



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

**ESTUDO DA EFICIÊNCIA DE SOLUÇÕES EMPREGADAS  
NA DEPOSIÇÃO DE LIGAS DE NIP EM LIGA DE ALUMÍNIO  
6351**

Maria Eduarda Saito

Relatório Final de Iniciação Científica do  
Programa PIBIC, orientada pela  
Dra. Graziela da Silva Savonov

INPE

São José dos Campos

2022



## RESUMO

A indústria aeroespacial é extremamente dependente de materiais metálicos para seu funcionamento, tendo em vista o alumínio como um dos principais metais utilizados devido às suas propriedades tais como dureza, ponto de fusão relativamente baixo, condução térmica e elétrica, ductilidade e leveza, além de seu baixo custo em relação a outros metais com características semelhantes. Entretanto, este metal está sujeito a sofrer alterações em suas propriedades devido à corrosão atmosférica e ao atrito. Deste modo, procedimentos de tratamento de superfícies são utilizados para aumentar a resistência do alumínio, e a deposição química de NiP (níquel fósforo) a qual foi utilizada para aumentar a resistência a corrosão e desgaste desse material. O presente projeto visou avaliar a vida útil de soluções empregadas na deposição química de NiP além de analisar a corrosão das camadas obtidas em cada uma solução estudada. O trabalho foi realizado contemplando as etapas de preparação das amostras, deposição de NiP, ensaios de corrosão empregando polarização potenciodinâmica, caracterização química da solução de trabalho por cromatografia e caracterização química e morfológica das superfícies por EDS (Espectroscopia por Energia Dispersiva). Dentre as faixas de pH trabalhadas (4; 4,5 e 5), a única que obteve sucesso nos procedimentos foi a de pH 5 onde foram obtidos filmes homogêneos que não sofreram delaminação. Na análise das curvas de polarização foi evidenciado o aumento a resistência à corrosão dos filmes de NiP, e a análise das soluções de trabalho por cromatografia revelou uma queda brusca da concentração de níquel e fosfito na solução estudada ao longo dos experimentos.

**Palavras-chave:** Níquel-Fósforo; Alumínio; Corrosão.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC).....	3
Figura 2: Fluxograma do procedimento de deposição de NiP.....	5
Figura 3: Estrutura montada em laboratório para realização de ensaios .....	7
Figura 4: Célula eletroquímica. ....	10
Figura 5: Cromatógrafo com módulo para cátions e ânions e injetor automático.....	12
Figura 6: Gráfico das concentrações de níquel e fosfito .....	13
Figura 7: Morfologia de topo do Experimento I (A), Experimento II (B) e Experimento III (C).....	14
Figura 8: EDS de topo do Experimento I (A), Experimento II (B) e Experimento III (C) .....	15
Figura 9: Morfologia Transversal do Experimento I (A), Experimento II (B) e Experimento III (C) .....	16
Figura 10: Espessura da camada de NiP depositada no Experimento I.....	16
Figura 11: EDS da camada de NiP do Experimento I.....	17
Figura 12: Espessura da camada de NiP depositada no Experimento II .....	17
Figura 13: EDS da camada de NiP do Experimento II.....	17
Figura 14: Espessura da camada de NiP depositada no Experimento III.....	18
Figura 15: EDS da camada de NiP do Experimento III. ....	18
Figura 16: Camada de NiP depositada no alumínio sem lixar. ....	19
Figura 17: Gráfico de curvas de polarização dos experimentos.....	20
Figura 18: Morfologia da corrosão do Experimento I (A), Experimento II (B) e Experimento III (C) .....	21
Figura 19: Imagem obtida pelo estereoscópio do filme de NiP obtido no pH = 4.....	22
Figura 20: Depósito irregular de NiP obtido no pH = 4,5. ....	22

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Componentes do banho de NiP e suas respectivas funções.....	2
Tabela 2: Materiais utilizados.....	4
Tabela 3: Reagentes utilizados .....	4
Tabela 4: Composição da solução de NiP. ....	7
Tabela 5: Condições utilizadas no cromatógrafo .....	8
Tabela 6: Descrição do cromatógrafo utilizado.....	11
Tabela 7: Resultados obtidos na cromatografia.....	13
Tabela 8: Resultados obtidos nos experimentos realizados.....	18



## **SUMÁRIO**

1	Introdução .....	1
2	Revisão Bibliográfica.....	2
3	Materiais e Métodos .....	9
4	Resultados e Discussões.....	13
5	Conclusões .....	23
6	Referências .....	24



## 1 Introdução

O uso do Alumínio e suas respectivas ligas na indústria aeroespacial vêm crescendo ao decorrer dos anos, isto se deve pelo interesse desse setor industrial nas propriedades físico-químicas deste metal, como a leveza, baixa densidade, ductilidade, boa condutividade elétrica, resistência à corrosão e baixo custo ao ser comparado com metais com propriedades similares. Entre as características mencionadas, a leveza é extremamente significativa, pois ao reduzir o peso de aeronaves, foguetes e correlatos, tem-se a economia de combustível.

A descoberta da deposição química *electroless* por Brenner e Riedell [1] possibilitou a deposição de metais como a liga de Níquel Fósforo (NiP) em superfícies como a do alumínio. Por definição, a deposição *electroless* não necessita de corrente elétrica, logo, ocorre de forma autocatalítica na qual conta com o auxílio de um agente redutor que a impulsionará, reduzindo os íons metálicos do Níquel contidos na solução para a superfície do substrato [2]. Deste modo, a ausência de corrente elétrica proporciona a deposição uniforme de filmes em relação à espessura, além de possuir boa aderência a maior parte do substrato [3].

Vale ressaltar que, por definição, corrosão é a degradação que um corpo sofre através de modificações químicas e físicas entre esse corpo e o meio em que está inserido. Ainda, produtos da indústria aeroespacial, que contém metal em sua composição, estão sujeitos a sofrer corrosão atmosférica, uma vez que, demoram anos para serem lançados ao espaço e possuem contato direto com a umidade do ar [2]. Logo, a corrosão atmosférica pode ser definida como a reação de oxirredução na qual o metal perde elétrons, aumentando seu número de oxidação (NOX) e atuando como agente redutor, e o eletrólito (umidade do ar) ganha elétrons, diminuindo seu número de oxidação e atuando como agente oxidante.

Portanto, o presente trabalho visou a avaliação da vida útil de soluções empregadas na deposição de NiP. Além disso, ele também objetivou o estudo da corrosão dos revestimentos obtidos em cada solução utilizada.

## 2 Revisão Bibliográfica

É possível afirmar que uma maneira de minimizar o processo corrosivo é interpor uma barreira entre o metal e o meio corrosivo, no caso, um revestimento metálico como o Níquel Fósforo [4]. Logo, filmes *electroless* de NiP são largamente utilizados pois apresentam alta dureza, resistência a corrosão e desgastes físico-químicos [5]. Vale ressaltar a viabilidade do procedimento, pois é de operação simples, possui baixo custo de investimentos e apresenta ótimo resultado no quesito resistência e dureza [6].

A solução de Níquel Fósforo desenvolvida no Laboratório de Tratamentos de Superfície da Coordenação de Manufatura, Montagem, Integração e Testes do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) conta com diversos componentes para que haja a deposição em metais, como pode ser observado na *Tabela 1* que conta com os seus componentes e suas respectivas funções. Ainda, alguns parâmetros devem ser estabelecidos durante a deposição *electroless* a fim de garantir a formação de um bom filme de NiP, são estes: agitação constante, pH, temperatura e volume da solução em relação a superfície a ser depositada.

**Tabela 1:** Componentes do banho e suas funções.

Componente	Função
Íons Metálicos	Fonte de Metal
Agentes Redutores	Fornece elétrons para redução dos íons metálicos
Complexantes	Previnem o excesso de íons metálicos livres
Aceleradores	Aceleram o agente redutor e aumentam a taxa de deposição
Estabilizadores	Previnem a degradação do banho
Tampão	Mantém o pH
Regulador de pH	Ajuste de pH

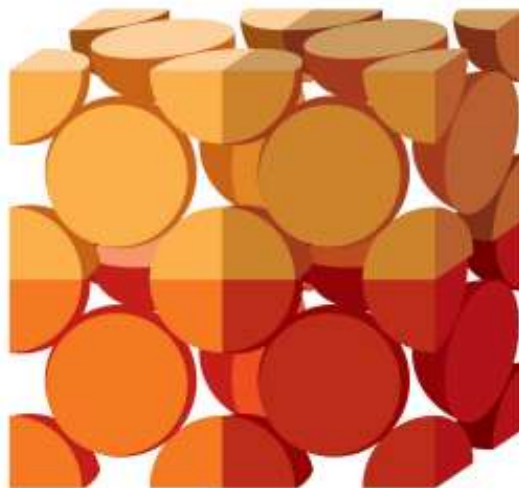
Fonte: SUDAGAR [7]

Ademais, o pH está diretamente relacionado com a taxa de deposição, isto é, o aumento do pH da solução resulta no aumento da taxa de deposição de NiP e, também resulta na redução do teor de fósforo no depósito [2]. A temperatura interfere na taxa de deposição, e com o aumento da temperatura da solução de NiP, um filme mais espesso é obtido. Contudo, temperaturas superiores a de 90 °C resultam na diminuição da taxa de deposição, e ainda, podendo gerar instabilidade ou até a degradação dessa solução [8].

Ademais, a taxa de deposição dessa reação está diretamente relacionada a soma das taxas de deposição de cada elemento, isto é, depende da deposição do níquel (Ni) e do fósforo (P). O aumento da concentração de íons hipofosfito acarreta no aumento da taxa de deposição e também o aumento no teor de fósforo nos depósitos [9]. Logo, tanto o níquel quanto o fósforo são depositados simultaneamente, contudo, o teor de Ni será superior ao de P devido a maior concentração de íons livres de Ni.

Vale ressaltar que o NiP é definido como sólido amorfo pois a estrutura cristalina do níquel é CFC (cúbica de face centrada), como pode ser observado na *Figura 1*, e a deposição do fósforo ocorre nos interstícios octaédricos do Ni. Desse modo, concluindo a estrutura amorfa do NiP, uma vez que, a rede cristalina do Ni é deformada pelo P [10].

**Figura 1:** Estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC).



Fonte: ÁVILA, N. V. V. [18]

### 3 Materiais e Métodos

#### 3.1 Materiais Utilizados

Para o procedimento de deposição de NiP, diversos materiais foram utilizados não apenas na deposição propriamente dita, mas também no pré-tratamento das amostras de alumínio 6351. Estes materiais podem ser observados na *Tabela 2* e na *Tabela 3* são apresentados os reagentes

**Tabela 2:** Materiais utilizados.

Politriz	Termômetro
Lixa d'água 600	Chapa Aquecedora
Lixa d'água 1200	Banho Maria
Banho Ultrassônico	Agitador
Fio de Cobre	pHmetro
Béquero	Pipeta

Fonte: Autor

**Tabela 3:** Reagentes utilizados.

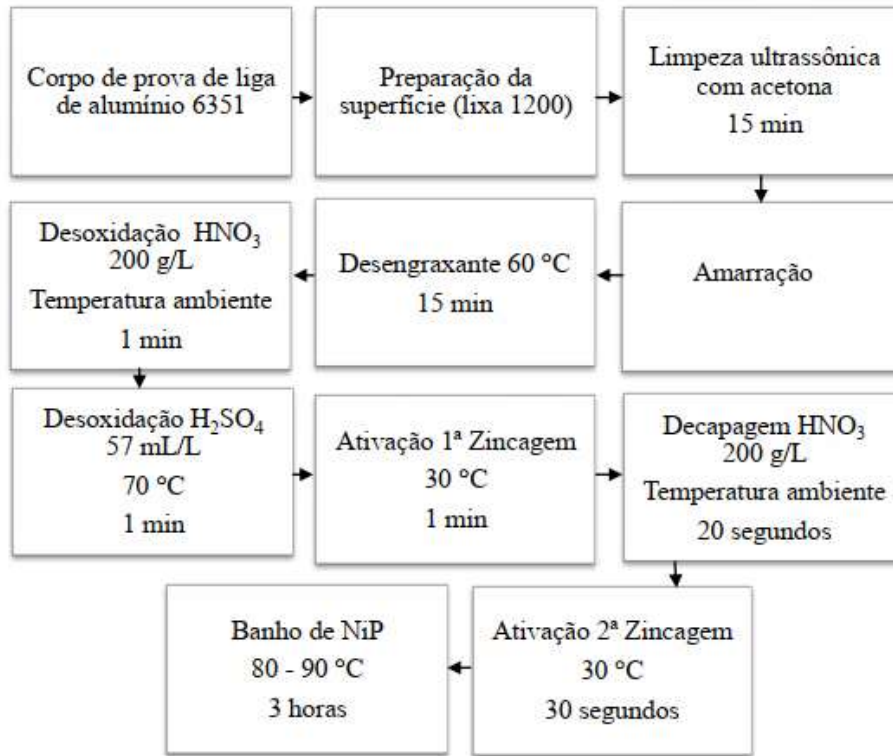
Acetona P.A.	Hipofosfito de Sódio P.A.
Desengraxante Turco Ridoline	Citrato de Sódio P.A.
Ácido Nítrico P.A.	Acetato de Sódio P.A.
Ácido Sulfúrico P.A.	Tioureia P.A.
Ácido Sulfúrico 50%	Hidróxido de Amônio P.A.
Sulfato de Níquel P.A.	Água Deionizada
Alumon® (solução de zincagem)	

Fonte: Autor

### 3.2 Procedimento Experimental

A partir do conhecimento dos materiais e reagentes utilizados, é possível definir o procedimento experimental, este pode ser observado na *Figura 2*.

**Figura 2:** Fluxograma do procedimento de deposição de NiP.



Fonte: NASCIMENTO, G. S. [2]

A partir de tarugos de liga de alumínio 6351 de 16 mm de diâmetro foram retiradas amostras de 3 mm de espessura. Apenas uma face dessas amostras foi sujeita ao lixamento na politriz utilizando, inicialmente lixa d'água granulometria 600 mesh, e posteriormente, lixa d'água granulometria 1200 mesh. Esta etapa se faz imprescindível para garantir a homogeneidade da superfície do substrato.

Em seguida, as amostras foram submetidas ao banho ultrassônico utilizando acetona P.A. durante 15 minutos a fim de remover os resíduos do processo anterior. Quando retiradas, as amostras foram amarradas com fios de cobre. Vale ressaltar que em ambas etapas é crucial não trocar com a superfície do substrato evitando manchas.

A etapa da limpeza com desengraxante Turco Ridoline 53 de concentração 15 g/L, uma solução alcalina comercial da Henkel, consistiu na imersão das amostras em solução com temperatura 60 °C durante 15 minutos, esta etapa é responsável pela eliminação de compostos lipídicos presentes nas amostras. Em relação a desoxidação, procedimento de remoção de filmes e óxidos, são realizadas em duas etapas, a primeira consiste na imersão das amostras em  $HNO_3$  (ácido nítrico) [200 g/L] em temperatura ambiente com duração de 1 minuto, já a segunda etapa conta com  $H_2SO_4$  (ácido sulfúrico) [57 mL/L] à 70 °C durante 1 minuto.

Em seguida, foi realizada a dupla zincagem, isto é, aplicação de uma fina camada de zinco na superfície de alumínio, uma vez que, o NiP não é depositado diretamente no substrato. Ademais, o procedimento de dupla zincagem, isto é, a remoção parcial da primeira camada depositada e em seguida é depositado mais uma camada de zinco, é recomendado a fim de garantir uma boa excelente aderência da camada de zinco [11]. Ambas as etapas utilizam ALUMON EM da MacDermid Enthone com concentração de 300 mL/L em uma temperatura de 30 °C, a primeira zincagem teve duração de 1 minuto e, em sequência, foi realizada a remoção parcial dessa camada utilizando  $HNO_3$  (ácido nítrico) [200 g/L] em temperatura ambiente por 20 segundos e, em seguida, foi realizada a segunda zincagem com duração de 30 segundos.

Após a segunda zincagem, as amostras estão prontas para receber a deposição de NiP, a solução foi desenvolvida em laboratório e contém componentes como hipofosfito de sódio, citrato de sódio, acetato de sódio, tiourea e sulfato de níquel (*Tabela 6*). A deposição se deu com volume da solução igual a 800 mL para a quantidade de 5 amostras, a temperatura foi mantida constante entre 87 a 90 °C utilizando banho maria com um becker de 4 L, uma chapa aquecedora e pH = 5. Para a agitação da solução foi utilizado um sistema de agitação mecânica constante leve a fim de homogeneizar a solução. A deposição teve duração de 3 horas e, a cada 15 minutos, o pH da solução era monitorado utilizando um pHmetro da marca Lucadema e modelo Luca-210, e caso necessário, o pH foi ajustado utilizando hidróxido de amônio P.A., para aumentar o valor, ou ácido sulfúrico 50%, para abaixar o valor. A estrutura montada em laboratório pode ser observada na *Figura 3*.

**Tabela 4:** Composição da solução de NiP.

Componente	Concentração [g/L]
Acetato de Sódio	5
Citrato de Sódio	12,5
Hipofosfito de Sódio	10
Sulfato de Níquel	30
Tioureia	0,001

Fonte: Autor

**Figura 3:** Estrutura montada no laboratório para realização de ensaios.



Fonte: Autor

Vale ressaltar que, durante todo o processo de pré-tratamento das amostras, desde o uso do desengraxante até a deposição de NiP, as amostras passaram por lavagem dupla, isto é, lavagem com água corrente e em seguida com água deionizada, entre um processo e outro. Este procedimento é necessário para evitar contaminação das soluções, além de garantir o melhor resultado de pré-tratamento.

Ademais, as condições utilizadas para a cromatografia podem ser observadas na *Tabela 5*.

**Tabela 5:** Condições utilizadas no cromatógrafo.

<b>Volume do loop de injeção</b>	<b>Ânions: 10µL</b> <b>Cátions: 10µL</b>
<b>Fluxo</b>	Ânions: 0,7 ml/min Cátions: 0,9 ml/min
<b>Temperature de análise</b>	35°C

Fonte: Autor

### 3.3 Caracterização e Testes do filme e solução de NiP

#### 3.3.1 Ensaio de Corrosão

Os ensaios de corrosão foram empregados a polarização potenciodinâmica em solução de cloreto de sódio a 3,5% pp. Os experimentos foram conduzidos varrendo o potencial a uma taxa de varredura de  $1 \text{ mVs}^{-1}$  em uma faixa de  $\pm 500 \text{ mV}$  a partir do potencial de circuito aberto (OCP) utilizando o potenciostato/galvanostato da Metrohm modelo PGSTAT302N. Os resultados obtidos foram analisados a partir da lei de Tafel através da extrapolação do trecho linear dos ramos anódico e catódico das curvas de polarização. Ainda, na intersecção destas retas, o valor da densidade da corrente da corrosão ( $j_{corr}$ ) foi obtido de acordo com a *Equação 1* de Butler Volmer. Para calcular a eficiência protetiva (Pi) dos revestimentos foi empregada a *Equação 2* [12].

$$j = j_{corr} \left\{ e^{\frac{\alpha_a z F}{RT}(E-E_{corr})} - e^{-\frac{\alpha_c z F}{RT}(E-E_{corr})} \right\} \quad \text{Equação 1}$$

$$Pi = \left( \frac{j_{corr}^0 - j_{corr}}{j_{corr}^0} \right) \times 100 \quad \text{Equação 2}$$



Onde:

$j$  = Densidade de corrente do eletrodo

$j_{corr}$  = Densidade de corrente de corrosão

$P_i$  = Eficiência protetiva

$E$  = Potencial do eletrodo

$E_{corr}$  = Potencial de equilíbrio

$T$  = Temperatura absoluta

$z$  = Número de elétrons envolvidos na reação do eletrodo

$F$  = Constante de Faraday

$R$  = Constante de gás universal

$\alpha_a$  = Coeficiente de carga anódica

$\alpha_c$  = Coeficiente de carga catódica

No experimento de corrosão empregando polarização potenciodinâmica, uma diferença de potencial aplicada entre o eletrodo de trabalho é a amostra, e o eletrodo de referência promove a passagem da corrente elétrica, que foi medida no contra-eletrodo. É importante dizer que o contra-eletrodo utilizado foi de platina, uma vez que, esse tipo de dispositivo deve ser feito de materiais inertes a fim de evitar sua dissolução ao decorrer do experimento [13]. Portanto, o potencial é lido entre o eletrodo de referência e o eletrodo de trabalho que estão em fase paralela no circuito, já a corrente é lida entre o eletrodo de trabalho e o contra-eletrodo que estão em série no circuito [14]. É possível observar a célula eletroquímica contendo o contra-eletrodo, eletrodo de trabalho e eletrodo de referência na *Figura 4* todos imersos em solução de NaCl 3,5% pp.

**Figura 4:** Célula eletroquímica.



Fonte: Autor

### 3.3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Imagens obtidas através de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) são formadas de maneira indireta, isto é, não existe um caminho óptico entre amostra e imagem. Deste modo, a formação de imagens se dá, inicialmente, pela produção de um feixe de elétrons apontado sobre a amostra, esta interação entre elétrons atingidos e átomos superficiais da amostra produz uma série de sinais, tais como elétrons secundários, retroespalhados, fótons, raios-X, etc, estes sinais podem ser coletados através de detectores específicos posicionados no interior do microscópio. Ainda, estes sinais coletados são codificados, modulando-se a intensidade de sinais de um tubo de raios catódicos, e por fim, originando a formação de imagens com aumentos da ordem de 10 a 30.000 vezes [15].

### 3.3.3 Espectroscopia de Dispersão de Raios-X

Dentre os sinais gerados pela interação do feixe de elétrons primários com os átomos da amostra, há a emissão de raios-X, como mencionado anteriormente. Para que os sinais

sejam coletados, é necessário que um detector seja acoplado ao MEV. Ao analisar a emissão de raios- X, dois componentes são observados: raios-X característicos, estes permitem identificar e quantificar os elementos presentes, e raios-X contínuos, estes responsáveis pelo background em todos os níveis de energia [16].

### 3.3.4 Cromatografia

A cromatografia é uma técnica utilizada a fim de separar componentes de uma mistura. Esta separação cromatográfica é baseada na distribuição dos componentes entre uma fase estacionária e uma fase móvel, deste modo, a separação é resultado das diferenças de velocidade dos componentes arrastados pela fase móvel devido as diferentes interações com a fase estacionária [17].

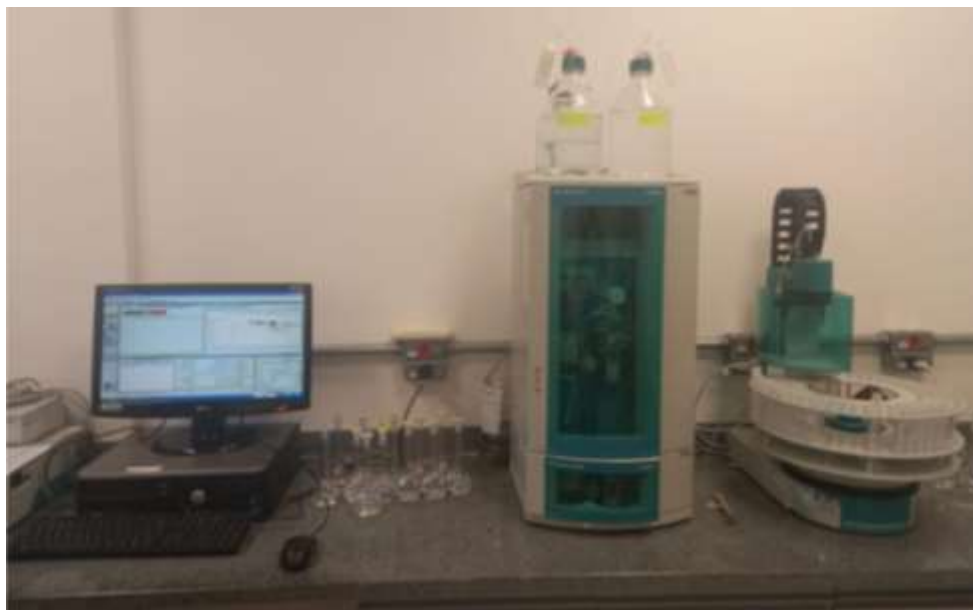
O cromatógrafo a líquido de íons com módulo para cátions e ânions e injetor automático utilizado é da marca Metrohm, *Figura 5*, e possui suas informações contidas na Tabela 6.

**Tabela 6:** Descrição do cromatógrafo utilizado.

<b>Equipamento</b>	<b>Descrição</b>	<b>Fabricante</b>
<b>Cromatógrafo de Íons</b>	Cromatógrafo Líquido de Íons com supressão química Modelo: 850 Professional IC S/N: 1850000009102	Metrohm
	Módulo de extensão: Bomba para análise de cátions Modelo: 872 Extension Module S/N: 1872003010105	Metrohm
	Injetor Automático IC Modelo: 858 Professional Sampler Processor	Metrohm
	Software MagIC Net, versão 2.4	Metrohm

Fonte: Autor

**Figura 5:** Cromatógrafo com módulo para cátions e ânions e injetor automático.



Fonte: Autor

## 4 Resultados e Discussões

### 4.1 Cromatografia

A partir das amostras e do entendimento do procedimento de cromatografia pode-se observar na *Tabela 7* as diferentes concentrações de níquel e fosfito na solução de NiP obtidas nos três experimentos realizados. Vale ressaltar que a alíquota analisada foi retirada da solução inicial, com volume de 800 mL, antes da solução reagir com as amostras.

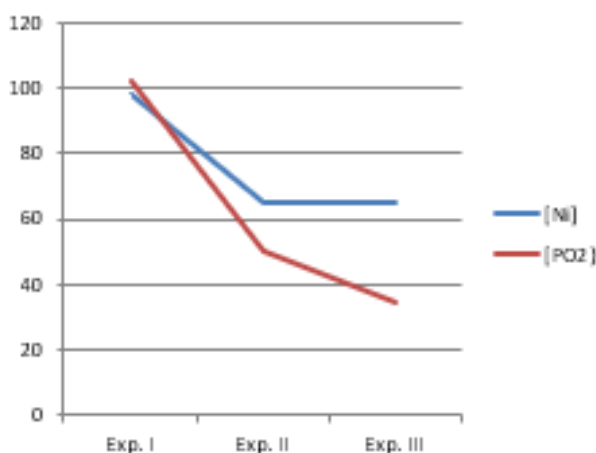
**Tabela 7:** Resultados obtidos na cromatografia.

Experimento	[Ni] %	[PO <sub>2</sub> ] %
Experimento I	98	102
Experimento II	65	50
Experimento III	65	34

Fonte: Autor

Para verificar a evolução dos teores de Ni e P gráfico contido na Figura 6 apresenta os dados das concentrações, em porcentagem, do níquel (azul) e fosfito (vermelho) obtidos na cromatografia.

**Figura 6:** Gráfico das concentrações de níquel e fosfito.



Fonte: Autor

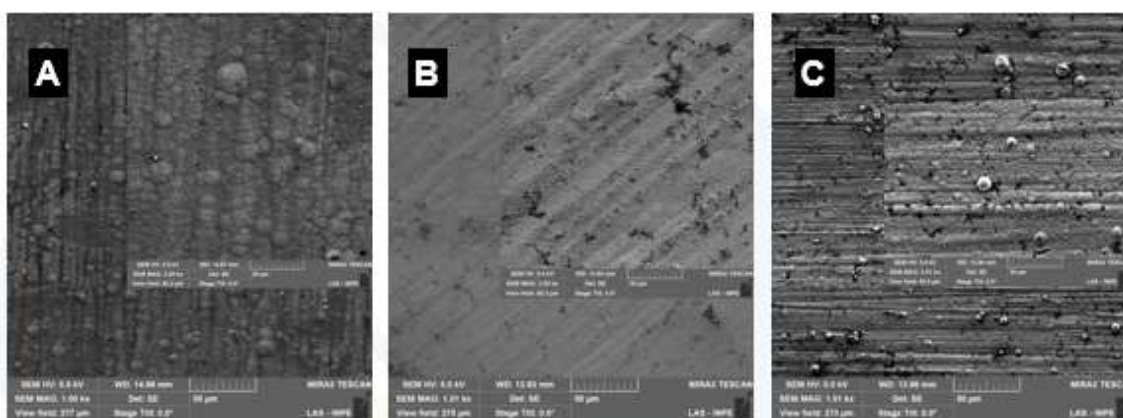
Desse modo, a partir das informações obtidas pelo cromatógrafo, foi observado que a concentração de Ni do Experimento I para o Experimento II teve uma queda extremamente significativa, apontando que houve depósito de Ni na segunda amostra, como a concentração de Ni permaneceu a mesma entre o Experimento II e o Experimento III era esperada a deposição Ni com espessura similar. Ainda, em relação ao fosfito, entre o primeiro e segundo experimento, e entre o segundo e terceiro experimento houve quedas significativas na concentração desse elemento na solução de NiP evidenciando uma expressiva deposição de fósforo na segunda e terceira amostra, respectivamente.

## 4.2 Revestimento de NiP

### 4.2.1 Morfologia de Topo

A Figura 7 ilustra uma imagem da microestrutura dos depósitos e a morfologia da superfície dos filmes de NiP depositados em solução com  $\text{pH} = 5$  com uma ampliação de 1000 e 3000 vezes observada por MEV. Vale ressaltar que, foram realizados três experimentos utilizando a mesma solução, deste modo, a letra A corresponde a morfologia do Experimento I (solução nova), a letra B corresponde ao Experimento II e letra C corresponde ao Experimento III, logo, utilizando a mesma solução pela terceira vez.

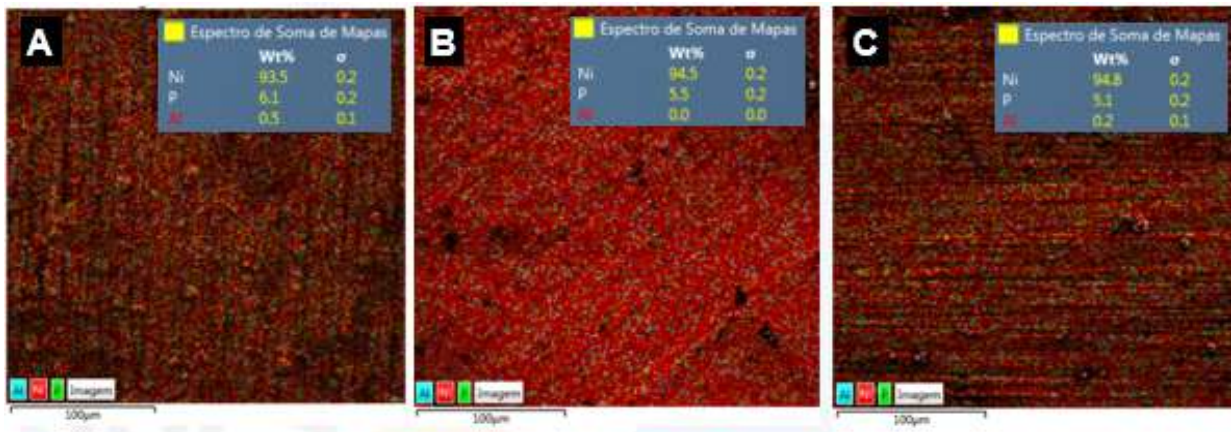
**Figura 7:** Morfologia de topo do Experimento I (A), Experimento II (B) e Experimento III (C).



Fonte: Autor

Portanto, a partir da *Figura 8*, observa-se que teor de níquel (coloração vermelha) e fósforo (coloração verde), estes foram obtidos através do EDS, estão presentes em todas as amostras de alumínio 6351. Desse modo, apesar da estrutura nodular típica do NiP estar presente apenas no Experimento I, foi depositado NiP em todos os experimentos.

**Figura 8:** EDS de topo do Experimento I (A), Experimento II (B) e Experimento III (C).

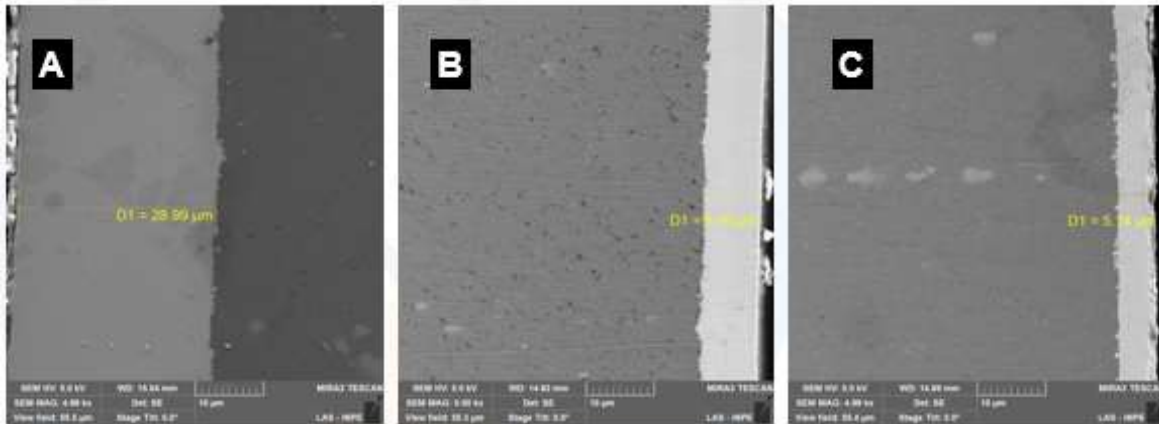


Fonte: Autor

#### 4.2.2 Morfologia Transversal

A partir do corte transversal das amostras contendo filme de NiP, estas foram embutidas e analisadas. A *Figura 9* contém imagens da morfologia da seção transversal que foi realizada a fim de verificar as espessuras dos revestimentos e a uniformidade do filme.

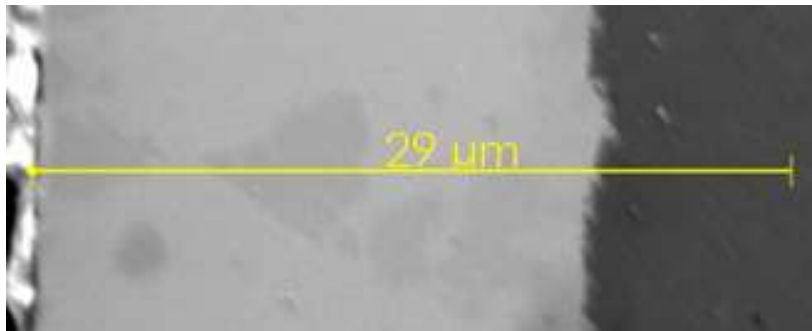
**Figura 9:** Morfologia da seção transversal do Experimento I (A), Experimento II (B) e Experimento III (C).



Fonte: Autor

Deste modo, foi evidenciado que em todas os experimentos houve deposição de uma camada de NiP nas amostras de liga de alumínio 6351. Ainda, foi possível analisar as camadas individualmente, conforme as *Figuras 10 e 11* que mostram os dados do Experimento I, que utilizou a solução de NiP nova.

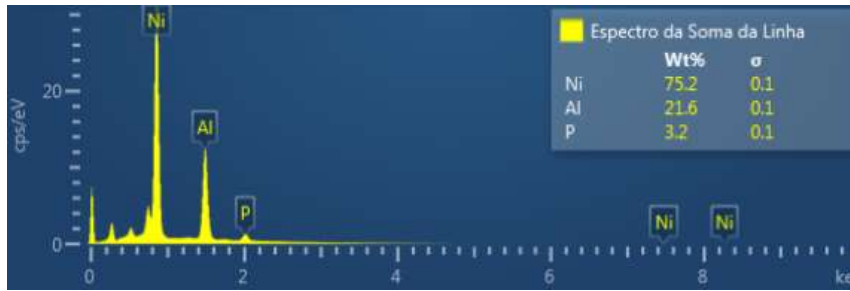
**Figura 10:** Espessura da camada de NiP depositada no Experimento I.



Fonte: Autor



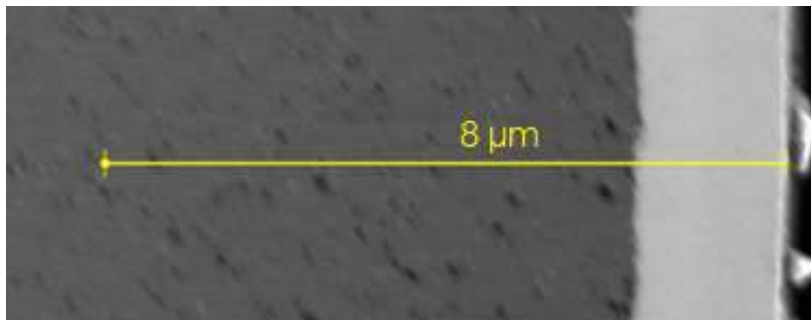
**Figura 11:** EDS da camada de NiP do Experimento I.



Fonte: Autor

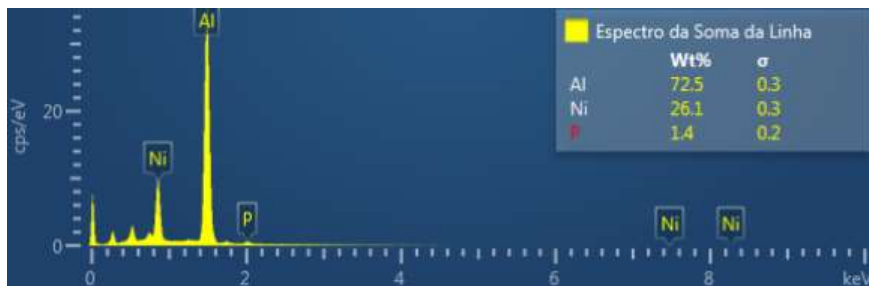
Analisando a camada depositada no Experimento II, as *Figuras 12 e 13* mostram a espessura e o EDS dessa morfologia.

**Figura 12:** Espessura da camada de NiP depositada no Experimento II.



Fonte: Autor

**Figura 13:** EDS da camada de NiP do Experimento II.



Fonte: Autor

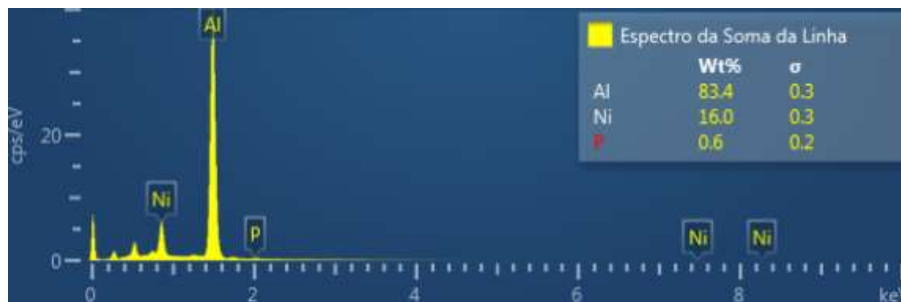
Ainda, a *Figura 14 e Figura 15* apresentam os dados do Experimento III, no qual foi utilizada a mesma solução do Experimento II.

**Figura 14:** Espessura da camada de NiP depositada no Experimento III.



Fonte: Autor

**Figura 15:** EDS da camada de NiP do Experimento III.



Fonte: Autor

Desse modo, para melhor visualização dos dados obtidos nos três experimentos a fim de compreender as camadas depositadas, os dados foram comparados na Tabela 8.

**Tabela 8:** Resultados obtidos nos experimentos realizados.

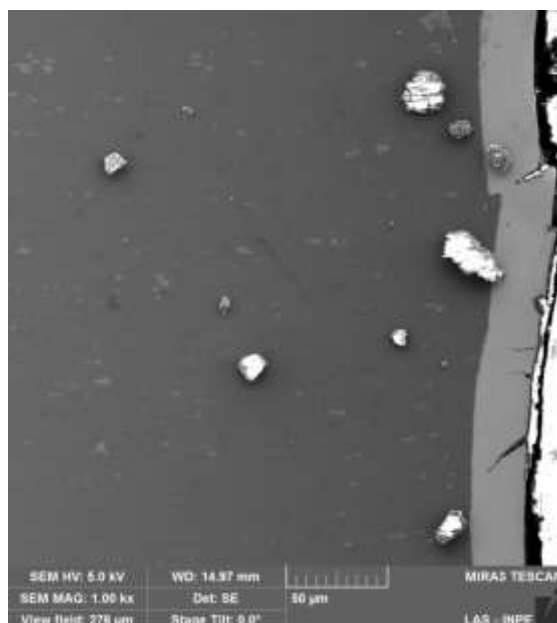
Experimento	Espessura da Camada [ $\mu\text{m}$ ]	[Ni]%	[P]%
Experimento I	29	75,2	3,2
Experimento II	8	26,1	1,4
Experimento III	5	16	0,6

Fonte: Autor

Portanto, apesar das concentrações de Ni e P na solução de NiP serem reduzidas a cada utilização, é possível afirmar que em todos experimentos houve a deposição de NiP. Ainda, em relação a concentração de níquel contido nas amostras, do Experimento I para o Experimento II houve uma queda extremamente brusca, mas do Experimento II para o Experimento III também houve uma queda significativa, apesar de não ser na mesma proporção do primeiro experimento para o segundo. A concentração de fósforo nas amostras, foi análoga a concentração de níquel, uma vez que entre o primeiro experimento e o segundo houve uma queda brusca e entre o segundo e terceiro a queda não foi tão grande. Logo, esses argumentos explicam as espessuras das camadas depositadas, e a diferença de tamanhos entre elas.

A partir da morfologia da seção transversal, ficou evidente a necessidade do processo de lixamento das amostras utilizando a politriz, visto que, a partir da *Imagem 16*, observa-se a camada de NiP depositada no substrato na face da amostra em que não foi lixada. Desse modo, é nítida a deposição irregular, apresentando de trincas e imperfeições, uma vez que, a superfície não era homogênea e, conseqüentemente, o depósito não ocorreu de forma homogênea.

**Figura 16:** Camada de NiP depositada no alumínio sem lixar.

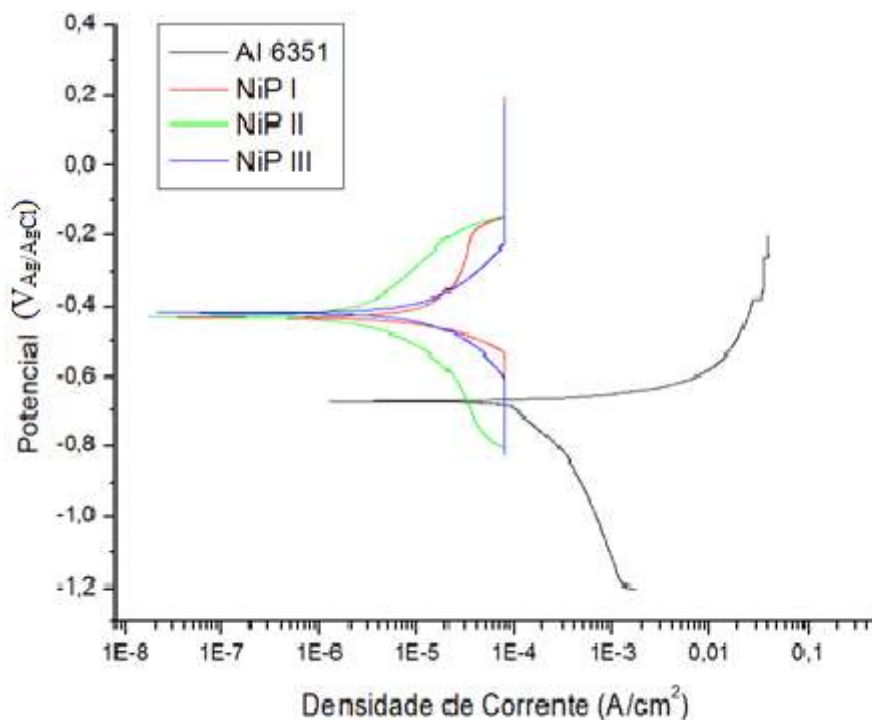


Fonte: Autor

### 4.2.3 Resistência à Corrosão

A resistência a corrosão das amostras da liga de alumínio 6351 revestidas de níquel fósforo, depositadas utilizando a mesma solução, mas com diferentes concentrações de Ni e P, foi analisada através da análise das curvas de polarização da Figura 17.

**Figura 17:** Gráfico de curvas de polarização dos experimentos.

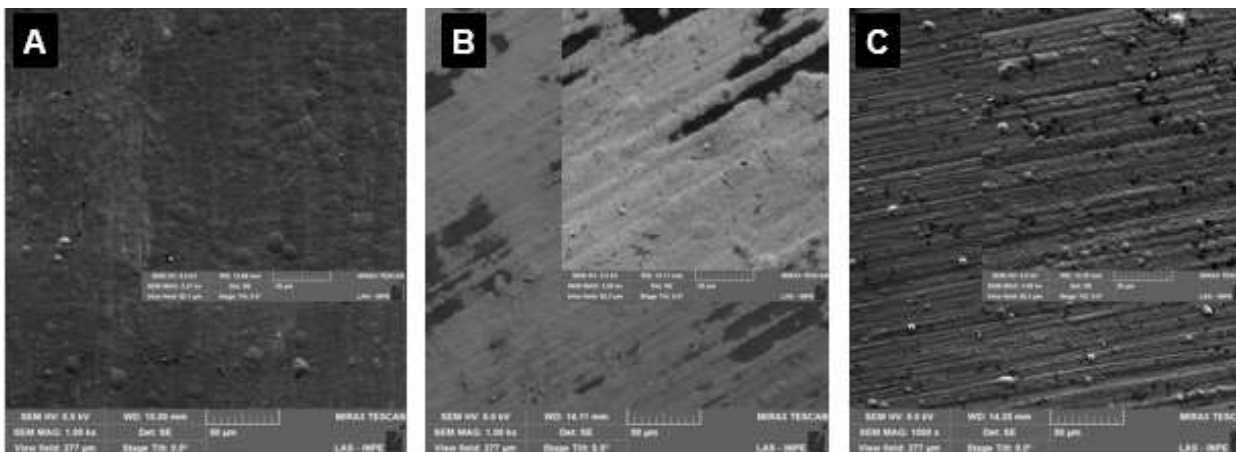


Fonte: Autor

Deste modo, avaliando as curvas de polarização a relação da Densidade de Corrente versus Potencial de amostras obtidas através do Experimento I, Experimento II, Experimento III e liga 6351 sem revestimento de NiP, nota-se que mesmo as espessuras das camadas II e III sendo inferiores à da camada I, estas apresentam maior resistência a corrosão comparada ao alumínio sem revestimento. Logo, a solução de NiP utilizada por três vezes apresenta resultados positivos em relação a resistência a corrosão, motivo pela qual é utilizada.

As amostras que foram sujeitas aos ensaios de corrosão foram analisadas no MEV. Os resultados estão apresentados na *Figura 18*, no qual a letra A representa a amostra do Experimento I, B do Experimento II e C do Experimento III.

**Figura 18:** Morfologia das superfícies dos filmes após o ensaio de corrosão do Experimento I (A), Experimento II (B) e Experimento III (C).



Fonte: Autor

Pode-se verificar que mesmo a superfície sofrendo corrosão, as estruturas do NiP foram mantidas. Entretanto, estas estruturas ficaram menos definidas, efeito característico da corrosão.

#### 4.2.4 Outros Resultados

Além dos dados supracitados, é importante declarar que inicialmente foi visado o estudo da resistência a corrosão da solução de NiP em diferentes faixas de pH. Contudo, esses experimentos não obtiveram sucesso, as faixas trabalhadas foram de  $\text{pH} = 4$  e  $\text{pH} = 4,5$ , e resultaram em filmes de NiP heterogêneos (*Figura 19*) repleto de poros. Na inspeção visual, as superfícies das amostras apresentaram diversas manchas (*Figura 20*) que inviabilizaram o estudo. Portanto, através de diversas tentativas que resultaram em erros, a faixa de pH trabalhada foi de  $\text{pH} = 5$ , única que obteve sucesso garantindo as propriedades características do NiP.

**Figura 19:** Imagem obtida pelo Esteroscópio do filme de NiP obtido em pH = 4.



Fonte: Autor

**Figura 20:** Depósito irregular de NiP obtido no pH = 4,5.



Fonte: Autor

## 5 Conclusões

Os resultados obtidos para a deposição autocatalítica de NiP em amostras de liga de alumínio 6351 mostraram boa aderência e uniformidade do filme. Desse modo, concluiu-se que a solução de NiP utilizada três vezes garante ao substrato filmes homogêneos e compactos, assim, proporcionando maior resistência às amostras.

Ademais, a medida em que a solução é utilizada, a concentração de níquel e de fósforo diminui na solução de NiP, logo, como era esperado, as espessuras das camadas depositadas tendem a ser menores a cada utilização da solução. Entretanto, até a menor camada, Experimento III, garantiu ao substrato maior resistência a corrosão, quando comparado a amostra da liga 6351 sem qualquer revestimento.

Vale ressaltar que todos os resultados foram obtidos na faixa de  $\text{pH} = 5$ , uma vez que a tentativa de utilizar faixas de  $\text{pH} = 4,5$  e  $\text{pH} = 4$  não obtiveram sucesso, visto que, as camadas depositadas ficaram heterogêneas e repletas de manchas em sua superfície.

Logo, conclui-se que a mesma solução de NiP pode ser utilizada até três vezes garantindo as propriedades protetivas dessa liga e, principalmente, quanto a resistência a corrosão na liga de alumínio 6351.

## 6 Referências

- [1] KEPING, H.; FANG, J. L. **Materials Finishing**, Fevereiro, 73 (1997).
- [2] NASCIMENTO, G. S. **Estudo das Propriedades Tribológicas e da Resistência à Corrosão de Ligas de NiP Depositadas em Liga de Alumínio para Aplicação Aeroespacial**. Trabalho de Conclusão de Curso. (Graduação em Engenharia Química) - Universidade do Vale do Paraíba, 2019.
- [3] MALLORY, G. O.; HADJU, J. B. **Electroless Plating Fundamentals & Applications.**; cap. 1. Ed. American Electroplaters & Surface Finishers Association, (1990).
- [4] RADI, P. A. ET AL. **Tribologia, conceitos e aplicações**. 2007, São José dos Campos, SP.  
Disponível em: <<http://www.bibl.ita.br/xiiiencita/FUND18.pdf>>.  
Acesso em 12 ago. 2022.
- [5] Yan, M., Ying, H.G., Ma, T.Y. **Improved microhardness and wear resistance of the as-deposited electroless Ni-P coating**. *Surface & Coatings Technology*, v. 202, p.5909- 5913, 2008.
- [6] Yoon, J., Park, J. Shur, C. Jung S. **Characteristic evaluation of electroless nickel-phosphorus deposits with different phosphorus contents**. *Microelectronic Engineering*, v. 84, p.2552-2557, 2007.
- [7] SUDAGAR, J.; LIAN, J.; SHA, W. **Electroless nickel, alloy, composite and nano coatings - a critical review**. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 571, p. 183–204, 2013.  
Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.03.107>>.  
Acesso em 12 ago. 2022.
- [8] HONG, I. K.; KIM, H.; LEE, S. B. **Optimization of barrel plating process for electroless Ni-P plating**. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, v. 20, n. 5, p.3767–3774, 2014.  
Disponível em:  
<<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1226086X13007090>>.  
Acesso em: 13 ago. 2022.
- [9] WIERZBICKA, M.; MALECKI, A. **The detailed mechanism of oxidation of Ni-P alloys**. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, v. 55, n. 3, p. 981–987, 1999.  
Disponível em: <<https://doi.org/10.1023/A:1010106506249>>.  
Acesso em 12 ago. 2022.



[10] DALY, B. P.; BARRY, F. J. **Electrochemical nickel-phosphorus formation.** International Materials Reviews, v. 48, n. 5, p. 326–338, 2003.

[11] GONZÁLEZ-GUTIÉRREZ, A.G.; PECH-CANUL M.A.; SEBASTIAN P.J. **Zincating Effect on Corrosion Resistance of Electroless NI-P Coating on Aluminium Alloy 6061.** Fuel Cells.; 2017.

Disponível em:

<<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/fuce.201600212>>.

Acesso em: 14 ago. 2022.

[12] SAVONOV, G. S. ET AL. *Study of the influence of the RRA thermal treatment and plasma nitriding on corrosion behavior of 7075-T6 aluminum alloy.* 2019, São José dos Campos, SP.

Disponível em:

<<https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0257897219305493?token=B01187549DD5C7A6BBA5D9C561907A2FAB844AA2868A59838F193D1B06B5760B05D1525792FC4FB6364E9206BE497D6C>>.

Acesso em 10 set. 2022.

[13] SAVONOV, Graziela da Silva. **Implantação Iônica por Imersão em Plasma em Materiais Metálicos Leves.** 2011. 148f. Tese Doutorado – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

[14] GENTIL, V. **Corrosão.** Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 3 ed. P.253, 1996.

[15] MANNHEIMER, W.A. **Microscopia dos materiais.** Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Microscopia e Microanálise, 2002. e-papers.

[16] MEDEIROS, Fabricio Iusuti de. **Deposição de filmes finos de Cr e Cr-N via descarga híbrida de pulverização catódica e implantação iônica por imersão em plasma.** 2018. 115f. Dissertação de Mestrado – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos.

[17] PERES, T. B. **Noções básicas de cromatografia.** Biológico, São Paulo, v.64, n.2, p.227-229, jul./dez., 2002

[18] ÁVILA, N. V. V. **Ciência dos materiais. Volume único.** Fundação Cecierj, Rio de Janeiro, p.23, 2019.