

**CENTRO UNIVERSITÁRIO SAGRADO CORAÇÃO**

**AFONSO POLI NETO**

**MONOGRAFIA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA (PIVIC)**

**RECOBRIMENTOS INTELIGENTES BASEADOS NA  
INCORPORAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS E DE  
NANOCONTÊINERES COM INIBIDORES DE CORROSÃO**

**BAURU  
2021**

**AFONSO POLI NETO**

**MONOGRAFIA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA (PIVIC)**

**RECOBRIMENTOS INTELIGENTES BASEADOS NA  
INCORPORAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS E DE  
NANOCONTÊINERES COM INIBIDORES DE CORROSÃO**

Monografia apresentada ao Centro Universitário  
Sagrado Coração a ser utilizado como iniciação  
científica.

Orientador: Professor Dr. Herbert Duchatsch  
Johansen

**BAURU  
2021**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo  
com ISBD

P766r

Poli Neto, Afonso

Recobrimentos inteligentes baseados na incorporação de nanopartículas magnéticas e de nanocontêineres com inibidores de corrosão / Afonso Poli Neto. -- 2021.  
35f. : il.

Orientador: Prof. Dr. Herbert Duchatsch Johansen

Monografia (Iniciação Científica em Engenharia Química)  
- Centro Universitário Sagrado Coração - UNISAGRADO -  
Bauru - SP

1. Nanopartículas. 2. Anticorrosivos. 3. Tintas. I.  
Johansen, Herbert Duchatsch. II. Título.

Dedico esta monografia ao meu orientador, pela oportunidade que me foi dada, pela confiança, por estar sempre disposto a esclarecer dúvidas e ajudar-me a finalizar mais esta etapa com sucesso.

## **Agradecimentos**

Gostaria de agradecer e dedicar esta monografia às seguintes pessoas:

Primeiramente a minha família, ao meu pai José Luiz, minha mãe Eliana e minha irmã Maria, por todo apoio, paciência e suporte que me deram durante todo o processo de elaboração e execução deste trabalho.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Herbert Duchatsch Johansen, pela confiança e oportunidade que me concedeu, por estar sempre disposto a me auxiliar nos momentos difíceis e nas dúvidas que surgiram durante todo o projeto realizado. A Geovana Rodrigues de Castilho, pelo suporte técnico oferecido.

A minha namorada e aos amigos, que sempre estiveram ao meu lado, pela amizade incondicional e pelo apoio demonstrado ao longo de todo o período de tempo em que me dediquei a este trabalho.

## RESUMO

O uso de nanopartículas tem ganhado força em diversos campos, focando-se na suas aplicações em recobrimentos para peças metálicas, este trabalho procurou reunir os métodos de síntese, testes e aplicações dessas estruturas em tintas com o intuito de melhorar a eficiência da cobertura dos revestimentos com a ação magnética de determinadas partículas, também o de retenção e distribuição mais inteligente de anticorrosivos já utilizados no mercado, buscando evitar desperdícios e contaminações decorrentes do uso desses produtos, além do de reciclar materiais com potencial de cobertura como o poliestireno, aumentando ainda mais a eficiência desses recobrimentos.

**Palavras-Chave:** Nanopartículas; Anticorrosivos; Tintas.

## ABSTRACT

The use of nanoparticles has gained strength in several fields, focusing on their applications in coatings for metal parts, this work brings together the synthesis, testing and application methods of these structures in paints in order to improve the efficiency of coating coatings with the magnetic action of particles, also the more intelligent retention and distribution of anticorrosives already used in the market, seeking to avoid waste and contamination resulting from the use of these products, in addition to recycling materials with coverage potential such as polystyrene, further increasing the efficiency of these coverings.

**Key Words:** Nanoparticles; Anticorrosives; Paints.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Preparo da Amostra de Sulfato de Ferro II	12
Figura 2 - Preparo da Amostra de Cloreto de Ferro III	12
Figura 3 - Mistura das Soluções de Sulfato de Ferro II e Cloreto de Ferro III	13
Figura 4 - Solução com adição de Hidróxido de Amônio	14
Figura 5 - Mistura de nanopartículas 10 minutos após adição de Hidróxido de Amônio	14
Figura 6 - Conjunto de tubos de 15ml pré centrifugação	15
Figura 7 - Tubo pré centrifugação	15
Figura 8 - Tubo pós centrifugação	16
Figura 9 - Decantação por separação magnética	17
Figura 10 - Porção descartada de água das nanopartículas após separação	17
Figura 11 - Armazenamento das nanopartículas	18
Figura 12 - Início do processo de agitação com 3-Glicidiloxipropil Trimetilsiloxano	19
Figura 13 - Fim do processo de 24 horas de agitação com 3-Glicidiloxipropil Trimetilsiloxano	19
Figura 14 - Massa de poliestireno expandido	20
Figura 15 - Solubilização do poliestireno expandido com Acetona P.A.	20
Figura 16 - Massa de Cloreto de Sódio	21
Figura 17 - Solução de Cloreto de Sódio a 3,5%	22
Figura 18 - Corpos de prova de alumínio	23
Figura 19 - Massa de Ácido Cítrico Anidro	24
Figura 20 - Solução de Ácido Cítrico	24

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Massa das Nanopartículas Magnéticas	25
--	----

## SUMÁRIO

<b>1.0 INTRODUÇÃO E REVISÃO DA LITERATURA</b>	9
<b>2.0 MATERIAIS E MÉTODOS</b>	11
2.1 MATERIAIS	11
2.2 MÉTODOS	12
2.2.1 SÍNTESE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS	12
2.2.2 SÍNTESE NANOPARTÍCULAS DE SÍLICA	19
2.2.3 SÍNTESE VERNIZ A BASE DE POLIESTIRENO EXPANDIDO	20
2.2.4 PRODUÇÃO DO MEIO CORROSIVO	21
2.2.5 PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	23
2.2.6 PREPARAÇÃO DO AGENTE ESTABILIZADOR DAS NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS POR SOLUÇÃO DE ÁCIDO CÍTRICO	24
<b>3.0 RESULTADOS</b>	26
3.1 SÍNTESE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS	26
3.2 SÍNTESE NANOPARTÍCULAS DE SÍLICA	27
3.3 SÍNTESE VERNIZ A BASE DE POLIESTIRENO EXPANDIDO	27
3.4 MEIO CORROSIVO	28
3.5 PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	28
3.6 ESTABILIZADOR A BASE DE ÁCIDO CÍTRICO	28
<b>4.0 DISCUSSÕES DOS RESULTADOS</b>	29
4.1 NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS DE MAGNETITA E SUA ESTABILIZAÇÃO	29
<b>5.0 CONSIDERAÇÕES FINAIS</b>	33
<b>REFERÊNCIAS</b>	34

## 1.0 INTRODUÇÃO E REVISÃO DA LITERATURA

As inovações tecnológicas avançaram muito nas últimas décadas, incluindo a produção de *chips* e de componentes de informática miniaturizados, cada vez ocupando menos espaço físico e tendo uma crescente capacidade de armazenamento e processamento altamente elevada. A nova fronteira da tecnologia está hoje na escala nanométrica. Muitas das inovações tecnológicas estão utilizando a nanociência como sua base, seja na área médica, farmacêutica, pesquisas em geral, na síntese de novos componentes, nas indústrias têxtil e de tintas.

O que caracteriza qualquer tipo de nanotecnologia é o tamanho dos componentes ou de suas partículas, que estão contidos na faixa de 1 a 1000 nanômetros (nm). Com tais escalas de tamanho alguns componentes apresentam novas características físico-químicas, e outras que já pertenciam àquele material ficam mais evidentes, como suas propriedades magnéticas ou sua capacidade de dispersão no meio em que estão inseridas.

No caso de nanopartículas (NP) magnéticas, compostas principalmente por magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), são utilizadas com diversas finalidades, seja na área biológica (MARTINS, Pedro M. A. 2011.)<sup>[1]</sup> ou os ferrofluidos (FRANCISQUINE, E.; SCHOENMAKER, Jeroen; SOUZA, José Antonio. 2014.)<sup>[2]</sup> que tem suas aplicações em ambientes mais extremos.

A síntese desses compostos, pode ser obtida através de vários métodos, dentre eles o de coprecipitação, o de degradação térmica e o de redução, sendo estes os mais utilizados e com maior eficiência, segundo a literatura. Sendo o objetivo deste projeto de pesquisa a síntese através da coprecipitação. O método em questão usa como compostos precursores sais do elemento o qual se deseja criar as nanopartículas, dispersos em meio aquoso, com pH, temperatura e força iônica do meio controlados, assim podendo prever o tamanho dessas nanopartículas e a sua dispersão, considerando ainda características dos contra-íons do sal precursor (cloretos, sulfatos, nitratos entre outros) que serão utilizados na síntese <sup>[3]</sup>.

Além das nanopartículas, também estão presentes os nanocontêineres (NC), estruturas de mesma escala nanométrica que as anteriores (em pelo menos uma das dimensões), porém com o diferencial de poder abrigar dentro da sua estrutura,

oca ou porosa, outros tipos de substâncias, sejam estas as próprias nanopartículas ou ainda aditivos anticorrosivos, por exemplo.

Os NC podem ser divididos em três grandes grupos: as nanopartículas, baseadas em nanomateriais (as que possuem três dimensões nanométricas); os nanotubos, que possuem ao menos uma das dimensões nanométrica); os nanomateriais, baseados em nanocamadas (com duas das dimensões nanométricas). Dentro de cada uma dessas classificações, estes materiais podem ainda ser classificados como orgânicos (formados por lipídeos, proteínas ou polímeros) ou inorgânicos, ocos ou porosos<sup>[6]</sup>.

Dentre os variados materiais utilizados para sintetizar os nanocontêineres, a Sílica ou Dióxido de Silício ( $\text{SiO}_2$ ) é o mais empregados, devido a sua facilidade de síntese e por ser de baixo custo, quando comparado com outros materiais que demandam técnicas mais complexas, como são os nanotubos de carbono, que demandam de altas temperatura para a sua síntese <sup>[7]</sup>.

Junto a todo desenvolvimento tecnológico, existe também a preocupação com a sustentabilidade e o emprego de novas técnicas que utilizem resíduos de outros processos como matéria prima ou incorporando-os dentro dessas tecnologias. De acordo com o Ministério do Meio Ambiente, 30% de todo o lixo produzido pelo brasileiro é passível de reciclagem, mas apenas uma pequena parcela (3%) dele é realmente reciclada<sup>[9]</sup>. O isopor, convencionalmente chamado de EPS ou poliestireno expandido é um polímero composto pela repetição do  $(\text{C}_8\text{H}_8)_n$  assim configurando um material de baixa densidade. Como demonstrado por Barcelar, Renzano e Beati<sup>[10]</sup> é possível utilizar o EPS como um verniz aplicável em tintas quando misturado com um solvente orgânico, assim obtendo uma proteção contra a retenção de água em madeira muito próxima dos vernizes encontrados comercialmente.

Com isso, o desenvolvimento de novas tecnologias e novas aplicações para materiais reciclados, é possível obter produtos com um elevado desempenho em suas determinadas funções e ainda contribuindo para a sustentabilidade e para um avanço muito mais ecológico da ciência.

Este relatório tem como objetivo descrever os processos de síntese das nanoestruturas que irão ser posteriormente adicionadas em determinadas quantidades a fim de produzir algumas concentrações diferentes para teste e

análise da eficiência. Devido a atual situação, a análise será feita exclusivamente pela revisão da literatura e as discussões serão acerca desses dados.

A pesquisa por materiais cada vez mais eficientes e com maior durabilidade é constante, assim sendo, este projeto de pesquisa visa o aperfeiçoamento no ramo de tintas, fazendo com que estas por sua vez, tenham um rendimento maior e uma durabilidade elevada, principalmente no âmbito do desenvolvimento de novos recobrimentos anticorrosivos para peças metálicas com a adição de nanopartículas magnéticas, vernizes a base de isopor reciclado e pela incorporação de inibidores de corrosão.

## **2.0 MATERIAIS E MÉTODOS**

### **2.1 MATERIAIS**

Reagentes:

- Sulfato de Ferro II Heptahidratado P.A.;
- Cloreto de Ferro III Hexahidratado P.A.;
- Hidroxido de Amonio 28 - 30% P.A.;
- Água Destilada;
- Ácido Cítrico Anidro P.A.;
- Etanol;
- Acetona P.A.;
- Poliestireno Expandido;
- Cloreto de Sódio P.A.
- 3-Glicidiloxipropil Trimetilsiloxano 0,5 - 1%.

Materiais:

- Béqueres;
- Balão Volumétrico 100 ml;
- Balão Volumétrico 200 ml;
- Balão Volumétrico 500 ml;
- Erlenmeyer 250 ml;
- Pipeta 1, 5, 10, 15 ml;
- Proveta 100 ml;
- Agitador Magnético;
- Balança Analítica;
- Corpos de Prova de Alumínio;

- Lixa d'água granulação 400, 500, 600, 800, 1200.

## 2.2 MÉTODOS

Os métodos que foram previamente estabelecidos para todas as sínteses dos diversos componentes deste estudo puderam ser realizados em laboratório, durante uma leve flexibilização dos protocolos referentes a COVID-19. Desta maneira, pode-se averiguar a eficácia e a viabilidade das sínteses prévias descritas.

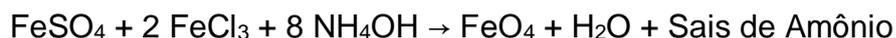
Foram realizados testes referentes à, nanopartículas magnéticas, nanopartículas ou nanocontêineres de sílica, verniz de poliestireno expandido, a produção do meio corrosivo para os corpos de prova e a preparação dos corpos de prova.

Contudo, devido ao reforço nos protocolos referentes a pandemia, os teste de corrosão não puderam ser realizados, desta maneira, voltou-se para a literatura, buscando assim elucidar as questões levantadas neste trabalho.

### 2.2.1 SÍNTESE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS

O método utilizado para sintetizar as nanopartículas magnéticas de magnetita foi o da coprecipitação de sais de ferro em meio básico sob aquecimento.

Seguindo a estequiometria da reação a seguir:



Os sais precursores foram o Sulfato e Ferro II e o Cloreto de Ferro III, que foram pesados e solubilizados de maneira que, as concentrações das misturas fosse equivalente a 0,5 mol/L de cada um dos sais.

Dessa maneira pesou-se 13,900 g de Sulfato de Ferro II em balança analítica, e solubilizou-se em um balão volumétrico de fundo chato de 100 ml. Conferindo uma concentração de 0,5 mol/L.



*Figura 1 - Preparo da Amostra de Sulfato de Ferro II.*

Para manter a proporcionalidade da estequiometria, pesou-se 27,029 g de Cloreto de Ferro III em balança analítica e solubilizou-se em um balão volumétrico de fundo chato de 200 ml. Conferindo uma concentração de 0,5 mol/L.

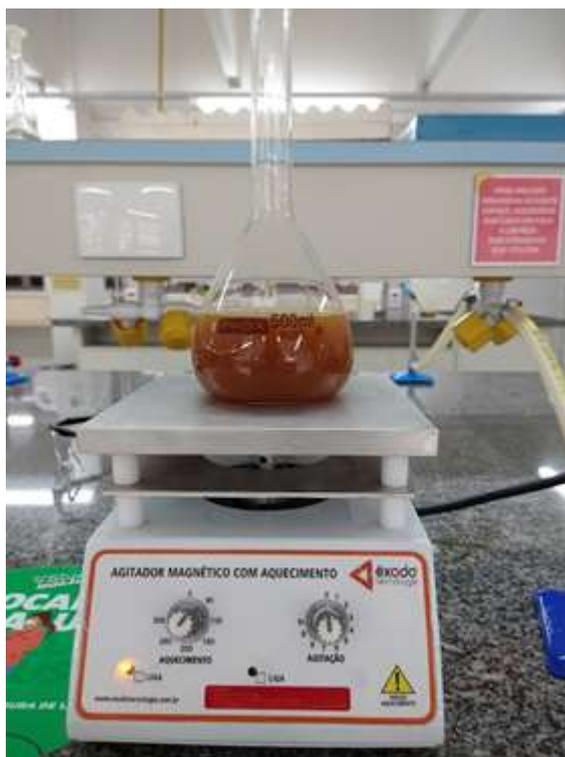


*Figura 2 - Preparo da Amostra de Cloreto de Ferro III.*

Assim sendo, a previsão segundo a estequiometria é de formação de aproximadamente 19,29081 g de magnetita.

Para a preparação do meio básico, segundo a estequiometria é necessário uma massa de 23,834 g de Hidróxido de Amônio, contudo, trata-se de o precursor ser uma solução de concentração aproximada de 30% de Hidróxido de Amônio, de tal maneira que, foi necessário um volume de 80 ml de solução reagente medida em proveta graduada de 100 ml.

As duas soluções que foram preparadas contendo sais de ferro foram misturadas em um balão volumétrico de 500 ml por cerca de 10 minutos.



*Figura 3 - Mistura das Soluções de Sulfato de Ferro II e Cloreto de Ferro III.*

Após a mistura das soluções, o conteúdo foi transferido para um béquer de 1000 ml e aquecido sobre um agitador magnético e misturado de maneira mecânica até atingir a temperatura de 60° C, sendo monitorado por um termômetro.

Quando a mistura atingiu a temperatura estabelecida, foram adicionados 80 ml de solução de Hidróxido de Amônio, e permaneceu-se sob constante agitação mecânica por mais 30 minutos.



*Figura 4 - Solução com adição de Hidróxido de Amônio.*



*Figura 5 - Mistura de Nanopartículas 10 minutos após adição de Hidróxido de Amônio.*

Ao final desta etapa, a mistura final resfriou-se naturalmente até a temperatura ambiente. Ao atingir essa temperatura o conteúdo do béquer foi

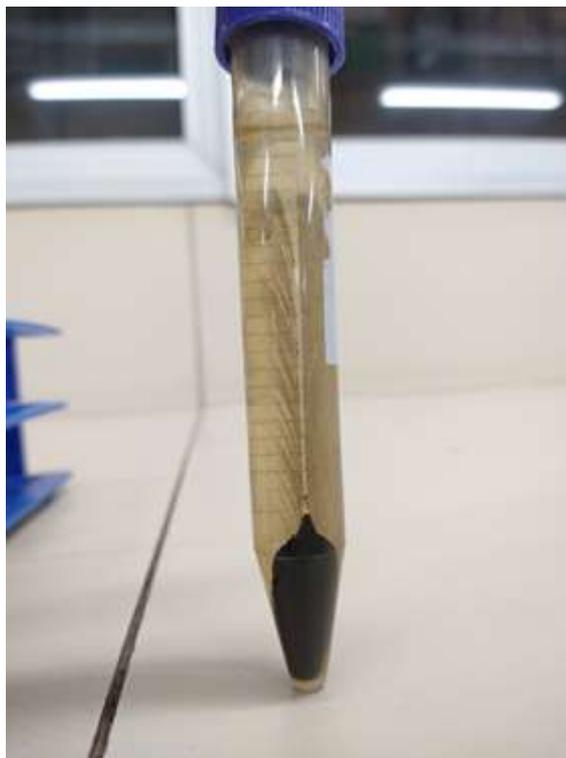
distribuído em 33 tubos de 15 ml para centrifuga, para serem decantados a 4000 rpm por 5 minutos, a fim de separar as nanopartículas do meio líquido.



*Figura 6 - Conjunto de Tubos de 15 ml pré centrifugação.*



*Figura 7 - Tubo pré centrifugação.*



*Figura 8 - Tubos pós centrifugação.*

Após o processo de centrifugação a porção aquosa contendo os sais de amônio foi retirada do tubo, e os mesmos foram lavados com água destilada, para serem transferidos a um béquer de 1000 ml.

O béquer contendo as nanopartículas solubilizadas em água destilada foi colocado sobre um agitador magnético desligado para que fossem separadas magneticamente da solução aquosa, a fim de reduzir o volume total da solução.

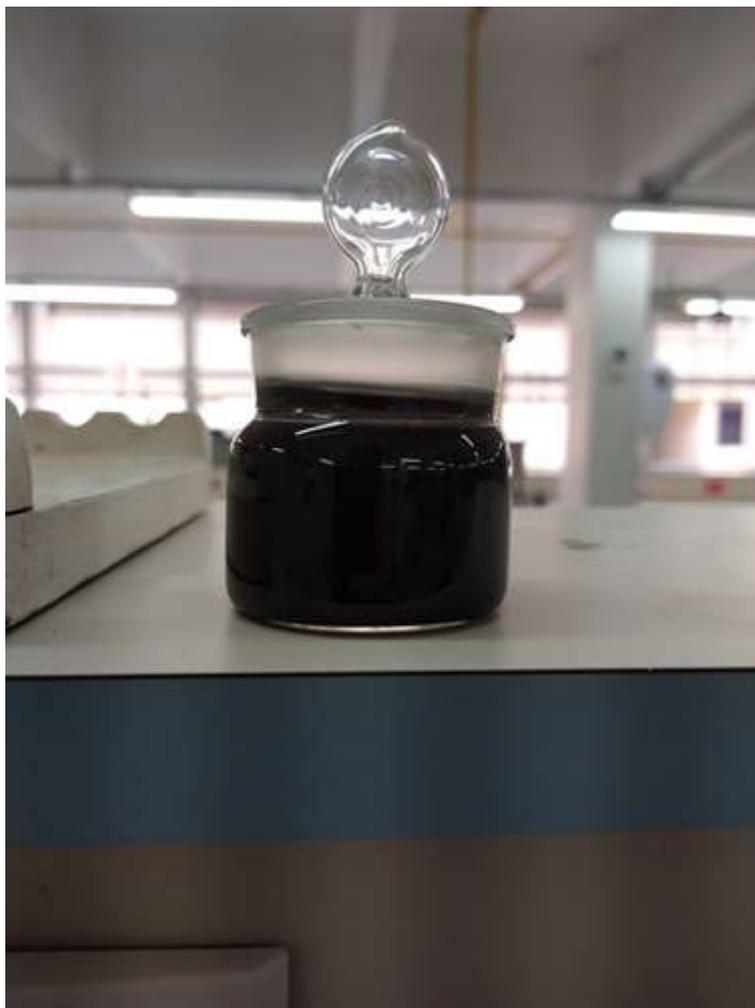


*Figura 9 - Decantação por separação magnética.*



*Figura 10 - Porção descartada de água das nanopartículas magnéticas após separação.*

Após a retirada da maior parte do líquido, as nanopartículas foram armazenadas em meio estabilizador preparado, em um recipiente fechado para evitar oxidação.



*Figura 11 - Armazenamento das nanopartículas.*

### 2.2.2 SÍNTESE NANOPARTÍCULAS DE SÍLICA

Para as sínteses das nanopartículas de sílica foi utilizado o método de Stöber modificado, que, nos testes realizados foi substituído o TEOS (Tetraetoxissilano), por 3-Glicidiloxipropil Trimetilsiloxano, seguindo o mesmo método previamente estabelecido.

A síntese dos nanocontêineres, com 3-Glicidiloxipropil Trimetilsiloxano, foi preparada em um Erlenmeyer de 250 ml, um volume de 160 ml de etanol, 40 ml de água e 5 ml de hidróxido de amônio sob agitação constantes em um agitador magnético por 10 minutos em temperatura ambiente. Após os 10 minutos de agitação foi adicionado 1 ml de 3-Glicidiloxipropil Trimetilsiloxano e a mistura foi deixada fechada, sob agitação constante por um total de 24 horas em temperatura ambiente.



*Figura 12 - Início do processo de agitação com 3-Glicidiloxipropil Trimetilsiloxano*



*Figura 13 - Fim do processo de 24 horas de agitação com 3-Glicidiloxipropil Trimetilsiloxano.*

### 2.2.3 SÍNTESE VERNIZ A BASE DE POLIESTIRENO EXPANDIDO

Em um béquer de 25 ml foi pesado um total de 0,4495 gramas de Poliestireno Expandido que posteriormente foi solubilizado com 1 ml de Acetona P.A., misturado por agitação mecânica.



*Figura 14 - Massa de Poliestireno Expandido.*



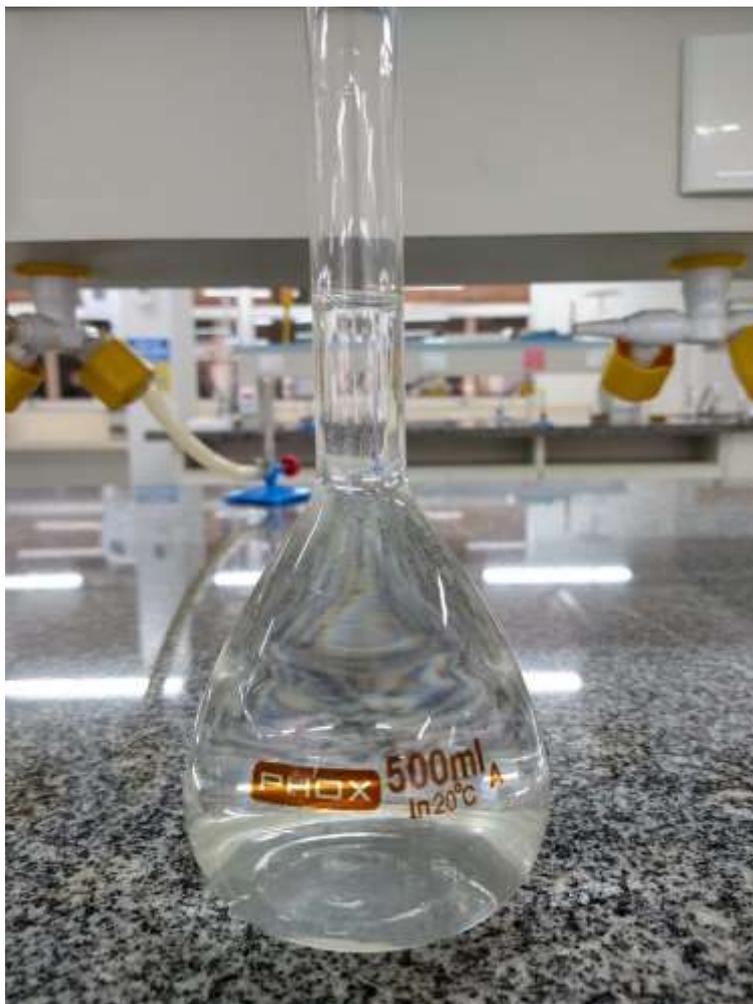
*Figura 15 - Solubilização do Poliestireno Expandido com Acetona P.A.*

#### 2.2.4 PRODUÇÃO DO MEIO CORROSIVO

Em um balão volumétrico de 500 ml, foi preparado uma massa de 17,5 gramas de cloreto de sódio (NaCl) para que fosse preparada uma solução de 3,5% (kg/kg) para simular a água do mar e assim poder servir como meio corrosivo para os corpos de prova.



Figura 16 - Massa do Cloreto de Sódio.



*Figura 17 - Solução de Cloreto de Sódio a 3,5%.*

### 2.2.5 PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova de alumínio foram preparados em uma totalidade de 15 corpos de prova, sendo uma triplicata para cada uma das concentrações que seriam testadas (4 concentrações diferentes) e uma série sem nenhum aditivo para comparação.

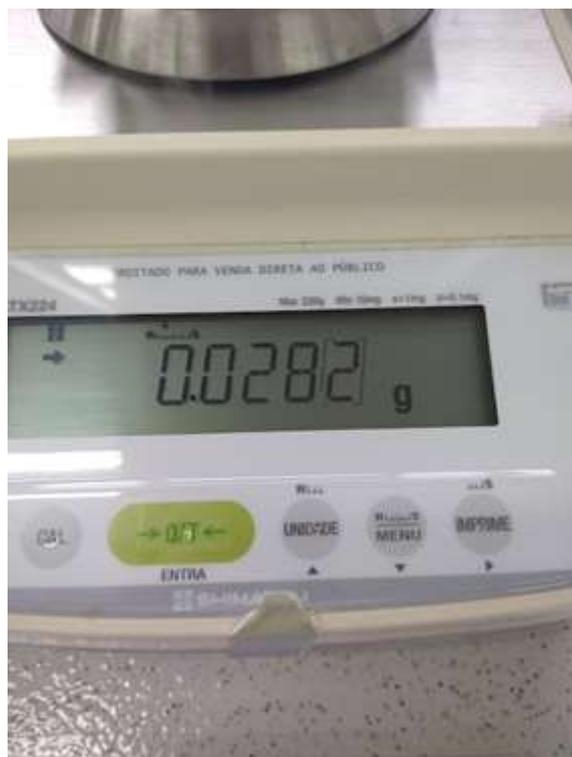
Todos os corpos de prova foram lavados com água destilada antes do processo de preparo, que por sua vez foram lixados nas lixas d'água de granulação 400, em sequência na de 500, em sequência na de 600, em sequência na de 800 e em sequência na de 1200, num total de 2 minutos para cada uma das faces dos corpos de prova, o que totalizou 30 faces lixadas. Ao final de cada face de cada corpo de prova, os mesmos foram lavados com água destilada e secos em papel toalha descartável e guardados aos trios em potes específicos etiquetados para cada amostra e a lixa final em que foram tratados.



*Figura 18 - Corpos de prova de alumínio.*

## 2.2.6 PREPARAÇÃO DO AGENTE ESTABILIZADOR DAS NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS POR SOLUÇÃO DE ÁCIDO CÍTRICO

A preparação da solução estabilizadora se deu pela pesagem de 0,0282 gramas de ácido cítrico anidro, em pó, em balança analítica e então solubilizado em um balão volumétrico de 50 ml, para preparo de solução de Ácido Cítrico a 0,003 mol/L.



*Figura 19 - Massa de Ácido Cítrico Anidro.*



*Figura 20 - Solução de Ácido Cítrico.*

### 3.0 RESULTADOS

#### 3.1 SÍNTESE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS

A síntese por coprecipitação de sais de ferro para formação de nanopartículas de magnetita foi realizada conforme a descrição feita por CUNHA (2018), desta maneira ao final de todo processo de síntese descrito no item 2.2.1 deste trabalho, a síntese ocorreu como esperado, obtendo a formação e precipitação da magnetita a partir da mistura de sais de ferro ao adicionar a solução de Hidróxido de Amônio.

A primeira característica que é possível observar é a coloração, como na Figura 4 e 5, onde a cor preta é notada. Em segundo, com a utilização de um ímã, também é possível notar que as partículas vão de encontro ao Ímã.

Após armazenagem das nanopartículas, foi realizado um processo de secagem das mesmas a fim de averiguar a quantidade de partículas formadas, em massa e compará-las aos cálculos estequiométricos.

A solução com as nanopartículas, que estavam armazenadas conforme a Figura 11, foram transferidas e o conteúdo do pote também foi lavado com água destilada e transferido a um béquer de 1000 ml. Após a transferência o béquer foi aquecido sobre um aquecedor e agitador magnético, sem agitação, durante alguns minutos. Em paralelo, uma balança semi-analítica foi tarada com a massa do béquer de 1000 ml para que, apenas o seu conteúdo fosse aferido na balança.

Foram feitas 12 pesagens, no período de duas horas, que a partir da pesagem número 9, a massa aferida na balança não se alterou. Os resultados estão demonstrados na Tabela 1 a seguir.

*Tabela 1 - Massa das Nanopartículas Magnéticas.*

Número da Pesagem	Massa Aferida em Gramas
1	49,7
2	45,3
3	37,2
4	26,32
5	22,12
6	20,49
7	19,95

8	19,8
9	19,76
10	19,75
11	19,75
12	19,75

Após o processo de secagem e pesagem das nanopartículas, foi observado mudança de coloração, de preto para marrom e posteriormente para um enferrujado. Tal fato se deve a oxidação das nanopartículas expostas ao oxigênio presente no ar atmosférico.

A massa final é próxima do que foi calculado pela estequiometria, que foi de aproximadamente 19,29081 gramas. A diferença entre a massa estequiométrica e a aferida se deve ao fato de que as nanopartículas foram armazenadas em solução de Ácido Cítrico, conforme demonstrado no tópico 2.2.6, que leva a esse aumento na massa final pesada, além de, possíveis moléculas de água que não foram completamente retiradas.

### 3.2 SÍNTESE NANOPARTÍCULAS DE SÍLICA

A síntese das nanopartículas de sílica que serviriam como nanocontainers para a solução inibidora de corrosão foram realizados seguindo o método de Stöber modificado, seguindo como base o que foi descrito por CUNHA (2018), utilizando diferentes reagentes para a tentativa de formação de precipitado, que no caso, seriam as nanopartículas de sílica.

A primeira tentativa foi utilizando o 3-Glicidiloxipropil Trimetilsiloxano 0,5 - 1% como agente formador das nanopartículas. Após todo o processo de síntese ter se seguido, não foi observado nenhuma formação de precipitado ou notado qualquer tipo de turbidez presente no o Erlenmeyer cuja solução estava sendo testada.

### 3.3 SÍNTESE VERNIZ A BASE DE POLIESTIRENO EXPANDIDO

A síntese do verniz à base de Poliestireno Expandido é na realidade, bastante simples, consiste em dissolver, ou retirar o ar, presente entre as moléculas do poliestireno, fazendo com que seu volume diminua drasticamente. Como foi possível observar entre a Figura 14 e a Figura 15, que o volume final de Poliestireno é bastante pequeno. A Acetona P.A. que foi utilizada para quebrar tais ligações entre as moléculas de Poliestireno, resultando em apenas o plástico como produto.

Ainda com o Poliestireno, foi realizado um teste para determinar a quantidade necessária para solubilizá-lo. Enquanto a mistura de Poliestireno e Acetona estava no béquer, o poliestireno se apresentava de forma bastante pastosa, contudo não adere às paredes do recipiente. Em seguida foi retirado o excedente de Acetona, conquanto o total de 0,11 ml, retirado por uma pipeta de 1 ml. Após a retirada, o Poliestireno rapidamente se tornou uma massa, menos maleável e mais seca, aderindo fortemente às paredes do recipiente. O poliestireno apresentou uma cor amarronzada devido a sua cor natural, retirada do recipiente, contudo esse aspecto não aparenta ter interferido na solubilização do mesmo. A produção do verniz a base de Poliestireno seguiu conforme o esperado.

#### 3.4 MEIO CORROSIVO

Para a produção do meio corrosivo, seguiu-se uma produção de uma solução simples de Cloreto de Sódio a concentração de 3,5,% (kg/kg), a mesma encontrada na água marinha. A massa aferida e depois solubilizada em um balão volumétrico de 500 ml correu conforme o esperado.

#### 3.5 PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova que seriam utilizados são compostos de alumínio e para garantir que a tinta estaria aderida ao alumínio diretamente e não ao óxido de alumínio que ocorre naturalmente em superfícies em contato com o ar atmosférico, os corpos de prova passaram por um processo de lixamento com diferentes granulações em lixa d'água.

Durante todo processo de lixamento os corpos de prova foram lavados com água destilada e passaram por etapas com lixas com granulometria cada vez menos, ou seja, lixas de valor numérico maior. Sendo que, em cada face dos 15 corpos de prova, o processo de lixamento ocorreu durante dois minutos com lavagem frequente em água destilada.

Todos os corpos de prova passaram pelas lixas de granulometria 400, depois a de 500, depois a de 600, depois a de 800 e por fim a de granulometria 1200. A preparação dos corpos de prova seguiu conforme o planejado.

#### 3.6 ESTABILIZADOR A BASE DE ÁCIDO CÍTRICO

Durante o levantamento bibliográfico foi observado que, soluções de Ácido Cítrico evitavam a aglutinação das nanopartículas magnéticas de magnetita. Dessa maneira a produção de uma solução de 50 ml de Ácido Cítrico a 0,003 mol/L foi efetuada e, ao final do processo de síntese das nanopartículas, as mesmas foram

acomodadas em tal solução a armazenada por cerca de 7 dias, ou 168 horas. Não apresentando posteriores aglutinações.

## 4.0 DISCUSSÕES DOS RESULTADOS

### 4.1 NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS DE MAGNETITA E SUA ESTABILIZAÇÃO

As nanopartículas magnéticas de magnetita tiveram os resultado conforme esperado e, com base no tipo de síntese que foi realizado, a da coprecipitação por sais de ferro utilizando meio básico, é também possível comparar os resultados com o descrito por MARTINS (2011), BRANCO (2013) e por CUNHA (2018), umas vez que suas sínteses se assemelham muito a que foi realizada neste estudo.

Segundo MARTINS (2011), “Na síntese Fe10 foram despendidas grandes quantidades de sais de ferro. Sabendo da propalada influência que as concentrações de sais têm nos tamanhos e dispersão das NPs (Babes, Denizot et al. 1999; Itoh and Sugimoto 2003; Maity and Agrawal 2007), outras sínteses (Fe11, Fe12 e Fe13) foram realizadas usando menores quantidades de sais. Aferiu-se assim se com emprego de menores quantidades de sais seria possível obter tamanhos similares aos obtidos em Fe10. Nas sínteses Fe12 e Fe13, o dobro (2C) e o triplo (3C) das quantidades de sais em Fe11 (C) foram, respetivamente, usadas. Maiores massas de NPMs são obtidas com maiores massas de sais.”. Em seu trabalho, o autor mostra as diferentes massas obtidas a partir de determinadas quantidades de sais precursores bem como o tamanho das nanopartículas. A síntese demonstrada por MARTINS (2011) se assemelha da que foi realizada neste trabalho.

Assim como também, o que foi demonstrado por CUNHA (2018), a síntese realizada pela autora também se assemelha com a realizada neste trabalho. Segundo a autora, “A partir da síntese pelo método de coprecipitação foi possível obter nanopartículas de óxido de ferro que se assemelham com a magnetita, já que apresentaram coloração preta (Figura 10.a). Além disso, outro comportamento observado nessas nanopartículas foi a tendência a se agregarem, formando conjuntos de aglomerados de tamanhos variados, como visto na Figura 10.b, na qual é constatado um diâmetro da partícula em torno de 12 a 50 nm. Essa agregação pode ter sido influenciada pela sinergia entre elas e pela instabilidade

dessas nanopartículas em solução aquosa, as quais são melhor discutidas nas análises do tamanho e potencial zeta, respectivamente.” CUNHA (2018).

Com relação a estabilização a partir de soluções de ácido cítrico, também é possível observar que houve sim uma desaglutinação das nanopartículas magnéticas no tempo em que ficaram armazenadas, assim como descrito e observado por MARTINS (2011) e por CUNHA (2018).

Para MARTINS (2011), “De acordo com os resultados ilustrados na Figura 4.2, as diferentes proporções de NPMs e AC influenciam o tamanho das primeiras. Tal seria de esperar, uma vez que os íons do AC adsorvem à superfície da NPM e inibem o seu crescimento (Bee, Massart et al. 1995). Devido à monodispersão e tamanhos reduzidos, a amostra CA-3 é a mais adequada para uma putativa aplicação, especialmente se forem pretendidas NPMs pequenas.”. Sugerindo que, ao utilizar uma proporção de 1:1 em massa de Ácido Cítrico para com as Nanopartículas, é possível obter resultados que favorecem as menores partículas formadas.

Logo, para CUNHA (2018), “Assim, considerando uma análise visual, pode-se dizer que a concentração de 0,003 mol/L de ácido cítrico em água se mostrou mais apropriada para o propósito deste trabalho, uma vez que apresentou mais partículas dispersas tanto à curto como à longo prazo e, além disso, foi a menor concentração utilizada, necessitando, portanto, de uma menor quantidade deste reagente.”. Assim demonstrando, segundo a autora, que também houve melhora na dispersão e na desaglutinação das nanopartículas quando expostas em meio ácido, com Ácido Cítrico.

A partir dos resultados demonstrados no tópico 3.1 e 3.6, utilizando como comparação a literatura apresentada, podemos afirmar que houve com êxito a formação de Nanopartículas Magnéticas de magnetita e que, a utilização de Ácido Cítrico, propiciou uma melhor estabilidade dessas partículas.

#### 4.2 NANOPARTÍCULAS DE SÍLICA

Diante do que foi apresentado referente aos testes de síntese de Nanopartículas de Sílica que seriam utilizadas como nanocontêineres para o inibidor de corrosão, não foram alcançados os resultados esperados.

O método de Stöber modificado que foi apresentado por CUNHA (2018), e por SILVA (2018), são exemplos de métodos efetivos dessa mesma síntese. Dessa maneira, traçando paralelos entre os trabalhos realizados, podemos observar a

utilização do Tetraetoxisilano (TEOS), como agente formador das nanopartículas, fornecendo para a síntese o Silício necessário para a formação do precipitado contendo as nanopartículas.

A síntese realizada por CUNHA (2018), se seguiu da seguinte maneira, “As nanopartículas de sílica pura foram usadas como amostra comparativa. O procedimento adotado foi adicionar em um erlenmeyer 160 mL de etanol, 40 mL de água deionizada e 5 mL de NH<sub>4</sub>OH, e agitar no sonicador por 3 min. Em seguida, gotejou-se 1 mL de TEOS na solução contida no erlenmeyer, tampando-o com parafilme e agitou-se magneticamente a solução durante 24 h em temperatura ambiente. Parte da solução com as partículas de sílica foi colocada na capela para evaporar os reagentes e obter as partículas secas. O produto foi denominado de NPSi.” CUNHA (2018). Observando a utilização do TEOS como agente formador das nanopartículas.

Assim como, em paralelo, o que é descrito por SILVA (2018) para a síntese das nanopartículas, “Os materiais utilizados para a confecção das nanopartículas de sílica foram o surfactante catiônico CTAB (brometo de cetiltrimetilamônio), da marca NEON, hidróxido de amônio P.A. (28 % a 30 %), álcool etílico P.A., água deionizada, TEOS (tetraetoxisilano) da marca Pioneira e o inibidor de corrosão dodecilamina da Sigma-Aldrich (grau de pureza  $\geq$  99%). Para as medidas de espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE), foi utilizada solução salina 0,1 mol/L, sendo o substrato aço carbono 1020. Para obter o meio ácido ou básico, adicionou-se solução de HCl 0,1 mol/L ou NaOH 1 mol/L, respectivamente, até se atingir o pH desejado.” SILVA (2018).

Dessa maneira, as tentativas realizadas neste trabalho não foram promissoras utilizando o 3-Glicidiloxipropil Trimetilsiloxano 0,5 - 1%. A partir da falha na tentativa de síntese, duas conclusões podem ser apontadas. A primeira é a de que o 3-Glicidiloxipropil Trimetilsiloxano não é um substituto para o TEOS, não realizando a precipitação das nanopartículas, uma vez que não foi observado em

nenhum estudo prévio a utilização do mesmo para esse tipo de síntese. A segunda é a de que, a concentração do 3-Glicidiloxipropil Trimetilsiloxano é baixa, já que advinha de um produto comercial e não de uma substância com padrão analítico.

#### 4.3 VERNIZ A BASE DE POLIESTIRENO EXPANDIDO

Dado o verniz a base de poliestireno sendo, principalmente, utilizado para evitar ou dificultar a interação entre a água com o corpo de prova que está sendo estudado, diferentes abordagens de como quebrar as ligações entre as moléculas de poliestireno são utilizadas, mas, em sua maioria são solventes que tem forte interação com compostos apolares, como o caso do poliestireno.

Neste trabalho foi realizada a solubilização do poliestireno com Acetona P.A. e é possível observar que existe a formação de uma massa, que posteriormente seria adicionada à tinta para atuar como um bloqueador para a água que entraria em contato com os corpos de prova de alumínio. Outros solventes podem também ser utilizados como o que foi demonstrado por BACELAR et al. (2017), por COELHO et al. (2014) ou por BARCELLOS et al. (2013), que utilizando solventes diferentes mostraram a eficácia do verniz a base de poliestireno como bloqueador de água em diferentes materiais.

Como descrito por BACELAR et al. (2017), “Conclui-se com os testes realizados em escala laboratorial à possibilidade de se obter um verniz, à base de poliestireno expandido (EPS) associado ao uso do solvente Xilol, amplamente utilizado nas indústrias de tintas. As características do produto gerado são similares ao verniz comercial no aspecto de viscosidade e impermeabilidade.”.

#### 4.4 MEIO CORROSIVO E CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova, que são compostos por alumínio, quando expostos a meios corrosivos, como a água marinha ou até mesmo a maresia, apresentam pontos de corrosão, o que, a longo prazo, pode levar a danos mais intensos nos materiais e consequentemente a falhas estruturais.

Conforme demonstrado por DA LUZ (2018), “O alumínio tem tendência a ter ataques localizados, os chamados pites, quando expostos em zonas costeiras, devido ao seu caráter higroscópico dos íons de cloreto. E foi comprovado que o corpo de prova exposto no litoral sofreu um ataque por pites, enquanto que a chapa de alumínio exposta na serra catarinense obteve uma ótima resistência ao processo corrosivo. Abaixo segue fotos do monitoramento destes materiais.”.

Dessa maneira é possível afirmar que adição de inibidores de corrosão a tinta que revestiria os corpos de prova, teria ação direta nesses pontos de corrosão.

“Além disso foi possível constatar, que dentre as condições climáticas analisadas a temperatura foi a variável com maior influência no processo corrosivo, entretanto outro fato importante é que a oxidação causada pela água do mar, provoca a corrosão de forma muito mais acelerada nas proximidades do litoral. Onde é possível afirmar que a maresia é a ação oxidante da água do mar em razão das substâncias nela dissolvidas que devido a ação do vento e de outras condições ambientais, as partículas de água do mar se espalham, entrando em contato com objetos metálicos que são corroídos e esse processo é acelerado pela presença dos íons na água do mar e nos evaporitos, com isso os íons fazem uma ponte salina, o que possibilita o fenômeno de oxirredução de forma muito mais acelerada em regiões costeiras.” DA LUZ (2018).

Ainda sobre o material dos corpos de prova, por se tratar do alumínio, um metal paramagnético, a pintura sobre esses corpos deve adotar uma abordagem diferente da pintura comum. A pintura eletrostática que hoje é utilizada em diversos setores, como demonstrado por FERREIRA et al. (2019), ou por por BALDIN (2013), que tratam do recobrimento de estruturas com a técnica de pintura eletrostática que podem também ser utilizada neste caso, por se tratar de na composição da tinta conter as Nanopartículas Magnéticas e pelo fato do alumínio ser paramagnético e poder se tornar um ímã na presença de corrente elétrica.

## **5.0 CONSIDERAÇÕES FINAIS**

Com o objetivo de proporcionar maior durabilidade a peças metálicas e, no caso deste estudo, os de alumínio é possível concluir, dadas os testes e as discussões acerca do tema que, a síntese final de uma tinta contendo as Nanopartículas Magnéticas de Magnetita, as Nanopartículas de Sílica que serviriam como Nanocontêineres para o inibidor de corrosão a base de amins primárias, junto ao Verniz a base de Poliestireno Expandido, por proporcionar proteção contra os efeitos da maresia e até mesmo da água marinha.

Dentro desse aspecto vale ressaltar que, as concentrações dessas nanoestruturas devem ser estudadas mais profundamente, buscando sempre a melhor eficiência na questão das suas proporcionalidades em relação a porção de tinta a ser preparada.

As técnicas apresentadas para sintetizar as Nanopartículas, no caso as Magnéticas, apresentam eficácia comprovada pelos testes realizados. Já no caso das Nanopartículas de Sílica, retornando para a literatura de que, a melhor opção para essa síntese é a utilização do tetraetoxissilano e que, essas estruturas são capazes de absorver componentes anticorrosivos.

De maneira geral, a síntese final da tinta a ser estudada tem forte embasamento teórico e em testes práticos quanto a eficiência de seus componentes e a capacidade de proteger peças metálicas, dos mais diversos tipos, contra a ação de oxidação causado pela água salina e pelo efeito de maresias.

### REFERÊNCIAS

1. MARTINS, Pedro Manuel Abreu. **Produção e caracterização de nanopartículas magnéticas para aplicação biotecnológica**. Tese (Mestrado em Micro e Nanotecnologias. Universidade do Minho. Braga, Portugal. 2011.
2. FRANCISQUINE, E.; SCHOENMAKER, Jeroen; SOUZA, José Antonio. Nanopartículas magnéticas e suas aplicações. **Química Supramolecular e Nanotecnologia**, p. 269, 2014.
3. BRANCO, Rogério Mendes et al. Nanopartículas magnéticas obtidas por coprecipitação homogênea sonoquimicamente assistida. 2013.
4. LU, An- Hui; SALABAS, E. emsp14L; SCHÜTH, Ferdi. Magnetic nanoparticles: synthesis, protection, functionalization, and application. **Angewandte Chemie International Edition**, v. 46, n. 8, p. 1222-1244, 2007.
5. **Nanopartículas produzidas em escala industrial podem ter aplicação em diversos setores**. FAPESP Pesquisa para Inovação. *03 de janeiro de 2017*. Disponível em: <[http://pesquisaparinovacao.fapesp.br/nanoparticulas\\_produzidas\\_em\\_escala\\_industrial\\_podem\\_ter\\_aplicacao\\_em\\_diversos\\_setores/140](http://pesquisaparinovacao.fapesp.br/nanoparticulas_produzidas_em_escala_industrial_podem_ter_aplicacao_em_diversos_setores/140)>. Acesso em: 28 Fev. 2020.
6. NGUYEN, Tuan Anh; ASSADI, Aymen Amine. Smart Nanocontainers: Preparation, Loading/Release Processes and Applications. **Kenkyu Journal of Nanotechnology and Nanoscience**, v. 4, p. 1-6, 2018.
7. FERREIRA, Odair Pastor. Nanotubos de carbono: preparação e caracterização. **Monografia apresentada como Exame de Qualificação de Doutorado do IQ-Unicamp**, 2003.
8. SILVA, Brunela P.; AOKIB, Idalina V. **Estudo de nanopartículas de sílica para encapsulamento de inibidor de corrosão**. 2018.

9. **Reciclagem**. Ministério do Meio Ambiente. Disponível em: <<https://www.mma.gov.br/informma/item/7656-reciclagem>>. Acesso em: 07 Mar. 2020.
10. BACELAR, Bruna S.; RENZANO, Eduardo C.; BEATI, André Augusto Gutierrez Fernandes. **INCORPORAÇÃO DO ISOPOR COMO MATÉRIA-PRIMA DE VERNIZ PARA BASE DE TINTA**. 2017.
11. IMIANOWSKY, Guilherme Wanka; WALENDOWSKY, Marcus Alberto. **Os principais aços carbono utilizados na construção civil**. Conselho regional de engenharia e arquitetura de Santa Catarina, Santa Catarina, p. 2-21, 2017.
12. CUNHA, Jamili Altoé da. **Encapsulamento de nanopartículas magnéticas e curcumina em sílica visando aplicações biomédicas**. 2018.
13. MOJIC, Bojana et al. Silica coated ferrite nanoparticles: **Influence of citrate functionalization procedure on final particle morphology**. *Ceramics International*, v. 38, n. 8, p. 6635-6641, 2012.
14. COELHO, Caio Pinola et al. **REUTILIZAÇÃO DO POLIESTIRENO EXPANDIDO NA PRODUÇÃO DE IMPERMEABILIZANTE E ADITIVO PARA TINTAS**. Etec Conselheiro Antonio Prado - ETECAP. 2014.
15. SCHNEIDER, Gabriela Olsson et al. **Produção de tinta com resíduos de casca de laranja e poliestireno expandido (EPS)**. In: Forum Internacional de Resíduos Sólidos-Anais. 2017.
16. YOVAL, Luciano Sandoval et al. **Potencial zeta como una herramienta para determinar la aglomeración de las partículas en la reducción del volumen del lodo a disponer**. Instituto Mexicano de tecnología del Agua. Disponível em [www.bvsde.paho.org/bvsaidis/tratagua/mexiconna](http://www.bvsde.paho.org/bvsaidis/tratagua/mexiconna), 2013.
17. AMIANTI, Marcelo. **Uso e aplicação do poliestireno expandido (EPS) reciclado para impermeabilização por impregnação de superfícies de concreto pré-fabricado**. 2005.
18. BARCELLOS, Geórgia Schiller; SCHWADE, Paula Vieira; DA SILVA, Schana Andréia. **Tinta à base de poliestireno expandido**. *Revista Liberato*, v. 14, n. 22, p. 163-170, 2013.
19. DA LUZ, Ederson Gean. **MONITORAMENTO DA CORROSÃO NO AÇO CARBONO SAE 1020, AÇO GALVANIZADO, ALUMÍNIO E COBRE, CONSIDERANDO AS CONDIÇÕES CLIMÁTICAS SERRANAS E LITORÂNEAS DE SANTA CATARINA**. CENTRO UNIVERSITÁRIO UNIFACVEST. 2018.
20. Technical data for Aluminium. Disponível em: <https://periodictable.com/Elements/013/dara.wt.html>. Acesso em: 26 Jul. 2021.
21. FERREIRA, Maurício Ionak; VOGLER, Daniel Tarnoski; DA SILVA, Mayara Cristina Ghedini. **BENEFÍCIOS DO PROCESSO DE PINTURA ELETROSTÁTICA**

EM ESTRUTURAS METÁLICAS COMO FORMA DE SUSTENTABILIDADE EMPRESARIAL. **Anais da Jornada Científica dos Campos Gerais**, v. 17, 2019.

22. BALDIN, Estela Knopp Kerstner. Pré-tratamento do aço carbono AISI 1010 com revestimentos nanocerâmicos para pintura eletrostática à base de resina de poliéster. 2013.