



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA NA QUALIDADE DE ANODIZAÇÃO DE LIGAS DE ALUMÍNIO

Louise Ramos Burached

Relatório Final de Iniciação Científica do
Programa PIBIC, orientada pela
Dra. Graziela da Silva Savonov

URL do documento original:

INPE

São José dos Campos

2024



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA NA QUALIDADE DE ANODIZAÇÃO DE LIGAS DE ALUMÍNIO

Louise Ramos Burached

Relatório Final de Iniciação Científica do
Programa PIBIC, orientada pela
Dra. Graziela da Silva Savonov

URL do documento original:

INPE

São José dos Campos

2024

RESUMO

A anodização é amplamente utilizada no laboratório de tratamento de superfícies, esta técnica confere às superfícies metálicas maior resistência à corrosão e à abrasão através da formação de uma camada de óxido integrada ao metal. Neste estudo, foi feita a anodização em peças de alumínio a fim de observar a influência do fator temperatura. A estrutura utilizada para o tratamento foi previamente montada para promover um banho eletrolítico homogêneo e o controle da temperatura durante o processo. Amostras de alumínio (Al-6351) anodizadas em temperaturas de 15°C a 30°C passaram por análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e polarização potenciodinâmica com o objetivo de avaliar seu desempenho na resistência à corrosão. Aplicando a teoria de extrapolação de Tafel, foi determinado o grau de proteção contra corrosão proporcionado por cada condição. Os resultados indicaram que a temperatura no processo de anodização influencia na resistência à corrosão do alumínio anodizado, destacando a importância do controle térmico no processo do tratamento para aplicações que exigem alta durabilidade, sendo assim essencial para aprimorar as propriedades protetivas que esta técnica resulta.

Palavras-chave: Alumínio, Anodização, Corrosão, Polarização, Temperatura.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Conjunto do sistema de anodização

Figura 2 - Cinco tipos de amostras anodizadas em diferentes temperaturas.

Figura 3 - Célula eletrolítica que é ligada ao potenciostato

Figura 4 - Tabela com micrografia de topo das amostras com suas respectivas temperaturas e ampliações.

Figura 5 - Curvas de polarização

Figura 6 - Curvas de Polarização Ampliada

Figura 7 - Média da Taxa de Corrosão das cinco temperaturas

Figura 8 - Média do Potencial de Corrosão Calculado das cinco temperaturas

Figura 9- Potencial de Corrosão Observado das cinco temperaturas

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. DESENVOLVIMENTO	2
2.1 Revisão de literatura	2
2.2 Material e métodos	4
2.2.1 Fabricação das amostras	4
2.2.2 Caracterização de corrosão	7
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	8
3.1. Microscopia Eletrônica de Varredura	8
3.2. Polarização Potenciodinâmica	11
4. CONCLUSÃO	15
5. REFERÊNCIAS	17

1. INTRODUÇÃO

A anodização é uma técnica de tratamento de superfície que confere à peça tratada características como resistência à corrosão, isolamento elétrico e resistência à abrasão. No contexto de fabricação de máquinas e equipamentos complexos, que exigem maior tempo para a montagem e testes, como na área aeroespacial, pode ser indicado anodizar as peças metálicas que estão sujeitas à deterioração. Desta forma, a durabilidade e qualidade da peça podem ser mantidas garantindo maior eficiência no processo de fabricação.

A anodização é baseada na formação de uma camada superficial de óxido metálico a partir da imersão de uma peça no banho eletrolítico submetido à uma tensão, em que a peça desempenha papel de ânodo. A formação da camada anódica é feita de maneira controlada, este processo depende de diversos fatores como a concentração do banho, o tempo de exposição das peças, densidade de corrente aplicada e da temperatura do sistema. As propriedades que a peça vai adquirir com o tratamento irão se relacionar com a estrutura da camada anódica formada.

Através da caracterização dos níveis de corrosão das peças anodizadas, é possível indicar quais seriam os parâmetros mais relacionados a maior durabilidade ao objeto que passou pelo tratamento. Uma das maneiras utilizadas para fazer esta caracterização é com o teste de Polarização Potenciodinâmica, o qual a peça de trabalho é submetida a uma janela de potencial e sua resposta é registrada e configurada na curva de polarização, assim indicando qual seria o potencial e a corrente de corrosão.

Para a análise da curva de polarização e a aquisição de resultados que sirvam de indicadores, é utilizada a Teoria de extrapolação de Tafel, esta é uma metodologia que estuda a cinética de reações eletroquímicas em interfaces eletrodo-eletrólito. Ela se baseia na relação entre a corrente elétrica que flui através de um eletrodo e o potencial aplicado, descrita pela equação de Tafel.

2. DESENVOLVIMENTO

2.1 Revisão de literatura

A camada anódica é uma barreira mecânica e química contra, principalmente, a corrosão e abrasão de um material. Sua formação se dá através da anodização, um processo eletroquímico que aumenta a espessura natural da camada de óxido na superfície de metais, especialmente o alumínio. Esta camada pode se classificar de duas maneiras de acordo com sua estruturação, sendo elas a camada barreira e a camada porosa. A formação dessas diferentes estruturas se dá pela variação dos parâmetros no processo de anodização. (GRUBBS, 2000)

Para realizar as anodizações deste estudo, foram utilizados parâmetros de concentração do banho que vão de acordo com as recomendações da norma ECSSQ-ST-70-03C. Nesta norma está indicado que a concentração de ácido sulfúrico no banho anódico esteja entre 120g/L e 180g/L (EUROPEAN COOPERATION FOR SPACE STANDARDIZATION, 2008). A densidade de corrente aplicada de 1,5A/dm² e do tempo de exposição das peças de 40 minutos demonstraram maior eficiência na anodização, sendo assim, estes foram os parâmetros fixados para a execução deste estudo. (HORBAN, 2020)

A temperatura no processo de anodização, alvo desta pesquisa, é um parâmetro determinante na caracterização da camada anódica. Temperaturas mais elevadas corroboram para a formação de uma estrutura porosa, pois diminuem a resistividade do eletrólito. Temperaturas mais baixas tendem a gerar camadas mais compactas e duras. (MENEGHESSO, 2007 e SURTEC, 2012)

Para garantir que o tratamento de superfície foi efetivo para aplicação contra corrosões e conseguir diferenciar os aspectos atribuídos a cada condições de variação de parâmetro, é necessário realizar o teste de Polarização Potenciodinâmica. Para este ensaio, o objeto que se deseja caracterizar o potencial corrosivo é inserido em um circuito como

um eletrodo de trabalho, será aplicado uma variação de potencial e observado a resposta do objeto a essa variação. Para a coleta de valores de corrente, é conectado em série ao eletrodo de trabalho um contra eletrodo, e para a obtenção dos valores de potencial, é conectado em paralelo a um eletrodo de referência. Todos os eletrodos ficam imersos no eletrólito adequado. (SAVONOV, 2011)

No ensaio de caracterização de corrosão, é gerada uma curva de polarização, a qual relaciona o potencial aplicado pela fonte externa a uma densidade de corrente de resposta do eletrodo de trabalho. A interpretação desse gráfico, para obtenção direta da quantificação da resistência à corrosão, é dada pela Teoria de Extrapolação de Tafel.

A Teoria de Extrapolação de Tafel é uma técnica amplamente utilizada na eletroquímica para determinar parâmetros relacionados às reações de corrosão e transferência de carga nas interfaces eletrodo-eletrólito. A teoria é baseada nas equações de Tafel, que descrevem a relação entre a densidade de corrente e o potencial elétrico em uma reação de eletrodo. Para uma reação de oxidação ou redução, a equação de Tafel é expressa como:

$$\eta = a + b \log(i) \quad \text{Lei de Tafel}$$

A partir da curva de polarização, é obtido potencial de corrosão, caracterizado pelo momento em que o comportamento do eletrodo de trabalho muda de anódico para catódico. Graficamente é observado um equilíbrio, onde a intensidade da densidade de corrente se iguala. Visto o potencial de corrosão, é possível calcular a corrente de corrosão.

Para a obtenção da corrente de corrosão é traçado duas retas tangentes às curvas de comportamento anódico e catódico, e extrapolando-as em um intervalo maior ou igual à 30mV em torno do potencial de corrosão, faz-se com que a projeção da interceptação destas retas seja próximo ao potencial de corrosão. O ponto de interceptação dessas retas marca a corrente de corrosão, indicando um comportamento estacionário, o qual a velocidade de oxidação se iguala a de redução. Após o registro do comportamento

estacionário, observa-se uma rápida oxidação do objeto no eletrodo de trabalho, indicando o rompimento da barreira de tratamento. (SAVONOV, 2011)

2.2 Material e métodos

A realização dos estudos pode ser dividida em duas etapas, a de fabricação das amostras e a submissão das amostras aos testes de corrosão. A primeira parte conta com o processo de anodização em si, a qual as amostras passam pelo tratamento em diferentes temperaturas. Já a segunda etapa conta com a realização dos ensaios de caracterização de corrosão nos quais é verificado a influência da temperatura na obtenção dos resultados do tratamento.

2.2.1 Fabricação das amostras

O processo de anodização foi conduzido com um sistema que inclui um tanque, um trocador de calor, uma bomba de circulação e uma fonte de alimentação elétrica ajustável. Os materiais que ficam em contato com o banho anódico são resistentes ao baixo pH, feitos em polipropileno (PPL) e policloreto de vinila (PVC). O tanque, com capacidade de 25 litros, é dividido por uma placa. De um lado, encontra-se a serpentina, por onde circula a água do trocador de calor, que irá manter a temperatura desejada, e o terminal de sucção da bomba de circulação, que irá manter o banho homogêneo. No outro lado, onde ocorre o processo de anodização, são posicionados os eletrodos, as peças amostrais e o terminal de descarga da bomba, que direciona o fluxo através de uma estrutura tubular perfurada, promovendo a agitação do banho. Essa estrutura foi projetada para garantir a homogeneização do banho anódico, evitando a formação de gradientes de temperatura no sistema.

Figura 1 - Conjunto do sistema de anodização



Fonte: Autoral

A concentração do banho anódico foi de cerca de 180g/L de ácido sulfúrico, enquanto concentração de alumínio dissolvido foi entre 3 a 10g/L. A conferência e garantia dessas concentrações foi feita através de testes de titulações protocolados no Laboratório de Tratamento de Superfícies do INPE.

As amostras são de liga de alumínio (Al-6351) em formato de discos com 19 mm de diâmetro e 4 mm de espessura. Todas passaram por lixamento de gramatura 600 e 1200 para uniformizar as superfícies e remover marcas de usinagem. No momento da anodização, as peças foram fixadas em hastes de liga de alumínio maleável, moldadas para garantir um contato firme e seguro. As amostras também passaram por um pré-tratamento o qual incluiu três etapas: desengraxe, decapagem e neutralização, com lavagens em água deionizada entre as etapas.

Para o desengraxe, as amostras foram imersas durante 5 minutos para eliminar contaminantes e gorduras. Em seguida, a decapagem foi realizada em solução alcalina por

1 minuto para remover a oxidação superficialmente. Por fim, a neutralização foi feita com ácido nítrico a 10% por 5 minutos.

Para iniciar o processo de anodização, as hastes com as amostras foram fixadas em um suporte no tanque, os discos foram posicionados de forma que suas superfícies circulares ficassem paralelas aos eletrodos. Os eletrodos e o suporte condutor foram conectados a uma fonte de energia regulável. A corrente aplicada foi calculada com base no volume submerso do conjunto amostras-hastes, usando uma densidade de corrente de 1,5 A/dm³. A partir do momento em que a fonte de alimentação é ligada, cronometra-se 40 minutos para a exposição das amostras e conclusão do processo de anodização.

O banho foi mantido a temperaturas pré-estabelecidas, sendo o processo repetido cinco vezes em temperaturas variando entre 15°C e 30°C. Para cada temperatura, foram feitas quatro amostras. Para atingir temperaturas mais baixas, além do trocador de calor, foram adicionadas bombonas com água congelada dentro do tanque ao lado da serpentina.

Após a anodização, as peças passaram pela selagem. Elas foram cuidadosamente lavadas e colocadas em água deionizada aquecida a aproximadamente 90°C, onde permaneceram por 20 minutos, garantindo a estabilização das camadas anódicas, que então estavam prontas para serem analisadas.

Figura 2 - Cinco tipos de amostras anodizadas em diferentes temperaturas



As peças foram posicionadas da menor para a maior temperatura, na seguinte ordem: 15°C, 19°C, 23°C, 27°C e 30°C.

Fonte: Autoral

2.2.2 Caracterização de corrosão

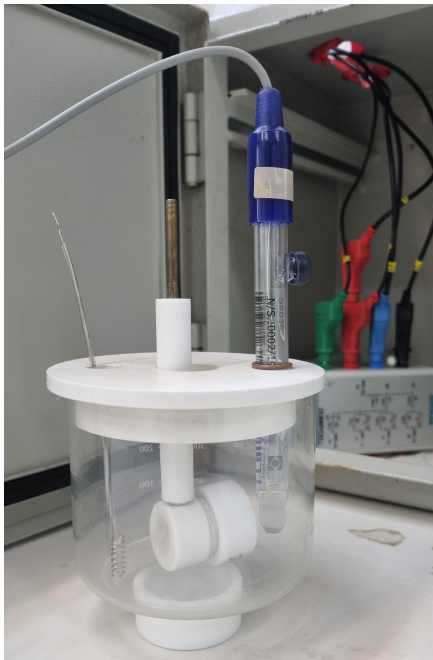
Para os ensaios de Polarização Potenciodinâmica foi necessário montar um circuito composto por um potenciostato da marca Metrohm Autolab, um eletrodo de referência de platina, um contra eletrodo para captação e registro de corrente, um eletrodo de trabalho o qual se fixa a amostra, uma caixa de aço fazendo o papel na redução de interferências e um recipiente de vidro para se colocar o eletrólito e imergir os eletrodos.

O teste é feito com uma amostra por vez, uma das superfícies circulares do disco amostral é lixada para a retirada da camada anódica e posicionada em contato com o eletrodo de trabalho, enquanto a superfície com o tratamento de anodização é voltado para ter contato com o eletrólito. A estrutura que fixa a amostra é chamada de “cachimbo”, quando bem montada, oferece vedação para que não ocorra infiltração do eletrólito e que a área exposta da amostra seja controlada. O eletrólito utilizado foi uma solução previamente fabricada com concentração de 3,5M de Cloreto de Sódio, dessa forma foi proporcionado um ambiente ainda mais propício para a corrosão e assim para a análise do comportamento das peças.

O teste foi comandado através do computador conectado ao aparelho de potenciostato, com o software NOVA, do próprio fabricante para pesquisa eletroquímica. Os parâmetros programados para iniciar a submissão de potencial nas amostras foram a velocidade de varredura em 0,1V/s, a faixa de potencial de -0,2 Vocp a 2V e a duração do teste de 3600 segundos.

Durante a aplicação da faixa de potencial, informações da corrente do circuito e do potencial são registradas e apresentadas nas curvas polarização pelo próprio software NOVA, este também tem em sua interface instrumentos para calcular as taxas de corrosão pela Teoria de Extrapolação de Tafel, sendo possível comparar os valores de taxa de corrosão e potencial de corrosão calculado e observado. Todas as amostras foram submetidas ao teste, isto é, foram obtidas 4 curvas de polarização para cada uma das cinco temperaturas. Dentre os quatro resultados de uma mesma temperatura, foi escolhida a curva com valores médios para ser analisada e comparada às outras temperaturas.

Figura 3- Célula eletrolítica que é ligada ao potenciostato



Fonte: Autoral

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

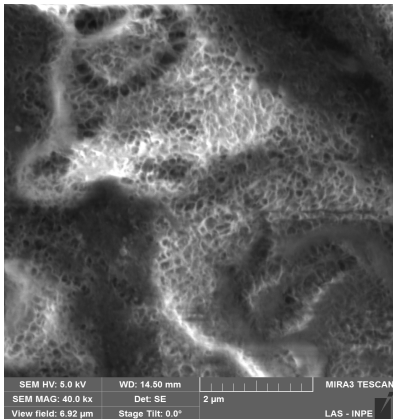
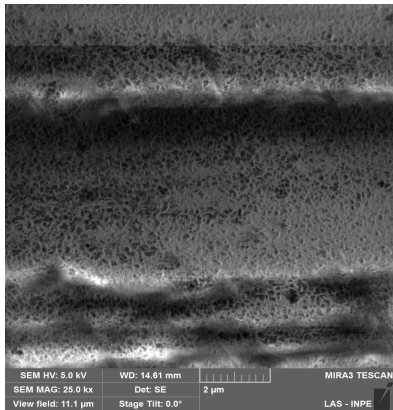
Os resultados adquiridos foram direcionados para a comparação do tratamento em diferentes temperaturas, a fim de indicar qual seria a que melhor oferece eficácia contra a corrosão. Primeiramente, foi observado a morfologia da camada anódica através da Microscopia Eletrônica de Varredura, em seguida foram analisadas as curvas e valores calculados para a caracterização da corrosão obtidos pela Polarização Potenciodinâmica.

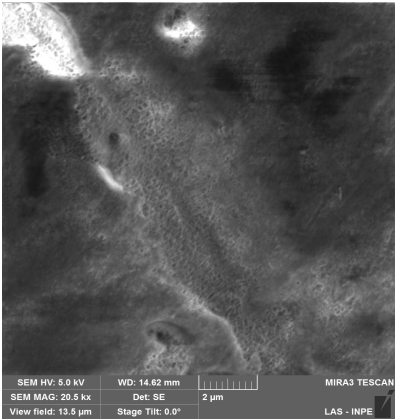
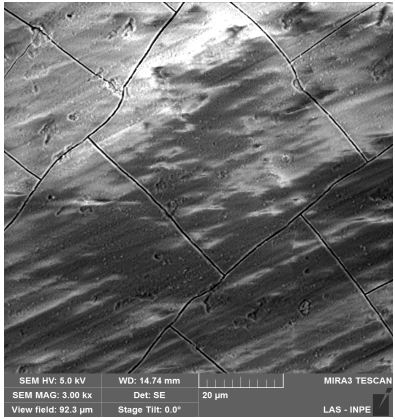
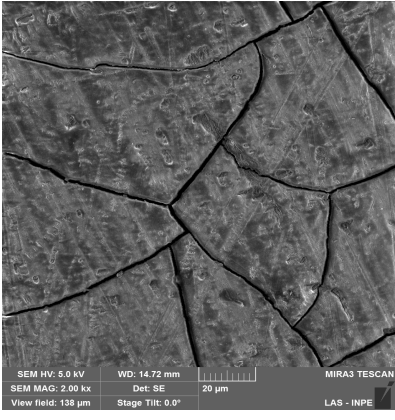
3.1. Microscopia Eletrônica de Varredura

Submetendo as amostras ao Microscópio Eletrônico de Varredura, foi observado a morfologia da camada anódica. As peças apresentaram superfícies tratadas com padrões

bem diferentes entre si, conforme a temperatura aumenta, a camada deixa de apresentar formação de poros uniformes e começa a adquirir aspecto compactado e craquelado.

Figura 4 – Tabela com micrografia de topo das amostras com suas respectivas temperaturas e ampliações.

Temperatura de fabricação da amostra	Ampliação	Imagem por MEV
15°C	40Kx	
19°C	25Kx	

23°C	20Kx	
27°	3Kx	
30°C	2Kx	

Fonte: Autoral

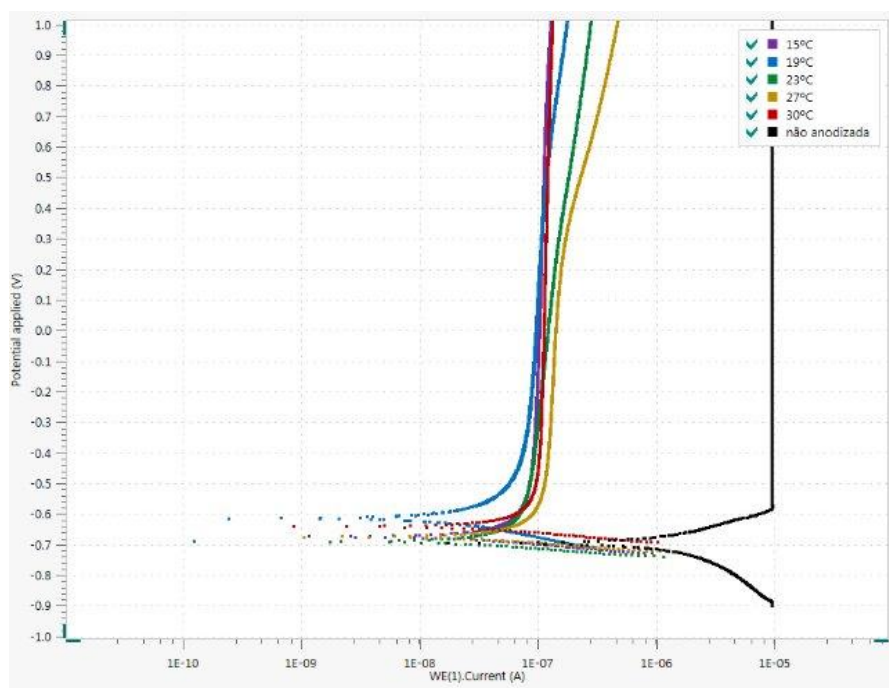
Pelo fato da anodização conferir isolamento elétrico à peça, a obtenção das imagens foi feita com certa dificuldade, a ampliação da microscopia foi de acordo com a melhor visualização das porosidades possível.

Nas peças feitas sob 15°C e 19°C é observado a formação de poros de maneira bem uniforme, em 23°C é visto que em certas regiões identifica-se poros e no geral há aparentemente a compactação da camada. Já em 27°C e 30°C, foi visto uma camada fragilizada com aspecto craquelado.

3.2. Polarização Potenciodinâmica

Foram comparadas e analisadas graficamente as cinco curvas correspondentes às temperaturas junto a curva do comportamento da amostra sem tratamento. A partir da curva de polarização, é possível visualizar a velocidade a qual a amostra se corroi. A região de pico da curva é onde a polaridade é invertida, detectando a mudança de reação de anódica para catódica.

Figura 5 - Curvas de polarização

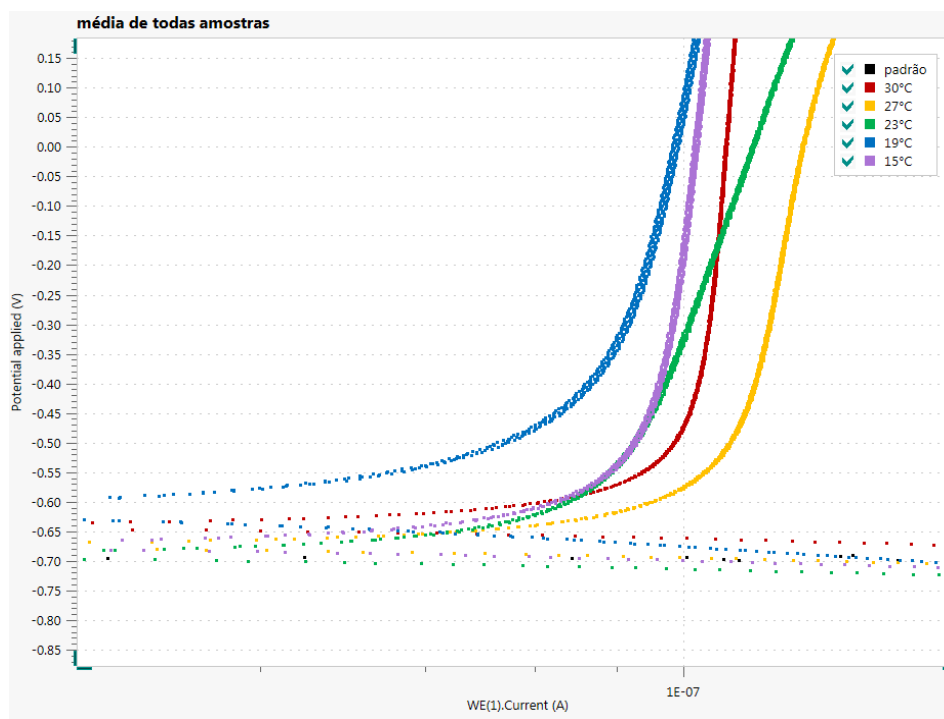


Fonte: Autoral

A partir das curvas apresentadas acima, é possível visualizar claramente a diferença de comportamento das amostras anodizadas para a não anodizada (curva em preto, a direita), indicando a eficiência do tratamento em retardar o processo de corrosão. Apesar do potencial de corrosão está próximo em valor, a corrente de corrosão é visivelmente diferente.

Para a visualização das diferenças da região de pico entre as amostras anodizadas, foi observado o mesmo gráfico com ampliação e escala diferente, apresentado na Figura 5.

Figura 6 - Curvas de Polarização Ampliada

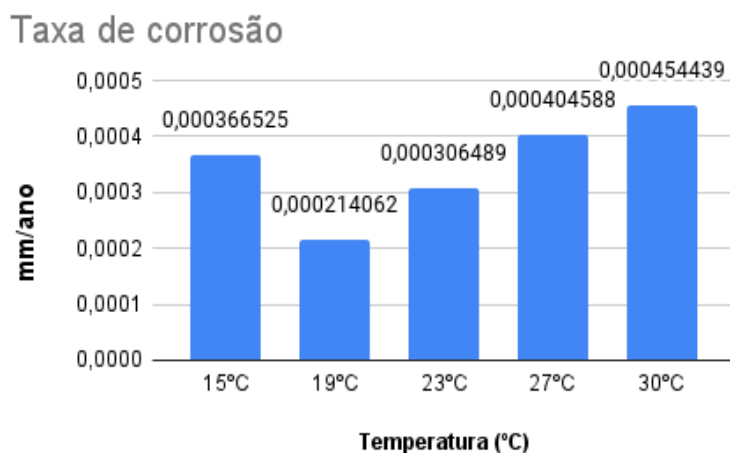


Fonte: Autoral

Apesar de visualmente não ser possível apontar com precisão o potencial de corrosão e a corrente de corrosão, é visto a diferenciação de comportamento entre as temperaturas. É possível destacar que a amostra anodizada a 19°C apresentou potencial de corrosão menos negativo que as demais.

|Com a coleta de quatro resultados dos valores calculados pelo próprio software NOVA, foi feita a média para cada condição térmica da Taxa de Corrosão (mm/ano) e do Potencial de Corrosão (V). Com exceção das amostras de 15°C, houve um aumento da taxa de corrosão conforme o aumento da temperatura, sendo a de 19°C a que apresentou menor taxa.

Figura 7 - Média da Taxa de Corrosão das cinco temperaturas



Fonte: Autoral

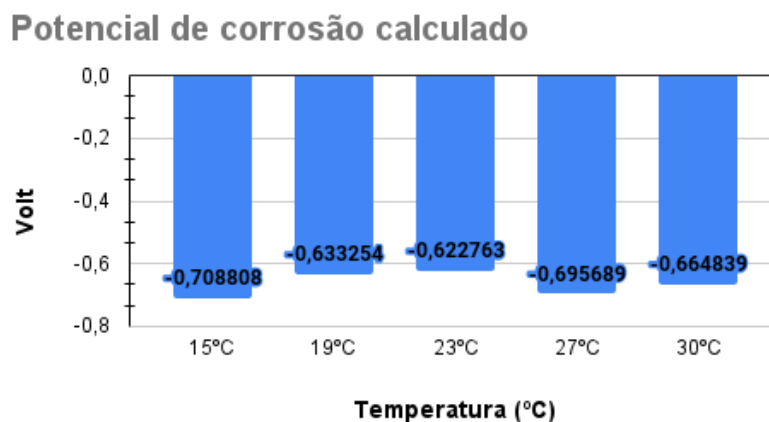
É interessante observar como o aumento da temperatura na fabricação da peça acompanha gradualmente os valores de taxa de corrosão, com exceção da amostra de 15°C. Isto indica fortemente a influência da temperatura no processo de anodização e que a faixa entre os 19°C seria a indicada para aplicações de necessidade a resistência à corrosão.

Deve-se compreender que a Taxa de Corrosão é um valor obtido indiretamente, através do cálculo envolvendo o potencial de corrosão, a velocidade da reação no ensaio e a corrente de corrosão. É a partir da Lei e Teoria de Tafel que se faz possível esse tipo de quantificação e análise.

Diferentemente da taxa de corrosão, o potencial de corrosão é um valor registrado diretamente dos dados coletados no ensaio. Os valores apresentados possuem relação com a

taxa calculada, porém não demonstraram uma relação padrão com a temperatura como os outros indicativos.

Figura 8- Média do Potencial de Corrosão Calculado das cinco temperaturas

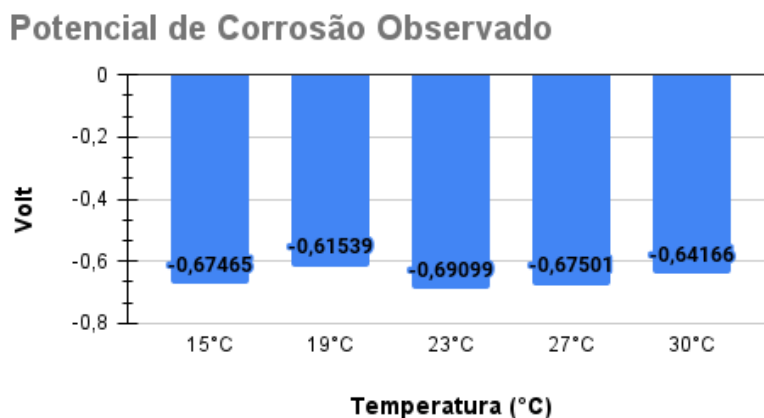


Fonte: Autoral

O Potencial de corrosão calculado foi obtido pela Lei de Tafel, aplicada pelo software NOVA através das retas de extrapolação inseridas manualmente. Por estes valores, o destaque vai para as temperaturas de 19°C e 23°C. Valores menos negativos de Potencial de Corrosão são associados a taxas de corrosão menores.

O software disponibiliza também os valores de Potencial de corrosão registrados diretamente pela coleta de dados do ensaio. Os valores de corrosão observados estão descritos na Figura 9.

Figura 9- Potencial de Corrosão Observado das cinco temperaturas



Fonte: Autoral

A média de erro relativo entre os valores calculados e observados foi de 4,97%. Para relacionar a Taxa de Corrosão ao Potencial de corrosão, deve-se lembrar mais uma vez que os valores são obtidos indiretamente a partir dos cálculos da Teoria de Extrapolação de Tafel, e por isso sempre haverá um erro associado ao valor calculado e observado.

Mesmo com a diferença entre os valores desse indicador, a temperatura de 19°C se destaca como sendo a menos negativa, associando-se à uma taxa de corrosão menor.

4. CONCLUSÃO

A anodização é notória por ser um técnica de baixo custo e por obter resultados eficientes ao que se propõe. Como esperado, todas as amostras anodizadas apresentaram melhora na resistência à corrosão, porém também foi observado que com diferentes temperaturas durante o processo de anodização, foi obtido diferentes características tanto morfológicas como para as propriedades promovidas pelo tratamento.

Levando em consideração os valores obtidos nos ensaios de Polarização Potenciodinâmica, é possível indicar temperaturas entre 19°C e 23°C como as mais apropriadas para o processo de anodização, quando o objetivo de aplicação envolve o aumento da resistência à corrosão. Tanto em valores diretos registrados nos testes quanto nos valores calculados pela Teoria, essas foram as temperaturas que demonstraram melhor desempenho.

Durante todas as etapas do estudo, foi possível observar que o controle da temperatura é imprescindível para direcionar os resultados desejados com o tratamento de superfície. Foi com satisfação que constatou-se que temperaturas próximas à temperatura ambiente é ideal para a promoção de uma das propriedades mais requisitadas na aplicação de aumento da durabilidade de peças.

5. REFERÊNCIAS

GRUBBS, C. A. Anodizing of aluminum. **Metal Finishing**, v. 98, n. 1, p. 480– 496, 2000.

DOI: 10.1016/S0026-0576(00)80357-8. Disponível em:

<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0026057600803578>.

MARINHO, André Lopes. **Avaliação de parâmetros processuais de anodização em ligas de alumínio 5052 e 1100**. 2017. 60 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2017

MENEGHESSO, A. A. **Noções básicas sobre processo de Anodização do Alumínio e suas Ligas - Parte 1**. Corrosão & Proteção, São Paulo, a.3, n.11, p.36-38, set./out. 2006.

SAVONOV, Graziela da Silva. **Implantação Iônica por Imersão em Plasma em Materiais Metálicos Leves**. 2011. 148 f. Tese de Doutorado – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

HORBAN, Marco. **Caracterização Eletroquímica e Termo-óptica do Alumínio Anodizado Negro**. 2020. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais

