

**CENTRO UNIVERSITÁRIO SAGRADO CORAÇÃO**

**BRUNO DE CASTRO ROVERCI**

**MONOGRAFIA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA (PIVIC)**

**PREPARAÇÃO DE TINTAS MAGNÉTICAS COMO MÉTODO PARA A  
PROTEÇÃO CONTRA A CORROSÃO DE METAIS**

**BAURU**

**2022**

**BRUNO DE CASTRO ROVERCI**

**MONOGRAFIA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA (PIVIC)**

**PREPARAÇÃO DE TINTAS MAGNÉTICAS COMO MÉTODO PARA A  
PROTEÇÃO CONTRA A CORROSÃO DE METAIS**

Monografia de Iniciação Científica apresentado  
à Pró-Reitoria de Pós-Graduação e Pesquisa do  
Centro Universitário Sagrado Coração.

Orientador:  
Prof. Dr. Herbert Duchatsch Johansen.

BAURU

2022

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

R873p	<p>Roverci, Bruno de Castro</p> <p>Preparação de tintas magnéticas como método para a proteção contra a corrosão de metais / Bruno de Castro Roverci. -- 2022. 40f. : il.</p> <p>Orientador: Prof. Dr. Herbert Duchatsch Johansen</p> <p>Monografia (Iniciação Científica em Engenharia Química) - Centro Universitário Sagrado Coração - UNISAGRADO - Bauru - SP</p> <p>1. Proteção anticorrosiva. 2. Tintas. 3. Fluido magnético. I. Johansen, Herbert Duchatsch. II. Título.</p>
-------	---

## **AGRADECIMENTOS**

Gostaria de agradecer esta monografia a todos aqueles que contribuíram de alguma forma para a realização deste trabalho, principalmente a minha família, meu pai Antonio Roversi e minha mãe Irene, pelo suporte necessário e pela compreensão que me deram durante todo o processo na pesquisa e na elaboração dos relatórios.

Gostaria de agradecer também meu orientador, Prof. Herbert Duchatsch Johansen, pela oportunidade de conhecer esta área de pesquisa e pela confiança que me concedeu, por estar sempre disposto a tirar minhas dúvidas e me orientar para realizar a pesquisa. Agradeço também a coordenadora do laboratório da UNISAGRADO, a Geovana Rodrigues de Castilho, pelo todo suporte técnico necessário oferecido no laboratório.

Gostaria de agradecer também a minha namorada e meus amigos, que sempre me apoiaram e demonstraram amor e amizade no período de tempo da elaboração deste trabalho.

## RESUMO

A corrosão é um processo de degradação contínua dos metais através da interação do material em um meio de exposição, natural ou forçado, com agentes corrosivos, normalmente oxigênio, com reações de oxirreduções, de forma espontânea. O desgaste do material traz diversos prejuízos econômicos, alterando sua forma de maneira indesejável e danificando consequentemente estruturas metálicas, podendo também causar acidentes para a sociedade. Assim, muitas são as pesquisas para que o mecanismo de corrosão não ocorra, cortando gastos com reposições de peças corroídas, diminuindo os danos as estruturas e evitando os acidentes. Com isso, diversos pesquisadores, para solucionar os problemas advindos pela corrosão, têm demonstrado interesses em sistemas anticorrosivos por meio de camadas de tintas, em que atuam como barreiras físicas que evitam a corrosão dos metais protegendo-os do meio de exposição corrosivo. Esses métodos trazem uma opção permanente para os materiais, evitando a corrosão e diminuindo gastos com trocas, e permite o aumento da vida útil do metal. Isto posto, estudo se aplica na preparação de tintas magnéticas como meio anticorrosivo de metais, com a proteção da corrosão do material por meio do recobrimento com tintas comerciais adicionadas com fluido magnético preparado com a síntese de nanopartículas magnéticas, pretendendo diminuir a corrosão e aumentar a longevidade do metal.

**Palavras-chave:** Proteção anticorrosiva. Tintas. Fluido magnético.

## ABSTRACT

Corrosion is continuous of metals through the material's interaction with a means of exposure, a natural or forced exposure process, usually with corrosive agents of oxidation-reductions, spontaneously. The wear of the material brings several accidents, changing its way of causing undesirable and consequently damaging to structures, and can also cause damage to a society. So, as researches for non-special corrosion mechanism, cutting costs with leftover parts, damages are damaged as structures and sharps. With several researchers, to solve the problems arising from anticorrosive, they have to be developed means of coating systems of paints, in which they act as physical barriers that prevent the protection of metals protecting them from corrosive exposure environment. These delivery methods, an option remains the best and useful to increase the cost of exchanging materials, metal of life. However, this scientific work is applied in the preparation of ink as an anti-corrosion medium for metals, with material printing protection by means of magnetic material with magnetic commercial inks with magnetic record with synthesis of prepared nanoparticles, aiming to reduce the measurement increase and increase to make metal.

**Keywords:** Anticorrosive protection. paints. Magnetic fluid.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – a) Proteção catódica, neste exemplo, representação do revestimento constituído de Zn e b) Proteção do metal por revestimento de barreira.....	11
Figura 2 - Relaxação magnética de um fluido magnético simplificada com a rotação de Brow e o mecanismo de Néel.....	15
Figura 3 – Propriedades dos óxidos de Magnetita e Maghemita.....	16
Figura 4 - Nanopartícula magnética em cada meio diferente para a modificação de sua superfície para estabilizar a NPM. ....	17
Figura 5 – esquema simplificado da síntese das partículas de magnetita.....	21
Figura 6 – síntese da nanopartícula magnética no agitador magnético. Em a) mistura dos cloretos de ferro II e III, e em b) após adição da base.....	21
Figura 7 – Checagem da temperatura da síntese das NPM. ....	22
Figura 8 – decantação magnética das nanopartículas de magnetita. ....	22
Figura 9 – Checagem do pH da síntese das NPM. ....	22
Figura 10 – Diagrama de Pourbaix do Ferro. ....	22
Figura 11 – Nanopartículas magnéticas recobertas com ácido cítrico. ....	24
Figura 12 – Fluido magnético no pesa-filtro, da esquerda para a direita: em ácido cítrico e água; em acetona e água; e em querosene.....	24
Figura 13 – Peças metálicas de aço após lixadas até lixa n°. 1200. ....	25
Figura 14 – Imersão dos corpos de prova.....	26
Figura 15 – Amostras com os cortes em X, da esquerda pra direita: só tinta, tinta com 0,1% de FM; tinta com 1,0% de FM; e tinta com 10,0% de FM.....	26
Figura 16 – Medida do Potencial em Circuito Aberto (OCP) em a) montado com a amostra, em b) OCP com o multímetro e em c) o eletrolítico em J.....	27
Figura 17 – NPM atraídas pelo imã após a síntese.....	28
Figura 18 – NPM oxidadas após armazenadas por um curto período. ....	29
Figura 19 – Oxidação da magnetita para maghemita com tratamento térmico. ....	29
Figura 20 – “Porco Espinho” das NPM após recobrimento com ácido cítrico. ....	29
Figura 21 – Fluido magnético verificando a magnetização. Em a) FM com ácido cítrico e água, em b) com acetona e em c) com querosene. ....	30
Figura 22 – Peças metálicas recobertas com tintas magnéticas de 0,1% e 1,0% de FM na mistura. ....	30
Figura 23 – Amostras nos beckeres com NaCl e o hidróxido de alumínio. ....	31
Figura 24 – Amostras secas após imersão. ....	31

Figura 25 – Potencial em Circuito Aberto em função do tempo para a amostra sem tinta. ....	32
Figura 26 – Potencial em Circuito Aberto em função do tempo para as amostras com tinta e tinta com as adições de FM. ....	32
Figura 27 – NPM oxidada com baixa magnetização. ....	33
Figura 28 – Pesagem das amostras antes a após a imersão, e o percentual que foi perdido. ...	34



## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>9</b>
1.1 A CORROSÃO .....	9
1.2 COMPOSIÇÃO DAS TINTAS .....	9
1.3 PROTEÇÃO ANTICORROSIVA COM COBRIMENTOS DE TINTA .....	10
1.4 NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS.....	11
1.5 FLUIDOS MAGNÉTICOS .....	13
1.6 TIPOS DE FLUIDOS MAGNÉTICOS .....	16
1.7 OBJETIVO GERAL .....	18
1.8 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	18
<b>2 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>19</b>
2.1 EQUIPAMENTOS E VIDRARIAS.....	19
2.2 REAGENTES.....	19
2.3 SINTESE QUÍMICA DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS.....	20
2.5 RECOBRIMENTO DAS NANOPARTÍCULAS COM CITRATO .....	23
2.6 PREPARAÇÃO DO FLUIDO MAGNÉTICO .....	24
2.7 PREPARAÇÃO DOS RECOBRIMENTOS.....	25
2.8 TESTES PARA AVALIAR A RESISTÊNCIA ANTICORROSIVA .....	25
<b>3 RESULTADOS</b> .....	<b>28</b>
3.1 SÍNTESES DAS NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS .....	28
3.1.1 OXIDAÇÃO DA MAGNETITA (NPM) .....	28
3.2 RECOBRIMENTO COM ÁCIDO CÍTRICO.....	29
3.3 ESTABILIZAÇÃO PARA O FLUIDO MAGNÉTICO .....	30
3.4 RECOBRIMENTO DAS PEÇAS METÁLICAS DE ALUMÍNIO.....	30
3.5 AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA ANTICORROSIVA DAS AMOSTRAS.....	31
<b>4 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS</b> .....	<b>33</b>
<b>5 CONSIDERAÇÕES FINAIS</b> .....	<b>7</b>
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>8</b>

## 1 INTRODUÇÃO

### 1.1 A CORROSÃO

Desde a entrada dos metais na vida do homem, na Idade dos Metais de 3.300 a.C. a 700 a.C., a corrosão sempre foi um desafio para a humanidade, e atualmente, mais de 53 séculos posteriormente, a corrosão continua sendo um causador de grandes de transtornos e problemas em diversas atividades humanas. [1]

O termo corrosão está associado geralmente a deterioração de um material ou liga metálica devido à reação química ou eletroquímica no meio que interage de maneira espontânea. Esse processo corrosivo diminui a durabilidade e a utilidade dos materiais gradativamente com o passar do tempo. São diversos os tipos de corrosão, porém a maior parte das corrosões são causadas com o metal exposto com as moléculas de água com reações eletroquímicas. [3, 4]

Além do desgaste metálico, a corrosão traz um impacto ambiental muito grande com a exploração de minérios sem fim, diminuindo drasticamente as reservas naturais existentes, esgotando as fontes de matérias-primas. [5, 6]

Assim, a constante troca e reparo de equipamentos devido ao processo corrosivo, aumentou a quantidade de extração de matéria-prima, e com isso cresceu a exploração para diminuir o processo indesejável. Entre os variados materiais que podem sofrer corrosão, o aço carbono é o mais utilizado na indústria e, para a manutenção de equipamentos, reparo de peças metálicas, estruturas e trocas, são destinados 20% de toda a produção global do aço devido a corrosão. [7]

### 1.2 COMPOSIÇÃO DAS TINTAS

As tintas são produtos de composição líquidos, geralmente viscosa e/ou com sólidos em pó dispersos na solução, que ao ser aplicado a uma base adequada como uma película fina quando sofre o processo de cura, ou secagem. Essa película fina tem como finalidade proteger como também dar cor aos objetos e superfícies. As tintas são basicamente constituídas por 4 componentes, os solventes, a resina, os aditivos e os pigmentos, em que são brevemente explicados nos próximos parágrafos. [8, 9]

Os solventes são líquidos voláteis com baixo ponto de ebulição e são utilizados nas tintas para dissolver a resina e fixá-la na superfície. São diversos tipos de solventes, que podem ser álcoois, cetonas, e os orgânicos são usados em maior quantidade, como ésteres, oxigenados e hidrocarbonetos. [8, 9]

A resina é a fração não volátil da tinta, usada para englobar as partículas de pigmentos. A resina também designa o tipo de tinta ou sobreposição utilizado, sendo variadas as resinas, como por exemplo, acrílico, vinílicas, poliésteres e acetato de polivinila (PVA ou látex vinílico), todas de composições complexas e classificadas devido ao seu mecanismo de cura. É o componente mais importante da tinta. [8, 9]

Os aditivos podem ou não ser adicionados na tinta, porém quando estão incluídos, proporcionam às tintas melhorias em suas características ou propriedades. Alguns exemplos de aditivos são: secantes, que reduzem o tempo da secagem da tinta; nivelantes, melhorando o espalhamento da tinta; plastificante, que dá à película maior flexibilidade. [8, 9]

Os pigmentos são partículas sólidas dispersas em suspensão na tinta líquida, e são agregados pela resina após o processo de cura. Utilizados para proporcionar cor, opacidade e resistência. São divididos em orgânicos e inorgânicos, ativos e inertes, e de acordo com sua finalidade, tintoriais e anticorrosivos. [8, 9]

### 1.3 PROTEÇÃO ANTICORROSIVA COM COBRIMENTOS DE TINTA

A produção do aço corresponde a 90% da produção de ligas metálicas, e a corrosão traz grandes prejuízos econômicos, com os danos a estruturas e suas devidas manutenções e reparo. Esse prejuízo é estimado a um valor superior a 30% de todo o aço produzido no mundo, em torno de 4% do Produto Interno Bruto (PIB) de um país industrializado. [10, 11].

Sendo assim, são diversas as pesquisas para os sistemas de tintas anticorrosivas, com três meios básicos para proteção de película de tinta, a proteção anódica, a proteção catódica e a proteção por barreira. [10]

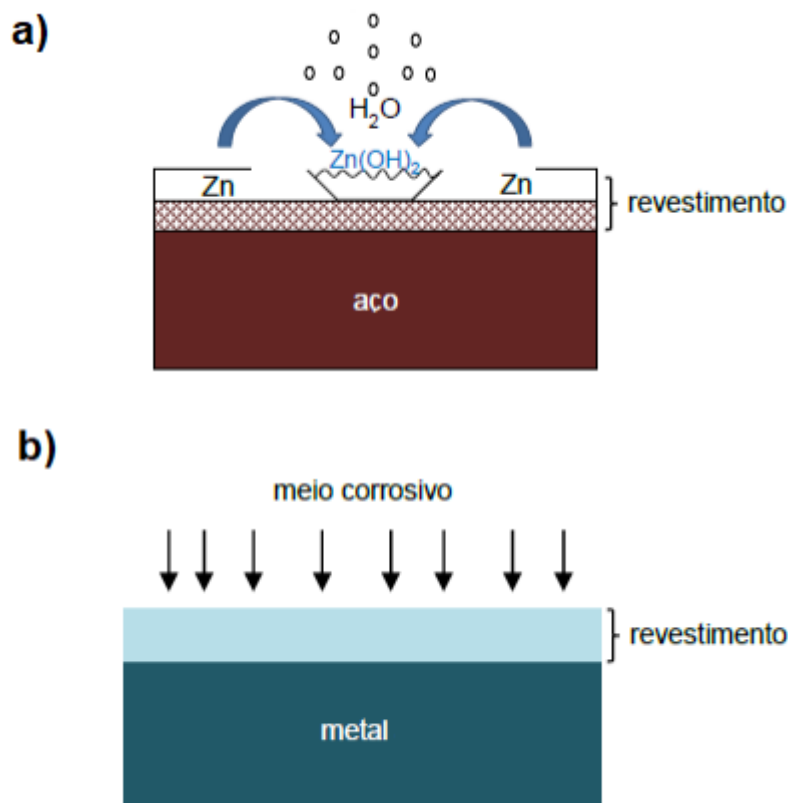
A proteção anódica, ou também proteção por pigmentos inibidores, está presente nas tintas utilizadas como tinta de fundo, ou *primer*, que dão proteção por inibição anódica, com a formação de uma camada na superfície do metal que impede a passagem para sua forma iônica. [10]

A proteção catódica, também encontrada em tintas de fundo (*primer*), com alta concentração de pigmentos metálicos anódicos em relação à superfície do metal que quer se proteger. As tintas com proteção catódicas comumente são ricas em magnésio (Mg), alumínio

(Al) ou zinco (Zn), porém as constituídas de Zn são as únicas que têm mostrado uma eficiência satisfatória. Essa proteção consiste no mecanismo de um “metal de sacrifício”, em que um outro metal é oxidado (corroído) para proteger o metal desejado. [10]

E a proteção por barreira, presente em todos os mecanismos de tintas, que após aplicado sobre a superfície e seu processo de cura cria uma película fina entre o metal e o meio corrosivo. Caso a aplicação for feita de forma não eficaz, pode haver corrosão por baixo da película pelo revestimento ser poroso, sendo assim, para uma melhor proteção, é necessária uma barreira maior. [10]

**Figura 1 – a) Proteção catódica, neste exemplo, representação do revestimento constituído de Zn e b) Proteção do metal por revestimento de barreira.**



Fonte [10]. Adaptado

#### 1.4 NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS

A nanotecnologia trouxe para os cientistas diversos estudos e pesquisas em escala atômica, molecular e submicroscópica, devido as nanopartículas, com dimensões entre 1 a 100 nanômetros (nm) e terem suas propriedades diferentes das propriedades significativas do

mesmo material em escala maior. Assim, trouxe também para a nanociência, diversas áreas de estudos, aplicações e discussões, entre elas, a área do magnetismo, com as nanopartículas magnéticas que tem suas aplicações em áreas das industriais, catálises, recuperação ambiental e principalmente na biomedicina com tratamentos de câncer, fármacos e processos envolvendo DNA e proteínas. [12, 13]

As nanopartículas podem ser compostas de qualquer substância encontrada na natureza, sendo metais, semicondutores, polímeros, entre outros. Essas partículas exibem propriedades intermediárias entre materiais quânticos e macroscópicos, devido ao seu tamanho específico (de 1 a 100 nm) e as suas propriedades de composição do material. De acordo com Viali, 2009 [14], essas propriedades das nanopartículas podem ser explicadas por dois fatores: um deles é a extensa área da superfície, que explica as propriedades óticas e magnéticas, por apresentar um número de átomos elevado na superfície quando comparado com o volume da partícula, apresentando uma alta relação entre a área da superfície pelo volume da partícula, dando-as enorme energia de superfície; e outro fator, está ligado à coordenação incompleta dos átomos da superfície, em que o valor da energia entre bandas do estado eletrônico (band gap) aumente e apareçam níveis de energia consideráveis. [12-14]

As nanopartículas quando inferior a 20 nm, mostram sua eficiência melhorada, e esse fato ocorre devido ao efeito do confinamento quântico, apresentando assim, um momento superparamagnético nas partículas, com o movimento do elétron em torno do núcleo e em torno do próprio eixo (spin). Quando as nanopartículas apresentam dimensões abaixo de um diâmetro crítico (ou encontrado também como volume crítico, decorrente do tamanho do diâmetro), o efeito do magnetismo é manifestado nas nanopartículas e surgem as nanopartículas magnéticas (NPMs), e essas podem ser manipuladas por um campo magnético externo e ser preparados fluidos magnéticos, ferrofluidos ou líquidos magnéticos para diversas aplicações. [12-14]

Porém, para as aplicações das NPMs coloidais dispersas em um meio (nos fluidos), é necessária sua estabilização, pois ao apresentar uma enorme energia de superfície, como citado anteriormente, as nanopartículas trazem uma facilidade em se aglomerar para reduzir essa energia, no ponto de vista termodinâmico. Assim, é necessário um controle da síntese e métodos para estabilizar os coloides. Com a elevada energia de superfície, as partículas tendem espontaneamente a se aglomerar para reduzir essa energia, a não ser que exista uma barreira energética para bloquear essa aglomeração, e isso é possível através dos métodos de estabilização dos coloides, sendo eles: o recobrimento das partículas com duas camadas de cargas elétricas carregadas, estabilizando eletrostaticamente, a estabilização iônica com a estabilidade com um equilíbrio ácido-base; e com a estabilização estérica, dada pela camada de

polímeros ou surfactantes adsorvidos às partículas. Essa modificação da superfície para estabilização, fornece também uma proteção físico e química para as nanopartículas. [15]

Assim, por apresentar um volume muito baixo, inferior ao volume crítico, as nanopartículas formam um monodomínio magnético, com sua orientação paralela, podendo ser considerada como um único supermomento magnético, determinando um eixo de fácil magnetização e mantido devido à barreira de anisotropia. Característica que permite a ampla utilização de nanopartículas magnéticas em fluidos para diversas aplicações. [16]

## 1.5 FLUIDOS MAGNÉTICOS

Os fluidos magnéticos ou ferrofluidos são sistemas coloidais muito estáveis que são constituídos por nanopartículas magnéticas suspensas em líquidos carreadores (ex.: água, solvente, querosene, etc.). Esses fluidos magnéticos têm relatos de produção em meados do século XVIII segundo Charles, Popplewell e Wohlfahrt [17], porém não apresentavam tanta estabilidade coloidal e nem química: as partículas eram grandes e se aglomeravam e precipitavam em algumas horas. Com o passar dos anos, por volta da década de 30, foram surgindo procedimentos mais precisos, mas ainda assim as partículas eram maiores que o ideal, na faixa de 1  $\mu\text{m}$ , e com isso não, proporcionava estabilidade ao fluido magnético, mas seu uso já era empregado. Em 1938, começaram a ser preparados sistemas com partículas nanométricas na ordem de 20 nm [18] e em 1958, os fluidos magnéticos preparados eram muito próximo dos preparados hoje em dia.

Na década de 60, os primeiros sistemas coloidais que obtiveram estabilidade foram preparados por Stephan Papell [19] pela NASA (Agência Nacional e Administração do Espaço, sigla em inglês) e eram constituídos por nanopartículas de magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) por meio do processo de moagem do material. Só então a partir de 1970 que surge um processo de preparação das nanopartículas mais barato e mais rápido, porém ainda eram fluidos magnéticos surfactantes e apresentavam alguns problemas na estabilidade química, pois as partículas de magnetita eram oxidadas e se transformavam em maghemita ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). E para resolver esse problema, na década de 80, Cabuil oxidou magnetita em maghemita e pode produzir fluidos magnéticos iônicos bastante estável. [20]

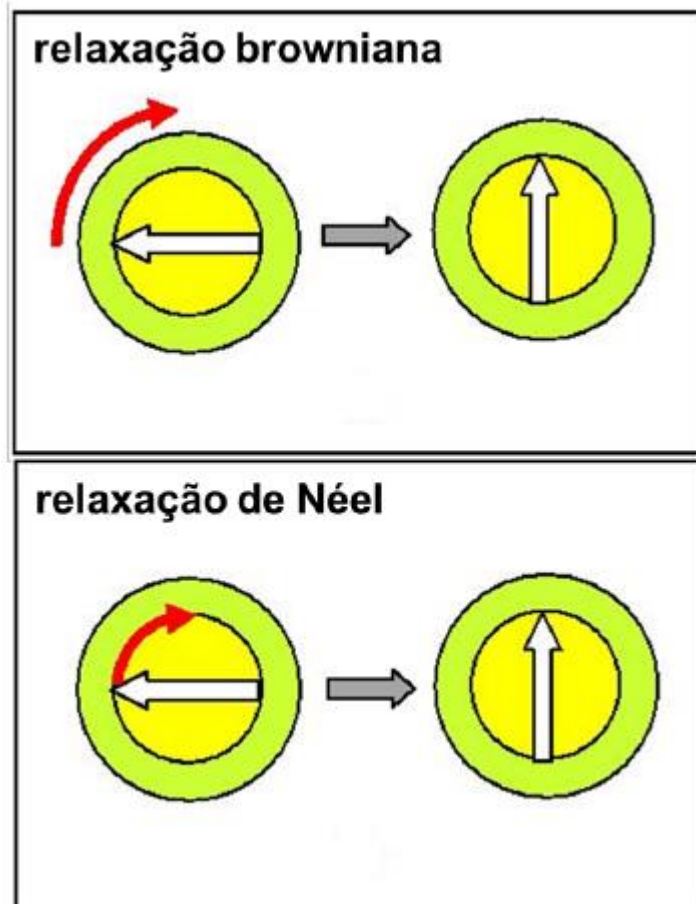
Com o avanço da tecnologia e das técnicas e a grande demanda dos fluidos magnéticos para fins tecnológicos e biomédicos principalmente o processo de preparação foi aperfeiçoando, melhorando as características das nanopartículas e sua regularidade nos tamanhos e dimensões, forma e propriedades físico-químicas, mas mesmo assim, as nanopartículas magnéticas

constituídas do fluido magnético ainda apresentam um desafio para os cientistas para buscar uma maior eficiência nos dias atuais, através de melhorias das técnicas de síntese para aperfeiçoar o fluido. Para obter fluídos magnéticos (FM), somente por meio da síntese, pois não são encontrados na natureza líquidos magnéticos na forma líquida, e não é possível fundir os metais para a obtenção dos fluidos, visto que, ao fundir o metal, é ultrapassada a temperatura de Curie, tornando o material paramagnético. Assim, basicamente são três etapas principais para a síntese, sendo elas: a síntese das nanopartículas magnéticas, a estabilidade da solução coloidal e a peptização das nanopartículas na fase líquida. Os fluidos magnéticos têm a capacidade de carregar as características tanto dos materiais no estado líquido (fluido) tanto as características dos materiais no estado sólido (magnetismo apresentado pelas nanopartículas), com a capacidade de manifestar o comportamento magnético das NP homoganeamente no líquido como todo, juntamente com a estabilização coloidal das mesmas, ou seja, o líquido carreador (ferrofluido) apresenta uma magnetização como se fosse um material sólido magnetizado. [12]

Os FM podem também ter suas propriedades físicas alteradas através de um campo magnético externo, como é o exemplo da viscosidade, efeito conhecido como magnético viscoso, ou *magnetviscous effect* em inglês (MVE). Isso se dá quando as NPMs não estão no estado superparamagnético, e assim não rotacionam livremente dentro do líquido, e a concentração das nanopartículas é um fator importante para levar em conta nesse efeito magnético viscoso, devido à presença e interações destas partículas com o campo magnético. Outro efeito observado, é quando a energia magnética supera os efeitos da gravidade e as tensões de superfície, causando nos ferrofluidos protuberâncias em sua superfície, semelhante a uma cama de espinhos. [16]

Após a síntese do fluido magnético, as nanopartículas magnéticas ficam de forma livre no fluido quando se relaciona com a movimentação mecânica, esse grau de liberdade, permite com que as NPs tenham seu momento magnético, manifestado devido a um campo magnético externo, orientado de duas maneiras. O primeiro modo, é com a nanopartícula girando em conjunto com seu momento magnético do monodomínio, conhecido como relaxação magnética de Brown, e o outro modo, é com o momento magnético girando internamente na partícula para alinhar com o campo, relaxação de Néel como simplificado na figura abaixo. É através desses mecanismos que os monodomínios magnéticos das nanopartículas se alinham, em que é nulo até a presença de um campo magnético externo. [16]

**Figura 2 - Relaxação magnética de um fluido magnético simplificada com a rotação de Brow e o mecanismo de Néel.**



Fonte: [12]

Dentre todos os óxidos de ferros que podem ser encontrados na natureza ou sintetizados em laboratórios para a preparação de ferrofluidos, a magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), a maghemita ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) e a hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) são os mais conhecidos. Porém a hematita possui baixo valor de magnetização de saturação ( $M_s$  a 300K) comparado aos outros dois óxidos, de  $0,3 \text{ A}\cdot\text{m}^2/\text{Kg}$  (hematita), comparado com a faixa de  $92$  a  $100 \text{ A}\cdot\text{m}^2/\text{Kg}$  (magnetita) e a faixa de  $60$  a  $68 \text{ A}\cdot\text{m}^2/\text{Kg}$  (maghemita) [21]. A magnetita e a maghemita são as mais utilizadas, sendo os dois óxidos estáveis a temperatura ambiente. Abaixo, uma tabela comparando os óxidos magnetita e maghemita e suas propriedades físicas.



**Figura 3 – Propriedades dos óxidos de Magnetita e Maghemita.**

Propriedades	Óxidos	
	Magnetita	Maghemita
Fórmula molecular	$Fe_3O_4$	$\gamma-Fe_2O_3$
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	5,18	4,87
Ponto de fusão (°C)	1583-1597	-
Dureza	5,5	5,0
Tipo de magnetismo	Ferrimagnetismo	Ferrimagnetismo
Temperatura Curie (K)	850	820-986

Fonte [14]. Adaptado.

## 1.6 TIPOS DE FLUIDOS MAGNÉTICOS

A característica mais importante do ferrofluido é a sua estabilidade. E como vimos anteriormente, é necessário estabilizar as nanopartículas magnéticas para não formar agregações das mesmas no fluido, criando assim uma barreira energética, para equilibrar todas as forças presentes nas nanopartículas como as forças de Van de Waals, as interações térmicas (movimento Browniano), forças magnéticas e elétricas oriundas das interações partícula-partícula, líquido-partícula e líquido-líquido, ou também, a barreira pode servir para que as forças de repulsão sejam maiores que as forças de atração. E é através do método para a barreira de estabilização que define qual o tipo de fluido magnético sintetizado. [22, 23]

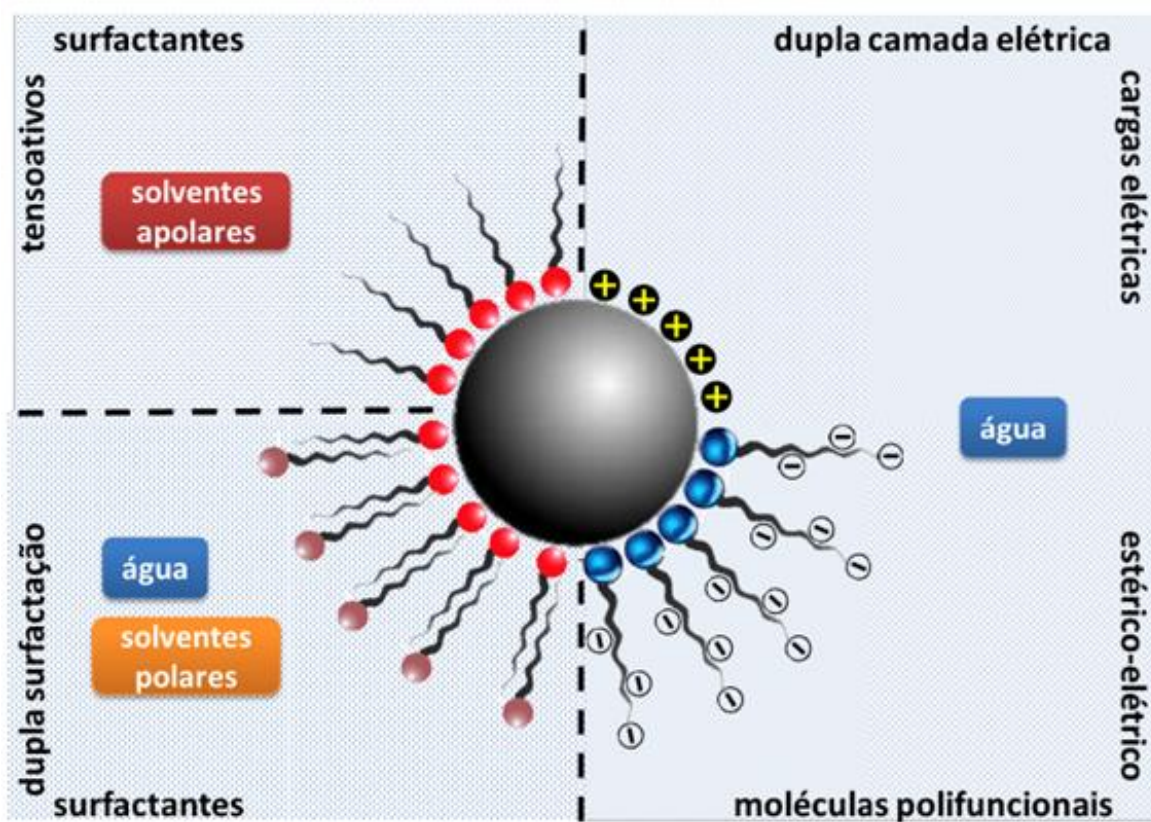
Para cada método, a nanopartícula assume um estado bem definido e estável, dado pela modificação da superfície, simplificado pela figura abaixo, e entre as estabilizações e os tipos de fluidos magnéticos, podemos citar os fluidos magnéticos do tipo surfactados, iônicos, híbridos e biocompatíveis.[14, 22, 23]

Os fluidos magnéticos surfactados são obtidos através da moagem de pó de óxido de ferro e posteriormente, os grãos são revestidos com surfactantes, solventes não orgânicos, normalmente querosene ou heptano, que ao aderir a superfície da NP criam uma barreira do tipo surfactante (apresentando uma parte polar, hidrofílica, e uma parte apolar, hidrofóbica) com regiões bem definidas na ordem de 1 a 3 nm, que impede a aglomeração e estabiliza a suspensão. Nos FM do tipo iônicos, a barreira serve como uma repulsão eletrostática entre as nanopartículas carregadas positivamente e negativamente, através da síntese química por meio do equilíbrio ácido-base no meio aquoso, carregando a NP com uma densidade de carga. Ainda no FM iônico, e com a estabilização no meio aquoso, surgiu outro tipo de fluido magnético, do tipo de dupla camada elétrica, com uma nuvem de carga de sinais opostos as cargas da partícula, com a repulsão das camadas promovendo a estabilidade. Assim, com os tipos surfactados e iônicos, surge o fluido magnético híbrido, sendo estabilizados pelo processo surfactado e

iônico, com as nanopartículas carregadas iônica e ao mesmo tempo que tem a adsorção de surfactantes em sua superfície. E também, os ferrofluidos do tipo biocompatíveis, para aplicações na biomedicina, com o encapsulamento das nanopartículas magnéticas com polímeros ou moléculas ligantes, e posteriormente revestidas com material biológico, como enzimas proteicas e anticorpos, para serem reconhecidas para o corpo humano e ter sua funcionalidade correta. [14] [22-23]

Segundo Parise, 2014 [12], são inúmeras sínteses para as nanopartículas dos FM, sendo usados processos físicos, como deposição em fase gasosa e litografia por feixe de elétrons, e processos químicos, como sínteses por coprecipitação, decomposição térmica, reação hidrotérmica, processos sol-gel, nanoreatores, oxidação, injeção de fluxo, processos eletroquímicos, aerosol, decomposição sonoquímica e fluidos supercríticos. Parise complementa também, sobre o controle da forma e tamanho das partículas e das propriedades físicas e físico-químicas, sendo mais preciso nos processos químicos. [12]

**Figura 4 - Nanopartícula magnética em cada meio diferente para a modificação de sua superfície para estabilizar a NPM.**



Fonte [12]

## 1.7 OBJETIVO GERAL

O presente projeto tem como objetivo investigar o aprimoramento da eficiência anticorrosiva de sistemas de tintas pela adição de fluidos magnéticos aos sistemas de tintas comerciais disponíveis, com a síntese de nanopartículas magnéticas e a preparação do fluido magnético, bem como estudar os efeitos protetores contra a corrosão dessas camadas sobre as ligas metálicas aplicadas aos sistemas de engenharia selecionados.

## 1.8 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Verificar a síntese de nanopartículas magnéticas e de fluido magnético
- b) Verificar a incorporação do fluido magnético aos sistemas de tintas comerciais;
- c) Recobrir ligas metálicas com fluido magnético adicionado a tintas comerciais;
- d) Testar a eficiência anticorrosiva da mistura de fluido magnético e de tintas comerciais sobre os substratos metálicos;
- e) Reduzir gastos com manutenções periódicas.

## 1.9 JUSTIFICATIVA

A pesquisa por materiais e métodos mais duráveis e econômicos tem crescido nos últimos tempos, como também mais resistentes a agentes naturais, como o caso da corrosão. Assim, esse projeto de pesquisa visa o aperfeiçoamento do sistema de tintas, para um recobrimento com maior durabilidade e resistência contra a corrosão nos metais, com a adição do fluido magnético em sua composição.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 EQUIPAMENTOS E VIDRARIAS

Ao longo do trabalho foram utilizados os seguintes equipamentos:

- Balança analítica de precisão  $10^{-4}$  g (Marca: Shimadzu / Modelo: ATX224);
- pHmetro de bancada (Marca: Kasvi / Modelo: K39-2014B);
- Agitador magnético com aquecimento (Marca: Fisatom / Modelo: 752A);
- Lavadora ultrassônica para banho de ultrassom (Marca: QUIMIS / Modelo: Q335D);
- Multímetro digital (Marca: Brasfort / Modelo: DT-830);

E os seguintes utensílios e vidrarias:

- Beckeres;
- Balão Volumétrico de 100 mL, 200 mL, 250 mL;
- Bastão de vidro;
- Espátula de metal;
- Vidro de relógio;
- Proveta de vidro de 10 mL, 50 mL e 100 mL;
- Imã;
- Barras magnéticas (peixinhos) para agitação;
- Lixas para metal de numerações 400, 500, 600 e 1200.
- Célula eletroquímica e sargento para medida do potencial do circuito aberto;
- Pinça (garra);

### 2.2 REAGENTES

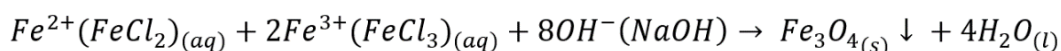
Os reagentes utilizados para a realização da iniciação científica estão listados abaixo:

- Ácido Nítrico  $\text{HNO}_3$ ;
- Acetona  $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ;
- Ácido Clorídrico  $\text{HCl}$ ;
- Ácido Cítrico  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ;
- Cloreto de Ferro III Hexahidratado  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ;
- Cloreto de Ferro II Tetra hidratado  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ;

- Cloreto de Potássio KCl;
- Cloreto de Sódio NaCl;
- Hidróxido de Amônio NH<sub>4</sub>OH 27%;
- Nitrato de ferro III Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>;
- Querosene comercial;

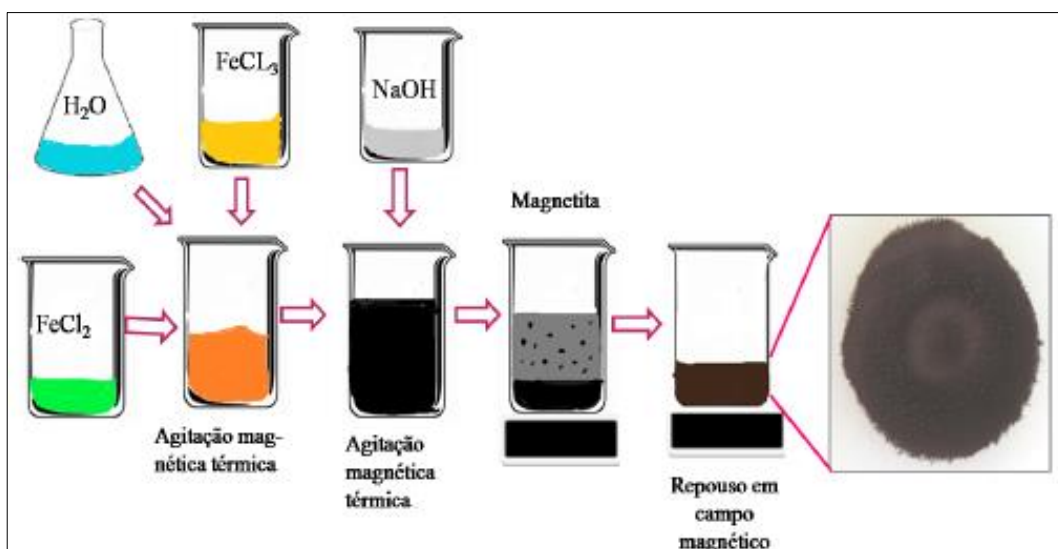
### 2.3 SINTESE QUÍMICA DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS

A síntese foi realizada por coprecipitação, e através da pesquisa literária foi possível perceber que existem inúmeras sínteses, porém a mais prática e viável é pelo método de coprecipitação de íons Fe em meio alcalino para obter nanopartículas magnéticas de magnetita, ou óxido de ferro, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Após os cálculos estequiométricos da equação da magnetita balanceada abaixo, foram pesados os reagentes na proporção 2:1 de íons Fe<sup>3+</sup> : Fe<sup>2+</sup> e posteriormente a adição da base na solução, com o controle do pH com o pHmetro conforme o diagrama de Pourbaix Do Ferro, demonstrado no tópico 2.4 desta mesma seção.



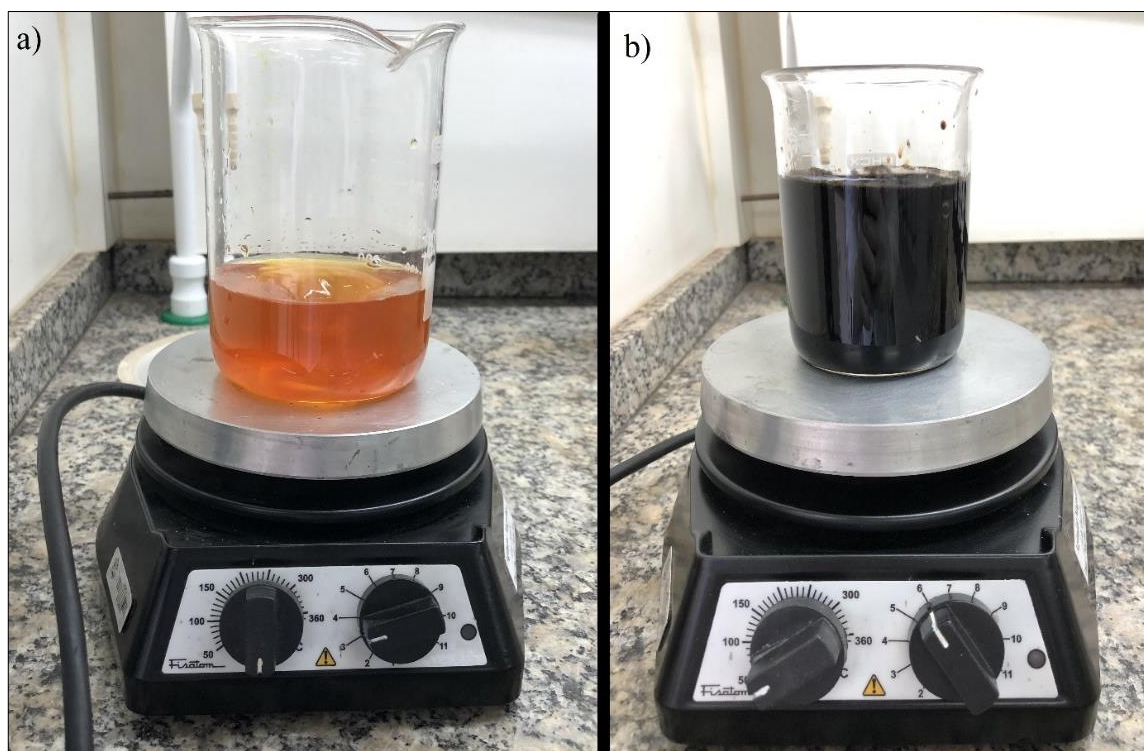
A síntese se deu pela adição do Cloreto de Ferro III (FeCl<sub>2</sub>) e do Cloreto de Ferro III (FeCl<sub>3</sub>) em água desmineralizada, após a mistura dos dois reagentes a solução obteve um valor de pH ácido e uma coloração laranja-avermelhado, e foi mantida em agitação e aquecimento com temperatura inferior a 60 °C por 5 minutos, após foi adicionado o Hidróxido de Amônio (NH<sub>4</sub>OH) lentamente, e formou um precipitado de coloração preta. A solução permaneceu em agitação e aquecimento por 30 minutos em capela de exaustão, com pH entre 8.5 e 11. Após, as partículas comprovaram a magnetização e a solução permaneceu em repouso com um ímã sob o becker, em decantação magnética para precipitação das partículas de magnetita. Com a completa precipitação, o sobrenadante foi descartado e posteriormente lavagem do precipitado várias vezes até obter um valor de pH próximo de 7, obtendo as nanopartículas magnéticas de magnetita, conforme o esquema na figura 4 e a síntese na figura 5 a 8.

Figura 5 – esquema simplificado da síntese das partículas de magnetita.



Fonte [27]. Adaptado.

Figura 6 – síntese da nanopartícula magnética no agitador magnético. Em a) mistura dos cloretos de ferro II e III, e em b) após adição da base.



**Figura 7 – Checagem da temperatura da síntese das NPM.**



**Figura 8 – decantação magnética das nanopartículas de magnetita.**



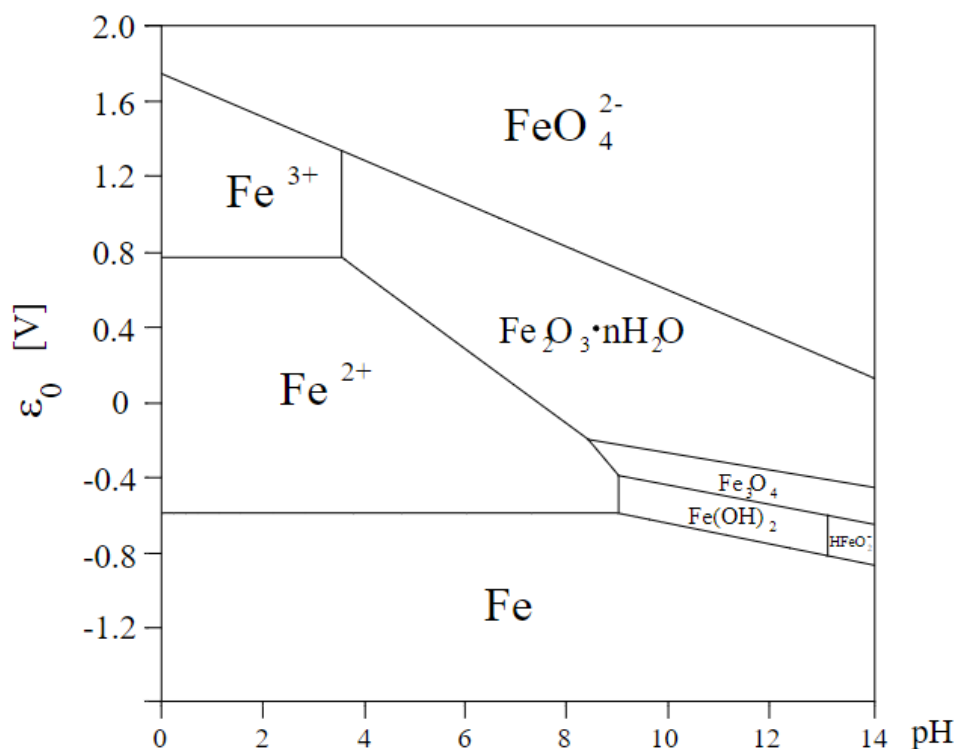
**Figura 9 – Checagem do pH da síntese das NPM.**



## 2.4 DIAGRAMA DE POURBAIX DO FERRO

Para a síntese das nanopartículas magnéticas, foi utilizado o diagrama de Pourbaix do Ferro, que relaciona o potencial do sistema com o seu pH representando graficamente as fases de equilíbrio estáveis.

Figura 10 – Diagrama de Pourbaix do Ferro.



Fonte: [28] – Adaptado.

## 2.5 RECOBRIMENTO DAS NANOPARTÍCULAS COM CITRATO

Com as possibilidades de estabilização das NPM em diversos meios encontrados na literatura, foi escolhido o ácido cítrico para recobrimento das nanopartículas magnéticas, que evita o agrupamento e o crescimento das nanopartículas com a adsorção do citrato na superfície com um ou dois dos seus grupos carboxilato, através do pH da solução, com o ácido cítrico apresentando 3 valores de pKa iguais a 3,13, 4,76 e 6,40, podendo perder os três íons  $H^+$  dos grupos carboxilas, e com o outro grupo fica exposto ao solvente, garantindo caráter hidrofílico e polar as NPM. [21, 29]

Com a adição de 3,5 ml de ácido cítrico em água desmineralizada (50% m/m) em 1g de NPM, e a mistura permaneceu em rápida agitação durante 1 hora e com o pH mantido entre 3 e 4, para ocorrer a desprotonação de ao menos um grupo carboxilato. Posteriormente permaneceu em repouso sobre o imã para a decantação magnética, descartado o sobrenadante que obteve coloração amarela devido aos íons citrato e lavando as NPM.



**Figura 11 – Nanopartículas magnéticas recobertas com ácido cítrico.**



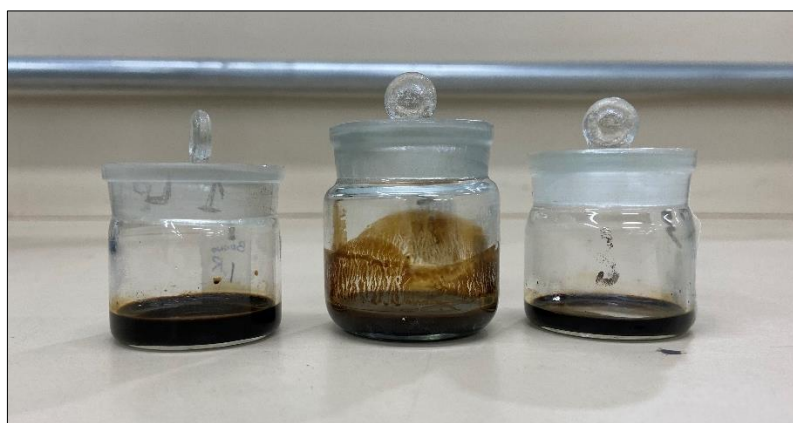
Fonte: [32] – Adaptado.

## 2.6 PREPARAÇÃO DO FLUIDO MAGNÉTICO

Com o recobrimento das nanopartículas em solução de ácido cítrico, a solução foi lavada diversas vezes até restar apenas as nanopartículas que ficaram no Becker fixadas pelo imã e separadas em pesa-filtros.

Foram preparados dois tipos de fluidos magnéticos (FM), um polar e outro apolar, para verificar a polaridade das NPM pelo ácido cítrico. Para o FM polar, foram preparadas duas soluções, uma com a adição das nanopartículas em uma solução de ácido cítrico (0,1 mol/L) em água desmineralizada e outra em uma solução de acetona em água, e para o FM apolar, foi preparada uma solução contendo querosene. Os FMs obtidos foram testados com um imã.

**Figura 12 – Fluido magnético no pesa-filtro, da esquerda para a direita: em ácido cítrico e água; em acetona e água; e em querosene.**

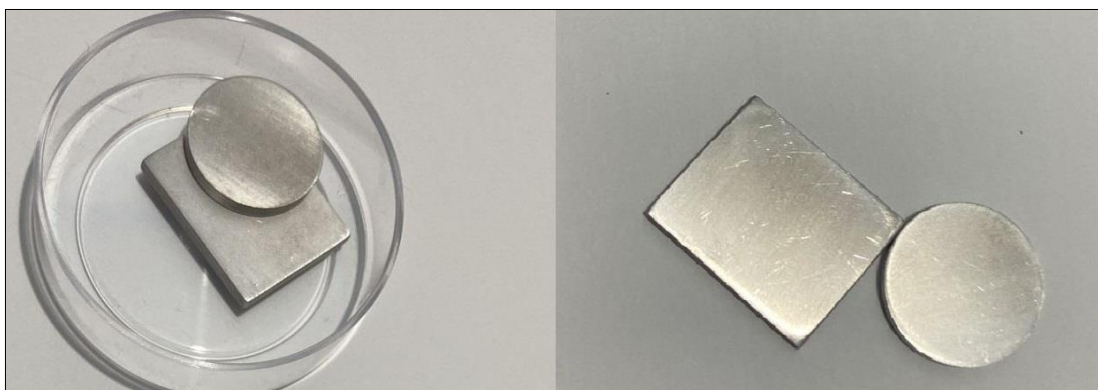


## 2.7 PREPARAÇÃO DOS RECOBRIMENTOS

Com a síntese do fluido magnético, foi preparado a tinta magnética, com a adição do fluido magnético na cola fria de silicone líquida, com álcool polivinílico (polar) em sua composição para dissolução do FM, com o controle do volume com a pesagem da adição do FM e da cola, preparando tintas magnéticas nas composições de 0,1% e 1,0% de fluido magnético na cola.

Assim, as peças de alumínio previamente lixadas em água com lixas de 400 a 1200, foram recobertas com a tinta magnética e deixadas em repouso para a secagem ao ar livre.

**Figura 13 – Peças metálicas de aço após lixadas até lixa n°. 1200.**



Foram preparadas 4 amostras diferentes com as peças metálicas. Sendo uma sem pintar, uma recoberta só com a tinta normal, uma recoberta com a tinta de 0,1% de FM e uma recoberta com a tinta de 1,0% de FM.

## 2.8 TESTES PARA AVALIAR A RESISTÊNCIA ANTICORROSIVA

As peças de alumínio previamente lixadas foram recobertas com a tinta magnética, sendo preparadas as amostras sem tinta, com tinta sem adição do FM, com FM 0,1% e com FM 1,0% e foram secas ao ar livre e após o período para secar as amostras, foram realizados os testes de corrosão.

Os efeitos dos recobrimentos anticorrosivos propostos foram avaliados, quanto ao poder de inibição dos processos de corrosão. Para tanto, as ligas metálicas revestidas foram submetidas aos ensaios de corrosão, com os testes realizados em duplicatas, com exceção da

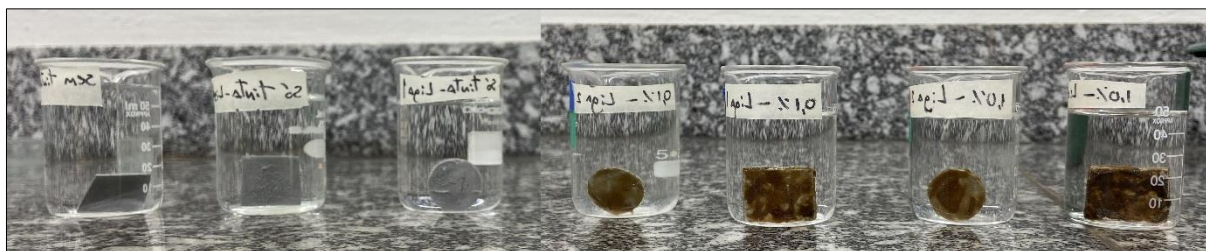
amostra sem pintar, sendo ensaios de curto tempo de corrosão para testar a resistência de materiais, listados abaixo:

a) Teste de Imersão em solução de NaCl 3,5% (kg/kg);

Primeiramente foi preparado uma solução de NaCl 3,5% em água desmineralizada, com a adição de 35 gramas de NaCl em 1 litro de água para a realização dos testes.

Com a imersão dos corpos de prova (totalizando 7 amostras) em beckers contendo NaCl 3,5%, vedados e com a adição da solução para manter o volume constante caso diminuísse em conta da evaporação, com a imersão por 30 dias completos.

**Figura 14 – Imersão dos corpos de prova.**



b) Testes de Aderência da tinta (conforme ABNT NBR 11003);

O teste de Aderência foi seguido conforme a ABNT NBR 11003 com 4 amostras preparadas para a realização do teste da tinta, uma amostra recoberta somente com a tinta, outra com 0,1% de FM na tinta, outra com 1,0% de FM e outra de 10,0%.

As amostras antes de serem recobertas com a tinta foram previamente lixadas até a lixa nº. 1200, pintadas e secas. Após, foram cortadas em X com ângulos entre 30° e 45°, conforme a NBR 1100, e colada a fita adesiva sobre o corte para depois remove-la de forma correta. A remoção resulta em condições descritas pela NBR 11003. [31]

**Figura 15 – Amostras com os cortes em X, da esquerda pra direita: só tinta, tinta com 0,1% de FM; tinta com 1,0% de FM; e tinta com 10,0% de FM.**



c) Medida do Potencial em Circuito Aberto (OCP).

O teste de corrosão da Medida do Potencial em Circuito Aberto (OCP) foi realizado com um multímetro. Com o corpo de prova seguro pelo sargento no aparato para a realização do OCP (como na figura abaixo) e com a amostra imersa em uma solução eletrolítica de NaCl 3,5%, estabelecendo-se uma interface condutor metálico-condutor iônico, gerando uma diferença de potencial entre o metal e a solução, conhecida como potencial de eletrodo que recebe o nome de potencial de circuito aberto ( $E_{ca}$ ) e medido através do multímetro.

O teste foi realizado em 1 hora e coletado os dados obtidos pela leitura da tensão entre a amostra (conectada por uma chapa metálica) e um eletrodo em formato de J contendo KCl 3 M, gerando um circuito aberto, e no contato do eletrodo com a solução se KCl, contem um material de Hg/MgHg, com contato com um fio de platina e diametro de contato de 1 mm.

**Figura 16 – Medida do Potencial em Circuito Aberto (OCP) em a) montado com a amostra, em b) OCP com o multímetro e em c) o eletrolítico em J.**



### 3 RESULTADOS

#### 3.1 SÍNTESES DAS NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS

As primeiras sínteses foram realizadas com a adição de ácido clorídrico (HCl) na agitação do Cloreto de Ferro II e do Cloreto de Ferro III, conforme encontrado em alguns artigos para permanecer com o meio ácido, e através do pH da solução e pelo diagrama de Pourbaix, demonstrado no tópico ‘2.4 DIAGRAMA DE POURBAIX DO FERRO’ da seção ‘2 MATERIAIS E MÉTODOS’, foram realizadas as próximas outras sínteses sem a adição de ácido clorídrico, apresentação alta magnetização com a velocidade alta na agitação magnética com o agitador. Na figura a seguir as NPM obtidas estão sendo atraídas pelo imã, comprovando a magnetização das partículas após a síntese e lavagem do precipitado.

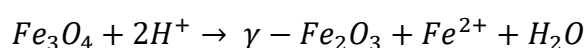
**Figura 17 – NPM atraídas pelo imã após a síntese.**



##### 3.1.1 OXIDAÇÃO DA MAGNETITA (NPM)

Após algumas sínteses das nanopartículas magnéticas (NPM), as mesmas foram deixadas em repouso e com o passar do tempo foi possível perceber uma mudança na coloração das NPMs de preto para marrom-avermelhado, por ser muito instável, demonstrando a oxidação de forma rápida da magnetita ( $Fe_3O_4$ ) para maghemita ( $\gamma - Fe_2O_3$ ), como a equação abaixo e na figura das NPM oxidadas, demonstrando a importância do recobrimento. [31]

Foram também realizados testes para a oxidação da magnetita para maghemita, com a adição do ácido nítrico  $HNO_3$  e com o tratamento térmico com Nitrato de Ferro III  $Fe(NO_3)_3$ , com a dissolução das NPM com 2,5 mL de ácido nítrico P.A. e adição lentamente de 5g de  $Fe(NO_3)_3$  seguido de agitação e aquecimento de aproximadamente  $75^\circ C$  por 1 hora.



**Figura 18 – NPM oxidadas após armazenadas por um curto período.**



**Figura 19 – Oxidação da magnetita para maghemita com tratamento térmico.**



### 3.2 RECOBRIMENTO COM ÁCIDO CÍTRICO

Após o recobrimento com ácido cítrico, com controle de pH e agitação, as nanopartículas foram submetidas à força do ímã e formou o “porco espinho”, quando as NPM ficam expostas na forma de um espinho na direção do campo magnético, demonstrando a forte magnetização em sistemas de NPM recobertas, com a energia magnética grande o suficiente para superar os efeitos da gravidade e de tensões na superfície, formando os espinhos, protuberâncias, com alterações na viscosidade (uma propriedade mecânica) com a aplicação do campo magnético, conforme a figura abaixo. [16]

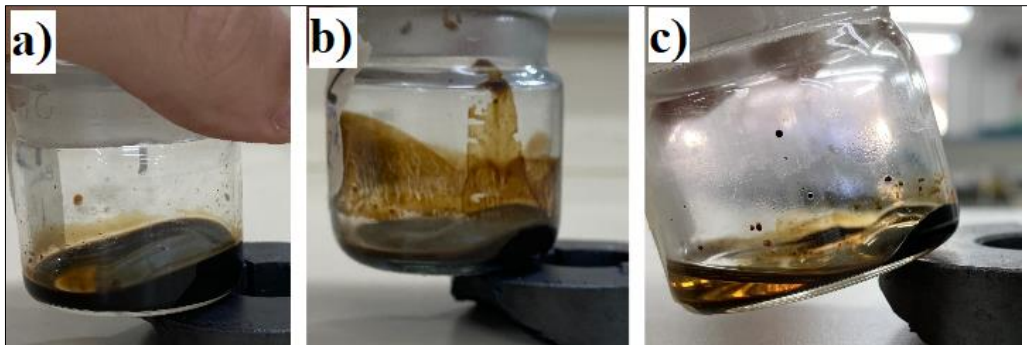
**Figura 20 – “Porco Espinho” das NPM após recobrimento com ácido cítrico.**



### 3.3 ESTABILIZAÇÃO PARA O FLUIDO MAGNÉTICO

Após o recobrimento com ácido cítrico, foram preparados os fluidos magnéticos com caráter polar e apolar, com ácido cítrico e água, acetona e água e querosene. Com o teste com o imã nas imagens abaixo foi possível perceber a diferença na diluição das NPM no fluido.

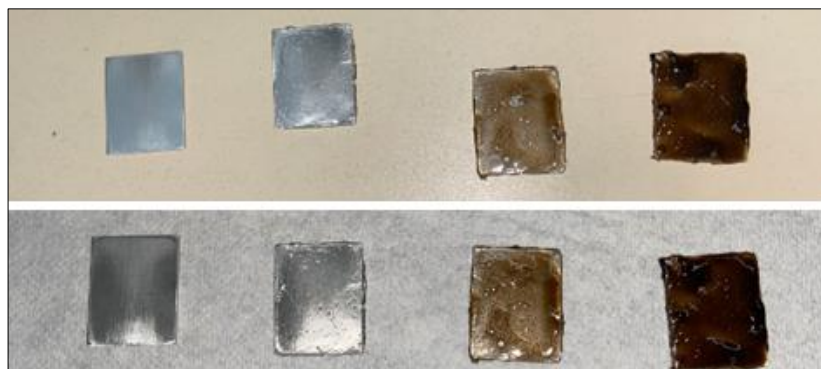
**Figura 21 – Fluido magnético verificando a magnetização. Em a) FM com ácido cítrico e água, em b) com acetona e em c) com querosene.**



### 3.4 RECOBRIMENTO DAS PEÇAS METÁLICAS DE ALUMÍNIO.

Após o recobrimento das peças metálicas de alumínio com a tinta magnética, preparada pela adição do fluido magnético em duas diferentes concentrações no silicone líquido, foi possível perceber a diferença no recobrimento das concentrações pela coloração, sendo a tinta magnética de 0,1% de FM apresentando um marrom mais claro e a tinta com 1,0% de FM uma coloração mais escura, com um marrom puxado para o preto.

**Figura 22 – Peças metálicas recobertas com tintas magnéticas de 0,1% e 1,0% de FM na mistura.**



### 3.5 AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA ANTICORROSIVA DAS AMOSTRAS

Foram realizados testes para avaliar a resistência anticorrosiva da amostra e a aderência da tinta, com as amostras sem tinta, só tinta, tinta com 0,1% de FM e tinta com 1,0% de FM.

a) Teste de Imersão em solução de NaCl 3,5% (kg/kg);

Após 30 dias com as partículas de imersão foi possível verificar a formação de um resíduo viscoso de coloração esbranquiçada, decorrente da formação da oxidação do alumínio e a liberação de íons  $Al^{3+}$  e  $OH^-$ , formando o hidróxido de alumínio, demonstrando princípios de corrosão da peça metálica. As amostras foram secas e pesadas para comparação da corrosão.

**Figura 23 – Amostras nos beckeres com NaCl e o hidróxido de alumínio.**



**Figura 24 – Amostras secas após imersão.**



b) Testes de Aderência (conforme ABNT NBR 11003);

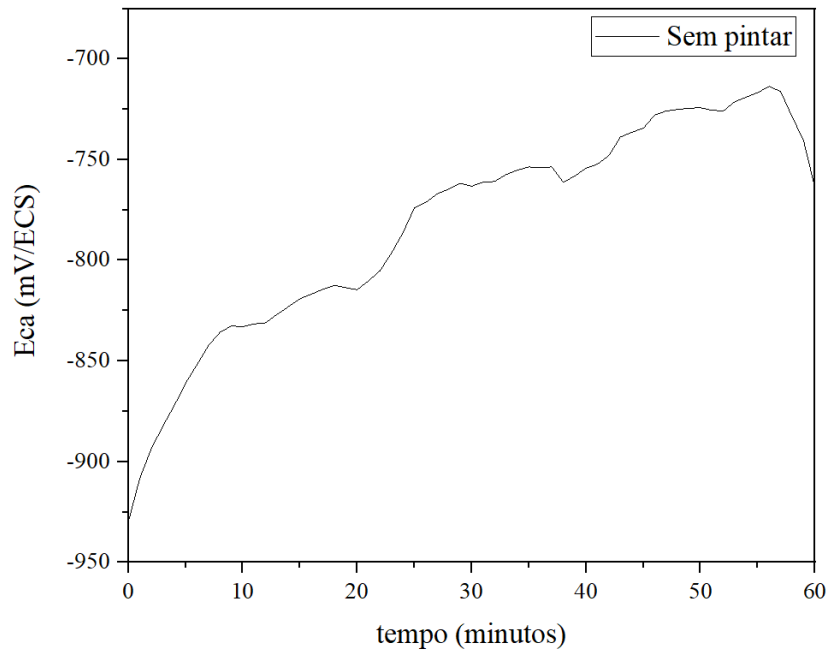
Após o corte em X e a remoção da fita adesiva colada posteriormente o corte, foi possível determinar o teste de aderência para as diferentes amostras da tinta. Como nenhuma amostra sofreu destacamento da tinta, com nenhum destacamento na interseção e nenhum destacamento ao longo das incisões, sendo classificadas todas as amostras com a tinta de silicone sem e com adição do FM com o código  $X_0$  e  $Y_0$  segundo a NBR 110003.



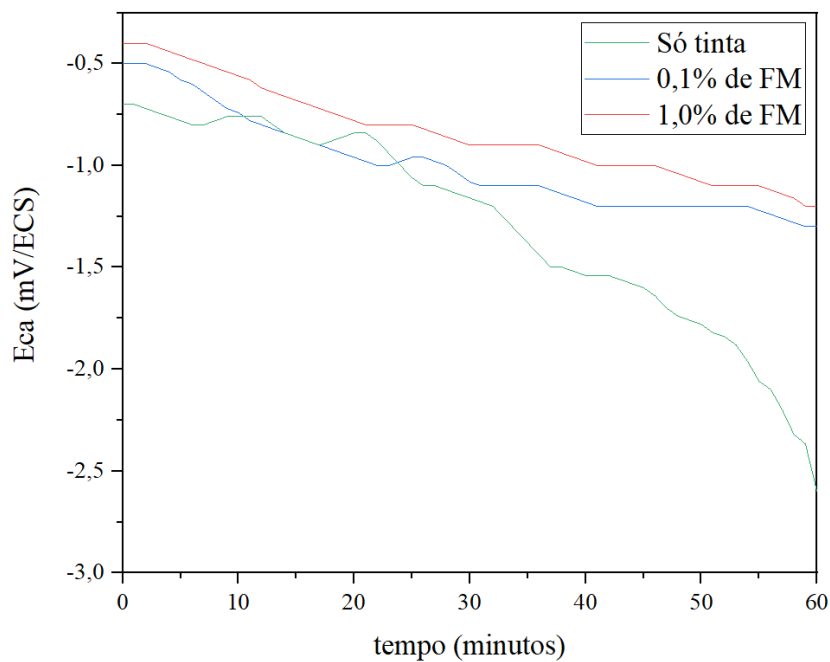
c) Medida do Potencial em Circuito Aberto (OCP).

Com a análise por 1 hora da medida do potencial em circuito aberto para as amostras foi possível obter os valores do OCP em miliVolts (mV), com os valores obtidos gerado um gráfico do potencial em circuito aberto em função do tempo.

**Figura 25 – Potencial em Circuito Aberto em função do tempo para a amostra sem tinta.**



**Figura 26 – Potencial em Circuito Aberto em função do tempo para as amostras com tinta e adição de FM.**



## 4 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Na síntese da nanopartícula magnética de magnetita, óxido de ferro, com a adição de ácido clorídrico (HCl) em algumas sínteses, as NPM se solubilizaram e não houve a coprecipitação ao adicionar a base, efeito que pode ser explicado com o pH da solução e pelo diagrama de Pourbaix demonstrado no tópico ‘2.4 DIAGRAMA DE POURBAIX DO FERRO’ da seção ‘2 MATERIAIS E MÉTODOS’, com a instabilidade do ferro na síntese, e em outras que precipitaram e foram preparadas, apresentaram menor magnetização em comparação com a síntese sem a adição do HCl, foi notado um valor de pH ácido favorável para a síntese apenas com a mistura dos cloretos de ferro em água.

Nas sínteses com a velocidade de agitação maior do que em outras, o possível permitido pelo equipamento, as NPM obtiveram uma maior magnetização, demonstrando um campo maior e maior duração do efeito magnético com o tempo, conforme comprovado na literatura.

A oxidação da magnetita ( $Fe_3O_4$ ) para maghemita ( $\gamma - Fe_2O_3$ ), demonstrou menor magnetização conforme encontrado na literatura, sendo preferido a magnetita para a continuação do estudo, porém a magnetita apresenta maior instabilidade nas condições ambientais do laboratório, sendo necessário o recobrimento das nanopartículas.

Na oxidação com o tratamento térmico e o Nitrato de Ferro III  $Fe(NO_3)_3$ , alteraram a coloração das NPM para marrom-avermelhado, demonstrando a transformação para maghemita, fato também percebido ao sintetizar as magnetita em altas temperaturas, maior ou igual a  $80^\circ C$ .

**Figura 27 – NPM oxidada com baixa magnetização.**



As nanopartículas apresentaram boa magnetização após o recobrimento com ácido cítrico, sendo um processo prático e rápido, com o recobrimento com rápida agitação e em 1 hora, em temperatura inferior a 75 °C. Algumas sínteses com alta temperatura (próxima de 80 °C) a coloração das NPM se tornou marrom-avermelhadas, fato ocorrido pela oxidação e discutido também no tópico anterior “4.2 OXIDAÇÃO DA NPM”.

Com os testes com o imã sob o pesa-filtro e inclinando o recipiente para agir a ação da gravidade e separar o fluido da NPM magnetizada ao imã, foi possível perceber que apenas a amostra c) da figura 19, sendo o fluido magnético preparado com querosene (apolar) com a NPM não ligante no fluido, fato percebido nas amostras a) e b) com solventes polares, ácido cítrico e acetona, com a ligação no recobrimento da NPM (um grupo carboxilato do citrato).

A tinta utilizada com álcool polivinílico em sua composição, pelo caráter polar para a incorporação do FM na tinta, apresentava um alto valor de evaporação de seus outros componentes (principalmente o metanol), secando rapidamente. As amostras foram garantidas que a tinta recobriu completamente o metal da amostra, o alumínio.

Com a estabilização das NPM, o FM foi adicionado com a checagem do peso nas colas de silicone a base de álcool polivinílico, a escolha do material foi por ser da mesma polaridade do FM preparado, polar, após escolha do ácido cítrico para recobrimento e verificação da dispersão das NPM com diferentes solventes, sendo possível preparar tingas magnéticas com diferentes concentrações.

Com os testes para avaliar a corrosão foi possível perceber a diferença contra a corrosão com cloreto de sódio em água para simular a água do mar, com a adição de nanopartículas magnéticas recobertas com citrato ao sistema de tintas.

Após remoção da imersão, as amostras sem tinta apresentaram em suas superfícies pontos brancos, enquanto nas amostras com a tinta, apresentaram a tinta mais ásperas e com a formação de estruturas pequenas esbranquiçadas na superfície, menor em relação à sem tinta. Sendo aspectos de corrosão.

**Figura 28 – Pesagem das amostras antes e após a imersão, e o percentual que foi perdido.**

Amostra	Peso inicial	Peso final	Alteração	Porcentagem
Sem tinta	1,28 g	1,26 g	0,02 g	1,56 %
Somente tinta	1,79 g	1,75 g	0,04 g	2,23 %
Tinta 0,1% FM	2,00 g	1,98 g	0,04 g	2,00 %

Tinta 1,0% FM	3,28 g	3,24 g	0,04 g	1,22 %
---------------	--------	--------	--------	--------

Assim, comparando visualmente a liberação do hidróxido de alumínio e a porcentagem da massa perdida da amostra total, a tinta apresenta uma melhor proteção anticorrosiva. Para uma adição maior de fluido magnético no sistema de tintas, apresentou melhor resultado para a concentração menor, de 0,1% de FM, tendo em vista uma maior composição de óxido de ferro na tinta, podendo apresentar uma dureza maior, assim com maior proteção à agentes externos.

Para o teste de aderência todas as amostras recobertas não apresentaram destacamento após remoção da fita, nenhum nas interseções e nenhum nas incisões, classificadas como  $X_0$  e  $Y_0$  demonstrando uma boa aderência da tinta à base de silicone com e sem adição de FM. O recobrimento com FM apresentou ser mais rígido.

No teste do circuito de potencial aberto, a amostra sem tinta apresentou valores esperados, com alteração após certo período. Porém para as demais amostras, sendo a somente tinta, tinta com 0,1% de FM e tinta com 1,0% de FM, apresentou valores maiores (próximos de zero) na leitura no multímetro em 1 hora de teste e não apresentou variação maior como na amostra sem pintar.

## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Na utilização de peças metálicas, a corrosão é um grande obstáculo, com impactos ambientais além do desgaste do material e conseqüentemente, sua durabilidade e vida útil. Assim surgem estudos para a proteção anticorrosiva de metais, como o caso desse trabalho, com a utilização de nanopartículas de magnetita estabilizadas em um fluido e adicionadas no sistema de tintas, junto à cola de silicone contendo álcool polivinílico, da mesma polaridade que o fluido da nanopartícula magnética, com o estudo de recobrimentos em ligas metálicas de alumínio.

Com a pesquisa literária foram encontradas diversas sínteses para a nanopartícula magnética, sendo a técnica de coprecipitação a mais adequada, por necessitar de reagentes de acesso permitido, poucos equipamentos, um menor tempo e assim, mais econômico. As sínteses das nanopartículas magnéticas apresentaram resultados satisfatórios, alterando algumas ações na síntese como temperatura, velocidade de agitação e tempo de síntese, comprovando características encontradas na literatura como força de magnetização e oxidação. Para a preparação do fluido magnético com as nanopartículas estabilizadas foram obtidos também resultados satisfatórios, comprovando a polaridade da estabilização com os testes realizados.

Nos testes da avaliação da resistência anticorrosiva os resultados foram satisfatórios para o teste de submersão das amostras, com a adição do fluido magnético o efeito anticorrosivo foi melhorado, e para o teste de aderência, com a tinta apresentando boa aderência. O teste de medida de potencial em circuito aberto, mesmo apresentando valores não conforme o esperado, pode demonstrar que a tinta recoberta nas amostras apresenta uma boa proteção anticorrosiva para o teste em 1 hora, com baixa condução de eletricidade lido no multímetro, e uma menor variação foi percebida para as amostras contendo o fluido magnético em comparação com a amostra recoberta só de tinta.

Através dos resultados obtidos com os testes de corrosão, foi possível perceber uma melhora na proteção anticorrosiva para as tintas contendo o fluido magnético em comparação com as amostras recobertas apenas com a tinta e sem recobrimento.

## REFERÊNCIAS

1. SOUSA, Gonçalves Rainer. Idades dos Metais. **História do Mundo**. Disponível em: <https://www.historiadomundo.com.br/pre-historia/idade-metais.htm>. Acesso em 11 de março de 2021.
2. BRETT, Ana Maria Coelho Ferreira Oliveira; BRETT, Christopher Michael Ashton. **Electroquímica: princípios, métodos e aplicações**. Coimbra: Almedina, 1996.
3. CARDOSO, Sheila Pressentin et al. Avaliação de indicadores de uso diverso como inibidores de corrosão. **Química Nova**, v. 28, n. 5, p. 756–760, 2005.
4. ALDO, Sena de Oliveira. Corrosão Metálica. **Brasil Escola**. Disponível em: <https://meuartigo.brasilecola.uol.com.br/quimica/corrosao-metalica.htm>. Acesso em 16 de março de 2021.
5. P&Q Engenharia Jr. “A CORROSÃO ESTÁ MAIS PERTO DO QUE VOCÊ IMAGINA”; P&Q Engenharia Jr. Disponível em: <https://peqengenhariajr.com.br/corrosao-esta-mais-perto-que-voce-imagina/>. Acesso em 10 de março de 2021
6. DA SILVEIRA GOMES, Rodrigo. **ANÁLISE DOS IMPACTOS AMBIENTAIS E DA SUSTENTABILIDADE EM USINAS SIDERÚRGICAS INTEGRADAS A COQUE**. 2016. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio de Janeiro.
7. REIS, Marcelo IP et al. Deposição mineral em superfícies: problemas e oportunidades na indústria do petróleo. **Revista Virtual de Química**, v. 3, n. 1, p. 2–13, 2011.
8. FAZENDA, Jorge MR. **Tintas: Ciência e Tecnologia**. Editora Blücher, 2013.
9. REIS, Ricardo de Freitas. A Importância da Tinta Líquida Industrial. **Rio de Janeiro**, 2012. Universidade Candido Mendes

10. CARDOSO, Renata. Pintura para metais como proteção anticorrosiva. **Rio de Janeiro: Brt-Serviço Brasileiro**, 2013.
11. CORDEIRO, Erlon Rabelo. **BIOTINTAS PARA PROTEÇÃO ANTICORROSIVA: SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO EM AÇO DE BAIXO CARBONO**. 2016. Tese de Doutorado. UFBA, Salvador.
12. PARISE, Marcelo de Souza. **Elaboração de fluidos magnéticos à base de gliconopartículas magnéticas de  $Mn_{1-x}Co_xFe_2O_4$  funcionalizadas com ácidos carboxílicos polihidroxilados, visando aplicações em nanobiotecnologia**. 2014. ix, 78 f., il. Dissertação (Mestrado em Nanociências e Nanobiotecnologia)—Universidade de Brasília, Brasília, 2014.
13. FERREIRA, Roberta Viana. **Síntese e Caracterização de Nanopartículas Magnéticas Funcionalizadas com Núcleo Magnético de Magnetita**. 2009. Dissertação de Mestrado (Departamento de Química). Universidade Federal de Minas Gerais. 2009
14. LACAVA, Bruno Marques. **Síntese de fluido magnético à base de maghemita para produção de nanocápsulas magnéticas de albumina bovina**. 2010. xi, 78 f., il. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade de Brasília, Instituto de Química, Programa de Pós-Graduação em Química, 2010.
15. VIALI, Wesley Renato. **Synthesis and characterization of oleic acid coated maghemite nanoparticles to obtain insulating oil based magnetic fluids**. 2009. 100 f. Dissertação (Mestrado em Educação em Química) - Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2009.
16. ARANTES, Fabiana Rodrigues. **Sistemas de nanopartículas magnéticas: estudos experimentais e simulações Monte Carlo**. 2014. Tese (Doutorado em Física) - Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2014.
17. CHARLES, Suart W; POPPLEWELL, John. Properties and applications of magnetic liquids. **Endeavour**, Amsterdam, v. 6, n. 4, p. 153-161, 1982.

18. CRAIK, David J; GRIFFITHS, Pamela M. New techniques for the study of Bitter figures. **British Journal of Applied Physics**, v. 9, n. 7, p. 279, 1958,
19. PAPELL, Solomon Stephen. **Low viscosity magnetic fluid obtained by the colloidal suspension of magnetic particles Patent**. US Patent, 1958.
20. BACRI, Jean Claude; CABUIL, Valérie; MASSART, René; PERZYNSKI, Régine; SALIN, Dominique. Ionic ferrofluid: Optical properties. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 65, n.2-3, p. 285-288, 1987.
21. MARTINS, Pedro Manuel Abreu. **Produção e caracterização de nanopartículas magnéticas para aplicação biotecnológica**. 2011. Dissertação de Mestrado em Micro e Nano Tecnologias. Universidade de Minho. 2011.
22. SANTOS, Francsico Eroni Paz dos; MONTENEGRO, Francisco Cavalcanti. **Propriedades magnéticas de fluidos magnéticos de dupla camada elétrica à base de ferrita de cobalto**. 2005. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Física, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2005.
23. FABIAN, Fernanda Antunes. **SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE MAGUEMITA SUSPENSAS EM NaOH a 10% e HCL**. 2009. Monografia ao Departamento de Física. Universidade Federal de Rondônia. Rondônia. 2009.
24. SILVA, J. R.; GUILHERME, L. R.; BRAGA, M. G.; PERES, M. A. L.; SILVA, J. O. Preparação de fluído magnético a base de nanopartículas magnéticas. **Ensaio e Ciência C Biológicas Agrárias e da Saúde**, v. 18, no. 1, p. 19-24, 2014.
25. HAPP, Rebecca Sophia Lima. **Relatório final: Ferrofluido**. 2010. Monografia. Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2010.
26. MORCELI, Carlos Henrique Silveira. **Síntese e caracterização de fluidos magnéticas à base de nanopartículas de óxidos dopadas com gadolínio e funcionalizadas com**



- adms.** 2009. 87 f. Dissertação (Mestrado em Química) -Universidade de Brasília, Brasília, 2009.
27. ALMEIDA, Juliana Bessa de. **Desenvolvimento de filme magnético utilizando maguemita recoberta com óleo de copaíba.** 2014. xxiv, 94 f., il. Dissertação (Mestrado em Nanociências e Nanobiotecnologia) - Universidade de Brasília, Brasília, 2014.
28. DUARTE, H. A. **Ferro-Um elemento químico estratégico que permeia história, economia e sociedade.** Química Nova, v. 42, p.1146-1153. 2020.
29. CUNHA, Jamile Altoé da. **ENCAPSULAMENTO DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS E CURCUMINA EM SÍLICA VISANDO APLICAÇÕES BIOMÉDICAS.** Dissertação de Mestrado (Engenharia Química). Universidade Federal do Rio de Janeiro/COPPE - Rio de Janeiro. 2018.
30. PANTA, Priscila Chaves. **Obtenção de nanopartículas de óxido de ferro por coprecipitação, sua estabilização com surfactantes e caracterização quanto à morfologia, cristalinidade e comportamento magnético.** Tese (Doutorado em Engenharia. Universidade Federal do Rio Grande do Sul/PPGE3M. Porto Alegre – RS. 2013.
31. Norma Brasileira. **Tintas - Determinação da aderência.** Associação Brasileira de Normas Técnicas. ABNT/NBR 11003. 2009.
32. SILVA, Suéllen Kelcya Gomes da. **Efeito de nanopartículas de óxido de ferro funcionalizadas com ácido cítrico no crescimento de *Pseudomonas aeruginosa*.** Dissertação de Mestrado (Ciências Aplicadas e Produtos para Saúde). Universidade Estadual de Goiás. Anápolis – GO. 2018
33. SOUZA, A. R., MOTA, D. P., PAULA, S. R. D., AGOSTINHO, S. M., SILVA, M. M. **Medidas de potencial de circuito aberto: um experimento para o ensino de eletroquímica.** Sociedade Brasileira de Química (SBQ), 32<sup>a</sup> Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química. 2009.