

UNIVERSIDADE FEDERAL DO MARANHÃO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLÓGICAS
COORDENAÇÃO DO CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA

JOÃO VITOR REGO MUNIZ

**USO DO ÓLEO DE MAMONA COMO ADITIVO NO BANHO DE
ELETRODEPOSIÇÃO DE ZINCO EM CHAPAS DE AÇO SAE 1008.**

São Luís
2019

JOÃO VITOR REGO MUNIZ

**USO DO ÓLEO DE MAMONA COMO ADITIVO NO BANHO DE
ELETRODEPOSIÇÃO DE ZINCO EM CHAPAS DE AÇO SAE 1008.**

Trabalho de Conclusão de Curso, apresentado
a coordenação do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Maranhão,
para obtenção de grau.

Orientadora: Prof. Dra. Maria Eliziane Pires
de Sousa

São Luís

2019

JOÃO VITOR REGO MUNIZ

**USO DO ÓLEO DE MAMONA COMO ADITIVO NO BANHO DE
ELETRODEPOSIÇÃO DE ZINCO EM CHAPAS DE AÇO SAE 1008.**

Trabalho de Conclusão de Curso, apresentado
a coordenação do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Maranhão,
para obtenção de grau.

Trabalho aprovado em 16 de dezembro de 2019

Prof. Dra. Maria Eliziane Pires de Sousa (Orientadora)
Universidade Federal do Maranhão

Prof. Dr. José Roberto Pereira Rodrigues
Universidade Federal do Maranhão

Prof. Dr. Jorge Bertoldo Junior
Universidade Federal do Maranhão

São Luís
2019

*Aos meus pais, que trabalharam
incessantemente para que eu alcançasse
meus sonhos.*

AGRADECIMENTOS

Inicialmente agradeço a todos meus professores do curso de Engenharia Mecânica pelo empenho e dedicação, dentro e fora de sala de aula. Em especial a minha orientadora, professora Eliziane, que após dois anos no quais desenvolvemos este trabalho, carregarei grande admiração por ser exemplo de comprometimento com seus alunos e com a universidade. Da mesma forma lembro dos professores examinadores José Roberto e Jorge, por se mostrarem acessíveis a contribuir com este trabalho.

Gratifico a todos que contribuíram diretamente para elaboração deste trabalho, entre eles ao Laboratório de Materiais do Curso de Engenharia Química da UFMA, chefiado pelo professor Dr. José Roberto Rodrigues, onde foram realizados os ensaios preliminares de eletrodeposição. Também é salutar agradecer ao Laboratório de Corrosão do IFMA, sob a coordenação da professora Dr. Carmem Nascimento e suporte do mestrando Jhonatan Peres, foram realizados os ensaios eletroquímicos preliminares. Por fim, saúdo os professores Elidiane Rangel e Nilson Cruz, do Laboratório de Plasma Tecnológico/UNESP-Sorocaba, responsáveis pelos ensaios de MEV, EDS e DRX.

Também é salutar citar as inúmeras amizades que pude constituir durante esse período na universidade, amigos que certamente contribuíram para minha formação e sem o auxílio deles esta jornada seria mais difícil.

É imensurável minha gratidão a todos os amigos que fazem parte do Grupo Um Novo Caminho, entre eles Yrles, Adamo, Carol, Larissa e Neto, mas principalmente, a minha namorada Bianca, que todos os dias esteve ao meu lado como minha companheira em momentos de dificuldades e alegrias.

Por fim, à minha família, eles que são responsáveis por me ensinar tudo que sei. Aos meus sobrinhos Heitor, Isabela, Aquiles e Caio, por me apresentarem a maior alegria que o mundo pode contemplar, aos meus tios, primos e avós que me ensinaram o verdadeiro significado de união, ternura e aconchego. A minha irmã Camila, meu exemplo de perseverança e dedicação. Não há palavras para descrever meu pai, Antônio e Paula, responsáveis por tudo o que sou, nunca mediram esforços pelos meus estudos e meus sonhos, companheiros de todas as horas, o maior tesouro que Deus poderia me dar.

*“Nada é pequeno se feito com amor”
(Sta. Terezinha do Menino Jesus)*

RESUMO

Este trabalho parte da problemática da corrosão em materiais metálicos que ocasiona perda e danos estruturais em diferentes componentes. Para o aço, a eletrodeposição de zinco e ligas é uma forma industrialmente empregada com o intuito de proteção, tais recobrimentos conferem proteção catódica à superfície do aço, além de melhorar a sua aparência. O desempenho dos recobrimentos obtidos por eletrodeposição de Zn depende, em parte, da morfologia que pode ser modificada através de aditivos adicionados ao banho de eletrodeposição. Dentro desse contexto, o trabalho aqui proposto busca utilizar o óleo de mamona como aditivo para o banho de eletrodeposição de Zn. A escolha do óleo de mamona se deve a busca de produtos menos agressivos ambientalmente, como os óleos essenciais e outros produtos naturais nos processos produtivos. Assim, amostras de SAE 1008 foram recobertas por eletrodeposição em solução eletrolítica de sulfato de zinco e ácido bórico, tendo sobre controle parâmetros de pH, corrente e concentração da solução. O óleo de mamona foi adicionado em três diferentes concentrações de forma a observar seu efeito nos recobrimentos obtidos. As amostras foram pesadas antes e após a deposição para se obter a massa do filme formado. Os recobrimentos foram então caracterizados por Polarização Potenciodinâmica e Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) de maneira a se comparar o comportamento eletroquímico desses com e sem a adição do aditivo. Os resultados mostram que a adição do óleo leva à formação de um recobrimento mais uniforme. Sendo que a EIE apresenta a formação de um arco capacitivo maior quando o óleo é empregado como aditivo, resultado relevante uma vez que quanto maior a impedância, maior é a resistência dessa superfície ao processo de corrosão. Por fim, os resultados de polarização denotam um potencial de corrosão mais positivo e uma diminuição na densidade de corrente de corrosão.

Palavras-chave: Eletrodeposição, óleo de mamona, corrosão.

ABSTRACT

This work starts from the problem of corrosion in metallic materials that causes loss and structural damage in different components. For steel, zinc and alloy electroplating is an industrially employed form of protection, such coatings provide cathodic protection to the steel surface and improve its appearance. The performance of Zn electroplating coatings depends in part on the morphology that can be modified by additives added to the electroplating bath. Within this context, the work proposed here seeks to use castor oil as Zn electrodeposition bath additives. The choice of castor oil is due to the search for less environmentally aggressive products, such as essential oils and other natural products in the production processes. Thus, samples of SAE 1008 were covered by electroplating with the electrolyte solution of zinc sulfate and boric acid, having under control pH, current and concentration of the solution. Mamona oil was added in three different concentrations to observe its effect on the obtained coatings. The samples were weighed before and after deposition to obtain the amount of film formed. The coatings were then characterized by potentiodynamic polarization and Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) in order to compare their electrochemical behavior with and without the addition of the additive. The results show that the addition of oil leads to the formation of a more uniform coating. Since the EIS presents the formation of a larger capacitive arc when the oil is used as an additive, relevant result since the higher the impedance, the greater the resistance of this surface to the corrosion process. Finally, the polarization results denote a more positive corrosion potential and a decrease in corrosion current density.

Keywords: Eletrodeposicion, mamona oil, corrosion.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Ligações químicas do óleo de Mamona.	17
Figura 2 – Preparação da amostra.	18
Figura 3 – Montagem experimental do ensaio de Eletrodeposição.	19
Figura 4 – Montagem experimental dos ensaios eletroquímicos.	20
Figura 5 – Resultado do Infravermelho.	22
Figura 6 – Amostra antes (a) e após (b) a Eletrodeposição.	23
Figura 7 – Formação de cristais:(a) sem o aditivo e (b) com o aditivo.	23
Figura 8 – Gráfico de Bode Modulus.	24
Figura 9 – Gráfico de Bode Phase.	25
Figura 10 – Gráfico de Nyquist.	26
Figura 11 – Gráfico de Polarização.	27
Figura 12 – Imagens de MEV.	28
Figura 13 – Resultados de EDS.	29
Figura 14 – Resultados de Raio-X.	30

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição do aço SAE 1008	15
Tabela 2 – Resultado da pesagem das amostras	24
Tabela 3 – Valores obtidos pelo método de Tafel	27

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CBECiMat	Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais
DRX	Difração de Raios X
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva
EIE	Espectroscopia de Impedância Eletroquímica
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
OCP	Potencial em Circuito Aberto
UFMA	Universidade Federal do Maranhão
Zn	Zinco

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	OBJETIVOS	14
2.1	Objetivos gerais	14
2.2	Objetivos específicos	14
3	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	15
3.1	Aço SAE 1008	15
3.2	Eletrodeposição	15
3.3	Aditivos orgânicos	16
3.4	Óleo de Mamona	16
4	METODOLOGIA	18
4.1	Preparação das Amostras	18
4.2	Ensaio de Eletrodeposição	19
4.3	Ensaio Eletroquímicos	20
4.4	Infravermelho, DRX, MEV e EDS	20
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	22
6	CONCLUSÃO	31
	REFERÊNCIAS	32

1 INTRODUÇÃO

A corrosão é responsável por muitos prejuízos, não só no âmbito financeiro, mas também, causando acidentes de grandes proporções, estando presente nos setores da indústria naval, química, de construção civil, automobilística, entre outros (GENTIL, 1996). Diante de todos os impactos que a corrosão pode ocasionar, é evidente a necessidade de utilizar métodos de proteção cada vez mais eficientes e com custos viáveis no sentido de diminuir o processo de corrosão (JESUS, 2015).

Um das alternativas para o combate e controle da corrosão é a técnica de eletrodeposição, que é um processo muito utilizado na indústria para a obtenção de revestimentos metálicos para as mais diferentes aplicações, onde o zinco é largamente aplicado para este fim, atuando na proteção de aços e materiais ferrosos contra corrosão. No entanto, os revestimentos de zinco podem ser corroídos rapidamente, dependendo das condições de operação e da adição ou não de aditivos que visam aprimorar a eficiência deste processo (PECEQUILO; PANOSSIAN, 2010).

Muitas investigações estão sendo realizadas com o objetivo de melhorar a resistência à corrosão de eletrodepósitos de zinco através da adição de aditivos orgânicos. Os aditivos adicionados ao banho eletrolítico são também conhecidos por controlar a morfologia da superfície e refinar o tamanho do grão (JESUS, 2015). Como alternativa menos nociva ao meio ambiente, surgem os óleos vegetais, que são importantes fontes renováveis de matéria-prima para a indústria, pois além de oferecerem a possibilidade de um grande número de modificações estruturais, são materiais diversificados e de baixo custo (MARINHO et al., 2013).

Diante desta demanda por óleos vegetais, surge este estudo que visa verificar a eficiência do uso do óleo de mamona como aditivo do processo de eletrodeposição de zinco. A mamona é uma planta da família euforbiáceas, cientificamente denominada *Ricinus communis*. O Brasil produz a cada safra cerca de 135 mil toneladas do fruto, em que se extrai da semente o óleo, muito empregado em fins industriais e medicinais (BRANDÃO et al., 2007).

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVOS GERAIS

Este trabalho tem como objetivo verificar a eficiência do uso do óleo de mamona como aditivo do processo de eletrodeposição de Zn no aço carbono SAE 1008, visando análise da deposição e qualidade do filme de recobrimento da superfície do metal.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Preparar revestimentos a partir da eletrodeposição de Zn na ausência e presença de diferentes teores de óleo de mamona;
- Comprovar a eficácia do óleo de mamona como aditivo em banhos eletrolíticos.
- Analisar o efeito do óleo com relação a resistência à corrosão do revestimento de Zn, identificando quais teores proporcionam os melhores resultados de controle de corrosão;
- Propor condições ideais para uso do óleo de mamona como aditivo da eletrodeposição, obtendo valores de corrente, concentração e tempo do experimento.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 AÇO SAE 1008

Os aços-carbono constituem o mais importante grupo de materiais utilizados na engenharia e na indústria. De fato, as propriedades mecânicas desses aços, sem qualquer elemento de liga, são suficientes para atender a maioria das aplicações práticas. Os aços-carbono podem ser subdivididos conforme o teor de carbono presente na estrutura, podendo ser de baixo teor de carbono (inferior a 0,25%), médio (entre 0,25% e 0,6%) ou alto (superior a 0,6%) (PANDOLFO, 2009).

O aço SAE 1008 possui em sua composição baixa porcentagem de carbono, o que lhe garante um baixo limite de resistência e de escoamento. Tais características facilitam a laminação do 1008, tornando-se uma das ligas de aço mais utilizadas no atual mercado comercial, responsável por produzir peças automotivas, perfis estruturais, chapas lisas, dentre outros produtos (GARCIA; LEITE, 2017).

As amostras utilizadas na parte experimental deste estudo são de aço SAE 1008, e a composição disponibilizada pelo fabricante está descrita na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição do aço SAE 1008

Elemento	Concentração (%)
Manganês	0,3 a 0,5
Carbono	0,1
Enxofre	0,05
Fósforo	0,04
Ferro	99,31 a 99,51

Fonte: Autor (2019)

3.2 ELETRODEPOSIÇÃO

A eletrodeposição de zinco em metais, em particular o aço, é de grande importância prática, pois os revestimentos de zinco formam uma camada passiva quando em contato com o ar ou meio aquoso, protegendo assim o metal subjacente da corrosão. Esta propriedade anticorrosiva do depósito de zinco é melhorada pela adição de certos compostos orgânicos (MORÓN et al., 2011).

O processo de obtenção do filme, pode ser por eletrólise de uma diversidade de banhos simples ou complexos, geralmente incluindo banhos de galvanização sem cianeto e

zinco. Sabe-se também que o zinco tradicional à base de cianeto alcalino é amplamente empregado no campo aeroespacial por seu desempenho estável do banho, boa qualidade de revestimento e finos grãos. No entanto, sua aplicação é restrita devido a alta toxicidade do cianeto (LIANG et al., 2017).

3.3 ADITIVOS ORGÂNICOS

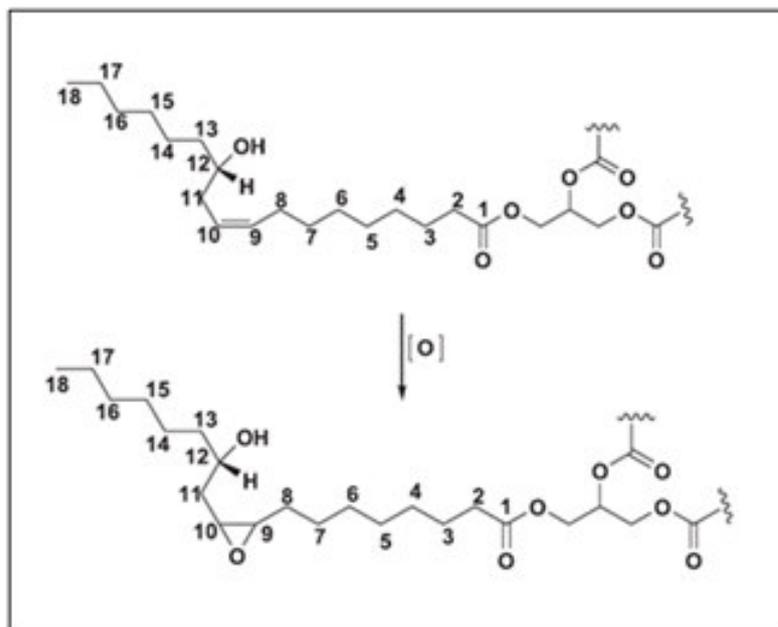
A utilização de compostos orgânicos como aditivos na eletrodeposição de zinco foi relatado inicialmente em 1907, com o objetivo de reduzir o tamanho do grão de depósito. Além disso, o uso destes compostos leva a melhora das propriedades de depósito, como brilho, suavidade e tensão. Também são responsáveis por melhorar o desempenho operacional, como despolarização catódica, aumento da eficiência da corrente catódica e diminuição do consumo de energia (SOROUR et al., 2017). Muitos aditivos utilizados em banhos de eletrodeposição apresentam toxicidade para a natureza e a saúde humana, desta forma, aditivos orgânicos estão sendo buscados para suprir esta necessidade. Os óleos vegetais ganham destaque na indústria diante do seu potencial para a aplicação em diferentes setores, e tem em sua composição triglicerídios (tri-éster de glicerol com cadeia longa de ácidos graxos) cuja composição dos ácidos graxos varia dependendo da planta, semente, estação e das condições de crescimento (WERTEKER et al., 2010).

3.4 ÓLEO DE MAMONA

O óleo de mamona, também chamado de óleo de rícino, é obtido da semente da planta “*Ricinus Communis*”, que é encontrada em regiões tropicais, sendo muito abundante no Brasil. É um líquido viscoso, obtido pela compressão das sementes ou por extração com solvente (NUNES et al., 2015). Sua aplicabilidade é conhecida desde a era colonial, onde era usado para lubrificar os engenhos de cana-de-açúcar. Atualmente, o óleo de mamona tem sido extensamente utilizado para fins industriais, devido às suas características físico-químicas, uma vez que suporta grandes e bruscas variações de temperatura, além de utilizado na fabricação de cosméticos e na indústria de medicamentos.

Este óleo apresenta elevada resistência à hidrólise, devido às suas longas cadeias hidrófobas, por isso a importância de estudar a viabilidade de sua aplicação como aditivo de banhos de eletrodeposição (NUNES; MARTINELLI; PEDROSO, 2008). Seu principal constituinte é o triacilglicerol do ácido ricinoléico, um ácido graxo incomum, que apresenta 18 carbonos na sua estrutura, com uma insaturação cis no carbono 9 e uma hidroxila no carbono 12 (OLIVEIRA et al., 2016), como é mostrado na Figura 1.

Figura 1 – Ligações químicas do óleo de Mamona.



Fonte: (NUNES; MARTINELLI; PEDROSO, 2008)

Mouanga et al. (2007) afirma que quando o composto orgânico contém ligações C-C e C-O insaturados, o grupo fenil ativa as ligações duplas conjugadas aprimorando a densidade de elétrons π , desta forma, pode-se levantar a hipótese de que os elementos catódicos presentes no óleo de mamona podem influenciar positivamente durante a eletrodeposição do zinco.

Desta forma, neste trabalho é apresentado um estudo sobre a utilização do óleo de mamona como aditivo em banhos de eletrodeposição. A escolha deste óleo pode ser justificada por se tratar de uma opção ambientalmente favorável, além de corroborar com outros trabalhos que fazem diferentes estudos sobre o emprego industrial deste óleo.

4 METODOLOGIA

4.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras utilizadas são de aço carbono SAE 1008, onde inicialmente cortou-se no formato retangular nas dimensões 5cm x 1cm. Em seguida foram lixadas manualmente até a lixa 1200, de forma a remover imperfeições e arranhões. Subsequentemente, as amostras eram lavadas na cuba de ultrassom, Tecnal – USC 1400, por 10 minutos em três diferentes soluções, primeiro água e detergente, em seguida água destilada e por fim em álcool isopropílico. Depois de retiradas do ultrassom, eram secadas em um soprador térmico.

Após a limpeza, o fio de contato foi fixado na superfícies da amostra com fita isolante, e a amostra foi recoberta com fita de eletrodeposição com o objetivo de delimitar a área eletrodepositada em 1cm^2 , como pode-se observar na Figura 2.

Figura 2 – Preparação da amostra.



Fonte: Autor (2019)

Por fim, as amostras foram numeradas e pesadas, para que após a eletrodeposição fossem novamente pesadas e mensurado a massa do filme formado.

4.2 ENSAIO DE ELETRODEPOSIÇÃO

A eletrodeposição foi realizada utilizando uma fonte de corrente contínua da marca POWERBRAS que alimentava o sistema montado como pode ser observado na Figura 3.

Figura 3 – Montagem experimental do ensaio de Eletrodeposição.



Fonte: Autor (2019)

Antes da eletrodeposição as amostras foram decapadas por 5 minutos em ácido sulfúrico a 1 M. Durante o experimento, foi utilizado um béquer de aço inoxidável como contra eletrodo com o objetivo de garantir um filme igual por toda a superfície da amostra. O béquer exercia a função de ânodo ligada ao polo positivo e a amostra de cátodo, no polo negativo. A princípio a solução empregada no ensaio foi $ZnSO_4$ (200g/L) em 300ml de água destilada, porém observou-se que muito zinco era retirado da solução, entretanto não se depositava na superfície, então foi substituído por uma solução de $ZnSO_4$ (150g/l) e H_3BO_3 (15g/L), em 300 ml de água destilada, assim, obteve-se resultados satisfatórios de deposição.

Foi feita a eletrodeposição em doze amostras, obedecendo a quatro diferentes condições. Inicialmente fez-se a eletrodeposição sem a adição do óleo de mamona, em seguida utilizou-se o aditivo em três concentrações, de 2,250g/L, 3,375g/L e 4,500 g/L, e para cada uma dessas condições fez-se a tréplica, na qual duas amostras de cada concentração foram destinadas para os ensaios eletroquímicos, e a terceira amostra foi enviada para realização dos ensaios de MEV e EDS.

Durante o experimento, fixou-se a tensão em 6V e a corrente variando de 0,8A a 1,8A durante o experimento, que possuía duração de 2 minutos, desta forma, tem-se um valor de densidade de corrente de $18 A/dm^2$, valor que corrobora com o utilizado por TOMACHUK e COSTA (2015). Todo o experimento é realizado sobre agitação magnética, pois sem a agitação, o óleo não apresenta homogeneidade com a solução. Após a realização da eletrodeposição as amostras eram secadas e novamente pesadas.

4.3 ENSAIOS ELETROQUÍMICOS

Os ensaios eletroquímicos de Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) e Polarização Potenciodinâmica, foram realizados no Potenciostato da empresa Autolab, modelo PGSTAT 302N, e os resultados foram obtidos pelo software Nova, versão 2.1. Ambos ensaios foram realizados em uma célula de vidro, utilizando as amostras eletrodepositadas como eletrodo de trabalho, o contra eletrodo de platina e o eletrodo de referência de Ag/AgCl como pode-se observar na Figura 4.

Figura 4 – Montagem experimental dos ensaios eletroquímicos.



Fonte: Autor (2019)

Antes dos ensaios eletroquímicos, foi medido o Potencial a Circuito Aberto (OCP), por 300 segundos, assim obtendo um potencial estável. Os ensaios foram realizados tendo como eletrólito o NaCl a 0,1 molar. Utilizou-se na EIE a faixa de frequência entre $10^5 e 10^{-2} Hz$ e amplitude de 10 mV. Já na polarização variou-se o potencial de -100 mV a +100 mV em relação ao OCP, com uma taxa de varredura de 0,01 mV/s.

4.4 INFRAVERMELHO, DRX, MEV E EDS

O óleo de mamona foi analisado através da Espectroscopia de Infravermelho com o objetivo de obter os grupos funcionais presentes no aditivo. Este ensaio foi realizado na Central Analítica da UFMA, em um Espectrofotômetro da marca Shimadzu modelo IR-Prestige, com varredura entre 400 a 4000 cm^{-1} .

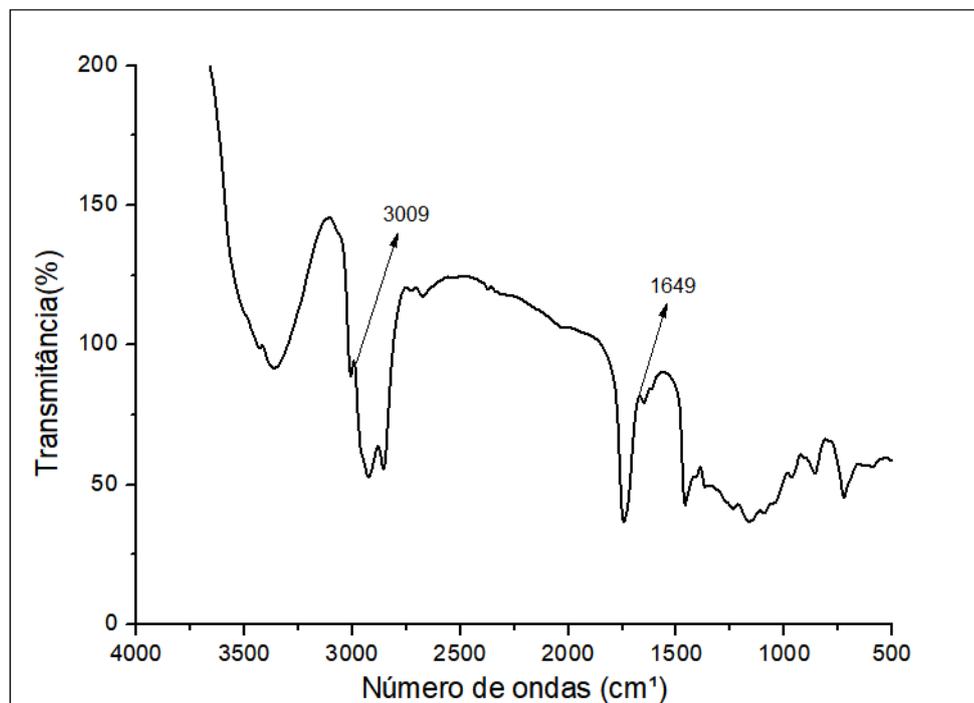
A terceira amostra eletrodepositada em cada uma das condições foram observadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), onde utilizou-se o aparelho JEOL

JSM-6010 do Laboratório de Plasma Tecnológico/UNESP-Sorocaba. Para obtenção da composição dos revestimentos avaliados, utilizou-se a Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS). Por fim, como o objetivo de obter a composição das fases, realizou-se o ensaio de Difração de Raios X (DRX) na amostra.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 5, apresentou-se o resultado da análise do óleo de mamona por espectroscopia de infravermelho, onde são visíveis as bandas relativas às insaturações no número de ondas de 3.009 cm^{-1} (deformação axial de C-H), 1.649 cm^{-1} (deformação axial de C=C) e da presença de O-H devido à banda característica na região de 3.100 e 3.500 cm^{-1} (BOCK et al., 2014).

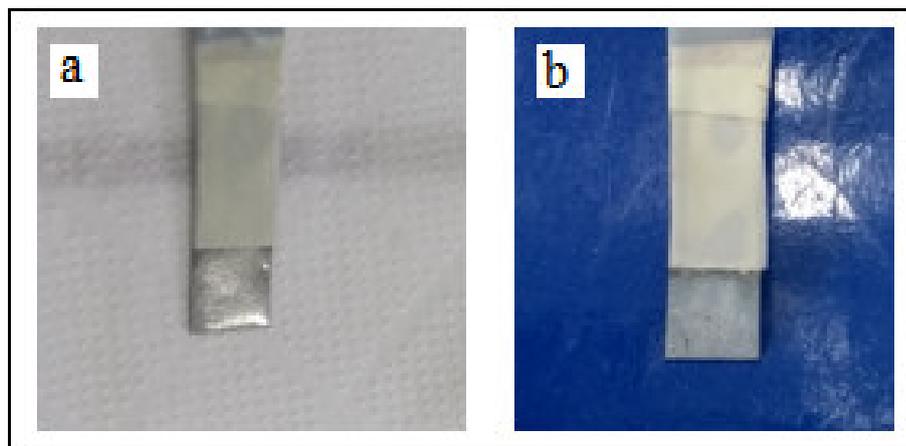
Figura 5 – Resultado do Infravermelho.



Fonte: Autor (2019)

Na Figura 6 pode-se observar a imagem antes e após a eletrodeposição, assim é possível visualizar o filme depositado de forma uniforme sobre a superfície da amostra, além de apresentar coloração acinzentada, característico de filmes de zinco.

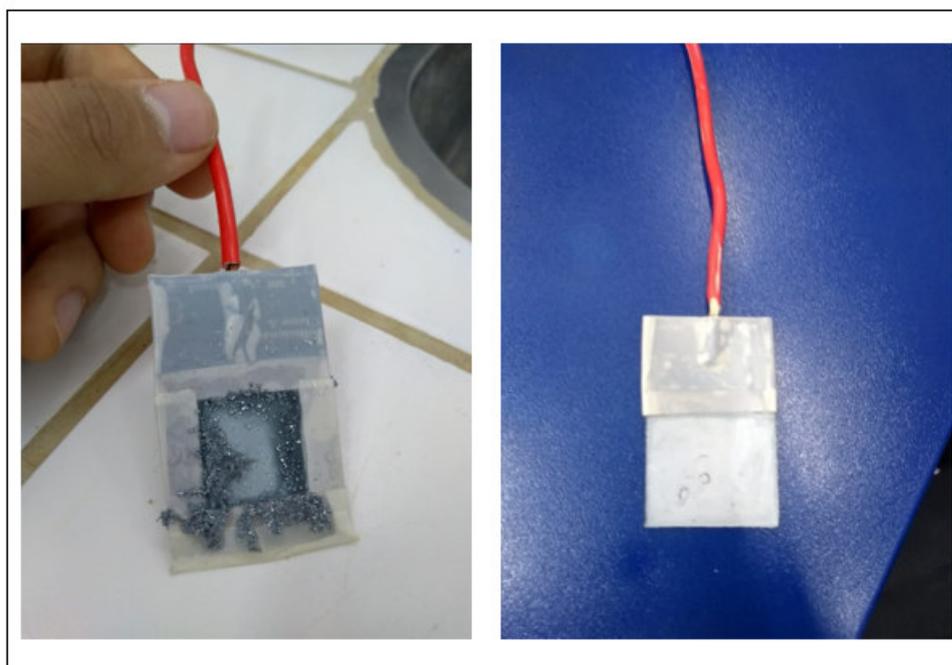
Figura 6 – Amostra antes (a) e após (b) a Eletrodeposição.



Fonte: Autor (2019)

Ainda sobre a formação do filme, observou-se que no ensaio sem a utilização do aditivo, ocorre a formação significativa de cristais de zinco, já nos ensaios com a adição do óleo mamona suprimem fortemente o crescimento dos cristais (BANIK; AKOLKAR, 2013), como observa-se na Figura 7.

Figura 7 – Formação de cristais:(a) sem o aditivo e (b) com o aditivo.



Fonte: Autor (2019)

Na Tabela 2 são apresentados os pesos das amostras antes e após o ensaio de eletrodeposição, e o peso obtido no filme. Destaca-se o filme obtido na amostra A5, que apresentou peso aproximadamente oito vezes maior que a amostra A2 que não possuía aditivo.

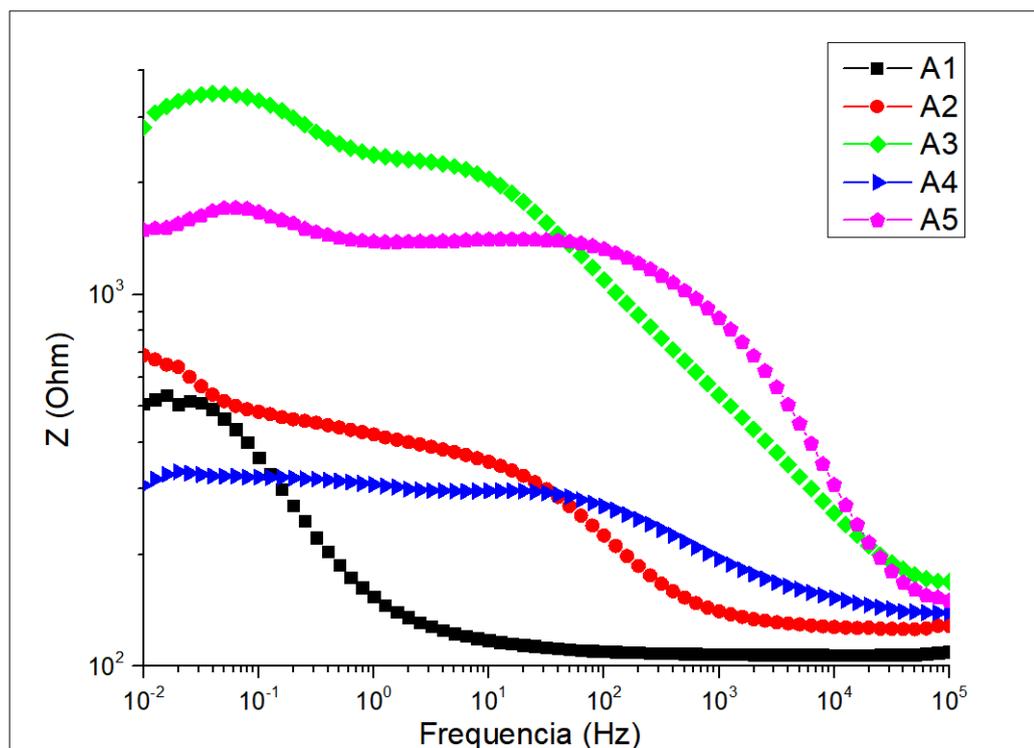
Tabela 2 – Resultado da pesagem das amostras

Amostras	Concentração	Massa antes	Massa após	Massa do Filme
A1	Sem filme	6,4654	-	-
A2	Sem aditivo	6,6973	6,7177	0,0204
A3	2,250 g/L	6,4943	6,5347	0,0404
A4	3,375 g/L	6,7152	6,7245	0,0092
A5	4,500 g/L	6,3413	6,5036	0,1623

Fonte: Autor (2019)

A seguir serão apresentados os resultados de impedância. Inicialmente, tem-se o gráfico de Bode Modulus, na Figura 8. O gráfico deixa claro a diferenciação das amostras com e sem filme, onde a amostra sem o filme apresenta valores de $|Z|$ próximos a 10^2 . Nota-se que as amostras A3 e A5, que apresentam a adição do óleo de mamona, possuem maiores valores de $|Z|$, onde tem-se que altos valor do módulo de impedância na região de baixa frequência é um indicador geral de seu melhor desempenho contra corrosão (KUMAR et al., 2015).

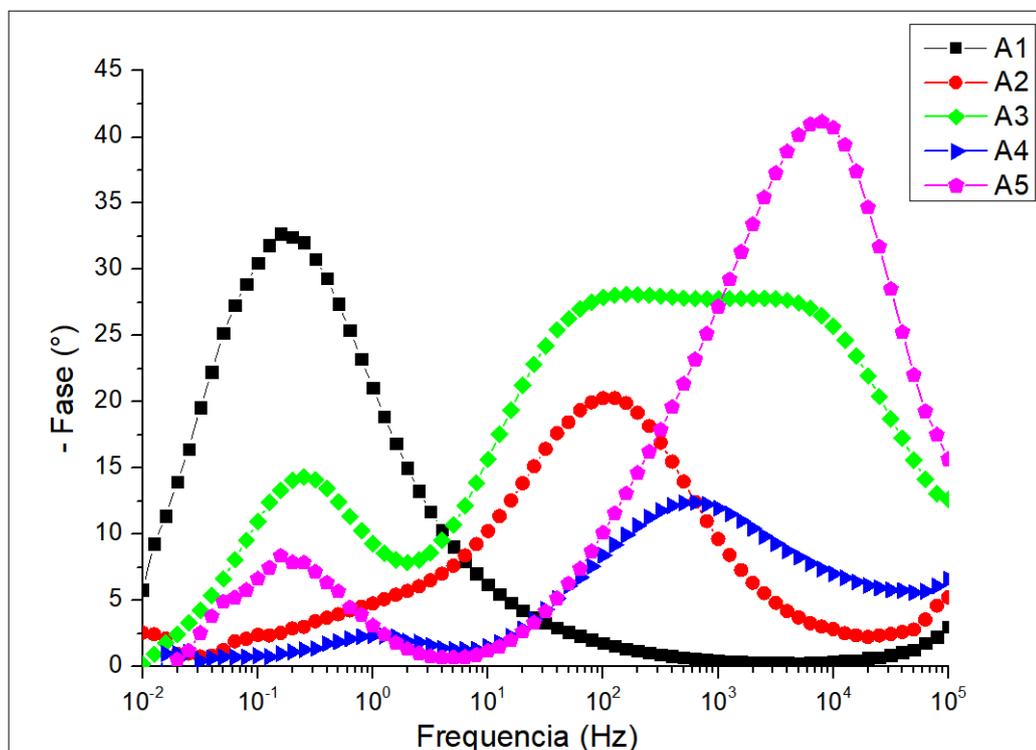
Figura 8 – Gráfico de Bode Modulus.



Fonte: Autor (2019)

Posteriormente, é apresentado na Figura 9 o gráfico de Bode Phase, onde evidencia-se que a presença do filme de zinco leva ao deslocamento do gráfico para frequências intermediárias, entre 1Hz e 1000Hz.

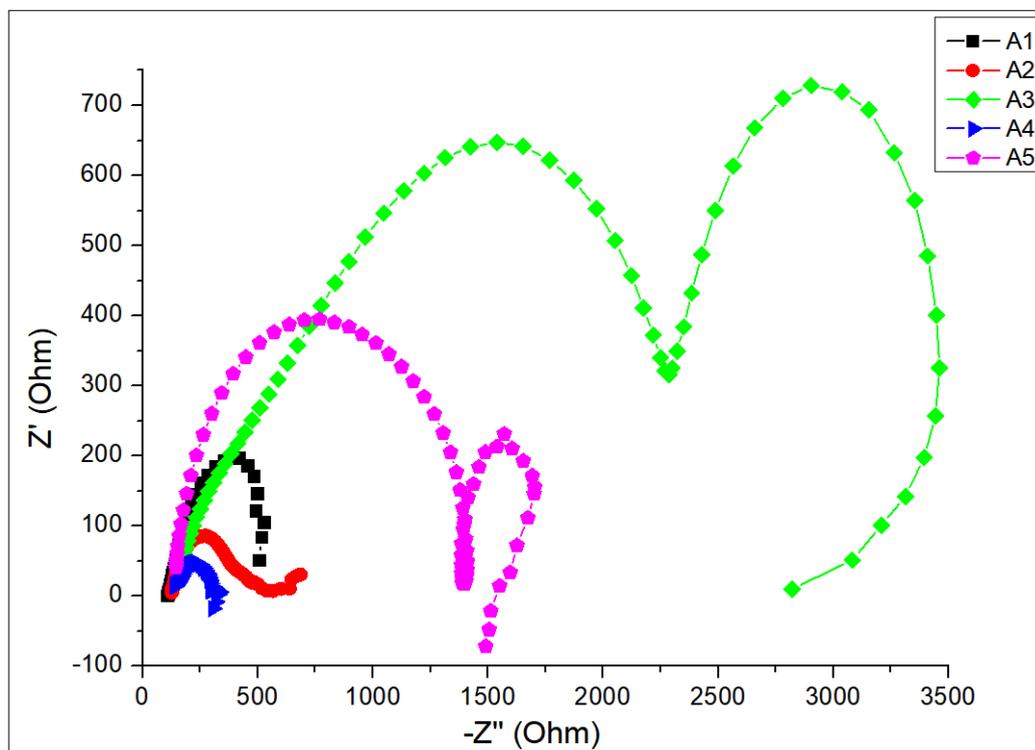
Figura 9 – Gráfico de Bode Phase.



Fonte: Autor (2019)

Na Figura 10 é possível observar no gráfico de Nyquist a formação de um maior arco capacitivo nas amostras A3 e A5, evidenciando um melhor desempenho desse recobrimento quando comparado ao das outras amostras. Pode-se afirmar que tal característica dificultará o processo corrosivo na amostra, pois quanto maior a impedância maior será a resistência dessa superfície ao processo de troca de elétrons/íons que caracterizam a corrosão (WOLYNEC, 2003). Este resultado corrobora com a Tabela 2, sendo as amostras com melhores resultado as que apresentaram maior quantidade filme depositado.

Figura 10 – Gráfico de Nyquist.

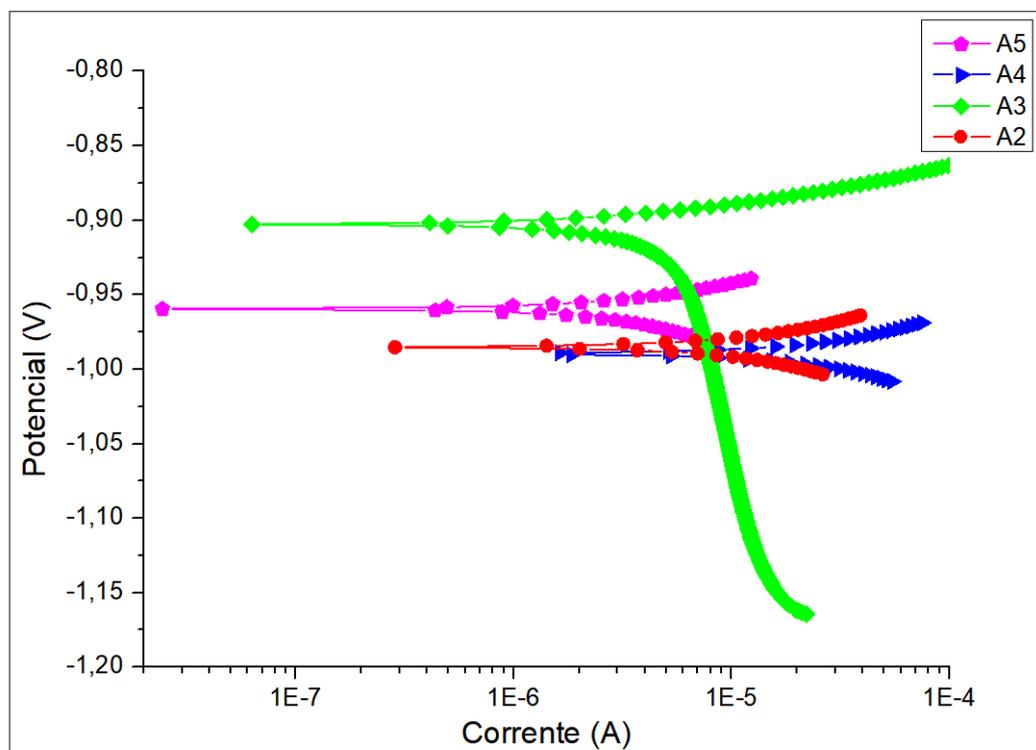


Fonte: Autor (2019)

Também na figura 10, é possível observar um loop capacitivo nas altas frequências, que é atribuído à transferência de carga através da camada dupla e o laço indutivo, produto da reação de dissolução na superfície do eletrodo envolvendo moléculas de aditivo (MATYKINA et al., 2010).

No gráfico obtido na Polarização Potenciodinâmica, Figura 11, a amostra A5 apresenta um menor valor de densidade de corrente de corrosão, fato que pode ser ratificado ao observar a Tabela 3, que apresenta os valores de valores densidade de corrente, taxa de corrosão e resistência a polarização obtidos pela aplicação do Método de Extrapolação de Tafel (OSORIO et al., 2008).

Figura 11 – Gráfico de Polarização.



Fonte: Autor (2019)

Também na Tabela 3, destacam-se os resultados relevantes de taxa de corrosão e resistência a polarização, obtidos nas amostras A3 e A5, resultados que reafirmam todos os outros já mencionados neste trabalho.

Tabela 3 – Valores obtidos pelo método de Tafel

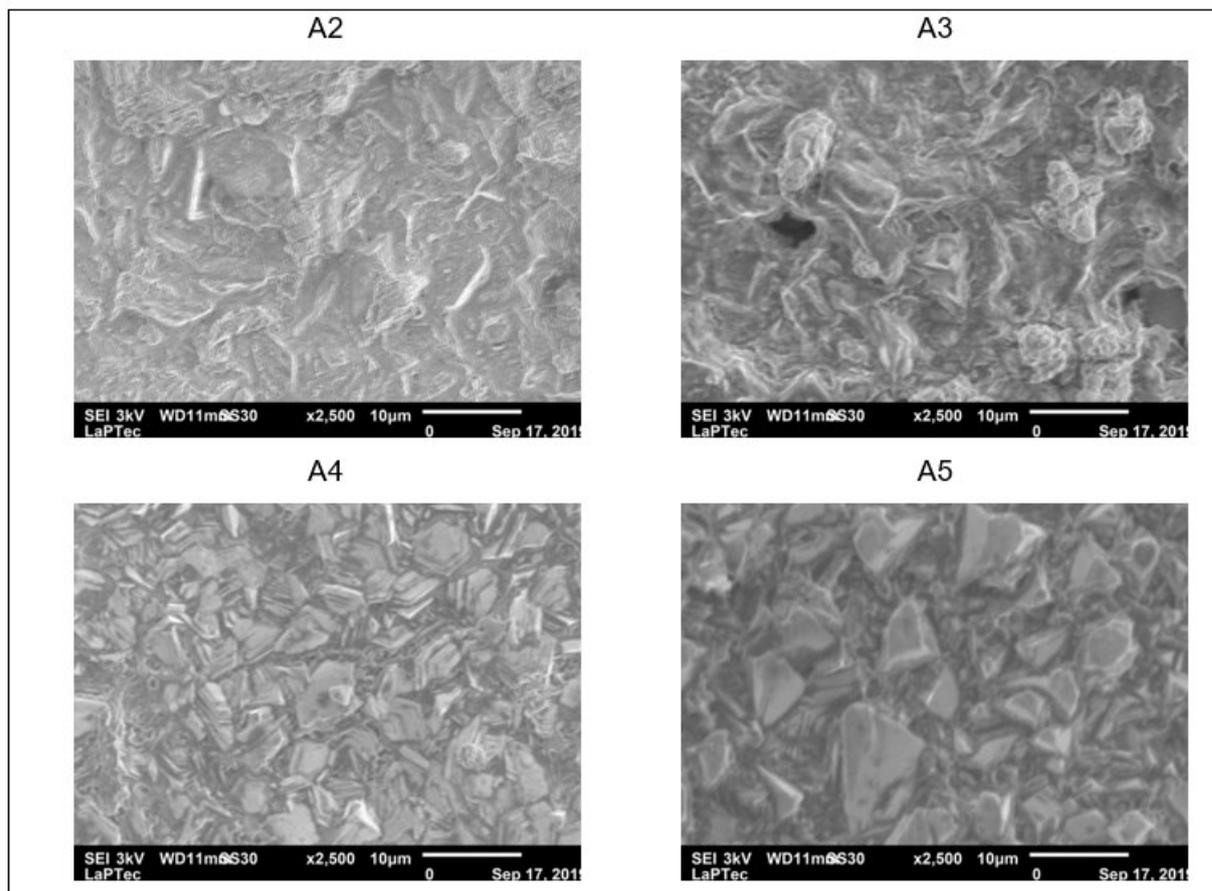
Amostras	j_{corr} (A/cm^2)	Taxa de corrosão (mm/ano)	Resistência a polarização (ohm)
A1	$1,1256 \cdot 10^{-5}$	0,1307	784,49
A2	$2,7842 \cdot 10^{-5}$	0,3235	620,75
A3	$1,4813 \cdot 10^{-6}$	0,0172	4767,8
A4	$1,0593 \cdot 10^{-4}$	1,2309	308,65
A5	$7,8818 \cdot 10^{-6}$	0,0915	2278,6

Fonte: Autor (2019)

São apresentados na Figura 12 as imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura em cada uma das amostras estudadas. Observa-se que as amostras A3, A4 e A5, para os quais adicionou-se o óleo de mamona durante a eletrodeposição, apresentam morfologia aglomerada, na medida em que foi aumentada a concentração do óleo é notório o aumento dos grânulos. A mudança na morfologia do depósito pode ser atribuída à adsorção do aditivo, uma vez que bloqueia os centros de crescimento de zinco e retém a redução de descarga no cátodo, o que indicam que o aditivo desempenha um papel de

refino de grãos. Isto é evidente na imagem da amostra A5, onde a superfície está regular e uniforme (LIANG et al., 2017).

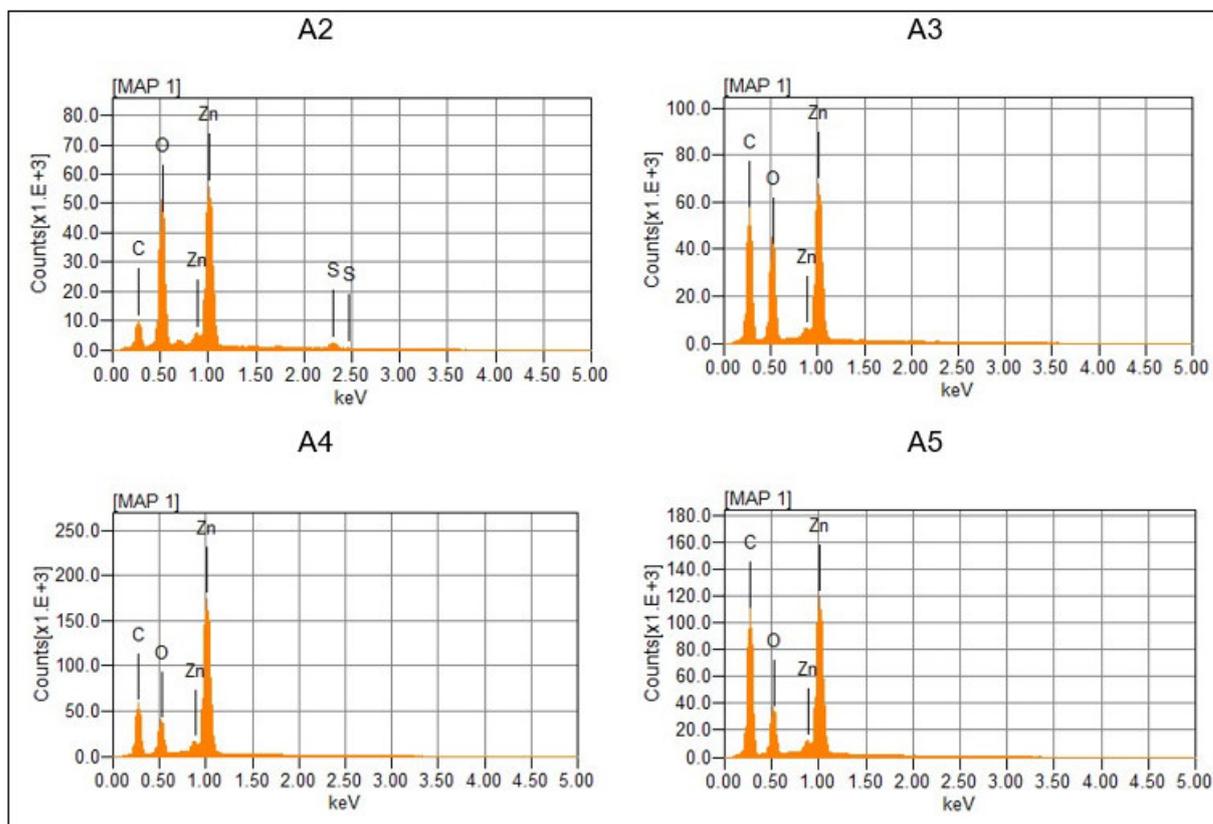
Figura 12 – Imagens de MEV.



Fonte: Autor (2019)

Já na Figura 13, o resultado do EDS mostra que a microestrutura da superfície era predominantemente de zinco, assim ratificando a eficaz deposição de zinco e da formação de uma superfície coesa, o que leva a ausência de porosidade (LOTO; OLOFINJANA; LOTO, 2014). A adição do óleo não apresentou alteração na composição do filme.

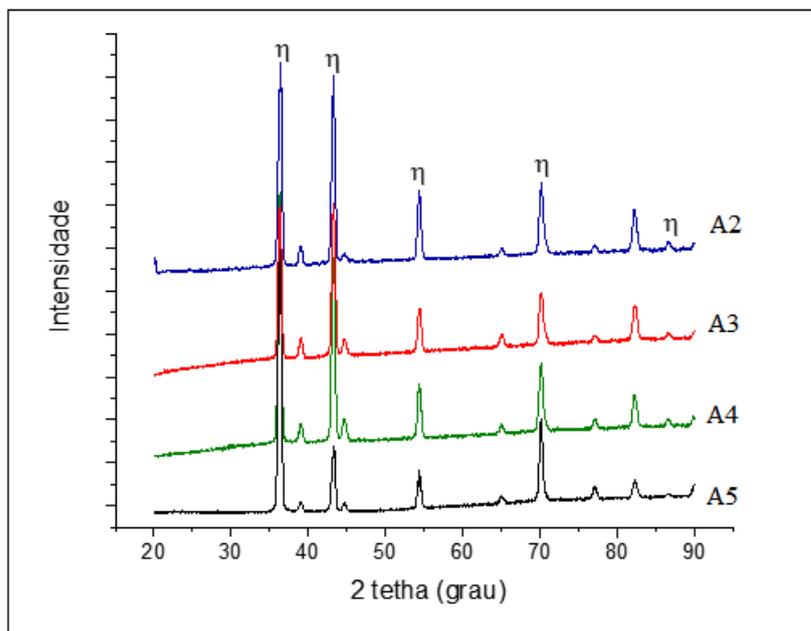
Figura 13 – Resultados de EDS.



Fonte: Autor (2019)

Por fim, a composição das fases foi examinada por Difração de Raios X (DRX), como observado na Figura 14, que evidencia a existência da fase eta, sendo esta fase presente na maioria das ligas eletrodepositadas em uma faixa mais ampla de composição (BRENNER, 2013).

Figura 14 – Resultados de Raio-X.



Fonte: Autor (2019)

6 CONCLUSÃO

Este trabalho é oriundo de trabalho de iniciação científica, financiado pela FAPEMA. Ele foi apresentado inicialmente no XXX Seminário de Iniciação Científica da UFMA. Em seguida foi submetido ao XXIII Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (CBECiMat), onde foi apresentado e publicado nos anais do congresso. Posteriormente, recebemos o convite para que o trabalho submetido ao XVII CBECiMat, fosse publicado como capítulo do volume 5 do livro Engenharia no Século XXI da editora Poisson. Recentemente o trabalho foi apresentado no International Conference for Academia and Industry Co-operation, organizado pelo Instituto Federal do Maranhão.

Os resultados das medidas eletroquímicas mostraram que o óleo de mamona apresenta um comportamento relevante como aditivo da eletrodeposição de zinco em aço SAE 1008. Os filmes obtidos com a adição do óleo apresentaram melhor qualidade quando comparado a amostras sem aditivo, sendo que a medida que se aumentou a concentração do aditivo também observou-se melhora nos resultados e aumento dos grânulos na imagem do MEV.

Por fim, tem-se que o óleo de mamona mostrou-se eficiente como aditivo de eletrodeposição, além de ser uma espécie abundante na natureza, de preço acessível e ambientalmente responsável, quando comparado aos aditivos artificiais.

Como proposta para futuros trabalhos, busca-se fazer um estudo comparativo com outros óleos orgânicos locais, entre eles o óleo de babaçu, que já foram iniciados estudos preliminares.

REFERÊNCIAS

- BANIK, S. J.; AKOLKAR, R. Effect of additives on dendritic growth during zinc electrodeposition. In: THE ELECTROCHEMICAL SOCIETY. *Meeting Abstracts*. [S.l.], 2013. p. 2346–2346. Citado na página 23.
- BOCK, F. C. et al. Epoxidação de óleos de soja, girassol e mamona e avaliação quimiométrica por pca e hca. *Revista Jovens Pesquisadores*, v. 4, n. 3, 2014. Citado na página 22.
- BRANDÃO, K. S. R. et al. Otimização do processo de produção de biodiesel metílico e etílico do óleo de mamona (*ricinus communis* l.) aplicando um delineamento composto central rotacional (dccb). Universidade Federal do Maranhão, 2007. Citado na página 13.
- BRENNER, A. *Electrodeposition of alloys: principles and practice*. [S.l.]: Elsevier, 2013. Citado na página 30.
- GARCIA, P. F. C.; LEITE, S. S. Estudo de tração em lâminas de aço sae 1008 com abaulamento proveniente de tensões residuais do processo de laminação. 2017. Citado na página 15.
- GENTIL, V. Corrosão. 4ª edição. *Rio de Janeiro: Editora Guanabara Dois SA*, 1996. Citado na página 13.
- JESUS, M. D. d. Efeito do glicerol como aditivo para resistência à corrosão do revestimento de zinco obtido através de eletrodeposição. Universidade Federal da Bahia. Escola Politécnica, 2015. Citado na página 13.
- KUMAR, A. M. et al. Corrosion protection performance of single and dual plasma electrolytic oxidation (peo) coating for aerospace applications. *Materials Chemistry and Physics*, Elsevier, v. 149, p. 480–486, 2015. Citado na página 24.
- LIANG, Y. et al. Effects of additives on zinc electrodeposition from alkaline zincate solution. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Elsevier, v. 27, n. 7, p. 1656–1664, 2017. Citado 2 vezes nas páginas 16 e 28.
- LOTO, C.; OLOFINJANA, A.; LOTO, R. Effect of manihot esculenta c. leaf extract additive on the zinc electroplating on mild steel in acid chloride solution. *International Journal of Electrochemical Science*, v. 9, p. 3746–3759, 2014. Citado na página 29.
- MARINHO, N. P. et al. Caracterização física e térmica de compósito de poliuretano derivado de óleo de mamona associado com partículas de bambu. *Embrapa Florestas-Artigo em periódico indexado (ALICE)*, SciELO Brasil, 2013. Citado na página 13.
- MATYKINA, E. et al. Ac peo of aluminium with porous alumina precursor films. *Surface and Coatings Technology*, Elsevier, v. 205, n. 6, p. 1668–1678, 2010. Citado na página 26.
- MORÓN, L. et al. Electrodeposition and corrosion behavior of zn coatings formed using as brighteners arene additives of different structure. *Surface and Coatings Technology*, Elsevier, v. 205, n. 21-22, p. 4985–4992, 2011. Citado na página 15.

- MOUANGA, M. et al. Behaviour of coumarin in chloride bath: Relationship with coumarin influence on zinc electrodeposition. *Surface and Coatings Technology*, Elsevier, v. 201, n. 16-17, p. 7143–7148, 2007. Citado na página 17.
- NUNES, F. et al. Efeito da gelatina como aditivo para eletrodeposição de ligas zn-co a partir de corrente pulsada simples. *Blucher Chemical Engineering Proceedings*, v. 1, n. 2, p. 14059–14066, 2015. Citado na página 16.
- NUNES, M. R. d. S.; MARTINELLI, M.; PEDROSO, M. M. Epoxidação do óleo de mamona e derivados empregando o sistema catalítico vo (acac) 2/tbhp. *Química nova. São Paulo. Vol. 31, n. 4 (jun. 2008), p. 818-821*, SciELO Brasil, 2008. Citado 2 vezes nas páginas 16 e 17.
- OLIVEIRA, J. et al. Avaliação das propriedades da liga zn-ni-fe obtida por eletrodeposição. *CONGRESSO NACIONAL DE PESQUISA DE ENSINO DE CIENCIAS*, v. 1, n. 1, p. 6–12, 2016. Citado na página 16.
- OSORIO, W. et al. A influência da microestrutura da liga pb-0, 85% sb em seu comportamento eletroquímico. *Matéria (Rio de Janeiro)*, SciELO Brasil, 2008. Citado na página 26.
- PANDOLFO, D. Estudo da tenacidade ao impacto de um aço sae 1020 submetido a tratamentos térmicos. *Revista da Graduação*, v. 2, n. 2, 2009. Citado na página 15.
- PECEQUILO, C. V.; PANOSSIAN, Z. *Estudo do mecanismo de eletrodeposição do cobre a partir do HEDP por meio da técnica eletroquímica de medição do potencial de circuito aberto*. [S.l.]: INTERCORR, 2010. Citado na página 13.
- SOROUR, N. et al. A review of organic additives in zinc electrodeposition process (performance and evaluation). *Hydrometallurgy*, Elsevier, v. 171, p. 320–332, 2017. Citado na página 16.
- TOMACHUK, C. R.; COSTA, I. Revestimentos de zinco sobre aços e suas aplicações. *Corrosão e Proteção*, 2015. Citado na página 19.
- WERTEKER, M. et al. Environmental and varietal influences on the fatty acid composition of rapeseed, soybeans and sunflowers. *Journal of agronomy and crop science*, Wiley Online Library, v. 196, n. 1, p. 20–27, 2010. Citado na página 16.
- WOLYNEC, S. *Técnicas Eletroquímicas em Corrosão Vol. 49*. [S.l.]: Edusp, 2003. Citado na página 25.