UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL ÁREA DO CONHECIMENTO DE CIÊNCIAS EXATAS E ENGENHARIAS CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO II

ANA CARLA PESSUTTO

COMPARAÇÃO DE DOIS MÉTODOS DE COLORAÇÃO PARA ANODIZAÇÃO EM PERFIS DE ALUMÍNIO DA LIGA 6063

> CAXIAS DO SUL 2020

ANA CARLA PESSUTTO

COMPARAÇÃO DE DOIS MÉTODOS DE COLORAÇÃO PARA ANODIZAÇÃO EM PERFIS DE ALUMÍNIO DA LIGA 6063

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como parte dos requisitos para obtenção da aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso II do curso de Engenharia Química na Universidade de Caxias do Sul.

Orientador(a): Prof. Dr^a. Eliena Jonko. Coordenador(a): Prof. Dr^a. Janete Eunice Zorzi.

ANA CARLA PESSUTTO

COMPARAÇÃO DE DOIS MÉTODOS DE COLORAÇÃO PARA ANODIZAÇÃO EM PERFIS DE ALUMÍNIO DA LIGA 6063

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como parte dos requisitos para obtenção da aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso II do curso de Engenharia Química na Universidade de Caxias do Sul.

Aprovado(a) em 30/11/2020

Banca examinadora

Prof. Dr^a. Eliena Jonko Universidade de Caxias do Sul – UCS

Prof. Me. Roberto Itacyr Mandelli Universidade de Caxias do Sul – UCS

Prof. Dr. César Aguzzoli Universidade de Caxias do Sul – UCS

"A menos que modifiquemos à nossa maneira de pensar, não seremos capazes de resolver os problemas causados pela forma como nos acostumamos a ver o mundo".

Albert Einstein

RESUMO

O alumínio possui destague por ser um metal leve, versátil, resistente à corrosão e reciclável, obtendo ampla abrangência no mercado. Quando há a incorporação de elementos de liga, é possível adquirir materiais com outras características desejáveis, que são dependentes da aplicação do material. A liga 6063, voltada para fins arquitetônicos, tem por função a estética, a estrutura e a resistência. Este estudo tem por objetivo realizar um comparativo de dois diferentes métodos de coloração sobre a superfície de perfis anodizados da liga de alumínio 6063 com têmpera T6. O acabamento anodizado é realizado por meio de processo eletrolítico com a utilização do ácido sulfúrico como eletrólito, com o objetivo de alterar a camada superficial do material, garantindo um filme de óxido de alumínio mais resistente que o formado naturalmente. Para fins decorativos, a coloração do filme anódico pode ser realizada por diversas metodologias, abrangendo-se, neste caso, a coloração por adsorção orgânica, com o uso da anilina Sanodal Preto Escuro H-BL da marca Clariant, que possui resistência à exposição ao UV e ao calor, e a coloração eletrolítica, composta por sais de sulfato de estanho via eletrólise para a obtenção da coloração preta. Para realizar a comparação, foram feitos os ensaios de rugosidade, névoa salina neutra, análise de MEV/FEG, determinação da espessura da camada anódica, caracterização química por EDS, ensaio de luz ultravioleta (UV), medição de cor e de brilho anterior e posteriormente à exposição ao UV e ensaios de imersão. Os resultados obtidos destacam que em ambas metodologias os filmes anódicos formados são uniformes e homogêneos, com rugosidade média semelhante, o que possibilita a adequada comparação. Ambas se demonstraram resistentes à corrosão, por não apresentarem pontos de corrosão quando expostos ao ensaio de névoa salina neutra pelo período de 600 horas, sendo que foram visualizadas apenas manchas sobre a superfície das diferentes metodologias. Com relação ao UV, foram comparados os resultados anterior e posteriormente a exposição, pelas medições de cor e de brilho. A coloração por adsorção orgânica apresentou-se menos uniforme nas variações de brilho e de cor. Já a coloração eletrolítica apresentou-se resultados mais uniformes nas variações obtidas, entretanto apresentou um valor de variação média total de cor maior que a obtida na coloração por adsorção orgânica. Pelo fato das duas metodologias apresentarem resultados satisfatórios em todos os ensaios, assegura-se a qualidade das colorações aplicadas e consta-se que são equivalentes quando utilizados os parâmetros abordados.

Palavras-chave: Ligas de alumínio. Anodização. Resistência à corrosão. Coloração.

ABSTRACT

Aluminum is a light, versatile, corrosion-resistant and recyclable metal, obtaining wide market coverage. When alloying elements are incorporated, it is possible to acquire materials with other desirable characteristics, which are dependent on the application of the material. Alloy 6063, aimed at architectural purposes, has aesthetics, structure and resistance as its function. This study aims to make a comparison of two different methods of staining on the surface of anodized profiles of 6063 aluminum alloy with T6 tempering. The anodized finishing is carried out by means of an electrolytic process with the use of sulfuric acid as electrolyte, with the objective of altering the surface layer of the material, guaranteeing an aluminum oxide film more resistant than the one naturally formed. For decorative purposes, the anodic film can be colored by various methods, including, in this case, organic adsorption coloring, with the use of Clariant brand H-BL Sanodal Dark Black aniline, which has resistance to UV and heat exposure, and electrolytic coloring, composed of tin sulfate salts via electrolysis to obtain black coloring. For comparison, roughness tests, neutral saline mist, SEM/FEG analysis, anodic layer thickness determination, chemical EDS characterization, ultraviolet light (UV) test, color and gloss measurement before and after UV exposure and immersion tests were performed. The results obtained highlight that in both methodologies the anodic films formed are uniform and homogeneous, with similar average roughness, which allows adequate comparison. Both were shown to be resistant to corrosion, because they do not present corrosion points when exposed to neutral saline mist test for a period of 600 hours, and only stains on the surface of the different methodologies were visualized. With respect to UV, the results were compared before and after the exposure, by measurements of color and brightness. The organic adsorption staining was less uniform in the variations of brightness and color. The electrolytic staining showed more uniform results in the obtained variations, however presented a value of total average color variation greater than that obtained in the organic adsorption staining. Due to the fact that both methodologies present satisfactory results in all tests, the quality of the applied stains is assured and it is verified that they are equivalent when the parameters approached are used.

Keywords: Aluminium alloys. Anodizing. Corrosion resistance. Coloring.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama Pourbaix do alumínio puro em água a 20 °C8
Figura 2 - Estágios do processo de anodização segundo ABNT NBR 12609:201714
Figura 3 - Demonstrativo da estrutura do tanque de anodização16
Figura 4 - A formação do poro da camada anódica sobre a superfície do alumínio19
Figura 5 - Vista geral dos estágios de crescimento da camada anódica19
Figura 6 - A formação do poro com detalhamento da camada anódica sobre a
superfície do alumínio20
Figura 7 - Exemplos de metodologias utilizadas para colorir o filme anódico21
Figura 8 - Estrutura molecular do corante de antraquinona para tonalidade azul23
Figura 9 - Forma de onda de voltagem e de corrente durante a coloração eletrolítica
24
Figura 10 - Gráfico da base de dados Scopus com relação a anodização do alumínio
e da coloração do filme de óxido28
Figura 11 - Base do perfil utilizado como corpo de prova
Figura 12 - Etapas realizadas com os corpos de prova para realização do tratamento
de conversão de anodização e coloração do filme anódico
Figura 13 - Corpos de prova enganchados com ganchos de alumínio, bem como, as
bases da gancheira deste mesmo material, favorecendo a passagem de corrente
elétrica durante o processo de anodização
Figura 14 - Gráfico gerado durante a medição da rugosidade através da média
aritmética dos picos e dos vales em relação à linha média no comprimento
Figura 15 - Corpos de prova embutidos para a leitura da espessura da camada
anódica no MEV/FEG
Figura 16 - Modelo de cor CIELab42
Figura 17 - Variação da rugosidade dos corpos de prova da liga de alumínio 6063 com
e sem tratamento mecânico46
Figura 18 - Superfície rugosa e a incidência dos raios47
Figura 19 - Aparência dos corpos de prova da liga de alumínio 6063 com tratamento
mecânico de jateamento e com tratamento de jateamento e anodização48
Figura 20 - Aparência da espessura das camadas anódicas com coloração por meio
da adsorção orgânica avaliado no MEV/FEG51

Figura 21 - Aparência da espessura da camada anódica com coloração eletrolítica
através da análise do MEV/FEG52
Figura 22 - Valores das medidas das espessuras da camada anódica de corpos de
prova com coloração por adsorção orgânica53
Figura 23 - Valores das medidas das espessuras da camada anódica de corpos de
prova com coloração eletrolítica54
Figura 24 - Análises de MEV/FEG utilizadas para pontos de medição das composições
químicas dos corpos de prova por EDS56
Figura 25 - Corpos de prova com coloração por adsorção orgânica previamente ao
ensaio de névoa salina neutra58
Figura 26 - Corpos de prova com coloração por adsorção orgânica posteriormente
exposição à névoa salina neutra após 192 h e 504 h de ensaio59
Figura 27 - Corpos de prova com coloração eletrolítica previamente ao ensaio de
névoa salina neutra60
Figura 28 - Corpos de prova com coloração eletrolítica posteriormente à exposição de
192 h
Figura 29 - Aparência dos corpos de prova coloridos por adsorção orgânica expostos
ao ensaio de imersão em H ₂ SO ₄ 0,1 M72
Figura 30 - Aparência dos corpos de prova com coloração eletrolítica expostos ao
ensaio de imersão em H ₂ SO ₄ 0,1 M73
Figura 31 - Aparência dos corpos de prova coloridos por adsorção orgânica expostos
ao ensaio de imersão em NaOH 0,1 M74
Figura 32 - Aparência dos corpos de prova com coloração eletrolítica expostos ao
ensaio de imersão em NaOH 0,1 M75
Figura 33 - Aparência dos corpos de prova com metodologia de coloração por
adsorção orgânica durante a imersão dos mesmos em uma solução de NaCl 3,5 %
após 1.000 horas77
Figura 34 - Aparência dos corpos de prova com metodologia de coloração por
adsorção orgânica posteriormente 1.000 h de imersão em NaCl 3,5 %
Figura 35 - Aparência dos corpos de prova com metodologia de coloração de adsorção
orgânica durante a imersão dos mesmos em uma solução de NaCl 3,5 % após 1.000
horas79

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Dados sobre os minerais obtidos a partir da bauxita
Tabela 2 - Alguns exemplos de parâmetros para a anodização17
Tabela 3 - Composição química da liga de alumínio 6063 (Elementos químicos em %
de massa)29
Tabela 4 - Informações das etapas do processo
Tabela 5 - Medidas dos valores de rugosidade dos corpos de prova da liga de alumínio
6063 extrudados44
Tabela 6 - Medidas dos valores de rugosidade dos corpos de prova da liga de alumínio
6063 com tratamento mecânico de jateamento com granalhas de aço inox45
Tabela 7 - Medidas dos valores de rugosidade dos corpos de prova da liga de alumínio
6063 após o pré-tratamento e a anodização47
Tabela 8 - Medição dos valores de rugosidade dos corpos de prova da liga de alumínio
6063 posteriormente ao processo de coloração por adsorção orgânica49
Tabela 9 - Medição dos valores de rugosidade dos corpos de prova da liga de alumínio
6063 após processo de coloração eletrolítica49
Tabela 10 - Ensaio de medição de cor em corpo de prova 1 (CP1) com tratamento de
conversão de anodização e com coloração por adsorção orgânica62
Tabela 11 - Ensaio de medição de cor em corpo de prova 2 (CP2) com tratamento de
conversão de anodização e com coloração por adsorção orgânica63
Tabela 12 - Ensaio de medição de cor em corpo de prova 3 (CP3) com tratamento de
conversão de anodização e coloração eletrolítica64
Tabela 13 - Ensaio de medição de cor em corpo de prova 4 (CP4) com tratamento de
conversão de anodização e coloração eletrolítica65
Tabela 14 - Ensaio de medição de brilho em corpo de prova 1 (CP1) com tratamento
de anodização e com coloração por adsorção orgânica68
Tabela 15 - Ensaio de medição de brilho em corpo de prova 2 (CP2) com tratamento
de anodização e com coloração por adsorção orgânica68
Tabela 16 - Ensaio de medição de brilho em corpo de prova 3 (CP3) com tratamento
de anodização e coloração eletrolítica69
Tabela 17 - Ensaio de medição de brilho em corpo de prova 4 (CP4) com tratamento
de anodização e coloração eletrolítica69
Tabela 18 - Comparativos anterior e posterior ensaio a luz UV

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Designação, elementos químicos e propósito dos elementos de liga do
material forjado10
Quadro 2 - Classificação quanto à espessura da camada anódica para fins
arquitetônicos17
Quadro 3 - Elementos químicos detectados por método de MEV/FEG por EDS em
corpos de prova com coloração por adsorção orgânica56
Quadro 4 - Elementos químicos detectados por método de MEV/FEG por EDS em
corpos de prova por coloração eletrolítica57
Quadro 5 - Resumo dos resultados obtidos81

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

μm	Micrometro
A	Ampère
AA	Aluminium Association
ABAL	Associação Brasileira do Alumínio
AC	Corrente alternada
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
A/dm ²	Ampère por decímetro quadrado
apud	Citado por
ASTM	American Society for Testing and Materials
cm	Centímetro
EDS	Espectroscopia por dispersão em energia
et al.	E outros
g/cm³	Grama por centímetro cúbico
GPa	Gigapascal
GLP	Gás Liquefeito de Petróleo
g/L	Grama por litro
h	Hora
ISO	International Organization for Standardization
L	Litro
m	Metro
MEV/FEG	Microscópio Eletrônico de Varredura / Emissão de campo
min	Minuto
min/µm	Minuto por micrometro
mm	Milímetro
mm/s	Milímetro por segundo
mL/L	Mililitro por litro
nm	Nanometro
NBR	Norma Técnica
р.	Página
P.A.	Para Análise
рН	Potencial Hidrogeniônico
ppm	Partes por milhão

PVD	Deposição física de vapor (do inglês: Physical Vapor Deposition)
SDD	Detector de desvio de silício (do inglês: Silicon Drift Detector)
t	Tempo
Т	Temperatura
UV	Ultravioleta
V	Volts
XIX	Dezenove

LISTA DE SÍMBOLOS

α	Alfa
γ	Gama
0	Graus
°C	Grau Celsius
%	Por cento
±	Mais ou menos
AI	Alumínio
AIOOH	Hidróxido de óxido de alumínio
Al ³⁺	Íon de alumínio
AI(OH) ₃	Hidróxido de alumínio
AIO ₂ -	Íon aluminato
Al ₃ (OH) ₃ F ₆	Hidroxifluoreto de alumínio
AIF ₆ ³⁻	Íon Hexafluoraluminato
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio
Al ₂ (SO ₄) ₃	Sulfato de alumínio
Au	Ouro
C	Carbono
Cr	Cromo
Со	Cobalto
Cu	Cobre
e	Elétron
F	Flúor
F ⁻	Íon fluoreto
Fe	Ferro
Fe ₂ O ₃	Óxido de ferro
H+	Íon hidrogênio
H ₂	Gás hidrogênio
H_2SO_4	Ácido sulfúrico
H_2O_2	Peróxido de hidrogênio
H ₂ O	Água
Mg ₂ Si	Siliceto de magnésio
Mg	Magnésio

Mn	Manganês
NaOH	Hidróxido de sódio
NaCl	Cloreto de sódio
Ni	Níquel
Ni(OH)2	Hidróxido de níquel
Ni ²⁺	Íon níquel
OH-	Íon hidróxido
O ₂	Gás oxigênio
0	Oxigênio
S	Enxofre
Si	Silício
SiO ₂	Dióxido de silício
Sn	Estanho
SnSO ₄	Sulfato de estanho II
Ti	Titânio
TiO ₂	Dióxido de titânio
Zn	Zinco

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO1
1.1	OBJETIVO GERAL
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA4
2.1	OBTENÇÃO DO ALUMÍNIO4
2.2	PROPRIEDADES DO ALUMÍNIO6
2.3	ALUMÍNIO E SUAS LIGAS8
2.4	EXTRUSÃO E TÊMPERAS11
2.5	ALUMÍNIO NA CONSTRUÇÃO CIVIL12
2.6	PROCESSO DE ANODIZAÇÃO13
2.6.1	Tratamentos mecânicos14
2.6.2	Desengraxante15
2.6.3	Fosqueamento15
2.6.4	Neutralizante15
2.6.5	Anodização16
2.6.6	Coloração21
2.6.6.1	Coloração por adsorção orgânica21
2.6.6.2	Coloração eletrolítica23
2.6.7	Selagem 26
3	MATERIAIS E MÉTODOS29
3.1	MATERIAIS
3.2	MÉTODOS DE ANÁLISE
3.2.1	Rugosidade37
3.2.2	Microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo
	N 20

(MEV/FI	EG)	
3.2.3	Névoa salina neutra	40
3.2.4	Ensaios de resistência à luz ultravioleta	40
3.2.5	Ensaio de cor	41
3.2.6	Ensaio de brilho	42

3.2.7	Ensaio de imersão43
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO44
4.1	ENSAIO DE RUGOSIDADE44
4.2	ANÁLISES DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA
(MEV/FEG	i)50
4.2.1	Análise morfológica da secção transversal50
4.2.2	Valores das medidas de espessuras do filme anódico53
4.2.3	Avaliação das composições químicas55
4.3	RESULTADOS DO ENSAIO DE NÉVOA SALINA NEUTRA58
4.4	ENSAIO DE LUZ ULTRAVIOLETA (UV)61
4.5	ENSAIO DE COR62
4.6	ENSAIO DE BRILHO68
4.7	ENSAIO DE IMERSÃO71
4.7.1	Solução de H ₂ SO ₄ 0,1 M72
4.7.2	Solução de NaOH 0,1 M74
4.7.3	Solução de NaCl 3,5 %
5	CONCLUSÃO83
6	SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS85
	REFERÊNCIAS

1 INTRODUÇÃO

O mercado do alumínio (AI) em escala industrial no Brasil, de acordo com informações da Revista Alumínio (2019), registrou aumento no consumo de produtos fabricados de AI em cerca de 10 % do ano de 2017 para o ano de 2018, sendo este oriundo de matéria-prima virgem e de reciclagem, com tonelagem de 1 milhão e 383 mil. Durante o primeiro semestre de 2019, houve um aumento na aquisição de esquadrias de AI em 7 % se comparado ao mesmo período do ano anterior.

Levando-se em conta as questões ambientais, que estão em evidência no atual cenário industrial, é de suma importância avaliar os impactos causados durante a produção e a utilização dos metais, tendo em vista a durabilidade do mesmo. Dentre estes, o AI tem destaque por ser um metal leve e versátil, além de ser resistente à corrosão e ser um material reciclável, obtendo ampla aplicação no mercado.

A reciclabilidade garante a redução de impactos ambientais, pois assim é possível reduzir a produção do Al primário e proporcionar o aumento da vida útil do metal, visando à sustentabilidade em todas as suas aplicações. Com baixo custo, é capaz de gerar economia em recursos e em processos de produção. A energia elétrica utilizada na reciclagem do Al é de apenas 5 % da energia total necessária para fabricar o Al primário, levando-se em conta que todo o Al pode ser reciclado e utilizado para fabricar outros produtos (REIS, 2018).

O uso de materiais metálicos teve grande desenvolvimento ao longo da história. O cobre (Cu) é um dos primeiros metais descobertos e trabalhados pelo homem, e estima-se que seu uso na forma metálica tenha cerca de 7.000 anos. O ferro (Fe) é utilizado na forma metálica há aproximadamente 4.500 anos. Logo, o Al metálico é considerado moderno se comparado aos demais metais, devido o início da sua utilização ter ocorrido apenas durante o século XIX (RODRIGUES; SILVA; GUERRA, 2012; ACOBRASIL, 2020).

O alumínio e suas ligas possuem as mais variadas aplicações no mercado, onde se enquadram os transportes, a transmissão de energia elétrica, a indústria aeroespacial, os utensílios domésticos, a linha moveleira, a fabricação de embalagens, bem como a construção civil. Em busca de materiais com maior durabilidade, com resistência à corrosão e de embelezamento da superfície, podem ser realizados, embasado na engenharia de superfície, tratamentos que envolvem as mudanças das propriedades visando obter estas características.

A anodização é um dos tipos tratamentos de superfície mais aplicados sobre peças de AI, identificado por ser um tratamento de conversão. O processo é realizado com o intuito de formar uma fina camada de óxido de alumínio (AI₂O₃) que possibilita o aumento da vida útil do material, principalmente pelo fato de formar um filme cristalino, com poros de maior espessura, resistente à abrasão e à corrosão, proporcionando maior durabilidade aos meios a qual o material ficará exposto.

Devido à camada de óxido ser bastante porosa, a mesma pode vir a ser base para a aplicação de cores, quando o material for utilizado para fins decorativos. Há diferentes metodologias que podem propiciar cor ao material, sendo as mais frequentes a pôr imersão, através da adsorção de substâncias orgânicas com o uso de anilinas ou outros componentes; e a pôr coloração eletrolítica, com o auxílio de eletrólitos e de sais metálicos, havendo entre estes processos diferenciações na aparência e na durabilidade.

Com isso, verifica-se a necessidade de comparar estes dois métodos para colorir a camada anódica sobre perfis da liga de alumínio 6063, avaliando-se o desempenho da resistência que o material possui contra a corrosão em meios neutros e em meios agressivos, além da resistência às intempéries enquadrados em cada processo.

1.1 OBJETIVO GERAL

Comparar o desempenho com relação a resistência à corrosão e a exposição à radiação ultravioleta por meio de dois diferentes métodos de colorir filmes anódicos sobre corpos de prova de alumínio da liga 6063.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar a capacidade dos métodos de coloração aplicados no filme anódico em relação à resistência aos raios ultravioleta (UV), comparando alterações de brilho e de cor;
- Realizar ensaios físico-químicos de resistência em meio a soluções neutras, ácidas e básicas;
- Realizar ensaios de rugosidade do material;
- Determinar as propriedades obtidas nos filmes anódicos coloridos e medir a espessura destes filmes por meio da microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV/FEG);
- Caracterizar por espectroscopia por dispersão em energia (EDS) a composição química dos filmes anódicos por meio do MEV/FEG.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste Capítulo foram realizadas pesquisas de levantamento bibliográfico, baseadas em artigos, em livros e em teses, com assuntos relacionados ao ramo do alumínio e suas ligas, bem como sobre a engenharia de superfície, voltado aos requisitos da construção civil.

2.1 OBTENÇÃO DO ALUMÍNIO

Dentre os elementos químicos em maior proporção presentes na Terra, o alumínio (AI) é o terceiro colocado, sendo seus antecessores o oxigênio (O) e o silício (Si). O AI segue o aço/ferro (Fe) entre os metais de maior aplicação e de consumo anual, além de ser considerado o metal mais importante na classificação dos metais não ferrosos (ABAL, 2007; ASKELAND; WRIGHT, 2019).

Segundo Constantino *et al.* (2002, p. 490), a forma mais conhecida do Al é a metálica, embora já tenha sido considerado tão precioso antes das descobertas de Hall-Héroult e Bayer, que chegou a ser utilizado em joias e como substituto do ouro (Au) em jantares da nobreza durante o século XIX. Entretanto, os compostos de Al já serviam a humanidade há mais de 4.000 anos, como por exemplo, no Antigo Egito empregava-se o alúmen como mordente e na Grécia e em Roma o utilizavam, durante a Antiguidade, para fins medicinais. Atualmente, as espécies químicas mais utilizadas que contém íons de Al (Al³⁺) são o hidróxido de alumínio (Al(OH)₃) e o óxido de alumínio (Al₂O₃), que representam grande relevância do ponto de vista econômico.

O Al na forma metálica é uma descoberta recente e para obter-se o mesmo, inicia-se na mineração da lavra da bauxita. Em seguida é realizado o processo Bayer, que consiste na produção do Al₂O₃ anidro a partir do minério e por fim, com o processo Hall-Héroult, faz-se a redução do Al a partir do óxido com base na eletrólise (ALVES, 2017; AUTHIER-MARTIN *et al.*, 2001).

O processo eletrolítico para a obtenção do Al metálico se deu no ano de 1886, através de dois pesquisadores, o estadunidense Charles Martin Hall e o francês Paul-Louis-Toussaint Héroult, que desenvolveram concomitantemente a metodologia. Posteriormente, em pouco mais de uma década, foi desenvolvido o processo químico capaz de obter a alumina (Al₂O₃) a partir da bauxita, processo desenvolvido pelo austríaco Carl Joseph Bayer. Estas duas descobertas deram início à indústria do Al e seus fundamentos ainda são aplicados, com aperfeiçoamentos tecnológicos, nas modernas fundições e refiarias em todo o mundo, sendo que 95 % da produção mundial de Al primário se dá por estes dois processos (ABAL, 2017; LUZ; LINS, 2008, p. 312).

A bauxita é o mineral mais empregado para a obtenção do AI, composto por uma mistura impura de minerais, sendo a gibbsita, o diásporo e a boemita os principais. Esses minerais são conhecidos como AI(OH)₃ e sua presença na rocha são bastante variáveis e dependem da composição, dos depósitos e da quantidade de impurezas presentes no mineral, como os óxidos de ferro (Fe₂O₃), de sílica (SiO₂) e de titânio (TiO₂). A extração da bauxita é considerada viável se a mesma apresentar um teor mínimo de 30 % de aproveitamento, mas verifica-se que a maioria dos depósitos contém um percentual de Al₂O₃ entre 50 e 55 %. As caraterísticas destes minerais são demonstradas na Tabela 1 (ANJOS; SILVA¹, 1983 *apud* LUZ; LINS, 2008; PAGIN; CERA; ÉRICO², 1983 *apud* LUZ; LINS, 2008).

	Gibbsita	Boemita	Diásporo
Fórmula molecular	γ-Al(OH)₃	γ-ΑΙΟΟΗ	α-ΑΙΟΟΗ
Razão Al ₂ O ₃ :H ₂ O	1:3	1:1	1:1
Sistema cristalino	Monoclínico	Ortorrômbico	Ortorrômbico
Dureza (Mohr)	2,5 – 3,5	3,5 – 4	6,5 – 7
Gravidade específica	2,42	3,01	3,44
Índice de refração	1,568	1,649	1,702
Temperatura de	150	350	450
desidratação rápida (°C)	100	000	100

Tabela 1 -	Dados	sobre os	minerais	obtidos	a parti	r da	bauxita
	Daaoo	00010 00	minoralo	0011000	a para	44	Saanaa

Fonte: Totten e Mackenzie (2003).

¹ ANJOS, F. V; SILVA, J. B. (1983). As usinas de produção de alumínio da ALCAN no Brasil – processo Bayer para produção de alumina e os processos eletrolíticos para a produção de alumínio. In: As usinas brasileiras de metalurgia extrativa dos metais não-ferrosos, ABM, São Paulo. ² PAGIN, S.; CERA, D. e ÉRICO, J. C. D. (1983). Alumínio do minério ao lingote. In: As usinas brasileiras de metalurgia extrativa dos metais não-ferrosos, ABM, São Paulo.

A reserva de bauxita no mundo está na ordem de 33,4 milhões de toneladas. O Brasil conta com a terceira maior jazida, que corresponde a 10,5 % da reserva mundial, também é o quarto maior produtor de Al₂O₃ do mundo e ocupa a quinta colocação na exportação do Al primário, possuindo grande importância no mercado neste segmento (LUZ; LINS, 2008; PACHECO, 2014; REIS, 2006, p. 56).

No ano 2000, a taxa anual de crescimento da demanda mundial por Al primário passou a ser de 5,4 % ao ano, consideravelmente maior que o crescimento econômico mundial em 3 % naquele período. Isto se deve principalmente pela expansão sem precedentes da indústria e da urbanização da China. Durante o ano de 2016, a demanda global do Al foi de 58 milhões de toneladas, e conforme a expectativa dos especialistas, para 2025, continuará crescendo, principalmente pela impulsão da China e da Ásia (ABAL, 2017).

2.2 PROPRIEDADES DO ALUMÍNIO

O Al possui propriedades que o torna um material muito útil para o campo da engenharia. Um dos motivos é a leveza, cuja densidade é de 2,7 g/cm³, sendo bastante versátil. Também é caracterizado por possuir boa condutividade térmica e elétrica, tornando-o muito desejado para a produção de peças fundidas, cabos, barramentos e trocadores de calor. O módulo de elasticidade do Al é de 71,7 GPa, que se comparado ao Fe, possui aproximadamente um terço do valor (SHIGLEY; MISCHKE; BUDYNAS, 2005; SMITH; HASHEMI, 2012, p. 297).

Entretanto, o Al não tem um limite de resistência à fadiga, podendo haver a aparição de trincas depois de algum tempo, mesmo sob condições de baixa tensão. O metal não possui bom desempenho a altas temperaturas, pois a temperatura de fusão é baixa (660 °C) se comparada ao Fe, que é de aproximadamente 1530 °C. Também possui baixa dureza, o que resulta em baixa resistência ao desgaste. Observa-se que as ligas de Al podem ser até 30 vezes mais resistentes que o metal quando puro (ASKELAND; WRIGHT, 2019, p. 370-371; SHIGLEY; MISCHKE; BUDYNAS, 2005).

A grande maioria dos metais e de suas ligas está sujeita à corrosão e/ou oxidação em maior ou em menor grau nos mais diversos ambientes, ou seja, eles são

mais estáveis em um estado iônico do que no estado metálico (CALLISTER JR.; RETHWISCH, 2018).

A reatividade química em alguns metais e ligas é minimizada e estes se tornam extremamente inertes sob condições ambientais específicas. Esse fenômeno, denominado passividade, é exibido por diversos metais, como por exemplo, o Fe, o Al e o titânio (Ti). Esse comportamento passivo é resultante de uma camada de óxido muito fina formada sobre a superfície, que é altamente aderente ao metal, servindo como uma barreira de proteção contra a corrosão/oxidação (CALLISTER JR.; RETHWISCH, 2018). Normalmente os filmes de Al₂O₃, com espessura de 2 a 4 nm, podem formar um ou mais compostos conforme as Reações abaixo (SAFRANY, 2019).

$$2 \text{ AI } (s) + 3/2 \text{ O}_{2}(g) \to \text{AI}_2\text{O}_{3}(s) \tag{1}$$

$$2 \text{ AI } (s) + 3 \text{ H}_2\text{O} (I) \rightarrow \text{AI}_2\text{O}_3 (s) + 3 \text{ H}_2 (g)$$
(2)

Al (s) + 2 H₂O (l)
$$\rightarrow$$
 AlOOH (s) + 3/2 H₂ (g) (3)

$$AI_{(s)} + 3 H_2O_{(l)} \rightarrow AI(OH)_{3(s)} + 3/2 H_{2(g)}$$
(4)

O Al é um metal que apresenta ótima resistência à corrosão em muitos ambientes, característica advinda da sua capacidade de passivação. Ao romper o filme protetor, o mesmo se renova espontaneamente sobre a superfície de forma muito rápida. No entanto, esta proteção deve ser mensurada, pois há diversos fatores que modificam a estrutura externa do alumínio. Uma alteração ambiental, por exemplo, na concentração de um meio agressivo, pode reverter o estado passivo do material para ativo, gerando ao filme um aumento substancial na taxa de corrosão de até 100 mil vezes (CALLISTER JR.; RETHWISCH, 2018; SAFRANY, 2019).



Figura 1 - Diagrama Pourbaix do alumínio puro em água a 20 °C

Fonte: Adaptado de Sukiman et al. (2012).

Conforme Figura 1, observa-se que o Al é nominalmente passivo entre a faixa de pH 4,0 a 9,0 devido a presença do filme de Al₂O₃. Em ambientes que se afastam desta faixa neutra, a continuidade deste filme pode ser interrompido, tornando-se solúvel. Na faixa ácida, o Al é decomposto a Al³⁺, enquanto na faixa alcalina, forma-se AlO₂⁻. A linha (a), apresentada na Figura 1, corresponde à estabilidade em água e a linha (b) corresponde ao seu produto decomposto (SUKIMAN *et al.*, 2012).

Entretanto, pode haver a ocorrência de pontos de oxidação (corrosão por pite) em qualquer faixa do diagrama de Pourbaix, da mesma forma que é possível ocorrer passivação em áreas que determinam corrosão demonstradas pelo diagrama, através da formação de camadas de óxidos insolúveis no meio (REIS, 2006).

2.3 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS

As ligas metálicas são caracterizadas por ser uma mistura homogênea de mais de um tipo de metal, conhecida também por ser uma solução sólida, que tem por objetivo a modificação de algumas das características dos metais de acordo com as determinadas aplicações (BRADY; HUMISTON, 2003). O Al e suas ligas são amplamente empregados em processos industriais, principalmente pelo fato de possuírem alta resistência à corrosão se comparado a outros metais, sendo esta característica associada à sua passividade (SHCHERBAKOV *et al.*, 2009).

As ligas podem proporcionar ao material aumento da resistência mecânica, além de aumentar a rigidez, a ductilidade e a resistência a choques mecânicos, sendo úteis em aplicações estruturais. Os metais puros raramente são utilizados, já as combinações de metais (as chamadas ligas) são amplamente aplicáveis e permitem melhorar algumas propriedades específicas ou obter melhores combinações de propriedades (ASKELAND; WRIGHT, 2019, p. 8).

O sistema internacional mais utilizado para a designação das ligas de Al é o da *Aluminium Association* (AA), sistema que o Brasil também adota. Essa classificação relaciona as ligas em séries, demonstrando o elemento em maior porcentagem, depois do Al, na liga (ALVES, 2012, p. 17).

É possível dividir as ligas de Al em duas categorias, as ligas fundidas e as ligas forjadas, cada uma com um sistema único de classificação (CAPELARI, 2006).

As ligas forjadas, destinadas para trabalho mecânico, são classificadas por um conjunto específico de quatro dígitos. O elemento principal da liga, posterior ao Al, é representado pelo primeiro dígito, o segundo demonstra modificações na liga e o terceiro e quarto dígitos mostram a porcentagem decimal da concentração de Al (NEWELL, 2018, p. 114-115). No Quadro 1 é demonstrada a classificação da série de materiais forjados, além dos elementos da liga e do propósito do elemento.

Designação	Elementos de Liga	Propósito do Elemento de Liga
1xxx	> 99 % de alumínio	-
2xxx	Cobre	Resistência e usinabilidade
3xxx	Manganês	Resistência à corrosão e usinabilidade
4xxx	Silício	Reduzir a faixa de fusão
5xxx	Magnésio	Dureza e resistência à corrosão
6xxx	Magnésio e silício	Tratável termicamente e conformabilidade
7xxx	Magnésio e zinco	Resistência à corrosão sob tensão
8xxx	Lítio, estranho, zircônio ou boro	-

Quadro 1 - Designação, elementos químicos e propósito dos elementos de liga do material forjado

Fonte: Newell (2018, p. 115).

Os primeiros registros de uma liga da série 6xxx datam 1921, com a liga 6051, classificada como uma das primeiras ligas tratáveis termicamente sem a presença de cobre (Cu), composta por silício (Si) com 1 % e magnésio (Mg) com 0,5 % em base mássica (FERRARI, 2008).

Já no ano de 1944 houve a introdução da liga 6063, que contém menores teores de Si e Mg. É uma liga que apresenta um bom potencial de endurecimento por precipitação e possui uma elevada ductilidade proporcionando alta capacidade de deformação, permitindo trabalhos que utilizem a extrusão (FERRARI, 2008).

As ligas de Al da série 6xxx demonstram um bom potencial de endurecimento por precipitação devido à combinação do Mg e do Si que dão origem ao composto intermetálico siliceto de magnésio (Mg₂Si), trazendo dureza ao material. Além disso, possuem ductilidade elevada, proporcionando alta capacidade de deformação, a qual permite que sejam trabalhados em processo de extrusão (FERRARI, 2008, p. 14; SILVA, 2010).

2.4 EXTRUSÃO E TÊMPERAS

A extrusão é caracterizada por ser um processo de transformação mecânica, na qual um bloco (tarugo) metálico é forçado, sob altas pressões e temperaturas, a fluir através de uma ferramenta de extrusão reduzindo a secção transversal (REIS, 2006, p. 64).

Este processo possibilita a obtenção de perfis com geometrias complexas, que dificilmente podem ser obtidos por meio de outro equipamento ou processo. Mais de um quinto, em massa, dos produtos semiacabados de Al são extrudados e cerca de 60 % destes materiais são pertencentes à série 6xxx (ALTAN; OH; GEGEL, 1999; HELMAN; CETLIN, 2005).

Para que todos os elementos químicos que compõe a liga estejam uniformemente distribuídos, o tarugo que será utilizado na extrusão passa por aquecimento, possibilitando a homogeneização dos compostos intermetálicos. As temperaturas ideais de extrusão recomendadas variam de 340 °C a 530 °C, dependendo da liga. Já a temperatura dos tarugos pode ser 40 °C a 130 °C menores que as da extrusão. A diferença é compensada pela força de atrito nas paredes da prensa e pela tensão de cisalhamento do Al na matriz de extrusão (REIS, 2006).

As ligas, além de serem divididas por séries, também são classificadas por serem tratáveis ou não termicamente. As que podem ser tratadas termicamente são manipuladas a frio e, posteriormente, aumentarem a resistência mecânica com o auxílio de tratamento térmico. As não-tratáveis termicamente são submetidas a estabilização para aumento da resistência mecânica ou a recozimento pleno ou parcial para menor valor da sua resistência mecânica (CAPELARI, 2006; REIS, 2006, p. 85).

Os tratamentos térmicos controlam algumas características do material, como o tamanho dos grãos e as propriedades mecânicas, além de trazer estabilidade e reduzir as segregações. As ligas da série 6xxx são passíveis a este tratamento e consistem basicamente nas etapas de solubilização, têmpera e envelhecimento, também caracterizado por têmpera T6 (ASHIUCHI, 2015; REIS, 2006, p. 85).

A etapa de solubilização passa por aquecimento até valores próximos da temperatura mínima de fusão entre as fases presentes. Ao ser resfriada, em uma determinada temperatura, existe um limite de solubilidade na qual a estabilidade não

mais pode ser considerada, e, compostos intermetálicos de Mg₂Si são formados. Estes, quando bem distribuídas no interior dos grãos, melhoram as propriedades mecânicas da liga (SANTOS, 2007).

O efeito do tempo durante o envelhecimento é extremamente importante para se obter a dureza desejada do material. Se o envelhecimento for realizado por longos períodos ou a altas temperaturas, os precipitados unem-se e crescem aumentando o espaçamento entre as partículas. A liga superenvelhece e torna-se menos resistente em comparação ao ponto de envelhecimento máximo (TOTTEN; MACKENZIE, 2003).

2.5 ALUMÍNIO NA CONSTRUÇÃO CIVIL

A demanda global de alumínio possui influência não somente das aplicações relacionadas ao crescimento e à infraestrutura, mas também devido ao aumento da demanda de mercados que prezam pela sustentabilidade. A diversidade de produtos de AI, tais como esquadrias, fachadas, estruturas para coberturas e divisórias, aliada à preocupação com construções sustentáveis, permite uma projeção otimista da demanda por este segmento (ABAL, 2017).

O uso na construção civil começou a ser efetivo em 1931, com o prédio mais alto daquele período, o *Empire State Building*, conhecido por ter a maior quantia aplicada de alumínio. Atualmente, as esquadrias dominam praticamente todo o segmento de edifícios residenciais e comerciais no país, além de parte dos segmentos fabris (ABAL, 2017; REIS, 2006).

As esquadrias de Al são predominantes devido ao diferencial estrutural que estabelecem. Os perfis tubulares possuem espessuras e dimensões adequadas, que aprimoram a trabalhabilidade, garantindo a vedação de água, de ar ou ainda, de ruídos. Também permitem versatilidade e variedade de soluções, devido às características essenciais de leveza, durabilidade e resistência à corrosão, tanto devido à oxidação natural de sua superfície, quanto pela aplicação de alguns tipos de tratamento (ABAL, 2017; DUARTE, 2011).

2.6 PROCESSO DE ANODIZAÇÃO

O Al em sua forma natural pode ser satisfatório para algumas aplicações pela aparência e pela durabilidade. Entretanto, o metal é apto para as mais variadas aplicações de acabamentos superficiais de proteção e de decoração, podendo estes serem acabamentos comuns a diversos materiais, e outros, que são característicos do próprio alumínio (ABAL, 2007).

Um dos processos predominantemente utilizados para a proteção superficial do AI é a anodização. Este acabamento permite o incremento de propriedades muito específicas, como o reforço significativo da resistência à corrosão, a melhoria da dureza e da resistência à abrasão, redução do coeficiente de atrito, isolamento térmico e elétrico, além da possibilidade de coloração da camada de óxido formada ou que esta sirva como estrutura para outro revestimento no material (GOMES, 2005; SAFRANY, 2019).

A anodização possui classificação para diferentes aplicações, dividindo-se para fins arquitetônicos e decorativos, para fins técnicos (DURA) e para bens de consumo. O processo é composto por diversos estágios básicos comuns a todos os tipos, sendo que cada etapa fornece uma característica específica ao material, diferindo os acabamentos (ABAL, 2005).

A ABNT NBR 12609:2017 faz a especificação dos requisitos para o processo de anodização para fins arquitetônicos, que requer perfis ou tubos extrudados nas ligas 6060, 6061, 6063 ou 7011, em qualquer têmpera. Já no que faz referência aos estágios do processo de anodização, a mesma deve seguir as recomendações conforme demonstra a Figura 2.



Figura 2 - Estágios do processo de anodização segundo ABNT NBR 12609:2017

Fonte: Adaptado de ABAL (2008, p. 313).

2.6.1 Tratamentos mecânicos

Esta etapa é caracterizada por pré-tratamento, com a finalidade de melhorar o aspecto da superfície do material através da eliminação de eventuais defeitos. É possível realizar as aplicações de jateamento, tamboreamento, brunimento, polimento mecânico, afinamento, lustração, escovamento mecânico e/ou lixamento (ABAL, 2005).

Dentre os tratamentos mecânicos abrangidos, o jateamento, por exemplo, utiliza de granalhas de aço inox, sendo este um processo de trabalho a frio, que consiste em projetar partículas com alta velocidade contra a superfície externa do material. Este processo propicia um aumento no endurecimento pelo encruamento, aumento da rugosidade e introduz tensões residuais de compressão (BORGES, 2017).

Embora o método de jateamento seja associado à limpeza de peças fundidas de alumínio, é também usado para preparar as superfícies de outras formas de produtos para subsequentes acabamentos, proporcionando uma textura fosca com propósitos decorativos (ABAL, 2005).

O acabamento fosco produzido pelo jateamento abrasivo é altamente suscetível a riscos e a manchas de impressões digitais. Por esta razão, as superfícies dos acabamentos foscos, usualmente, são protegidas por um revestimento anódico ou por verniz transparente (ABAL, 2005).

2.6.2 Desengraxante

É efetuada a fim de remover contaminações superficiais orgânicas e salinas, eliminar os óxidos que possam interferir durante o processo, além de remover gorduras, óleos e/ou outros resíduos aderentes ao metal com o auxílio de solução ácida ou alcalina (ABAL, 2005; SAFRANY, 2019).

2.6.3 Fosqueamento

Este processo é responsável pela remoção da camada de Al₂O₃ e contaminantes incrustados na superfície, além de resultar em um acabamento superficial acetinado nos perfis de Al para aplicação arquitetônica (ABAL, 2005).

2.6.4 Neutralizante

Este estágio é responsável pela neutralização da superfície do material posteriormente à solução do fosqueamento. Faz-se a remoção de partículas de intermetálicos ou hidróxidos que se mantiveram sobre a superfície do alumínio (ABAL, 2005).

2.6.5 Anodização

A etapa de anodização é caracterizada por formar uma camada inorgânica sobre o metal a partir da imersão deste em uma solução aquosa contendo o eletrólito que se deseja precipitar na superfície. Ao realizar-se a conversão da camada de óxido natural, esta é dissolvida e os íons presentes na solução iniciam a formação de uma nova camada de óxido, sendo este, o revestimento de conversão (STROMBERG *et al.*, 2006; REF. DO MOKAN; FERREIRA, 2017).

O processo consiste em uma célula eletroquímica contendo uma solução ácida. O polo positivo são as peças a serem anodizadas (ânodo), daí o nome anodização, e o polo negativo é um material inerte de referência (cátodo), a fim de completar o circuito (Figura 3). Um campo elétrico aplicado entre os dois eletrodos produz uma reação na superfície do ânodo, formando a camada de Al₂O₃, conforme demonstra a Reação (5) (GENTIL, 2017; TICIANELLI; GONZALEZ, 2005).

$$2 \text{ Al } (s) + 3 \text{ H}_2\text{O} (l) \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 (s) + 6 \text{ H}^+ (g) + 6 \text{ e}^-$$
(5)



Figura 3 - Demonstrativo da estrutura do tanque de anodização

Fonte: ABAL (2005).

A eletrólise em meio aquoso e sob corrente contínua produz normalmente uma liberação gasosa aos dois eletrodos, hidrogênio (H₂) no cátodo e oxigênio (O₂) no ânodo. Entretanto, quando se utiliza o alumínio como ânodo, nenhuma liberação gasosa de O₂ é observada, enquanto o H₂ sempre é observado no cátodo (SAFRANY, 2019).

Na anodização, quando voltada para fins arquitetônicos e decorativos, é possível manter a camada anódica com valores entre 11 a 25 µm, conforme demonstra o Quadro 2. O processo garante pequena elasticidade, grande resistência à corrosão e ao desgaste mecânico, além de boa aderência e boa capacidade de adsorção (ABAL, 2008; GENTIL, 2017).

Quadro 2 - Classificação quanto à espessura da camada anódica para fins arquitetônicos

Classe	Espessura da camada anódica (μm)	Nível de agressividade	Ambiente típico
A 13	11 a 15	Baixa/média	Urbano/rural
A 18	16 a 20	Alta	Litorâneo
A 23	21 a 25	Excessiva	Industrial/marítimo

Fonte: ABAL (2008, p. 314).

Existem alguns fatores que influenciam significativamente nos parâmetros do filme de óxido de alumínio (Al₂O₃), sendo eles, a concentração de ácido no eletrólito, a temperatura, a tensão, a densidade de corrente aplicada e o tempo, conforme apresentado na Tabela 2.

Tabela 2 -	Alguns	exemplos	de	parâmetros	para a	anodizaca	ão

Eletrólito	Concentração (%)	Voltagem (V)	Densidade de corrente (A/dm ²)	Temperatura (ºC)	Tempo (min)	Espessura da camada (µm)
Solução de ácido sulfúrico	15 a 25	6 a 24	1,3 a 1,5	20 a 30	30 a 60	20 a 30
Solução de ácido crômico	3 a 10	40 a 50	0,3 a 0,5	40	40 a 50	7 a 10
Solução de ácido oxálico	1 a 5	65	1,3 a 1,5	25 a 35	30 a 40	20 a 30
Fonte: Centil (2017)					

Fonte: Gentil (2017).

A temperatura, por exemplo, é um parâmetro capaz de acelerar as reações químicas e o transporte de massa e, portanto, pode ser uma ferramenta para auxílio do controle da taxa de crescimento do filme de óxido durante a anodização. No caso de temperaturas muito altas da solução, ocorre o aumento da distribuição de corrente e este fato altera cineticamente o controle, resultando no desaparecimento dos poros hexagonais (LEONTIEV; ROSLYAKOV; NAPOLSKII, 2019).

Outro parâmetro que deve ser avaliado é a densidade de corrente, sendo esta a responsável pela velocidade de oxidação do alumínio, tendo em vista que a velocidade de formação da camada de óxidos deve ser sempre superior à velocidade de dissolução. À medida que a camada de óxidos cresce, a passagem de corrente torna-se mais difícil, fazendo-se necessário um aumento da densidade de corrente para compensar este efeito, dentro da faixa compreendida (GRUBBS³, 1999 *apud* PACHECO, 2016). Devido ao fato da anodização necessitar de corrente contínua, utiliza-se retificadores para este controle (ABAL, 2005).

Além disso, o aumento da espessura do filme anódico é limitado, pois esta aumenta também a área exposta do eletrólito, que pode vir a dissolver o filme formado, sendo necessária a determinação do tempo estritamente preciso para a formação do filme. Este tempo crítico é possível de ser calculado através da aplicação da Equação (1) apresentada abaixo.

$$t = \frac{\mu m}{0.3 \times d} \tag{1}$$

t = tempo (min);

 μ m = espessura do filme anódico a ser formado (micrometro);

d = densidade de corrente (A/dm²).

Os poros são separados do metal por uma camada de uma película fina do tipo barreira, que é compacta e adjacente ao metal, localizada entre os poros e o Al. É possível esquematizar o processo de formação de uma camada barreira por um pico inicial de corrente. No momento em que a intensidade decai, a dissolução química do

³ GRUBBS, C. A. Anodizing of Aluminum, p. 482–496.

óxido tem início em diversos pontos. À medida que o óxido cresce sob ação da corrente, formam-se diversos pequenos poros de alumina, de formato irregular, onde somente algumas destas vão evoluir para a estrutura porosa final, conforme demonstra a Figura 4 (GRUBBS⁴, 1999 *apud* ALVES, 2012; SAFRANY, 2019).

Figura 4 - A formação do poro da camada anódica sobre a superfície do alumínio



Fonte: Adaptado de Safrany (2019).

O crescimento poroso adquire, em seguida, um caráter permanente (sob ação de uma tensão constante) e resulta em uma estrutura hexagonal (Figura 5).





Fonte: ABAL - Tratamento de Superfície (2005).

A camada obtida é composta de uma parte barreira, conforme demonstra a Figura 6, que faz interface com o metal e é onde circula a corrente elétrica e onde ocorre o crescimento da camada, e de uma parte porosa, ambas com características cristalinas e incolores (SAFRANY, 2019).

⁴ GRUBBS, C. A. Anodizing of Aluminum. Metal Finishing. New York, v. 97, n.1, p. 476-493, 1999.


Figura 6 - A formação do poro com detalhamento da camada anódica sobre a superfície do alumínio

Fonte: Adaptado de Safrany (2019).

O ácido sulfúrico (H₂SO₄) é o melhor eletrólito para a anodização devido ao fato de desenvolver um filme muito poroso, descrito como uma matriz fechada, repleta de células colunares hexagonais com poros centrais perpendiculares a superfície do metal. O crescimento poroso adquire, em seguida, um caráter constante (sob tensão constante) e resulta em uma estrutura hexagonal (BENSALAH *et al.*, 2009; GRUBBS⁵, 1999 *apud* ALVES, 2012).

Este processo com a utilização de H₂SO₄ é o mais comum quando os fins do produto são decorativos e arquitetônicos, para recobrimentos duros e para a proteção contra intempéries. O filme anódico criado pelo processo de anodização é um dos melhores revestimentos de conversão que protegem o AI em meios corrosivos e abrasivos (BENSALAH *et al.*, 2009; DAVIS, 1999).

Mesmo que a espessura da camada anódica obtida através da anodização seja consideravelmente maior que a obtida do óxido natural, não é possível continuar o processo de crescimento indefinidamente. De fato, a resistência elétrica da camada aumenta progressivamente com sua espessura, de onde resulta a desaceleração da sua formação sob ação da corrente. Um equilíbrio é enfim estabelecido entre a formação da camada e sua dissolução química pelo processo (SAFRANY, 2019).

⁵ GRUBBS, C. A. Anodizing of Aluminum. Metal Finishing. New York, v. 97, n.1, p. 476-493, 1999.

Com uma superfície livre de imperfeições, o processo de anodização é favorecido, havendo a formação de uma estrutura com maior ordenação dos poros quando comparada a outras estruturas. Através do tratamento térmico é possível minimizar o *stress* e a tensão interna, além do aumento do tamanho dos grãos, possibilitando à auto-ordenação da alumina (FEIL, 2009, p. 47).

2.6.6 Coloração

A coloração do filme de óxido é opcional e pode ser realizada através de diferentes processos. O descobrimento da possibilidade de colorir a camada anódica é quase simultâneo ao desenvolvimento da anodização, sendo que diversas metodologias foram desenvolvidas utilizando técnicas para obter cores e tonalidades diferentes, como por exemplo, os métodos de coloração por adsorção orgânica e a eletrolítica, conforme Figura 7 (GAZAPO; GEA, 1994).

Figura 7 - Exemplos de metodologias utilizadas para colorir o filme anódico



Fonte: Adaptado de Gazapo e Gea (1994).

Observa-se, por meio da Figura 7, que a coloração por adsorção mantém o pigmento depositado sobre o topo dos poros, e em contrapartida, a coloração eletrolítica permite o depósito no fundo dos poros.

2.6.6.1 Coloração por adsorção orgânica

Dentre os pigmentos existentes, os corantes orgânicos têm atraído o comércio do Al colorido, devido, principalmente, à variedade de cores e pelo baixo custo, visando que não se utiliza energia para tal processo. Além disso, são amplamente utilizados pela versatilidade de aplicações e por serem materiais não poluentes. Entretanto, alguns destes corantes possuem menor resistência à luz solar, podendo haver a perda de coloração com o tempo (AHMADI; NOROUZI; GANJALI, 2006; ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA QUÍMICA⁶, 2011 *apud* VELOSO, 2012).

A resistência aos raios ultravioleta (UV) pode ser variável e dependente da quantidade de corante depositado no poro. Caso a necessidade de manter o material sobre a exposição solar seja alta, deve-se manter a espessura da camada entre 22 a 25 µm. Quanto maior for o filme anódico, maior será a área de superfície interna do poro, e assim, a capacidade de adsorção é aumentada, permitindo tingimentos de maior intensidade (CLARIANT, 2015).

Os corantes orgânicos possuem a característica de absorver a luz visível seletivamente. O fenômeno da coloração se dá pela presença de grupos cromóforos como o nitro e a carbonila. Já a intensidade de cor ocorre pela presença de grupos auxocromos como, por exemplo, a etila, amino, nitro e hidróxido. A estabilidade da molécula está relacionada com a força da ligação química dos grupos cromóforos e dos auxocromos. E por fim, um grupo sulfonato, que auxilia na solubilidade e no caráter aniônico do corante (KIMURA *et al.*, 1999).

A adsorção de corantes aniônicos baseia-se principalmente na troca dos íons bi-sulfato com os ânions corantes. Logo, se a concentração de corante da solução aumenta, a adsorção quantitativa também aumenta até que ocorra o ponto de saturação (intensidade máxima de coloração), não sendo esta ligação estável, e sim, entrando em um equilíbrio (CLARIANT, 2015).

O processo para tingir o poro pode ser dividido em etapas de adsorção, onde ocorre a migração das moléculas do corante para dentro dos poros, a absorção na superfície externa do revestimento anódico e a difusão da superfície exterior através do topo do poro, ao longo das paredes dos poros com direcionamento para o interior do revestimento. A taxa de adsorção do corante é determinada, sobretudo, pela taxa de difusão da molécula do corante através dos poros, onde o tamanho da molécula e os grupos funcionais constituem fatores muito importantes na taxa de difusão e na distribuição do corante no revestimento anódico (CLARIANT, 2015).

A coloração azul, por exemplo, é composta por corante de antraquinona (dissódico 4,8-diamino-1,5-dihidroxi-9,10-dioxo-antraceno-2,6-disulfonato), conforme

⁶ ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA QUÍMICA. Corantes e pigmentos. São Paulo, 2011.

demonstra a estrutura química na Figura 8, e pode variar seus tons baseado em fatores como a concentração da solução, o pH, o tempo de imersão, a temperatura e as características da camada anódica (CLARIANT, 2020; MARTINS, 2002).





Fonte: Adaptado de PubChem (2020).

A coloração permanece devido à porosidade do filme anódico, pois esta superfície torna-se altamente polar e adquire carga da própria água. Pelo seu alto poder de adsorção, é capaz de reter grandes quantidades de solutos (ABAL, 2005).

No método de coloração por adsorção, o Al anodizado é imerso em certas soluções sem recorrer ao uso de corrente elétrica. Os corantes ficam retidos nos poros do óxido, geralmente no topo, em torno de 3 a 4 µm (ROCHA, 2004).

Desta forma, a coloração por adsorção possui suas propriedades baseadas no revestimento, incluindo os parâmetros de anodização. Quando as falhas de coloração estão sendo rastreadas, as condições de anodização também devem ser levadas em consideração (CLARIANT, 2015).

2.6.6.2 Coloração eletrolítica

Em geral, os acabamentos eletroliticamente coloridos têm muitas das propriedades dos filmes formados pelo eletrólito da solução de H₂SO₄. No entanto, é no campo da resistência ao UV e resistência ao calor que a coloração eletrolítica fornece propriedades excepcionais, o que é amplamente responsável por seu amplo uso arquitetônico. O processo da coloração eletrolítica é o que proporciona as cores mais utilizadas no Al anodizado, correspondentes à cartela de tonalidades em bronze

(do mais claro ao preto) e mais recentemente, em tons inox (BRACE; SHEASBY, 1979; ROCHA, 2004).

O processo ocorre através da deposição de um sal metálico na base dos poros do filme anódico. O sal pode ser composto por Ni (níquel), estanho (Sn) ou cobalto (Co). Um banho comercial muito comum é o de sulfato de estanho (SnSO₄), devido ao fato deste não formar compostos complexos, ser resistente a variações do pH e também, por ser relativamente fácil de operar (THORNE *et al.*⁷, 1986 *apud* TSANGARAKI-KAPLANOGLOU *et al.*, 2006).

O design do tanque de coloração é semelhante ao de anodização. Verifica-se uma linha central de eletrodos ao longo do tanque e outras duas nas laterais, com o intuito de manter uma coloração uniforme (BRACE; SHEASBY, 1979).

Embora simples fontes de energia possam ser utilizadas no processo, este fornece uma saída de corrente essencialmente senoidal e a ação retificadora do filme anódico leva a formar ondas de corrente não uniformes, conforme Figura 9. Como resultado, neste efeito, foi proposto o uso de formas de ondas assimétricas de coloração (BRACE; SHEASBY, 1979).

Figura 9 - Forma de onda de voltagem e de corrente durante a coloração eletrolítica



Fonte: Adaptado de Brace e Sheasby (1979).

O sal metálico é eletrodepositado no fundo dos poros da superfície anódica devido ao fato do material de Al ser utilizado com o cátodo e outro material como

⁷ THORNE, N. *et al.* Proc. *Symp. on Aluminum Surf. Treatment Technol. The Electrochem*. Society, Pennigton, NJ, 1986, p. 274.

ânodo, geralmente utiliza-se o grafite, inox, Cu, Ni ou Sn. Os eletrodos permanecem em contato com uma solução aquosa de sais metálicos cujo cátion é idêntico à forma oxidada do ânodo (BRACE; SHEASBY, 1979; DONAHUE; EXLINE, 2014).

A deposição é realizada em corrente alternada (AC) em meias ondas catódicas subsequentes. O metal depositado é cristalino, sendo composto por grãos individuais menores que 20 a 40 nm. A intensidade das cores obtidas (bronze claro ao preto) é proporcional ao conteúdo metálico do filme (TSANGARAKI-KAPLANOGLOU *et al.*, 2006).

Segundo Brace e Sheasby (1979), a excelente solidez à luz obtida com a maioria dos acabamentos eletroliticamente coloridos deve-se não somente ao mecanismo de coloração por dispersão da luz, mas também pela posição do depósito, na base do filme, que o mantém protegido. Os acabamentos produzidos em eletrólitos de Ni, Co e Sn são particularmente leves, entretanto os acabamentos bronze mais claros produzidos em um eletrólito de Cu são geralmente bastante estáveis.

Os acabamentos eletroliticamente coloridos diferem-se de outros métodos de coloração, pois o depósito fica na base do filme anódico próximo à interface Al/Al₂O₃. O depósito está geralmente no fundo de 3 a 5 µm do filme, quanto maior a altura do depósito, mais escura a cor, mas sob algumas condições de coloração, ele pode ser espalhado por uma espessura muito maior do filme (BRACE; SHEASBY,1979).

Assim, cada poro é individualmente preenchido em sua base com depósitos metálicos. Embora esses tenham uma altura apreciável, seu diâmetro é extremamente pequeno (geralmente de 6 a 12 µm) e, portanto, ao invés de absorverem a luz, eles a dispersam. Os centros de espalhamento são pequenos em comparação ao comprimento de onda da luz (de 400 a 750 nm), logo, quanto mais altas as colunas de depósito, mais luz é perdida pela dispersão múltipla entre os lados da coluna e, portanto, mais escura é a cor. Nota-se que o arranjo dos centros de dispersão é o principal responsável pela cor (ALVES, 2012; BRACE; SHEASBY,1979).

Em termos de resistência à corrosão, muitos metais não têm efeito significativo, e as propriedades de corrosão dos filmes coloridos são, portanto, as mesmas de um revestimento sem cor similar (BRACE; SHEASBY,1979).

2.6.7 Selagem

A selagem é a última etapa do processo de anodização. Devido à natureza porosa do filme de óxido formado, este fica suscetível à corrosão em ambientes agressivos, e por isto, os poros devem ser selados. A selagem torna o filme impermeável e melhora a qualidade, incluindo a resistência à corrosão. Os processos de selagem mais abrangidos são constituídos à quente ou à frio, cujo objetivo é o revestimento dos poros através de reações químicas entre o meio onde é feita a selagem e o óxido (ALVES, 2012, p. 51; SNOGAN *et al.*, 2002).

A selagem a quente envolve a hidratação do revestimento anódico, que é anidro e amorfo, através de água deionizada em ebulição. Nesta, a camada superficial e as paredes dos poros se dissolvem e precipitam na forma de gel (Al₂O₃.nH₂O), que posteriormente cristaliza produzindo a boemita ou hidróxido de óxido de alumínio (γ-AlOOH). Fisicamente, a formação da boemita resulta no aumento do volume de óxido da superfície que sela os poros e impede a entrada de impurezas e a saída de corantes (DONAHUE; EXLINE, 2014). A Reação (6) representa a cristalização da boemita (CHENG; HAO, 2000).

$$AI_2O_3 (s) + H_2O (l) \rightarrow 2 \gamma - AIOOH (s)$$
(6)

Já a selagem a frio é constituída de sais de flúor (F) e níquel (Ni), operando a aproximadamente 30 °C. Neste, ocorre a reação Al₂O₃ com íons fluoreto (F-), formando o composto hidroxifluoreto de alumínio [Al₃(OH)₃F₆], conforme apresentam as Reações (7) e (8) (CHENG; HAO, 2000).

$$AI_{2}O_{3 (s)} + 12 F^{-}_{(aq)} + 3 H_{2}O_{(l)} \rightarrow 2 AIF_{6}^{3-}_{(aq)} + 6 OH^{-}_{(aq)}$$
(7)

$$AIF_{6}^{3-}(aq) + AI_{2}O_{3}(s) + 3 H_{2}O(l) \rightarrow AI_{3}(OH)_{3}F_{6}(s) + 3 OH^{-}(aq)$$
 (8)

Nestas reações são liberados íons OH⁻, os quais provocam a precipitação do hidróxido de níquel (Ni(OH)₂) nos poros, formando uma camada compacta e sem absorção, conforme demonstra a Reação (9) (ROCHA, 2004).

$$Ni^{2+} (aq) + 2 OH^{-} (aq) \rightarrow Ni(OH)_{2 (s)}$$
(9)

Os íons F⁻ atuam como aceleradores quando se forma o complexo Al₃(OH)₃F₆. A maioria dos compostos Ni(OH)₂ precipitam na parte superior do revestimento anódico, de 1 a 6 μ m, já os íons F⁻ ficam localizados na faixa de 1 a 3 μ m. A cristalização do composto ocorre em um tempo de 24 h, caracterizado por tempo de envelhecimento, impermeabilizando os poros da camada (CHENG; HAO, 2000).

Diante de todas as etapas e produtos químicos utilizados ao longo do processo de anodização é de conhecimento que este gera uma grande quantidade de efluentes. Logo, com o passar do tempo, se fez necessária a verificação de opções diante de normativas ambientais vigentes, como a possibilidade de substituição de elementos químicos como o cromo (Cr) por outros menos poluentes, além da busca de melhorias durante as etapas do processo visando resultados satisfatórios.

Com isso, é importante realizar ensaios que avaliem o comportamento do material com diferentes metodologias de aplicação, buscando-se um produto final adequado para os fins de aplicação e que seja o menos poluente possível.

Em pesquisa a base de dados Scopus foram identificados poucos trabalhos, e em períodos espaçados, na área de coloração de filmes anódicos em ligas de alumínio, conforme apresenta a Figura 10. Desta forma, ressalta-se a importância do aprofundamento no assunto, visando metodologias e resultados sobre o assunto.

Figura 10 - Gráfico da base de dados Scopus com relação a anodização do alumínio e da coloração do filme de óxido



Fonte: Scopus (2020).

MATERIAIS E MÉTODOS 3

Neste Capítulo estão apresentados os materiais e as etapas para a realização da anodização com as metodologias de coloração por meio da adsorção orgânica e por meio da coloração eletrolítica, bem como, a apresentação dos métodos de análise realizados para os ensaios deste trabalho.

3.1 MATERIAIS

Os corpos de prova utilizados foram perfis extrudados de liga de alumínio AA 6063, com tratamento térmico de solubilização, têmpera e envelhecimento (T6), amplamente utilizado para perfis destinados à construção civil. A composição química desta liga é dada em percentual de massa de acordo com a Tabela 3.

Tabela 3 - Composição química da liga de alumínio 6063 (Elementos químicos em % de massa)

Liga	Si (%)	Fe (%)	Cu (%)	Mn (%)	Mg (%)	Cr (%)	Zn (%)	Ti (%)	Outros (%)	Al (%)
6063	0,20 - 0,60	0,35	0,1	0,1	0,45 - 0,90	0,1	0,1	0,1	0,15	Restante
Fonte: A	RAL (2008	3 n 1/1								

Fonte: ABAL (2008, p. 14).

Os corpos de prova possuem dimensões de base, em milímetros (mm), de acordo com a Figura 11.

Figura 11 - Base do perfil utilizado como corpo de prova



Fonte: Alumiconte (2020).

O processamento dos corpos de prova foi realizado nas dependências da empresa Alumiconte Componentes de Alumínio Eireli, localizada no município de Vila Flores, no estado do Rio Grande do Sul. Ressalta-se que dados como o volume dos tanques, programas e marcas dos retificadores, bem como aditivos e marca de produtos químicos utilizados durante o processo não serão explanados por se tratar de dados de referências submetidas por acordo de sigilo industrial. As etapas foram executadas de acordo com a Figura 12.

Figura 12 - Etapas realizadas com os corpos de prova para realização do tratamento de conversão de anodização e coloração do filme anódico



Fonte: A Autora (2020).

A primeira etapa do processo foi a coleta de perfis extrudados com 6 m de comprimento, com a liga e o tratamento térmico já especificados. Em seguida, foi realizado o jateamento mecânico, com o auxílio de um equipamento que jateia sobre os perfis milhares de pequenas esferas de aço inox a uma velocidade média de 95 mm/s.

O jateamento por granalhas é um tratamento mecânico que gera tensões residuais compressivas, endurecendo as camadas próximas à superfície, melhorando o desempenho à fadiga nesta região. Entretanto, o jateamento também proporciona um aumento na rugosidade superficial, podendo acarretar no surgimento de trincas (BORGES, 2017). O objetivo do jateamento, neste caso, remete à homogeneização da superfície, eliminando possíveis manchas e riscos, beneficiando o uso e a uniformidade do material.

Em seguida, foi realizado o corte dos corpos de prova com 20 cm de comprimento, por meio de uma máquina de corte da marca Emmegi, monocabeça descendente com lâmina de 400 mm, realizando-se o detalhamento das arestas com o auxílio de uma lima.

Os corpos de prova foram furados nas extremidades com uma fresa universal, por meio uma broca, e em seguida, enganchados com pequenos ganchos de alumínio, uns nos outros, em bases de AI de liga 6063, para que o material pudesse receber a passagem de corrente elétrica durante o processo de anodização, conforme demonstrado na Figura 13. Figura 13 - Corpos de prova enganchados com ganchos de alumínio, bem como, as bases da gancheira deste mesmo material, favorecendo a passagem de corrente elétrica durante o processo de anodização



Fonte: A Autora (2020).

Logo, deu-se início ao processo de anodização. Os corpos de prova foram imersos em uma solução de H₂SO₄, com concentração de 147 g/L, em temperatura ambiente de 20 °C, durante o tempo de 10 min, caracterizado por banho de desengraxe. Neste mesmo banho havia a presença de um aditivo, que tem por função auxiliar na remoção de graxas, gorduras e outras impurezas presentes na superfície. Em seguida, passou-se por um banho de lavagem composto por água desmineralizada e elementos químicos presentes do arraste do banho anterior, também mantido a temperatura ambiente.

O banho seguinte, caracterizado por fosqueamento, possuía a composição de uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) a uma concentração de 65,33 g/L, Al dissolvido a uma concentração de 101,7 g/L, além de um aditivo responsável por evitar a formação de lodo ou incrustações e manter o efeito acetinado uniforme. O banho possuía uma temperatura de 53 °C e permaneceu em imersão durante o tempo de 5 min. Em seguida, os corpos de prova foram imersos em três (03) banhos de lavagem compostos por água desmineralizada e o arraste dos produtos químicos do banho

anterior, que devido à viscosidade deste, necessitam de maior quantidade de lavagens, trabalhados em temperatura ambiente.

O estágio seguinte é o banho de neutralização, composto por uma solução de H₂SO₄ a uma concentração de 147 g/L, com temperatura de 30 °C e tempo de imersão de 5 min. O banho também continha um aditivo que tem por função auxiliar na remoção de impurezas presentes na superfície do material. Sequentemente, os corpos de prova foram submetidos ao banho de lavagem, a temperatura ambiente, composto por água desmineralizada e o arraste do banho anterior.

Na etapa seguinte, foi realizada a anodização. Nesta, o tanque havia contatos de cobre (Cu) na base superior, responsável por reter a estrutura da gancheira onde os corpos de prova estavam enganchados, o que possibilitava a condução da corrente elétrica ao material. Também era composto por eletrodos da liga de Al 6063 nas laterais e centro do tanque, posicionados verticalmente. Foi utilizado um retificador de 8.000 A para a passagem de corrente elétrica. O banho era composto por uma solução de H₂SO₄, com concentração de 197,96 g/L e 11,16 g/L de Al dissolvido. Também foi acrescido um aditivo, que tem por função auxiliar na formação de camadas mais duras e evitar a queima do filme de óxido de alumínio.

A temperatura do banho de anodização estava em 21 °C, com aceitação de variação de ± 2 °C, durante a imersão por 30 min, com uma densidade de corrente em 1,5 A/dm², para uma espessura de aproximadamente 20 μm.

Para que se pudesse manter a temperatura dentro desta faixa, tendo em vista que a reação da formação do óxido de alumínio gera calor, utilizou-se um chiller da marca York e um trocador de calor de placas, da marca APV, modelo SR-26 B. Posteriormente, os corpos de prova passaram por dois (02) banhos de lavagem compostos por água desmineralizada e elementos químicos presentes devido ao arraste do banho anterior, em temperatura ambiente.

Após, a camada anódica formada sobre a superfície dos corpos de prova foi colorida. Os estágios foram realizados de maneiras diferentes para os dois métodos de coloração aplicados.

Para a coloração eletrolítica, os corpos de prova foram direcionados ao banho de coloração eletrolítica composto por sais de SnSO₄, com concentração de 10,81 g/L na solução, em temperatura de 24 °C, e aceitação de variação de ± 1 °C. Também

constituído por H₂SO₄ a 20 g/L e por um aditivo, responsável pela estabilidade e uniformidade de cor dos corpos de prova, evitando que ocorra a redução do estanho, além de auxiliar na condutividade elétrica do banho. Neste estágio, assim como no banho de anodização, contava-se com a presença de contatos de cobre (Cu) para a condutividade de corrente, além de eletrodos posicionados nas laterais e no centro do banho, compostos de aço inox 316. O equipamento de coloração utilizado nesta etapa foi de 4.000 A e manteve-se 0,8 A/dm². Para obter-se a coloração preta, o retificador possuia um programa com diferentes correntes, tempos e amplitudes de onda, que desta forma, depositaram o Sn na base do poro. Para o preto, o tempo de imersão sob ação da corrente foi de 12 min. Posteriormente, os corpos de prova foram imersos em um banho de lavagem composto por água desmineralizada e os elementos químicos presentes no banho anterior, devido arraste, à temperatura ambiente.

Em seguida, os corpos de prova foram direcionados para a selagem, descrita como "selagem A" na Figura 12. Este banho possuía Ni a 1467,75 ppm e F a 700 ppm, além do pH mantido em 6,80. A temperatura do banho era de 30 °C e o tempo de imersão deve ser relativo à camada formada, mantendo-se 1 min/µm. Neste caso, os corpos de prova foram mantidos imersos por 20 min. Posteriormente, os corpos de prova foram imersos em uma lavagem composta por água desmineralizada, Ni e F, além de outros possíveis contaminantes.

Após, os corpos de prova foram mantidos por 30 min em uma estufa com temperatura próxima a 75 °C, com queima por GLP (gás liquefeito de petróleo) para a secagem completa do material.

Para a realização da coloração por adsorção orgânica, os corpos de prova passaram pelos mesmos processos de jateamento até a etapa de anodização e formação do filme anódico, com mesmas condições de processo já citadas.

Posteriormente, foram encaminhados para o laboratório onde foi preparado um banho em laboratório, onde os corpos de prova foram imersos em uma solução contendo anilina na cor preta, Sanodal Preto Escuro H-BL, da marca Clariant, com concentração de 10 g/L, à temperatura de 57 °C, e faixa de aceitação ± 2 °C, durante o tempo de imersão de 30 min. A solução foi tamponada com acetato de sódio, em concentração de 8 g/L e com ácido acético a 0,4 mL/L, a fim de manter-se o pH em 5,6.

A anilina utilizada se destaca pela resistência à luz e ao calor, possuindo características para a exposição em áreas externas, direcionadas à fins arquitetônicos. Após, os corpos de prova foram imersos em duas etapas de lavagem, trabalhados à temperatura ambiente, compostas por água desmineralizada.

Em seguida, os corpos de prova foram direcionados a uma "selagem B", conforme descrito na Figura 12, composta por Ni a 1800 ppm e por F a 300 ppm. A selagem para as anilinas deve possuir menor concentração de F, que de acordo com o fornecedor, é necessária para evitar a perda de cor. A temperatura foi mantida em 18 °C e o pH em 7,12, mantendo-se o tempo de imersão de 1 min/µm, que neste caso, foi de 20 min. Em seguida, os corpos de prova foram submetidos a um banho de lavagem, seguido de aquecimento na estufa durante 30 min, a 75 °C, com queima por GLP para a secagem completa do material.

As etapas do processo realizado, de forma resumida, estão apresentadas na Tabela 4.

Processo	Coloração or		o por adsorção gânica	Coloração eletrolí		ão eletrolítica
	t (min)	Т (ºС)	Concentração	t (min)	Т (ºС)	Concentração
Desengraxe	10	20	147 g/L H ₂ SO ₄	10	20	147 g/L H ₂ SO ₄
Fosqueamento	5	53	65,33 g/L NaOH 101,70 g/L Al ³⁺	5	53	65,33 g/L NaOH 101,70 g/L Al ³⁺
Neutralizante	5	30	147 g/L H ₂ SO ₄	5	30	147 g/L H ₂ SO ₄
Anodização	30	21	197,96 g/L H₂SO₄ 11,16 g/L Al ³⁺	30	21	197,96 g/L H ₂ SO ₄ 11,16 g/L Al ³⁺
Coloração	12	24	10,81 g/L Sn²+ 20 g/L H₂SO₄	30	57	10 g/L anilina
Selagem	20	30	1467,75 Ni 700 F	20	18	1800 ppm Ni 300 ppm F
Estufa	30	75	GLP	30	75	GLP

Tabela 4 - Informações das etapas do processo

Fonte: A Autora (2020).

Por fim, todos os corpos de prova, tanto da coloração por adsorção orgânica, quanto pela coloração eletrolítica, foram direcionados aos ensaios de caracterização, abrangidos no item 3.2.

3.2 MÉTODOS DE ANÁLISE

Os métodos de análise foram realizados a fim de obter-se um padrão comparativo entre as metodologias de coloração do filme anódico por adsorção orgânica e por coloração eletrolítica.

3.2.1 Rugosidade

A utilização de peças muito rugosas para a aplicação de uma camada anódica pode interferir no resultado do tratamento de superfície aplicado. A rugosidade é inerente ao processo de produção da peça. Quanto menor a rugosidade superficial, maior será a precisão do resultado obtido na anodização (ABAL, 2008).

A rugosidade dos corpos de prova foi medida na forma bruta (sem acabamentos), posterior jateamento mecânico, posterior banho de anodização e posterior às diferentes metodologias de coloração (por adsorção orgânica e por coloração eletrolítica). Estas foram medidas de acordo com a norma ISO 1997 e utilizada a referência de 0,8 mm para o comprimento de análise, totalizando-se três medições por corpo de prova.

O equipamento utilizado para a medição foi um rugosímetro portátil, da marca Mitutoyo Surftest SJ-210, conforme demonstrado na Figura 14, realizando-se o ensaio em laboratório interno da empresa Alumiconte Componentes de Alumínio Eireli. Figura 14 - Gráfico gerado durante a medição da rugosidade através da média aritmética dos picos e dos vales em relação à linha média no comprimento



Fonte: A Autora (2020).

Os resultados foram obtidos através média aritmética dos valores absolutos (R_a) dos picos e dos vales em relação à linha média no comprimento analisado, em micrometros, fazendo-se três medições por corpo de prova (BORGES, 2017).

Os corpos de prova sem tratamento mecânico, com jateamento e posteriormente o jateamento, pré-tratamento e anodização foram caracterizados por Amostras 1, 2 e 3. Após, para a caracterização da rugosidade posteriormente a aplicação da coloração por adsorção orgânica, os corpos de prova foram caracterizados por Amostras 4, 5 e 6 e os corpos de prova da coloração eletrolítica por Amostras 7, 8 e 9.

3.2.2 Microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV/FEG)

Para a visualização da superfície a nível microscópico foi realizado um ensaio através de um microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo (MEV/FEG), da marca Tescan, modelo Mira 3, que consegue fazer a ampliação de determinada amostra em até um milhão de vezes. No EDS energia foi utilizado um detector do tipo SSD (*silicon drift detector*), foi possível obter análises qualitativas, além da distribuição elementar para obtenção dos elementos químicos presentes no material (UCS, 2020). Este ensaio foi realizado no Laboratório Central de Microscopia (LCMIC), da Universidade de Caxias do Sul (UCS).

Foi realizada a verificação da morfologia do filme anódico transversalmente e a medição da espessura da camada anódica. Os corpos de prova foram cortados com lado de 20 mm através do auxílio de uma fresa universal de metal duro. Após, realizouse o embutimento em moldes a fim de facilitar o manuseio, se fazendo necessário o lixamento e polimento no sentido da camada anódica para o metal (ABNT NBR 12611:2006). As amostras já embutidas, lixadas e polidas são apresentadas pela Figura 15.

Figura 15 - Corpos de prova embutidos para a leitura da espessura da camada anódica no MEV/FEG



Fonte: A Autora (2020).

Como o embutimento foi realizado com material isolante, eles tendem a acumular a carga elétrica do feixe primário e geram artefatos na imagem. Deste modo, tornou-se necessário o recobrimento das amostras com ouro (processo de metalização ou *"sputtering"*), onde o depósito do metal é realizado em vaporização a vácuo (PVD), sendo este bastante eficiente, mesmo em objetos muito irregulares, pois os átomos atingem sua superfície oriundos de todas as direções, melhorando o sinal e a qualidade das imagens (CASTRO, 2001). A marca da metalizadora é Benton

Deck V e este procedimento foi realizado no Laboratório Central de Microscopia (LCMIC), da Universidade de Caxias do Sul (UCS).

A espessura da camada de ouro (Au) deve ser suficientemente fina para não influir na resolução da imagem, mas suficientemente espessa, para garantir uma boa produção de elétrons secundários, que serão usados para formar a imagem (CASTRO, 2001). Devido este elemento químico não fazer referência ao processo aplicado aos corpos de prova, não será realizada a avaliação do mesmo.

3.2.3 Névoa salina neutra

Para a exposição dos corpos de prova em névoa salina neutra, tem-se por base as normas ASTM B117 (2018). O método consiste em manter os corpos de prova em uma câmara fechada que simula a atmosfera marinha, sob um ambiente corrosivo controlado, por meio de uma solução de cloreto de sódio (NaCl P.A.) a 5 % ± 1 %, com pH mantido em uma faixa de 6,5 a 7,2 e temperatura de 35 °C ± 2 °C (PERTILE; BEUX; BIRRIEL, 2018).

O ensaio foi realizado no Laboratório de Corrosão e Proteção Superficial (LCOR), da UCS, que realiza ensaios de corrosão para verificação de desempenho e caracterização de materiais com um equipamento da marca Bass, modelo USX-6000/2009 - Cíclico.

Todos os corpos de prova foram limpos, previamente, com água deionizada e a proteção de bordas foi procedida com cera de abelha.

3.2.4 Ensaios de resistência à luz ultravioleta

A norma da ASTM G154-16 (2016) trata da exposição de materiais à luz ultravioleta (UV) fluorescente sob condições ambientais controladas, expondo os corpos de prova a um envelhecimento acelerado. O ensaio consiste em ciclos repetitivos de luz UV e umidade, cujo tempo de exposição é descrito pela norma. O ciclo realizado foi o de número 2, que consiste em 4 h com tempo de exposição ao UVB-313, com comprimento de onda aproximado de 310 nm e temperatura de 60 °C e 4 h de exposição à condensação, sendo esta gerada por vapor d'água, em temperatura de 50 °C.

O tempo total de realização do ciclo foi de 120 horas, que de acordo com o fornecedor do equipamento, da marca Comexim, tem-se por estimativa o tempo de vida de três (03) meses de exposição.

A realização do ensaio ocorreu no Laboratório de Polímeros (LPOL), que integra o Centro de Ciências Exatas e Tecnologia da UCS, sendo este acreditado para tal análise.

Os corpos de prova foram submetidos aos ensaios de envelhecimento acelerado, em duplicata, para cada metodologia de coloração do filme anódico. Quanto aos corpos de prova com acabamento de coloração por adsorção orgânica, estes foram caracterizados por CP1 e CP2, e aos referentes à coloração eletrolítica, foi feita a caracterização por CP3 e CP4. Para fins de comparação e de deterioração, foram realizados os ensaios de cor e de brilho anterior e posteriormente ao ensaio de luz UV.

3.2.5 Ensaio de cor

A cor é um fator significativo na aparência de um objeto, e para tal ensaio, utilizou-se por base a norma ASTM E313-20. No modelo CIELab, por exemplo, para a identificação de uma cor faz-se o uso de três parâmetros, possibilitando a especificação das cores em termos de um espaço tridimensional. O parâmetro L* é responsável por indicar o grau de luminosidade, que varia entre 0 (preto) e 100 (branco). As outras duas coordenadas a*, corresponde à coordenada vermelho/verde, que se estende do -100 (verde) ao 100 (vermelho) e b*, que corresponde à coordenada amarelo/azul, que se estende de -100 (azul) ao 100 (amarelo). Destas duas últimas são denominadas coordenadas cromáticas (LEITE, 2006).

A coordenada de escala cromática C* apresenta a distância perpendicular do eixo de luminosidade e h* determina o ângulo da cor, expressa em graus (LEITE, 2006).

Nos colorímetros, a radiação refletida pelo objeto é filtrada, separando-se as frações correspondentes aos comprimentos de onda do vermelho, amarelo, verde e azul. Com base na intensidade relativa de cada um desses comprimentos de onda e do modelo escolhido, no caso o CIELab, os parâmetros L*, a*, b* são calculados e

utilizados para se identificar a cor do objeto, conforme apresenta a Figura 16 (MELCHIADES; BOSCHI, 1999).



Figura 16 - Modelo de cor CIELab

Foram coletados os valores destes parâmetros para a caracterização da cor dos corpos de prova com tratamento de conversão de anodização com coloração por adsorção orgânica e por coloração eletrolítica. O ensaio de cor foi realizado antes e após o ensaio de resistência à radiação ultravioleta com o intuito de verificar o quanto à submissão deste último afetou os corpos de prova. Os ensaios de medição de cor foram realizados no Laboratório de Polímeros da Universidade de Caxias do Sul (UCS) por meio de um espectrofotômetro da marca Konica Minolta.

3.2.6 Ensaio de brilho

A determinação de brilho é baseada na norma ASTM D523-14 (2018), na qual são avaliados três ângulos dos corpos de prova, a 20°, 60° e 85°. Este ensaio foi realizado com a incidência de um feixe de luz sobre os corpos de prova, sendo este paralelo ou ligeiramente convergente, e desta forma, o receptor consegue detectar os raios refletidos.

Fonte: Leite (2006).

O ensaio é realizado com diferentes angulações pelo fato das classificações de brilho mudarem de acordo com alterações no índice de refração dos corpos de prova. A realização do ensaio ocorreu no Laboratório de Polímeros (LPOL), com um equipamento Multi Gloss GM-269 Plus, da marca Konica Minolta, que integra a Área de Ciências Exatas e Engenharias da UCS (Campus Central), o qual possui acreditação para tal procedimento.

O mesmo foi realizado antes e após o ensaio de resistência à luz ultravioleta, tendo por base, as medidas obtidas para observar a variação do brilho dos corpos de prova de anodização colorida por adsorção orgânica e por coloração eletrolítica. Os resultados são dados em unidades de brilho, com valores de 0 a 100, logo, quanto mais alto o valor, maior é o brilho do corpo de prova.

3.2.7 Ensaio de imersão

O ensaio de imersão foi baseado na norma ASTM G31-12a para a determinação dos fatores que influenciam na corrosão do alumínio com tratamento de conversão por anodização. Este consiste em imergir os corpos de provas em béqueres, com temperatura ambiente, por um período pré-determinado. Os principais efeitos que podem ser analisados e considerados a olho nu são a descoloração, mudança de brilho e pontos de corrosão. Também foi realizado um corte em forma de X em cada corpo de prova.

Foram utilizadas as soluções de NaOH 0,1 M, H₂SO₄ 0,1 M e NaCl a 3,5 % em béqueres de vidro de 2 L. Os corpos de prova ficaram imersos, nas duas primeiras soluções durante o período de 240 horas, a temperatura ambiente, sendo o primeiro em duplicata e o segundo em triplicada para cada metodologia de coloração. Já na última solução, os corpos de prova ficaram mantidos em imersão pelo período de 1.000 horas, em triplicata. Estes ensaios foram realizados nas dependências da empresa Alumiconte Componentes de Alumínio Eireli.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste Capítulo, são apresentados os resultados obtidos nos ensaios de rugosidade, análise de MEV/FEG, determinação da espessura da camada anódica e caracterização da composição química por EDS. Também foram realizados os ensaios de névoa salina neutra, ensaio de luz ultravioleta (UV), medição de cor e de brilho anterior e, posteriormente, a exposição ao UV e ensaios de imersão. Estes resultados serão comparados às especificações teóricas obtidas na literatura, com o intuito de validar o método mais apropriado e resistente quanto à aplicação da anodização, com coloração por meio dos métodos de adsorção orgânica e de coloração eletrolítica.

4.1 ENSAIO DE RUGOSIDADE

As medidas obtidas no ensaio de rugosidade dos corpos de prova de perfis da liga de alumínio 6063, sem tratamento mecânico e sem tratamento de superfície, são mostradas na Tabela 5.

	Amostra 1 (µm)	Amostra 2 (µm)	Amostra 3 (µm)
	0,072	0,103	0,100
	0,107	0,090	0,096
	0,081	0,085	0,105
Média	0,087	0,093	0,100

Tabela 5 - Medidas dos valores de rugosidade dos corpos de prova da liga de alumínio 6063 extrudados

Fonte: A Autora (2020).

A Tabela 5 apresenta os valores das medidas de rugosidade obtidos e a média de cada um dos corpos de prova, sendo que o valor médio da rugosidade destes corpos de prova é de 0,093 µm. Esta média tende a ser baixa pelo fato das matrizes de extrusão serem processadas de modo a evitar linhas ou ranhuras durante o processo.

Ao submeterem-se os corpos de provas de alumínio da liga 6063 ao tratamento mecânico de jateamento com granalhas de aço inox, foram obtidos os resultados apresentados na Tabela 6.

	Amostra 1 (µm)	Amostra 2 (µm)	Amostra 3 (µm)
	2,115	2,115	2,115
	1,953	2,147	2,110
	1,994	2,053	2,142
Média	2,021	2,105	2,122

Tabela 6 - Medidas dos valores de rugosidade dos corpos de prova da liga de alumínio 6063 com tratamento mecânico de jateamento com granalhas de aço inox

Fonte: A Autora (2020).

A Tabela 6 apresenta os valores medidos de rugosidade e a média de cada um dos corpos de prova, sendo que o valor da média destes é de 2,083 µm. Quanto às médias observadas pode-se inferir que os valores aumentaram aproximadamente 2 µm se comparados aos corpos de prova sem tratamento mecânico, devido ao fato do jateamento por granalhas ser um tratamento mecânico que gera tensões residuais compressivas, endurecendo as camadas próximas à superfície, melhorando o desempenho à fadiga nesta região, proporcionando, consequentemente, um aumento na rugosidade superficial (BORGES, 2017).

Outros objetivos da realização do jateamento por granalhas se referem à eliminação possíveis manchas e riscos, beneficiando o uso e a aparência do material.

Para efeito de observação da variação dos valores medidos de rugosidade, em corpos de prova sem tratamento mecânico e com o tratamento mecânico, tem-se o gráfico apresentado na Figura 17.



Figura 17 - Variação da rugosidade dos corpos de prova da liga de alumínio 6063 com e sem tratamento mecânico

De acordo com a Figura 17, observa-se que o jateamento mecânico aumenta a rugosidade dos corpos de prova, quando comparados a corpos de prova apenas extrudados (sem acabamentos). Baseado nos cálculos das médias, tem-se um aumento aproximado de 95,54 % na rugosidade, sendo este aumento baseado aos picos e aos vales formados sobre a superfície durante as etapas do jateamento, proporcionando a remoção do brilho das peças e gerando um aspecto acetinado ao material.

Este fato se deve ao fenômeno de reflexão difusiva, pois quando a superfície é rugosa, os raios transmitidos e refletidos são espalhados em diversas direções e não existe um ângulo único de reflexão ou refração, caracterizada por reflexão difusa, conforme apresenta a Figura 18 (YOUNG; FREEDMAN, 2004).

Nota: O desvio padrão não foi indicado devido os resultados serem inferiores a 0,1. Fonte: A Autora (2020).



Figura 18 - Superfície rugosa e a incidência dos raios

Fonte: Young e Freedman (2004).

Conforme demonstra a Figura 18, o feixe de raios paralelos que se propagam no meio (1) incidem sobre a superfície S e retornam ao meio (1), perdendo o paralelismo e espalhando-se em todas as direções. A difusão ocorre devido às irregularidades da superfície (COURROL; PRETO, 2011). Desta forma, quanto maior for a irregularidade da superfície, mais opaca é a aparência da mesma.

Os valores das medidas de rugosidade, após o pré-tratamento e a anodização, estão apresentados na Tabela 7.

	Amostra 1 (µm)	Amostra 2 (µm)	Amostra 3 (µm)
	0,243	0,229	0,211
	0,236	0,260	0,216
	0,238	0,224	0,260
Média	0,239	0,238	0,229

Tabela 7 - Medidas dos valores de rugosidade dos corpos de prova da liga de alumínio 6063 após o pré-tratamento e a anodização.

Fonte: A Autora (2020).

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 7, observa-se que a média obtida das medidas dos corpos de prova apresentam um valor de rugosidade de 0,235 µm. Estes valores são aproximadamente 88,72 % menores que os obtidos sob efeito do tratamento mecânico de jateamento. Os corpos de prova apresentaram

uma redução expressiva na medição da rugosidade, embora tenham mantido o aspecto acetinado e uniforme a olho nu, conforme pode ser visto na Figura 19.



Figura 19 - Aparência dos corpos de prova da liga de alumínio 6063 com tratamento mecânico de jateamento e com tratamento de jateamento e anodização

Nota: (a) Corpo de prova jateado e anodizado; (b) Corpo de prova jateado. Fonte: A Autora (2020).

Como pode-se observar na Figura 19 (a), é possível visualizar que o processo de pré-tratamento e de anodização proporcionou alterações na aparência do material, como o aumento do brilho, quando comparado ao material com tratamento mecânico na Figura 19 (b). Por se tratar de um filme de óxido de alumínio (Al₂O₃), a rugosidade superficial dos corpos de prova diminuiu, e esta diminuição foi visualizada, pois o fenômeno de reflexão difusiva faz com que os ângulos dos raios transmitidos e refletidos sejam direcionados para uma menor quantidade de direções de espalhamento quando comparado aos corpos de prova com tratamento mecânico, proporcionando um aspecto reluzente (COURROL; PRETO, 2011).

Na Tabela 8 são apresentados os resultados da rugosidade obtidos nos corpos de prova submetidos à metodologia da coloração por adsorção orgânica.

	Amostra 4 (µm)	Amostra 5 (µm)	Amostra 6 (µm)
	0,243	0,250	0,248
	0,215	0,253	0,241
	0,241	0,252	0,242
Média	0,233	0,252	0,244

Tabela 8 - Medição dos valores de rugosidade dos corpos de prova da liga de alumínio 6063 posteriormente ao processo de coloração por adsorção orgânica

Fonte: A Autora (2020).

Na Tabela 9 apresentam-se os valores das medições de rugosidade dos corpos de prova da liga de alumínio 6063 após a realização da metodologia de coloração eletrolítica.

Tabela 9 - Medição dos valores de rugosidade dos corpos de prova da liga de alumínio 6063 após processo de coloração eletrolítica

	Amostra 7 (µm)	Amostra 8 (µm)	Amostra 9 (µm)
	0,264	0,213	0,259
	0,253	0,249	0,248
	0,232	0,242	0,263
Média	0,248	0,235	0,257

Fonte: A Autora (2020).

Os valores obtidos pela medida da média dos corpos de prova, posteriormente à submissão da coloração por adsorção orgânica e da coloração eletrolítica são, respectivamente, de 0,243 µm e de 0,247 µm. Estas faixas, se comparadas às obtidas posteriormente ao processo de pré-tratamento e de anodização, proporcionaram o aumento de aproximadamente 3,40 % em relação à coloração por adsorção orgânica e de 5,11 % em relação à coloração eletrolítica. Observa-se que as diferenças obtidas nas medidas de rugosidade entre as metodologias de coloração por adsorção orgânica e de coloração eletrolítica, oferecem condições muito semelhantes à superfície dos corpos de prova e permite uma comparação adequada entre ambos processos, devido a baixa diferença entre elas. A rugosidade influenciará em outras propriedades no filme anódico, como por exemplo, na quantidade de brilho obtida em cada metodologia.

Para que se possa fazer a utilização da metodologia de coloração por adsorção orgânica, a quantidade de brilho deve ser semelhante ao obtido através da metodologia de coloração eletrolítica, por este motivo, tem-se a importância da semelhança da rugosidade superficial em ambos os métodos, conforme o que foi obtido experimentalmente neste estudo.

4.2 ANÁLISES DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV/FEG)

Foram realizadas as análises morfológicas da secção transversal de corpos de prova anodizados e coloridos por adsorção orgânica e por coloração eletrolítica, além de medir a espessura da camada anódica formada e a quantificação dos elementos químicos presentes tanto na camada anódica, quanto no substrato de alumínio.

4.2.1 Análise morfológica da secção transversal

Foi realizada a análise morfológica de corpos de prova com metodologia de coloração por adsorção orgânica por MEV/FEG, conforme demonstra a Figura 20, em sua secção transversal. Figura 20 - Aparência da espessura das camadas anódicas com coloração por meio da adsorção orgânica avaliado no MEV/FEG



Nota: (a) substrato do alumínio; (b) filme de óxido de alumínio; (c) resina; (d) camada barreira. Magnificação de 2.000x na Figura 20 (1); magnificação de 10.000x na Figura (2). Fonte: A Autora (2020).

Na Figura 20 (1), pode-se observar dois corpos de prova em paralelo com magnificação de 2.000 vezes. Na descrição de (a) observa-se o substrato de alumínio, em (b) tem-se a camada anódica formada e em (c) tem-se a resina utilizada para o embutimento dos corpos de prova. Na Figura 20 (2), com magnificação de 10.000 vezes, observa-se em (a) o substrato de alumínio, em (b) o filme de óxido de alumínio e em (d) tem-se a camada barreira formada, que separa o substrato metálico do filme anódico.

A análise morfológica de corpos de prova com coloração eletrolítica por MEV/FEG é demonstrada pela Figura 21, em sua secção transversal.

Figura 21 - Aparência da espessura da camada anódica com coloração eletrolítica através da análise do MEV/FEG



Nota: (a) substrato do alumínio; (b) filme de óxido de alumínio; (c) resina; (d) camada barreira. Magnificação de 2.000x na Figura 21 (1); magnificação de 10.000x na Figura 21 (2). Fonte: A Autora (2020).

Na Figura 21 (1), tem-se dois corpos de prova em paralelo com magnificação de 2.000 vezes. Na descrição de (a) apresenta-se o substrato de alumínio, em (b) temse a camada anódica formada e, em (c), a resina utilizada para o embutimento dos corpos de prova. Na Figura 21 (2), com magnificação de 10.000 vezes, visualiza-se em (a) o substrato de alumínio, em (b) o filme de óxido de alumínio e em (d) a camada barreira que separa o substrato metálico do filme de óxido de alumínio.

Os filmes de óxido de alumínio (Al₂O₃) apresentam-se uniformes, tanto nas imagens da secção transversal dos corpos de prova com coloração por adsorção orgânica, quanto às com coloração eletrolítica. Esta uniformidade se deve a diversos fatores do processo, dentre eles, a escolha do eletrólito, a temperatura e o tempo de imersão na solução eletrolítica.

Neste estudo foi utilizado o ácido sulfúrico como eletrólito, que de acordo com a literatura, proporciona um crescimento do filme anódico mais poroso, com caráter constante do crescimento dos poros. Com relação ao tempo de imersão nesta solução, tem-se uma relação direta com a espessura, onde quanto maior for o tempo de anodização, maior será a espessura do filme de Al₂O₃, dentro da espessura máxima que pode ser atigida nestas condições (BENSALAH *et al.*, 2009; GRUBBS⁸, 1999 *apud* PACHECO, 2016).

4.2.2 Valores das medidas de espessuras do filme anódico

Na Figura 22 são apresentados os valores das medidas de espessura de dois corpos de prova por MEV/FEG para a metodologia de coloração por adsorção orgânica.

Figura 22 - Valores das medidas das espessuras da camada anódica de corpos de prova com coloração por adsorção orgânica



Nota: observam-se duas secções transversais de corpos de prova, com magnificação de 2.000x. Fonte: A Autora (2020).

No corpo de prova da Figura 22 (a), a média obtida da espessura do filme anódico é de 22,7 µm e no corpo de prova da Figura 22 (b) é de 22,7 µm. Observa-

⁸ GRUBBS, C. A. Anodizing of Aluminum. Metal Finishing. New York, v. 97, n.1, p. 476-493, 1999.

se, agora numericamente, que a camada anódica possui espessura uniforme em ambos os corpos de prova, obtendo valores próximos, e está se dá por motivos já apontados no item 4.2.1. Ressalta-se que há a presença de alguns picos e vales, que são formados devido à presença destes na própria camada do substrato do metal, tendo em vista que o filme de óxido de alumínio se forma sobre esta superfície (COURROL; PRETO, 2011).

Também foram medidas as espessuras dos corpos de prova eletrocoloridos por meio do MEV/FEG, conforme demonstra a Figura 23.

Figura 23 - Valores das medidas das espessuras da camada anódica de corpos de prova com coloração eletrolítica



Nota: observam-se duas secções transversais de corpos de prova, com magnificação de 2.000x. Fonte: A Autora (2020).

No corpo de prova da Figura 23 (a), a média obtida da espessura do filme anódico é de 21,1 µm e no corpo de prova da Figura 23 (b) é de 20,2 µm. Também é possível observar que as camadas anódicas são uniformes e regulares, com alguns

picos e vales característicos do substrato do metal, assim como no método da coloração por adsorção orgânica.

É importante ressaltar que há um determinado tempo crítico, a partir do qual já não ocorre aumento da espessura do filme, uma vez que ocorre não só o crescimento do filme anódico, como a dissolução parcial do mesmo por parte do eletrólito (GRUBBS⁹, 1999 *apud* PACHECO, 2016). Por este motivo, a metodologia de anodização para fins arquitetônicos tem limitação da espessura da camada anódica obtida.

As espessuras obtidas em ambas metodologias se enquadram na faixa de materiais aptos para exposição de alta ou excessiva agressividade, que abrangem ambientes marinhos e industriais, conforme normativa apresentada pela ABAL (ABAL, 2008), e também, pela QUALANOD¹⁰ (2020), que caracteriza a necessidade de uma espessura igual ou superior a 20 µm para que estes filmes anódicos possam manter a adsorção do corante e da solidez à luz.

4.2.3 Avaliação das composições químicas

Com o objetivo de comprovar a presença do filme de óxido de alumínio (Al₂O₃) formado, bem como a verificação da presença dos componentes da liga do substrato de alumínio, foram realizadas análises de EDS na superfície dos corpos de prova, através da seleção de alguns pontos da área disponível, conforme apresenta a Figura 24.

 ⁹ GRUBBS, C. A. Anodizing of Aluminum. Metal Finishing. New York, v. 97, n.1, p. 476-493, 1999.
 ¹⁰ Organização de marca de qualidade fundada em 1974 por várias associações de anodizadores para arquitetura em 1994. Possuem Diretivas, baseadas na ISO 7599, que abrangem os requisitos a serem rigorosamente seguidos pelos licenciados e as recomendações para os licenciados, visando a anodização decorativa, protetiva e de anodização arquitetural.


Figura 24 - Análises de MEV/FEG utilizadas para pontos de medição das composições químicas dos corpos de prova por EDS

Nota: (a) coloração por adsorção orgânica; (b) coloração eletrolítica. Fonte: A Autora (2020).

Os gráficos de intensidade de pico de todos os pontos medidos estão apresentados no Apêndice A. No Quadro 3 está apresentado os elementos químicos detectados em cada ponto da Figura 24 (a), que faz referência à coloração por adsorção orgânica. Não está sendo levado em consideração a intensidade de pico por elemento, e sim, os elementos químicos presentes.

Quadro 3 - Elementos químicos detectados por método de MEV/FEG po	r EDS em
corpos de prova com coloração por adsorção orgânica	

Nº do espectro	AI	С	0	S
1	Х	Х	Х	Х
2	Х		Х	Х
3	Х		Х	Х
4	Х		Х	
5	Х	Х		
6	Х		Х	

Fonte: A Autora (2020).

Os espectros 1, 2 e 3 detectaram a presença dos elementos químicos AI (em maior porcentagem) e O, estes, indicando a formação do filme de Al₂O₃. Também foi detectada a presença dos elementos enxofre (S) e carbono (C), que fazem parte da composição química da anilina, estando presente no preenchimento dos poros.

No que faz referência à parte metálica, abrangendo os espectros 4, 5 e 6 foram identificados os elementos químicos AI, que é o elemento principal da liga, além de carbono (C) e oxigênio (O), que podem estar presentes como outros elementos da liga, ou ainda, como resíduo de um ponto de oxidação (SOARES, 2013).

No Quadro 4 apresentam-se os elementos químicos detectados em cada ponto da Figura 24 (b), que faz referência à coloração eletrolítica. Não está sendo levado em consideração a intensidade de pico por elemento, e sim, os elementos químicos presentes.

Nº do espectro	AI	С	0	S	Si	Mg	Sn	Fe
7	Х	Х	Х	Х	Х		Х	
8	Х		Х	Х			Х	
9	Х	Х	Х	Х				
10	Х							
11	Х				Х			Х
12	Х							
13	Х		Х		Х	Х		Х

Quadro 4 - Elementos químicos detectados por método de MEV/FEG por EDS em corpos de prova por coloração eletrolítica

Fonte: A Autora (2020).

Nos espectros 7, 8 e 9, que fazem referência à coloração eletrolítica, tem-se a presença do AI e do O, novamente indicando a existência do filme de Al₂O₃. Devido a composição do banho de coloração eletrolítica ser SnSO₄, tem-se a presença de Sn e S, identificando os mesmos no preenchimento dos poros. Ainda sobre a presença do S, este elemento químico faz parte da composição do banho de anodização e de eletrocoloração, através do H₂SO₄, podendo-se comprovar a sua presença também por este motivo.

Nos espectros 7 e 9 têm-se o C, que pode se fazer presente na superfície devido ao aditivo utilizado no banho possuir ácido oxálico na composição, conforme informações do fornecedor. No espectro 7 também se encontra o Si, que por fazer parte da liga 6063 pode fazer parte do filme anódico devido ao fato deste crescer a partir da interface substrato/óxido (RUNGE, 2018).

E por fim, os espectros 10, 11, 12 e 13, que representam a parte metálica dos corpos de prova. Nota-se a presença do AI, como elemento principal da liga 6063, e nos espectros 11 e 13, tem-se a presença de picos de Fe, Si e Mg, que são elementos químicos presentes na composição da liga 6063 e que formam precipitados. No espectro 13, em específico, tem-se a presença de O, que pode ser referência como um ponto de oxidação (SOARES, 2013).

4.3 RESULTADOS DO ENSAIO DE NÉVOA SALINA NEUTRA

Foram realizados os ensaios de névoa salina neutra nos corpos de prova da metodologia de coloração por adsorção orgânica e de coloração eletrolítica.

Para a metodologia de coloração por adsorção orgânica, a olho nu, foram visualizadas previamente ao ensaio algumas manchas esbranquiçadas na superfície dos corpos de prova, de acordo com a Figura 25, onde os corpos de prova foram caracterizados por 0423/2020 pelo LCOR.

Figura 25 - Corpos de prova com coloração por adsorção orgânica previamente ao ensaio de névoa salina neutra



Fonte: LCOR | UCS (2020).

Após 192 horas (h) de exposição na névoa salina neutra, observou-se o surgimento de pequenas manchas em várias regiões da superfície dos três corpos de provas. Em 336 h de exposição, nenhuma alteração visual foi visualizada, se comparada às 192 h de exposição.

Posteriormente, a 504 horas, manchas maiores foram observadas sobre quase a totalidade da superfície de todos os corpos de prova, conforme apresenta a Figura 26a e 26b, respectivamente.

Figura 26 - Corpos de prova com coloração por adsorção orgânica posteriormente exposição à névoa salina neutra após 192 h e 504 h de ensaio



Nota: (a) referente a 192 h de exposição; (b) referente a 504 h de exposição. Fonte: LCOR | UCS (2020).

O ensaio foi finalizado após 600 h de exposição, onde não houveram alterações quando comparadas às variações visualizadas em 504 h.

De acordo com a QUALANOD (2020), para ensaios de névoa salina neutra mantem-se os corpos de prova pelo tempo máximo de 336 h e como resultado, não deve apresentar quaisquer pontos de corrosão sobre a superfície, exceto se estes se fizerem presentes a menos de 1,5 mm das marcas de contato ou dos cantos das peças. Sendo assim, os corpos de prova anodizados e com coloração por adsorção orgânica apresentaram resultado positivo, pois apenas foram visualizadas pequenas manchas sobre a superfície, demonstrando que os óxidos formados na anodização foram protetivos contra a corrosão. Após este período, manchas maiores foram visualizadas apenas no período de 504 h, demonstrando que o filme anódico mantevese resistente por um longo período posterior ao pré-estabelecido pela normativa.

Ainda assim, não foram visualizados pontos específicos de corrosão, além das manchas.

Para a metodologia de coloração eletrolítica, a olho nu, nenhuma observação se fez necessária sobre a visualização prévia dos corpos de prova, conforme apresenta a Figura 27, caracterizados pelo LCOR como 0422/2020.

Figura 27 - Corpos de prova com coloração eletrolítica previamente ao ensaio de névoa salina neutra



Fonte: LCOR | UCS (2020).

Em 192 horas foram visualizadas pequenas manchas sobre a superfície dos três corpos de prova, conforme apresenta a Figura 28.

Figura 28 - Corpos de prova com coloração eletrolítica posteriormente à exposição de 192 h.



Fonte: LCOR | UCS (2020).

O ensaio foi finalizado após 600 h de exposição, e nenhuma outra alteração foi visualizada sobre a superfície dos corpos de prova, quando comparadas as manchas surgidas posterior 192 h de exposição.

Como já mencionado, a QUALANOD (2020) ressalta o período de 336 h para ensaios de névoa salina neutra em corpos de prova anodizados. Sendo assim, os corpos de prova anodizados e com coloração eletrolítica demonstraram-se resistentes à exposição, pois apenas foram visualizadas pequenas manchas sobre a superfície no período de 192 h. Até a finalização do ensaio, em 600 h, nenhuma outra alteração foi revelada visualmente. Desta forma, demonstra-se que os filmes anódicos e a metodologia de coloração são satisfatórios, tendo em vista a resistência às exposições em tempos maiores que os estipulados pela normativa, além de não apresentarem pontos de corrosão sobre a superfície.

Os resultados obtidos da exposição à névoa salina neutra para a metodologia de coloração por adsorção orgânica apresentaram o surgimento de manchas maiores se comparada a metodologia de coloração eletrolítica, conforme já se esperava de acordo com o que apresenta a literatura. Portanto, devido ao fato dos corpos de prova terem se mantido por longo período de exposição, demonstra-se que a anilina utilizada em comparação à coloração eletrolítica foi eficaz, tendo em vista que a mesma possui alguma modificação em sua composição que a torna mais resistente que as demais comercialmente fornecidas. Estes resultados satisfatórios, para as duas metodologias, também podem estar relacionados à análise de MEV/FEG que detectaram um filme regular e homogêneo.

4.4 ENSAIO DE LUZ ULTRAVIOLETA (UV)

Foram realizados os ensaios com exposição dos corpos de prova, tanto com a metodologia de coloração por adsorção orgânica, quanto à de coloração eletrolítica, ao envelhecimento acelerado pelo período de 120 horas, e os dados obtidos com relação aos mesmos estão apresentados nos itens 4.5 e 4.6.

4.5 ENSAIO DE COR

Foi realizado o ensaio de cor em corpos de prova com coloração por adsorção orgânica, fazendo-se medições anterior e posteriormente ao ensaio de luz UV. Os resultados obtidos nos ensaios estão apresentados nas Tabelas 10 e 11.

CP1 – Adsorção Orgânica - 120 h											
	L*	a*	b*	DL*	Da*	Db*	DE*ab				
STD padrão	24,27	0,88	-0,86								
CP1.1	24,17	0,88	-0,69	-0,90	0,01	0,17	0,19				
CP1.1 UV	24,15	0,60	-0,84	-0,11	-0,28	0,02	0,30				
CP1.2 UV	24,13	0,58	-0,81	-0,13	-0,29	0,04	0,33				
CP1.3 UV	24,15	0,65	-0,62	-0,11	-0,22	0,24	0,34				

Tabela 10 - Ensaio de medição de cor em corpo de prova 1 (CP1) com tratamento de conversão de anodização e com coloração por adsorção orgânica

Fonte: LPOL | UCS (2020).

De acordo com os dados apresentados na Tabela 10, com CP1, foi realizada a medição do corpo de prova mantido como padrão, e posteriormente foram realizadas as medições para a obtenção das variações com a CP1.1, sem a aplicação do ensaio de luz ultravioleta (UV) e com as amostragens CP1.1 UV, CP1.2 UV e CP1.3 UV, que foram submetidas ao ensaio de luz UV.

No que faz referência ao corpo de prova CP1.1, que não sofreu exposição ao ensaio de luz UV, houve variação na coordenada amarelo/azul, com Db* em 0,17, tendendo ao amarelo e também se demonstrou mais escura, com DL* em -0,90, se comparada ao corpo de prova mantido como padrão. Quanto ao DE*ab, que se refere a variação total da cor, o valor obtido foi de 0,19.

Quanto às amostragens do corpo de prova após a realização do ensaio de luz UV, se comparados ao corpo de prova padrão, nota-se que todos sofreram variação na coordenada verde/vermelho, interpretada por Da*, com média de variação tendendo ao verde de - 0,26. No que faz referência à coordenada amarelo/azul b*, apenas CP1.3 UV tendeu ao amarelo, com o valor de 0,24, as demais obtiveram variações menores que \pm 0,10. Ressalta-se também que todos os pontos medidos

escureceram após a exposição à luz UV, com variação média de DL* em - 0,11. Este último dado, que varia de 0 a 100 e quanto mais próximo a 0, mais escuro é o corpo de prova, sendo um valor de variação baixo quando observado em escala. No que referencia a variação total de cor, DE*ab, em todas as amostragens do corpo de prova, o valor médio obtido foi de 0,32.

CP2 – Adsorção Orgânica - 120 h											
	L*	a*	b*	DL*	Da*	Db*	DE*ab				
STD padrão	24,27	0,88	-0,86								
CP1.1	24,17	0,88	-0,69	-0,09	0,01	0,17	0,19				
CP2.1 UV	24,36	0,69	-0,84	0,09	-0,18	0,02	0,20				
CP2.2 UV	24,54	0,71	-0,77	0,28	-0,17	0,09	0,34				
CP2.3 UV	24,09	0,70	-0,86	-0,17	-0,18	0,00	0,25				

Tabela 11 - Ensaio de medição de cor em corpo de prova 2 (CP2) com tratamento de conversão de anodização e com coloração por adsorção orgânica

Fonte: LPOL | UCS (2020).

De acordo com os dados apresentados na Tabela 11, com CP2, foi realizada a medição do corpo de prova mantido como padrão, e posteriormente foram realizadas as medições para a obtenção das variações com a CP1.1 (o mesmo abrangido na Tabela 9), sem a aplicação do ensaio de luz ultravioleta (UV) e com as amostragens CP2.1 UV, CP2.2 UV e CP2.3 UV, que foram submetidas aos ensaios de luz UV, deste mesmo corpo de prova.

Quanto às amostragens que foram expostas ao ensaio de luz UV, quando comparadas ao corpo de prova padrão, nota-se que todos sofreram variação na coordenada verde/vermelho, interpretada pelo Da*, com média de variação de - 0,18, tendendo ao verde. No que referencia a variação da coordenada amarelo/azul (Db*) não houve alterações entre ± 0,10, logo, não há considerações a serem abordadas.

Com relação ao DL*, o corpo de prova CP2.2 UV sofreu variação de DL* em 0,28 e, por este ser positivo, clareou quando comparado aos dados do corpo de prova padrão. Já o corpo de prova CP2.3 UV sofreu a variação de – 0,17, e desta forma,

escureceu. No que referencia a variação total de cor das amostragens do corpo de prova, DE*ab, o valor médio obtido foi de 0,26.

Também foi realizado o ensaio de cor em corpos de prova com a metodologia de coloração eletrolítica, fazendo-se medições anterior e posteriormente ao ensaio de luz UV. Os resultados obtidos nos ensaios estão apresentados nas Tabelas 12 e 13.

CP3 – Coloração eletrolítica - 120 horas											
	L*	a*	b*	DL*	Da*	Db*	DE*ab				
STD padrão	24,49	0,01	-0,24								
CP3.1	24,54	0,03	-0,27	0,05	0,01	-0,00	0,06				
CP3.1 UV	24,19	0,00	-0,51	-0,30	-0,03	-0,30	0,40				
CP3.2 UV	24,03	0,01	-0,47	-0,45	0,00	-0,20	0,51				
CP3.3 UV	24,12	0,00	-0,48	-0,37	-0,03	-0,20	0,44				

Tabela 12 - Ensaio de medição de cor em corpo de prova 3 (CP3) com tratamento de conversão de anodização e coloração eletrolítica

Fonte: LPOL | UCS (2020).

De acordo com os dados apresentados na Tabela 12, com CP3, foi realizada a medição do corpo de prova mantido como padrão, e posteriormente foram realizadas as medições para a obtenção das variações com a CP3.1, sem a aplicação ao ensaio de luz UV e com as amostragens CP3.1 UV, CP3.2 UV e CP3.3 UV, que foram submetidas aos ensaios de luz UV deste mesmo corpo de prova.

No que faz referência ao corpo de prova CP3.1, que não sofreu exposição ao ensaio de luz UV, os valores de Da^{*}, Db^{*} e DL^{*} obtiveram valores abaixo de \pm 0,10, não havendo considerações a serem abordadas. Quanto ao DE^{*}ab, que se refere a variação total da cor do corpo de prova, o valor obtido foi de 0,06.

Quanto às amostragens do corpo de prova que foi exposto ao ensaio de luz UV, quando comparadas ao corpo de prova padrão, nota-se que todas sofreram variação na coordenada amarelo/azul interpretada pelo Db*, com média de variação de - 0,23, tendendo ao azul. Em DL*, nota-se que todas as amostragens escureceram após a exposição ao UV, com variação média de - 0,37. Não houve variação superior a \pm 0,10 em Da*, logo, não há considerações a serem abordadas na coordenada

verde/vermelho. No que referencia a variação total de cor, DE*ab, o valor médio obtido foi de 0,45.

CF	CP4 - Coloração eletrolítica - 120 horas										
	L*	a*	b*	DL*	Da*	Db*	DE*ab				
STD padrão 21,80 0,06 -0,30											
CP4.1	21,83	0,07	-0,28	0,03	0,01	0,02	0,03				
CP4.1 UV	21,51	0,07	-0,54	-0,29	0,01	-0,24	0,38				
CP4.2 UV 21,44 0,01 -0,53 -0,36 -0,05 -0,23 0,43											
CP4.3 UV	21,48	0,05	-0,51	-0,33	-0,01	-0,21	0,39				
Fonto: L DOL LIC	· C (2020)										

Tabela 13 - Ensaio de medição de cor em corpo de prova 4 (CP4) com tratamento de conversão de anodização e coloração eletrolítica

Fonte: LPOL | UCS (2020).

De acordo com os dados apresentados na Tabela 13, com CP4, foi realizada a medição do corpo de prova mantido como padrão, e posteriormente foram realizadas as medições para a obtenção das variações com a CP4.1, sem a aplicação ao ensaio de luz UV e com as amostragens CP4.1 UV, CP4.2 UV e CP4.3 UV, que foram submetidas aos ensaios de luz UV, deste mesmo corpo de prova.

No que faz referência ao corpo de prova CP4.1, que não sofreu exposição ao ensaio de luz ultravioleta (UV), os valores de Da^{*}, Db^{*} e DL^{*} obtiveram valores abaixo de \pm 0,10, não havendo considerações a serem abordadas. Quanto ao DE^{*}ab, que se refere a variação total da cor, o valor obtido foi de 0,03.

Nas amostragens do corpo de prova que foi exposto ao ensaio de luz UV, quando comparadas ao corpo de prova padrão, nota-se que todas sofreram variação na coordenada Db* com o aumento da coloração azul, com média de variação de - 0,23. Em DL*. Também todas escureceram após a exposição à luz UV, com variação média de - 0,33. Não houve variações superiores a ± 0,10 na coordenada a*, logo, não há considerações a serem realizadas. No que referencia a variação total de cor, DE*ab, o valor médio obtido foi de 0,40.

Com relação aos corpos de prova que não foram expostos ao ensaio de luz ultravioleta e que foram medidas as variações com o corpo de prova padrão, foi visualizado que as amostragens com coloração por adsorção orgânica apresentaram variação na coordenada b*, tendendo ao amarelo, além disso, apresentaram na coordenada de luminosidade tons mais escuros. Já os corpos de prova com coloração eletrolítica não obtiveram variações maiores que 0,10, não sendo fazendo necessária a abordagem.

Com relação à variação total de cor, DE*ab, obteve-se um valor de 0,19 na coloração por adsorção orgânica e média de 0,045 na coloração eletrolítica, verificando-se novamente a tendência a uniformidade da coloração eletrolítica. Pode-se dizer que a metodologia de coloração por adsorção orgânica possui menor uniformidade de cor se comparada à coloração eletrolítica sem exposição ao UV.

Quanto aos corpos de prova que sofreram exposição à luz UV e que possuíam a metodologia de coloração por adsorção orgânica, é possível observar que todos sofreram variações na coordenada a*, tendendo ao verde. Entretanto, na variação da coordenada b*, referente às cores amarelo/azul, apenas uma, das seis medições, apresentou tendência à cor amarela, sendo que as demais apresentaram variações menores que \pm 0,10. Em relação à luminosidade, os corpos de prova obtiveram diferentes resultados, sendo que quatro amostragens se apresentaram mais escuras, uma mais clara e outro não sofreu variação (inferior a \pm 0,10).

Já os corpos de prova com a metodologia por coloração eletrolítica, obteve-se respostas idênticas para todas as amostragens, sendo que apresentaram tendência, após exposição à luz UV, ao azul e a ficarem mais escuros.

Desta forma, verifica-se que a metodologia de coloração eletrolítica é mais uniforme nas cores obtidas nos corpos de prova, e que mesmo expostas ao ensaio de luz UV, mantém as medições com valores semelhantes. Entretanto, no que se refere a variação total de cor, os corpos de prova da coloração por adsorção orgânica obtiveram valores de variação menores que a metodologia de coloração eletrolítica. Em CP1 e CP2, que representam a metodologia de coloração por adsorção orgânica, apresentou-se a média de 0,29, já em CP3 e CP4, que abordam a metodologia de coloração eletrolítica, apresentou-se a média em 0,43, o que significa que embora esta última varie de forma muito similar quando exposto ao envelhecimento acelerado, os valores de variação obtidos são maiores, sobressaindo-se a metodologia de coloração por adsorção orgânica neste quesito. Ressalta-se ainda que os compostos orgânicos geralmente apresentam ligações duplas ou triplas, como por exemplo os materiais poliméricos, e que estes sofrem a ação da radiação UV, tendo em vista a foto-oxidação destes. Desta forma, devido a anilina ser um composto orgânico, era esperado que a mesma também sofresse, de acordo com a literatura (FERNANDES, 2010).

A foto-oxidação de substâncias orgânicas ocorre preferencialmente através de mecanismo radicalar e não através da interação direta entre a radiação UV e a matriz de interesse. Assim, a geração de radicais HO⁻, que têm vida curta e alto poder oxidante, é a responsável pela oxidação e degradação de moléculas orgânicas. A irradiação por UV é capaz de provocar a cisão homolítica das moléculas de H₂O₂ e, assim, gerar os radicais hidroxila necessários para a foto-oxidação do corpo de prova (GOUVÊS, 2014).

Devido ao fato dos corantes serem orgânicos, eles provavelmente têm a tendência a alterar a coloração causada pela quebra homolítica. Desta forma, o uso de anilinas, em meio a exposição ao UV, sempre trazia modificações signitivativas no produto final. Entretanto, na anilina Sanodal Preto Escuro H-BL, da marca Clariant, utilizada neste estudo, supõe-se que há alguma propriedade alterada na composição da mesma, fazendo com que ela tenha resistência à luz UV, sendo esta superior a outros produtos comerciais.

De acordo a literatura, são obtidas colorações de alta qualidade através da utilização de corantes da referência Sanodal®, fabricados pela Clariant, por exemplo no caso do corante preto Sanodal® Deep Black MLW (SHEASBY; PINNER¹¹, 2001 *apud* PACHECO, 2016).

Os corpos de prova, de ambas as metodologias, não apresentaram variações perceptíveis a olho nu, e com os resultados obtidos via colorímetro, tem-se valores pouco significativos, demonstrando que mesmo com à exposição aos raios ultravioleta, os corpos de prova mantiveram-se estáveis e com resultados satisfatórios.

¹¹ SHEASBY, P. G.; PINNER, R. *The surface treatment and finishing of aluminum and its alloys.* v. 2, 6. ed, ASM international, 2001.

4.6 ENSAIO DE BRILHO

Foi realizado o ensaio de brilho nos corpos de prova referentes à metodologia de coloração do filme anódico sob adsorção orgânica. Nas Tabelas 14 e 15 são mostrados os resultados obtidos desta medição.

Tabela 14 - Ensaio de medição de brilho em corpo de prova 1 (CP1) com tratamento de anodização e com coloração por adsorção orgânica

	CP1 – Adsorção Orgânica												
ANTES ENSAIO UV APÓS ENSAIO UV													
20° 0,80 0,90 0,80 0,80 0,80 0,70 0,80 0,80 0,70 0													
60°	11,20	11,50	11,40	10,60	11,00	10,60	10,40	10,10	10,20	10,70			
85°	64,60	64,70	64,50	64,70	66,50	65,50	64,60	64,80	65,20	65,10			

Fonte: LPOL | UCS (2020).

Tabela 15 - Ensaio de medição de brilho em corpo de prova 2 (CP2) com tratamento de anodização e com coloração por adsorção orgânica

	CP2 - Adsorção Orgânica												
ANTES ENSAIO UV APÓS ENSAIO UV													
20°	20 ° 0,90 0,90 0,80 0,80 0,80 1,00 1,00 1,10 1,00												
60°	12,90	12,50	12,20	12,10	12,10	15,10	14,90	14,70	14,00	14,50			
85°	68,60	67,90	68,10	67,80	68,00	70,00	69,80	70,10	69,50	70,10			
F (.		100 (000	<u></u>										

Fonte: LPOL | UCS (2020).

Dois corpos de prova com os filmes anódicos coloridos sob coloração por adsorção orgânica foram encaminhados para ensaio de envelhecimento artificial. Desta forma, de acordo com a Tabela 14 tem-se as medições de brilho no corpo de prova 1 (CP1) e na Tabela 15, tem-se as medições de brilho no corpo de prova 2 (CP2).

Em um ângulo de 20°, foram obtidas as médias de 0,82 unidades de brilho no CP1 e de 0,84 unidades de brilho no CP2 anteriormente à exposição ao envelhecimento artificial. Posteriormente ao ensaio, a média destes corpos de prova, em 20° foi de, respectivamente, 0,76 e de 1,04 unidades de brilho.

Quanto à angulação de 60°, foram obtidas as médias de 11,14 unidades de brilho no CP1 e de 12,36 unidades de brilho no CP2 anteriormente à exposição ao envelhecimento artificial. Posteriormente ao ensaio, a média destes corpos de prova, em 60° foi de, respectivamente, 10,40 e de 14,64 unidades de brilho.

Quanto à angulação de 85°, foram obtidas as médias de 65,00 unidades de brilho no CP1 e de 68,08 unidades de brilho no CP2 anteriormente à exposição ao envelhecimento artificial. Posteriormente ao ensaio, a média destes corpos de prova, em 85° foi de, respectivamente, 65,04 e de 69,90 unidades de brilho.

Também foram realizados os mesmos ensaios aos corpos de prova referentes à metodologia de coloração eletrolítica dos filmes anódicos. Nas Tabelas 16 e 17 são explanados os resultados obtidos desta medição.

Tabela 16 - Ensaio de medição de brilho em corpo de prova 3 (CP3) com tratamento de anodização e coloração eletrolítica

	CP3 - Coloração eletrolítica												
ANTES ENSAIO UV APÓS ENSAIO UV													
20°	1,00	0,90	1,00	0,90	0,90	0,90 0,90 0,90 0,90							
60 °	14,40	14,30	14,40	14,20	14,10	13,60	13,60	13,70	13,70	13,50			
85°	72,50	72,50	72,80	72,90	72,00	71,80	71,90	72,20	71,90	72,10			

Fonte: LPOL | UCS (2020).

Tabela 17 - Ensaio de medição de brilho em corpo de prova 4 (CP4) com tratamento de anodização e coloração eletrolítica

ANTES ENSAIO UV APÓS ENSAIO 20° 0,70 0,80 <th></th> <th colspan="13">CP 4 - Coloração eletrolítica</th>		CP 4 - Coloração eletrolítica												
20° 0,70 0,80 0,80 0,80 0,80 0,80 0,80 0,80 0,80 60° 12,40 12,70 12,80 12,60 12,40 12,50 12,60 12,60		ANTES ENSAIO UV APÓS ENSAIO UV												
60° 12,40 12,70 12,80 12,60 12,40 12,60 12,50 12,60	20°	20° 0,70 0,80 0,80 0,80 0,80 0,80 0,80 0,80												
	60°	12,40	,40 12,70	12,80	12,60	12,40	12,60	12,50	12,60	12,20	12,30			
85° 70,70 71,10 71,00 70,80 70,60 70,80 70,80 70,80 70,80	70,30													

Fonte: LPOL | UCS (2020).

Dois corpos de prova com filmes anódicos com coloração eletrolítica foram encaminhados para ensaio de envelhecimento artificial. Desta forma, de acordo com

a Tabela 16 tem-se as medições de brilho no corpo de prova 3 (CP3) e na Tabela 17, tem-se as medições de brilho no corpo de prova 4 (CP4).

Em um ângulo de 20°, foram obtidas as médias de 0,94 unidades de brilho no CP3 e de 0,78 unidades de brilho no CP4 anteriormente à exposição ao envelhecimento artificial. Posteriormente ao ensaio, a média destes corpos de prova, em 20° foi de, respectivamente, 0,90 e de 0,80 unidades de brilho.

Quanto à angulação de 60°, foram obtidas as médias de 14,28 unidades de brilho no CP3 e de 12,58 unidades de brilho no CP4 anteriormente à exposição ao envelhecimento artificial. Posteriormente ao ensaio, a média destes corpos de prova, em 60° foi de, respectivamente, 13,62 e de 12,44 unidades de brilho.

Quanto à angulação de 85°, foram obtidas as médias de 72,54 unidades de brilho no CP3 e de 70,84 unidades de brilho no CP4 anteriormente à exposição ao envelhecimento artificial. Posteriormente ao ensaio, a média destes corpos de prova, em 85° foi de, respectivamente, 71,98 e de 70,54 unidades de brilho.

De acordo com os resultados obtidos nos ensaios de rugosidade superficial, em ambas as metodologias abordadas, tem-se uma variação muito baixa entre elas, a qual possibilita um comparativo real entre o brilho existente nos corpos de prova, sem a interferência das variações de rugosidade.

Em ambas as metodologias de coloração, nota-se que na angulação de 20º houve o aumento de brilho em um dos corpos de prova e redução de brilho em outra. Com esta angulação, os raios refletidos obtiveram diferentes direções, e por este motivo, os valores de unidade de brilho ficaram muito próximos a zero, caracterizando pouco brilho nos corpos de prova.

Aos 60°, os corpos de prova com metodologia de coloração por adsorção orgânica apresentaram valores em unidades distintas, sendo que uma delas aumentou o brilho posterior exposição ao ensaio de luz ultravioleta e a outra reduziu a incidência de brilho. Já os corpos de prova com metodologia de coloração eletrolítica apresentaram redução de brilho.

Em 85º de incidência de luz UV, novamente os corpos de prova com metodologia de adsorção orgânica apresentaram valores em unidades distintas, sendo que uma delas aumentou o brilho posterior exposição ao ensaio de luz ultravioleta e a outra reduziu a incidência de brilho. Nos corpos de prova com metodologia de coloração eletrolítica verificou-se a redução de brilho, embora possua variações muito pequenas. Na angulação de 85º, todos os corpos de prova apresentaram maiores valores em unidades de brilho quando comparado as demais angulações.

De acordo com os resultados da rugosidade superficial obtida nos ensaios dos corpos de prova, em ambas as metodologias abordadas tem-se uma grande semelhança, o que possibilita um comparativo entre elas.

A metodologia de coloração por adsorção orgânica apresentou resultados distintos entre os corpos de prova, afirmando, conforme outros ensaios, como o de cor, que há discrepâncias entre os corpos de prova. Na metodologia de coloração eletrolítica os resultados dos corpos de prova antes e após UV são semelhantes e obtém resultados semelhantes, conforme demonstra a Tabela 18.

	MÉDIAS CORPOS DE PROVA												
	ANTE	S ENSA	APÓ	S ENSA	IO UV								
	20º	60º	85°	20º	60º	85°							
CP1	0,82	11,14	65,00	0,76	10,4	65,04							
CP2	0,84	12,36	68,08	1,04	14,64	69,90							
CP3	0,94	14,28	72,54	0,9	13,62	71,98							
CP4	0,78	12,58	70,84	0,8	12,44	70,54							

Tabela 18 - Comparativos anterior e posterior ensaio a luz UV.

Fonte: A Autora (2020).

Entretanto, as diferenças de resultados da anterior e posterior exposição ao UV de ambas as metodologias são pequenas, e desta forma, apresentam resultados satisfatórios e demonstram resistência ao envelhecimento acelerado.

4.7 ENSAIO DE IMERSÃO

Foram realizados os ensaios de imersão com corpos de prova coloridos pelas metodologias de adsorção orgânica e de coloração eletrolítica em soluções de H₂SO₄ 0,1 M, NaOH 0,1 M e NaCI a 3,5 %.

4.7.1 Solução de H₂SO₄ 0,1 M

Na metodologia de coloração por adsorção orgânica os resultados obtidos, posterior ao período de 48 h e 240 h de imersão em uma solução de H₂SO₄ 0,1 M, em temperatura ambiente, estão apresentados na Figura 29.

Figura 29 - Aparência dos corpos de prova coloridos por adsorção orgânica expostos ao ensaio de imersão em H₂SO₄ 0,1 M



Nota: (a) 48 h de imersão; (b) 240 h em imersão. Fonte: A Autora (2020).

Durante o período de 48 h de imersão foi possível visualizar, a olho nu, em um dos corpos de prova, algumas manchas que foram reveladas sobre a superfície, possivelmente geradas devido a manipulação das peças de forma incorreta durante o procedimento experimental. Além disso, os corpos de prova apresentaram-se com uma aparência fosca devido à exposição ao H₂SO₄ 0,1 M.

Durante as 240 h de imersão, os corpos de prova perderam a coloração e ficaram em tons azulados. Assim, visualiza-se que o filme de óxido não é resistente a exposições em meio ácido.

Na metodologia de coloração eletrolítica os resultados obtidos, posterior ao período de 48 h e de 240 h de imersão em uma solução de H₂SO₄ 0,1 M, em temperatura ambiente, estão apresentados na Figura 30.

Figura 30 - Aparência dos corpos de prova com coloração eletrolítica expostos ao ensaio de imersão em H₂SO₄ 0,1 M



Nota: (a) 48 h de imersão; (b) 240 h em imersão. Fonte: A Autora (2020).

Durante o período de 48 h de imersão foi possível visualizar, a olho nu, a aparência fosca dos corpos de prova devido à exposição na solução de H₂SO₄ 0,1 M. Durante às 240 h de imersão, os corpos de prova foram descoloridos e mantinham aparência acinzentada. Assim, visualiza-se que o filme de óxido de alumínio não é resistente a exposições em meios ácidos.

Este fato, dos filmes de óxido de alumínio não resistirem à meios ácidos, neste caso, o ácido sulfúrico, por longos períodos se deve a Reação (11) explanada abaixo (ABAL, 2005).

$$Al_2O_3(s) + 3 H_2SO_4(I) \rightarrow 3 H_2O(I) + Al_2(SO_4)_3 \downarrow$$
 (11)

O ácido sulfúrico reage com o filme de óxido de alumínio, precipitando sulfato de alumínio e liberando água. Desta forma, comprova-se que independente da metodologia aplicada para a coloração do filme de óxido, em meios ácidos, estes não evitam a ocorrência da reação. Conforme apresenta o Diagrama de Pourbaix, o filme de óxido de alumínio só é estável até pH próximo a 4,0, abaixo disso ele tende a dissolver, formando Al³⁺.

4.7.2 Solução de NaOH 0,1 M

Na metodologia de coloração por adsorção orgânica os resultados obtidos, posterior ao período de 48 h e 240 h de imersão em uma solução de NaOH 0,1 M, em temperatura ambiente, estão apresentados na Figura 31.

Figura 31 - Aparência dos corpos de prova coloridos por adsorção orgânica expostos ao ensaio de imersão em NaOH 0,1 M



Nota: (a) 48 h de imersão; (b) 240 h em imersão. Fonte: A Autora (2020).

Durante o período de 48 h de imersão, Figura 31 (a), foi possível visualizar a presença de pequenas bolhas sobre a superfície e na parte superior, que se encontrava imersa, a remoção completa do filme de óxido de alumínio.

Em 240 h de imersão, representado pela Figura 31 (b), os corpos de prova apresentaram a presença de bolhas que abrangeram maiores proporções da área, removendo quase por completo o filme de óxido de alumínio da superfície, sendo que esta reação foi retardada devido à precipitação de sais, que reduziram a velocidade da remoção do filme (ABAL, 2005). Assim, visualiza-se que o filme de óxido de alumínio não é resistente a exposições em meio alcalino e que a coloração realizada no filme não evita a ocorrência da reação. Na metodologia de coloração eletrolítica os resultados obtidos, posterior ao período de 48 h e de 240 h de imersão em uma solução de NaOH 0,1 M, em temperatura ambiente, estão apresentados na Figura 32.



Figura 32 - Aparência dos corpos de prova com coloração eletrolítica expostos ao ensaio de imersão em NaOH 0,1 M

Nota: (a) 48 h de imersão; (b) 240 h em imersão. Fonte: A Autora (2020).

Durante o período de 48 h de imersão, representado pela Figura 32 (a), foi possível visualizar a presença de pequenas bolhas sobre a superfície e na parte superior, que se encontrava imersa, a remoção completa do filme de óxido de alumínio, assim como ocorreu com a metodologia de adsorção orgânica.

Em 240 h de imersão, Figura 32 (b), os corpos de prova apresentaram a presença de bolhas maiores, que dissolveram quase por completo o filme de óxido de alumínio da superfície, sendo que esta reação foi retardada devido a precipitação de sais, que reduziram a velocidade da remoção do filme. Assim, visualiza-se que o filme de óxido de alumínio não é resistente a exposições em meio alcalino e que a coloração eletrolítica realizada no filme não evita a ocorrência da reação.

A dissolução do filme de óxido de alumínio que ocorreu tanto na metodologia de adsorção orgânica, quanto na de coloração eletrolítica, é demonstrada na Reação (12) (ABAL, 2005).

$$AI_{2}O_{3}(s) + 2 \text{ NaOH } (I) \rightarrow H_{2}O(I) + 2 \text{ NaAIO}_{2} \downarrow$$
(12)

O hidróxido de sódio reage com o óxido de alumínio, formando o aluminato de sódio em forma de um precipitado e liberando água. É possível afirmar que esta dissolução ocorre independente da metodologia aplicada para a coloração do filme de óxido, em que ambos os casos apresentaram o mesmo comportamento e no mesmo período de tempo. De acordo com o Diagrama de Pourbaix, em meios básicos, com pH acima de 9,0, o filme de óxido é dissolvido, formando Al₂O⁻, evitando que o metal seja passivado (Sukiman *et al.*, 2012).

4.7.3 Solução de NaCl 3,5 %

Os corpos de prova anodizados e coloridos por meio da coloração por adsorção orgânica foram submetidos ao ensaio de imersão em uma solução de NaCl 3,5 %. Na Figura 33, tem-se a aparência destes posteriormente ao período de 48 h, 240 h, 408 h, 552 h e 1.000 h de imersão.

Figura 33 - Aparência dos corpos de prova com metodologia de coloração por adsorção orgânica durante a imersão dos mesmos em uma solução de NaCl 3,5 % após 1.000 horas



Nota: (a) 48 h de imersão; (b) 240 h de imersão; (c) 408 h de imersão; (d) 552 h de imersão; (e) 1.000 h de imersão. Fonte: A Autora (2020).

Durante o período de 48 h e 240 h de imersão, representado respectivamente pelas Figuras 33 (a) e 33 (b), nenhuma alteração foi possível ser visualizada a olho nu sobre a superfície. No tempo de imersão de 408 h, Figura 33 (c), visualizou-se alguns pontos de corrosão na interseção realizada nos corpos de prova.

Em 552 h, representado pela Figura 33 (d), estes pontos de corrosão aumentaram de tamanho, sendo visíveis apenas na interseção, estando a área superficial com aparência igual ao corpo de prova padrão. Também não houve descoloração e nem mudança de brilho na superfície a olho nu.

Em 1.000 h, de acordo com a Figura 33 (e), o corpo de prova apresentou pontos de corrosão ainda mais sobressalentes sobre a interseção realizada. No restante da área superficial, nenhum outro ponto de corrosão foi visualizado a olho nu. Também não foram notadas alterações de cor e nem perda de brilho, conforme demonstra a Figura 34.



Figura 34 - Aparência dos corpos de prova com metodologia de coloração por adsorção orgânica posteriormente 1.000 h de imersão em NaCI 3,5 %

Fonte: A Autora (2020).

O alumínio, quando em contato com uma faixa de pH de 4,0 a 9,0, entra em uma zona de passivação. Neste caso, esta zona de passivação é o próprio filme de óxido de alumínio formado na anodização, que é mais resistente que o formado naturalmente. Entretanto, o alumínio e suas ligas têm sua passividade destruída quando em contato com íons cloretos (CI⁻), sendo a corrosão mais frequente por pites, que ocorre em pontos ou áreas localizadas (GENTIL, 2017).

Também é possível constatar que a área onde não houve interseção, não ocorreram pontos de corrosão, demonstrando a resistência do filme de óxido de alumínio formado durante a anodização.

Os corpos de prova anodizados e com a metodologia da coloração eletrolítica foram submetidos ao ensaio de imersão em uma solução de NaCl 3,5 %. Na Figura 35, tem-se a aparência destes corpos de prova posteriormente ao período de 48 h, 240 h, 408 h, 552 h e 1.000 h de imersão.

Figura 35 - Aparência dos corpos de prova com metodologia de coloração de adsorção orgânica durante a imersão dos mesmos em uma solução de NaCl 3,5 % após 1.000 horas



Nota: (a) 48 h de imersão; (b) 240 h de imersão; (c) 408 h de imersão; (d) 552 h de imersão; (e) 1.000 h de imersão. Fonte: A Autora (2020).

Durante o período de 48 h, representado pela Figura 35 (a), nenhuma alteração visual foi observada. Após as 240 h de exposição à imersão, representado pela Figura 35 (b), nenhuma alteração visual sobre a superfície foi observada, mantendo-se os corpos de prova semelhantes ao padrão. No tempo de imersão de 408 h, conforme Figura 35 (c), visualizaram-se alguns pontos de corrosão na interseção realizada nos corpos de prova.

Ainda na interseção, após 552 h de imersão, representado pela Figura 35 (d), estes pontos de corrosão aumentaram de tamanho. Ressalta-se que o restante da

área superficial se manteve com aparência igual ao corpo de prova padrão, a olho nu, não sendo notada nenhuma alteração de cor e nem de brilho.

Em 1.000 h, conforme Figura 35 (e), os corpos de prova apresentaram pontos de corrosão ainda mais sobressalentes, entretanto, estes se mantiveram apenas sobre a interseção. Nas demais áreas não são visualizados pontos de corrosão a olho nu. Também não houve alteração de cor e nem perda de brilho, conforme demonstra a Figura 36.

Figura 36 - Aparência dos corpos de prova com metodologia de coloração de adsorção orgânica durante a imersão dos mesmos em uma solução de NaCl 3,5 % após 1.000 horas



Fonte: A Autora (2020).

Assim como na metodologia de coloração por adsorção orgânica, ocorreu a presença de pites, em pontos localizados, devido ao contato com os íons Cl⁻. Também é possível constatar que a área onde não houve interseção não sofreu nenhum tipo de corrosão, demonstrando a resistência do filme de óxido de alumínio formado durante a anodização, quando caracterizado a olho nu.

Ressalta-se que nenhuma das metodologias de coloração aplicadas interferiram para a proteção ou causa mais rápida da corrosão, sendo que ambas apresentaram os mesmos resultados visualmente.

O Quadro 5 apresenta o resumo dos resultados obtidos ao longo deste estudo.

	Coloração por adsorção	Coloração eletrolítica
	orgânica	obioração cicironitida
Ensaio de	Apresentou valor médio de	Apresentou valor médio de
rugosidade	0,243 µm.	0,247 µm.
Análise	Filmes anódicos uniformes e	Filmes anódicos uniformes e
morfológica da	homogêneos.	homogêneos.
secção transversal	lionogonocol	hemegeneeel
	Os valores médios de	Os valores médios de
Espessura da	espessura do filme anódico	espessura do filme anódico
camada anódica	por corpo de prova foram de	por corpo de prova foram de
	de 22,7 e 22,7 µm.	de 21,1 e 20,2 µm.
Avaliação da composição química		Comprovou-se a presença
		do filme de Al ₂ O ₃ , além de S,
		Sn e C (este último presente
	Comprovou a presença do	no aditivo), que fazem parte
	filme de Al ₂ O ₃ , além do S e	dos elementos que permitem
	C, que fazem parte da	a coloração ao poro. O Si
	composição química da	encontrado no filme faz parte
	anilina. Detectou-se Al no	dos elementos de liga que
	substrato metálico, além de	crescem junto ao Al ₂ O ₃ . No
	C e O, que podem se fazer	substrato metálico foi detec-
	presentes por algum ponto	tada a presença de Al, Fe, Si
	de oxidação, ou ainda, como	e Mg, que fazem parte da
	outros elementos de liga.	liga 6063. O elemento O
		detecta um possível ponto de
		oxidação no substrato
		metálico.
Névoa salina	Resistiu a 1.000 h de	Resistiu a 1.000 h de
	exposição sem a formação	exposição sem a formação
וכענומ	de pontos de corrosão.	de pontos de corrosão.

Quadro 5 - Resumo dos resultados obtidos

grande proporção em toda a chas sobre superfície. N superfície. Não apresenta- apresentaram pontos	lão de
superfície. Não apresenta- apresentaram pontos	de
ram pontos de corrosão. corrosão.	
Após a radiação UV, todos	
os corpos de prova variaram	
na coordenada a* tendendo	
ao verde. Na coordenada b*, Todas as mediçõ	<i>j</i> es
apenas uma amostragem posteriores ao ensaio da	luz
variou tendendo ao amarelo. UV apresentaram-se m	ais
Ensaio de cor Quanto à luminosidade, qua- escuras e todas tenderam	ao
tro ficaram mais claras, uma azul na coordenada b*.	А
mais escura e outra não variação média total de co	or é
variou, havendo variações de 0,43.	
entre os resultados obtidos.	
A variação média total de cor	
é de 0,29.	
Houve variação entre os	
resultados de brilho nos Pouca variação entre	OS
corpos de prova expostos ao corpos de prova expostos	ao
ensaio de UV, entretanto, ensaio de UV e com valo	res
são valores pouco significa- pouco significativos.	
tivos.	
Resistiu à corrosão em meio Resistiu à corrosão em m	eio
Ensaio de imersão neutro. Corroeu em meio neutro. Corroeu em m	eio
ácido e em meio alcalino. ácido e em meio alcalino.	

Fonte: A Autora (2020).

5 CONCLUSÃO

O presente estudo teve por objetivo comparar o desempenho à corrosão e à estabilidade da cor em relação a dois métodos de coloração em um filme anódico, por meio da coloração por adsorção orgânica e da coloração eletrolítica, sobre corpos de prova de alumínio da liga 6063. Logo, a partir dos resultados obtidos, conclui-se que:

- Os corpos de prova posteriormente à exposição ao tratamento mecânico de jateamento por granalhas apresentam uma rugosidade de aproximadamente 2 µm maior do que corpos de prova apenas extrudados. Durante às etapas de anodização, os corpos de prova reduziram 88,72 % da rugosidade superficial. As etapas de coloração aumentaram, com relação à rugosidade medida após ao processo de anodização, 3,40 % em relação à coloração por adsorção orgânica e de 5,11 % em relação à coloração eletrolítica;
- Pode-se observar que os corpos de prova anodizados e coloridos por adsorção orgânica e por coloração eletrolítica apresentaram filmes anódicos uniformes e homogêneos entre os pontos medidos em cada metodologia, com espessuras médias de 22,70 µm e 20,67 µm, respectivamente;
- A análise por MEV/FEG comprovou a presença do filme anódico em ambas as metodologias, bem como, a presença dos responsáveis pela cor do filme em cada uma, como o C e o S na adsorção orgânica e o Sn e S na coloração eletrolítica;
- Para o ensaio de névoa salina neutra, ambas as metodologias apresentaram resultados satisfatórios, o que não era esperado pela literatura;
- Os ensaios de cor, que foram comparados anterior e posteriormente ao ensaio de radiação UV, foi concluído que a metodologia de coloração eletrolítica é mais uniforme nas cores obtidas, variando de forma similar em todos os corpos de prova. Entretanto, no que se refere a variação total de cor, os corpos de prova da coloração por adsorção orgânica obtiveram menores valores de variações;

- Com relação ao brilho, comparados anterior e posteriormente à exposição a luz UV, a metodologia de coloração eletrolítica manteve-se com resultados mais uniformes;
- Nos ensaios de imersão, ambas as metodologias reagiram em meio ao H₂SO₄
 e em meio ao NaOH, não mantendo a resistência dos filmes anódicos, sendo este justificado pelo Diagrama de Pourbaix. Com relação a imersão de NaCl, não houve perda de coloração e a corrosão foi visível posteriormente a 408 h de exposição em ambas as metodologias.

A partir dos resultados obtidos neste estudo, verifica-se que a metodologia de coloração eletrolítica possui resistência à corrosão e à exposição ao UV, se mantendo com coloração uniforme e boa aparência após ensaios realizados. A coloração por adsorção orgânica também apresentou as mesmas características, se atribuindo estes resultados à anilina testada, que possui modificação estrutural, fazendo com que a mesma resista aos ensaios, sem perder as propriedades. Desta forma, pode-se concluir que é possível equivaler as metodologias utilizadas para coloração do filme anódico de acordo com os parâmetros testados.

6 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados obtidos neste trabalho, sugere-se o aprofundamento do estudo nos seguintes tópicos:

- Realizar ensaios de espectroscopia de impedância eletroquímica para avaliar a resistência do filme anódico;
- Realizar a anodização com os mesmos parâmetros, entretanto, com diferentes anilinas para análise do comportamento das mesmas;
- Avaliar a superfície dos corpos de prova através do MEV/FEG anterior e posteriormente ensaio de névoa salina neutra, com a finalidade de avaliar as diferenças obtidas;
- Estudo de viabilidade econômica e ambiental para cada metodologia de coloração aplicadas;
- Realizar ensaios de imersão com pH nas faixas de 5 a 8, simulando ambientes na qual o material pode ficar exposto.
- Comparar a anilina utilizada com outras comercializadas, com o intuito de avaliar a resistência ao UV e à corrosão.

REFERÊNCIAS

ABAL – Associação Brasileira do Alumínio. **Guia técnico de alumínio: tratamento de superfície**. 2. ed. v. 3. São Paulo: ABAL, 2005. 174 p.

ABAL – Associação Brasileira do Alumínio. **Soluções para uma vida sustentável**. São Paulo, 2017. 61 p. Disponível em:

http://abal.org.br/downloads/publicacoes/aluminio-brasileiro-solucoes-para-uma-vidasustentavel-port.pdf. Acesso em: 17 mar. 2020.

ABAL – Associação Brasileira do Alumínio. **Coletânea de normas técnicas de alumínio e suas ligas**. São Paulo: ABAL, 2008. 758 p.

ABAL – Associação Brasileira do Alumínio. **Fundamentos e aplicações do** alumínio. São Paulo. Maio 2007. Disponível em: https://www.academia.edu/14874898/Fundamentos_e_Aplica%C3%A7%C3%B5es_ do. Acesso em: 20 mar. 2020.

ACOBRASIL. A idade do ferro. Disponível em: http://www.acobrasil.org.br/site2015/siderurgia_mundo.asp. Acesso em: 21 mai. 2020

AHMADI, A.; NOROUZI, P.; GANJALI, M. R. Study of corrosion resistance of colored anodized aluminum with Quinizarin using cyclic voltammetry and impedance measurement methods. **Progress in Organic Coatings**, [*S.I.*], n. 56, p. 227-233, July, 2006.

ALTAN, T.; OH, S. I.; GEGEL, H. L. **Conformação de metais**: fundamentos e aplicações. São Carlos: EESC/USP, 1999. 350 p.

ALUMICONTE. **Perfis – Coluna corrimão redondo**. Disponível em: https://www.alumiconte.com.br/produtos/perfis/construcaocivil/excelencia/288/coluna-corrimao-redondo/. Acesso em: 16 mai. 2020.

ALVES, A. A. M. **Extração de alumina - uma avaliação dos parâmetros influentes**. 2017. 54f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos) -Universidade Federal do Pará (UFPA). Instituto de Tecnologia. Belém, 2017.

ALVES, G. J. T. **Nanocoloração de ligas de alumínio**. 2012. 91f. Dissertação (Mestrado em Química Aplicada) - Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ponta Grossa, 2012.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM B117-18**: Standard pratice for operating salt spray (fog) apparatus. West Conshohocken, 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D2247-15**: Standard Practice for Testing Water Resistance of Coatings in 100% Relative Humidity. West Conshohocken, 2015. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D523-14**: Standard test method for specular gloss. West Conshohocken, 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G154-16**: Standard pratice for operating fluorescent ultraviolet (UV) lamp apparatus for exposure of nonmetallic materials. West Conshohocken, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 8094**: Material metálico revestido e não revestido - corrosão por exposição à névoa salina, com modificações na pureza do sal. Rio de Janeiro, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 8095**: Material metálico revestido e não revestido - corrosão por exposição à atmosfera úmida saturada – método de ensaio. Rio de Janeiro, 1983.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12609**: Alumínio e suas ligas - tratamento de superfície – requisitos para anodização para fins arquitetônicos. Rio de Janeiro, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12611**: Alumínio e suas ligas - tratamento de superfície – determinação da espessura da camada anódica – método de microscopia óptica. Rio de Janeiro, 2006.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12613**: Alumínio e suas ligas - tratamento de superfície – determinação da selagem de camadas anódicas – método de absorção de corantes. Rio de Janeiro, 2006.

ASHIUCHI, E. S. Efeito do tratamento criogênico profundo e do revestimento de CrN por PVD na microabrasão da liga de alumínio AA 6101-T4. 2015. 96f. Tese (Doutorado em Ciências Mecânicas) – Universidade de Brasília. Brasília, 2015.

ASKELAND, D. R.; WRIGHT, W. J. **Ciência e engenharia dos materiais**. São Paulo: Cengage, 2019.

AUTHIER-MARTIN, M. *et al.* The mineralogy of bauxite for producing smelter–grade alumina. **The Journal of the Minerals (JOM)**, [S.*l.*], v. 53, n. 12, p. 36-40, Dec. 2001.

BENSALAH, W. *et al.* Mechanical failure of anodized film of aluminium in bending. **Materials and Design**, [*S.l.*], v. 30, n. 8, p. 3141-3149, Sept. 2009.

BRACE, A. W.; SHEASBY, P. G. **The technology of anodizing aluminium**. 3. ed. Módena: Interall S.r.I., 1979. 348 p.

BRADY, J. E.; HUMISTON, G. E. Química geral. São Paulo: LTC, 2003.

BORGES, A. A. C. Efeito do jateamento com granalhas de aço na tensão residual e no comportamento mecânico da liga de alumínio 6083. 2017. 158f. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear – Materiais) – Instituto de Pesquisas Energética e Nuclear (IPEN). São Paulo, 2017.

CAI, A. *et al.* Direct formation of self-assembled nanoporous aluminium oxide on SiO₂ and Si substrates. **Nanotechnology**, [*S.I.*], v. 13, n. 5, p. 627-630, Sept. 2002.

CALLISTER JR., W. D.; RETHWISCH, D. G. Ciência e engenharia de materiais: uma introdução. 9. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2018.

CAPELARI, T. V. Avaliação da geometria da ferramenta e parâmetros do processo FSW na soldagem da liga de alumínio AA 5052. 2006. 69f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2006.

CHENG, R. B.; HAO, L. Sealing processes of anodic coatings – Past, present, and future. **Metal Finishing**, [*S.I.*], v. 98, n. 12, p. 8-18, Dec. 2000.

CLARIANT International Ltd. **Variação nas cores** – o tingimento de alumínio anodizado. Clariant International Ltd. Suiça: 2015. 47 p.

CLARIANT Ltda. **Sanodye Blue 2LW**. Disponível em: chemiepraktika.pbworks.com. Acesso em: 30 abr. 2020.

CONSTANTINO, V. R. L. *et al.* Preparação de compostos de alumínio a partir da bauxita: considerações sobre alguns aspectos envolvidos em um experimento didático. **Química Nova**, São Paulo, v. 25, n. 3, p. 490-498, Maio/jun. 2002. Disponível em:

http://static.sites.sbq.org.br/quimicanova.sbq.org.br/pdf/Vol25No3_490_23.pdf. Acesso em: 12 mar. 2020.

COURROL, L. C.; PRETO, A. O. **Óptica geométrica** [online]. 1. ed. São Paulo: Editora Unifesp, 2011. 168 p.

DAVIS, J. R. **Corrosion of aluminium and aluminium alloys**. ASM International: 1999. 313 p.

DONAHUE, C. J.; EXLINE, J. A. Anodizing and coloring aluminium alloys. **Journal of Chemical Education**, [*S.I.*], v. 91, n. 5, p. 711-715, Apr. 2014.

DUARTE, P. Esquadrias e vidros na construção civil. **Revista Vidro Impresso**, São Paulo, n. 5, p. 74-75, 2011.

FEIL, A. F. Nanoestruturas de óxidos de Al e Ti obtidas a partir do processo de anodização: fabricação, caracterização e aplicações. 2009. 95f. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). Porto Alegre, 2009. FERNANDES, L. R. P. **Oxidação de corantes têxteis através de Ozônio**. 2010. 53f. Dissertação (Mestrado em Química Industrial). Universidade da Beira Interior. Covilhã, 2010.

FERRARI, R. B. Caracterização de liga metálica a base de alumínio – magnésio obtida por método convencional após tratamentos termomecânicos visando estruturas microcristalinas. 2008. 83f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear - Materiais). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo, 2008.

GAZAPO, J. L.; GEA, J. **Anodizing of aluminium**. TALAT Lecture 5203. EEA (European Aluminium Association): 1994. 27 p.

GENTIL, V. Corrosão. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2017. 360 p.

GOMES, V. **Desenvolvimento e caracterização de pigmentos cerâmicos baseados em alumina e mulita obtidos a partir de lama de anodização de alumínio**. 2005. 116f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Florianópolis, 2005.

GOUVÊS, M. M. *et al.* Aplicação da radiação ultravioleta como forma de contribuição para a química verde e construção de um reator fotoquímico alternativo e de baixo custo, para pré-tratamento de amostras. **Química Nova**, Niterói, v. 37, n. 2, p. 337-343, nov. 2014.

HELMAN, H.; CETLIN, P. R. Fundamentos da conformação mecânica dos materiais. 2. ed. São Paulo: Artliber, 2005. 264 p.

INTERNACIONAL STANDARD ORGANIZATION. **ISO 9227**: Corrosion tests in artificial atmospheres – Salt spray tests. Geneva, 2017.

KIMURA, I. Y. *et al.* Efeito do pH e do tempo de contato na adsorção de corantes reativos por microesferas de quitosana. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v. 9, n. 3, p. 51-57, jul./set. 1999.

LEITE, Frederico N. **Calibração de dispositivos de cores utilizando uma câmera digital**. 2006. 58 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica). Universidade de Brasília (UnB). Brasília, 2006.

LEONTIEV, A.; ROSLYAKOV, I.V.; NAPOLSKII, K.S. Complex influence of temperature on oxalic acid anodizing of aluminium. **Electrochimica Acta**, [*S.I.*], v. 319, p. 88-94, Oct. 2019.

LUZ, A. B. da; LINS, F. A. F. **Rochas & minerais industriais** – usos e especificações. 2. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008. Cap. 14, p. 313-337.

MARIANO, N. A. *et al.* Avaliação da resistência à corrosão em aço inoxidável martensítico do tipo Cr-Ni em meio marinho sintético simulando atividades em águas profundas. **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v. 59, n. 1, p 135-139, jan./mar. 2006.

MARTINS, L. **Anodização e coloração de peças de alumínio**. FEUP – Relatório Técnico. Universidade do Porto. Porto: 2002. 14 p.

MELCHIADES, F. G.; BOSCHI, A. O. Cores e Tonalidades em Revestimentos Cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, Volume 4, n. 1-6, p. 11-18 jan./dez. 1999.

MOKAN, J. V.; FERREIRA, J. Z. Comparação da resistência a oxidação de arames galvanizados por imersão a quente aplicando diferentes camadas de conversão a base de cromo. *In:* CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METAIS (ABM), 72., 2017, São Paulo. **Anais [...]**. São Paulo: ABM, 2017. p.1572-1582.

NEWELL, J. **Fundamentos da moderna engenharia e ciência dos materiais**. 1. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2018. 316 p.

PACHECO, N. O. Sistema de apoio à solução de não conformidades: um estudo de caso na extrusão de alumínio. 2014. 168f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2014.

PACHECO, D. M. C. Otimização e rastreabilidade do processo de oxidação anódica, com coloração orgânica de componentes em ligas de alumínio. 2016. 83f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto. Porto, 2016.

PERTILE, T. S.; BEUX, T. D.; BIRRIEL, E. J. Denominações dos defeitos encontrados em superfícies pintadas e galvanizadas submetidas a ensaios acelerados de corrosão. *In*: INTERCORR. 38., São Paulo, 2018. **Anais** [...]. São Paulo: ABRACO. 2018. 9 p.

PUBCHEM. Acid Blue 45. Disponível em: https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/72278. Acesso em: 30 abr. 2020.

QUALANOD. Diretivas para a Marca de Qualidade QUALANOD para Anodização do Alumínio Baseada em Ácido Sulfúrico. Zurique, 2020.

REIS, M. N. dos. **Processo de produção e uso do alumínio na construção civil: contribuição à especificação técnica das esquadrias de alumínio**. 2006. 342f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia da Arquitetura). Universidade de São Paulo (USP). São Paulo, 2006. REIS, M. N. dos. As vantagens do alumínio. **Revista Alumínio**, São Paulo, ano 14, n. 54, p. 36, out./nov. 2018. Disponível em: https://revistaaluminio.com.br/edicao/edicao-54/. Acesso em: 24 mar. 2020.

REVISTA ALUMÍNIO. **Consumo de alumínio no Brasil cresce em 10% em 2018**. 25 abr. 2019. Disponível em: https://revistaaluminio.com.br/consumo-de-aluminio-nobrasil-cresce-10-em-2018/. Acesso em: 30 mar. 2020.

RIBEIRO, D. V.; SOUZA, C. A. C.; ABRANTES, J. C. C. Use of Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) to monitoring the corrosion of reinforced concrete. **IBRACON structures and materials journal**, [*S. l.*], v. 8, n. 4, p. 529-546, Aug. 2015. ISSN 1983-4195

ROCHA, A. **Comportamento do alumínio anodizado à corrosão atmosférica -Influência do tipo de colmatagem**. Relatório Técnico. Laboratório Nacional de Engenharia Civil, Departamento de Materiais. Lisboa: I & D, 2004.

RODRIGUES, M. A.; SILVA, P. P.; GUERRA, W. Cobre. **Química nova na escola**, *[S. l.]*, v. 34, n. 3, p. 161-162, ago. 2012.

RUNGE, M. J. *The mettalurgy of anodizing aluminium*. 1. ed. Springer (eBook). Chicago, 2018.

SAFRANY, J.-S. *Anodisation de l'aluminium et de ses alliages*. Méthodes de prevention et lutte contre la corrosion. 3. ed. Voreppe, France: Techniques de l'Ingénieur, 2019.

SANTOS, R. G. dos. **Transformações de fases em materiais metálicos**. 1. ed. Campinas: Editora Unicamp, 2007.

SHCHERBAKOV, A. I. *et al.* Formation of nanoporous oxide at aluminum anodizing. **Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces**, [*S.I.*], v. 45, n. 1, p. 67-70, Jan. 2009.

SHIGLEY, J. E.; MISCHKE, C. R.; BUDYNAS, R. G. **Projeto de engenharia mecânica**. 7. ed. Porto Alegre: Bookman, 2005. 960 p.

SILVA, N. F. A. da. **Ligas de alumínio para o fabrico de rodas de bicicletas**. 2010. 58f. Dissertação (Mestrado Integrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto. Porto, 2010.

SMITH, W. F.; HASHEMI, J. Fundamentos de engenharia e ciência dos materiais. 5. ed. Porto Alegre: AMGH, 2012. 676 p.

SNOGAN, F. *et al.* Characterisation of sealed anodic films on 7050 T74 and 2214 T6 aluminium alloys. **Surface and Coating Technology**, [*S.I.*], v. 154, n. 1, p. 94-103, May 2002.
SOARES, B. M. C. **ESTUDO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DE LIGAS DE ALUMÍNIO PARA EMBALAGEM DE BEBIDAS CARBONATADAS.** 2013. 199f. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2013.

STROMBERG, C. *et al.* Synthesis and characterisation of surface gradient thin conversion films on zinc coated steel. **Electrochimica Acta**, [*S.I.*], v. 52, n. 3, p. 804-815, Nov. 2006.

SUKIMAN, N. L. *et al.* **Durability and corrosion of aluminium and its alloys: overview, property space, techniques and developments**. InthechOpen, Dec. 2012. Disponível em: https://www.intechopen.com/books/aluminium-alloys-newtrends-in-fabrication-and-applications/durability-and-corrosion-of-aluminium-and-itsalloys-overview-property-space-techniques-and-developm. Acesso em: 18 abr. 2020

TICIANELLI, E. A.; GONZALEZ, E. R. **Eletroquímica**: princípios e aplicações. 2. ed. v. 17. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo (USP), 2005. 244 p.

TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. Handbook of aluminum – alloy production and materials manufacturing. 1. ed. v. 2. New York: Marcel Dekker, Inc., 2003.

TSANGARAKI-KAPLANOGLOU, I. *et al.* An investigation of electrolytic coloring process of anodized aluminum coatings. **Surface & Coatings Technology**, [S.*I.*], v. 201, n. 6, p. 2749-2759, July 2006.

UCS. **Laboratório central de microscopia**. Disponível em: https://www.ucs.br/site/tecnoucs/servicos-tecnologicos/tecnologia-epesquisa/laboratorio-central-de-microscopia/. Acesso em: 15 abr. 2020.

VELOSO, L. A. **Corantes e pigmentos**. Dossiê técnico. Instituito de tecnologia do Paraná. Serviço Brasileiro de Nomas Técnicas (SBNT), fev. 2012.

YOUNG, H. D.; FREEDMAN, R. A. **Física IV: ótica e física moderna**. 10. ed. São Paulo: Addison Wesley, 2004.

APÊNDICE A – RESULTADOS DAS MEDIDAS DE EDS

Figura A1











Figura A4



Fonte: A Autora (2020).





Figura A6



Fonte: A Autora (2020).





Fonte: A Autora (2020).

Figura A8









Figura A10









Figura A12





Figura A13



Fonte: A Autora (2020).