

EFEITO DA DENSIDADE DE CORRENTE NA PRODUÇÃO DE FILMES FINOS DE LIGAS DE FeMn OBTIDOS POR ELETRODEPOSIÇÃO EM MEIO AQUOSO

Pedro B Souza (IC),¹ Arthur De Farias Silva (PPGQ),^{1*} Rodrigo Della Noce (PQ).^{1*}

¹Laboratório de Eletroquímica e Célula a Combustível, UFPA, Belém, PA;

Palavras-Chave: Filmes finos, Eletrodeposição, FeMn.

Introdução

As ligas metálicas sempre foram importantes para o avanço tecnológico. Com as descobertas científicas e a criação de novas tecnologias, houve um aumento na variedade desses materiais e uma melhoria nas suas propriedades físicas e químicas. Uma nova forma de ligas metálicas que vem ganhando importância nos meios de pesquisa são os filmes finos, materiais que podem ter espessuras que variam de nanométricas a micrométricas. A transmissão, a reflexão, a absorção, a dureza, a resistência à abrasão, a corrosão, a permeação e o comportamento elétrico são apenas algumas das propriedades superficiais de um material a granel que podem ser aprimoradas através da utilização de uma película fina[1]. Logo, esses materiais podem ser aplicados em diversas áreas, como eletrônica, naval, aeroespacial e médica.

Existem vários métodos de fabricação de filmes finos sendo eles classificados como: deposição física em fase vapor (PVD) cujo um exemplo é a pulverização catódica (*Sputtering*), deposição química em fase vapor (CVD) e a eletrodeposição [2]. Porém a eletrodeposição em meio aquoso é uma técnica de fácil e rápida produção, podendo ser realizada em temperatura ambiente. A produção da película realizada através dessa técnica utiliza uma diferença de potencial ou aplicação de corrente em um banho eletrolítico, constituído por sais metálicos que liberam cátions. Esses cátions farão parte do filme quando forem depositados no substrato desejado. O método permite facilmente o controle da espessura da camada depositada [3].

Logo o presente trabalho pretende produzir filmes finos de ligas de FeMn por meio da técnica de eletrodeposição em meio aquoso, variando a densidade de corrente em cada amostra obtida. Pela técnica de espectroscopia de energia dispersiva de raios-x (EDS) almeja-se obter a composição de cada elemento presente na liga assim como verificar o efeito da densidade de corrente na composição das mesmas.

Material e Métodos

Primeiramente, foi preparado o banho eletrolítico composto dos seguintes reagentes: sulfato de ferro hidratado (III) ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) com concentração de 0,0025 M, utilizado como a fonte de ferro no filme fino; sulfato de manganês ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) com concentração de 0,05 M, utilizado como fonte de manganês; sulfato de sódio (Na_2SO_4) com concentração de 0,25 M, utilizado como eletrólito suporte; e citrato de sódio ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) com concentração de 0,125 M, utilizado como complexante. Os depósitos das ligas de FeMn foram obtidos utilizando-se um potenciostato/galvanostato a partir de uma célula eletroquímica de acrílico com uma área exposta de cerca de 1,65 cm². Todos os depósitos foram efetuados sobre placa de latão de área geométrica aproximadamente 5 cm². Foram utilizadas densidades de corrente

de diferentes valores, especificamente, 30 mA/cm², 40 mA/cm², 50 mA/cm² e 60 mA/cm² em tempo fixo de deposição de 20 minutos. Utilizou-se um pHmetro digital para aferição do banho eletrolítico. A solução inicial tinha um valor de pH de 5,5 e que foi ajustada para o pH 4 utilizando o ácido sulfúrico 0,5 M para diminuição do mesmo.

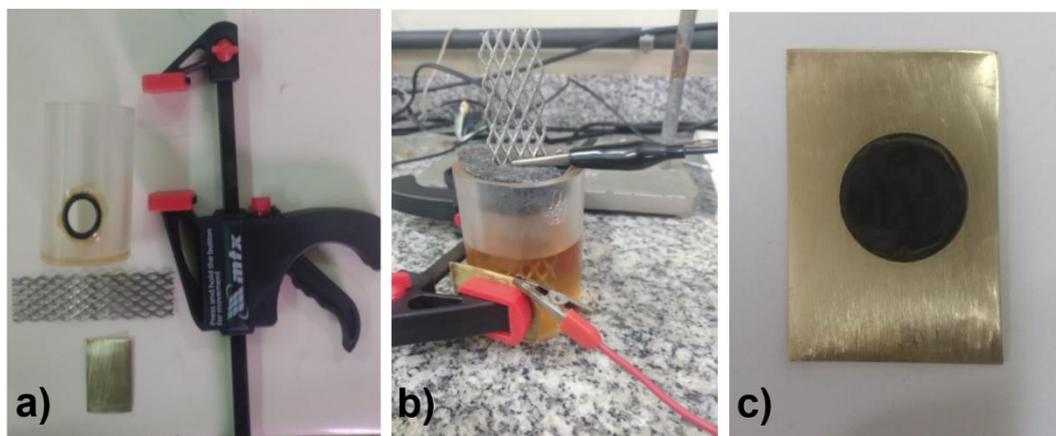


Figura 1. (a) Materiais usados no sistema de eletrodeposição (b) Sistema montado (c) Filme fino.

Para a análise da determinação da composição das ligas FeMn foi utilizado um espectrômetro de energia dispersiva (EDS). Os valores de composição dos filmes finos foram obtidos em percentagem atômica (at.%).

Resultados e Discussão

A figura 2 mostra a variação da composição atômica, obtida por EDS, dos elementos Fe e Mn na formação da liga binária em função da densidade de corrente. Observa-se que no valor de densidade de corrente menor a liga é rica em Fe. Conforme aumenta-se o valor da densidade de corrente a um certo aumento na deposição do Mn na liga. Estudos anteriores com ligas constituídas de ferro já mencionaram essa característica do ferro de se depositar majoritariamente em valores de densidades menores e com o aumento da densidade de corrente a um decaimento na sua deposição [4,5]. Vale ressaltar que o pH ácido pode influenciar na condição do ferro se depositar em maior quantidade no filme fino. Machado et al explica que [4] este comportamento pode ser associado à modificação do mecanismo de redução e da estrutura do complexante com a variação do pH.

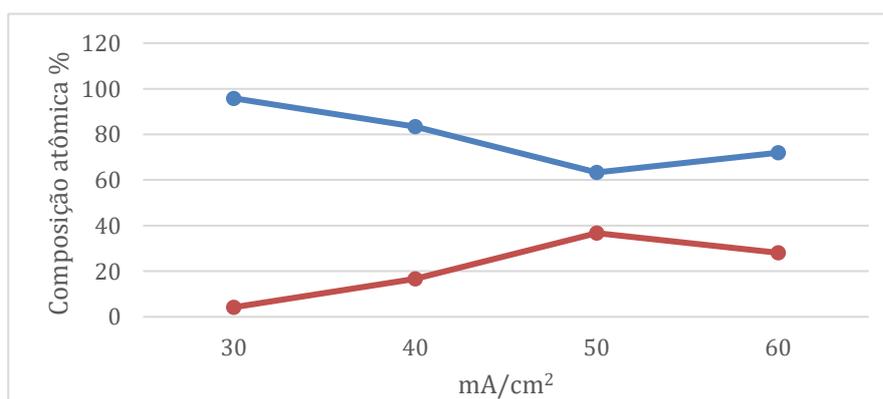


Figura 2. Análise da composição das ligas FeMn, obtidas por EDS, em função da densidade de corrente aplicada.

O estudo mais recente de uma liga FeMn obteve a deposição máxima de 24% de Mn na sua composição utilizando a eletrodeposição [7]. Logo o seguinte trabalho mostra-se positivo, já que se obteve ligas com baixa concentração de Mn desde 4% aproximadamente até ligas com concentrações maiores atingindo quase 40% para um valor de densidade de corrente de 50 mA cm⁻². Nota-se que, com a densidade de corrente de 60 mA cm⁻², a quantidade de Mn decaiu em relação à liga anterior com densidade de 50 mA cm⁻². No entanto, a composição de Mn nesta amostra ainda é relevante com composição em torno de 30%.

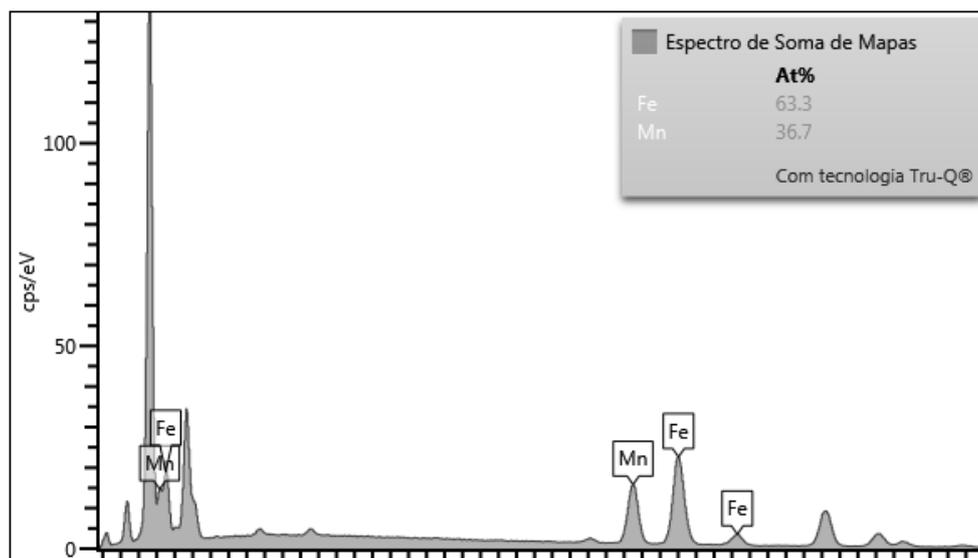


Figura 3. Espectro de EDS para amostra de densidade de corrente 50 mA/cm²

Conclusões

Os resultados obtidos até o momento mostram uma significativa influência da densidade de corrente na composição das ligas sendo possível a produção de ligas com teor de Mn que varia de 4 a 40% (at.). Estudos posteriores abordarão também o efeito do pH do banho na composição, morfologia e estrutura das ligas. Adicionalmente, espera-se que medidas de difratometria de raios-x possam elucidar a estrutura das ligas formadas assim como a espectroscopia Mossbauer que fornecerá informações adicionais de como o ferro está organizado estruturalmente na liga.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao LABNANO-AMAZON/UFPA pelas análises de EDS, a PROPESP/UFPA e ao CNPq pela bolsa de iniciação científica concedida.

Referências

- [1] Frey, H.; Khan, H. R. **Handbook of Thin-Film Technology**. Berlin, Heidelberg: Springer Science, 2015.
- [2] Moutinho, J. D. **Produção de Filmes Finos Multicamada Al/Ni por Eletrodeposição**. 2011. Dissertação (Engenharia Metalúrgica e de Matérias) – Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto. 2011.
- [3] Gonzalez, E. R.; Ticianelli, E. A. **Eletroquímica: Princípios e Aplicações**. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 2013.



[4] Machado, J. A. et al. Effect of current density and pH in obtaining the Ni-Fe alloy by electrodeposition. **Revista Matéria**. v. 22, n. 01, pg. 4-5, 2017.

[5] Robotin, B., et al. Nickel recovery from electronic waste II Electrodeposition of Ni and Ni-Fe alloys from diluted sulfate solutions, **Waste Management**, v. 33, n. 11, pg. 2384–2385, 2013.

[6] Fernández, M. B., et al. Comparative study of the sustainable preparation of FeMn thin films via electrodeposition and magnetron co-sputtering. **Surface and Coatings Technology**. v.375, p. 182-196, out. 2019.