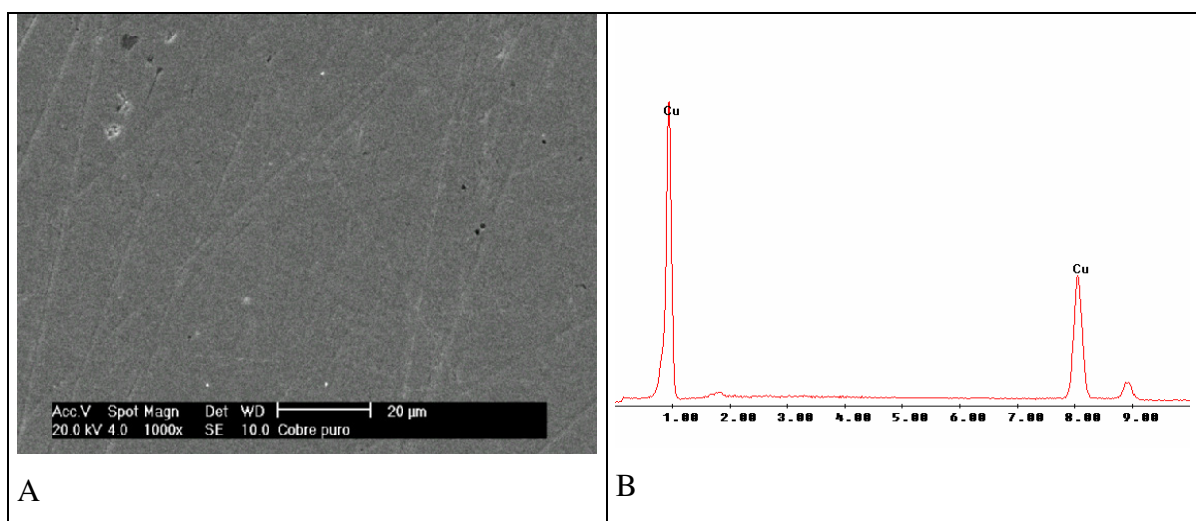


e.) Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS):

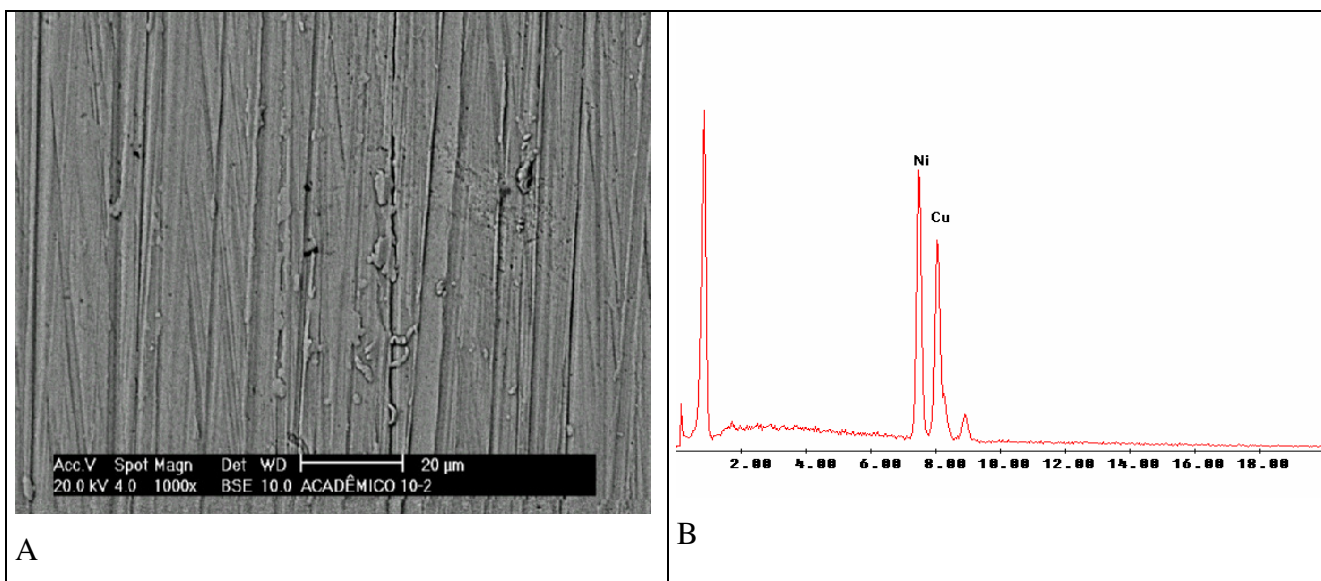
Para se caracterizar as superfícies dos depósitos obtidos em relação a suas propriedades e composição, foram utilizadas as técnicas de MEV e de EDS. As eletrodeposições foram realizadas em tempo suficiente e necessário para serem obtidos depósitos de espessuras estimadas da ordem de 4 a 8  $\mu\text{m}$ . As deposições foram realizadas nas condições citadas anteriormente para máximo de rendimento catódico em cada sistema estudado, em concentração de  $\text{Ni}^{2+}$  igual a  $2 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$ . As figuras 41A e 41B mostram a superfície de cobre puro utilizada na eletrodeposição e o espectro de EDS correspondente, enquanto que as figuras 42 a 44 apresentam a superfície niquelada em ausência de surfatante, nas condições citadas, com o correspondente espectro de EDS, para tempos de deposição de 10, 20 e 60 minutos, respectivamente.



**FIGURA 41:** superfície de cobre puro

A – MEV da superfície, com aumento de 1000 x.

B – espectro de EDS para a área analisada

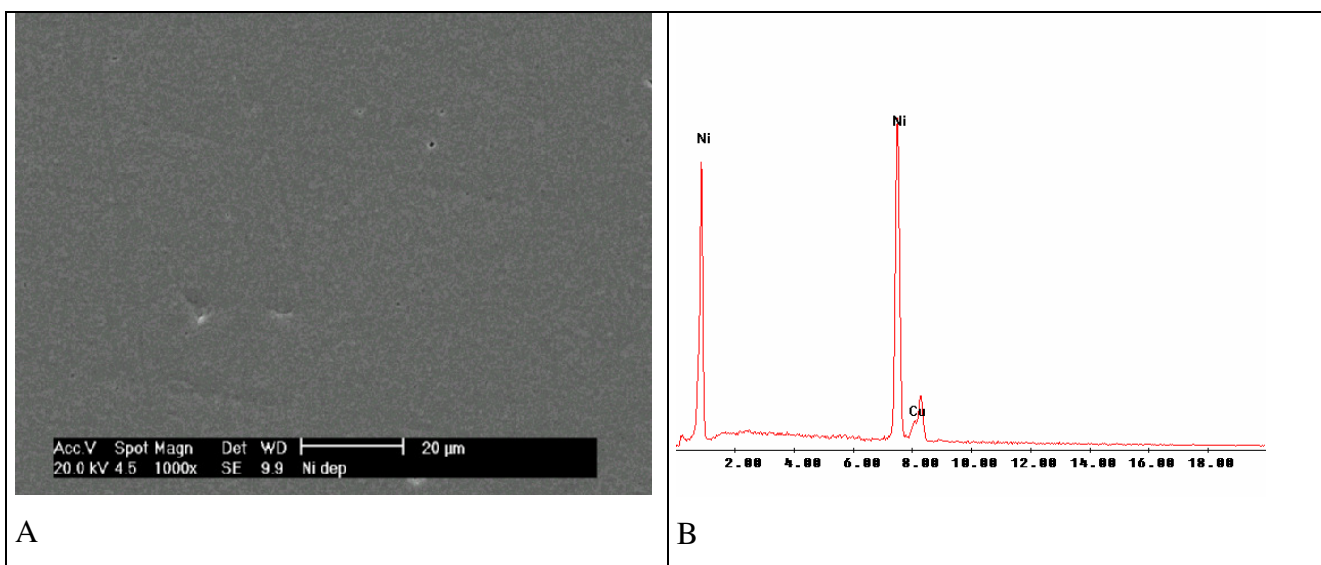


**FIGURA 42:** superfície de cobre niquelada em ausência de surfatantes

(tempo de deposição = 10 minutos)

A – MEV da superfície, com aumento de 1000 x.

B – espectro de EDS para a área analisada

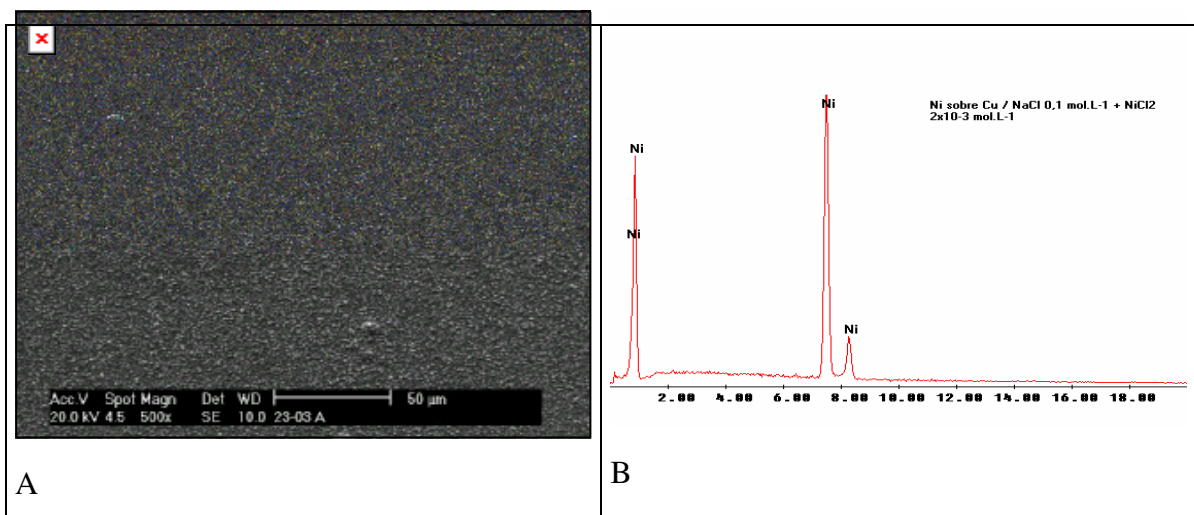


**FIGURA 43:** superfície de cobre niquelada em ausência de surfatantes

(tempo de deposição = 20 minutos)

A – MEV da superfície, com aumento de 1000 x.

B – espectro de EDS para a área analisada



**FIGURA 44:** superfície de cobre niquelada em ausência de surfatantes

(tempo de deposição = 60 minutos)

A – MEV da superfície, com aumento de 500 x.

B – espectro de EDS para a área analisada

A tabela 5 apresenta as porcentagens de níquel e cobre presentes nas superfícies estudadas, indicadas pela análise de EDS.

**Tabela 5:** porcentagem de níquel e cobre presentes nos depósitos obtidos em ausência de surfatantes, em função do tempo de deposição, para  $[Ni^{2+}] = 2 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$ , em  $E = -1,1 \text{ V / ECS}$ .

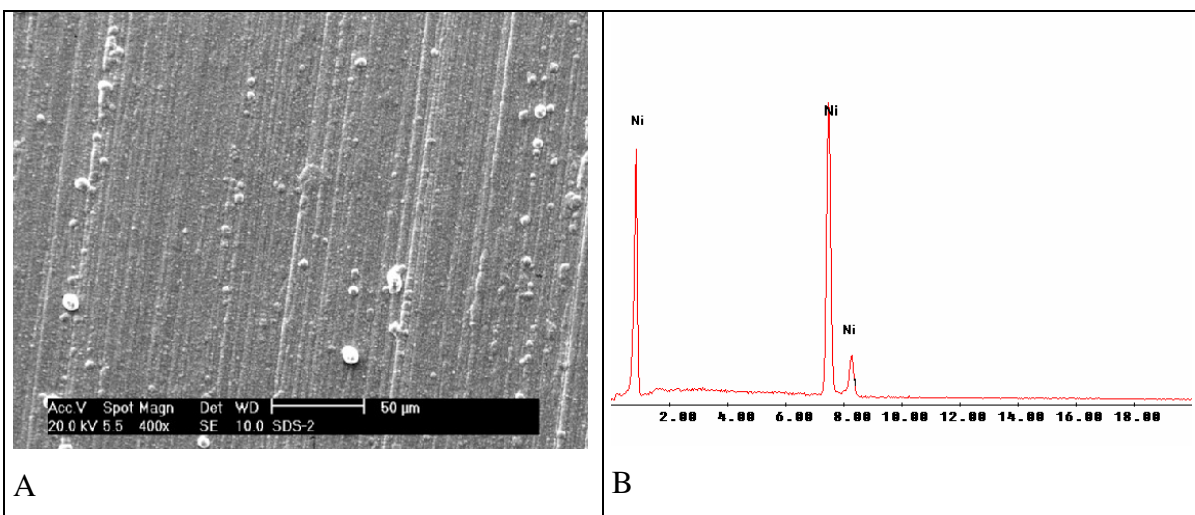
Tempo de deposição (minutos)	% Cu	% Ni
10	49	51
20	8	92
60	-	100

Para tempos de deposição de 10 e 20 minutos, tem-se que as superfícies não se encontram totalmente recobertas por níquel, ou ainda, superfícies cuja espessura de depósito de níquel formada esteja na faixa de detecção da análise de EDS. De fato, as espessuras médias calculadas a

partir das cargas obtidas na eletrodeposição indicam espessuras da ordem de 1  $\mu\text{m}$ , sendo que as especificações da técnica e do aparelho utilizados indicam que, para níquel, esta camada pode ser detectada somente para espessuras maiores do que 2-3  $\mu\text{m}$ . Para 10 minutos de deposição, observam-se as linhas produzidas pelo lixamento da superfície de cobre, na etapa anterior à eletrodeposição, evidenciando a niquelação parcial do substrato. Com 20 minutos de eletrodeposição, nota-se a formação de um depósito homogêneo, recobrendo totalmente as linhas de lixamento.

Para tempo de deposição maior (60 minutos), estima-se uma espessura da ordem de 5  $\mu\text{m}$  de níquel sobre a superfície de cobre, portanto, acima do limite de detecção do aparelho. A superfície do cobre se apresentou totalmente recoberta por níquel, com a formação de uma camada homogênea e sem brilho, aparentemente porosa, sugerindo a formação de depósito finamente dividido, conforme discutido anteriormente. Não há picos no espectro de EDS relacionados a elétrons do cobre, observados na figura 41B, evidenciando que o níquel realmente recobriu completamente o substrato. A análise foi realizada em duas regiões da superfície (lateral e borda do eletrodo), com resultados semelhantes, sugerindo um depósito homogêneo.

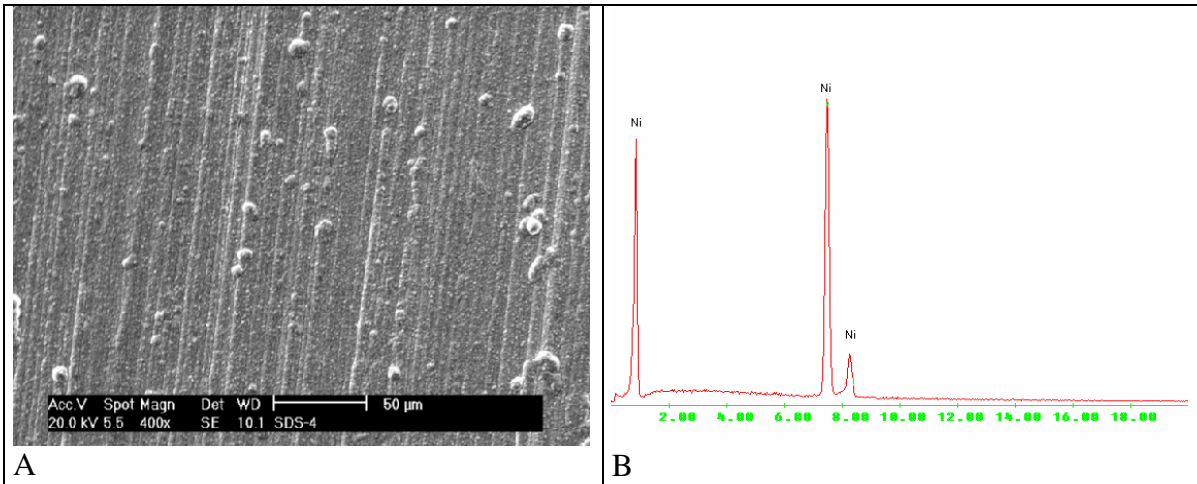
As figuras 45 e 46 apresentam o depósito obtido em presença de SDS, em duas regiões do eletrodo (lateral e borda, respectivamente), com os espectros de EDS correspondentes. O depósito de níquel obtido em presença de SDS mostrou-se homogêneo nas regiões de borda e lateral do eletrodo, como se pode observar nas análises de EDS. A superfície se encontra totalmente recoberta por níquel, com espessura média calculada da ordem de 5  $\mu\text{m}$ , mais brilhante em relação ao depósito obtido em ausência do surfatante. Pode-se também notar o efeito nivelador do SDS sobre o processo de deposição, indicado pelo perfil obtido no depósito, seguindo as linhas produzidas pelo lixamento do eletrodo.



**FIGURA 45:** superfície de cobre niquelada em presença de SDS (lateral do eletrodo)

A – MEV da superfície, com aumento de 400 x.

B – espectro de EDS para a área analisada



**FIGURA 46:** superfície de cobre niquelada em presença de SDS (borda do eletrodo)

A – MEV da superfície, com aumento de 400 x.

B – espectro de EDS para a área analisada