

# Influência do pH (1 e 3) do sol acidificado com ácido nítrico na resistência a corrosão de filmes híbridos siloxano-PMMA aplicados sobre folha de flandres

Karine Parise\*  
Sandra R. Kunst  
Célia F. Malfatti\*\*  
Iduivirges L. Muller\*\*\*

Os materiais híbridos siloxano-PMMA são um sistema constituído por uma rede siliciosa, à qual estão ligadas cadeias de poli(metacrilato de metila) (PMMA) por ligações covalentes ou por interações físicas. A estabilidade e a transparência possibilitam a aplicação desses materiais no recobrimento de embalagens como as folhas de flandres a fim de aumentar à resistência a corrosão e diminuir a fragilidade desses produtos. Neste contexto, o objetivo do presente trabalho é revestir as folhas de flandres com um filme híbrido obtido a partir de um sol constituído pelos precursores alcoóxidos: 3-(trimetoxisililpropil) metacrilato (TMSM), poli(metacrilato de metila) PMMA e tetraetoxisilano (TEOS) variou-se em dois níveis o pH da solução de hidrólise (1 e 3). Os filmes foram obtidos pelo processo de *dip-coating*. Os filmes híbridos obtidos foram caracterizados quanto ao comportamento eletroquímico e morfológico. Os resultados mostraram que o filme híbrido siloxano-PMMA obtido em meio mais ácido (pH=1) apresentou melhor desempenho eletroquímico e valores maiores de espessura de camada.

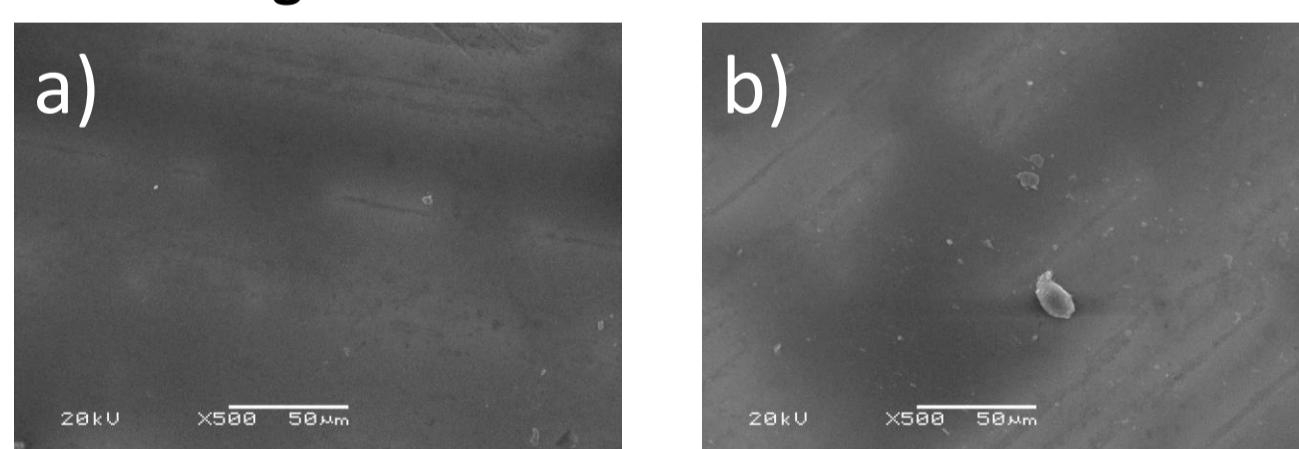
## MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia sol-gel foi empregada na preparação dos materiais híbridos orgânico-inorgânicos. Na preparação da fase inorgânica, foi realizada a síntese dos precursores TEOS e TMSM que foram misturados a 60°C por 1 hora. A hidrólise foi efetuada em meio ácido, variando em dois níveis o valor de pH (pH=1 e pH=3), utilizando ácido nítrico como catalisador e etanol e água como solventes. A fase orgânica consistiu na homogeneização à temperatura ambiente do MMA, onde o iniciador térmico é o peróxido de benzoíla (BPO). Finalmente as duas soluções (orgânicas e inorgânicas) foram misturadas. Os filmes foram obtidos pelo processo de *dip-coating*, com velocidade de retirada 14cm.min<sup>-1</sup>. Posteriormente, os substratos revestidos foram tratados termicamente (cura) a uma temperatura próxima de 160°C por 3h sob uma taxa de aquecimento de 5°C/min. A Tabela 1 mostra a descrição das amostras utilizadas.

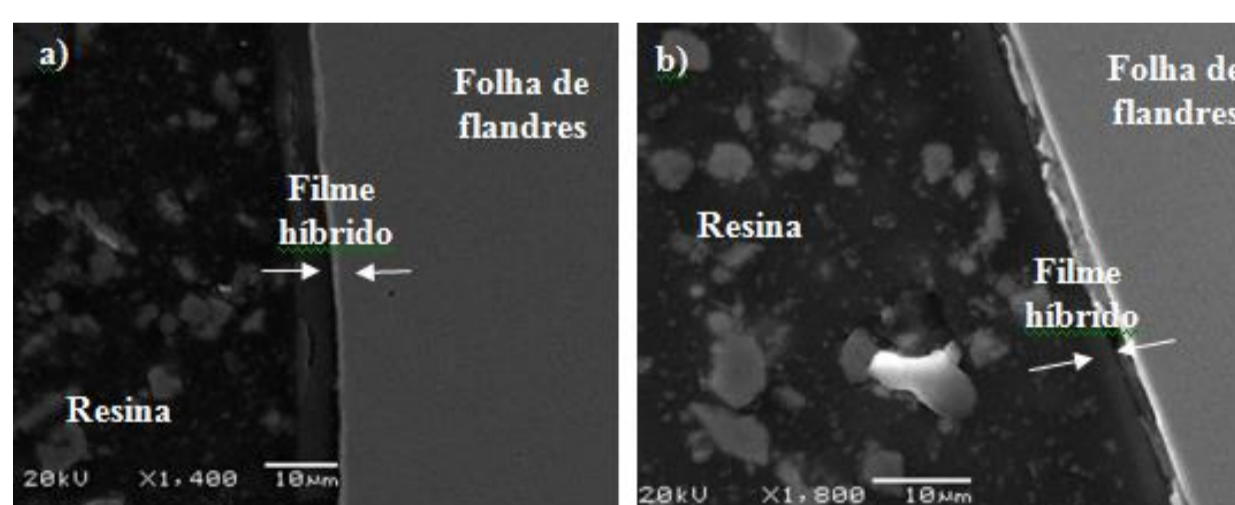
Amostra	Descrição
FI	Folha de flandres sem revestimento.
FIN1	Folha de flandres revestida c/ filme híbrido siloxano-PMMA acidificada com ácido nítrico e pH=1 de TEOS.
FIN3	Folha de flandres revestida c/ filme híbrido siloxano-PMMA acidificada com ácido nítrico e pH=3.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Caracterização morfológica

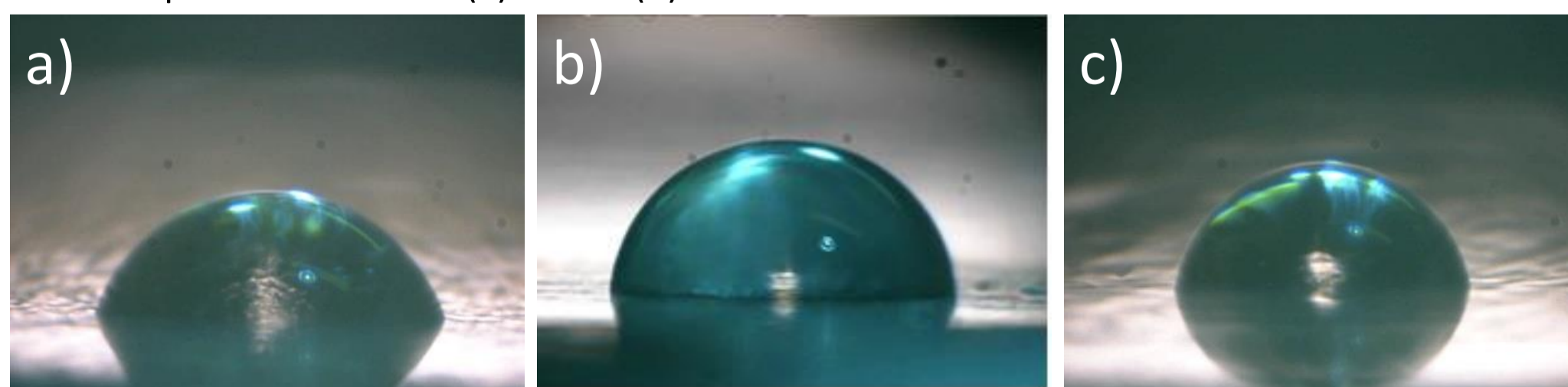


Micrografias obtidas por MEV para as amostras: (a) FIN1 e (b) FIN3.



Amostra	Espessura (µm)
FIN1	6,0 ± 0,45
FIN3	2,3 ± 0,29

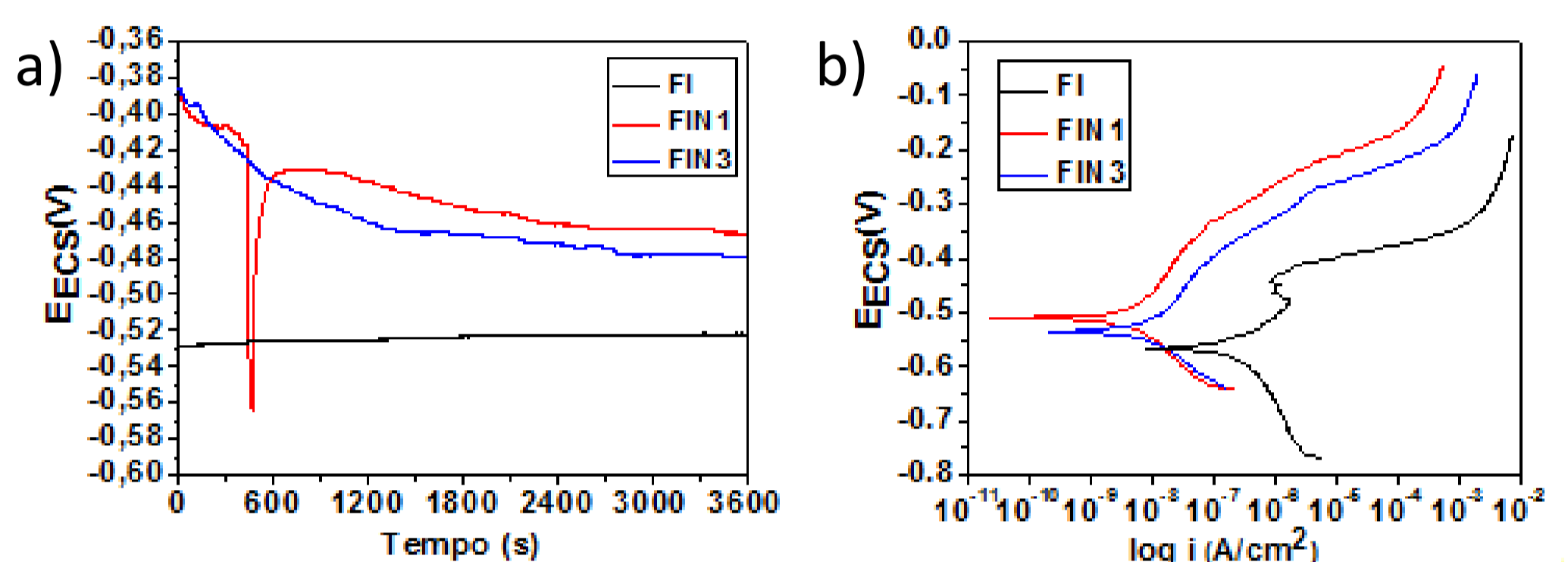
Micrografias obtidas por MEV com corte transversal para a determinação da espessura de camada para as amostras: (a) FIN1 e (b) FIN3.



Imagens obtidas para determinação do ângulo de contato: (a) FI, (b) FIN1 e (c) FIN3.

Amostra	Ângulo de contato
FI	79° ± 0,44
FIN1	94° ± 0,93
FIN3	81° ± 1,34

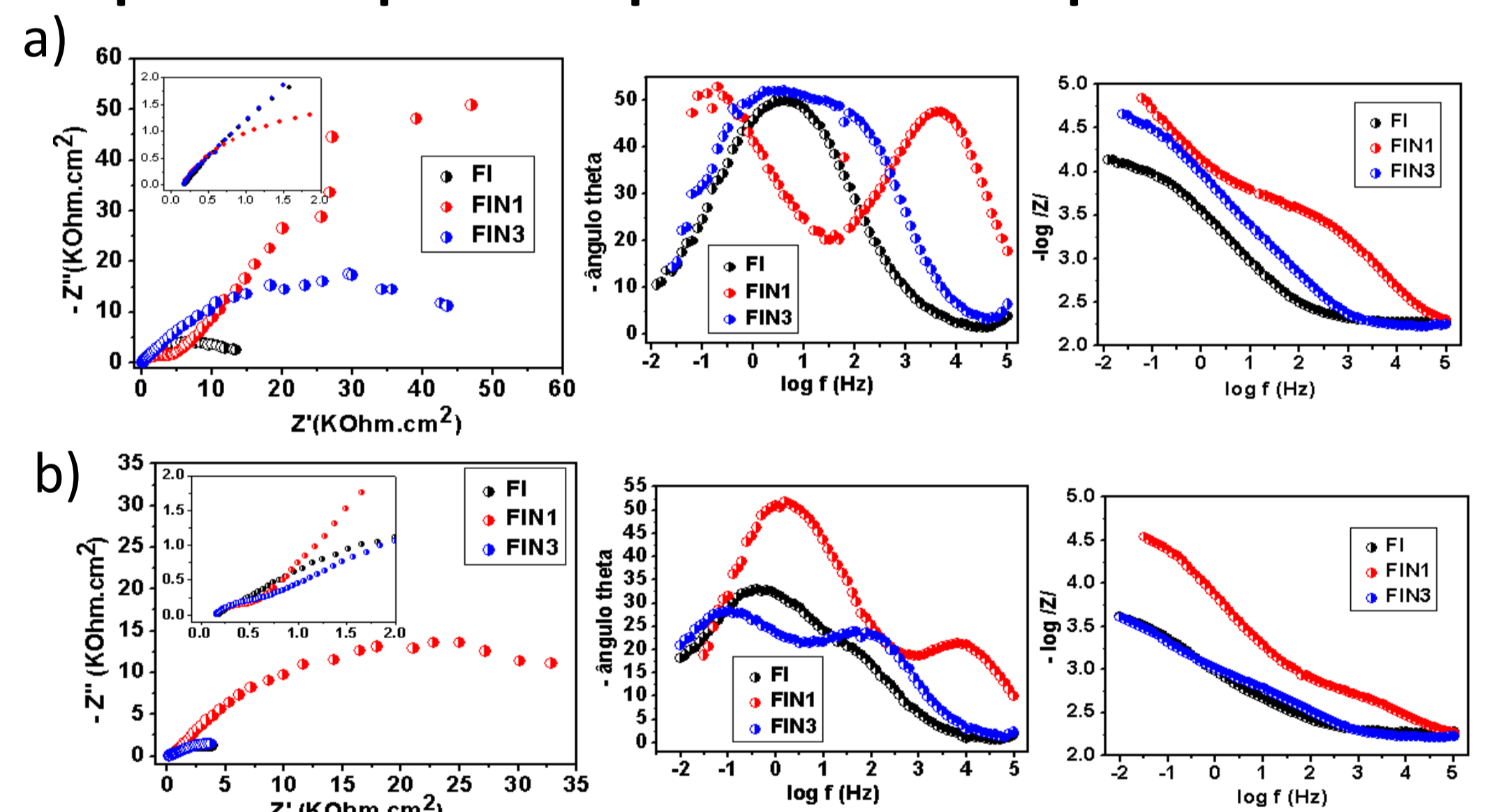
### Potencial de Circuito aberto e curvas



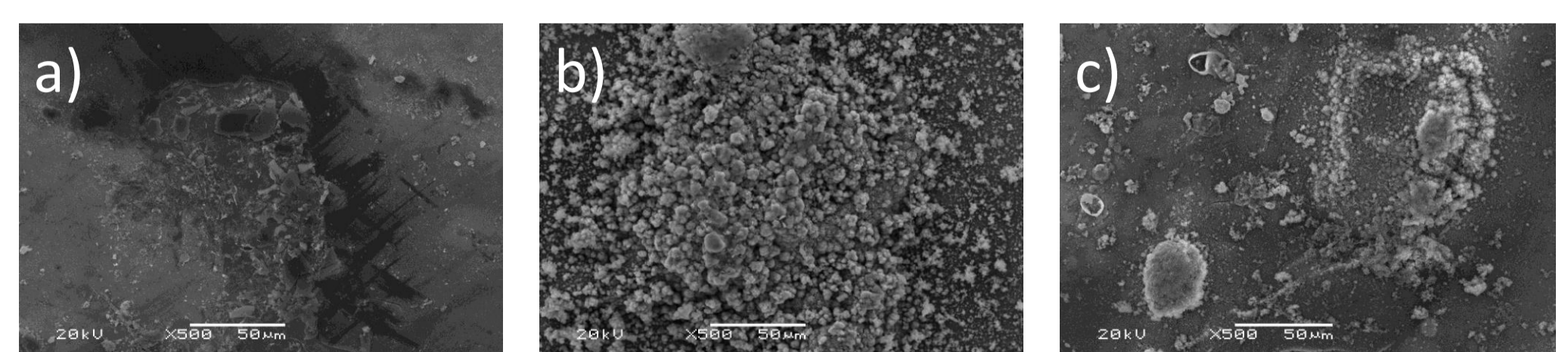
Gráficos: (a) medida de potencial de circuito aberto e (b) curvas de polarização obtidas para todas as amostras estudadas.

Amostras	$i_{corr}$ (A/cm <sup>2</sup> )	$E_{corr}$ (mV)	$R_p$ (Ω)
FI	$4,71 \times 10^{-7}$	-568	$5,54 \times 10^4$
FIN1	$2,96 \times 10^{-8}$	-502	$1,13 \times 10^6$
FIN3	$1,41 \times 10^{-7}$	-539	$1,85 \times 10^5$

### Espectroscopia de Impedância Eletroquímica



Diagramas de Nyquist e Bode obtidos para todas as amostras estudadas e para folhas de flandres sem revestimento em solução de NaCl 0,05M: (a) 24h e (b) 96h.



Imagens obtidas após ensaio de impedância eletroquímica (96 horas de imersão em NaCl 0,05M): (a) FI, (b) FIN1 e (c) FIN3.

## CONCLUSÕES

Os resultados mostraram a amostra obtida em meio mais ácido (pH=1) apresentou um melhor desempenho eletroquímico e valores maiores de espessura de camada. Esse comportamento está associado à formação de mais grupos siloxanos no sistema mais ácido (FIN1), formando uma rede tridimensional mais compacta impedindo a absorção da água, tornando o filme mais hidrofóbico, responsáveis pela formação da camada barreira, aumento da espessura do filme e melhorando conseqüentemente, o desempenho anticorrosivo.

\*karine\_parise@hotmail.com

\*\*celia.malfatti@ufrgs.br

\*\*\*ilmuller@ufrgs.br