

AVALIAÇÃO MECÂNICA E TRIBOLÓGICA DA LIGA AlCu4Ti REVESTIDA COM NiP

Davies, Ramaiana M.

Torres, Ricardo D.

Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Escola Politécnica, Departamento de Engenharia Mecânica - Rua Imaculada Conceição, 1155 - 80215-901

ramaianadavies@gmail.com e ricardo.torres@pucpr.br

Soares, Marcos E.

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Departamento de Engenharia Mecânica, Campus Ponta Grossa - Rua Doutor Washington Subtil Chueire, 330 - 84017-220

marcossoares@utfpr.edu.br

Resumo. Apesar das excelentes propriedades obtidas pelas ligas de alumínio e através de tratamentos térmicos, esse material ainda enfrenta duas principais limitações: baixa resistência mecânica e à corrosão. Dessa forma, o presente trabalho, propõe-se a avaliar a deposição de um revestimento eletrolítico de níquel fósforo sobre a liga AlCu4Ti, de forma a aumentar significativamente sua dureza e resistência à corrosão. O depósito de NiP ocorreu após o tratamento de solubilização da liga, mediante um preparo superficial simples de jateamento de vidro moído, com intuito de aumentar a área de contato e adesão do revestimento. Em seguida, a etapa de interdifusão do revestimento com o material base, foi incorporada ao tratamento de envelhecimento, intrínseco a esta liga, diminuindo o tempo e custos de processamento. O tempo deste tratamento térmico será variado de 2h a 48h. Até o presente momento, as amostras analisadas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), apresentaram uma camada homogênea, com espessura média de 45µm aderida à superfície. As amostras passarão ainda por testes e dureza, de adesão e tribológicos.

Palavras chave: Ligas de alumínio. Revestimento eletrolítico. Níquel fósforo. Interdifusão.

1. INTRODUÇÃO

As ligas do sistema Al-Cu são endurecíveis pelo tratamento térmico de precipitação, tornando-se tão resistentes quanto o aço estrutural. São vantajosas em aplicações onde a maior relação resistência/peso é exigida, como na indústria aeronáutica e de transporte. No entanto, a adição de cobre torna a liga mais suscetível ao desgaste e a corrosão. Dessa forma, a deposição de revestimentos protetores torna-se uma excelente alternativa para aliar as boas propriedades das ligas de alumínio com proteção contra corrosão e desgaste (Wernick, *et al.*, 1996).

Dentre os revestimentos disponíveis, destaca-se o níquel fósforo (NiP) por inúmeras vantagens: é um processo autocatalítico, ou seja, sem fluxo externo de corrente elétrica, tornando o processo mais simples e a camada depositada mais uniforme; ocorre em baixas temperaturas, aproximadamente 90°C, evitando alterações microestruturais no material base; após tratamento térmico adequado o revestimento pode alcançar durezas tão elevadas quanto 1000 HV (Tracy; Shawham, 1990).

O alumínio é um elemento ativo que possui grande afinidade com o oxigênio, formando uma camada fina e aderente de óxido em sua superfície quando exposto ao ar ou água. Dessa forma, no processo de deposição aquosa, o revestimento de NiP encontra essa “barreira” que impede uma ligação metal-metal suficientemente aderente (Gawrilow, 1979). Outro ponto desafiador nesse processo é a seleção de uma temperatura adequada de pós-tratamento térmico para que ocorra interdifusão dos elementos, ao mesmo tempo em que o revestimento alcance propriedades satisfatórias sem amolecer ou deteriorar a estrutura do substrato.

No entanto, processos complexos de pré e pós tratamento, adicionais à etapa de revestimento de NiP colocam sua aplicação em desvantagem. Levando-se em conta que a natureza detalhada da adesão dos depósitos autocatalíticos de NiP em substrato de alumínio ainda é desconhecida, e que alguns elementos de liga como o cobre podem auxiliar na adesão (Murakami *et al.*, 2010), o presente trabalho propõe-se a realizar o depósito de NiP na liga de alumínio AlCu4Ti com um pré tratamento superficial simples de jateamento de microesferas de vidro sobre a amostra na condição solubilizada. Além disso, as condições do tratamento térmico posterior de interdifusão encontrados na literatura (Delaunois; Lienard, 2002) são semelhantes àsquelas de envelhecimento da liga, o que possibilitou a incorporação desses dois processos, eliminando uma etapa, tornando-o igualmente efetivo, porém mais econômico e mais rápido.

Dessa forma, o presente trabalho tem por objetivo aprimorar as limitações dessa liga de alumínio: aumento da resistência à corrosão e ao desgaste, através da dureza e propriedades do revestimento de NiP; elevação das

propriedades do alumínio através dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento; boa adesão e estabilidade mecânica do revestimento, favorecida pela camada de interdifusão.

2. METODOLOGIA

A Figura 1 a seguir apresenta o fluxograma da rota térmica investigada, para facilitar a visualização e sequencia dos processos. Os processos indicados serão explanados individualmente nos tópicos dessa seção.



Figura 1 – Fluxograma da rota térmica investigada (Autoria Própria)

2.1 Fundição

A liga de alumínio AlCu4Ti foi produzida no laboratório de fundição da PUC-PR. Iniciou-se o processo com a preparação dos componentes: 1725g de alumínio puro, 90,4g de cobre e 3,4g de titânio. Em um cadinho, o alumínio puro foi levado ao forno a 750°C por aproximadamente 5 horas, garantindo um fundido homogêneo. Em seguida, foi realizado o processo de escorificação, que consiste na remoção de óxidos absorvidos naturalmente durante a fundição do metal, visando à qualidade estrutural do produto. Ainda dentro do forno de fundição foi acrescentado o cobre e o titânio como elemento refinador de grão. Como as ligas de alumínio são extremamente reativas com o hidrogênio e oxigênio, o fundido passou por um processo de degaseificação, evitando microporosidades na peça final. O metal líquido foi vazado em moldes cilíndricos de aço pré aquecidos a 200°C, desmoldados e resfriados na água. Por fim, as amostras com 25 mm de diâmetro foram levadas à etapa de corte por eletroerosão a uma altura de 5 mm.

2.2 Solubilização

As condições dos tratamentos térmicos utilizados foram baseadas no catálogo de uma liga comercial Alufont-52/AlCu4Ti. As amostras passaram pelo processo de solubilização com aquecimento lento (5°/min) até 530°C por 16 horas, seguidas por resfriamento em água.

2.3 Pré tratamento superficial

Deu-se início aos processos de preparação das amostras com uma sequencia de lixamento, de granulometria 600 até 2400. Como citado anteriormente, a camada passiva sobre o alumínio dificulta uma ligação efetiva com o revestimento e, por isso, o acabamento da superfície da amostra é determinante para a adesão ou falha do revestimento. Dessa forma, estudou-se as seguintes possibilidades de pré tratamento superficial:

2.3.1 Polimento

Após o lixamento, seguindo as orientações de preparação metalográfica para materiais mais macios como o alumínio, o polimento foi realizado com pasta de diamante de 0,5µm lubrificada com álcool anidro por cerca de 30 minutos. Antes da etapa de deposição de NiP, essas amostras passaram ainda pela limpeza ultrassônica em acetona para desengorduramento, seguido por álcool e, por fim, em água deionizada, por 10 minutos em cada etapa.

2.3.2 Desoxidação por ataque químico

Alguns autores (Novák *et al.*, 2010; Tang *et al.*, 2010) relataram um revestimento de NiP bem aderido ao substrato de alumínio com um pré tratamento simples de ataque químico. Dessa forma, após o polimento supracitado, o pré tratamento de desoxidação da superfície foi realizado através do ataque ácido pelo reagente Keller (15 ml de ácido clorídrico, 25 ml de ácido nítrico, 50 ml de água destilada), durante 30 segundos, imediatamente antes à inserção das amostras no banho eletrolítico para deposição de NiP.

2.3.3 Jateamento

Com o intuito de aumentar a superfície de contato e, portanto, a aderência do revestimento, as amostras de alumínio lixadas passaram por um jateamento com microesferas de vidro. A rugosidade da superfície foi posteriormente

verificada em um rugosímetro para o controle desse processo (R_a entre 0,8 e 1 μ m). Por fim, as amostras passaram pela limpeza ultrassônica e foram conduzidas à deposição eletrolítica.

2.4 Deposição de níquel fósforo

O processo de deposição de NiP ocorreu nas dependências do laboratório de metalografia da PUC-PR, baseado no trabalho de Soares *et al.* (2016). Utilizando um agitador magnético, os reagentes listados na Tab. 1 foram misturados em água deionizada a temperatura ambiente em um Becker sem resquícios de deposições anteriores. Utilizando o nível mínimo de agitação do equipamento, aumentou-se a temperatura gradativamente até que o banho atingisse 90°C. Nesse momento três amostras foram imersas na posição vertical no banho de NiP sobre um suporte, impedindo que ficassem em contato com o fundo do Becker, mas assegurando total cobertura pela solução, conforme mostrado na Fig. 1.

Tabela 1 – Composição do banho de NiP (Soares *et al.*, 2016)

Sulfato de Níquel	Hiposfosfito de Sódio	Ácido Málico	Ácido Succínico	Hidróxido de Amônia	Tioréia
34 g/L	35 g/L	35 g/L	10 g/L	5% Vol.	1 ppm

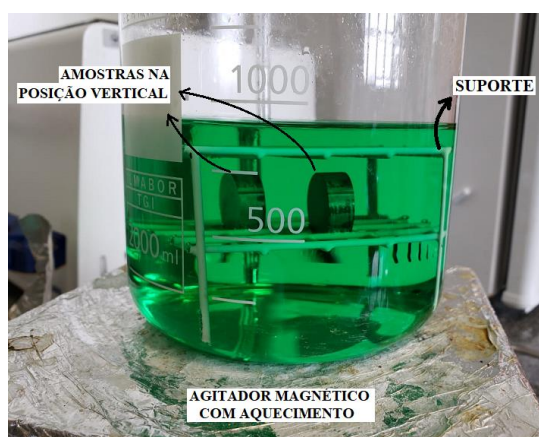


Figura 1 - Deposição de NiP sobre as amostras de alumínio (Autoria Própria)

O Becker foi envolto e coberto por papel alumínio para auxiliar na manutenção da temperatura a 90°C. O tempo de deposição foi de 2 horas. O pH da solução foi verificado no momento da colocação das amostras e a cada 30 minutos até o fim do processo e permaneceu 5, conforme esperado. Passado o tempo estipulado, o Becker foi retirado da fonte de calor e as amostras revestidas foram lavadas em água deionizada.

2.5 Tratamento térmico

Conforme discutido anteriormente, realizou-se dois tratamentos térmicos concomitantemente: envelhecimento e interdifusão. Um grupo de amostras foram encaminhadas a um forno com atmosfera inerte (argônio), a uma temperatura de 200°C durante 12 horas, seguidas por resfriamento em temperatura ambiente. Posteriormente, o tempo desse tratamento será variado: 2, 4, 8, 12 e 24 horas, para futura análise das propriedades adquiridas.

2.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS)

Após o tratamento térmico de envelhecimento e interdifusão, as amostras passaram por caracterização no Microscópio Eletrônico de Varredura (equipamento Tescan VEGA III). Além da análise topográfica, as amostras foram cortadas na seção transversal e tiveram suas superfícies preparadas (embutimento, lixamento e polimento) para avaliação da deposição, tamanho da camada de NiP e uma possível camada de interdifusão. Por fim, foi possível identificar os elementos químicos presentes e sua distribuição por meio do EDS.

3. RESULTADOS PRELIMINARES E DISCUSSÃO

3.1 Pré tratamento superficial

Conforme discutido anteriormente, este estudo tem como um dos objetivos a utilização de um tratamento de superfície simples antes da deposição de NiP. O pré-tratamento de polimento superficial, bem como o de desoxidação da superfície pelo reagente Keller não apresentaram bons resultados após a deposição (Fig. 2). O revestimento não obteve boa aderência ao substrato. Houve formação de bolhas e deslocamento do revestimento, confirmando a dificuldade de ligação de revestimentos ao alumínio verificada por Gawrilow (1979).



Figura 2 – Amostras após a deposição de NiP com pré tratamento superficial de (a) apenas polimento e (b) polimento e ataque com o reagente Keller (Autoria Própria)

Porém, verificou-se que a parte de baixo das amostras, sem acabamento e com alta rugosidade devido ao corte por eletroerosão apresentava um revestimento bem aderido. Esse fato foi atribuído a uma maior superfície de contato para a ancoragem mecânica do revestimento. Dessa forma, inseriu-se uma rugosidade controlada a partir do jateamento com microesferas de vidro nas superfícies, como pode ser observada na Fig. 3a. A deposição de NiP nessas amostras foi homogênea, sem falhas ou bolhas, evidenciando a melhora na adesão ao alumínio (Fig. 3b). Portanto, apenas as amostras submetidas ao pré tratamento de jateamento foram levadas ao tratamento térmico de envelhecimento e interdifusão e caracterização do revestimento.

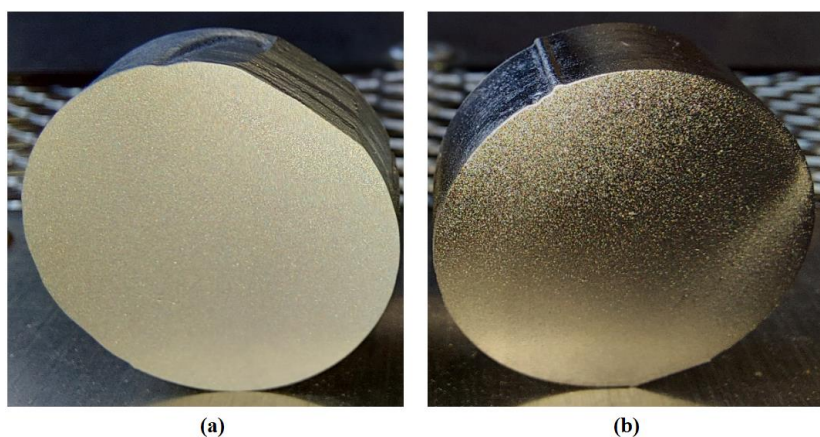


Figura 3 – Amostras com pré tratamento superficial de jateamento (a) sem deposição e (b) com deposição de NiP (Autoria Própria)

3.2 Caracterização do revestimento de NiP

Até o presente momento deste trabalho, apenas amostras submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento e interdifusão a 200°C por 12 horas foram analisadas no Microscópio Eletrônico de Varredura. Primeiramente avaliou-se a topografia das amostras revestidas com o níquel fósforo no MEV. A camada estava depositada de forma homogênea, sem falhas ou exposição do substrato. A avaliação da composição no EDS (Fig. 4) está de acordo com a literatura, tratando-se de uma deposição de alto teor de fósforo. Segundo a norma ISO 4527:2003, quanto maior a quantidade de fósforo presente, maior será a resistência à corrosão e ao desgaste do revestimento.

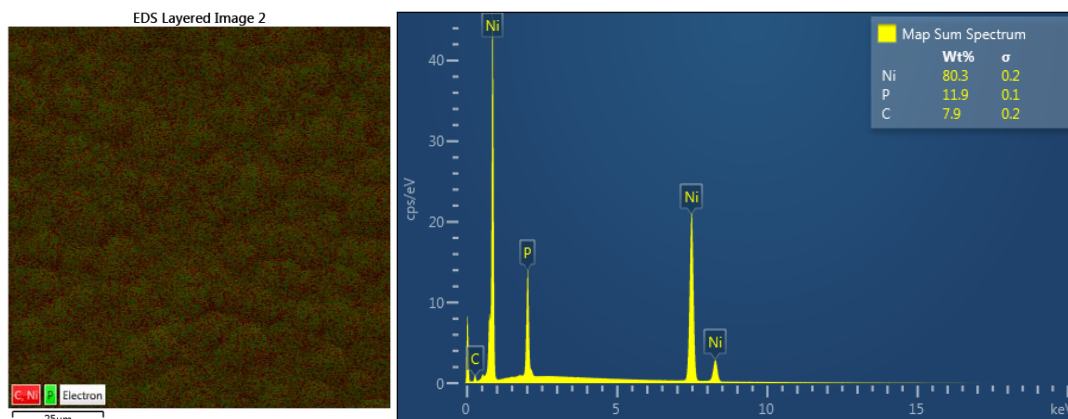


Figura 4 – Análise topográfica MEV/EDS de uma amostra revestida com NiP (Autoria Própria)

Em seguida, a seção transversal da amostra foi analisada (Fig. 5). Pode-se observar que o revestimento acompanhou o formato da superfície de alumínio, sem falhas ou espaços vazios. O níquel e o fósforo foram encontrados igualmente dispersos no revestimento. A espessura da camada foi de 45µm, comprovando uma boa taxa de deposição dos elementos.

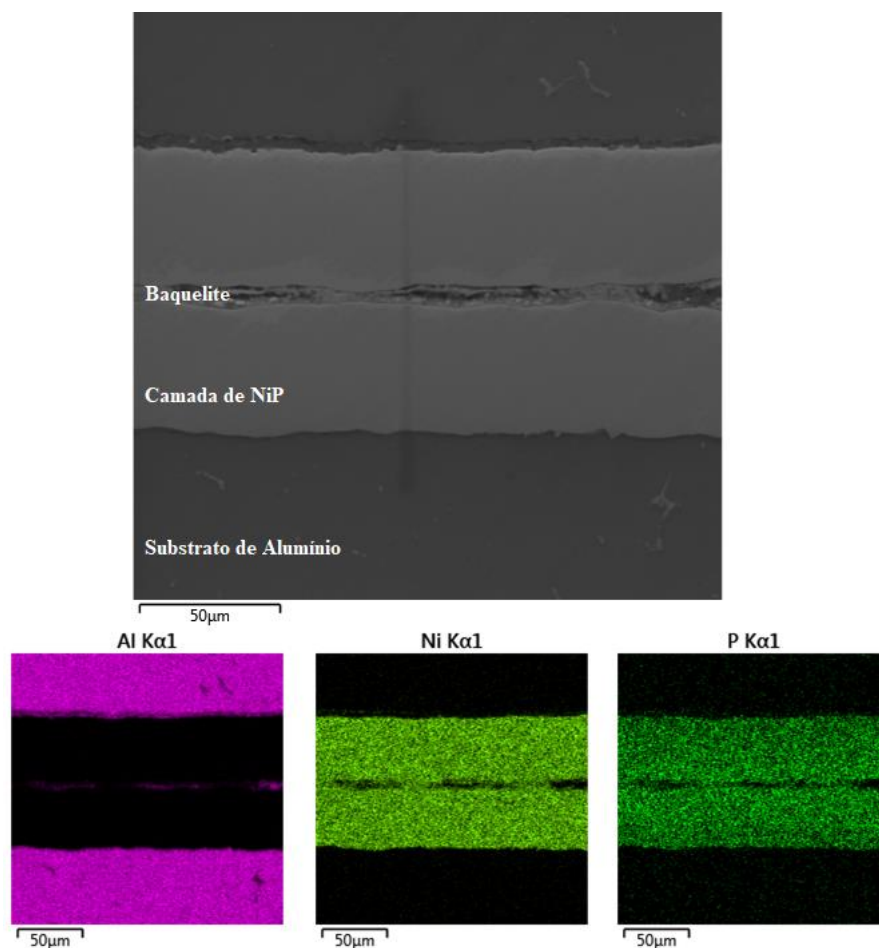


Figura 5 - MEV/EDS da seção transversal de uma amostra revestida com NiP (Autoria Própria)

Nessas imagens não foi possível identificar claramente uma camada de interdifusão entre os elementos. Entretanto, na análise de EDS em linha (Fig.6) é possível observar o aumento gradativo dos elementos níquel e fósforo, enquanto o alumínio decresce, evidenciando a possibilidade de uma camada de interdifusão, mesmo que pequena. Esse resultado será melhor interpretado nas próximas etapas deste estudo, com a variação do tempo de tratamento térmico e com o auxílio de outras técnicas de caracterização.

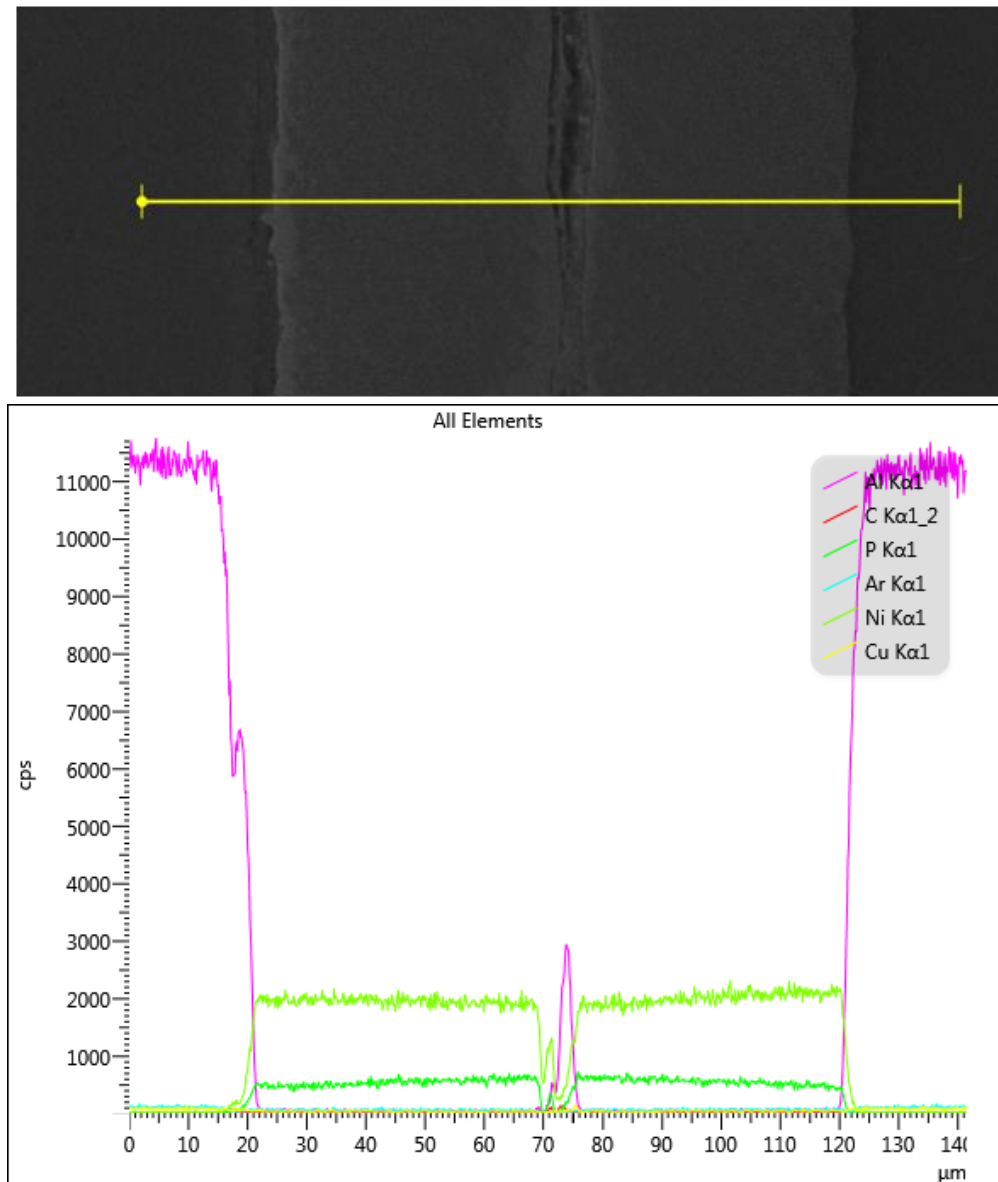


Figura 6 – Análise de DRX em linha do revestimento de NiP (Autoria Própria)

Esses resultados, apesar de preliminares, foram satisfatórios dado à dificuldade de deposição sobre a liga de alumínio. Em testagens prévias com um acabamento superficial inapropriado e com um menor tempo de deposição, houve falhas no revestimento, conforme mostrado na Fig. 7.

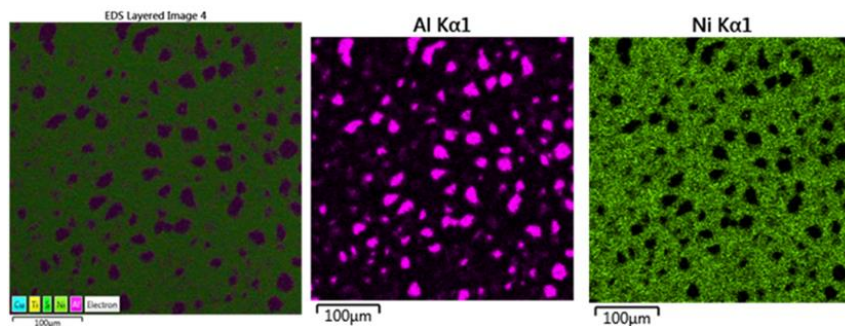


Figura 7 - Análise micrográfica de uma deposição de NiP com falhas, expondo o substrato de alumínio (Autoria Própria)

3. CONCLUSÕES

- Os parâmetros do processo foram bem estabelecidos para um resultado preliminar satisfatório: rota térmica, condições gerais do banho de NiP, temperatura adequada do tratamento térmico;
- A camada depositada de NiP teve características favoráveis: boa taxa de deposição; espessura desejada; uniformidade sobre a superfície; boa adesão no metal base;
- O pré tratamento térmico de jateamento implementado cumpriu sua função aliando simplicidade com eficiência e resultando em uma ancoragem mecânica satisfatória;
- As condições de tempo e temperatura do pós tratamento térmico foram adequadas tanto para o envelhecimento da liga de alumínio quanto para a interdifusão do revestimento com o material base;
- Para completar a caracterização morfológica, química e mecânica as amostras ainda passarão pelos ensaios de: difração de raio X (DRX); de dureza Vickers; ensaio tribológico;
- O parâmetro variável será o tempo do pós tratamento térmico de interdifusão e envelhecimento (simultâneos): 2, 4, 8, 12 e 24 horas;
- Espera-se um aumento significativo da dureza do revestimento de NiP concomitantemente com a elevação das propriedades do material base e uma maior camada de interdifusão, garantindo melhor estabilidade do conjunto.

4. AGRADECIMENTOS

Este estudo foi financiado pela CAPES (Código Financeiro 001) e agência FINEP sob o contrato 01.10.0634.

5. REFERÊNCIAS

- Delaunois, F.; Lienard, P., 2002. Heat treatments for electroless nickel–boron plating on aluminium alloys, *Surface and Coatings Technology*, 160:239-248.
- Gawrilow, G.G., 1979. Chemical (Electroless) Nickel Plating, *Portcullis Press*, 114.
- ISO - INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 4527: Metallic coatings — Autocatalytic (electroless) nickel-phosphorus alloy coatings: Specification and test methods, 2:1-22, 2003.
- Murakami, K.; et al., 2010. Effects of Alloying Elements in Aluminum Alloys and Activations on Zincate Treatment and Electroless Nickel-Phosphorus Plating, *Materials Transactions*, 51:78-84.
- Novák, M.; Vojtěch, D.; Vítů, T., 2010. Influence of heat treatment on tribological properties of electroless Ni–P and Ni–P–Al₂O₃ coatings on Al–Si casting alloy, *Applied Surface Science* 256:2956-2960.
- Soares, M.; Torres, R.; Soares, P., 2016. Avaliação do comportamento mecânico, tribológico e tribocorrosivo do aço AISI/SAE 4340 com revestimento a base de Ni-P e AlCrN. Tese de doutorado, Pontifícia Universidade Católica do Paraná.
- Tang, S-W. et al., 2010. A study of corrosion resistance and formation characteristics of electroless Ni–P alloy coatings on Al18B4O33w/6061 Al composite with a simple surface pre-treatment, *Surface and Coatings Technology*, 205:43-49.
- Tracy, R. P.; Shawham, G. J., 1990. Practical guide to using Ni-P electroless nickel coatings, *Materials Performance*, 29:65-70.
- Wernick, S.; Pinner, R.; Sheasby, P. G., 1996. The Surface Treatment and Finishing of Aluminum and its Alloys. *ASM International*, 1:2-4.

6. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.