CARACTERIZAÇÃO DE REVESTIMENTOS DE NÍQUEL COMPÓSITO POR CORRENTES PARASITAS

Luciana Loureiro da Silva

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Aprovada por:

_____

Prof. João Marcos Alcoforado Rebello, D.Sc.

_____

Prof. Oscar Rosa Mattos, D.Sc.

_____

Prof. Sérgio Souto Maior Tavares, D.Sc.

_____

Prof. Tania Maria Cavalcanti Nogueira , D.Sc.

_____

Prof. Oswaldo Esteves Barcia, D.Sc.

_____

Prof. José da Rocha Miranda Pontes, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

DEZEMBRO DE 2007

SILVA, LUCIANA LOUREIRO DA

Caracterização de Revestimentos de Níquel Compósito por Correntes Parasitas [Rio de Janeiro] 2007

XXIII, 153 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ, D.Sc., Engenharia Metalúrgica e Materiais, 2007)

Tese – Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE

1. Ensaios Não Destrutivos

2. Correntes Parasitas

3. Revestimentos de Níquel Compósito

I. COPPE/UFRJ II. Título (série)

Dedicatória

Ao meu amor Paulo

"Vencer sem luta é triunfar sem glória"

Erwin Rommel

Agradecimentos

Quero expressar meu reconhecimento pelo aprendizado e contribuições com que pude contar, sem os quais, dificilmente este trabalho se concluiria. Agradeço:

- Aos Professores João marcos Alcoforado Rebello e Oscar Rosa Mattos pelos ensinamentos transmitidos, compreensão, paciência e por ter me aceito sob suas orientações. Agradeço a confiança e a atenção mim dedicada durante todos esses anos de convivência.

- A todos os Professores do PEMM/COPPE que tanto colaboraram para meu crescimento profissional.

- Ao meu orientador de mestrado Prof. Ivan da Cunha Lima que transmitiu ensinamentos valiosos tanto profissionais como pessoais. Sempre serei grata a amizade e carinho.

- Em especial aos Professores: Luis Volnei Sudati Sagrilo pelo apoio e paciência para tirar minhas dúvidas das mais variadas; José Pontes sempre a disposição para me ajudar nas dúvidas com relação ao Latex; João Carlos Machado pela ajuda na etapa inicial da minha tese; Tania Nogueira pela colaboração inestimável no desenvolvimento da técnica de eletrodeposição.

- Ao Eng. Orlando do Instituto de Pesquisas da Marinha pela ajuda e disponibilização do analisador de Impedância para medidas de correntes parasitas.

- Ao técnico Nelson pela ajuda e sugestões na parte de preparação metalográfica das amostras e a técnica Didi do laboratório de Corrosão pela incrível paciência e ajuda.

- A todos do Laboend em especial aos amigos Ivan Costa da Silva e Rodrigo Sacramento pelo incentivo, ajuda e por tornar as tarefas do dia-a-dia mais agradáveis.

- A meus pais, Inês e Jorge, que sempre me apoiaram em minhas decisões, sem nunca duvidar de meus sonhos. Serei eternamente grata por todo amor, carinho, dedicação, atenção e confiança depositada em mim.

- A minha querida irmã e amiga de todas as horas Cristiana que sempre me incentivou e me apoiou nesta jornada.

- Ao Paulo Camara por estar há 10 anos sempre ao meu lado, me incentivando e mantendo minha sanidade mental. Sem você nada disto faria sentido.

- Ao programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais pelo suporte fornecido.

- A todos com os quais tive a oportunidade de conviver e trabalhar, e que tanto contribuíram para a minha formação profissional, científica e pessoal, meus sinceros agradecimentos.

- A ANP pela bolsa concedida.

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciências (D.Sc.)

CARACTERIZAÇÃO DE REVESTIMENTOS DE NÍQUEL COMPÓSITO POR CORRENTES PARASITAS

Luciana Loureiro da Silva

Dezembro/2007

Orientadores: João Marcos Alcoforado Rebello
Oscar Rosa Mattos

Programa: Engenharia Metalúrgica e Materiais

Este trabalho tem como objetivo desenvolver um método de caracterização não destrutiva utilizando a técnica de correntes parasitas em multifreqüência em revestimentos de níquel compósito eletrodepositados com incorporação de micropartículas de carbeto de silício (SiC). São desenvolvidos revestimentos com diferentes espessuras e frações volumétricas de SiC através de mudanças nas condições de deposição. Os resultados de impedância obtidos pela técnica utilizada são correlacionados com os resultados de variação de espessura e fração volumétrica determinados por microscopia eletrônica de varredura. Utiliza-se o modelo análitico baseado na solução do potencial vetor para obter teoricamente as curvas de impedância em função da freqüência. Através de um método de inversão compara-se as impedâncias experimentais e teóricas para estimar espessura e relacionar a fração volumétrica com as propriedades eletromagnéticas dos revestimentos. Os resultados demonstram o potencial dessa técnica não destrutiva para utilização no controle de espessura e fração volumétrica permitindo maior rapidez e confiabilidade no controle de qualidade dos revestimentos.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc.)

CHARACTERIZATION OF COMPOSITE NICKEL COATINGS BY EDDY CURRENTS

Luciana Loureiro da Silva

Dezembro/2007

Advisors: João Marcos Alcoforado Rebello
Oscar Rosa Mattos

Department: Engenharia Metalúrgica e Materiais

This study has the purpose of the development a nondestructive characterization using the multifrequency technique of eddy currents for electrodeposited composite nickel coatings with silicon carbide micron-sized particles incorporated. Nickel coatings with different thickness and volumetric fractions of SiC were prepared under different deposition conditions. The results of impedance which were obtained with multifrequency technique of eddy currents are correlated with the results of variation of thickness and volumetric fraction measured by scanning electron microscopy. The theoretical model based in the solution of the potential vector for calculating the frequency-dependent impedance is presented. The determination of coating thickness and relationship between the volumetric fraction on electromagnetic properties of coatings is based on the comparison of the experimental and theoretical impedance. The need to develop nondestructive tests to characterize the properties of coatings is very important for controlling this variables providing greatly improving reliability and speed of quality control of coatings.

Índice

Dedicatória iii
Agradecimentos v
Resumo vii
Abstract viii
Notações e Convenções xxi

1 Introdução **1**

2 Revisão Bibliográfica **8**

2.1 Eletrodeposição 8
2.2 Revestimentos de Níquel Eletrodepositados 11
2.3 Revestimentos de Níquel Compósito 13
2.3.1 Mecanismos de Incorporação 13
2.3.2 Fatores que Influenciam na Incorporação de Partículas 16
2.4 Princípios de Correntes Parasitas 18
2.4.1 Métodos Utilizando Correntes Parasitas 22
2.5 Métodos Numéricos para Soluções de
Problemas de Correntes Parasitas 29
2.5.1 Equações Básicas dos Campos 30

3 Materiais e Métodos **34**

3.1 Materiais 35
3.2 Eletrodeposição 37
3.3 Ensaio de Correntes Parasitas 38
3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura 43

3.5 Modelo para o Cálculo da Impedância 45
3.5.1 Método de Inversão 49
3.6 Modelo de Elementos Finitos 52
3.6.1 Correntes Parasitas 52

4 Resultados **57**
4.1 Revestimentos de Níquel Sem Partículas 57
4.1.1 Microscopia Eletrônica de Varredura 57
4.1.2 Ensaio de Correntes Parasitas 62
4.1.3 Simulação do Comportamento das Correntes Parasitas utilizando FEMLAB 70
4.1.4 Simulação da Impedância 74
4.1.5 Comparação dos Resultados de Correntes Parasitas e Microscopia 79
4.2 Revestimentos de Níquel Compósito 85
4.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura 85
4.2.2 Ensaio de Correntes Parasitas 102
4.2.3 Simulação da Impedância 113

5 Conclusões **122**

6 Trabalhos Futuros **124**

A Propagação de Campos Eletromagnéticos em Materiais Condutores **135**

B Desenvolvimento do Modelo para o Cálculo da Impedância **138**

C Detalhamento das Curvas de Impedância das Amostras de Níquel Sem partículas **147**

Lista de Figuras

2.1 Representação esquemática dos processos de transporte de massa e de transferência de carga que ocorrem na célula eletroquímica, na superfície do eletrodo de trabalho. Na Figura, R representa o processo de redução e O o processo de oxidação. 10

2.2 Modelo proposto por Celis *et al.* para descrever o mecanismo de incorporação de partículas em revestimentos metálicos [59]. 15

2.3 Geração de correntes parasitas. 19

2.4 Profundidade de penetração (*Skin depth*). 21

2.5 Pulso excitador e a corrente que passa pela bobina. 24

2.6 Características de um sinal típico de PEC. 25

2.7 Sinal de PEC para amostras de alumínio com diferentes espessuras . 25

2.8 Esquema do ensaio utilizando um analisador de impedância para caracterização de revestimentos. 27

3.1 Esquema mostrando o método de eletrodeposição. 38

3.2 Esquema mostrando o ensaio utilizando um analisador de impedância para caracterização de revestimentos. 39

3.3 Geometria e dimensões de uma bobina com núcleo de ar usada nos ensaios de CP. 40

3.4 Representação esquemática da metodologia do ensaio de correntes parasitas, em (a) $Z_{\mathrm{rev}}(\omega)$ da bobina é obtida na presença dos substratos com recobrimento e em (b) sinal de referência $Z_{\mathrm{sub}}(\omega)$ da bobina é obtida com substratos sem recobrimento. 41

3.5 Etapas da preparação metalográfica que precedem o polimento. . . . 44

3.6 Diagrama esquemático do modelo. 45
3.7 Comparação entre as curvas obtidas por Dodd e Deeds [29] (linhas pontilhadas) e a simulação em Fortran (linhas cheias), mostrando a variação da impedância normalizada com a espessura do revestimento. 48
3.8 Metodologia de inversão para estimar a espessura dos revestimentos. 50
3.9 Um esquema de um material heterogêneo com duas fases randômicas (esquerda) e a aproximação de um material homogêneo com propriedade efetiva κ_e (direita). 51
3.10 Escolha do módulo de trabalho. 53
3.11 Montagem do problema. 54
3.12 Inserção das propriedades magnéticas e elétricas de cada subdomínio. 55
3.13 Escolha das condições de contorno do problema. 55
3.14 Escolha das variáveis escalares. 56
3.15 Criação da malha. 56

4.1 Micrografia da morfologia da superfície da camada de níquel eletrodepositado com um aumento de 2.000×. 58
4.2 Micrografia da seção transversal da camada de níquel, obtida com tempo de 30 min, depositada em substrato de aço com um aumento de 5.000×. 59
4.3 Micrografia da seção transversal da camada de níquel, obtida com tempo de 60 min, depositada em substrato de aço com um aumento de 5.000×. 59
4.4 Micrografia da seção transversal da camada de níquel, obtida com tempo de 120 min, depositada em substrato de aço com um aumento de 2.000×. 60
4.5 Micrografia da seção transversal da camada de níquel, obtida com tempo de 30 min, depositada em substrato de cobre com um aumento de 5.000×. 60

4.6 Micrografia da seção transversal da camada de níquel, obtida com tempo de 60 min, depositada em substrato de cobre com um aumento de 5.000×. 61
4.7 Micrografia da seção transversal da camada de níquel, obtida com tempo de 120 min, depositada em substrato de cobre com um aumento de 2.000×. 61
4.8 Parte imaginária da diferença de impedância para a bobina sobre os substratos (aço e cobre) e no ar em função da freqüência. 63
4.9 Parte real da diferença de impedância das amostras de aço revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 64
4.10 Parte real da diferença de impedância das amostras de cobre revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 65
4.11 Parte imaginária da diferença de impedância das amostras de aço revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 67
4.12 Parte imaginária da diferença de impedância das amostras de cobre revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 67
4.13 Plano de impedância das amostras de aço revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 68
4.14 Plano de impedância das amostras de cobre revestidas de níquel com 3 diferentes espessuras em função da freqüência. 69
4.15 Módulo da densidade de correntes parasitas em função da espessura para: (a) substrato de aço sem revestimento e (b) substrato de aço com revestimento de 12μm de Ni. 70
4.16 Módulo da densidade de correntes parasitas em função da espessura para o substrato de aço com revestimento de níquel de espessura de 12μm, em destaque a região de interface revestimento/substrato. Ampliação da Figura 4.15(b). 71

4.17 Módulo da densidade de correntes parasitas em função da espessura para: (a) substrato de cobre sem revestimento e (b) substrato de cobre com revestimento de 12μm de Ni. 72
4.18 Módulo da densidade de correntes parasitas em função da espessura para o substrato de cobre com revestimento de níquel de espessura de 12μm, em destaque a região de interface revestimento/substrato. Ampliação da Figura 4.17(b). 72
4.19 Parte real da diferença de impedância experimental e teórica das amostras de aço revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 76
4.20 Parte imaginária da diferença de impedância experimental e teórica das amostras de aço revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 76
4.21 Plano de impedância experimental e teórico das amostras de aço revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 77
4.22 Parte real da diferença de impedância experimental e teórica das amostras de cobre revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 77
4.23 Parte imaginária da diferença de impedância experimental e teórica das amostras de cobre revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 78
4.24 Plano de impedância experimental e teórico das amostras de cobre revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 78
4.25 Espessura medida por MEV versus espessura estimada pela técnica de correntes parasitas dos revestimentos de níquel em substratos de aço. 81
4.26 Espessura medida por MEV versus espessura estimada pela técnica de correntes parasitas dos revestimentos de níquel em substratos de cobre. 81

4.27 Curva de impedância em função de espessura de revestimentos de níquel em substratos de aço para uma única freqüência: (a)1MHz, (b) 0.8MHz, (c) 0.6MHz e (d) 0.4MH. 83
4.28 Curva de impedância em função de espessura de revestimentos de níquel em substratos de cobre para uma única freqüência: (a)1MHz, (b) 0.8MHz, (c) 0.6MHz e (d) 0.4MH. 84
4.29 Micrografia da morfologia da superfície do revestimento de Ni-SiC com um aumento de 2.000×. 86
4.30 Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com velocidade de 100rpm e 20mA/cm^2 (5.000×). 87
4.31 Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com velocidade de 300rpm e 20mA/cm^2 (5.000×). 87
4.32 Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com velocidade de 500rpm e 20mA/cm^2 (5.000×). 88
4.33 Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com velocidade de 700rpm e 20mA/cm^2 (5.000×). 88
4.34 Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com densidade de corrente de 10mA/cm^2 e 500rpm (5.000×). 89
4.35 Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com densidade de corrente de 50mA/cm^2 e 500rpm (5.000×). 89
4.36 Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com densidade de corrente de 100mA/cm^2 e 500rpm (5.000×). 90
4.37 Evolução da taxa de incorporação expressa em termos de: (a) fração volumétrica e (b) número de partículas por unidade de área (α_p), em função da velocidade de rotação do eletrodo. 92
4.38 Evolução da taxa de incorporação expressa em termos de: (a) fração volumétrica e (b) número de partículas por unidade de área (α_p), em função da densidade de corrente de deposição. 93
4.39 Distribuição dos tamanhos de partículas de SiC nos revestimentos de Ni-SiC obtidos com velocidades de rotação de: (a) 100, (b) 200, (c) 500 e (d) 700rpm. 94

4.40 Distribuição dos tamanhos de partículas de SiC nos revestimentos de Ni-SiC obtidos com densidade de corrente de: (a) 10, (b) 20, (c) 50 e (d) 100 mA/cm^2. 95
4.41 Diâmetro médio das partículas de SiC em função das condições de deposição: (a) velocidade de agitação e (b) densidade de corrente. . 96
4.42 Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com tempo de deposição de 30min (5.000×). 96
4.43 Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com tempo de deposição de 45min (5.000×). 97
4.44 Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com tempo de deposição de 60min (5.000×). 97
4.45 Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com tempo de deposição de 90min (5.000×). 98
4.46 Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com tempo de deposição de 120min (5.000×). 98
4.47 Evolução da taxa de incorporação expressa em termos de: (a) fração volumétrica e (b) de número de partículas por unidade de área (α_p), em função do tempo de deposição. 100
4.48 Distribuição dos tamanhos de partículas de SiC nos revestimentos de Ni-SiC obtidos com tempos de deposição: (a) 30, (b) 45, (c) 60, (d) 90 e (e) 120min. 100
4.49 Diâmetro médio das partículas de SiC em função tempo de deposição. 101
4.50 Parte real da diferença de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes velocidades de rotação em função da freqüência. . . . 102
4.51 Parte imaginária da diferença de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes velocidades de rotação em função da freqüência. 103
4.52 Plano de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes velocidades de rotação em função da freqüência. 103
4.53 Parte real da diferença de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes densidades de corrente em função da freqüência. . . . 104

4.54 Parte imaginária da diferença de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes densidades de corrente em função da freqüência. 105
4.55 Plano de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes densidades de corrente em função da freqüência. 105
4.56 Análise dos efeitos da mudança de condutividade elétrica e permeabilidade magnética para revestimentos hipotéticos de mesma espessura simulados utilizando modelo de Cheng *et al.* [30]. 108
4.57 Componente real e imaginária de ΔZ ambas em função da fração volumétrica de partículas nos revestimentos para uma única freqüência. 109
4.58 Parte real da diferença de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 111
4.59 Parte imaginária da diferença de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 111
4.60 Plano de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com com diferentes tempos de deposição. 112
4.61 Relação entre a condutividade elétrica e a fração volumétrica de partículas de SiC medida pelo método de correntes parasitas. 115
4.62 Relação entre a permeabilidade magnética relativa e a fração volumétrica de partículas de SiC medida pelo método de correntes parasitas. . . 115
4.63 Parte real da diferença de impedância experimental e teórica das amostras com revestimentos de Ni-SiC obtidas com diferentes condições de deposição em função da freqüência. 116
4.64 Parte imaginária da diferença de impedância experimental e teórica das amostras com revestimentos de Ni-SiC obtidas com diferentes condições de deposição em função da freqüência. 117
4.65 Plano de impedância experimental e teórico das amostras com revestimentos de Ni-SiC obtidas com diferentes condições de deposição em função da freqüência. 117

4.66 Espessura medida por MEV versus espessura estimada pela técnica de correntes parasitas dos revestimentos de níquel compósito (Ni-SiC). 119
4.67 Parte real da diferença de impedância experimental e teórica das amostras com revestimentos de Ni-SiC obtidas com diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 120
4.68 Parte imaginária da diferença de impedância experimental e teórica das amostras com revestimentos de Ni-SiC obtidas com diferentes tempos de deposição em função da freqüência. 120
4.69 Plano da diferença de impedância experimental e teórica das amostras com revestimentos de Ni-SiC obtidas com diferentes tempos de deposição. 121

B.1 Bobina com uma espira (função delta) sobre um plano semi-infinito revestido de um material condutor. 140

C.1 Parte real da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre aço em função da freqüência. (a) Os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min. 148
C.2 Parte imaginária da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre aço em função da freqüência. (a) Os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min. 149
C.3 Plano da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre aço. (a) Os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min. 150

C.4 Parte real da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre cobre em função da freqüência. (a) Os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min. 151
C.5 Parte imaginária da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre cobre em função da freqüência. (a) Os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min. 152
C.6 Plano da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre cobre. (a) Os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min. 153

Lista de Tabelas

3.1 Amostras com revestimentos de níquel sem partículas. 36
3.2 Revestimentos de Ni-SiC obtidos com diferentes condições de deposição com mesma espessura em substratos de aço. 36
3.3 Revestimentos de Ni-SiC com diferentes espessuras. 37
3.4 Parâmetros da bobina. 40
3.5 Parâmetros da bobina, propriedades do material e freqüência de excitação utilizados por [29]. 48

4.1 Nomenclatura das amostras com revestimentos de níquel puro em substratos de aço e cobre e seus valores de espessura obtidos pelas imagens de MEV. 62
4.2 Propriedades dos revestimentos e do substratos utilizados. 74
4.3 Nomenclatura das amostras e as espessuras estimadas pela técnica de correntes parasitas. 75
4.4 Nomenclatura das amostras com revestimentos de Ni-SiC e seus respectivos valores de espessura e fração volumétrica de SiC. 91
4.5 Nomenclatura das amostras com revestimentos de Ni-SiC e seus respectivos valores de espessura e fração volumétrica de SiC. 99

Notações e Convenções

Quantidades

Grandezas escalares	A
Grandezas vetoriais	$\mathbf{A}$

Operações

Produto escalar	$A = \mathbf{B} \cdot \mathbf{C}$
Produto vetorial	$\mathbf{A} = \mathbf{B} \times \mathbf{C}$
Gradiente	$\nabla A = \frac{\partial A}{\partial x}\hat{i} + \frac{\partial A}{\partial y}\hat{j} + \frac{\partial A}{\partial z}\hat{k}$
Divergência	$\nabla \cdot \mathbf{A} = \frac{\partial A_x}{\partial x} + \frac{\partial A_y}{\partial y} + \frac{\partial A_z}{\partial z}$
Laplaciano	$\nabla^2 A = \frac{\partial^2 A}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 A}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 A}{\partial z^2}$
Rotacional	$\nabla \times \mathbf{A} = (\frac{\partial A_z}{\partial y} - \frac{\partial A_y}{\partial z})\hat{i} + +(\frac{\partial A_x}{\partial z} - \frac{\partial A_z}{\partial x})\hat{j} + +(\frac{\partial A_y}{\partial x} - \frac{\partial A_x}{\partial y})\hat{k}$

Símbolos

$\mathbf{A}$	Potencial vetor
A_φ	Componente azimutal do potencial vetor
$\mathbf{B}$	Densidade de fluxo magnético ou indução magnética
$\mathbf{D}$	Deslocamento elétrico
$\mathbf{E}$	Campo elétrico
f	Freqüência
$\mathbf{H}$	Campo magnético
I	Corrente elétrica
i_{dep}	Densidade de corrente de deposição
J_0	Densidade de correntes parasitas na superfície
J_1	Função de Bessel do primeiro tipo de ordem 1
J_{ind}	Densidade de corrente parasitas
l_1	Distância entre a base bobina e a superfície da amostra
l_2	Distância da parte superior da bobina em relação a superfície da amostra
N	Número de espiras da bobina
P	Energia dissipada
R	Componente resistiva da impedância
r_1	Raio interno da bobina
r_2	Raio externo da bobina
V	Voltagem induzida

X_L Componente reativa da impedância

Y_1 Função de Bessel do segundo tipo de ordem 1

W_m Energia magnética

Z Impedância elétrica

α Constante de separação

α_p Número de partículas por unidade de área

δ Profundidade de atenuação (*skin depht*)

ε Permissividade

μ Permeabilidade magnética

μ_r Permeabilidade magnética relativa

ρ Densidade de carga

σ Condutividade elétrica

ψ Potencial escalar

ω Freqüência angular

ω_{dep} Velocidade de rotação do eletrodo

Capítulo 1

Introdução

A diversidade de opções em relação ao emprego de revestimentos é um tema bastante explorado pela indústria, onde se devem aliar características de desempenho a fatores de custo de aquisição e processamento, na escolha dos materiais mais adequados a uma aplicação específica. O interesse das indústrias pelo desenvolvimento de novos revestimentos cria uma nova exigência que é o desenvolvimento concomitante de métodos de caracterização não destrutivos. A caracterização não destrutiva dos revestimentos é de extrema importância, pois permite maior rapidez e confiabilidade no controle de qualidade dos mesmos.

Existem diversos tipos de revestimentos empregados para aumentar a resistência ao desgaste de superfícies. Processos como a projeção por plasma, aplicação de diferentes tratamentos termoquímicos de difusão como a cementação e a nitretação, deposição ou eletrodeposição de metais de dureza relativamente elevada ou que possam ter sua dureza modificada, por tratamento térmico posterior, e ainda revestimentos compósitos em matriz metálica são utilizados no sentido de melhorar as propriedades de resistência ao desgaste nos mais variados tipos de peças [1].

O desenvolvimento de revestimentos compósitos, adequados para aplicações sob condições severas como altas temperaturas e fricção [2–6], tem sido objeto de grande interesse atualmente. Sistemas para geração de energia elétrica e energia nuclear, brocas de perfuração, revestimentos de partes de máquinas em contato mecânico, turbinas a gás e a diesel, pistões e cilindros em máquinas diversas, especialmente

perfuração na indústria do petróleo, são alguns exemplos onde ambas resistência à corrosão e resistência ao desgaste são exigidas, aumentando a confiabilidade de peças sujeitas a solicitações mecânicas.

A incorporação de uma segunda fase homogênea dispersa em uma matriz metálica melhora as propriedades superficiais do depósito. A presença das partículas de SiC modifica, por exemplo, o comportamento de um revestimento de níquel frente ao desgaste por abrasão [7].

Já é mencionado na literatura que revestimentos de níquel [8–11] e revestimentos de Ni-P [12–14] com incorporação de partículas, como por exemplo, SiC, Al_2O_3 e Cr_2O_3 apresentam melhores propriedades mecânicas do que os metais sem partículas.

A eletrodeposição é uma das mais importantes técnicas de produção de compósitos de constituintes metálicos e não-metálicos. O processo de obtenção de revestimentos compósitos metal/partícula elaborados por eletrodeposição consiste em incorporar partículas à matriz metálica a partir de um eletrólito contendo partículas em suspensão. As partículas são movidas por forças de convecção em direção à superfície a ser revestida, onde elas se adsorvem antes de serem definitivamente incorporadas ao depósito em crescimento. Este processo foi objeto de estudo em muitos trabalhos de pesquisa, visando, de uma parte estudar os fatores elementares que contribuíam para formação do compósito e, de outra parte, pesquisar novas formulações para melhorar o desempenho e aplicações industriais [7, 15].

O crescente interesse no tema se deve à fácil manutenção e baixo custo de produção desses revestimentos assim como a possibilidade de controle de suas propriedades para adaptação a diversas aplicações. Por outro lado, a disponibilidade cada vez maior de partículas micrométricas ou nanométricas no mercado vem a contribuir para esse interesse [15]. Essas partículas podem ser óxidos ou carbetos, como Al_2O_3, SiC, TiO_2, WC, SiO_2 ou diamante, um sólido lubrificante, como um PTFE, grafite ou MoS_2 aumentando a resistência ao desgaste e/ou reduzindo a fricção [15–18]. Em particular tem sido enfatizado o estudo de revestimentos compósitos obtidos a partir da incorporação de partículas micrométricas à matriz metálica que apresentem um desempenho satisfatório com relação às propriedades mecânicas e sejam, ao mesmo tempo, resistentes à corrosão.

Muitos estudos já foram desenvolvidos sobre a incorporação de partículas de carbeto de silício em matriz de níquel eletrodepositada e sobre a caracterização quanto às propriedades tribológicas. Diversos autores mostram interesse quanto à influência dos parâmetros operacionais, tais como: a concentração de partículas em suspensão, a velocidade de agitação, a densidade de corrente, e o efeito da adição de tensoativos, dentre outros, sobre a taxa de incorporação de partículas [7,19–21]. Eles apóiam-se sobre esta característica, dada em percentagem de volume, medida por análise química ou por análise de imagens, para interpretar em seguida a evolução das outras características dos depósitos. No entanto, utilizando lotes de partículas de tamanhos diferentes, Garcia *et al.* [7] mostraram que é impreciso interpretar o comportamento tribológico dos revestimentos compósitos Ni-SiC levando-se em conta apenas o percentual em volume das partículas incorporadas sem envolver a análise do seu tamanho.

Pode-se dizer que inúmeros estudos têm sido aplicados ao entendimento da influência das partículas nos processos de deposição e as propriedades mecânicas dos eletrocompósitos, porém as propriedades elétricas e magnéticas resultantes dos eletrocompósitos não são muito exploradas. Em [22], os autores desenvolveram eletrocompósitos baseados em cobre contendo vários tipos de partículas sólidas (SiC, α-Al_2O_3, ZrO_2, $MoSi_2$, CaF_2 e grafite), e além de estudarem a relação entre a fração volumétrica das partículas e concentração de partículas no banho, densidade de corrente e velocidade de agitação, estudaram também as propriedades elétricas. Foram realizadas medidas de condutividade elétrica DC através da técnica de quatro pontas, verificou-se a mudança entre a condutividade elétrica do revestimento de cobre puro e com partículas. A condutividade elétrica do cobre puro foi estimada com o valor de 59MS/m e os eletrodepósitos com partículas não condutoras ou pouco condutoras com uma fração volumétrica de aproximadamente 10% exibem um decréscimo de condutividade elétrica em comparação ao cobre puro. Para o caso de partículas não condutoras de SiC, os revestimentos apresentavam uma diminuição da condutividade elétrica de aproximadamente 15.7% e para outras partículas condutoras como grafite (2.6×10^4S/m), a condutividade elétrica é reduzida de aproximadamente 6%. Estes resultados indicam que a condutividade elétrica dos eletro-

compósitos dependem tanto da condutividade elétrica da matriz e das partículas, bem como o percentual em volume destas.

Em [23], os autores estudaram as propriedades magnéticas dos revestimentos de níquel contendo baixa fração em volume partículas de Al_2O_3 de tamanho médio de 300nm. Foram encontradas que as propriedades magnéticas desses depósitos são similares ao do níquel puro. Já em [24] encontrou-se que a coercividade dos revestimentos nanocompósitos aumenta com o aumento da quantidade de partículas no depósito, embora as propriedades físicas dependam não somente da quantidade de partículas mas também da qualidade de dispersão no revestimento.

Existe, portanto, uma grande variedade de revestimentos compósitos para estudo. Nesta tese objetivou o desenvolvimento, através da técnica de eletrodeposição por corrente contínua, de depósitos de Ni com partículas micrométricas de SiC com tamanho médio de 0.1 a 1 μm. Para os revestimentos em questão, uma vez que as características mecânicas estão diretamente relacionadas com a quantidade, tamanho e distribuição das partículas incorporadas na matriz metálica de níquel, é de interesse desenvolver um método de caracterização não destrutivo que possa informar as grandezas como quantidade (em termos de percentagem de volume), tamanho e distribuição das partículas incorporadas (número de partículas por unidade de área), bem como, a espessura dos revestimentos que é uma variável de extrema importância. Inicialmente trabalha-se com os revestimentos de níquel puro (sem incorporação de partículas) para servir de referência, estabelecendo a sensibilidade da técnica em estudo. É importante enfatizar que na literatura tanto o desenvolvimento de fabricação como as propriedades tribológicas destes revestimentos já são bem conhecidas, mas ainda não existe nenhuma técnica NDT para caracterização dos mesmos, o que viabiliza a rapidez no controle de qualidade dos revestimentos.

Com relação as técnicas de ensaios não destrutivos (END), atualmente várias são utilizadas para caracterização e inspeção de materiais compósitos, como inspeção ultra-sônica, radiografia, termografia e correntes parasitas [25]. Por muitas vezes, essas práticas de inspeção aplicadas às condições do problema oferecem limitações na capacidade de informar estimativas quantitativas de importantes parâmetros.

A utilização da técnica de correntes parasitas (CP) é bastante difundida na

indústria para detecção, localização e dimensionamento de defeitos em estruturas metálicas, sendo que para a caracterização de materiais é pouco explorada, embora a técnica seja extremamente sensível às mudanças microestruturais do material [26], apresentanto, portanto, grande potencial para este fim. A formação das correntes parasitas no material depende principalmente de suas características eletromagnéticas, como condutividade elétrica e permeabilidade magnética. Por outro lado, depende da não-homogeneidade do material, o que influencia no comportamento destas correntes.

Recentemente uma técnica de multifreqüência de correntes parasitas chamada de SFEC, do inglês *swept-frequency eddy-current* [27, 28], foi desenvolvida e tem sido muito bem sucedida estimar espessura, condutividade elétrica e permeabilidade magnética de revestimentos condutores em substratos metálicos, ambos sendo magnéticos ou não, com o auxílio de um modelo teórico, desenvolvido em 1968 por Dodd e Deeds [29]. Neste modelo é possível prever valores de componentes normalizados de impedância de uma bobina em presença de um material condutor, não magnético e livre de defeitos, sendo conhecidos os parâmetros da bobina e a condutividade elétrica do material. Cheng *et al.* [30] estenderem o modelo para o caso em que o material possa ser magnético.

Posteriormente, diversos avanços foram obtidos em relação à técnica de caracterização de correntes parasitas, e diversos trabalhos utilizam o modelo do artigo citado anteriormente. Exemplos incluem caracterização de revestimentos [27, 28, 31–35], detecção de corrosão interna [36] e detecção de defeitos superficiais e sub-superficiais [37].

Grande parte dos autores utilizam este modelo considerando que os revestimentos possuem propriedades constantes ao longo da sua espessura [27–33]. Mais recentemente, alguns autores estenderam este modelo para o caso em que os revestimentos metálicos possuam condutividade e permeabilidade variando continuamente em função da profundidade [35, 38], por exemplo, para o caso de endurecimento, tratamento térmico, bombardeamento de íons, ou por processos químicos. Foi utilizado com sucesso também para materiais compósitos, realizando medidas de permeabilidade magnética efetiva em função da fração volumétrica de ferrita/austenita [39, 40].

Este conjunto de trabalhos citados permite que se possa hoje realizar o problema inverso de correntes parasitas para caracterizar revestimentos, determinando a espessura, a condutividade elétrica e a permeabilidade magnética do material inspecionado (conhecendo pelo menos um desses parâmetros), estimando as propriedades do material através da aproximação baseada na comparação entre as medidas experimentais e os resultados teóricos da solução exata da impedância [27, 28, 31, 39–41].

Portanto nos depósitos em estudo, a espessura, quantidade, tamanho e forma como as partículas estão distribuídas na matriz metálica, são variáveis importantes a serem controladas. São utilizadas correntes parasitas como ferramenta de caracterização não destrutiva para o controle destes parâmetros, além é claro, da ferramenta convencional de caracterização, análise de imagens por microscopia para controle das fases (fração volumétrica, tamanho de partículas e distribuição) e de espessura. Estes dados são usados para correlacionar as características obtidas para cada depósito.

Esta tese busca relacionar de forma quantitativa a mudança de impedância, em diferentes freqüências, de uma bobina utilizada no ensaio de correntes parasitas colocada em contato com a superfície das amostras com revestimentos de diferentes espessuras e quantidades de partículas incorporadas. Complementando o ensaio não-destrutivo, foi utilizado o modelo de Cheng *et al.* [30] para estimar a espessura dos revestimentos de níquel com e sem partículas, a condutividade elétrica e a permeabilidade magnética efetivas (equivalentes) dos revestimentos compósitos, relacionando estas quantidades com as frações volumétricas.

No capítulo 2 é feita uma revisão bibliográfica evidenciando os aspectos teóricos envolvidos, apresentando uma revisão de eletrodeposição, revestimentos de níquel eletrodepositados, revestimentos compósitos de níquel e as técnicas de caracterização por correntes parasitas.

No capítulo 3, são descritas: as amostras, a técnica de eletrodeposição para obtenção das mesmas e as utilizadas para caracterização; o sistema de inspeção, o modelo analítico para o cálculo de impedância de metais revestidos de materiais condutores sejam magnéticos ou não; o modelo de elementos finitos para simular qualitativamente o comportamento das correntes parasitas nos materiais utilizados.

No capítulo 4 são mostrados os resultados obtidos juntamente com a discussão. As conclusões deste trabalho são apresentadas no capítulo 5. No capítulo 6 são apresentadas sugestões para trabalhos futuros. Adicionalmente, o apêndice mostra teoria da propagação de campos eletromagnéticos em materiais condutores. No apêndice B é feito o desenvolvimento do modelo para o cálculo da impedância de metais revestidos de materiais condutores apresentado no capítulo 3. O Apêndice C apresenta curvas de impedância das amostras revestidas de níquel puro em mais detalhes.

Capítulo 2

Revisão Bibliográfica

Este capítulo está dividido em duas partes de acordo com os temas aqui tratados. Na primeira é fornecida uma revisão enfatizando alguns conceitos básicos sobre eletrodeposição, os revestimentos de níquel e níquel compósito, bem como suas propriedades, tipos e aplicações. Na segunda parte é feita uma revisão sobre os aspectos teóricos e experimentais da inspeção por correntes parasitas e os novos métodos empregados para caracterização de revestimentos.

2.1 Eletrodeposição

O processo de eletrodeposição de metais foi desenvolvido por Alessandro Volta, em 1799, a partir da observação da geração de corrente elétrica em reações químicas. Atualmente, o campo da eletroquímica passou de um procedimento empírico a uma ciência com profunda fundamentação teórica [42].

A eletrodeposição é o processo pelo qual um revestimento metálico é aplicado sobre uma superfície através de uma corrente elétrica, geralmente contínua. Com o propósito de se obter propriedades específicas, dois ou mais metais podem ser codepositados como uma liga metálica, resultando em propriedades superiores àquelas oriundas da eletrodeposição de um simples metal. Em relação à eletrodeposição de um único metal, as ligas depositadas podem se apresentar mais densas e mais

duras, mais resistentes à corrosão em determinadas faixas de composição, melhores em propriedades magnéticas e mais adequadas para um posterior revestimento por eletrodeposição [43]. Os eletrodepósitos de níquel-cromo, por exemplo, são decorativos, melhorando a resistência à corrosão e proporcionam durabilidade e resistência a abrasão do metal subjacente.

A eletrodeposição geralmente é efetuada com soluções aquosas, utilizando sais simples ou complexos. O eletrólito da eletrodeposição, geralmente conhecido como banho eletrolítico, contém primariamente os íons que vão ser depositados associados a vários constituintes. Ditos constituintes compreendem o meio condutor necessário para o fluxo da corrente e, também funcionam como um agente tamponador para manter o pH da solução no nível requerido. Aditivos tais como agentes niveladores podem, geralmente, ser acrescentados aos banhos para prevenir pites ou a acumulação de hidrogênio no cátodo. As soluções de sais complexos para eletrodeposição obviamente contêm vários complexantes, com a finalidade de manter o íon metálico como metal complexado na solução [44]. Resultados experimentais mostram que a qualidade das camadas eletrodepositadas é comparável às produzidas pelas técnicas convencionais, tanto no que se refere ao grau de pureza e tamanho de grão, quanto às propriedades físicas (elétricas, magnéticas, estruturais, etc.) [45].

As reações que convertem energia química em energia elétrica, e vice-versa, são produzidas em células chamadas eletroquímicas. Existem dois tipos de células eletroquímicas: as células galvânicas, onde a energia química é convertida em energia elétrica, e as células eletrolíticas, onde a energia elétrica é convertida em energia química através de uma fonte externa de corrente [46]. Um sistema eletroquímico é formado em geral por uma fonte e três eletrodos imersos em uma solução eletrolítica. Este sistema é o que se conhece por célula eletroquímica, e os três eletrodos são denominados eletrodo de trabalho, eletrodo auxiliar ou contra-eletrodo e eletrodo de referência. A fonte pode atuar tanto como fonte de corrente, quanto como fonte de tensão, dependendo do método que se quer utilizar. No método galvanostático, a fonte aplica uma corrente constante entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo auxiliar, medindo-se o valor de tensão entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo de referência em função do tempo. No método potenciostático, a tensão aplicada entre o eletrodo

de trabalho e o eletrodo de referência é constante, obtendo-se como resultado um sinal de corrente entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo auxiliar, em função do tempo. As reações de interesse, decorrentes da aplicação do potencial sobre a célula eletroquímica, ocorrem no eletrodo de trabalho. Ao ligar a fonte, há o aparecimento de uma corrente elétrica, devido à redução de íons no eletrodo negativo (eletrodo de trabalho) e à oxidação de espécies no eletrodo positivo (eletrodo auxiliar). Instantaneamente, inicia-se um processo de transporte de massa e transferência de elétrons, de forma a manter a neutralidade da solução. Do seio da solução, os íons se direcionam para a superfície do eletrodo, formando-se então, uma corrente anódica, de íons negativos (ânions), em direção ao eletrodo positivo (ânodo), e uma corrente catódica, de íons positivos (cátions), em direção ao eletrodo negativo (cátodo). No cátodo, os cátions se aproximam da superfície do mesmo e são adsorvidos. Neste momento recebem elétrons, se tornam neutros, desorvem e retornam à solução, como mostrado na Figura 2.1.

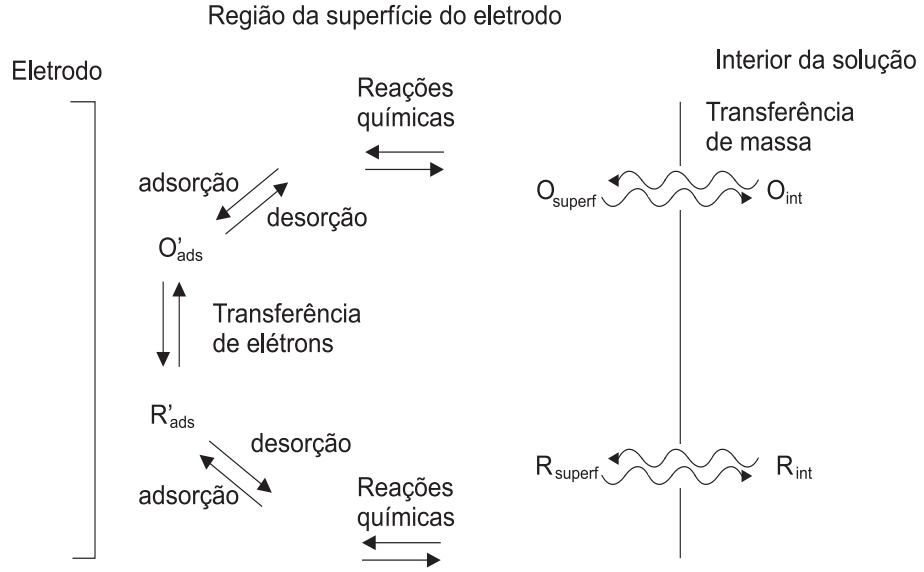

Figura 2.1: Representação esquemática dos processos de transporte de massa e de transferência de carga que ocorrem na célula eletroquímica, na superfície do eletrodo de trabalho. Na Figura, R representa o processo de redução e O o processo de oxidação.

2.2 Revestimentos de Níquel Eletrodepositados

Vários são os processos através dos quais o níquel pode ser aplicado porém a eletrodeposição constitui-se o mais importante. Aproximadamente 90% dos eletrodepósitos de níquel são aplicados para conferir ao substrato resistência à corrosão associada ao aspecto decorativo, sendo o níquel, um revestimento que tem sido utilizado em escala industrial desde 1869.

Existem várias composições de banhos de níquel eletrolítico. O banho tipo Watts contém em sua composição básica: sulfato de níquel, cloreto de níquel e ácido bórico.

O sulfato de níquel é utilizado como a principal fonte de íons de níquel nos banhos, devido a possibilidade de obtenção do mesmo com alta pureza e com custo menor que o cloreto de níquel. Além disso, o sulfato de níquel é menos corrosivo em relação aos componentes metálicos utilizados no processo de eletrodeposição; não é volátil, possui alta solubilidade e os íons de sulfato são estáveis nas condições operacionais dos banhos de níquel.

O cloreto de níquel tem como principal função a dissolução dos anodos de níquel, que em ausência do mesmo sofrem passivação funcionando como anodos inertes. Ainda, a presença de íons cloreto melhora sensivelmente o poder de penetração dos banhos de níquel, melhorando a uniformidade da camada do revestimento obtido. A presença de íons cloreto aumenta o coeficiente de difusão dos íons de níquel, e isto possibilita o aumento na densidade de corrente limite (valor máximo que pode ser adotado nos processo de eletrodeposição para obtenção de depósitos com as propriedades requeridas) [47].

O ácido bórico tem função tamponante, principalmente na interface cátodo/banho, onde ocorre mais acentuadamente o aumento do pH devido ao consumo de íons H^+ com a formação de H_2. O ácido bórico é ácido fraco, e portanto dissocia-se parcialmente e se mantém em equilíbrio com os cátions de hidrogênio, de acordo com a equação:

$$H_3BO_3 \longleftrightarrow H_2BO_3^- + H^+.$$

Se houver um aumento do pH (diminuição da concentração de H^+), a reação

desloca-se no sentido da dissociação do ácido bórico aumentando desta forma a concentração de íons H^+. O melhor desempenho do ácido bórico, como tamponante, ocorre na faixa de pH de 4.0 a 6.0 [48].

Comumente, os revestimentos de níquel são nobres e, por esta razão, são utilizados para a proteção contra a corrosão do substrato. Além disso o revestimento de níquel pode propiciar ao substrato resistência ao desgaste. No entanto, as propriedades de dureza e resistência ao desgaste dependerão da composição do revestimento obtido. Por exemplo, revestimentos Ni-P podem ser tratados termicamente para obtenção de um revestimento com maior dureza e resistência ao desgaste. Alguns autores ainda citam vantagens para utilização de corrente pulsada, ao invés de corrente contínua, no processo de eletrodeposição de níquel. Com a utilização de corrente pulsada é possível obter revestimentos com grão refinado, e portanto, mais brilhante devido a redução da rugosidade da superfície, à qual é conferida também um aumento da dureza [49].

Níquel eletrodepositado é um dos mais antigos revestimentos metálicos aplicado sobre determinados substratos para conferir proteção à corrosão. É largamente utilizado sobre substratos de aço, ligas de zinco, cobre e suas ligas, e em desenvolvimento mais recentes o níquel tem sido depositado, até mesmo, sobre plástico quimicamente metalizado.

As primeiras aplicações de eletrodepósitos de níquel foram em fogões e componentes utilizados em bicicleta.

Os eletrodepósitos de níquel possuem uma ampla relação de propriedades, visto que as mesmas variam muito em função da própria composição do banho e parâmetros operacionais. Com isso a relação de aplicações para este tipo de revestimento também é bastante extensa.

2.3 Revestimentos de Níquel Compósito

Uma forma de incrementar as propriedades mecânicas de revestimentos de níquel é a incorporação de partículas à matriz metálica formando revestimentos compósitos. Métodos de obtenção desses revestimentos por eletrodeposição, a partir de um eletrólito contendo partículas em suspensão, tem sido investigados desde 1962. Desde então esses revestimentos têm encontrado as mais diversas aplicações no setor industrial, tendo como objetivo agregar ao substrato resistência ao desgaste, bem como resistência à corrosão e oxidação em superfícies de acabamento [5, 10].

O processo de incorporação de partículas à matriz metálica consiste na codeposição de pequenas partículas, adicionadas intencionalmente ao banho, durante o processo de deposição química ou eletroquímica, dando origem a um revestimento compósito [7].

Os resultados obtidos em [50] mostram que a incorporação de partículas SiC dispersas numa matriz metálica de Ni-P altera o comportamento do revestimento em relação à resistência a corrosão e ao desgaste, entretanto, o tipo e tamanho de partícula incorporada pode influenciar nestas propriedades. Já os revestimentos de Ni-SiC foram introduzidos pela indústria automobilística pois demostram eficiência ao desgaste [51–53]. Existe ainda, a possibilidade de se tratar termicamente revestimentos de Ni-P com incorporação de partículas, conferindo desta forma dureza e resistência ao desgaste superiores em relação ao revestimento de Ni-P sem partículas.

Tentativas também tem sido feitas no sentido de produzir superfícies autolubrificantes com a adição de grafite, sulfeto de molibdênio ou fluoreto de cálcio; ou ainda partículas poliméricas como politetrafluoretileno, policloreto de vinila e poliestireno para desta forma também aumentar a resistência ao desgaste da superfície revestida [54, 55].

2.3.1 Mecanismos de Incorporação

Muitos processos foram estudados, nas últimas décadas, para explicar a codeposição de partículas não condutoras durante o processo de eletrodeposição.

O exato mecanismo de co-deposição de partículas ainda não está completamente entendido, no entanto, um dos mecanismos aceito sugere três etapas básicas que regem a incorporação de partículas em uma matriz metálica, através do processo de eletrodeposição: eletroforese, adsorção das partículas no cátodo e aprisionamento mecânico [56]. No eletrólito as partículas inertes envolvidas por espécies iônicas adsorvidas são transportadas hidrodinamicamente para a superfície do cátodo, no qual ficam aderidas com as espécies iônicas adsorvidas.

Eletroforese é o fenômeno pelo qual as partículas carregadas, suspensas em solução migram sob a influência de um campo elétrico. Celis *et al.* [56] e Hovestad *et al.* [57] mencionam que em 1964, Martin propôs que as partículas são conduzidas à superfície do cátodo devido à agitação do eletrólito, e dependendo da velocidade de agitação as partículas colidiriam com o cátodo com uma freqüência maior ou menor. A co-deposição seria então, governada pelo tempo de contato da partícula com a superfície do cátodo, e pela velocidade de deposição do metal.

Brandes, em 1967, ainda segundo Celis *et al.* e Hovestad *et al.* [57], refere-se a um processo de adsorção físico-química das partículas. A co-deposição de partículas sólidas resultaria da atuação de forças de atração de Van der Waals entre as partículas e a superfície do cátodo. Uma vez adsorvidas no cátodo, as partículas seriam incorporadas pelo crescimento da matriz metálica.

Em 1972, o modelo desenvolvido por Guglielmi [58] propõe dois passos sucessivos de adsorção no processo de co-deposição, levando em consideração eletroforese e adsorção. Em um primeiro passo, o qual é de natureza física, as partículas se aproximam do cátodo, ficando levemente adsorvidas sobre a superfície do mesmo. Essas partículas levemente adsorvidas estariam envolvidas por íons adsorvidos em sua superfície. Em um segundo passo, de caráter eletroquímico, as partículas são fortemente adsorvidas sobre o cátodo, dependendo desta forma do campo elétrico do mesmo. Finalmente estas partículas fortemente adsorvidas são aprisionadas pelo crescimento da camada da matriz metálica.

Então, em 1987, Celis *et al.* [59], propuseram um modelo matemático que introduz o conceito de probabilidade de incorporação ligado ao tipo e à concentração de íons adsorvidos à superfície das partículas. Esse modelo apresentado esquemati-

camente na Figura 2.2 descreve o processo de incorporação de partículas em cinco etapas:

1ª etapa - cada partícula no seio da solução é envolvida pela formação de uma dupla camada adsorvida (interações partícula-eletrólito);

2ª etapa - as partículas são transferidas por convecção até a fronteira hidrodinâmica;

3ª etapa - as partículas alcançam a superfície do cátodo por difusão;

4ª etapa - no cátodo, íons metálicos livres e adsorvidos sobre as partículas são reduzidos;

5ª etapa - quando os íons adsorvidos à partícula são reduzidos, a partícula é capturada e incorporada irreversivelmente.

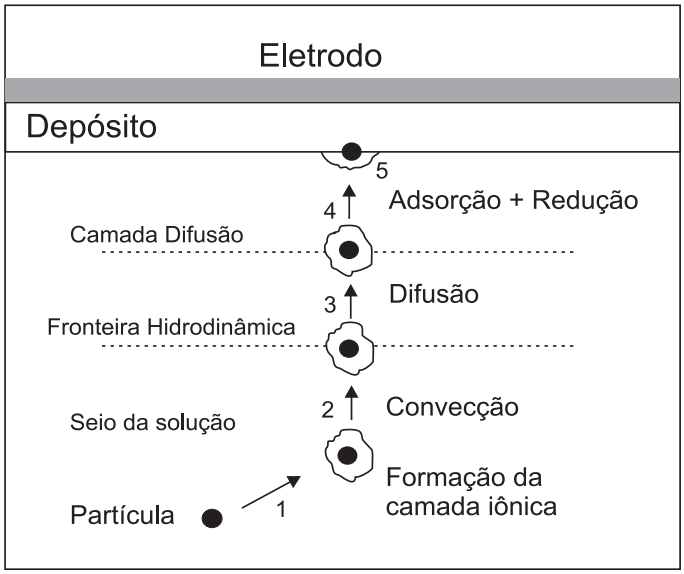

Figura 2.2: Modelo proposto por Celis *et al.* para descrever o mecanismo de incorporação de partículas em revestimentos metálicos [59].

2.3.2 Fatores que Influenciam na Incorporação de Partículas

Dos parâmetros que afetam a taxa de incorporação, os mais estudados têm sido a concentração de partículas em suspensão, a densidade de corrente elétrica e a agitação da suspensão.

Concentração de Partículas em Suspensão

A concentração de partículas no banho exerce uma grande influência sobre a taxa de incorporação. É um parâmetro utilizado na prática para controlar a quantidade de partículas incorporadas [7].

A concentração de partículas em suspensão no eletrólito utilizado para co-deposição é um parâmetro de significativa importância pois, como estudaram inúmeros autores [7], a taxa de incorporação em volume de partículas no depósito é uma função crescente da concentração de partículas no eletrólito. Em grande parte desses estudos ficou evidenciado que o aumento da quantidade de partículas em suspensão provoca o aumento do percentual em volume de partículas incorporadas ao revestimento compósito até que um valor limite seja atingido.

Os resultados observados na literatura [7,60,61], de um modo geral, mostram que a quantidade de partículas incorporadas possui uma forte relação com a concentração de partículas em suspensão. Além disso, a concentração de partículas em suspensão interage com outros parâmetros influenciando na quantidade de partículas incorporadas à matriz metálica. Um outro fenômeno observado por grande parte desses autores, foi a saturação da incorporação a partir de determinadas concentrações de partículas em suspensão.

Densidade de Corrente Elétrica

Depois da concentração de partículas em suspensão a densidade de corrente elétrica é certamente o parâmetro com maior evidência de efeito na incorporação

de partículas e este tem sido objeto de estudo de vários autores [2, 7]. No entanto, não há um consenso claro na literatura com relação à influência da densidade de corrente sobre a incorporação de partículas, devido ao efeito interativo dos diferentes parâmetros operacionais com a densidade de corrente.

Agitação

A agitação exerce grande influência no processo de incorporação de partículas. Celis *et al.* [7] utilizaram um sistema de disco rotatório para estudar o efeito da agitação. Para avaliar a influência da agitação foram considerados três diferentes regimes de fluxo: regime laminar, regime de transição e regime turbulento. No regime de fluxo laminar o nível de partículas incorporadas é constante, enquanto no regime turbulento ocorre uma redução na quantidade de partículas incorporadas. Já o regime de transição é acompanhado por um aumento da quantidade de partículas incorporadas à matriz metálica [7]. De acordo com Orlovskaja [2] é possível obter camadas com diferentes propriedades em função do tamanho das partículas incorporadas variando os regimes de agitação do eletrólito.

A velocidade de rotação que dá o máximo valor de partículas incorporadas pode variar consideravelmente. Em [62] foi encontrado um aumento na quantidade de SiC codepositadas até 500rpm, acima desta velocidade começava a ocorrer um decréscimo de incorporação. Já em [63], a quantidade de partículas chega a um máximo com velocidades de 900 e 1200rpm, respectivamente, quando a concentração no eletrólito é de 50 e 150g/L, e então, com o aumento da velocidade a incorporação começa a diminuir.

2.4 Princípios de Correntes Parasitas

A origem do teste de correntes parasitas se deu com a descoberta da indução eletromagnética em 1831 por Michael Faraday. Em 1879 Hughes descobriu mudanças nas propriedades das bobinas quando postas em contato com metais de diferentes condutividade elétrica e permeabilidade magnética, mas foi somente em meados de 1940, que Fiedrich Forster utilizou estes efeitos para testes práticos de materias metálicos. Entre 1950 e 1960, as indústrias nuclear e aeroespacial já utilizavam a técnica. Sendo, portanto, uma técnica baseada nos princípios eletromagnéticos de indução. É utilizada para identificar ou diferenciar uma grande variedade de condições físicas, estruturais, metalúrgicas em metais condutores, sendo eles, ferromagnéticos ou não [64]. A inspeção por correntes parasitas pode ser usada para:

- Medir ou identificar propriedades como: condutividade elétrica, tamanho de grão, permeabilidade magnética, condições de tratamento térmico, dureza, e dimensões físicas.
- Detectar defeitos superficiais ou sub-superficiais, corrosão, vazios e inclusões.
- Detectar diferenças de composição, microestrutura de metais similares.
- Medir espessura de revestimento não condutor em metal condutor.
- Medir espessura de revestimento condutor em metal condutor.

O princípio de correntes parasitas é similar a um transformador. Isto é, uma bobina e um material condutor elétrico correspondem aos componentes primário e secundário de um transformador, respectivamente. De acordo com a lei Maxwell-Ampère, quando uma bobina é excitada com uma corrente AC, um campo magnético alternado primário é gerado. Quando uma bobina é posta nas proximidades da superfície de um material condutor elétrico, o campo magnético primário penetra no material. Então, correntes parasitas são induzidas na amostra. Essas correntes, entretanto, dão origem a um campo magnético secundário de sentido tal que se oponha sempre às variações de amplitude do campo primário, como mostra a Figura

2.3, pela lei de Lenz. Conseqüentemente, a impedância da bobina será afetada pelo comportamento das correntes parasitas, como resultado da redução do fluxo de campo magnético resultante na bobina. Esta é a base para se obter informação na inspeção por correntes parasitas.

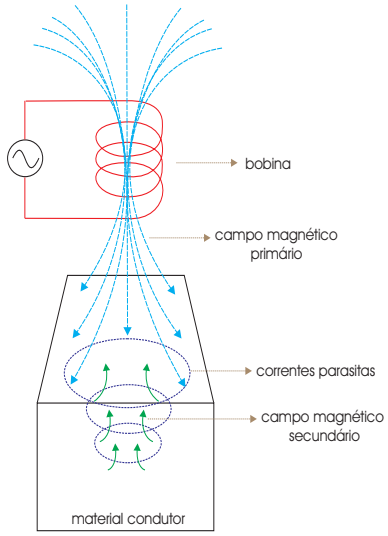

Figura 2.3: Geração de correntes parasitas.

Uma das vantagens da técnica de correntes parasitas sobre outros métodos não-destrutivos, como ultra-som e partículas magnéticas, é que não necessita de contato físico entre a bobina e a peça, por ser baseada no princípio de indução eletromagnética.

Quando a bobina excitadora é posta em contato com duas amostras metálicas com mesmas propriedades, sendo que uma livre de defeitos e a outra com defeitos, os dois caminhos das correntes parasitas devem ser diferentes, pois a presença de defeitos pode ser visto como um aumento na resistência da passagem das correntes naquela região, reduzindo o fluxo de correntes parasitas. Portanto, mudanças locais de resistividade pelas variações microestruturais ou a interrupção da passagem de correntes parasitas por defeitos resultam em impedâncias diferentes. Essa diferença de impedância é usada para analisar as propriedades dos materiais.

A maioria dos instrumentos comerciais de correntes parasitas é baseada em medidas através do plano de impedância. Desde que a impedância é representada por um número complexo, duas medidas podem ser feitas, a parte real da impedância (componente resistiva R) e a parte imaginária da impedância (componente reativa

X_L) [65].

Quando um defeito está presente em uma profundidade em que as correntes parasitas não alcançam não é possível detectá-lo. Teoricamente, o campo magnético primário que penetra no material condutor decresce com a profundidade, e a densidade de correntes parasitas decresce exponencialmente com a profundidade. Este fenômeno é conhecido como profundidade de atenuação (*skin depth*). A profundidade de penetração padrão δ, é definida como a profundidade em que a intensidade de correntes parasitas é reduzida a $(1/e) \times 100\%$ do seu valor superficial, onde $e = 2.718$. O valor de δ é dado por

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi f \sigma \mu}} \tag{2.1}$$

f é a freqüência [s^{-1}]

μ é a permeabilidade magnética [T m /A]

σ é a condutividade elétrica. [S/m]

As equações de Maxwell têm soluções especiais que descrevem ondas eletromagnéticas em materiais condutores. No apêndice I apresenta-se as soluções de ondas planas monocromáticas detalhadamente, considerando um meio linear e condutor, que idealiza-se sendo infinito quanto à extensão, obtendo a expressão que descreve a profundidade de atenuação (*skin depth*). Pode-se ver que a freqüência de inspeção determina a profundidade de penetração, à medida que a freqüência aumenta, a penetração diminui e a distribuição das correntes fica mais densa na superfície do material, ilustrada na Figura 2.4. A freqüência de inspeção também influi sobre a sensibilidade a mudanças nas propriedades do material e defeitos. Tanto as correntes parasitas como o campo magnético diminuem com a profundidade. A condutividade elétrica e a permeabilidade magnética também possuem influência na profundidade de penetração. Como resultado, materiais ferromagnéticos (níquel, ferro, aços ferríticos, etc) possuem grande permeabilidade magnética μ, portanto as correntes parasitas induzidas neles têm baixa penetração [66].

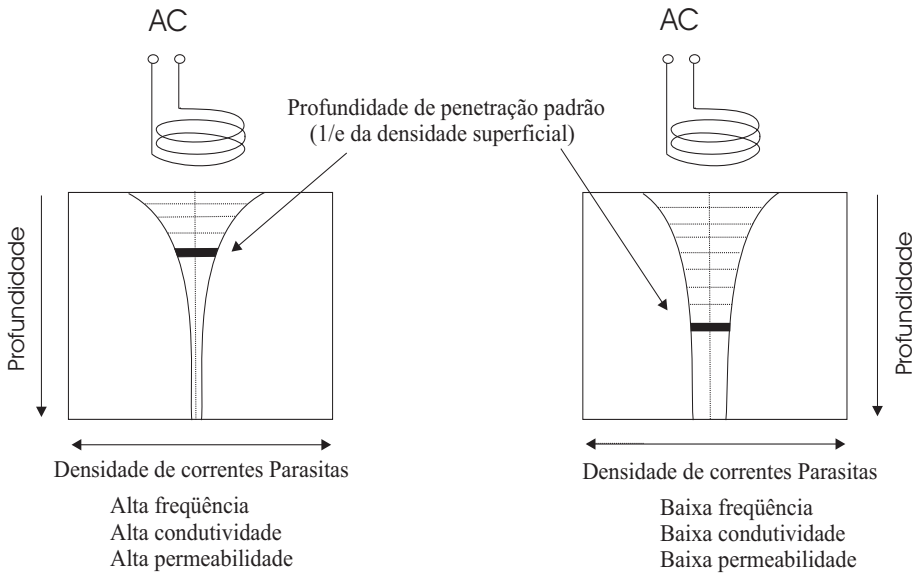

Figura 2.4: Profundidade de penetração (*Skin depth*).

Além desta atenuação, as correntes sofrem um atraso de fase com a profundidade. Para um condutor semi-infinito (espesso) a equação que descreve o fenômeno é dada por [66]

$$J_z/J_0 = e^{-\beta} sin(\omega t - \beta) \tag{2.2}$$

onde J_z é a densidade de corrente parasitas a uma profundidade z, J_0 é a densidade de correntes parasitas na superfície e β é a relação entre a profundidade z e a profundidade de penetração padrão δ ($\beta = z/\delta$).

A equação 2.2 pode ser dividida em duas componentes: $J_z/J_0 \propto e^{-\beta}$, que descreve a diminuição exponencial da densidade de correntes parasitas com relação a profundidade e $J_z/J_0 \propto sin(\omega t - \beta)$, que denota o aumento da defasagem da densidade de correntes parasitas com a profundidade.

Portanto, o sinal produzido por um defeito depende tanto da amplitude como da fase das correntes obstruídas. Conforme a defasagem aumenta com a profundidade, haverá uma diferença no vetor impedância da bobina e este efeito permite dimensioná-lo e localizá-lo.

Como fontes de campo, os sensores são em geral bobinas, mas as bobinas não medem campo magnético, e sim a taxa de mudança do fluxo que passa por ela. Uma alternativa moderna para medição de campo magnético é o uso de sensores como:

sensor Hall, magneto-resistivo (MR), ou giant magneto-resistivo (GMR). Esses sensores possuem uma série de vantagens como pequeno tamanho e alta resolução [67]. A escolha do tipo de sensor irá depender da aplicação em questão.

2.4.1 Métodos Utilizando Correntes Parasitas

A impedância da sonda de correntes parasitas pode ser afetada por diversos fatores como:

- Variações de freqüência de operação.
- Variações na condutividade elétrica e permeabilidade magnética de uma estrutura, causado por mudanças microestruturais, como tamanho de grão, endurecimento, tratamento térmico, etc.
- Presença de defeitos superficiais como trincas, e sub-superficiais como vazios e inclusões não metálicas.
- Mudanças de dimensões, por exemplo, afinamento das paredes de um tubo devido a corrosão.
- Mudanças no *lift-off* (distância entre a bobina e a amostra) por causa de irregularidades na superfície da amostra.

Diversos desses fatores podem estar presentes simultaneamente na área de uma inspeção, afetando a impedância da bobina, e tornando a leitura dos sinais complicada. A utilização da técnica de multi-freqüência visa superar o exigência de que todos menos um dos parâmetros permaneçam constantes, como será visto mais adiante.

Em princípio, essas medidas podem ser usadas para avaliar, e conseqüentemente eliminar, os efeitos de parâmetros que não são de interesse. É possível isolar sinais devido a variações de parâmetros de interesse, como defeitos. Como exemplo, pode-se citar o caso onde ocorrem variações na condutividade elétrica e diminuição da espessura de um tubo, afetando a sonda simultaneamente. Entretanto, pode-se

reduzir o efeito do parâmetro que não é de interesse, fazendo a subtração de um sinal de freqüência diferente que seja mais sensível a esta variação.

Os instrumentos comerciais de correntes parasitas para determinar a espessura de revestimentos não condutores em substratos metálicos são baseados no fato que a mudança da impedância da sonda decresce exponencialmente com a distância da sonda e do metal (efeito conhecido como *lift-off*). Entretanto, esses instrumentos não são capazes de determinar a espessura dos revestimentos metálicos em substratos condutores [68].

Duas técnicas multi-freqüências de correntes parasitas têm sido desenvolvidas para aplicações de END. Elas são *swept-frequency eddy-current* (SFEC) e *pulsed eddy-current* (PEC). Através destas técnicas é possível estimar a espessura, a condutividade elétrica e a permeabilidade magnética de revestimentos metálicos em substratos (podendo ser ou não magnéticos). A seguir apresenta-se um resumo dessas duas técnicas.

Correntes Parasitas Pulsadas

A técnica de correntes parasitas pulsadas foi primeiramente utilizadas por Donald Waidelich da Universidade de Missouri em 1950. Subseqüente, foi utilizado como teste não destrutivo em inspeções em equipamentos nas indústrias nucleares.

A técnica de inspeção por correntes parasitas pulsadas (ou transientes) têm sido alvo de interesse por causa do grande potencial de aplicação para caracterização de revestimentos metálicos em metais [28], sejam eles magnéticos ou não, e para detecção de corrosão e defeitos [36]. O uso de correntes parasitas transientes trouxe benefício significativo em termos de tempo de inspeção e fácil aquisição e análise de dados.

O sinal de correntes parasitas pulsadas (PEC), análogo ao sinal A-scan ultrasônico, é representado por uma resposta no domínio do tempo. No método de PEC a sonda é excitada por um pulso de onda quadrada de voltagem ou corrente e detecta sinal que também é voltagem ou corrente, como mostra a Figura 2.5. Sabe-se que uma onda quadrada consiste de uma larga banda de freqüências. Entretanto, o

método do PEC é mais rápido que o método $SFEC$, pois a resposta em diferentes freqüências pode ser obtida através da aplicação de um único pulso.

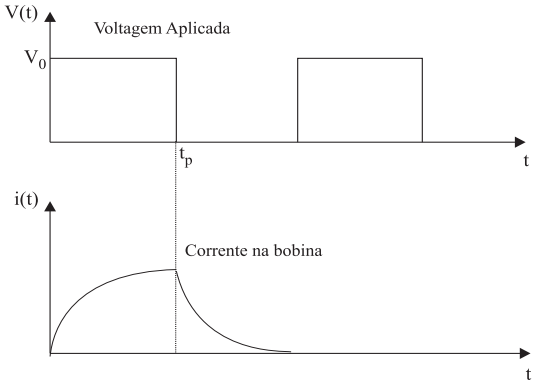

Figura 2.5: Pulso excitador e a corrente que passa pela bobina.

A corrente induzida no condutor, gerada pela mudança de fluxo em torno da bobina, aumenta inicialmente, e posteriormente decai a zero. Essa mudança de corrente que passa através da bobina induz correntes parasitas no material e o campo magnético associado se dissipa exponencialmente se aproximando ao estado de equilíbrio.

Os instrumentos convencionais de correntes parasitas aplicam excitação de ondas contínuas e hârmonicas de uma ou mais freqüências, já os sistemas de correntes parasitas transientes ou pulsados aplicam um pulso de banda larga na sonda, para gerar um pulso de campo magnético. Esse campo se propaga no material gerando correntes parasitas transientes que se opõem a mudança do campo incidente. O campo resultante é a soma do campo incidente e do campo "refletido' pelas correntes parasitas.

A análise das características do sinal de PEC é tema de diversos trabalhos [69–71]. Para sensores sendo unicamente compostos por bobinas, tem-se que os parâmetros de interesse são a amplitude, o tempo onde ocorre o pico e o tempo que o sinal cruza o eixo das abscissas. Essas características de um sinal típico estão definidas graficamente na Figura 2.6. Esses parâmetros são sensíveis a localização e a quantidade de perda de material devido a corrosão entre multi-camadas, ou bem como, informações sobre a condutividade ou permeabilidade dos materiais [72], já que a mudança da forma do sinal está diretamente relacionada com às mudanças microestruturais do

material.

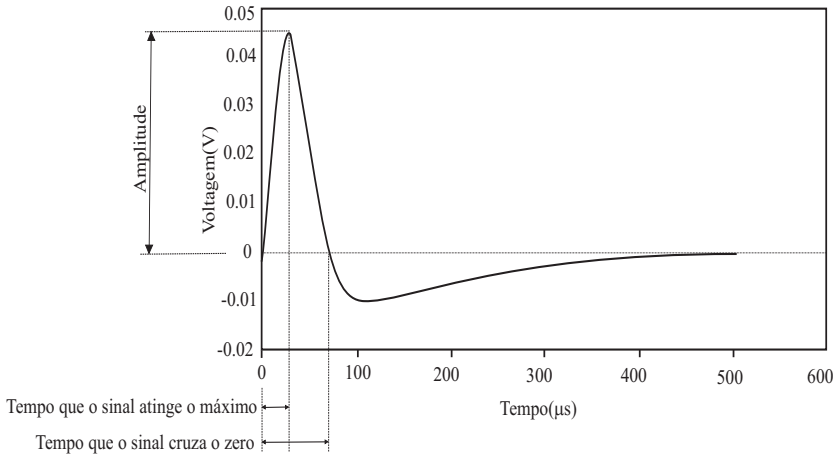

Figura 2.6: Características de um sinal típico de PEC.

Já que o sinal produzido possui um espectro largo de freqüências, o sinal refletido contém informações sobre a profundidade do material. Fisicamente, o pulso é atenuado e atrasado na medida que se propaga mais profundamente em um meio dispersivo. Anomalias próximas a superfície irão afetar a resposta das correntes parasitas em tempos mais curtos do que em relação a defeitos mais profundos. Como exemplo, a Figura 2.7 mostra a resposta típica de um sinal PEC para uma amostra de alumínio com diferentes espessuras comparada com uma amostra de referência de grande espessura [73].

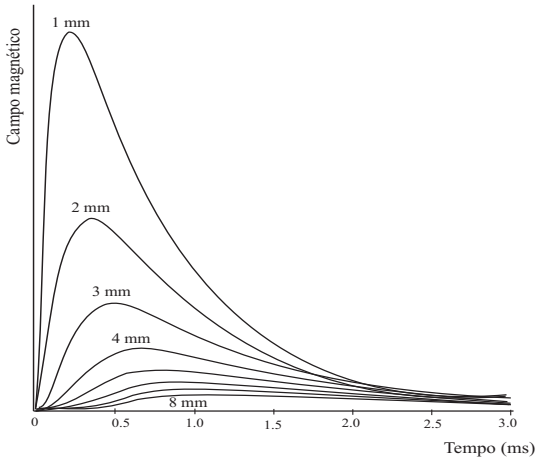

Figura 2.7: Sinal de PEC para amostras de alumínio com diferentes espessuras

É possível verificar que tanto a amplitude quanto o tempo em que ocorre o pico do sinal estão relacionados com a espessura do material, ou seja, para espessuras

menores o sinal ocorre em tempos menores e com maior amplitude em relação aos sinais de espessuras maiores.

Tai *et al.* em [28] desenvolveram o método transiente de correntes parasitas (PEC) que pode simultaneamente determinar a condutividade (com erros não superiores a 30%) e a espessura de revestimentos metálicos (com erros não superiores a 13%) em substratos também metálicos. Foram medidas as espessuras e condutividades em uma série de combinações de revestimentos em substratos, incluindo revestimentos de alumínio, Ti-6Al-4V e cobre sobre substratos de alumínio, liga de titânio e aço inoxidável.

Danton *et al.* em [74] conseguiram identificar as fases alfa e beta de camadas finas de Tantalum (12.5-30 μm) depositadas sobre aço. Esses revestimentos são obtidos pelo método *sputtering* e uma fase indesejável, conhecida como beta, cinco vezes mais dura que a fase alfa, pode deixar o revestimento quebradiço. Como as condutividades elétricas das fases são bastante distintas, os autores conseguiram através do método PEC em conjunto com modelo de Cheng *et al.* [30] medir a condutividade elétrica das fases fazendo a comparação entre os dados experimentais e teóricos, uma vez que a espessura dos revestimentos era conhecida. Portanto, através deste método pode-se caracterizar a qualidade dos revestimentos, já que a condutividade elétrica dos revestimentos depende do processo de *sputtering*.

Revestimentos de Nb (15-50μm) em aço foram caracterizados relacionando as propriedades de densidade e pureza com a resistividade elétrica medida por PEC em [75]. Mais a frente através da técnica PEC, Mulligan *et al.* [76] conseguiram relacionar a resistividade elétrica de revestimentos de cromo com a densidade de micro-trincas.

Swept-Frequency Eddy Current

O princípio do método SFEC consiste em excitar a sonda usando diferentes faixas de freqüências de Hz-MHz, sendo a sua resposta dada no espectro de freqüências. A penetração das correntes parasitas nos metais é governada pelo efeito de película. As correntes parasitas penetram mais profundamente nos metais quando a sonda

é excitada por baixas freqüências devido ao fenômeno já descrito de *skin depht*. Em contraste, em freqüências maiores as correntes parasitas permanecem perto da superfície da amostra analisada. Ou seja, através de diferentes freqüências tem-se diferentes profundidades de penetração, portanto diferentes valores de impedância, que trazem informações de diferentes localizações do material.

Para o uso desta técnica é utilizado um analisador de impedância, que pode ser configurado para fazer uma varredura automática através da faixa de freqüências de interesse. A Figura 2.8 mostra um esquema ilustrativo do uso de um analisador de impedância para caracterização de revestimentos.

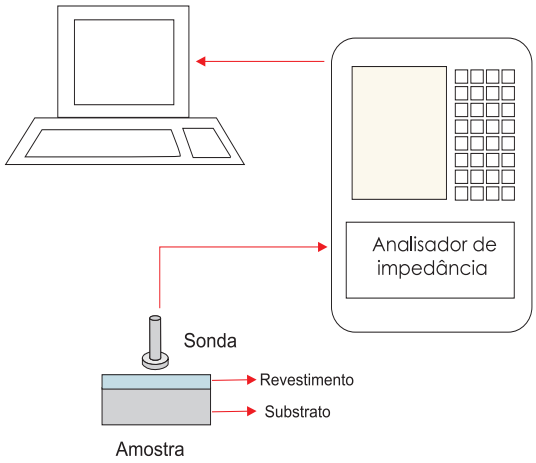

Figura 2.8: Esquema do ensaio utilizando um analisador de impedância para caracterização de revestimentos.

Os métodos multifreqüência de correntes parasitas estão sendo cada vez mais utilizados para medidas de propriedades elétricas e magnéticas de diversos materiais. É sabido que a densidade relativa de diferentes fases dos materiais pode afetar significativamente as correntes parasitas induzidas nas amostras. Pela medidas de impedância, a natureza dos materiais pode ser inferida pela correlação da impedância de uma bobina usando aproximações analíticas e/ou experimentais para características de interesse como condutividade elétrica e permeabilidade magnética. A seguir faz-se uma revisão de alguns trabalhos nesta área.

Uma série de trabalhos apresentados por de Peyton [79–81] caracterizam metais porosos relacionando a condutividade elétrica e permeabilidade magnética com a densidade relativa de porosidade e tamanho do poros. Uma vez que as propriedades

elétricas e magnéticas desses materiais estão diretamente relacionadas com suas propriedades, a técnica permite um controle de qualidade na fabricação.

Peyton *et al.* [83] utilizaram um sensor eletromagnético e mediram as impedâncias em uma faixa de freqüência de 100Hz a 1MHz de amostras de aço AISI 434L contendo diferentes frações volumétricas da fase ferromagnética (ferrita). Resultados de simulação da impedância utilizando um modelo 3D em elementos finitos considerando uma estrutura compósita de matriz ferromagnética (ferrita) com a inserção de esferas randômicas simulando a fase austenítica (paramagnética) mostrou que os valores de impedância são aproximadamente lineares com relação a fração de ferrita a porcentagens acima de 40%. O mesmo grupo em [39, 40] utilizou o modelo analítico da impedância de Cheng *et al.* [30] para determinar a permeabilidade magnética em função da fração de ferrita obtendo erros menores que 8%.

Já para a caracterização de revestimentos, a técnica SFEC foi bem demonstrada na literatura para medidas de espessura, condutividade elétrica e permeabilidade magnética de revestimentos condutores em metais [27, 31–33].

Cheng *et al.* [31] utilizaram revestimentos de níquel (25-200μm) em substratos de cobre, camadas de cobre (25-200μm) em substratos de níquel, e camadas de zinco (40-400μm) sobre substratos de aço para demonstrar a técnica. A impedância elétrica foi medida utilizando uma pequena bobina de núcleo de ar na faixa de freqüência de 1kHz a 1MHz. A determinação da espessura, condutividade elétrica e permeabilidade magnética dos revestimentos foi feita através da comparação entre os dados experimentais e os cálculos teóricos usando a solução analítica de Cheng *et al.* [30].

Já Halleux *et al.* [32] utilizaram uma série de fios de aço carbono de diâmetro de 2.2mm revestidos de zinco tendo espessuras entre 2.7-64μm. A espessura ou a condutividade elétrica dos revestimentos foi determinada independentemente da variações dos parâmetros elétricos e magnéticos dos substratos, utilizando medidas de impedância elétrica de 100Hz a 1MHz comparadas com as medidas teóricas. Foi encontrado um excelente acordo entre a teoria e o experimento para revestimentos com espessuras menores que 12μm.

Percebe-se que dos trabalhos citados de caracterização de materiais, sejam eles

materiais compósitos ou revestimentos metálicos, a técnica de correntes parasitas de multi-freqüência quase sempre está associada com o modelo analítico de Cheng *et al.* [30]. A introdução deste modelo associado aos resultados experimentais de correntes parasitas pode viabilizar estimativas quantitativas sobre parâmetros como espessura, propriedades elétricas e magnéticas. Portanto, este modelo possui um grande potencial para aplicação em diferentes ensaios, o que nos motivou a introduzi-lo neste trabalho. A seguir faz-se uma introdução aos métodos numéricos que são utilizados para descrever os fenômenos relacionados com correntes parasitas.

2.5 Métodos Numéricos para Soluções de Problemas de Correntes Parasitas

Faz-se aqui uma breve introdução sobre os métodos matemáticos que permitem descrever os fenômenos relacionados às correntes induzidas em materiais condutores pela aplicação de campo magnético variável no tempo. Todos os problemas que dizem respeito às correntes parasitas envolvem campos magnéticos e fluxo de corrente, conseqüentemente esses problemas podem ser formulados por meios de equações integrais ou diferenciais. Usando equações diferenciais, o fluxo de correntes parasitas é dada pela equação diferencial de difusão, que pode ser expressa em termos da densidade de corrente $\mathbf{J}$, do potencial vetor $\mathbf{A}$, ou em termos de densidade de fluxo magnético $\mathbf{B}$.

Existem duas maneiras de resolver estas equações diferenciais: métodos analíticos e numéricos. Analiticamente, a equação é resolvida pelo método de separação de variáveis dentro de uma determinada região. A influência das fontes fora desta região de interesse é dada pelas condições de contorno. Em linhas gerais, as soluções obtidas por esse método só podem ser resolvidas para geometrias simples, por outro lado, as soluções numéricas podem ser usadas para geometrias mais complexas considerando tanto meios lineares como não lineares.

2.5.1 Equações Básicas dos Campos

Os fenômenos eletromagnéticos são descritos pelas equações de Maxwell, que são mostradas a seguir

- Lei de Gauss para o campo elétrico:

$$\nabla.\mathbf{D} = \rho \tag{2.3}$$

- Lei de Gauss para o campo magnético:

$$\nabla.\mathbf{B} = 0 \tag{2.4}$$

- Lei de Faraday:

$$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} \tag{2.5}$$

- Lei de Ampère:

$$\nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{J} + \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} \tag{2.6}$$

onde $\mathbf{E}$ é o campo elétrico, $\mathbf{H}$ é o campo magnético, $\mathbf{J}$ densidade de corrente, ρ é a densidade de carga. Em um meio linear e isotrópico valem as seguintes relações $\mathbf{B} = \mu\mathbf{H}$ e $\mathbf{D} = \varepsilon\mathbf{E}$. A densidade de corrente $\mathbf{J}$ é escrita como $\mathbf{J} = \sigma\mathbf{E}$ (lei de Ohm). Escreve-se também a lei de de conservação de carga, dada por

$$\nabla.\mathbf{J} + \frac{\partial \rho}{\partial t} = 0. \tag{2.7}$$

O tratamento dos problemas de correntes parasitas é baseado na solução de uma ou mais equações diferenciais derivadas das equações de Maxwell, assumindo-se, em geral, que o termo de densidade de corrente de deslocamento $\partial\mathbf{D}/\partial t$, em um meio condutor pode ser desprezado para as freqüências suficientemente baixas usadas nos problemas de correntes parasitas.

A Equação 2.4 é satisfeita automaticamente usando-se o potencial vetor $\mathbf{A}$, dado

por

$$\nabla \times \mathbf{A} = \mathbf{B} \tag{2.8}$$

Potenciais são funções auxiliares freqüentemente utilizadas para determinar as soluções dos campos eletromagnéticos. Mostra-se agora esses potenciais introduzindo a equação diferencial de Helmholtz para um meio linear,

$$\nabla(\nabla.\mathbf{F}) - \nabla \times \nabla \times \mathbf{F} + k^2\mathbf{F} = \nabla^2\mathbf{F} + k^2\mathbf{F} = 0 \tag{2.9}$$

O campo vetorial é unicamente determinado se as fontes são dadas por

$$\nabla.\mathbf{F} = S \tag{2.10}$$

e

$$\nabla \times \mathbf{F} = \mathbf{C}. \tag{2.11}$$

sendo

$$\nabla.\mathbf{C} = \nabla.(\nabla \times \mathbf{F}) = 0. \tag{2.12}$$

O vetor $\mathbf{F}$ como solução da Equação 2.9 pode ser dividido em duas partes, a longitudinal $\mathbf{F}_l$ e a transversal, $\mathbf{F}_t$:

$$\mathbf{F} = \mathbf{F}_l + \mathbf{F}_t \tag{2.13}$$

Para a parte longitudinal escreve-se:

$$\mathbf{F}_l = \nabla\psi. \tag{2.14}$$

A função ψ é um potencial escalar que satisfaz a relação $\nabla.(\nabla\psi) = S$. Para a parte transversal pode-se escrever:

$$\mathbf{F}_t = \nabla \times \mathbf{A}, \tag{2.15}$$

onde $\mathbf{A}$ é o potencial vetor. O campo total $\mathbf{F}$, na presença de ambas as fontes C e

S pode ser escrito como:

$$\mathbf{F} = \nabla\psi + \nabla \times \mathbf{A}. \tag{2.16}$$

As duas componentes são independentes uma da outra desde que

$$\nabla.(\nabla \times \mathbf{A}) = 0 \tag{2.17}$$

e

$$\nabla \times \nabla\psi = 0. \tag{2.18}$$

Da equação 2.5 e de 2.8, pode-se chegar a relação entre $\mathbf{E}$ e $\partial\mathbf{A}/\partial t$

$$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} = -\frac{\partial}{\partial t}(\nabla \times \mathbf{A}) = -\nabla \times \frac{\partial \mathbf{A}}{\partial t} \Leftrightarrow \nabla \times \left(\mathbf{E} + \frac{\partial \mathbf{A}}{\partial t}\right) = 0 \tag{2.19}$$

logo,

$$\mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{A}}{\partial t} - \nabla\psi \tag{2.20}$$

O uso de ψ e $\mathbf{A}$ permitem resolver um grande número de problemas. A seguir apresenta-se a formulação mais utilizada, conhecida como $A - \psi$. Nesta formulação, a densidade de fluxo magnético $\mathbf{B}$ e o campo elétrico $\mathbf{E}$ são dados em termos dos potenciais $\mathbf{A}$ e ψ, por 2.20 e 2.8, respectivamente. A Equação 2.6 (sem o termo $\partial\mathbf{D}/\partial t$) pode ser escrita como

$$\nabla \times \left(\frac{1}{\mu}\nabla \times \mathbf{A}\right) = \mathbf{J} \tag{2.21}$$

ou

$$\nabla \times \left(\frac{1}{\mu}\nabla \times \mathbf{A}\right) = -\sigma\left(\frac{\partial \mathbf{A}}{\partial t} + \nabla\psi\right) \tag{2.22}$$

sendo $\mathbf{J} = \mathbf{J}_e + \mathbf{J}_s$ dado por,

$$\mathbf{J}_e = -\frac{\partial A}{\partial t} \tag{2.23}$$

é o termo gerado pelas correntes parasitas, e

$$\mathbf{J}_s = -\sigma \nabla \psi \tag{2.24}$$

é o termo da densidade de corrente externa representando os efeitos eletrostáticos da densidades de cargas superficiais.

A Equação 2.22 governa os fenômenos associados às correntes parasitas e é utilizada na formulação de Cheng *et al.* [30] como será visto no Apêncice B.

Capítulo 3

Materiais e Métodos

Neste capítulo são apresentados os tipos de amostras utilizadas, bem como o método de eletrodeposição utilizado para fabricá-las. É feita uma descrição do sensor (bobina) e da metodologia do ensaio de correntes parasitas de multifreqüência desenvolvido para medidas de impedância e das técnicas aplicadas para caracterização da microestrutura. Duas simulações de correntes parasitas são apresentadas: uma analítica utilizando a solução de Cheng *et al.* [30] para medidas teóricas de impedância, bem como o método de inversão que utiliza este modelo empregado para estimar as espessuras dos revestimentos de níquel e níquel compósito e as propriedades efetivas elétricas e magnéticas dos revestimentos de níquel compósito para serem relacionadas com as frações volumétricas de partículas incorporadas determinadas por microscopia; a outra simulação numérica, usando método de elementos finitos (FEM) através do software FEMLAB (Comsol Ltd.) estudou-se o comportamento qualitativo das correntes parasitas nos materiais utilizados.

3.1 Materiais

Para alcançar o objetivo de caracterização não destrutiva de revestimentos de níquel compósito (Ni-SiC), algumas perguntas devem ser respondidas:

- Qual a influência do substrato nas medidas de correntes parasitas?
- Qual a sensibilidade da técnica de correntes parasitas com relação a variação de espessura?
- A técnica consegue diferenciar revestimentos de níquel sem partículas e níquel compósito?
- A técnica é eficaz na discriminação de revestimentos compósitos com diferentes quantidades de partículas?
- Existe sensibilidade com relação ao tamanho e a distribuição de partículas nos depósitos?

Para responder a essas perguntas, inicia-se o estudo através da escolha dos substratos (metal base), no intuito de saber qual a influência nas medidas de correntes parasitas (seja ele magnético ou não). Utiliza-se, portanto, substratos de cobre (não magnético) e de aço baixa liga SAE 4340 (magnético). Foram confeccionados corpos de prova planos e cilíndricos de aço e cobre, com diâmetros de 35mm e espessuras de 5mm. A espessura do substrato deve ser sempre muito maior do que a penetração das correntes parasitas para que não interfira nas medidas através de efeitos de borda, simplificando assim o problema teórico com a aproximação de um plano semi-infinito como será visto na seção 3.5.

Foram depositados revestimentos de níquel puro (referência) com três espessuras, obtidos através de diferentes tempos de deposição (30, 60 e 120 minutos) nos dois tipos de substratos. A deposição é feita com densidade de corrente de 20 mA/cm^2 e velocidade de rotação do eletrodo de 500 rpm. A Tabela 3.1 mostra os tipos de depósitos obtidos. As respectivas espessuras de cada revestimento serão quantificadas no capítulo 4.

Tabela 3.1: Amostras com revestimentos de níquel sem partículas.

Substrato	Revestimento	Quantidade e Tempo de deposição	Nomenclatura
Aço 4340	Níquel Puro	5 de 30 min	NiT30A1 até NiT30A5
		5 de 60 min	NiT60A1 até NiT60A5
		5 de 120 min	NiT120A1 até NiT120A5
Cobre	Níquel Puro	3 de 30 min	NiT30A6 até NiT30A9
		3 de 60 min	NiT60A6 até NiT60A9
		3 de 120 min	NiT120A6 até NiT120A9

Em seguida, para obter depósitos de níquel com incorporação de micropartículas de carbeto de sílicio (tamanho médio de 0.1 a 1 μm) com diferentes distribuições e quantidades, foram feitas amostras com revestimentos de níquel compósito, sem variação de espessura em substrato de aço. Para isto é utilizado o mesmo banho de níquel, sendo que agora com a inserção de partículas com uma concentração de 50g/l. São usadas diferentes condições de deposição, ou seja, variando-se a densidade de corrente (i_{dep}) e a velocidade de rotação do eletrodo (ω_{dep}), como mostra a Tabela 3.2.

Tabela 3.2: Revestimentos de Ni-SiC obtidos com diferentes condições de deposição com mesma espessura em substratos de aço.

Revestimentos de Ni/SiC em substrato de aço			
i_{dep} (mA/cm^2)	ω_{dep}(rpm)	Quantidade e Tempo de deposição	Nomenclatura
20	100	3 de 60 min	NiSiCV100A1 até NiSiCV100A3
20	300	3 de 60 min	NiSiCV300A1 até NiSiCV300A3
20	500	3 de 60 min	NiSiCV500A1 até NiSiCV500A3
20	700	3 de 60 min	NiSiCV700A1 até NiSiCV700A3
10	500	3 de 120 min	NiSiCI10A1 até NiSiCI10A3
50	500	3 de 24 min	NiSiCI50A1 até NiSiCI50A3
100	500	3 de 12 min	NiSiCI100A1 até NiSiCI100A3

Por último, são obtidos os revestimentos de níquel compósito com diferentes espessuras, seguindo os mesmo tempos de deposição realizados com os depósitos de níquel puro e as mesmas condições de deposição (densidade de corrente de 20 mA/cm^2, velocidade de rotação do eletrodo de 500 rpm e com uma concentração

de partículas no banho de 50g/l). Espera-se que mantendo as mesmas condições de deposição, a quantidade de partículas adicionadas nos depósitos seja a mesma. A Tabela 3.3 contém os diferentes tipos de revestimentos, bem como suas quantidades.

Tabela 3.3: Revestimentos de Ni-SiC com diferentes espessuras.

Substrato	Revestimento	Quantidade e Tempo de deposição	Nomenclatura
Aço 4340	Ni/SiC	3 de 30 min	NiSiCT30A1 até NiSiCT30A3
		1 de 45 min	NiSiCT45A1
		3 de 60 min	NiSiCT60A1 até NiSiCT60A3
		1 de 90 min	NiSiCT90A1
		3 de 120 min	NiSiCT120A1 até NiSiCT120A3

3.2 Eletrodeposição

Processo de obtenção dos revestimentos de níquel puro e compósito foi realizado no Laboratório de Corrosão do PEMM/COPPE/UFRJ. A preparação dos substratos consiste em embuti-los com resina epoxy de maneira que somente a seção reta fique exposta exposta ao banho, isolando as bordas. Esta superfície foi lixada com lixas do grão 100 até a de grão 1000, em seguida é feita limpeza alcalina dos substratos com um tempo de 10 min em NaOH + 0.1 g/l lauril sulfato de sódio a 80^oC e finalizando com da decapagem dos substratos de aço em HCl 12% e substrato de cobre em HNO_3 30%, ambos com tempos de 1 min e na temperatura ambiente.

O dispositivo para eletrodeposição consiste de um recipiente em vidro (400 ml) chamado de célula eletroquímica, dentro da qual são imersos eletrodo de trabalho de disco rotatório (catodo), onde o material desejado é depositado e o contra eletrodo (anodo) feito de uma rede cilíndrica de platina. Os eletrodos estão conectados a um potenciostato modelo PG-09 da Omnimetra Instruments. Este potenciostato possui um módulo de trabalho que pode operar como galvanostato (controlando corrente) ou potenciostato (controlando voltagem) entre os eletrodos de trabalho e o contra-eletrodo. Neste trabalho utiliza-se o modo galvanostático.

Um sistema de agitação magnética permite manter as partículas em suspensão e movimentá-las em direção ao cátodo, conforme pode ser visto na Figura 3.1. A eletrodeposição foi efetuada a uma densidade de corrente de 20 mA/cm^2 e com velocidade de rotação do eletrodo de 500 rpm.

As eletrodeposições foram feitas a corrente contínua sobre um eletrodo de disco rotatório de aço ou cobre com área de $7.1cm^2$ a partir de um banho de Watts contendo 240g/l de $NiSO_46H_2O$, 60g/l de $NiCl_26H_2$, 20g/l de H_3BO_3, 6.8 ml de ácido Acético, 0.2g/l de lauril sulfato de sódio e concentração de 50g/l de partículas de SiC com tamanho médio de 0.1 a 1 μm, com pH 4 e temperatura de ambiente. O procedimento que antecede a eletrodeposição consiste primeiramente em colocar a solução por 1 hora no ultra-som e depois mantê-la em agitação magnética por duas horas.

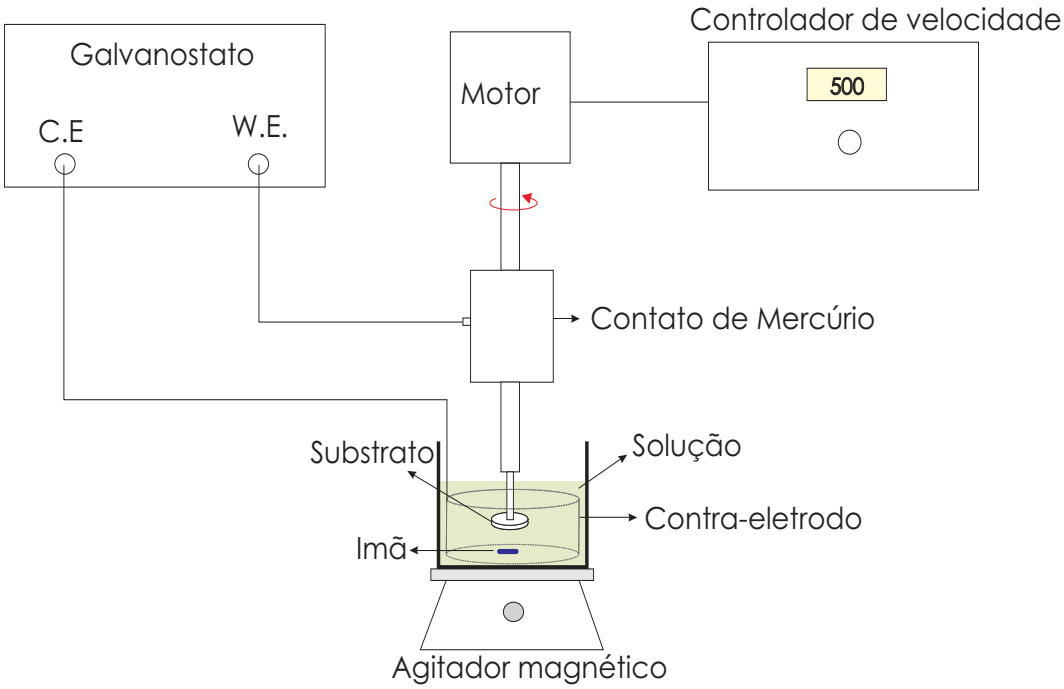

Figura 3.1: Esquema mostrando o método de eletrodeposição.

3.3 Ensaio de Correntes Parasitas

O esquema experimental e o método de medição por correntes parasitas serão

descritos nesta seção. O aparato para realização deste método é mostrado na Figura 3.2. As medidas de impedância foram realizadas com um analisador de impedância 4194A (100Hz - 40 MHz) da HP em colaboração com o Instituto de Pesquisas da Marinha.

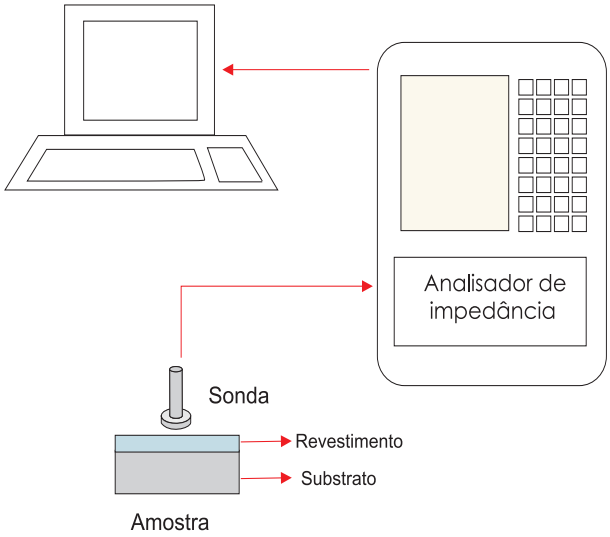

Figura 3.2: Esquema mostrando o ensaio utilizando um analisador de impedância para caracterização de revestimentos.

A bobina utilizada nos ensaios é um dos tópicos mais importante. Como é sabido, a escolha das sondas depende de uma série de fatores, como resolução, intensidade de sinal e freqüência. Como fontes de campo, os sensores são em geral bobinas, sendo que as bobinas não medem campo magnético, e sim a taxa de mudança do fluxo que passa por ela. Neste trabalho utiliza-se uma bobina de núcleo de ar (Figura 3.3). A grande maioria dos resultados encontrados na literatura mostram que os ensaios feitos com pequenas bobinas de núcleo de ar para caracterizar revestimentos micrométricos têm sido amplamente utilizados e aceitos [28,31], uma vez que também facilita a modelagem numérica.

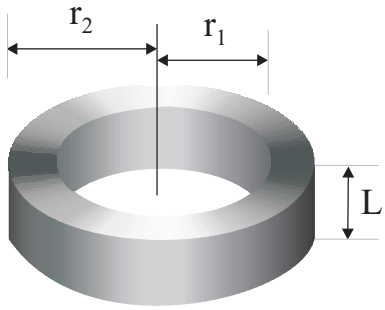

Figura 3.3: Geometria e dimensões de uma bobina com núcleo de ar usada nos ensaios de CP.

É especialmente complexa a escolha de qual a melhor bobina para determinada inspeção. Tradicionalmente, a indutância é um critério utilizado para determinar a sensibilidade da sonda. Bobinas com alta indutância possuem maior sensibilidade no teste de correntes parasitas. De um modo geral, a optimização das bobinas é baseada no conceito de *skin depht* que informa até que ponto os campos penetram no material [84]. Assim, uma sonda maior é mais eficiente para inspeção em metais com espessura maior, e para metais de pequena espessura, como é o caso tratado aqui, uma vez que utiliza-se revestimentos de espessuras da ordem de dezenas de μm, deve-se utilizar sondas menores, de tal modo que aumente a resolução cobrindo pequenas áreas. A bobina utilizada para os ensaios possui os seguintes parâmetros mostrados na Tabela 3.4:

Tabela 3.4: Parâmetros da bobina.

Parâmetros da bobina	
r_1	1.3mm
r_2	3.1mm
l_1	0.42mm
l_2	2.9mm
N	280

A técnica proposta foi avaliada em todas as amostras descritas na seção 3.1 [1], a resposta é dada pela mudança de impedância em função da freqüência induzida na bobina colocada na superfície das amostras. As medidas de impedância são feitas de

[1]Excluindo apenas as amostras NiSiCT45A1 e NiSiCT90A1 (Tabela 3.3) que foram utilizadas no propósito de investigar o comportamento da taxa de incorporação em função do tempo de deposição, como será visto na seção 4.2.1.

1kHz a 1MHz espaçadas de 1kHz, resultando em 1001 pontos. As impedâncias são obtidas na presença dos substratos com recobrimento (Z_{rev}) e nos substratos sem recobrimento (Z_{sub}). A diferença das duas impedâncias, $\Delta Z = Z_{\text{rev}} - Z_{\text{sub}}$ é feita para cada freqüência.

É possível fazer uma varredura automática em uma faixa de freqüências escolhida com um analisador de impedância. Tirou-se a média de 5 medidas em regiões diferentes das amostras próximas ao centro, evitando efeitos de borda e de variações sinificativas de espessura que são obtidas em amostras cilíndricas durante o processo de eletrodeposição, devido a não homogeneidade da distribuição de corrente.

A bobina é conectada ao analisador de impedância, sendo a mesma colocada em um suporte que fixa a bobina a uma distância da superfície da amostra, de modo que possa reproduzir a mesma situação todas as amostras. As impedâncias são obtidas na presença dos substratos com recobrimento e nos substratos sem recobrimento. A diferença das duas impedâncias, ΔZ é feita para cada freqüência, conforme a Figura 3.4.

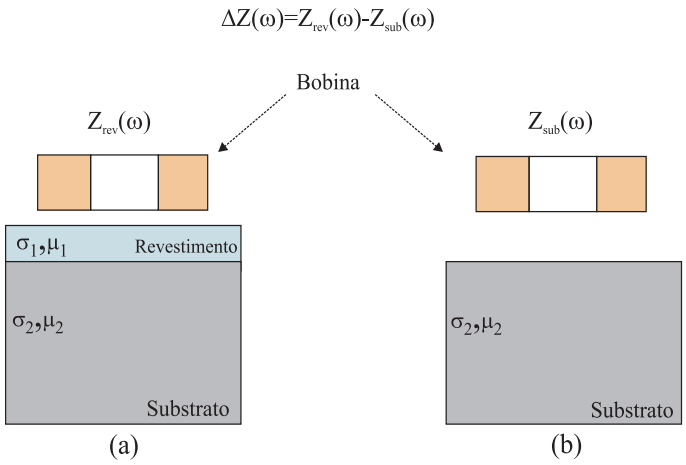

Figura 3.4: Representação esquemática da metodologia do ensaio de correntes parasitas, em (a) $Z_{\text{rev}}(\omega)$ da bobina é obtida na presença dos substratos com recobrimento e em (b) sinal de referência $Z_{\text{sub}}(\omega)$ da bobina é obtida com substratos sem recobrimento.

As medidas de impedância serão comparadas com a teoria de Cheng *et al.* [30], que idealiza as medidas assumindo a capacitância da bobina como nula. Entretanto, nas medidas existe o efeito de capacitância da bobina que pode alterar os sinais medidos em freqüências mais altas. Este desvio do comportamento ideal deve ser levado em conta caso se queira um bom acordo entre a teoria e o experimento em mais altas freqüências. Harrison *et al.* [85] introduziram uma correção dos efeitos de capacitância nas medidas de impedância. Todas as medidas aqui feitas foram corrigidas usando este método.

Os dados de impedância são corrigidos da seguinte maneira: a impedância da bobina Z_A é medida ao ar sobre a faixa de freqüência de interesse; os valores DC de resistência R_0 e de indutância L_0 são determinados no limite de baixa freqüência e usados para calcular a admitância ideal

$$Y_0(\omega) = 1/Z_0 = 1/(R_0 + j\omega L_0) \tag{3.1}$$

que é subtraído da admitância ao ar $Y_A(\omega) = 1/Z_A$ resultando na admitância ideal,

$$Y_P(\omega) = Y_A(\omega) - Y_0(\omega). \tag{3.2}$$

Em seguida, mede-se a impedância Z_U medida sobre o substrato. A admitância ideal mostrada na equação 3.2 é subtraída da admitância Y_U dando o valor correto da impedância,

$$Z^U_{corr} = \frac{1}{Y_U - Y_P}, \tag{3.3}$$

sendo a mudança de impedância para a amostra de referência é obtida a partir de

$$\Delta Z^U_{corr} = Z^U_{corr} - Z_0. \tag{3.4}$$

Usando a mesma lógica para amostras com revestimento, o valor corrigido é dado por

$$\Delta Z^R_{corr} = \frac{1}{Y_R - Y_P} - \frac{1}{Y_U - Y_P}. \tag{3.5}$$

3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura

Após a obtenção das amostras e medição da impedância pela técnica de correntes parasitas, foi feita a caracterização microestrutural das amostras através da microscopia eletrônica de varredura (MEV).

A observação das seções longitudinais forneceu informações sobre a morfologia da superfície e transversais (perpendicular à superfície do revestimento) para as informações relevantes como, a espessura de revestimentos, e para o caso dos revestimentos compósitos, a fração volumétrica, tamanho e número de partículas incorporadas por unidade de área, com o auxílio do aplicativo Image-Pro® versão 4.5.029, produzido pela Media Cybernetics.

A técnica para se calcular a fração volumétrica das partículas incorporadas no revestimento por microscopia basea-se na equivalência estatística de concentrações de elementos no material entre a área e o volume [2]. Foram colhidas 20 imagens, obtidas no modo de elétrons retroespalhados. O procedimento consiste de:

- Calibração da imagem utilizando a sua barra micrométrica como referência;
- Balanceamento da imagem;
- Medida da área total do revestimento;
- Ajuste dos níveis de cinza para seleção exclusiva das partículas incorporadas no revestimento;
- Divisão da área ocupada pelas partículas pela área total do revestimento, onde foi calculada a sua média nas 20 imagens de cada revestimento e o desvio padrão que foi utilizado como estimativa do erro.

Para as medidas de distribuição, estima-se o tamanho médio das partículas e a contagem do número de partículas por μm^2, sendo realizada a média e o desvio padrão para ser utilizado como estimativa do erro.

As estapas da preparação metalográfica para fazer as observações das seções transversais dos depósitos são mostradas na Figura 3.5. As bordas das amostras

foram cortadas para que pudessem caber na forma da máquina de embutir e de forma que pudessem ficar fixas na posição vertical como mostra a Figura 3.5. O embutimento foi feito com PROBEMET da empresa Buehler® que possui uma formulação ideal para preservar as bordas do revestimento, tanto durante o corte como durante o polimento pela sua elevada dureza, sendo ideal para MEV pois é condutor. Após o embutimento, as amostras foram cortadas na região central e em seguida submetidas a um processo de polimento. Por último as amostras com substratos de aço passaram por ataques químicos de Nital 1% por cerca de de 10 segundos e as amostras com substratos de cobre por cloreto férrico solução aquosa a 5% por cerca de 10 segundos.

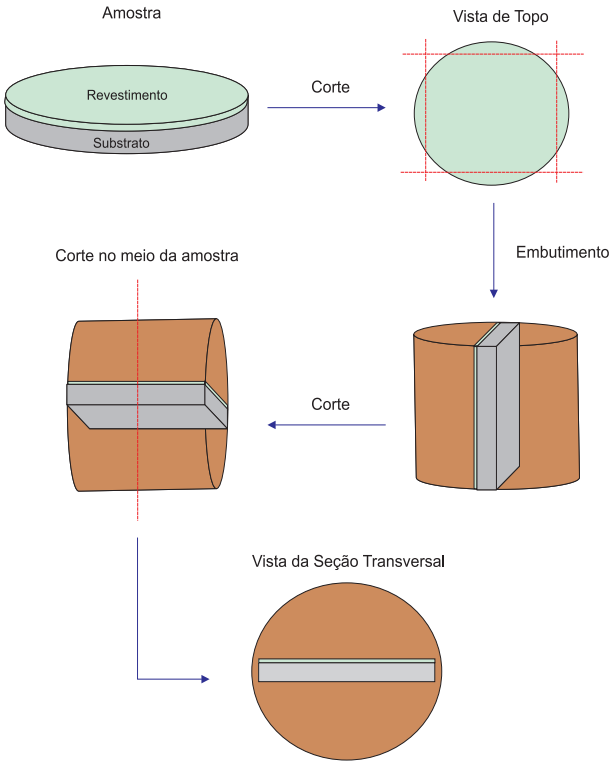

Figura 3.5: Etapas da preparação metalográfica que precedem o polimento.

3.5 Modelo para o Cálculo da Impedância

O método empregado para simular a impedância de uma sonda cilíndrica com núcleo de ar próxima a um metal semi-infinito revestido com uma camada metálica pode ser obtido utilizando a solução analítica para bobinas perto de arranjos de condutores usando a solução de Dodd and Deeds [29]. Em seguida, Cheng *et al.* [30] estendeu o modelo para o caso onde o revestimento e/ou o substrato possa ser magnético. O desenvolvimento do modelo é apresentado no Apêncice B. De acordo com os princípios do teste de correntes parasitas, uma vez que as propriedades elétricas do material (condutividade elétrica e permeabilidade magnética) e a geometria da sonda são determinadas, a impedância elétrica da sonda pode ser calculada de acordo com as soluções eletromagnéticas.

A Figura 3.6 mostra o diagrama esquemático do modelo proposto para estudo. A condutividade elétrica e permeabilidade magnética do revestimento são dadas por σ_1 e μ_1 e do substrato por σ_2 e μ_2, respectivamente. A espessura do revestimento é denotada por c. A base da bobina está a uma altura l_1 da superfície e a parte de cima da bobina está a uma distância $z = l_2$ da superfície, e o comprimento da bobina é $L = l_2 - l_1$. Os parâmetros da bobina são o número de voltas N, o raio interno r_1, o raio externo r_2 e o comprimento L. A espessura do substrato é sempre muitas vezes maior que a profundidade de penetração padrão, portanto neste cálculo teórico pode-se aproximar o substrato a um plano semi-infinito.

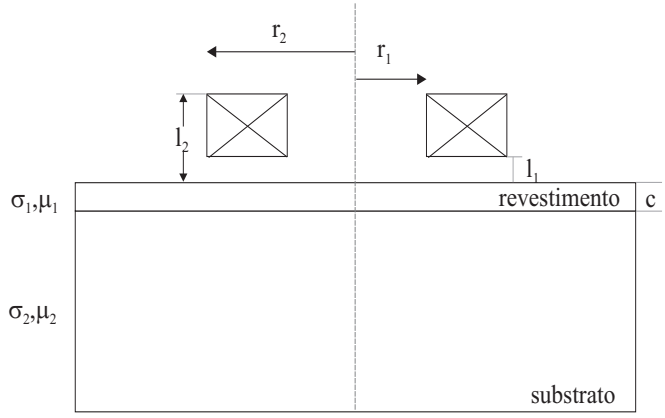

Figura 3.6: Diagrama esquemático do modelo.

A impedância da bobina sobre um metal semi-infinito revestido com uma camada metálica é dada por [31]

$$Z_{\text{rev}}(\omega) = Kj\omega \int_0^{\infty} \frac{P^2(r_2, r_1)}{\alpha^5} \left\{ 2L + \frac{1}{\alpha} \left[2e^{-\alpha L} - 2 + A(\alpha)\phi(\alpha) \right] \right\} d\alpha \tag{3.6}$$

onde

$$K = \frac{\pi \mu_0 N^2}{(l_2 - l_1)^2 (r_2 - r_1)^2} \tag{3.7}$$

$$P^2(r_2, r_1) = \int_{\alpha r_1}^{\alpha r_2} x J_1(x) dx \tag{3.8}$$

$$A(\alpha) = \left[e^{-\alpha l_2} - e^{-\alpha l_1} \right]^2 \tag{3.9}$$

$$\phi(\alpha) = \frac{(\alpha\mu_1 + \alpha_1\mu_0)(\alpha_1\mu_2 - \alpha_2\mu_1) + (\alpha\mu_1 - \alpha_1\mu_0)(\alpha_2\mu_1 + \alpha_1\mu_2) e^{2\alpha_1 c}}{(\alpha\mu_1 - \alpha_1\mu_0)(\alpha_1\mu_2 - \alpha_2\mu_1) + (\alpha\mu_1 + \alpha_1\mu_0)(\alpha_2\mu_1 + \alpha_1\mu_2) e^{2\alpha_1 c}} \tag{3.10}$$

$$\alpha_i \equiv \sqrt{\alpha^2 + j\omega\mu_i\sigma_i} \tag{3.11}$$

sendo J_1 a função de Bessel do primeiro tipo e primeira ordem, μ_0 é a permeabilidade do vácuo, ω é a freqüência angular e α é uma constante de separação.

Diversas medidas experimentais utilizando correntes parasitas são feitas com a diferença entre duas medidas de impedância, uma delas conhecida como referência. A referência pode ser a sonda sobre de um metal de referência (substrato sem revestimento) ou uma sonda no ar, ou seja, afastada de qualquer metal. Com isto pode-se definir a impedância da bobina sobre um substrato sem revestimento usando

$\sigma_1 = \sigma_2$,

$$Z_{\text{sub}}(\omega) = Kj\omega \int_0^\infty \frac{P^2(r_2, r_1)}{\alpha^5} \left\{ 2L + \frac{1}{\alpha} \left[2e^{-\alpha L} - 2 + A(\alpha) \frac{(\alpha\mu_2 - \alpha_2\mu_0)}{(\alpha\mu_2 + \alpha_2\mu_0)} \right] \right\} d\alpha. \tag{3.12}$$

A impedância da bobina no ar pode ser obtida usando $\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha$, escrita como

$$Z_{\text{ar}}(\omega) = Kj\omega \int_0^\infty \frac{P^2(r_2, r_1)}{\alpha^5} \left\{ 2L + \frac{1}{\alpha} \left[2e^{-\alpha L} - 2 \right] \right\} d\alpha. \tag{3.13}$$

No caso em que é escolhido o substrato sem revestimento como referência escreve-se a diferença de impedância $\Delta Z = Z_{\text{rev}} - Z_{\text{sub}}$ como,

$$\Delta Z(\omega) = Kj\omega \int_0^\infty \frac{P^2(r_2, r_1)}{\alpha^6} A(\alpha) \left\{ \phi(\alpha) + \frac{(\alpha\mu_2 - \alpha_2\mu_0)}{(\alpha\mu_2 + \alpha_2\mu_0)} \right\} d\alpha. \tag{3.14}$$

Estas equações foram simuladas utilizando a linguagem Fortran. Uma comparação entre as curvas obtidas por Dodd e Deeds [29] e a simulação em Fortran é feita para validação do código feito em Fortran, vista na Figura 3.7. A impedância da bobina (Equação 3.14) é obtida fazendo $\mu = \mu_0$ para todos os materiais e é normalizada pelo raio médio da bobina $\bar{r} = (r_1 + r_2)/2$. A impedância também é normalizada pela impedância no ar (Equação 3.13). A Figura 3.7 mostra a resistência versus reatância. Verifica-se um bom acordo entre os resultados. Para reproduzir as curvas foram utilizados as dimensões e propriedades descritas pelos autores mostradas nas Tabelas 3.5.

Tabela 3.5: Parâmetros da bobina, propriedades do material e freqüência de excitação utilizados por [29].

Parâmetros da bobina	
$r_1/\bar{r}$	0.8333
$r_2/\bar{r}$	1.1667
$l_1/\bar{r}$	0.0476
$l_2/\bar{r}$	0.3809

Propriedades	
substrato 1, $\omega\mu_0\sigma_1\bar{r}^2$	40.00
substrato 2, $\omega\mu_0\sigma_2\bar{r}^2$	24.66
revestimento, $\omega\mu_0\sigma_c\bar{r}^2$	77.05
c=$\frac{\text{espessura do revestimento}}{\bar{r}}$	0 a 0.30

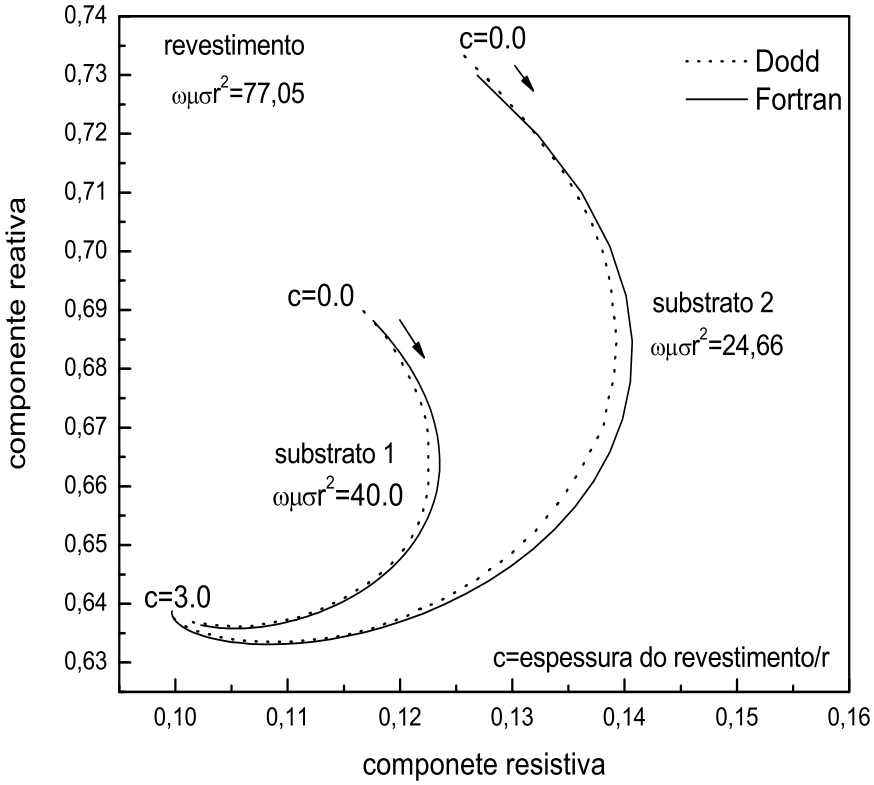

Figura 3.7: Comparação entre as curvas obtidas por Dodd e Deeds [29] (linhas pontilhadas) e a simulação em Fortran (linhas cheias), mostrando a variação da impedância normalizada com a espessura do revestimento.

3.5.1 Método de Inversão

O método de inversão é usado para obter quantativamente a espessura ou a condutividade elétrica e a permeabilidade magnética de revestimentos. O método é baseado na comparação entre os valores de impedância experimentais ΔZ_{exp} e teóricos ΔZ_{teo} obtidos através da Equação 3.14.

O procedimento para estimar a espessura de revestimentos consiste em simular a Equação 3.14 (na mesma faixa de freqüência que a curva experimental foi obtida) para vários valores de espessuras. Para isto é necessário conhecer os parâmetros da bobina, a condutividade elétrica e a permeabilidade magnética do revestimento e do substrato. Comparam-se as curvas teóricas $\Delta Z \times$ *freqüência* (para várias espessuras) com a experimental através da Equação 3.15. Esta equação determina o desvio entre a curva experimental e a curva simulada. A curva teórica que apresenta o menor desvio Q em relação a experimental determina a espessura estimada pelo método de inversão. Este procedimento pode ser visto na Figura 3.8.

$$Q \equiv \sum_{i=1}^{N} (\text{Real}\Delta Z_{\text{teo}} - \text{Real}\Delta Z_{\text{exp}})^2 \tag{3.15}$$

sendo que calculou-se o valor de Q utilizando a componente resistiva das medidas de impedância. Conforme [27], esta componente é a menos afetada pelas incertezas da geometria da bobina. A soma é dada por um conjunto de N freqüências, que no caso foi escolhido sendo $N = 50$.

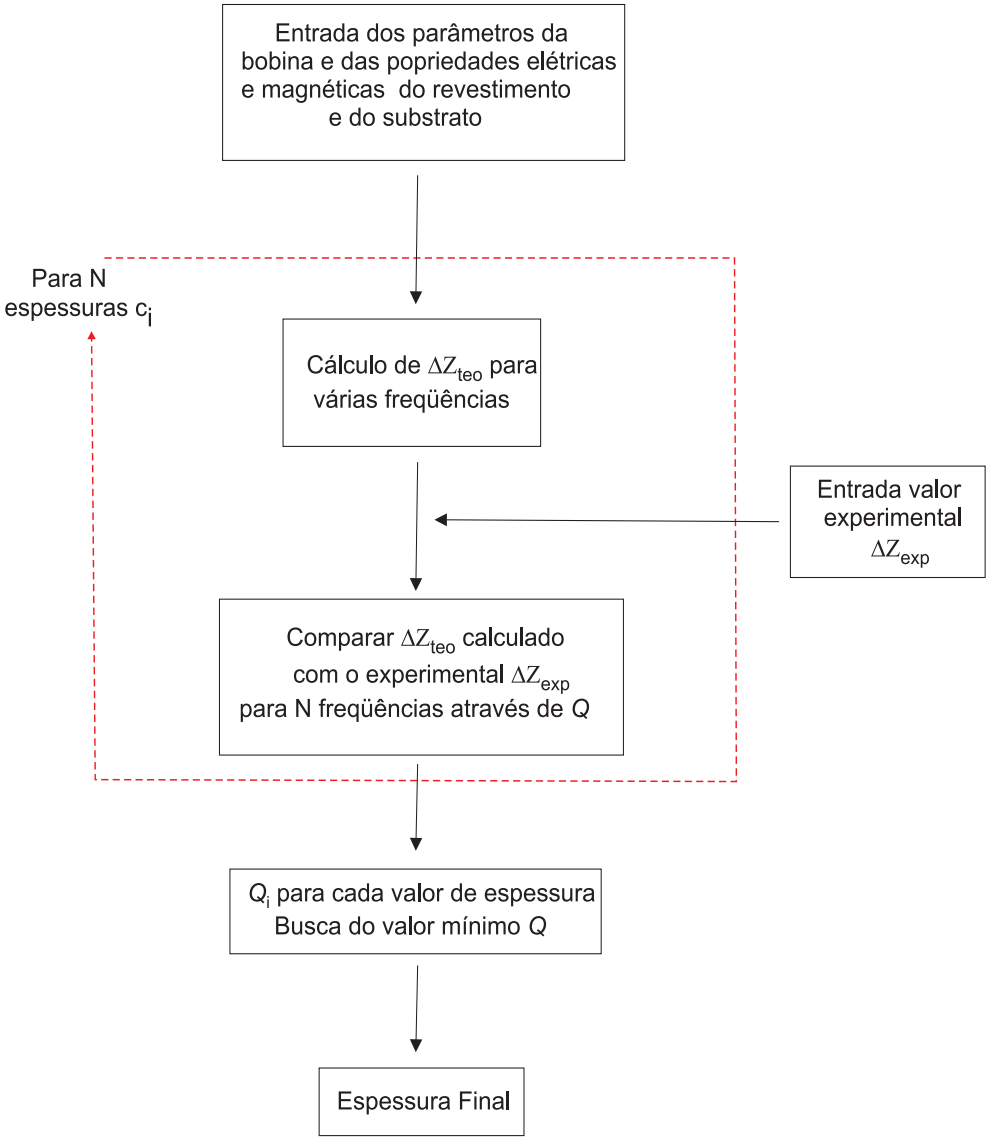

Figura 3.8: Metodologia de inversão para estimar a espessura dos revestimentos.

O mesmo método é realizado para buscar a condutividade elétrica e permeabilidade magnética dos revestimentos compósitos, uma vez que a espessura destes revestimentos é conhecida.

Já é bem demonstrado na literatura que as propriedades elétricas e magnéticas são fortemente dependentes das concentrações de diferentes fases nos materiais [39]. Utilizando este raciocínio, é feita a mesma analogia para os revestimentos de Ni-SiC uma vez que é sabido que a inserção de partículas não condutoras e não magnéticas (SiC) em uma matriz metálica e magnética (no caso níquel) irá afetar a condutividade elétrica e a permeabilidade magnética, de forma que espera-se que com

o aumento da densidade relativa de SiC ocorrerá a redução tanto a condutividade elétrica como a permeabilidade magnética, conforme visto em [22–24].

No modelo de Cheng *et al.* [30], tanto o revestimento como o substrato devem ser assumidos homogêneos e com propriedades lineares, já que são feitas estas aproximações durante o desenvolvimento das equações que governam o fenômeno de correntes parasitas, obtendo assim uma solução analítica para a impedância (Apêndice B). Logo, para fazer as estimativas de condutividade elétrica e permeabilidade magnética utilizando o modelo proposto é necessário assumir que o revestimento é homogêneo, Figura 3.9, com propriedades efetivas. Esta aproximação é extremamente utilizada na literatura para compósitos, ou seja, considera-se que o compósito com diferentes fases, cada uma possuindo propriedades elétricas e magnéticas distintas, ao ser colocado em um campo magnético/elétrico externo possui o mesmo efeito causado por um objeto de idêntica geometria só que agora com uma permeabilidade magnética e condutividade elétrica efetivas dependentes das propriedades das fases constituintes e da fração volumétrica destas [39].

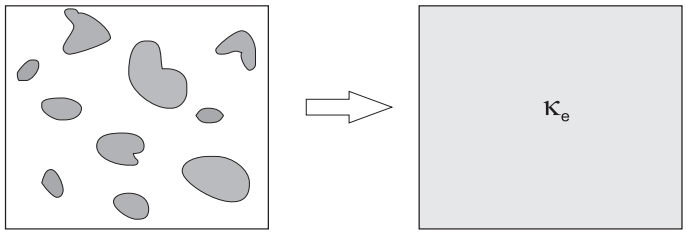

Figura 3.9: Um esquema de um material heterogêneo com duas fases randômicas (esquerda) e a aproximação de um material homogêneo com propriedade efetiva κ_e (direita).

3.6 Modelo de Elementos Finitos

3.6.1 Correntes Parasitas

O modelo de elementos finitos foi inicialmente introduzido no trabalho visando simular os resultados de impedância experimental da mesma forma que o método analítico de Cheng *et al.* [30]. O uso de elementos finitos para se calcular a impedância de uma bobina em um teste de correntes parasitas não é muito freqüente, uma vez que discrepâncias entre as medidas experimentais e numéricas são bastante comuns. Sheng-Feng Wang [86] não conseguiu reproduzir as impedâncias experimentais de [31], embora tenha conseguido reproduzir qualitativamente os seus comportamentos. Para calcular a impedância da bobina $Z = ((\omega L)^2 + R^2)^{0.5}$ pelo método de elementos finitos, a componente indutiva L pode ser obtida usando a energia magnética W_m através da relação [87]

$$L = 2W_m/I^2, \tag{3.16}$$

já a componente R que representa os efeitos de perda de energia devido as correntes parasitas da amostra, que pode ser obtida através da energia dissipada P

$$R = P/I^2. \tag{3.17}$$

Sendo que estas aproximações dificilmente conseguem reproduzir os resultados experimentais sem que seja feito algum método de calibração [87]. Em frente a esta limitação, decidiu-se utilizar esta simulação de forma puramente qualitativa para descrever a densidade de correntes parasitas levando em consideração revestimentos de níquel em substratos de aço e cobre para diferentes freqüências. Para isto utiliza-se o software comercial FEMLAB (COMSOL, version3.3) que apresenta um módulo eletromagnético [88].

A variável dependente é a componente azimutal do potencial vetor $\mathbf{A}$, que obe-

dece a relação:

$$j\omega\sigma A_\varphi + \nabla\left(\frac{1}{\mu}\right) \times (\nabla \times A_\varphi) = J^e_\varphi \tag{3.18}$$

onde ω é a freqüência angular, σ a condutividade elétrica, μ a permeabilidade magnética, ε a permissividade e J^e_φ é a densidade de corrente devido a uma fonte externa. Sendo a corrente I dada por:

$$\int_S \mathbf{J}^e_\varphi . d\mathbf{s} = I \tag{3.19}$$

A densidade de correntes parasitas é calculada da seguinte forma

$$J_{ind} = -j\omega\sigma A_\varphi . \tag{3.20}$$

Será apresentado o comportamento da densidade de correntes parasitas em função da espessura do material para diversas freqüências. Mostra-se agora os passos mais importantes para montar o problema:

1º PASSO: Para o problema em questão, utiliza-se o módulo AC/DC, escolhendo trabalhar com correntes induzidas azimutais em duas dimensões (2D) com simetria axial (harmônico no tempo), Figura 3.10

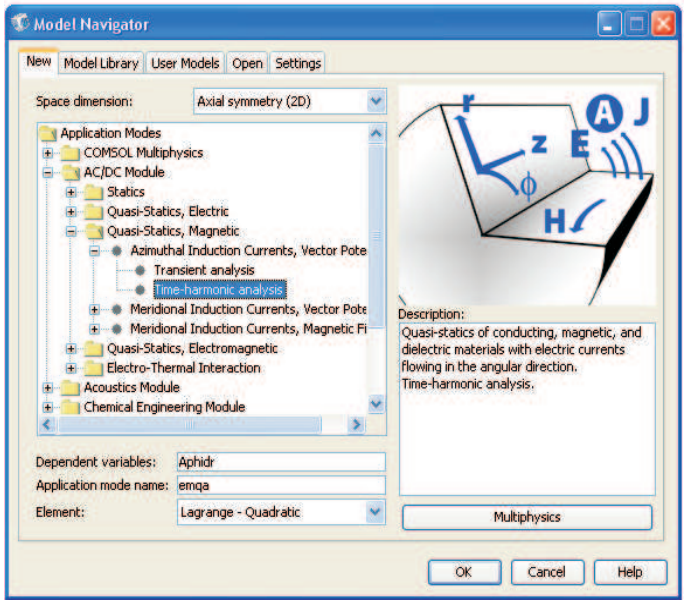

Figura 3.10: Escolha do módulo de trabalho.

2º PASSO: Montar o esquema: desenhar a bobina, o revestimento e o substrato. Cada uma dessas regiões é chamada de subdomínio. O eixo horizontal representa o eixo r, e o vertical o eixo z no plano rz em coordenadas cilíndricas, Figura 3.11

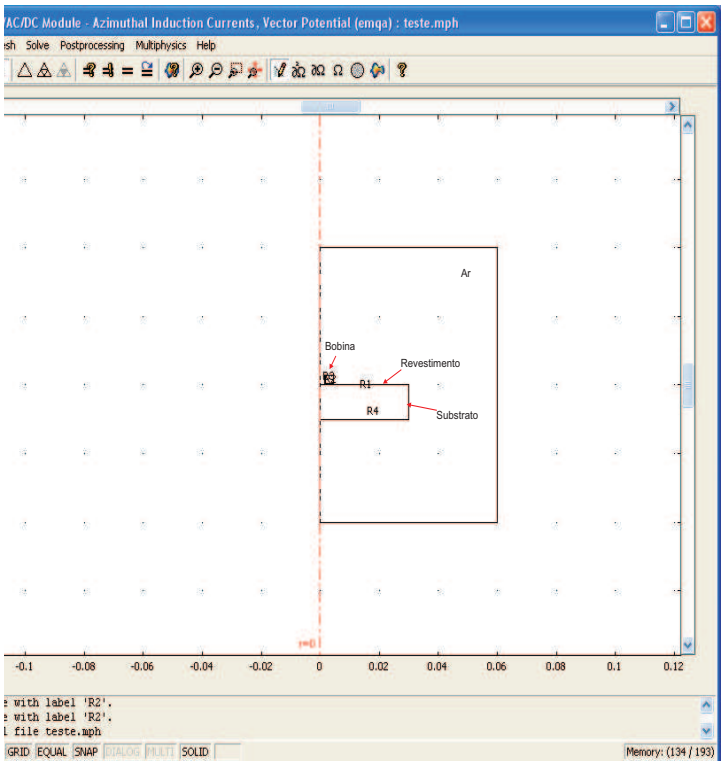

Figura 3.11: Montagem do problema.

3º PASSO: Especificar as propriedades magnéticas e elétricas de cada subdomínio, bem como a densidade de corrente externa do subdomínio que representa a bobina, Figura 3.12.

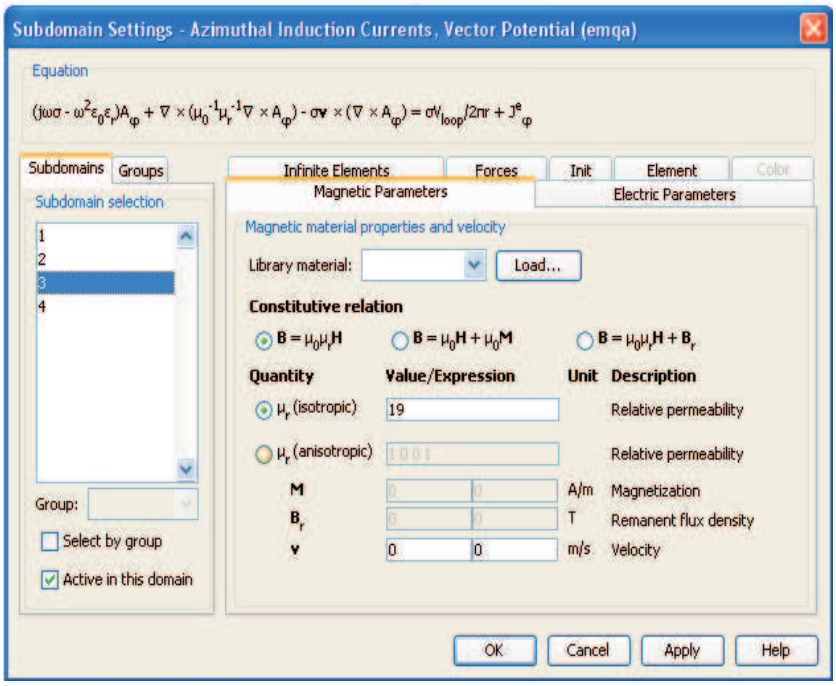

Figura 3.12: Inserção das propriedades magnéticas e elétricas de cada subdomínio.

4º PASSO: Colocar as condições de contorno do problema, Figura 3.13.

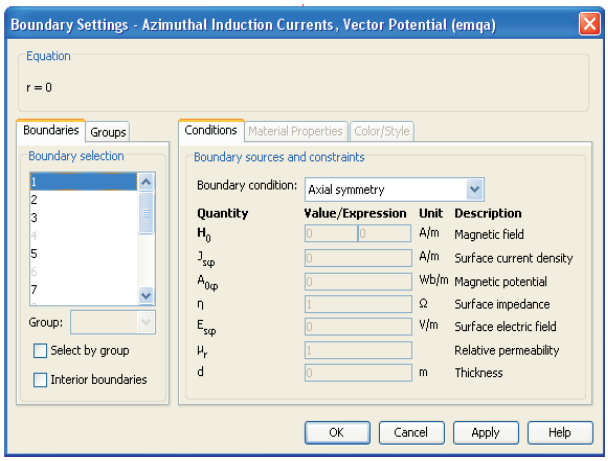

Figura 3.13: Escolha das condições de contorno do problema.

5º PASSO: Escolher as variáveis escalares. Como o problema requer a freqüência variável, ao invés de escolher um valor para a freqüência na janela *Application Scalar Variables*, cria-se uma variável chamada "freq", onde na janela *solver parameters* escolhe-se a freqüência inicial, final e números de *steps*, visto como *linespace*(100000,1000000,10), Figura 3.14.

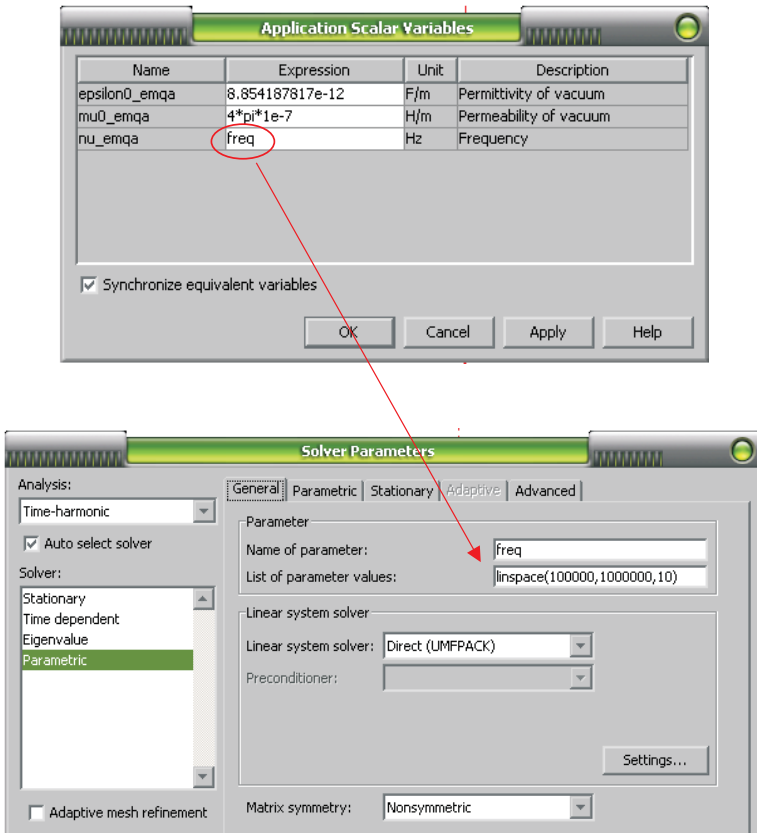

Figura 3.14: Escolha das variáveis escalares.

6º PASSO: Cria-se a malha adaptativa, refinando-a principalmente na região do revestimento, Figura 3.15.

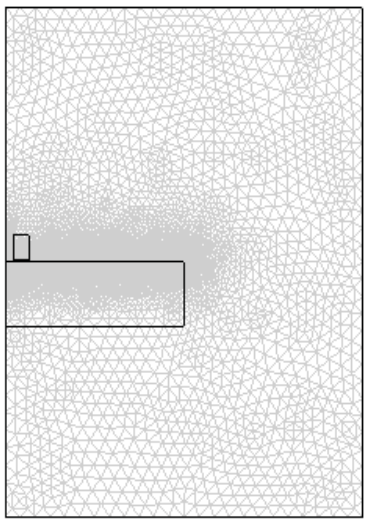

Figura 3.15: Criação da malha.

Capítulo 4

Resultados

Neste capítulo são apresentados os resultados de microscopia eletrônica de varredura, da técnica de correntes parasitas e os resultados numéricos, um utilizando o modelo analítico para o cálculo da impedância e o outro utilizando o programa de elementos finitos FEMLAB para a análise qualitativa do comportamento das correntes parasitas para os revestimentos de níquel em substratos de aço e cobre. A organização dos resultados é feita por tipo de revestimento.

4.1 Revestimentos de Níquel Sem Partículas

4.1.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

A caracterização topológica e da seção transversal dos revestimentos de níquel eletrodepositados foram realizadas pela observação de microscopia eletrônica de varredura, MEV. O revestimento de níquel sem incorporação de partículas possui grãos bastante grosseiros, ver Figura 4.1, devido ao fato de que não foi utilizado nenhum aditivo comercial (nivelador, abrilhantador, etc) para refinar o grão do revestimento.

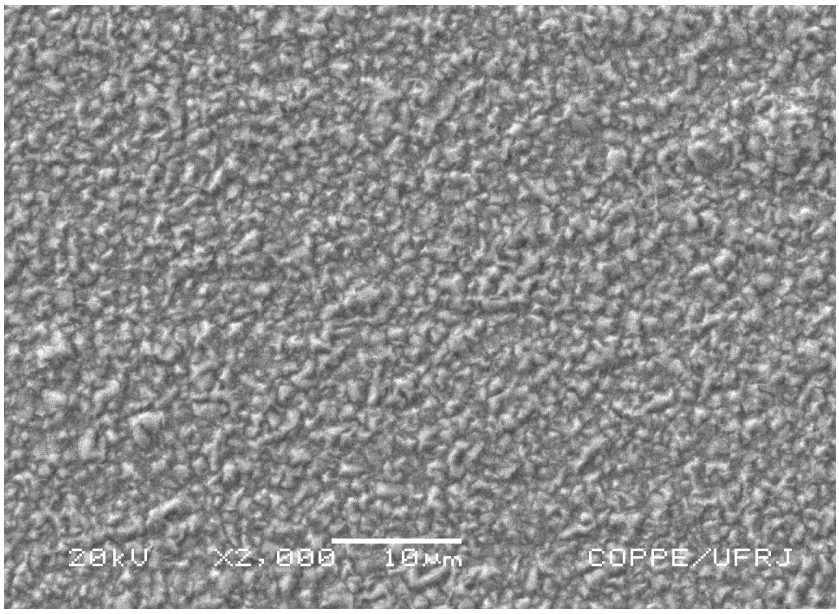

Figura 4.1: Micrografia da morfologia da superfície da camada de níquel eletrodepositado com um aumento de 2.000×.

As imagens da seção transversal foram utilizadas para estimar a espessura dos revestimentos de níquel puro. As Figuras 4.2, 4.3 e 4.4 mostram os depósitos de níquel obtidos com os tempos de deposição de 30, 60 e 120min em substrato de aço, respectivamente. Já as Figuras 4.5, 4.6 e 4.7 mostram os depósitos de níquel obtidos com os tempos de deposição de 30, 60 e 120min em substrato de cobre, respectivamente.

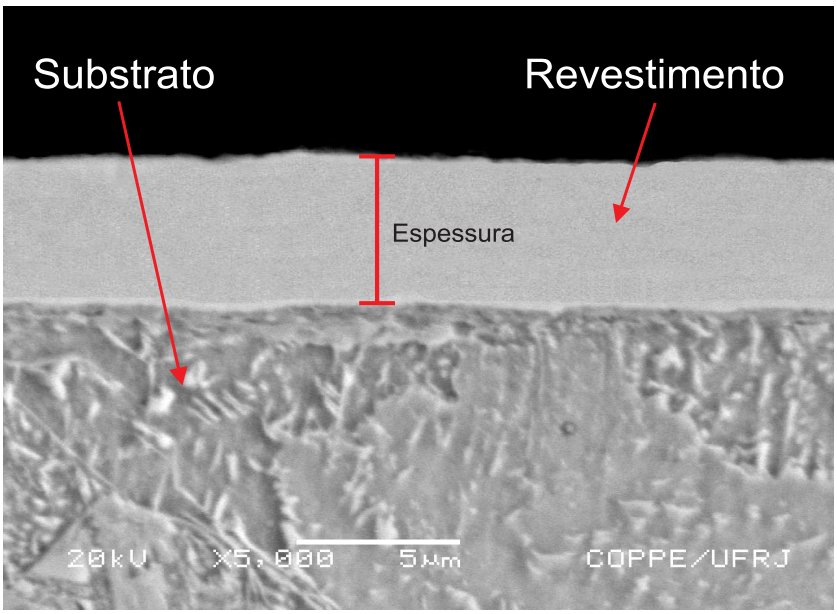

Figura 4.2: Micrografia da seção transversal da camada de níquel, obtida com tempo de 30 min, depositada em substrato de aço com um aumento de 5.000×.

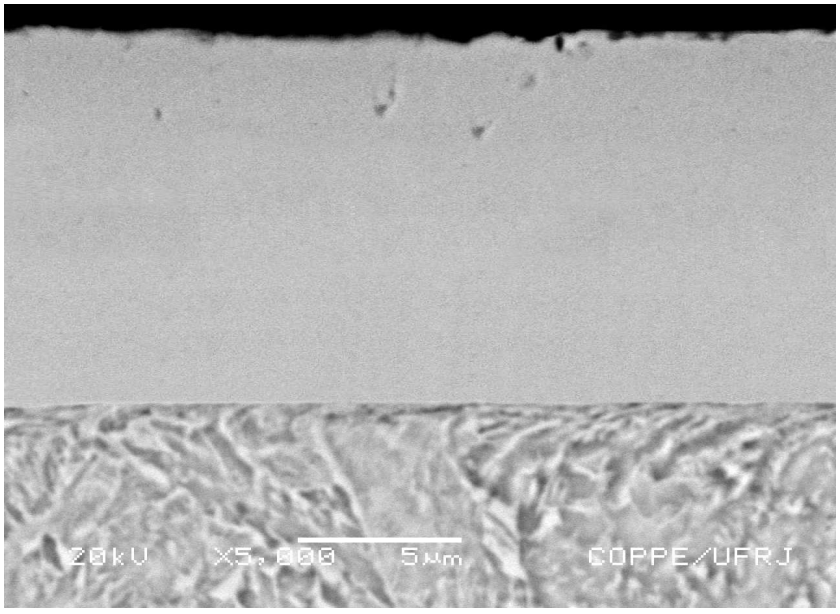

Figura 4.3: Micrografia da seção transversal da camada de níquel, obtida com tempo de 60 min, depositada em substrato de aço com um aumento de 5.000×.

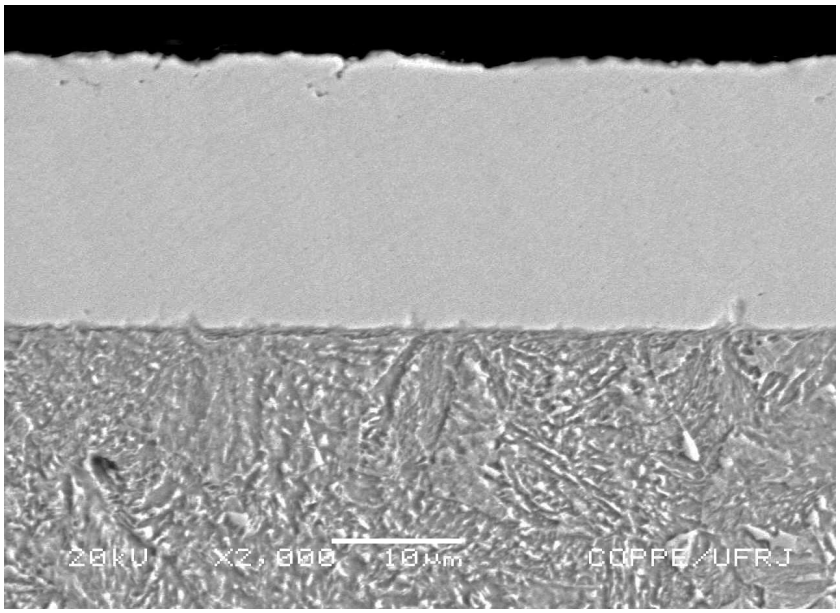

Figura 4.4: Micrografia da seção transversal da camada de níquel, obtida com tempo de 120 min, depositada em substrato de aço com um aumento de 2.000×.

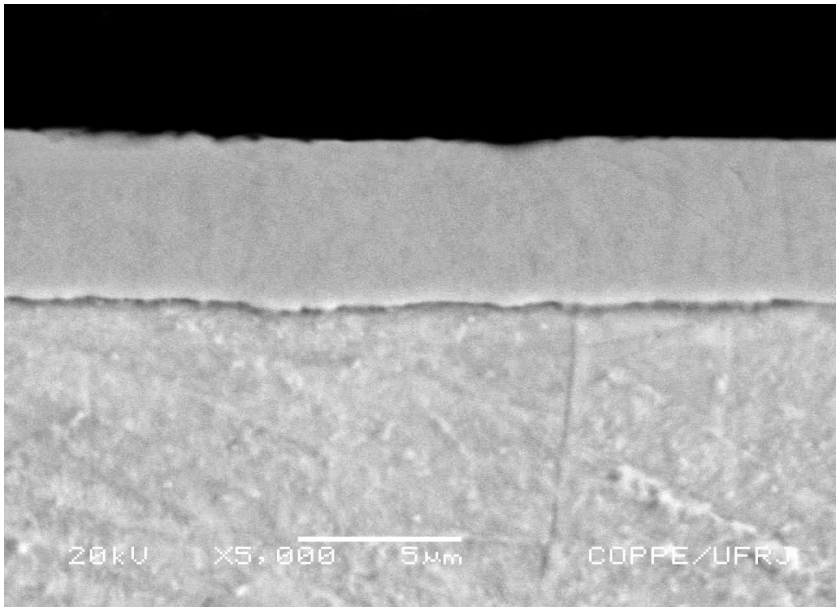

Figura 4.5: Micrografia da seção transversal da camada de níquel, obtida com tempo de 30 min, depositada em substrato de cobre com um aumento de 5.000×.

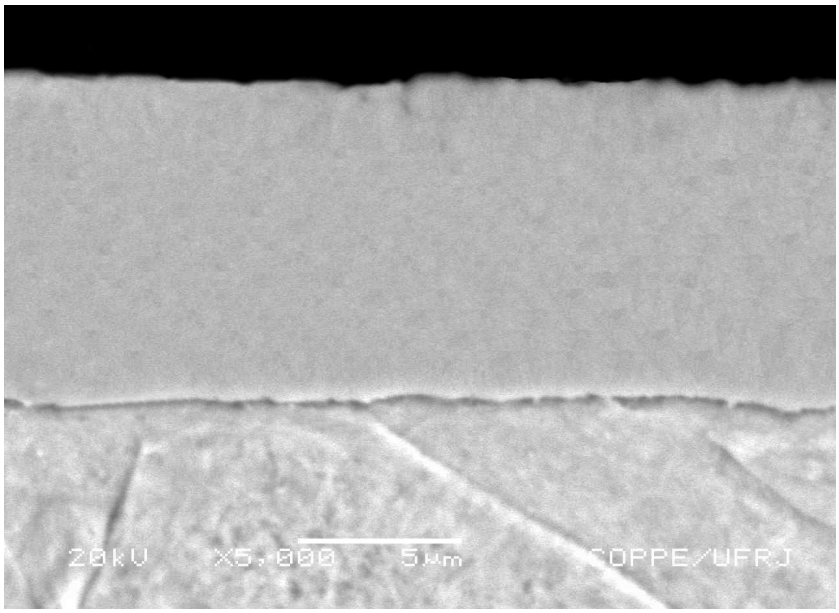

Figura 4.6: Micrografia da seção transversal da camada de níquel, obtida com tempo de 60 min, depositada em substrato de cobre com um aumento de 5.000×.

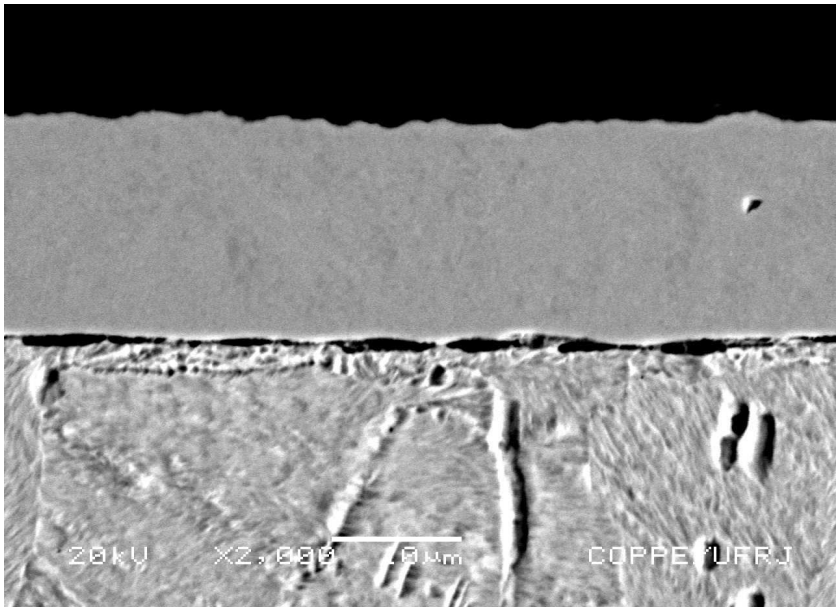

Figura 4.7: Micrografia da seção transversal da camada de níquel, obtida com tempo de 120 min, depositada em substrato de cobre com um aumento de 2.000×.

A tabela 4.1 mostra as respectivas espessuras medidas de cada revestimento.

Tabela 4.1: Nomenclatura das amostras com revestimentos de níquel puro em substratos de aço e cobre e seus valores de espessura obtidos pelas imagens de MEV.

Substrato	Nome da amostra	Espessura (μm)
Aço	NiT30A01	6.61 ± 1.02
	NiT30A02	5.65 ± 0.83
	NiT30A03	6.58 ± 1.31
	NiT30A04	5.35 ± 0.70
	NiT30A05	3.91 ± 0.88
	NiT60A01	11.75 ± 1.71
	NiT60A02	13.95 ± 1.85
	NiT60A03	12.89 ± 0.76
	NiT60A04	13.13 ± 1.71
	NiT60A05	10.93 ± 1.21
	NiT120A01	24.02 ± 1.44
	NiT120A02	25.15 ± 1.27
	NiT120A03	27.95 ± 1.90
	NiT120A04	22.25 ± 1.51
	NiT120A05	22.05 ± 1.82
Cobre	NiT30A06	5.66 ± 1.37
	NiT30A07	5.21 ± 0.96
	NiT30A08	4.01 ± 0.69
	NiT60A06	11.83 ± 0.94
	NiT60A07	11.24 ± 0.78
	NiT60A08	10.07 ± 0.98
	NiT120A06	18.10 ± 1.49
	NiT120A07	17.03 ± 1.00
	NiT120A08	19.35 ± 1.11

4.1.2 Ensaio de Correntes Parasitas

Primeiramente, mostra-se os resultados obtidos somente utilizando os substratos sem revestimento, para que se possa avaliar a diferença de comportamento das correntes parasitas em metais magnéticos e não magnéticos. A Figura 4.8 mostra o gráfico da parte imaginária da diferença de impedância da bobina colocada sobre os substratos (cobre e aço) e no ar, ou seja, $\Delta Z = Z_{\text{sub}} - Z_{\text{ar}}$ em função da freqüência.

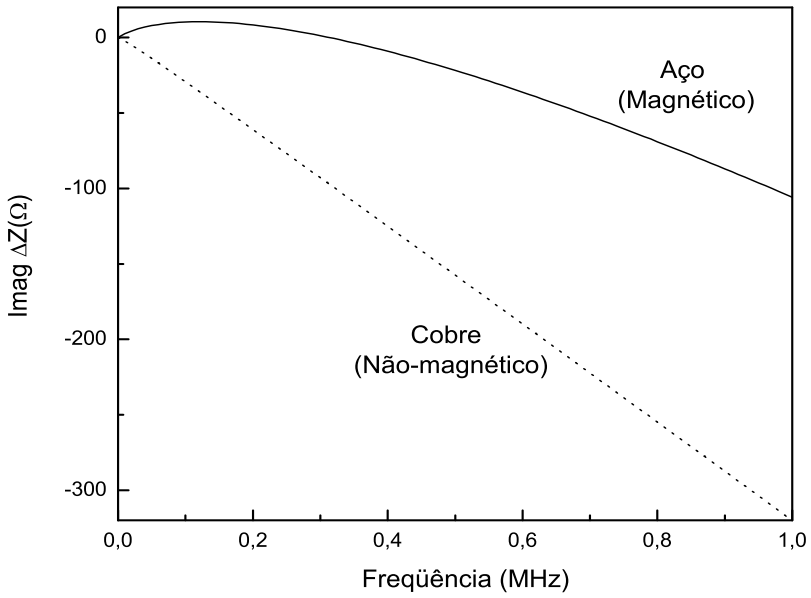

Figura 4.8: Parte imaginária da diferença de impedância para a bobina sobre os substratos (aço e cobre) e no ar em função da freqüência.

Ao comparar-se as curvas da Figura 4.8, a característica mais perceptível é o comportamento distinto da parte imaginária de $\Delta Z(\omega)$ entre os substratos magnético (aço) e não magnético (cobre). Materiais magnéticos e não magnéticos apresentam diferentes comportamentos eletromagnéticos; nos materiais condutores e não magnéticos as correntes parasitas geradas pelo campo magnético aplicado (primário) dão origem a um campo magnético secundário, de sentido tal que se oponha as variações de amplitude do campo aplicado, portanto, como resultado a impedância da bobina será afetada, observando a redução líquida da reatância da bobina; em materiais magnéticos, ao contrário ocorre um aumento da reatância da bobina, pois seu campo magnetiza o metal, aumentando o fluxo magnético através dela. Entretanto, se a freqüência da corrente AC aplicada for alta o suficiente, a influência das correntes parasitas se torna predominante, e como resultado, tem-se o decréscimo da reatância com o aumento da freqüência.

Apresenta-se agora os resultados das amostras revestidas de níquel descritas na Tabela 3.1. As impedâncias são obtidas com a bobina sobre os substratos com e sem revestimento, $Z_{\mathrm{rev}}(\omega)$ e $Z_{\mathrm{sub}}(\omega)$, respectivamente. Por fim, é feita a diferença das impedâncias para cada freqüência, $\Delta Z = Z_{\mathrm{rev}}(\omega) - Z_{\mathrm{sub}}(\omega)$. Define-se a partir

de agora que sempre que o termo diferença de impedância (ΔZ) for utilizado, deve ser entendido que é a diferença da impedância da bobina em presença do substrato com revestimento e sem revestimento (referência).

A Figura 4.9 mostra a parte real de ΔZ em função da freqüência para o caso de revestimentos de níquel em substratos de aço. Já a Figura 4.10 mostra a parte real de ΔZ em função da freqüência para revestimentos de níquel em substratos de cobre[1]. As legendas dos gráficos são referentes aos grupos de amostras depositados com tempos de deposição (T_d) de 30, 60 e 120 min.

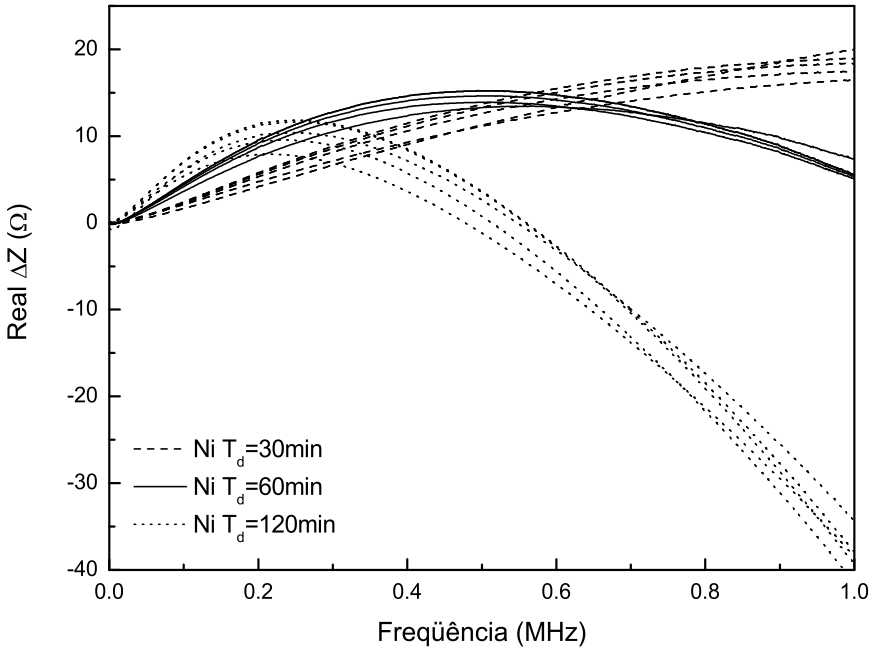

Figura 4.9: Parte real da diferença de impedância das amostras de aço revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

[1]Como são apresentadas muitas curvas no mesmo gráfico, ficaria confuso e pouco didático a inserção de legendas para associar cada curva com sua amostra respectiva. Portanto, escolheu-se fazer um apêndice que contenha todos os gráficos de impedância, evidenciando cada sinal a respectiva amostra, ver apêndice C.

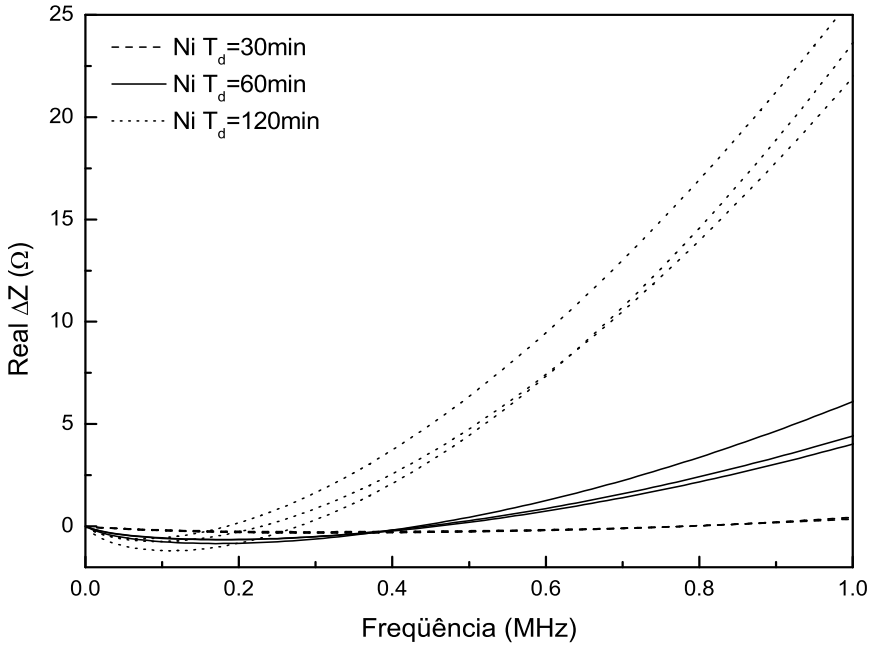

Figura 4.10: Parte real da diferença de impedância das amostras de cobre revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

Nas Figuras 4.9 e 4.10 vê-se os sinais de 3 grupos bem distintos de amostras. Cada grupo possui amostras cujos revestimentos de níquel foram eletrodepositados utilizando o mesmo tempo de deposição. As respectivas espessuras de cada revestimento são mostradas na seção 4.1. Em média, o grupo de amostras de níquel em aço com 30min possui espessura de 5μm, 60min espessura de 12μm e 120min espessura de 25μm, e para caso do grupo de amostras de níquel em cobre com 30min possui espessura de 5μm, 60min espessura de 11μm e 120min espessura de 18μm.

A técnica de multifreqüência de correntes parasitas é sensível a variação de espessura de níquel da ordem de 5-25μm. Consegue-se uma boa reprodutibilidade entre as amostras com espessuras aproximadamente iguais. Também pode-se dizer que existe uma boa discriminação entre os grupos, ou seja, os sinais das amostras com diferentes espessuras possuem boa separação em freqüências de pelo menos 0.8MHz para o caso onde o substrato é magnético (aço) e 0.6MHz para o caso onde o substrato é não magnético (cobre). Esta discriminação que acontece em freqüências mais altas é bastante razoável uma vez que nestas freqüências a densidade de correntes parasitas está mais localizada na região superficial (efeito de profundidade de penetração), ou seja na região do revestimento.

Os comportamentos opostos dos sinais de ΔZ quando o substrato é magnético ou não magnético mostra que a técnica é sensível ao substrato. Para o caso onde o revestimento possui condutividade elétrica maior que a do substrato, porém permeabilidade magnética relativa do revestimento menor que do substrato (ver Tabela 4.2), caso mostrado na Figura 4.9, a parte real de ΔZ começa do zero atinge um valor máximo positivo e segue para valores menores com o aumento da freqüência. Já quando o revestimento possui condutividade elétrica menor que a do substrato, porém a permeabilidade magnética relativa do revestimento é maior que a do substrato, caso mostrado na Figura 4.10, a parte real de ΔZ começa do zero atinge um valor máximo negativo e segue para valores cada vez maiores com o aumento da freqüência. As interações em materiais magnéticos são complexas, tendo a competição entre dois fatores, o efeito da condutividade elétrica e da permeabilidade magnética, por esta razão, na seção 4.1.3 é feita uma análise destes diferentes comportamentos levando em consideração a formação da densidade de correntes parasitas em função da freqüência para revetimentos de níquel sobre aço e cobre.

Feita a análise da componente real de ΔZ, mostra-se agora o comportamento da componente imaginária de ΔZ entre os revestimentos de níquel depositados em substrato magnético (aço) e não magnético (cobre). Vê-se que componente imaginária de ΔZ também apresenta características opostas, Figuras 4.11 e 4.12, respectivamente.

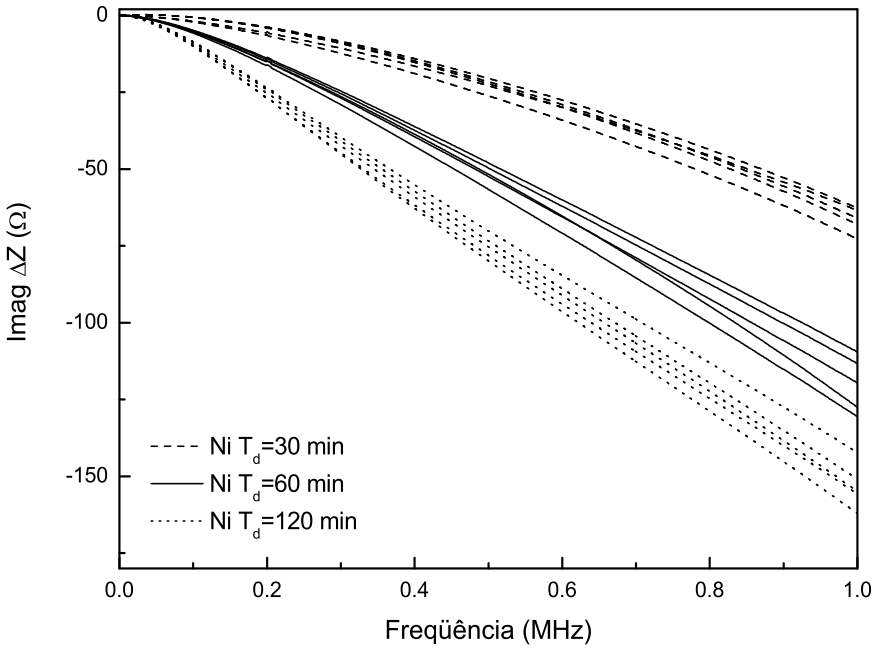

Figura 4.11: Parte imaginária da diferença de impedância das amostras de aço revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

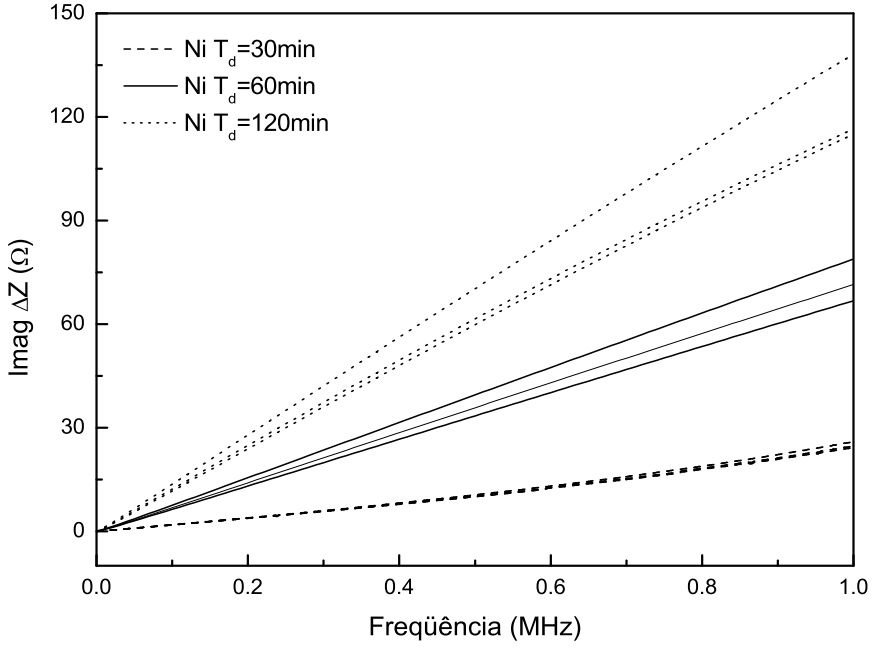

Figura 4.12: Parte imaginária da diferença de impedância das amostras de cobre revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

Vê-se que ao utilizar o substrato magnético (aço) a componente imaginária de ΔZ assume valores cada vez menores com o aumento da freqüência, Figura 4.11, e o contrário acontece quando o substrato é não-magnético (cobre), Figura 4.12. Observa-se que a componente imaginária de ΔZ também apresenta boa separação entre os grupos de amostras revestidas de níquel com espessuras diferentes, mas diferentemente da parte real de ΔZ (Figuras 4.9 e 4.10), mesmo no limite de mais baixas freqüências não existe sobreposição das curvas de diferentes grupos.

Uma forma particularmente utilizada para mostrar os resultados dos ensaios de correntes parasitas é através do plano de impedância. A Figura 4.13 mostra o plano de impedância para as amostras de aço revestidas de níquel e a Figura 4.14 para as amostras de cobre revestidas de níquel.

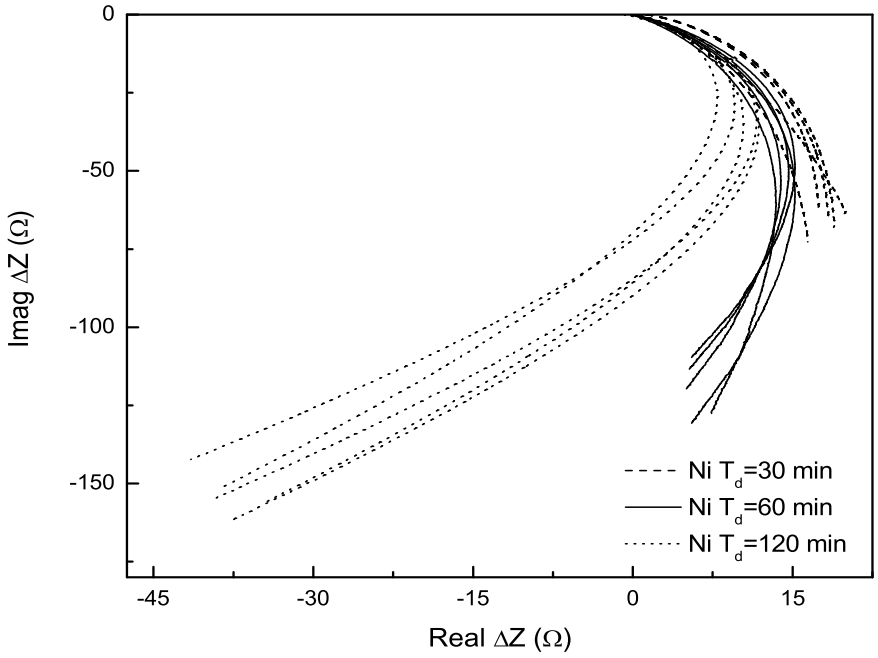

Figura 4.13: Plano de impedância das amostras de aço revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

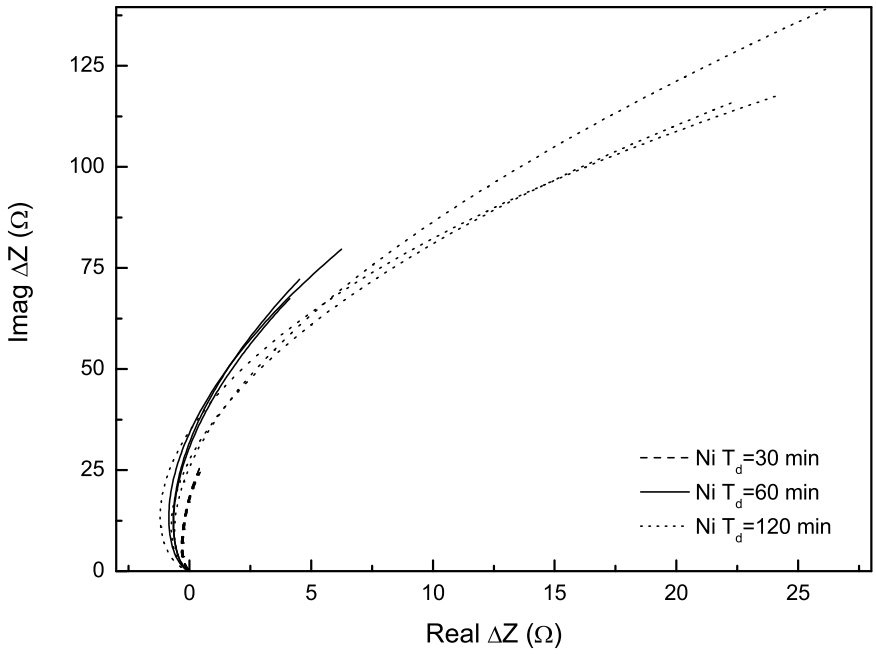

Figura 4.14: Plano de impedância das amostras de cobre revestidas de níquel com 3 diferentes espessuras em função da freqüência.

Como foi visto ao utilizar subtratos de aço e cobre, observa-se que tanto as componentes reais como imaginárias de impedância possuem comportamentos opostos entre si em função da freqüência, por conseqüinte o plano de impedância também apresenta este resultado. Pode-se ver a diferença entre os três grupos de amostras no plano de impedância (Figuras 4.13 e 4.14), porém a diferença entre os grupos fica melhor discriminada utilizando os gráficos da parte real e imaginária de ΔZ, ambos, em função da freqüência. Na Figura 4.13, as curvas de impedância que representam as amostras obtidas com tempo de deposição de 30 min não ficam tão bem separadas das amostras obtidas com tempo de deposição de 60 min. Já na Figura 4.14 as curvas de impedância que representam as amostras obtidas com tempo de 30 min apresentam uma amplitude bem menor em relação as outra curvas, sugerindo que a sensibilidade em relação aos revestimentos de níquel foi bem pequena.

Através destes resultados, vê-se que qualitativamente foi possível discriminar as amostras com revestimentos de níquel com diferentes espessuras, tanto com substratos de aço como de cobre. Na seção 3.5.1 utiliza-se o modelo analítico do potencial vetor para simulação da impedância, sendo conhecidos os parâmetros da bobina, as propriedades elétricas e magnéticas do revestimento e do substrato, no intuito de

se determinar quantativamente a espessura dos revestimentos. Antecedendo este estudo, mostra-se os resultados obtidos no Femlab (Comsol Ltda.) para uma análise qualitativa dos efeitos das correntes parasitas nestes materiais para entender o comportamento distinto das curvas de impedância para substratos de cobre e aço.

4.1.3 Simulação do Comportamento das Correntes Parasitas utilizando FEMLAB

A análise qualitativa da formação das correntes parasitas nos materiais estudados através das variáveis de freqüência, condutividade elétrica e permeabilidade magnética do substrato e do revestimento dão uma base para o entendimento dos fenômenos envolvidos.

A Figura 4.15 mostra o módulo da densidade de correntes parasitas, $|J_{ind}|$, calculada numericamente através da Equação 3.20, em função da espessura para: (a) o substrato de aço sem revestimento e (b) para o substrato de aço com revestimento de níquel com 12 μm. São utilizadas as freqüências de 0.1, 0.4, 0.7 e 1.0 MHz. A Figura 4.16 mostra um aumento da Figura 4.15(b) para ampliar a região de interface revestimento/substrato.

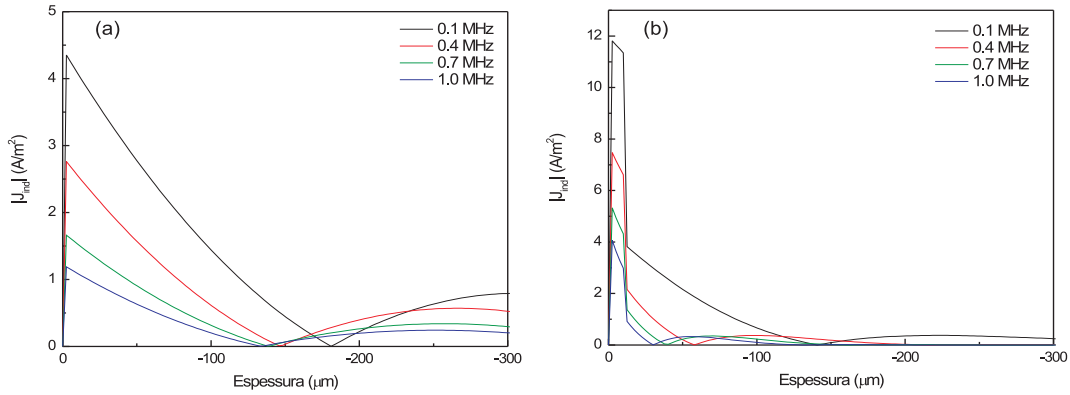

Figura 4.15: Módulo da densidade de correntes parasitas em função da espessura para: (a) substrato de aço sem revestimento e (b) substrato de aço com revestimento de 12μm de Ni.

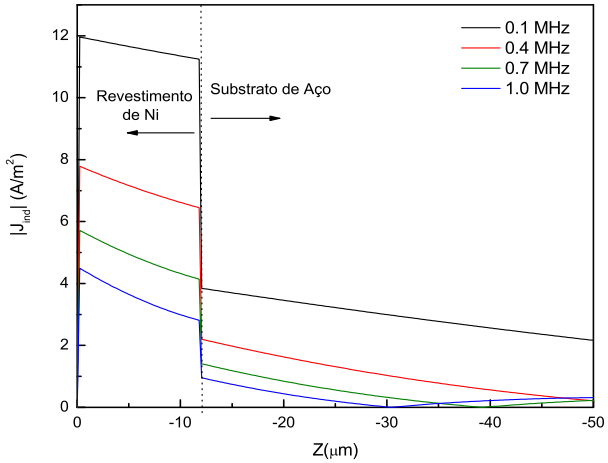

Figura 4.16: Módulo da densidade de correntes parasitas em função da espessura para o substrato de aço com revestimento de níquel de espessura de 12μm, em destaque a região de interface revestimento/substrato. Ampliação da Figura 4.15(b).

Como esperado, a densidade de correntes induzidas diminui com o aumento da profundidade para todas as freqüências. Pode-se ver que a densidade de correntes parasitas cai a zero a profundidades cada vez menores com o aumento da freqüência, Figuras 4.15(a) e 4.15(b). Outro fato observado é que com a diminuição da freqüência ocorre maior indução em profundidades maiores. Estes efeitos estão totalmente de acordo com a teoria de correntes parasitas vista na seção 2.4.

Nas Figuras 4.15(a) e 4.15(b) observa-se que com a inserção de uma camada de níquel no substrato de aço, a penetração das correntes parasitas cai mais rapidamente que no aço puro. Uma explicação para este fenômeno pode ser visto em mais detalhes na Figura 4.16, pois na região do revestimento, a densidade de correntes em módulo é bem maior que no aço, para qualquer que seja a freqüência. Ou seja, esta formação exerce uma função de "barreira" provocando uma redução considerável na penetração das correntes parasitas no aço. As correntes que se formam na superfície podem ser consideradas obstáculos ao campo magnético da bobina, diminuindo a penetração do campo magnético a profundidades maiores e assim reduzindo as correntes parasitas induzidas.

Feita a análise para o substrato de aço, agora é de interesse usar o cobre como substrato. A Figura 4.17 mostra em (a) e em (b) o módulo da densidade de correntes parasitas em função da espessura para o substrato de cobre sem revestimento e para

o substrato de cobre com revestimento de níquel com 12 μm, respectivamente, para freqüências de 0.1, 0.4, 0.7 e 1.0 MHz. A Figura 4.18 mostra um aumento da Figura 4.17(b) para ampliar a região de interface revestimento/substrato.

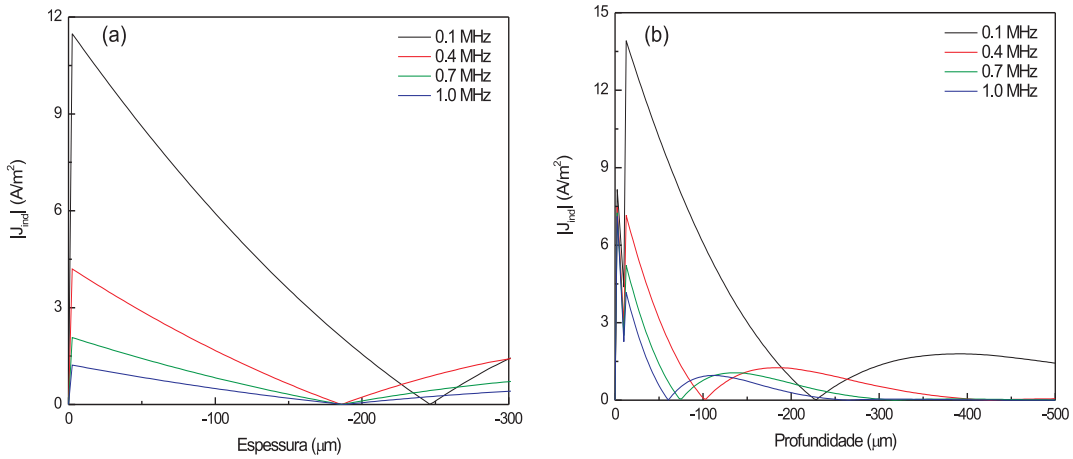

Figura 4.17: Módulo da densidade de correntes parasitas em função da espessura para: (a) substrato de cobre sem revestimento e (b) substrato de cobre com revestimento de 12μm de Ni.

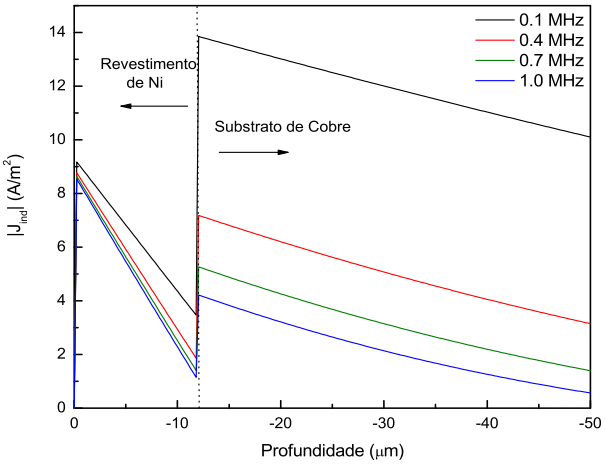

Figura 4.18: Módulo da densidade de correntes parasitas em função da espessura para o substrato de cobre com revestimento de níquel de espessura de 12μm, em destaque a região de interface revestimento/substrato. Ampliação da Figura 4.17(b).

Comparando as Figuras 4.15(a) e 4.17(a), pode-se ver que no cobre (não-magnético) a penetração é maior do que no aço. Já com a inserção da camada de níquel no substrato de cobre, conforme mostra a Figura 4.17(b), a penetração das correntes parasitas cai mais rapidamente que no cobre puro.

Na região onde ocorre a interface revestimento/substrato mostrada nas Figuras 4.16 e 4.18 é possível visualizar uma diferença consideravel no comportamento de correntes produzidas nos revestimentos de níquel sobre aço e cobre, ocorrendo uma queda de amplitude ao longo do revestimento bem mais acentuada quando o substrato é de cobre.

O módulo da densidade de correntes parasitas geradas a diferentes freqüências em função da profundidade possui comportamentos distintos ao se utilizar substratos diferentes, no caso cobre e aço, devido às diferentes propriedades elétricas e magnéticas destes materiais. Estes resultados são puramente didáticos e permitem o entendimento mais profundo dos fenômenos envolvidos no trabalho.

4.1.4 Simulação da Impedância

Para utilizar o modelo descrito na seção 3.5 é necessário conhecer os parâmetros da bobina utilizada no ensaio (Tabela 3.4), restando estimar a condutividade elétrica e a permeabilidade magnética relativa do revestimento e dos substratos. Utilizou-se os valores de condutividade elétrica e permeabilidade magnética de níquel (filme), cobre e aço 4340 apresentados na literatura [31, 45], ver Tabela 4.2. Conseguiu-se uma boa correlação numérico-experimental entre os valores de impedância experimentais e teóricos utilizando estes valores nas Equações 3.6 e 3.12. Não foi levada em consideração a possível diminuição das propriedades elétricas dos revestimentos devido à presença possíveis impurezas e micro-defeitos como rugosidade.

Tabela 4.2: Propriedades dos revestimentos e dos substratos utilizados.

Material	σ(MS/m)	μ_r
Ni	14.6	19
Aço 4340	5.0	48
Cu	58.0	1

As curvas experimentais mostradas na seção 4.1.2 mostram a sensibilidade da técnica de multifreqüência de correntes parasitas em discriminar, a princípio, qualitativamente as amostras com revestimentos de níquel eletrodepositados com espessuras diferentes. O interesse agora é saber se a técnica é capaz de informar quantitativamente as espessuras dos depósitos. Para isto utiliza-se o método de inversão apresentado na seção 3.5.1. Neste método é feita a comparação entre a curva experimental de impedância de uma determinada amostra e várias curvas teóricas (Equação 3.14), uma para cada diferente espessura. O melhor acordo entre uma curva teórica e a curva experimental, determina então a espessura que melhor reproduz o ensaio experimental.

Mostra-se na Tabela 4.3 os resultados do procedimento de inversão que estima a espessura dos revestimentos de níquel depositados em substratos de aço e cobre.

Tabela 4.3: Nomenclatura das amostras e as espessuras estimadas pela técnica de correntes parasitas.

Substrato	Nomenclatura	Espessura (μm)
Aço	NiT30A01	3.76
	NiT30A02	4.72
	NiT30A03	4.04
	NiT30A04	5.18
	NiT30A05	3.24
	NiT60A01	11.54
	NiT60A02	11.74
	NiT60A03	11.94
	NiT60A04	11.54
	NiT60A05	11.33
	NiT120A01	26.89
	NiT120A02	29.68
	NiT120A03	29.48
	NiT120A04	26.22
	NiT120A05	27.39
Cobre	NiT30A06	2.05
	NiT30A07	2.31
	NiT30A08	1.54
	NiT60A06	10.75
	NiT60A07	9.80
	NiT60A08	9.53
	NiT120A06	17.25
	NiT120A07	17.52
	NiT120A08	18.54

A seguir mostra-se o acordo entre as curvas experimentais e teóricas de impedância. Para ilustrar estes resultados escolheu-se apenas uma amostra para cada tempo de deposição em substratos de aço e cobre. As Figuras 4.19, 4.20 e 4.21 mostram as curvas experimentais e teóricas para as amostras NiT30A04, NiT60A01, NiT120A03. Já as Figuras 4.22, 4.23 e 4.24 mostram as curvas experimentais e teóricas para as amostras NiT30A06, NiT60A08, NiT120A07.

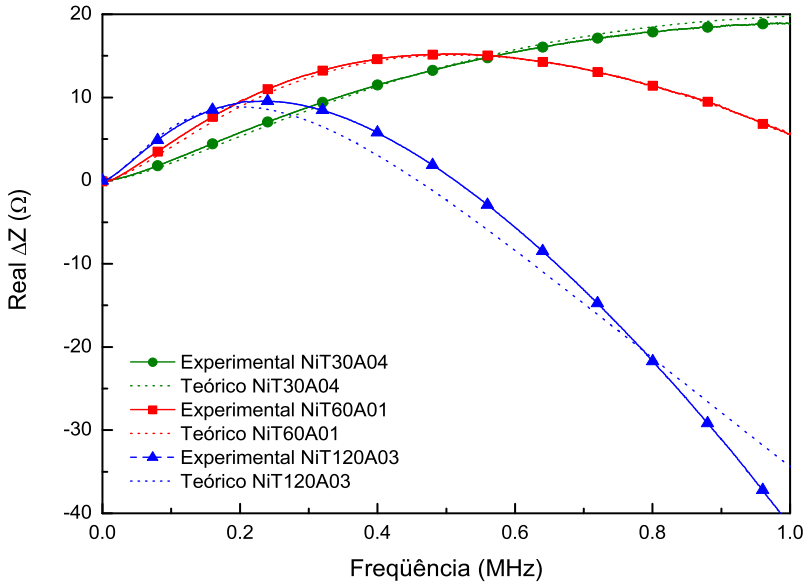

Figura 4.19: Parte real da diferença de impedância experimental e teórica das amostras de aço revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

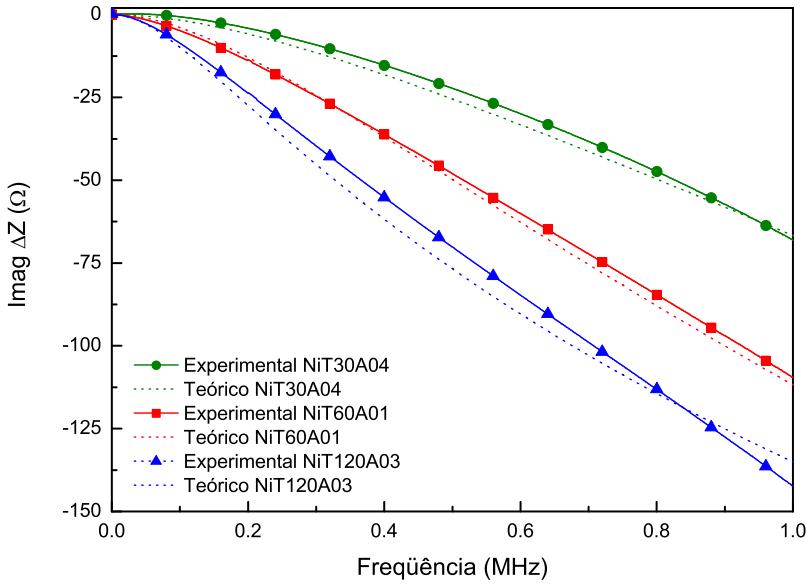

Figura 4.20: Parte imaginária da diferença de impedância experimental e teórica das amostras de aço revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

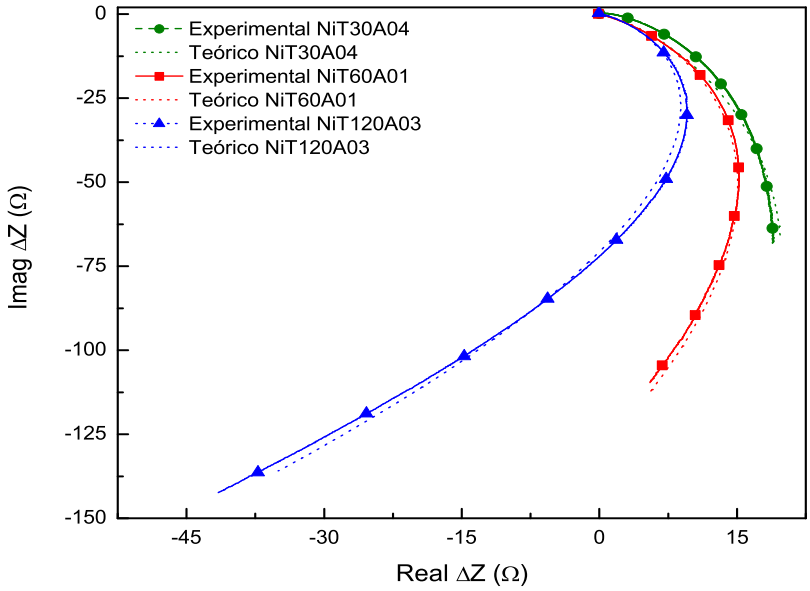

Figura 4.21: Plano de impedância experimental e teórico das amostras de aço revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

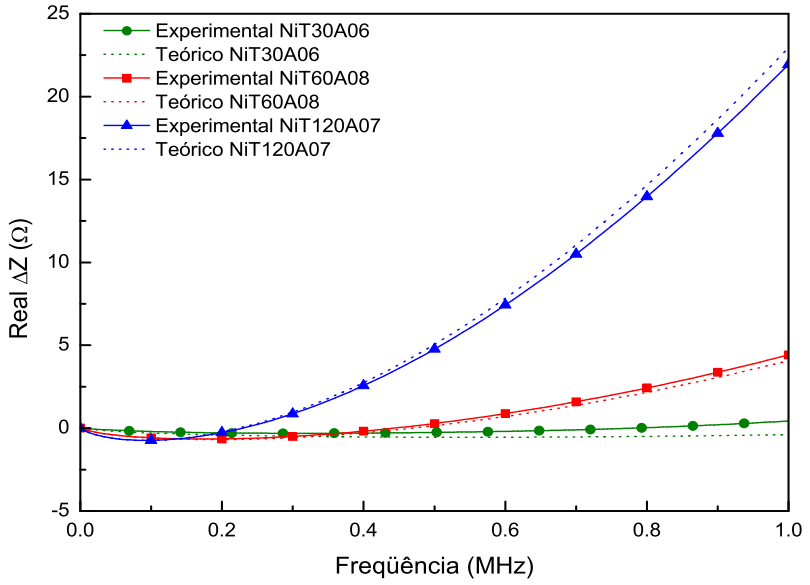

Figura 4.22: Parte real da diferença de impedância experimental e teórica das amostras de cobre revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

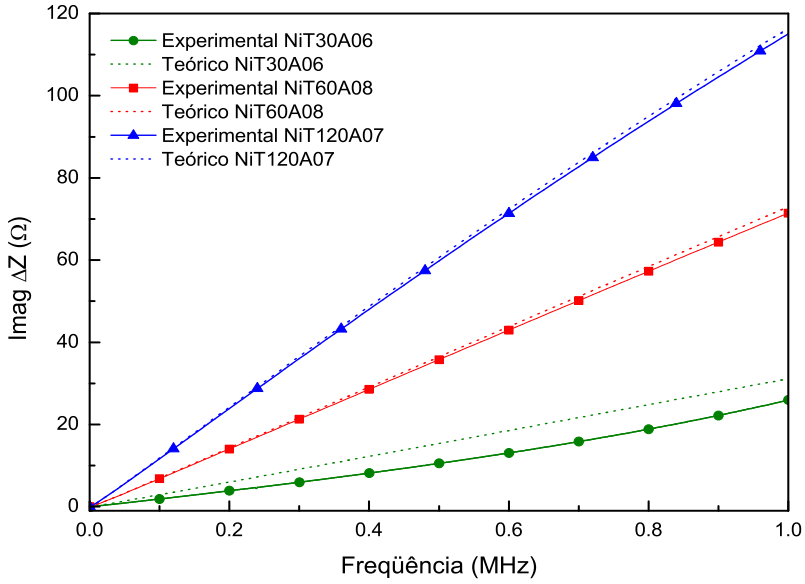

Figura 4.23: Parte imaginária da diferença de impedância experimental e teórica das amostras de cobre revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

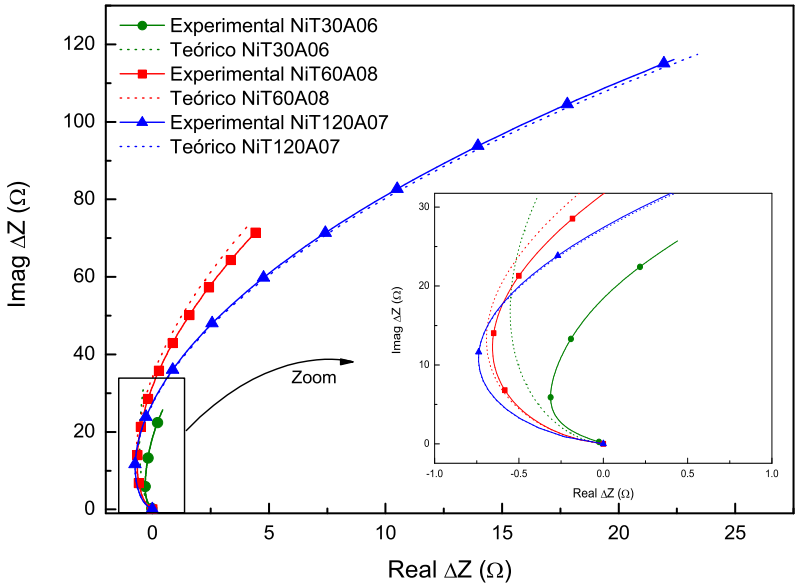

Figura 4.24: Plano de impedância experimental e teórico das amostras de cobre revestidas de níquel com 3 diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

Observa-se uma boa concordância entre as curvas experimentais e teóricas. Na Figura 4.19 vê-se que a curva teórica da parte real de ΔZ em função da freqüência não possui reproduz tão fielmente a curva experimental da amostra NiT120A03 como das amostras NiT30A04, NiT60A01. Este comportamento também pode ser encontrado na Figura 4.24 no caso da amostra NiT30A06. Vê se que não foi possível obter um bom acordo entre a curva experimental e a curva teórica.

4.1.5 Comparação dos Resultados de Correntes Parasitas e Microscopia

Mostra-se a seguir a comparação entre os resultados de espessura obtidos pelo método de inversão dos sinais de correntes parasitas e os de microscopia para cada depósito (Tabela 4.1.5). A Figura 4.25 mostra a espessura medida por MEV versus espessura estimada pelo método de inversão utilizando a técnica de correntes parasitas dos revestimentos de níquel em substratos de aço. A Figura 4.26 mostra a espessura medida por MEV versus espessura estimada pelo método de inversão utilizando técnica de correntes parasitas dos revestimentos de níquel em substratos de cobre.

Substrato	Nome da amostra	Espessura μm		
		Atual	Inferida	Erro (%)
Aço	NiT30A01	6.61 ± 1.02	3.76	43.1
	NiT30A02	5.65 ± 0.83	4.72	16.4
	NiT30A03	6.58 ± 1.31	4.04	38.6
	NiT30A04	5.35 ± 0.70	5.18	3.1
	NiT30A05	3.91 ± 0.88	3.24	17.1
	NiT60A01	11.75 ± 0.76	11.54	1.7
	NiT60A02	13.95 ± 1.85	11.74	15.8
	NiT60A03	12.89 ± 0.76	11.94	7.3
	NiT60A04	13.13 ± 1.71	11.54	12.1
	NiT60A05	10.93 ± 1.21	11.33	3.6
	NiT120A01	24.02 ± 1.44	26.89	11.9
	NiT120A02	25.15 ± 1.27	29.68	18.0
	NiT120A03	27.95 ± 1.90	29.48	5.4
	NiT120A04	22.25 ± 1.51	26.22	17.8
	NiT120A05	22.05 ± 1.82	27.39	24.2
Cobre	NiT30A06	5.66 ± 1.37	2.05	63.7
	NiT30A07	5.21 ± 0.96	2.31	55.6
	NiT30A08	4.01 ± 0.69	1.54	2.61
	NiT60A06	11.83 ± 0.94	10.75	9.1
	NiT60A07	11.24 ± 0.78	9.80	12.8
	NiT60A08	10.07 ± 0.98	9.53	5.3
	NiT120A06	18.10 ± 1.49	17.25	4.6
	NiT120A07	17.03 ± 1.00	17.52	2.8
	NiT120A08	19.35 ± 1.11	18.54	4.1

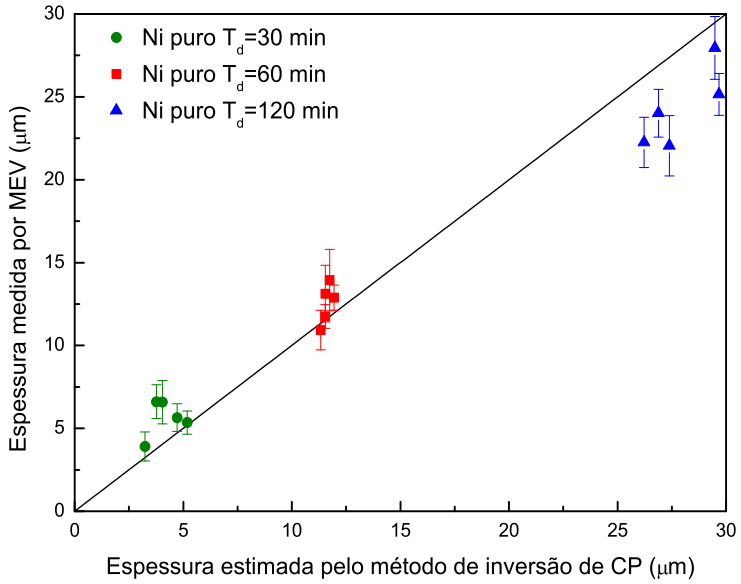

Figura 4.25: Espessura medida por MEV versus espessura estimada pela técnica de correntes parasitas dos revestimentos de níquel em substratos de aço.

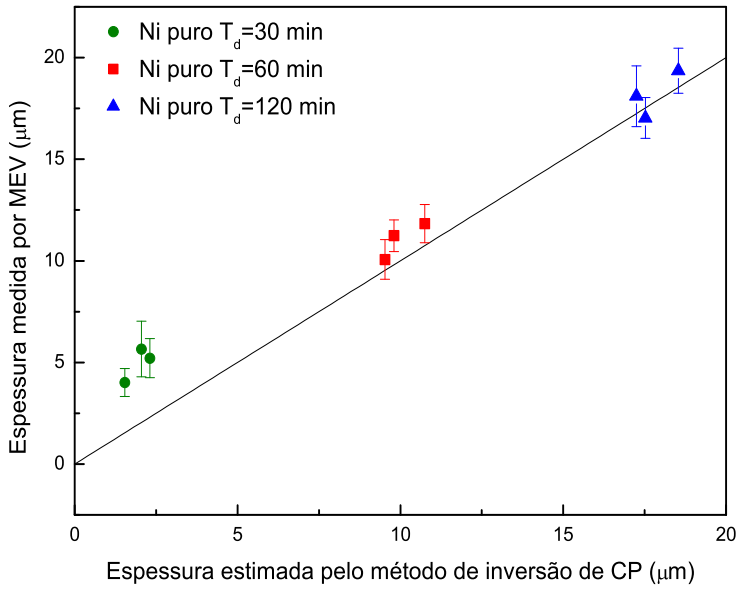

Figura 4.26: Espessura medida por MEV versus espessura estimada pela técnica de correntes parasitas dos revestimentos de níquel em substratos de cobre.

Como já esperado, os resultados de revestimentos de níquel com espessuras da ordem de 25μm em aço (Figura 4.25) apresentam erros maiores que os outros depósitos de níquel com espessuras menores, afastando-se da linha de tendência. Esta discordância pode ser vista na Figura 4.19, onde a curva numérica apresenta certa

discrepância em relação a experimental. Uma possível justificativa para este resultado pode estar na possível penetração do campo magnético incompleta na região do revestimento no limite de altas freqüências. Já os depósitos de níquel com espessuras da ordem de 5μm em substratos de cobre (Figura 4.26) são os que apresentam maior desvio. Este resultado também pode ser explicado ao comparar-se a curva experimental e teórica na Figura 4.24. Uma possível justificativa é que como a penetração de corrente parasitas é maior quando se usa substratos não magnéticos, a sensibilidade a revestimentos muito finos fique comprometida. Pode-se dizer portanto que o substrato, seja ele magnético ou não, possui uma influência importante no ensaio de multi-freqüência de correntes parasitas.

Em linhas gerais, o método de inversão utilizando a simulação teória da impedância permitiu estimar as espessuras dos revestimentos de níquel, sendo conhecidos os parâmetros da bobina, os parâmeros elétricos e magnéticos do revestimento e dos substratos. Mostrou-se então que é possível estimar a espessura de revestimentos de níquel eletrodepositados em substratos magnéticos e não magnéticos utilizando a técnica de multifreqüência de correntes parasitas. A correlação numérico-experimental para materiais magnéticos não é tão boa como para os não magnéticos apresentados na literatura, fato que pode estar associado a permeabilidade magnética ser aproximada no modelo como constante (indepentente da freqüência e intensidade de campo magnético), o que de fato não é real.

É possível, portanto, utilizar este modelo para prever os sinais de impedância para diversas espessuras com boa reprodutibilidade. Mas para fins práticos, boa parte dos métodos de inspeção utilizando correntes parasitas feitos na indústria são realizados com uma única freqüência, principalmente por tornar o ensaio mais rápido e de fácil análise. Baseando-se no modelo proposto, faz-se uma extrapolação assumindo diferentes espessuras. As Figuras 4.27 e 4.28 mostram o plano de impedância para 1 freqüência ((a)1MHz, (b)0.8MHz, (c) 0.6Mhz e (d)0.4Mhz) variando a espessura dos revestimentos de níquel em substratos de aço e cobre, respectivamente. Pode-se portanto utilizá-las como curvas de calibração, estimando a espessura dos revestimentos através de comparação entre estas curvas com uma medida feita em uma única freqüência utilizando, por exemplo, o equipamento convencional de cor-

rentes parasitas com a mesma sonda.

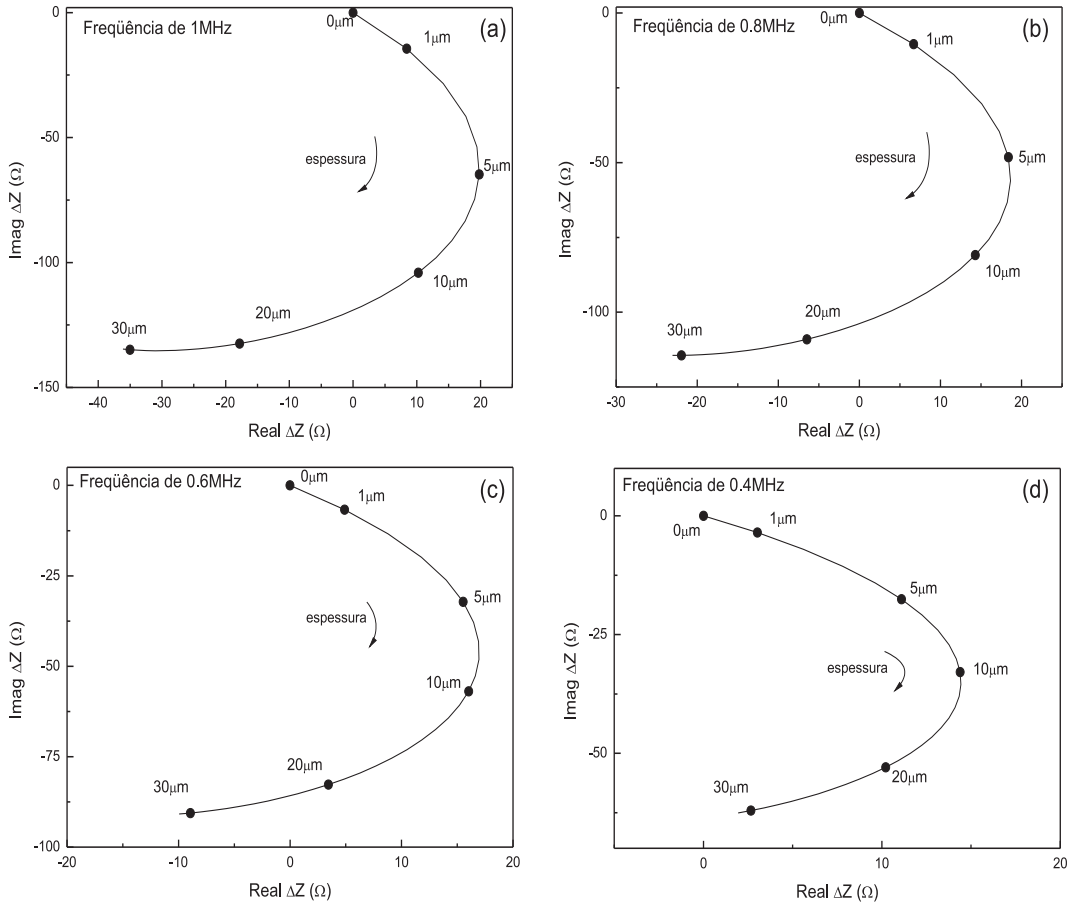

Figura 4.27: Curva de impedância em função de espessura de revestimentos de níquel em substratos de aço para uma única freqüência: (a)1MHz, (b) 0.8MHz, (c) 0.6MHz e (d) 0.4MH.

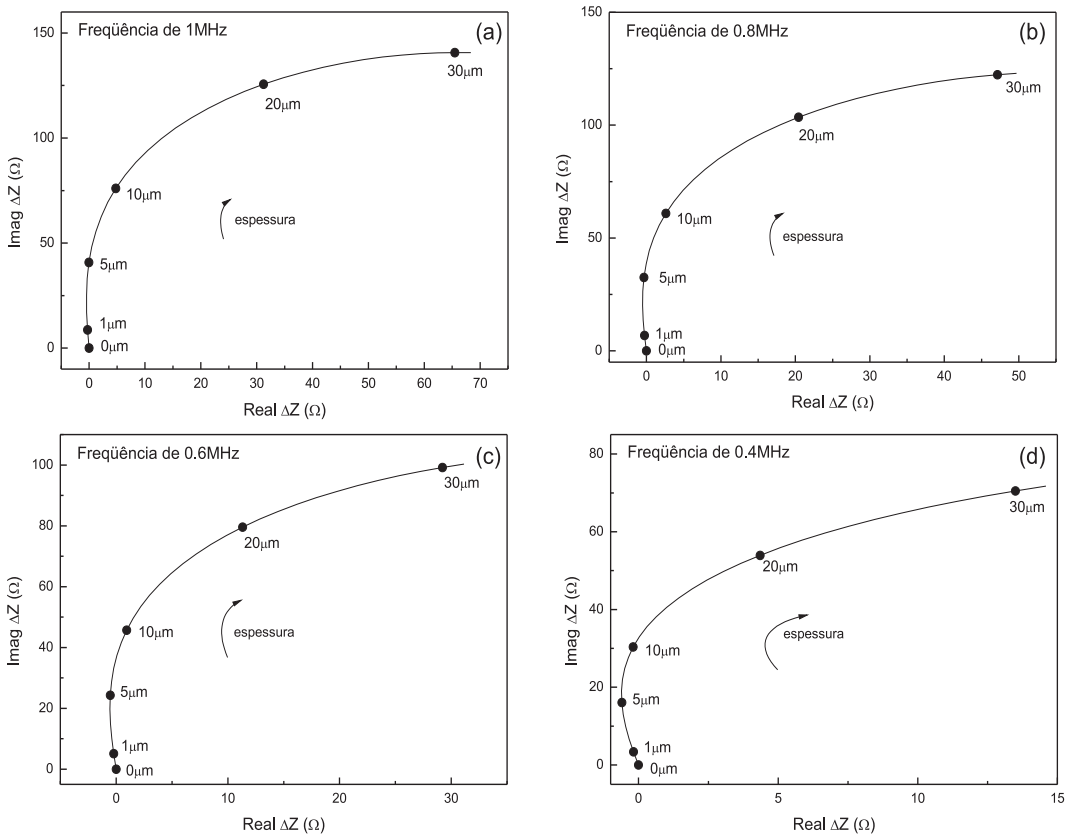

Figura 4.28: Curva de impedância em função de espessura de revestimentos de níquel em substratos de cobre para uma única freqüência: (a)1MHz, (b) 0.8MHz, (c) 0.6MHz e (d) 0.4MH.

4.2 Revestimentos de Níquel Compósito

Nesta seção contempla-se os revestimentos de níquel compósito. Mostra-se os resultados de microscopia eletrônica de varredura, seguindo dos resultados experimentais e teóricos de correntes parasitas.

4.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

A caracterização da superfície e da seção transversal dos revestimentos de níquel com partículas de SiC incorporadas foram realizadas pela observação de microscopia eletrônica de varredura.

A Figura 4.29 mostra a superfície do revestimento de níquel com incorporação de partículas de SiC obtido com a densidade de corrente de 20mA/cm^2 e 300rpm. Verifica-se que existe boa uniformidade em relação à dispersão de partículas de SiC incorporadas e que algumas partículas possuem tamanhos maiores, sugerindo a formação de aglomerados. Pode-se dizer também que este revestimento possui grãos menos grosseiros que o depósito de níquel sem partículas (Figura 4.1). Este resultado concorda com os resultados obtidos por outros autores [8] que observaram o papel inibidor das partículas dispersas na matriz metálica sobre o crescimento do grão, que por sua vez acentua o endurecimento estrutural.

A inibição do crescimento de grão da matriz metálica para os revestimentos compósitos Ni-SiC é atribuido ao bloqueio causado pelas partículas que provocariam o aumento do número de sítios ativos na superfície do catodo. Este aumento seria devido a defeitos causados pelo impacto das partículas ou ainda ao efeito indireto do bloqueio dos sítios de crescimento devido ao hidrogênio reduzido [8].

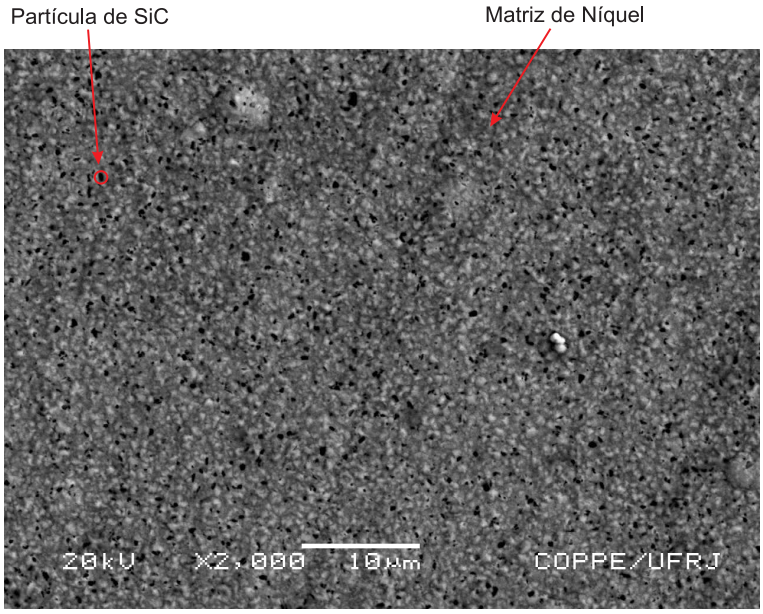

Figura 4.29: Micrografia da morfologia da superfície do revestimento de Ni-SiC com um aumento de 2.000×.

Neste estudo, avalia-se a espessura dos revestimentos, a taxa de incorporação em percentual de volume (fração volumétrica) ou em número de partículas incorporadas por unidade de área (α_p) e também o diâmetro médio das partículas.

Como já mencionado, para os revestimentos obtidos variando a velocidade de rotação ou densidade de corrente (Tabela 3.2), espera-se que ocorra diferença considerável na taxa de incorporação de partículas. Esses depósitos são obtidos tentando chegar em espessuras aproximadamente iguais aos depósitos de níquel sem partículas obtidos com tempo de deposição de 60 min. Na literatura não são encontradas variações consideráveis de espessuras entre os depósitos de níquel sem partículas e níquel com partículas de SiC, o que reforça os resultados obtidos aqui, como será mostrado na Tabela 4.4.

As figuras 4.30, 4.31, 4.32 e 4.33 mostram as seções transversais das amostras obtidas com densidade de corrente constante de 20mA/cm^2 e velocidades de rotação de 100, 300, 500 e 700rpm, respectivamente. Já as figuras 4.34, 4.35, 4.36 mostram as seções transversais das amostras obtidas mantendo a velocidade de rotação constante de 500rpm e diferentes densidades de corrente de 10, 50 e 100 mA/cm^2, respectivamente.

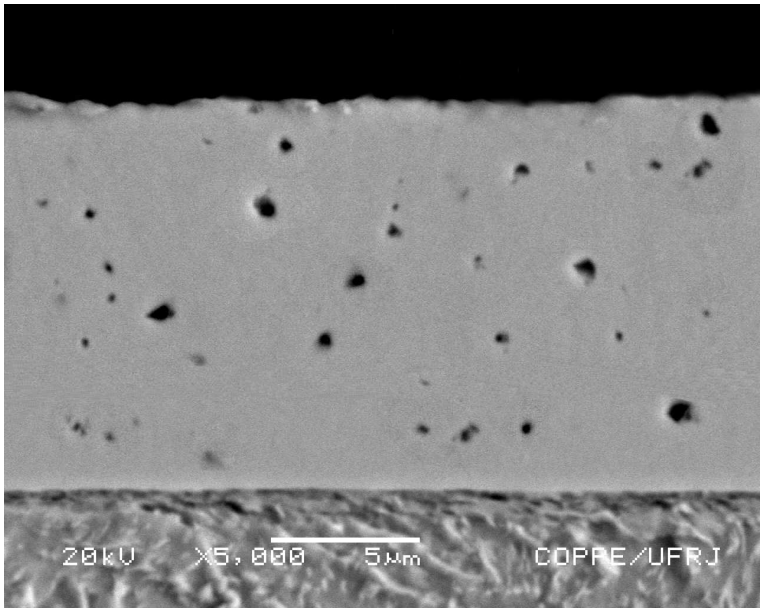

Figura 4.30: Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com velocidade de 100rpm e 20mA/cm^2 (5.000×).

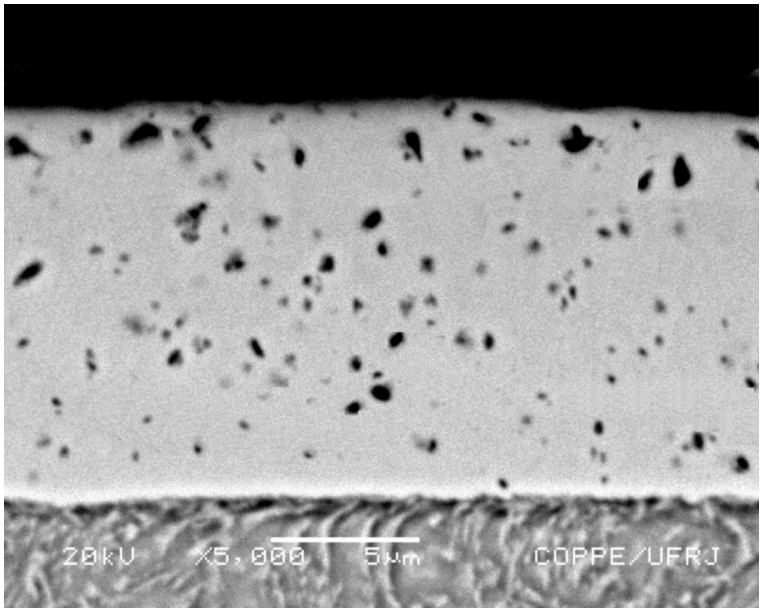

Figura 4.31: Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com velocidade de 300rpm e 20mA/cm^2 (5.000×).

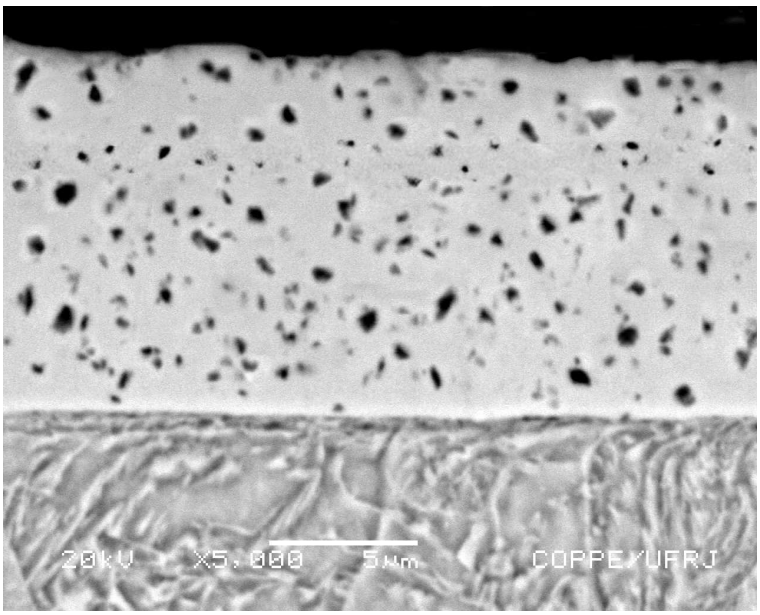

Figura 4.32: Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com velocidade de 500rpm e 20mA/cm^2 (5.000×).

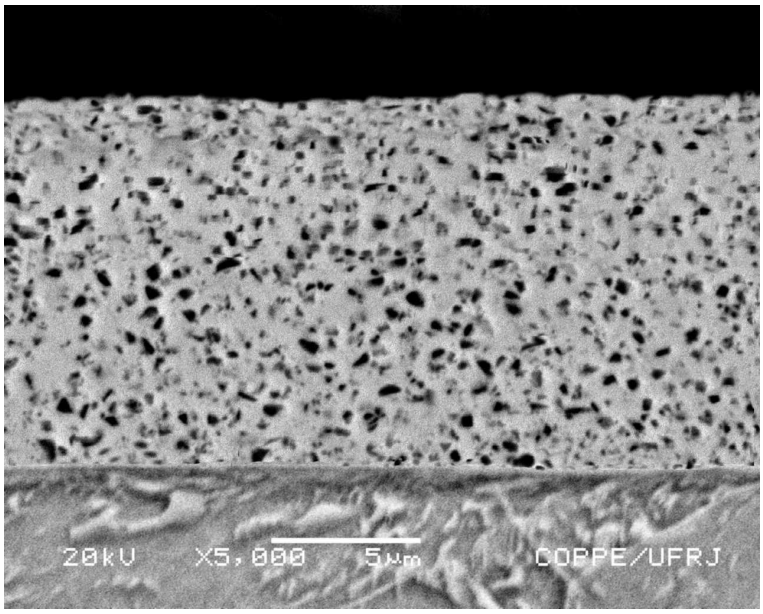

Figura 4.33: Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com velocidade de 700rpm e 20mA/cm^2 (5.000×).

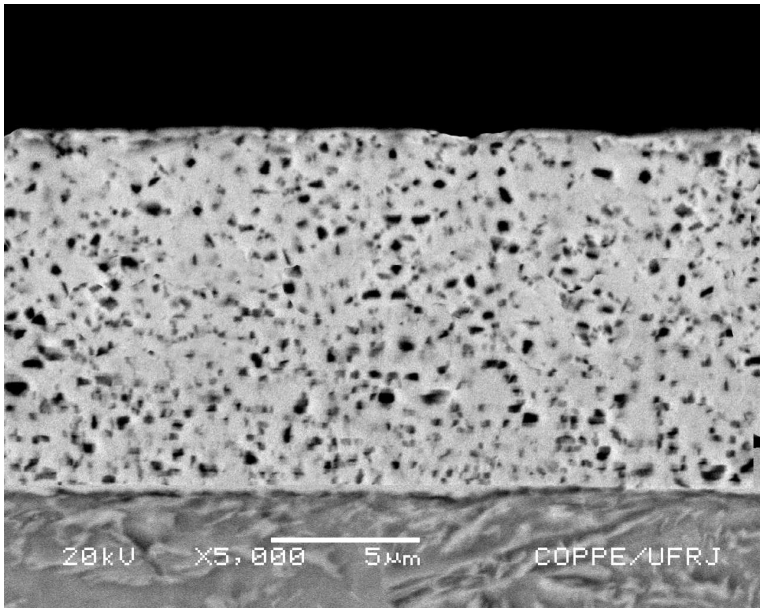

Figura 4.34: Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com densidade de corrente de 10mA/cm^2 e 500rpm (5.000×).

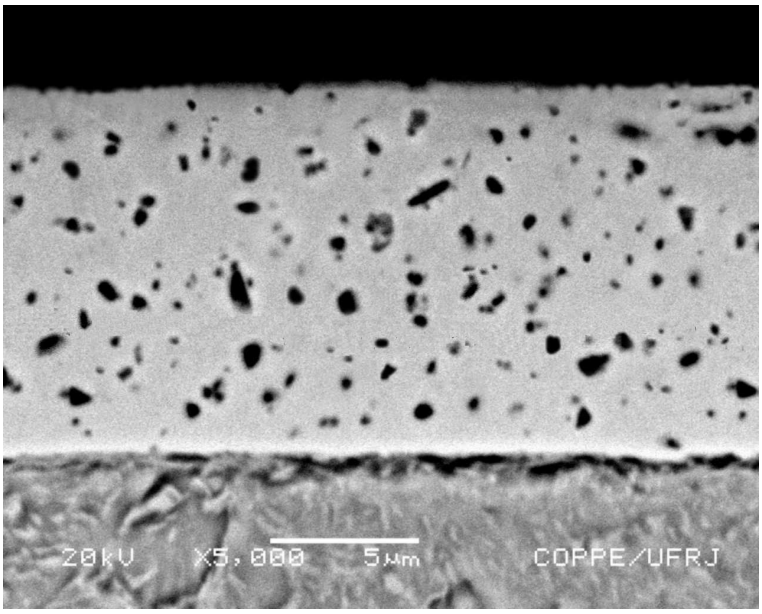

Figura 4.35: Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com densidade de corrente de 50mA/cm^2 e 500rpm (5.000×).

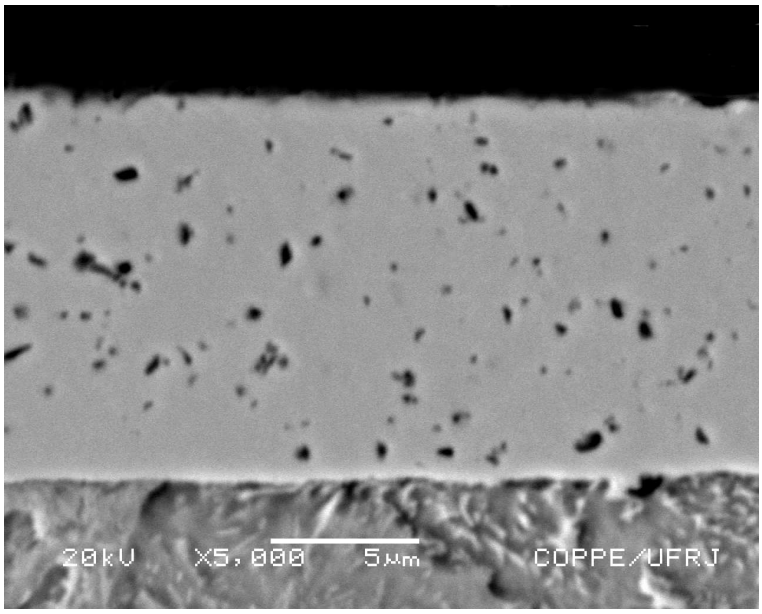

Figura 4.36: Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com densidade de corrente de 100mA/cm^2 e 500rpm (5.000×).

As imagens das seções retas dos depósitos revelam que as partículas de SiC estão relativamente bem dispersas, ou seja, homogeneamente distribuidas, para todas as condições de deposição. Conforme a velocidade de rotação aumenta a quantidade de partículas incorporadas também aumenta e o contrário ocorre para aumento da densidade de corrente de deposição. Em todos os depósitos observa-se partículas de diferentes tamanhos, sugerindo a aglutinação de partículas durante a deposição. Esses resultados são quantificados a seguir.

A Tabela 4.4 apresenta os resultados de espessura dos revestimentos e a fração volumétrica de partículas de SiC incorporadas nos mesmos.

Tabela 4.4: Nomenclatura das amostras com revestimentos de Ni-SiC e seus respectivos valores de espessura e fração volumétrica de SiC.

Condições de deposição	Nome da amostra	Espessura (μm)	Fração Volumétrica
20 mA/cm	NiSiCV100A1	12.42 ± 0.91	1.76 ± 0.51
e	NiSiCV100A2	11.07 ± 0.63	2.02 ± 0.61
100 rpm	NiSiCV100A3	12.80 ± 1.01	1.40 ± 0.74
20 mA/cm^2	NiSiCV300A1	12.13 ± 1.17	7.33 ± 0.91
e	NiSiCV300A2	12.92 ± 1.27	5.19 ± 1.35
300 rpm	NiSiCV300A3	11.23 ± 1.03	4.25 ± 1.49
20 mA/cm^2	NiSiCV500A1	11.04 ± 1.37	12.15 ± 1.64
e	NiSiCV500A2	12.63 ± 1.61	10.04 ± 1.79
500 rpm	NiSiCV500A3	13.45 ± 1.79	9.86 ± 2.31
20 mA/cm^2	NiSiCV700A1	10.96 ± 2.32	27.91 ± 3.02
e	NiSiCV700A2	11.15 ± 1.53	29.73 ± 3.14
700 rpm	NiSiCV700A3	12.69 ± 1.65	25.10 ± 2.33
10 mA/cm^2	NiSiCI10A1	11.11 ± 1.46	16.16 ± 2.0
e	NiSiCI10A2	12.50 ± 0.83	18.41 ± 1.75
500 rpm	NiSiCI10A3	12.96 ± 2.23	15.84 ± 2.51
50 mA/cm^2	NiSiCI50A1	11.09 ± 1.08	7.68 ± 1.74
e	NiSiCI50A2	13.52 ± 0.70	6.58 ± 1.23
500 rpm	NiSiCI50A3	12.51 ± 0.87	6.10 ± 1.63
100 mA/cm^2	NiSiCI100A1	9.50 ± 0.65	3.81 ± 1.52
e	NiSiCI100A2	10.34 ± 0.90	2.16 ± 0.45
500 rpm	NiSiCI100A3	10.60 ± 2.65	3.01 ± 1.27

A Figura 4.37 mostra em (a) a curva que representa a evolução da fração volumétrica e em (b) a curva que representa o número de partículas incorporadas por unidade de área, ambas em função da velocidade de rotação [2]. Observa-se que tanto a fração volumétria de SiC como a quantidade de partículas por unidade de área aumentam juntamente com o aumento da velocidade de rotação.

[2]As legendas dos gráficos correspondem ao número da amostra, por exempo, Amostra 1 na legenda corresponde as amostras com nomenclaturas terminadas em A1.

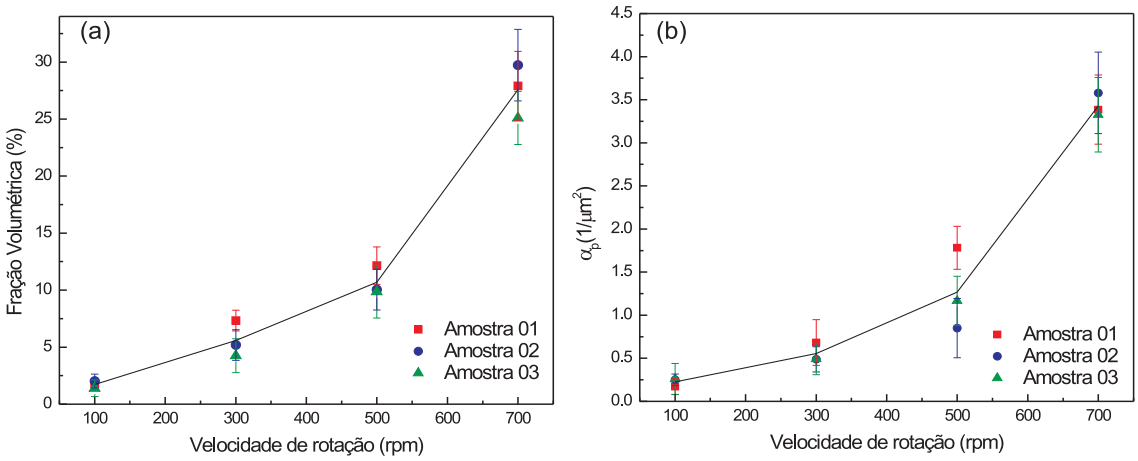

Figura 4.37: Evolução da taxa de incorporação expressa em termos de: (a) fração volumétrica e (b) número de partículas por unidade de área (α_p), em função da velocidade de rotação do eletrodo.

Como as partículas de SiC devem ser transportadas para o catodo para serem co-depositadas, a velocidade de rotação afeta consideravelmente a fração de volume de SiC codepositada. A Figura 4.37(a) mostra o aumento da fração volumétrica de partículas incorporadas em função do aumento da velocidade de rotação. Em [62] foi encontrado um aumento na quantidade de SiC codepositadas até 500rpm, uma vez que as colisões contra o catodo são mais freqüentes, resultando em um aumento na quantidade de partículas incorporadas, porém acima de 500rpm foi observado um decréscimo pelo grande número de impactos. Mas esses resultados podem variar muito, como exemplo, pode-se citar [63] onde a quantidade de partículas chega a um máximo em velocidades de 900 e 1200rpm, respectivamente, quando a concentração nos eletrólito é de 50 e 150g/L, porém acima desses valores de velocidade de rotação começava a ocorrer o decréscimo de incorporação.

Na Figura 4.38(a) tem-se a curva que representa a evolução da fração volumétrica e em (b) o número de partículas incorporadas por unidade de área, ambas em função da densidade de corrente de deposição. Neste caso tanto a fração volumétria de SiC, como a quantidade de partículas por unidade de área diminuem com o aumento da densidade de corrente de deposição. Estes resultados aqui obtidos estão de acordo com os resultados mostrados em [62], que atribui este resultado de modo que, com

aumento da densidade de corrente, os íons de níquel dissolvidos do anodo são transportados mais rapidamente que as partículas pela agitação mecânica, resultando em uma diminuição de quantidade de partículas codepositadas.

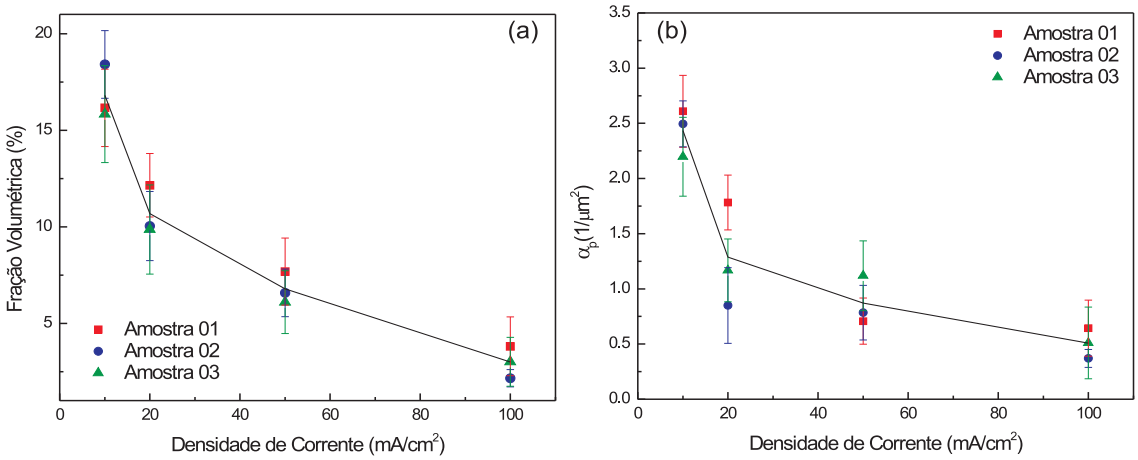

Figura 4.38: Evolução da taxa de incorporação expressa em termos de: (a) fração volumétrica e (b) número de partículas por unidade de área (α_p), em função da densidade de corrente de deposição.

Uma característica desses resultados é que embora ocorra um desvio maior em termos de α_p em depósitos obtidos com velocidade de rotação de 500rpm e densidade de corrente de 20mA/cm^2, as frações volumétricas se mantém bastante próximas umas das outras, o que sugere que a ocorrência de variação em termos de tamanho de partículas, Figuras 4.37 e 4.38. Vê-se que nos outros depósitos obtidos com mesma condição de deposição, a distribuição de partículas entre eles não varia muito.

As distribuições de tamanhos de partículas de SiC nos diferentes revestimentos são mostradas nas Figuras 4.39 e 4.40. Vê-se que em média as partículas com tamanhos entre 100nm e 600nm são dominantes nos depósitos. A pouca freqüência de partículas maiores sugere que são mais difícies de serem incorporadas nos depósitos. Partículas maiores que 1 μm estão presentes em algumas condições de deposição sugerindo a formação de aglomerados.

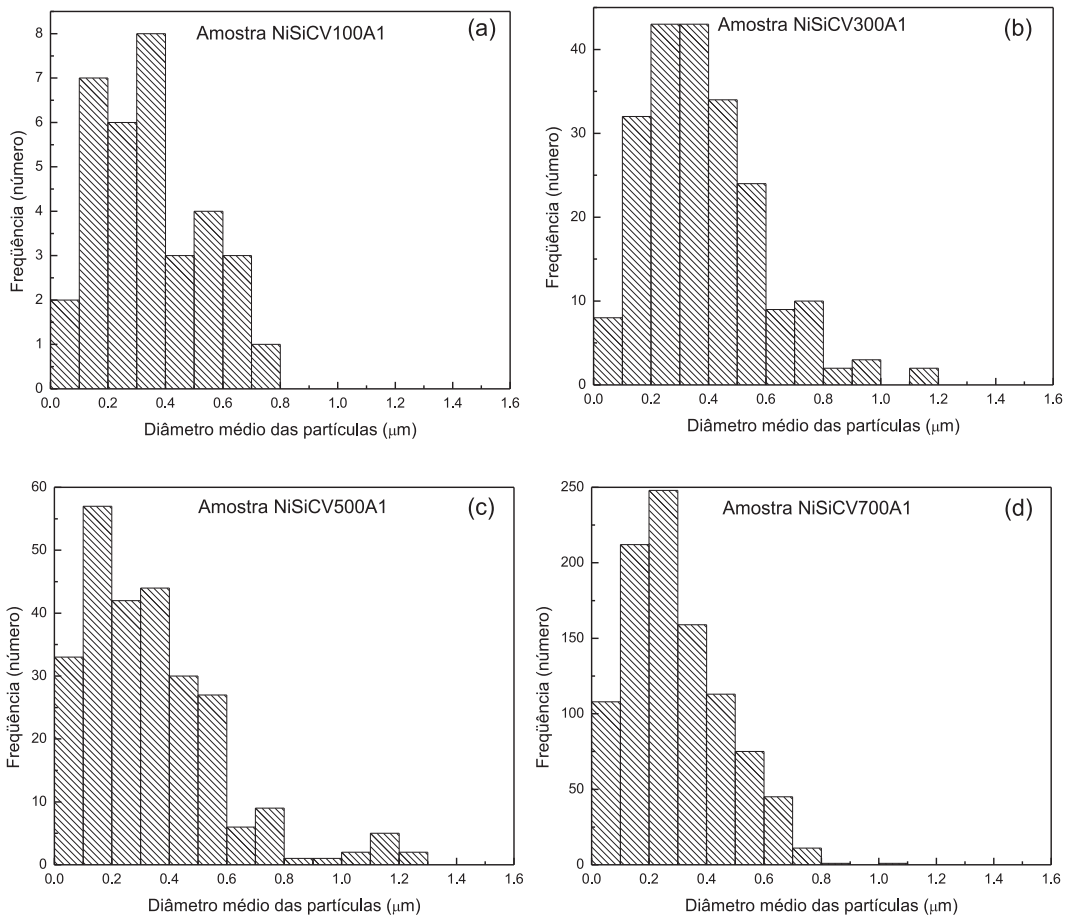

Figura 4.39: Distribuição dos tamanhos de partículas de SiC nos revestimentos de Ni-SiC obtidos com velocidades de rotação de: (a) 100, (b) 200, (c) 500 e (d) 700rpm.

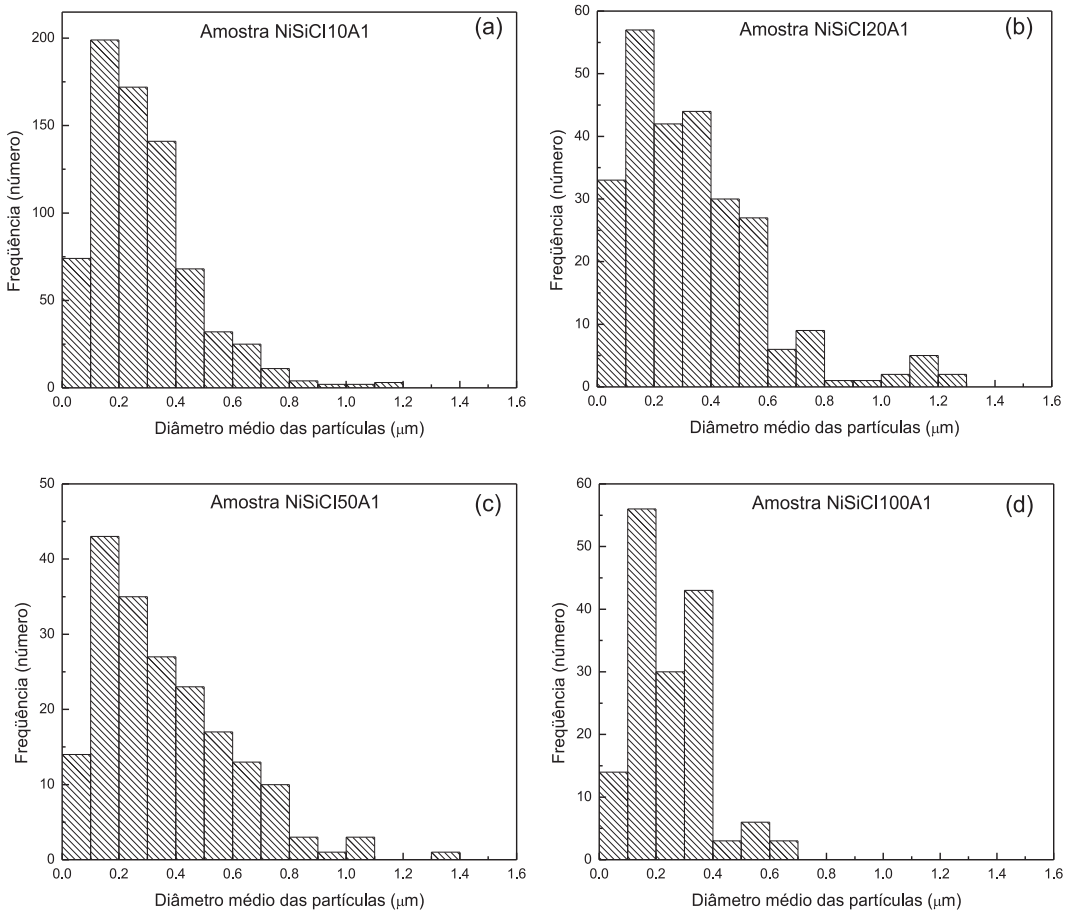

Figura 4.40: Distribuição dos tamanhos de partículas de SiC nos revestimentos de Ni-SiC obtidos com densidade de corrente de: (a) 10, (b) 20, (c) 50 e (d) 100 mA/cm^2.

Através das distribuições de tamanhos de partículas de SiC estima-se o tamanho médio de SiC para cada condição de deposição, Figura 4.41. Vê-se que nos depósitos que possuem maior fração volumétrica de partículas, o tamanho médio destas é menor que nos outros depósitos, com excessão dos depósitos obtidos com densidade de corrente de 100mA/cm^2. Uma provável explicação para este resultado é que como o tempo de deposição para estes depósitos é pequeno, não houve tempo suficiente para ocorrer o mecanismo de incorporação de partículas maiores, ou até mesmo formar aglomerados. Vê-se também que nos depósitos obtidos com velocidade de rotação de 500rpm e densidade de corrente de 20mA/cm^2 o desvio do tamanho médio das partículas é bem maior que nos outros casos, o que explica o maior desvio em termos de α_p vista nas Figuras 4.37 e 4.38.

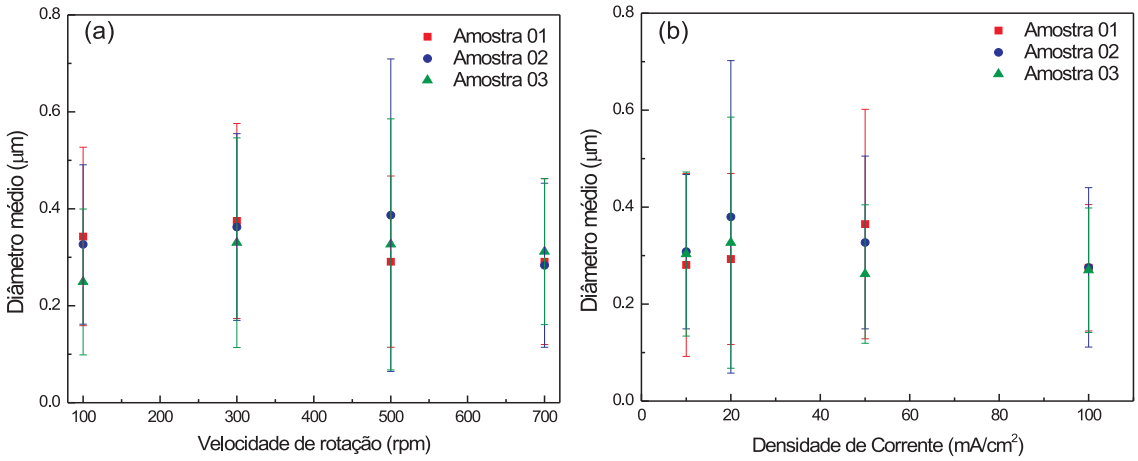

Figura 4.41: Diâmetro médio das partículas de SiC em função das condições de deposição: (a) velocidade de agitação e (b) densidade de corrente.

Os resultados descritos até aqui são para os depósitos de Ni-SiC obtidos através de variações das condições de deposição mantendo-se a espessura constante. Mostra-se agora os resultados das amostras de Ni-SiC com diferentes espessuras obtidas através de condições de deposição constante (20mA/cm^2 e 500rpm), Tabela 3.3. As Figuras 4.42, 4.43, 4.44, 4.45e 4.46 mostram as seções transversais das amostras obtidas com tempos de deposição de 30, 45, 60, 90 e 120 min, respectivamente.

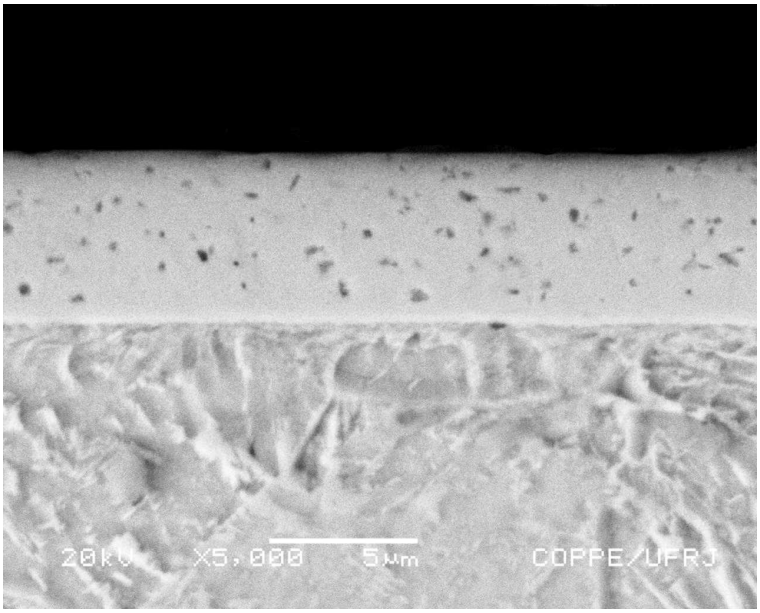

Figura 4.42: Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com tempo de deposição de 30min (5.000×).

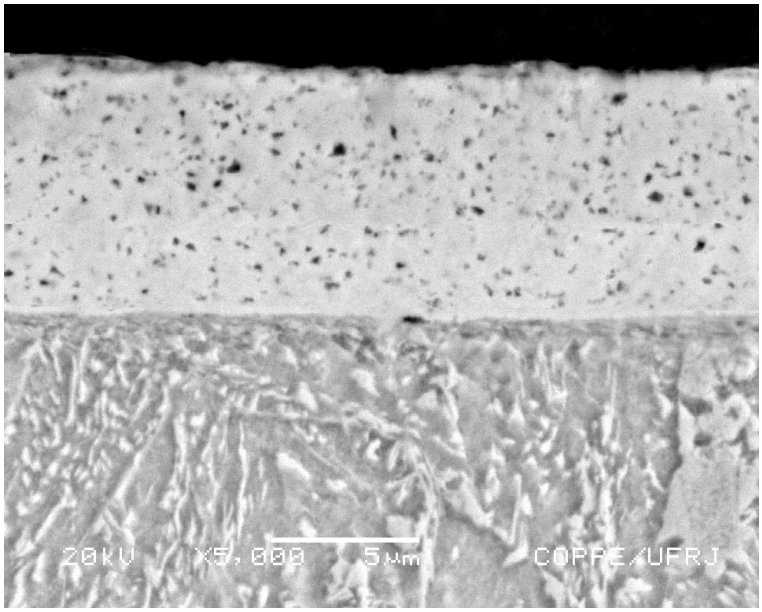

Figura 4.43: Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com tempo de deposição de 45min (5.000×).

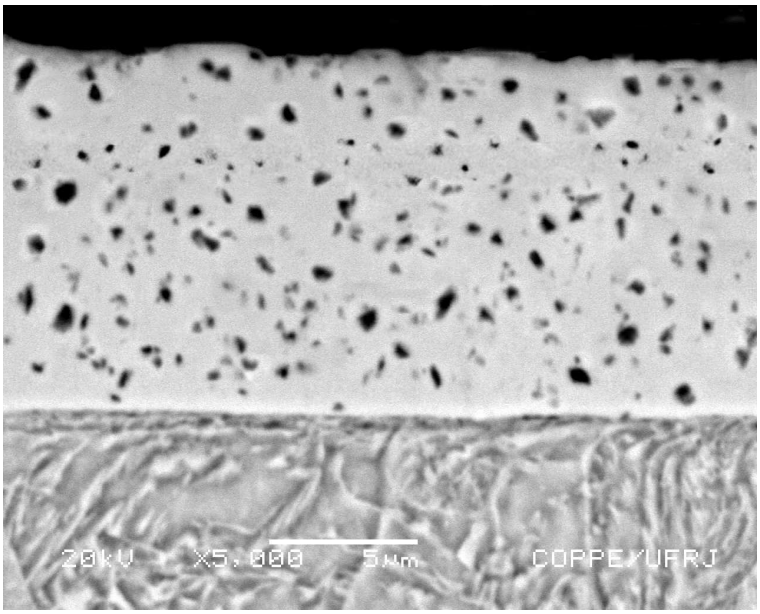

Figura 4.44: Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com tempo de deposição de 60min (5.000×).

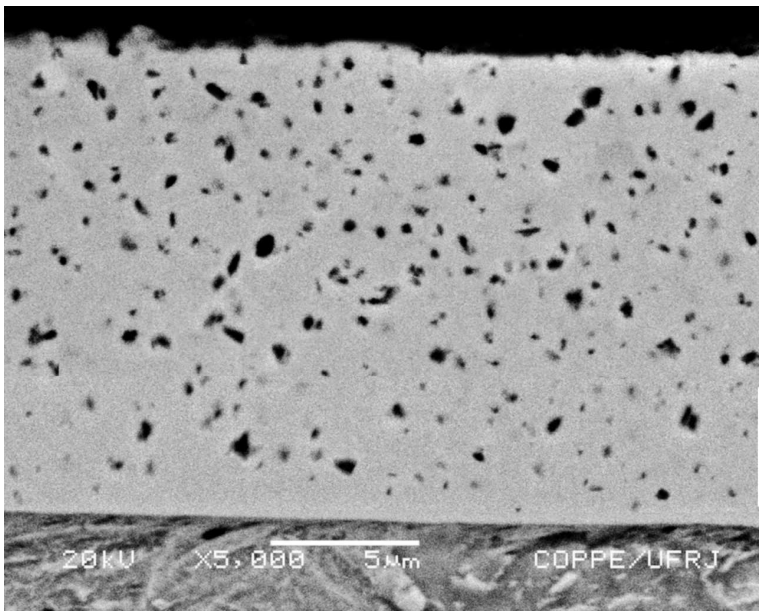

Figura 4.45: Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com tempo de deposição de 90min (5.000×).

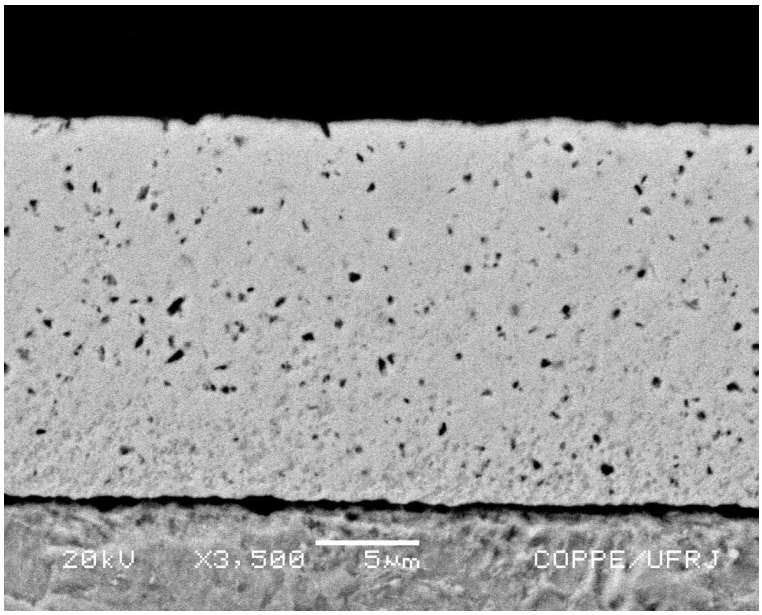

Figura 4.46: Micrografia da seção transversal de Ni-SiC obtido com tempo de deposição de 120min (5.000×).

A Tabela 4.5 apresenta os resultados de espessura dos revestimentos e a fração volumétrica de partículas de SiC incorporadas nos mesmos.

Tabela 4.5: Nomenclatura das amostras com revestimentos de Ni-SiC e seus respectivos valores de espessura e fração volumétrica de SiC.

Tempo de deposição	Nome da amostra	Espessura (μm)	Fração Volumétrica
30min	NiSiCT30A1	4.53 ± 0.67	1.92 ± 0.38
	NiSiCT30A1	5.89 ± 0.64	1.60 ± 0.33
	NiSiCV30A3	5.17 ± 1.18	2.31 ± 0.58
45min	NiSiCT45A1	7.62 ± 0.86	6.62 ± 0.81
60min	NiSiCT60A1	11.04 ± 1.37	12.15 ± 1.64
	NiSiCT60A2	12.63 ± 1.61	10.04 ± 1.79
	NiSiCT60A3	13.45 ± 1.79	9.86 ± 2.31
90min	NiSiCT90A1	14.83 ± 1.32	7.29 ± 1.71
120min	NiSiCT120A1	17.79 ± 2.31	4.22 ± 0.87
	NiSiCT120A2	18.39 ± 1.49	4.06 ± 1.71
	NiSiCT120A3	18.12 ± 1.57	4.88 ± 1.01

Na Figura 4.47 pode-se ver em (a) a curva que representa a evolução da fração volumétrica e em (b) a curva que representa o número de partículas incorporadas por unidade de área, ambas em função do tempo de deposição. Inicialmente foram feitas apenas amostras com tempos de 30, 60 e 120min, mas como foi encontrado comportamento de aumento de incorporação de partículas de 30min para 60min e depois redução para o tempo de 120min, foram fabricadas amostras com tempos intermediários de 45 e 90min para verificar o comportamento da taxa de incorporação de partículas. Através destes resultados, observa-se um valor máximo de incorporação com o tempo de 60min. Portanto, encontra-se variações da taxa de incorporação de partículas utilizando tempos de deposição diferentes. A princípio, na literatura não foram relatados resultado de dependência de taxa de incorporação com o tempo de deposição.

As distribuições de tamanhos de partículas de SiC nos diferentes revestimentos é mostrada na Figura 4.48. Vê-se que os tempos de 30 e 45 minutos apresentam partículas com tamanhos entre 100nm e 200nm são dominantes nos depósitos, para tempos maiores encontra-se uma dispersão maior.

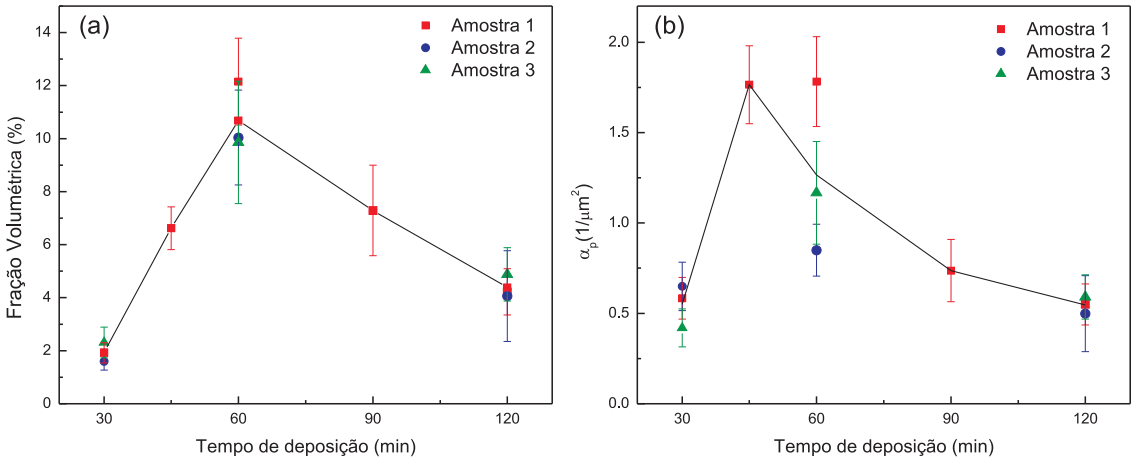

Figura 4.47: Evolução da taxa de incorporação expressa em termos de: (a) fração volumétrica e (b) de número de partículas por unidade de área (α_p), em função do tempo de deposição.

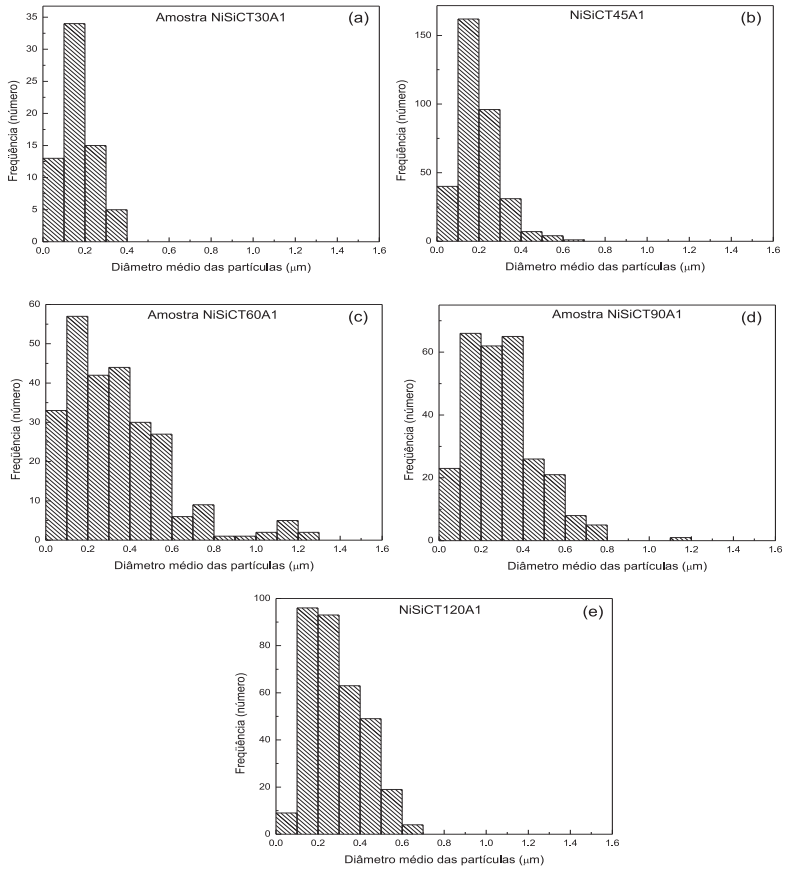

Figura 4.48: Distribuição dos tamanhos de partículas de SiC nos revestimentos de Ni-SiC obtidos com tempos de deposição: (a) 30, (b) 45, (c) 60, (d) 90 e (e) 120min.

Através das distribuições de tamanhos de partículas de SiC estima-se o tamanho médio de SiC para cada condição de deposição, Figura 4.49. Vê-se que nos depósitos obtidos com tempos de 30 e 45 min o diâmetro médio das partículas é bem menor do que os obtidos com tempos maiores.

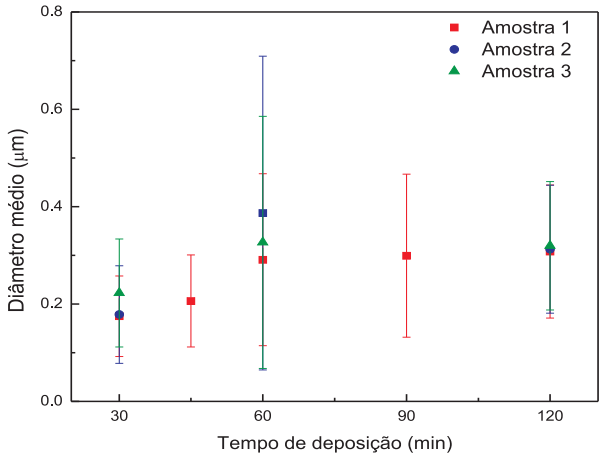

Figura 4.49: Diâmetro médio das partículas de SiC em função tempo de deposição.

Tendo feita a análise dos depósitos quantificando suas espessuras e características como fração volumétrica, número de partículas incorporadas por unidade de área e tamanho médio de partículas, utiliza-se a técnica de correntes parasitas para correlacionar sua resposta com estas grandezas.

4.2.2 Ensaio de Correntes Parasitas

Inicia-se esta seção apresentando os resultados das amostras revestidas de Ni-SiC que foram obtidas variando as condições de deposição descritas na Tabela 3.2. As Figuras 4.50, 4.51 e 4.52 mostram a parte real e imaginária de ΔZ em função da freqüência e o plano de impedância de ΔZ, respectivamente para amostras revestidas de Ni-SiC obtidas com densidade de corrente constante e com velocidades de rotação de 100, 300, 500 e 700 rpm. É traçada uma curva de uma amostra com revestimento de níquel sem partículas com tempo de deposição de 60 min (NiT60A01) como referência.

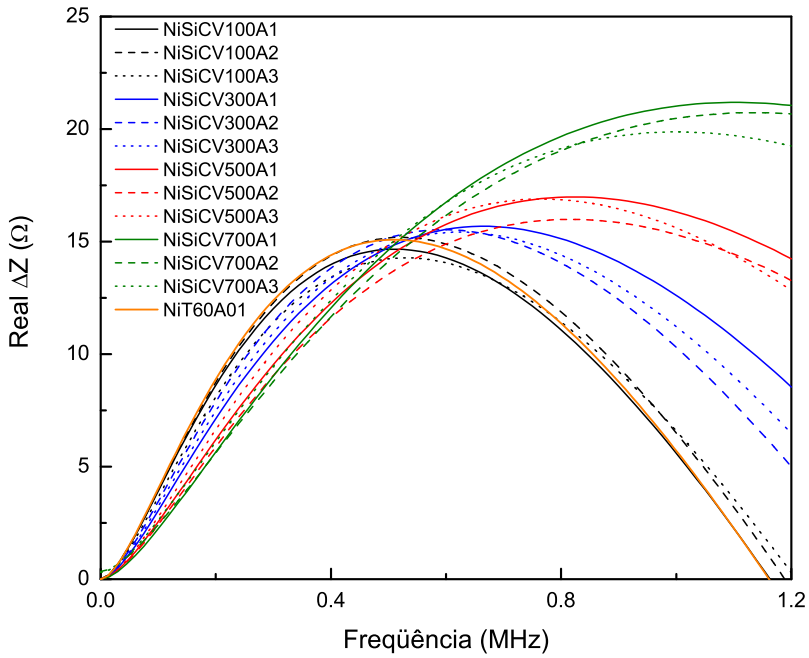

Figura 4.50: Parte real da diferença de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes velocidades de rotação em função da freqüência.

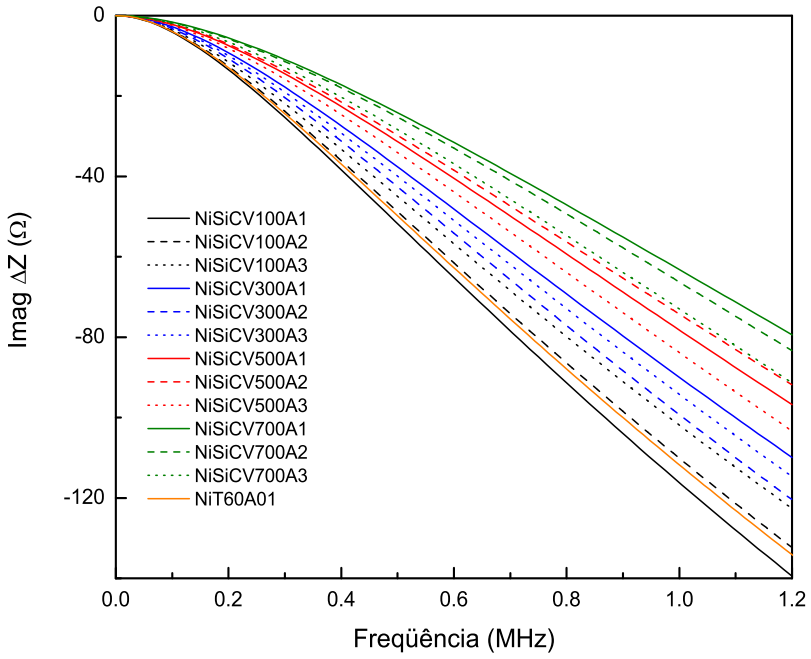

Figura 4.51: Parte imaginária da diferença de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes velocidades de rotação em função da freqüência.

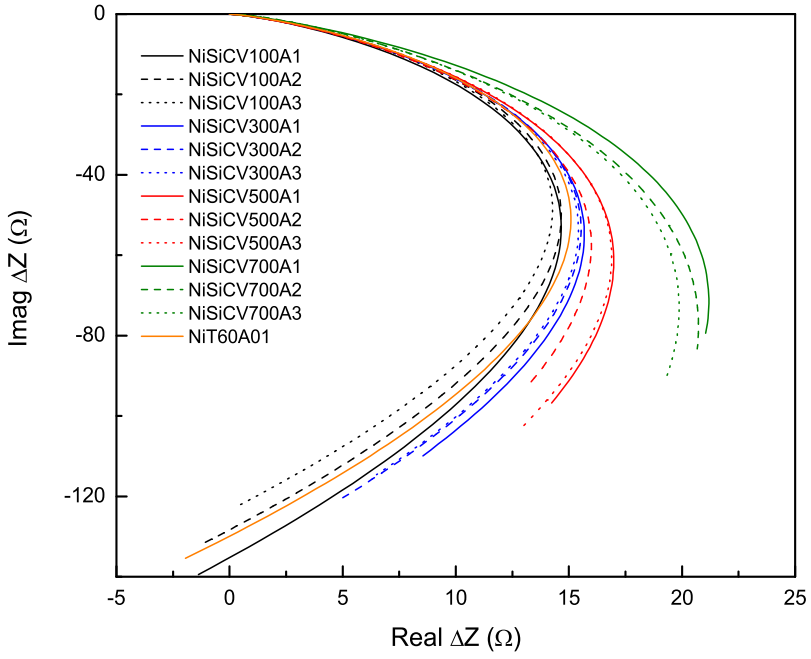

Figura 4.52: Plano de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes velocidades de rotação em função da freqüência.

Os resultados das amostras revestidas de Ni-SiC obtidas com velocidade de rotação constante e com densidades de corrente de 10, 20, 50 e 100 mA/cm^2 descritas na Tabela 3.2 são mostradas nas Figuras 4.53, 4.54 e 4.55 que são referentes a parte real e imaginária de ΔZ e o plano de impedância de ΔZ, respectivamente. Também traça-se a curva de uma amostra com revestimento de níquel sem partículas com tempo de deposição de 60 min (NiT60A01) como referência.

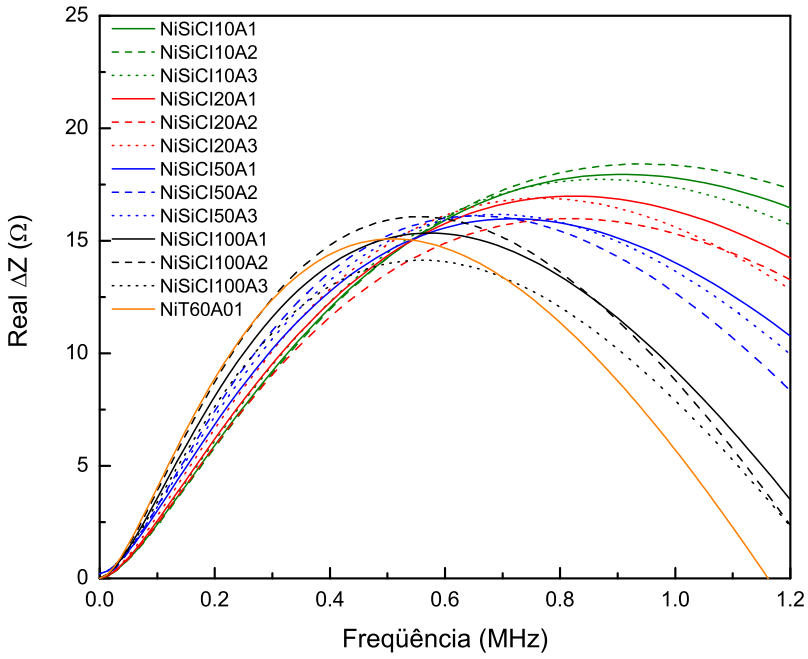

Figura 4.53: Parte real da diferença de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes densidades de corrente em função da freqüência.

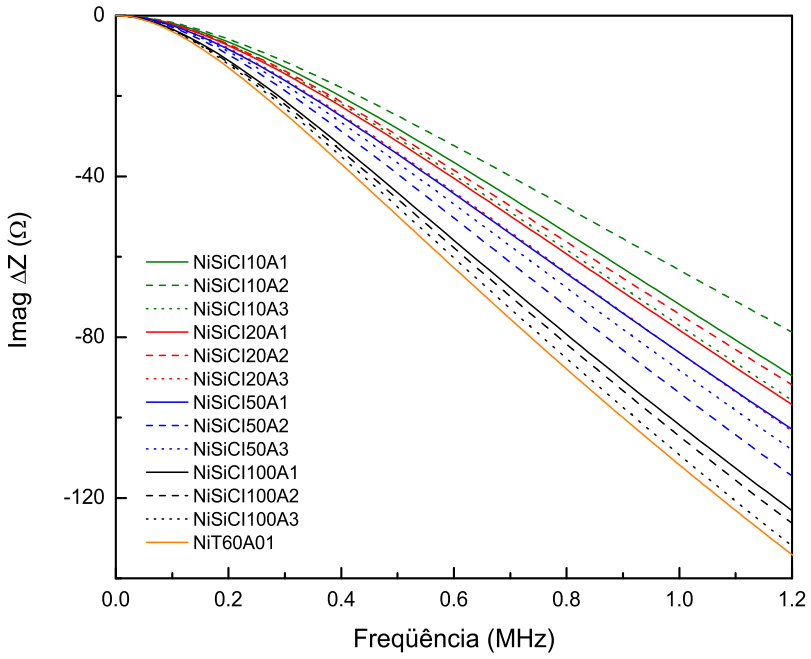

Figura 4.54: Parte imaginária da diferença de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes densidades de corrente em função da freqüência.

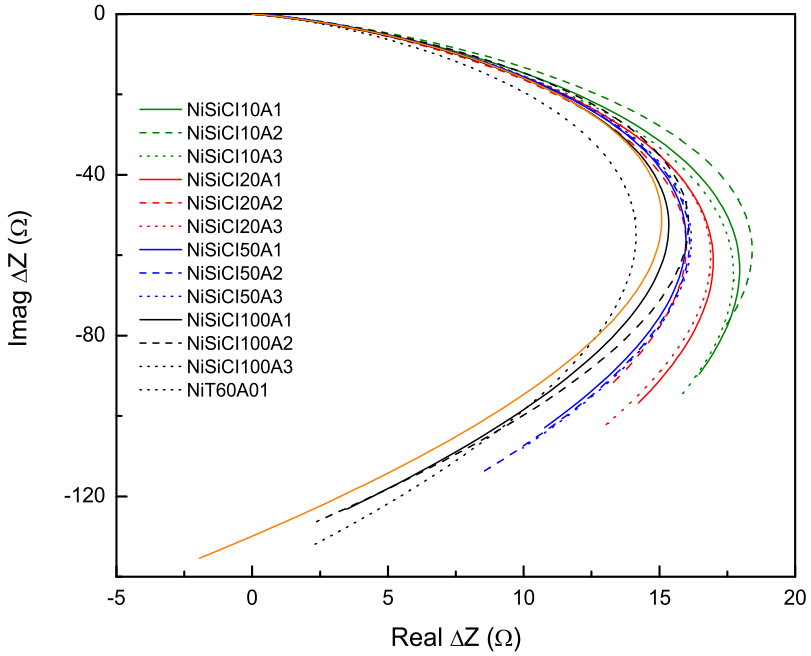

Figura 4.55: Plano de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes densidades de corrente em função da freqüência.

Analisando as Figuras 4.50 e 4.53 pode-se dizer que a parte real de ΔZ em função da freqüência para grupos de amostras obtidas sob mesmas condições de deposição possuem um bom grau de reprodutibilidade.

Observa-se que existe variação da componente real ΔZ em função da freqüência para amostras obtidas com diferentes condições de deposição. Uma vez que as espessuras são aproximadamente iguais entre si (Tabela 4.4) e entre as amostras de referência de níquel sem partículas (Tabela 4.1), pode-se afirmar que a variação de ΔZ é proveniente da mudança considerável de quantidade de partículas que são incorporadas nos revestimentos sob diferentes condições de deposição.

Utilizando-se o parâmetro fração volumétrica como forma de análise, vê-se que a componente real (Figuras 4.50 e 4.53) a partir de 0.8MHz começa a ter uma boa separação entre as curvas que correspondem as amostras com diferentes frações volumétricas (aproximadamente 2% a 30% para variação de 100 a 700 rpm e de 18% a 4% para variação de 10 a 100 mA/cm^2) atingindo amplitudes cada vez maiores com o aumento desta. Observa-se também que o valor máximo das curvas acontece em freqüências cada vez maiores com o aumento da fração volumétrica (As curvas foram traçadas até a freqüência de 1.2MHz para que se pudesse visualizar melhor este fenômeno).

Obtém-se uma diminuição da componente imaginária (em módulo) (Figuras 4.51, 4.54) acompanhada do aumento da fração volumétrica. Pode-se ver também que o comportamento de ambas as componentes para o aumento da fração volumétria de partículas é análogo ao de diminuição de espessura dos revestimentos de níquel sem partículas (ver Figura 4.9 e 4.11).

Nas Figuras 4.50, 4.51 e 4.52 observa-se que os revestimentos de Ni-SiC obtidos com velocidade de rotação de 100rpm, ou seja com baixa fração volumétrica (até 2%), não possui boa separação em relação ao revestimento de níquel sem partículas. Este resultado sugere que esses revestimentos possuem características muito parecidas, o que dificulta a discriminação entre estas amostras.

As curvas da componente real de ΔZ em função da freqüência, Figuras 4.50 e 4.53, possuem uma separação melhor do que as curvas da componente imaginária de ΔZ para revestimentos com diferentes frações volumétricas, Figuras 4.51 e 4.54. Com

isto as curvas traçadas no plano de impedância acabam não tendo uma separação tão visível, Figuras 4.55 e 4.52. Este resultado entra em acordo com resultados na literatura que mostram que embora a componente imaginária seja dominante (sinais com maiores amplitudes), os autores em geral utilizam a componente real para mostrar a sensibilidade da técnica em relação a variação tanto de espessura como condutividade elétrica e permeabilidade magnética dos revestimentos [27, 31].

O efeito proveniente do aumento da quantidade de partículas não condutoras incorporadas na matriz (condutora e magnética) pode ser visto através do efeito de redução da condutividade elétrica (σ) e da permeabilidade magnética (μ), como já foi observado experimentalmente para eletrocompósitos em [23, 24].

Uma forma clara de ver que a adição de partículas nos revestimentos pode ser associada a variações de σ e μ é através do uso da simulação da impedância dada pela Equação 3.14 do modelo de Cheng *et al.* [30] utilizando diferentes valores de σ e μ. A Figura 4.56 mostra a simulação de um caso de aço revestido de níquel puro (espessura de 12 μm) e outros dois revestimentos hipotéticos de mesma espessura mas com propriedades eletromagnéticas idealizadas distintas do níquel puro. Em (a) e (b) vê-se o comportamento da parte real e imaginária de ΔZ, respectivamente, para o caso de dois revestimentos que possuem condutividades elétricas 20% e 40% menores em relação ao níquel puro, porém a permeabilidade magnética é mantida igual para todos. Observa-se que as curvas da componente resistiva tende a atingir um valor máximo a freqüências cada vez maiores com a diminuição da condutividade elétrica, embora a amplitude destes máximos permaneça praticamente igual. Já a componente imaginária diminui em módulo com a diminuição da condutividade elétrica. Já em (c) e (d) tem-se o caso em que a condutividade elétrica é mantida com um valor constante para os 3 revestimentos, sendo que a permeabilidade magnética é reduzida de 20% e 40% em relação ao níquel puro. Observa-se que os valores máximos da componente real de ΔZ atingem valores cada vez maiores com a diminuição da permeabilidade magnética, mas estes máximos ocorrem a freqüências muito próximas. Paralelamente a componente imaginária atinge valores cada vez maiores em módulo com a diminuição da permeabilidade magnética.

Por fim, em (e) e (f) tem-se que ambas, condutividade elétrica e permeabilidade

magnética diminuem de 20% e 40%. Os efeitos que antes eram vistos separadamente em (a) e (c) agora estão presentes na componente real de ΔZ ao mesmo tempo, e o mesmo vale para a parte imaginária de ΔZ. Agora ao compararmos estas curvas teóricas com as curvas experimentais da impedância obtidas pra revestimentos de níquel com diferentes frações volumétricas de partículas de SiC, pode-se observar um comportamento bastante semelhante, sugerindo, portanto, que o aumento da fração volumétrica de partículas de SiC tem o efeito de diminuir a condutividade elétrica e permeabilidade magnética dos revestimentos.

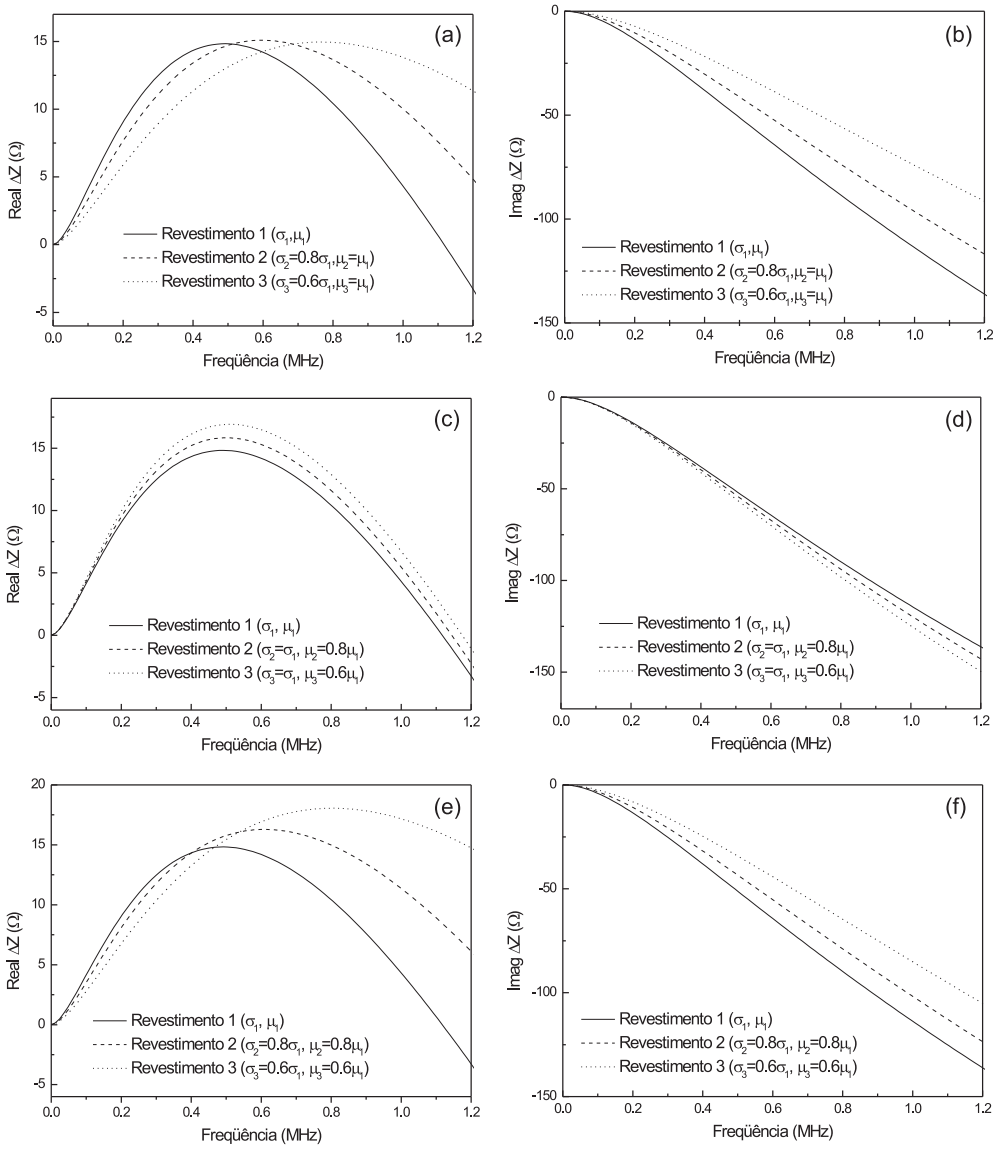

Figura 4.56: Análise dos efeitos da mudança de condutividade elétrica e permeabilidade magnética para revestimentos hipotéticos de mesma espessura simulados utilizando modelo de Cheng *et al.* [30].

Por último, mostra-se a Figura 4.57 que é uma maneira mais fácil de visualizar a relação entre a fração volumétrica de partículas incorporadas nos revestimentos e as componentes de impedância. Este gráfico é feito traçando-se a componente real e imaginária de ΔZ, ambas em função da fração volumétrica de partículas mostrada na Tabela 4.4 escolhendo-se uma única freqüência. Pode-se ver que com o aumento da fração volumétrica de partículas tem-se um aumento bem comportado da componente real de ΔZ para as três freqüências escolhidas (a)1.2MHz, (c)1.0MHz e (e)0.8MHz. Já a componente imaginária de ΔZ não é tão bem comportada mostrando uma maior dispersão nos resultados para as freqüências escolhidas (b)1.2MHz, (d)1.0MHz e (f)0.8MHz.

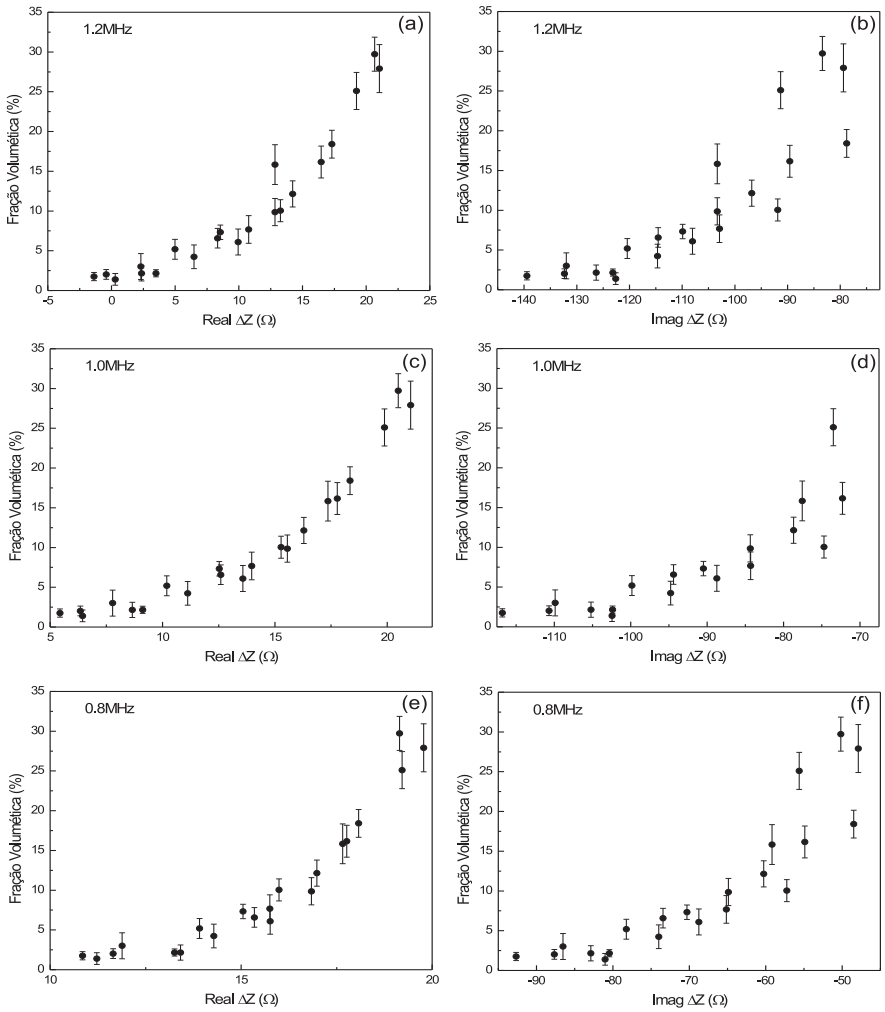

Figura 4.57: Componente real e imaginária de ΔZ ambas em função da fração volumétrica de partículas nos revestimentos para uma única freqüência.

A sensibilidade da técnica de corrente parasitas com relação à distribuição e tamanho de partículas incorporadas é um tema de difícil análise. Isto decorre que uma vez que a impedância medida é função da espessura e das propriedades elétricas e magnéticas dos revestimentos compósitos, que por sua vez são fortemente relacionadas com o parâmetro fração volumétrica, os depósitos obtidos nas mesmas condições de deposição possuem flutuações de parâmetros tais como espessura e fração volumétrica, a tentativa de associar os resultados de impedância fica comprometida. Portanto, os sinais de impedância foram relacionados somente com os parâmetros de fração volumétrica de partículas.

Feita a análise dos revestimentos de Ni-SiC de espessuras aproximadamente iguais mas obtidos com diferentes velocidades de rotação e densidades de corrente, apresenta-se por último os resultados das amostras de Ni-SiC obtidos com mesmas condições de deposição e diferentes tempos de deposição mostradas na Tabela 3.3. As Figuras 4.58, 4.59 e 4.60 mostram a parte real e imaginária de ΔZ em função da freqüência e o plano de impedância de ΔZ, respectivamente. Também traçam-se as curvas de impedância das amostras com revestimento de níquel sem partículas com tempo de deposição de 30min (NiT30A01), 60 min (NiT60A01) e 120min (NiT120A01) para servirem de referência.

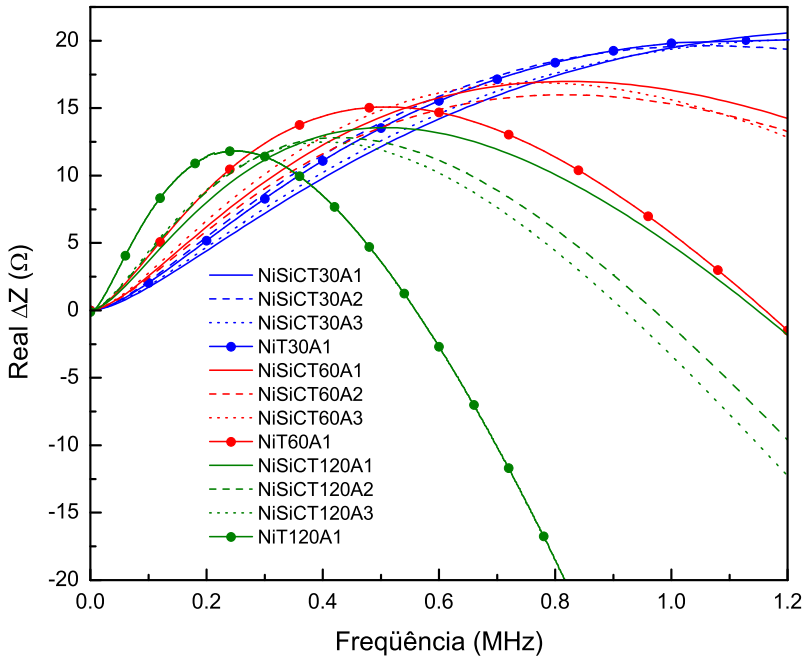

Figura 4.58: Parte real da diferença de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

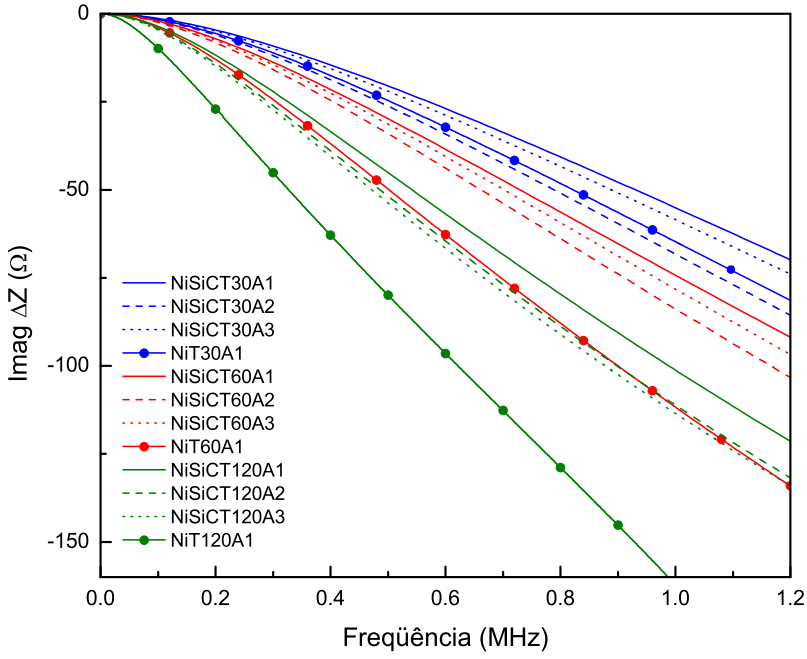

Figura 4.59: Parte imaginária da diferença de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

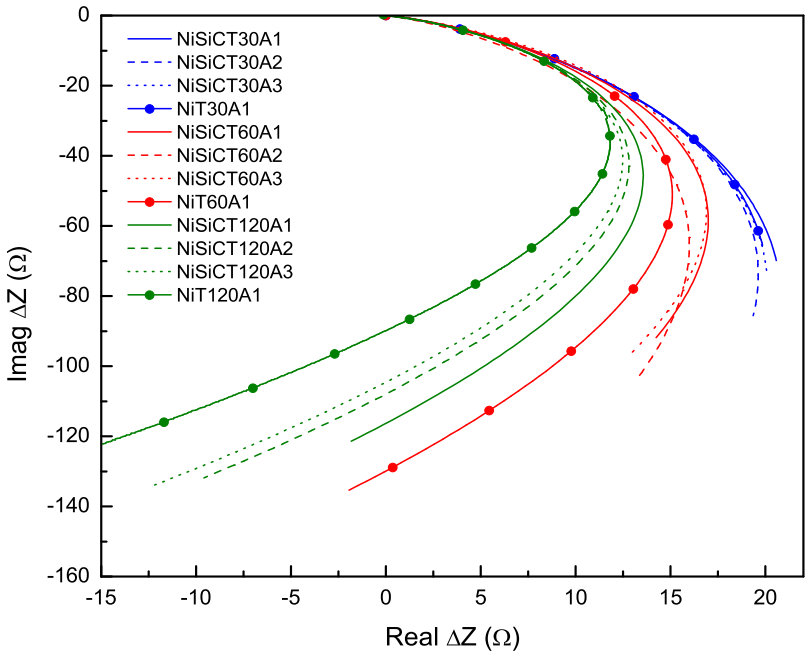

Figura 4.60: Plano de impedância das amostras Ni-SiC obtidas com com diferentes tempos de deposição.

Nas Figuras 4.58, 4.59 e 4.60 vê-se os sinais de 3 grupos bem distintos de amostras. Cada grupo possui amostras cujos revestimentos de níquel com partículas foram eletrodepositados utilizando o mesmo tempo de deposição. As respectivas espessuras de cada revestimento são mostradas na Tabela 4.5. Em média, o grupo de amostras depositadas com 30min possui espessura de 5μm, 60min espessura de 12μm e 120min espessura de 18μm. Consegue-se uma boa reprodutibilidade entre as amostras com espessuras aproximadamente iguais. Também pode-se dizer que existe uma boa discriminação entre os grupos, ou seja, os sinais das amostras com diferentes espessuras possuem boa separação em freqüências de pelo menos 0.9MHz (Figura 4.58).

Nos gráficos, além das curvas para as amostras de Ni-SiC, também mostra-se as amostras de Ni puro (uma para cada tempo de deposição). Comparativamente para as amostras depositadas com 30 min, não é possível discriminar a diferença entre as amostras com revestimento de Ni puro com as de Ni-SiC. Este resultado é bastante razoável, uma vez que estes depósitos possuem espessuras muito próximas e os revestimentos de Ni-SiC possuem baixa fração volumétrica de SiC (da ordem

de 2%) resultando em depósitos muito parecidos. Já para as amostras com tempos de deposição de 60 min, observa-se uma diferença considerável entre os depósitos de Ni-SiC e os Ni puro, apesar de terem espessuras bem próximas, portanto, pode-se afirmar que a quantidade de partículas incorporadas (da ordem de 9% a 12%) resulta em mudança das propriedades elétricas e magnéticas dos revestimentos de Ni-SiC. Já para as amostras depositadas com o tempo de 120 min, a diferença dos sinais de impedância são provenientes além da diferença de espessura entre os revestimentos de Ni-SiC (da ordem de 18 μm) e os de Ni puro (da ordem de 25 μm), da fração volumétrica de partículas de SiC incorporadas nos revestimentos de Ni-SiC (da ordem de 6%).

Pode-se ver que é possível discriminar as amostras com revestimentos de Ni-SiC através das curvas de impedância da mesma forma que os revestimentos de níquel sem partículas. Mas para que se possa estimar quantitativamente as espessuras dos revestimentos de Ni-SiC, utilizando o mesmo procedimento que foi realizado para os revestimentos de níquel sem partículas, através do método de inversão utilizando o modelo de Cheng *et al.* [30], é necessário conhecer os parâmetros σ e μ desses revestimentos, que devem ser diferentes dos utilizados para níquel puro. A seguir mostra-se o método de inversão utilizado para determinar σ, μ dos revestimentos com espessuras aproximadamente iguais, ou seja das amostras descritas na Tabela 3.2 e a espessura dos revestimentos das amostras descritas na Tabela 3.3.

4.2.3 Simulação da Impedância

Utiliza-se modelo Cheng *et al.* [30] descrito na seção 3.5 para simular a impedância dos revestimentos de níquel compósito.

Os revestimentos de Ni-SiC obtidos com diferentes velocidades de rotação e densidades de corrente, mostrados na Tabela 3.2, apresentam espessuras muito próximas de um valor médio de 12 μm e frações volumétricas variando de aproximadamente 1% a 30%, ver Tabela 4.4. O efeito proveniente do aumento da quantidade de partículas não condutoras incorporadas na matriz (condutora e magnética) pode ser visto através do efeito de redução da condutividade elétrica (σ) e da permeabi-

lidade magnética (μ), como já foi observado experimentalmente para eletrocompósitos em [23, 24].

A estimativa das propriedades elétricas e magnéticas é feita através do método de inversão apresentado na seção 3.5.1. Este método foi utilizado para os revestimentos de níquel puro para estimativa de espessura, sendo conhecidas as propriedades elétricas e magnéticas do níquel (σ=14.6MS/m e μ_r=19), apresentado na seção 4.1.4. Faz-se agora uma estimativa desses valores para os revestimentos compósitos.

Neste método é feita a comparação entre a curva experimental de impedância de uma determinada amostra e várias curvas teóricas (Equação 3.14), uma para cada valor de condutividade elétrica e permeabilidade magnética. O melhor acordo entre uma curva teórica e a curva experimental, estima-se então, a condutividade elétrica e permeabilidade magnética que melhor reproduz o ensaio experimental. Para este fim, assume-se que que o revestimento de níquel com partículas de SiC pode ser aproximado a um meio homogêneo com propriedades elétricas e magnéticas efetivas, uma vez que o modelo proposto de Cheng *et al.* [30] só é válido nestas condições. Vários autores já utilizaram esta aproximação com sucesso para estimar as propriedades eletromagnéticas para outros tipos de materiais [39,40,74], ver seção 2.4.

Como foi anteriormente apresentado, a espessura dos revestimentos de níquel e níquel compósito para o tempo de deposição de 60 min são bastante próximas de um valor médio de 12μm. Este valor é utilizado no modelo, mas sabe-se que as espessuras dos revestimentos obtidos apresentam desvios em relação a este valor médio. Uma proposta de calibração associada a erros referentes a variações de espessura foi apresentada por [74], onde as variações de espessura da ordem de 1μm assume-se que é esperado um erro de 1MS/m para medidas de condutividade elétrica.

As Figuras 4.61 e 4.62 mostram, respectivamente, os resultados do procedimento de inversão para condutividade elétrica e permeabilidade magnética relativa em função da fração volumétrica de partículas dos revestimentos de Ni-SiC obtida por MEV (Tabela 4.4).

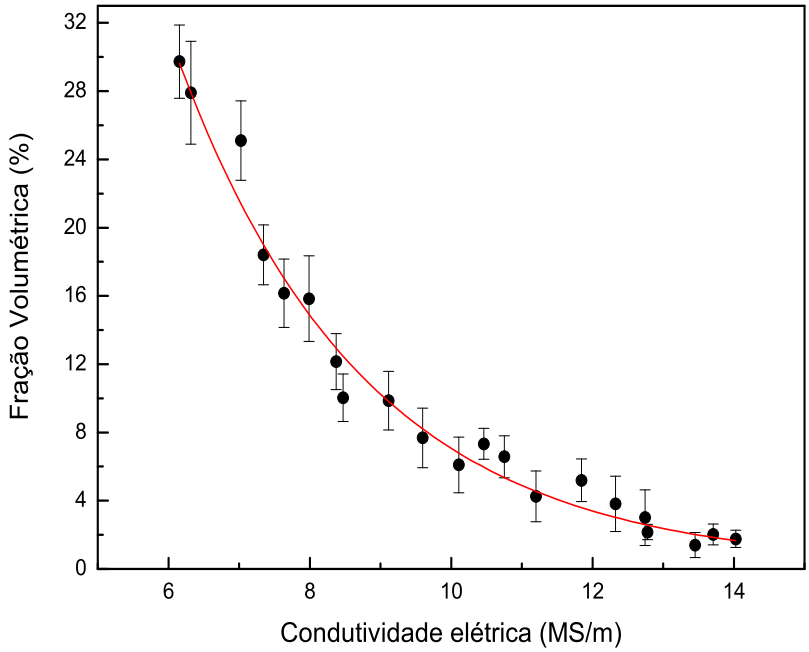

Figura 4.61: Relação entre a condutividade elétrica e a fração volumétrica de partículas de SiC medida pelo método de correntes parasitas.

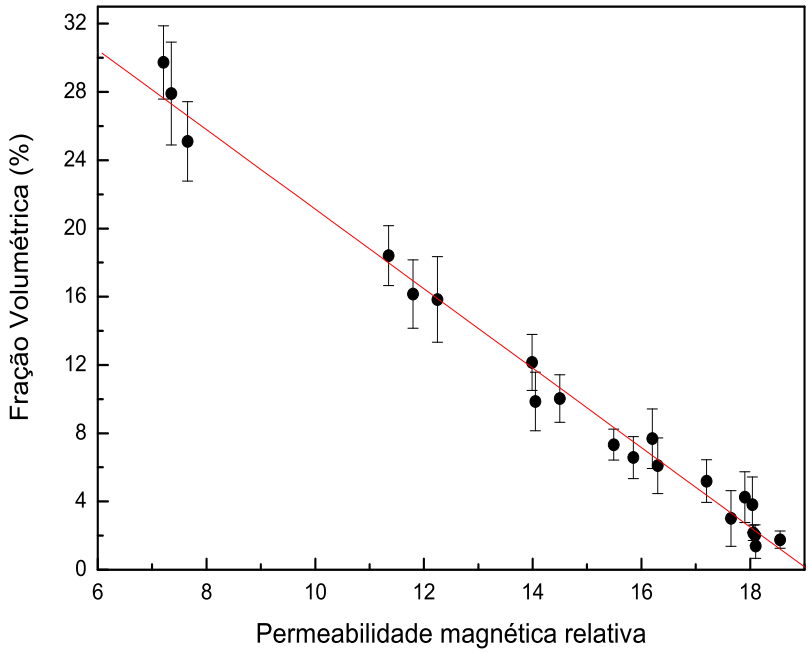

Figura 4.62: Relação entre a permeabilidade magnética relativa e a fração volumétrica de partículas de SiC medida pelo método de correntes parasitas.

Através do modelo proposto faz-se uma estimativa das propriedades de condutividade elétrica e de permeabilidade magnética a partir das curvas de impedância em função da freqüência para cada revestimento com sua fração volumétrica determinada. Observa-se nas Figuras 4.61 e 4.62 que a condutividade elétrica e de permeabilidade magnética relativa diminuem em função do aumento da fração volumétrica de partículas.

A seguir mostra-se o acordo entre as curvas experimentais e teóricas de impedância. Para ilustrar estes resultados escolheu-se apenas uma amostra para cada condição de deposição. As Figuras 4.63, 4.64 e 4.65 mostram as curvas experimentais e teóricas de impedância. Observa-se uma boa concordância entre as curvas experimentais e teóricas, ou seja, os valores de condutividade elétrica e permeabilidade magnética determinados pelo método de inversão reproduzem muito bem o comportamento das curvas experimentais.

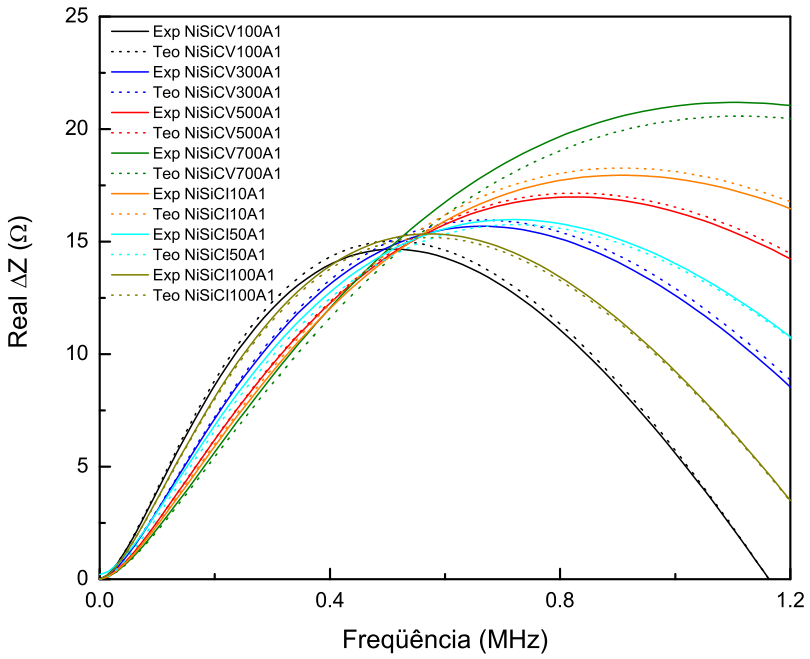

Figura 4.63: Parte real da diferença de impedância experimental e teórica das amostras com revestimentos de Ni-SiC obtidas com diferentes condições de deposição em função da freqüência.

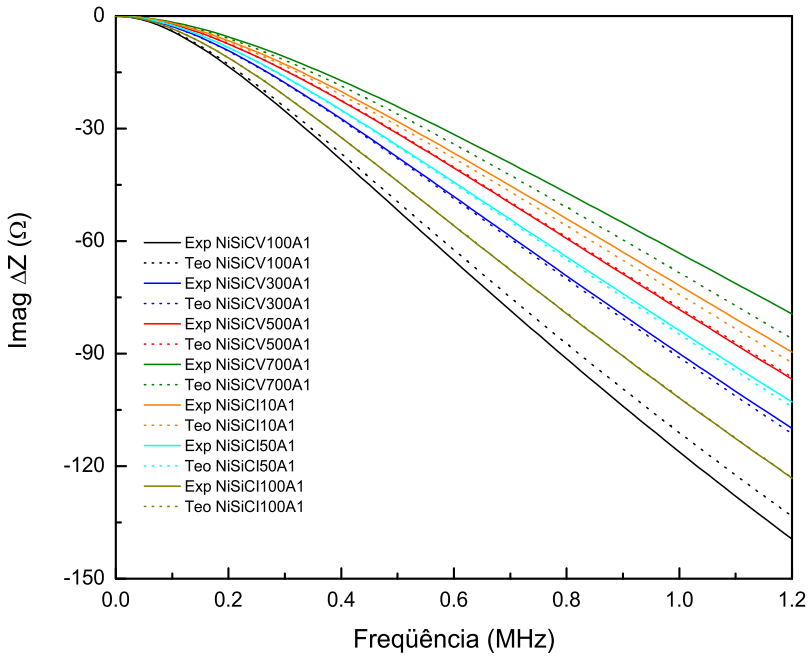

Figura 4.64: Parte imaginária da diferença de impedância experimental e teórica das amostras com revestimentos de Ni-SiC obtidas com diferentes condições de deposição em função da freqüência.

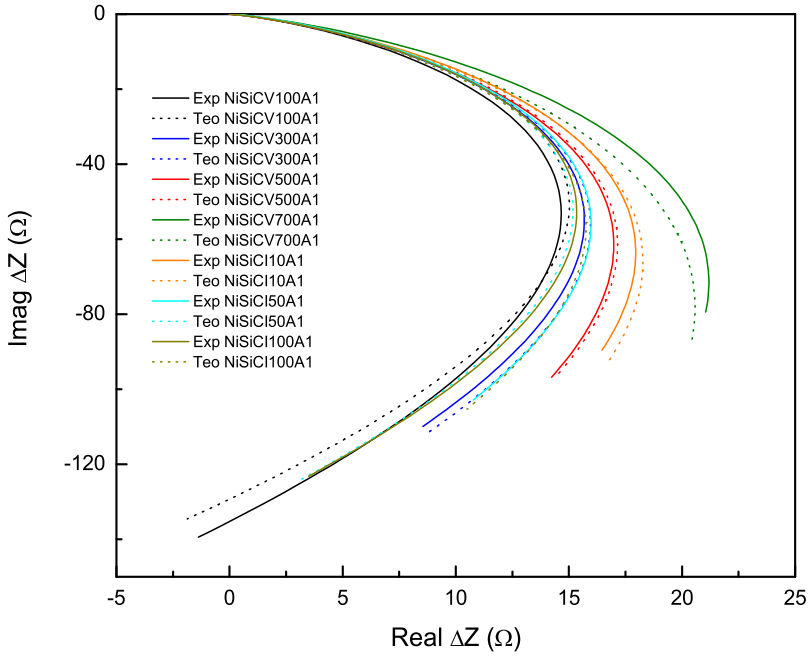

Figura 4.65: Plano de impedância experimental e teórico das amostras com revestimentos de Ni-SiC obtidas com diferentes condições de deposição em função da freqüência.

Por fim, é necessário validar os resultados de condutividade elétrica (Figura 4.61) e a permeabilidade magnética (Figura 4.62) dos revestimentos de níquel compósito obtidos através do método de inversão. Para isto, utiliza-se os revestimentos de Ni-SiC obtidos com diferentes tempos de deposição mostrados na Tabela 3.3. Estes revestimentos terão um papel fundamental na verificação destes resultados. É de interesse quantificar as espessuras destes revestimentos da mesma forma que as espessuras dos revestimentos de níquel puro, sendo que a princípio as propriedades elétricas e magnéticas são desconhecidas para os revestimentos compósitos. Como sabe-se os resultados de fração volumétrica determinado por MEV para cada amostra, apresentado na Tabela 4.5, utiliza-se os gráficos mostrados nas Figuras 4.61 e 4.62 que relacionam as medidas de fração volumétrica com condutividade elétrica e de permeabilidade magnética. Uma vez que, agora, todas as amostras possuem seus respectivos valores determinados de σ e μ, utiliza-se o método de inversão baseado no modelo Cheng *et al.* [30] para estimar as espessuras desses revestimentos.

Neste método é feita a comparação entre a curva experimental de impedância de uma determinada amostra (Figura 4.58) e várias curvas teóricas (Equação 3.14), uma para cada valor de espessura. O melhor acordo entre uma curva teórica e a curva experimental, determina então a espessura que melhor reproduz o ensaio experimental. A Figura 4.66 mostra a espessura medida por MEV versus espessura estimada pela técnica de correntes parasitas dos revestimentos de níquel compósito.

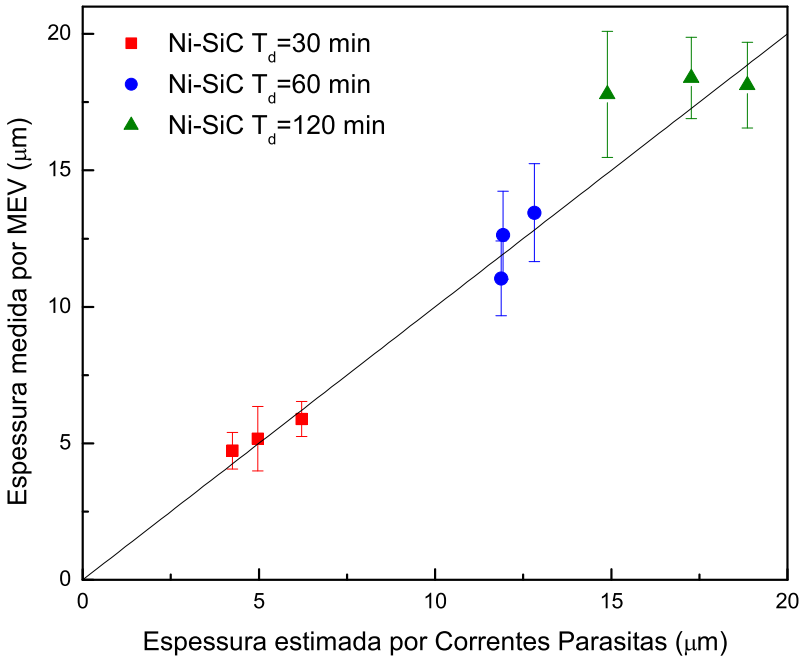

Figura 4.66: Espessura medida por MEV versus espessura estimada pela técnica de correntes parasitas dos revestimentos de níquel compósito (Ni-SiC).

Este resultado mostra que é possível estimar a espessura dos revestimentos de níquel compósito com uma razoável concordância em relação as espessuras reais medidas por MEV (com erros menores que 15%), mas para isto foi necessário conhecer a fração volumétrica de partículas do depósito e associar este parâmetro aos parâmetros de condutividade elétrica e de permeabilidade magnética, através dos gráficos mostrados nas Figuras 4.61 e 4.62.

A seguir nas Figuras 4.67, 4.68 e 4.69 mostra-se o acordo entre as curvas experimentais e teóricas de impedância (utilizando o valor de espessura estimado pelo método de inversão). Vê-se um bom acordo entre elas, estes resultados comprovam que a estimativa das propriedades eletromagnéticas para os revestimentos de Ni-SiC é bastante razoável, uma vez que quando utilizadas para estimar a espessura de depósitos, cujas a condutividade elétrica e a permeabilidade magnética são desconhecidas, dão um bom resultado.

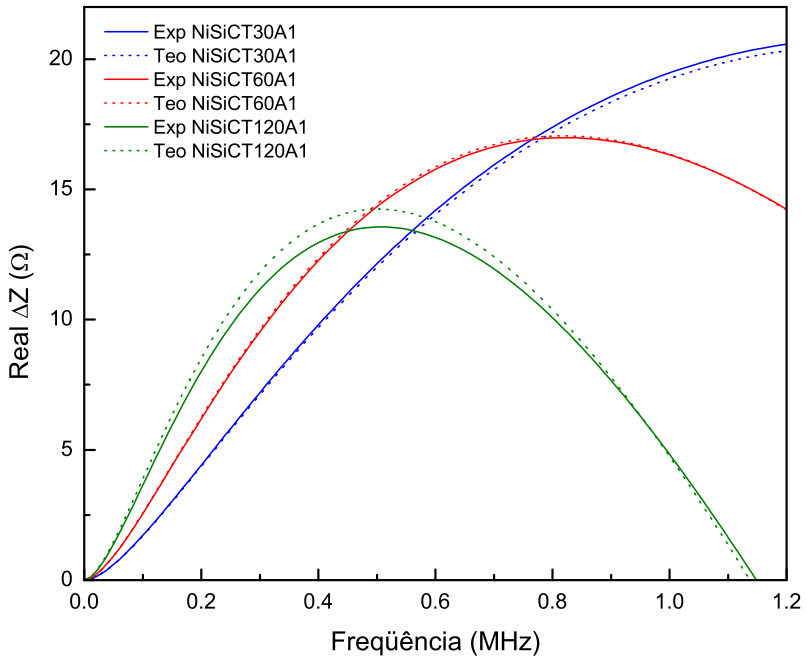

Figura 4.67: Parte real da diferença de impedância experimental e teórica das amostras com revestimentos de Ni-SiC obtidas com diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

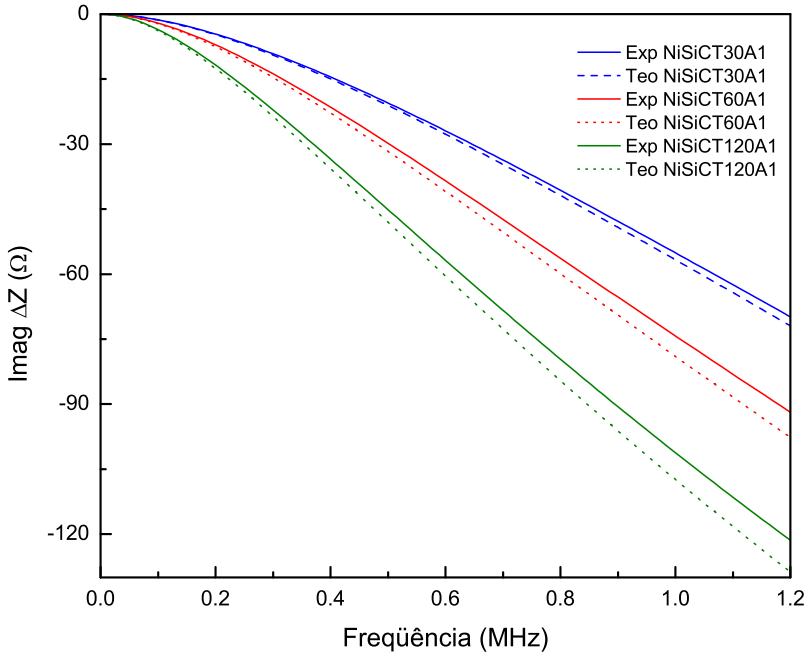

Figura 4.68: Parte imaginária da diferença de impedância experimental e teórica das amostras com revestimentos de Ni-SiC obtidas com diferentes tempos de deposição em função da freqüência.

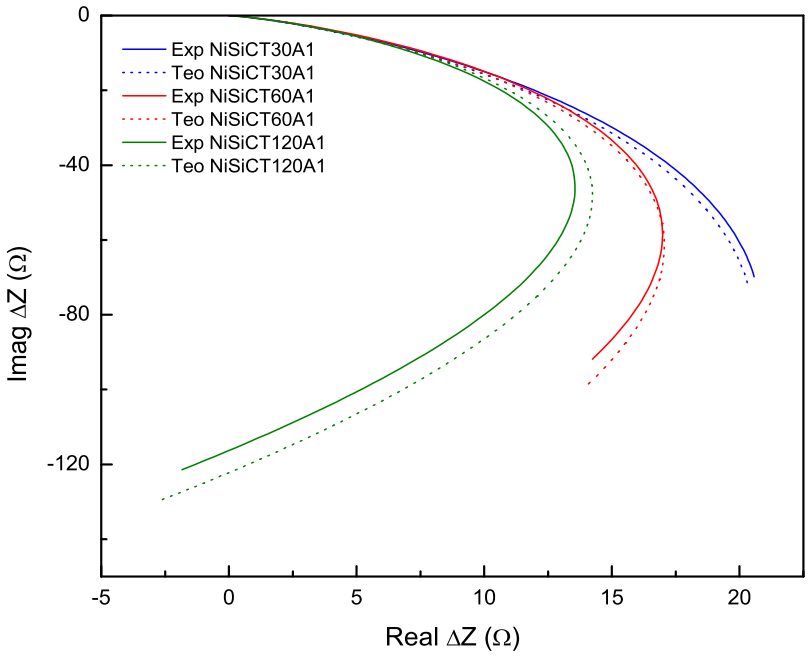

Figura 4.69: Plano da diferença de impedância experimental e teórica das amostras com revestimentos de Ni-SiC obtidas com diferentes tempos de deposição.

Os resultados do método de inversão utilizando o modelo de Cheng *et al.* [30] para revestimentos compósitos mostram a grande versatilidade do modelo, desde a capacidade de estimar valores de condutividade elétrica e permeabilidade magnética até valores de espessura. Pode-se associar os valores condutividade elétrica e permeabilidade magnética com os resultados de fração volumétrica de partículas de SiC, obtidos por MEV. As medidas de condutividade elétrica e permeabilidade magnética são constantemente utilizadas na busca de caracterização dos materias, uma vez que estas medidas podem ser relacionadas com as variações da microestrutura de interesse. Vê-se que a estimativa feita destas grandezas resultou em uma boa concordânia na estimativa de espessura dos revestimentos de níquel compósito obtidos posteriormente.

Capítulo 5

Conclusões

A técnica de multifreqüência de correntes parasitas utilizando uma bobina de pequenas dimensões e de núcleo de ar é sensível a variação de espessura de níquel eletrodepositado da ordem de 5-25μm, utilizando freqüências no intervalo de 1kHz a 1MHz.

O método de inversão que o modelo de Cheng *et al.* [30] mostra-se ser um muito eficiente para estimar quantitativamente as espessuras dos revestimentos de níquel depositados tanto em aço como em cobre.

Encontrou-se diferentes quantidades de partículas incorporadas utilizando diferentes densidades de corrente e velocidades de rotação do eletrodo, medidas através de fração volumétrica por microscopia eletrônica de varredura. Com o aumento da velocidade de rotação do eletrodo obtém-se um aumento da quantidade de partículas incorporadas, e com o aumento da densidade de corrente ocorre diminuição da mesma. Foram obtidas amostras com fração volumétrica de SiC variando entre 1% a 30%. Os depósitos de níquel compósito obtidos com diferentes tempos de deposição também apresentaram variações na taxa de incorporação.

A técnica de multifreqüência de correntes parasitas mostrou ser sensível aos depósitos de níquel com diferentes frações volumétricas de partículas de SiC incorporadas, sugerindo portanto, que as propriedades elétricas e magnéticas dos revestimento de níquel compósito podem ser relacionadas com a fração volumétrica de partículas.

O método de inversão utilizando o modelo de Cheng *et al.* [30] foi utilizado para estimar valores de condutividade elétrica e permeabilidade magnética dos revestimentos de espessuras conhecidas. Encontrou-se uma relação entre os valores condutividade elétrica e permeabilidade magnética com os resultados de fração volumétrica de partículas de SiC. Utilizando os resultados condutividade elétrica e permeabilidade magnética foi realizada uma estimativa de espessura dos revestimentos de níquel compósito, conhecendo-se a fração volumétrica dos mesmos, resultando em uma boa concordância.

Os resultados obtidos indicam o potencial do método não destrutivo por correntes parasitas para determinação da espessura e da fração volumétrica das partículas de SiC incorporadas nos revestimentos de níquel compósito.

Capítulo 6

Trabalhos Futuros

Para futuros trabalhos de pesquisa a cerca do tema da caracterização não-destrutiva por correntes parasitas de revestimentos de níquel compósito, alguns temas podem ser sugeridos, tais como o desenvolvimento do método de correntes parasitas pulsadas para caracterização desses revestimentos; o aprimoramento do problema inverso utilizando redes neurais artificiais para identificação de espessura, condutividade elétrica e permeabilidade magnética dos revestimentos.

Bibliografia

[1] LINZMALER, L. M., HORTA, B. S. M. S., *Avaliação da Resistência à Abrasão e Corrosão em Tratamentos Superficiais Termoquímicos*. In: Encontro Brasileiro de Tratamentos de Superfícies, São Paulo, 1994.

[2] ORLOVSKAJA, L., PERIENE, N., KURTNAITIENE, M.,BIKULCČIUS, G. "Electocomposites with SiC content modulated in layers", *Surface and Coatings Technology* v. 105, pp. 8-12, 1998.

[3] ORLOVSKAJA, L., PERIENE, N., KURTNAITIENE, M., SURVILIENE, S. "Ni-SiC composite plated under a modulated current", *Surface and Coatings Technology* v. 111, pp. 234-239, 1999.

[4] LEE, E.C., CHOI, J.W. "A study on the mechanism of formation of electrocodeposited Ni-diamond coatings", *Surface and Coatings Technology* v. 148, pp. 234-240, 2001.

[5] GROSJEAN, A., REZRARI, M., TAKADOUM, J., BERÇOT, P. "Hardness, friction and wear characteristics of nickel-SiC electroless composite deposits", *Surface & Coatings Technology* v. 137, pp. 92-96, 2001.

[6] JIANG, X., WENJIN, L., SHIYUN, D., BINSHI, X. "High temperature tribology behaviors of brush plated Ni-W-Co/SiC composite coating", *Surface & Coatings Technology* v. 194, pp. 10-15, 2005.

[7] GARCIA, I., FRANSAER, J., CELIS, J.P. "Electrodeposition and sliding wear resistance of nickel composite coatings containing micron and submicron SiC particles", *Surface & Coatings Technology* v. 148, pp. 171-178, 2001.

[8] VERELST, M., BONINO, J.P., BRIEU, M., ROUSSET, A. "Thermomechanical properties of Ni-Al_2O_3 metal matrix composites produced by electroforming", *Materials Science and Engineering* v. 191, pp. 165-169, 1995.

[9] BENEA, L., BONORA, P. L., BORELLO, A., MARTELLI , S. "Wear properties of nano-structureed SiC-nickel composite coatings obtained by electroplating", *Wear* v. 249, pp. 995-1000, 2002.

[10] MEDELIENĖ, V. "The influence of B_4C and SiC additions on the morphological, physical, chemical and corrosion properties of Ni coatings", *Surface and Coatings Technology* v. 154, pp. 104-111, 2002.

[11] MAURIN, G., LAVANANT, A. "Electrodeposition of Nickel/silicon carbide composite coatings on a rotating disc electrode", *Journal of Applied Electrochemistry* v. 25, pp. 1113-1121, 1995.

[12] BERKH, O., ESKIN, S., ZAHAVI, J. "Properties of electrodeposited NiP-SiC composite coatings", *Metal Finishing* v. 19, pp. 35-40, 1996.

[13] SHAWKI, S., HAMID, Z. A. "Deposition of High Wear Resistance of Ni-Composite Coatings", *Anti-Corrosion Methods and Materials* v.44, n. 3, pp. 178-185, 1997.

[14] APACHITEI, I., TICHELAAR, F.D., DUSZCZZYK, J., KATGERMAN, L. "The effect of heat treatement on the structure and abrasive wear resistance of autocatalytic Ni-P and Ni-P-SiC coatings", *Surface and Coatings Technology* v. 149, pp. 263-278, 2002.

[15] GARCIA, I., CONDE, A., LANGELAAN, G., FRANSAER, J., CELIS, J.P. "Improved corrosion resistance through microstructural modifications induced by codepositing SiC-particles with electrolytic nickel", *Corrosion Science* v. 45, pp. 1173-1189, 2003.

[16] CHEN, L., WANG, L., ZENG, Z., XU, T. "Influence of pulse frequency on the microstructure and wear resistance of electrodeposited $NiAl_2O_3$ composite coatings", *Surface & Coatings Technology* v. 201, pp 599-605, 2006.

[17] DONG, Y.S., LINA, P.H., WANG, H.X. "Electroplating preparation of $NiAl_2O_3$ graded composite coatings using a rotating cathode", *Surface & Coatings Technology*, v. 200, pp. 3633-3636, 2006.

[18] BRATU, F., BENEA, L., CELIS,J. P. "Tribocorrosion behaviour of Ni-SiC composite coatings under lubricated conditions", *Surface & Coatings Technology* v. 201, pp. 6940-6946, 2007.

[19] MING-DER, G. Electrochemical deposition of nickel/SiC composites in the presence of surfactants, *Materials Chemistry and Physics* v. 87, pp. 67-74, 2004.

[20] LAMPKE T., LEOPOLD, A., DIETRICH, D., ALISCH, G., WIELAGE, G. "Correlation between structure and corrosion behaviour of nickel dispersion coatings containing ceramic particles of different sizes", *Surface & Coatings Technology* v.201, pp. 3510-517, 2006.

[21] SHRESTHA, N. K., SAJI, T. "Non-aqueous composite plating of Ni-ceramic particles using ethanol bath and anti-wear performance of the coatings", *Surface & Coatings Technology* v. 186, pp. 444-449, 2004.

[22] WAN, Y. Z., WANG, Y. L., TAO,H. M., CHENG, G. X., DONG, X. H. "Preparation and characterization of different particles copper electrocomposites" , *Journal of Materials Science Letters* v. 17, pp. 1251-1253, 1998.

[23] LOW, C.T.J., WILLS, R.G.G, WALSH, F.C. "Electrodeposition of composite coatings containing nanoparticles in a metal deposit", *Surface & Coatings Technology*, v. 201, pp. 371-383, 2006.

[24] SHAO, I., VEREECKEN ,P.M., CHIEN, C.L., SEARSON, P.C, CAMMARATA, R.C. "Synthesis and Characterization of Particle-Re-Inforced Ni/Al_2O_3 Nanocomposites", *Journal Mater. Res.*, v. 17, pp. 1412, 2002.

[25] LOVEJOY, D. J. "Non-Destructive Testing of Engineering Composite Materials and Structures", *8th ECNDT* Barcelona, 2002.

[26] HANSEN, J. "The eddy current inspection method", *Insight* v. 46, n. 8, pp. 1-4, 2004.

[27] MOULDER, J. C., UZAL, E., ROSE, J. H. "Thickness and conductivity of metallic layers from eddy current measurements", *Review of Scientific Instruments* v. 63, pp. 3455-3465, 1992.

[28] TAI, C. C., ROSE, J. H.,MOULDER, J. C. "Thickness and conductivity of metallic layers from pulsed eddy current measurements", *Review of Scientific Instruments* v. 67, n. 11, pp. 3965-3972, 1996.

[29] DODD, C. V., DEEDS, W. E. "Analytical Solutions to Eddy-Current Probe-Coil Problems", *Journal of Applied Physics*, v. 39, pp. 2829-2838, 1968.

[30] CHENG, C. C., DODD, C. V., DEEDS, W. E. "General analysis of probe coils near stratified conductors", *International Journal of Nondestructive Testing*, v. 3, pp. 109-130, 1971.

[31] TAI, C. C. "Characterization of coatings on magnetic metal using the swept-frequency eddy current method", *Review of Scientific Instruments*, v. 71, n.8, pp. 3161-3167, 2000.

[32] HALLEUX, B., PTCHELINTSEV, A., LIMBURG, S. B. "Thickness and conductivity determination of thin coatings on ferromagnetic substrates in the case of cylindrical symmetry", *Review of Scientific Instruments* v. 68, n.9, pp. 3533-3539, 1997.

[33] PTCHELINTSEV, A., HALLEUX, B. "Thickness and conductivity determination of thin coatings on ferromagnetic conductive substrates using surface coils", *Review of Scientific Instruments* v. 69, n. 3, pp. 1488-1494, 1998.

[34] UZAL, E., ROSE, J. H. "The impedance of eddy current probes above layered metals whose conductivity and permeability vary continuously", *IEEE Transaction on Magnetics* v. 29, n. 2, pp. 1869-1873, 1993.

[35] UZAL, E., MOULDER, J. C., MITRA, S., ROSE, J. H. "Impedance of coils over layered metals with continuously variable conductivity and permeability: Theory and experiment", *Journal of Applied Physics*, v. 74, n. 3, pp. 2076-2089, 1993.

[36] MOULDER, J. C., KUBOVICH, M. W., UZAL, E., ROSE, J. H. "Pulsed Eddy-Current Measurements of Corrosion-induced Metal Loss: Theory and Experiment", *Review of Progress in QNDE* v. 14, pp. 2065-2072, 1999.

[37] AULD, B. A., MOULDER, J. C. "Review of Advances in Quantitative Eddy Current Nondestructive Evaluation", *Journal of Nondestructive Evaluation*, v. 18, pp. 3-36, 1999.

[38] UZAL, E., KAYA, M. O., ÖZKOL, I. "Impedance of a cylindrical coil over an infinite metallic half-space with shallow surface features", *Journal of Applied Physics* v. 86, n. 4, pp. 2311-2317, 1999.

[39] YIN, W., HAO, X. J., PEYTON, A. J., STRANGWOOD, M., DAVIS, C. L. "Measurement of Permeability and Ferrite/austenite Phase Fraction Using a Multi-frequency Electromagnetic Sensor", *Instrumentation and Measurement Technology Conference-IMTC*, pp. 1-3 Warsaw, Poland, May. 2007.

[40] YIN, W., PEYTON, A. J., STRANGWOOD, M., DAVIS, C. L. "Exploring the relationship between ferrite fraction and morphology and the electromagnetic properties of steel", *Journal Material Science* v. 42, pp. 6854-6861, 2007.

[41] REKANOS, I. T., THEODOULIDIS, T. P., PANAS, S. M., TSIBOUKIS, T. D. "Impedance inversion in eddy current testing of layered planar structures via neural networks", *NDT & E International*, v. 30, n.2, pp. 69-74, 1997.

[42] FREIRE, C.M.A. Eletrodeposição de liga Zn-Ni. Tese de Livre Docência, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, Brasil, 1997.

[43] BURNS, R. M., BRANDEY, W. W., "Protective coatings for metals", New York: Reinhold Publishing Corporation, 1995.

[44] CHASSAING, E., VU QUANG, K., WIART, R. "Mechanism of nickel-molybdenum alloy electrodeposition in citrate electrolytes", *Journal of Applied Electrochemistry* v. 18, pp. 839-843, 1989.

[45] PARKINSON, R. "Properties and applications of electrolees nickel", *Nickel Development Institute*, 1997.

[46] BARD, A. J., FAULKNER, L.R. "Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications ", 2nd ed. , United States, Quinn Woodbine, 2001.

[47] LOWENHEIM, F. A. "Modern Electroplating", 3.ed., John Wiley, 1974. EDITION AREA, 3rd ed., New York: John Wiley, 1974.

[48] PANOSSIAN, Z. "Banhos de Níquel tipo Watts: Função dos Principais Constituintes", *Tratamento de Superfícies*, v. 74, pp. 32-38. Novembro/Dezembro de 1995.

[49] CÉLIA DE FRAGA MALFATTI, Estudo das Propriedades de Revestimentos Compósitos de Níquel com Al_2O4_3 e SiC. Tese de M.Sc., Dissertação, Curso de Pós-Graduação em Engenharias de Minas, Metalurgia e dos Materias da UFRGS, Porto Alegre, Brasil, 2000.

[50] MALFATTI, C. F. *et al* "NiP/SiC composite coatings: the effects of particles on the electrochemical behaviour", *Corrosion Science* v. 47, p. 567-580, 2005.

[51] GHOUSE, M. "Wear characteristics of sediment co-deposited nickel-SiC composite coatings", *Metal Finishing* v. 82, n. 2, pp. 33-37, 1984.

[52] DING, X. M., MERK, N. " Improvement of wear and adherence properties of composite coatings by a gradual increase in particle volume fraction", *Scripta Materialia* v. 37, n. 5, pp. 685-690, 1997.

[53] CHENG, D. H., XU, W. Y., HUA, L. Q. *et al.* "Electrochemical preparation and mechanical properties of amorphous nickel-SiC composites", *Plating and Surface Finishing* v. 85, n. 2, pp. 61-64, 1998.

[54] HONG ,Q., YAO, G. “Development of Iron Matrix Antifriction Composite Coatings”, *Metal Finishing* v. 96, n. 10, pp. 16-19, 1998.

[55] HU, X., DAÍ, C, WANG, D. “Zeta Potencial & Codeposition of PTFE Particles Suspended in Electroless Nickel Solution”, *Plating and Surface Finishing* pp. 51-53, 1997.

[56] CELIS, J. P. et al “Mecanism of Electrolytic Composites Planting: Survey and Trends”, *Transactions of the Institute of Metal Finishing* v. 69, n. 4, pp. 133-139, Apr. 1991.

[57] HOVESTAD, A., JANSEM, L. J. J. “Electrochemical Codeposition of Inert particles in a Metallic Matrix”, *Journal of Applied Eletrochemestry* v. 25, pp.519-527, 1995.

[58] GUGLIELMI N. “Kinetics of the Deposition of Inert Particles from Electrolytic Baths”, *Journal of Electrochemical Society* v. 119, pp. 1009-1012, 1972.

[59] CELIS, J.P., ROOS, J. R., BUELENS C. “A Mathematical Model for the Electrolytic Codeposition of Particles with a Metallic Matrix”, *Journal of Electrochemical Society* v. 134, n. 6, pp. 1402-1408, 1987.

[60] LOW, C.T.J., WILLS, R.G.A, WALSH, F.C. “Electrodeposition of composite coatings containing nanoparticles in a metal deposit”, *Surface & Coatings Technology*, v. 201, pp. 371-383, 2006.

[61] P. NOWAK, R.P. SOCHA, M. KAISHEVA, J. FRANSAER, J.P. CELIS and Z. STOINOV,Electrochemical investigation of the codeposition of SiC and SiO2 particles with nickel, *Journal of Applied Electrochemistry*, v. 30, pp. 429-437, 2000.

[62] SUN KYU KIM, HONG JAE YOO, “Formation of bilayer Ni-SiC composite coatings by electrodeposition”, *Surface and Coatings Technology*, v. 108-109, pp. 564-569, 1998.

[63] HONGZHI, W., SUWEI, Y., SOWJUN, M. "Electrochemical preparation and characterization of Ni/SiC gradient deposit", *Journal of Materials Processing Technology*, v. 145, pp.299-302, 2004.

[64] ASM Handbook, *Nondestructive Evaluation and Quality Control*, v. 17, 1989.

[65] http://www.ndt-ed.org/EducationResources/CommunityCollege /EddyCurrents/cc_ec_index.htm

[66] DIETER STEGEMANN *Fundamentos do método de correntes parasitas*, Scientific Series of the International Bureau, v. 1, 1990.

[67] TIAN, G. Y., SOPHIAN, A. "Study of magnetic sensors for pulsed eddy current techniques", *Insight* v. 47, n. 5, pp. 227-279, 2005.

[68] PEROTTI, A., LANZANI, L., CORONEL P., RUCH, M. "Preparation of calibration standards for eddy current assessment of non-conductive coating thickness", *Insight* v. 43, n. 5, pp. 323-329, 2001.

[69] SOPHIAN, A., TIAN, G. Y., TAYLOR, D., RUDLIN, J. "A feature extraction technique based on principal component analysis for pulsed Eddy current NDT", *NDT & E International* v,.36, pp. 37-41, 2003.

[70] TIAN, G. Y.,SOPHIAN, A. "Defect classification using a new feature for pulsed eddy current sensors", *NDT & E International* v. 38, pp. 77-82, 2005.

[71] SMITH, R. A., HUGO, G. R., "Transient Eddy-current NDE for Aging Aircraft - Capabilities and Limitations" In: *4th Joint DoD/FAA/NASA Aging Aircraft Conference*, 2000.

[72] SAFIZADEH, M. S., LEPINE, B. A., FORSYTH, D. S., FAHR, A. "Time-Frequency Analysis of Pulsed Eddy Current Signals", *Journal of Nondestructive Evaluation* v. 38, n. 2, 2001.

[73] HARRISON, D. J. "Transient eddy currents - are they here to stay?", *Insight* v. 27, n. 3, pp. 144-152, 2005.

[74] DANON, Y., CHANGQING, L., MULLIGAN, C., VIGILANTE, G. "Characterizing Tantalum Sputtered Coatings on Steel by Using Eddy Currents", *IEEE Transaction on Magnetics* v. 40, n. 4, pp. 1826-1836, 2004.

[75] CHANGQING, L., DANON, Y., MULLIGAN, C., "Characterization of niobium, tantalum and chromium sputtered coatings on steel using eddy currents", *Surface & Coatings Technology* v.200, pp. 2547-2556, 2005.

[76] MULLIGAN, C., CHANGQING, L., DANON, Y. "Characterization of Magnetron Sputtered Coatings by Pulsed Eddy Current Techniques", *Review od Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*, v. 760, pp. 1721-1728, 2005.

[77] BURKE, S. K., "Crack Depth Measurement using Eddy-Current NDE", *10th Asia-Pacific Conference on Non-Destructive Testing*, 2001.

[78] METAL handbook. 9th ed. Metals Park: ASM, v.5, 1987.

[79] MA, X. PEYTON, A. J. "Eddy Current Measurement of the Electrical Conductivity and Porosity of Metal Foams", *IMTC 2004 - Instrumentation and Measurement Technology Conference* Carno, Italy, May. 2004.

[80] MA, X., PEYTON, A. J., ZHAO, Y.Y. "Measurement of the electrical conductivity of open-celled aluminium foam using non-contact eddy current techniques", *NDT &E International* v. 38, pp. 359-367, 2005.

[81] MA, X., PEYTON, A. J., ZHAO, Y.Y. "Eddy current measurements of electrical conductivity and magnetic permeability of porous metals", *NDT &E International* v. 39, pp. 562-568, 2006.

[82] XIANDONG, M., PEYTON, A. J. "Eddy Current Measurement of the Electrical Conductivity and Porosity of Metal Foams", *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, v. 55, n. 2, 2006.

[83] HALDANE, R.J., YIN, W., STRANGWOOD, M., PEYTON, A. J., DAVIS, C. L. "Multi-frequency electromagnetic sensor measurement of fer-

rite/austenite phase fraction-Experiment and theory", *Scripta Materialia* v. 54 pp. 1761-1765, 2006.

[84] HARRISON, D. J. "Characterisation of cylindrical eddy-current probes in terms of their spatial frequency spectra", *Science, Measurement and Technology IEEE Proceedings* v. 148, n. 4, pp. 183-186, 2001.

[85] HARRISON, D. J., JONES, L. D., BURKE, S. K. "Benchmark problems for defect size and shape determination in eddy-current nondestructive evaluation", *Journal Nondestructive Evaluation* v. 15, pp. 21-34, 1996.

[86] WANG, S. F. "Swept-frequency Eddy Current and Pulsed Eddy Current Simulations By The Finite Element Method", M.Sc dissertation, Departamento Nacional de Engenharia Elétrica Cheng-Kung University, Tainan, Taiwan, 2003.

[87] CHANGQING, L. "An approach for the simulation of 2D pulsed eddy currents", *NDT.net* v. 11, n. 6, June 2006.

[88] COMSOL, "FEMLAB 3 Electromagnetics Module User's Guide", FEMLAB 3.0 edn, COMSOL AB, 2004.

[89] WAKI, H.,IGARASHI, H., HONMA, T. "Estimation of non-linear effective permeability of magnetic materials with fine structure", *Physica B* v. 372, pp. 383-387, 2006.

Apêndice A

Propagação de Campos Eletromagnéticos em Materiais Condutores

As equações de Maxwell têm soluções especiais que descrevem as ondas eletromagnéticas em metais. Examina-se agora as soluções de ondas planas monocromáticas detalhadamente considerando um meio linear e condutor, que idealiza-se sendo infinito quanto à extensão. Supõe-se que não haja carga prescrita nem distribuições de corrente, porém agora pode haver uma densidade de corrente induzida em resposta ao $\mathbf{E}$ da onda, $\mathbf{J} = \sigma\mathbf{E}$.

$$\nabla.\mathbf{E} = 0 \tag{A.1}$$

$$\nabla.\mathbf{B} = 0 \tag{A.2}$$

$$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} \tag{A.3}$$

$$\nabla \times \mathbf{B} = \mu\sigma\mathbf{E} + \mu\varepsilon\frac{\partial \mathbf{E}}{\partial t} \tag{A.4}$$

Aplicando o rotacional as equações (A.3) e (A.4), nós obtemos as equações de onda

$$\nabla^2\mathbf{E} = \mu\varepsilon\frac{\partial^2\mathbf{E}}{\partial t^2} + \mu\sigma\frac{\partial\mathbf{E}}{\partial t} \tag{A.5}$$

$$\nabla^2\mathbf{B} = \mu\varepsilon\frac{\partial^2\mathbf{B}}{\partial t^2} + \mu\sigma\frac{\partial\mathbf{B}}{\partial t} \tag{A.6}$$

essas equações admitem soluções de ondas planas

$$\mathbf{E}(\mathbf{r},t) = \mathbf{E}_0 e^{i(\kappa.\mathbf{r}-\omega t)} \tag{A.7}$$

$$\mathbf{B}(\mathbf{r},t) = \mathbf{B}_0 e^{i(\kappa.\mathbf{r}-\omega t)} \tag{A.8}$$

onde o vetor de propagação é complexo, sendo escrito como:

$$\kappa^2 = \mu\varepsilon\omega^2 + i\mu\sigma\omega \tag{A.9}$$

Tirando a raiz quadrada, ou seja, $\kappa = \kappa_+ + i\kappa_-$, temos

$$\kappa_\pm = \omega\sqrt{\frac{\varepsilon\mu}{2}}\left[\sqrt{1+\left(\frac{\sigma^2}{\varepsilon\mu}\right)}\pm 1\right]^{\frac{1}{2}} \tag{A.10}$$

logo

$$\mathbf{E}(\mathbf{r},t) = \mathbf{E}_0 e^{-\kappa_-.\mathbf{r}} e^{i(\kappa_+.\mathbf{r}-\omega t)} \tag{A.11}$$

$$\mathbf{B}(\mathbf{r},t) = \mathbf{B}_0 e^{-\kappa_-.\mathbf{r}} e^{i(\kappa_+.\mathbf{r}-\omega t)} \tag{A.12}$$

Estas são soluções de ondas planas propagando-se no sentido κ_+, com comprimento de onda $\lambda = 2\pi/\kappa_+$, porém ao invés de ter uma amplitude constante, a parte imaginária de κ resulta na atenuação da onda (decréscimo da amplitude com o aumento de $\mathbf{r}$). A distância que reduz a amplitude em um fator de $1/e$ é denominado profundidade de penetração padrão (*skin depht*)

$$\delta = \frac{1}{\kappa_-} \tag{A.13}$$

Para um bom condutor a aproximação $\sigma \gg \omega\varepsilon$ é válida, portanto neste caso

$$\kappa_+ \cong \kappa_- \cong \sqrt{\frac{\sigma\mu\omega}{2}} \tag{A.14}$$

ou seja

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi f \sigma \mu}} \tag{A.15}$$

f é a freqüência

μ é a permeabilidade magnética

σ é a condutividade elétrica

Apêndice B

Desenvolvimento do Modelo para o Cálculo da Impedância

Neste apêndice mostra-se o desenvolvimento do modelo de Cheng *et al.* [30]. A base do tratamento numérico e analítico das correntes parasitas induzidas é dada pela equação diferencial envolvendo o potencial vetor. As equações diferenciais do potencial vetor são derivadas das equações de Maxwell:

$$\nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{J} + \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} \tag{B.1}$$

$$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} \tag{B.2}$$

$$\nabla . \mathbf{B} = 0 \tag{B.3}$$

$$\nabla . \mathbf{D} = \rho \tag{B.4}$$

O meio é dado como linear e isotrópico, mas não homogêneo. Em um meio linear e isotrópico, segue as relações $\mathbf{B} = \mu \mathbf{H}$ e $\mathbf{D} = \varepsilon \mathbf{E}$. A densidade de corrente $\mathbf{J}$

é escrita como $\mathbf{J} = \sigma\mathbf{E}$ (lei de Ohm). A equação (B.1) pode ser escrita como[1]

$$\nabla \times \mathbf{H} = \sigma\mathbf{E} + \frac{\partial \varepsilon \mathbf{E}}{\partial t}, \tag{B.5}$$

já a indução magnética $\mathbf{B}$ pode ser expressa como o rotacional do vetor potencial $\mathbf{A}$, levando a equação (B.2) a,

$$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial}{\partial t}\nabla \times \mathbf{A} = -\nabla \times \frac{\partial \mathbf{A}}{\partial t}$$

ou

$$\mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{A}}{\partial t} - \nabla\psi = \mathbf{E}_{ind} + \mathbf{E}_{aplic}.$$

O termo ψ é interpretado como um potencial escalar aplicado. Para o problema em questão é aplicado a bobina uma voltagem ψ, logo

$$\lim_{\sigma \longrightarrow 0, \nabla\psi \longrightarrow \infty} (-\sigma\nabla\psi) = \mathbf{i}_0,$$

a função é expressa como uma densidade de corrente alternada com amplitude constante, $\mathbf{i}_0$. Tem-se então,

$$\sigma\mathbf{E} = -\sigma\frac{\partial \mathbf{A}}{\partial t} + \mathbf{i}_0. \tag{B.6}$$

Substituindo a equação (B.6) no lado direito da equação (B.5) obtém-se,

$$\nabla \times \mathbf{H} = \nabla \times \frac{\mathbf{B}}{\mu} = \nabla \times \left[\frac{1}{\mu}\nabla \times \mathbf{A}\right] = -\sigma\frac{\partial \mathbf{A}}{\partial t} + \mathbf{i}_0, \tag{B.7}$$

utilizando identidades vetoriais chegamos a,

$$\begin{aligned} \nabla \times \left[\frac{1}{\mu}\nabla \times \mathbf{A}\right] &= \nabla\left(\frac{1}{\mu}\right) \times (\nabla \times \mathbf{A}) + \frac{1}{\mu}\nabla \times (\nabla \times \mathbf{A}) = \\ &= \nabla\left(\frac{1}{\mu}\right) \times (\nabla \times \mathbf{A}) + \frac{1}{\mu}\nabla\left(\nabla.\mathbf{A}\right) - \frac{1}{\mu}\nabla^2\mathbf{A}. \end{aligned} \tag{B.8}$$

[1]Para freqüências abaixo de 10MHz termo $\frac{\partial \varepsilon \mathbf{E}}{\partial t}$ é muito menor que $\sigma\mathbf{E}$, podendo portanto ser desprezado.

Para problemas de indução utiliza-se o Gauge de Coulomb, $\nabla.\mathbf{A} = 0$. Substituindo (B.8) em (B.7), chega-se a

$$\nabla^2\mathbf{A} = -\mu\sigma\frac{\partial\mathbf{A}}{\partial t} + \mu\mathbf{i}_0 + \mu\nabla\left(\frac{1}{\mu}\right)\times(\nabla\times\mathbf{A})\,. \tag{B.9}$$

Esta é a equação para o vetor potencial em um meio isotrópico, linear e inomogêneo. Assumindo simetria axial (Figura B.1), o potencial vetor será simétrico em relação ao eixo da bobina, existirá somente a componente θ de I e por conseguinte de $\mathbf{A}$. Expandindo a componente θ da equação (B.9) temos

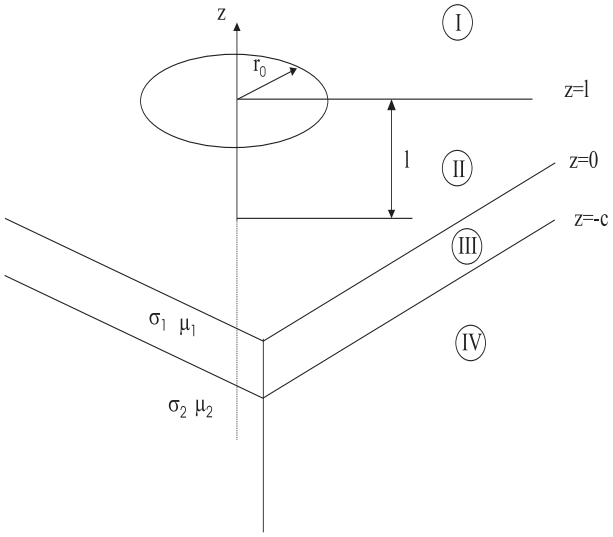

Figura B.1: Bobina com uma espira (função delta) sobre um plano semi-infinito revestido de um material condutor.

$$\frac{\partial^2 A}{\partial r^2} + \frac{1}{r}\frac{\partial A}{\partial r} + \frac{\partial^2 A}{\partial z^2} - \frac{A}{r^2} = -\mu i_0 + \mu\sigma\frac{\partial A}{\partial t} - \mu\left[\frac{\partial\,(1/\mu)}{\partial r}\left(\frac{1}{r}\frac{\partial rA}{\partial r}\right) + \frac{\partial\,(1/\mu)}{\partial z}\frac{\partial A}{\partial z}\right].$$

Assumindo i_0 como uma onda senoidal no tempo, $i_0 = i_0'\,e^{j\omega t}$, tem-se que o potencial vetor também é uma função senoidal no tempo, $A = A^{'}e^{j(\omega t+\phi)} = A^{''}e^{j\omega t}$,

$$\frac{\partial^2 A}{\partial r^2} + \frac{1}{r}\frac{\partial A}{\partial r} + \frac{\partial^2 A}{\partial z^2} - \frac{A}{r^2} = -\mu i_0 + j\mu\sigma\omega A - \mu\left[\frac{\partial\,(1/\mu)}{\partial r}\left(\frac{1}{r}\frac{\partial rA}{\partial r}\right) + \frac{\partial\,(1/\mu)}{\partial z}\frac{\partial A}{\partial z}\right].$$

Esta é a equação diferencial do potencial vetor em um meio linear e inomogêneo com uma onda de corrente senoidal. Assume-se agora que o meio é linear, isotrópico e homogêneo. Quando I é a corrente excitadora total escrita como uma função delta na espira posicionada em (r_0, z_0), a equação geral pode ser reescrita como:

$$\frac{\partial^2 A}{\partial r^2} + \frac{1}{r}\frac{\partial A}{\partial r} + \frac{\partial^2 A}{\partial z^2} - \frac{A}{r^2} - j\mu\omega\sigma A + \mu I\delta\left(r - r_0\right)\delta\left(z - z_0\right) = 0.$$

Uma vez resolvida a equação diferencial para uma configuração particular de condutores, pode-se impor qualquer número de funções deltas de espiras circulares para desenhar a forma de uma bobina.

Resolve-se primeiramente a configuração de uma espira acima de dois planos condutores planos mostrado na Figura (3.6), dividindo o problema em quatro regiões:

- No ar (regiões I e II)

$$\frac{\partial^2 A}{\partial r^2} + \frac{1}{r}\frac{\partial A}{\partial r} + \frac{\partial^2 A}{\partial z^2} - \frac{A}{r^2} = 0$$

- No condutor (regiões III e IV)

$$\frac{\partial^2 A}{\partial r^2} + \frac{1}{r}\frac{\partial A}{\partial r} + \frac{\partial^2 A}{\partial z^2} - \frac{A}{r^2} - j\omega\mu_i\sigma_i A = 0$$

Fazendo $A(r,z) = R(r)Z(z)$ pode-se escrever

$$\frac{1}{R}\frac{\partial^2 R}{\partial r^2} + \frac{1}{rR}\frac{\partial R}{\partial r} + \frac{1}{Z}\frac{\partial^2 Z}{\partial z^2} - \frac{1}{r^2} - j\omega\mu_i\sigma_i = 0. \tag{B.10}$$

Para a dependência de z, temos

$$\frac{1}{Z}\frac{\partial^2 Z}{\partial z^2} = constante = \alpha^2 + j\omega\mu_i\sigma_i$$

ou

$$Z(z) = A\exp(\sqrt{\alpha^2 + j\omega\mu_i\sigma_i}z) + B\exp(-\sqrt{\alpha^2 + j\omega\mu_i\sigma_i}z).$$

Define-se

$$\alpha_i \equiv \sqrt{\alpha^2 + j\omega\mu_i\sigma_i},$$

a equação (B.10) se torna

$$\frac{1}{R}\frac{\partial^2 R}{\partial r^2} + \frac{1}{rR}\frac{\partial R}{\partial r} + \frac{1}{Z}\frac{\partial^2 Z}{\partial z^2} - \frac{1}{r^2} + \alpha^2 = 0.$$

Esta é a equação de Bessel de primeira ordem e tem solução do tipo

$$R(r) = CJ_1(\alpha r) + DY_1(\alpha r)$$

combinado as soluções tem-se:

$$A(r,z) = \left[A\exp(\alpha_i z) + B\exp(-\alpha_i z)\right]\left[CJ_1(\alpha r) + DY_1(\alpha r)\right]$$

É necessário determinar as constantes A, B, C, e D. Elas são funções da constante de separação α e são diferentes para cada valor de α. A solução completa será a soma sobre todas as soluções individuais, se α for uma variável discreta, mas como α é uma variável continua, a solução completa é uma intregral sobre α. A solução geral é portanto escrita como:

$$A(r,z) = \int_0^\infty \left[A\exp(\alpha_i z) + B\exp(-\alpha_i z)\right]\left[CJ_1(\alpha r) + DY_1(\alpha r)\right] d\alpha$$

Sendo $A(\alpha) = 0$ na região I onde z vai para infinito. Devido a divergência de Y_1 na origem, $D(\alpha) = 0$ em todas as regiões. Na região IV, onde z vem de menos infinito, $B(\alpha) = 0$ deve se anular. Então a solução para cada região se torna:

$$A^{(1)}(r,z) = \int_0^\infty B_1(\alpha)\exp(-\alpha z)J_1(\alpha r)d\alpha$$

$$A^{(2)}(r,z) = \int_0^\infty \left[C_2(\alpha)\exp(\alpha z) + B_2(\alpha)\exp(-\alpha z)\right]J_1(\alpha r)d\alpha$$

$$A^{(3)}(r,z) = \int_0^\infty \left[C_3(\alpha)\exp(\alpha_1 z) + B_3(\alpha)\exp(-\alpha_1 z)\right]J_1(\alpha r)d\alpha$$

$$A^{(4)}(r,z) = \int_0^\infty C_4(\alpha)\exp(\alpha_2 z)J_1(\alpha r)d\alpha$$

As condições de contorno entre diferentes regiões são

$$A^{(1)}(r,z) = A^{(2)}(r,z)$$

$$\left.\frac{\partial A}{\partial z}^{(1)}(r,z)\right|_{z=l} = \left.\frac{\partial A}{\partial z}^{(2)}(r,z)\right|_{z=l} - \mu I\delta\left(r - r_0\right)$$

$$A^{(2)}(r,z=0) = A^{(3)}(r,z=0)$$

$$\left.\frac{\partial A}{\partial z}^{(2)}(r,z)\right|_{z=0} = \left.\frac{\partial A}{\partial z}^{(3)}(r,z)\right|_{z=0}$$

$$A^{(3)}(r,z=-c) = A^{(4)}(r,z=-c)$$

$$\left.\frac{\partial A}{\partial z}^{(3)}(r,z)\right|_{z=-c} = \left.\frac{\partial A}{\partial z}^{(4)}(r,z)\right|_{z=-c}$$

As equações $A^{(1)}$ e $A^{(2)}$ são válidas para as regiões acima e abaixo da bobina, respectivamente. Essas são as equações que são de interesse para descrever a impedância da bobina. Para um ponto (r,z) na região I-II, pode-se usar a equação $A^{(1)}(r,z)$ para a porção da bobina de z acima de l_1 e a equação $A^{(2)}(r,z)$ para a porção da bobina de z até l_2. Se substituir $l_2 = z$ na equação de $A^{(1)}(r,z)$ e $l_1 = z$ em $A^{(2)}(r,z)$ chega-se a:

$$A^{(1)}(r,z) = \frac{\mu I r_0}{2}\int_0^\infty J_1(\alpha r_0)J_1(\alpha r)e^{-\alpha(l+z)}$$

$$\left\{e^{2\alpha l} + \left[\frac{\left(\alpha\mu_1 + \alpha_1\mu_0\right)\left(\alpha_1\mu_2 - \alpha_2\mu_1\right) + \left(\alpha\mu_1 - \alpha_1\mu_0\right)\left(\alpha_2\mu_1 + \alpha_1\mu_2\right)e^{2\alpha_1 c}}{\left(\alpha\mu_1 - \alpha_1\mu_0\right)\left(\alpha_1\mu_2 - \alpha_2\mu_1\right) + \left(\alpha\mu_1 + \alpha_1\mu_0\right)\left(\alpha_2\mu_1 + \alpha_1\mu_2\right)e^{2\alpha_1 c}}\right]\right\} d\alpha$$

$$A^{(2)}(r,z) = \frac{\mu I r_0}{2} \int_0^\infty J_1(\alpha r_0) J_1(\alpha r) e^{-\alpha l}$$

$$\left\{ e^{2\alpha l} + \left[\frac{(\alpha\mu_1 + \alpha_1\mu_0)(\alpha_1\mu_2 - \alpha_2\mu_1) + (\alpha\mu_1 - \alpha_1\mu_0)(\alpha_2\mu_1 + \alpha_1\mu_2) e^{2\alpha_1 c}}{(\alpha\mu_1 - \alpha_1\mu_0)(\alpha_1\mu_2 - \alpha_2\mu_1) + (\alpha\mu_1 + \alpha_1\mu_0)(\alpha_2\mu_1 + \alpha_1\mu_2) e^{2\alpha_1 c}} \right] \right\} d\alpha.$$

Estas equações são produzidas por uma única função delta de espira. Pode-se aproximar qualquer bobina pela superposição de funções delta de espiras. Portanto,

$$A_{total}(r,z) = \sum_{i=1}^{n} A_i(r,z) = \sum_{i=1}^{n} A(r,z,l_i,r_i)$$

Ao aproximar a distribuição de corrente da bobina representada por uma função delta como uma distribuição contínua de corrente, obtem-se:

$$A_{total}(r,z) = \int A(r,z,l,r_0)\, d(área)$$

onde $A(r,z,l,r_0)$ é o potencial produzido por uma densidade de corrente $i_0(l,r_0)$.

$$A_{total}(r,z) = \int_{r_1}^{r_2} \int_{l_1}^{l_2} A(r,z,l,r_0)\, dr_0 dl$$

Assumindo-se que a densidade de corrente aplicada $i_0(l,r_0)$ é uma constante pelas dimensões da bobina, então a corrente em cada volta tem a mesma fase e amplitude. Aplicando este conceito para as equações que descrevem o potencial vetor,

$$A^{(1)}(r,z) = \int_0^\infty \int_{r_1}^{r_2} \int_{l_1}^{l_2} \frac{\mu i_0 r_0}{2} J_1(\alpha r_0) J_1(\alpha r) e^{-\alpha(l+\alpha z)}$$

$$\left\{ e^{2\alpha l} + \left[\frac{(\alpha+\alpha_1)(\alpha_1-\alpha_2) + (\alpha-\alpha_1)(\alpha_2+\alpha_1) e^{2\alpha_1 c}}{(\alpha-\alpha_1)(\alpha_1-\alpha_2) + (\alpha+\alpha_1)(\alpha_2+\alpha_1) e^{2\alpha_1 c}} \right] \right\} d\alpha dr_0 dl$$

Expressa-se a integral sobre r_0 como:

$$\int_{r_1}^{r_2} r_0 J_1(\alpha r_0) dr_0 = \frac{1}{\alpha^2} \int_{x=\alpha r_1}^{\alpha r_2} x J_1(x) dx = \frac{1}{\alpha^2} P(r_2, r_1)$$

e a integral sobre l

$$\int_{l_1}^{l_2} e^{-\alpha(l+\alpha z)} \left\{e^{2\alpha l}+1\right\} dl = \frac{e^{-\alpha z}}{\alpha} \left\{\left(e^{\alpha l_2}-e^{\alpha l_1}\right)-\left(e^{-\alpha l_2}-e^{-\alpha l_1}\right)\right\}$$

Para um ponto (r,z) na região I-II, usa-se a equação $A^{(1)}(r,z)$ para a porção da bobina de z acima de l_1 e a equação $A^{(2)}(r,z)$ para a porção da bobina de z até l_2. Ao substituir $l_2 = z$ na equação de $A^{(1)}(r,z)$ e $l_1 = z$ em $A^{(2)}(r,z)$, tem-se que

$$A^{(1,2)}(r,z) = \frac{\mu i_0}{2} \int_0^{\infty} \frac{1}{\alpha^3} I(r_2,r_1) J_1(\alpha r) \left\{2 - e^{\alpha(z-l_2)} - e^{-\alpha(z-l_1)}\right.$$

$$\left. + e^{\alpha z}\left(e^{\alpha l_1} - e^{\alpha l_2}\right)\phi(\alpha)\right\} d\alpha$$

onde

$$\phi(\alpha) = \frac{(\alpha\mu_1+\alpha_1\mu_0)(\alpha_1\mu_2-\alpha_2\mu_1)+(\alpha\mu_1-\alpha_1\mu_0)(\alpha_2\mu_1+\alpha_1\mu_2)e^{2\alpha_1 c}}{(\alpha\mu_1-\alpha_1\mu_0)(\alpha_1\mu_2-\alpha_2\mu_1)+(\alpha\mu_1+\alpha_1\mu_0)(\alpha_2\mu_1+\alpha_1\mu_2)e^{2\alpha_1 c}}.$$

Uma vez determinado o potencial vetor, deve-se calcular a voltagem induzida na bobina com simetria axial de raio r e com N voltas

$$V = j2\pi\omega \sum_{i=0}^{N} r_i A(r_i,z_i) \approx \frac{j2\pi\omega n}{S_{coil}}$$

onde n é o número de voltas por unidade de área da seção reta (S_{coil}). A voltagem induzida é portanto:

$$V = \frac{j2\pi\omega n}{(r_2-r_1)(l_2-l_1)} \int_{r_1}^{r_2}\int_{l_1}^{l_2} r A^{(1,2)}(r,z) dr dz$$

Uma vez que a voltagem induzida na bobina é determinada, pode-se calcular a impedância da bobina $Z = V/I$, onde a corrente que atravessa uma volta da bobina pode ser escrita como:

$$i_0 = \frac{nI}{(r_2-r_1)(l_2-l_1)}$$

logo a impedância da bobina pode ser escrita da forma,

$$Z = Kj\omega \int_0^{\infty} \frac{P^2\left(r_2, r_1\right)}{\alpha^5} \left\{ 2\left(l_2 - l_1\right) + \frac{1}{\alpha}\left[2e^{-\alpha L} - 2 + A\left(\alpha\right)\phi\left(\alpha\right)\right] \right\} d\alpha$$

onde

$$K = \frac{\pi \mu_0 N^2}{\left(l_2 - l_1\right)^2 \left(r_2 - r_1\right)^2},$$

$$P^2\left(r_2, r_1\right) = \int_{\alpha r_1}^{\alpha r_2} x J_1(x) dx,$$

$$A\left(\alpha\right) = \left[e^{-\alpha l_2} - e^{-\alpha l_1}\right]^2$$

e

$$\phi\left(\alpha\right) = \frac{\left(\alpha\mu_1 + \alpha_1\mu_0\right)\left(\alpha_1\mu_2 - \alpha_2\mu_1\right) + \left(\alpha\mu_1 - \alpha_1\mu_0\right)\left(\alpha_2\mu_1 + \alpha_1\mu_2\right)e^{2\alpha_1 c}}{\left(\alpha\mu_1 - \alpha_1\mu_0\right)\left(\alpha_1\mu_2 - \alpha_2\mu_1\right) + \left(\alpha\mu_1 + \alpha_1\mu_0\right)\left(\alpha_2\mu_1 + \alpha_1\mu_2\right)e^{2\alpha_1 c}}$$

Apêndice C

Detalhamento das Curvas de Impedância das Amostras de Níquel Sem partículas

As curvas de impedância apresentadas na seção 4.1.2 identificam somente a diferença entre cada grupo de amostras, sem discriminar cada curva a sua respectiva amostra. Neste apêndice mostra-se as curvas associando a sua respectiva amostra.

Na figura C.1 mostra-se a parte real da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre aço em função da freqüência, onde vê-se em (a) os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min.

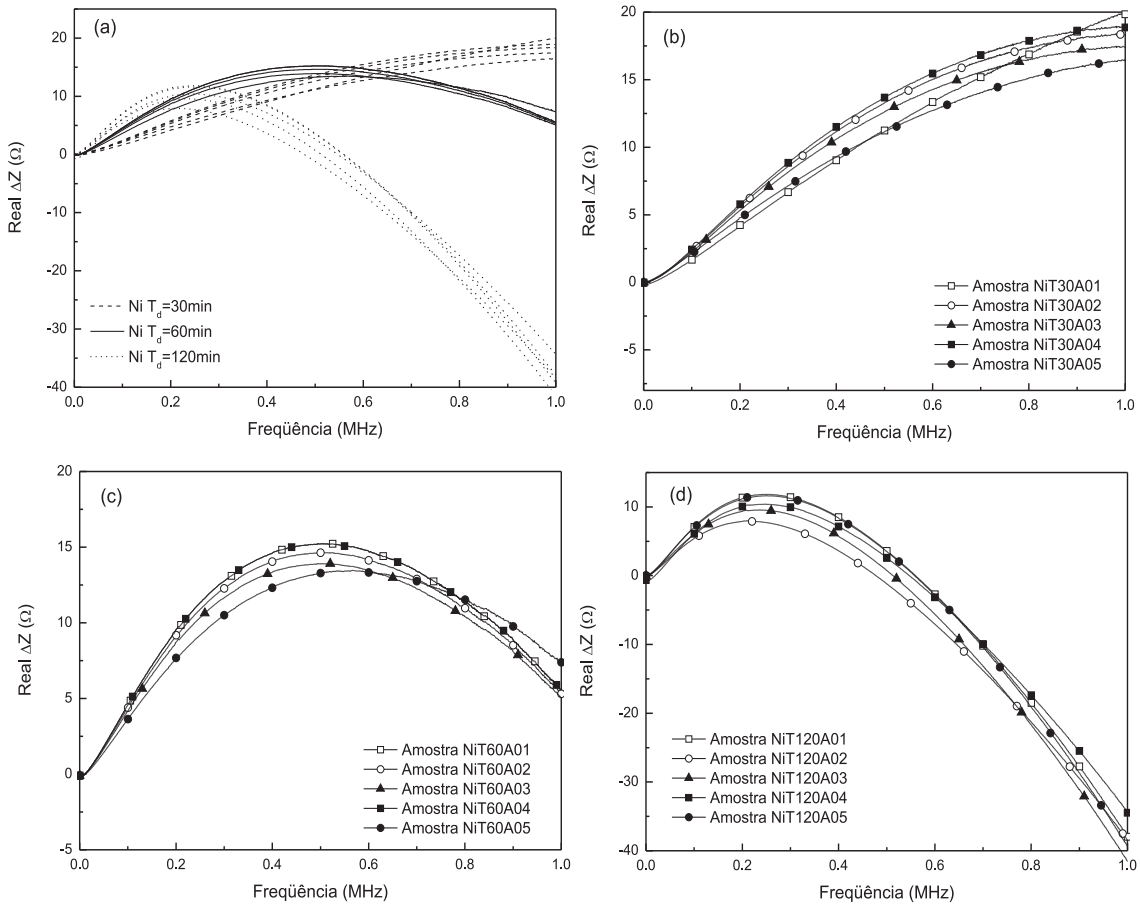

Figura C.1: Parte real da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre aço em função da freqüência. (a) Os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min.

Na figura C.2 mostra-se a parte imaginária da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre aço em função da freqüência, onde vê-se em (a) os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min.

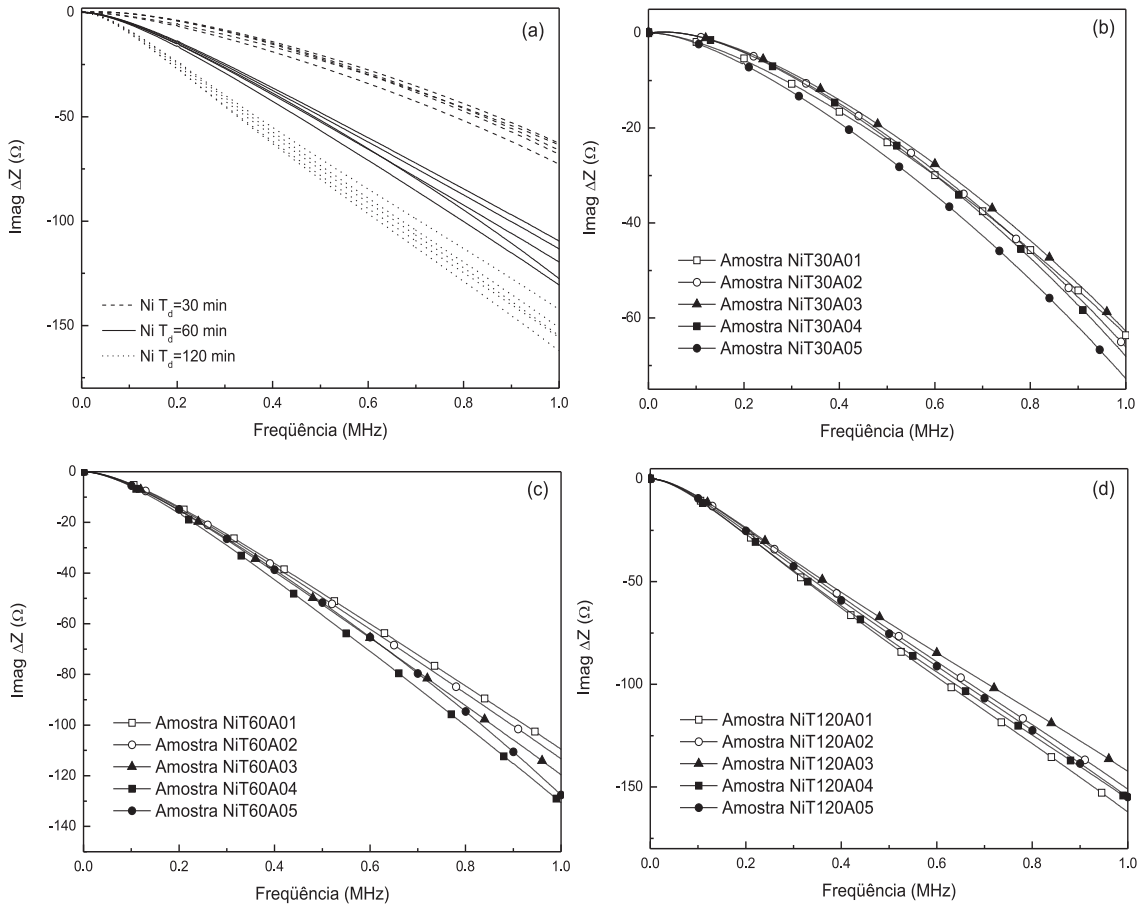

Figura C.2: Parte imaginária da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre aço em função da freqüência. (a) Os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min.

Na figura C.3 mostra-se o plano da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre aço, onde vê-se em (a) os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min.

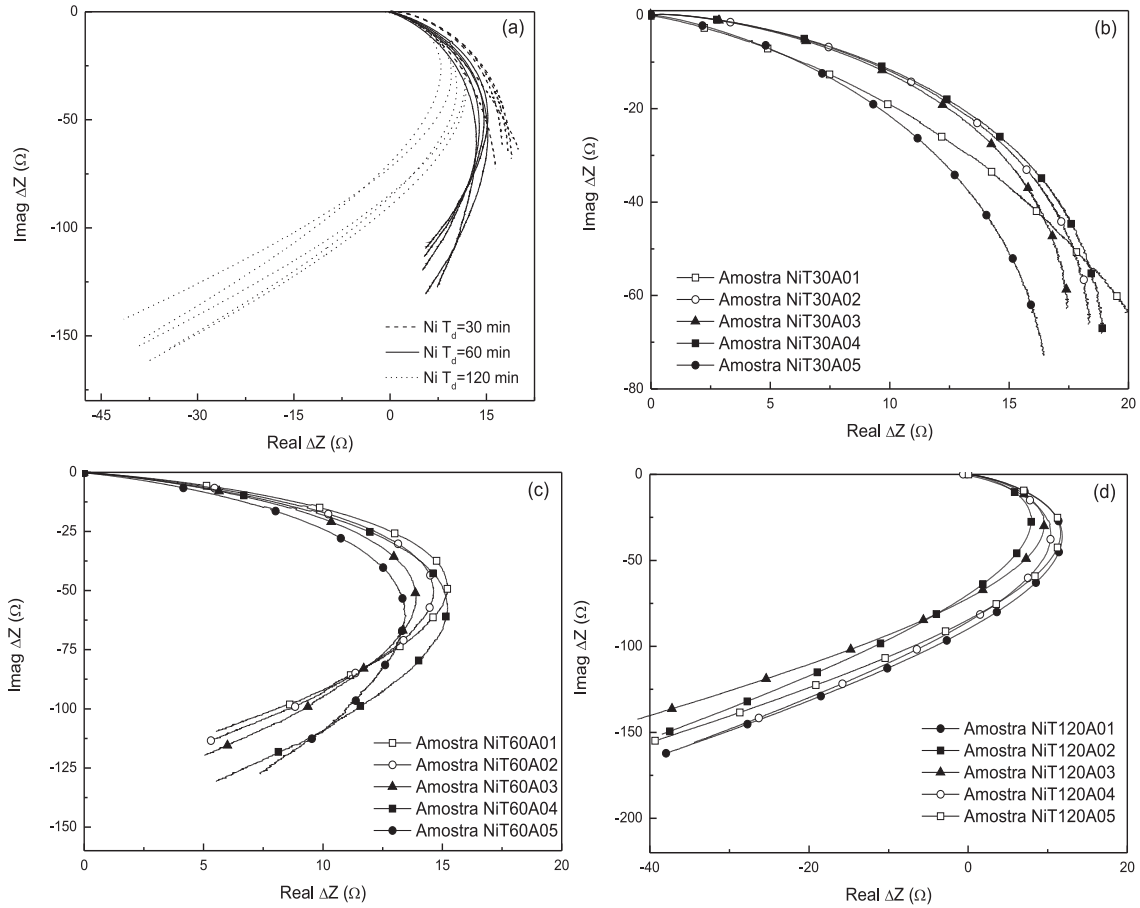

Figura C.3: Plano da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre aço. (a) Os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min.

Na figura C.4 mostra-se a parte real da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre cobre em função da freqüência, onde vê-se em (a) os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min.

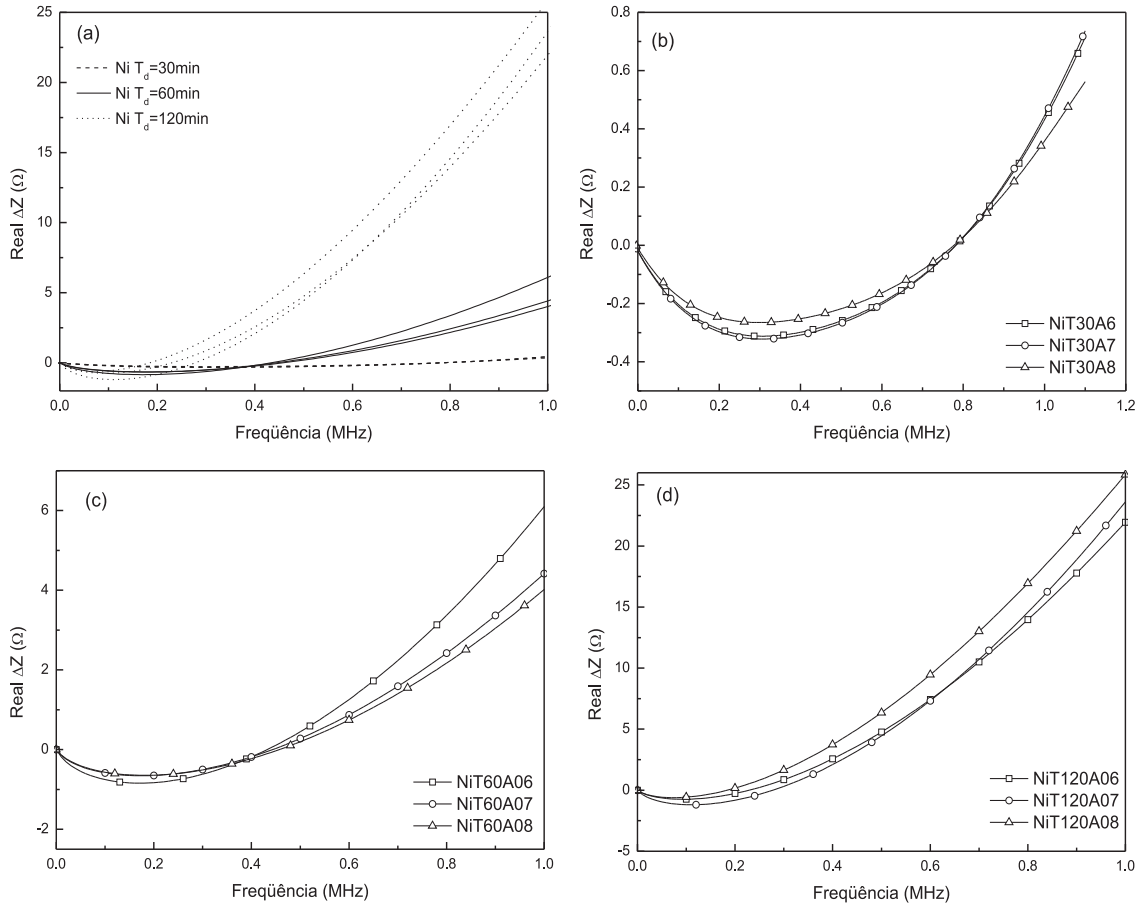

Figura C.4: Parte real da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre cobre em função da freqüência. (a) Os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min.

Na figura C.5 mostra-se a parte imaginária da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre cobre em função da freqüência, onde vê-se em (a) os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min.

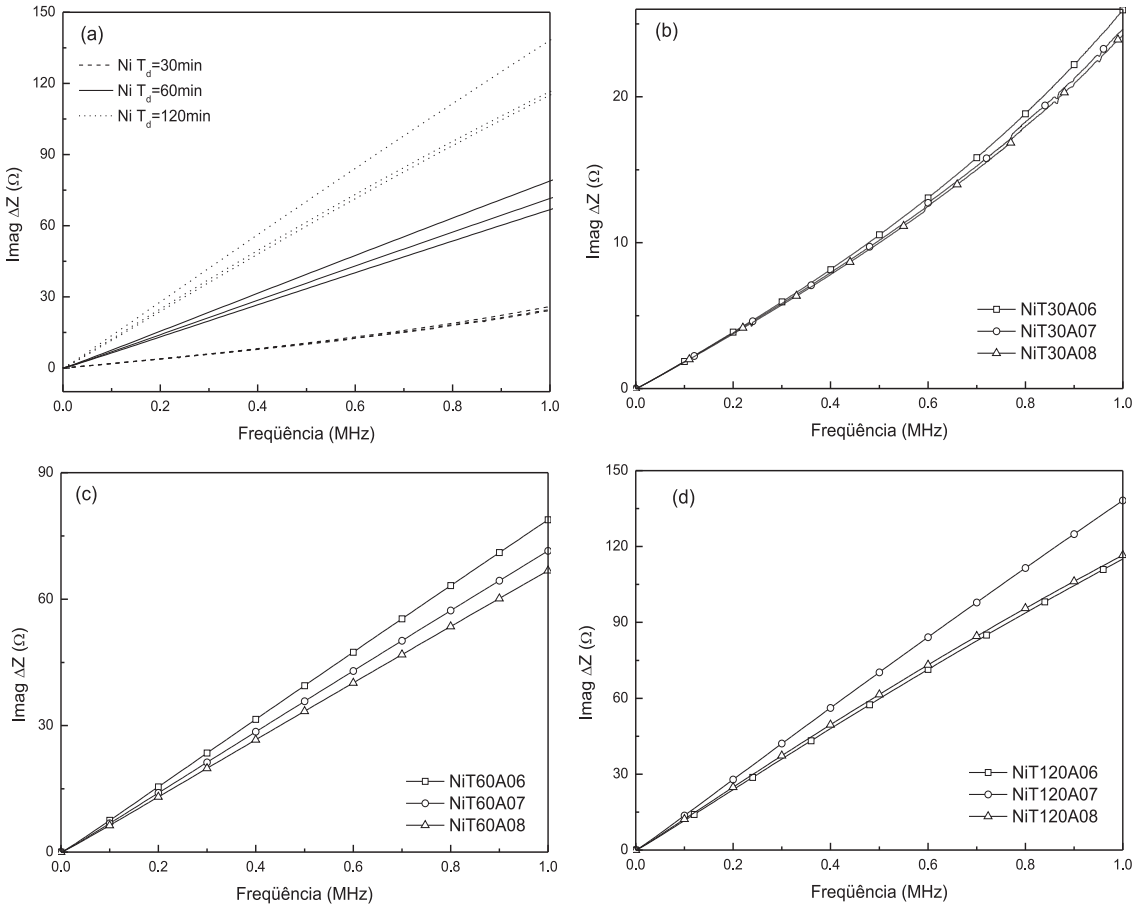

Figura C.5: Parte imaginária da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre cobre em função da freqüência. (a) Os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min.

Na figura C.6 mostra-se o plano da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre cobre, onde vê-se em (a) os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min.

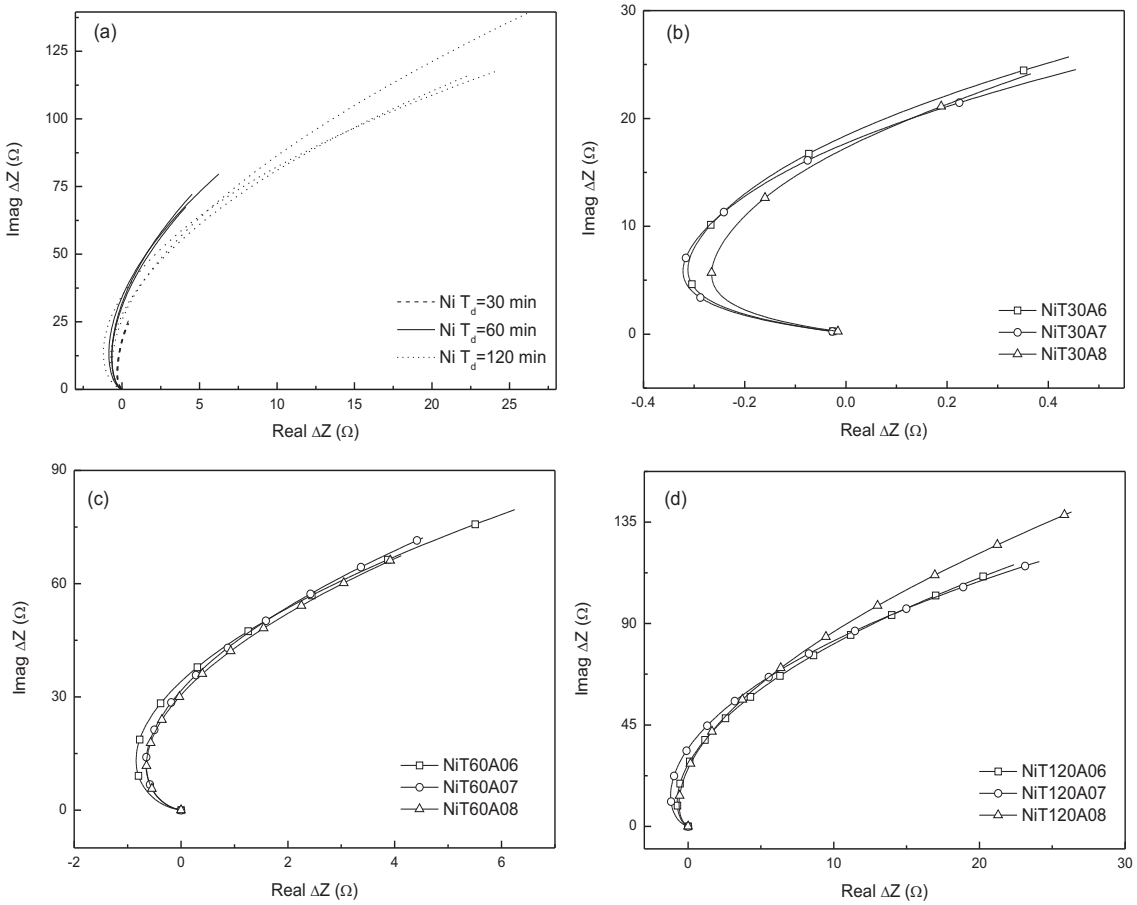

Figura C.6: Plano da diferença de impedância para as amostras de níquel puro sobre cobre. (a) Os três grupos de amostras obtidas com tempos de 30, 60 e 120 min, (b) as amostras obtidas com tempo de 30min, (c) as amostras obtidas com tempo de 60min e (d) as amostras obtidas com tempo de 120min.