

REVESTIMENTOS DE NIP E NIP+SiC AUTOCATALÍTICOS DEPOSITADOS EM AMOSTRAS DE AÇO ABNT 1020

Matheus Augusto Garcia Buzo, matheus.a.g.buzo@gmail.com¹

Rhander Viana, rhanderviana@gmail.com²

Marcelo Bento da Silva, marcelobsunb@gmail.com²

José Aécio Gomes de Sousa, josesousa@utfpr.edu.br¹

¹Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Londrina, Av. dos Pioneiros, 3131, Londrina, PR, 86036-370, Brasil.

²Universidade de Brasília, Campus Gama, Brasília, DF, 72444-240, Brasil.

Resumo: O revestimento de níquel químico ao fósforo (Ni-P) tem inúmeras aplicações em diversas áreas da engenharia, uma vez que apresenta alta resistência a corrosão, alta dureza, boa lubrificidade e excelente compatibilidade com diversos substratos, como os aços e suas ligas, com grande aplicação na indústria. O objetivo deste trabalho é depositar e caracterizar substratos de aço ABNT 1020 polidos e revestidos de Ni-P e Ni-P+SiC por deposição química. A metodologia do trabalho foi realizada por meio da caracterização dos revestimentos de Ni-P e Ni-P+SiC quanto a morfologia, com caracterização das amostras por MEV e EDS, microdureza Vickers, rugosidade média (Ra) e resistência ao desgaste por microabrasão com uso de Calowear. Os resultados mostraram que os revestimentos de Ni-P e Ni-P+SiC aumentaram significativamente a rugosidade média do substrato de aço ABNT 1020 em relação à amostra sem revestimento. Nos ensaios de microdureza Vickers os revestimentos de Ni-P e Ni-P+SiC aumentaram em quatro vezes a dureza do substrato de aço ABNT 1020, passando de 200 HV_{0,1} para 800 HV_{0,1} com a deposição dos revestimentos. Os resultados dos ensaios de microabrasão mostraram uma maior resistência ao desgaste da amostra revestida de Ni-P, com menor coeficiente de desgaste em relação a amostra revestida de Ni-P+SiC.

Palavras-chave: Revestimento, Ni-P, Ni-P+SiC, Aço ABNT 1020

1. INTRODUÇÃO

Revestimentos metálicos possuem ampla aplicação tecnológica, uma vez que podem aumentar a durabilidade das peças revestidas, alterando, de maneira desejada, as propriedades físicas e mecânicas de suas superfícies. Os metais utilizados como revestimento e os tipos de processos de aplicação são diversos, no presente trabalho, todavia, os objetos de estudo são: níquel e suas ligas, como revestimento, e deposição química como processo de aplicação. A deposição química é um processo no qual o metal é imerso em uma solução contendo o sal do metal de revestimento e um agente redutor (Silva, 2001). Os revestimentos de Ni-P (depósito químico de níquel com fósforo), por sua vez, são obtidos através de banhos contendo sais de sulfato de níquel e hipofosfito de sódio, sem aplicação de corrente elétrica externa. A utilização do Ni-P é devida, principalmente, a sua uniformidade macroscópica e sua excelente resistência à corrosão e ao desgaste abrasivo (Cardoso, 2006). A uniformidade macroscópica do Ni-P permite que peças com geometrias complexas, interiores de tubos e peças pequenas sejam revestidas de maneira adequada. O processo de deposição química de níquel-fósforo também é conhecido como níquel químico e *electroless nickel*, em inglês. Entretanto, ambos os nomes não são muito adequados, já que sugerem uma deposição sem elétrons ou sem corrente elétrica. A denominação sugerida pelas normas ISO 4527 (2003) e ASTM B733 (2015), *Autocatalytic Nickel-Phosphorus*, talvez seja mais apropriada, posto que, esse procedimento é uma reação heterogênea em um sistema sólido-líquido no qual a superfície metálica do substrato atua como catalisador até que o mesmo se torne autocatalítico (Shipley, 1984; Cardoso, 2006). Revestimentos de níquel-fósforo tratados termicamente podem atingir durezas na ordem de 900 HV. Ainda, a deposição química com incorporação de partículas pode melhorar o desempenho desses revestimentos com relação à resistência ao desgaste e outras propriedades (Chen *et al.*, 1994; Jayakrishnam *et al.*, 1998), sendo então, mais um objeto de pesquisa neste estudo.

O revestimento químico com incorporação de partículas consiste em adicionar compostos metálicos ao banho autocatalítico para fazer o íon metálico desacidificar e depositar no substrato, o que leva a um desenvolvimento mais substancial nas técnicas de deposição química (Zhang *et al.*, 2014). Como citado anteriormente, os revestimentos de Ni-P são obtidos através de banhos. Em geral, os banhos contêm uma fonte de íons metálicos, agente redutor, agente complexante, estabilizador, agente tampão, agente umectante e seus parâmetros incluem temperatura e pH controlados (Sudagar *et al.*, 2013).

Um ponto importante na deposição química de Ni-P é a preparação do substrato, devendo seguir a ordem: pré-tratamento, ativação e pós-tratamento. O pré-tratamento é basicamente lixamento e polimento da superfície, desengraxe eletrolítico ou alcalino, decapagem em banho ácido, seguida de lavagem (Zhang *et al.*, 2014). Uma limpeza inadequada da superfície que receberá o filme pode causar um problema recorrente na deposição química de revestimentos de Ni-P, a pobre adesão do revestimento ao material de base, ao substrato.

Neste trabalho o objetivo é depositar e caracterizar substratos de aço ABNT 1020 polidos e revestidos de Ni-P e Ni-P+SiC por deposição química. A caracterização dos revestimentos de Ni-P e Ni-P+SiC quanto a morfologia, microdureza, rugosidade e resistência ao desgaste por microabrasão.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Modificação do Substrato de Aço ABNT 1020

Neste trabalho foram utilizados corpos de prova de aço ABNT 1020 nas dimensões 40x20x4,75 mm, cortados por meio de jato d'água. As amostras foram polidas nas duas faces de 40x20 mm utilizando a seguinte sequência: lixamento com lixas 400, 600, 800, 1000 e 1200, e, posteriormente, polimento com pasta abrasiva Politone de 2 µm. Todo o processo foi realizado no Laboratório de Processos de Fabricação da UnB-FGA.

2.2. Preparação das Amostras em Banho de Ni-P e Ni-P+SiC

As amostras foram desengraxadas em solução alcalina por 30 minutos a temperatura ambiente com desengraxante da AurosQuímica, enxaguadas em água corrente e posteriormente em água deionizada. Em seguida para ativação do substrato, as amostras foram imersas em um ativador ácido por 60 segundos, ativador universal da AurosQuímica, seguido de enxágue em água corrente e, após, em água deionizada e secagem. No recobrimento das amostras de Ni-P e Ni-P+SiC foi utilizado uma solução comercial da AurosQuímica com baixo teor de fósforo, cerca de 2-4%. As amostras foram imersas em um bquer com 300 ml de solução de níquel-fósforo colocado sobre um agitador magnético com aquecimento. A solução foi mantida a temperatura de 85 - 90 °C, tempo de deposição de 60 minutos e sem agitação mecânica. Para as amostras revestidas de Ni-P+SiC foi utilizada uma concentração de 20 g/l de partículas dispersas no banho de Ni-P. Posteriormente as amostras foram tratadas termicamente a 400 °C por 60 minutos utilizando um forno mufla Bravac e resfriadas ao ar livre. A preparação das amostras foi realizada no Laboratório de Processos de Fabricação da UnB-FGA.

2.3. Caracterização dos Revestimentos de Ni-P e Ni-P+SiC

Na caracterização dos revestimentos foram realizados ensaios de morfologia, rugosidade, microdureza e microabrasão. A análise morfológica foi realizada por meio de microscopia eletrônica de varredura. O MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura) foi utilizado com o intuito de observar a textura superficial das amostras, antes e após a deposição, e possíveis defeitos pontuais. Com a utilização da sonda de EDS (Espectroscopia por Energia Dispersiva) do MEV foi possível comprovar o recobrimento das amostras com Ni-P e também a dispersão do SiC no Ni-P, permitindo uma análise semi-quantitativa dos elementos químicos presentes na superfície das amostras. As imagens de MEV foram realizadas no laboratório LMM-IB-UnB (MEV - Jeol JSM-7000F). As rugosidades médias (Ra) das amostras de aço ABNT 1020, antes e após o recobrimento de Ni-P e Ni-P+SiC, foram adquiridas utilizando um rugosímetro portátil de contato modelo SJ-210 Mitutoyo com cut-off de 0,25 mm, velocidade de deslocamento de 0,5 mm/s e norma de aplicação JIS B0601 (1994). Foram realizadas dez medições da rugosidade média (Ra) nos sentidos transversal e longitudinal nas faces 40x20 mm das amostras. Os ensaios de rugosidade foram realizados no Laboratório de Processos de Fabricação da UnB-FGA. Para os ensaios de microdureza foram realizadas indentações transversais e longitudinais de microdureza Vickers com carga de 100 g (HV 0,1) nas faces 40x20 mm das amostras, antes e após a deposição dos revestimentos Ni-P e Ni-P+SiC. Foram realizadas dez medições superficiais de microdureza Vickers para cada conjugado substrato/revestimento com carga de 100 g (HV 0,1). Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados no Laboratório de Materiais da UnB-FGA, microdurômetro Future Tech FM-700. Para os ensaios de desgaste por microabrasão o objetivo foi determinar os coeficientes de desgaste dos revestimentos Ni-P e Ni-P+SiC depositados sobre as amostras de aço ABNT 1020. O ensaio foi realizado em um equipamento de microabrasão do tipo esfera livre, *Calowear*, equipamento da *CSM Instruments* pertencente ao Laboratório de Materiais da UnB-FGA. Foram realizados cinco ensaios para cada conjugado revestimento/substrato com avaliação da calota de desgaste em intervalos de 2, 5, 10, 15 e 20 minutos.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Morfologia

A morfologia das amostras revestidas de Ni-P e Ni-P+SiC foi discutida por meio de imagens de microscopia eletrônica de varredura e por análise de espectroscopia por energia dispersiva. A Figura 1 mostra a superfície de um substrato de aço ABNT 1020 sem revestimento, observam-se claramente as marcas de sulcos de deformação deixadas pelo processo de lixamento da amostra.

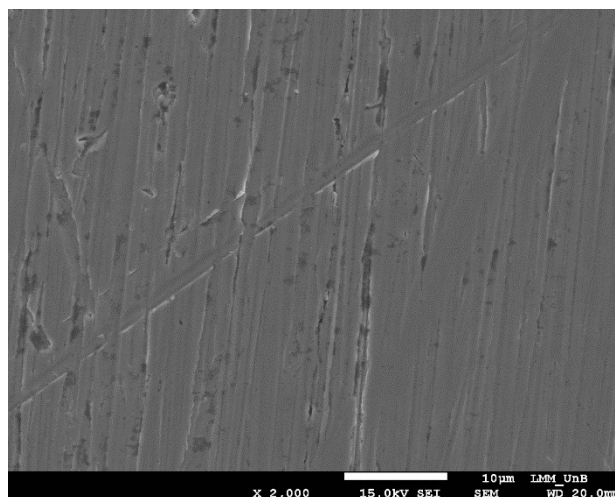


Figura 1. MEV da amostra de aço ABNT 1020 sem revestimento.

A Figura 2 mostra o EDS da amostra de aço ABNT 1020 sem revestimento, como já era esperado com cerca de 98,43 % de ferro na sua composição, e elementos residuais do processo de fabricação do aço. A Tabela 1 mostra os elementos presentes na amostra de aço ABNT 1020 sem revestimento.

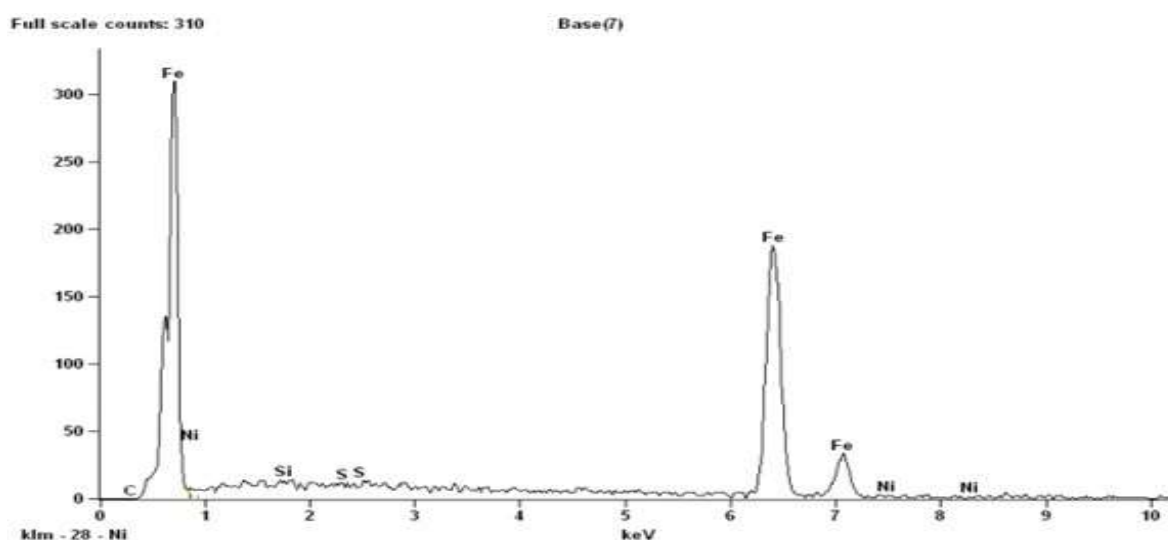


Figura 2. EDS da amostra sem revestimento de aço ABNT 1020, antes da deposição.

Tabela 1. Amostra espectral dos elementos presentes no aço ABNT 1020.

Element Line	Net Counts	Weight %	Atom %	Formula	Compound %
C K	0	0,00	0,00	C	0,00
Si K	38	0,27	0,54	Si	0,27
S K	24	0,15	0,27	S	0,15
Fe K	3128	98,43	98,11	Fe	98,43
Ni K	22	1,14	1,08	Ni	1,14
Total		100,00	100,00		100,00

A Figura 3 mostra a superfície da amostra de aço ABNT 1020 revestida de Ni-P, observa-se uma superfície com diversos “veios de enrugamento” ou ondulações, e protuberâncias deixadas pelo recobrimento de Ni-P.

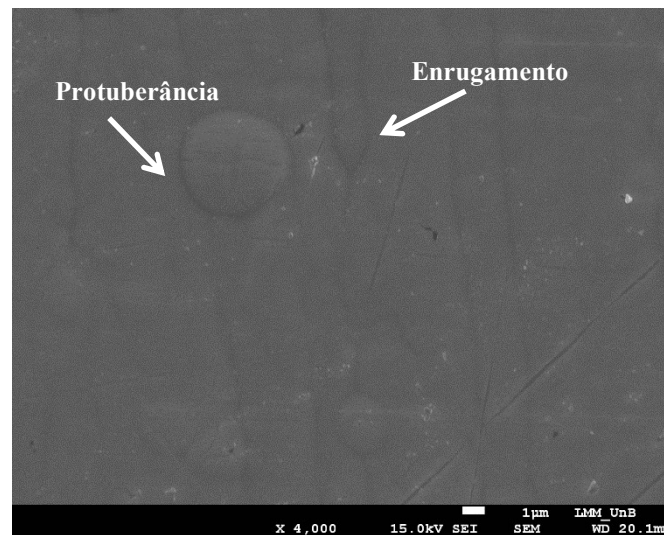


Figura 3. MEV da superfície da amostra de aço ABNT 1020 após a deposição de Ni-P.

A Figura 4 mostra o EDS da amostra de aço ABNT 1020 revestida de Ni-P, observa-se claramente a presença de níquel (93,83 %) e fósforo (2,70 %) do revestimento.

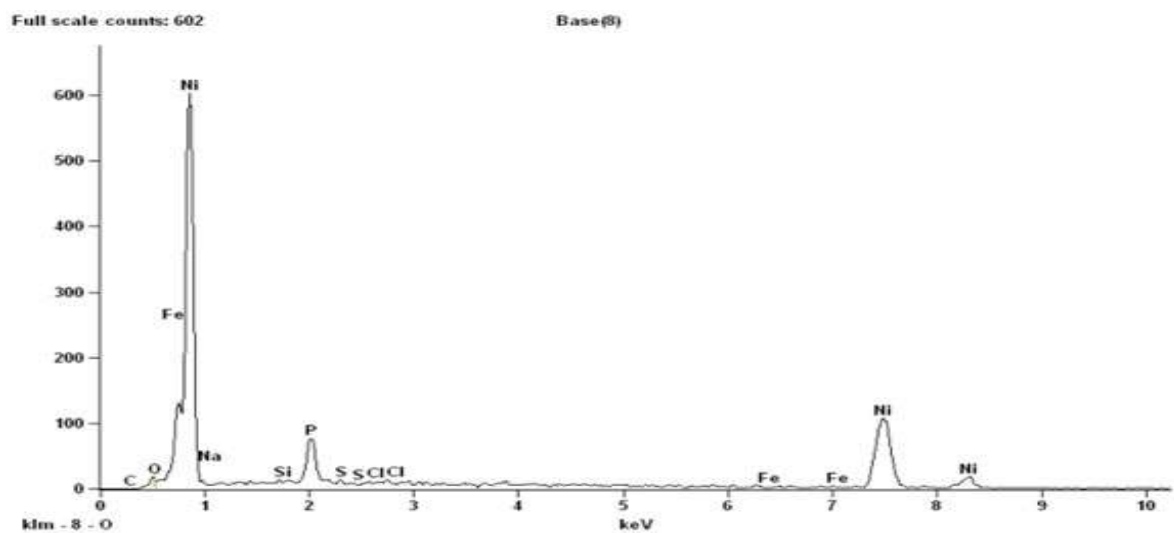


Figura 4. EDS da amostra de aço ABNT 1020 revestida de Ni-P.

A Tabela 2 mostra os elementos presentes na amostra de aço ABNT 1020 revestido de Ni-P, com 93,83 % de níquel e 2,70 % de fósforo.

Tabela 2. Amostra espectral dos elementos presentes no aço ABNT 1020 revestido de Ni-P.

Element Line	Net Counts	Weight %	Atom %	Formula	Compound %
C K	0	0,00	0,00	C	0,00
O K	87	1,51	3,47	O	1,51
Na K	0	0,00	0,00	Na	0,00
Si K	22	0,67	0,33	Si	0,67
P K	672	2,70	8,3	P	2,70
S K	24	0,66	0,28	S	0,66
Cl K	15	0,63	0,19	Cl	0,63
Fe K	0	0,00	0,00	Fe	0,00
Ni K	1881	93,83	87,43	Ni	93,83
Total		100,00	100,00		100,00

A Figura 5 mostra a superfície da amostra de aço ABNT 1020 após a deposição de Ni-P+SiC, partículas escuras mostrando a distribuição de SiC no filme. A Figura 6 mostra o EDS da amostra de aço ABNT 1020 revestida de Ni-P+SiC, observa-se a presença de silício proveniente do SiC, e contaminantes como alumínio e zinco.

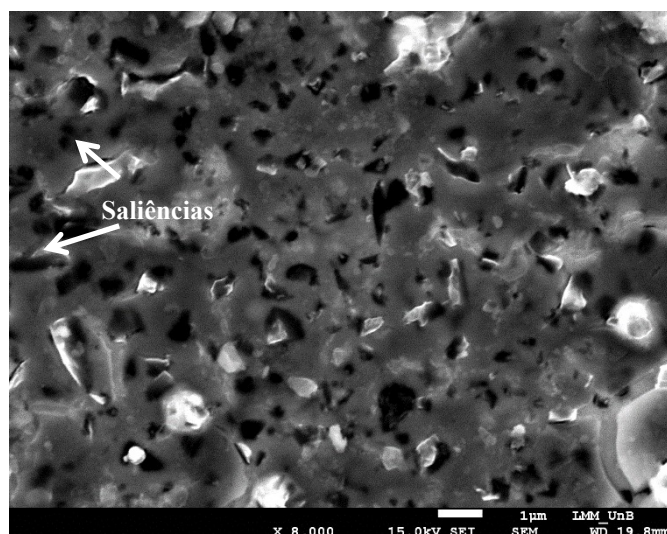


Figura 5. MEV da superfície da amostra de aço ABNT 1020 após a deposição de Ni-P+SiC.

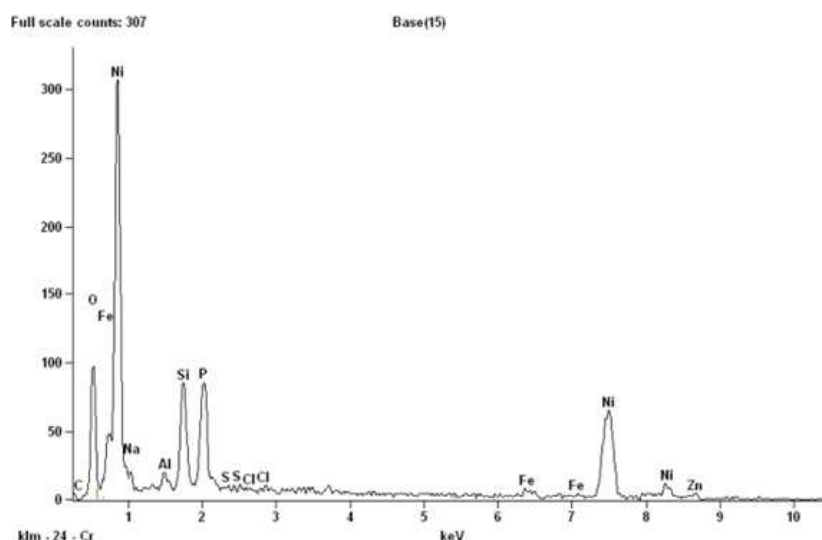


Figura 6. EDS da amostra de aço ABNT 1020 revestida de Ni-P+SiC.

A Tabela 3 mostra os elementos presentes na amostra de aço ABNT 1020 revestido de Ni-P+SiC.

Tabela 3. Amostra espectral dos elementos presentes no aço ABNT 1020 revestido de Ni-P+SiC.

Element Line	Net Counts	Weight %	Atom %	Formula	Compound %
C K	11	0,27	0,96	C	0,27
O K	578	8,63	22,91	O	8,63
Al K	81	0,81	1,27	Al	0,81
Si K	719	6,56	9,91	Si	6,56
P K	854	7,32	10,03	P	7,32
Cl K	4	0,04	0,05	Cl	0,04
Fe K	88	2,89	2,20	Fe	2,89
Ni K	1084	67,04	48,49	Ni	67,04
Zn K	54	6,45	4,19	Zn	6,45
Total		100,00	100,00		100,00

3.2. Rugosidade

A Figura 7 mostra os resultados das medições da rugosidade média (Ra) das amostras revestidas de Ni-P e Ni-P+SiC.

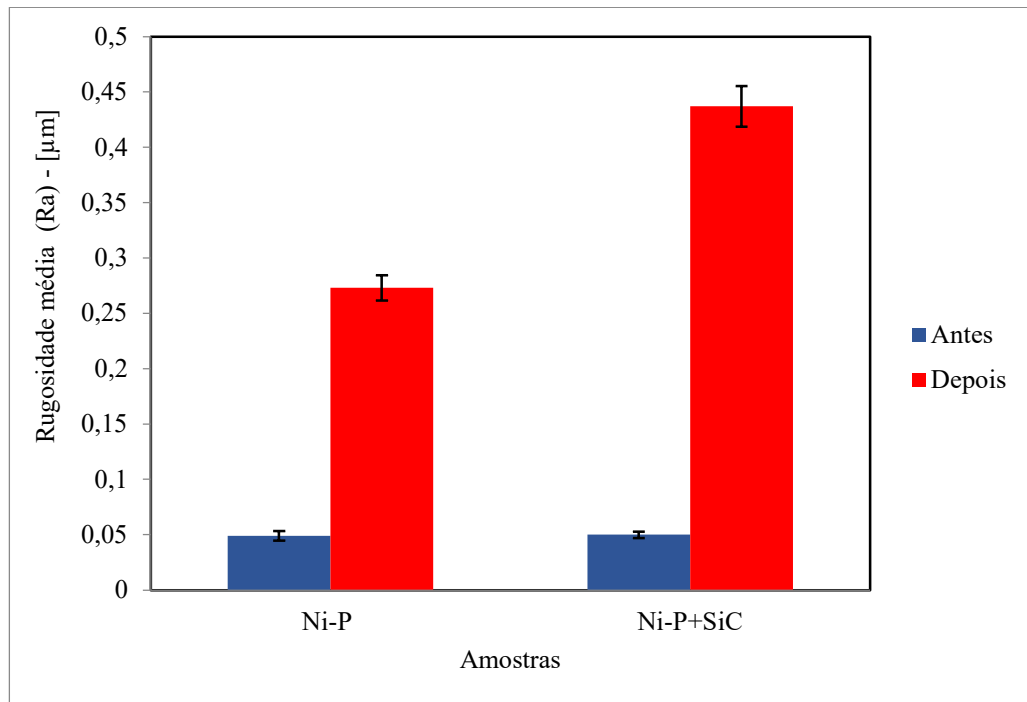


Figura 7. Resultado dos ensaios de rugosidade média das amostras antes e após a deposição dos revestimentos Ni-P e Ni-P+SiC.

O aumento da rugosidade média nas amostras revestidas de Ni-P e Ni-P+SiC, provavelmente, são uma consequência da textura superficial obtida nos filmes. A Figura 3 mostra claramente pontos com saliências e enrugamento do filme depositado de Ni-P.

Já na Figura 5 observa-se para o filme de Ni-P+SiC uma textura acidentada com diversas saliências presentes.

Outro fenômeno que poderia explicar o aumento da rugosidade média é a precipitação de fosfetos de níquel na superfície do filme, deixando a textura superficial bastante irregular (Barros *et al.*, 2013).

3.3. Microdureza

A Figura 8 mostra os resultados dos ensaios de microdureza Vickers realizados nas amostras antes e após a deposição dos revestimentos de Ni-P e Ni-P+SiC. Observa-se na Figura 8 a baixa dureza do substrato de aço ABNT 1020, cerca de 195 HV_{0.1}, em relação aos revestimentos de Ni-P e Ni-P+SiC, respectivamente, ~ 777 HV_{0.1} e ~ 762 HV_{0.1}.

O aumento da microdureza com a deposição de Ni-P é uma consequência da precipitação de fosfetos de Ni₃P no filme, que ocorre quando partículas finamente dispersas em uma segunda fase precipitam-se no interior da matriz da fase principal por meio de tratamento térmico adequado (Barros *et al.*, 2013), como o realizado neste trabalho, 400 °C por 60 minutos com resfriamento ao ar livre.

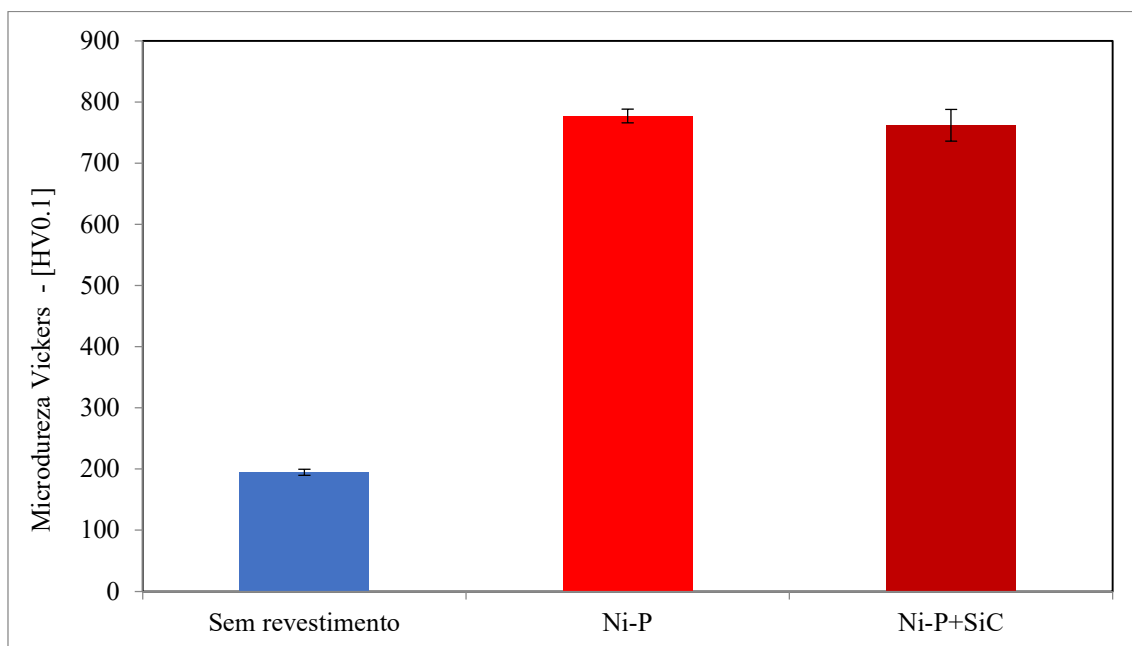


Figura 8. Resultado dos ensaios de microdureza Vickers das amostras revestidas de Ni-P e Ni-P+SiC.

3.4. Microabrasão

A Figura 9 mostra os resultados dos ensaios de microabrasão realizados em um equipamento do tipo esfera livre, *Calowear*. O gráfico da Fig. 9 mostra os menores coeficientes de desgaste para as amostras revestidas de Ni-P e Ni-P+SiC, com um ótimo desempenho em relação ao substrato de aço ABNT 1020 sem revestimento. Os resultados obtidos ratificam os resultados encontrados nos ensaios de microdureza Vickers, com o aumento da dureza do substrato de aço ABNT 1020 com a deposição dos revestimentos Ni-P e Ni-P+SiC ocorre um aumento na resistência ao desgaste abrasivo. Comparando-se as amostras revestidas de Ni-P e Ni-P+SiC, observa um menor coeficiente de desgaste para a amostra revestida de Ni-P, provavelmente, pela maior quantidade de saliências ou irregularidades na textura da amostra revestida de Ni-P+SiC, como observado na Figura 5, os resíduos da quebra dessas saliências tornam o sistema tribológico ainda mais severo, acelerando o desgaste da amostra de Ni-P+SiC.

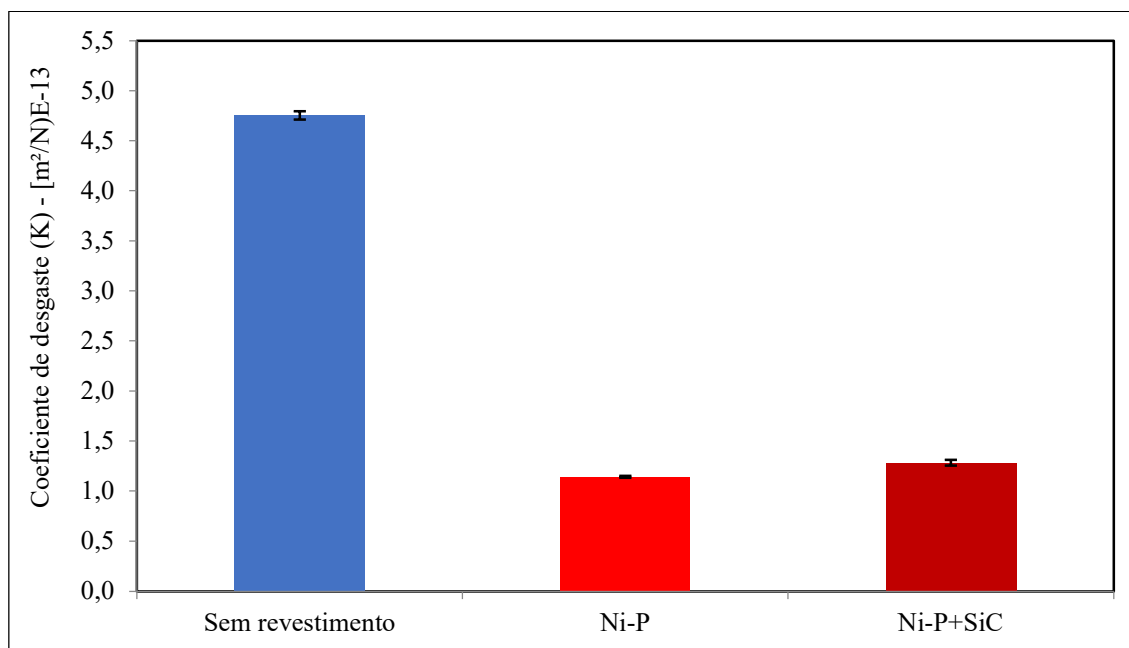


Figura 9. Resultado dos ensaios de microabrasão das amostras revestidas de Ni-P e Ni-P+SiC.

4. CONCLUSÃO

Após obtenção dos resultados e devidas discussões, as seguintes conclusões podem ser relacionadas:

- O processo de deposição de Ni-P e Ni-P+SiC mostrou-se adequado no revestimento de substratos de aço ABNT 1020;
- Os revestimentos de Ni-P e Ni-P+SiC aumentaram a rugosidade média dos substratos de aço ABNT 1020 em relação às amostras sem revestimento;
- A textura superficial da amostra revestida de Ni-P mostrou-se mais homogênea do que a textura da amostra revestida de Ni-P+SiC, sem a presença de escamas e vacâncias;
- Os revestimentos de Ni-P e Ni-P+SiC aumentaram significativamente a microdureza Vickers do substrato de aço ABNT 1020;
- O tratamento térmico realizado a 400 °C por 60 minutos com resfriamento ao ar livre teve influência direta no aumento da microdureza das amostras revestidas de Ni-P e Ni-P+SiC;
- Os resultados dos ensaios de microabrasão mostraram uma maior resistência ao desgaste da amostra revestida de Ni-P.

5. REFERÊNCIAS

- ASTM B733, 2015, “Standard Specification for Autocatalytic (Electroless) Nickel-Phosphorus Coatings on Metal”, p. 28.
- Barros, A. M. R., Moreira, A. N., Sade, W., Pinheiro, I. P., 2013, “Caracterização do Recobrimento de Níquel e Fósforo para Aumento da Resistência ao Desgaste do Aço Carbono”, *68º Congresso Anual da ABM*.
- Cardoso, C., 2006, “Revestimentos de Níquel Químico para Proteção Contra Corrosão”, Dissertação, Universidade de São Paulo, pp. 308.
- Chen, Z. LI, J. Wang, E., 1994, “In Situ Scanning Tunnelling Microscopic Study of Nickel Electrodeposition on HOGP”, *Journal of Electroanalytical Chemistry and Interfacial Electrochemistry*, n. 373, p. 83-87.
- ISO 4527, 2003, “Metallic Coatings - Autocatalytic (Electroless) Nickel-Phosphorus Alloy Coatings - Specification and Test Methods”, 2ª Ed., p. 22.
- Jayakrishnan, S., Dhayanand, K., Krishnan, R.M., Sekar, R., Sriveeraraghavan, S., 1998, “Metal Distribution in Electroplating of Nickel and Chromium”, *Transactions of The Institute of Metal Finishing*, v. 76, n. 3, pp. 90-93.
- Shipley, J. C. R., 1984, “Historical Highlights of Electroless Plating”, *Plating and Surface Finishing*, v. 71, n. 7, pp. 92-99.
- Silva, L. A. S., 2001, “Avaliação da Resistência à Corrosão de Revestimentos Comerciais Alternativos ao Cádmio”, Tese, Universidade Federal do Rio de Janeiro, pp. 92.
- Sudagar, J., Lian, J., Sha, W., 2013, “Electroless Nickel, Alloy, Composite and Nano Coatings - A Critical Review”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 571, pp. 183-204.
- Zhang, H., Zou, J., Lin, N., Tang, B., 2014, “Review on Electroless Plating Ni-P Coatings for Improving Surface Performance of Steel”, *Surface Review and Letters*, v. 21, n. 4, pp. 1-13.

6. RESPONSABILIDADE AUTORAL

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo deste trabalho.

AUTOCATALYTIC NIP AND NIP+SiC COATINGS DEPOSITED ON ABNT 1020 STEEL SAMPLES

Matheus Augusto Garcia Buzo, matheus.a.g.buzo@gmail.com¹

Rhander Viana, rhanderviana@gmail.com²

Marcelo Bento da Silva, marcelobsunb@gmail.com²

José Aécio Gomes de Sousa, josesousa@utfpr.edu.br¹

¹Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Londrina, Av. dos Pioneiros, 3131, Londrina, PR, 86036-370, Brasil.

²Universidade de Brasília, Campus Gama, Brasília, DF, 72444-240, Brasil.

Abstract. *The chemical nickel-phosphorus (Ni-P) coating has numerous applications in several engineering areas, since it has high corrosion resistance, high hardness, good lubricity and excellent compatibility with various substrates, such as steels and their alloys, with great application in the industry. The objective of this work is to deposit and characterize ABNT 1020 steel substrates polished and coated with Ni-P and Ni-P+SiC chemical deposition. The methodology of the work was carried out through the characterization of Ni-P and Ni-P+SiC coatings regarding morphology, with sample characterization by SEM and EDS, Vickers microhardness, average roughness (Ra) and resistance to wear by microabrasion, Calowear test. The results showed that the Ni-P and Ni-P+SiC coatings increased the average roughness of the ABNT 1020 steel substrates in relation to the uncoated samples. In the Vickers microhardness tests, the Ni-P and Ni-P+SiC coatings significantly increased the hardness of the ABNT 1020 steel substrate. The results of the microabrasion tests showed a greater wear resistance of the Ni-P coated sample.*

Keywords: *Coating, Ni-P, Ni-P+SiC, ABNT 1020 Steel*