

ESTUDO DO COMPORTAMENTO DA MICRODUREZA DA LIGA Co-W-Fe UTILIZANDO PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

**Mikarla Baía de Sousa¹, Josiane Dantas Costa¹, Tiago Roberto da Silva², Leonardo Gomes da Silva²,
Ana Regina Nascimento Campos², Renato Alexandre Costa de Santana², Shiva Prasad²**

¹Universidade Federal de Campina Grande / Unidade Acadêmica de Engenharia Química, CEP: 58109-970
– Campina Grande - PB

²Universidade Federal de Campina Grande / Unidade Acadêmica de Educação, CEP: 58175-000– Cuité –
PB, renato_acs@yahoo.com

Resumo- O desenvolvimento de banhos estáveis com níveis de pH relativamente elevado e a utilização de complexantes para estabilizar os mesmos é de fundamental importância para obter depósitos de boa qualidade e aumentar o tempo de vida útil do banho eletrolítico. O presente trabalho estudou o efeito da concentração de sulfato de cobalto e da concentração do tungstato de sódio no banho eletrolítico para obtenção da liga Co-W-Fe na presença de um complexante e pH elevado. Para o estudo realizado, dentro da faixa de variáveis propostas, os valores ótimos encontrados foram concentração do sulfato de cobalto 0,005 mol/L e concentração do tungstato de sódio 0,2 mol/L, obtendo uma microdureza de 531,5 HV. As ligas obtidas foram observadas nódulos e microtrincas em suas superfícies.

Palavras-chave: eletrodeposição, Co-W-Fe, planejamento experimental

Área do Conhecimento: Engenharia Química

Introdução

A corrosão é um fenômeno que aparece frequentemente nas mais variadas atividades, como por exemplo, nas indústrias química, petrolífera, petroquímica, naval, de construção civil, automobilística, nos meios de transporte aéreo, ferroviário, metroviário, marítimo, rodoviário e nos meios de comunicação, como sistemas de telecomunicações, na odontologia (restaurações metálicas, aparelhos de prótese), na medicina (ortopedia) e em obras de arte, como monumentos e esculturas (GENTIL 2007).

O processo de corrosão causa a deterioração do material, produzindo alterações prejudiciais e indesejáveis nos elementos estruturais. Sendo o produto da corrosão um elemento diferente do material original, a liga acaba perdendo suas qualidades essenciais, tais como resistência mecânica, elasticidade, ductilidade, estética, etc. (AZEVEDO, 2010).

Ao se considerar o emprego de materiais na construção de equipamentos ou instalações é necessário que estes resistam à ação do meio corrosivo, além de apresentar propriedades mecânicas suficientes e características de fabricação adequadas. A corrosão pode incidir sobre diversos tipos de materiais, sejam metálicos como os aços ou as ligas de cobre, por exemplo, ou não metálicos, como plásticos, cerâmicas ou concreto (PIMENTA, 2010).

Uma forma de se minimizar a corrosão em materiais metálicos é revesti-los com outros

materiais que apresentam características mais nobres. Dessa forma, o revestimento metálico é uma das formas de pretensão anticorrosiva. Estes revestimentos podem ser obtidos através de deposição em fase gasosa, eletrodeposição, metalização, imersão a quente, redução química, etc.

Em consequência do desenvolvimento dos geradores de corrente contínua e por ser economicamente viável, a prática da eletrodeposição tornou-se o processo mais utilizado para a proteção dos metais.

A eletrodeposição é o processo pelo qual um revestimento metálico é aplicado sobre uma superfície através de uma corrente elétrica, geralmente contínua. A deposição pode ser feita em superfície condutora (metais e ligas metálicas: aço carbono, latão) ou não condutora (plásticos, couro, madeira) (GENTIL, 2007).

Através da eletrodeposição é possível obter materiais metálicos com propriedades satisfatórias como dureza, resistência à corrosão, propriedades catalíticas, boa ductilidade, etc. Além disso, a eletrodeposição tem provado ser um método válido para se preparar materiais magnéticos, onde as ligas de níquel-ferro e de cobalto são bastante empregadas para esse propósito.

Este trabalho tem como objetivo avaliar a influência da variação da concentração de sulfato de cobalto e da concentração de tungstato de sódio do comportamento da microdureza das

superfícies das ligas Co-W-Fe obtidas pelo processo de eletrodeposição.

Metodologia

Na preparação do banho eletroquímico, utilizado nestes experimentos, foram empregados reagentes com elevado grau de pureza analítica, que foram preparados com água bidestilada e, em seguida deionizada. O banho eletroquímico utilizado na eletrodeposição da liga de Co-W-Fe é mostrado na Tabela 1. O pH do banho foi ajustado adicionando-se hidróxido de amônio ou ácido sulfúrico.

Tabela 1. Composição do banho eletrolítico da liga Co-W-Fe.

Componente	Concentração (mol/L)
CoSO ₄ .7H ₂ O	0,005 – 0,05
Fe(NH ₄) ₂ (SO ₄) ₂ .6 H ₂ O	0,009
Na ₂ WO ₄ .2H ₂ O	0,05 – 0,2
C ₆ H ₁₄ N ₂ O ₇	0,25
(NH ₄) ₂ SO ₄	0,01

Para a otimização do processo de eletrodeposição da liga de Co-W-Fe, foi realizado um planejamento fatorial completo 2², com 2 experimentos no ponto central totalizando 6 experimentos, avaliando-se quantitativamente a influência das variáveis de entrada (concentração do sulfato de cobalto e concentração do tungstato de sódio) sobre a microdureza das ligas estudadas, bem como suas possíveis interações com a realização mínima de experimentos (Barros Neto *et al.*, 1995). Os experimentos foram realizados em ordem aleatória, para evitar o erro sistemático, variando-se simultaneamente as variáveis de entrada. Cada variável independente foi investigada para um nível alto (+1) e um baixo (-1). Os experimentos do ponto central (0) foram incluídos na matriz e na análise estatística, sendo usado para identificar o efeito de cada variável em função da microdureza das ligas obtidas. A Tabela 2 mostra os valores reais e codificados utilizados no planejamento experimental. Para a análise de regressão dos dados experimentais foi utilizado o software Statistica.

A eletrodeposição foi realizada sobre a superfície de um substrato de cobre com área superficial de 8 cm². A célula eletrolítica utilizada foi uma célula convencional de três eletrodos. O anodo utilizado foi uma malha cilíndrica de platina. No processo de eletrodeposição foi utilizado para

o controle da densidade de corrente, um potenciostato/galvanostato PGSTAT 30 da Autolab, a temperatura de 70 °C do sistema foi controlada por um termostato MTA KUTESZ MD2, a agitação mecânica foi conferida na forma de rotação catódica, mediante o uso de um eletrodo rotativo EG&G PARC 616.

Tabela 2. Níveis reais e codificados das variáveis do planejamento fatorial 2².

Variáveis	Níveis	-1	0	+1
Concentração do sulfato de cobalto (mol/L)		0,005	0,0275	0,05
Concentração do tungstato de sódio (mol/L)		0,05	0,125	0,2

Para a análise da composição da liga foi utilizado o aparelho de energia dispersiva de raios-X, Philips XL30 (EDAX). Para a análise da superfície foi utilizado um microscópio óptica. Os ensaios de microdureza Vickers serão realizados com um microdurômetro digital FM-700 Future Tech. Foi utilizado uma carga de 10 gF por um tempo de 30s.

Para análise de corrosão foi utilizado um potenciostato/galvanostato Autolab PG STATE 30, para as medidas de polarização potenciodinâmica que foram realizados com velocidade de varredura de 1 mV/s. Foi usado como eletrodo de referência um eletrodo de calomelano saturado (Ag/AgCl), em um meio corrosivo de 0,1M de NaCl.

Resultados

Os resultados da influência da concentração de sulfato de cobalto e da concentração de tungstato de sódio em relação a microdureza dos depósitos obtidos da liga de Co-W-Fe, os resultados são mostrados na Tabela 3.

Os resultados foram submetidos à análise de regressão não-linear múltipla para obter os coeficientes para cada um dos parâmetros. Estimativas dos coeficientes com níveis mais alto que 95% (p < 0,05) foram incluídos no modelo final. O comportamento da microdureza (HV) pode ser expressa na forma de uma função dos fatores independentes por um modelo matemático de 1^o ordem representada pela Equação 1, onde (X) é a

concentração do sulfato de cobalto, (Y) concentração do tungstato de sódio e (X·Y) interação entre a concentração do sulfato de cobalto e a concentração do tungstato de sódio. Os valores em negrito nesta equação correspondem aos valores significativos.

Tabela 3 - Matriz do planejamento fatorial 2²

Exp.	Conc. sulfato de cobalto (mol/L)	Conc. tungstato de sódio (mol/L)	Microdureza (HV)
1	-1	-1	259.1
2	-1	1	531.5
3	1	-1	232.8
4	1	1	401
5	0	0	404.8
6	0	0	389.5

$$HV = 369,8 - 39,2X + 110,1Y - 26,1X \cdot Y \quad (1)$$

A Figura 1 mostra o gráfico de Pareto com um nível de confiança de 95% para o cálculo dos efeitos lineares e os efeitos de primeira ordem para valores absolutos. A magnitude de cada efeito é representada através das barras e uma linha tracejada correspondente ao valor de p=0,05 que indica o quanto deve ser grande o efeito para ter significado estatístico.

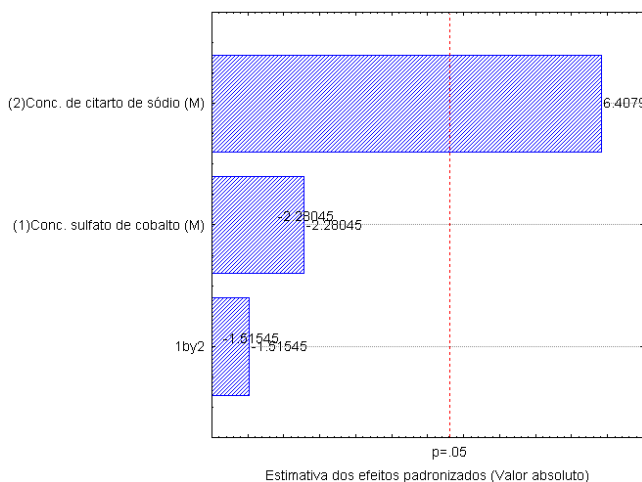


Figura 1 - Gráfico de Pareto dos efeitos do planejamento fatorial.

Efeito da concentração de sulfato de cobalto

A Figura 2 mostra o comportamento da microdureza com a variação da concentração do sulfato de cobalto.

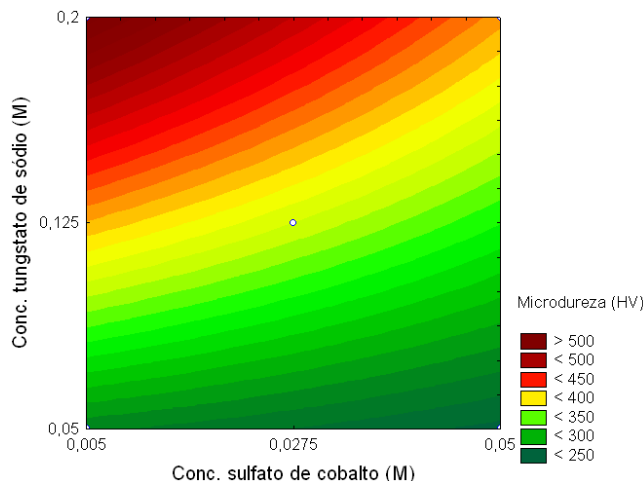


Figura 2 – Superfície de contorno da microdureza em função da concentração de sulfato de cobalto e da concentração de tungstato de sódio.

Efeito da concentração de tungstato de sódio

A Figura 2 mostra o comportamento da microdureza com a variação da concentração do tungstato de sódio.

Estudo da morfologia da superfície dos depósitos

As superfícies dos substratos foram submetidos a um tratamento mecânico com lixas de diferentes granulometrias iniciando com 400, depois a de 600 e finalizando com a 1200 mesh. A morfologia dos depósitos foi feita por microscopia óptica com ampliação de 500x e 1000x. As Figuras 3 e 4 mostram que os depósitos apresentaram microtrincas e nódulos em sua superfície.

Tabela 3. Resultados da ANOVA para resistência à polarização.

Fontes	Soma Quadrática	Grau de liberdade	Média quadrática	F	p
(1) concentração do sulfato de cobalto	6146.56	1	6146.56	52.5145	0.087298
(2) concentração do tungstato de sódio	48532.09	1	48532.09	414.6447	0.031239
Interação entre 1 e 2	2714.41	1	2714.41	23.1912	0.130344
Falta de ajuste	2246.80	1	2246.80	19.1961	0.142856
Erro puro	117.04	1	117.04		
Soma total	59756.91	5			

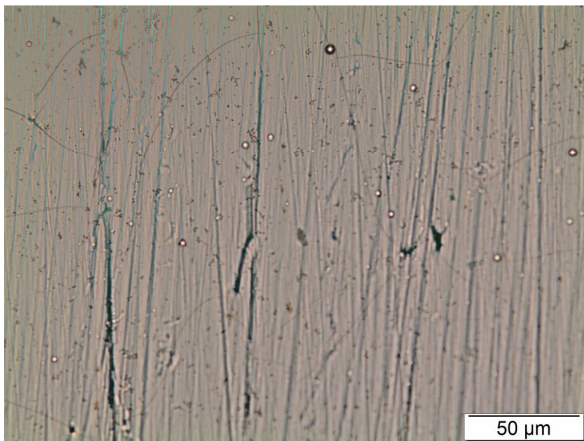


Figura 3 - Microscopia ótica das ligas Co-W-Fe com ampliação de 500X.

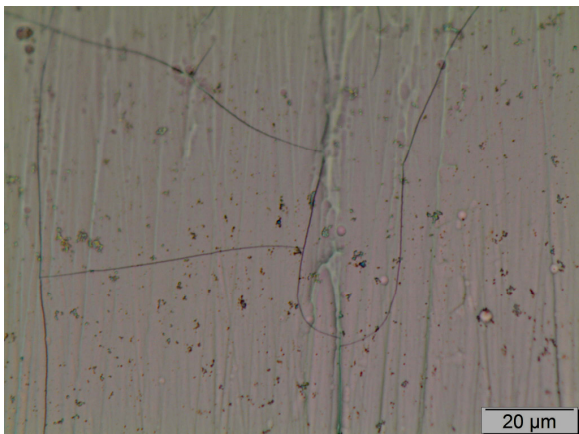


Figura 4 - Microscopia ótica das ligas Co-W-Fe com ampliação de 1000X.

Discussão

A análise de variância (ANOVA) para o modelo foi realizada com um nível de confiança de 95% para $p < 0,05$. O ajuste do modelo

também foi expresso pelo coeficiente de regressão (R^2), que foi igual a 0,9601 para a microdureza. Segundo Barros Neto et al. (1995) os valores de R^2 devem ser próximos da unidade. A análise de variância e de regressão dos dados demonstrou a significância estatística do modelo, justificando desta forma o uso do modelo de 1ª ordem para o estudo estatístico. Avaliação estatística do modelo foi determinada pelo teste de Fisher para análise de variância que é mostrado na Tabela 3. Os resultados da ANOVA listados na Tabela 3 demonstram que o modelo estatístico é significativo e preditivo para $p < 0,05$.

A Tabela 3 mostrou que o modelo proposto para representar o comportamento das variáveis de entrada com relação ao comportamento da microdureza das ligas obtidas. Foi observado que a falta de ajuste não possui influência estatística no processo e que a concentração de tungstato de sódio foi a variável de entrada que influenciou estatisticamente no processo.

Efeito da concentração de sulfato de cobalto

Foi observado na Figura 2 que à medida que diminui a concentração de sulfato de cobalto aumenta a microdureza da liga estudada. Este comportamento pode estar relacionado com a diminuição da concentração do metal cobalto presente na liga.

Efeito da concentração de tungstato de sódio

Foi observado na Figura 2 que a medida que aumenta a concentração do tungstato de sódio aumenta a microdureza da liga estudada. Este comportamento pode estar relacionado com o aumento da concentração do metal tungstênio presente na liga. É sabido que o tungstênio possui alta dureza e alta resistência à corrosão.

Estudo da morfologia da superfície dos depósitos

As Figuras 3 e 4 mostram que as superfícies dos depósitos apresentaram microtrincas e nódulos em sua superfície. Este comportamento pode estar associado às tensões internas presentes nas ligas. Com o aumento da concentração de tungstênio nos depósitos pode favorecer o aumento de microtrincas.

Conclusão

Para o estudo realizado, dentro da faixa de variáveis propostas, os valores ótimos encontrados foram concentração do sulfato de cobalto 0,005 mol/L e concentração do tungstato de sódio 0,2 mol/L, obtendo uma microdureza de 531,5 HV.

As ligas obtidas foram observadas nódulos e microtrincas.

Agradecimentos

Agradecemos ao CNPq, CTPetro/FINEP, ANP/PRH-25 pelo apoio financeiro.

Referências

- AZEVEDO, C. A. C.; WORMSBECKER, L. E.; ADAIME, L. M.; MILEK, J. L.; Scheer, S. Corrosão em estruturas metálicas. Disponível em: <http://www.cesec.ufpr.br/metallica/patologias/corrosao/corrosao.htm>. Acesso em: 19 jan. 2010.
- BARROS NETO B., SCARMINIO J.S., BRUNS R.E. Planejamento e otimização de experimentos. São Paulo: Editora Unicamp, 1995.
- GENTIL, Vicente. Corrosão. 5. ed. Rio de Janeiro, LTC, 2007.
- PIMENTA, Gutemberg de Souza. Conceito de Corrosão. Disponível em: http://www.iope.com.br/3i_corrosao.htm. Acesso em: 24 jan. 2010.