

Avaliação Do Processo De Eletrodeposição Da Liga Metálica De Ni-Cu Para Recobrimento Do Aço Carbono

Palavras-chave: Eletrodeposição, Ligas Ni-Cu, Recobrimentos anticorrosão

Marco Aurélio Coltro - Faculdade de Engenharia Química - Unicamp

Prof. Dr. Ambrósio Almeida - Faculdade de Engenharia Química - Unicamp

OBJETIVOS DA PESQUISA

Sintetizar e caracterizar ligas Ni-Cu obtidas por meio da realização de eletro-deposições por pulsos, variando a rotação catódica e a concentração de íons Cu^{2+} em solução. Essas variações seguiram um planejamento experimental 2^2 , cujos dados dos pontos centrais foram obtidos utilizando modelos estatísticos e simulações no software STATISTICA. As ligas formadas e os resultados obtidos permitem não somente avaliar as ligas, mas também futuramente utilizá-las em revestimentos anti-corrosão, em substituição a revestimentos de cromo, que são bastante tóxicos, e oferecem riscos à saúde humana e ao meio ambiente.

METODOLOGIA DA PESQUISA

Em razão da pandemia de COVID-19, os primeiros meses da pesquisa foram dedicados exclusivamente a uma revisão bibliográfica que abrangesse os temas presentes nesse projeto. Com isso, o desenvolvimento experimental teve início em meados de novembro de 2020 e teve duração de 1 mês. Após esse período, as normas sanitárias adotadas pela Universidade não permitiram a presença nos laboratórios necessários. Nesta revisão bibliográfica, foram pesquisados e estudados temas como a diferença entre a aplicação de pulsos elétricos e corrente contínua, e outras variações dos parâmetros que afetam a eletrodeposição.

Níveis	-1	0	+1
Variáveis			
C_{Cu} (mol/L)	0,01	0,05	0,09
R (rpm)	5	25	25

Figura 1: Níveis reais e codificados das variáveis do planejamento fatorial 2^2 .

- **Realização experimental:**

Os experimentos realizados foram aqueles fora do ponto central, isso é, que não tem os parâmetros [0,0] de rotação catódica e concentração dos íons cúpricos. Essas deposições foram feitas em substratos de aço carbono 1020 de geometria quadrada, com 2 cm de lado, totalizando 8 cm² de área total. Essas placas foram limpas polidas com lixas, limpas com água destilada e secas numa estufa a 105 °C e, antes de serem utilizadas, foram pesadas. O banho eletrolítico foi preparado em um balão volumétrico de 100ml, onde foram diluídos NiSO₄ e EDTA, até concentração de 0,1 mol/L. A concentração de CuSO₄ varia de acordo com a figura 1, e outros reagentes como 1-dodecilsulfato-Na foram utilizados para acelerar o desprendimento de H₂. Além disso, foi feita uma correção do pH do banho eletrolítico para 9, usando ácido nítrico ou hidróxido de amônio.

A montagem experimental na célula eletrolítica pode ser visto na Figura 2, ao lado. Com a solução e o eletrodo de trabalho prontos, tinha início o ensaio de eletrodeposição, com densidade de corrente de 75 mA/cm², e duração de uma hora.

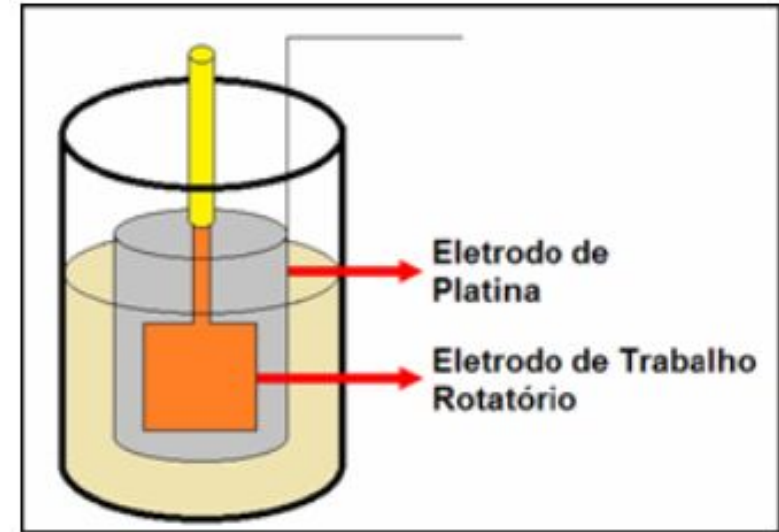


Figura 2 - Esquema da célula eletrolítica com cátodo no interior e o contraeletrodo de platina no exterior.

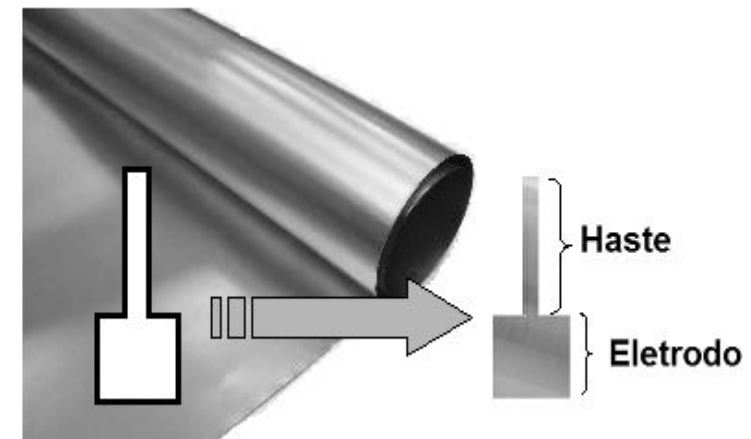


Figura 3 - Corte do eletrodo de aço carbono com haste para fixação no equipamento.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos podem ser vistos na figura 4, ao lado, em que W_A é a taxa de deposição, obtido dividindo a massa depositada pelo tempo total transcorrido, para cada experimento. Para o cálculo da eficiência, em primeiro lugar é encontrada a carga útil utilizada na deposição de cada metal na liga, utilizando as equações a seguir:

$$Q_{Cu} = \frac{2 \cdot m_{Cu} \cdot F}{M_{Cu}} \quad Q_{Ni} = \frac{2 \cdot m_{Ni} \cdot F}{M_{Ni}}$$

Em que F é a constante de Faraday, m é a massa depositada de cada metal, e M é a massa molar de cada metal. O fator 2 que aparece no nominador se dá devido ao fato que os íons de ambos metais são bivalentes.

Somando Q_{Cu} e Q_{Ni} , temos a carga útil total, Q_U . Finalmente, para encontrarmos a eficiência, dividimos a carga útil pela total utilizada.

Estes cálculos foram realizados utilizando os valores experimentais obtidos na realização dos quatro primeiros ensaios de eletrodeposição. Com esses dados, de taxa de deposição W_A e eficiência farádica (ϵ), foi possível realizar análises estatísticas que correlacionam cada fator estudado com as respostas W_A e ϵ , e suas interações.

Para obter W_A dos pontos centrais a seguinte equação foi utilizada:

$$W_A = k_c \cdot (C_{Ab} - C_{As})$$

Exp.	C_{Cu}	Rotação	Massa Depositada (g)	W_A (g/s)	ϵ (%)
1	+1	+1	0,0618	17,166E-06	9,04
2	+1	-1	0,0023	0,6389E-06	0,34
3	-1	+1	0,0185	5,1388E-06	2,71
4	-1	-1	0,008	2,2222E-06	1,17
5 (c)	0	0	0,0163	4,52E-06	2,38
6 (c)	0	0	0,0152	4,23E-06	2,22

Figura 4: Matriz do planejamento fatorial 2^2 com as respostas W_A e ϵ .

Segundo Welt et al. (2009), para determinar o coeficiente de transferência de massa em um sistema de convecção forçada, com a rotação de uma fase sólida, como a do sistema utilizado é dada pela Equação:

$$\frac{k_c d}{D_{ab}} = 0,62 \text{Re}^{1/2} \text{Sc}^{1/3}$$

Os coeficientes de difusividade (D_{ab}) foram encontrados em Li e Gregory (1974).

O Gráfico 1 mostra um gráfico de Pareto, com nível de confiança de 95% para o cálculo de efeitos lineares principais e efeitos de primeira ordem absolutos, considerando a taxa de deposição como variável de resposta.

E como fica claro, há influência estatística nos parâmetros estudados, principalmente na rotação catódica e na interação entre a rotação e a concentração de íons Cu^{2+} em solução.

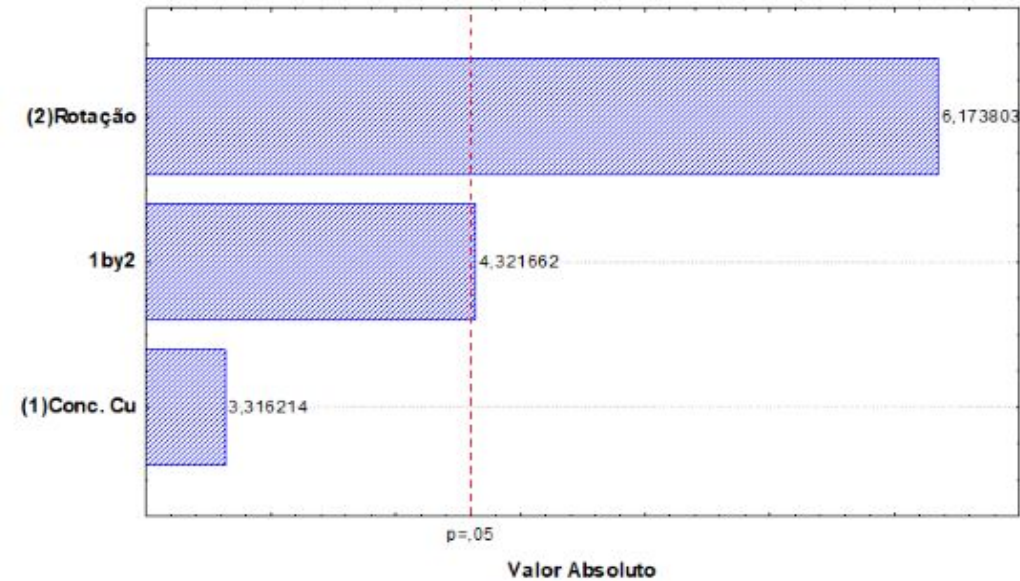


Gráfico 1 – Gráfico de Pareto dos efeitos da taxa de deposição



Figura 5:
Eletrodeposição realizada

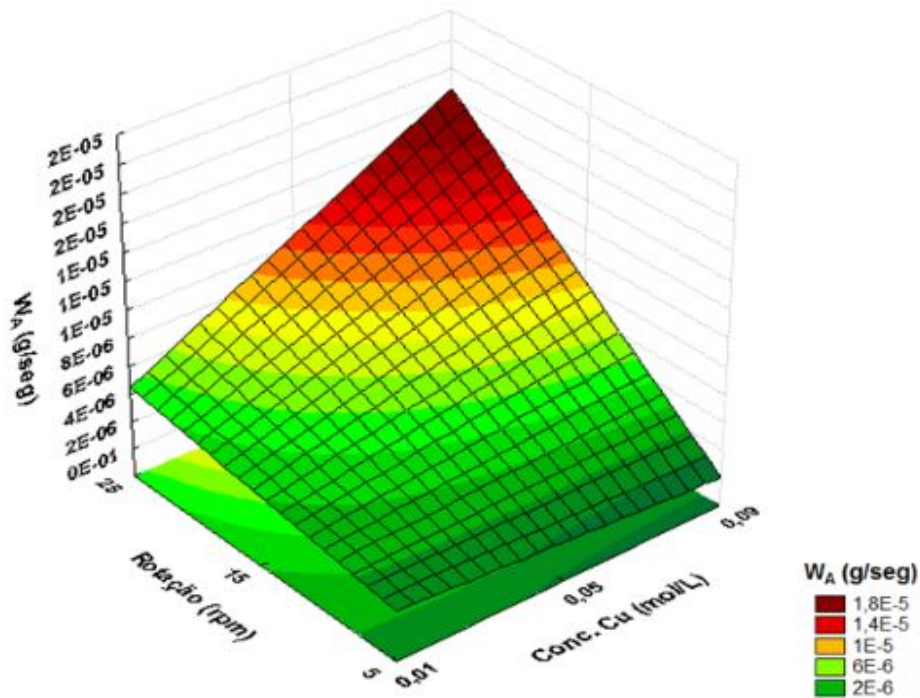


Figura 6 - Superfície de resposta da taxa de deposição em função da rotação e da concentração do cobre em solução

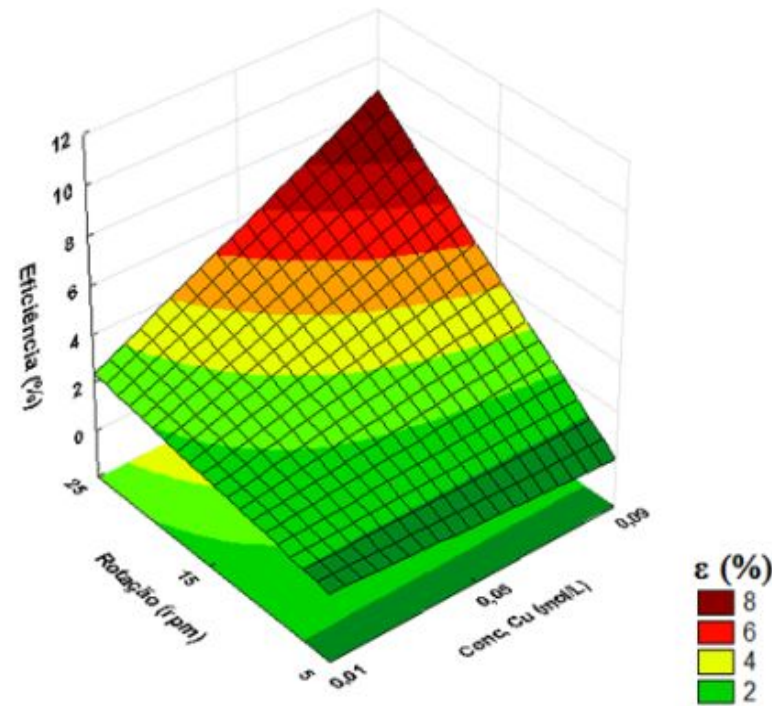


Figura 7 - Superfície de resposta da eficiência de deposição em função da rotação catódica e da concentração de cobre em solução.

BIBLIOGRAFIA

BALDESSIN, C. F.; DE MORAIS NEPEL, T. C.; DE ALMEIDA NETO, A. F. The influence of Ni and Co concentration in the electroplating bath on Ni-Co-W alloys properties. **Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 9999, p. 1–6, 2017.

WELTY, J. R.; WICKS, C. E.; WILSON, R. E.; RORRER, G. L. **Fundamentals of Momentum, Heat and Mass Transfer**. 5a. ed. [s.l.] Jhon Wiley and Sons, 2007.

LI, Y.; GREGORY, S. Diffusion of ions in sea water and in deep-sea sediments. **Geochimics et Cosmochimics Acta**, Northern Ireland: Pergamon Press, v. 88, p. 703-714, 1974.

CONCLUSÕES

Com a realização deste trabalho de pesquisa conclui-se que algumas das eletrodeposições possuíram aderência satisfatória.. As simulações de parte dos dados, juntamente com a sua validação frente aos dados experimentais, foi a alternativa encontrada para conclusão deste trabalho, devido a sindemia de COVID-19.