

COMPARISON OF TWO STAINING METHODS FOR ANODIZING IN ALLOY 6063 ALUMINUM PROFILES

PESSUTTO, Ana Carla^{1*}; JONKO, Eliena²

¹Universidade de Caxias do Sul, Engenharia Química.

²Universidade de Caxias do Sul, Laboratório de Corrosão e Proteção Superficial.

* Corresponding author
e-mail: acpessutto1@gmail.com

Received 15 October 2021; received in revised form 30 November 2021; accepted 02 December 2021

ABSTRACT

Background: Aluminum stands out for being a light, corrosion-resistant, and recyclable metal, achieving wide coverage in the market. When incorporated into alloying elements, it is possible to acquire other desirable characteristics. Alloy 6063, intended for architectural purposes, has aesthetic, structural, and strength functions. Anodized finishing is performed through an electrolytic process, ensuring a more resistant aluminum oxide film than that formed naturally. For decorative purposes, the anodic film coloration can be performed by several methodologies, in this case, for the coloration by organic adsorption, with the use of aniline, and the electrolytic coloration, composed of tin sulfate salts, both for obtaining the black color. **Aim:** Compare of two different staining methods on the surface of anodized profiles of aluminum alloy 6063. **Methods:** Profile samples were collected and tests were carried out to measure the thickness of the anodic layer, immersion tests with 3,5 percent sodium chloride, for 1000 hours, and neutral saline mist, for 600 hours. **Results and Discussion:** Both methodologies proved to be resistant to immersion tests with sodium chloride, as well as with neutral saline mist, and these tests are quite aggressive and provide corrosion of the material when not well treated. Corrosion points were only seen at the intersections performed, and in the rest of the area, no points were detected. **Conclusions:** The result of both methodologies was positive, considering that there was no corrosion in the tested samples, except in the intersections performed, as well as the maintenance of the color in both tested methodologies, which was not expected in the literature. For future work, it is suggested to deepen the study to perform electrochemical impedance spectroscopy tests to evaluate the strength of the anodic film and perform anodizing with the same parameters, however, with different anilines to analyze their behavior.

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

1. INTRODUÇÃO

O mercado do alumínio (Al) em escala industrial no Brasil, de acordo com informações da Revista Alumínio (2019), registrou aumento no consumo de produtos fabricados de Al em cerca de 10 % do ano de 2017 para o ano de 2018, sendo este oriundo de matéria-prima virgem e de reciclagem, com tonelagem de 1 milhão e 383 mil.

Levando-se em consideração as questões ambientais, em alta no atual cenário mundial, é de suma importância avaliar os impactos causados durante a produção e a utilização dos metais. Dentre estes, o Al tem destaque por ser um metal leve e versátil, além de resistente à corrosão e reciclável, obtendo ampla aplicação no mercado.

Em busca de materiais com durabilidade, resistência à corrosão e de embelezamento da

superfície, podem ser realizados, baseado na engenharia de superfície, tratamentos que envolvem as mudanças das propriedades visando obter estas características.

A anodização é um dos tipos de tratamentos de superfície mais aplicados sobre peças de Al. O processo é realizado com o intuito de formar uma fina camada de óxido de alumínio (Al_2O_3) que possibilita o aumento da vida útil do material, principalmente pelo fato de formar um filme cristalino, com poros de maior espessura, resistente à abrasão e à corrosão, proporcionando maior durabilidade aos meios que ficará exposto.

Devido à camada de óxido ser bastante porosa, a mesma pode vir a ser base para a aplicação de cores, quando o material for utilizado para fins decorativos. Há diferentes metodologias que podem proporcionar cor ao material, sendo as

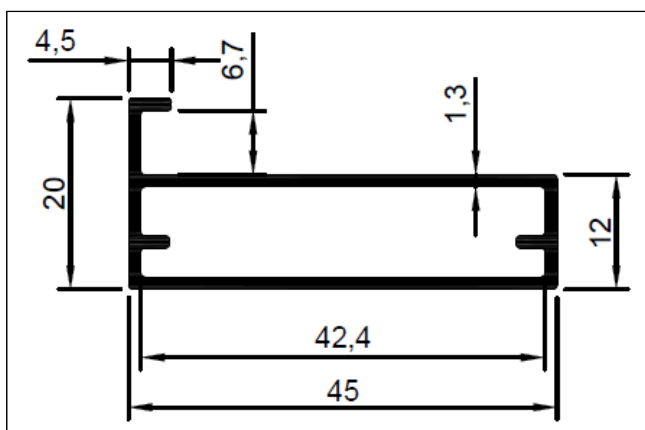
mais frequentes a pôr imersão, através da adsorção de substâncias orgânicas com o uso de anilinas ou outros componentes; e a pôr coloração eletrolítica, com o auxílio de eletrólitos e de sais metálicos, havendo entre estes processos diferenciações na aparência e na durabilidade.

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

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Materiais

Os corpos de prova utilizados foram perfis extrudados de liga de alumínio AA 6063, conforme Tabela 1, com tratamento térmico de solubilização, têmpera e envelhecimento (T6), amplamente utilizado para perfis destinados à construção civil. Os corpos de prova possuíam dimensões de base, em milímetros (mm), de acordo com a Figura 1.



Fonte: As Autoras (2020).

Figura 1. Base dos corpos de prova utilizados nos ensaios. Fonte: As Autoras (2020).

O processamento dos corpos de prova foi realizado nas dependências da empresa Alumiconte Componentes de Alumínio Eireli,

localizada no município de Vila Flores, no estado do Rio Grande do Sul. Ressalta-se que dados como o volume dos tanques, programas e marcas dos retificadores, bem como aditivos e marca de produtos químicos utilizados durante o processo não foram explanados por se tratar de dados de referências submetidas por acordo de sigilo industrial. As etapas foram executadas de acordo com a Figura 2.

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

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

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

Os corpos de prova foram furados nas extremidades com uma fresa universal, por meio uma broca, e em seguida, enganchados com pequenos ganchos de alumínio, uns nos outros, em bases de Al de liga 6063, para que o material pudesse receber a passagem de corrente elétrica durante o processo de anodização, conforme demonstrado na Figura 3.



Fonte: As Autoras (2020).

Figura 3. *Corpos de prova enganchados com ganchos de alumínio, sendo as bases de apoio deste mesmo material, favorecendo a passagem de corrente elétrica durante o processo de anodização.*

Logo, deu-se início ao processo de anodização. Os corpos de prova foram imersos em uma solução de H_2SO_4 , com concentração de 147 g/L, em temperatura ambiente de 20 °C, durante o tempo de 10 minutos (min), caracterizado por banho de desengraxe. Neste mesmo banho havia a presença de um aditivo, que tem por função auxiliar na remoção de graxas, gorduras e outras impurezas presentes na superfície. Em seguida, passou-se por um banho de lavagem composto por água desmineralizada e elementos químicos presentes do arraste do banho anterior, também mantido a temperatura ambiente.

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

temperatura ambiente.

O estágio seguinte foi o banho de neutralização, composto por uma solução de H_2SO_4 a uma concentração de 147 g/L, com temperatura de 30 °C e tempo de imersão de 5 min. O banho também continha um aditivo que tem por função auxiliar na remoção de impurezas presentes na superfície do material. Sequentemente, os corpos de prova foram submetidos ao banho de lavagem, a temperatura ambiente, composto por água desmineralizada e o arraste do banho anterior.

Na etapa seguinte, foi realizada a anodização. Nesta, o tanque havia contatos de cobre (Cu) na base superior, responsável por reter a estrutura da gancheira onde os corpos de prova estavam enganchados, o que possibilitava a condução da corrente elétrica ao material. Também era composto por eletrodos da liga de Al 6063 nas laterais e centro do tanque, posicionados verticalmente. Foi utilizado um retificador de 8.000 amperes (A) para a passagem de corrente elétrica. O banho era composto por uma solução de H_2SO_4 , com concentração de 197,96 g/L e 11,16 g/L de Al dissolvido. Também foi acrescido um aditivo, que tem por função auxiliar na formação de camadas mais duras e evitar a queima do filme de óxido de alumínio.

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

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

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

Para a coloração eletrolítica, os corpos de prova foram direcionados ao banho de coloração eletrolítica composto por sais de $SnSO_4$, com concentração de 10,81 g/L na solução, em temperatura de 24 °C, e aceitação de variação de ± 1 °C. Também constituído por H_2SO_4 a 20 g/L e

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

Em seguida, os corpos de prova foram direcionados para a selagem, descrita como “selagem A” na Figura 2. Este banho possuía Níquel (Ni) a 1467,75 ppm e Fluor (F) a 700 ppm, além do pH mantido em 6,80. A temperatura do banho era de 30 °C e o tempo de imersão deve ser relativo à camada formada, mantendo-se 1 min/μm. Neste caso, os corpos de prova foram mantidos imersos por 20 min. Posteriormente, os corpos de prova foram imersos em uma lavagem composta por água desmineralizada, Ni e F, além de outros possíveis contaminantes.

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

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

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

A anilina utilizada se destaca pela

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

Em seguida, os corpos de prova foram direcionados a uma “selagem B”, conforme descrito na Figura 2, composta por Ni a 1800 ppm e por F a 300 ppm. A selagem para as anilinas deve possuir menor concentração de F, que de acordo com o fornecedor, é necessária para evitar a perda de cor. A temperatura foi mantida em 18 °C e o pH em 7,12, mantendo-se o tempo de imersão de 1 min/μm, que neste caso, foi de 20 min. Em seguida, os corpos de prova foram submetidos a um banho de lavagem, seguido de aquecimento na estufa durante 30 min, a 75 °C, com queima por GLP para a secagem completa do material.

As etapas do processo realizado, de forma resumida, estão apresentadas na Tabela 2.

Por fim, todos os corpos de prova, tanto da coloração por adsorção orgânica, quanto pela coloração eletrolítica, foram direcionados aos ensaios de caracterização.

2.2. Métodos

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

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

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

Foi realizada a verificação da morfologia do filme anódico transversalmente e a medição da espessura da camada anódica. Os corpos de prova foram cortados com lado de 20 mm através

do auxílio de uma fresa universal de metal duro. Após, realizou-se o embutimento em moldes a fim de facilitar o manuseio, se fazendo necessário o lixamento e polimento no sentido da camada anódica para o metal (ABNT NBR 12611:2006). As amostras já embutidas, lixadas e polidas são apresentadas pela Figura 4.



Fonte: As Autoras (2020).

Figura 4. Corpos de prova embutidos para a leitura da espessura da camada anódica no MEV/FEG.

Como o embutimento foi realizado com material isolante, eles tendem a acumular a carga elétrica do feixe primário e geram artefatos na imagem. Deste modo, tornou-se necessário o recobrimento das amostras com ouro (processo de metalização ou “sputtering”), onde o depósito do metal é realizado em vaporização a vácuo (PVD), sendo este bastante eficiente, mesmo em objetos muito irregulares, pois os átomos atingem sua superfície oriundos de todas as direções, melhorando o sinal e a qualidade das imagens. A marca da metalizadora é Benton Deck V e este procedimento foi realizado no Laboratório Central de Microscopia (LCMIC), da Universidade de Caxias do Sul (UCS).

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

2.2.2. Névoa Salina Neutra

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

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

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

2.2.3. Ensaio de Imersão

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

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

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Neste Capítulo, são apresentados os resultados obtidos nos ensaios de determinação

da espessura da camada anódica. Também foram realizados os ensaios de névoa salina neutra e ensaios de imersão. Estes resultados serão comparados às especificações teóricas obtidas na literatura, com o intuito de validar o método mais apropriado e resistente quanto à aplicação da anodização, com coloração por meio dos métodos de adsorção orgânica e de coloração eletrolítica.

3.1. Análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV/FEG)

Foram realizadas as análises morfológicas da secção transversal de corpos de prova anodizados e coloridos por adsorção orgânica e por coloração eletrolítica, além de medir a espessura da camada anódica formada.

3.1.1. Análise morfológica da secção transversal

Foi realizada a análise morfológica de corpos de prova com metodologia de coloração por adsorção orgânica por MEV/FEG, conforme demonstra a Figura 5, em sua secção transversal.

Na Figura 5 (1), pode-se observar dois corpos de prova em paralelo com magnificação de 2.000 vezes. Na descrição de (a) observa-se o substrato de alumínio, em (b) tem-se a camada anódica formada e em (c) tem-se a resina utilizada para o embutimento dos corpos de prova. Na Figura 5 (2), com magnificação de 10.000 vezes, observa-se em (a) o substrato de alumínio, em (b) o filme de óxido de alumínio e em (d) tem-se a camada barreira formada, que separa o substrato metálico do filme anódico.

A análise morfológica de corpos de prova com coloração eletrolítica por MEV/FEG é demonstrada pela Figura 6, em sua secção transversal.

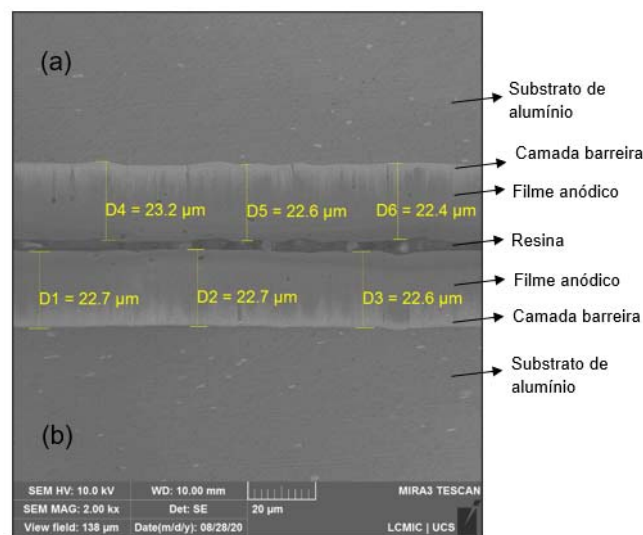
Na Figura 6 (1), tem-se dois corpos de prova em paralelo com magnificação de 2.000 vezes. Na descrição de (a) apresenta-se o substrato de alumínio, em (b) tem-se a camada anódica formada e, em (c), a resina utilizada para o embutimento dos corpos de prova. Na Figura 6 (2), com magnificação de 10.000 vezes, visualiza-se em (a) o substrato de alumínio, em (b) o filme de óxido de alumínio e em (d) a camada barreira que separa o substrato metálico do filme de óxido de alumínio.

Os filmes de óxido de alumínio (Al_2O_3) apresentam-se uniformes, tanto nas imagens da secção transversal dos corpos de prova com coloração por adsorção orgânica, quanto às com coloração eletrolítica. Esta uniformidade se deve a diversos fatores do processo, dentre eles, a escolha do eletrólito, a temperatura e o tempo de imersão na solução eletrolítica.

Neste estudo foi utilizado o ácido sulfúrico como eletrólito, que de acordo com a literatura, proporciona um crescimento do filme anódico mais poroso, com caráter constante do crescimento dos poros. Com relação ao tempo de imersão nesta solução, tem-se uma relação direta com a espessura, onde quanto maior for o tempo de anodização, maior será a espessura do filme de Al_2O_3 , dentro da espessura máxima que pode ser atigida nestas condições (BENSALAH *et al.*, 2009; GRUBBS, 1999 *apud* PACHECO, 2016).

3.1.2. Valores das medidas de espessuras do filme anódico

Na Figura 7 são apresentados os valores das medidas de espessura de dois corpos de prova por MEV/FEG para a metodologia de coloração por adsorção orgânica.

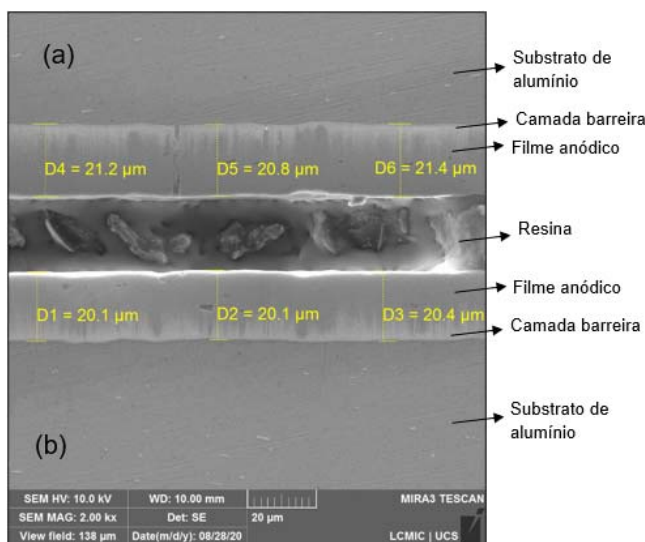


Fonte: As Autoras (2020).

Figura 7. Valores das medidas das espessuras da camada anódica de corpos de prova com coloração por adsorção orgânica.

No corpo de prova da Figura 7 (a), a média obtida da espessura do filme anódico é de 22,7 μm e no corpo de prova da Figura 7 (b) é de 22,7 μm . Observa-se, agora numericamente, que a camada anódica possui espessura uniforme em ambos os corpos de prova, obtendo valores próximos, e está se dá por motivos já apontados no item 4.2.1. Ressalta-se que há a presença de alguns picos e vales, que são formados devido à presença destes na própria camada do substrato do metal, tendo em vista que o filme de óxido de alumínio se forma sobre esta superfície (COURROL; PRETO, 2011).

Também foram medidas as espessuras dos corpos de prova eletrocoloridos por meio do MEV/FEG, conforme demonstra a Figura 8.



Fonte: As Autoras (2020).

Figura 8. Valores das medidas das espessuras da camada anódica de corpos de prova com coloração eletrolítica.

No corpo de prova da Figura 8 (a), a média obtida da espessura do filme anódico é de 21,1 μm e no corpo de prova da Figura 8 (b) é de 20,2 μm . Também é possível observar que as camadas anódicas são uniformes e regulares, com alguns picos e vales característicos do substrato do metal, assim como no método da coloração por adsorção orgânica.

É importante ressaltar que há um determinado tempo crítico, a partir do qual já não ocorre aumento da espessura do filme, uma vez

que ocorre não só o crescimento do filme anódico, como a dissolução parcial do mesmo por parte do eletrólito (GRUBBS, 1999 *apud* PACHECO, 2016). Por este motivo, a metodologia de anodização para fins arquitetônicos tem limitação da espessura da camada anódica obtida.

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

3.2. Resultados da Névoa Salina Neutra

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

Para a metodologia de coloração por adsorção orgânica, a olho nu, foram visualizadas previamente ao ensaio algumas manchas esbranquiçadas na superfície dos corpos de prova, de acordo com a Figura 9, onde os corpos de prova foram caracterizados por 0423/2020 pelo LCOR.

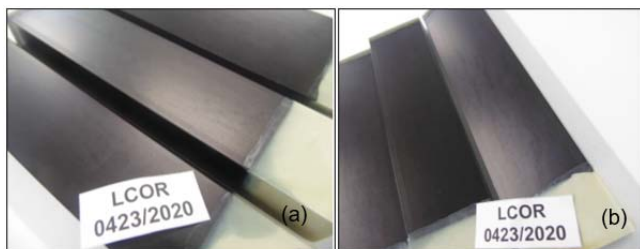


Fonte: LCOR | UCS (2020).

Figura 9. Corpos de prova com coloração por adsorção orgânica previamente ao ensaio de névoa salina neutra.

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

Posteriormente, a 504 horas, manchas maiores foram observadas sobre quase a totalidade da superfície de todos os corpos de prova, conforme apresenta a Figura 10 a e 10 b, respectivamente.



Nota: (a) referente a 192 h de exposição; (b) referente a 504 h de exposição.

Fonte: LCOR | UCS (2020).

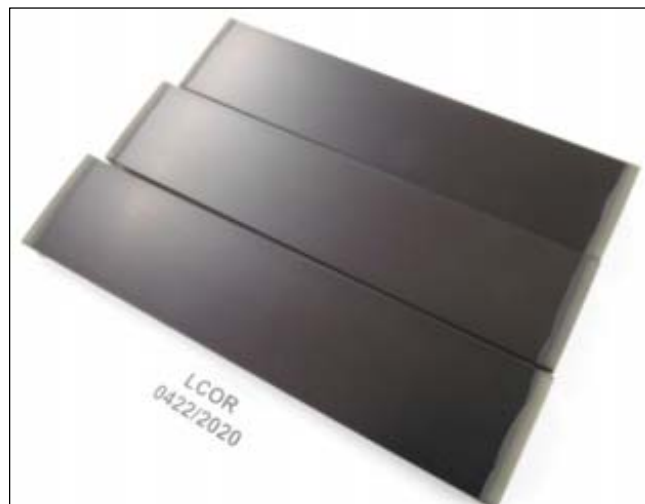
Figura 10. *Corpos de prova com coloração por adsorção orgânica posterior exposição à névoa salina neutra após 192 h e 504 h de ensaio.*

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

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

Para a metodologia de coloração eletrolítica, a olho nu, nenhuma observação se fez

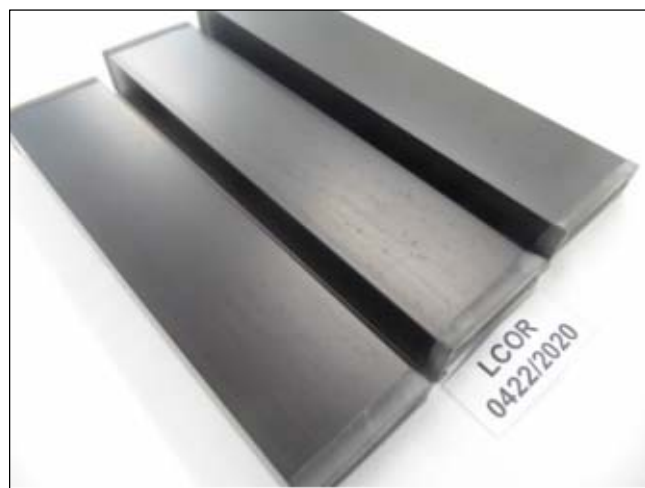
necessária sobre a visualização prévia dos corpos de prova, conforme apresenta a Figura 11, caracterizados pelo LCOR como 0422/2020.



Fonte: LCOR | UCS (2020).

Figura 11. *Corpos de prova com coloração eletrolítica previamente ao ensaio de névoa salina neutra.*

Em 192 horas foram visualizadas pequenas manchas sobre a superfície dos três corpos de prova, conforme apresenta a Figura 12.



Fonte: LCOR | UCS (2020).

Figura 12. *Corpos de prova com coloração eletrolítica posteriormente à exposição de 192 h.*

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

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

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

3.3. Resultados dos ensaios de imersão

Os corpos de prova anodizados e coloridos por meio da coloração por adsorção orgânica foram submetidos ao ensaio de imersão em uma solução de NaCl 3,5 %. Na Figura 13, tem-se a aparência destes posteriormente ao período de 48 h, 240 h, 408 h, 552 h e 1.000 h de imersão.

Durante o período de 48 h e 240 h de imersão, representado respectivamente pelas Figuras 13 (a) e 13 (b), nenhuma alteração foi possível ser visualizada a olho nu sobre a superfície. No tempo de imersão de 408 h, Figura 13 (c), visualizou-se alguns pontos de corrosão na interseção realizada nos corpos de prova.

Em 552 h, representado pela Figura 13 (d), estes pontos de corrosão aumentaram de tamanho, sendo visíveis apenas na interseção, estando a área superficial com aparência igual ao corpo de prova padrão. Também não houve descoloração e nem mudança de brilho na

superfície a olho nu.

Em 1.000 h, de acordo com a Figura 13 (e), o corpo de prova apresentou pontos de corrosão ainda mais sobressalentes sobre a interseção realizada. No restante da área superficial, nenhum outro ponto de corrosão foi visualizado a olho nu. Também não foram notadas alterações de cor e nem perda de brilho, conforme demonstra a Figura 14.



Fonte: As Autoras (2020).

Figura 14. Aparência dos corpos de prova com metodologia de coloração por adsorção orgânica posteriormente 1.000 h de imersão em NaCl 3,5 %.

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

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

Os corpos de prova anodizados e com a metodologia da coloração eletrolítica foram submetidos ao ensaio de imersão em uma solução de NaCl 3,5 %. Na Figura 15, tem-se a aparência destes corpos de prova posteriormente ao período de 48 h, 240 h, 408 h, 552 h e 1.000 h de imersão.

Durante o período de 48 h, representado

pela Figura 15 (a), nenhuma alteração visual foi observada. Após as 240 h de exposição à imersão, representado pela Figura 15 (b), nenhuma alteração visual sobre a superfície foi observada, mantendo-se os corpos de prova semelhantes ao padrão. No tempo de imersão de 408 h, conforme Figura 15 (c), visualizaram-se alguns pontos de corrosão na interseção realizada nos corpos de prova.

Ainda na interseção, após 552 h de imersão, representado pela Figura 15 (d), estes pontos de corrosão aumentaram de tamanho. Ressalta-se que o restante da área superficial se manteve com aparência igual ao corpo de prova padrão, a olho nu, não sendo notada nenhuma alteração de cor e nem de brilho.

Em 1.000 h, conforme Figura 15 (e), os corpos de prova apresentaram pontos de corrosão ainda mais sobressalentes, entretanto, estes se mantiveram apenas sobre a interseção. Nas demais áreas não são visualizados pontos de corrosão a olho nu. Também não houve alteração de cor e nem perda de brilho, conforme demonstra a Figura 16.



Fonte: As Autoras (2020).

Figura 116. Aparência dos corpos de prova com metodologia de coloração de adsorção orgânica durante a imersão dos mesmos em uma solução de NaCl 3,5 % após 1.000 horas.

Assim como na metodologia de coloração por adsorção orgânica, ocorreu a presença de pites, em pontos localizados, devido ao contato

com os íons Cl⁻. Também é possível constatar que a área onde não houve interseção não sofreu nenhum tipo de corrosão, demonstrando a resistência do filme de óxido de alumínio formado durante a anodização, quando caracterizado a olho nu.

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

4. CONCLUSÕES:

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

- Pode-se observar que os corpos de prova anodizados e coloridos por adsorção orgânica e por coloração eletrolítica apresentaram filmes anódicos uniformes e homogêneos entre os pontos medidos em cada metodologia, com espessuras médias de 22,70 μm e 20,67 μm , respectivamente;
- Para o ensaio de névoa salina neutra, ambas as metodologias apresentaram resultados satisfatórios, o que não era esperado pela literatura;
- Nos ensaios de imersão com NaCl não houve perda de coloração e a corrosão foi visível posteriormente a 408 h de exposição em ambas as metodologias.

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

5. DECLARAÇÕES:

5.1. Limitações do estudo

Nenhuma limitação era conhecida no momento do estudo.

5.2. Fonte de financiamento

Essa pesquisa foi financiada pelos autores.

5.3. Open Access

This article is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 (CC BY 4.0) International License, which permits use, sharing, adaptation, distribution, and reproduction in any medium or format, as long as you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons license, and indicate if changes were made. The images or other third-party material in this article are included in the article's Creative Commons license unless indicated otherwise in a credit line to the material. If material is not included in the article's Creative Commons license and your intended use is not permitted by statutory regulation or exceeds the permitted use, you will need to obtain permission directly from the copyright holder. To view a copy of this license, visit <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

7. REFERÊNCIAS:

1. ABAL – Associação Brasileira do Alumínio. **Coletânea de normas técnicas de alumínio e suas ligas**. São Paulo: ABAL, 2008. 758 p.
2. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM B117-18**: Standard practice for operating salt spray (fog) apparatus. West Conshohocken, 2018.
3. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12611**: Alumínio e suas ligas - tratamento de superfície – determinação da espessura da camada anódica – método de microscopia óptica. Rio de Janeiro, 2006.
4. BENSALAH, W. *et al.* Mechanical failure of anodized film of aluminium in bending. **Materials and Design**, [S.l.], v. 30, n. 8, p. 3141-3149, Sept. 2009.
5. BORGES, A. A. C. **Efeito do jateamento com granalhas de aço na tensão residual e no comportamento mecânico da liga de alumínio 6083**. 2017. 158f. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear – Materiais) – Instituto de Pesquisas Energética e Nuclear (IPEN). São Paulo, 2017.
6. CLARIANT International Ltd. **Varição nas cores** – o tingimento de alumínio anodizado. Clariant International Ltd. Suíça: 2015. 47 p.
7. CLARIANT Ltda. **Sanodye Blue 2LW**. Disponível em: chemiepraktika.pbworks.com. Acesso em: 30 abr. 2020.
8. COURROL, L. C.; PRETO, A. O. **Óptica geométrica** [online]. 1. ed. São Paulo: Editora Unifesp, 2011. 168 p.
9. GENTIL, V. **Corrosão**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2017. 360 p.
10. PACHECO, D. M. C. **Otimização e rastreabilidade do processo de oxidação anódica, com coloração orgânica de componentes em ligas de alumínio**. 2016. 83f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto. Porto, 2016.
11. PERTILE, T. S.; BEUX, T. D.; BIRRIEL, E. J. Denominações dos defeitos encontrados em superfícies pintadas e galvanizadas submetidas a ensaios acelerados de corrosão. *In*: INTERCORR. 38., São Paulo, 2018. **Anais** [...]. São Paulo: ABRACO. 2018. 9 p.
12. QUALANOD. **Diretivas para a Marca de Qualidade QUALANOD para Anodização do Alumínio Baseada em Ácido Sulfúrico**. Zurique, 2020.
13. REVISTA ALUMÍNIO. **Consumo de alumínio no Brasil cresce em 10% em 2018**. 25 abr. 2019. Disponível em: <https://revistaaluminio.com.br/consumo-de-aluminio-no-brasil-cresce-10-em-2018/>. Acesso em: 30 mar. 2020.
14. UCS. **Laboratório central de microscopia**. Disponível em:

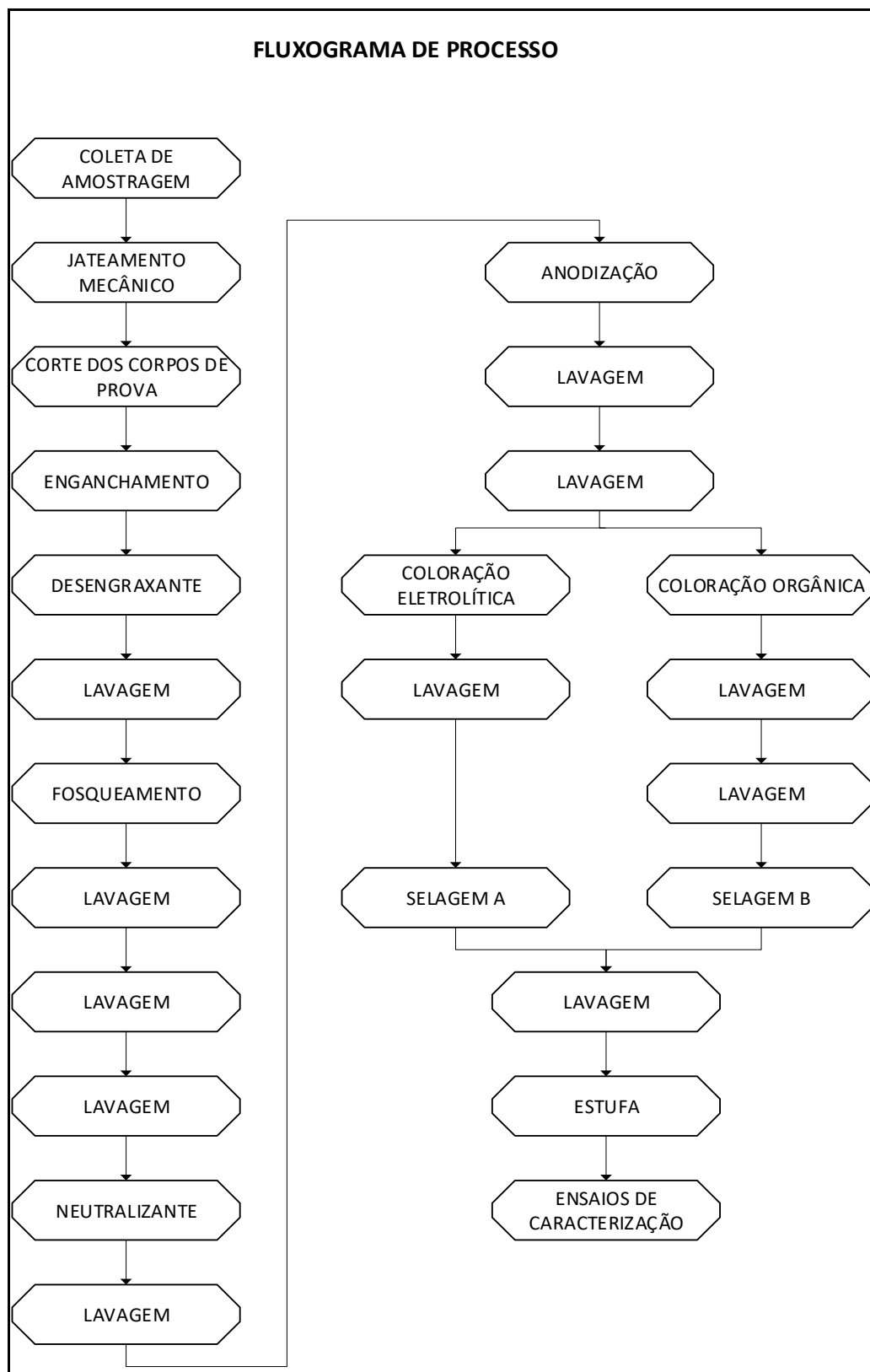
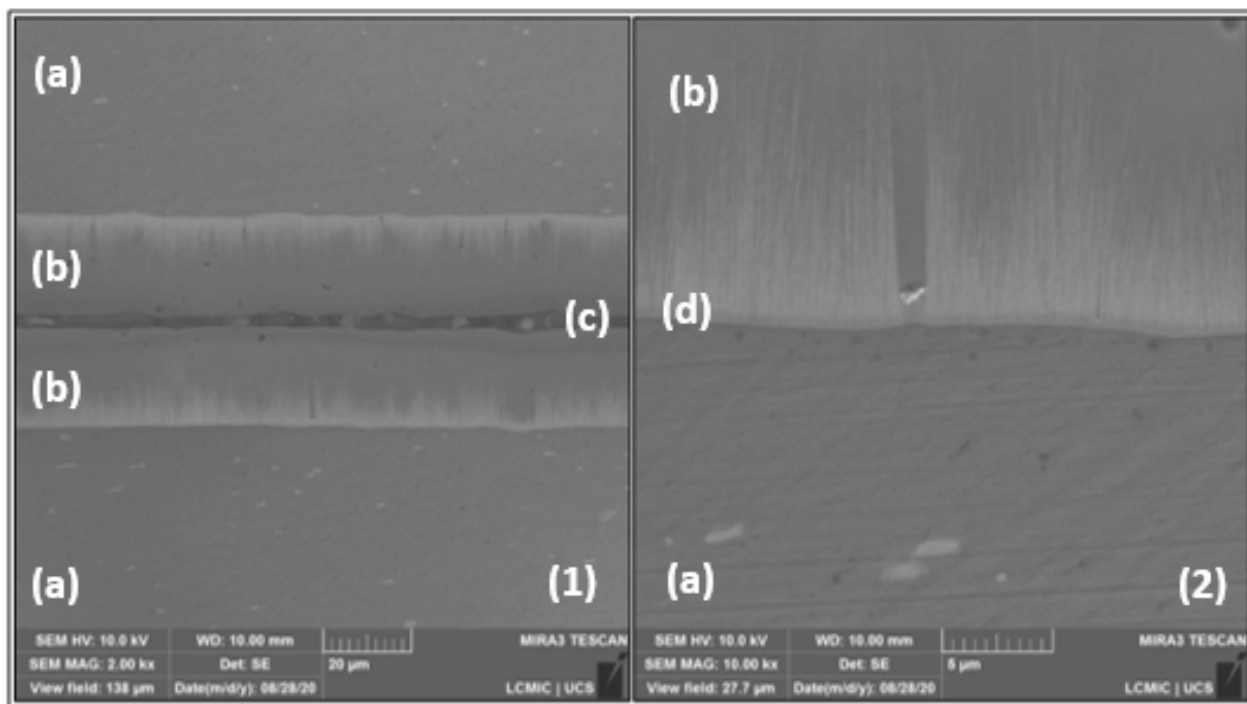
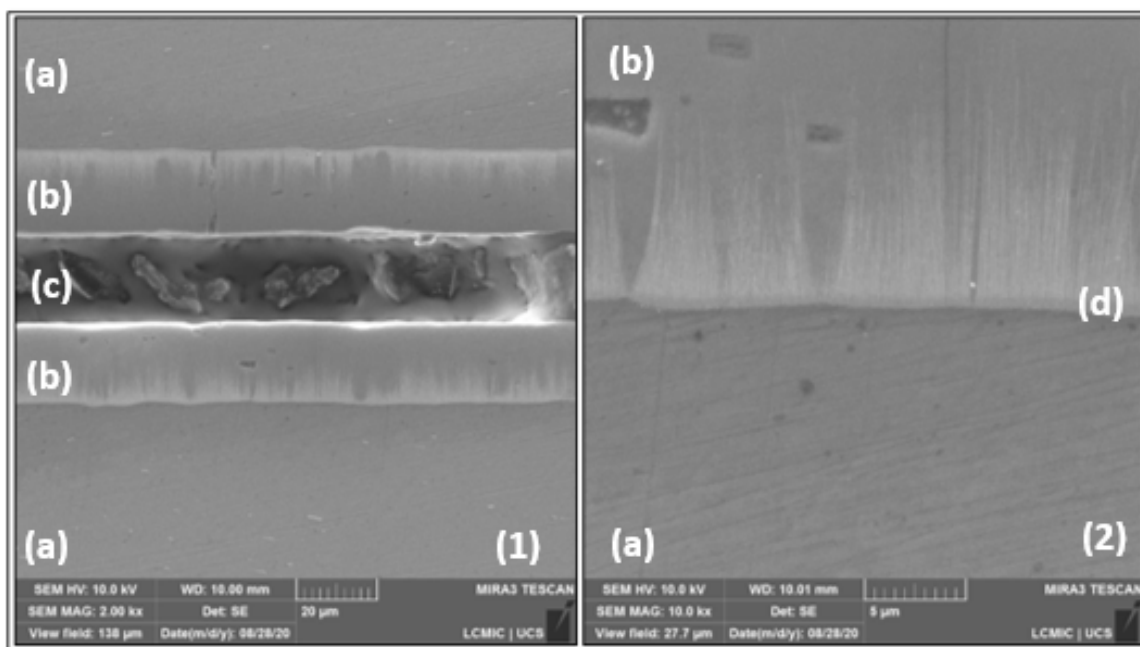


Figura 2. Etapas realizadas com os corpos de prova para realização do tratamento de conversão de anodização e coloração do filme anódico. Fonte: As Autores (2020).



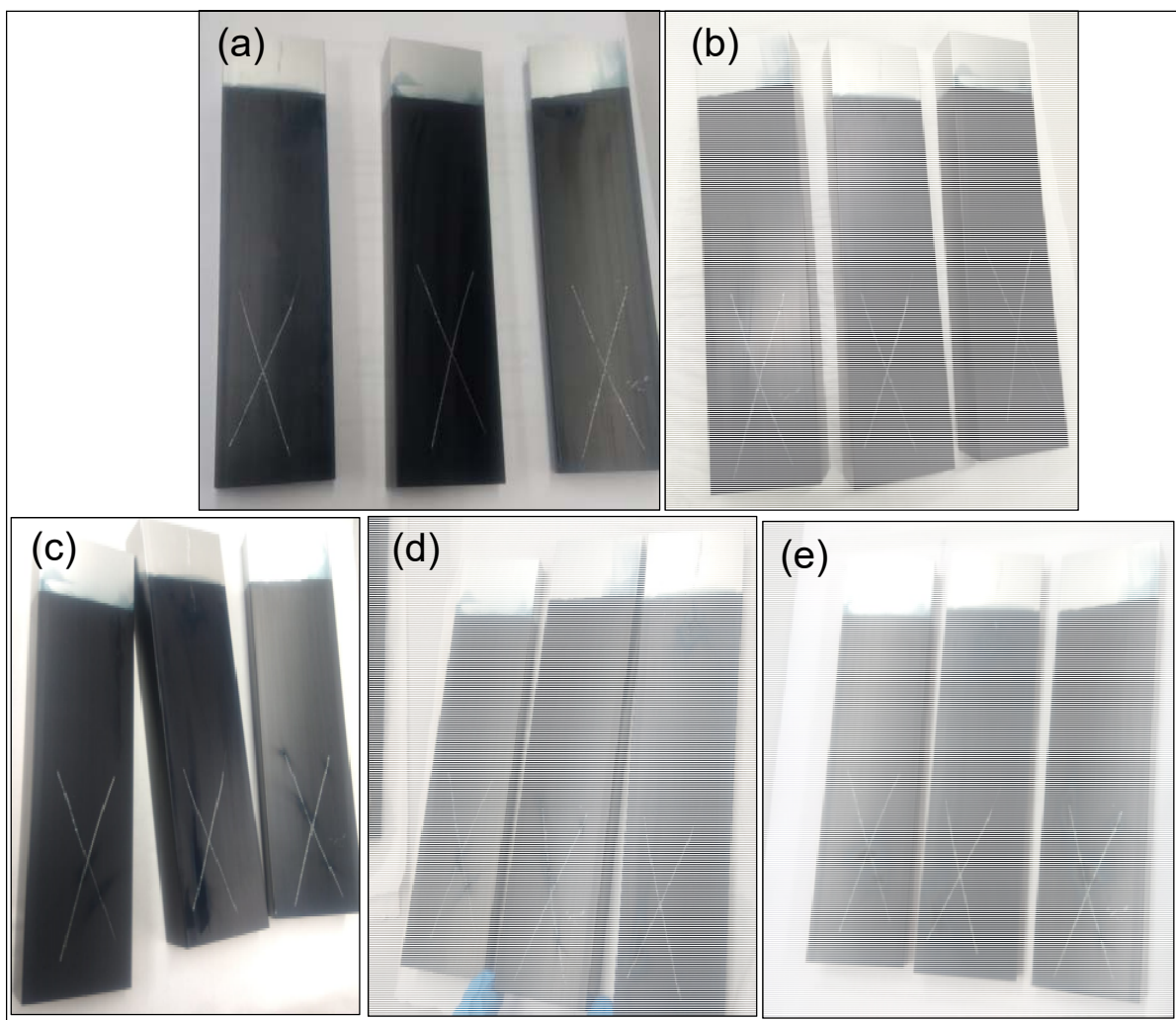
Nota: (a) substrato do alumínio; (b) filme de óxido de alumínio; (c) resina; (d) camada barreira. Magnificação de 2.000x na Figura 20 (1); magnificação de 10.000x na Figura (2).

Figura 5. Aparência da espessura das camadas anódicas com coloração por meio da adsorção orgânica avaliado no MEV/FEG. Fonte: A Autora (2020).



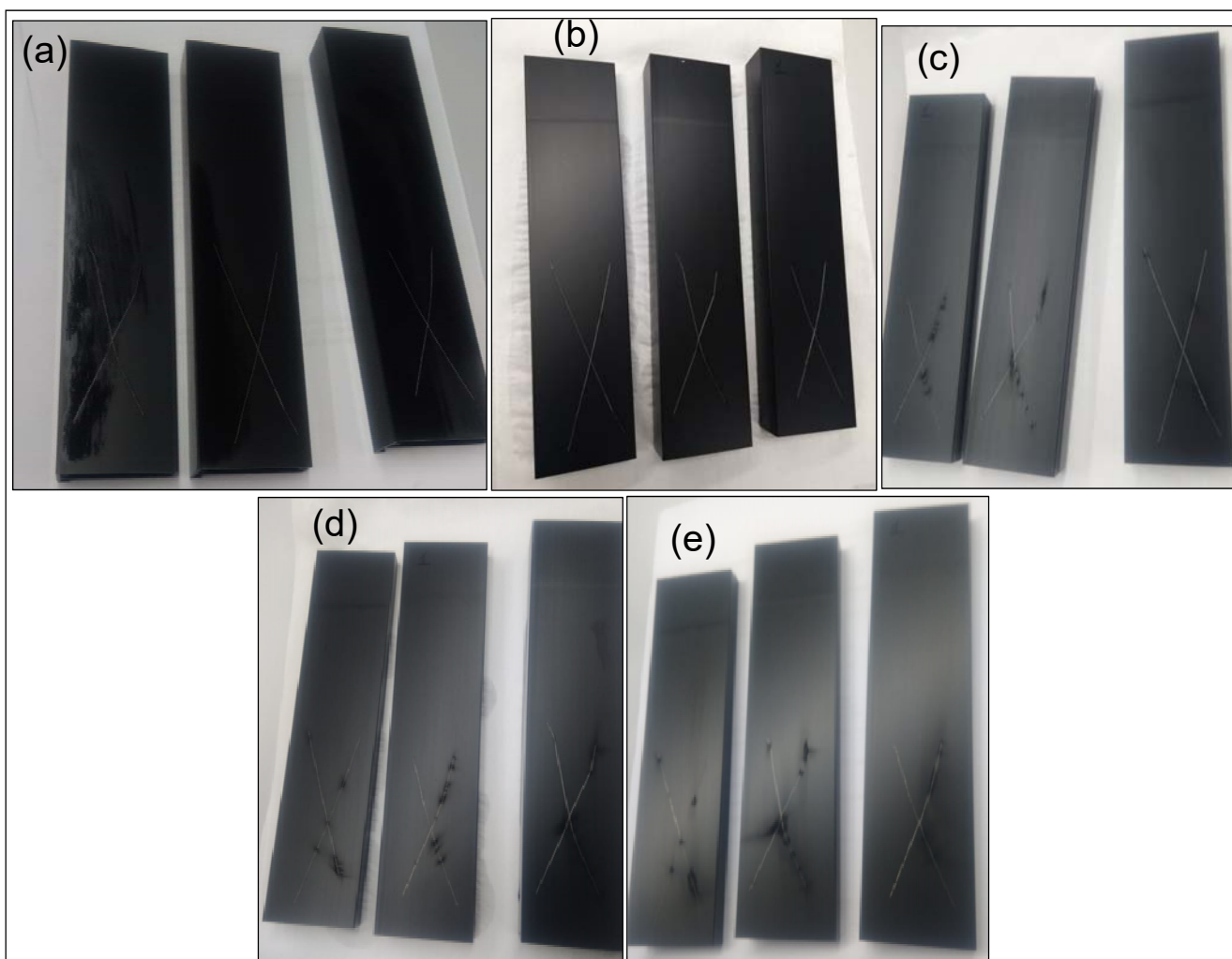
Nota: (a) substrato do alumínio; (b) filme de óxido de alumínio; (c) resina; (d) camada barreira. Magnificação de 2.000x na Figura 21 (1); magnificação de 10.000x na Figura 21 (2).

Figura 6. Aparência da espessura da camada anódica com coloração eletrolítica através da análise do MEV/FEG. Fonte: A Autora (2020).



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

Figura 13. Aparência dos corpos de prova com metodologia de coloração por adsorção orgânica durante a imersão dos mesmos em uma solução de NaCl 3,5 % após 1.000 horas. Fonte: A Autora (2020).



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

Figura 15. Aparência dos corpos de prova com metodologia de coloração de adsorção orgânica durante a imersão dos mesmos em uma solução de NaCl 3,5 % após 1.000 horas. Fonte: A Autora (2020).

Tabela 1. Composição química da liga de alumínio 6063 (Elementos químicos em % mássica)

Liga	Si (%)	Fe (%)	Cu (%)	Mn (%)	Mg (%)	Cr (%)	Zn (%)	Ti (%)	Outros (%)	Al (%)
6063	0,20 a 0,60	0,35	0,10	0,10	0,45 a 0,90	0,10	0,10	0,10	0,15	Restante

Fonte: ABAL (2008, p. 14).

Tabela 2. Informações das etapas do processo

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

Fonte: As Autoras (2020).