

Obtenção de revestimento eletroquímico da liga metálica Ni-Fe-Nb com resistência à corrosão por eletrodeposição**Electrical coating obtainment of Ni-Fe-Nb metallic line with resistance to electrical corrosion**

DOI:10.34117/bjdv6n10-288

Recebimento dos originais: 13/09/2020

Aceitação para publicação: 14/10/2020

Francisco Carlos de Medeiros Filho

Mestrando em Ciências Naturais e Biotecnologia - UFCG
Universidade Federal de Campina Grande - UFCG.
Centro de Educação e Saúde - CES.
Unidade Acadêmica de Biologia e Química – UABQ,
Sítio Olho d’Água da Bica s/n, 58175-000 Cuité, Paraíba.
E-mail: carlosfilho1202@gmail.com

Jaqueline Ferreira Ramos

Doutoranda em Química - UFRPE
Universidade Federal Rural do Pernambuco - UFRPE
Universidade Federal de Campina Grande - UFCG.
Centro de Educação e Saúde - CES.
Unidade Acadêmica de Biologia e Química – UABQ,
Sítio Olho d’Água da Bica s/n, 58175-000 Cuité, Paraíba.
E-mail: jaquelineferreira@outlook.com

Ana Priscila de Souza Silva

Graduada em Química - UFCG
Universidade Federal de Campina Grande - UFCG.
Centro de Educação e Saúde - CES.
Unidade Acadêmica de Biologia e Química – UABQ,
Sítio Olho d’Água da Bica s/n, 58175-000 Cuité, Paraíba.
E-mail: priscilasouza848@gmail.com

Ana Maria de Souza Araújo

Graduanda em Química - UFCG
Universidade Federal de Campina Grande - UFCG.
Centro de Educação e Saúde - CES.
Unidade Acadêmica de Biologia e Química – UABQ,
Sítio Olho d’Água da Bica s/n, 58175-000 Cuité, Paraíba.
E-mail: araujoaninha0805@gmail.com

Lorena Vanessa Medeiros Dantas

Graduanda em Química - UFCG
Universidade Federal de Campina Grande - UFCG.
Centro de Educação e Saúde - CES.
Unidade Acadêmica de Biologia e Química – UABQ,
Sítio Olho d'Água da Bica s/n, 58175-000 Cuité, Paraíba.
E-mail: Lorena9dantas@gmail.com

Breno do Nascimento Ferreira

Graduando em Química - UFCG
Universidade Federal de Campina Grande - UFCG.
Centro de Educação e Saúde - CES.
Unidade Acadêmica de Biologia e Química – UABQ,
Sítio Olho d'Água da Bica s/n, 58175-000 Cuité, Paraíba.
E-mail: brennoufcg@gmail.com

Júlia Daniela Ferreira Ramos

Graduanda em Química - UFCG
Universidade Federal de Campina Grande - UFCG.
Centro de Educação e Saúde - CES.
Unidade Acadêmica de Biologia e Química – UABQ,
Sítio Olho d'Água da Bica s/n, 58175-000 Cuité, Paraíba.
E-mail: Juliadaniela15@gmail.com

Paulo Sérgio Gomes da Silva

Prof^o Doutor em Química - UFCG
Universidade Federal de Campina Grande - UFCG.
Centro de Educação e Saúde - CES.
Unidade Acadêmica de Biologia e Química – UABQ,
Sítio Olho d'Água da Bica s/n, 58175-000 Cuité, Paraíba.
E-mail: mestrepaulodr@gmail.com

RESUMO

A liga Ni-Fe-Nb é um importante insumo empregado na obtenção de alguns tipos de aços, como os microligados e inoxidáveis, com aplicação nas indústrias de construção civil, automotiva, naval, aeronáutica, espacial, na fabricação de tubulações (grades, estruturas, gasodutos e oleodutos) e de ferramentas de alta precisão. Os metais e suas correspondentes ligas são muito utilizados nos diversos setores industriais, propiciando a geração de novas tecnologias a partir do desenvolvimento de novos materiais. Na busca de sistemas de proteção contra a corrosão, camadas metálicas protetoras são utilizadas nas indústrias como revestimentos inibidores de corrosão. Os revestimentos protetores podem ser obtidos por diversas técnicas, contudo, a eletrodeposição é a mais utilizada. Este trabalho tem como objetivo obter revestimentos de Ni-Fe-Nb por eletrodeposição e caracterizá-los quanto às propriedades de resistência à corrosão. Na metodologia analisou-se eletrodeposição, composição química, Caracterização dos eletrodepósitos e Ensaio Eletroquímico de Corrosão. Os resultados mostram que a adição de $NbCl_5$ ao banho de Watts modificado com Fe e adicionado Nb, que possibilitou a formação de eletrodepósito com uma baixíssima ocorrência de um elemento que pode ser atribuído ao Nb que foi observado na análise de FRX-ED. Devido à adição do $NbCl_5$, o pH do banho de Watts modificado com Fe foi reduzido a pH 1, que priorizou a eletrodeposição do Fe em detrimento ao Ni que eletrodeposita mais facilmente que o Fe, que possibilitou a presença de um terceiro metal no eletrodepósito que foi atribuído ao Nb.

Palavras-chave: Eletrodeposição, Nióbio, metais, corrosão.

ABSTRACT

Ni-Fe-Nb alloy is an important input used to obtain some types of steels, such as microalloys and stainless steels, with application in the civil construction, automotive, naval, aeronautical and space industries, in the manufacturing of pipes (gratings, structures, gas and oil pipelines) and high precision tools. The metals and their corresponding alloys are widely used in the various industrial sectors, enabling the generation of new technologies from the development of new materials. In the search for corrosion protection systems, protective metal layers are used in industries as corrosion inhibitor coatings. The protective coatings can be obtained by various techniques, however, electrodeposition is the most used. This work aims to obtain Ni-Fe-Nb coatings by electroplating and to characterize them as to their corrosion resistance properties. The methodology analyzed electrodeposition, chemical composition, electrodeposite characterization and electrochemical corrosion tests. The results show that the addition of $NbCl_5$ to the bath of Watts modified with Fe and added Nb, which allowed the formation of electrodeposit with a very low occurrence of an element that can be attributed to Nb that was observed in the analysis of FRX-ED. Due to the addition of $NbCl_5$, the pH of the bath of Watts modified with Fe was reduced to pH 1, which prioritized the electrodeposition of Fe in detriment to the Ni that electrodeposits more easily than Fe, which allowed the presence of a third metal in the electrodeposit that was attributed to Nb.

Keywords: Electrodeposition, Niobium, metals, corrosion.

1 INTRODUÇÃO

A corrosão é um processo de deterioração dos metais por meio de reações químicas ou eletroquímicas no meio corrosivo, esse desgaste do metal são perdas das propriedades do mesmo sofridas pelo ambiente. Os metais e suas correspondentes ligas são muito utilizados nos diversos setores industriais, propiciando a geração de novas tecnologias a partir do desenvolvimento de novos materiais. Na busca de sistemas de proteção contra a corrosão, camadas metálicas protetoras são utilizadas nas indústrias como revestimentos inibidores de corrosão. Os revestimentos protetores podem ser obtidos por diversas técnicas, contudo, a eletrodeposição é a mais utilizada. Este processo consiste em depositar uma camada fina sobre a superfície de um substrato por meio da eletrólise. A técnica permite a obtenção de camadas com elevada pureza e homogeneidade, controle da composição química, espessura de camada e microestrutura dos revestimentos. O Nióbio e suas ligas vêm sendo utilizados em diversas aplicações industriais há muitos anos, apresenta excelente resistência à corrosão em soluções de cloreto mesmo com presença de agentes oxidantes. A formação espontânea, ao ar, de um filme de Nb_2O_5 , que é aderente e resistente à corrosão, permite a manutenção da passividade em presença de meios oxidantes e redutores.

A liga Ni-Fe-Nb é um importante insumo empregado na obtenção de alguns tipos de aços, como os microligados e inoxidáveis, com aplicação nas indústrias de construção civil, automotiva, naval, aeronáutica, espacial, na fabricação de tubulações (grades, estruturas, gasodutos e oleodutos) e de ferramentas de alta precisão. Deve ser breve e justificar o problema estudado de forma clara, utilizando-se do referencial teórico. Este trabalho tem como objetivo obter revestimentos de Ni-Fe-Nb por eletrodeposição e caracterizá-los os quanto às propriedades de resistência à corrosão.

O Brasil é o maior produtor de Nióbio, sendo assim, se fundamenta a importância de investimentos em pesquisa para obtenção de novas ligas, como por exemplo, o Nb-Fe, que recentemente possui aplicações e resistência à corrosão tão necessária para o mercado. No universo de aplicações do nióbio, “O uso do metal em ferros fundidos é mais recente ocorrendo em peças para uso automotivo, como camisas de cilindros e anéis de segmento, e também em discos de freio de caminhões.” (STUART e HULKA et al, 1999). O Nióbio apresenta excelente resistência à corrosão em soluções de cloreto mesmo com presença de agentes oxidantes. A formação espontânea, ao ar, de um filme de Nb_2O_5 , que é aderente e resistente à corrosão, permite a manutenção da passividade em presença de meios oxidantes e redutores (SOUZA 2011).

Nióbio e ligas de Nióbio têm sido usadas em um grande número de aplicações industriais por muitos anos. Essas aplicações incluem aços e metais reativos, anodos para proteção catódica, supercondutores, turbinas de foguetes, rebites de aeronaves, lâmpadas de Sódio a vapor, joias, lanças

de oxigênio para oxidação sob pressão de minérios, assim como aplicações em processamentos químicos. Durante os últimos 10-15 anos, o Nióbio tem sido considerado e aplicado em cada vez mais processos químicos devido à sua excelente resistência à corrosão em muitos ambientes. Importantes aplicações químicas do Nióbio incluem ácido hidrocloreto, ácido nítrico, ácido sulfúrico, ácido crômico, ácidos orgânicos, sais e metais líquidos.

As superligas são compostas de vários metais que apresentam elevada resistência mecânica, estabilidade superficial e resistência à corrosão e oxidação, além de serem relativamente leves. O desenvolvimento de novas superligas à base de Nióbio poderá levar a uma maior eficiência energética em usinas termelétricas e em sistemas de propulsão de aviões e foguetes. Segundo AZEVEDO 2010, o nióbio no geral é resistente, mas em soluções salinas se hidrolisam para formar bases. A questão dos ácidos em temperaturas elevadas compromete a resistência, na presença de ácido clorídrico em misturas com ácido sulfúrico, ácido nítrico e os demais ácidos.

Em suma, foi possível identificar no desenvolvimento da pesquisa a dificuldade de referências bibliográfica com temas análogos. Assim, os possíveis artigos encontrados estão em fase de adaptação aos procedimentos experimentais no processo de eletrodeposição como também ainda evidenciam o nióbio adicionado em substâncias que em sua composição com outros metais exerce resistência à corrosão. Este trabalho tem como objetivo obter revestimentos de Ni-Fe-Nb por eletrodeposição e caracterizá-los quanto às propriedades de resistência à corrosão.

2 METODOLOGIA

As ligas foram obtidas por variação das proporções na metodologia experimental já estabelecida em trabalhos anteriores desenvolvidos no Laboratório de Eletroquímica e Corrosão – Campus Cuité-PB (LEC/CES/UFCG), a partir de eletrólitos contendo apenas os sais com os íons metálicos na concentração molar de 2:1 entre íons de Fe, Ni e íons Nb ao banho de Watts, adição de Fe20% Nb1% foi analisado eletrodeposição, composição química por Energia Dispersiva de Raios – X (EDX). Ensaio eletrolítico de corrosão e Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) e Difratômetro de Raio-X.

Tabela 1. Modificação do banho de Watts, adição de Fe20% Nb1%

Substância	Fórmula Química	Concentração (g/L)	M.M.	Molaridade	Função
Sulfato de Níquel	NiSO ₄ .6H ₂	199	262,85	0,757	Fonte de Níquel
Pentacloreto de Nióbio	NbCl ₅	50	270,17	0,5095	Fonte de Nióbio
Cloreto de Níquel	NiCl ₂ .6H ₂ O	50	237,70	0,210	Fonte de Níquel
Sulfato Ferroso	FeSO ₄ .7H ₂ O	85	278,02	0,306	Fonte de Ferro
Ácido Bórico	H ₃ BO ₃	40	61,83	0,647	Tamponante

Fonte: Dados da pesquisa, 2020.

Desta forma, se obteve uma eletrodeposição com base de NiFe com adição de Nb ao banho. Para a eletrodeposição os corpos de prova foram imersos em um béquer contendo 50 mL de solução de NiFe+1%Nb que passou de pH 3,0 para pH 1,00. Foi feito um eletrodepósito com carga de 100 Coulombs, por 7 minutos à temperatura de 55°C e densidade de corrente 0,1A/cm² e 0,225A total, sob agitação constante de 30 RPM durante o processo

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Se obteve uma eletrodeposição com base de NiFe com adição de Nb ao banho. Para a eletrodeposição os corpos de prova foram imersos em um béquer contendo 50 mL de solução de NiFe+1%Nb que passou de pH 3,0 para pH 1,00. Foi feito um eletrodepósito com carga de 100 Coulombs, por 7 minutos à temperatura de 55°C e densidade de corrente 0,1A/cm² e 0,225A total, sob agitação constante de 30 RPM durante o processo.

Figura 1. Imagens superficiais do substrato depois do depósito



Fonte: Própria, 2020.

Tabela 2. Condições de preparo dos banhos eletrolíticos
Fonte: Dados da pesquisa, 2020.

Valores de pH do banho	Fe (%)	Ni(%)	Composição de Nb(%)
1,05	61.904 %	36.212 %	1.884 %
1,08	62.497 %	37.503 %	--

Nesta fase do processo foi obtido um eletrodepósito brilhante semelhante aos eletrodepósitos obtidos no banho de Watts, que foram avaliados por EDX para verificar a composição resultante.

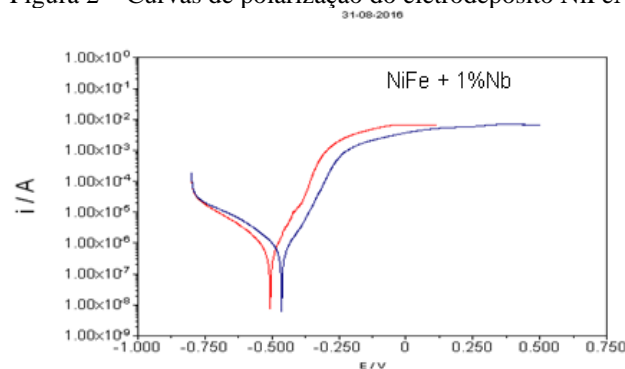
A composição química obtida por EDX do eletrodepósito obtido, NiFeNb, onde podemos observar se houve a eletrodeposição do Nb nestas condições. Nesta análise, foi observado a presença de um terceiro elemento na composição o qual poderia ser atribuído ao Nb. Partindo-se do banho utilizado que só tinha em sua composição Ni com percentual de 36.212 % , Fe com 61.904 % , Nb, podemos atribuir o percentual de 1,884 % a este elemento, mesmo não sendo atribuído diretamente pela análise de EDX.

Tabela 3. Composição Química por EDX do eletrodeposito NiFeNb
Fonte: Dados da pesquisa, 2020.

Eletrodepósito	pH	i(mA/cm ²)	Tempo (m)	Carga (C)	Massa do depósito(g)
Eletrodeposito1	1,08	0,225	7,00	100	0,0125
Eletrodeposito2	1,05	0,228	7,00	100	0,0113

Os ensaios eletroquímicos de corrosão foram feitos por Polarização Linear Potenciodinâmica (PLP) e Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE), utilizando-se um postentostato/galvanostato AUTOLAB PG STATE 30®. As curvas de PLP e EIE foram obtidas com uma taxa de varredura de 1mVs⁻¹ e os valores de potencial de corrosão e de resistência de polarização foram obtidos diretamente das curvas.

Figura 2 – Curvas de polarização do eletrodepósito NiFeNb

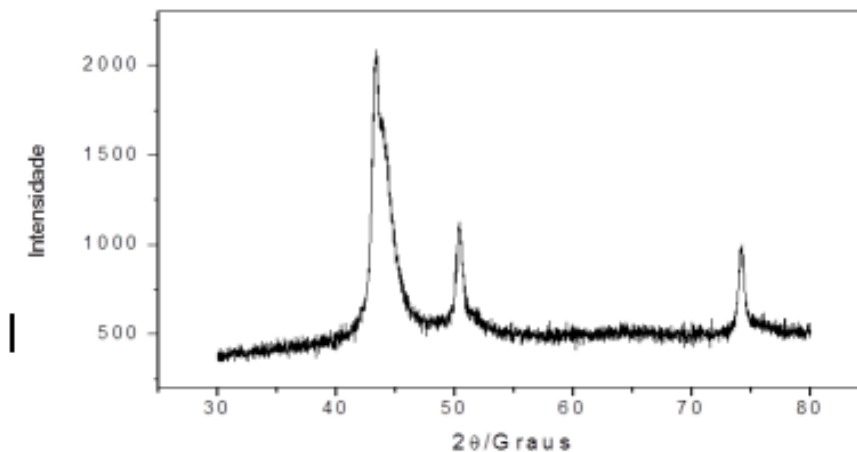


Fonte: Própria, 2020.

As curvas de polarização para os eletrodépósitos de NiFeNb obtidos em pH = 1 a amostra que apresentou potencial de circuito aberto, $E_{ca} = -0,44V$ e $-0,42V$ e potencial de corrosão E_{corr} por PLP = $-0,463V$ e $-0,505V$, potenciais estes mais negativos que os eletrodépósitos obtidos por Cunha 2016, o qual foi modificado com a adição de 1% de Nb para se obter o eletrodépósito NiFeNb. Estes resultados mais negativos, podem ser associados ao maior percentual de Fe (~62%) resultante com a presença do Nb, que influenciou no pH do banho, reduzindo de pH 3,0 para pH 1,0, prioriza a maior eletrodposição do Fe em relação os eletrodépósitos obtidos por Cunha 2016. Há uma tendência de dissolução da camada devido ao comportamento ascendente da curva após o E_{corr} isto pode se associar ao Fe por ser mais propenso à dissolução que Ni e Nb.

Na figura 3 mostra a análise por DR-X mostra picos bem definidos caracterizando um eletrodépósito cristalino, com os picos de Fe e Ni bem definidos, ausência do pico de Nb, que pode ser atribuído ao seu baixo percentual de ocorrência, provavelmente sobreposto na linha de base do gráfico de DR-X.

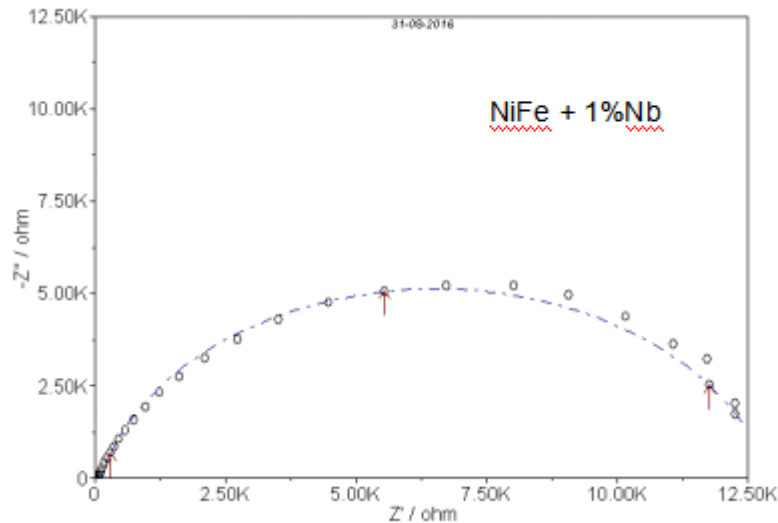
Figura 3. DRX da liga NiFeNb



Fonte. Dados da pesquisa, 2020.

As curvas de impedância eletroquímica da liga de NiFeNb. A partir destes diagramas observa-se os semicírculos característicos de EIE, onde se pode observar que o arco da impedância formado pelo eletrodépósito tem uma resistência de polarização (R_p) à corrosão de $1,564 \cdot 10^3 \Omega$, valores estes próximos aos observado por Cunha 2016.

Figura 4. Curvas de Espectroscopia de Impedância Eletroquímica do eletrodepósito NiFeNb.



Fonte. Dados da pesquisa, 2020.

4 CONCLUSÕES

A baixa ocorrência de eletrodeposição do Nb foi dificultada devido à fonte de Nb disponível para a realização deste projeto, onde foi utilizado o Pentacloreto de Niobio (NbCl_5) que sozinho em meio aquoso leva à formação de óxido de Nb dificultando a sua solubilização e, portanto sua quase ausência como íon em solução para viabilizar o processo de eletrodeposição.

A adição de NbCl_5 ao banho de Watts modificado com Fe e adicionado Nb, possibilitou a formação de eletrodepósito com uma baixíssima ocorrência de um elemento que pode ser atribuído ao Nb que foi observado na análise de EDX.

Devido à adição do NbCl_5 , o pH do banho de Watts modificado com Fe foi reduzido a pH 1, que priorizou a eletrodeposição do Fe em detrimento ao Ni que eletrodeposita mais facilmente que o Fe, possibilitou a presença de um terceiro metal no eletrodepósito que foi atribuído ao Nb.

Os ensaios de corrosão mostraram comportamento mais susceptível à corrosão devido à maior presença de Fe, que apresentaram $E_{\text{corr.}} = -0,48\text{V}$ e $R_p = 1,564 \times 10^3 \Omega \text{cm}^2$ valores estes ligeiramente menores que os observados no banho de Watts modificado com Fe estudados por Cunha 2016.

FOMENTO

Ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - Brasil) pela concessão da bolsa PIBIC;

Ao Laboratório de Eletroquímica e Corrosão (LEC) da UFCG/CES, campus de Cuité, onde este projeto foi desenvolvido e realizado, por todo apoio e contribuição;

REFERÊNCIAS

AZEVEDO, L. M. S., SÍNTESE DO NIOBATO DE SÓDIO A PARTIR DO ÓXIDO DE NIÓBIO E DO NIÓBIO METÁLICO. Rio de Janeiro, 2010.

CUNHA, A. C. C., Estudo da liga NiFe de suas propriedades por DMA, Trabalho de Conclusão de Curso – TCC, CES/UFCG, Campus Cuité-PB, 2016.

SOUZA JUNIOR, J, G, Revestimento à base de nióbio e nióbio-ferro obtido por aspersão térmica hipersônica sobre aço API 5L X70, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Dissertação, Porto Alegre – RS, 2011.

STUART, H. e HULKA, K. et al. 1999. Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração. Usos e usuários finais de nióbio. Disponível em < <http://www.cbmm.com.br/br/p/173/usos-e-usuarios-finais-de-niobio.aspx>> 10 de janeiro de 2016) às 14H.

MARIANO, C. Obtenção de revestimentos de nióbio depositados por aspersão térmica para proteção à corrosão marinha, Dissertação, Universidade Federal do Paraná, CURITIBA, 2008.