

## DESENVOLVIMENTO DE REVESTIMENTOS DE AUTORREPARAÇÃO COM FUNÇÃO ANTICORROSIVA BASEADOS NO ENCAPSULAMENTO DE ÓLEOS VEGETAIS PUROS E CATALISADOS: CARACTERIZAÇÃO DAS MICROCÁPSULAS E DOS REVESTIMENTOS POR MO

Nayara V. Santos<sup>1</sup> (IC), Hana C.G. Silva (PG)<sup>1</sup>, Reny A. Renzetti (PQ)<sup>1</sup>, Mercês C. da Silva (PQ)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Itajubá- Campus Itabira. Rua Irmã Ivone Drumond, 200. Distrito Industrial II, Itabira – MG

**Palavras-chave:** Autorreparação. Corrosão. Revestimentos inteligentes. Síntese.

### Introdução

A corrosão metálica gera muitas despesas para indústrias de materiais e produtos derivados. Ela é causada pela exposição do material metálico ao ambiente, que funciona como um eletrólito. Uma forma de minimizar a corrosão é utilizando tintas e vernizes. Entretanto, os revestimentos convencionais são passíveis de falhas de difícil detecção, tornando o metal vulnerável à corrosão. Faz-se necessário então a adoção de revestimentos com maior potencial de proteção e prevenção, os revestimentos de autorreparação (SILVA, 2019).

O início da utilização dos revestimentos autorreparadores começou com estudos por White *et al.* (2001) com o fito de proteger os materiais metálicos contra a corrosão. O desenvolvimento de revestimentos inteligentes foi inspirado na capacidade dos microrganismos de restauração. Esses revestimentos contêm aditivos que formam um filme polimérico em locais com defeitos, ou incluem inibidores de corrosão que atuam na área afetada. Dentre os revestimentos que formam um filme polimérico, destaca-se o revestimento aditivado com microcápsulas. Neste, as microcápsulas contendo um agente autorreparador se rompem quando um defeito é produzido na superfície. O agente autorreparador preenche o defeito, fechando-o. O invólucro das cápsulas desempenha um papel crucial na proteção do agente autorreparador dentro do revestimento. A síntese por polimerização *in situ* é utilizada para encapsular quimicamente o agente, resultando em um reservatório esférico. É importante que os monômeros que formam as paredes das cápsulas sejam solúveis em água, enquanto o composto a ser encapsulado seja insolúvel, criando uma emulsão.

Neste trabalho foram obtidas microcápsulas por meio da técnica de polimerização *in situ* em emulsão água-óleo. O agente de autorreparo utilizado foi óleo de chia. Após

a síntese, a morfologia e o tamanho das microcápsulas foram avaliados por meio de microscopia ótica (MO) (BAGHDACHI, 2019; SILVA, 2019).

### Metodologia

A metodologia utilizada para a síntese das microcápsulas foi a partir da sintetização do PUF (poli-ureia formaldeído) via polimerização *in situ* em emulsão água-óleo. Em temperatura ambiente, 75 mL de água destilada, 3 mL de solução de PVA (5%) e 5 mL de solução de NaDS (1%) foram misturadas em um balão de fundo redondo de duas bocas com um agitador mecânico

A Figura 1(a) mostra o balão em um banho-maria com controle de temperatura, onde 1,5 g de ureia, 0,15 g de cloreto de amônio e 0,15 g de resorcinol foram adicionados à mistura. Após a homogeneização da solução, o material a ser encapsulado foi adicionado, lenta e gradualmente, gota a gota. Para esse estudo, adicionou-se 16 g do óleo de chia a ser encapsulado e a mistura foi mantida sob agitação moderada por 5 min até a estabilização. O óleo foi encapsulado com 1% v/v de octoato de cobalto. Após os 5 min de agitação, o pH da solução foi ajustado para 3,5 adicionando-se algumas gotas de HCl diluído (5% v/v), Figura 1(b).

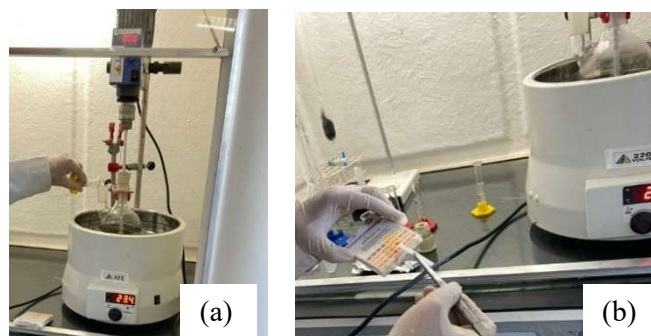


Figura 1- Sistema de realização da síntese sob agitação, em (a) adição dos reagentes e em (b) medindo o pH da solução.

**Fonte:** o autor.

Na sequência, 3,8 g de uma solução com 37% de formaldeído foram adicionados à suspensão. Nesse momento, a rotação mecânica foi ajustada para 500 rpm e a temperatura elevada até 55 °C. A reação foi deixada sob agitação e temperatura constantes por 4 h.

Ao final da síntese, a solução obtida foi filtrada para separação das microcápsulas. A Figura 2 mostra a separação por meio de filtração em um papel filtro Qualy, com gramatura de 80  $gm^{-2}$ . Na sequência, o material retido no filtro foi lavado com água destilada por algumas vezes e então, o papel com as cápsulas foi levado para secar na estufa a 50 °C por 6 h. O material obtido após a secagem é mostrado na Figura 3(a).



Figura 2- Filtração das microcápsulas em papel filtro.

**Fonte:** o autor.

Após secas, as microcápsulas foram misturadas com água sob agitação para a dispersão. Gotas da mistura de água com as partículas foram depositadas em lâminas de vidro para microscópio. A medida da distribuição do tamanho de microcápsulas foi realizada por meio das imagens obtidas em um microscópio ótico, mostrado na Figura 3(b) e 3(c), e utilizando o *software* ImageJ 1.52a. O microscópio ótico utilizado foi da marca Opton, disponível na Unifei-Itabira. Na Figura 4, a seta destaca a medida realizada em uma das microcápsulas. Manualmente, uma linha foi traçada em 168 cápsulas para determinação do diâmetro.

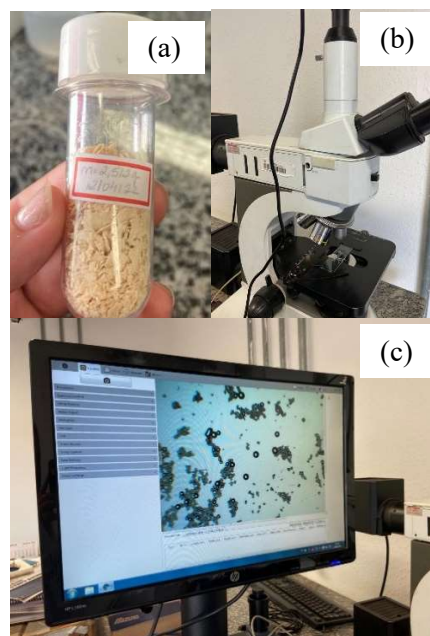


Figura 3- Em (a) observa-se a amostra seca, em (b) o microscópio ótico utilizado e em (c) imagem das cápsulas dissolvidas em água após agitação para análise.

**Fonte:** o autor.



Figura 4- Medição do diâmetro das microcápsulas a partir do ImageJ. A seta destaca uma microcápsula medida.

**Fonte:** o autor.

## Resultados e discussão

A Figura 5 mostra as imagens obtidas a partir da análise microscópica das cápsulas. Nas três imagens foram realizadas medidas para determinar o diâmetro das cápsulas. No total, foi determinado o diâmetro de 168 cápsulas utilizando o *software* ImageJ. Nas micrografias é possível observar que a síntese gerou cápsulas em formato esférico com diferentes tamanhos.

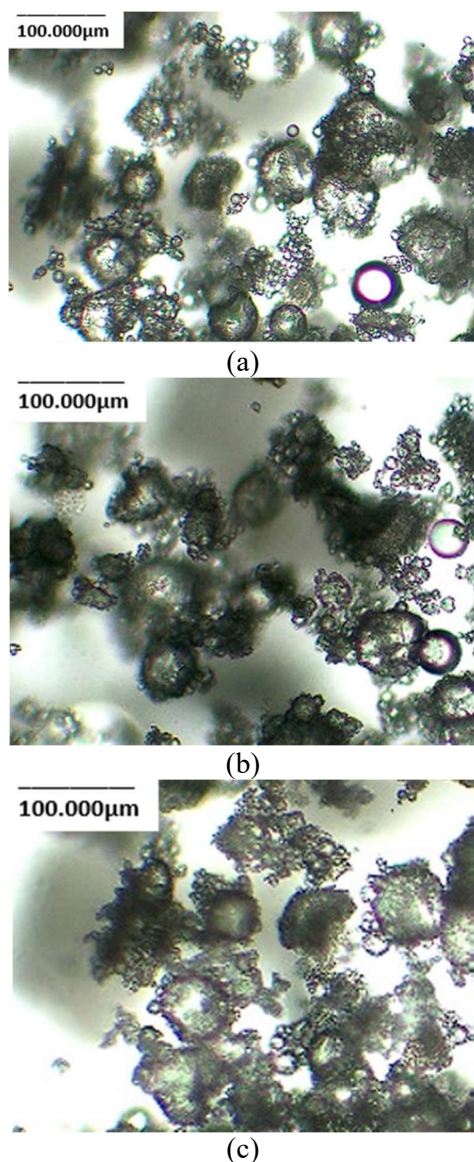


Figura 5- Imagens nas quais foram feitas as medidas das cápsulas sintetizadas a 500rpm. Em (a) foram feitas 32 medidas, em (b) 100 e em (c) 36 pelo ImageJ.

Fonte: o autor.

Os resultados do tamanho das microcápsulas obtidos são mostrados na Figura 6. Um tamanho médio de cápsulas de 14,67  $\mu\text{m}$  foi obtido para a síntese com taxa de agitação a 500 rpm. Um tamanho médio de partículas similar, 16,70  $\mu\text{m}$ , foi obtido no trabalho de Silva (2019) para uma velocidade de agitação de 500 rpm. No trabalho citado, foram utilizadas micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e o tamanho foi determinado utilizando o software ImageJ. Vale destacar que a determinação do tamanho das partículas utilizando microscopia ótica pode resultar em um tamanho médio de partículas maior que o real, uma vez

que cápsulas pequenas podem não ser observadas no microscópio ótico.

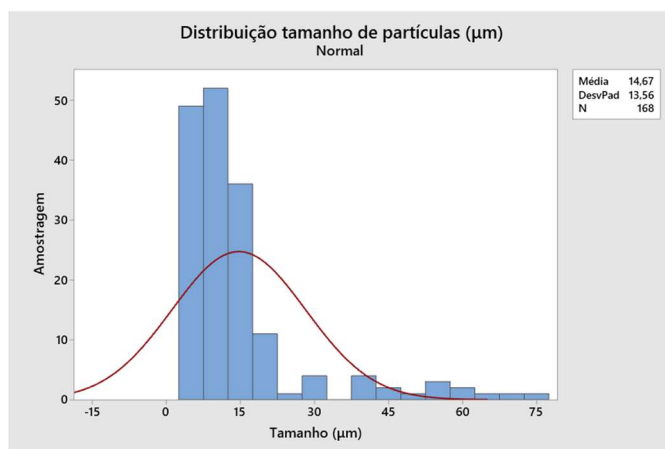


Figura 6- Distribuição de tamanho de partícula obtida por meio de três imagens do microscópio e utilizando o ImageJ.

Fonte: o autor.

## Conclusões

A síntese de polimerização *in situ* via emulsão água-óleo utilizada no trabalho mostrou-se satisfatória para a obtenção de cápsulas com formato esférico. Além disso, permitiu a obtenção de cápsulas com tamanho micrométrico, resultando em um tamanho médio de 14,67  $\mu\text{m}$ .

## Agradecimentos

Os autores agradecem à Universidade Federal de Itajubá (Unifei) e a empresa Vale S.A. As discentes Nayara V. Santos e Hana C.G. Silva agradecem à Vale S.A. pela concessão das bolsas.

## Referências

- BAGHDACHI, J. **Smart Coatings**. American Chemical Society, 2009, cap. 1.
- BLAISZIK, B. J. *et al.* Self-Healing Polymers and Composites. **Annual review of materials research**, v. 40, p. 179-211, n. October 2015, 2010.
- SILVA, A. C. M. **Desenvolvimento de revestimentos de autorreparação com função anticorrosiva baseados no encapsulamento de óleos vegetais puros e catalisados**. 110 p. Dissertação (Pós Graduação) - UNIFEI, O[S. l.], 2019.
- WHITE, S. R. *et al.* **Autonomic healing of polymer composites**. Nature, v. 409, n. 6822, p. 794–797, 2001.