

Deposição *Electroless* de Ni-P

SELLERI, Carlos¹; GEIA, Diogo¹; NUNES, João¹; FERREIRA, Ndayamena¹; NEVES, A. Sofia¹; RIBEIRO, Mónica¹; CORREIA, Jorge²
¹12.ºC (2021/22), Escola Básica e Secundária Alfredo da Silva, Praça de Bento Jesus Caraça, 2830-322 Barreiro, Portugal
²DQB, Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Campo Grande, 1749-016 Lisboa, Portugal

Introdução

A *electroless* foi descoberta associada aos trabalhos de Abner Brenner e Grace Riddell fruto de uma irregularidade presente numa experiência. Vários fatores podem caracterizar a técnica *electroless*: é um processo autocatalítico (não precisa de um catalisador externo); os iões metálicos encontram-se dissolvidos em solução; não necessita de um fornecimento externo de eletrões (daí o seu nome) obtendo-os através da redução química; o substrato não reage e ser seletiva, isto é, só ocorre em alguns substratos [1]. Para que a *electroless* ocorra é necessário que se reúnam algumas condições, tais como: uma solução que contenha iões metálicos; um agente complexante dos mesmos; um agente redutor que irá fornecer os eletrões; um substrato autocatalítico ou catalisado de modo a promover a oxidação do redutor e, por fim, aditivos com a função de conferir ao depósito as características necessárias [1].

A técnica da *electroless* envolve várias etapas, sendo a catálise a primeira, a qual envolve duas sub-etapas: a sensibilização e a nucleação. Nos primeiros instantes da reação forma-se um filme homogéneo do metal a depositar, devido à coalescência dos núcleos que vai permitir a evolução do processo. A catálise pode também ser realizada por simples imersão do substrato em soluções, por vezes coloidais, à base de Paládio, neste caso as partículas de Paládio adsorvem-se, passando a constituir os pontos ativos para o desencadear do processo [1]. No caso de condutores eletrónicos naturalmente não catalíticos, o início da *electroless* pode ser induzido, através do contacto galvânico com um metal que lhe confira o potencial de eletrodo compatível com o desencadear da reação [2]. Como indutores são utilizados metais eletronegativos sendo exemplos deste o Alumínio, o Zinco e o Ferro. O processo age sobre o agente redutor o que confere ao substrato a capacidade de o adsorver e quebrar as suas ligações. Tendo estas sido quebradas, pode-se então seguir para a segunda fase onde se dá a redução dos iões metálicos em solução, precipitando o metal seguida da adsorção/quebra do agente redutor pelo depósito metálico. Comparativamente com a eletrodeposição (Fig. 1B) a deposição *electroless* destaca-se por uma elevada uniformidade, espessura equivalente em toda a superfície depositada (Fig. 1A), aderência e fraca porosidade e melhor resistência à corrosão e ao desgaste vantagens, que para certos usos específicos que as necessitam (ex.: aeronáutica), ofuscam a grande desvantagem de ser economicamente menos acessível [1].

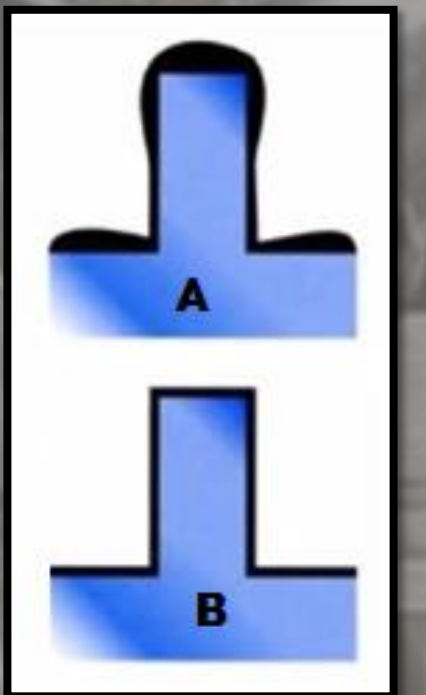


Fig. 1 - A - Deposição Electroless B - Eletrodeposição

Materiais e Métodos

Preparação do banho:

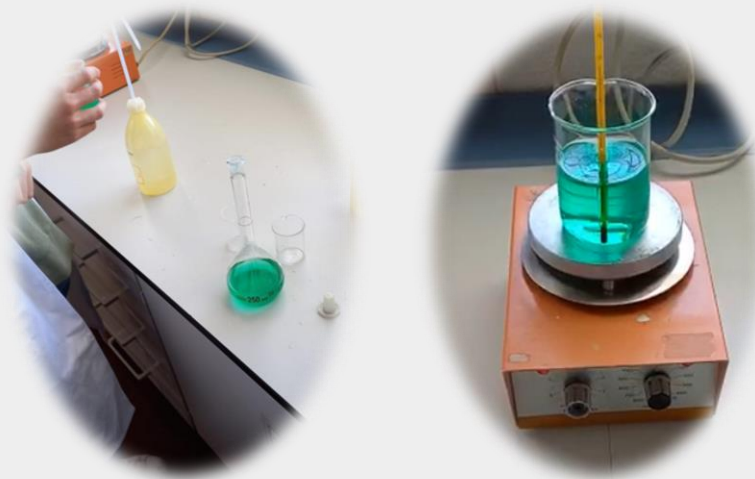


Fig. 2 - A - Preparação da Solução B - Aquecimento do Banho a 100°C

Preparação do substratos de Cobre:



Fig. 3 - A - Polimento da Chapa com lixa B - Banho em Solução à base de HCl

Deposição do filme de Níquel:



Fig. 4 - A - Mergulho da chapa no banho B - Aspeto do resultado final (chapa de Cu + filme de Ni)

Difração RX: Método em que difratómetros emitem radiações X e posteriormente avaliam como estas foram difratadas ao passar pelos planos estruturais de uma amostra calculando assim a distância entre estes (distância interplanar). Esta, é única para cada material, funciona como a sua *fingerpint* (Tab. 1), e por isso, permite avaliar a pureza de uma amostra sabendo o que a constitui.



Fig. 5 - Máquina que realiza a DRX a analisar chapas de Cu e Chapas de Cu + Ni

Constituintes:

- Cloreto de níquel hexa-hidratado
- **Sal do Metal a Depositar**
- Hipofosfito de sódio mono-hidratado
- **Agente Redutor**
- Citrato de sódio di-hidratado
- Acetato de sódio tri-hidratado
- **Agente Complexante**

Deposição:

Para iniciar a deposição foi necessário primeiro tocar no substrato com uma tira de Zinco que funcionou como indutor visto que o Cobre não é naturalmente catalítico. Tendo então se formado o primeiro filme fino de Ni, o Zinco deixou de ser necessário porque o processo, aquando iniciado, é autocatalítico (para a deposição em múltiplas chapas basta contactar com a chapa já banhada). Para futuro estudo medimos o tempo decorrido durante as deposições, a área e a massa das chapas.

Resultados

Tabela 1 - Valores tabelados das distâncias interplanares do Cu e Ni

Amostra	Valores d (Å) (por ordem decrescente)		
Cu	2,09	1,81	1,26
Ni	2,03	1,76	1,25

Área da chapa: 30 cm²
Tempo decorrido: 1 hora
Massa Ni-P: 9,5141-
9,5741=60mg

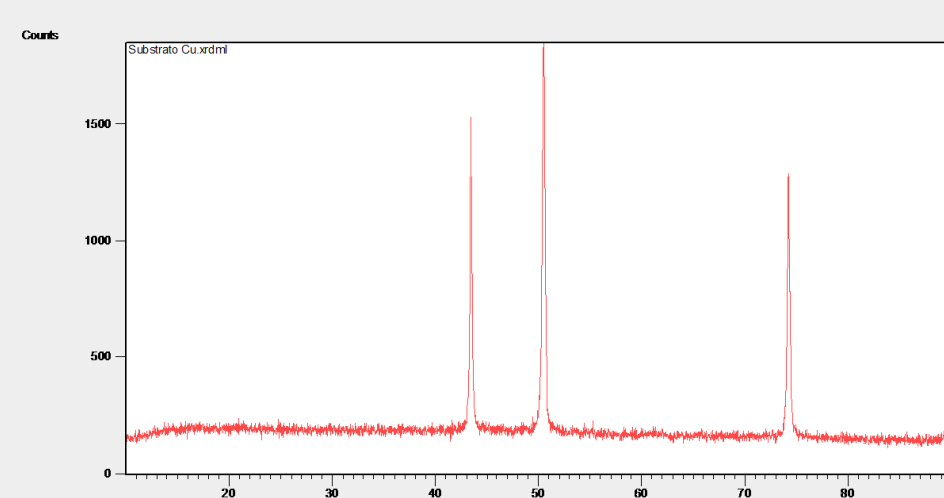


Fig. 5 - Difratograma da amostra de Cobre

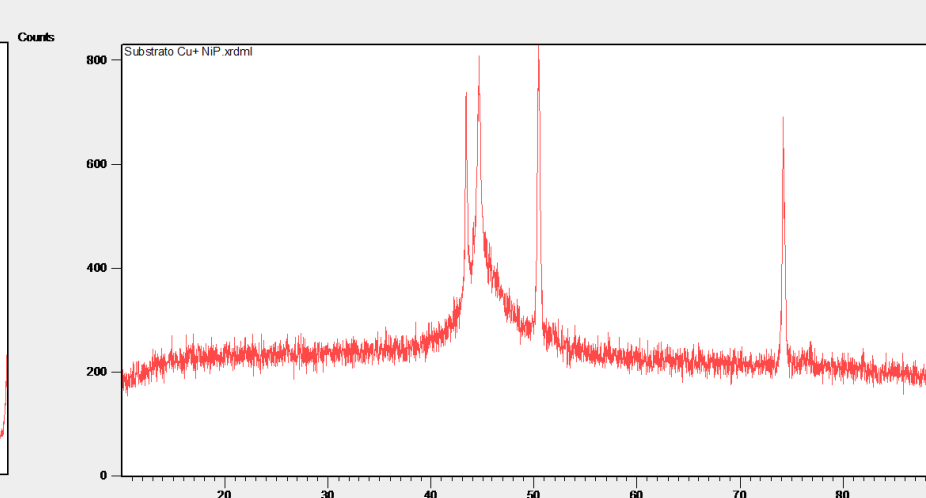


Fig. 6 - Difratograma da amostra de Cobre com Ni-P

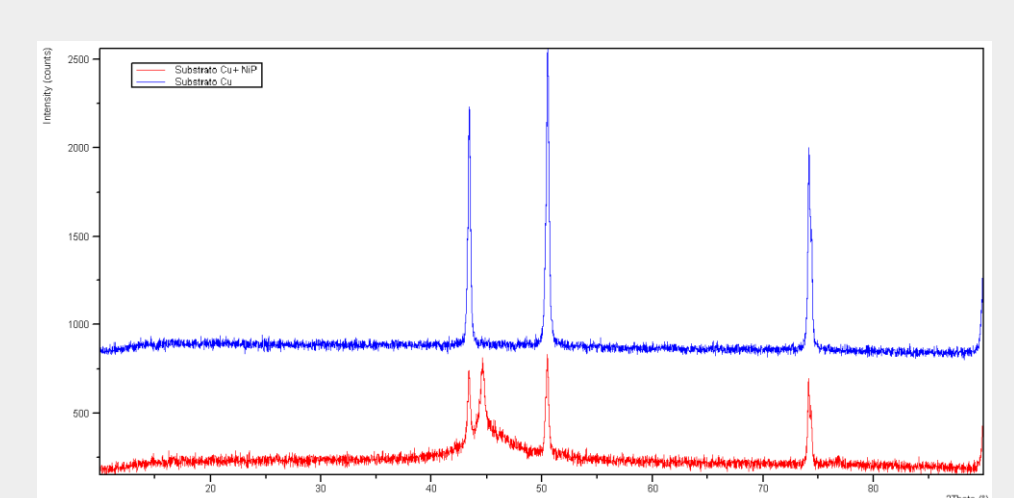


Fig. 7 - Sobreposição do difratograma da amostra de Cu (Azul) com o da amostra de Cu + Ni-P (Vermelho)

Conclusão e discussão

Analisando os resultados obtidos chega-se a uma velocidade de deposição do filme de Ni-P de 4 mg/cm²h que, considerando a massa volúmica tabelada do Níquel, corresponde a uma espessura de 4,5µm depositada por hora.

Quanto à DRX, analisando os difratogramas (Fig. 5, 6 e 7), ou seja, os gráficos em que as distâncias interplanares mais frequentes de uma amostra são representadas através de "picos" que depois se comparam com as distâncias tabeladas numa base de dados permitindo assim avaliar os constituintes presentes na amostra, podemos confirmar que os picos das distâncias interplanares tabeladas (Tab. 1) correspondem com os picos obtidos na análise das amostras (Fig. 3, 4).

Tendo esta informação em mente podemos concluir que numa situação em que as vantagens da aplicação deste método se sobreponham às desvantagens (custo elevado), o produto final obtido cobre os pontos necessários para se adequar a esta.

Bibliografia

- [1]Correia, J. P.³; Ricardo, A. P.; Abrantes, L. M. (1990). *Deposição Electroless*, Boletim SPQ, 41
[2]Correia, J. P.³; Abrantes, L. M. (1994). *On the Mechanism of Electroless Ni-P Plating*, J. Electrochem. Soc., Vol. 141, No. 9

