

## Utilização da caracterização microestrutural para avaliar oxidação precoce em alças de granadas não letais fabricadas de aço carbono galvanizado

*Using microstructural characterization to evaluate the premature oxidation of non-lethal grenades handles made of galvanized carbon steel*

Claudio Estanqueiros do Rêgo  
Fábio Luiz da Veiga  
Simone Pereira Taguchi Borges  
Luiz Antônio Borges Júnior  
Maria Ismenia Sodero Toledo Faria

Artigo  
Original

Original  
Paper

### Palavras-chave:

Oxidação  
Galvanização  
Alça de granada não letal.

### Resumo

Este trabalho tem por objetivo caracterizar possíveis causas de problema de oxidação precoce em peça técnica de aço carbono 1010 utilizada como alça de granada não letal, submetida a tratamento de galvanização com deposição de zinco por processo eletrolítico. A espessura da camada é de 8 a 10  $\mu\text{m}$ , e é submetida a testes de névoa salina por 6 horas. O tratamento aplicado além de evitar a oxidação visa aspectos estéticos. As amostras oxidadas passaram por preparação metalográfica, e a microestrutura do corte transversal e da superfície oxidada foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Nas imagens obtidas foram identificadas falhas na camada de revestimento que podem ser ocasionadas por deficiência no processo de desengraxe e decapagem ou por baixa qualidade do agente passivador.

### Abstract

*This article focuses the characterization of possible causes of premature oxidation problems in technical metal part of grenade's handle produced by 1010 carbon steel coated by a treatment galvanized process. The thickness of coated is 8 to 10  $\mu\text{m}$ , and the material is tested in a salt spray chamber for 6 hours. The mainly objectives of this treatment are protection against oxidation and aesthetic appearance. For the examination of the microstructure cross-sections from the galvanized oxidized samples have been cut, mounted in Bakelite and realized metallographic preparation. The oxidized surface was analyzed by scanning electron microscope (SEM). On the obtained images were identified gaps in the protected surface that can be caused by a deficiency on the processes of degreasing and pickling or for low quality of the passive agent.*

### Key-words:

Oxidation  
Electroplating  
Non-lethal  
grenades handles

<sup>1</sup> Aluno do Mestrado Profissional em Materiais – MEMAT - UNIFOA

<sup>2</sup> Condor SA indústria Química.

<sup>3</sup> Aluno do Mestrado Profissional em Materiais – MEMAT - UNIFOA

<sup>4</sup> Universidade Federal do Espírito Santo - UFES

<sup>5</sup> Universidade Federal do Espírito Santo - UFES

<sup>6</sup> Centro Universitário de Volta Redonda – UniFOA

## 1. Introdução

O emprego de revestimento de zinco para proteção de corrosão em substratos ferrosos é largamente utilizado. A ação protetora deste revestimento resulta do fato do zinco reagir com compostos da atmosfera como  $O_2$ ,  $H_2O$  e  $CO_2$ , formando um denso e aderente filme, altamente insolúvel em água, constituindo-se numa barreira que isola o zinco da agressão do meio ambiente<sup>(1)</sup>.

Aços galvanizados são materiais resistentes a corrosão, e são usados em diferentes aplicações, como construção civil, indústria automobilística e diversos outros empregos. O aço é protegido pela camada de zinco através de uma efetiva barreira e efeito galvânico, no qual o zinco age como anodo enquanto o aço age como catodo. Na maioria dos ambientes naturais o zinco corroi muito mais lentamente que o aço, assim a vida útil de uma estrutura de aço galvanizado é grandemente aumentada quando comparada ao aço sem revestimento. Várias investigações têm sido feitas sobre a resistência à corrosão do zinco e de aço revestido de zinco. Os resultados indicam que o revestimento fornece de forma eficaz proteção contra corrosão catódica do aço em quase todos os ambientes: aquosos, neutros ou ácidos, exceto em água quente, onde a inversão de polaridade pode acontecer<sup>(2)(3)</sup>.

O termo corrosão significa destruir gradativamente. Define-se corrosão como sendo o ataque de um material pela reação com o meio, com conseqüente deterioração de suas propriedades. Os minérios mais comuns são constituídos de metais na forma de óxido ou sulfeto. A extração do metal de um minério constitui um processo de fornecimento de energia, passando a um estado estável. Esse estado terá a tendência para passar a um nível instável através da liberação de energia<sup>(4)</sup>.

Galvanização ou eletroformação é o processo em que metais são revestidos por outros mais nobres, geralmente para proteger da corrosão ou para fins estético-decorativos, a saber: douração, cromagem, prateação e zincagem. O principal objetivo da galvanização a fogo, ou seja, zincagem por imersão a quente é impedir o contato do metal base, o aço, com o meio corrosivo<sup>(4)</sup>.

A galvanização a fogo tem por objetivo impedir que ocorra a liberação de energia não permitindo a deterioração (oxidação) do componente metálico, impedindo assim o processo corrosivo com aplicação de uma fina camada de zinco sobre a superfície do aço aumentando sua vida útil. Esta proteção ocorre porque o zinco é mais anódico (menos nobre) do que o ferro na série galvânica, portanto é ele que se corrói originando a proteção catódica, ou seja, o zinco se sacrifica para proteger o ferro<sup>(4)</sup>.

A velocidade de corrosão do zinco é 1/10 da velocidade de corrosão do ferro, o que é primordial no cálculo da vida útil. A zincagem é o processo mais antigo e mais utilizado na proteção de objetos feitos de ferro ou de aço. O processo é o mesmo utilizado para outros materiais, porém o zinco possui uma temperatura de fusão de aproximadamente 419°C e, por isso, a solução (substrato) deve estar a uma temperatura entre 430 e 460°C, acelerando a reação entre ferro e zinco. Esse processo popularmente conhecido como galvanização a fogo ou galvanização a quente foi descoberto pelo químico francês Melouin em 1741 e patenteado pelo engenheiro Sorel em 1837<sup>(4)</sup>.

As principais etapas do processo são:

**Amarração:** as peças a serem revestidas são penduradas com arame em uma estrutura suspensa numa ponta móvel;

**Desengraxe:** remoção de óleos, gorduras, etc., que pode ser por processo químico ou eletrolítico;

**Lavagem:** remoção do desengraxante, completando a limpeza com utilização de água corrente;

**Decapagem:** retirada da camada de oxidação, casca, resíduos de soldas, carepa etc., por processo químico (ácido sulfúrico/clorídrico) esta fase é denominada também de desoxidação;

**Lavagem:** remoção de sais do metal formado durante a decapagem e resíduos de ácido (água corrente);

**Fluxo:** solução de cloreto de amônia e cloreto de zinco para se obter uniformidade do banho de zinco, acelerando a reação Fe-Zn;

**Zinco:** banho de zinco fundido com 99,99 % de pureza, aquecido a 450 °C. A velocidade da reação é muito rápida a princípio, formando-se durante esse período inicial a maior parte da espessura da camada. Em seguida, a reação passa a ser mais lenta e a espessura da camada depositada não aumenta muito, mesmo que a peça permaneça imersa por longo período;

**Neutralização:** realizada com emprego de ácido nítrico;

**Passivação:** proteção do revestimento de zinco, empregando  $\text{Cr}^{+3}$  com posterior lavagem com água e secagem em centrifuga ou estufa a 70 °C. Passivação é denominada também de conversão química em meio ácido. Quando esta etapa do processo é efetuada de forma inadequada forma zinco passivado branco que não possui resistência a ambientes com alta salinidade (próximo ao mar).

A espessura do revestimento varia de acordo com a composição química do aço, composição do banho de zinco, temperatura e tempo de imersão. Os produtos zincados podem ser pintados, com a vantagem adicional de maior longevidade proporcionada pela película de tinta, comparada quando aplicada diretamente sobre o aço sem tratamento<sup>(5)</sup>.

Embora o aço galvanizado seja apropriado para diversas aplicações, este tem apresentado oxidação precoce em alças de granadas não letais. A oxidação não interfere tanto na utilização do produto, mas prejudica a estética, e portanto na imagem da empresa. Este estudo demonstra a importância de uma análise científica visando o estabelecimento de parâmetros técnicos para melhoria da qualidade de um componente industrializado e largamente empregado em tecnologias não letais.

## 2. Materiais e Métodos

### 2.1. Características e processamento das amostras

A alça de granada é obtida por processo de estampagem de chapa de aço SAE 1010 com dimensões de 0,8 x 34 x 130 mm, e posterior processo de galvanização. A Fig. 1 apresenta

a peça técnica com oxidação precoce tanto na região interna como externa e também na parte superior da alça.

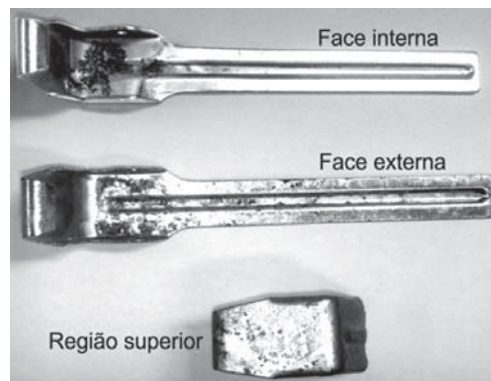


Figura 1 – Partes constituintes da amostra.

A espessura de zinco branco brilhante sobre o aço (galvanização) é de 8 a 10 microm. É resistente a teste de névoa salina 5%, a 35°C, duração de 6 horas com acabamento final sem manchas, mossas e riscos a olho nu. A galvanização é utilizada para dar resistência à oxidação em aços, em função do tempo.

O aço SAE 1010 não aceita têmpera, portanto a resistência da peça é dada no momento da estampagem, pela conformação de uma nervura.

### 2.2. Preparação metalográfica

Foram selecionadas amostras de regiões diferentes da peça que apresentaram oxidação precoce. As amostras foram seccionadas com auxílio de uma cortadeira de precisão (Isomet), utilizando-se disco de baixa dureza, pressão adequada de corte, além de líquido refrigerante para prover lubrificação/remoção de material residual e conservação da temperatura. Esses cuidados foram tomados para evitar o encruamento das amostras. Os cortes foram transversais com o objetivo de analisar a espessura e qualidade de tratamento superficial.

As amostras cortadas foram embutidas a quente, em baquelite (25 mmΦ), pressão de 300 kg/cm<sup>2</sup>, a 150 °C. O embutimento serve para facilitar o manuseio e preservar as bordas e superfície da amostra durante a preparação.

As amostras foram lixadas para remover os danos mecânicos introduzidos no corte, utilizando lixas d'água de gramaturas desde 200 a 1200 mesh. A direção de lixamento foi mudada em 90° para cada troca de lixa para garantir

que todas as marcas da etapa anterior fossem eliminadas. Após o lixamento as amostras foram submetidas ao processo de polimento que visa à obtenção de uma superfície plana, lisa e com alta refletividade, empregando-se pasta de alumina em pano de polimento, movimentando continuamente a amostra em rotação oposta ao movimento do disco.

### 2.3. Análise microscópica

A análise microscópica foi efetuada com auxílio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV), no modo de elétrons retroespalhados e elétrons secundários. Foram obtidas imagens com ampliações distribuídas em diferentes partes da alça, em regiões com e sem falha do revestimento para permitir observar a qualidade do revestimento das amostras e a identificação de possíveis problemas que justifiquem sua oxidação precoce.

## 3. Resultados e Discussão

A micrografia da região superior da amostra (Fig. 2) sugere uma oxidação na camada de revestimento não atingindo o aço carbono e falhas no meio da camada de revestimento, evidenciando que nesta região a oxidação se propaga no sentido do revestimento para o aço.

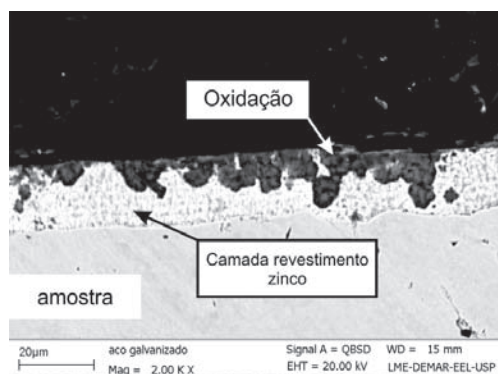


Figura 2. Micrografia da região superior da amostra.

A Fig. 3 apresenta uma micrografia da região da face interna da amostra, indicando pontos de falhas do revestimento (lacunas) na camada do revestimento de zinco. Fig. 4 é referente à região curva da face externa que demonstra descontinuidade e falta de homogeneidade da camada de zinco. A Fig. 5 sugere

a presença de corrosão na interface da camada de revestimento de Zn. No entanto, não foi realizada uma análise química nesta amostra a fim de comprovar a existência de oxigênio.

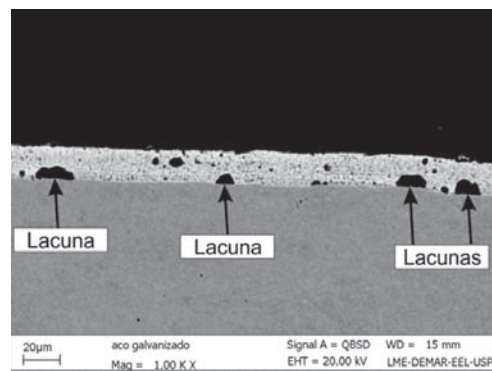


Figura 3. Face interna da amostra com lacunas no revestimento.

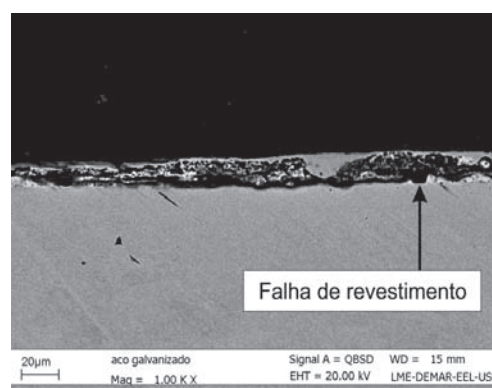


Figura 4. Descontinuidade de revestimento.

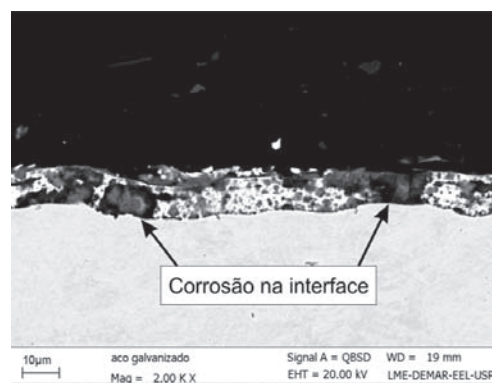


Figura 5. Corrosão na interface Zn – Fe.

Diversos fatores de processo podem promover a oxidação de alças, como:

A presença de manchas e pouca aderência provocada pela não formação de uma superfície metálica microscopicamente limpa e totalmente molhada na fase de desengraxe é uma das causas de deficiências em peças de aço carbono para aplicação de revestimento à base de zinco.(6)

O emprego de ácido utilizado em solução decapante não compatível com a qualida-



de desejada para o produto final também pode comprometer a qualidade do revestimento.

A não remoção perfeita de líquido residual durante a etapa de lavagem. Esse líquido é originado após estágio químico ou eletrolítico que a peça é submetida, também pode afetar etapas subsequentes do processamento, que pode levar à produção de peças com baixa qualidade no revestimento.

Inspecção metalográfica da camada de revestimentos proporciona uma ferramenta benéfica para caracterização do desenvolvimento da camada de revestimento de Zn que ocorre durante um processo de galvanização. Segundo Jordan, et.al. (7), a Metalografia, por si só não pode determinar a identidade das fases presentes, mas pode prover importantes informações quando usada em conjunto com outras técnicas de caracterizações. (7). Desta forma, técnicas complementares devem ser utilizadas para uma confirmação das hipóteses sugeridas no trabalho.

#### 4. Conclusões

Confrontando-se as possíveis causas de problemas em um processamento de galvanização com as técnicas utilizadas e micrografias analisadas, sugere-se que a oxidação precoce pode ter ocorrido no processo inicial de preparação das peças para o banho eletrolítico, que ficou comprometida devido à possibilidade de corrosão na interface, identificada na micrografia da Fig. 5, bem como a etapa de remoção do líquido residual durante a etapa de lavagem. As etapas de desengraxe e desoxidação (decapagem) atenderam com restrições as determinações estabelecidas, ou seja, lavagem após a fase de passivação (conversão meio ácido) inadequada.

Outras possibilidades de oxidação precoce podem estar relacionadas com a pouca espessura na camada de revestimento, o que pode ser observado na micrografia da Fig.4 devido a descontinuidade de revestimento, na região curva da face externa e baixa qualidade do agente passivador, que é à base de  $Cr^{+3}$ .

#### 5. Referências Bibliográficas

1. PISTOFIDIS, N.; VOURLIAS, G.; KONIDARIS, S.; PAVLIDOU, E.; STERGIU, A.; STERGIOUDIS, G. Microstructure of zinc hot-dip galvanized coatings used for corrosion protection. **Materials Letters** 60(2006) 786–789, 2005. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com>>. acesso em: 29 de março 2010.
2. ZHANG, X. G.; VALERIOTE, E. M. Galvanic Protection of steel and galvanic corrosion of zinc under thin layer electrolytes, 1993. **Corrosion Science**, Britain, v.34, n.12, p. 1957 – 1972, 1993.
3. CARBUCICCHIO, M.; CIPRIAN, R.; OSPITALI, F.; PALOMBARINI, G. Morphology and phase composition of corrosion products formed at the zinc-iron interface of a galvanized steel. **Corrosion Science**, 50(2008) 2605 - 2613. Disponível em: <<http://www.elsevier.com/locate/corsci>>. acesso em: 05 de abr. 2010.
4. GALVANOPLASTIA. In: WIKIPÉDIA, a enciclopédia livre. Flórida: Wikimedia Foundation, 2011. Disponível em: <<http://pt.wikipedia.org/w/index.php?title=Galvanoplastia&oldid=25962662>>. Acesso em: 05 dez. 2009.
5. Disponível em: <<http://pt.shvoong.com/exact-sciences/engineering/1767956-zincagem-por-imers%C3%A3o-quente/>> acesso em 05 de dezembro 2009.
6. TRATAMENTO de efluentes líquidos de galvanoplastias. 2006. Disponível em <[http://200.144.189.36/phd/LeArq.aspx?id\\_arq=1782](http://200.144.189.36/phd/LeArq.aspx?id_arq=1782)>. Acesso em: 05 dez 2009.
7. JORDAN, C. E.; COGGINS, K. M.; BENSOTER A. O.; MARDER, A. R. Metallographic preparation technique for hot-dip galvanized and galvanized coatings on steel. **Materials Characterization**, New York, US, 31: 107 – 114, (1993).

#### Endereço para Correspondência:

Maria Ismenia Sodero Toledo Faria - [mismenia@uol.com.br](mailto:mismenia@uol.com.br)

Centro Universitário de Volta Redonda - UniFOA

Av. Paulo Erlei Alves Abrantes, nº1325 - Três Poços - Volta Redonda - RJ - CEP: 27240-560