

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO NA MORFOLOGIA E COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA LIGA Ni-Mo ELETRODEPOSITADA EM AÇO X65

Bianca de Oliveira Evaristo¹; Raíssa Alves Queiroga¹; Josiane Dantas Costa²; Mikarla Baía de Sousa²; Renato Alexandre Costa de Santana³

¹Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Engenharia de Petróleo, bianca.engpetro@gmail.com, raissa.queiroga089@gmail.com.

² Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Engenharia Química, josiane_dantas@hotmail.com, mikarlabaia@hotmail.com;

³ Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Biologia e Química, renatoacs@ufcg.edu.br

Introdução

A eletrodeposição é o método mais importante para a produção comercial de películas protetoras. É um processo comumente utilizado, pois se consegue revestimento muito fino e relativamente livre de poros, evitando-se excesso do metal eletrodepositado [SOUSA, 2015]. O processo tem como principal finalidade proteger uma peça metálica contra a corrosão a partir do revestimento com outro metal ou liga metálica. Esse revestimento impedirá a interação do metal (substrato) com o ar e com a umidade evitando a corrosão, para este propósito, o metal ou liga metálica deverá ser uniforme, aderente ao substrato e livre de poros para aplicações em que podem ocorrer danos físicos (GRAY; LUAN, 2002).

Em geral, após o processo de fabricação dos metais e suas ligas é necessário a realização de tratamentos térmicos para melhorar algumas de suas propriedades. Tratamento térmico é definido como a operação ou conjunto de operações realizadas no estado sólido que compreendem aquecimento, permanência em determinadas temperaturas e resfriamento, realizados com a finalidade de conferir ao material determinadas características ou alterações em suas propriedades (CHIAVERINI, 2008). Alguns trabalhos na literatura relataram a realização do tratamento térmico em revestimentos obtidos por eletrodeposição e observaram mudanças, quanto à dureza, morfologia e resistência ao desgaste (HOU *et al.*, 2010; WANG *et al.*, 2010; ALLAHYARZADEH *et al.*, 2016).

Um dos ensaios utilizados para caracterização dos revestimentos obtidos por eletrodeposição é a microscopia eletrônica de varredura (MEV) que analisa a morfologia dos mesmos quanto à uniformidade e contorno dos grãos, além de fornecer uma fotografia ampliada da superfície. Outro aspecto importante na caracterização de materiais é a determinação de sua composição química. Os microscópios eletrônicos de varredura equipados com detectores de energia dispersiva de raios-x (Energy Dispersive x-ray Spectrometer - EDS ou EDX) são de fundamental importância na determinação da composição química dos materiais. Com o MEV-EDS, é possível determinar a composição química pontual das fases que compõem o material, constituindo a EDS ferramenta indispensável na caracterização e distribuição espacial de elementos químicos.

Este trabalho tem como objetivo estudar a influência do tratamento térmico do tipo têmpera sobre a morfologia e composição química na superfície do revestimento Ni-Mo eletrodepositado sobre o aço X65.

Metodologia

A primeira etapa desse estudo consistiu na preparação das amostras estudadas. O substrato utilizado foi uma placa de aço X65, cortado em dimensões com aproximadamente 1,5 cm x 1,3 cm e com área superficial média de 1,95 cm², embutido em resina PVC para melhor conexão com o eletrodo.

Oito amostras de aço passaram por um processo de remoção de impurezas e homogeneização da superfície com lixas do tipo 100, 220, 360, 400, 600, 1000 e 1200 mesh e em seguida foram submetidas a um tratamento químico com NaOH (10%) para a retirada de graxas e H₂SO₄ (1%) para ativação da superfície.

Em seguida o banho eletrolítico foi preparado em um agitador e para 1 L de água destilada foi usado 58,82 g de citrato de sódio, 45,998 g de sulfato de níquel e 1,27 g de molibdato de sódio. Com o banho eletrolítico pronto foi realizada a eletrodeposição na superfície dos substratos. O sistema de eletrodeposição utilizado consistiu em colocar o cátodo (substrato de aço) paralelo ao ânodo (folha de platina), sem que houvesse contato entre ambos para depois disso, mergulhá-lo no banho eletrolítico de Ni-Mo. O pH foi ajustado em 8,5 e a temperatura foi fixada em 70 °C, mantida em banho maria. A densidade de corrente manteve-se constante com valor igual a 50 mA sendo controlada por uma fonte de corrente contínua da marca Agilent modelo E3633A. Para estimar o tempo de eletrodeposição foi usada a equação do cálculo da carga elétrica: $Q = i \cdot t$ e a partir dessa equação foram encontrados os tempos de eletrodeposição para os oito experimentos: 30; 28; 29; 24,5; 25; 29; 29; 34,2 minutos, respectivamente. Depois do processo de eletrodeposição, o substrato revestido foi enxaguado com água destilada.

Com a superfície do aço já revestida com a liga Ni-Mo, sete amostras passaram pelo tratamento térmico do tipo têmpera que consiste no aquecimento da peça até uma determinada temperatura, permanência nesta temperatura durante um determinado tempo, seguido de resfriamento rápido. Para realizar o tratamento térmico foi utilizado um planejamento experimental 2² com adição de três pontos centrais, variando temperatura e tempo de permanência no forno. Os níveis de investigação estudados foram: 200°C (-1), 400°C (0) e 600°C (+1) para temperatura e 20 minutos (-1), 40 minutos (0) e 60 minutos (+1) para o tempo. Um experimento que não passou pelo processo de tratamento térmico (Experimento 8) foi utilizado para fins de comparação. As amostras foram tratadas em um forno resistivo da marca EDG modelo F3000. A taxa de aquecimento utilizada para todos os experimentos foi de 10 °C/min.

Após o tratamento térmico, as amostras foram caracterizadas quanto à composição química por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e quanto à morfologia através da microscopia eletrônica de varredura (MEV), onde as imagens foram obtidas com ampliação de 3000 vezes, utilizando um microscópio eletrônico de varredura da Tescan modelo VEGA3 SBH equipado com Detector de EDS a seco da Oxford modelo X-ACT IE150.

Resultados e discussão

A liga Ni-Mo obtida por eletrodeposição foi caracterizada quanto à composição química e à morfologia. As amostras foram submetidas a um tratamento térmico e regidas por um planejamento experimental 2² com adição de três pontos centrais totalizando sete experimentos. Desta forma para delineamento experimental às amostras 1, 2, 3, 4, 5, 6 e 7 foram atribuídos temperaturas e tempos, respectivamente, 200 °C com 20 min, 200 °C com 60 min, 600 °C com 20 min, 600 °C com 60 min, 400 °C com 40 min, 400 °C com 40 min, 400 °C com 40 min e a amostra oito não sofreu tratamento térmico.

A composição química foi determinada por EDS e os resultados foram os seguintes: Experimento 1 (88% de Ni e 12% de Mo); Experimento 2 (83% de Ni e 17% de Mo); Experimento 3 (85% de Ni e 15% de Mo); Experimento 4 (89% de Ni e 11% de Mo); Experimento 5 (89% de Ni e 11% de Mo); Experimento 6 (85% de Ni e 15% de Mo) e Experimento 7 (89% de Ni e 11% de Mo). O experimento sem tratamento térmico (Experimento 8) apresentou 89% de Ni e 11% de Mo. Através dos resultados obtidos, foi observado que houve uma pequena variação de composição química após tratamento térmico. Esse comportamento pode estar ligado ao altíssimo ponto de fusão dos metais presentes na liga (2623 °C para o Molibdênio e 1455 °C para o Níquel), ou seja, a

maior temperatura utilizada no tratamento térmico realizado (600°C) é muito mais baixa que a temperatura de fusão desses metais e desta forma não foi adequada para causar uma grande variação de composição química.

A análise de morfologia foi realizada por MEV e as imagens obtidas mostraram que a temperatura e o tempo de permanência no forno afetaram a morfologia dos revestimentos. Nas micrografias obtidas foi possível observar a presença de nódulos de vários tamanhos em forma de couve-flor, este mesmo comportamento foi observado por Quiroga Argañaraz *et al.*, (2013). Nos experimentos 2 e 4, onde o tempo de permanência no forno foi maior (60 minutos) percebe-se que houve um refinamento dos grãos e os mesmos aparecem de forma mais definida se comparados aos experimentos 1 e 3, onde as amostras ficaram durante 20 minutos a uma determinada temperatura no forno. Desta forma, pode-se afirmar que o tempo foi a variável do tratamento térmico que mais influenciou na morfologia da superfície dos revestimentos.

Todos os experimentos que passaram pelo tratamento térmico apresentaram grãos maiores do que o revestimento que não passou pelo tratamento térmico. Nenhum dos ensaios mostrou a presença de microtrincas ou concentradores de tensões que pudessem diminuir a resistência à corrosão dos revestimentos.

Conclusões

De acordo com a análise de resultados, concluímos que o tratamento térmico causa uma pequena variação de composição química nos revestimentos, assim como, afeta a morfologia dos grãos dos revestimentos eletrodepositados. Percebe-se que o tempo de permanência no forno é a variável do tratamento térmico com maior influência na morfologia dos revestimentos, pois as amostras que são submetidas ao tempo de 60 minutos possuem grãos maiores e mais definidos na superfície dos revestimentos, quando comparados aos experimentos submetidos ao tempo de 20 minutos.

No geral, todos os experimentos tratados termicamente apresentam morfologia diferente do experimento não tratado, que apresentou grãos mais homogêneos e pouco definidos.

Palavras-Chave: Tratamento térmico; MEV; Liga de Ni-Mo; Têmpera.

Referências

ALLAHYARZADEH, M. H.; ALIOFKHAZRAEI, M.; REZVANIAN, A. R.; TORABINEJAD, V.; SABOUR ROUHAGHDAM, A. R. Ni-W electrodeposited coatings: Characterization, properties and applications. **Surface and Coatings Technology**, v. 307, p. 978–1010, 2016.

CHIAVERINI, V. **Tratamento térmico das ligas metálicas**. 2ª edição ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2008.

GRAY, J. E.; LUAN, B. Protective coatings on magnesium and its alloys - a critical review. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 336, p. 88–113, 2002.

HOU, K.-H.; CHANG, Y.-F.; CHANG, S.-M.; CHANG, C.-H. The heat treatment effect on the structure and mechanical properties of electrodeposited nano grain size Ni–W alloy coatings. **Thin Solid Films**, v. 518, n. 24, p. 7535–7540, 2010.

QUIROGA ARGAÑARAZ, M. P. et al. The electrochemistry of nanostructured Ni-W alloys. **Journal of Solid State Electrochemistry**, v. 17, n. 2, p. 307–313, 2013.

SOUSA, Mikarla Baía de. **Estudo da caracterização da liga Cu-Zn-Ni obtida pelo processo da eletrodeposição**. 2015.105 p. Dissertação (Mestrado) - Programa de pós-graduação em engenharia química, Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, 2015.