

ANÁLISE DE DESCONTINUIDADES EM FILMES ELETRODEPOSITADOS POR VOLTAMETRIA ANÓDICA SISTEMA COBRE/NÍQUEL

Ana Carolina Tedeschi Gomes, Alexandre Michel Maul

Orientador: Haroldo de Araújo Ponte

Departamento de Tecnologia Química

Setor de Tecnologia

Introdução

Um metal eletrodepositado normalmente está submetido a forças de tração ou de compressão. Isto ocorre devido ao desajuste entre os parâmetros de rede da estrutura do material eletrodepositado em relação ao do substrato. O dimensionamento do valor desta força tem apresentado considerável interesse industrialmente uma vez que esta pode causar o surgimento de trincas com conseqüências negativas para as propriedades do revestimento produzido.

Um dos principais efeitos de condições de eletrodeposição de alta densidade de corrente é a obtenção de revestimentos com estruturas características de dendritas ou pulverulentas. Esta morfologia está associada ao processo de electrocristalização e a interações entre substrato e revestimento que, para o caso do sistema cobre/níquel, não apresentam efeitos significativos devido à proximidade entre seus parâmetros de rede e mesma estrutura cristalina (CFC).

O objetivo desta pesquisa é diferenciar a possível influência dos poros e das trincas nas descontinuidades do depósito.

Experimental

- Sistema analisado: Cu/Ni
- Área do eletrodo de cobre: 0,156 cm²
- Área do eletrodo de níquel: 0,226 cm²
- Banho para deposição: Banho Watts sem aditivos

NiSO ₄ · 6H ₂ O	240 g
NiCl ₂ · 6H ₂ O	45 g
H ₃ BO ₃ · 6H ₂ O	30 g

- Solução de passivação: Na₂SO₃ 50 g/l
- Técnica de deposição: Galvanostática
- Aparelhagem: Potenciostato/galvanostato PAR 273 A e seu respectivo software M270

Técnica de Análise

O depósito de níquel sobre o eletrodo de cobre foi realizado no modo galvanostático do equipamento PAR 270 em três densidades de corrente diferentes (1, 3, 6 A/dm²) e em tempos distintos. Cada sistema Cu/Ni sofreu uma dissolução, no modo potenciodinâmico, fornecendo um gráfico de densidade de corrente, i , versus potencial, E . Para a análise das descontinuidades do revestimento, integrou-se esta curva obtendo-se a densidade de carga, q , necessária para passivação. A porosidade do depósito é então adquirida pela relação

$$\theta_i = (q_{\text{pass}} - (1 - \theta_{i-1})q_{\text{ev}}) / q_{\text{pass}}^0 \cdot 100$$

onde q_{pass}^0 , q_{pass} e q_{ev} são as densidade de carga necessárias para passar o eletrodo de cobre sem revestimento, com revestimento de níquel e o eletrodo de níquel puro, respectivamente. θ_i é a porosidade na i -ésima iteração e θ_{i-1} é a porosidade na iteração anterior.

Resultado

Passivação dos eletrodos de cobre e de níquel:

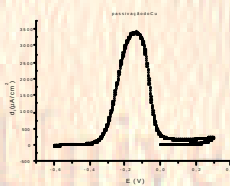


Figura 1 - Passivação do eletrodo de cobre sem revestimento

Integração:
 $i = 1 \rightarrow 229$
 $x = -0,6 \rightarrow -0,144$
área (q) = 378,07179

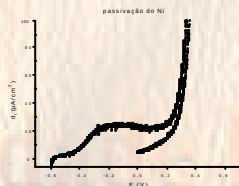


Figura 2 - Passivação do eletrodo de níquel puro

Integração:
 $i = 1 \rightarrow 442$
 $x = -0,6 \rightarrow -0,159$
área (q) = 4,73045

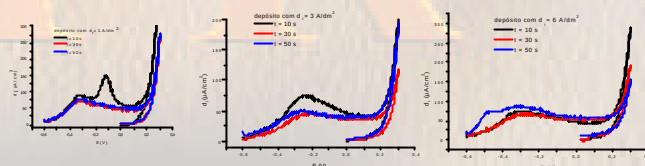


Figura 3 - Voltametrias obtidas no processo de dissolução do sistema Cu/Ni a 1, 3 e 6 A/dm², para tempos de depósito de 10, 20 e 30 segundos.

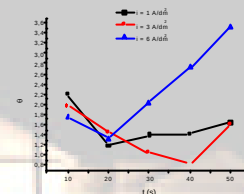


Figura 4 - Comportamento da porosidade em relação ao tempo de depósito

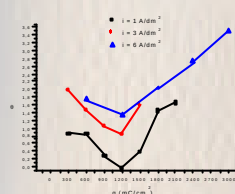


Figura 5 - Comportamento da porosidade em relação à densidade de carga de depósito

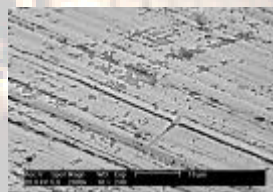


Figura 6 - Microscopia Eletrônica de Varredura para depósito com $q_{\text{deposito}} = 600 \text{ mC/cm}^2$

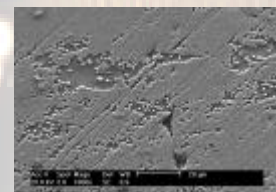


Figura 7 - Microscopia Eletrônica de Varredura para depósito com $q_{\text{deposito}} = 1800 \text{ mC/cm}^2$

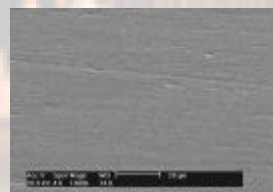


Figura 8 - Microscopias Eletrônicas de Varredura para depósito com $q_{\text{deposito}} = 1200 \text{ mC/cm}^2$

Conclusão

- ✓ Quando aplica-se uma densidade de carga abaixo de 1200 mC/cm², a porosidade é provavelmente proveniente das irregularidades da deposição, como a rugosidade do substrato, a oclusão da solução de depósito e a má distribuição dos núcleos, e decresce com o aumento de q .
- ✓ Acima de 1200 mC/cm², a descontinuidade é possivelmente formada por falhas, devido a tensões internas ou formação de depósito dendrítico, e cresce com o aumento de q .

Agradecimentos

Os autores agradecem ao apoio do CNPq, através da concessão de bolsa de iniciação científica, e aos Departamentos de Física, Química e Tecnologia Química da Universidade Federal do Paraná, os quais disponibilizaram os equipamentos necessários para a execução do projeto e aos integrantes do Grupo de Eletroquímica Aplicada - GEA, desta mesma universidade, pelo apoio e fornecimento de informações.