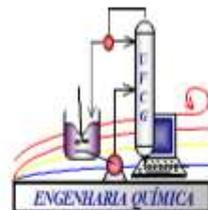




UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química
Laboratório de Engenharia Eletroquímica - LEEq



DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**AValiação da Absortividade Térmica de Superfícies Formadas
Pelas Ligas Binárias ZnNi e ZnFe Destinadas a Fabricação de
Concentradores Solar.**

MÁRCIA CRISTINA DE SOUSA

Campina Grande-PB

Outubro/2017

**AVALIAÇÃO DA ABSORTIVIDADE TÉRMICA DE SUPERFÍCIES FORMADAS
PELAS LIGAS BINÁRIAS ZnNi E ZnFe DESTINADAS A FABRICAÇÃO DE
CONCENTRADORES SOLAR.**

Márcia Cristina de Sousa

Dissertação apresentada ao Programa
de Pós-Graduação de Engenharia
Química como requisito à obtenção
do título de MESTRE EM
ENGENHARIA QUÍMICA.

Orientador: Prof. Dr. Eudésio Oliveira Vilar

Campina Grande - PB

Outubro/2017

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

S725a Sousa, Márcia Cristina de.
Avaliação da absorvidade térmica de superfícies formadas pelas ligas binárias ZnNi e ZnFe destinadas a fabricação de concentradores solar / Márcia Cristina de Sousa. – Campina Grande, 2017.
102 f. : il. color.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2017.
"Orientação: Prof. Dr. Eudésio Oliveira Vilar.
Referências.

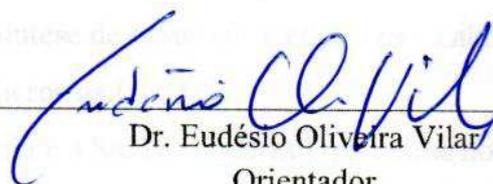
1. Tratamento de Superfície. 2. Seletividade Óptica. 3. Resistência a Corrosão. I. Vilar, Eudésio Oliveira. II. Título.

CDU 66.011(043)

**AVALIAÇÃO DA ABSORTIVIDADE TÉRMICA DE SUPERFÍCIES FORMADAS
PELAS LIGAS BINÁRIAS ZnNi E ZnFe DESTINADAS A FABRICAÇÃO DE
CONCENTRADORES SOLAR.**

Márcia Cristina de Sousa

Dissertação Aprovada em 04/10/2017 pela banca examinadora constituída dos seguintes membros:



Dr. Eudésio Oliveira Vilar

Orientador

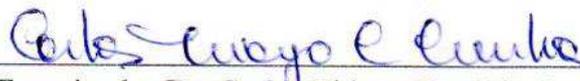
UAEQ - UFCG



Dr. José Nilton Silva

Examinador Interno

UAEQ - UFCG



Examinador Dr. Carlos Thiago Candido Cunha

Externo

UAEMa - UFCG

*Dedico este trabalho a minha mãe
Florisa e irmã Joana Dar'C.*

VITAE DO CANDIDATO

- Engenheira Química pela UFCG (2015);
- Especialização em Engenharia de Segurança do Trabalho pela FIP (2017).

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Eudésio O. Vilar, exemplo de professor e líder.

Aos constituintes do Laboratório de Engenharia Eletroquímica (LEEq / UAEQ / UFCG), trabalho em equipe com amizade e profissionalismo: Emanuelle Montenegro, Kátya Dias, Danielle Freire, Juliana Lima, Carlos Thiago, João Dantas, Aglailson Cabral, Renan César, Jullie Guimarães e Etimogenes Duarte.

À Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química (PPGEQ/UFCG).

À CAPES financiadora do Mestrado.

Aos professores José Nilton, Carlos Cunha e Laércio Oliveira, avaliadores queridos.

Aos Laboratórios colaboradores técnicos Laboratório de Meios Porosos - LMPT da UFSC, Laboratório de Síntese de Materiais Cerâmicos - LabSMaC da UFCG e ao Laboratório de Microscopia - Lab.Micros da UFCG.

À Suna Engenharia e a SurTec do Brasil, parceiros no desenvolvimento deste trabalho.

À toda minha família, especialmente a Florisa Machado, Joana Dar'C e Claudia Melo.

Agradeço à Deus, força e fé na vida.

RESUMO

O presente trabalho tem o intuito tecnológico da concepção e análise de uma superfície com alto rendimento térmico e com resistência a corrosão em amostras a simular um concentrador solar, parte integrante de um coletor solar. O coletor solar desenvolvido pela Suna Engenharia é um dispositivo sustentável que promove o aquecimento de um fluido, água ou ar, através da conversão da radiação eletromagnética do sol em energia térmica. Seu alcance térmico é em torno de 60°C, para aprimorar o rendimento térmico do equipamento é necessário inferir a característica de superfície seletiva, que determina alta absorção e baixa emissão da radiação óptica espectral. Para o desenvolvimento deste projeto, a superfície a simular o concentrador solar, incluiu-se como vertentes os parâmetros a serem analisados: substrato (aço Inoxidável 304, 316 e aço Carbono 1020), depósito metálico (banhos galvânicos de ligas binárias ZnNi e ZnFe), método de tratamento de superfície (galvânização por eletrodeposição), e variadas espessuras (a serem obtidas pelo Método Coulométrico). Através de análises de ampliações ópticas (MEV, EDS e Microscopia Óptica), de absorbância (Espectrofotometria por FTIR) e de resistência a corrosão (Rp, Corrosimetria e EVT) foi possível selecionar os parâmetros que forneceram os melhores resultados das amostras, em atribuições aferidas se destacou o depósito galvânico de liga binária ZnNi no substrato de aço inox 304, sob espessura de 15 µm.

Palavras-chave: Tratamento de Superfície, Seletividade Óptica, Resistência a corrosão.

ABSTRACT

The present work has the technological aim of designing and analyzing a surface with high thermal efficiency and resistance to corrosion in samples simulating a solar concentrator, an integral part of a solar collector. The solar collector developed by Suna Engenharia is a sustainable device that promotes the heating of a fluid, water or air, by converting the electromagnetic radiation from the sun to thermal energy. Its thermal reach is around 60 ° C, to improve the thermal performance of the equipment it is necessary to infer the selective surface feature, which determines high absorption and low emission spectral optical radiation. For the development of this project, the surface to be simulated the solar concentrator, the parameters to be analyzed were included as slopes: substrate (stainless steel 304, 316 and carbon steel 1020), metallic deposit (galvanic baths of binary alloys ZnNi and ZnFe), surface treatment method (galvanizing by electrodeposition), and various thicknesses (to be obtained by the Coulometric Method). Through the analysis of optical amplification (SEM, EDS and Optical Microscopy), absorbance (FTIR spectrophotometry) and corrosion resistance (Rp, Corrosimetry and EVT), it was possible to select the parameters that provided better results, verified assignments in the highlighted the ZnNi binary alloy galvanic deposit on the 304 stainless steel substrate, under a thickness of 15 µm.

Key words: Surface treatment, Optical selectivity, Corrosion resistance

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	11
1.1 Introdução.....	11
1.2 Justificativa.....	12
2. PARCERIAS DO PROJETO	13
2.1 Com a Empresa: SUNA Engenharia	13
2.2 Com a empresa: SurTec do Brasil	14
3. OBJETIVOS.....	15
3.1 Objetivo geral	15
3.2 Objetivos específicos.....	15
4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	16
4.1 Superfície seletiva do concentrador solar	16
4.1.1 Tratamento de superfície - Galvanoplastia.....	17
4.1.2 Material a ser revestido - Substrato	21
4.1.3 Características dos metais a serem depositados	22
4.2 Técnicas utilizadas na avaliação do projeto.	25
4.2.1 Absorbância da radiação óptica espectral.....	25
4.2.2 Processamento de Imagens.....	26
4.2.2.1 Análise Microscopia Óptica	26
4.2.2.2 Caracterização de fração de poros -IMAGO®	27
4.2.2.3 Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV	27
4.2.3 Análise de Resistência a Corrosão.....	28
4.2.3.1 Técnica EVT.....	29
4.2.3.2 Técnica Rp.....	29
4.2.3.3 Técnica Corrosimetria	31
5. MATERIAIS E MÉTODOS.....	32
5.1 Materiais	32
5.2 Métodos analíticos.....	33
5.2.1 Eletrodeposição por Galvanoplastia	33
5.2.1.1 Preparação do substrato para deposição	33
5.2.1.2 Etapas da galvanização.....	34

5.2.2 Análises de Espectroscopia por FTIR	39
5.2.3 Processamento de Imagens	39
5.2.3.1 Microscopia Óptica.....	39
5.2.3.2 Caracterização da fração de poros	39
5.2.4 Técnicas Eletroquímicas.....	40
5.2.4.1 Para o experimento de EVT.....	40
5.2.4.2. Para o experimento de Rp e Corrosimetria.....	41
6. RESULTADOS	42
6.1 Fluxo de Calor no Substrato	42
6.2 Eletrodeposição por galvanização: Método Coulométrico.....	42
6.3 Processamento de Imagens	44
6.3.1 Microscopia óptica	44
6.3.2 Análise de quantificação da fração de poros (IMAGO®).....	45
6.4 Absorção da radiação espectral por FTIR.	52
6.5 Análise de Corrosão por Técnicas Eletroquímicas.....	53
6.5.1 Potencial de Corrosão em função do Tempo - EVT.....	53
6.5.2 Resistência a Polarização (Rp) e Taxa de Corrosão (CR).....	57
6.5.3 Corrosimetria	60
6.6 Análise econômica dos banhos galvânicos.....	63
7. CONCLUSÕES	64
7.1 Conclusões e Discussões	64
7.2 Considerações Finais	65
8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	66
9. REFERÊNCIAS	67
APÊNDICES	70
ANEXOS	88

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1	Coletor Concentrador Solar	14
Figura 2.2	Logotipo das empresas parceiras	14
Figura 4.1	Espectro Eletromagnético	16
Figura 4.2	Ilustração de um Sistema de Eletrodeposição	18
Figura 4.3	Camadas obtidas pelo processo de Galvanização	21
Figura 4.4	Dados de Condutividade Térmica	22
Figura 4.5	Interação entre o feixe de radiação	25
Figura 4.6	Ciclo de vida de um metal	29
Figura 4.7	Polarograma das Curvas de Tafel	30
Figura 5.1	Soldagem das amostras	34
Figura 5.2	Sequência da Galvanização	36
Figura 5.3	Fluxograma do Processo de Revestimento	36
Figura 5.4	Aparatos para o processo de eletrodeposição	37
Figura 5.5	Sistema para o experimento EVT	40
Figura 5.6	Sistema para análises de corrosão	41
Figura 6.1	Imagem das amostras galvanizadas	43
Figura 6.2	Histograma em comparação das amostras processadas em diferentes espessuras e suas respectivas porosidades	46
Figura 6.3	Espectro de EDS para eletrodeposição de liga de ZnFe sob aço inox 304, com espessura de 10 μ m.	48

Figura 6.4	Espectro de EDS para eletrodeposição de liga de ZnFe sob aço inox 316, com espessura de 10 μ m	49
Figura 6.5	Espectro de EDS para eletrodeposição de liga de ZnFe sob aço inox 316, com espessura de 10 μ m.	50
Figura 6.6	Espectro de EDS para eletrodeposição de liga de ZnNi sob aço inox 304, com espessura de 10 μ m.	51
Figura 6.7	Espectro de EDS para eletrodeposição de liga de ZnNi sob aço inox 316, com espessura de 10 μ m.	51
Figura 6.8	Espectro de EDS para eletrodeposição de liga de ZnNi sob aço 1020, com espessura de 10 μ m.	51
Figura 6.9	Gráfico de absorbância por espectrofotometria de FTIR	52
Figura 6.10	Bandas detectadas na análise de FTIR	52
Figura 6.11	Gráficos de E_{we} vs(Ag/AgCl) em função do tempo	54
Figura 6.12	Comparação dos Gráficos de E_{we} vs (Ag/AgCl) em função do tempo.	55
Figura 6.13	Ilustração das amostras no final da análise de EVT	55
Figura 6.14	Polarograma da Polarização Linear em NaCl 0,2 Mol.L ⁻¹	57
Figura 6.15	Polarograma da Análise de Tafel em NaCl 0,2 Mol.L ⁻¹	58
Figura 6.16	Polarograma da Análise de R_p em NaCl 0,2 Mol.L ⁻¹	58
Figura 6.17	Polarograma da análise de Corrosimetria em NaCl 0,2 Mol L ⁻¹	61
Figura 6.18	Figura 4.18: Gráfico de R_p em função do tempo; Comparação das amostras com depósitos ZnNi, sob variados substratos	61
Figura 6.19	Gráfico de R_p em função do tempo; Comparação das amostras com depósitos ZnFe, sob variados substratos	62

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 5.1	Parcerias e Colaborações	32
Tabela 5.2	Composição nominal dos substratos.	32
Tabela 5.3	Insumos da SurTec	33
Tabela 5.4	Aparatos utilizados no LEEq	33
Tabela 5.5	Condições operacionais Galvanoplastia.	38
Tabela 6.1	Parâmetros e resultados do cálculo do fluxo de calor dos substratos	42
Tabela 6.2	Parâmetros e resultados do cálculo de espessura	42
Tabela 6.3	Parâmetros de deposição das ligas metálicas: Tempo Espessura.	43
Tabela 6.4	Imagens obtidas por microscopia óptica das amostras	44
Tabela 6.5	Caracterização de Fração de Poros (IMAGO®)	45
Tabela 6.6	Quantificação da fração de poros	46
Tabela 6.7	MEV das amostras eletrodepositadas com ligas de ZnFe sob aço 304	47
Tabela 6.8	MEV das amostras eletrodepositadas com ligas de ZnFe sob aço 316	48
Tabela 6.9	MEV das amostras eletrodepositadas com ligas de ZnFe sob aço 1020	49
Tabela 6.10	MEV das amostras eletrodepositadas com ligas de ZnNi sob aços 304, 316, 1020	50
Tabela 6.11	Dados das amostras de seus Potenciais eletroquímico.	55
Tabela 6.12	Valores obtidos na técnica eletroquímica Rp.	59
Tabela 6.13	Dados das amostras: Composição e Pesos Equivalentes.	59
Tabela 6.14	Taxa de Corrosão (mm/ano)	60
Tabela 6.15	Valores do Rp das amostras em estudo.	62
Tabela 6.16	Custo dos insumos em 'Kg' fornecidos pela SurTec	63

ÍNDICE DE QUADROS

Quadro 4.1	Porcentual de carga térmica por setor industrial segundo o nível de temperatura	16
Quadro 4.2	Padrões do revestimento do Zinco	19
Quadro 4.3	Potencial Padrão de Redução	23
Quadro 4.4	Características principais dos metais	24

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

A	Área, m ²
e ⁻	Elétron
E ⁰	Potencial de eletrodo padrão, V
E	Potencial, V
rpm	Rotação por minuto
F	Constante de Faraday, C
H	Espessura do depósito, μm
I	Densidade de corrente, A/m ²
I _{corr}	Corrente, mA
L	Largura da amostra, mm
M	Metal
T	Temperatura, °C
T	Tempo, s
Φ	Porosidade, %
PM	Peso Molecular, g/mol
U _e	Número Estequiométrico de Elétrons
R	Constante universal dos gases, J/mol·K
P	Densidade, g/cm ³
M	Massa, g
Abs	Absorbância
Res	Resolução
EW	Peso Equivalente do material, g
Ag/AgCl	Eletrodo de Referência – Prata / Cloreto de Prata
Q	Fluxo de Calor por Condução, kcal/h
K	Condutividade Térmica do Material, W/m.k
dT/dx	Gradiente de Temperatura, °C/m
λ	Comprimento de Onda da Radiação, nm
N	Índice de refração
A	Ângulo da radiação incidente
ΔE	Diferença de potencial, V

ΔI	Fluxo de corrente, mA/h
CR	Taxa de corrosão, mm/ano
ba	Declive de Tafel anódico, mV
bc	Declive de Tafel catódico, mV
I_0	Intensidade da luz incidente
I	Intensidade da luz transmitida
FEM	Força eletromotriz, V
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
EDS	Sistema de Energia Dispersiva
FTIR	Infravermelho por Transformada de Fourier
ESSS	Engineering Simulation and Scientific Software Ltda
EVT	Potencial versus tempo, E vs t
RP	Resistência a polarização, Ohm

1 INTRODUÇÃO

1.1 Introdução

Atualmente a busca pela utilização de tecnologias acontece com ênfase na sustentabilidade, a técnica de galvanoplastia, tratamento de superfícies, abrange o termo sustentável por conferir propriedades de maior vida útil a metais. Esta técnica tem o intuito da obtenção de superfícies com propriedades aprimoradas à sua utilização, maior durabilidade, maior resistência a corrosão, maior ductilidade, propriedades seletivas óptica espectral, dentre outras. Para este trabalho o tratamento de superfície se detém na realização do tratamento de uma superfície a conferir características de seletividade óptica espectral e resistência a corrosão.

O comportamento de seletividade óptica se dá em função da variação do comprimento de onda através da alta absorbância e baixa emitância da radiação solar. Esta característica é fornecida na idealidade através do corpo negro que absorve toda a radiação incidente do sol em todos os comprimentos de onda, e nenhuma parte da radiação incidente é refletida ou transmitida. A radiação do sol é uma fonte de energia renovável que vem ganhando espaço no mercado, no Brasil, como todo país tropical, tem a vantagem da alta incidência em seu território, apresentando valores (1500-2500 kWh/m²) superiores aos da maioria dos países da União Europeia, como Alemanha (900 -1250 kWh/m²), França (900 -1650 kWh/m²) e Espanha (1200-1850 kWh/m²). A região Nordeste apresenta a maior disponibilidade energética, seguida pelas regiões Centro-Oeste, Sudeste, Norte e Sul.^[1]

Para que a radiação solar seja transformada em energia térmica ou energia elétrica, é necessário um instrumento de conversão, o coletor solar, o qual através da transferência de calor realiza esta conversão de forma eficiente. O coletor solar é basicamente um dispositivo que promove o aquecimento de um fluido, água ou ar, através da conversão da radiação eletromagnética do sol em energia térmica.^[2] O coletor é formado por uma calha parabólica a centralizar os raios solares, e por um tubo concentrador de energia, onde se concentra a viabilidade na captação e retenção eficiente de energia de radiação, influenciando na relação custo-benefício do equipamento.

O presente trabalho concebe amostras que simulam a superfície do concentrador solar, através de deposição eletroquímica de banhos galvânicos de ligas binárias de ZnNi e de ZnFe. Tem o intuito de promover uma superfície com alto índice de resistência a corrosão, e a

otimização da captação das propriedades ópticas de absorvidade da radiação solar, obtendo um alcance da temperatura no coletor solar de uma faixa de 60°C para em torno de 150°C, aumentando assim o rendimento térmico.

A galvanização nas amostras pretenderealizar avaliação acerca da influência da variação de espessuras dos depósitos galvânico das ligas binárias de ZnNi e de ZnFe (5 à 15µm), em diferentes substratos (aço inox 304, 316 e aço carbono1020). Avaliações inferidas através das técnicas: Espectrofotometria por FTIR que irá avaliar os efeitos da radiação óptica, onde fornecerá os índices de absorbância e emitância necessários a avaliação do fenômeno de transferência de calor; Microscopia óptica, MEV e EDS se determinará a morfologia e a porosidade da microestrutura das amostras; Eletroquímicas por EVT, Corrosimetria e Rp se avaliará a resistência a corrosão.

1.2 Justificativa

As atividades em questão foram elaboradas em torno do desenvolvimento de uma superfície seletiva para um concentrador solar, a simular em amostras, o qual fornecerá otimização térmica ao Coletor Concentrador de Calha Parabólica construído pela SUNA Engenharia. A galvanização, processo selecionado na obtenção da superfície seletiva fornece a condição de sustentabilidadeprolongando a vida útil dos bens e estruturas de aço e reduzindo o custo da sua manutenção.

Este trabalho submeteu amostras que validam esta pesquisa aos seguintes testes:

- A análise de espectrofotometria por FTIR na absorbância espectral óptica define a superfície que detém eficiência da coleta do calor.
- A análise de processamento de imagens, por Microscopia óptica, MEV e EDS, detecta as características morfológicas em suas superfícies.
- A análise de resistência a corrosão que propõe sustentabilidade no quesito de durabilidade do material no meio ambiente.

Neste trabalho consta a descrição das atividades desenvolvidas no Programa de Pós-Graduação de Engenharia Química no Laboratório de Engenharia Eletroquímica - LEEq da Universidade Federal de Campina grande - UFCG.

2. PARCERIAS DO PROJETO

2.1 Com a Empresa: SUNA Engenharia

A SUNA Engenharia tem o foco no desenvolvimento de projetos inovadores e otimização de processos, equipamentos e métodos de produção, tendo a sustentabilidade como base, buscando assim um menor impacto ao meio ambiente. A SUNA é uma empresa de consultoria que reúne profissionais da área de engenharia para resolução de problemas e desenvolvimento de acordo com a demanda do mercado tecnológico.

Fundada em 2012 pelo Engenheiro Químico Sebastião A. Coutinho, possui parcerias com a Universidade Federal de Campina Grande-UFCG, Serviço Nacional de aprendizagem Industrial - SENAI - PB, Teslatec Cursos e Treinamentos, Centro de Inovação e Tecnologia Industrial (CITI), SurTec do Brasil.

De acordo com o site da SUNA^[3], alguns serviços desenvolvidos na SUNA:

- Pesquisa e Desenvolvimento: Estudo de viabilidade técnica e econômica; Criação de protótipo.
- Sistemas Fotovoltaicos: Dimensionamento; Montagem; Manutenção.
- Automação: Auditoria de malhas de controle; Sintonia de controladores; Auditoria de válvula de controle da Matrikon; Configuração do SDCD CS3000 da Yokogawa;
- Instrumentação: Calibração de Instrumentos de campo e de laboratório; Configuração e parametrização de controladores, transdutores e conversores; Manutenção e calibração de válvulas de controle.
- Elétrica e Eletrônica: Montagem e manutenção de painéis de comando; Manutenção de sistemas controlados por CLPs; Manutenção de retificadores e UPSs; Manutenção de sistemas de Proteção Catódica; Manutenção elétrica predial.

A SUNA vem desenvolvendo um coletor concentrador de calha parabólica, Figura 2.1, para aplicações industriais que necessitam de calor a temperatura inferior a 200°C. Para atender a essa demanda do mercado de forma sustentável este projeto apresenta as seguintes vantagens: elevada eficiência de coleta de calor; permite utilizar diversos fluidos para transferência de calor; utiliza sistema de rastreamento solar; baixo custo de aquisição; sistema automatizado; aplicável em qualquer dimensão. Em sequência no desenvolvimento do coletor concentrador solar, este trabalho se direcionou na obtenção de uma superfície seletiva ao tubo concentrador solar, que em ambiente laboratorial foi simulado em amostras metálicas experimentos que validam os parâmetros de absorção de energia espectral e de resistência a corrosão.

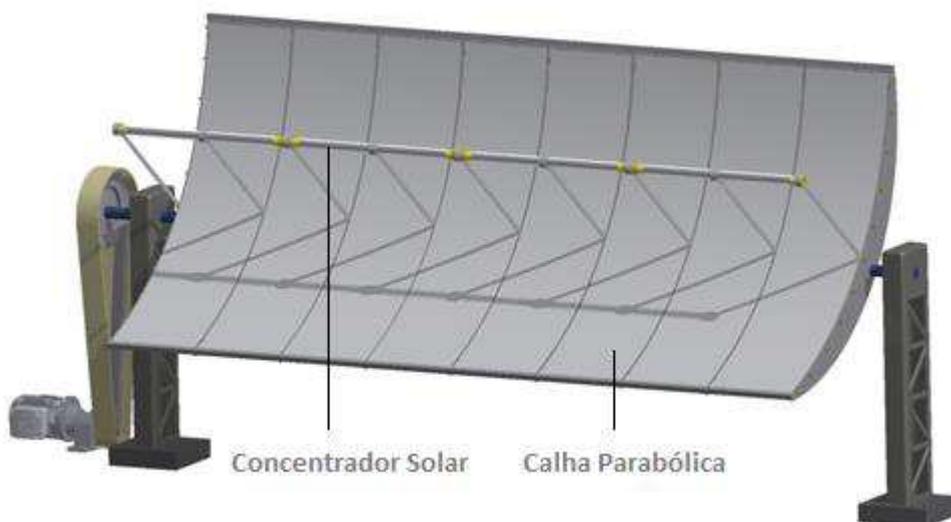


Figura 2.2: Coletor Concentrador Solar^[3]

2.2 Com a empresa: SurTec do Brasil

A SurTec é uma empresa do portfólio do grupo Freudenberg Chemical Specialities, com sede na Alemanha. Fundada em 1993, a SurTec trabalha no sentido de atender às necessidades individuais de cada cliente, desenvolvendo e fabricando produtos que aliam qualidade, desempenho e compatibilidade ambiental.

A SurTec oferece soluções competentes para a limpeza e proteção de superfícies metálicas, decapagem e anodização de alumínio, fosfatização, insumos para galvanizações, eletropolimento de aço inoxidável assim como a metalização de superfícies plásticas, agregando proteção contra corrosão, funcionalidade e beleza ao acabamento cosmético.^[4]

Este projeto teve o auxílio técnico de Miguel Costa - Químico e vendedor técnico, e da Cassia Maria Rodrigues dos Santos - Engenheira Química, responsável pelo setor de vendas do Brasil.

A seguir, Figura 2.2, os logos das empresas (a) Suna Engenharia, (b) SurTec



(a)



(b)

Figura 2.2: Logotipo das empresas parceiras: (a) SurTec do Brasil e (b) SUNA Engenharia

3. OBJETIVOS

3.1 Objetivo geral

Aplicar o processo de tratamento de superfície de banhos galvânicos de ligas metálicas binárias de ZnNi e ZnFe em amostras a simular o concentrador solar, e aplicar técnicas de avaliação da morfologia, das propriedades técnicas de seletividade óptica e de resistência a corrosão na superfície eletrodepositada.

3.2 Objetivos específicos

- Realizar estudos e aplicação do processo de tratamento de superfície - Galvanização, de ligas binárias ZnNi e ZnFe em substratos de aço 304, 316 e 1020.
- Estudar a influência destes revestimentos (ligas de ZnNi e de ZnFe) para diferentes espessuras eletrodepositadas sobre a determinação experimental da densidade de corrente, tempo, temperatura, pH, agitação.
- Analisar a morfologia e composição do depósito no substrato, através de processamentos de imagem: Microscopia Óptica, Fração de poros, MEV, EDS.
- Estudar e aplicar técnicas eletroquímicas (EVT, Corrosimetria e Rp) avaliando o potencial de resistência a corrosão das amostras;
- Estudar e aplicar técnicas de Espectrofotometria por FTIR caracterizando absorção da radiação espectral das amostras;
- Avaliação dos resultados dos valores dos parâmetros assinalados anteriormente em função do revestimento utilizado e do tipo de substrato.

4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

4.1 Superfície seletiva do concentrador solar

O sol transmite sua energia pela forma de radiação eletromagnética. Esta é um tipo de energia transmitida por diferentes formas de calor e da luz, esta radiação é transcrita no espectro eletromagnético e se estende por comprimentos de ondas; os valores de comprimentos de onda entre 300 nm e 3000 nm é a região de radiação solar, são nomeadas por: ultravioleta, visível e infravermelho.^[5] A seguir na Figura 4.1 o espectro eletromagnético, em destaque o espectro solar.

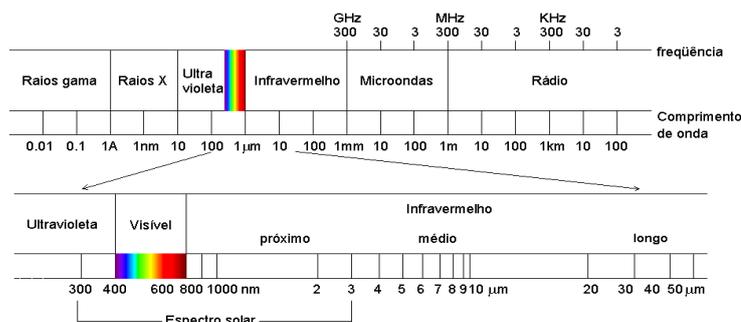


Figura 4.1: Espectro Eletromagnético.^[4]

A radiação solar pode ser utilizada como energia térmica; a necessidade de energia térmica na indústria, corresponde a temperaturas nas faixas: baixas (<60°C), médias (60°C - 150°C), média-alta (150°C-250°C) e alta (>400°C).^[6] A seguir no Quadro 4.1 os setores da Indústria em que se utiliza energia térmica.

Quadro 4.1: Porcentual de carga térmica por setor industrial segundo o nível de temperatura.^[6]

Setor	T<100°C	100°C <T<400°C	T>400°C
Extração Mineral	55	45	
Alimentício	55	45	
Papel e Celulose	25	60	15
Químico	25	25	50
Mineral não metálico	5	5	90
Metais básicos	4	6	90
Máquinas	64	25	10
Vinhos e bebidas	85	15	
Textil	70	30	

Para que a radiação solar seja transformada em energia térmica ou energia elétrica, é necessário algum instrumento de conversão, dentre eles se encontra o coletor concentrador solar que através da transferência de calor realiza esta conversão de forma eficiente, é

projetado para ter um alcance térmico da captação da radiação solar na faixa de temperaturas médias, a qual corresponde a cerca de 50% da demanda industrial.

O uso dessa tecnologia apresenta as seguintes vantagens: elevada eficiência de coleta de calor; permite utilizar diversos fluidos para transferência de calor; construído com tecnologia nacional; baixo custo de aquisição; aplicável em qualquer dimensão. Pode ser utilizada por diversos setores industriais que se utilizam de energia térmica.

O coletor concentrador solar, Figura 2.1, tem 2 componentes relevantes: a calha parabólica, o concentrador solar. O concentrador solar deve possuir uma superfície seletiva para melhor captação da energia térmica do sol. As superfícies seletivas são as vias absorvedoras de calor dos coletores solares. As superfícies dos materiais, cujo comportamento é seletivo, têm um objetivo específico de melhorar a eficiência do coletor solar elevando a absorvância para a radiação solar e reduzindo as perdas que ocorreriam por radiações emitidas pelo próprio coletor. Esta superfície simula o corpo negro, o qual absorve toda radiação que nele incide, e nenhuma parte da radiação incidente é refletida ou transmitida. Hoje em dia o Tubo Concentrador Solar da Suna Engenharia tem um alcance de 60°C sob substrato de aço Inoxidável 304, este trabalho irá realizar um tratamento de superfícies em amostras a simular o tubo concentrador solar, para que seu alcance térmico seja em torno da demanda térmica utilizada em grande parte das indústrias, 60°C - 150°C.

A obtenção da superfície seletiva se destaca em 3 etapas: método de deposição, substrato e depósito seletivo, os quais foram selecionados: a galvanização; os Aços 304, 316 e 1020; o depósito das ligas binária - ZnNi e ZnFe, respectivamente.

4.1.1 Tratamento de superfície - Galvanoplastia

O método de revestimento da superfície selecionado no trabalho em questão foi a galvanoplastia, o qual se aplica características de otimização a superfícies, fornecendo ao material revestido maior durabilidade, resistência a corrosão, fins estéticos, características seletivas. No processo eletroquímico de galvanoplastia é necessário formar uma célula eletroquímica, composta por catodo (substrato a ser depositado), anodo (metal a se depositar, a se corroer) e eletrólito (meio por onde ocorre a passagem de elétrons dos metais, que contém sais do metal dissolvidos que se depositam no substrato). Na Figura 4.2 está o sistema de eletrodeposição galvânica.

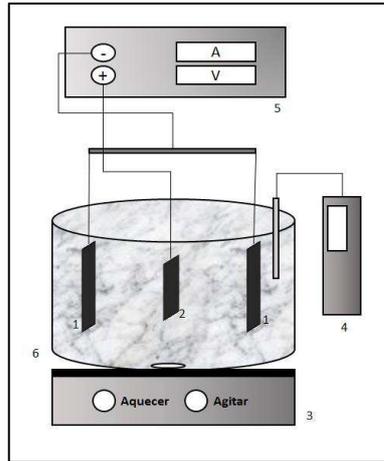


Figura 4.2: Ilustração de um Sistema de eletrodeposição galvânica: 1- Anodos; 2-Substrato (catodo); 3- Agitador magnético com aquecimento; 4-pHmetro; 5- Retificador; 6-Tanque/PP

A deposição é feita através da aplicação da diferença de potencial entre o substrato, que deve ser o pólo negativo, e um condutor adequado, anodo, que deve ser o pólo positivo. A diferença de potencial acarreta numa reação redox (redução e oxidação) dos metais presentes na célula eletroquímica, permitindo a medição da espessura da camada, de acordo com a norma ASTM B504-90^[7] pelo Método Coulométrico, baseado na Lei de Faraday, que correlaciona a corrente (I), o tempo (t), e o peso molecular do elemento químico (PM) com a constante de Faraday (F) e o número estequiométrico de elétrons ($v.e$), obtendo o valor da massa eletrodepositada em unidade no SI 'g', Equação 1. Na sequência a obtenção do valor de massa em espessura se acrescenta no cálculo a área do substrato (A) e a densidade do metal (d), com unidade de espessura no SI ' μm ', Equação 2:

$$m = \frac{I.t.PM}{v.e.F} \quad (1)$$

$$E = \frac{m.100}{A.d} \quad (2)$$

De acordo com a Norma ASTM B633^[8] algumas espessuras são indicadas de acordo com aplicações específicas e com o grau de exposição. No Quadro 4.2 padrões usuais sugeridos para revestimentos do metal Zinco sobre substrato de ferro e aço.

Quadro 4.2: Padrões do revestimento do Zinco

Grau de exposição	Espessura (μm)	Aplicações típicas
Leve-Exposição do artigo em ambientes internos com raras condensações e submetidos a um mínimo de abrasão e uso	5	Parafusos, porcas, fechaduras, fixadores, fios e arames
Moderada-Exposição do artigo em ambientes internos secos, mas sujeitos a condensação uso e abrasão ocasionais	7,5	Ferramentas, zíperes, peças de máquinas, prateleiras, etc.
Severa-Quando exposto a condensação, transpiração, detergentes e chuvas ocasionais	12,5	Artigos tubulares, telas acessórios de janelas, ferragens, peças de máquinas de lavar e bicicletas.
Muito severa-Exposição a condições atmosféricas severas e sujeitas a frequente umidade, detergentes, soluções salinas e ainda danificadas por riscos ou uso abrasivo	25	Postes elétricos, estruturas metálicas e tubulações

Fonte: ASTM-B633^[8]

Na descrição do processo de galvanização pode-se destacar três etapas, o pré-tratamento, o tratamento e o pós-tratamento, a seguir a descrição de cada etapa:

- No pré-tratamento ocorre a preparação do substrato, a limpeza com retirada de óxidos e sujidades, e a ativação da superfície (quando necessária), composto por:
 - Ativador para aço inox: Peças de aço inoxidáveis necessitam de pré tratamentos especiais, na obtenção de superfície ativas, com maior aderência na eletrodeposição de metais.
 - Desengraxante Químico: utilizado como eficiente na remoção de sujidades difíceis de remoção, pode ser usado para limpeza de aço, cobre e latão. Baixa tensão superficial, permite uma fácil lavagem, e remoção das sujeiras. É bastante econômico, fácil de manusear, comporta muita sujeira, com mínimo de reforços diários.

- Desengraxante eletrolítico: nessa etapa é aplicada densidade de corrente elétrica, gerando um meio decapante, de limpeza profunda aos substratos.

- O Tratamento de superfície, galvanoplastia, é o revestimento da camada do metal sobre o substrato por eletrodeposição. Se selecionou dois banhos galvânicos a ser depositado e em sequência definidos pelos seus boletins técnicos:

- Banho galvânico de liga binária ZnFe (Anexo 1): Processo de eletrodeposição de zinco-ferro de alto desempenho com poder de cobertura e dispersão de camada uniformes, dúcteis.

- Banho galvânico de liga binária ZnNi (Anexo 2): Produz depósitos com ligas de zinco-níquel uniformes, tolera altas temperaturas, alto limite de queima, e atinge distribuição metálica uniforme.

Um dos componentes dos banhos galvânicos são os anodos, o anodo a ser utilizado para a deposição da liga binária de ZnNi é o anodo de Níquel com pureza de 99%, que tem como função fornecer ao banho íons de níquel estabilização da concentração, redução do consumo de energia elétrica devido à baixa resistência a dissolução, e a redução do consumo de sais do banho; o anodo a ser utilizado na deposição da liga binária de ZnFe é uma placa de aço de baixo carbono, que tem em sua função fechar o sistema eletrolítico, sem a necessidade de ser repostado por deposição no banho de ferro.

Em sequência tem-se o enegrecimento da amostra através do processo de conversão da camada, neste trabalho com nomenclatura de passivador para o banho da liga de ZnNi e da liga de ZnFe:

- Passivador preto trivalente para ZnFe (Anexo 3): Passivação preta livre de Cr (VI), a base de Cr (III); produz camadas de conversão pretas e uniformes sobre zinco com eletrólitos alcalinos, com excelente proteção contra corrosão e resistência a atrito.

- Passivador preto trivalente para ZnNi (Anexo 4): Passivação preta livre de Cr (VI), a base de Cr (III); produz superfícies pretas uniformes, com boa aderência e resistência a risco; para camadas eletro depositadas de zinco-níquel.

- No pós-tratamento com a função de uniformizar o aspecto final, e aumentar a proteção a corrosão, a selagem e a secagem.

- Selante com propriedades deslizantes (Anexo 5): Forma um filme uniforme, incolor e brilhante, após secagem; melhora a proteção contra corrosão e resistência ao aquecimento, proporciona uma aparência uniforme e cobre a iridescência de camadas de passivação.

Na Figura 4.3, está o modelo da deposição por galvanização no substrato, ilustrando as camadas especificadas do substrato, das ligas de zinco, da passivação preta e do selante.

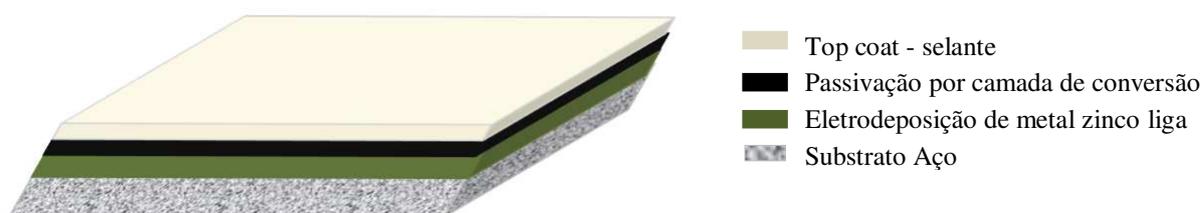


Figura 4.3: Camadas obtidas pelo processo de galvanização

4.1.2 Material a ser revestido - Substrato

O substrato é o material a que se depositará em sua superfície os banhos galvânicos das ligas binárias de ZnNi e de ZnFe, foi selecionado de acordo com propriedades relevantes ao concentrador solar, a analisar a resistência a corrosão.

Selecionou-se três tipos de substrato: aço carbono 1020, aço inoxidável 304 e aço inoxidável 316.

O aço 1020 largamente utilizado na indústria por seu baixo custo e funcionalidade variável, utilizado em componentes mecânicos de uso como engrenagens, eixos, virabrequins, eixos-comando, pinos guia, anéis de engrenagem, colunas, catracas, capas.

Os aços inoxidáveis 304 e 316 fazem parte da mesma classe de aço, os austeníticos que se destacam pelas boas propriedades mecânicas, boa soldabilidade, trabalhabilidade a frio e resistência à corrosão. A aplicação do aço inox 304 se dá em utensílios domésticos, fins estruturais, equipamentos para indústria química e naval, indústria farmacêutica, indústria têxtil, indústria de papel e celulose, refinaria de petróleo, permutadores de calor, válvulas e peças de tubulações, indústria frigorífica, instalações criogênicas, depósitos de cerveja, tanques de fermentação de cerveja, equipamentos para refino de produtos de milho, equipamentos para laticínios, cúpula para casa de reator de usina nuclear; tubos de vapor; condutores de águas pluviais, calhas. A aplicação do aço inox 316 se dá em peças que exigem alta resistência à corrosão: equipamentos de indústrias químicas, farmacêuticas, têxteis, de petróleo, de papel e celulose, de borracha, peças e componentes diversos usados na construção naval, equipamentos criogênicos, cubas de fermentação, instrumentos cirúrgicos.^[7]

Uma das propriedades relevantes à avaliação dos aços é a propriedade de condutividade térmica que os classifica como condutor de transferência de calor. Na determinação do fluxo de calor (q) se utiliza a Lei de Fourier, que determina empiricamente que a diferença de temperatura provoca a transferência de calor por condução na direção do

fluxo ($-\frac{dT}{dx}$), em função da área da seção (A) e da condutividade do material (k). A Equação 3 determina o fluxo de calor do material.^[9]

$$q = -k \cdot A \cdot \frac{dT}{dx} \quad (3)$$

O sinal negativo é decorrente da variação da temperatura que ocorre a transferência de calor da maior temperatura para a menor temperatura; para o fluxo ser positivo, se multiplica por '-1'.

Na Figura 4.4 se relaciona a dependência entre a condutividade térmica (k) de alguns sólidos e a temperatura. Onde se considerou o ferro para o valor de k do aço carbono 1020, e o aço inox para o valor do k do aço 304 e 316, para os cálculos de fluxo de calor.

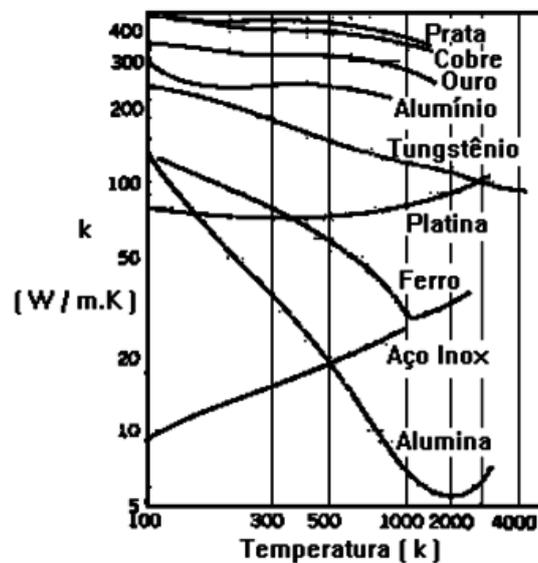


Figura 4.4: Dados de condutividade térmica^[9]

4.1.3 Características dos metais a serem depositados

O potencial Eletroquímico (E°) determina a capacidade que o metal tem de se oxidar e se reduzir. Acarretando assim em corrosão ou proteção. A proteção catódica é dada por metal de sacrifício, os mais usuais são o Zn, Al e Mg, o metal é o anodo de sacrifício com maior tendência a perder elétrons, vindo a proteger o metal da estrutura, catodo; A proteção anódica tem em sua propriedade o revestimento de um metal por outro com maior potencial, a se considerar o catodo, gerando uma camada de passivação que irá proteger o anodo que é a estrutura a ser revestida.

No Quadro 4.3 o conjunto de valores dos potenciais de eletrodo padrão (E°) das diferentes reações eletroquímicas constituindo a série eletroquímica. Esses valores foram

determinados por medidas experimentais diretas ou indiretas, ou mesmo a partir de valores da energia livre química.^[10]

Quadro 4.3: Potencial Padrão de Redução^[10]

E° ox (V)	REAÇÃO OXIDAÇÃO	E° red (V)
+3,045	$\text{Li}^+ + e^- \leftrightarrow \text{Li}$	-3,045
+2,925	$\text{Rb}^+ + e^- \leftrightarrow \text{Rb}$	-2,925
+2,924	$\text{K}^+ + e^- \leftrightarrow \text{K}$	-2,924
+2,923	$\text{Cs}^+ + e^- \leftrightarrow \text{Cs}$	-2,923
+2,900	$\text{Ba}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Ba}$	-2,900
+2,890	$\text{Sr}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Sr}$	-2,890
+2,760	$\text{Ca}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Ca}$	-2,760
+2,109	$\text{Na}^+ + e^- \leftrightarrow \text{Na}$	-2,109
+2,375	$\text{Mg}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Mg}$	-2,375
+1,850	$\text{Be}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Be}$	-1,850
+1,660	$\text{Al}^{+3} + 3e^- \leftrightarrow \text{Al}$	-1,660
+1,180	$\text{Mn}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Mn}$	-1,180
+0,763	$\text{Zn}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Zn}$	-0,763
+0,740	$\text{Cr}^{+3} + 3e^- \leftrightarrow \text{Cr}$	-0,740
+0,508	$\text{S} + 2e^- \leftrightarrow \text{S}^{2-}$	-0,508
+0,410	$\text{Cr}^{+3} + e^- \leftrightarrow \text{Cr}^{+2}$	-0,410
+0,409	$\text{Fe}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Fe}$	-0,409
+0,402	$\text{Cd}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Cd}$	-0,402
+0,280	$\text{Co}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Co}$	-0,280
+0,136	$\text{Sn}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Sn}$	-0,136
+0,126	$\text{Pb}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Pb}$	-0,126
+0,036	$\text{Fe}^{+3} + 3e^- \leftrightarrow \text{Fe}$	0,036
0,000	$2\text{H}^+ + 2e^- \leftrightarrow \text{H}_2$	0,000
-0,150	$\text{Sn}^{+4} + 2e^- \leftrightarrow \text{Sn}^{+2}$	+0,150
-0,158	$\text{Cu}^{+2} + e^- \leftrightarrow \text{Cu}^+$	+0,158
-0,340	$\text{Cu}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Cu}$	+0,340
-0,522	$\text{Cu}^+ + e^- \leftrightarrow \text{Cu}$	+0,522
-0,535	$\text{I}_2 + 2e^- \leftrightarrow 2\text{I}^-$	+0,535
-0,770	$\text{Fe}^{+3} + e^- \leftrightarrow \text{Fe}^{+2}$	+0,770
-0,798	$\text{Hg}_2^{+2} + 2e^- \leftrightarrow 2\text{Hg}$	+0,798
-0,800	$\text{Ag}^+ + e^- \leftrightarrow \text{Ag}$	+0,800
-0,830	$\text{Pd}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Pd}$	+0,830
-0,851	$\text{Hg}^{+2} + 2e^- \leftrightarrow \text{Hg}$	+0,851
-1,065	$\text{Br}_2 + 2e^- \leftrightarrow 2\text{Br}^-$	+1,065
-1,358	$\text{Cl}_2 + 2e^- \leftrightarrow 2\text{Cl}^-$	+1,358
-1,510	$\text{Mn}^{+3} + e^- \leftrightarrow \text{Mn}^{+2}$	+1,510
-1,679	$\text{Au}^+ + e^- \leftrightarrow \text{Au}$	+1,679
-1,820	$\text{Co}^{+3} + e^- \leftrightarrow \text{Co}^{+2}$	+1,820
-2,850	$\text{F}_2 + 2e^- \leftrightarrow 2\text{F}^-$	+2,850

Segundo Motta^[11] o zinco tem como propriedades funcionais: revestimentos anti-corrosão para ferro e aço, componentes de precisão (fundição sob pressão), material de construção, latão, produtos farmacêuticos e cosméticos, micronutrientes para o homem, os animais e as plantas.

As ligas binárias de ZnNi e de ZnFe oferecem possibilidade de redução de custos de fabricação, permitindo deposição com menores espessuras de camada, e operações de dobra, que com o zinco convencional não é possível.^[11]

A seguir a descrição das ligas binárias ZnNi e ZnFe^[13]:

- Liga ZnNi

A liga metálica ZnNi é utilizada no processo galvânico produzindo depósitos que podem variar de acetinado a brilhante, em suas características apresentam qualidade em sua cobertura, penetração e distribuição de liga. Oferecem resistência à corrosão, e tem a habilidade de suportar altas temperaturas.

Os depósitos provenientes da galvanização da liga metálica ZnNi podem ser facilmente passivados/cromatizados nas tonalidades prata, azul, amarela e negra, conforme a norma a ser atendida. A galvanização desta liga é um processo de fácil controle de aditivos e que possibilita gerar depósitos com 12 a 15% de Níquel.

- **Liga ZnFe**

A liga metálica ZnFe tem em seu depósito uma porcentagem de ferro, o que possibilita alcançar a faixa da concentração de 0,3 a 0,8% de ferro no depósito gerado.

A galvanização com liga ZnFe tem como principal aplicação peças que necessitem do acabamento preto. Tem boa aceitação de outros passivadores e tem influência também na resistência a corrosão, comparada ao zinco puro.

Para que haja um aumento significativo na resistência a corrosão do depósito produzido na galvanização ZnFe é necessário que se mantenha a concentração ideal dos metais formadores da liga, o zinco e o ferro.

O Quadro 4.4 destaca algumas características dos metais presentes nas ligas estudadas, Zn, Fe e Ni.

Quadro 4.4: Características principais dos metais formadores das ligas binárias ZnNi e ZnFe

Metais	Zinco	Ferro	Níquel
Características			
Massa atômica	65,37	55,84	58,69
Valência	2	2	2
Peso específico (g/cm ³)	7,13	7,87	8,91
Eq. Eletroquímico (g/Ah)	1,22	1,02	1,09
Ponto de fusão (°C)	419	1538	1455

4.2 Técnicas utilizadas na avaliação do projeto.

4.2.1 Absorbância da radiação óptica espectral.

A caracterização por espectroscopia de emissão óptica foi realizada por um espectrofotômetro, equipamento que fornece dados de espectroscopia ópticas na região do infravermelho no comprimento de onda da luz. Esta técnica analítica possibilita obter espectros de amostras em estado sólido, líquido e gasoso. A região mais amplamente usada para análises qualitativa e quantitativa se encontra na faixa de número de onda (frequência) entre 400 a 4000 cm^{-1} , conhecida como infravermelho médio.^[14]

Em geral, a radiação ao incidir na amostra pode ser absorvida, transmitida, refletiva ou refratada, Figura 4.5; a interação da radiação eletromagnética com a matéria tem o intuito de obter informações físicas e químicas de determinado material.

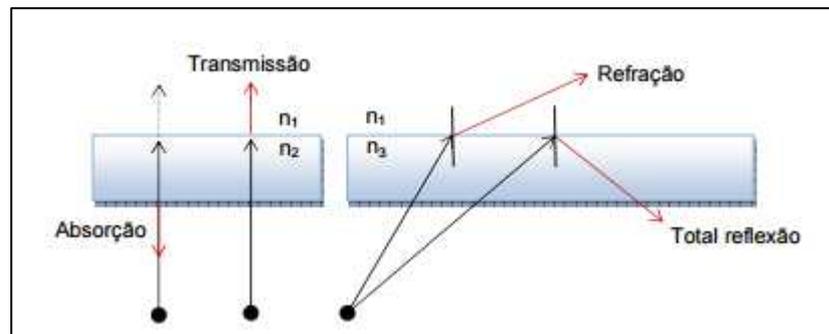


Figura 4.5: Interação entre o feixe de radiação.^[15]

Figueira^[16] destaca que o espectro de absorção óptica de uma amostra é o registro obtido da intensidade da luz absorvida em função do comprimento de onda. Em geral, em vez da intensidade da luz absorvida, o que se registra no espectro é o logaritmo da relação entre a intensidade da luz incidente I_0 e a intensidade da luz transmitida I , denominada a Lei de Lambert Beer. Tal grandeza é chamada de absorbância (Abs.) ou densidade óptica e é dada pela Equação 4:

$$A_{bs} = \log\left(\frac{I_0}{I}\right) \quad (4)$$

Termodinamicamente a idealidade de superfície seletiva é o corpo negro, objeto hipotético que absorve toda a radiação incidente sobre ele, e nenhuma parte da radiação incidente é refletida ou transmitida. A energia absorvida pelo corpo sob a forma de calor, a partir da radiação solar, é a energia foto térmica. A conversão foto térmica da energia solar se fundamenta em mecanismos que variam segundo o material absorvente envolvendo difusão

de átomos, absorção de fótons e aceleração de elétrons. A energia cinética das partículas da superfície aumenta por condução, através de todo o corpo, acarretando em um incremento na temperatura do material.^[2]

A técnica de caracterização do material irá avaliar os efeitos da radiação óptica, onde fornecerá os índices de absorbância necessários a avaliação do fenômeno de transferência de calor, será analisado através do espectrofotômetro FTIR, correlacionando faixas eletromagnéticas espectral em função com a absorbância emitida da estrutura do material analisado. A superfície eletrodepositada com as ligas binárias de ZnNi e de ZnFe neste trabalho busca alcançar as características seletivas do corpo negro, visto que em seus processos possuem formação de camadas de passivação que oferece ao depósito aparência enegrecida na amostra.

4.2.2 Processamento de Imagens

Para a otimização do processo de produção de um material, é necessário entender sua morfologia a nível microscópico pela análise de caracterização estrutural, que reside avaliações das propriedades físicas de um material: mecânicas, elétricas, bioatividade, imunogenicidade, eletrônicas, magnéticas, ópticas, químicas e térmicas. Esta caracterização de propriedades visa principalmente estimar o desempenho no período de vida útil do material, minimizando a possibilidade de degradação e falhas indesejáveis durante a utilização do produto.^[17]

No âmbito de processamento de imagens as técnicas realizadas foram as seguintes: Microscopia Óptica, Quantificação de fração de poros (IMAGO[®]), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Sistema de Energia Dispersiva (EDS).

4.2.2.1 Análise Microscopia Óptica

Imagens ampliadas reais ou virtuais de objetos é alcançada através da análise de microscopia óptica, que realiza uma varredura nas superfícies das amostras diante de lentes esféricas de microscópio de luz refletida, e com isso observa características morfológicas de rugosidade, uniformidade, defeitos por polimento, distribuição dos poros, presença de fissuras e de erosão, vazios, contorno de grãos, dentre outras.

Etapas do processamento de imagens: aquisição de imagens, que é a captação de informações ópticas e transformação em um sinal elétrico; pré-processamento, que converte as informações ópticas em imagens digitais; segmentação, que é a imagem tratada que irá ser

comparada com formas e padrões, previamente estipulados, para a quantificação das características desejadas.

Segundo Mansur^[17] a resolução de uma imagem em um microscópio se define como a capacidade de perceber os detalhes do objeto observado, com ou sem ampliação. Todo sistema óptico tem um limite finito de resolução, a partir do qual, uma ampliação além deste limite perderá a capacidade de definir os detalhes do objeto. A Lei de Abbe determina leis físicas na obtenção de valores de resolução (D) correlacionando o comprimento de onda da radiação (λ), o índice de refração (n) e o ângulo da radiação incidente (α), Equação 5.

$$D = \frac{1,22.\lambda}{2.n.\text{sen}(\alpha)} \quad (5)$$

4.2.2.2 Caracterização de fração de poros -IMAGO®

A análise de imagem automatizada consiste em tratar uma imagem digital evidenciando as regiões de interesse de maneira que o programa análise estatisticamente os dados. O tratamento de imagem se dá por operações de matrizes que alteram o valor de seus pixels. Pixels são elementos da imagem e possuem posição e valor de brilho definidos, formando uma matriz correspondente à imagem, que determinação a distribuição de tamanho de grão, fração de fase, que quantifica a área obtida pelos depósitos galvanizados e suas inclusões, podendo assim determinar o controle de qualidade da superfície adquirida.^[18]

O software permite, além de variadas técnicas de processamento de imagens, uma análise estatística das imagens, a mensuração de propriedades referentes a materiais porosos, análise morfológica dos poros. Para este trabalho as informações ópticas foram convertidas em imagens digitais, onde por comparações de formas e padrões, previamente estipulados, foi possível gerar a quantificação das frações porosas do metal eletrodepositado com as ligas binárias ZnNi e ZnFe.

Em destaque o material deste trabalho, o metal (substratos de aço e banhos galvânicos de ligas metálicas), que tem em sua microestrutura morfologia bifásica com poros e partículas.^[19]

4.2.2.3 Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV

O Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV é um dos principais instrumentos para a caracterização dos materiais metálicos e semicondutores, destacando-se a observação da morfologia, constituição e distribuição das fases presentes; inclusões e trincas; discordâncias e

máculas; espessura e profundidade de camadas superficiais.^[20] Esta técnica fornece informação em detalhe com ampliação de até 300.000 vezes. A imagem eletrônica de varredura é formada pela incidência de um feixe de elétrons no material a ser analisado, sob condições de vácuo.^[21]

Os metais e semicondutores são materiais adequados para a observação por microscopia eletrônica de varredura, pois são resistentes ao feixe eletrônico mesmo para tensões de aceleração de acima de 50 kV, as amostras não necessitam preparação específica, como no caso dos polímeros e materiais orgânicos. As amostras preparadas para microscopia óptica podem ser utilizadas diretamente no MEV desde que não contenham resinas (exceto as apropriadas para microscopia eletrônica) e que tenham dimensões compatíveis com o suporte metálico do MEV.^[20]

4.2.2.4 Sistema de Energia Dispersiva – EDS

A análise por Sistema de Energia Dispersiva - EDS é uma ferramenta muito importante do MEV para a caracterização de materiais metálicos e semicondutores, pois permite ao pesquisador identificar a composição de sua amostra, mesmo que qualitativamente, em pontos específicos da imagem.^[22]

4.2.3 Análise de Resistência a Corrosão

Vicente Gentil^[23] define corrosão como a deterioração de um material, geralmente metálico, por ação química ou eletroquímica do meio ambiente associada ou não a esforços mecânicos. Os princípios que regem a corrosão é o material metálico utilizado (composição química, tratamentos térmicos e mecânicos, forma, solda, etc.), o meio corrosivo (composição química, pH, temperatura, impurezas, etc.) e as condições operacionais do processo (movimentos entre material e meio, meios de proteção contra corrosão, operação contínua ou intermitente, etc.).

O ciclo de vida de um metal passa pela formação de materiais a partir da matéria prima metal e deterioração destes materiais, onde a formação se dá no processo siderúrgico (deposição catódica), e a deterioração ocorre no processo de formação de um composto mais estável termodinamicamente, onde espontaneamente o metal tende a voltar ao seu estado de origem se oxidando (dissolução anódica), a seguir na Figura 4.6.



Figura 4.6: Ciclo de vida de um metal: Processo metalúrgico (deposição catódica) Processo corrosivo (dissolução anódica). Adaptado^[24]

Na avaliação da corrosão metálica foram aplicadas técnicas eletroquímicas: EVT, Rp e Corrosimetria

4.2.3.1 Técnica EVT

A técnica do EVT é conhecida como a medida de potencial eletroquímico em circuito aberto de um metal em função do tempo; este método analítico se baseia na medida da força eletromotriz (FEM) de uma célula galvânica constituída por dois eletrodos, um eletrodo de trabalho e o outro de referência.^[10]

4.2.3.2 Técnica Rp

O Rp (Resistência a polarização) aplicado sobre as placas de metal analisa a resistência elétrica devida à reação eletroquímica, destaca as diferenças das propriedades e as de melhores resultados na taxa de corrosão; A equação de Stern Geary^[25], Equação 6, demonstra-se a partir da aplicação de uma diferença de potencial (ΔE) monitorado ou fixado em um valor constante, em dependência de um fluxo de corrente (ΔI), esse fluxo de corrente é fornecido por um potenciostato, acarretando na polarização do material.

$$\frac{d\Delta i}{d\Delta E} = i_{cor} \left[\frac{2,303}{b_a} \exp\left(\frac{2,303\Delta E}{b_a}\right) - \frac{2,303}{b_c} \exp\left(\frac{2,303\Delta E}{b_c}\right) \right] \quad (6)$$

Considera-se o potencial de corrosão $\Delta E=0$, a derivada irá ter a seguinte forma:

$$\left(\frac{d\Delta i}{d\Delta E} \right)_{\Delta E=0} = 2,303i_{cor} \left(\frac{1}{b_a} + \frac{1}{|b_c|} \right) \quad (7)$$

Encontrando assim a Equação (8) para a corrente:

$$i_{corr} = \frac{b_a |b_c|}{2,303(b_a + |b_c|)} \frac{1}{Rp} \quad (8)$$

Um pequeno potencial ($\Delta E = E - E_{corr}$) é aplicado na amostra metálica, a corrente então é fornecida, vindo a obter a Equação 9:

$$Rp = \left(\frac{\partial \Delta E}{\partial i} \right)_{i=0, \frac{\partial E}{\partial T} \rightarrow 0} \quad (9)$$

Os coeficientes de Stern-Geary estão relacionados com os coeficientes de Tafel anódico (b_a) e catódico (b_c), os quais são obtidos com o auxílio do *EC-Lab Software*, onde é realizado uma extrapolação das retas tangentes às curvas de Tafel obtendo-se os coeficientes angulares de cada reta (b_a e b_c) mostrado na Figura 4.7, e utilizados como parâmetros da Equação 10. Em seguida a corrente de corrosão, Equação 11, a saber o peso equivalente da liga em estudo, Equação 12, na sequência o valor da taxa de corrosão que a amostra irá reduzir em mm/ano, Equação 13.

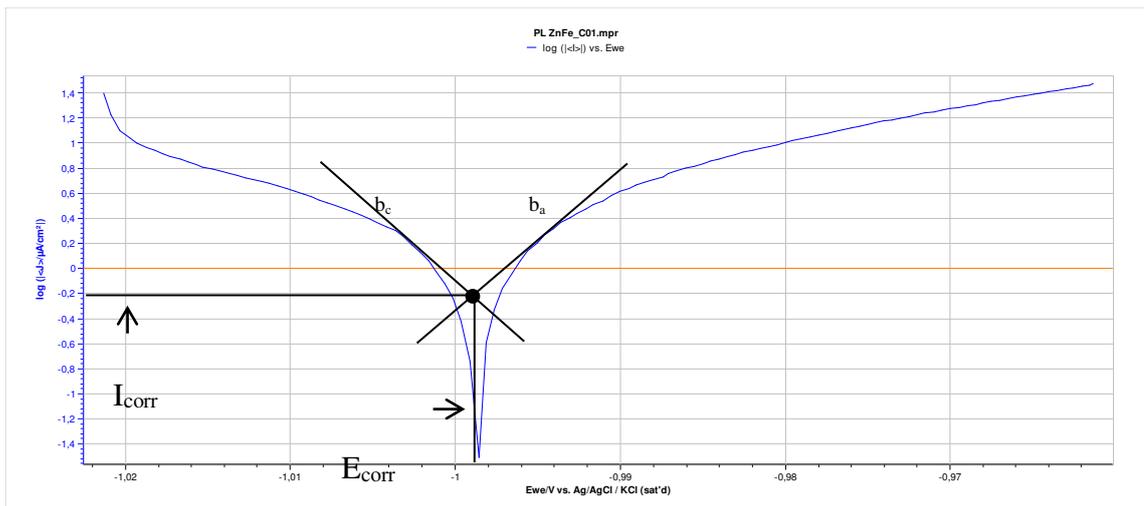


Figura 4.7: Polarograma das Curvas de Tafel de uma amostra com depósito ZnFe no A.304.

$$B = \frac{b_a b_c}{2,303(b_a + b_c)} \quad (10)$$

$$i_{corr} = \frac{10^6 B}{Rp} \quad (11)$$

$$EW = \sum \left(\frac{n_i \cdot F_i}{W_i} \right)$$

<p>Onde, W_i = peso atômico do metal n_i = Valência do metal F_i = fração mássica do metal</p>
--

(12)

$$CR = 3,27 \cdot 10^{-3} \frac{i_{cor} EW}{\rho}$$

<p>Onde, CR = Taxa de corrosão (%) i_{corr} = Corrente (A) EW = Peso Equivalente da liga ρ = densidade</p>

(13)

4.2.3.3 Técnica Corrosimetria

A técnica da Corrosimetria acompanha a resistência a polarização, o potencial de corrosão e a corrente de corrosão em função com o tempo. Trata-se de uma técnica em que se aplica sucessivas varreduras (com ajuste linear automático) em torno do potencial de corrosão (± 30 mV) para determinar a R_p , mostrando a evolução do comportamento de passivação e despassivação do material estudado, em função do tempo.

5. MATERIAIS E MÉTODOS

O desenvolvimento do projeto em estudo contou com a parceria da empresa Suna Engenharia, propulsora da necessidade do estudo do desenvolvimento de uma superfície seletiva e resistente a corrosão e fornecedora dos substratos, da empresa SurTec do Brasil que desenvolve insumos para banhos galvânicos e disponibilizou insumos de ligas ZnNi e ZnFe, e do Laboratório de Engenharia Eletroquímica - LEEq vinculado ao programa de Pós Graduação da UFCG, que dispõe dos aparatos necessários a pesquisa, concepção e análises. A seguir na Tabela 5.1 referencia as colaborações dos respectivos parceiros desta pesquisa.

Tabela 5.1: Parcerias e colaborações

Parcerias do Projeto, e suas respectivas colaborações.
Suna Engenharia
Fornecimento dos Substratos a serem eletrodepositados.
SurTec
Fornecimento dos Insumos galvânicos.
LEEq
Aparatos à galvanização
Reagentes
Energia
Análises

5.1 Materiais

Os substratos selecionados foram os Aços inóx 304 e 316, e o aço carbono 1020, suas composições conforme a norma ABNT/AISI/SAE - J.405^[26] e a norma SAE J403:200^[27], respectivamente, a seguir na Tabela 5.2.

Tabela 5.2: Composição nominal dos substratos. ^[28]

AÇO	COMPOSIÇÃO (%)						
	C _{máx}	Mn _{máx}	Si _{máx}	P _{máx}	Cr	Ni	Outros
304	0,08	2	0,75	0,045	18-20	8-10,5	N - 0,10 máx
316	0,08	2	0,75	0,045	16-18	10-14	Mo - 2-3
1020	0,18-0,23	0,30-0,60	-	0,03	-	-	S - 0,050máx

Os insumos disponibilizados pela Surtec foram a sequência operacional dos banhos galvânicos ZnNi e ZnFe, a seguir na Tabela 5.3

Tabela 5.3: Insumos da Surtec

INSUMOS DO PROCESSO
Desengraxantes Químicos SurTec 185B
Desengraxante Eletrolítico SurTec 179-B
Ativador Inox (composto por NiCl diluído em HCl)
Processo de ZnFe SurTec 712-B
Processo de ZnNi SurTec 717 R(Rack)
Passivador para ZnFe SurTec 691
Passivador para ZnNi SurTec 696

O LEEq continha os aparatos necessários ao processo de eletrodeposição, e da análise de corrosão, a seguir na Tabela 5.4.

Tabela 5.4: Aparatos utilizados no LEEq

EQUIPAMENTOS	REAGENTES
Retificador	NaCl 0,2 Mol.L ⁻¹
Agitador	Ácido Clorídrico
Termostato	Ácido Fósforico
Tanques-PP (5)	Água destilada
Barras De Rolamento	Nitrogênio
Gancheiras	
Filtradores	
Exaustor	
Phmetro	
Anodos	
Potenciostato	
Célula eletroquímica a 3 eletrodos	
Computador	

5.2 Métodos analíticos

5.2.1 Eletrodeposição por Galvanoplastia

5.2.1.1 Preparação do substrato para deposição

Devido a estrutura da célula eletroquímica a ser utilizada posteriormente em experimentos, foi necessário realizar uma conexão a interligar o banho galvânico à fonte retificadora; esta conexão foi obtida com uma soldagem com liga metálica de estanho. O substrato adquirido foi uma placa de aço (5 cm por 5 cm).

Procedimento: Se aplicou o fluxo de ácido fosfórico na superfície dos substratos de aço inox 304 e 316 (não sendo necessário no substrato do aço 1020), devido a sua dureza superficial; após aquecimento das partes metálicas, substrato e fio de cobre, se fundiu o estanho entre as peças e obteve-se uma junção entre as partes metálicas; após soldagem, a área de solda foi isolada com Tinta Isolante Quimatic Tapmatic.

A Figura 5.1, referência a etapa de soldagem das amostras utilizadas em fios de cobre, sobre a aplicação de calor pelo equipamento Soprador Térmico de 220V, com utilização do fluxo ácido fosfórico PA.



Figura 5.1: Soldagem das amostras: (1) Fluxo de Ácido Fosfórico; (2) Morsa como suporte; (3) Soprador Térmico; (5) Conexão de fio de cobre; (4) Substratos

5.2.1.2 Etapas da galvanização

Para a deposição foi necessário seguir uma sequência de etapas que fornecesse qualidade na aderência e na característica de seletividade. O procedimento adotado neste trabalho foi o seguinte:

- 1- Preparação dos reagentes analiticamente, recebidos da SurTec: desengraxante químico e eletrolítico, processo de banhos galvânicos das ligas de ZnNi, e de ZnFe, passivador de ZnNi e de ZnFe, selante.
- 2- Preparação dos recipientes na sequência da deposição nas amostras, Figura 3.2; foi adquirido e utilizado como recipiente galvânico o Polipropileno (PP) N°5 que resiste à faixa de temperatura de -10 a 110°C, que é inerte e resiste a ataque de reagentes químicos.
- 3- Tudo começa com o desengraxe das amostras com o desengraxante químico. Para isso soluções alcalinas, são aquecidas pelo banho termostatizado da Thermo Haak modelo C10, numa faixa de temperatura de 40 - 60°C; este aquecimento promoveu a remoção de

substâncias orgânicas da superfície. Depois fez-se uma lavagem em água destilada antes de introduzir no próximo banho.

4- O desengraxe eletrolítico, foi realizado com uma solução alcalina, em temperatura ambiente. Se utiliza de corrente elétrica gerada no Retificador Power Supply Modelo EMG 18134 (30 V - 10 A), conferindo a decapagem onde se removeu da superfície óxidos que a recobriam. Fez-se lavagem em água destilada antes de introduzir no próximo banho.

5- Como as amostras de aço inoxidável 304 e 316 são de caráter protetivo, com alta dureza, é necessário atacar a superfície para ter melhor aderência na deposição, se utilizou um ativador de inox com aplicação de uma densidade de corrente elétrica de 2,5 A/dm².

6- Galvanização: se eletrodepositou as ligas de ZnNi e ZnFe sob o substrato, realizando o controle dos parâmetros: densidade de corrente, temperatura, pH (no pHmetro MICRONAL modelo B474), agitação (com um agitador magnético), tempo. E em seguida realizou-se lavagem em água destilada antes de passar para o próximo banho. A Figura 3.4 ilustra o sistema desta etapa.

7- Para se obter uma superfície escura com característica seletiva, o próximo passo consistiu na deposição química dos passivadores preto trivalentes para ZnNi e ZnFe, usadas em separado após galvanização de seus respectivos banhos. Esta deposição se deteve a uma imersão por tempo pré-determinado.

8- A selagem foi realizada na obtenção de aparência uniforme, aplicado sobre um mergulho numa faixa de tempo até 20 segundos.

9- Após todo o processo, a amostra foi seca em estufa (Estufa com Circulação e Renovação de Ar, modelo SL 102 - Solab) a 100°C.

A seguir na ilustração, Figura 5.2, a sequência da metodologia, onde primeiramente a amostra passa no desengraxe químico (1), em seguida no desengraxe eletrolítico (3), ativador para amostras de aço (5), Banho galvânico ZnNi ou ZnFe (8), Passivador Preto Trivalente (10), e por último no Selante (11), realizando um banho em água destilada intercalado em cada etapa (2, 4, 9). Na Figura 5.3 está o Fluxograma do processo de revestimento.

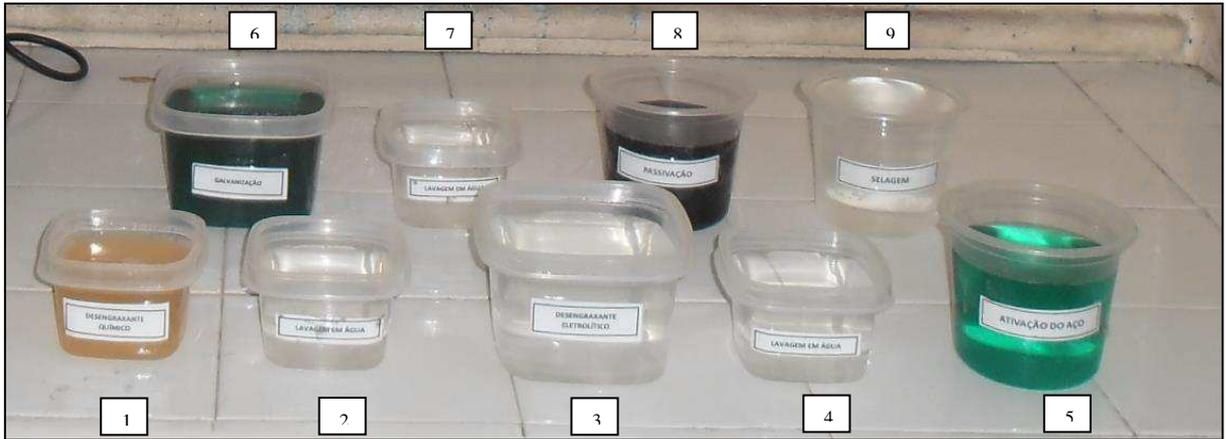


Figura 5.2: Sequência da Galvanização: 1-Desengraxante Químico, 2- Banho em água destilada, 3- Desengraxante Eletrolítico, 4- Banho em água destilada, 5-Ativação do Aço, 6- Banho Galvânico ZnNi/ZnFe, 7- Banho em água destilada, 8-Passivador, 9-Selante.

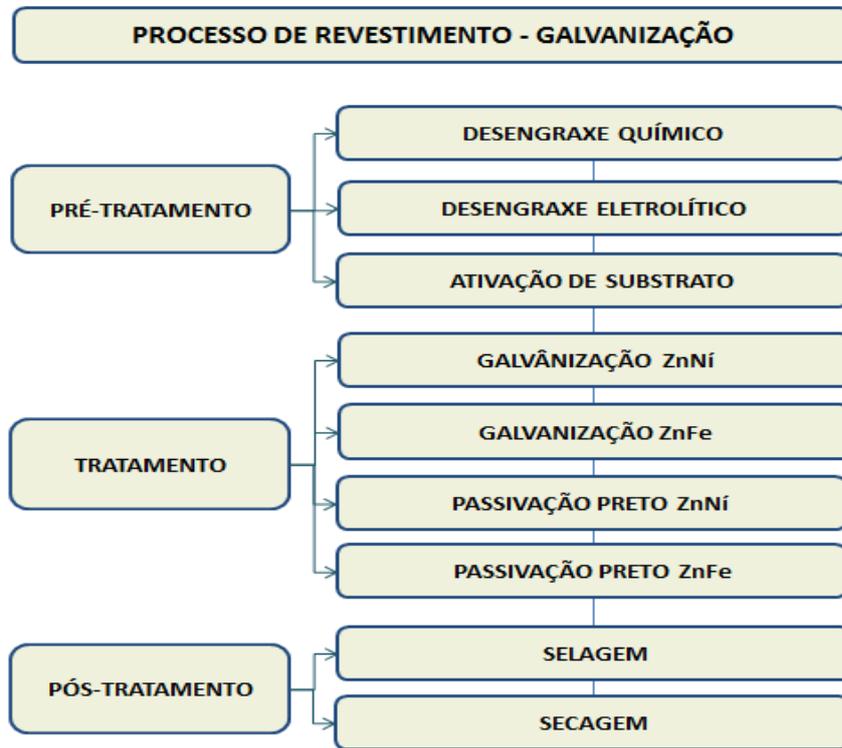


Figura 5.3: Fluxograma do Processo de Revestimento

Na Figura 5.4 o processo de eletrodeposição do banho galvânico.

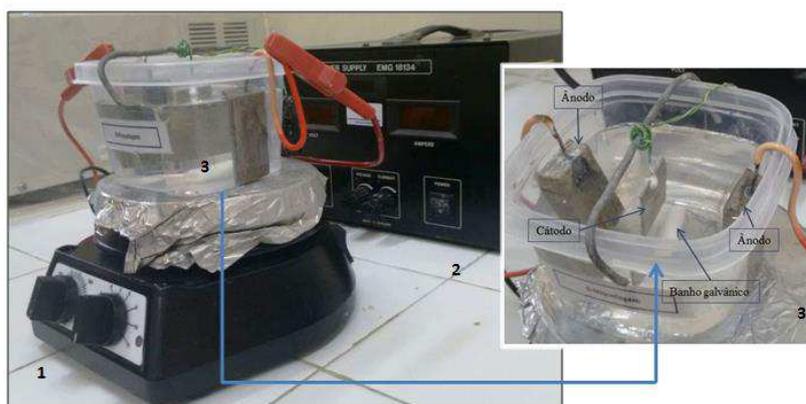


Figura 5.4: Aparatos para o processo de eletrodeposição do banho galvânico: 1- Agitador magnético com controle de temperatura, 2- Retificador (30 V, 10 A), 3- Célula eletroquímica (anodo, catodo, eletrólito).

A descrição das condições operacionais de cada etapa a ser seguida foi obtida nos boletins de processos de ZnNi e ZnFe da SurTec (Anexos 1-8), os quais tiveram como parâmetros relevantes a temperatura, a corrente elétrica, o pH, a agitação, e o tempo, fornecidos na Tabela 5.5.

Tabela 5.5: Condições Operacionais do Processo de Galvanoplastia

PROCESSO ELETROQUÍMICO DE TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE: GALVANOPLASTIA(ZnNi/ZnFe)						
PROCESSO - ZnNi	REAGENTE	CONCENTRAÇÃO	TEMPERATURA	TEMPO	pH	DENS. DE CORRENTE
Desengraxante Químico	SURTEC 185-B	50-90g/l	40-100°C		11,0-14,0	-
Desengraxante Eletrolítico	SURTEC 179-B	5-8% p/v	20-50°C	1-2min	11,5-13,5	4A/dm ²
Ativação do substrato	HCl-Cloreto de Níquel	100g/l - 100g/l	20°C	20seg	1,6-2,2	2,5A/dm ²
Galvanização ZnNi	SURTEC 717	soda(120g/l)	25-35°C	0,2um/min	14	2A/dm ²
Passivação ZnNi	SURTEC 696	10% v/v	22-35°C	70-120s(90s)	1,5-2,0	-
Selagem	SURTEC 556RT	25% v/v	15-35	20seg	8,1-9	-
Secagem	-	-	70-80°C	-	-	-
PROCESSO - ZnFe	REAGENTE	CONCENTRAÇÃO	TEMPERATURA	TEMPO	pH	DENS. DE CORRENTE
Desengraxante Químico	SURTEC 185-B	50-90g/l	40-100°C		11,0-14,0	-
Desengraxante Eletrolítico	SURTEC 179-B	5-8% p/v	20-50°C	1-2min	11,5-13,5	4A/dm ²
Ativação do substrato	HCl-Cloreto de Níquel	100g/l - 100g/l	20°C	20seg	1,6-2,2	2,5A/dm ²
Galvanização ZnFe	SURTEC 712-B	soda(120g/l)	18-30°C	0,25um/min	14	2A/dm ²
Passivação ZnFe	SURTEC 691	8% v/v	15-35°C	20-40s(30s)	2-2,5	-
Selagem	SURTEC 556RT	25% v/v	15-35°C	20s	8,1-9	-
Secagem	-	-	40-70°C	-	-	-

Fonte: Boletins técnicos -SurTec (Em anexo, 1-8)

5.2.2 Análises de Espectroscopia por FTIR

A análise de Espectroscopia Óptica de FTIR foi realizada pelo Laboratório de Síntese de Materiais Cerâmicos - LabSMaC da UFCG, através do equipamento Espectrofotômetro Perkin Elmer Spectrum 400 FTIR - FTNIR. Analisaram-se amostras eletrodepositadas pelas ligas binárias ZnNi e ZnFe, e obteve-se os resultados de absorbância da radiação emitida de acordo com o número de onda no Infravermelho das amostras eletrodepositadas. Realizou a análise em uma pastilha de carvão ativo, utilizado como referência similar a um corpo negro, devido a sua cor negra e conseqüentemente ter alta absorção da radiação.

5.2.3 Processamento de Imagens

5.2.3.1 Microscopia Óptica

Na aquisição de imagens se utilizou a análise de Microscopia Óptica através de um Microscópio óptico (MOLP) marca Leica modelo DM1750M do Laboratório de Engenharia eletroquímica - LEEq da UFCG, com aumento de 5 à 100 vezes, onde para este trabalho as imagens selecionadas tinham como ampliação de 10 vezes com o auxílio de lentes esféricas. A calibração do foco das imagens é obtida de acordo com os critérios requeridos pelo operador. A obtenção de imagens com maior nitidez facilitou a caracterização e tratamento das imagens.

5.2.3.2 Caracterização da fração de poros

Esta análise estatística do processamento de imagens é obtida através do software IMAGO[®], desenvolvido pela ESSS – Engineering Simulation and Scientific Software Ltda, liberado pelo professor Celso Peres Fernandes do Laboratório de Meios Porosos - LMPT da UFSC.

O software converteu as informações ópticas em imagens digitais, caracterizando imagens de estruturas diversas, neste caso processou a microestrutura de materiais metálicos que tem sua morfologia bifásica com poros e partículas.

Foram processadas com a conversão das imagens, obtidas por análise de Microscopia Óptica, para imagens em níveis de cinza, e posterior binarização que detecta os contornos de grãos (as partículas) e as regiões interiores dos grãos (os poros).

Cada imagem sofreu a mesma metodologia de processamento, realizando o procedimento automático em 2D.

5.2.3.3 MEV e EDS - Análise Microestrutural.

As análises de MEV e EDS foram tratadas pelo Laboratório de Microscopia - Lab.Micros do departamento de Engenharia Mecânica / UFCG. O equipamento utilizado para o MEV foi o Microscópio Eletrônico de Varredura - TESCAN Modelo VEGA3, o qual se acopla o Espectroscópio por Dispersão em Energia - Oxford Instruments Modelo X-ACT, e se obtém os resultados de EDS.

A técnica MEV se deteve na calibração do foco das imagens amplificadas em 1000x, 5000x e 10000x, vindo a captar aspectos morfológicos da microestrutura das amostras eletrodepositadas. A técnica EDS caracterizou e quantificou a composição da superfície das amostras das ligas binárias ZnNi e ZnFe.

5.2.4 Técnicas Eletroquímicas

5.2.4.1 Para o experimento de EVT

Para este estudo, a amostra foi introduzida numa célula eletroquímica constituída de uma placa petri recoberta com solução salina de NaCl 0,2 Mol.L⁻¹. Com um suporte se acoplou o eletrodo de referência (Ag/AgCl) como parâmetro, o qual ficou interligado no multímetro, o multímetro transcreveu os valores dos potenciais eletroquímicos de corrosão das amostras.

Na Figura 5.5, o sistema para o experimento EVT, composto por Multímetro de precisão Agilent, modelo U1253B, eletrodo de trabalho (amostras), eletrodo de referência (Ag/AgCl) e a solução eletrolítica de NaCl 0,2 Mol.L⁻¹, onde os eletrodos ficaram imersos.

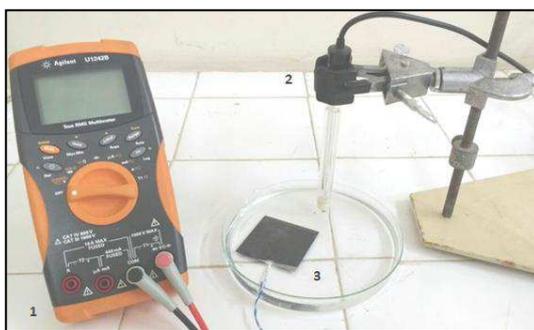


Figura 5.5: Sistema para o experimento EVT:1-Multímetro, 2 - Eletrodo de Referência, 3-Eletrodo de Trabalho

5.2.4.2. Para o experimento de Rp e Corrosimetria

Se introduziu a amostra (catodo) na célula eletroquímica. A amostra ficou mergulhada em solução salina NaCl 0,2 Mol.L⁻¹. Ocorrendo a nitrogação da amostra por 55 minutos, Norma da ASTM-G59^[29], onde o agitador magnético manteve a solução sempre homogênea.

Se utilizou nestes experimentos o software ÊCLAB V.10.37^[30] do Potenciostato Bio-Logic modelo SP-150.

A técnica de Rp aferiu velocidade de varredura 0,8mV/s, de acordo com a norma ASTM-59. O início da varredura ocorreu após a nitrogação quando se aplicou um potencial de ± 30 mV. A polarização do material é realizada através de uma fonte de corrente proveniente de um potenciostato. A corrente é fornecida ao eletrodo de trabalho e o potencial é monitorado ou fixado em um valor constante.

A técnica de Corrosimetria fez um intervalo de varredura onde se aplicou o potencial de circuito aberto ($E_{we} \pm 30$ mV), com 12 curvas de polarização linear com intervalo de 15 minutos entre cada varredura. Cada curva de corrosimetria calculou um valor de Rp (Ohm) em função do tempo (min).

Na Figura 5.6 está o sistema (a) montado para as análises eletroquímica de Rp e Corrosimetria; a destacar a célula eletroquímica à três eletrodos (b).

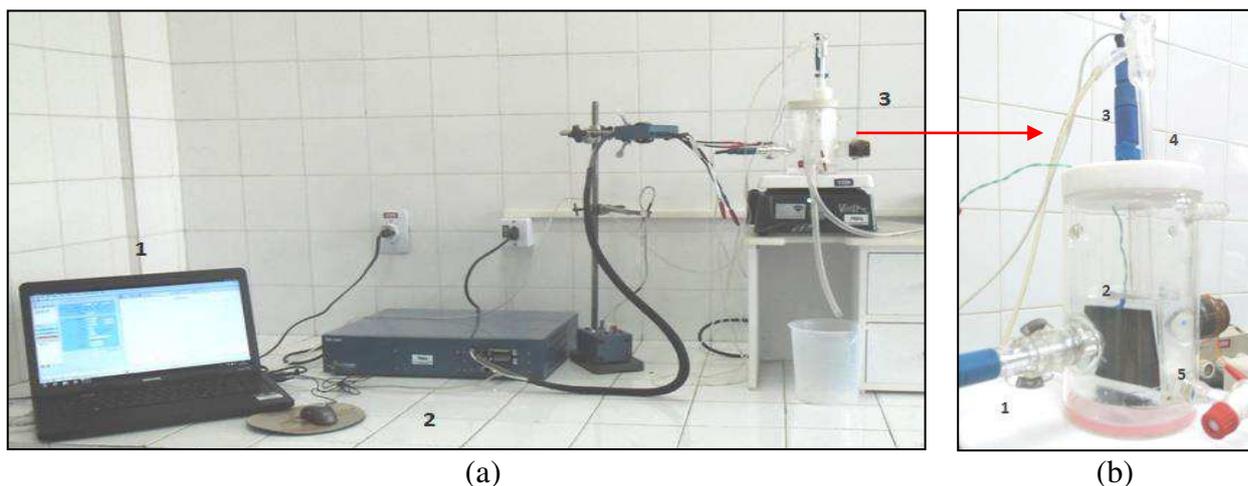


Figura 5.6: Sistema para análises de corrosão: (a): Sistema - 1- Computador-Transdutor do potenciostato; 2 - Potenciostato; 3 - Célula eletroquímica. (b) Célula eletroquímica à três eletrodos: 1 - Contra Eletrodo de Platina, 2 - Eletrodo de Trabalho (amostra), 3- Eletrodo de referência Ag/AgCl, 4 - Nitrogação, 5 - Eletrólito NaCl 0,2Mol.L⁻¹.

6. RESULTADOS

6.1 Fluxo de Calor no Substrato

Para a determinação do fluxo de calor que cada substrato oferece foi submetido a Lei de Fourier, Equação 3.

Considerando a Tabela 6.1 que contém os parâmetros necessários ao cálculo de fluxo de calor dos materiais utilizados os aços 1020 (a se considerar Ferro), 304 e 316 (a se considerar aço inox). Os valores da condutividade (k) são tabelados.^[31]

Tabela 6.1: Parâmetros e resultados do cálculo do fluxo de calor dos substratos.

Substrato	Parâmetros				Resultados	
	k (W/m.k)	A (m ²)	ΔT (K)	Δx(m)	q (w=J/s)	q (J/h)
Ferro (Aço carbono)	74,5	0,005	298	0,001	111005	30,83
Aço Inox (304 e 316)	50,2	0,005	298	0,001	74798	20,77

O rendimento térmico o substrato de aço carbono 1020 tende a conduzir maior energia em sua superfície, com uma transferência de calor de 30,83 Joule por hora.

6.2 Eletrodeposição por galvanização: Método Coulométrico

O substrato foi galvanizado com ligas metálicas de ZnNi e ZnFe, obtendo diferentes espessuras. Essas espessuras seguem a norma ASTM B504-90^[7] pelo Método Coulométrico, baseado na Lei de Faraday, Equação 1. A Tabela 6.2 estabelece os parâmetros da deposição e os resultados de espessura obtidas, estimando como 1dm² de área.

Tabela 6.2: Parâmetros e resultados do cálculo de espessura.

Para o depósito de ZnFe			Para o depósito de ZnNi		
Parâmetros		Resultados	Parâmetros		Resultados
ρ (kg/m ³)	Massa Molecular		Peso (g/dm ²)	ρ (g/cm ³)	
7505	60,61	8900		58,69	
A (dm ²)	veF	0,018842487	A (dm ²)	veF	0,018245596
1	193000		1	193000	
t (min.)	I (A)	Espessura (μm)	t (min.)	I (A)	Espessura (μm)
60	1	0,251065783	60	1	0,205006695

No boletim técnico do banho galvânico da liga binária de ZnFe (Anexo 1) tem-se o depósito 0,25 μm/minuto usando 2 A/dm², numa eficiência catódica de 40 a 80 %, por isso que no cálculo da espessura foi estimado uma corrente de 1 A, visto que a eficiência da corrente é reduzida à metade.

A densidade e a massa molecular foram utilizadas da média dos elementos químicos Zinco e Ferro, onde para a densidade tem-se 7,50 g/cm³, e para o peso molecular tem-se 60,61 g/mol, respectivamente. Para o ZnNi a densidade tem-se 8,90g/cm³, e para o peso molecular tem-se 58,59g/mol.

No boletim técnico do banho galvânico da liga binária ZnNi (Anexo 2) observa-se o depósito 0,20 µm/minuto usando 2 A/dm², numa eficiência catódica de 50 a 60 %, por isso que no cálculo da espessura foi estimado uma corrente de 1 A, visto que a eficiência da corrente é reduzida à metade.

Para a área das amostras deste trabalho 0,5 dm², considerando corrente de 1 A, as variações de espessuras foram determinadas pelo parâmetro 'tempo de depósito'. A seguir os tempos e espessuras obtidas na Tabela 6.3. Na Figura 6.1 a imagem das amostras eletrodepositadas com os depósitos das ligas de ZnNi e ZnFe sob os substratos aço 316, 304 e 1020, na espessura de 10 µm.

Tabela 6.3: Parâmetros de deposição das ligas: Tempo e Espessura

Depósito ZnFe		Depósito ZnNi	
t (min.)	E (µm)	t (min.)	E (µm)
10	5	12	5
15	7,5	18	7,5
20	10	25	10
30	15	37	15

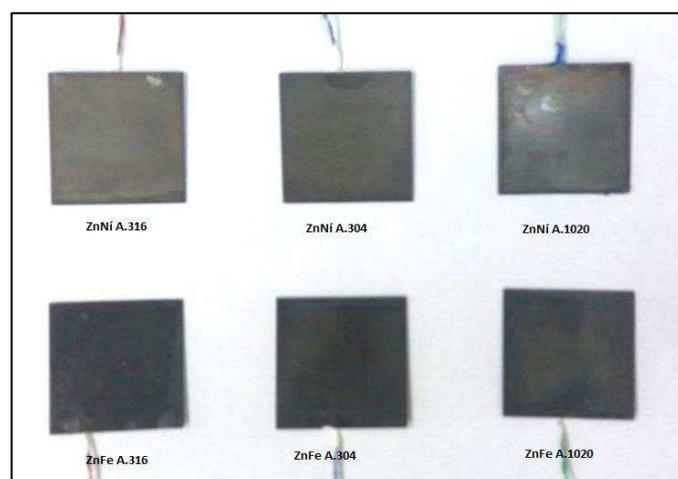


Figura 6.1: Imagem das amostras galvanizadas.

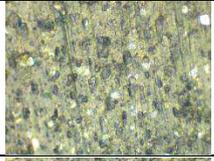
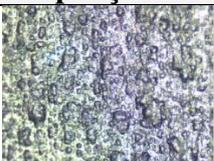
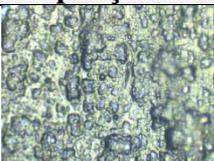
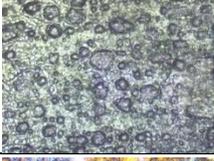
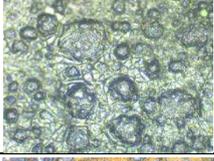
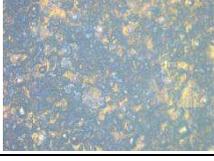
6.3 Processamento de Imagens

6.3.1 Microscopia óptica

Se obteve imagens com ampliações de 5, 10 e 20 vezes, onde a área de interesse e calibração do foco das imagens foram obtidas sob critérios do operador.

A Tabela 6.4 tem-se as imagens dos substratos sob os depósitos das ligas binárias ZnNi e ZnFe. Em destaque a espessura de 5 μm , nos aumentos de 5, 10 e 20 vezes. As demais imagens obtidas por microscopia óptica constam no Apêndice 1 - A1. (a) - A1. (f).

Tabela 6.4: Imagens obtidas por microscopia óptica

Depósito	Ampliações		
ZnNi	Ampliação 5x	Ampliação 10x	Ampliação 20x
Aço 304			
Aço 316			
Aço 1020			
ZnFe	Ampliação 5x	Ampliação 10x	Ampliação 20x
Aço 304			
Aço 316			
Aço 1020			

Através da microscopia óptica pode-se obter a imagem da superfície sob ampliação, onde se analisou as características morfológicas das amostras eletrodepositadas com as ligas binárias ZnNi e ZnFe sob os substratos dos aços 316, 304 e 1020.

6.3.2 Análise de quantificação da fração de poros (IMAGO[®])

Na Tabela 6.5 se destacou um exemplo de cada tipo de aço sob os depósitos das ligas binárias de ZnNi e de ZnFe, em destaque a espessura de 5 μm , utilizou-se ampliação de 10 vezes. No Apêndice 1 - A1. (a) ao A1. (f) as imagens desta sequência.

Se processou a conversão da imagem com ampliação de 10 vezes para imagens em níveis de cinza, em seguida fez-se a binarização por histograma e por inversão, função que detecta os contornos de grãos e as regiões interiores dos grãos, e em seguida se quantificou a fração dos poros, determinando os espaços vazios e preenchidos, na Tabela 6.6.

Tabela 6.5: Caracterização de Fração de Poros (IMAGO[®])

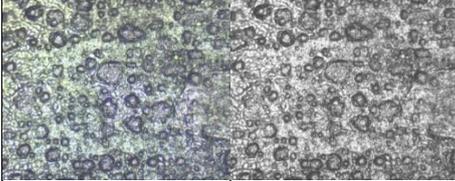
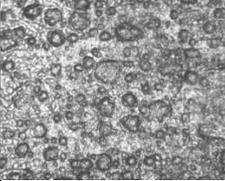
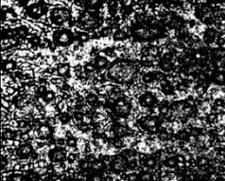
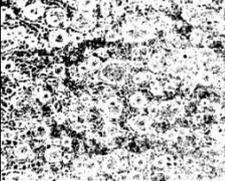
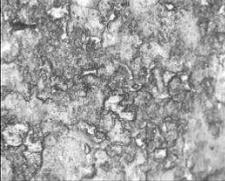
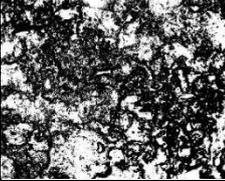
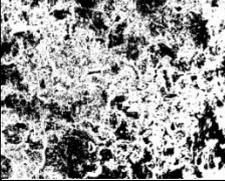
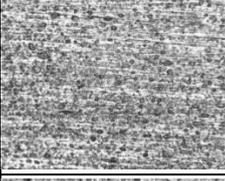
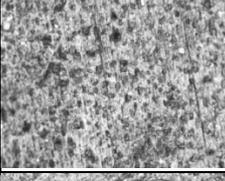
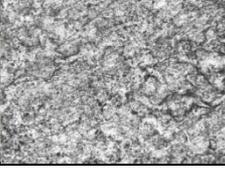
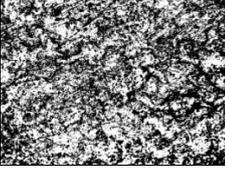
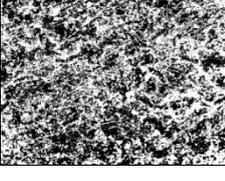
Amostra	Tratamento de imagem IMAGO [®]			
	Imagem óptica	Escala de cinza	Binarização por histograma	Binarização por inversão
ZnFe (304) E-5 μm A-10x				
ZnFe (316) E-5 μm A-10x				
ZnFe (1020) E-5 μm A-10x				
ZnNi (304) E-5 μm A-10x				
ZnNi (316) E-5 μm A-10x				
ZnNi (1020) E-5 μm A-10x				

Tabela 6.6: Quantificação da Fração de Poros

Amostra ZnNi	ϕ (%)	Inversão ϕ (%)	Amostra ZnFe	ϕ (%)	Inversão ϕ (%)
A.304-5 μ m	37,9187	62,0813	A.304-5 μ m	28,8611	71,1389
A.304-10 μ m	30,1462	69,8538	A.304-10 μ m	21,5008	78,4992
A.304-15 μ m	22,9599	77,0401	A.304-15 μ m	18,8029	81,1971
A.316-5 μ m	34,2115	65,7885	A.316-5 μ m	30,2715	69,7285
A.316-10 μ m	25,7206	74,2794	A.316-10 μ m	8,18507	91,8149
A.316-15 μ m	29,8189	70,1811	A.316-15 μ m	10,7972	89,2028
A.1020-5 μ m	30,7438	69,2562	A.1020-5 μ m	19,7213	80,2787
A.1020-10 μ m	32,3082	67,6918	A.1020-10 μ m	17,9125	82,0875
A.1020-15 μ m	38,4336	61,5664	A.1020-15 μ m	11,9676	88,0324

Na Figura 6.2, o comportamento dos depósitos em função de sua porosidade, de acordo com as espessuras eletrodepositadas em comparação com os substratos utilizados.

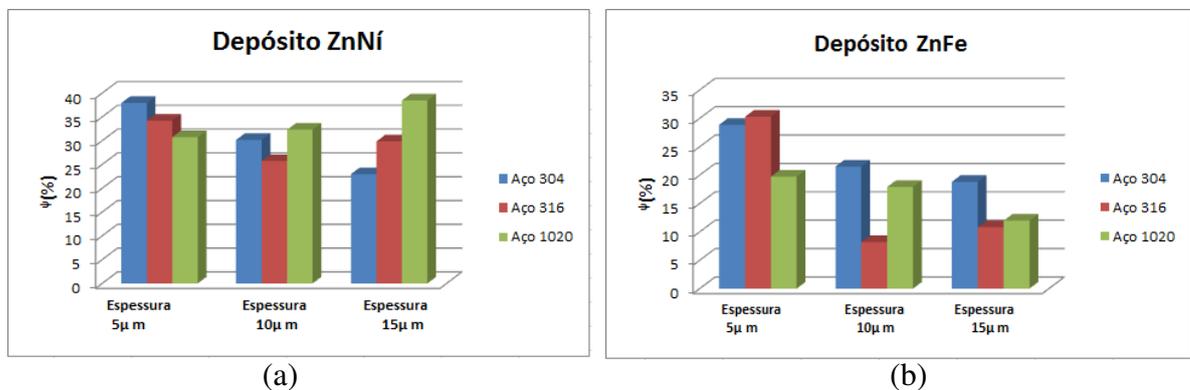


Figura 1.2: Histograma em comparação das amostras processadas em diferentes espessuras e suas respectivas porosidades: (a) para o depósito de ZnNi, (b) para o depósito ZnFe.

Analisando os dados para o ZnNi os maiores índices de porosidade para o depósito sob o substrato aço 304 e 316 foi o de espessura de 5 μ m com 37,91 e 34,21 %. Provando que quanto menor a espessura eletrodepositadas, maior será a quantidade de espaços vazios no substrato metálico. No entanto para o substrato aço 1020 o maior índice de porosidade foi obtido na análise da espessura de 15 μ m com 38,43%, onde pode se supor que a ineficiência da deposição não é uma característica específica do aço, podendo ser uma anomalia do sistema nos termos de variação do pH, ou da liberação de hidrogênio, ou da temperatura, ou até mesmo deficiência da quantidade de metais no banho da liga.

Para o ZnFe, sob os aços 304, 316 e 1020 os maiores índices de porosidade foi para a espessura de 5 μ m.

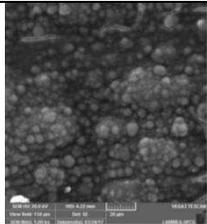
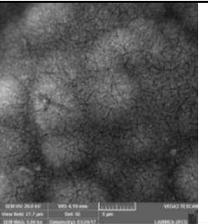
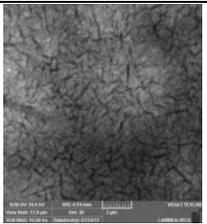
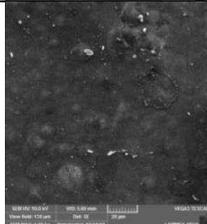
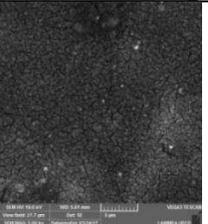
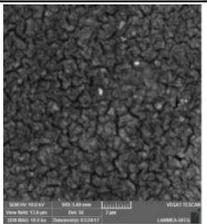
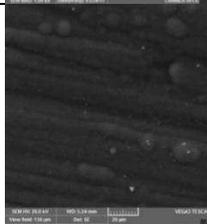
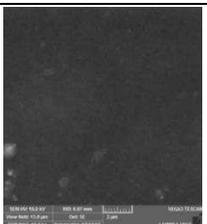
6.3.3 Análise de Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV e de Sistema de Energia Dispersiva -EDS

Para a eletrodeposição da liga de ZnFe, nas Tabelas 6.7, 6.8 e 6.9, tem-se micrografias em diferentes ampliações, e nas Figura 6.3, 6.4 e 6.5 se tem a quantificação do percentual do peso equivalente na superfície da amostra, para os aços 304, 316 e 1020 respectivamente.

Para a eletrodeposição da liga de ZnNi, na Tabela 6.10, tem-se micrografias em diferentes ampliações, e nas Figura 6.6, 6.7 e 6.8 tem-se a quantificação do percentual do peso equivalente na superfície da amostra, para o aço 304, 316 e 1020, respectivamente.

Na obtenção das imagens das amostras com o depósito da liga ZnNi houve variação no foco, que impossibilitaram realizar a análise em todas as amostras, sendo realizado apenas análises nas amostras de 10 μm nos substratos aços 304, 316 e 1020, respectivamente.

Tabela 6.7: MEV das amostras eletrodepositadas com liga binária ZnFe sob aço 304, processadas em diferentes espessuras.

Aproximação / Espessura	1000x	5000x	10000x
5 μm			
10 μm			
15 μm			

Pode ser observado que as micrografias apresentam morfologias semelhantes, em função da variação da espessura eletrodepositada nos corpos de prova. A amostra de 5 μm apresenta cristais em forma de nódulos; na amostra de 10 μm os nódulos diminuem, chegando a desaparecer na amostra de 15 μm , o que indica que quanto maior a espessura menos nódulos, obtendo assim superfície com maior uniformidade e melhor eletrodeposição.

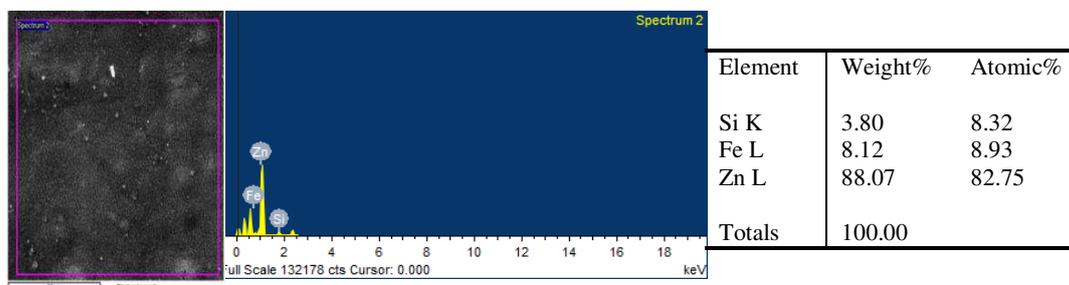


Figura 6.3: Espectro de EDS para eletrodeposição de liga de ZnFe sob aço inox 304, com espessura de 10 μ m.

O espectro de EDS, Figura 6.3, detectou os picos da composição da superfície eletrodepositada em função de uma área selecionada, onde tem em sua quantificação de peso 88,07 % de zinco e 8,12 % de ferro, foi encontrado outros elementos, mas em quantidades mínimas. Osilício apareceu provavelmente porque a eletrodeposição não se formou na superfície do aço, o qual o silício está em sua composição.

Tabela 6.8: MEV das amostras eletrodepositadas com liga binária ZnFe sob aço 316, processadas em diferentes espessuras.

Aproximação	1000x	5000x	10000x
5 μ m			
10 μ m			
15 μ m			

As micrografias do aço 316 apresentam uma tendência a cristais em nódulos, diminuindo o tamanho dos nódulos com o aumento de sua espessura. A amostra de 5 μ m apresenta cristais em forma de nódulos, na amostra de 10 μ m esses nódulos apresentam maior uniformidade, e na amostra de 15 μ m os nódulos tem a tendência a se tornarem lisos, podendo caracterizar a espessura com melhor cobertura e uniformidade, caracterizando número reduzido de espaços vazios e dos nódulos.

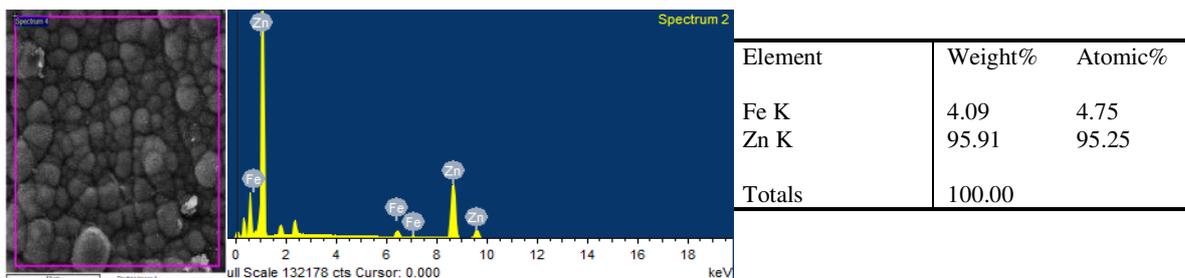


Figura 6.4: Espectro de EDS para eletrodeposição de liga de ZnFe sob aço inox 316, com espessura de 10 μm .

O espectro de EDS, Figura 6.4, detectou picos da composição da superfície eletrodepositada no aço 316 em função de uma área selecionada, onde tem em sua quantificação de peso equivalente 95,91 % de zinco e 4,09 % de ferro. Determinando a eficiência da eletrodeposição da liga ZnFe.

Tabela 6.9: MEV das amostras eletrodepositadas com liga binária ZnFe sob aço 1020, processadas em diferentes espessuras.

Aproximação Espessura	1000x	5000x	10000x
5 μm			
10 μm			
15 μm			

As micrografias para o aço 1020 apresentam também uma tendência a cristais em nódulos, diminuindo os nódulos na medida em que sua espessura é ampliada. Na amostra de 10 μm esses nódulos apresentam maior uniformidade, e na amostra de 15 μm os nódulos se tornam lisos, podendo caracterizar a espessura com melhor cobertura e uniformidade, caracterizando número reduzido de espaços vazios e dos nódulos.

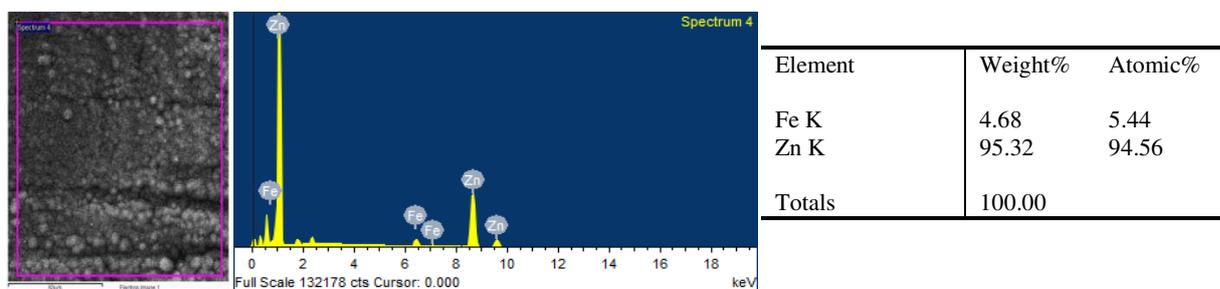


Figura 6.5: Espectro de EDS para eletrodeposição de liga de ZnFe sob aço 1020, com espessura de 10 µm.

O espectro de EDS, Figura 6.5, detectou picos da composição da superfície eletrodepositada em função de uma área selecionada, onde tem em sua quantificação do peso equivalente 95,32 % de zinco e 4,68 % de ferro. Determinando a eficiência da eletrodeposição da liga ZnFe, e a presença de seus componentes descritas em seu boletim técnico (Anexo 1).

Tabela 6.10: MEV das amostras eletrodepositadas com liga binária ZnNi sob aços 304, 316, 1020, em análise a espessura de 10 µm, em diferentes ampliações.

Aproximação	1000x	5000x
Aço 304 Espessura 10µm		
Aço 316 Espessura 10µm		
Aço 1020 Espessura 10µm		

As micrografias apresentam resultados em virtude de comparação das amostras, que apresentou maior uniformidade na amostra do substrato aço 304, podendo caracterizar a espessura mais uniforme, com diminuição de irregularidades e melhor deposição do banho metálico da liga ZnNi.

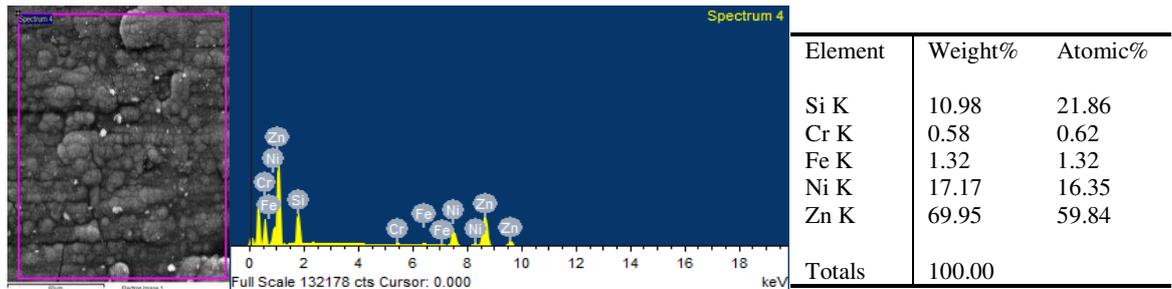


Figura 6.6: Espectro de EDS para eletrodeposição de liga de ZnNi sob aço inox 304, com espessura de 10 μm .

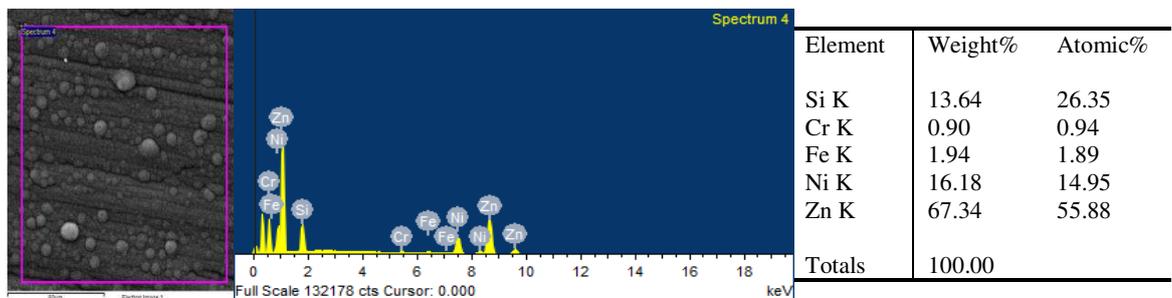


Figura 6.7: Espectro de EDS para eletrodeposição de liga de ZnNi sob aço inox 316, com espessura de 10 μm .

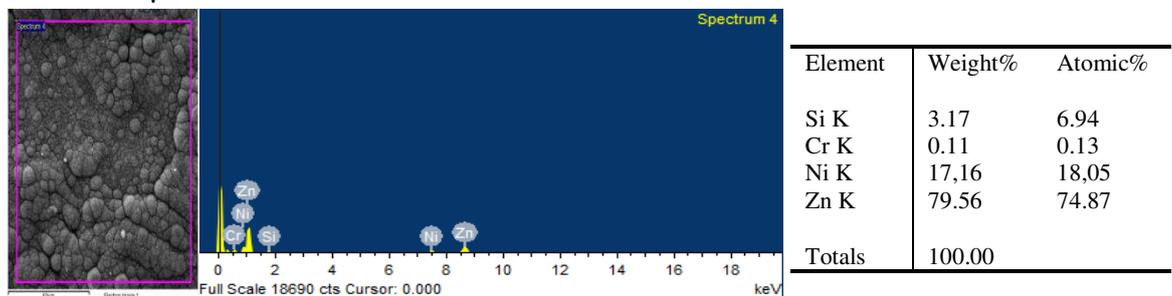


Figura 6.8: Espectro de EDS para eletrodeposição de liga de ZnNi sob aço 1020, com espessura de 10 μm .

Os espectros de EDS visualizados e caracterizados analiticamente nas Figuras 6.6, 6.7 e 6.8, caracterizaram analiticamente as superfícies das amostras eletrodepositadas pela liga metálica ZnNi. Observou-se uma variação em sua composição, tendo em vista a corrosão, áreas com depósitos defeituosos (que abrangem alguns componentes específicos do substrato), no entanto em sua maior percentagem foram detectados os elementos Zinco e Níquel, afirmando a composição do seu boletim (Anexo 2).

6.4 Absorção da radiação espectral por FTIR.

A referência de comparação com as amostras em questão, foi o carvão ativo, por simular o corpo negro. O resultado da absorbância por FTIR para as amostras de ZnNi e ZnFe estão descritos na Figura 6.9.

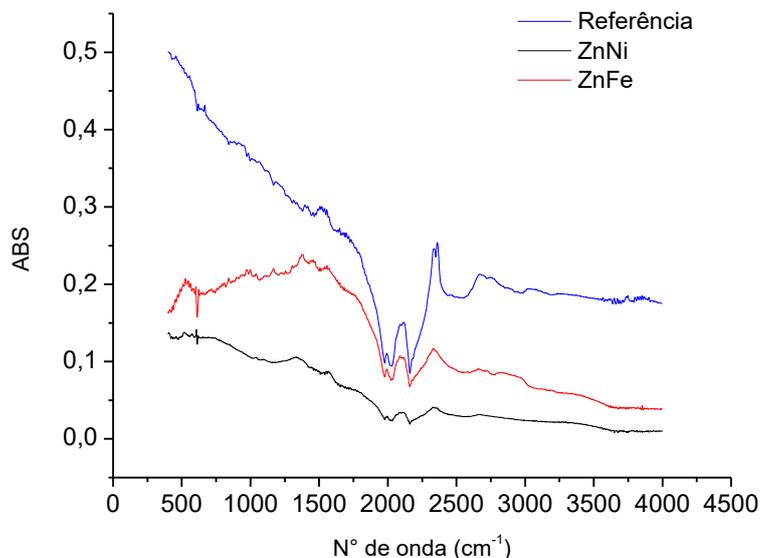


Figura 6.9: Gráfico de absorbância por Espectrofotometria de FTIR

As bandas que se destacaram no espectro correspondem a ligações de Óxidos^[32] (400 - 600 cm^{-1}), e a ligações de hidrocarbonetos de tripla ligação^[29] (2000 - 2250 cm^{-1}), onde por vibrações e intensidades destacaram a liga ZnFe com maior intensidade dos picos em comparação com a liga ZnNi. Na Figura 6.10, se destaca as bandas detectadas na análise FTIR.

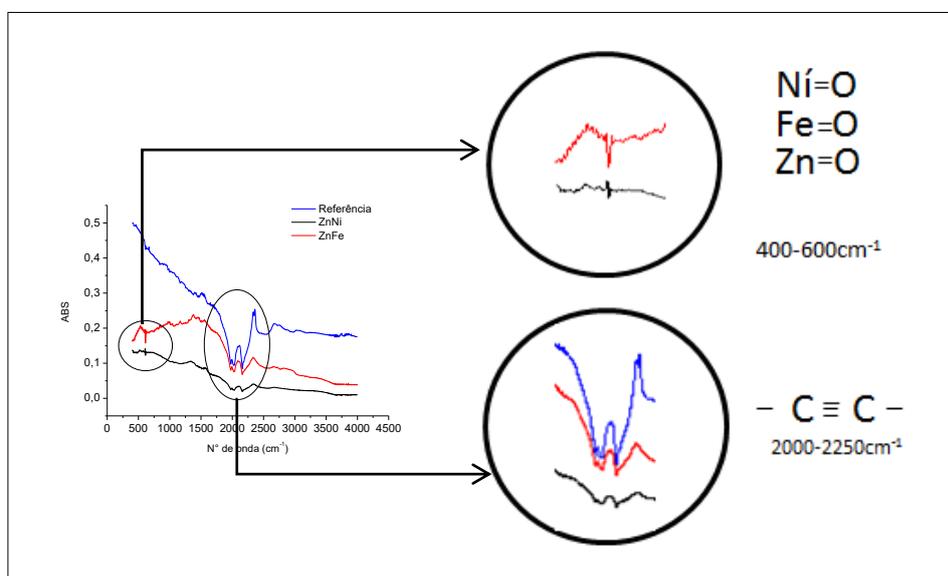


Figura 6.10: Bandas detectadas na análise de FTIR

Em análise da Figura 6.10 foi possível observar o comportamento de maior absorção da radiação espectral da amostra com depósito de liga binária ZnFe, onde de acordo com as vibrações das bandas espectrais se observou os picos com maior intensidade em relação a amostra de depósito de liga ZnNi.

A comparar a amostra selecionada como referência de enegrecimento, pastilha de carvão ativo, as amostras obtiveram bandas próximas na faixa de número de onda 2000 - 2250 cm^{-1} , a saber, essa faixa corresponde a ligação de tripla cadeia de hidrocarbonetos.

A composição dos elementos zinco, ferro e níquel são apresentados na faixa de 400-600 cm^{-1} , onde se configuram na forma de óxidos.

6.5 Análise de Corrosão por Técnicas Eletroquímicas

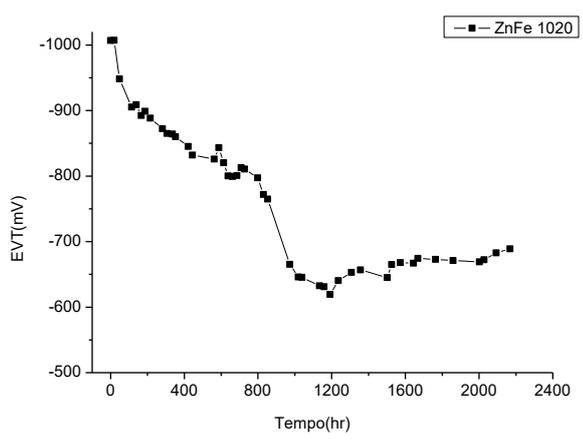
6.5.1 Potencial de Corrosão em função do Tempo - EVT

Nesta análise pode-se observar o comportamento corrosivo nas amostras a partir do seu potencial eletroquímico, o qual determina os processos de corrosão, de passivação e de resistência a corrosão em função do tempo em que foi exposto ao meio salino, solução de NaCl 0,2 Mol.L⁻¹. Análise realizada no período de tempo de 94 dias, com 45 medições no multímetro, contabilizando um total de 2168 horas corridas.

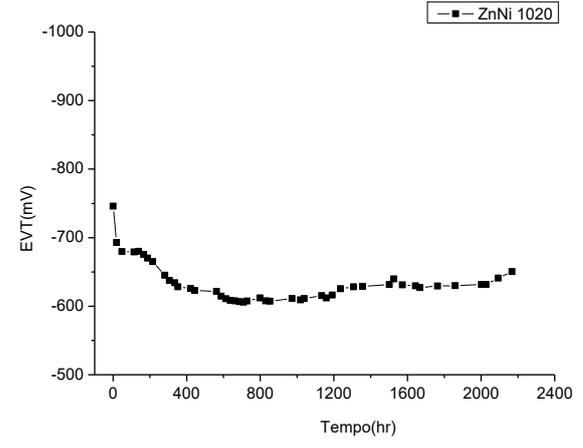
Na Figura 6.11, os gráficos da técnica EVT. Amostras em destaque: (a) depósito ZnFe no substrato A.1020, (b) depósito ZnFe no substrato A.304 (c), depósito ZnFe no substrato A.316, (d) depósito ZnNi no substrato A.1020, (e) depósito ZnNi no substrato A. 304, (f) depósito ZnNi no substrato A.1020.

Os potenciais iniciais para as amostras do ZnFe foram semelhantes, próximos $E_{we} = -1000$ mV, vindo a se estabilizar a amostra ZnFe no A.1020 com $E_{we} = -689$ mV, a amostra ZnFe no A.304 com $E_{we} = -845$ mV, e a amostra ZnFe A.316 com $E_{we} = -326$ mV, com duração de 2168 horas.

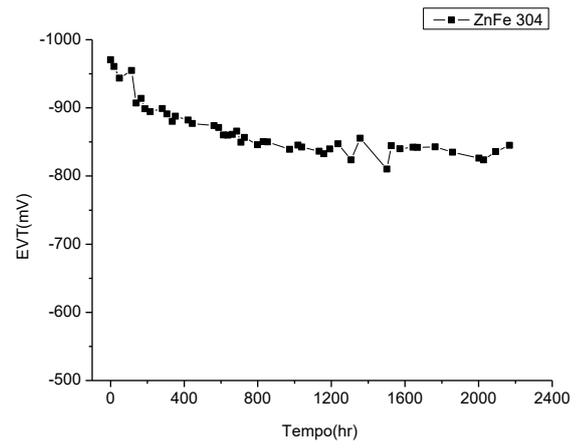
Os potenciais iniciais para as amostras do ZnNi foram semelhantes, próximos $E_{we} = -800$ mV, vindo a se estabilizar a amostra ZnNi no A.1020 com $E_{we} = -650$ mV, a amostra ZnNi no A.304 com $E_{we} = -620$ mV, e a amostra ZnNi no A.316 com $E_{we} = -570$ mV, com duração de 2168 horas.



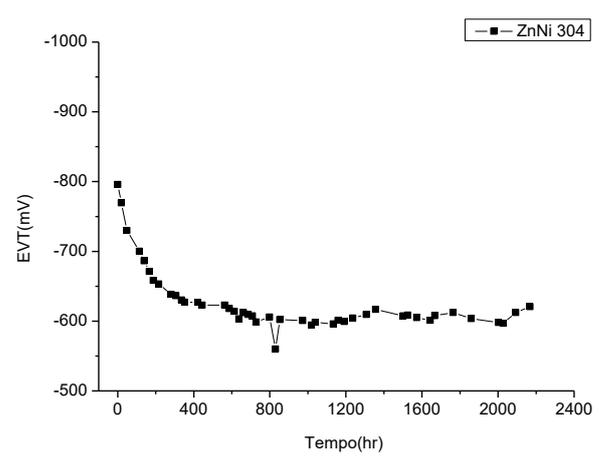
(a)



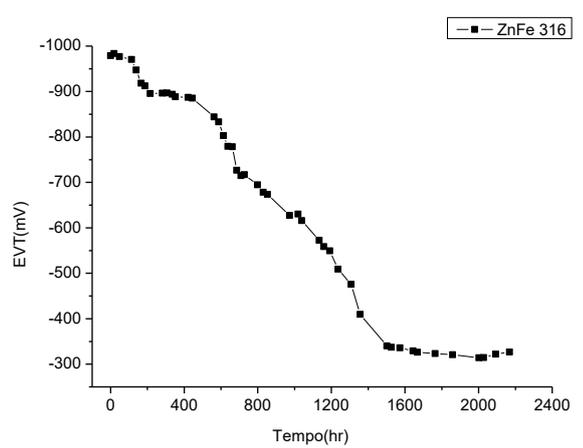
(d)



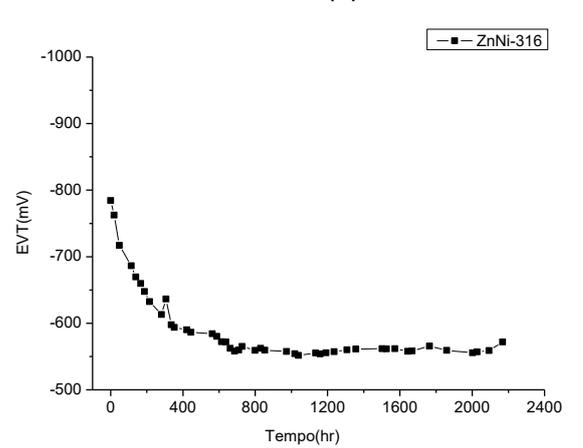
(b)



(e)



(c)



(f)

Figura 6.11: Gráficos de E_{we} vs (Ag/AgCl) em função do tempo, em NaCl 0,2Mol/L. Para as amostras com depósito ZnFe nos substratos (a) A.1020, (b) A.304, (c) A. 316; para as amostras com depósito ZnNi nos substratos (d) A.1020, (e) A.304;(f) A.316.

Na Figura 6.12 tem-se a comparação de todas as amostras em estudo. E na Tabela 6.11 os dados das amostras de seus potenciais eletroquímicos de corrosão, inicial, final, e o de estabilização da camada de passivação com o seu referente tempo. Após a análise EVT captou-se uma imagem, Figura 6.13, que evidenciou visualmente os efeitos da corrosão em função do tempo nas amostras em estudo.

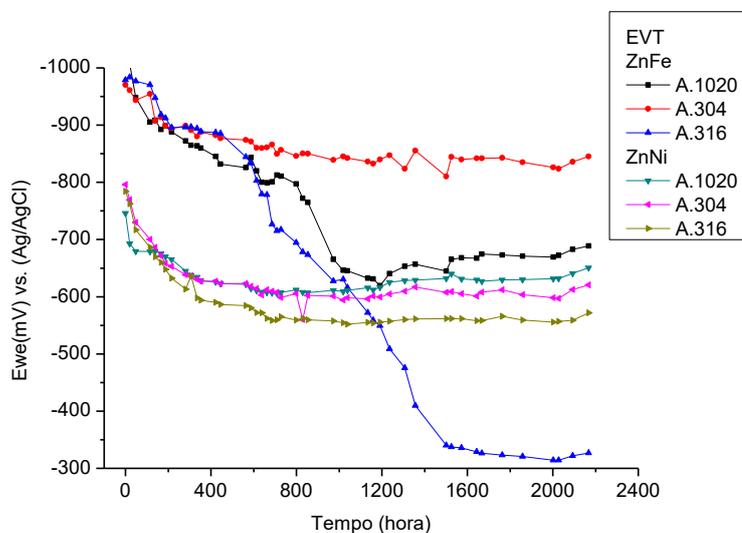


Figura 6.12: Gráfico de E_{we} vs (Ag/AgCl) em função do tempo, em $\text{NaCl } 0,2\text{Mol.L}^{-1}$; Em comparação das amostras de ZnFe e ZnNi.

Tabela 6.11: Dados das amostras de seus Potenciais Eletroquímicos.

Amostra		E_{we} inicial (mV)	E_{we} final(mV)	E_{we} (mV) de estabilização	Tempo (hr) de estabilização
ZnFe	A1020	-1006,8	-689	-618	1202
	A304	-970,5	-845,1	-893	210
	A316	-979	-326,7	-335	1503
ZnNi	A1020	-746	-650,6	-617	462
	A304	-796	-620,7	-622	454
	A316	-784,3	-571,9	-552	682

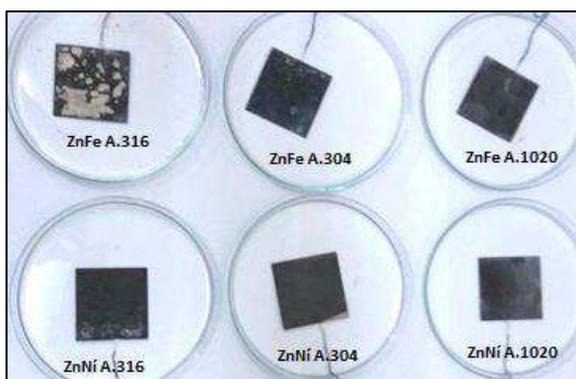


Figura 6.13: Ilustração das amostras no final da análise de EVT

Analisando os dados da Tabela 6.11 percebe-se que a amostra ZnFe no substrato A.316 apresentou uma queda brusca de seu potencial eletroquímico de corrosão, sendo possível detectar esta queda visualmente, Figura 6.13, onde o depósito se destacou do substrato, vindo a ficar exposta a superfície do aço 316. Em relação das amostras de ZnFe e ZnNi os potenciais iniciais já demonstram que as amostras com os depósitos de ZnNi possuem menor potencial eletroquímico de corrosão $E_{we} = -800$ mV que os depósitos de ZnFe $E_{we} = -1000$ mV.

Conforme Tabela 6.11 é possível observar que a amostra de ZnFe no A.1020 tem uma diminuição de seu potencial até a faixa -618 mV com duração de 1200 horas, a partir deste momento a amostra mostrou um comportamento pouco menos variável. Esse comportamento teve uma duração de 2168 horas. Para a amostra de ZnFe A.304 esta diminuição foi a de menor variação, vindo a se estabilizar após 210 horas com o potencial de -893 mV, ficando estável nas medições seguintes de potencial. Para a amostra de ZnFe A.316 houve uma diminuição durante todo período de análise, vindo a não se comportar de maneira estável. Para as amostras do depósito ZnNi se observou uma igualdade de comportamento com pouca variação do potencial eletroquímico de corrosão no decorrer do tempo, onde se estabilizaram em torno das 500 horas do decorrer da análise; pode-se observar que o menor valor do potencial final foi o da amostra de ZnNi do A.316. O mesmo fenômeno ocorreu com a amostra do ZnFe no A.316, porém com menor intensidade.

As diferenças entre o comportamento das amostras são perceptíveis através do fator tempo que determinou a estabilização da camada de passivação de cada amostra. Esta camada acarreta uma diminuição no potencial corrosivo da amostra, já que a camada passiva se comporta como isolante impedindo a transferência de elétrons nas reações de oxidação do metal. As amostras de ZnFe na formação desta camada teve uma duração de tempo maior que as amostras de ZnNi; com exceção da amostra de ZnFe no A.304 que se estabilizou em 210 horas, e de ZnFe no A.316 que não se estabilizou e permaneceu diminuindo seu potencial.

As seis amostras estudadas apresentaram diminuição do potencial de corrosão assim que imergidas no eletrólito, até atingir a sua estabilização definindo a formação da camada passiva sobre a superfície da amostra. A amostra de ZnNi apresenta um potencial de corrosão inicial menor do que a do ZnFe, e permanece com seus potenciais finais menores que os das amostras ZnFe, com exceção da amostra ZnFe A.316 que no seu potencial final obteve um valor menor que os das amostras do ZnNi. Pode-se observar que no decorrer da duração da análise o depósito se destacou do substrato vindo a ficar exposto a superfície do A.316, que tem em suas característica alto índice de potencial de resistência a corrosão.

6.5.2 Resistência a Polarização (R_p) e Taxa de Corrosão (CR)

A obtenção dos dados da Técnica de R_p ocorre através de uma varredura na interface do metal a ser analisado sob condições severas que aceleram o fenômeno corrosivo. Esta varredura ocorre por uma polarização linear (Figura 6.14), em sequência se fez a análise Tafel Fit (Figura 6.15), determinando as constantes de Tafel anódica (b_a) e catódica (b_c). Se selecionou pontos centrais do polarograma da polarização linear, e tratou com a análise R_p Fit (Figura 6.16), obtendo os dados do Potencial de corrosão (E_{corr}) e da Corrente de corrosão (I_{corr}).

Nas Figuras 6.14, 6.15 e 6.16 se encontra os Polarogramas da técnica R_p , da curva de Polarização Linear, da análise de Tafel e da análise do R_p , respectivamente, para a amostra depositada com a liga ZnNi sob substrato A.304. Os gráficos de todas as outras amostras estudadas neste trabalho encontram-se no Apêndice 2, devido semelhança no comportamento das curvas, requerendo apenas os seus dados, a serem utilizados nos cálculos da Taxa de Corrosão (CR).

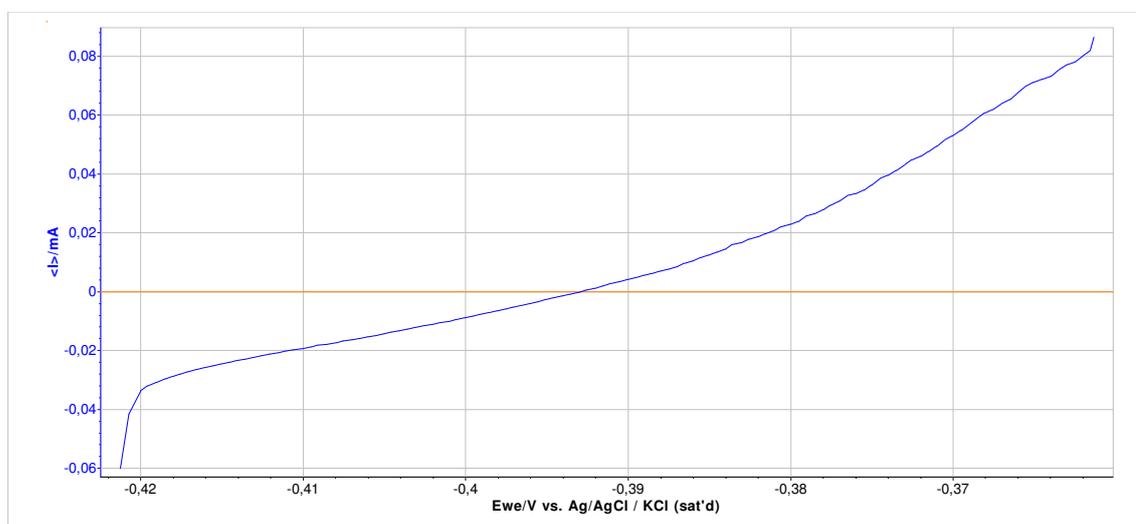


Figura 6.14: Polarograma da Polarização Linear em NaCl 0,2 mol.L⁻¹ – amostra ZnNi A.304

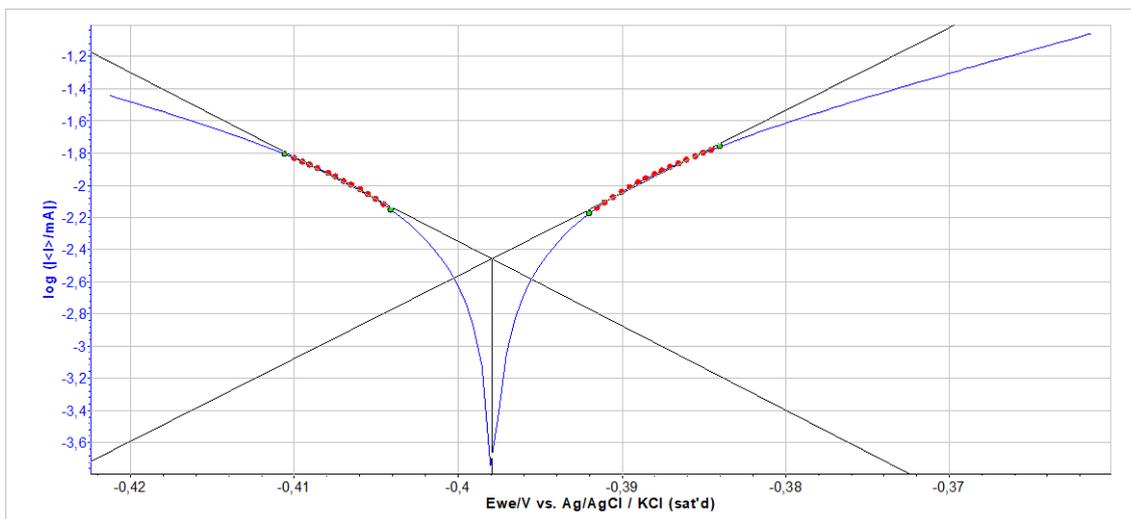


Figura 6.15: Polarograma da Análise de Tafel em NaCl 0,2 mol.L⁻¹ – amostra ZnNi A.304

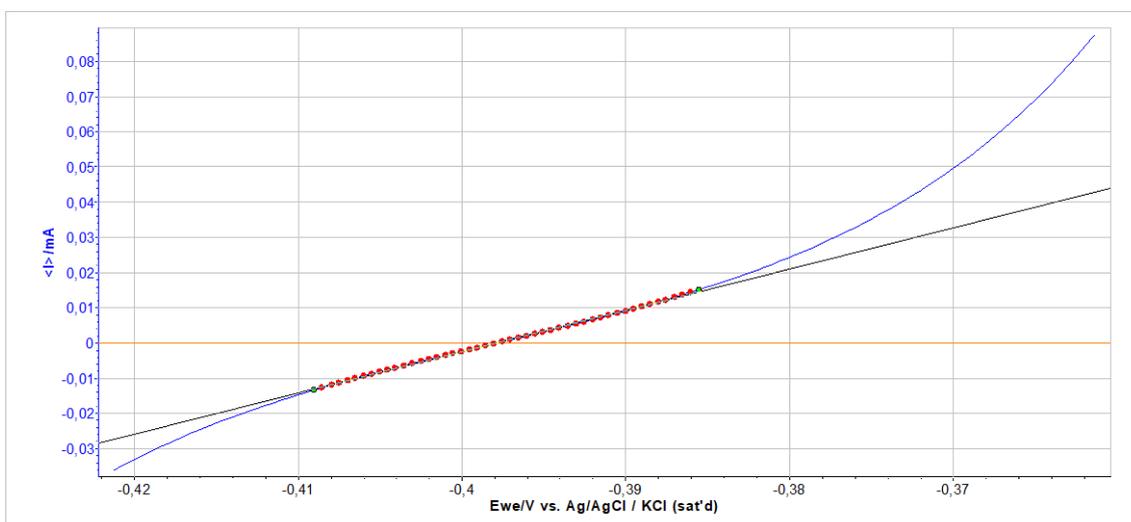


Figura 6.16: Polarograma da Análise de Rp em NaCl 0,2 mol.L⁻¹ – amostra ZnNi A.304

Quando se plota um gráfico de corrente (I) versus o potencial (E) há uma relação linear do potencial de ± 30 mV. Calculou-se o valor da resistência a polarização de cada amostra segundo a lei de Ohm, onde é dita que a razão entre a tensão e a corrente é a resistência. De acordo com equação de ohm semelhante a uma equação do primeiro grau, a resistência é o coeficiente angular da reta gerada. No caso da polarização linear, quando o mesmo gráfico de potencial versus a corrente é plotado não irá gerar, necessariamente, uma reta como visto na Figura 6.15. E isso significa que a resistência resultante da polarização não é constante, sendo a mesma variável.^[34]

A partir da análise dos dados se obteve a Tabela 6.12.

Tabela 6.12: Valores obtidos na técnica eletroquímica Rp.

Depósito/substrato	Parâmetros de Tafel		Dados do Rp		
	b _a	b _c	E _{corr} (mV)	I _{corr} (mA)	Rp (Ohms)
ZnNi					
A.304	20,6	28,8	-827	5,125	728
A.316	20,5	24,1	-721	5,16	641
A.1020	12,9	12,4	-849	1,900	979
ZnFe	b _a	b _c	E _{corr}	I _{corr}	Rp
304	14,8	21,9	-982	24,19	120
316	23,1	19,9	-988	25,83	129
1020	15,7	12,3	-955	15,72	125

De acordo com a Tabela 6.12, as amostras de ZnNi obtiveram resistência a polarização (Rp) acima de 500 Ohms, enquanto que as amostras de ZnFe obtiveram abaixo de 150 Ohms. A amostra de ZnNi apresenta uma resistência a polarização significativamente maior que a de ZnFe, indicando que ZnFe é mais suscetível a meios corrosivos quando comparada com a ZnNi.

Em comparação entre amostras com depósitos de ZnNi a amostra com substrato A.1020 teve a maior Rp, 979 Ohms, e a amostra no substrato A.316 a menor Rp, 641 Ohms. Em comparação entre amostras com depósitos de ZnFe a amostra com substrato A.316 teve a maior Rp, 129 Ohms, e a amostra no substrato A.304 a menor Rp, 120 Ohms.

No cálculo da taxa de corrosão se utiliza dos valores de densidade, encontrados na Tabela 6.2, e para o cálculo do peso equivalente, Equação 12, se utilizou dos dados obtidos em percentagem pela análise de EDS (Figuras 6.3, 6.4, 6.5, 6.6, 6.7, 6.8), os elementos em maior quantidade nas ligas são para a liga ZnNi, o zinco e o níquel, e para a liga ZnFe, o zinco e o ferro. A tabela 6.13 tem os valores em percentagem de cada amostra e seus respectivos pesos equivalente, necessários ao cálculo da taxa de corrosão, Equação 13, na Tabela 6.14.

Tabela 6.13: Dados das amostras: Composição e seus respectivos pesos equivalentes.

Depósito/substrato	Composição (%)		Peso Equivalente
	Zn	Fe	
ZnFe			EW(g/mol)
A.304	88,07	8,12	33,54
A.316	95,01	4,09	32,82
A.1020	95,32	4,68	32,44
ZnNi	Zn	Ni	EW(g/mol)
A.304	88,07	8,12	36
A.316	95,01	4,09	37,31
A.1020	95,32	4,68	33,18

Tabela 6.14: Taxa de Corrosão (mm/ano)

Depósito/substrato	Taxa de Corrosão
ZnFe	CR (mm/ano)
A.304	0,353505
A.316	0,369369
A.1020	0,222193
ZnNi	CR (mm/ano)
A.304	0,067788
A.316	0,070735
A.1020	0,023163

Na Tabela 6.14 se percebe o que os maiores valores das taxas de corrosão se concentram nas amostras revestidas com liga ZnFe, este fato pode ser decorrente do componente ferro, do depósito com liga ZnFe, ser mais susceptível à oxidação que o componente Níquel, do revestimento com liga ZnNi. A comparar a taxa de corrosão entre os substratos para o depósito de ZnFe, a menor taxa se obteve no A.1020, 0,222 mm/ano, e a maior taxa no A.316, 0,369 mm/ano. Similarmente para as amostras com depósito de ZnNi, onde a maior taxa se obteve no substrato A.1020, 0,023 mm/ano, e a maior taxa no A.316, 0,070 mm/ano.

A baixa taxa de corrosão está de acordo com o valor da resistência a polarização, que avalia a capacidade isolante do filme passivo formado sobre a superfície metálica. Na Tabela 6.12 pode-se observar um valor de 979 Ohm para a amostra ZnNi no A.1020, este foi o maior valor de R_p entre todas as amostras, e esta amostra obteve a menor taxa de corrosão, 0,023 mm/ano, em relação a todas as outras amostras. Este fato pode ser explicado pelo fato do filme passivo ter sido formado e estabilizado num curto espaço de tempo.

6.5.3 Corrosimetria

O intuito da corrosimetria é acompanhar e analisar os valores padrões de corrosão (resistência a polarização, corrente e potencial de corrosão) em função do tempo, Figura 6.17. Neste teste, plotou-se uma curva de polarização linear a cada 15 minutos, logo após cada uma delas o R_p é calculado. Este procedimento repetiu-se por 12 vezes. Na Figura 6.17 está representada para a amostra de ZnNi no A.304 a curva de corrosimetria. Os gráficos de corrosimetria de todas as outras amostras estudadas neste trabalho encontram-se no Apêndice 3, devido semelhança no comportamento das curvas.

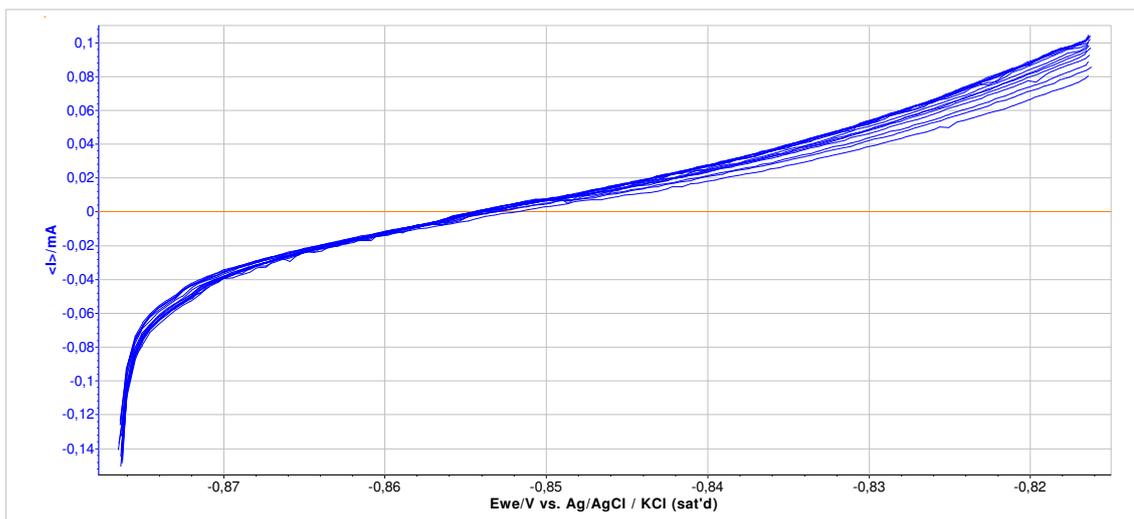


Figura 6.17: Polarograma da análise de Corrosimetria em NaCl 0,2 mol L⁻¹ da amostra ZnNi A.304

Na Figura 6.18, é mostrado os gráficos de Rp em função com o tempo, gerado a partir dos Polarogramas da análise de corrosimetria; se compara os dados das amostras eletrodepositadas com liga ZnNi para os variados substratos.

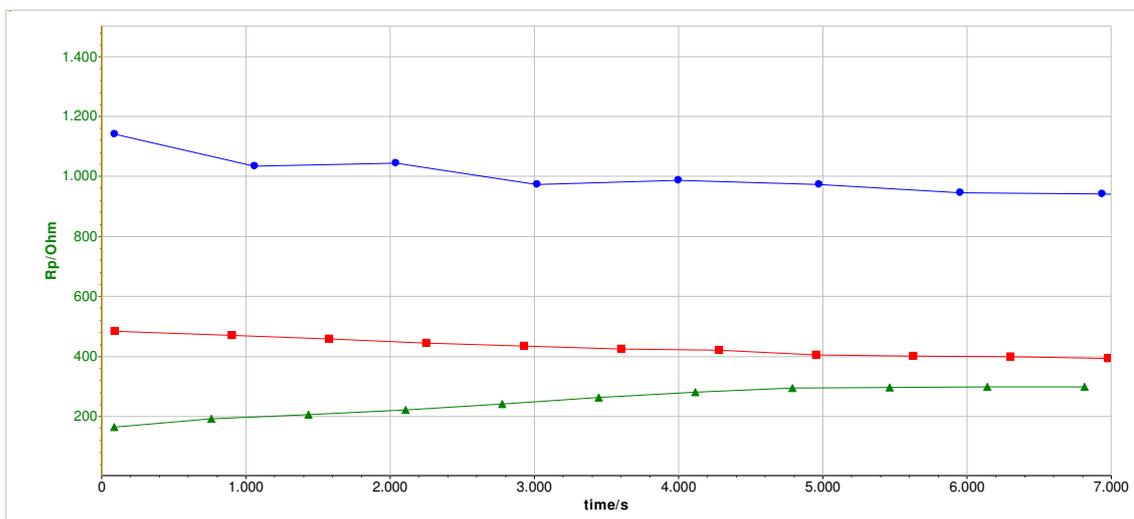


Figura 6.18: Gráfico de Rp em função do tempo; Comparação das amostras com depósitos ZnNi, sob variados substratos: ●A.1020; ■A.304; ▲A.316

A resistência à polarização é inversamente proporcional à capacidade do material se corroer, ou seja, quanto maior os valores da resistência, menor é a capacidade de o material oxidar. Pode-se observar nos gráficos de Rp em função do tempo que dentre as amostras com depósitos de liga ZnNi, a amostra com substrato de A.1020 obteve os maiores valores de Rp e a amostra com substrato A.316 obteve os menores valores de Rp.

Na Figura 6.19, comparação das amostras eletrodepositadas com liga ZnFe para os variados substratos.

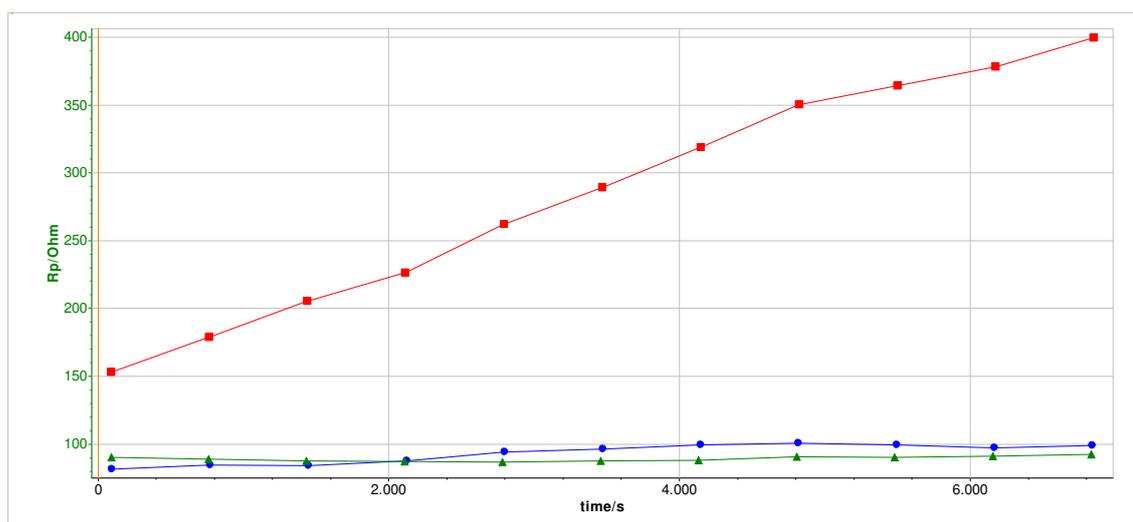


Figura 6.19: Gráfico de Rp em função do tempo; Comparação das amostras com depósitos ZnFe, sob variados substratos: ● A.304; ■ A.1020; ▲ A.316

Pode-se observar nos gráficos de Rp em função do tempo que dentre as amostras com depósitos de liga ZnFe, a com substrato de A.1020 obteve os maiores valores de Rp, as amostras com substrato A.316 e A.304 possuem comportamentos semelhantes e baixos valores de Rp.

Na Tabela 6.15 os valores iniciais e finais de Rp de cada amostra em estudo.

Tabela 6.15: Valores do Rp das amostras em estudo.

Depósito/ Substrato	Rp (Ohms) em função do Tempo	
	Inicial	Final
ZnFe		
A.304	81	99
A.316	90,5	92,5
A.1020	150	400
ZnNi		
A.304	485	390
A.316	165	300
A.1020	1150	790

Dentre todas as amostras estudadas, as amostras sob substrato A.316 tanto para o depósito ZnNi quanto para o depósito ZnFe, apresentaram os menores valores de Rp, indicando uma maior suscetibilidade à corrosão, quando comparada às demais.

As amostras com depósitos ZnFe, nos substratos A.304, A316 e A1020, e a amostra com depósito ZnNi no substrato A.316, tiveram um comportamento de aumento na Rp em função com o tempo, o aumento nos valores de Rp pode ser explicado pelo fato de a cada

ciclo do teste de polarização linear, uma camada passiva dos produtos da corrosão (composta de óxidos), ser depositada em suas superfícies, tornando mais difícil a troca de cargas nas reações eletroquímicas, por consequência da diminuição das áreas anódicas na superfície metálica.^[34]

As amostras com depósitos ZnNi, nos A.304 e A.1020, tiveram um comportamento de diminuição na Rp em função com o tempo, o decréscimo nos Rp's pode ser explicado pelo fato de a amostra começar a perder a camada passiva formada durante os ciclos iniciais, dessa forma, as reações de oxidação do metal se intensificam diminuindo a sua resistência a polarização.

6.6 Análise econômica dos banhos galvânicos

A Surtec forneceu o custo de cada banho galvânico, das ligas binárias ZnNi e ZnFe, a seguir na Tabela 6.16.

Tabela 6.16: Custo dos insumos em 'Kg' fornecidos pela SurTec.

Análise Econômica dos Banhos Galvânicos - Cotação SurTec			
Banho da liga ZnNi		Banho ZnFe	
Insumo	Preço/kg	Insumo	Preço/kg
SurTec 696	R\$ 45,54	SurTec 556 RT	R\$ 54,49
SurTec 556 RT	R\$ 54,49	SurTec 691 I	R\$ 88,66
SurTec 717 I	R\$ 115,04	SurTec 691 II	R\$ 69,08
SurTec 717 II	R\$ 93,48	SurTec 712 B Aditivo	R\$ 43,93
SurTec 717 Ni	R\$ 50,57	SurTec 712 B E Fonte de Ferro	R\$ 42,40
SurTec 717 R-C	R\$ 49,48	SurTec 712 B C Complexante	R\$ 29,31
SurTec 717 LCD	R\$ 159,89	SurTec 712 B Abrilhantador	R\$ 25,09
SurTec 717 CA	R\$ 98,72	SurTec 179 B	R\$ 16,24
SurTec 179 B	R\$ 16,24	SurTec 185 BR	R\$ 15,71
SurTec 185 BR	R\$ 15,71	Cloreto de Níquel Solução 800 g/l	R\$ 50,29
Cloreto de Níquel Solução 800 g/l	R\$ 50,29		
Total	R\$ 749,45	Total	R\$ 435,20

Onde o custo da aquisição do banho ZnNi (Kg) equivale a R\$ 749,45, e do banho ZnFe (Kg) equivale a R\$ 435,20.

7. CONCLUSÕES

7.1 Conclusões e Discussões

De acordo com os resultados obtidos, pode-se concluir:

DEPÓSITO PELO MÉTODO COULOMÉTRICO - Foi realizado com êxito a galvanização das ligas de ZnNi e ZnFe sob os substratos de Aço 304, 316 e 1020, onde pelo método Coulométrico se obteve variações de espessuras no depósito.

POROSIDADE - No processamento de imagens realizado para a segmentação e quantificação de poros, houve um aumento de porosidade nas amostras de menor espessura de deposição, gerando mais espaços vazios. Quanto menor o depósito maior a porosidade.

UNIFORMIDADE NA MICROESTRUTURA - Nas imagens de MEV obtidas para as amostras da liga binária ZnFe e ZnNi, as micrografias apresentam uma tendência a cristais em nódulos, diminuindo os nódulos em função que aumentam de sua espessura.

COMPOSIÇÃO - O EDS obtido detectou na superfície dos substratos para as ligas ZnFe e ZnNi o depósito do Zinco e do Ferro, e do zinco e do níquel, respectivamente, afirmando a composição dos boletins técnicos da SurTec.

ABSORÇÃO - O comportamento de maior absorção da radiação espectral da amostra com depósito de liga binária ZnFe. Se detectou bandas de composição de tripla cadeia de hidrocarbonetos, e de óxidos dos elementos zinco, ferro e níquel.

CORROSÃO - Os depósitos de ZnNi possuem menor potencial eletroquímico de corrosão $E_{we} = -800\text{mV}$ que os depósitos de ZnFe $E_{we} = -1000\text{ mV}$; Os maiores valores das taxas de corrosão se concentram nas amostras revestidas com liga ZnFe; a maior R_p 979 Ohm obtida foi a da amostra ZnNi no A.1020, assim como menor taxa de corrosão ao ano, em seguida tem-se para o A.304 com depósito ZnNi

7.2 Considerações Finais

Concluindo que os dois tipos de revestimentos utilizados na pesquisa possuem vantagens e desvantagens, as amostras revestidas com liga de ZnFe possuem os maiores picos de absorção da radiação espectral (mas próximo da liga ZnNi), as amostras revestidas com liga de ZnNi possuem maior resistência a corrosão. Em relação aos depósitos realizados nos substratos, se observou pelas análises que o aço 1020 possui maior interação com os elétrons das ligas, tornando a eletrodeposição eficaz, obtendo uma boa aderência, e consequentemente alta resistência a corrosão em sua superfície; para o substrato aço inoxidável 316 se observou que não houve boa aderência da liga na superfície, obtendo baixo índice de resistência a corrosão. O substrato com melhor uniformidade em sua superfície foi o A.304, ele possui tratamento a corrosão.

O custo da aquisição do banho galvânico ZnNi é aproximadamente o dobro da aquisição do banho galvânico ZnFe, no entanto o banho ZnNi possui propriedades que aferem maior vida útil a superfície tratada.

Se determinou a partir das análises, que para o tratamento superficial de um concentrador solar, é o depósito de ZnNi, a inferir a superfície durabilidade, sob substrato de A.1020 ou de A.304, com espessura de 15 μm que fornece maior uniformidade e menor porosidade à superfície.

8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Se propõe realizar experimentos em campo com o coletor concentrador solar, validando os dados obtidos pelas amostras no tubo concentrador, a avaliar os fatores de rendimento térmico e de resistência a corrosão. A partir de uma galvanização com a liga ZnNi sob o substrato de Aço Inox 304, realizar análises em campo de rendimento térmico e de vida útil em sua superfície.

9. REFERÊNCIAS

- 1 - Pereira E.; Martins F.; Abreu S.; Ruther R.; **"Atlas Brasileiro de Energia Solar."**; 1ª edição São José dos Campos - SP; 2006
- 2 - Sade W., **"Produção de Superfícies Seletivas de Ni/NiO para aplicações em Coletores Solares."**; Tese de Doutorado-Belo Horizonte-BH, 2011.
- 3 - Suna Engenharia. Campina Grande-PB; 2017; [:>>http://www.sunaengenharia.com.br](http://www.sunaengenharia.com.br)
- 4 - Sillos R.; Castro E.; Manual Técnico - Tratamentos de Superfícies.; SurTec , 4ª Edição;Brasil 2012
- 5 - Dornelles K.A., **"Absorbância Solar de Superfícies opacas: métodos de determinação e base de dados para tintas látex acrílica e PVA."**; Tese de doutoradoCampinas-SP 2008;
- 6 - Silva Z. E.; **Notas de aula- Uso da Energia Solar na indústria.** Centro de Energias Alternativas e Renováveis - CEAR; UFPB; João Pessoa- Pb Brasil 2017
- 7 - ASTM B504-90; **"Standard Test Method for Measurement of Thickness of Metallic Coatings by the Coulometric Method."**; 2011.
- 8 - ASTM B633-15; **"Standard Specification for Electrodeposited Coatings of Zinc on Iron and Steel."** 2015.
- 9 - Incropera F. P.; **"Fundamentals of heat and mass transfer."**J. Wiley& Sons, USA, 1994.
- 10 - Wolyneec S. **"Técnicas Eletroquímicas em Corrosão."** - São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 2003.
- 11 - Motta R.; **"Apostila 8 Eletrodeposição de Zinco e suas Ligas."**; ABTS, São Paulo-SP
- 13 - [Http://www.dileta.com.br/galvanizacao-zinco-niquel](http://www.dileta.com.br/galvanizacao-zinco-niquel)
- 14 - Pereira E.; **"Desenvolvimento E Validação De Metodologia Analítica Para Quantificação De Urânio Em Compostos Do Ciclo Do Combustível Nuclear Por Espectroscopia No Infravermelho Com Transformada De Fourier (FTIR)."**; Tese de Doutorado, IPEN-USP- São Paulo- 2016
- 15 - Oliveira S.V., **"Análise no Infravermelho da Hidroxiapatita."** Universidade Federal de Campina Grande, VI Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, Campina Grande-PB 2010. [>>http://www.abcm.org.br/anais/conem/2010/PDF/CON10-1843.pdf](http://www.abcm.org.br/anais/conem/2010/PDF/CON10-1843.pdf)
- 16 - Figueira, L.; **"Espectroscopia Vibracional (No Infravermelho E Raman) E Espectrofotometria De Absorção Uv-Vis Dos Óleos De Buriti (Mauritia Flexuosa) E De Pataú (OenocarpusBataua)."**; Universidade Federal do Oeste do Pará, Brasil,2012.

- 17 - Mansur, H.; Pereira, M.; Oréface, R.; **"Biomateriais: Fundamentos E Aplicação."**; Cap. 7, V1, P185-236. 2005
- 18 - Marcomini R. F.; Souza D. M.; **"Microstructural and Electrical Features of Yttrium Stabilised Zirconia with ZnO as Sintering Additive."**; Cerâmica (2011), doi: 10.1590/S0366-69132011000100013.
- 19 - IMAGO® 2.4; **"IMAGO PETRO - Manual Científico."**; ESSS-Engineering Simulation and Scientific Software Ltda. Brasil - 2013.
- 20 - Dedavid B.; Gomes C.; Machado G.; **"Microscopia Eletrônica de Varredura- Aplicação e Preparação de amostras."**; ediPUCRS; Porto Alegre 2007
- 21 - Duarte, L. C.; **"Aplicação de MEV e EDS no estudo de gemas: exemplos brasileiros."**; UFRGS Paraná - RS. ISSN: 15182398; 2003
- 22 - Cruz H.; Gonzales C.; Juarez A.; **"Quantification of the microconstituents formed during solidification by the Newton thermal analysis method."**; Journal of Materials Processing Technology. V178, n 1-3, p128-134, 2006.
- 23 - Gentil, V. **"Corrosão."**; LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., ed. 4, Rio de Janeiro, 2002.
- 24 - Ponte H. A.; **Fundamentos Da Corrosão**; Notas Da Disciplina: Eletroquímica Aplicada e Corrosão TQ-417; UFPR, Paraná - Brasil
- 25 - ASTM G102-89 – **"Standard practice for calculation of corrosion rates and related information from electrochemical measurements."**; Reapproved 1994.
- 26 - ABNT/AISI/SAE - J.405; **"Chemical Compositions of SAE Wrought Stainless Steels."**; 1998.
- 27 - SAE J403- 201406; **"Chemical Compositions of SAE Carbon steels."**; 2014.
- 28 - Catálogo Gerdau; **"Manual dos aços."**; 2003; >>http://www.feis.unesp.br/Home/departamentos/engenhariamecanica/maprotec/catalogo_aços_gerdau.pdf
- 29 - ASTM G59-97; **"Standard Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements."**; 2004
- 30 - EC-LAB Software. **"Techniques and Applications."**; BioLogic Science Instruments. Version 10.37; 2014.
- 31 - Young, Hugh D., **University Physics**, 7th Ed. Table 15-5

32 - Leite J.G.; **Aplicação das Técnicas de Espectroscopia FTIR e de Micro Espectroscopia Confocal Raman à Preservação do Património**; Universidade do Porto;2008

33 - Silverstein R.M., Bassler G. C., Morrill C.T.; **Identificação Espectrométrica De Compostos Orgânicos**; 5ª edição, Cap 3.

34 - Queiroz M. B.; **Estudo Comparativo da Corrosão em Grades Utilizadas em Baterias de Chumbo-Ácido, Formadas em Processos de Fundição E Laminação**. Tese de Doutorado. Campina Grande-Pb; Brasil 2014.

APÊNDICES

Apêndice 1: Tratamento de Imagens pelo software IMAGO[®], nas imagens obtidas por Microscopia Óptica nas amostras eletrodepositadas com as ligas binárias ZnNi e ZnFe, sob os substratos A.304, A.316 e A.1020. A variar espessura do depósito e ampliação da lente óptica.

Apêndice 2: Dados da Técnica Eletroquímica Rp

Para a Técnica do Rp faz-se uma sequência de polarogramas para obtenção dos valores do potencial de corrosão e de resistência a corrosão. Na sequência para cada amostra tem-se Polarograma de Rp (I vs E), gráfico da análise Tafel Fit ($\log I$ vs E), e o gráfico da análise de Rp Fit (Linearização dos dados).

Apêndice 3: Dados da Técnica Eletroquímica Corrosimetria

Na sequência tem-se os polarogramas obtidos da varredura na superfície metálica sob condições severas de corrosão acelerada, cada varredura do polarograma da corrosimetria gera um ponto de resistência a corrosão, no decorrer do tempo se realizou 12 varreduras, gerando uma curva de Rp em função do tempo. A seguir os polarogramas de corrosimetria para cada amostra.

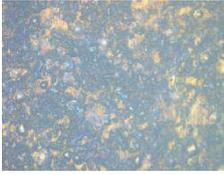
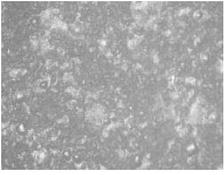
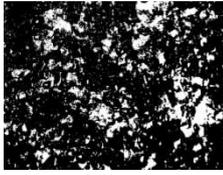
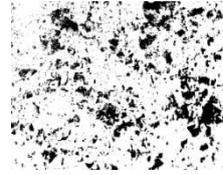
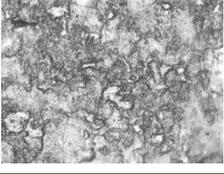
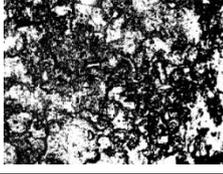
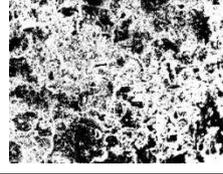
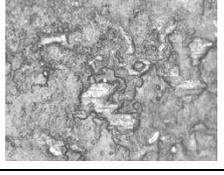
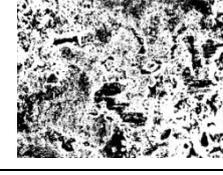
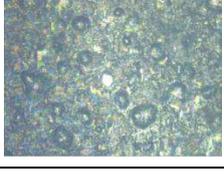
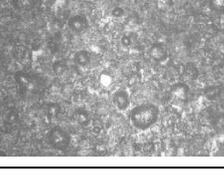
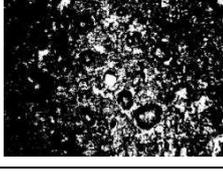
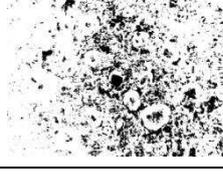
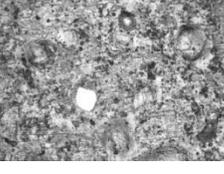
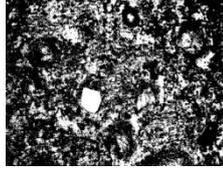
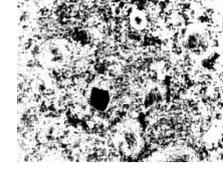
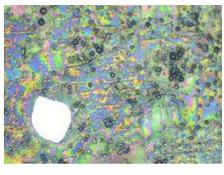
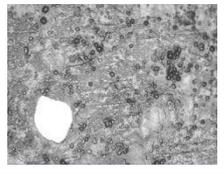
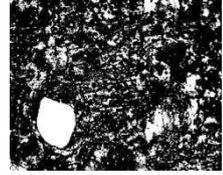
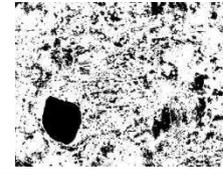
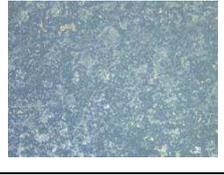
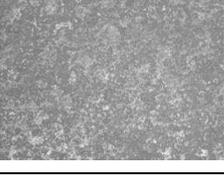
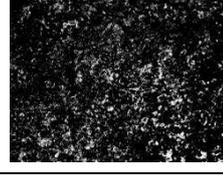
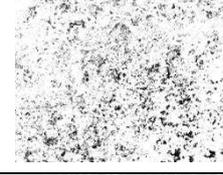
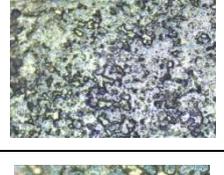
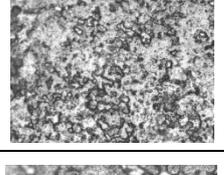
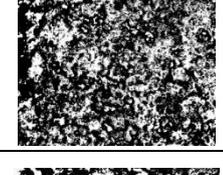
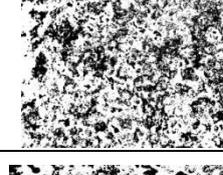
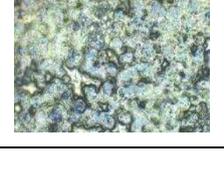
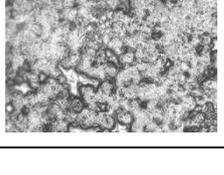
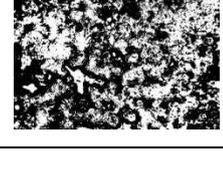
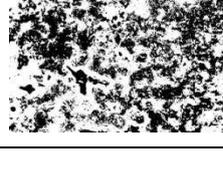
A1 - (a):Tabela de imagens das amostras de liga ZnFe aço 304, sob variadas espessuras (E) e variadas ampliações (A)

ZnFe	Imagem	Escala de cinza	Binarização	Binariz. Inversão
E-5 μ m A-5x				
E-5 μ m A-10x				
E-5 μ m A-20x				
E-10 μ m A-5x				
E-10 μ m A-10x				
E-10 μ m A-20x				
E-15 μ m A-5x				
E-15 μ m A-10x				
E-15 μ m A-20x				

A1 - (b):Tabela de imagens de Liga Tabela de imagens das amostras de liga ZnFe aço 316, sob variadas espessuras (E) e variadas ampliações (A)

ZnFe	Imagem	Escala de cinza	Binarização	Binariz. Inversão
E-5 μ m A-5x				
E-5 μ m A-10x				
E-5 μ m A-20x				
E-10 μ m A-5x				
E-10 μ m A-10x				
E-10 μ m A-20x				
E-15 μ m A-5x				
E-15 μ m A-10x				
E-15 μ m A-20x				

A1 - (c): Tabela de imagens das amostras de liga ZnFe aço 1020, sob variadas espessuras (E) e variadas ampliações (A)

ZnFe	Imagem	Escala de cinza	Binarização	Binariz. Inversão
E-5 μ m A-5x				
E-5 μ m A-10x				
E-5 μ m A-20x				
E-10 μ m A-5x				
E-10 μ m A-10x				
E-10 μ m A-20x				
E-15 μ m A-5x				
E-15 μ m A-10x				
E-15 μ m A-20x				

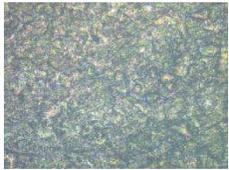
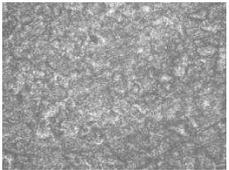
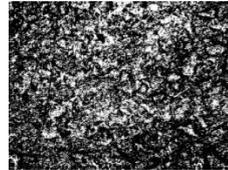
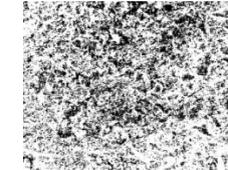
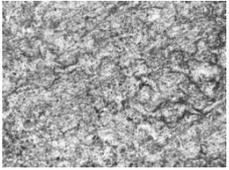
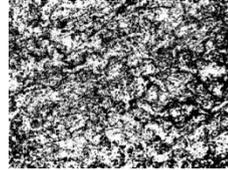
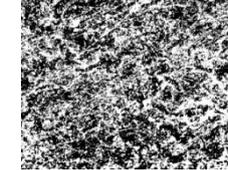
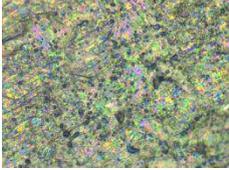
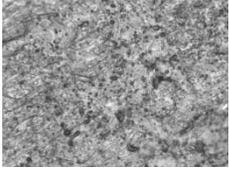
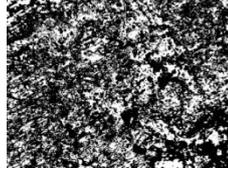
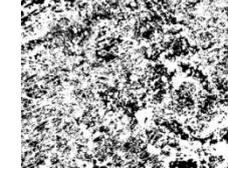
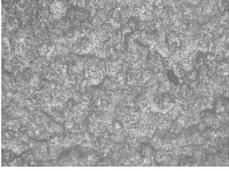
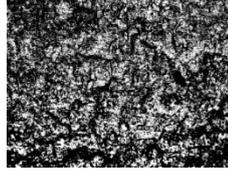
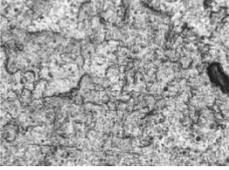
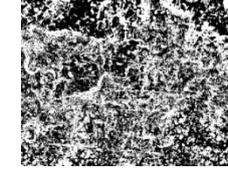
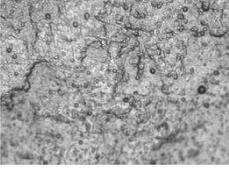
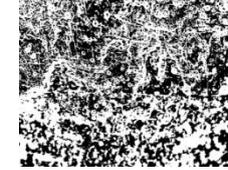
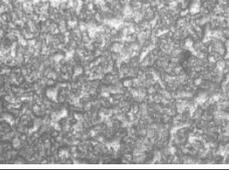
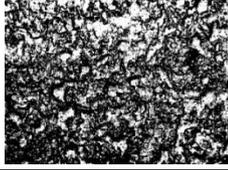
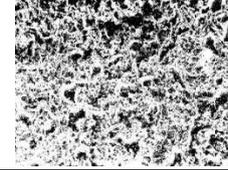
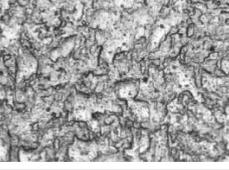
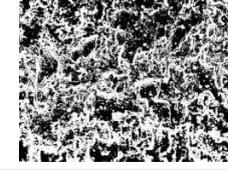
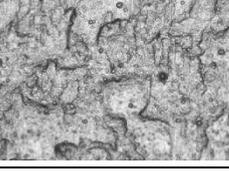
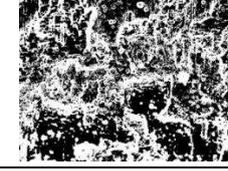
A1 - (d): Tabela de imagens das amostras de liga ZnNi aço 304, sob variadas espessuras (E) e variadas ampliações (A)

ZnNi	Imagem	Escala de cinza	Binarização	Binariz. Inversão
E-5 μ m A-5x				
E-5 μ m A-10x				
E-5 μ m A-20x				
E-10 μ m A-5x				
E-10 μ m A-10x				
E-10 μ m A-20x				
E-15 μ m A-5x				
E-15 μ m A-10x				
E-15 μ m A-20x				

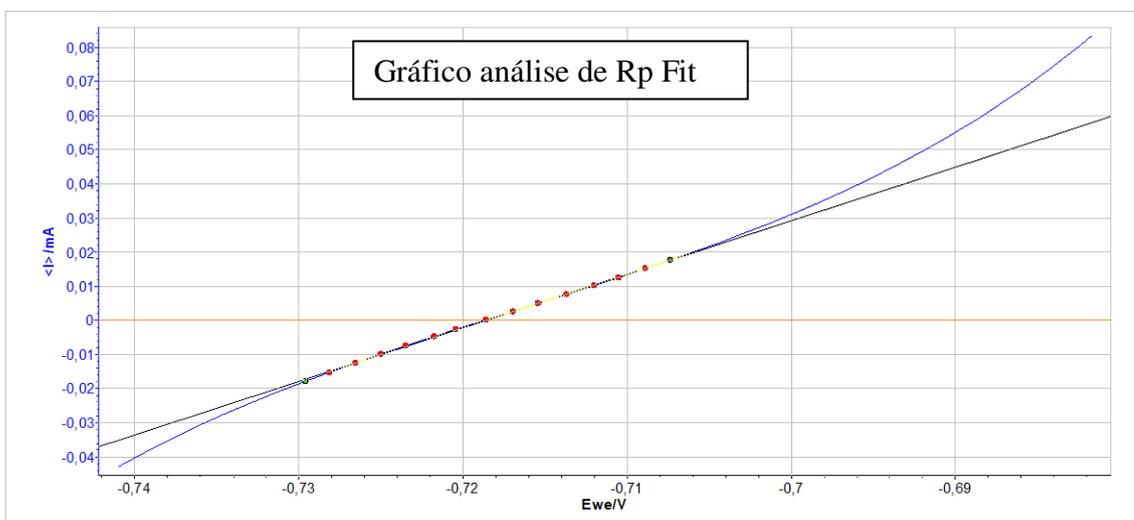
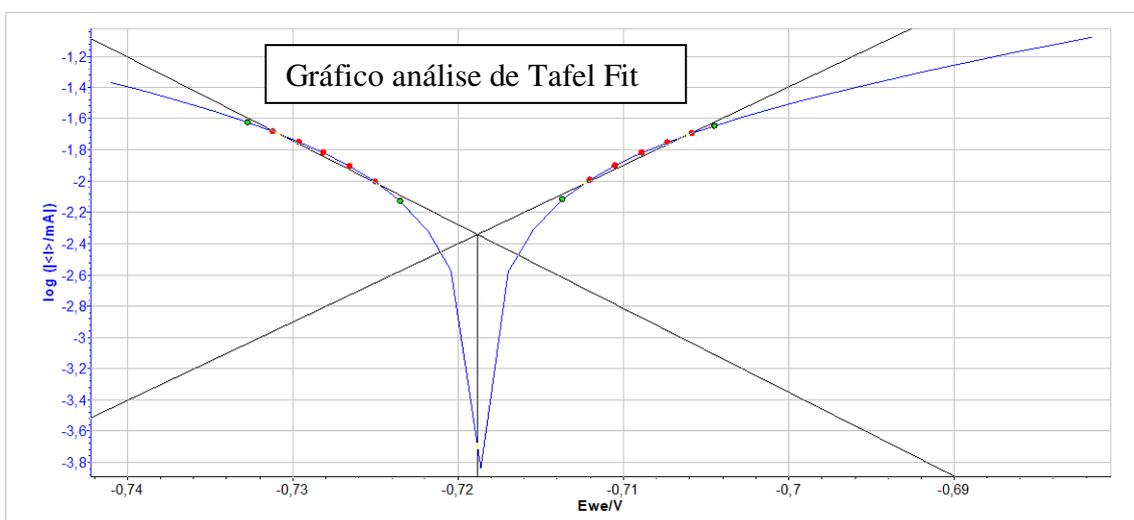
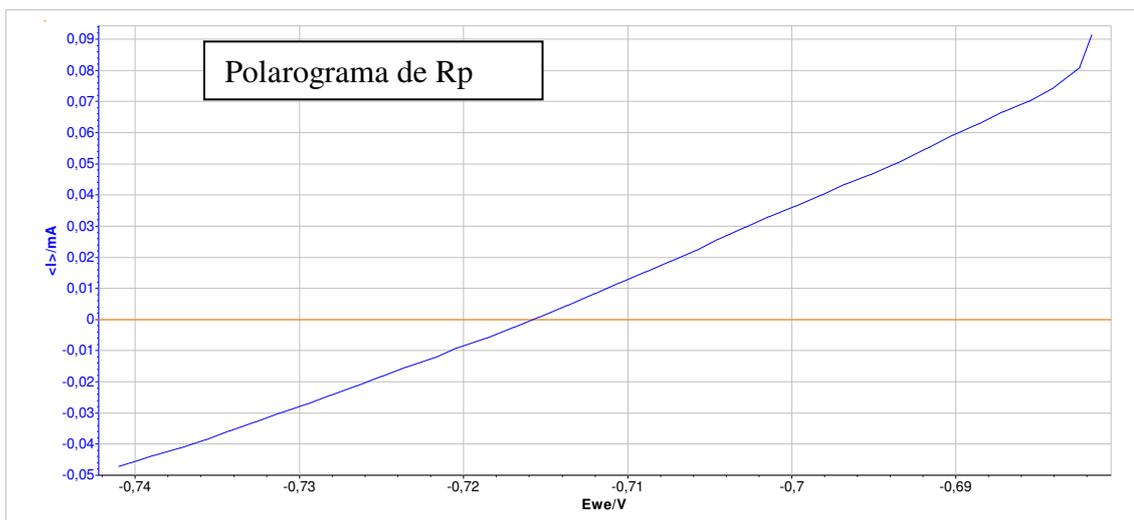
A1 - (e): Tabela de imagens das amostras de liga ZnNi aço 316, sob variadas espessuras (E) e variadas ampliações (A)

ZnNi	Imagem	Escala de cinza	Binarização	Binariz. Inversão
E-5 μ m A-5x				
E-5 μ m A-10x				
E-5 μ m A-20x				
E-10 μ m A-5x				
E-10 μ m A-10x				
E-10 μ m A-20x				
E-15 μ m A-5x				
E-15 μ m A-10x				
E-15 μ m A-20x				

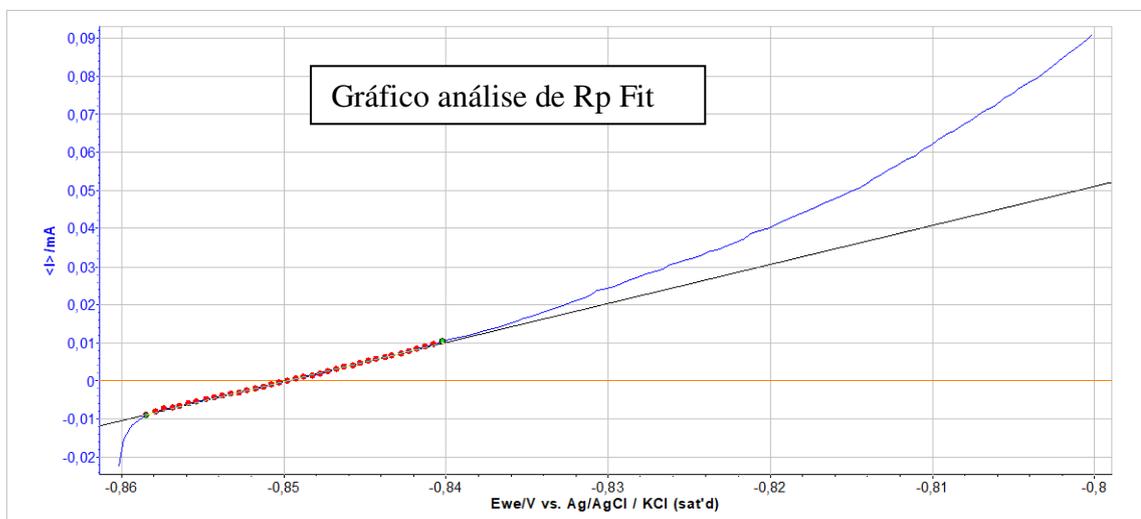
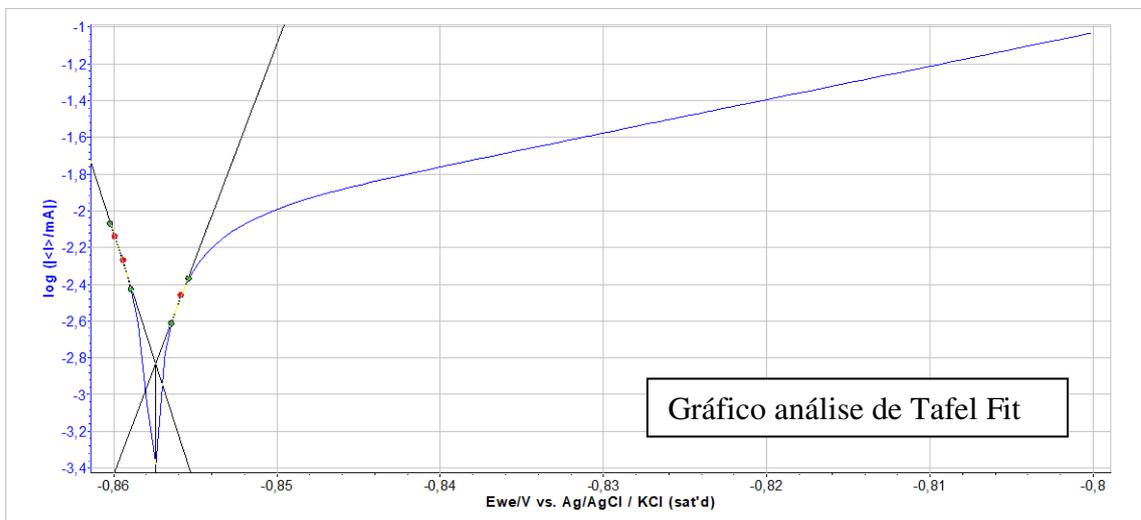
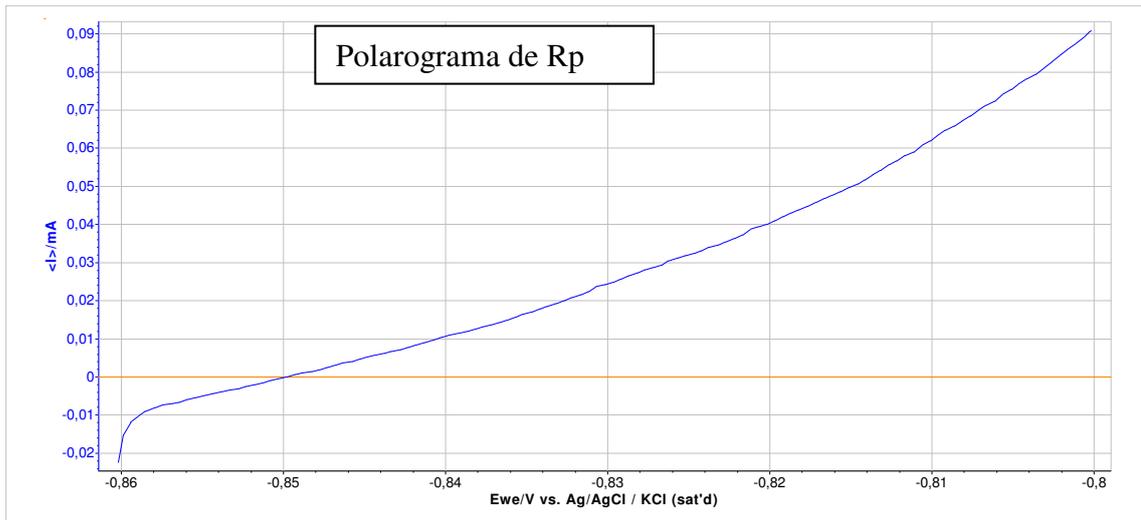
A1 - (f): Tabela de imagens das amostras de liga ZnNi aço 1020, sob variadas espessuras (E) e variadas ampliações (A)

ZnNi	Imagem	Escala de cinza	Binarização	Binariz. Inversão
E-5 μ m A-5x				
E-5 μ m A-10x				
E-5 μ m A-20x				
E-10 μ m A-5x				
E-10 μ m A-10x				
E-10 μ m A-20x				
E-15 μ m A-5x				
E-15 μ m A-10x				
E-15 μ m A-20x				

A2 - (a): Polarogramas da técnica eletroquímica Rp para amostra eletrodepositada com liga ZnNi em substrato Aço 316

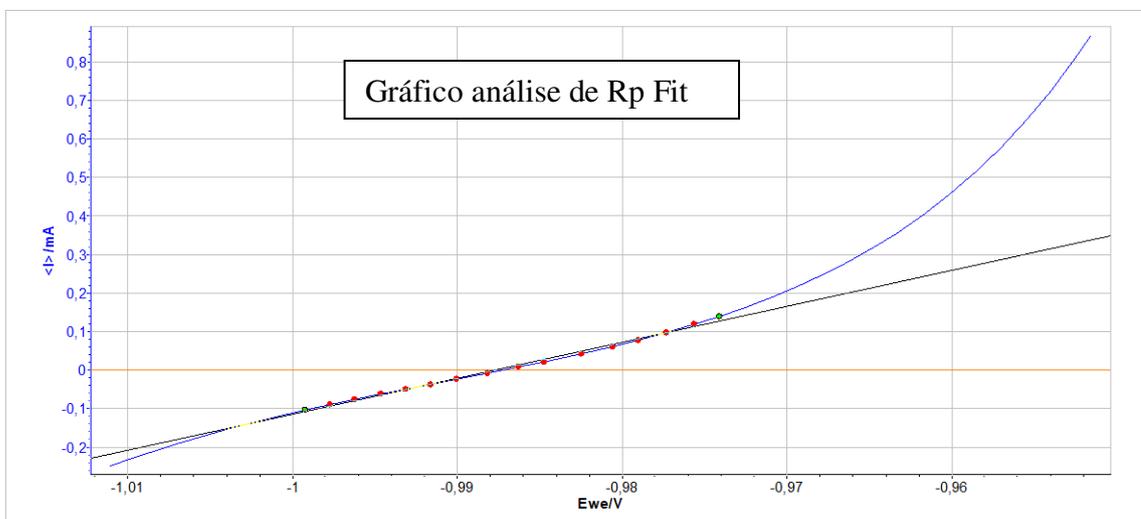
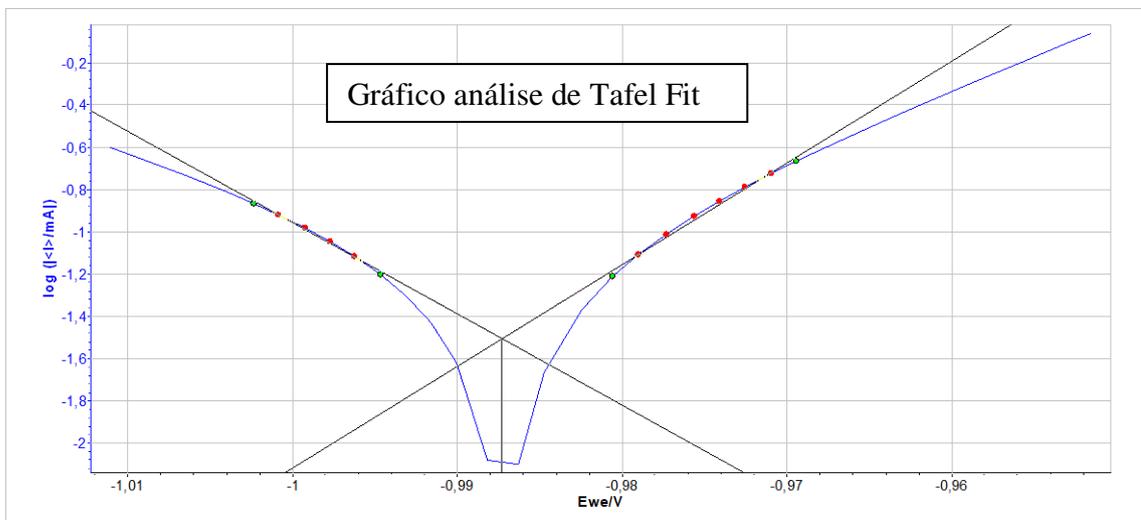
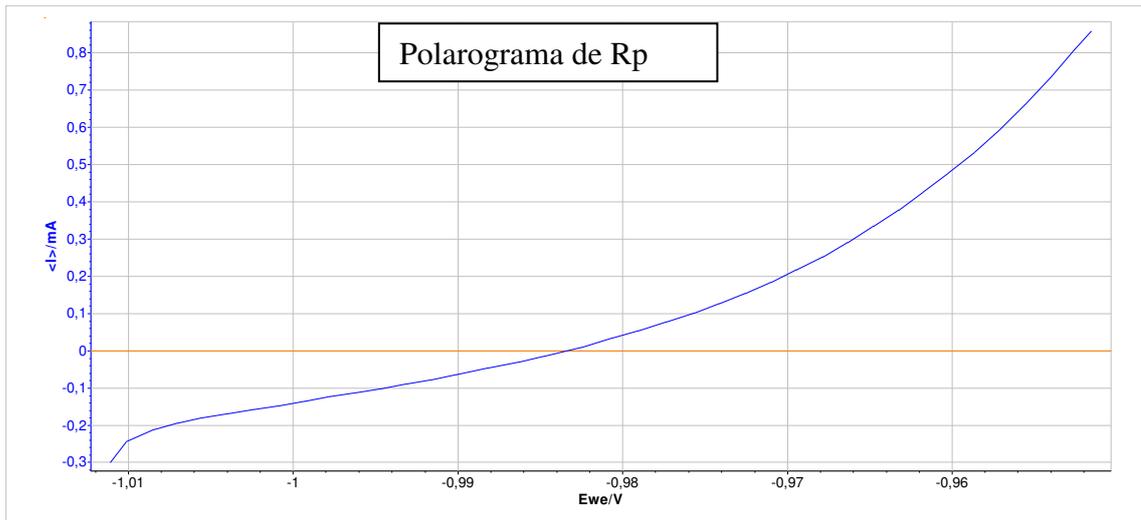


A2 - (b): Polarogramas da técnica eletroquímica Rp para amostra eletrodepositada com liga ZnNi em substrato Aço 1020

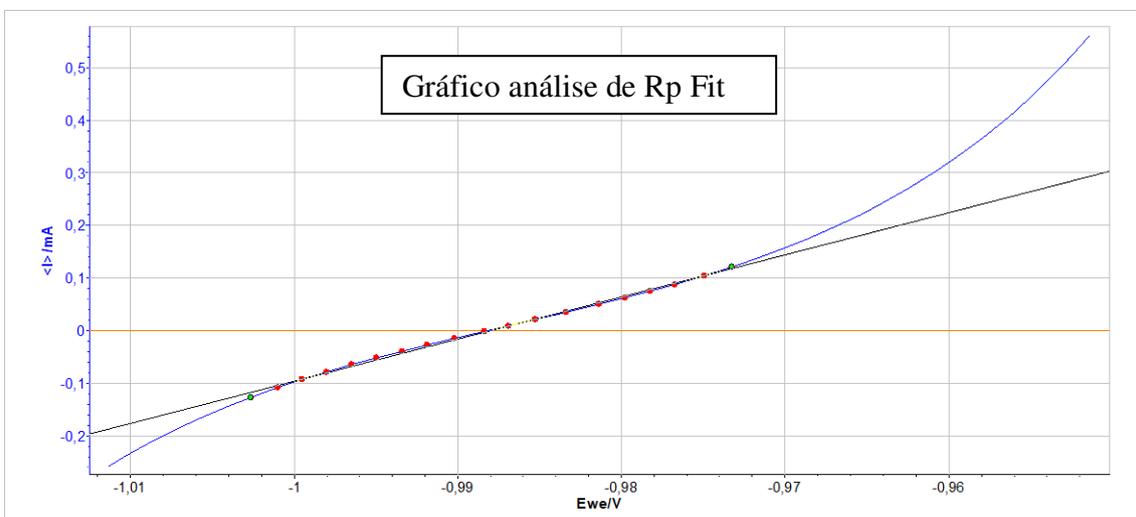
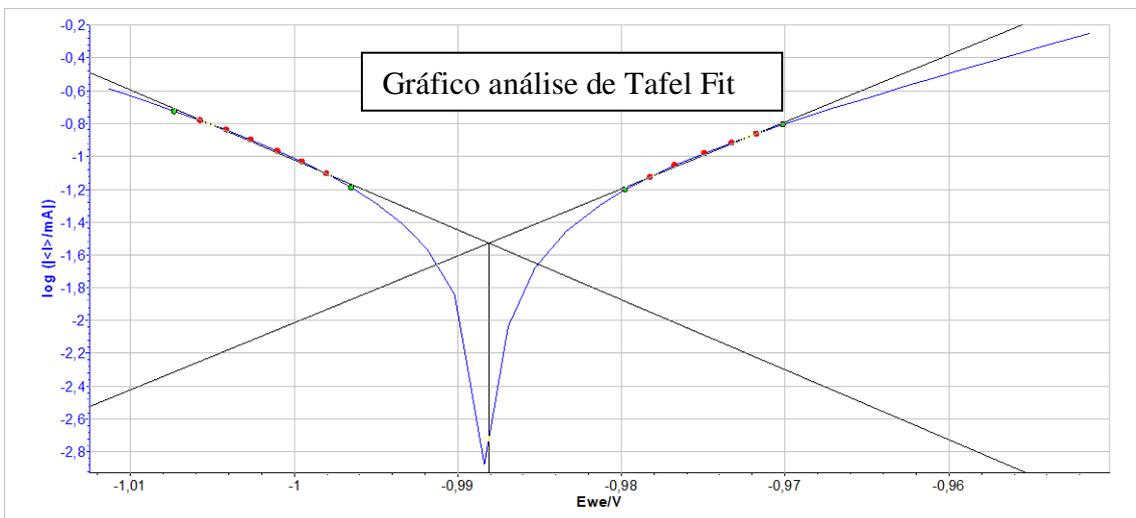
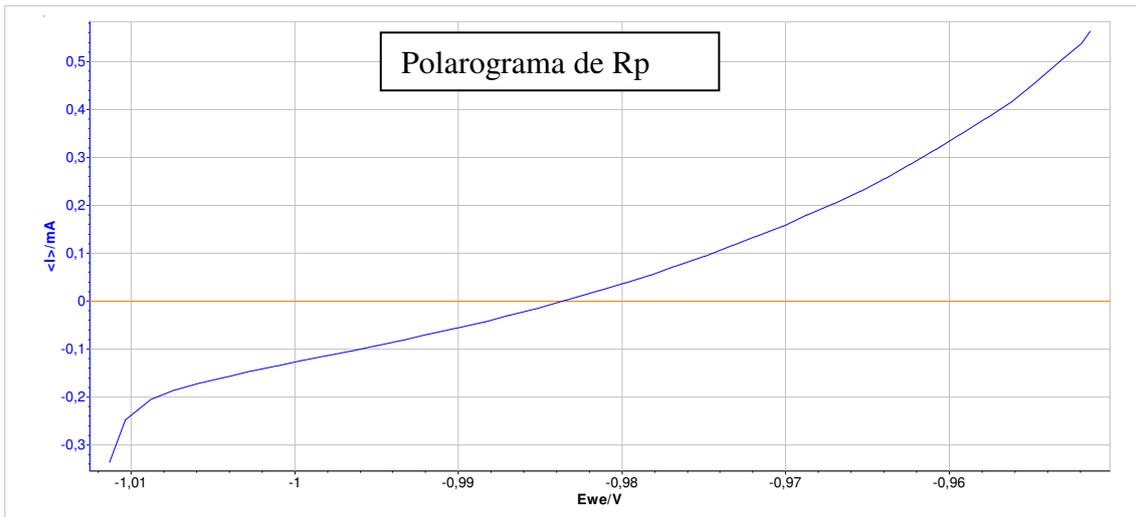


Rp

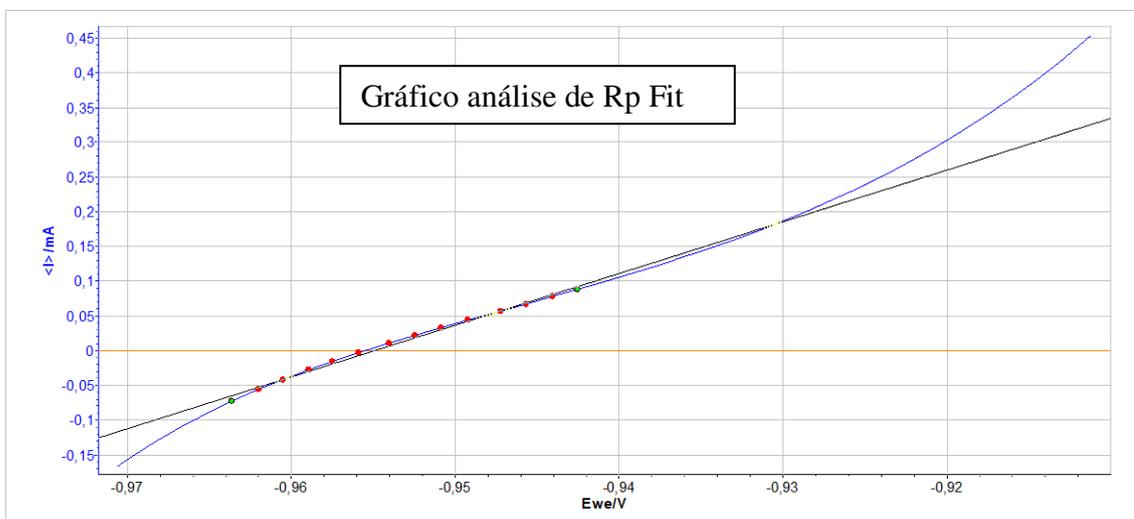
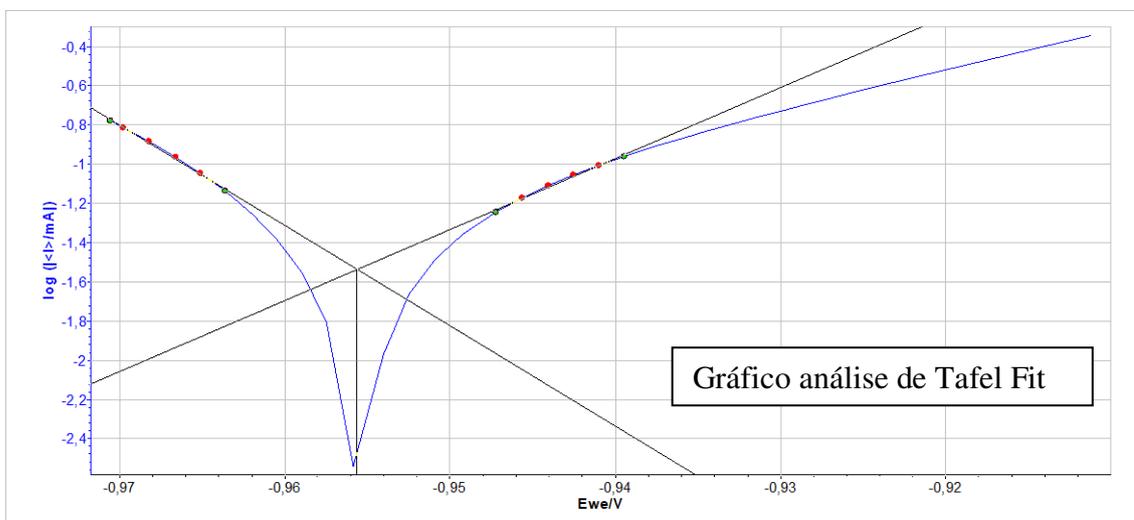
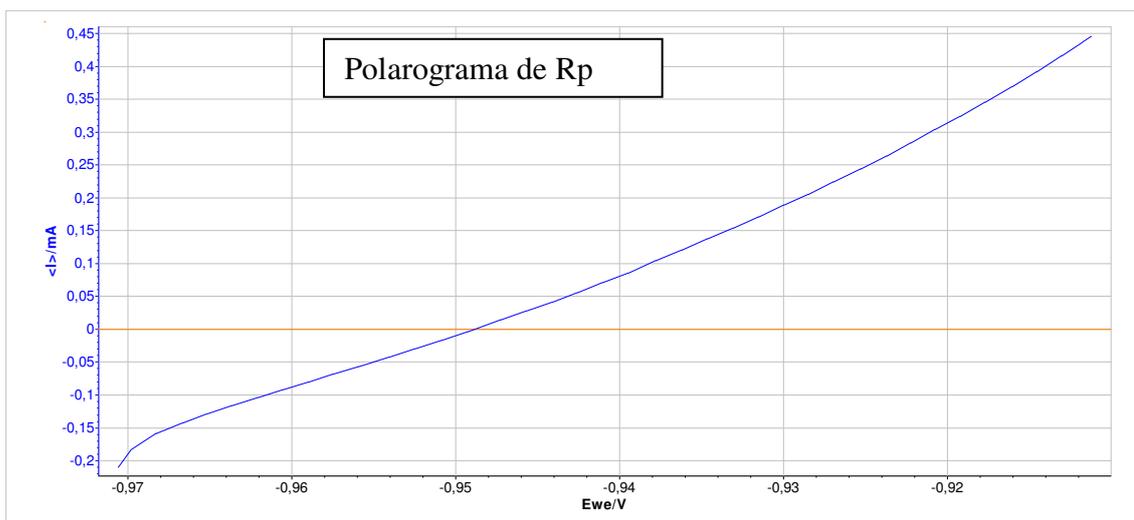
A2 - (c): Polarogramas da técnica eletroquímica Rp para amostra eletrodepositada com liga ZnFe em substrato Aço 304



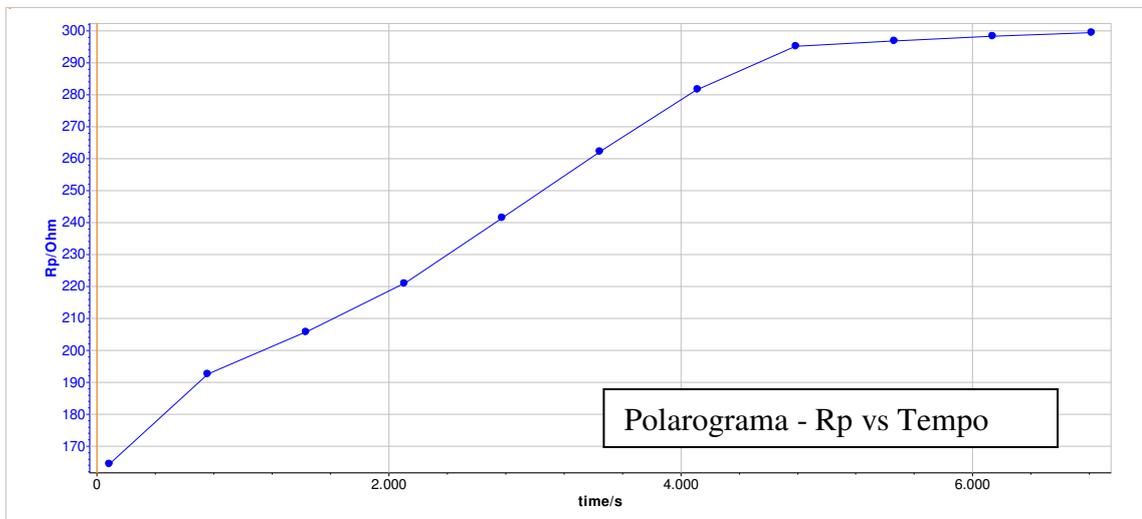
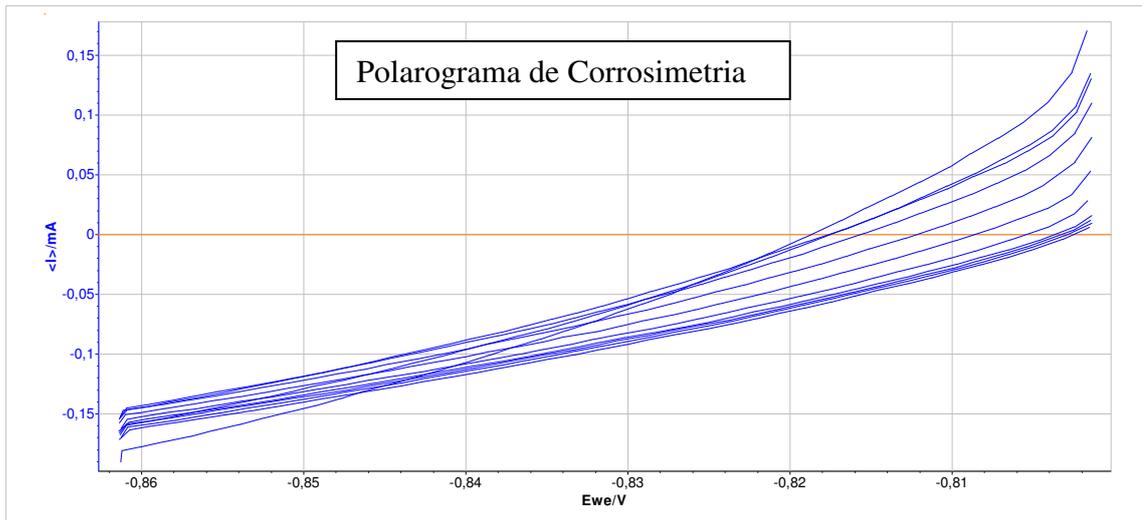
A2 - (d): Polarogramas da técnica eletroquímica Rp para amostra eletrodepositada com liga ZnFe em substrato Aço 316



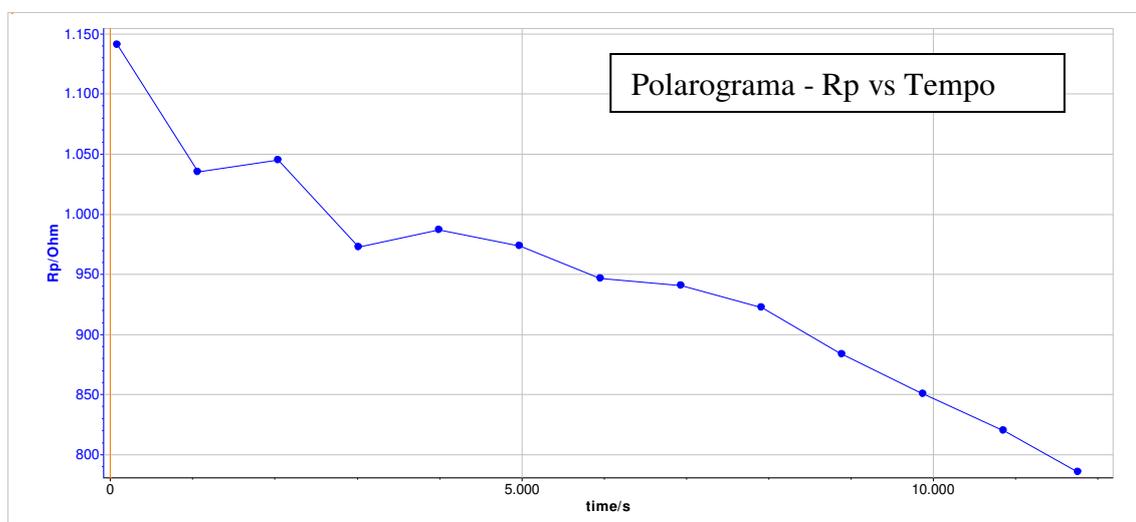
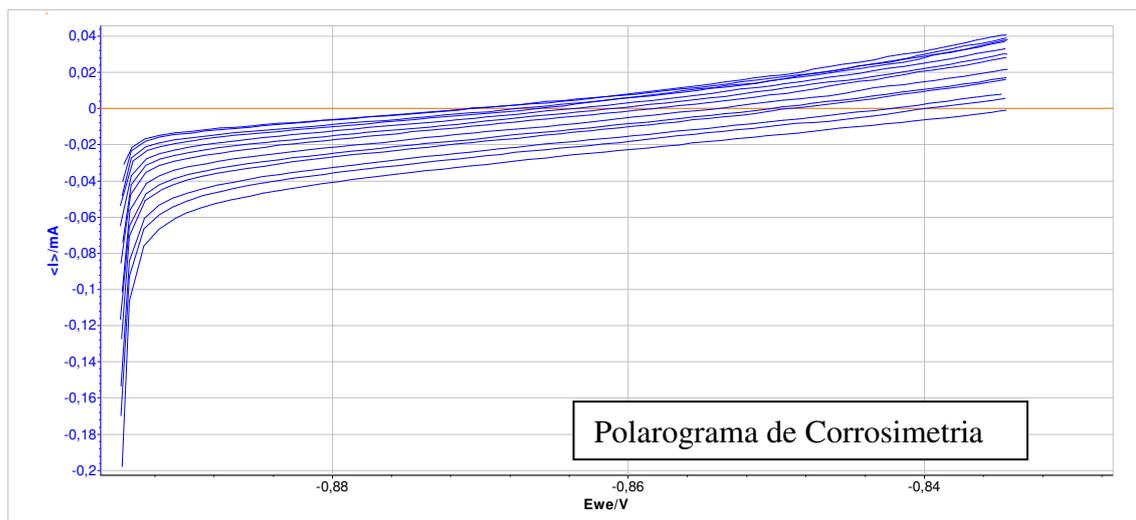
A2 - (e): Polarogramas da técnica eletroquímica Rp para amostra eletrodepositada com liga ZnFe em substrato Aço 1020



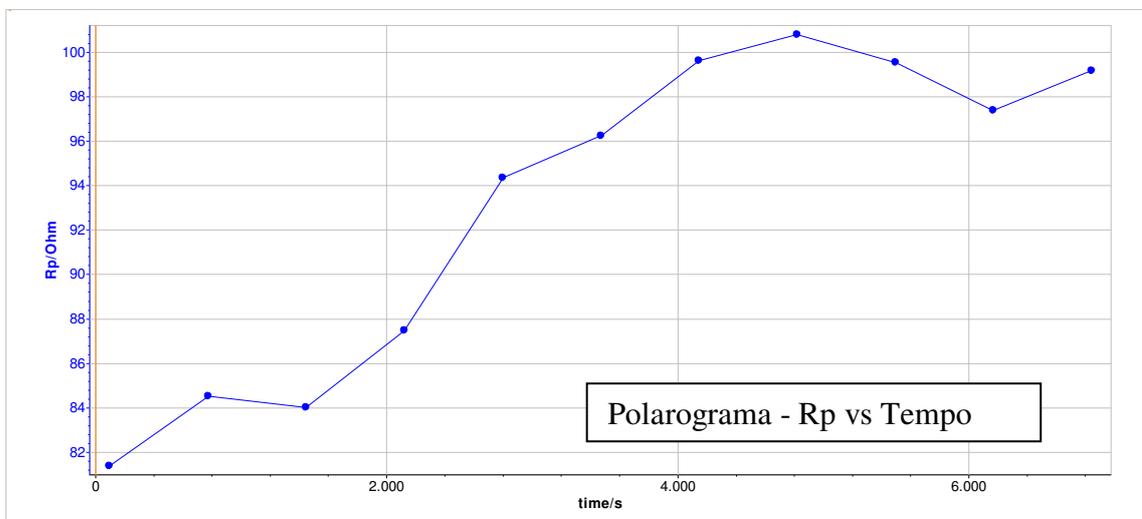
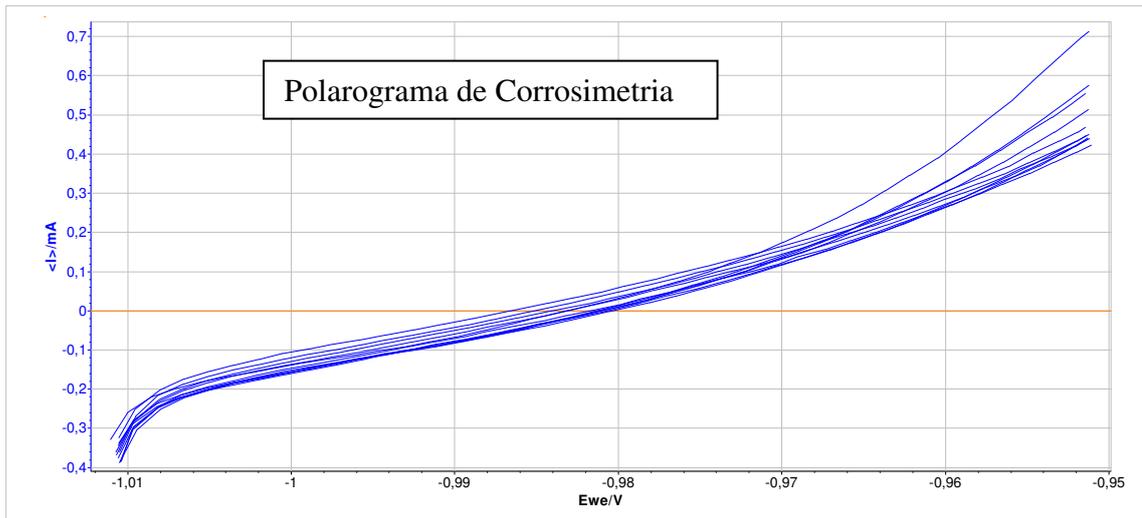
A3 - (a): Polarogramas da técnica eletroquímica Corrosimetria para amostra eletrodepositada com liga ZnNi em substrato Aço 316



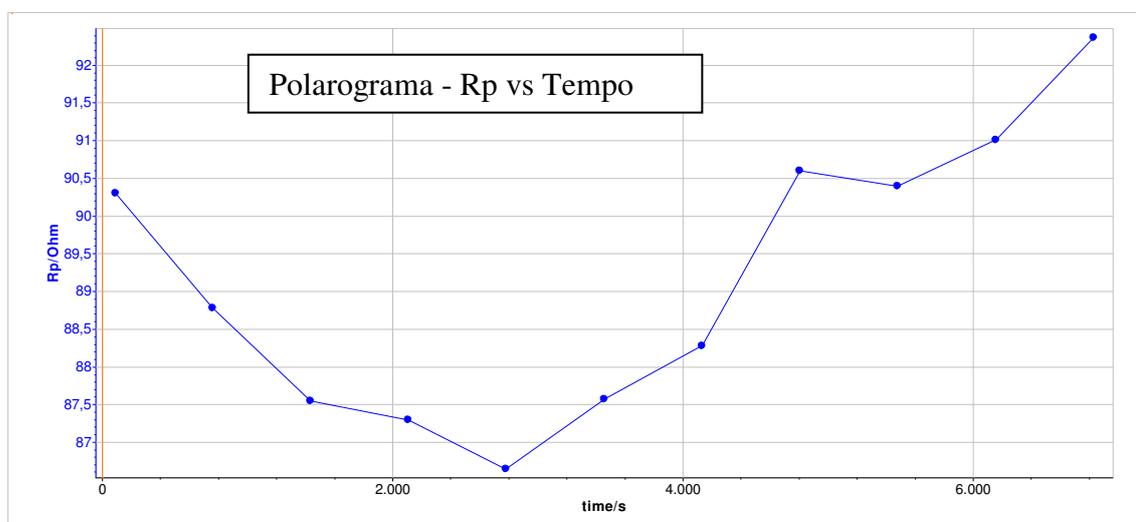
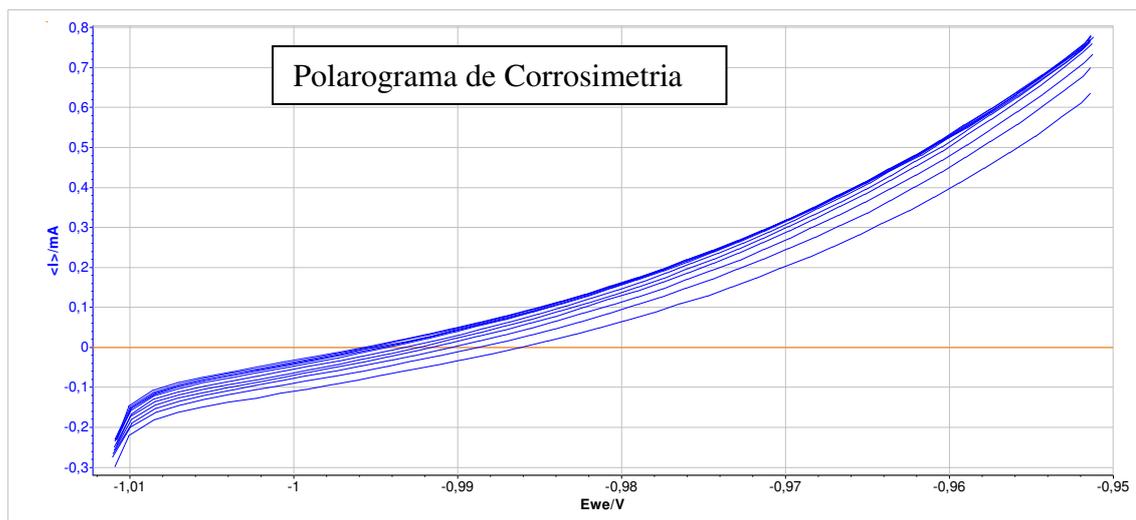
A3 - (b): Polarogramas da técnica eletroquímica Corrosimetria para amostra eletrodepositada com liga ZnNi em substrato Aço 1020



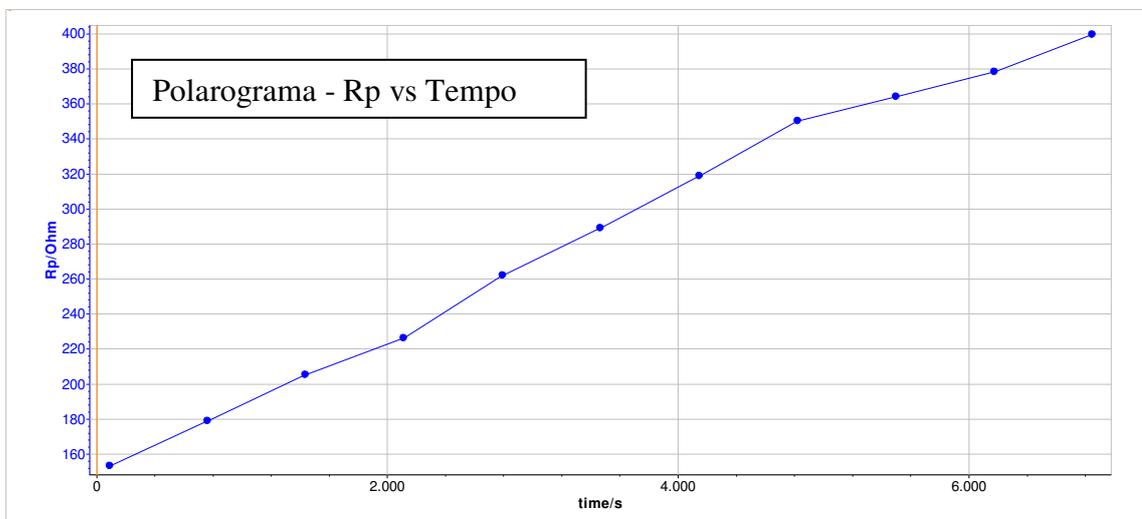
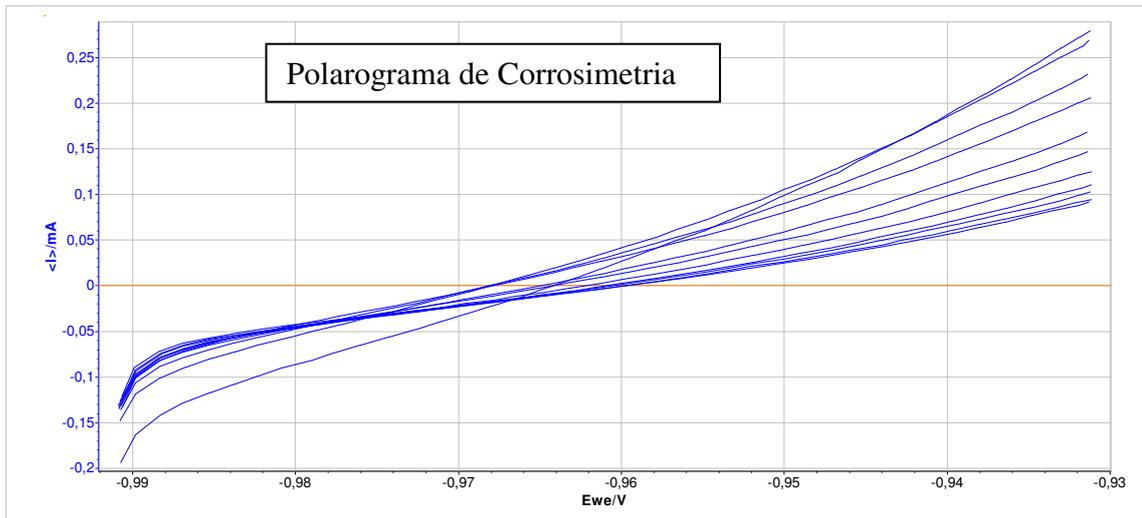
A3- (c): Polarogramas da técnica eletroquímica Corrosimetria para amostra eletrodepositada com liga ZnFe em substrato Aço 304



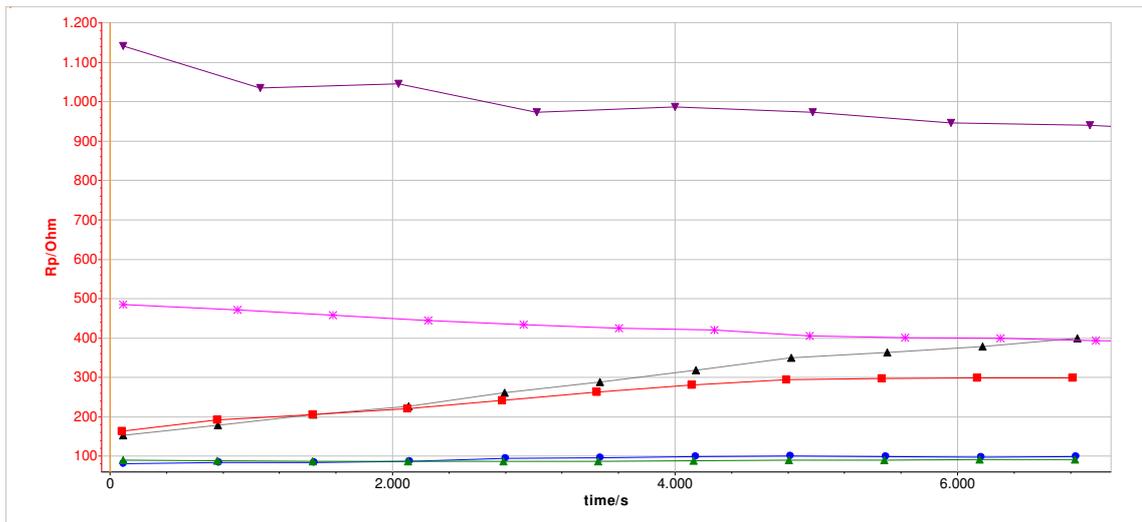
A3 - (d): Polarogramas da técnica eletroquímica Corrosimetria para amostra eletrodepositada com liga ZnFe em substrato Aço 316



A3- (e): Polarogramas da técnica eletroquímica Corrosimetria para amostra eletrodepositada com liga ZnFe em substrato Aço 1020



A3 - (f): Polarogramas da técnica eletroquímica Corrosimetria em comparação de todas as amostras ZnNi e ZnFe, R_p versus tempo.



Legenda:

- ▼ ZnNi A.1020
- * A.304
- ▲ A.316
- ZnFe A.1020
- A.304
- ▲ A.316

ANEXOS

Anexo 1: Boletim SurTec 712-B (Processo de ZnFe)

Anexo 2: Boletim SurTec 717 R(Rack) (Processo de ZnNí)

Anexo 3: Boletim SurTec 691 (Passivador para ZnFe)

Anexo 4: Boletim SurTec 696 (Passivador para ZnNí)

Anexo 5: Boletim SurTec 556 RT (Selante)

Anexo 6: Boletim SurTec 179-B (Desengraxante Eletrolítico)

Anexo 7: Boletim SurTec 185-B (Desengraxante Químico)

Anexo 8: Ativador Inox (composto por NiCl diluído em HCl)

Anexo 1: Boletim SurTec 712-B (Processo de ZnFe)



SurTec 712-B Processo de Zinco-Ferro Alcalino

1- DESCRIÇÃO

O SurTec 712-B é um processo de eletrodeposição de zinco-ferro de alto desempenho com poder de cobertura e dispersão de camada extremamente uniformes sendo o seu uso indicado tanto para banhos parados como para rotativos com camadas semi brilhantes, dúcteis completamente isenta de bolhas ou "blisters", mesmo com camadas altas.

No processo SurTec 712-B o teor de ferro pode ser ajustado entre 0,3 e 0,8 % e devido as camadas possuem alta permeabilidade ao hidrogênio, torna-o também adequado a deposição sobre peças que foram submetidas a tratamento térmico, facilitando a desidrogenização após a eletrodeposição.

Resistente ao condicionamento térmico, com proteção contra a corrosão, juntamente com a passivação trivalente de camada espessa SurTec 680 - Chromitierung.

A camada obtida é compatível com o processo SurTec 695 - Chromitierung Preto.

2- CONDIÇÕES GERAIS

2.1- Instruções Operacionais

Produtos para montagem dos Banhos		
	Parado	Rotativo
	Com Óxido de Zinco	
Óxido de Zinco	12,4 - 17,4 g/L	
Soda Cáustica	130 - 150 g/L	
	Com SurTec Solução AZ	
SurTec Solução AZ	133 - 137 mL/L	
Soda Cáustica	60 - 100 g/L	
	Produtos comuns as duas opções	
Carbonato de Sódio	20 - 40 g/L	---
SurTec 712-B Aditivo	20 - 25 mL/L	
SurTec 712-B E Fonte de Ferro	12 - 15 mL/L	
SurTec 712-B C Complexante	50 - 65 mL/L	
SurTec 712-B Abrilhantador	0,5 - 1,0 mL/L	
SurTec 700 L Purificador Especial	---	1,0 - 2,0 mL/L
	Valores Analíticos	
Zinco Metal	10 - 14 g/L	
Ferro Metal	180 - 225 mg/L	
Soda Cáustica	130 - 150 g/L	
Carbonato de Sódio	< 70 g/L	
	Dados Operacionais	
Temperatura	18 - 30 °C	
Densidade de Corrente Catódica	1 - 3 A/dm ²	0,8 - 1,5 A/dm ²
Relação anodo/catodo	1 - 2 : 1	0,5 - 1 : 1
Agitação	Catódica	Rotação
Camada depositada	0,25 µm/minuto usando 2 A/dm ²	
Eficiência de Corrente	40 - 60%	
Anodos	Chapas de ferro baixo carbono com níquel semi	

BT - SurTec 712-B

Página 1 de 11

Material do Tanque	Polipropileno ou ferro revestido com PP, PVC ou borracha
Filtração	Contínua, com 2 a 3 vezes o volume total do banho por hora
Refrigeração	Necessário para altas cargas, em teflon ou aço inox
Exaustão	Recomendada

2.1.1- Preparação do banho a partir de Óxido de Zinco

- 1- Fazer uma mistura com a soda cáustica e o óxido de zinco e adicionar aproximadamente 20 % do volume do tanque com água desmineralizada ou água de boa qualidade.
- 2- Agitar vigorosamente até dissolução dos produtos. Cuidado, neste ponto a solução fica muito quente, reação exotérmica.
- 3- Após a dissolução, adicionar água desmineralizada ou água de boa qualidade até aproximadamente 80 % do volume do banho e homogeneizar.
- 4- Analisar o carbonato de sódio, considerar que faltam 20 % de banho, e corrigir para o parâmetro de trabalho. Deixar esfriar até temperatura ambiente.
- 5- Fazer uma mistura à parte com o SurTec 712-B E Fonte de Ferro e com o SurTec 712-B C Complexante.
- 6- Adicionar esta mistura ao banho sob agitação.
- 7- Em seguida adicionar o SurTec 712-B Aditivo e SurTec 712-B Abrilhantador.
- 8- Para banhos rotativos, adicionar a quantidade calculada de SurTec 700 L Purificador Especial sob suave agitação e manter esta para homogeneização do produto.
- 9- Completar para o volume final com água desmineralizada ou água de boa qualidade e agitar bem para homogeneização.

2.1.2- Preparação do banho a partir de SurTec Solução AZ

- 1- Adicionar ao tanque de trabalho previamente limpo, 20 % do volume com água desmineralizada ou água de boa qualidade e adicionar a quantidade necessária de SurTec Solução AZ para a montagem do banho e homogeneizar.
- 2- Adicionar a quantidade complementar de soda cáustica. Esta soda pode ser na forma de escama ou soda líquida a 50 %. Fazer a adição sob agitação. Cuidado pois a reação é exotérmica.
- 3- Repetir os itens 3; 4; 5; 6; 7; 8 e 9 conforme citado em 2.1.1.

2.1.2.1- Concentração SurTec Solução AZ

Para efeito de cálculo, o SurTec Solução AZ contém 75 g/L de zinco metal e 370 g/L de soda cáustica.

2.1.3- Preparação do banho a partir de Anodos de Zinco

- 1- Em tanque de ferro a parte, previamente limpo, preparar solução de soda a 300 g/L e adicionar os anodos de zinco em cestos de ferro para a dissolução.
- 2- Monitorar a dissolução do zinco através de análises até que a concentração de zinco seja coerente com o processo.
- 3- Repetir os itens 3; 4; 5; 6; 7; 8 e 9 conforme citado em 2.1.1.

2.1.3.1- Notas

A dissolução pelo efeito pilha galvânica tem sua melhor eficiência quando a área de ferro que estará em contato com o anodo de zinco for de 3 a 5 vezes maior.

A preparação com utilização de anodos na forma de bolas é indicada, pois a dissolução depende da área de zinco submersa e não do peso.

BT - SurTec 712-B

Página 2 de 11

Anexo 2: Boletim SurTec 717 R(Rack) (Processo de ZnNi)

Protection upgraded



SurTec 717 R (Rack) Processo de Zinco-Níquel Alcalino

Propriedades

- Adequado para aplicação em gancheira;
- Tolerar altas temperaturas;
- Alto limite de queima;
- Atinge distribuição metálica superior;
- Produz depósitos com ligas de zinco-níquel uniformes com 12-15% de níquel na camada e faixa da densidade de corrente entre 1 a 4 A/dm²;
- Deposição de camada homogênea de grão refinado, de semi-brilhante à brilhante;
- Processo alcalino com alta eficiência de corrente (50-60%);
- IMDS nº: 736126

Aplicação

O SurTec 717 R é aplicado em sistema de gancheira.

O processo inclui os seguintes produtos:

- SurTec 717 I - Aditivo que controla a distribuição de camada e a composição da liga;
- SurTec 717 II - Abrilhantador que fornece o brilho ao depósito e é dosado opcionalmente e somente se for necessário de acordo com testes de célula de Hull;
- SurTec 717 LCD - Booster que é usado como um abrilhantador secundário e atua em área de baixa densidade de corrente;
- SurTec 717 Ni - Solução concentrada de níquel para montagem e manutenção do processo contendo 100 g/L de níquel e é necessária manter a concentração de níquel constante;
- SurTec 717 R-C - Contém o agente complexante que controla a composição da liga na camada;
- SurTec 700 EN - Eletrólito de zinco de sódio, 3x concentrado (contendo 30 g/L de Zn e 365 g/L de NaOH) para montagem inicial do banho;
- SurTec 717 CA - Aditivo corretivo especialmente necessário para trabalhar em altas temperaturas;
- SurTec 700 R - Condicionador que é adicionado ao eletrólito somente se estiver utilizando anodos de aço.

Valores para Montagem:

SurTec 700 EN	300 mL/L
SurTec 717 I	4 mL/L (3 - 8 mL/L)
SurTec 717 LCD	0,5 mL/L (0,2 - 1,0 mL/L)
SurTec 717 Ni	22 mL/L (20 - 30 mL/L)
SurTec 717 R-C	70 mL/L (60 - 80 mL/L)
SurTec 700 R (para anodos de aço)	10 mL/L (0 - 40 mL/L)
SurTec 717 CA	1 - 10 mL/L

BT - SurTec 717 R

Página 1 de 10



SurTec 717 II 0 - 2 mL/L

Valores analíticos:

Zinco	8 g/L (7 - 9 g/L)
Níquel	2,2 g/L (2 - 3 g/L)
Hidróxido de Sódio (NaOH)	135 g/L (125 - 145 g/L)
Carbonato de Sódio (Na ₂ CO ₃)	30 g/L (máximo 70 g/L)
Sulfato de Sódio (Na ₂ SO ₄)	10 g/L (máximo 30 g/L)

Passos para a Montagem:

1. Adicionar no tanque de trabalho previamente limpo a quantidade calculada de SurTec 700 EN.
2. Adicionar NaOH adicional (aproximadamente 40 g/L).
3. Diluir com água deionizada até aproximadamente 80% do volume final, agitar e misturar muito bem. Antes da adição dos aditivos tenha certeza que a temperatura do eletrólito não esteja acima de 30°C.
4. Adicionar a quantidade calculada de SurTec 717 R-C lentamente e sob agitação.
5. Misture o banho por pelo menos 30 minutos (ex.: bomba filtro).
6. Vagarosamente adicionar SurTec 717 Ni sob agitação e homogeneizar bem a solução.
7. Adicionar a quantidade calculada de SurTec 717 I e SurTec 717 LCD e agitar bem a solução.
8. Se estiver utilizando anodos de aço, adicionar 10 mL/L de SurTec 700 R.
9. Preencher até o volume final do tanque com água deionizada.
10. Agitar o banho e filtrar por, no mínimo, 1 hora.
11. Eletrolisar até atingir 8 g/L de zinco e iniciar operação com gerador externo de zinco para manter a concentração constante.

Dados Operacionais:

Temperatura	28 °C (25 - 35 °C) A temperatura selecionada deve ser mantida o mais exata possível, ideal = 1°C.
Densidade de corrente	2 A/dm ² (1 - 4 A/dm ²)
Eficiência catódica	50 - 60% (dependendo da densidade da corrente e da temperatura do banho)
Velocidade de deposição	0,2 µm/min a 2 A/dm ²
Agitação	Forte agitação por euductors "Venturi" é necessária.
Material do Tanque	Polipropileno ou aço revestido com PP, PVC ou borracha
Filtração	Contínua, entre 2-3 vezes do volume total do banho por hora. Tamanho do poro: 10-50 µm
Aquecimento/resfriamento	Necessário; de teflon ou aço inoxidável
Exaustão	Recomendado para proteção dos funcionários
Nota	Remover carbonatos e sulfatos regularmente.

Seqüência de processo recomendado (para peças de ferro)

1. Desengraxe quente com SurTec 188
2. Decapagem com ácido clorídrico com SurTec 420 (novo) ou SurTec 424 (para aço endurecido)
3. Desengraxe anódico eletrolítico com SurTec 177
4. Neutralização com SurTec 484
5. Eletrodeposição em Zn/Ni processo SurTec 717 R
6. Ativação com ácido clorídrico com pH 1,8-2,5

BT - SurTec 717 R

Página 1 de 10



Anexo 3: Boletim SurTec 691 (Passivador para ZnFe)

SurTec 691 Passivador Preto Trivalente para Zinco Alcalino



1- DESCRIÇÃO

- Passivação preta livre de Cr(VI), a base de Cr(III);
- Especialmente desenvolvido para aplicação em tambor rotativo;
- Produz camadas de conversão pretas e uniformes sobre zinco com eletrólitos alcalinos;
- Excelente proteção contra corrosão e resistência a atrito, comparado a passivações hexavalentes;
- Usado em equipamento convencional;
- Fácil tratamento de efluente.

2- CONDIÇÕES GERAIS

2.1- Instruções Operacionais

Aplicação por	Tambor Rotativo
Produtos para Montagem dos Banhos	
SurTec 691 I	7 - 8% v/v. Ideal 8% v/v
SurTec 691 II	1,5 - 3% v/v. Ideal 2% v/v
Valores Analíticos	
Cromo	2,27 - 2,92 g/L; ideal 2,60g/L
pH	2,0 - 2,5; ideal 2,3
Dados Operacionais	
Tempo de Imersão	20 - 40 s; ideal 30 s
Agitação	Rotação do Tambor
Temperatura	15 - 35 °C; ideal 25 °C
Material do Tanque	PVC, polipropileno (PP) ou polietileno (PE)
Exaustão	Recomendada por questões ambientais

2.1.1- Produtos do Processo

- SurTec 691 I: Solução contendo íons cromo. É usada somente na montagem de banhos novos de passivação.
- SurTec 691 II: Aditivo de montagem e principal responsável pela aparência preta da camada.
- SurTec 691 III: Aditivo de manutenção responsável pela estabilidade da cor preta do depósito. Deve ser adicionado em conjunto com as adições de SurTec 691 IV.
- SurTec 691 IV: Solução contendo cromo para manutenção do processo.

2.1.2- Preparação do Banho

- 1- Em um tanque previamente limpo adicionar a quantidade calculada de SurTec 691 I.
- 2- Diluir até 90% do volume final com água desmineralizada ou deionizada ou destilada e agitar para homogeneização da solução.
- 3- Adicionar a quantidade calculada de SurTec 691 II, lentamente e sob agitação contínua.
- 4- Acertar o volume do tanque até volume final com água desmineralizada ou deionizada ou destilada e agitar para homogeneização da solução.
- 5- Verificar o valor de pH e se necessário ajustar para a faixa especificada.

2.1.3- Sequência Operacional

- 1- Eletro deposição de zinco alcalino SurTec 704 mínimo 8 µm.
- 2- Lavagem em cascata
- 3- Ativação em ácido nítrico 0,5% v/v, pH 1,4 a 2,0 por 5 a 10 segundos
- 4- Lavagem
- 5- Imersão em passivador preto trivalente SurTec 691
- 6- Lavagem em cascata
- 7- Imersão em pós dip SurTec 544 ou SurTec 555 S
- 8- Secagem a quente, 40 - 70 °C, melhor 60 °C.

2.1.3.1- Lavagens

Os sistemas de lavagens devem ser definidos e adaptados para cada linha operacional.

2.2- Manutenção

A fim de se obter maior uniformidade na camada depositada, a concentração do banho e o pH deverão ser determinados com frequência pré-estabelecida, e corrigidos para os parâmetros de trabalho. Para a determinação da concentração, usar o método de análise descrito no item 2.3 deste boletim.

Recomendamos analisar periodicamente o banho através de absorção atômica para determinação de metais estranhos ao processo que podem causar redução de eficiência em termos de acabamento superficial e resistência à corrosão:

Contaminantes Metálicos	Concentração
Zinco	máximo 15 g/L
Ferro	máximo 200 mg/L
Cobre	máximo 5 mg/L

2.2.1- Cromo Trivalente - SurTec 691 IV

A concentração de cromo trivalente no processo, para um banho montado com 8% v/v de SurTec 691 I deve ser de 2,60 g/L, e é mantida por adições de SurTec 691 IV, que além do cromo trivalente, contém inibidores de corrosão e agentes complexantes numa proporção correta para a manutenção do processo.

Para cada 0,1 g/L de Cromo a ser corrigido, ou seja, abaixo do parâmetro, adiciona 3,27 mL/L de SurTec 691 III.

2.2.2- pH

O pH do banho normalmente se eleva com o trabalho, e deve ser mantido entre 2,0 a 2,5.

Verificar o pH do banho após as adições de reforço feitas com o SurTec 691 IV, sendo que estas adições baixam o valor de pH, mas de uma forma geral, não é suficiente para mantê-lo na faixa indicada. Outro fator que pode interferir no valor de pH é a ocorrência de arraste dos banhos alcalinos para a solução de passivação, sua acidez será neutralizada e resultará em desbalançamento do cromo trivalente e acidez.

Para baixar o valor de pH adicionar solução de ácido nítrico 50% v/v. Para elevar seu valor usar solução de soda a 35% p/v.

Somente em situações onde o valor de pH da solução de passivação já estiver muito baixo, por exemplo, entre 1,8 a 2 unidades, recomendamos que a manutenção da concentração de cromo seja feita com SurTec 691 I ao invés de SurTec 691 IV, ou de uma mistura de ambos (10 mL/m² de SurTec 691 I + 30 mL/m² SurTec 691 IV).

Anexo 4: Boletim SurTec 696 (Passivador para ZnNi)

SurTec 696 Passivador Preto Trivalente para Zn-Ni



1- DESCRIÇÃO

- Passivação preta livre de Cr(VI), a base de Cr(III);
- Produz superfícies pretas uniformes;
- Para camadas eletro depositadas de zinco-níquel com níquel entre 12 a 15%;
- Pode ser usado em aplicações por gancheira ou tambor rotativo;
- Ótima resistência contra corrosão com respectivo pós-tratamento, também após tratamento térmico a 120 °C por 24 horas;
- Baixa temperatura de trabalho, entre 22 a 35 °C;
- Banho com vida útil longa;
- Boa aderência e resistência a risco;
- IMDS: 1223017.

2- CONDIÇÕES GERAIS

2.1- Instruções Operacionais

Produtos para Montagem dos Banhos	
SurTec 696	8 - 11% v/v, ideal 10% v/v
Valores Analíticos	
SurTec 696	8 - 11% v/v, ideal 10% v/v
pH	1,5 - 2,0; ideal 1,6
Dados Operacionais	
Temperatura	22 - 35 °C; ideal 25 °C
Tempo de Imersão	70 - 120 segundos; ideal 90 segundos
Material do Tanque	PVC, polipropileno (PP) ou polietileno (PE)
Aquecimento	Sistema de resistências revestidas de teflon ou PVDF, com controle automático de temperatura
Agitação	Para gancheira agitação do eletrólito ou agitação a ar. Para tambor rotativo, rotação do tambor
Exaustão	Recomendada por questões ambientais

2.1.1- Preparação do Banho

- 1- Em um tanque previamente limpo adicionar a quantidade calculada de SurTec 696.
- 2- Diluir até volume final com água desmineralizada ou deionizada ou destilada e agitar para homogeneização da solução.
- 3- Verificar o valor de pH e se necessário ajustar para a faixa especificada.
- 4- Verificar a temperatura e ajustar, se necessário.

2.1.2- Sequência Operacional

- 1- Eletro deposição de zinco-níquel SurTec 715-B ou SurTec 716 mínimo 8 µm.
- 2- Lavagem em cascata
- 3- Ativação em ácido clorídrico com pH 1,6 a 2,2 por 5 a 10 segundos (opcional)
- 4- Lavagem
- 5- Imersão em passivador preto trivalente SurTec 696
- 6- Lavagem em cascata
- 7- Imersão em selante SurTec 555 ou SurTec 555 S.
- 8- Secagem a quente, 70 - 80 °C.

2.1.2.1- Lavagens

Os sistemas de lavagens devem ser definidos e adaptados para cada linha operacional.

2.2- Manutenção

A fim de se obter maior uniformidade na camada depositada, o pH e a concentração do banho deverão ser determinados com frequência pré-estabelecida, e corrigidos para os parâmetros de trabalho. Para a determinação da concentração, usar o método de análise descrito no item 2.3 deste boletim.

2.2.1- Cromo Trivalente - SurTec 696

A concentração de cromo trivalente no processo é mantida por adições de SurTec 696, que além do cromo trivalente, contém inibidores de corrosão e agentes complexantes numa proporção correta. Agitar muito bem a bombona antes do reforço para homogeneização do sedimentado.

2.2.2- pH

O pH do banho normalmente se eleva com o trabalho, e deve ser mantido entre 1,5 a 2,0 unidades.

Para baixar o valor de pH adicionar solução de ácido nítrico 65% v/v. Para elevar seu valor usar solução de soda a 35% p/v.

Verificar o pH do banho após as adições de manutenção do SurTec 696. As adições de manutenção do SurTec 696 abaxam seu valor, mas de uma forma geral, não o suficientemente para mantê-lo na faixa indicada. Outro fator que pode interferir no valor de pH é a ocorrência de arraste dos banhos alcalinos para a solução de passivação, sua acidez será neutralizada e resultará em desbalançamento do cromo trivalente e acidez. Evitar também o arraste de cloretos de banhos ácidos

2.2.3- Consumo Estimado

O consumo depende fortemente do arraste da solução. Como orientação, cada 1 m² de área tratada consome entre 15 a 20 mL de SurTec 696.

2.3- Controle Analítico

2.3.1- Coleta da Amostra

Coletar uma amostra bem homogênea. Esfriar o banho a temperatura ambiente e caso este esteja turvo ou com partículas em suspensão, decantar ou filtrar e após realizar a análise.

2.3.2- Concentração de SurTec 696 - Via Úmida

◆ Reagentes

- Hidróxido de Potássio PA - Solução 30% p/v
- Água Oxigenada PA - 200 volumes ou
- Peróxido de sódio PA - Cristal
- Ácido Clorídrico PA - concentrado
- Iodeto de Potássio PA - solução 10% p/v
- Tiossulfato de Sódio PA - Na₂S₂O₃ 0,1 N
- Indicador Amido - Dissolver 1% p/v em água destilada a quente

Anexo 5: Boletim SurTec 556 RT (Selante)

SurTec 556 RT Selante com Propriedades Deslizantes



1- DESCRIÇÃO

- Forma um filme uniforme, incolor e brilhante, após secagem;
- As peças secas não têm tendência a colar umas nas outras e são secas ao toque;
- Ajuste do coeficiente de atrito para aproximadamente 0,13;
- Melhora a proteção contra corrosão e resistência ao aquecimento;
- Proporciona uma aparência uniforme e cobre a indesejável de camadas de passivação;
- IMDS: 974828.

2- CONDIÇÕES GERAIS

2.1- Instruções Operacionais

Produtos para Montagem dos Banhos	
SurTec 556 RT	20 - 50% v/v; ideal 25% v/v
Valores Analíticos	
SurTec 556 RT	20 - 50% v/v; ideal 25% v/v
pH	8,1 - 9,0
Dados Operacionais	
Temperatura de trabalho	15 - 35 °C (temperatura ambiente)
Tempo de aplicação	20 segundos
Temperatura de secagem	60 - 95 °C
Material do Tanque	Tanque de ferro com revestimento em material plástico ou tanque de plástico
Filtração	Recomendada
Aquecimento/Refrigeração	Não é necessário

2.1.1- Preparação do Banho

- 1- Primeiro adicionar o SurTec 556 RT no tanque de trabalho previamente limpo.
- 2- Verificar o pH da água deionizada ou desmineralizada que será usada para a montagem do banho e se necessário ajustar para valor maior que 7.
- 3- Adicionar esta água com pH > 7, sob agitação, sobre o SurTec 556 RT até volume final.

2.1.2- Notas

Após a passivação as peças devem ser secas imediatamente em estufa com temperatura entre 60 a 95 °C.

O SurTec 556 RT e suas soluções floculam em meio ácido. O pH da água para montagem do banho deve ser maior que 7. Além disso, um cuidado deve ser tomado para evitar arraste de soluções ácidas para o banho de SurTec 556 RT, por exemplo quando se processam peças tubulares, para prevenir a floculação indesejada do selante, pois uma vez que ocorra, é irreversível.

Proteger o SurTec 556 RT de congelamento.

BT - SurTec 556 RT

Página 1 de 3

2.2- Manutenção

Para manutenção do processo, proceder à análise do SurTec 556 RT conforme indicado no item 2.3 e fazer a correção para os parâmetros de trabalho de acordo com a necessidade.

O pH deve ser mantido entre 8,1 a 9,0 unidades.

Se houver necessidade de subir o pH usar solução de hidróxido de amônio 5 a 10% v/v ou SurTec 520 A. Eventualmente, se houver necessidade de baixar o valor de pH, usar solução de ácido nítrico 1% v/v.

2.3- Controle Analítico

2.3.1- Coleta da Amostra

Coletar uma amostra após completa homogeneização do banho. Caso este esteja turvo ou com partículas em suspensão, realizar a análise após decantar ou filtrar.

2.3.2- Concentração de SurTec 556 RT (por Refratômetro)

◆ Equipamentos

- Refratômetro

◆ Procedimento

- 1- Zerar o refratômetro, para isto, abrir a cobertura do prisma e adicionar 2 gotas de Água Destilada.
- 2- Fechar a cobertura do prisma firmemente e ajustar o "Zero".
- 3- Depois de "zerado", fazer verificação com a amostra, ou seja, abrir a cobertura do prisma e adicionar 2 gotas do banho de SurTec 556 RT.
- 4- Fechar a cobertura do prisma firmemente e fazer a leitura.

◆ Cálculo:

Leitura x 4,5 = % v/v de SurTec 556 RT

2.3.3- Concentração de SurTec 556 RT (por Secagem em Estufa)

◆ Equipamentos

- Balança analítica de precisão com 4 decimais

◆ Procedimento

- 1- Pesar um vidro de relógio ou placa de petri e registrar (m_1).
- 2- Pipetar 25 mL de SurTec 556 RT para o vidro de relógio ou placa de petri.
- 3- Colocar o recipiente com o selante úmido em estufa, a 100 - 120 °C e deixar por aproximadamente 2 horas, ou até secagem da amostra.
- 4- Tirar da estufa e deixar esfriar em dessecador até 20 - 25 °C.
- 5- Pesar o vidro de relógio ou placa de petri com o banho de SurTec 556 RT seco (m_2).

◆ Cálculo:

$[(m_2 - m_1)] \times 19,05 = \% \text{ v/v de SurTec 556 RT}$

2.4- Instalação e Equipamentos

Recomendamos o uso de tanques de PVC, PE ou PP, ou ferro revestido com estes materiais.

BT - SurTec 556 RT

Página 2 de 3

Anexo 6: Boletim SurTec 179-B (Desengraxante Eletrolítico)

SurTec 179-B Desengraxante Altamente Alcalino, Imersão e Eletrolítico



1- DESCRIÇÃO

- Material em pó
- Altamente Alcalino
- Adequado para metais ferrosos
- Usado via imersão e eletroliticamente
- Boa condutibilidade
- Longo tempo de vida útil

2- CONDIÇÕES GERAIS

2.1- Instruções Operacionais

	Imersão	Eletrolítico
SurTec 179-B	3 - 5 % p/v	5 - 8 % p/v
Temperatura	60 - 80 °C	20 - 50 °C
Tempo	5 - 10 minutos	1 - 2 minutos
Densidade de Corrente	NA	4 Amp/dm ² , ver nota 2.1.1

2.1.1- Nota

O desengraxante SurTec 179-B como aplicação eletrolítica pode ser usado catódico e anódico para metal base ferro e aço. Não recomendamos o uso deste produto para cobre e latão por ser altamente alcalino podendo provocar manchas no metal base.

2.2- Manutenção

Para manutenção do processo, proceder à análise conforme indicado no item 2.3 e fazer a correção para os parâmetros de trabalho de acordo com a necessidade.

2.3- Controle Analítico

2.3.1- Coleta de Amostra

Coletar uma amostra bem homogênea. Esfriar o banho a temperatura ambiente e caso este esteja turvo ou com partículas, decantar ou filtrar e após realizar a análise.

2.3.2- Concentração de SurTec 179-B

- 1- Pipetar 10 mL do banho para erlenmeyer de 250 mL.
 - 2- Adicionar 100 mL de Água Destilada.
 - 3- Adicionar 0,5 mL de Alaranjado de Metila.
 - 4- Titular com Ácido Sulfúrico ou Clorídrico 1,0 N até viragem de laranja para vermelho.
- ♦ Cálculo : mL gastos Ácido 1,0 N x fc x 0,5 = % p/v SurTec 179-B

2.4- Instalação e Equipamentos

Recomendamos o uso de tanques de ferro, ou ferro revestido com PVC com sistema de aquecimento.

2.5- Especificação do Produto

Produto	SurTec 179-B
Aspecto	Sólido Branco
pH (Sol. a 1 % p/v)	11,5 - 13,5

2.6- Manuseio e Segurança

O SurTec 179-B é um produto altamente alcalino. Deve ser evitado o contato direto do produto com a pele e os olhos, portanto ao manuseá-lo, usar os equipamentos de proteção necessários, tais como luvas, botas de borracha, óculos de segurança e avental.

Em caso de contato acidental, lavar a área atingida com água em abundância, e se os olhos forem atingidos, deve-se recorrer aos cuidados de um oftalmologista.

2.7- Tratamento de Efluentes

O SurTec 179-B N é um produto de caráter alcalino. Para descarte das águas de lavagem ou do banho de desengraxante, enviar as soluções para estação de tratamento de efluentes, e ajustar o pH com solução ácida até pH de descarte obedecendo à legislação local.

Se houver algum lodo formado, este deve ser seco e enviado a aterros industriais.

2.8- Observações

Os dados contidos neste boletim técnico, exprimem a melhor de nossa experiência, e servem como uma orientação para o cliente. Garantimos e asseguramos todos os produtos componentes dos processos fornecidos pela SurTec do Brasil, na sua forma original de fornecimento, desde que sejam armazenados nas condições de validade dos mesmos e acondicionados em suas embalagens originais. Não podemos nos responsabilizar quanto ao uso indevido dos nossos produtos, assim como pela violação de patentes de terceiros.

Elaboração		Revisão		Aprovação	
Data	Responsável	Nº	Data	Responsável	Data
15.10.2004	CMRS	00	20.10.2004	CBP	20.10.2004

Anexo 7: Boletim SurTec 185-B (Desengraxante Químico)

SurTec 185-B Desengraxante Alcalino por Imersão



1- DESCRIÇÃO

SurTec 185-B é um desengraxante altamente eficiente, especialmente formulado para substituir desengraxantes à base de solventes clorados.

SurTec 185-B é eficiente para uma larga faixa de sujeiras difíceis de serem removidas, é uma ótima escolha para instalações de zincagem, fosfatização, pintura e esmaltação. A complexa fórmula do SurTec 185-B permite que ele trabalhe mesmo com contaminação de óleos em níveis elevados.

O SurTec 185-B pode ser usado para limpeza de aço, cobre e latão. Baixa tensão superficial, permite uma fácil lavagem, e remoção das sujeiras. É bastante econômico, fácil de manusear, comporta muita sujeira, com mínimo de reforços diários. Substitui perfeitamente solventes clorados.

2- CONDIÇÕES GERAIS

2.1- Instruções Operacionais

Produtos para a Montagem do Banho		
Metal Base →	Aço	Cobre e Latão
SurTec 185-B	50 - 90 g/L	50 - 60 g/L
	Valores Analíticos	
SurTec 185-B	50 - 90 g/L	50 - 60 g/L
	Dados Operacionais	
Temperatura	40 - 100 °C	40 - 70 °C
Tempo de Imersão	Depende da condição das peças.	Depende da condição das peças.
Material do Tanque	Aço inox, ferro, ou ferro revestido com PP, PE ou PVC	
Aquecimento	Necessário, com resistência de aço inox, ferro ou outro material revestido com teflon	
Exaustão	Recomendada por questões ambientais	

2.1.1- Nota

O sistema de detergentes contidos no desengraxante requer uma boa lavagem posterior para evitar o arraste para os banhos subsequentes.

2.2- Manutenção

Para manutenção do processo, proceder à análise conforme indicado no item 2.3 e fazer a correção para os parâmetros de trabalho de acordo com a necessidade.

2.3- Controle Analítico

2.3.1- Coleta da amostra

Coletar uma amostra bem homogênea. Esfriar o banho a temperatura ambiente e caso este esteja turvo ou com particuladas, decantar ou filtrar e após realizar a análise.

BT - SurTec 185-B

Página 1 de 2

2.3.2- Concentração de SurTec 185-B

• Reagentes

- Ácido Clorídrico ou Sulfúrico PA - Solução Padrão de HCl ou H₂SO₄ 1 N
- Indicador Alaranjado de Metila - 1,0 g dissolver em Água Destilada a quente e avolumar para 100 mL.

• Procedimento

- 1- Pipetar 10 mL do banho para erlenmeyer de 250 mL.
- 2- Adicionar 50 mL de Água Destilada.
- 3- Adicionar de 3 a 6 gotas de Alaranjado de Metila.
- 4- Titular com Ácido Sulfúrico 1,0 N até viragem de laranja para vermelho.

• Cálculo

mL gastos H₂SO₄ 1,0 N x fc x 7,278 = g/L SurTec 185-B

2.4- Instalação e Equipamentos

Recomendamos o uso de tanques aço inox, de ferro, ou ferro revestido com PP, PE e quando possível, em função da temperatura, PVC.

Prover sistema de aquecimento podendo usar resistência de aço inox, ferro, ou outro metal, desde que revestida com teflon.

2.5- Especificação do Produto

Produto	SurTec 185-B
Aspecto	Sólido bege a marrom
pH (solução a 1% p/v) (25 °C)	11 - 14

2.6- Manuseio e Segurança

O SurTec 185-B é um produto altamente alcalino. Deve ser evitado o contato direto do produto com a pele e os olhos, portanto ao manuseá-lo, usar os equipamentos de proteção necessários, tais como luvas, botas de borracha, óculos de segurança e avental.

Em caso de contato acidental, lavar a área atingida com água em abundância, e se os olhos forem atingidos, deve-se recorrer aos cuidados de um oculista.

2.7- Tratamento de Efluentes

O SurTec 185-B é um produto de caráter alcalino. Para descarte das águas de lavagem ou do banho de desengraxante, enviar as soluções para estação de tratamento de efluentes, e ajustar o pH com solução ácida até pH de descarte obedecendo a legislação local.

Se houver algum lodo formado, este deve ser seco e enviado a aterros industriais.

2.8- Observações

"Os dados contidos neste boletim técnico, exprimem o melhor de nossa experiência, e servem como uma orientação para o cliente. Garantimos e asseguramos todos os produtos componentes dos processos fornecidos pela SurTec do Brasil, na sua forma original de fornecimento, desde que sejam observadas as condições de validade dos mesmos e acondicionados em suas embalagens originais. Não podemos nos responsabilizar quanto ao uso indevido dos nossos produtos, assim como pela violação de patentes de terceiros."

Elaboração		Revisão		Aprovação	
Data	Responsável	Nº	Data	Responsável	Data
16.07.2001	CMRS	01	21.06.2011	CMRS	21.06.2011
					EPC

BT - SurTec 185-B

Página 2 de 2

Anexo 8: Ativador Inox (composto por NiCl diluído em HCl)



ATIVADOR INOX

Pré-tratamento para aço inox

Para se obter superfície ativas, boas para eletrodeposição de metais, peças de aço-inox necessitam de pré-tratamento especial, que ainda aumenta a aderência, formando um "flash" de níquel, e diminui o refluxo das peças tratadas.

Preparação ATIVADOR INOX	Montagem para 100 litros 110 galões
------------------------------------	---

Condições de Trabalho

Temperatura	20°C
Densidade	8,0 - 10,0 °Bé
Recipiente	Ferro revestido com PVC
Densidade de corrente	2,5 Adm ² a 4 Volts
Tempo de tratamento	2 minutos
Anódos	Níquel ou carbono

Ciclo de Tratamento

Depois de desengratar e lavar, as peças de aço-inox ou outros aços contendo zinco, são tratadas por 2 minutos sucessivamente, em seguida lavar bem e prosseguir o tratamento.

Reforço

A densidade deve ser mantida entre 8,0 - 10,0 ° Bé com adições do Ativador Inox Reforço. (Em 100 litros de banho, a adição de 1 litro de Ativador Inox Reforço aumenta a densidade em 1° Bé). Mesmo com a manutenção dos valores nominais, envie-nos uma amostra de 1l para análise do eletrólito que estiver trabalhando insatisfatoriamente.

*Os dados contidos neste sistema técnico, assim como a nossa especificação, são dados como uma orientação para o cliente. Serão feitos e adaptados todos os estudos necessários aos processos fornecidos pelo Cliente de acordo com sua zona original de funcionamento, desde que sejam observados as condições de trabalho que tenham a autorização em suas especificações técnicas. Não aceitamos qualquer responsabilidade quanto ao uso incorreto dos nossos produtos, assim como pela violação de direitos de terceiros.

18.07.93 - Ativação
15.05.1995 - atual

Ativador Inox



Cloreto de Níquel Solução (800 g/L)

Componente de Banho de Níquel

1- DESCRIÇÃO

O Cloreto de Níquel Solução (800 g/L) é uma solução verde, concentrada que se destina ao preparo e reforço de banhos de níquel brilhante, semi-brilhante, strika, ou qualquer outro que utilize cloreto de níquel.

Trata-se de solução pronta para uso, purificada e filtrada facilitando a manutenção do processo e reduzindo o nível de contaminações quando da adição do mesmo aos banhos.

2- CONDIÇÕES GERAIS

2.1- Especificação do Produto

Produto	Cloreto de Níquel Solução (800 g/L)
Fórmula Molecular	NiCl ₂ · 6H ₂ O
Aspecto	Líquido Amarelado
Cor	Verde
Odor	Indetectável
Densidade (g/cm ³)	1,300 - 1,400
Níquel Metal (g/L)	166,0 - 168,0
Cloreto de Níquel (g/L)	764,0 - 767,0
pH	3,5 - 4,5
Chumbo (mg/L)	0,0 - 10,0
Cádmio (mg/L)	0,0 - 10,0
Ferro (mg/L)	0,0 - 10,0
Manganês (mg/L)	0,0 - 100,0
Zinco (mg/L)	0,0 - 10,0
Código Sur Tec	11516006
Venda por	kg

2.2- Controle Analítico

2.2.1- Níquel Metal

- 1- Pipetar 10 mL da amostra para balão volumétrico de 100 mL, diluir até o menisco com Água Destilada e homogeneizar a solução.
- 2- Pipetar 10 mL da amostra diluída para erlenmeyer de 500 mL.
- 3- Adicionar 100 mL de Água Destilada.
- 4- Adicionar 10 mL de Hidróxido de Amônio PA Concentrado.
- 5- Adicionar 0,5 g de Murexida.
- 6- Titular com EDTA 0,1 M até coloração violeta.

• Cálculo - mL gastos EDTA 0,1 M e f_v x 5,569 = g/L de Ni²⁺

2.2.2- Cloreto de Níquel

• Cálculo - g/L de Ni²⁺ x 4,048 = g/L de NiCl₂ · 6H₂O

Cloreto de Níquel Solução (800 g/L) Página 1 de 1