

Eletr deposição de CuZn de soluções alcalinas com sorbitol e partículas de SiC.

Electrodeposition of CuZn from alkaline baths with sorbitol and SiC particles.

RESUMO

Maria Isabel da Silva
mariaisabel0808@outlook.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Cornélio Procópio, Paraná, Brasil

Paulo Cezar Tulio
pauloctulio@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Cornélio Procópio, Paraná, Brasil

Eletr depositos de CuZn foram obtidos de uma solução alcalina contendo sorbitol como agente complexante e partículas duras de carbetto de silício (SiC) em uma célula de fluxo. As eletr deposições realizaram-se com densidades de corrente catódicas (i_c) constantes de: 15, 20, 30 e 40 mAcm^{-2} . A microdureza dos eletr depositos foi avaliada por meio do equipamento Microhardness Tester modelo HV-1000B. Além disso, análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de dispersão em energia (EDS) foram realizadas. Dados de microdureza revelaram altos valores frente aos CuZn de solução sem SiC. Resultados de EDS mostraram a presença de Si nesses revestimentos, podendo indicar SiC ocluído na matriz metálica. Possível oclusão de partículas de SiC na matriz CuZn poderia ser a responsável pelos altos valores de microdureza. Revestimentos compósitos CuZn-SiC estariam sendo obtidos. Tais revestimentos, por possuírem resistência mecânica, por combinar alta dureza, com alta resistência à corrosão, são interessantes para a proteção contra a corrosão com erosão. Resultados relacionados à corrosão ainda devem ser obtidos e analisados.

PALAVRAS-CHAVE: CuZn. Sorbitol. Compósito de matriz metálica. Carbetto de silício (SiC).

ABSTRACT

CuZn electrodeposits were obtained in a flow-cell from an alkaline solution containing sorbitol as complexing agent and hard silicon carbide (SiC) particles. Electrodepositions were conducted at constant cathodic current densities (i_c) of: 15, 20, 30 and 40 mAcm^{-2} . Microhardness of the coatings was evaluated in a Microhardness Tester model HV-1000B. Scanning electron microscopy (SEM) and EDS analysis were also performed. Higher microhardness values were detected when compared to CuZn coatings from solutions without SiC. Silicon was detected in these coatings by EDS, indicating a possible occlusion of SiC in the metal-matrix. Dispersed SiC phase may be the cause for the higher microhardnesses. Metal-matrix composites of CuZn-SiC may be obtained. Such coatings are interesting for erosion-corrosion protection as they combine corrosion resistance of the metal matrix and hardness of the particles. For the CuZn coatings of this work, mechanical properties were improved. Corrosion resistance needs to be evaluated.

KEYWORDS: CuZn. Sorbitol. Metal-matrix composite. Silicon carbide (SiC).

Recebido: 19 ago. 2020.

Aprovado: 01 out. 2020.

Direito autorial: Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



INTRODUÇÃO

A associação da corrosão, um problema de degradação química do metal, com degradações por solicitações mecânicas é conhecida como corrosão com erosão. Tal fenômeno atinge, principalmente, válvulas, tubos, bombas e agitadores, que são componentes expostos a fluidos que contêm particulados sólidos em suspensão (GENTIL, 2011). Além dos altos custos relacionados à corrosão – que são estimados em cerca de 3,5% do PIB de cada país (RAMANATHAN, 1997) – esse fenômeno também pode ocasionar acidentes de grandes proporções em diversas áreas industriais.

Com isso, constantemente, buscam-se maneiras de evitar esse problema. Alguns dos métodos mais usados são caros, como o emprego de aço inoxidável de alta resistência à corrosão (KAINER, 2006) e complexos, ao exigir alterações de projeto. Uma alternativa mais acessível e que traz resultados, encontra-se na eletrodeposição, que hoje é amplamente utilizada, seja para propósitos decorativos, bem como para proteção contra corrosão (BRENNER, 1963).

Revestimentos compósitos associam resistência mecânica, presente nas partículas duras da fase dispersa com resistência à corrosão, presente na matriz metálica. Tais revestimentos podem ser obtidos por meio da técnica de eletrodeposição. Nesse caso, são denominados eletrocompósitos (ALMEIDA, Ana P. R. de et al, 2016). Devido às suas características, são alternativas interessantes para proteção contra corrosão com erosão.

No presente trabalho são apresentados os resultados de microdureza, bem como medidas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de dispersão em energia (EDS) de revestimentos CuZn, obtidos por eletrodeposição a partir de solução alcalina contendo sorbitol como agente complexante e partículas duras de SiC. Por esse motivo, esse trabalho, relaciona-se ao contexto de revestimentos compósitos, a partir da eletrodeposição (revestimentos eletrocompósitos).

MATERIAL E MÉTODOS

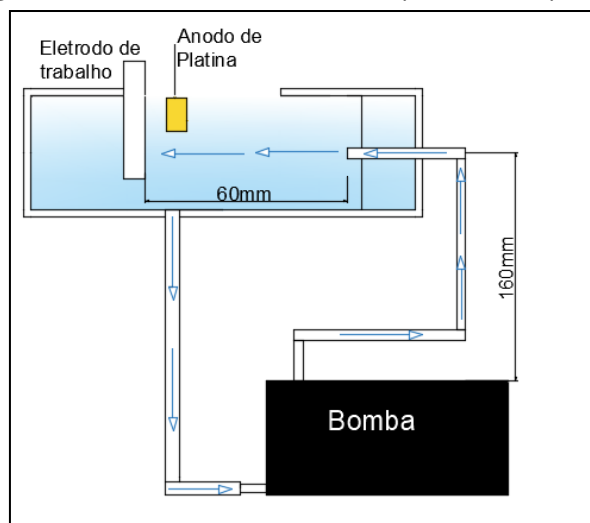
Os revestimentos foram obtidos a partir de uma solução de eletrodeposição alcalina, cuja composição de reagentes em grau PA foi a seguinte: sulfato de cobre penta-hidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 0,14 M, sulfato de zinco hepta-hidratado ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 0,06 M; Sorbitol D(-) ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6$) 0,2 M e hidróxido de sódio (NaOH) 3,0 M (ALMEIDA, Ana P. R. de et al, 2016). Para o bom preparo desta solução, deve-se garantir que a molécula de sorbitol tenha todos os seus hidrogênios ionizáveis. Isso acontece para concentrações de íon hidróxido $[\text{OH}^-] \geq 0,6 \text{ M}$. As partículas de SiC com d_{50} de 9,4 μm foram adicionadas à solução como recebidas. Uma relação de massa de SiC por volume de solução (C_{SiC}) de 10 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ foi utilizada. A solução com as partículas duras foi previamente agitada por meio de um agitador magnético por um período mínimo de 12 horas antes das eletrodeposições. Além disso, deposições sem partículas ($C_{\text{SiC}} = 0 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$) foram realizadas, para comparações e análises futuras.

Os revestimentos eletrocompósitos de CuZn foram depositados sobre a superfície de eletrodos de trabalho (ET) que consistiram de chapas retangulares de

aço SAE 1020 com 5 mm de espessura e com 100 mm² de área. As laterais e uma face dos eletrodos foram isolados com resina epóxi. Antes da imersão na solução de eletrodeposição, um pré-tratamento foi realizado. Para realizar a eletrodeposição foi empregada uma célula de fluxo - representada na Figura 1 abaixo - a qual forçava a solução a atingir a superfície do ET com uma velocidade de saída da solução do convergente de fluxo de 0,43 m.s⁻¹ controlada por uma bomba centrífuga. Como ânodo (contra-eletródo) utilizou-se uma tela de platina de 100 mm².

As eletrodeposições foram realizadas à densidades de corrente de deposição (i_g) constantes (eletrodeposições galvanostáticas) até uma espessura teórica de 50 µm estimada. As i_g utilizadas foram 15, 20, 30 e 40 mA.cm⁻². As eletrodeposições foram realizadas com o potenciostato Biologic SP-200.

Figura 1 – Célula de fluxo desenvolvida para eletrodeposição.



Fonte: Autoria própria (2020).

As medidas de microdureza foram realizadas por meio do equipamento Microhardness Tester modelo HV-1000B. O método utilizado foi o de microdureza Vickers. O ensaio consiste na análise da marca de indentação da superfície do metal aplicando-se uma força constante de 50 gf e 100 gf. Depois de realizada a indentação, são medidas as diagonais da marca, inseridas no equipamento, que retorna o valor da microdureza obtida pela indentação. Duplicatas para cada i_g foram realizadas.

Devido à alta rugosidade dos depósitos, para se avaliar a microdureza foi necessário lixar os mesmos com lixas d'água 1500 e 2000. Apesar da melhora nas medidas, estas resultaram em muito espalhamento dos pontos revelando que o método utilizado não é adequado para avaliar o efeito de reforço por partículas de SiC nos depósitos obtidos.

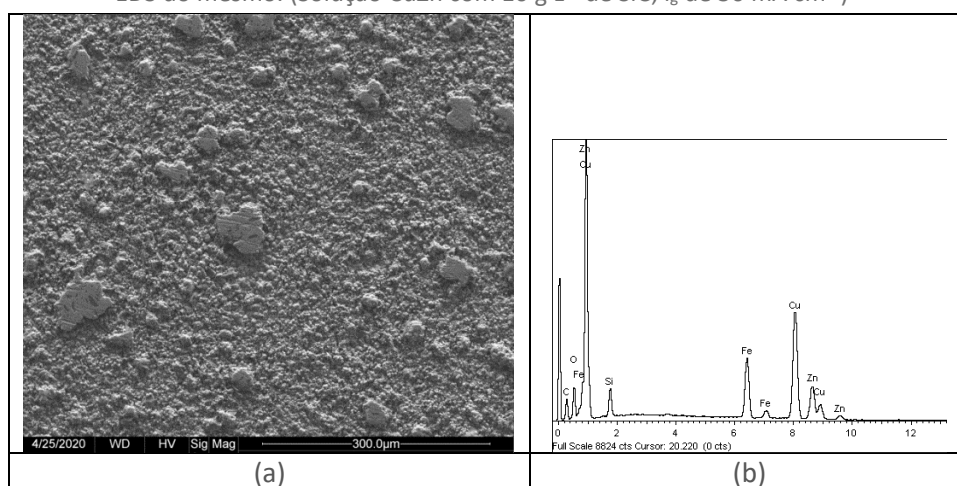
Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e medida química semiquantitativa por espectroscopia de dispersão em energia (EDS) foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura FEI Quanta 200, acoplado a um sistema de microanálise EDS-Oxford INCA.

RESULTADO E DISCUSSÃO

Os depósitos foram obtidos a partir de correntes de deposições catódicas de 15; 20; 30 e 40 mAcm^{-2} . Tais revestimentos apresentaram-se aderentes, de coloração uniforme, sem gradientes aparentes de coloração entre o centro e as bordas.

Pela micrografia de MEV da Figura 2 é possível observar-se que há depósito, em princípio, compacto, mas com alta rugosidade e com cristalititos de diferentes tamanhos. Já no espectro de EDS, evidencia-se a um pico correspondente a Si, indicando a presença de partículas de SiC neste material. Análises mais detalhadas dos revestimentos por MEV e EDS estão em andamento.

Figura 2 - (a) Micrografia de MEV de região central de revestimento CuZn, (b) Espectro EDS do mesmo. (Solução CuZn com 10 g L^{-1} de SiC; i_g de 30 mA cm^{-2})



Fonte: Autoria própria (2020)

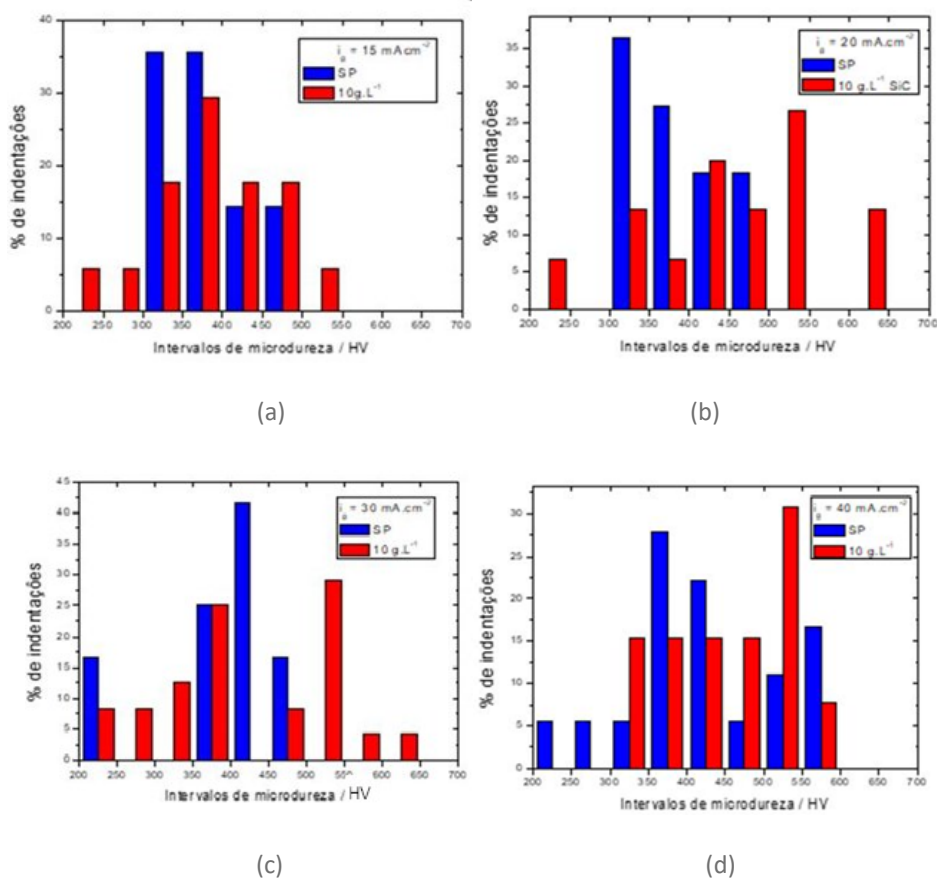
Em relação à microdureza, notou-se muito espalhamento nos pontos, mas apesar disso, observou-se que indentações bem definidas e com altos valores de microdureza eram obtidas pontualmente nos revestimentos CuZn obtidos de soluções com SiC. Em função disto, para uma melhor análise do comportamento da microdureza, gráficos de distribuição de valores foram construídos e comparados conforme se pode observar na Figura 3.

Observa-se, a partir dos gráficos, que nas amostras que continham partículas de SiC, principalmente as obtidas com correntes de deposição de 20 e 30 mAcm^{-2} , boa parte das indentações retornaram altos valores de microdureza (entre 500 e 650 HV), quando comparadas com as amostras que não continham partículas.

Ao se relacionar esses resultados com o espectro de EDS, pode-se sugerir a possibilidade da oclusão de partículas de SiC na matriz metálica CuZn, uma vez que há um pico correspondente a Si no espectro obtido.

Para a i_g de 40 mAcm^{-2} , alguns valores de microdureza, tanto para as amostras com quanto para as sem partículas de SiC, são semelhantes. Apesar disso, vê-se que na faixa de alta microdureza (de 500 a 550 HV) há uma porcentagem relevante de mais de 30% de indentações que aparecem nas amostras com partículas de SiC.

Figura 3: Distribuição das medidas de indentação realizadas em depósitos CuZn e CuZn-SiC indicados na figura. i_g de: a) 15; b) 20; c) 30 e d) 40 mAcm^{-2} . Em AZUL: matriz CuZn obtida de solução sem SiC. Em VERMELHO: CuZn com SiC, obtida de solução com SiC (MH: microdureza em Vickers)



Fonte: Autoria Própria (2020)

CONCLUSÃO

A eletrodeposição dos revestimentos de matriz metálica CuZn, com e sem fase dispersa de partículas de SiC, com Sorbitol como complexante, foi realizada em uma célula de fluxo. Os depósitos obtidos apresentaram-se aderentes em todas as condições testadas e sem gradientes de cor aparentes entre as bordas e o centro.

Principalmente para as i_g de 20 e 30 mAcm^{-2} , a análise dos dados de microdureza revela a possibilidade de oclusão de partículas de SiC na matriz metálica CuZn, visto que as amostras com partículas apresentaram uma boa porcentagem de indentações retornando altos valores de microdureza, comparando-as com as amostras obtidas nas mesmas condições, porém não contendo partículas.

As análises das imagens de MEV e EDS, também corroboram a possibilidade de oclusão de partículas de SiC na matriz metálica de CuZn. Análises mais aprofundadas nesse aspecto, ainda são necessárias. Para estas condições de obtenção, há boas perspectivas de utilização destes revestimentos de CuZn com

SiC na proteção contra corrosão com erosão, em termos de maior resistência mecânica.

AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao CNPq pela bolsa e à UTFPR pelos auxílios material e financeiro, que possibilitaram a realização do presente trabalho.

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, A. P. R. et al. Reinforcement of CuZn coatings obtained by electrodeposition from a free-of-cyanide alkaline solution containing Al_2O_3 hard particles. In: *2nd INTERNATIONAL SEMINAR ON INDUSTRIAL INNOVATION IN ELECTROCHEMISTRY*, 2016, Curitiba. **Anais**. São Paulo: Blucher, 2016, p.35-42.

BRENNER, A. **Electrodeposition of Alloys**: Principles and Practice, vol. I, Londres: Academic Press, 1963.

GENTIL, V. **Corrosão**. 3. ed. Rio de Janeiro: Editora S.A, 1996.

KAINER, K. U. **Metal Matrix Composites**: Custom-made Materials for Automotive and Aerospace Engineering. Weinheim: Wiley.VCH, 2006.

RAMANATHAN, L. V. **Corrosão e seu controle**. 3. ed. São Paulo: Hemus, 1997.