

Caracterização da liga Fe-Mo obtida por eletrodeposição
Characterization of Fe-Mo alloy obtained by electroplating
Caracterización de la aleación de Fe-Mo obtenida por galvanoplastia

Recebido: 06/08/2020 | Revisado: 14/08/2020 | Aceito: 17/08/2020 | Publicado: 21/08/2020

José Anderson Machado Oliveira

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0473-8443>

Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Brasil

E-mail: jmo.anderson@gmail.com

Alison Silva Oliveira

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4464-9111>

Universidade Federal de Campina Grande, Brasil

E-mail: alison.oliveira18@gmail.com

Anamélia de Medeiros Dantas Raulino

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5124-3633>

Universidade Federal de Campina Grande, Brasil

E-mail: anameliadantas@yahoo.com.br

José Leonardo Costa Raulino

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1479-5065>

Universidade Federal de Campina Grande, Brasil

E-mail: leonardo.jcr@hotmail.com

Arthur Filgueira de Almeida

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9641-5037>

Universidade Federal de Campina Grande, Brasil

E-mail: arthur.filgueira@eq.ufcg.edu.br

Danilo Lima Dantas

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0780-3474>

Universidade Federal Rural de Pernambuco, Brasil

E-mail: danielold.15@gmail.com

Ana Regina Nascimento Campos

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9029-6922>

Universidade Federal de Campina Grande, Brasil

E-mail: arncampos@ufcg.edu.br

Renato Alexandre Costa de Santana

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7075-7709>

Universidade Federal de Campina Grande, Brasil

E-mail: renatoacs@ufcg.edu.br

Resumo

Neste trabalho foi utilizado um planejamento experimental associado à técnica de metodologia de superfície de resposta (MSR), com o objetivo de avaliar o efeito dos parâmetros de deposição, densidade de corrente e pH do banho eletrolítico, sobre as propriedades dos revestimentos de Fe-Mo obtidos por eletrodeposição. As características morfológicas dos revestimentos foram avaliadas por MEV e a relação proporcional dos metais depositados foi avaliada por EDX. A resistência à corrosão das ligas em meio corrosivo contendo íons cloreto (NaCl, 3,5 %) foi avaliada utilizando as técnicas de polarização potenciodinâmica (PP) e espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE). Os resultados de composição mostraram que o ferro foi eletrodepositado em maior proporção em todos os experimentos, confirmando seu efeito indutor no mecanismo de deposição do molibdênio. Os resultados de corrosão mostraram que os revestimentos obtidos nas condições experimentais de 60 mA/cm² e pH 6 apresentaram o melhor desempenho anticorrosivo entre os sistemas avaliados. A otimização experimental mostrou que a variável pH do banho eletrolítico apresentou uma maior influência sobre os resultados de composição química da liga em comparação à variável densidade de corrente. Portanto, os resultados aqui apresentados confirmam a importância da utilização de técnicas de otimização experimental aplicadas para obtenção de revestimentos obtidos por eletrodeposição com propriedades controladas para aplicações específicas.

Palavras-chave: Planejamento experimental; Ligas metálicas; Corrosão.

Abstract

In this work, an experimental design associated with the response surface methodology (RSM) technique was used, to evaluate the effect of deposition parameters, current density, and pH of the electrolytic bath, on the properties of Fe-Mo coatings. obtained by electrodeposition. The morphological characteristics of the coatings were evaluated by SEM and the proportional ratio of the deposited metals was evaluated by EDX. The corrosion resistance of the alloys in a corrosive medium containing chloride ions (3.5 %, NaCl) was evaluated using the techniques of Potentiodynamic Polarization (PP) and Electrochemical

Impedance Spectroscopy (EIS). The results of chemical composition showed that iron was electrodeposited in a greater proportion in all experiments, confirming its inducing effect on the molybdenum deposition mechanism. The corrosion results showed that the coatings obtained in the experimental conditions of 60 mA/cm² and pH 6 presented the best anticorrosive performance among the evaluated systems. The experimental optimization showed that the pH variable of the electrolytic bath had a greater influence on the results of the chemical composition of the alloy compared to the current density variable. Therefore, the results presented here confirm the importance of using experimental optimization techniques applied to obtain coatings obtained by electrodeposition with controlled properties for specific applications.

Keywords: Experimental design; Metal alloys; Corrosion.

Resumen

En este trabajo, se utilizó un diseño experimental asociado con la técnica de metodología de superficie de respuesta (MSR), con el objetivo de evaluar el efecto de los parámetros de deposición, la densidad de corriente y el pH del baño electrolítico, sobre las propiedades de los recubrimientos de Fe-Mo. obtenido por electrodeposición. Las características morfológicas de los recubrimientos fueron evaluadas por MEB y la relación proporcional de los metales depositados fue evaluada por EDX. La resistencia a la corrosión de las aleaciones en un medio corrosivo que contiene iones cloruro (NaCl, 3.5 %,) se evaluó utilizando las técnicas de polarización potenciodinámica (PP) y espectroscopía de impedancia electroquímica (EIE). Los resultados de la composición mostraron que el hierro fue electrodepositado en una mayor proporción en todos los experimentos, lo que confirma su efecto inductor sobre el mecanismo de deposición de molibdeno. Los resultados de corrosión mostraron que los recubrimientos obtenidos en condiciones experimentales de 60 mA/cm² y pH 6 presentaron el mejor desempeño anticorrosivo entre los sistemas evaluados. La optimización experimental mostró que la variable de pH del baño electrolítico tenía una mayor influencia en los resultados de la composición química de la aleación en comparación con la variable de densidad de corriente. Por lo tanto, los resultados presentados aquí confirman la importancia de utilizar técnicas experimentales de optimización aplicadas para obtener recubrimientos obtenidos por electrodeposición con propiedades controladas para aplicaciones específicas.

Palabras clave: Planificación experimental; Aleaciones de metales; Corrosión.

1. Introdução

A utilização de revestimentos metálicos aplicados na superfície de materiais com o intuito de melhorar suas propriedades é uma prática comum nos setores industriais e tecnológicos. Entre as propriedades superficiais que podem ser melhoradas com a aplicação de um revestimento metálico podem ser citadas, por exemplo, o aumento da resistência ao desgaste, aumento da dureza, melhores propriedades de resistência à corrosão, melhor aspecto visual, entre outras (Kuznetsov et al., 2015; Oliveira et al., 2017; Costa et al., 2018).

A corrosão metálica é a causa de diversos danos e prejuízos econômicos em diferentes setores tecnológicos. Por ser um processo termodinamicamente favorável, torna-se difícil seu controle. Dessa forma, diferentes metodologias devem ser adotadas no intuito de evitar ou minimizar o processo corrosivo como, por exemplo, a utilização de revestimentos protetores ou inibidores de corrosão (Amador Salomão, et al., 2019; França et al., 2019; Gomes et al., 2019; Lima et al., 2020).

A técnica de eletrodeposição é amplamente utilizada para produção de revestimentos metálicos, poliméricos e compósitos adequados para diversas aplicações, pois permite obter revestimentos com propriedades físicas e químicas controladas por intermédio do ajuste dos parâmetros de deposição como potencial elétrico ou densidade de corrente, pH da solução eletrolítica, tempo de deposição, temperatura do processo e concentração dos reagentes (Safizadeh et al., 2017). Além disso, é possível obter revestimentos homogêneos, mesmo sobre substratos com formas geométricas complexas, utilizando equipamento simples e de baixo custo (Zangari, 2015; Costa et al., 2018; Oliveira et al., 2019).

Devido à possibilidade de eletrodepositar revestimentos com propriedades controladas através do ajuste dos parâmetros de deposição, torna-se necessária à utilização de técnicas de otimização durante o processo de estudo laboratorial com o intuito de avaliar de maneira sistemática um maior número de variáveis que podem afetar a qualidade dos revestimentos obtidos e, dessa forma, definir as melhores condições experimentais para produção de revestimentos com propriedades específicas para cada tipo de aplicação (Santana et al., 2007; Oliveira et al., 2015; Oliveira et al., 2017).

O molibdênio é um metal de transição que possui excelentes propriedades como, por exemplo, elevada dureza, estabilidade térmica e resistência à corrosão. Dessa forma, é um metal adequado para produção de equipamentos e materiais aplicados em ambientes de elevada exigência operacional. Portanto, a utilização de revestimentos metálicos contendo molibdênio pode melhorar as propriedades superficiais de materiais aplicados em condições

extremas de temperatura e na presença de agentes corrosivos (Kazimierczak et al., 2013; Winiarski et al., 2015).

Contudo, a literatura relata a impossibilidade de deposição do molibdênio puro a partir de soluções eletrolíticas aquosas. No entanto, sua eletrodeposição juntamente com outros metais, principalmente os do grupo 8B (Fe, Ni, Co), para formação de ligas metálicas tem sido noticiado na literatura por meio de um mecanismo de deposição conhecido como codeposição induzida (Szczygieł et al., 2010; Tsyntsaru et al., 2012; Silva et al., 2015; Barbano et al., 2016).

Neste trabalho, foi utilizado um planejamento experimental completo (2²), associado à técnica de Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) com o objetivo de otimizar os parâmetros operacionais de deposição: densidade de corrente e pH do banho eletrolítico, com relação ao teor dos metais ferro e molibdênio na composição química dos revestimentos de Fe-Mo. O Fe foi utilizado como metal indutor para auxiliar a deposição do Mo. Os revestimentos obtidos foram caracterizados para avaliar suas propriedades físicas, químicas e de resistência à corrosão. Portanto, os resultados aqui apresentados podem contribuir para o desenvolvimento de ligas à base de molibdênio aplicadas como revestimento protetor em ambientes de extrema exigência mecânica e de resistência à corrosão.

2. Metodologia

O presente estudo refere-se a uma pesquisa laboratorial, cuja metodologia empregada foi de natureza qualitativa/quantitativa (Pereira et al., 2018). O procedimento experimental utilizado foi baseado em trabalhos anteriores desenvolvidos por nosso grupo de pesquisa (Costa et al., 2018; Oliveira et al., 2017; Santana et al., 2007).

2.1 Eletrodeposição

Os reagentes utilizados para a preparação do banho eletrolítico usado no processo de eletrodeposição da liga Fe-Mo são apresentados na Tabela 1. Foram utilizados reagentes de alto grau analítico dissolvidos em água deionizada.

Tabela 1: Composição química do eletrólito para eletrodeposição da liga Fe-Mo.

Reagentes	Concentração (mol/L)	Função
Sulfato Ferroso	0,03	Fonte de ferro
Molibdato de Sódio	0,02	Fonte de molibdênio
Sulfato de amônio	0,03	Estabilizar o banho
Citrato de Sódio	0,10	Complexante

Fonte: Arquivo pessoal.

A Tabela 1 destaca a função e as concentrações de cada reagente utilizado na preparação do banho eletrolítico usado no processo de eletrodeposição.

Para otimização do processo de eletrodeposição, em relação à composição química da liga depositada, foi utilizado um planejamento experimental fatorial 2^2 com três repetições do ponto central, associado à Metodologia de Superfície de Resposta (MSR). As variáveis avaliadas no planejamento fatorial foram: a densidade de corrente e o pH do banho eletrolítico nos níveis codificados -1, 0, +1, ou seja, baixo, central e alto, respectivamente (Tabela 2). Para análise dos resultados obtidos, foi utilizado o *software* STATISTICA[®], versão 8.0.

Tabela 2: Níveis reais e codificados do planejamento fatorial 2^2 .

Variáveis independentes	Valores codificados		
	-1	0	+1
Densidade de corrente (mA/cm ²)	40	60	80
pH do banho eletrolítico	4	6	8

Fonte: Arquivo pessoal.

A Tabela 2 mostra a margem de variação de cada parâmetro utilizado no planejamento experimental, destacando a capacidade da técnica de otimização utilizada para avaliação do efeito simultâneo das variáveis independentes (densidade de corrente e pH do banho).

Os revestimentos foram eletrodepositados sobre chapas de cobre (substrato) com área superficial de 8 cm². Antes do processo de eletrodeposição, o substrato foi polido mecanicamente com lixas abrasivas de carboneto de sílica em granulometria decrescente de 400, 600 e 1200 com o objetivo de retirar a camada de óxido natural e nivelar a superfície do eletrodo. Em seguida, o substrato foi lavado em soluções de hidróxido de sódio (10 %, m/v) e ácido sulfúrico (1 %, v/v), separadamente. Em seguida, os substratos foram lavados com água destilada com o objetivo de retirar algum contaminante superficial remanescente do processo

de polimento e ativar a superfície do substrato antes da deposição, seguindo o procedimento experimental descrito em nossos trabalhos anteriores (Oliveira et al., 2017; Costa et al., 2018; Oliveira et al., 2019).

O controle da densidade de corrente utilizada no processo de deposição foi realizado utilizando uma fonte de energia externa da marca MINIPA (modelo MPL-1303M). Os valores de densidade de corrente estabelecidos no planejamento experimental (Tabela 2) foram aplicados por um tempo de deposição suficiente até ser atingida uma carga elétrica de 300 C em todos os experimentos. O pH do banho eletrolítico foi ajustado para os valores investigados neste estudo utilizado ácido sulfúrico (50 %, v/v) ou hidróxido de amônio (concentrado). A deposição foi realizada em temperatura ambiente de 25 ± 2 °C.

2.2 Caracterização

A composição química da liga Fe-Mo depositada foi determinada pela técnica de Energia Dispersiva de Raios-X (EDX), utilizando um espectrômetro digital da SHIMADZU (modelo EDX-7000). A análise da característica morfológica superficial dos revestimentos foi feita pela técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando um microscópio eletrônico da TESCAN (modelo VEGA 3SBH).

2.3 Testes de corrosão

Os ensaios eletroquímicos de corrosão foram realizados em um sistema eletroquímico adaptado de três eletrodos, sendo o substrato de cobre revestido com a liga de Fe-Mo atuando como eletrodo de trabalho, um contra eletrodo de platina e um eletrodo de calomelano saturado (ECS) como referência. Os testes de corrosão foram conduzidos em um potenciostato/galvanostato da AUTOLAB (modelo PG STATE 30) controlado pelo *software* NOVA 1.9.

Foram utilizadas as técnicas de Polarização Potenciodinâmica (PP) e Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) para avaliar a resistência à corrosão das ligas depositadas. Os testes de PP foram realizados utilizando uma varredura na faixa de ± 300 mV a partir do potencial de circuito aberto (PCA), a uma velocidade de varredura de 1 mV/s, após estabilização inicial de 1200 segundos para determinação do PCA. Os experimentos de impedância foram realizados na faixa de frequência de 10 KHz a 0,01 Hz, com uma amplitude de 10 mV. Os ensaios de corrosão foram realizados em uma solução corrosiva de cloreto de

sódio na concentração de 3,5 %, a temperatura ambiente de 25 ± 2 °C, com o objetivo de simular um ambiente corrosivo semelhante a uma atmosfera marinha.

3. Resultados e Discussão

A Tabela 3 apresenta a matriz do planejamento experimental (níveis reais e codificados) e os resultados de composição química da liga de Fe-Mo (em percentual em atômico: at. %).

Os resultados de composição química comprovam a deposição da liga Fe-Mo em todas as condições experimentais avaliadas neste trabalho. Observa-se que a variação dos parâmetros de deposição teve influência significativa sobre os resultados de composição química da liga. Nota-se que o ferro depositou preferencialmente em todos os revestimentos, comprovando o seu efeito de indutor no processo de co-deposição do molibdênio (Szczygiel et al., 2010; Tsyntaru et al., 2012; Kazimierzak et al., 2013).

Tabela 3: Matriz do planejamento experimental e resultados de composição química da liga Fe-Mo.

Exp.	Densidade de corrente (mA/cm ²)	pH	Fe (at. %)	Mo (at. %)
01	-1(40)	-1(4)	61	39
02	-1(40)	+1(8)	66	34
03	+1(80)	-1(4)	60	40
04	+1(80)	+1(8)	66	34
05	0 (60)	0 (6)	62	38
06	0 (60)	0 (6)	62	38
07	0 (60)	0 (6)	62	38

Fonte: Arquivo pessoal.

A Tabela 3 destaca a variação na composição química de cada metal de acordo com cada condição experimental utilizada no processo de deposição.

De acordo com Tsyntaru et al., (2012), a deposição de molibdênio puro utilizando soluções aquosas contendo íons molibdato (MoO_4^{2-}) não é possível devido à formação de uma camada de óxido de molibdênio (MoO_2) isolante na superfície do substrato (Equação 1).

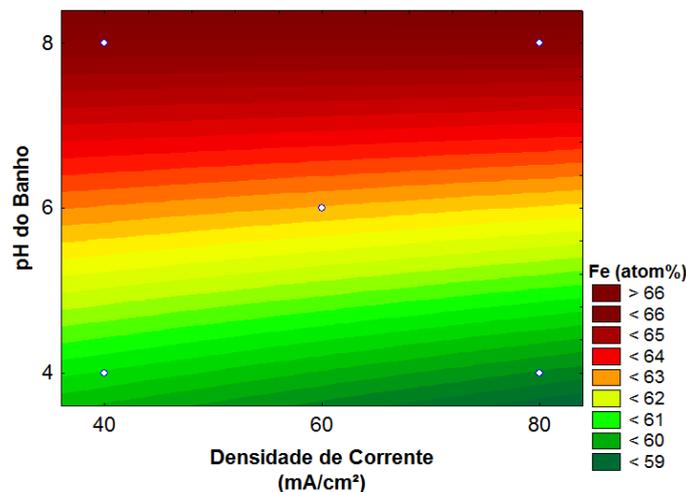


A conversão do intermediário MoO_2 a molibdênio metálico é alcançada por indução a partir de espécies de metal do grupo do ferro (Me) com hidrogênio adsorvido, como esquematizado nas reações a seguir (Equações 2-5) (Tsyntsaru et al., 2012; Barbano et al., 2016).



A Figura 1 representa a superfície de resposta para o percentual atômico de ferro depositado em função das variáveis densidade de corrente e pH do banho eletrolítico. Observa-se que em toda faixa de densidade de corrente de 40 a 80 (mA/cm^2) e com o pH do banho entre 6 e 8 foi alcançado o maior percentual atômico de ferro. Dessa forma, nota-se que a densidade de corrente não influenciou de forma significativa na deposição do ferro, sendo sua deposição influenciada apenas pela variação do pH do banho eletrolítico.

Figura 1: Superfície de resposta do percentual atômico do ferro depositado: densidade de corrente (mA/cm^2) vs. pH.

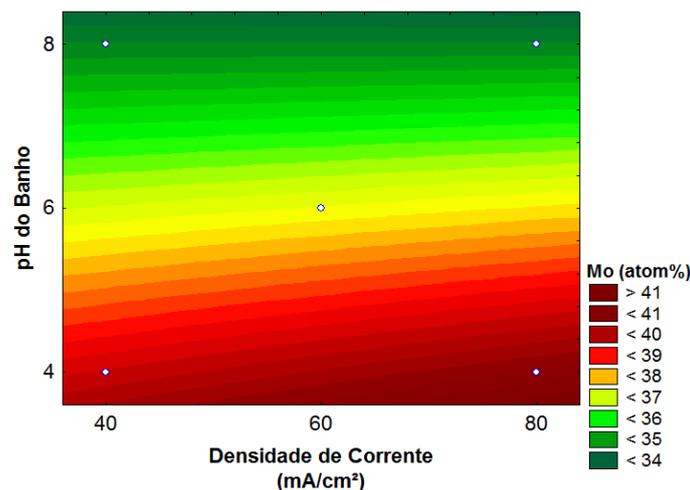


Fonte: Arquivo pessoal.

Na Figura 1 é possível observar a variação na composição química de ferro em toda faixa de avaliação dos parâmetros utilizados no planejamento experimental, destacando a possibilidade de previsão de resultados dentro da faixa avaliada.

A Figura 2 representa a superfície de resposta para o percentual atômico de molibdênio depositado em função das variáveis densidade de corrente e pH. Observa-se que o maior percentual de molibdênio na liga foi obtido quando o pH do banho foi avaliado nos valores baixos (6 a 4) e em toda faixa de densidade de corrente de 40 a 80 (mA/cm^2), ou seja, comportamento contrário ao observado para deposição do ferro em relação à variação do pH (Figura 1). Dessa forma, nota-se, também, que a variável densidade de corrente não influenciou significativamente na deposição do molibdênio.

Figura 2: Superfície de resposta do percentual atômico de molibdênio depositado: densidade de corrente (mA/cm^2) vs. pH.



Fonte: Arquivo pessoal.

Na Figura 2 é possível observar a variação na composição química de molibdênio em toda faixa de avaliação dos parâmetros utilizados no planejamento experimental, destacando a possibilidade de previsão de resultados dentro da faixa avaliada.

Gao et al., (2015) também observaram uma elevada deposição de ferro, acima de 50 % (at. %), em uma faixa de pH de 5-8 na eletrodeposição da liga Heusler (Fe_2CoSn). Em nosso estudo anterior sobre a influência do pH do banho eletrolítico sobre as propriedades da liga de Ni-W obtida por eletrodeposição (Oliveira et al., 2019), também foi observado um favorecimento na deposição do metal indutor (Ni) em relação à deposição do metal tungstênio com o aumento do pH da solução. Cabe destacar que a deposição do tungstênio a partir de

soluções aquosas segue o mesmo mecanismo de indução observado para o molibdênio (Tsyntsar et al., 2012; Barbano et al., 2016).

De acordo com o mecanismo de codeposição induzida estabelecido para formação de eletrodepósitos de Mo (Szczygieł et al., 2010; Tsyntsar et al., 2012; Kazimierczak et al., 2013), é necessária a formação de espécies do metal indutor (Me: Fe, Ni ou Co) com hidrogênio adsorvido (Equação 3). Portanto, em condições de pH elevado, onde existe uma menor concentração de íons H^+ , pode ocorrer diminuição da formação da espécie indutora, $H(Me)$, e, conseqüentemente, diminuição da deposição do metal induzido (Mo), favorecendo, dessa forma, a deposição do metal indutor nessas condições de pH.

A Tabela 4 apresenta a matriz do planejamento experimental e os resultados de densidade de corrente de corrosão (i_{corr}) e resistência de polarização (R_p), obtidos a partir das curvas de polarização utilizando a técnica de extrapolação das retas de Tafel.

Tabela 4: Matriz do planejamento experimental e resultados eletroquímicos de corrosão da liga Fe-Mo obtidos em NaCl (3,5 %, m/v), a $25 \pm 2^\circ C$.

Exp.	Densidade de corrente (mA/cm^2)	pH	R_p ($Ohm.cm^2$)	i_{corr} (A/cm^2)
01	-1 (40)	-1 (4)	2306,7	$5,580 \times 10^{-5}$
02	-1 (40)	+1 (8)	4197,4	$2,063 \times 10^{-5}$
03	+1 (80)	-1 (4)	7358,0	$4,735 \times 10^{-6}$
04	+1 (80)	+1 (8)	5279,5	$6,221 \times 10^{-6}$
05	0 (60)	0 (6)	12323,0	$2,960 \times 10^{-6}$
06	0 (60)	0 (6)	11657,0	$3,570 \times 10^{-6}$
07	0 (60)	0 (6)	10354,0	$3,819 \times 10^{-6}$

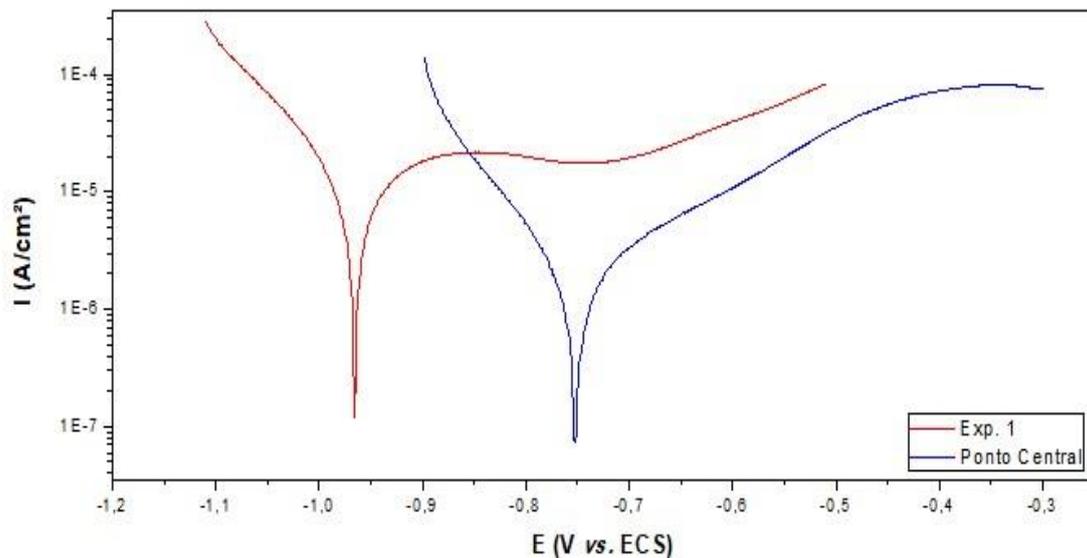
Fonte: Arquivo pessoal.

A Tabela 4 destaca a variação nos resultados eletroquímicos de corrosão de acordo com cada condição experimental utilizada no processo de eletrodeposição da liga de Fe-Mo, destacando a influência direta das variáveis independentes (densidade de corrente e pH do banho eletrolítico) sobre as propriedades de resistência à corrosão da liga.

Observa-se que os melhores resultados de corrosão foram obtidos no ponto central do planejamento fatorial 2^2 , pois esses experimentos apresentaram os maiores valores de resistência de polarização e as menores densidades de corrente de corrosão. Já o pior resultado de corrosão foi observado para o Exp. 1, obtido nas condições experimentais de $40 mA/cm^2$ e pH 4, pois este experimento apresentou a menor resistência de polarização ($2306,7 Ohm.cm^2$) e a maior densidade de corrente de corrosão ($5,580 \times 10^{-5} A/cm^2$). De acordo com a literatura (Pozzo et al., 2019; Oliveira et al., 2020) baixos valores de densidade de corrente de corrosão

indicam uma diminuição na cinética do processo corrosivo, consequentemente, diminuindo a velocidade de corrosão do material. A Figura 3 apresenta as curvas de polarização potenciodinâmica para o melhor e pior revestimento.

Figura 3: Curvas de polarização para melhor e pior resultado de corrosão obtidas em NaCl (3,5 %, m/v), a $25 \pm 2^\circ\text{C}$.

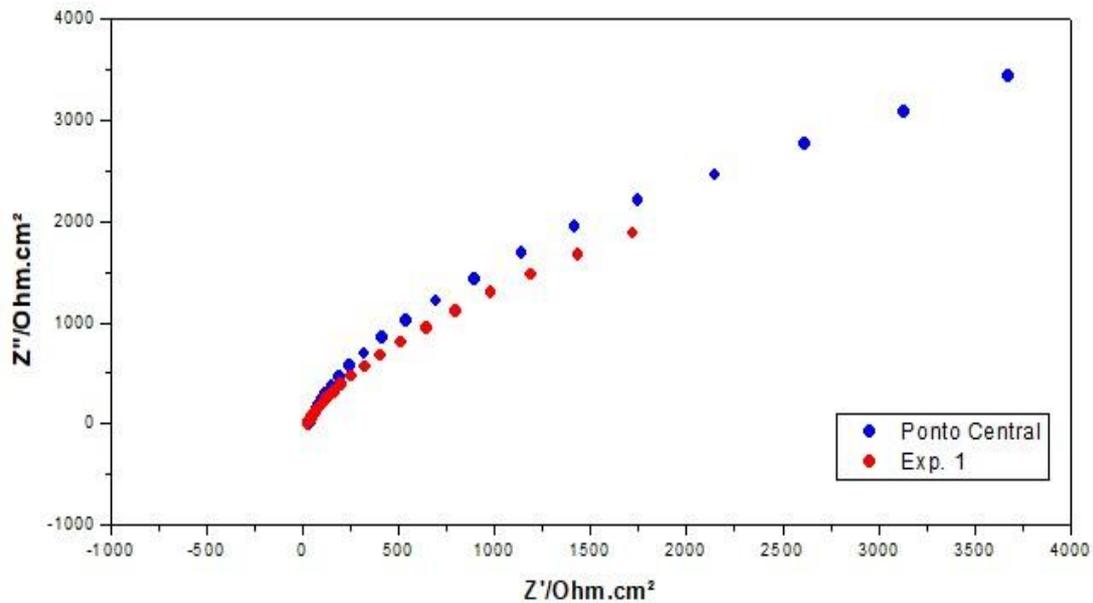


Fonte: Arquivo pessoal.

A Figura 3 destaca o comportamento corrosivo da liga de Fe-Mo em condições variadas de potencial (polarização), em meio agressivo contendo íons cloreto, mostrando o desempenho corrosivo de cada sistema em diferentes condições de potencial.

Observa-se nas curvas de polarização um deslocamento no potencial de corrosão na direção de valores positivos (mais nobres) para os revestimentos obtidos nas condições experimentais de 60 mA/cm^2 e pH 6 (ponto central), em comparação ao revestimento obtido nas condições de 40 mA/cm^2 e pH 4 (Exp. 1), indicando uma redução da espontaneidade do processo corrosivo para os revestimentos obtidos no ponto central (Pozzo et al., 2019). Observa-se, também, no ramo anódico das curvas de polarização a possível formação uma camada passiva na superfície dos revestimentos, o que pode aumentar a resistência do material em contato com o meio corrosivo (Santana et al., 2007; Oliveira et al., 2015). Com o objetivo de confirmar os resultados observados nas curvas de polarização, foram obtidos espectros de impedância eletroquímica para os revestimentos selecionados (Figura 4).

Figura 4: Espectros de EIE (diagrama de Nyquist) para melhor e pior resultados de corrosão da liga Fe-Mo, obtidos em NaCl (3,5 %, m/v), a $25 \pm 2^\circ\text{C}$.

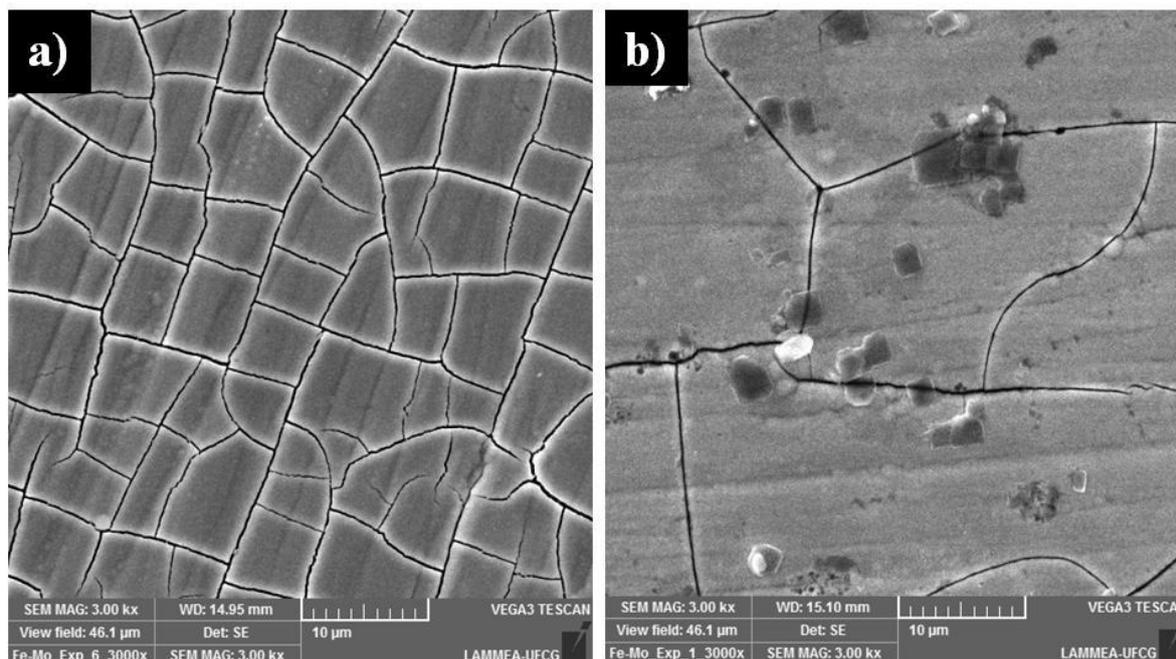


Fonte: Arquivo pessoal.

A Figura 4 apresenta os resultados de impedância eletroquímica da liga de Fe-Mo, destacando a maior resistência à corrosão da liga depositada nas condições experimentais estabelecidas no ponto central do planejamento fatorial.

Observa-se nos espectros de impedância que o revestimento obtido no ponto central do planejamento apresentou um arco capacitivo com diâmetro superior ao revestimento obtido no experimento 1. Dessa forma, nota-se que os revestimentos obtidos nas condições de 60 mA/cm^2 e pH 6 apresentaram uma maior impedância em comparação aos revestimentos obtidos nas condições de 40 mA/cm^2 e pH 4 e, conseqüentemente, uma maior resistência à corrosão, confirmando as observações feitas nas curvas de PP. Observa-se, também, a formação de um único arco capacitivo para os dois revestimentos avaliados indicando um único processo de transferência de carga na superfície do eletrodo (Silva et al., 2015; Oliveira et al., 2019). A Figura 5 apresenta as imagens de MEV dos revestimentos selecionados nos testes de corrosão.

Figura 5: MEV da superfície dos revestimentos: a) ponto central, b) Exp. 1.



Fonte: Arquivo pessoal.

A Figura 5 destaca as características morfológicas superficiais das ligas de Fe-Mo depositadas em diferentes condições experimentais, sendo essas morfologias determinantes para o desempenho anticorrosivo da liga.

Observa-se nas imagens de MEV da superfície dos revestimentos a formação de micro-fissuras. De acordo com a literatura (Costa et al., 2018; Oliveira et al., 2019), a formação de defeitos estruturais em revestimentos formados por ligas metálicas podem ser explicados por efeitos de tensão interna causada durante o processo de nucleação da liga devido a diferenças no tamanho do raio atômico dos elementos metálicos envolvidos no processo de deposição.

4. Considerações Finais

Ligas de Fe-Mo foram obtidas com sucesso utilizando a técnica de eletrodeposição em todas as condições experimentais avaliadas neste trabalho. Os resultados de composição química mostraram uma maior proporção percentual de ferro em relação ao molibdênio em todos os experimentos, confirmando o efeito indutor do ferro no mecanismo de codeposição do molibdênio. Os resultados observados na metodologia de superfície de resposta em associação ao planejamento experimental mostraram que a densidade de corrente não

apresentou influência significativa no processo de deposição dos dois metais. Dessa forma, o pH do banho foi a única variável que influenciou no processo de formação dos revestimentos, sendo a deposição do ferro favorecida nos valores altos de pH (0 e +1) e a deposição do molibdênio favorecida nos valores baixos de pH (-1 a 0).

Os revestimentos obtidos no ponto central do planejamento experimental (60 mA/cm² e pH 6) apresentaram os melhores resultados de resistência à corrosão (maiores valores de resistência à polarização e menores valores de densidade de corrente de corrosão), já o revestimento obtido nas condições de 40 mA/cm² e pH 4 (Exp. 1) apresentou o pior desempenho de resistência à corrosão.

Trabalhos futuros irão avaliar a resistência à corrosão da liga de Fe-Mo em outros meios corrosivos como, por exemplo, meio contendo sulfato. Além disso, também será utilizada a técnica de planejamento experimental para otimizar a concentração dos reagentes utilizados na preparação do banho eletrolítico usado no processo de eletrodeposição.

Referências

- Amador Salomão, P. E., Suski, A., Pinheiro, W. F., & Andrade, A. L. de A. (2019). Estudo de proteção contra corrosão em armaduras de aço da construção civil. *Research, Society and Development*, 8(1), e181504. <https://doi.org/10.33448/rsd-v8i1.504>
- Barbano, E. P., Carvalho, M. F., & Carlos, I. A. (2016). Electrodeposition and characterization of binary Fe-Mo alloys from trisodium nitrilotriacetate bath. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 775, 146–156.
- Costa, J. D., Sousa, M. B., Alves, J. J. N., Evaristo, B. O.; Queiroga, R. A., Santos, A. X., Maciel, T. M., Campos, A. R. N., Santana, R. A. C., & Prasad, S. (2018). Effect of Electrochemical Bath Composition on the Preparation of Ni-W-Fe-P Amorphous Alloy. *International Journal of Electrochemical Science*, 13, 2969-2985.
- França, F. M., Souza, G. V., & Guedes, F. N. de J. (2019). Estudo do processo corrosivo e prospecção da vida útil do aço API 5L X70 com e sem revestimento de nióbio em solo quimicamente tratado. *Research, Society and Development*, 8(9), e20891238. <https://doi.org/10.33448/rsd-v8i9.1238>

Gao, S.; Liu, Y., & Kou, X. (2015). Effect of Electrolyte pH and Deposition Time on the Microstructure and Magnetic Properties of Electrodeposited Fe₂CoSn Heusler Alloy. *International Journal of Electrochemical Science*, 10, 8727-8737.

Gomes, G. M. de O., Vieira, P. de C., Guedes, F. N. de J., & Monnerat, C. S. (2019). Estudo do efeito corrosivo de cloreto e brometo em amostras de aço carbono e aço inox. *Research, Society and Development*, 8(5), e1685866. <https://doi.org/10.33448/rsd-v8i5.866>

Kazimierzaka, H., Ozga, P., & Socha, R. P. (2013). Investigation of electrochemical co deposition of zinc and molybdenum from citrate solutions. *Electrochimica Acta*, 104, 378–390.

Kuznetsov, V. V., Golyanin, K. E., Ladygina, Y. S., Pshenichkina, T. V., Lyakhov, B. F., & Pokholok, K. V. (2015). Electrodeposition of Iron–Molybdenum Alloy from Ammonium–Citrate Solutions and Properties of Produced Materials. *Russian Journal of Electrochemistry*, 51 (8), 748–757.

Lima, F. de A., Carvalho, M. D. de, Martins, D. S., Oliveira, A. S., Silveira, D. M. da, Siqueira, A. M. de O., & Bellido, J. D. A. (2020). Avaliação da resistência à corrosão em chapas de aço-carbono protegidas por revestimentos nanocerâmicos a base de zircônio e titânio. *Research, Society and Development*, 9(3), e183932715. <https://doi.org/10.33448/rsd-v9i3.2715>

Oliveira, A. L. M., Costa, J. D., Sousa, M. B., Alves, J. J. N., Campos, A. R. N., Santana, R. A. C., & Prasad, S. (2015). Studies on electrodeposition and characterization of the Ni–W–Fe alloys coatings. *Journal of Alloys and Compounds*, 619, 697–703.

Oliveira, J. A. M., Raulino, A. M. D., Raulino, J. L. C., Campos, A. R. N., Prasad, S., & Santana, R. A. C. (2017). Efeito da densidade de corrente e pH na obtenção da liga Ni-Fe por eletrodeposição. *Revista Matéria*, 22 (1), e-11773.

Oliveira, J. A. M., Santana, R. A. C., & Wanderley Neto, A. O. (2020). Characterization of the chitosan-tungsten composite coating obtained by electrophoretic deposition. *Progress in Organic Coatings*, 143, 105631.

Oliveira, J. A. M., Silva, P. S. G., Santana, R. A. C., & Silva, G. P. (2019). Estudo do efeito de pH do banho eletrolítico nas propriedades da liga Ni-W obtida por eletrodeposição. *Educação Ciência e Saúde*, 6, (1), 1-16.

Pereira, A. S., Shitsuka, D. M., Parreira, F. J. & Shitsuka, R. (2018). *METODOLOGIA* da pesquisa científica, Santa Maria: UAB/NTE/UFSM.

Pozzo, L. Y., Da Conceição, T. F., Spinelli, A.; Scharnagl, N., & Nunes Pires, A. T. (2019). The influence of the crosslinking degree on the corrosion protection properties of chitosan coatings in simulated body fluid. *Progress in Organic Coatings*, 137, 105328.

Safizadeh, F., Sorour, N., Ghali, E., & Houlachi, G. (2017). Study of the hydrogen evolution reaction on Fe–Mo–P coatings as cathodes for chlorate production. *International Journal of Hydrogen Energy*, 42 (8), 5455-5463.

Santana, R. A. C., Campos, A. R. N., & Prasad, S. (2007). Otimização do Banho Eletrolítico da Liga Fe-W-B Resistente à Corrosão. *Química Nova*, 30 (2), 360-365.

Silva, G. P., Santos, A. G., Cunha, R. S., Silva, P. S., & Oliveira, J. A. M. (2015). Avaliação de Propriedades Físicas e Químicas de Eletrodepósitos de Ni-W-P Obtidos em Célula de Hull. *Química Nova*, 38 (10), 1253-1259.

Szczygieł, B., Laszczyńska, A., & Tylus, W. (2010). Influence of molybdenum on properties of Zn–Ni and Zn–Co alloy coatings. *Surface & Coatings Technology*, 204, 1438–1444.

Tsyntsaru, N., Cesiulis, H., Donten, M., Sort, J., Pellicer, E., & Podlaha-Murphy, E. J. P. (2012). Modern Trends in Tungsten Alloys Electrodeposition with Iron Group Metals. *Surface Engineering and Applied Electrochemistry*, 48 (6), 491–520.

Winiarski, J., Tylus, W., Winiarska, K., & Szczygieł, B. (2015). The influence of molybdenum on the corrosion resistance of ternary Zn–Co–Mo alloy coatings deposited from citrate–sulphate bath. *Corrosion Science*, 91, 330–340.

Zangari, G. (2015). Electrodeposition of Alloys and Compounds in the Era of Microelectronics and Energy Conversion Technology. *Coatings*, 5, 195-218.

Porcentagem de contribuição de cada autor no manuscrito

José Anderson Machado Oliveira – 50%

Alison Silva Oliveira – 10%

Anamélia de Medeiros Dantas Raulino – 4%

José Leonardo Costa Raulino – 4%

Arthur Filgueira de Almeida – 10%

Danilo Lima Dantas – 4%

Ana Regina Nascimento Campos – 6%

Renato Alexandre Costa de Santana – 12%