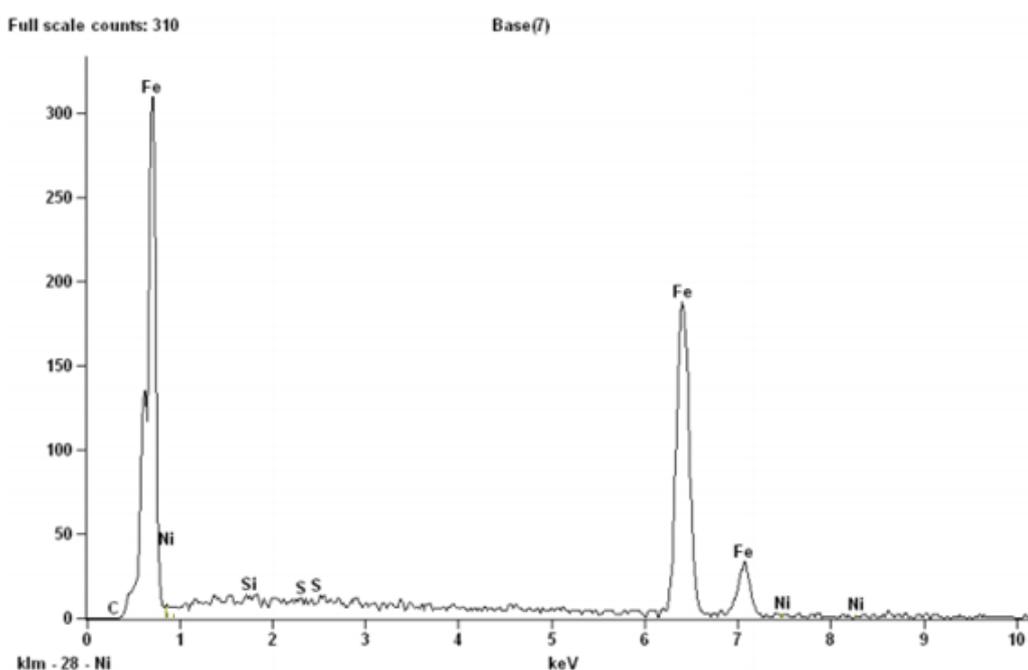


Figura 7 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 0.

Tabela 5 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 1.

Element Line	Net Counts	Weight %	Atom %	Formula	Compnd %
C K	0	0,00	0,00	C	0,00
O K	87	1,01	3,47	O	1,01
Na K	0	0,00	0,00	Na	0,00
Si K	22	0,17	0,33	Si	0,17
P K	672	4,70	8,3	P	4,70
S K	24	0,16	0,28	S	0,16
Cl K	15	0,13	0,19	Cl	0,13
Fe K	0	0,00	0,00	Fe	0,00
Ni K	1881	93,83	87,43	Ni	93,83
Total		100,00	100,00		100,00

Com a Tabela 5 e Figura 8 é possível observar que para a amostra 1 houveram picos de concentração de níquel (Ni) e fósforo (P), condizente com o resultado esperado, já que a deposição foi feita com componentes baseados em NiP. Além disso, nota-se que não há concentração de ferro, indicando que a deposição foi bem-sucedida, cobrindo toda a face da amostra.

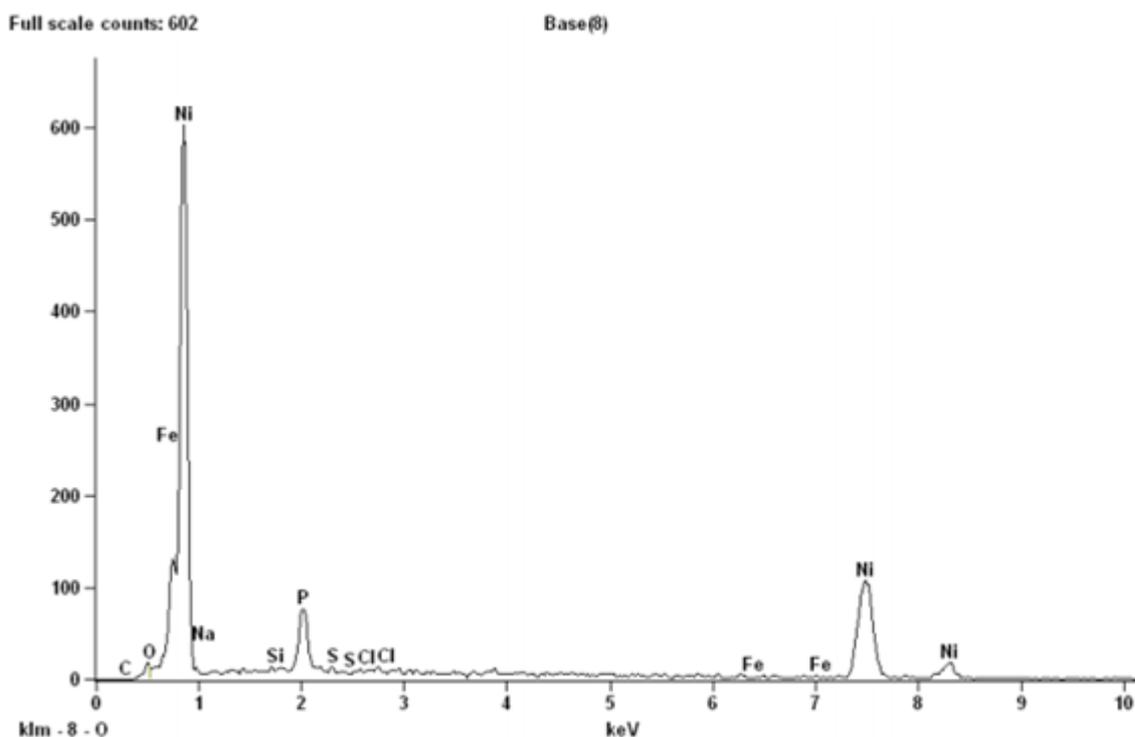


Figura 8 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 1.

Tabela 6 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 2.

Element Line	Net Counts	Weight %	Atom %	Formula	Compnd %
C K	0	0,00	0,00	C	0,00
O K	57	0,70	2,30	O	0,70
Na K	0	0,00	0,00	Na	0,00
Si K	0	0,00	0,00	Si	0,00
P K	1634	11,23	18,98	P	11,23
S K	15	0,10	0,16	S	0,10
Cl K	12	0,10	0,15	Cl	0,10
Fe K	42	1,06	0,99	Fe	1,06
Ni K	1732	86,81	77,42	Ni	86,81
Total		100,00	100,00		100,00

Analisando a Tabela 6 e Figura 9 é possível observar que para a amostra 2 também houveram picos de concentração de níquel (Ni) e fósforo (P), mas a concentração de níquel foi menor do que a da amostra 1, e a de fósforo foi consideravelmente maior, indicando que a agitação trouxe igualdade na distribuição dos componentes depositados. Também é possível verificar o completo preenchimento da face, isto é, pouca concentração de ferro, comprovando a eficiência da deposição.

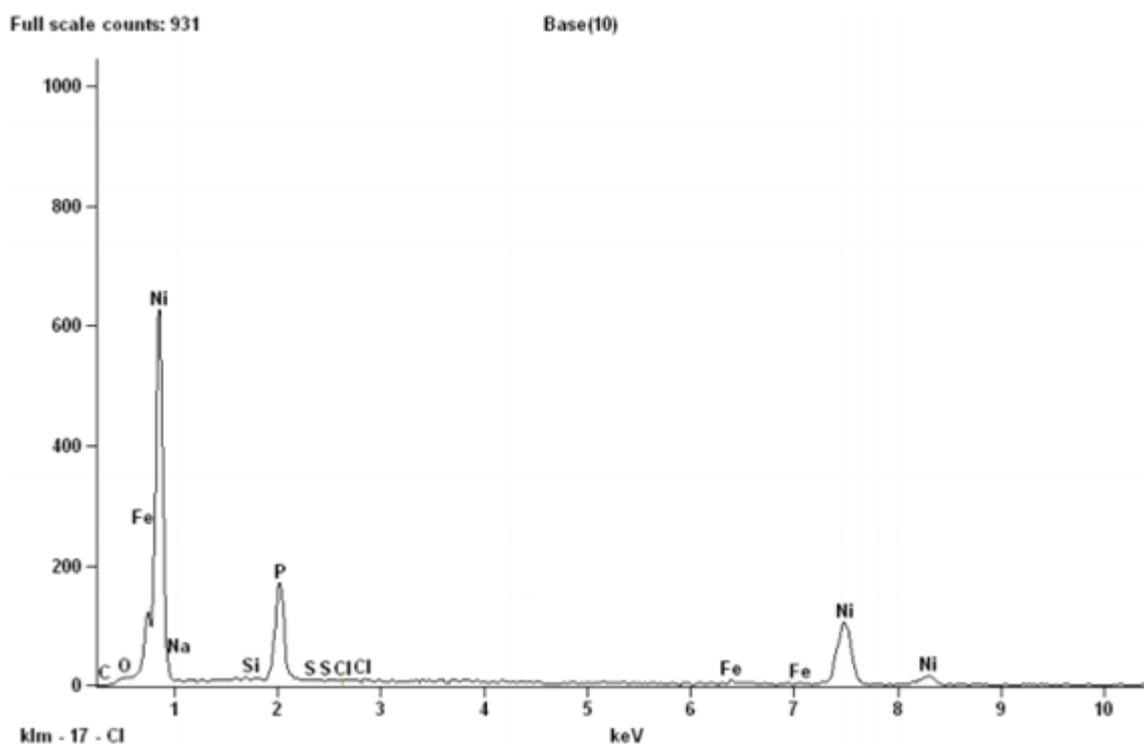


Figura 9 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 2.

Tabela 7 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 3.

Element Line	Net Counts	Weight %	Atom %	Formula	Compnd %
C K	0	0,00	0,00	C	0,00
O K	52	0,61	1,99	O	0,61
Na K	20	0,29	0,65	Na	0,29
Si K	27	0,20	0,37	Si	0,20
P K	1753	11,62	19,52	P	11,62
S K	0	0,00	0,00	S	0,00
Cl K	0	0,00	0,00	Cl	0,00
Fe K	123	3,05	2,84	Fe	3,05
Ni K	1735	84,23	74,63	Ni	84,23
Total		100,00	100,00		100,00

Com a Tabela 7 e Figura 10 é possível observar que para a amostra 3 há o componente de silício (Si), porém em concentração extremamente baixa, indicando que no depósito desta amostra não foi encontrada grande quantidade de silício.

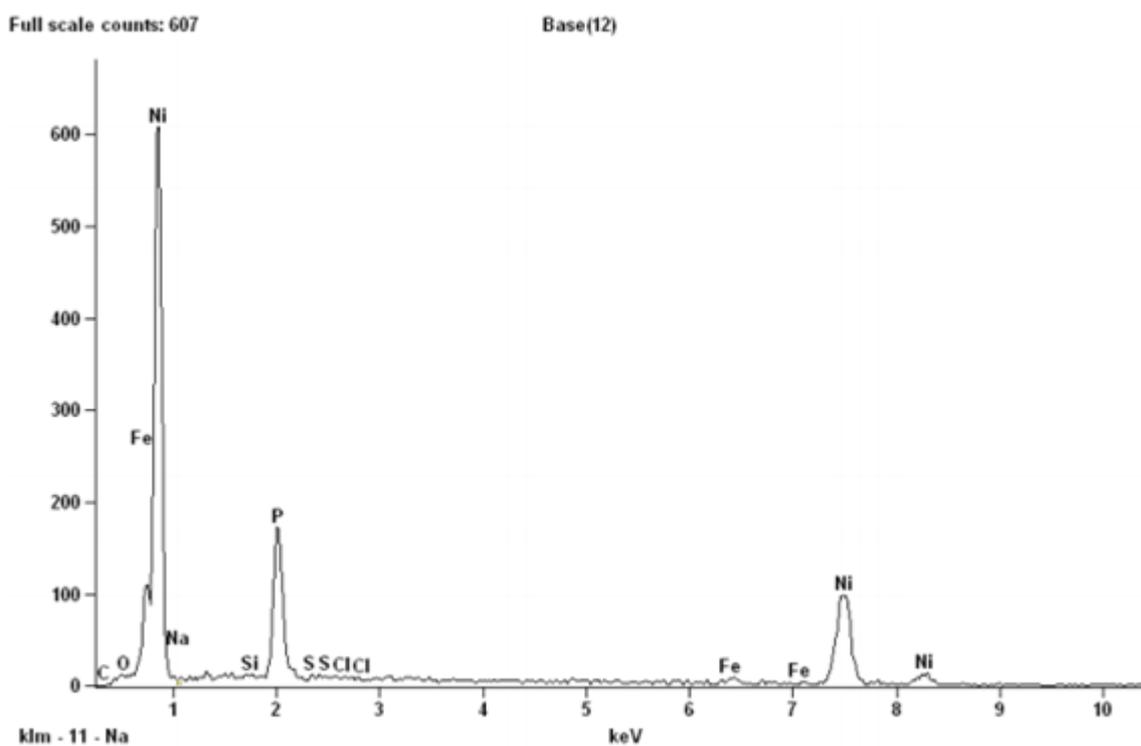


Figura 10 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 3.

Tabela 8 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 4.

Element Line	Net Counts	Weight %	Atom %	Formula	Compnd %
C K	11	0,27	0,96	C	0,27
O K	578	8,63	22,91	O	8,63
Na K	0	0,00	0,00	Na	0,00
Al K	81	0,81	1,27	Al	0,81
Si K	719	6,56	9,91	Si	6,56
P K	854	7,32	10,03	P	7,32
S K	0	0,00	0,00	S	0,00
Cl K	4	0,04	0,05	Cl	0,04
Fe K	88	2,89	2,20	Fe	2,89
Ni K	1084	67,04	48,49	Ni	67,04
Zn K	54	6,45	4,19	Zn	6,45
Total		100,00	100,00		100,00

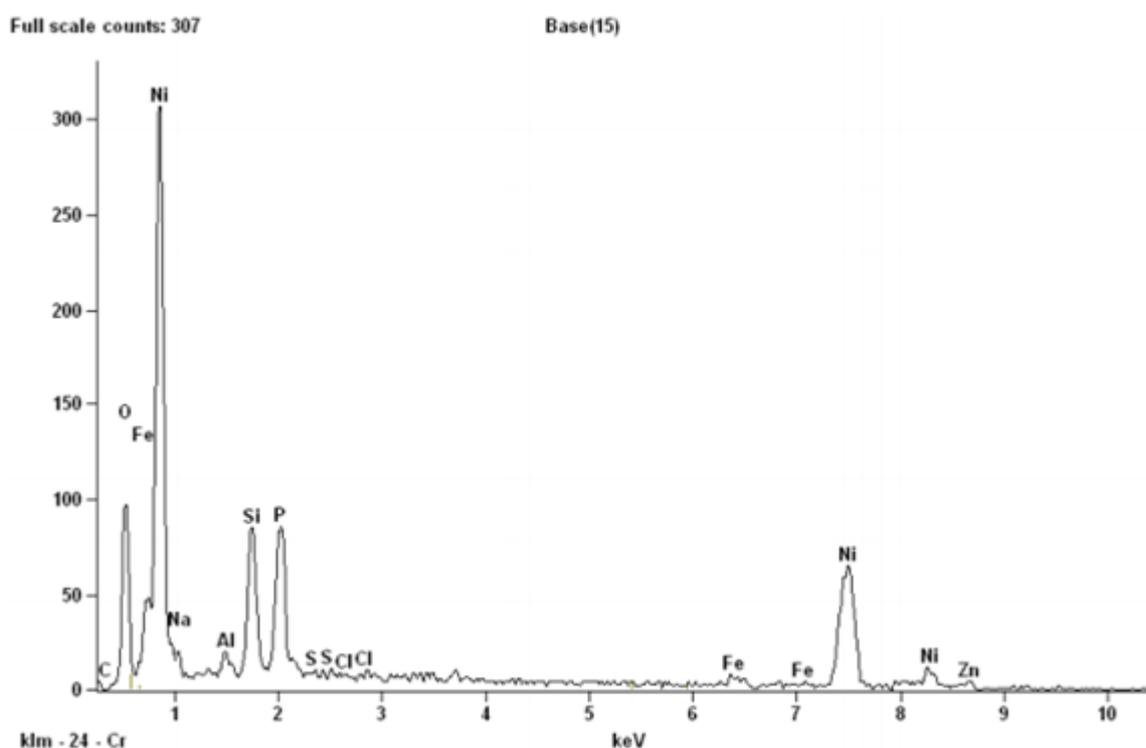


Figura 11 – Amostra espectral dos elementos obtidos na amostra 4.

Para a amostra 4, com adição de Carbetto de Silício (SiC) e com a agitação mecânica, é possível observar na Tabela 8 e Figura 11 que além do depósito em alta concentração de níquel e fósforo (NiP), também há a presença de grande quantidade de silício (Si), o que indica claramente que a presença do agitador fez grande diferença no depósito, já que na amostra 3 não houve a mesma quantidade do mesmo.

3.5 Caracterização superficial

Todas as amostras foram submetidas ao ensaio de caracterização superficial por Microscopia Eletrônica de Varredura utilizando MountainsMap®, com aumentos de 200x, 600x, 2000x, 4000x, 8000x, 12000x e 20000x. As Figuras 12 a 16 mostram os aspectos morfológicos as amostras ensaiadas.

Na Figura 12 é possível observar claramente as marcas provenientes do processo de lixamento das amostras, com a formação de vários sulcos de deformação.

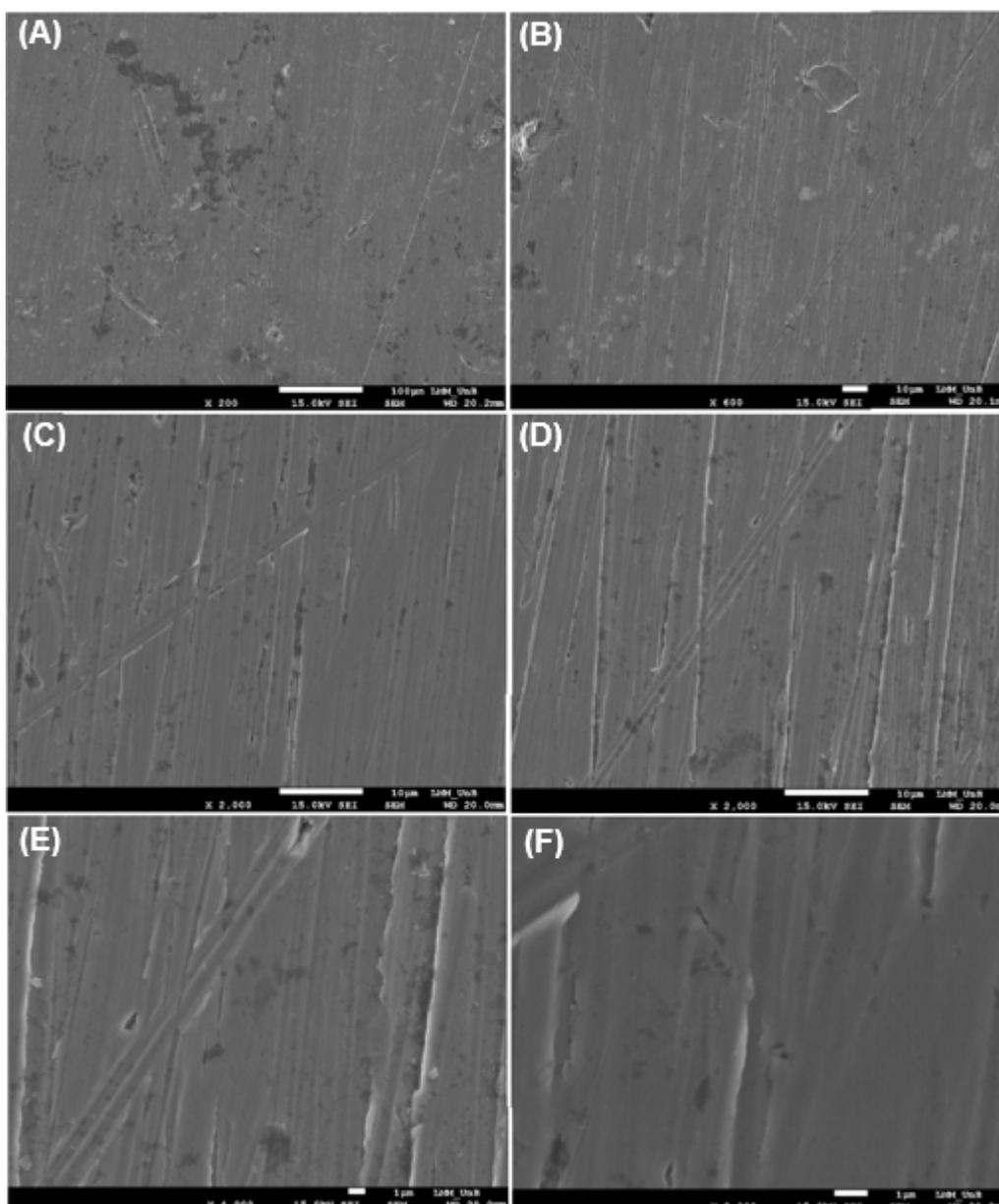


Figura 12 – Caracterização superficial da amostra 0. (A) Aumento de 200x, (B) Aumento de 600x, (C) Aumento de 2000x parte A, (D) Aumento de 2000x parte B, (E) Aumento de 4000x e (F) Aumento de 8000x.

Na Figura 13 observa-se claramente o recobrimento da superfície da amostra 1 pelo filme de Ni-P comprovado pela Figura 8. Os sulcos de deformação causados pelo processo de lixamento desapareceram, formando um filme sem a presença de fissuras, uma morfologia arredondada com aspecto escamado contendo pequenas vacâncias entre as escamas formadas.

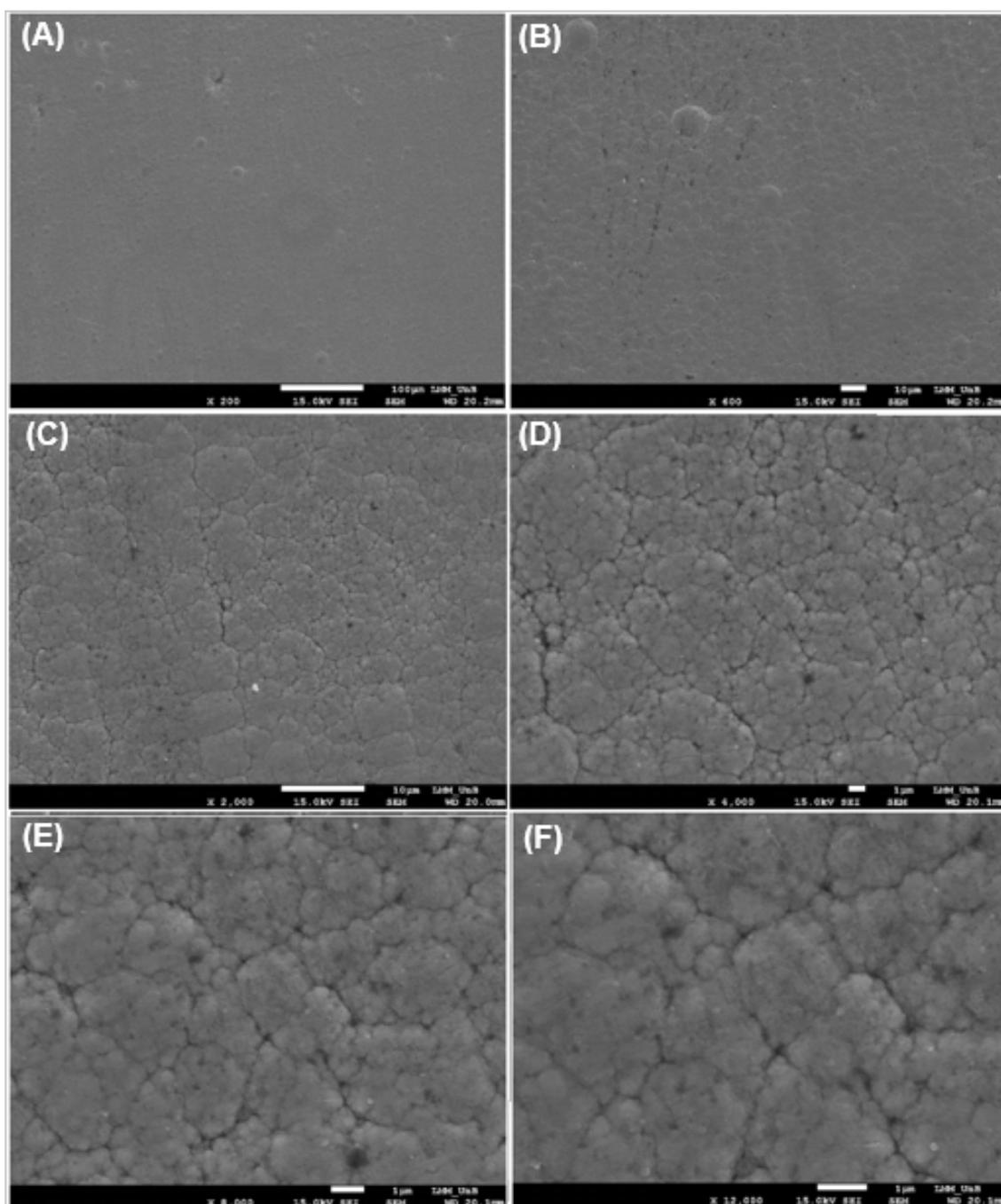


Figura 13 – Caracterização superficial da amostra 1. (A) Aumento de 200x, (B) Aumento de 600x, (C) Aumento de 2000x parte A, (D) Aumento de 4000x parte B, (E) Aumento de 8000x e (F) Aumento de 12000x.

Na Figura 14 o recobrimento de Ni-P obtido sem agitação mecânica da solução tem o aspecto mais homogêneo, sem a formação de escamas, não há presença de fissuras e nem formação de precipitados, pontos escuros.

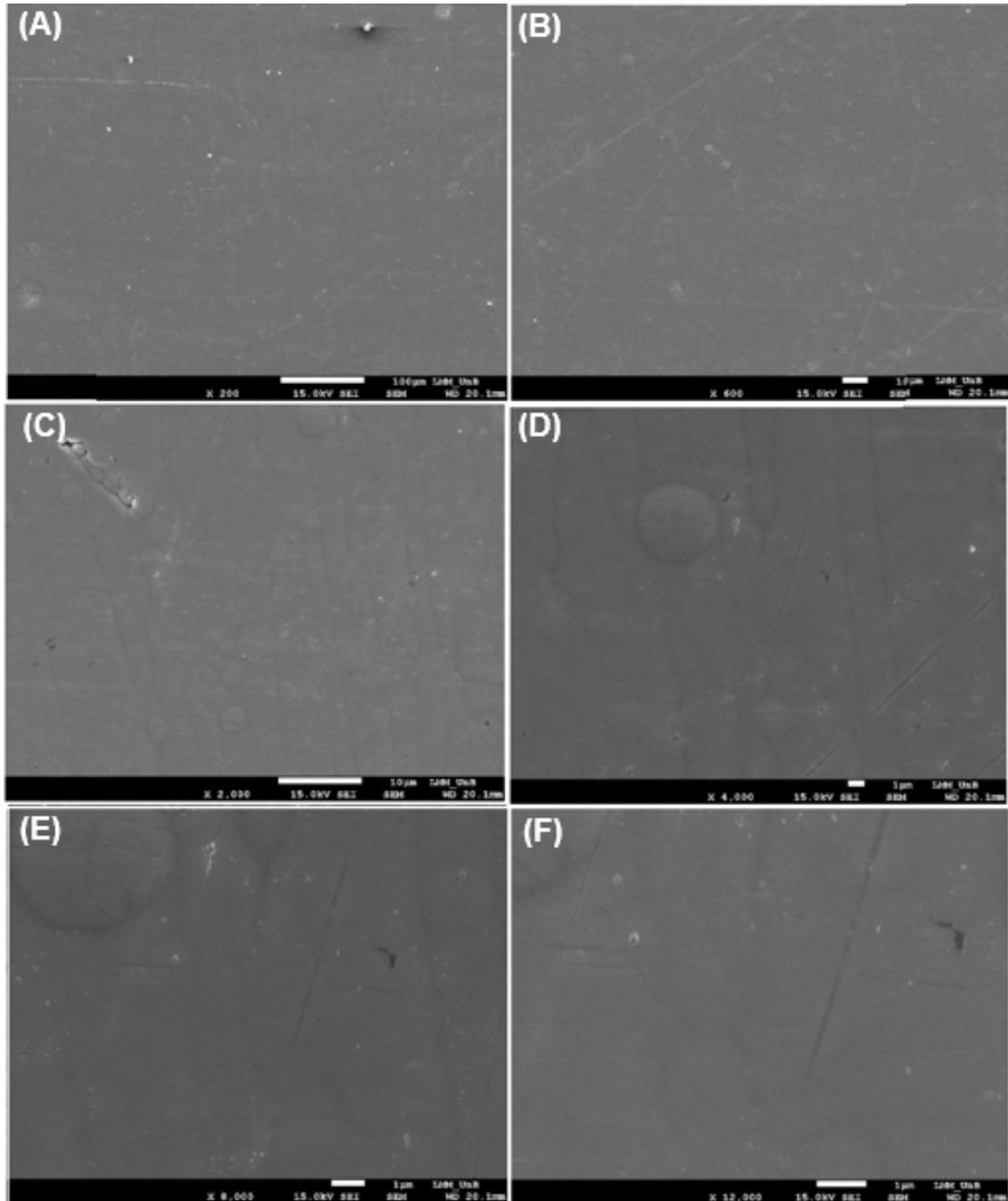


Figura 14 – Caracterização superficial da amostra 2. (A) Aumento de 200x, (B) Aumento de 600x, (C) Aumento de 2000x parte A, (D) Aumento de 4000x parte B, (E) Aumento de 8000x e (F) Aumento de 12000x.

Na Figura 15 o recobrimento de Ni-P+SiC com agitação mecânica da solução apresenta uma morfologia mais uniforme do filme, e visualmente não observa-se a presença do SiC, pontos escuros nas imagens. A Figura 10 mostra uma presença pífia de Si depositado no filme.

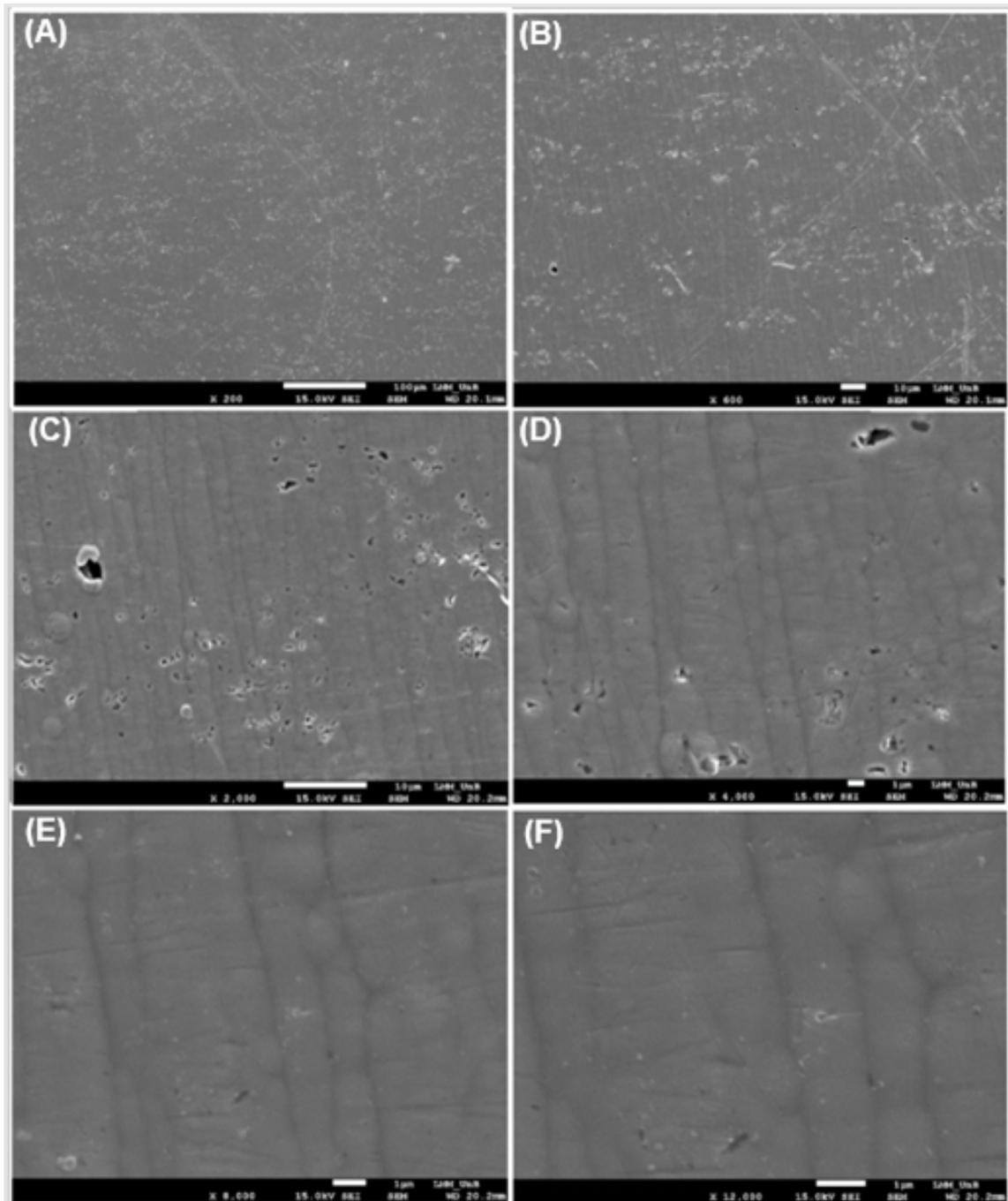


Figura 15 – Caracterização superficial da amostra 3. (A) Aumento de 200x, (B) Aumento de 600x, (C) Aumento de 2000x parte A, (D) Aumento de 4000x parte B, (E) Aumento de 8000x e (F) Aumento de 12000x.

Na Figura 16 o recobrimento de Ni-P+SiC sem agitação mecânica da solução apresenta uma morfologia dissonante, composta por resíduos do processo de deposição, provavelmente, devido a uma “queima” do revestimento. No entanto, ao contrário da amostra Ni-P+SiC com agitação mecânica, observa-se claramente “os pontos escuros” nas imagens (E) e (F) a presença constante de SiC no filme, que pode ser comprovado na Tabela 8 e Figura 11.

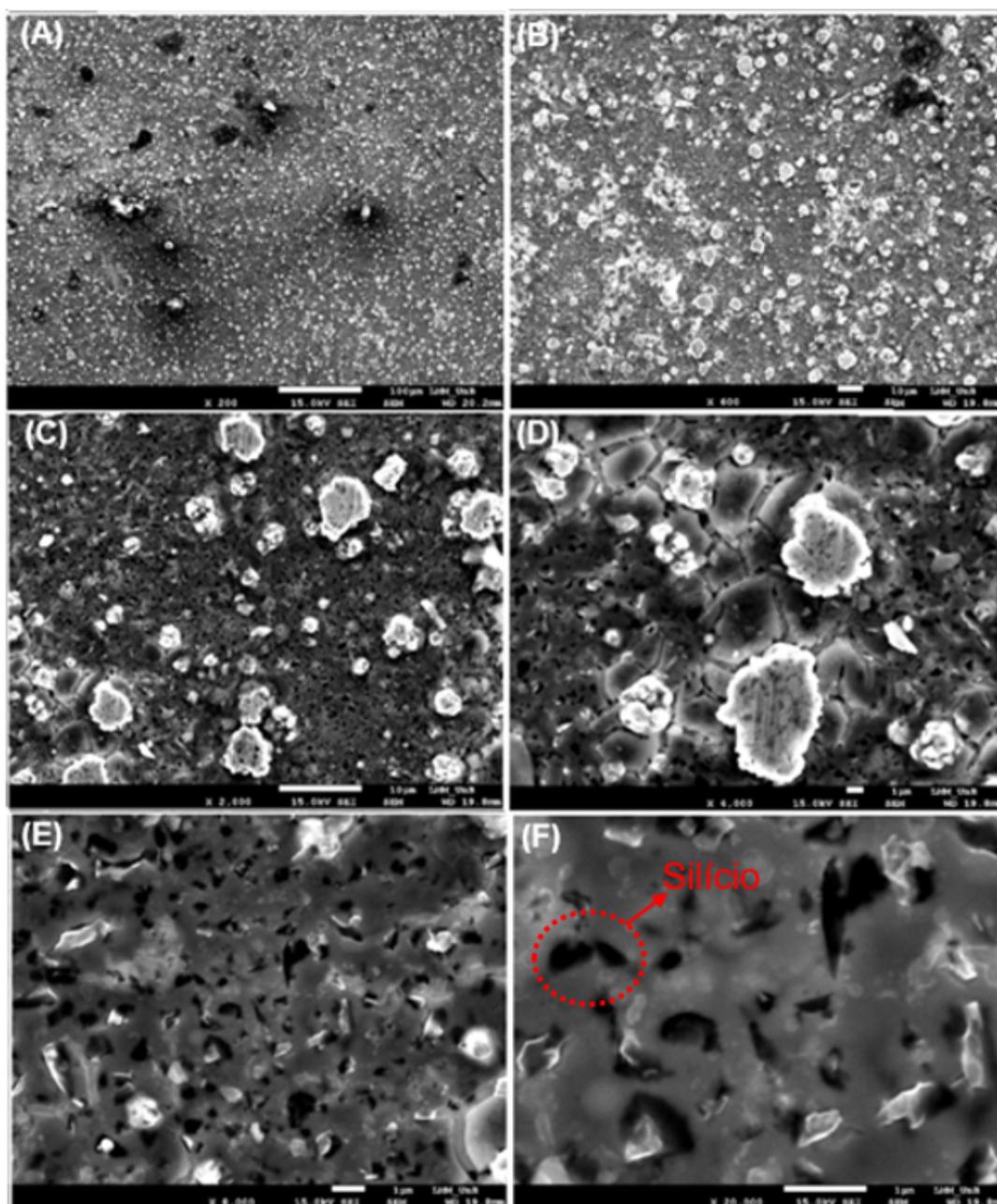


Figura 16 – Caracterização superficial da amostra 4. (A) Aumento de 200x, (B) Aumento de 600x, (C) Aumento de 2000x parte A, (D) Aumento de 4000x parte B, (E) Aumento de 8000x e (F) Aumento de 20000x.

4 Conclusão

Por meio da Figura 4, foi possível verificar que a presença do agitador afetou “negativamente” o valor de espessura da camada do depósito. Mas, por consequência, a distribuição foi mais uniforme, já que a discrepância entre várias medidas efetuadas nas amostras depositadas com agitador foi consideravelmente menor.

Avaliando a Figura 5, foi possível notar que a variação da massa apresentou o mesmo comportamento resultado dos testes da espessura, de modo que as amostras depositadas com a presença do agitador constataram menor variação no parâmetro utilizado para medição da massa. Além disso, é possível verificar que sem a adição de SiC a proporção de massa por espessura de depósito foi maior do que nas amostras no qual o substrato foi acrescido do mesmo. A avaliação dos autores é que essa variação se deu por causa da diferença de peso atômico dos elementos depositados. A massa atômica do níquel é de aproximadamente $58,69\mu\text{m}$, enquanto a massa atômica do silício é de aproximadamente $28,08\mu\text{m}$.

O parâmetro de rugosidade superficial foi condizente com os resultados obtidos nos testes de espessura e massa. Isto é, corrobora com o fato de que as menores variações de rugosidade superficial nas amostras submetidas à eletrodeposição foram daquelas depositadas com a presença do agitador magnético.

A partir dos gráficos proveniente da análise qualificativa de EDS (Figuras 7, 8, 9, 10 e 11), é observado que a deposição ocorreu com sucesso em todos os casos de depósito. Enquanto que na amostra 0 foram apontados somente os elementos característicos do material de base (aço carbono), nas amostras 1 e 2 foram encontrados altas concentrações de níquel e fósforo, os elementos esperados da deposição sem adição externa ao substrato, e nas amostras 3 e 4 foi exibido a aparição do elemento esperado proveniente do componente adicionado ao substrato base, o silício. Sendo que nas amostras depositadas com o agitador, a concentração dos componentes depositados é maior.

Com base nos resultados obtidos e discussões do presente trabalho, foi possível verificar que a presença do agitador magnético apresentou grandes diferenças nos resultados da deposição, afetando positivamente o efeito da eletrodeposição.

Referências

BRENNER, A. Electrodeposition of alloys – principles and practice vol 1 e 2, academic press, new york. 1984. Citado na página 13.

CARDOSO, C. Revestimento de níquel químico para proteção contra corrosão. orientador: Profa. dra. zehbour panossian. dissertação (mestrado em engenharia de materiais) - universidade de são paulo, são paulo. p. 276, 2006. Citado na página 11.

MALFATTI, C. de F. Estudo das propriedades de revestimentos compósitos de níquel com Al_2O_3 e sic. orientador: Profa. dra. jane zoppas ferreira. dissertação (pós-graduação em engenharia de minas, metalúrgica e de materiais) - universidade federal do rio grande do sul, porto alegre. p. 118, 2000. Citado 2 vezes nas páginas 11 e 12.

MELO, R. L. Eletrodeposição, caracterização e estudos de corrosão de camadas de ni-mo-p. orientador: Prof. dr. pedro de lima neto. dissertação (pós-graduação em química inorgânica) - universidade federal do ceará, departamento de química orgânica e inorgânica. p. 83, 2009. Citado na página 10.