

CONTRIBUIÇÃO AO CONHECIMENTO TEÓRICO E PRÁTICO DO POLIMENTO ELETROLÍTICO ⁽¹⁾

JOSÉ EINAR RASMUSSEN ⁽²⁾

RESUMO

Como estagiário dos Laboratórios da Escola de Minas de Ouro Preto, MG, o Autor, engenheirando da Escola, apresenta um resumo das explicações teóricas atualmente existentes acerca do polimento eletrolítico, ilustrando-o com experiências pessoais; visa a divulgação do processo, relativamente pouco conhecido entre nós.

1. INTRODUÇÃO

No estudo ou no emprêgo dos metais, torna-se, às vêzes, necessário elaborar uma superfície bem polida. Assim, nos casos da obtenção de superfícies metálicas brilhantes, de certos acabamentos de peças, de estudo das propriedades físicas e mecânicas de mono ou policristais metálicos, da micrografia, precisamos de uma superfície desprovida de relêvo. Principalmente neste último caso, é importante obtermos superfícies bem polidas e que sejam representativas das amostras, ou seja, desprovidas de relevos e tensões.

De fato, na micrografia trata-se da elaboração de superfícies planas que são depois atacadas pelos reativos e são examinadas com luz refletida no microscópio metalográfico. Assim, jogando sôbre a diferença de velocidade de ataque químico dos constituintes, podemos perceber as heterogeneidades, as juntas dos grãos e as diversas fases presentes. O polimento mecânico (o mais antigo processo de polimento, e ainda o mais empregado), neste caso particular não conduz sempre a um polimento de qualidade suficientemente boa. Assim, a produção de escoamento ou a produção de um revenido local em peças temperadas, pelo atrito da lixa, pode destruir superficialmente a textura ou a estrutura anteriormente existente. Por esta razão, um mé-

(1) Contribuição Técnica n.º 492. Apresentada ao XVII Congresso Anual da Associação Brasileira de Metais; Rio de Janeiro (GB), julho de 1962.

(2) Membro da ABM e engenheirando da Escola de Minas de Ouro Preto, MG.

todo de polimento que não possuísse tais inconvenientes, apresentaria grande interesse.

No ano de 1929, num laboratório de estudos de tubos a vácuo, tratava-se da questão de se conseguirem amostras de níquel bem polidas, sem a intervenção de um atrito mecânico. O problema foi desorvido por uma eletrólise das amostras que permitiu dar à superfície exposta num dos eletrodos, um estado de polimento perfeito. Tal método de polimento foi denominado "*Polimento eletrolítico*"; eliminava as desvantagens do polimento mecânico já citadas. Seria, pois, de se esperar que êste método fôsse grandemente empregado. Entretanto, se percorrermos as inúmeras companhias metalúrgicas, especialmente as brasileiras, bem como nossa literatura sôbre o assunto, veremos que muito pouca coisa se fala e se faz a respeito dêsse polimento.

Podemos, pois, perguntar: — Quais as razões que justificam tão pequeno emprêgo dêste tipo de polimento? Parece que êste fato é devido a que a teoria do polimento era, até certo tempo atrás, pouco conhecida e os resultados, em sua grande parte empíricos, não eram sempre reprodutíveis. Por esta razão, o processo não conseguiu se impor como método de reais vantagens. Hoje, devido ao melhor conhecimento dos fenômenos ocorrentes, o seu emprêgo se tornou mais científico, e daí acessível quanto à possibilidade de resultados melhores e mais seguros para a indústria. A finalidade desta contribuição é de resumir as explicações teóricas atualmente existentes, e, dêste modo, tentar ajudar a difusão do processo, uma vez que estamos convencidos de que as vantagens oferecidas pelo mesmo merecem maior interesse.

2. DESENVOLVIMENTO

2.1. DESCRIÇÃO DO POLIMENTO ELETROLÍTICO

Consideremos uma cuba eletrolítica, na qual fazemos de ânodo a peça a ser polida, isto é, ligamos esta amostra ao polo positivo de um circuito elétrico. O outro eletrodo (negativo) é constituído de um metal inerte. Mergulhamos êsses dois eletrodos numa solução eletrolítica. Com um amperímetro, medimos a passagem de corrente, a qual podemos variar por meio de um reostato montado em série com o circuito. A diferença de potencial é medida por meio de um voltímetro, conforme a figura 1.

Desta maneira, para certas condições de corrente, variáveis conforme o eletrólito e a amostra a ser polida, e para um tempo de funcionamento determinado, percebemos um efeito desta ele-

trolise sobre nossa amostra que apresentava inicialmente um estado de superfície grosseiro. Ocorre uma dissolução controlada do ânodo na região mergulhada no banho, de frente para o catodo, conduzindo a uma superfície especular.

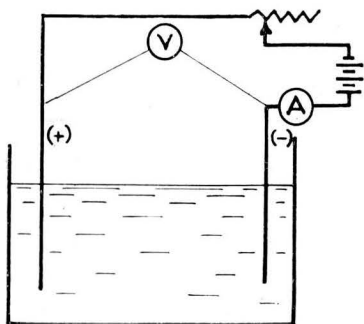


Fig. 1 — Cuba eletrolítica, com amostra a ser polida no anodo; o outro eletrodo é constituído de um metal inerte. Para certas condições de corrente e de tempo de funcionamento, ocorre uma dissolução controlada do anodo, conduzindo a uma superfície especular.

Notamos que estas condições de corrente correspondem aos valores definidos por pseudos-patamares horizontais da curva $I = F(V)$ obtida por variações da resistência, quer dizer, da intensidade de corrente (fig. 2). De fato, tensões inferiores aos valores V_a , levam a uma superfície apresentando apenas pontos de corrosão, enquanto tensões superiores V_b conduzem a uma superfície escurecida e irregular. Notamos também que o funcionamento com as mesmas condições de corrente e com o mesmo ânodo, mas com eletrólito de composição química diferente não nos conduzem aos resultados esperados.

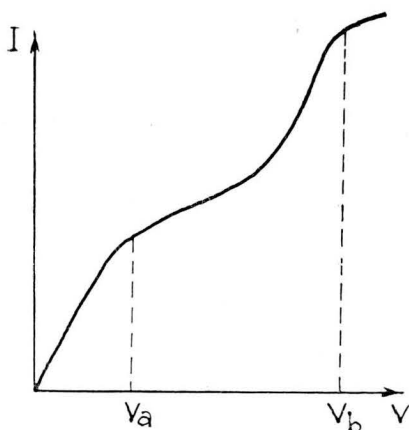


Fig. 2 — Patamar na curva $I = F(V)$, obtido por variações de intensidade da corrente.

Trata-se, então, de saber que fenômenos podem ocorrer durante esta eletrólise, isto é, não somente explicar a passagem para o eletrólito dos ions do ânodo, mas também os fatores determinantes que levam a dissolução a um estado de superfí-

cie specular. Para isto, convém fazermos uma recordação de algumas noções de eletroquímica para interpretarmos a dissolução anódica que aqui se evidencia.

2.2. ELETROQUÍMICA APLICADA À DISSOLUÇÃO ANÓDICA

2.2.1. *Definições preliminares* — Consideremos a cuba da figura 1, onde a inércia química dos eletrodos em relação ao eletrólito foi evidenciada previamente. Isto é, que o eletrólito não reage quimicamente nem com o ânodo nem com o catodo. Observamos que, nestas condições, a corrente aplicada na cuba pode conduzir ou a uma dissolução simples do metal no ânodo, ou a uma dissolução acompanhada de um desprendimento gasoso. Para determinarmos quais as condições de corrente para um caso dado, fazemos variar a tensão aplicada e anotamos o valor da intensidade de corrente correspondente. Assim, registramos a curva $I = f(V)$ (fig. 2); verificamos que as manifestações dos dois fenômenos correspondem aos diferentes pseudo-patamares; quer dizer, para tensões ligeiramente superiores a V_a temos uma dissolução do metal, e ligeiramente superiores a V_b , uma dissolução com desprendimento gasoso.

Existe, pois, uma voltagem para cada eletrólito e para cada eletrodo abaixo da qual o respectivo fenômeno não ocorre. Esta voltagem mínima é denominada "supertensão" para o fenômeno. Assim, para a dissolução teríamos a supertensão de dissolução V_a e para o desprendimento gasoso, a de desprendimento V_b . No nosso caso, somente nos interessam as soluções eletrolíticas que possuam supertensão de desprendimento maiores que a de dissolução do metal.

Concebemos, desta forma, a possibilidade de um efeito da eletrólise do ânodo sem a ocorrência de reações químicas, quando a tensão aplicada nos eletrodos é superior à supertensão de dissolução do metal. Os pontos de corrosão, aos quais nos referimos no item anterior, podem ser explicados pelo fato de a supertensão de alguns ions da camada ter sido diminuída por efeitos exteriores e, desta forma, permitir uma dissolução localizada, justamente onde a supertensão é inferior à tensão aplicada.

Se aplicarmos uma tensão inferior a um valor V_b e superior a um V_a , teremos as condições ótimas de corrente para a dissolução eletrolítica do ânodo. Variando esta tensão desde V_a até V_b notamos que para os valores correspondentes ao fim do patamar, teremos um melhor resultado, devido à eliminação da possibilidade da ocorrência dos pontos de corrosão já citados; uma vez que a tensão aplicada será superior à supertensão de dissolução do metal em toda a sua superfície.

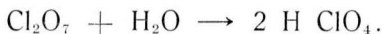
2.2.2. *Passagem de corrente na cuba* — Para ilustrarmos o papel da eletrólise sem reações químicas, tomemos o caso de ânodo de alumínio, um catodo de aço inoxidável e uma solução alcoólica de ácido perclórico (ácido forte: totalmente dissociado) como eletrólito. Temos neste caso, em solução, anions ClO_4^- e cations H_3O^+ . Ao iniciarmos a passagem de corrente, êstes ions se dirigem aos respectivos eletrodos, isto é, aos anions ClO_4^- para o ânodo (+) e os cations H_3O^+ para o catodo (-). Êstes ions participam das seguintes reações: os cations H_3O^+ são neutralizados no catodo pelos eletrons que chegam pelo circuito exterior vindo do ânodo, dando desprendimento de hidrogênio:



Os anions ClO_4^- deixam dois eletrons no ânodo, formando o Cl_2O_7 e oxigênio:



O Cl_2O_7 por sua vez hidrata-se e assim regenera o ácido perclórico:



Explica-se, desta maneira, a passagem de corrente através da cuba, como pode ser visto na figura 3.

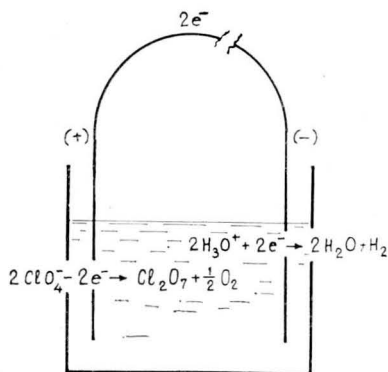


Fig. 3 — Passagem da corrente através da cuba eletrolítica, com ácido perclórico como eletrólito.

2.2.3. *Dissolução anódica* — Tentemos agora explicar os fenômenos que ocorrem no ânodo quando empregamos uma voltagem compreendida entre V_a e V_b . O campo eletrostático criado na cuba pelos eletrodos, exerce uma atração sobre os ions, como foi visto no ítem anterior. No caso dos ions ClO_4^- , uma certa proporção é neutralizada pelos eletrons fornecidos ao ânodo e a outra vez, conservando-se no estado ionizado, adsorve-se na superfície do ânodo. Forma assim, uma verdadeira

camada compacta de ânions adsorvidos. Esta camada de ânions cria um campo em seu redor, exercendo, por conseqüência, uma atração sôbre os íons da rêde metálica do ânodo exposta a êste campo, quer dizer, corresponde à superfície voltada para o catodo. Se considerarmos os íons fortemente afastados uns dos outros, será difícil calcularmos êste campo. Isto porque as fórmulas da eletrostática não serão aplicáveis neste caso.

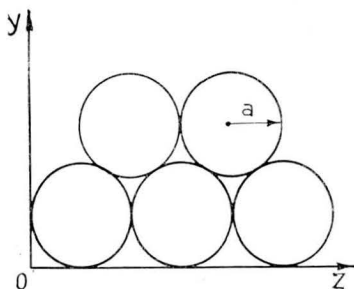


Fig. 4 — Duas direções ortogonais no plano da superfície do ânodo; a é o raio em centímetros do íon.

O problema será muito mais simples quando se trata de uma camada compacta, uma vez que podemos considerar êste campo como sendo uniforme. Calculemos, pois, a atração exercida pela camada sôbre cada íon metálico do ânodo. Seja a o raio em cm do íon, e Ox e Oy duas direções ortogonais no plano da superfície do ânodo (fig. 4). Vemos que por cm, colocam-se na direção Ox : $\frac{1}{2a}$ e na direção Oy : $\frac{1}{a\sqrt{3}}$, temos, então: $\frac{1}{2a^2\sqrt{3}}$ íons por centímetro quadrado. Se a carga elétrica de cada íon for $-e$, a densidade eletrostática será:

$$\sigma = \frac{e}{2a^2\sqrt{3}}$$

Estas cargas da camada adsorvida provocam na superfície metálica uma densidade igual e de sinal contrário. No meio existente entre as duas cargas, a constante dielétrica vale ϵ e existe, pois, um campo elétrico:

$$H = \frac{4\pi\sigma}{\epsilon} \quad \text{ou} \quad \frac{4\pi e}{2\epsilon a^2\sqrt{3}}$$

A diferença de potencial entre o metal e a camada de íons adsorvidos situados a distância l , é:

$$U_c = H \times l.$$

Podemos considerar esta distância como sendo igual ao raio a dos ions, donde:

$$U_c = \frac{4 \pi e}{2 a \epsilon \sqrt{3}}$$

No caso mencionado de ions perclóricos de raio de 2,4 Å, uma vez que supomos a camada adsorvida compacta, podemos considerar a região junto ao ânodo como sendo anidra e, então, a constante dielética valerá um. O valor da tensão de contacto poderá, pois, ser escrita da seguinte maneira:

$$U_c = \frac{4 \cdot 4,8 \cdot 10^{-10}}{2 \cdot 2,4 \cdot 10^{-8} \cdot 300} = 21,7 \text{ V.}$$

Esta tensão se exerce sôbre todos os ions da superfície metálica influenciada pela camada anódica. Ora, a ordem da energia necessária para a extração de um ion da rêde metálica, em volts/átomos é de 1 a 5 volts/átomos, como podemos ver na tabela abaixo, tirada de Connway Electrochemical:

Li — 1,40; Na — 1,60; Mg — 3,58; Al — 3,38;

Zn — 3,66; Fe — 4,40; Ni — 4,32; Cu — 4,46;

Pb — 3,94; Hg — 4,05

Concluimos, então, que o campo eletrostático exercido pela camada anódica sôbre cada ion do ânodo é bem superior à energia necessária para a extração dêsses ions e que, então, esta dissolução por arrancamento dos ions do ânodo é plenamente plausível.

2.2.4. *Reações dos produtos da dissolução anódica* — Vejamos agora as reações realizadas pelos produtos da dissolução anódica. Esta dissolução, devido ao campo eletrostático criado pela camada de ions adsorvidos, têm a particularidade de fazer com que os ions metálicos arrancados da rêde cristalina, entrem em solução sob forma de cations instáveis, Al^+ e não sob forma estável Al^{3+} . Para evidenciarmos tal afirmação, fizemos a seguinte experiência: colocamos de ânodo uma amostra de alumínio com 10,52 g, sendo o catodo de platina. Usamos como eletrólito uma solução alcoólica a 40% de ácido perclórico. Eletrolizamos durante 30 minutos com intensidade de cor-

rente de 6 A. Se calcularmos pela lei de Faraday a quantidade de massa que deveria ser dissolvida, teríamos:

$$m = \frac{M \cdot I \cdot T}{n \cdot F} = \frac{27 \cdot 6 \cdot 30 \cdot 60}{3 \cdot 96 \cdot 500} = 1,02 \text{ g.}$$

No entanto, medimos uma variação de 1,49 g. Definindo o rendimento de corrente como sendo a relação entre a massa praticamente dissolvida e a que seria, segundo a lei de Faraday, tivemos, neste caso:

$$\rho = \frac{1,49}{1,02} \times 100 = 145\%.$$

Uma vez que já supomos a não existência de reações químicas entre o ânodo e o banho, e pelas condições da experiência, isto é, meio ácido, impossibilitando a formação de complexos, vemos que o único fator possível de sofrer variações é a valência inicial do elemento dissolvido. A dissolução do alumínio seria, pois: $\text{Al}^+ - 1 \text{ e}^- \rightarrow \text{Al}^+$; êste ion liberado vai neutralizar o cation H_3O^+ no catodo, desprendendo hidrogênio: $\text{H}_3\text{O}^+ + 1 \text{ e}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \frac{1}{2} \text{ H}_2$. Os ions Al^+ são exatamente redutores e reagem com os ions ClO_4^- , conforme sua tendência em evoluir para a forma estável Al^{3+} . Levando em conta as trocas de eletrons no decorrer das reações, podemos escrever: $\text{Al}^+ - 2 \text{ e}^- \rightarrow \text{Al}^{3+}$; $\text{H}_3\text{O}^+ + \text{ClO}_4^- + 8 \text{ e}^- \rightarrow \text{Cl}^- + \text{H}_3\text{O}^+ + 4 \text{ O}^{2-}$; e, $8 \text{ H}_3\text{O}^+ + 4 \text{ O}^{2-} \rightarrow 12 \text{ H}_2\text{O}$, somando as reações, sendo a 1.^a preliminarmente multiplicada por 4, temos:



2.3. CONCLUSÕES

Podemos agora, então, interpretar a dissolução anódica, como sendo devida à formação de uma camada anódica sobre a superfície da amostra e que esta camada cria um campo eletrostático dos ions assim arrancados, são dissolvidos no eletrólito sob uma forma instável. No entanto, esta explicação não permite a interpretação da eliminação de relevos, no decorrer da eletrólise. Várias hipóteses foram elaboradas para uma explicação do fenômeno. Infelizmente, os diversos autores não parecem estar de acôrdo a respeito de qual a hipótese que merece mais crédito. Não querendo participar de discussão de méritos, abordaremos simplesmente as três hipóteses mais consideradas.

2.4. TEORIAS DO MECANISMO DO POLIMENTO

2.4.1. *Teoria baseada na resistência elétrica da camada* — Em soluções concentradas, a difusão dos produtos de eletrólise é geralmente lenta e estes se acumulam nas proximidades da superfície do eletrodo. JAQUET, o primeiro a criar uma teoria acêrca do mecanismo do polimento eletrolítico, propõe como sendo principal a resistência elétrica desta camada. De acôrdo com êste autor, ela deveria ser menos espêssa em *a*, uma saliência da amostra, do que em *b*, uma reentrância. A densidade de corrente seria, então, maior nas partes em relêvo, que se dissolveriam mais rãpidamente, o que conduziria depois de certo tempo a uma superfície lisa e brilhante. Quanto maior a espessura da camada, menos mobilidade teriam os ions da solução responsáveis pela passagem da corrente, e menor a intensidade da corrente que circularia na cuba.

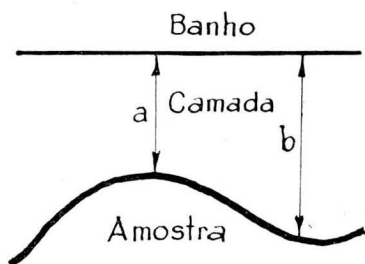


Fig. 5 — Segundo Jacquet, a densidade de corrente seria maior nas partes em relêvo, as quais assim se dissolveriam mais rãpidamente.

Entretanto, não parece que a resistência produzida por esta camada seja de importância perante a tensão de funcionamento da cuba. Calculemos a queda de voltagem entre as duas faces da camada:

Temos:

$$U_r = \int_0^d \frac{i \, dx}{R} \quad ;$$

sendo:

- i = densidade de corrente
- $\frac{i}{R}$ = condutividade específica, variável com a concentração
- x = distância ao eletrodo
- d = espessura máxima da camada

Suponhamos que a concentração C_x dos produtos de dissolução do ânodo varie linearmente desde C_x até C_o , isto é, desde a concentração na superfície e o eletrodo até a concentração no interior do banho. Temos, pois:

$$C_x = C_e - (C_e - C_o) \frac{x}{d}$$

Exprimindo a concentração C_x em moles/litro, a expressão da condutividade escreve-se para o caso citado:

$$\frac{i}{R} = 0,264 C_x e^{-\frac{c^2}{50}}$$

Fazendo-se a troca de variáveis de x para C_x na expressão de V , teremos:

$$U_r = \frac{i}{0,264 (C_e - C_o)} \int_{C_e}^{C_o} \frac{e^{c^2} / 50}{C} dC$$

Se chamarmos y a função $C^2/50$, podemos fazer a construção gráfica da curva: $y = f(C)$, e calcular graficamente o valor da integral. Suponhamos como exemplo: C_o 5 moles/litro $C_e = 14$ moles/litro; $D = 0,05$ cm; $i = 1$ A/cm².

Teremos para V um valor de 0,185 volts. A ordem de grandeza mostra que a queda ôhmica pode ser desprezada, perante a tensão de funcionamento da cuba.

Assim, o papel de regulador de eletrólise atribuído à camada não é plausível, uma vez que a diferença de velocidade da eletrólise seria mínima e quase desprezível por conseqüência.

2.4.2. *Hipótese baseada na existência de um filme protetor* — EVANS supôs que se formaria um filme protetor nas cavidades da superfície da amostra. Dêste modo, as cavidades adquiririam uma forma passiva e somente as saliências seriam eletrolisadas. Haveria, pois, uma oscilação entre trechos da superfície da amostra que seriam ora ativas, ora passivas. Estas oscilações deveriam se traduzir por uma oscilação da corrente que circularia na cuba. Tais oscilações já foram percebidas no caso do polimento da prata, mas não são constantes, desaparecendo depois de poucos segundos de funcionamento. ROWLAND, entretanto, indica que o polimento do ouro, do paládio e da platina pode ser realizado em condições tais que a formação de estados passivos devido à existência de um filme protetor e totalmente impossível: polimento de eletrólitos de sal fundidos a uma temperatura de aproximadamente 1.000°C.

2.4.3. *Hipótese baseada na existência da camada de ions adsorvidos* — Se partirmos de uma superfície rugosa, o polimento eletrolítico eliminará as irregularidades geométricas e conduzirá a uma superfície perfeitamente lisa. Consideremos o caso mais simples da dissolução, ou seja, onde a camada anódica assegura uma velocidade de dissolução igual em todos os pontos da superfície. Imaginemos um perfil de superfície igual ao da figura 6. Em relação à linha OO' existe uma série de reentrâncias e saliências. Em relação ao plano P , passando pela reentrância mais profunda da superfície, sòmente existem saliências. Se denominarmos a a distância AA' e b a distância AB , uma das asperezas ocupa no desenho uma área $\frac{a \times b}{2}$. Suponhamos agora uma dissolu-

ção homogênea, de espessura h em tôda a superfície da amostra. O plano P passará para P' e a superfície em relação a ête plano continuará apresentando sòmente saliências. Depois da dissolução, a área anteriormente considerada, passará a valer: $\left(\frac{a}{2} - 2h\right) \times b$ a superfície diminui, pois, com a dissolução homogênea h . Para o valor limite $h = a/4$, a superfície ocupada pela aspereza será nula, e a amostra estará totalmente nivelada.

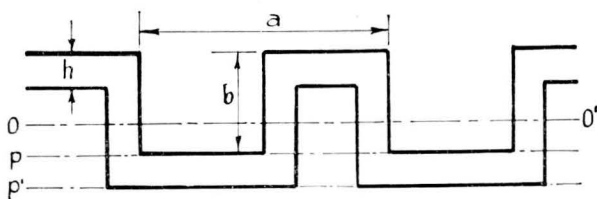


Fig. 6 — Hipótese baseada na existência da camada de ions adsorvidos.

Na prática, o perfil raramente será semelhante ao considerado, mas podemos sempre supôr, num intervalo mais ou menos extenso que existe uma periodicidade “ a ” das asperezas. Vemos que o polimento será tanto melhor quanto maior fôr o valor de h em relação a “ a ”. Em outras palavras, para uma mesma dissolução h , o polimento será melhor na escala microscópica que na macroscópica.

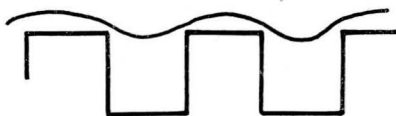


Fig. 7 — A camada adsorvida é mais espessa numa reentrância do que numa cavidade; na reentrância haverá menor velocidade de eletrólise.

2.4.4. *Conclusão* — Pelo exposto nas três teorias, podemos perceber que nenhuma delas explica totalmente o mecanismo do polimento. A teoria de JAQUET, e a camada de ions adsorvidos não estão, entretanto, em contradição. É mesmo bem possível que na realidade ocorra uma associação destas duas teorias. Aliás, na figura usada para explicar o polimento pela camada adsorvida, podemos perceber que esta camada é mais espessa numa reentrância que numa cavidade, conforme a figura 7. Haverá, pois, uma maior resistência elétrica nas cavidades, e, conseqüentemente, uma menor velocidade de eletrólise nestes lugares. cremos que o fenômeno total englobe estas duas teorias, sendo, entretanto, de maior importância a da velocidade de dissolução constante em tôda a superfície, por ser a que mais se aproxima dos outros casos de eletrólise.

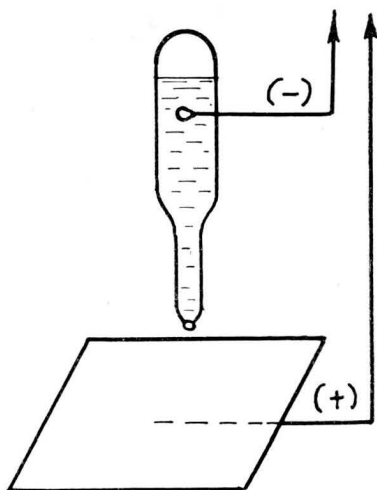
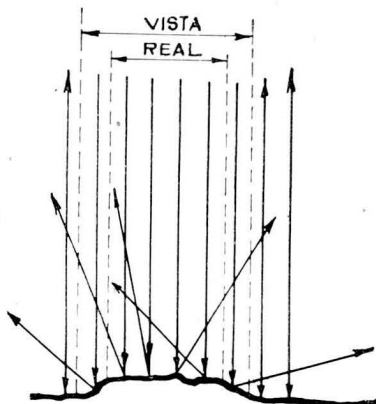


Fig. 8 — Esquema de montagem do polimento eletrolítico "Micropol"; permite exame metalográfico sem ser preciso destruir a peça.

Fig. 9 — Grandes inclusões não metálicas em amostras polidas eletroliticamente aparecem de maneira ampliada e deformada no campo do microscópio. Isso constitui inconveniente do processo.



3. CONCLUSÕES

No início dêste trabalho, tecemos considerações a respeito das supertensões de dissolução e de desprendimento gasoso. Esta supertensão de desprendimento gasoso corresponde à supertensão de decomposição do eletrólito. Vemos, pois, que para obter um polimento com um eletrólito e com um metal dados, a supertensão de decomposição do eletrólito tem de ser maior que a de dissolução do metal. Uma vez escolhido o eletrólito, traça-se a curva $I = f(V)$, aumentando-se gradualmente a voltagem e lendo-se a intensidade de corrente correspondente. Após a determinação do patamar de intensidade de corrente constante, trabalha-se nestas condições com tempos variáveis para a fixação do tempo ótimo de polimento. Desta maneira, são determinados os valores das variáveis: voltagem, amperagem e tempo.

Uma das principais aplicações do polimento eletrolítico consiste na montagem "Micropol" da "Struers", que pole uma superfície de 2,5 mm². Esta montagem permite o exame microscópico sem a destruição da peça, ou às vêzes, sem retirar a peça da máquina à qual pertence. O esquema do "Micropol" pode ser visto na figura 8.

Uma das desvantagens do polimento eletrolítico aparece no caso de polimento de amostras com grandes inclusões não metálicas. Isto porque a inclusão não sendo influenciada pelo campo aparece de uma maneira muito deformada, isto é, muito aumentada. A explicação pode ser vista na figura 9. O trecho abaulado formado em torno da inclusão após a eletrólise cria uma zona escura na ocular do microscópio maior que a inclusão realmente existente.

Esperando que esta contribuição possa ajudar àqueles que se interessam por êste tipo de polimento, pomo-nos à disposição do auditório para tentarmos elucidar dúvidas que por acaso tenham surgido durante a exposição.

AGRADECIMENTOS

O Autor apresenta agradecimentos ao Prof. Pierre Mandry, do Instituto de Mineração e Metalurgia, e ao Prof. Paulo Jakitsch, Assistente da Cadeira de Química-Física da Escola de Minas, pela orientação e apoio recebidos.

DISCUSSÃO

W. Grundig ⁽¹⁾ — Congratulando-se com o Engenheiro José Einar Rasmussen pela sua contribuição a este Congresso, coloco o seu trabalho em discussão:

J. Soares Rodrigues ⁽²⁾ — O Senhor tomou alguma medida em relação à densidade de corrente anódica?

J. E. Rasmussen ⁽³⁾ — Uma vez que trabalhamos sempre com a mesma superfície, foi fácil realizarmos esta medida. A intensidade de corrente variou desde 100 m A/cm² até 4 A/cm².

J. Soares Rodrigues — O Senhor teve ocasião de experimentar o banho apresentado em 1954 por Epelboin? Ele substituiu o ácido perclórico e passou ao perclorato de magnésio. Experimentou esse banho com bom resultados?

J. E. Rasmussen — Aliás, Epelboim afirmou que os resultados obtidos dependiam unicamente da concentração do ion perclorato, seja sob forma de ácido, seja sal. A vantagem do sal é que ele diminui ao máximo o perigo de exploração. Nós procuramos, de certo modo, provocar uma explosão, mas não ocorreu nenhuma. Uma vez, ocorreu um início de combustão devido a um aquecimento local de um mau contato. No aparelho Disa-Eletropol em que trabalhávamos, o contato elétrico no anodo é feito por meio de uma mola que fixa a amostra. No caso, no local de fixação, a amostra achava-se muito oxidada e isto causou o mau contato de combustão.

J. Soares Rodrigues — O Senhor falou no rendimento de corrente da solução anódica superior a 100%. Pergunto: como o Senhor mediu a quantidade de corrente?

J. E. Rasmussen — Medimos com um amperímetro muito sensível e com um cronômetro. Não usamos coulômetros.

J. Soares Rodrigues — E mediu a variação do potencial só no anodo?

J. E. Rasmussen — Não. Quanto a esse aspecto, nós nos baseamos na literatura.

J. Soares Rodrigues — Praticamente, todo o potencial da cuba é devido a isso. E, além do aço de alto teor, o Senhor experimentou sobre outro material, sobre alumínio, digamos?

J. E. Rasmussen — Sim, fizemos polimento de alumínio. Mas as superfícies dos alumínio polidos eram pouco refletantes, e por isso não as fotografamos. Epelboin fez estudos muito interessantes, baseados na existência de ions de alumínio instáveis.

(1) Membro da ABM e Presidente da Comissão Técnica «J». Professor Catedrático da Escola de Engenharia da U. R. G. S.; Pôrto Alegre, Rio Grande do Sul.

(2) Congressista.

(3) Sócio Estudante da ABM e autor do trabalho: estagiário do Instituto de Metalurgia da Escola de Minas de Ouro Preto, MG.

M. P. Bohomoletz ⁽⁴⁾ — Desejaria saber se o alto rendimento da eletrólise não poderia ser explicado pela formação de ions complexos.

J. E. Rasmussen — Não. No caso do alumínio, por exemplo, haveria a possibilidade da formação dos ions complexos $Al(OH)^{++}$ e $Al(OH)_2^+$. Entretanto, a formação destes complexos é uma função do pH da solução, e nós variamos o pH em um grande campo e mesmo assim o rendimento permaneceu constante.

W. Garlipp ⁽⁵⁾ — No seu trabalho experimental, qual foi a vazão dada no aparelho?

J. E. Rasmussen — Devido a certos fatos superiores, trabalhamos sempre com a vazão máxima. Foi uma agitação muito violenta; mesmo assim, conseguimos superfícies muito bem polidas.

W. Garlipp — Na Escola de Engenharia de São Carlos, com o trabalho de formatura de um aluno, processo obrigatório na nossa Escola, verificou-se um fato interessante: o cobre e o latão, com a solução recomendada para o DISA-Eletropol, só podiam ser polidos com vazão quase nula. Como se explicaria essa influência da velocidade de fluxo na eletrólise?

J. E. Rasmussen — A voltagem de polimento para o cobre é a voltagem na qual a difusão dos produtos de dissolução é máxima. De modo que se houver uma vazão muito grande, a difusão do cobre impedirá a formação da camada dissolvida. No caso do cobre, o melhor é polir quase sem agitação, pois como o Senhor mesmo disse em casos de grande agitação não se conseguiram bons resultados.

W. Garlipp — Quer me parecer que no seu trabalho, como não foi atacado esse problema de vazão, supôs-se que alguma coisa que aparecesse interferindo no processo do polimento deveria ser eliminada de qualquer maneira, possivelmente por uma agitação maior ou menor do eletrólito.

J. E. Rasmussen — É que esta agitação tem influência sobre a camada adsorvida. Se aumentarmos muito esta agitação, ela tentará destruir essa camada. Como o cobre já tem velocidade de difusão muito grande, se eu adicionar a isto uma vazão muito rápida, acabarei por destruir essa possibilidade.

W. Garlipp — Isso nós também notamos. É preciso que o eletrólito fique quase parado na superfície da amostra. E quanto ao problema de reprodutividade, o Senhor conseguiu êxito adotando todas as mesmas características?

J. E. Rasmussen — Só não conseguimos êxito com amostras com inclusões grandes de carbono, porque o carbono não atraído pela camada anódica não seria polido. A dissolução seria difusão e na observação microscópica apareceria muito ampliada a inclusão do carbono. Em casos de amostras com inclusões pequenas de carbono tivemos bons resultados.

(4) Sócio Estudante da Escola de Minas de Ouro Preto, MG.

(5) Membro da ABM. Engenheiro e Docente da Escola de Engenharia de São Carlos da U. S. P.; São Carlos, SP.

W. Garlipp — No nosso caso, e em outros que tenho observado, apesar de se adotar tôdas essas condições conhecidas pela literatura técnica, é quase certo que uma em cada quatro amostras não sai de acôrdo, apesar de se tomarem todos os cuidados.

J. E. Rasmussen — Fizemos polimentos em amostras desde 0,04 em carbono até 2,5; salvo no caso já citado, sempre obtivemos bons resultados. Na parte dos não ferrosos foram poucas as experiências feitas, mas posso garantir que no campo empregado o resultado é muito bom e muito seguro.