**UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA NATUREZA
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA FUNDAMENTAL**

ERISON CARLOS DE LIMA

**REMOÇÃO DE ÓXIDO DE FERRO EM METAIS POR MEIO DA
REDUÇÃO ELETROLÍTICA**

Recife, 2023

ERISON CARLOS DE LIMA

REMOÇÃO DE ÓXIDO DE FERRO EM METAIS POR MEIO DA REDUÇÃO ELETROLÍTICA

Trabalho de conclusão apresentado à
Coordenação do Curso de Licenciatura em
Química da Universidade Federal de
Pernambuco, como parte dos requisitos
para obtenção do grau de licenciado em
química.

Orientador: Prof. Dr. Vagner B. dos Santos

Recife, 2023

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do programa de geração automática do SIB/UFPE

Lima, Erison Carlos de.

Remoção de óxido de ferro em metais por meio da redução eletrolítica. / Erison Carlos de Lima. - Recife, 2023.

42p. : il., tab.

Orientador(a): Vagner Bezerra do Santos

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Ciências Exatas e da Natureza, Química - Licenciatura, 2023.

Inclui referências.

1. Ferrugem. 2. Eletrólise. 3. Ensino de química. I. Santos, Vagner Bezerra do. (Orientação). II. Título.

540 CDD (22.ed.)

REMOÇÃO DE ÓXIDO DE FERRO EM METAIS POR MEIO DA REDUÇÃO ELETROLÍTICA

O presente trabalho de conclusão de curso foi julgado adequado para a obtenção do título de licenciatura em química pela Universidade Federal de Pernambuco e aprovado em sua forma final pelo orientador e pela banca examinadora.

Aprovado em: 29/09/2023

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Vagner Bezerra dos Santos

Departamento de Química Fundamental - UFPE (Orientador)

Prof. Dr. Marcos Vinicius Foguel

Departamento de Química Fundamental - UFPE (Titular - Membro Interno)

Ms. João Paulo Barbosa de Almeida

Departamento de Química Fundamental - UFPE (Doutorando - PPGq)

Recife 2023

AGRADECIMENTOS

Inicio meus agradecimentos, agradecendo a Deus pelas oportunidades que me fizeram chegar até aqui. Gostaria de expressar meus sinceros agradecimentos a todos que contribuíram para a realização deste trabalho de conclusão de curso. Este projeto representa o culminar de anos de estudo e dedicação, e não teria sido possível sem o apoio e a colaboração de diversas pessoas e instituições.

Gostaria de agradecer à meu orientador Vagner Bezerra dos Santos, pela orientação, paciência e expertise durante todo o processo de pesquisa e escrita deste trabalho. Suas valiosas sugestões e feedback foram fundamentais para o seu desenvolvimento.

Também gostaria de agradecer à minha família pelo constante apoio e incentivo ao longo da minha jornada acadêmica. Suas palavras de encorajamento e amor incondicional foram essenciais para me manter motivado.

Quero estender meus agradecimentos aos meus colegas de classe e amigos, que compartilharam comigo conhecimentos, experiências e momentos memoráveis durante nossa jornada acadêmica. Suas discussões e debates enriqueceram meu entendimento sobre o tema abordado neste trabalho.

Além disso, gostaria de reconhecer e agradecer a todas as instituições, professores e profissionais que forneceram recursos e acesso a informações cruciais para a pesquisa. Suas contribuições foram fundamentais para a qualidade deste trabalho.

Por último, mas não menos importante, agradeço a todos que de alguma forma me apoiaram e incentivaram ao longo deste processo, seja com palavras de ânimo, conselhos ou assistência técnica.

Este trabalho de conclusão de curso representa a culminação de uma jornada acadêmica significativa, e estou profundamente grato a todos que fizeram parte dela. Seu apoio e envolvimento foram cruciais para o sucesso deste projeto.

Muito obrigado a todos.

"A educação é a arma mais poderosa que você pode usar para mudar o mundo." (Nelson Mandela) Fonte: Mandela, N. Discurso na Universidade de Massachusetts, 26 de junho de 1990.

RESUMO

O trabalho aborda o processo da redução eletrolítica (eletrólise) para remoção de óxidos de ferro (ferrugem) em pequenos objetos, além de discutir seus benefícios e precauções. A ferrugem é um tipo de corrosão que ocorre quando o ferro reage com o oxigênio e a umidade do ar. Esse processo causa enfraquecimento da resistência do metal, diminui a durabilidade de objetos, equipamentos e estruturas metálicas e compromete o meio ambiente e a segurança das pessoas. A remoção eficaz da ferrugem de objetos metálicos é fundamental para preservar sua integridade e prolongar sua vida útil. A metodologia de remoção de ferrugem por redução eletrolítica oferece um método controlado e não agressivo para restaurar objetos metálicos afetados pela oxidação. Esse processo envolve a aplicação de uma corrente elétrica através de uma solução eletrolítica, que reverte o processo de oxidação de ferro (ferrugem) na superfície de peças metálicas. A redução eletroquímica (eletrólise) tem sido explorada como uma técnica eficaz para remover o óxido de ferro (ferrugem) e restaurar a superfície do metal. Oferece várias vantagens significativas, incluindo a preservação do metal, restauração completa, segurança, preservação de detalhes, versatilidade, eficiência e preservação à longo prazo. Essas características fazem dela uma escolha popular e eficaz para restaurar objetos metálicos afetados pela corrosão. Contudo, vale ressaltar que a redução eletrolítica é um processo gradual que pode demandar um período de tempo considerável, dependendo da extensão da ferrugem e da capacidade da fonte de energia utilizada. A experiência e precauções de segurança adequadas são essenciais ao empregar essa metodologia. Em síntese, a metodologia de remoção de ferrugem por redução eletrolítica emerge como um processo eficaz e confiável para a restauração de objetos metálicos, garantindo sua preservação à longo prazo e a revalorização de sua estética original. O trabalho foi apresentado a alunos do ensino médio, 3º ano, e na Amostra do Programa de Residência Pedagógica da UFPE em 2023. O impacto sobre os estudantes foi notório, pois muitos fenômenos ocorrem e despertam a atenção e curiosidade dos alunos, sendo uma ferramenta valiosa no ensino de química.

Palavras-chave: ferrugem, eletrólise, ensino de química.

Abstract

This work addresses the process of electrolytic reduction (electrolysis) for removing iron oxides (rust) from small objects, and also discusses its benefits and precautions. Rust, a type of corrosion, occurs when iron reacts with oxygen and moisture in the air. This process weakens the metal's structural integrity, reduces the durability of objects, equipment, and metallic structures, and can compromise both the environment and people's safety. Effectively removing rust from metal objects is essential to preserving their integrity and extending their useful life. The electrolytic reduction method of rust removal offers a controlled and non-aggressive way to restore metal objects affected by oxidation. This process involves applying an electric current through an electrolytic solution, which reverses the iron oxidation (rusting) process on the surface of metal parts. Electrochemical reduction (electrolysis) has been explored as an effective technique to remove iron oxide (rust) and restore metal surfaces. It offers several significant advantages, including metal preservation, complete restoration, safety, detail preservation, versatility, efficiency, and long-term preservation. These characteristics make it a popular and effective choice for restoring metal objects affected by corrosion. However, it's important to note that electrolytic reduction is a gradual process that can require a considerable amount of time, depending on the extent of the rust and the capacity of the energy source used. Experience and appropriate safety precautions are essential when using this method. In summary, rust removal using electrolytic reduction emerges as an effective, conservative, and reliable process for restoring metallic objects, guaranteeing their long-term preservation and revaluing their original aesthetics. This work was presented to high school students in their third year, as part of the UFPE Pedagogical Residency Program Sample in 2023. The impact on students was notable; many phenomena occurred, arousing students' attention and curiosity, demonstrating it to be a valuable tool in chemistry education

Keywords: rust, electrolysis, chemistry teaching.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Valores das correntes elétricas e da quantidade de carga em função do tempo.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Diagrama representando o processo espontâneo e não espontâneo em um processo eletroquímico.

Figura 2 Processo de oxidação de materiais a base de ferro.

Figura 3 Fenômeno eletroquímico responsável pela corrosão do ferro.

Figura 4 Sistema Milli-Q (Merck), modelo direct-Q 3 UV usado para obtenção de água deionizada usada no trabalho.

Figura 5 Uma parte da corrente de bicicleta oxidada é mostrada em cima de um papel de filtro.

Figura 6 Uma parte da corrente de bicicleta oxidada é pesada em balança analítica para exata massa da mesma.

Figura 7 Imagem da célula eletrolítica com seus aparatos.

Figura 8 Imagens do experimento montado e monitoramento da corrente em diferentes momentos da eletrólise: 10 min, 30 min e 60 min.

Figura 9 Parte de uma corrente de bicicleta sendo submetida à eletrólise. Bolhas de gás podem ser observadas se desprendendo da corrente.

Figura 10 Fita de pH indicando um pH 14 da reação.

Figura 11 Imagem do teste feito para comprovar a presença de Ferro (II) como produto da eletrólise. O monitoramento da presença de íons Fe foi feita em 20, 40 e 60 minutos.

Figura 12 Explicações dos conceitos teóricos envolvidos e aplicação na Sala de Aula.

Figura 13 Explicações dos conceitos teóricos envolvidos e aplicação no laboratório.

Figura 14 O experimento de eletrólise estava acontecendo em meio a outras apresentações concomitantes.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	12
1.1. Contexto histórico: Uma breve revisão!	12
1.2. Eletrólise	13
1.3. Corrosão de metais: Estudo de caso	16
1.4. Eletrólise presente em artigos voltados para o ensino	19
2. OBJETIVOS	21
2.1. Objetivos gerais	21
2.2. Objetivos específicos	21
3. METODOLOGIA	22
3.1. Materiais e reagentes	22
3.1.1. Aparatos e equipamentos	22
3.1.2. Reagentes e soluções	23
3.2. EPIs e cuidados	23
3.3. Preparo da solução e da célula de eletrólise	23
3.4. Monitoramento do processo da eletrólise	26
3.5. Demonstração para os alunos	28
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	29
5. CONCLUSÃO	41
6. REFERÊNCIAS	41

1 INTRODUÇÃO

1.1 Contexto histórico: Uma breve revisão!

Na Antiguidade, a eletricidade era um fenômeno conhecido, tendo sido descoberta por Tales de Mileto, um filósofo grego. Ao esfregar âmbar em pele de carneiro, ele observou que fragmentos de palha e madeira eram atraídos pelo âmbar, marcando a primeira observação da eletricidade estática (BROWN ; LEMAY JR; BURSTEN, 1997).

Em 1752, Benjamin Franklin realizou seu famoso experimento com uma pipa durante uma tempestade para provar que os raios eram uma forma de eletricidade atmosférica. Ele usou uma pipa com uma chave amarrada a um fio de seda e demonstrou que a eletricidade das nuvens podia ser capturada pela pipa, contribuindo com a teoria das cargas elétricas.

No século XVIII, Luigi Aloisio Galvani conduziu a famosa experiência que envolvia potenciais elétricos e contrações musculares em uma perna de rã morta. Alessandro Volta, posteriormente, atribuiu a descoberta dos potenciais elétricos e inventou a pilha voltaica, que se tornou a primeira fonte de corrente elétrica estável (FATIBELLO-FILHO et al., 2022).

As primeiras experiências envolvendo eletrólise foram iniciadas em 1800, utilizando a pilha de Alessandro Volta, por William Nicholson e Anthony Carlisle, passando uma corrente elétrica em meio aquoso. Outro importante nome no estudo da eletricidade e sua relação com a matéria, deve-se a Michael Faraday, um renomado cientista britânico do século XIX, que entre os anos de 1833 e 1834 publicou as duas leis fundamentais da eletrólise (BROWN; LEMAY JR; BURSTEN, 1997; FATIBELLO-FILHO et al., 2022), que estão relacionadas à

quantidade de substâncias que são depositadas durante uma reação de eletrólise. Vários estudos de Faraday serviram de base para várias pesquisas subsequentes sobre as leis de eletricidade e magnetismo, como os trabalhos publicados em 1873 pelo físico e matemático James Clerk Maxwell (COSTA e PORTO, 2021).

No ano de 1887, Humphry Davy utilizou a pilha de Volta para realizar a eletrólise e conseguiu isolar diversos elementos pela primeira vez, obtendo potássio, sódio, cálcio, estrôncio, bário, magnésio e boro (FATIBELLO-FILHO et al., 2022).

1.2 Eletrólise

Na eletrólise ocorre o processo inverso àquele existente numa pilha voltaica, onde as reações de oxidação-redução (redox) são espontâneas, caracterizadas termodinamicamente por uma diminuição da energia livre de Gibbs ($\Delta G^\circ < 0$) (ATKINS e JONES, 2011). Como na célula eletrolítica, a energia livre de Gibbs é positiva, o processo é não espontâneo, e assim, para ocorrer é necessário fornecer energia a célula, conectando a célula a uma fonte externa que força a ocorrência de uma reação redox não espontânea (ATKINS e JONES, 2011; BROWN; LEMAY JR; BURSTEN, 1997) Figura 1. O dispositivo onde ocorrem esses processos eletroquímicos é denominado de célula eletrolítica. Na célula eletrolítica, o eletrodo onde ocorre a redução é denominado de *cátodo* e o eletrodo onde ocorre a oxidação é denominado de *ânodo*, onde nesse aspecto é semelhante à uma pilha voltaica (BROWN; LEMAY JR; BURSTEN, 1997). A diferença entre os dois sistemas se dá mediante a polaridade dos eletrodos, uma vez que na célula eletrolítica o cátodo é o polo negativo, enquanto o ânodo é o polo positivo. Já na pilha, o cátodo tem sinal (+) e o anodo (-), por definição

(ATKINS e JONES, 2011).

Figure 1 Diagrama representando o processo espontâneo e não espontâneo em um processo eletroquímico.

Fonte: <http://qnesc.sbq.org.br/online/prelo/EEQ-23-20.pdf> (Acesso: 20 jun. 2023)

Aspectos quantitativos da eletrólise podem ser facilmente compreendidos, uma vez que o número de mols do material oxidado ou reduzido na superfície de um eletrodo depende apenas da estequiometria da reação e da quantidade de eletricidade que passa pela célula (FATIBELLO-FILHO et al., 2022). Nesse contexto, Faraday publicou as duas leis fundamentais da eletrólise. A primeira lei de Faraday afirma que a massa do material depositado em um eletrodo durante a eletrólise é diretamente proporcional à corrente (I) e ao tempo (t) de eletrólise, ou seja, a quantidade de eletricidade (Equação 1). Por exemplo, pode-se depositar ferro sobre uma estrutura de ferro oxidada pela formação de ferrugem, mediante a eletrólise, cuja nova camada formada depende da corrente elétrica consumida e do tempo de eletrólise (GENTIL, 1982; RAMANATHAN, 1999). Essa relação pode ser expressa pela equação simplificada:

$$Q = It = Nf (1)$$

Onde:

Q é a quantidade de carga elétrica em *Coulomb* (C)

I é a corrente elétrica em Ampères (A).

t é o tempo de eletrólise em segundos

(s). n é o número de mols de elétrons.

F é a constante de Faraday = 96.485 C/mol

A segunda lei de Faraday, estabelece que as massas de diferentes eletrólitos depositadas no eletrodo pela passagem da mesma quantidade de eletricidade (Q) são proporcionais ao equivalente-grama (eqg) do eletrólito, de acordo com a Equação 2:

$$m(p) = K_2 eqg (2)$$

Onde:

K_2 representa uma constante de proporcionalidade;

eqg representa o equivalente grama da substância

Através da Equação 2, pode-se inferir que ao aumentar a corrente elétrica ou prolongar o tempo durante o qual a corrente elétrica é aplicada, a quantidade total de carga elétrica aumentará, o que, por sua vez, resultará em uma maior quantidade de substância formada ou decomposta nos eletrodos.

1.3 Corrosão de metais: Estudo de caso

A grande maioria dos metais sofre espontaneamente oxidação na presença de espécies oxidantes como o oxigênio, resultando na degradação da superfície desses metais, e assim, sofrem corrosão, Figura 2. Contudo, como forma preventiva e/ou corretiva, pode-se combatê-la pela deposição de metal em sua superfície por meio da oxidação de um metal, conhecido como ânodo de sacrifício. Assim, a remoção da ferrugem, que basicamente é composto pelo óxido de ferro (III) hidratado, pode ser feita, e as leis de Faraday podem ser aplicadas para se determinar a quantidade de carga elétrica necessária para converter os íons de Fe (III) presentes na ferrugem à ferro metálico (DOS SANTOS; PORTO; KIOURANIS, 2020; RAMANATHAN, 1999). À medida que a corrente elétrica flui para o objeto oxidado, um material contendo ferro se oxida, e são posteriormente reduzidos no material oxidado presente no cátodo. Para isso, uma corrente elétrica é consumida em determinado tempo (PANNONI, 2015; GENTIL, 1982; SANJUAN et al., 2009; GORIA, 2023).

Figura 2 Processo de oxidação de materiais a base de ferro.

Fonte: <https://www.fecciengenharia.com/> (Acesso: 20 jun. 2023)

No processo de oxidação do ferro, ocorre a interação química entre o ferro e o oxigênio contido no ar, juntamente com a umidade (água). Quando o metal entra em contato com o oxigênio presente na atmosfera e a água, ocorre uma transferência de elétrons entre essas duas espécies químicas. No ferro, há perda de elétrons, resultando na sua oxidação, sendo transferido para o oxigênio, resultando em sua redução, de acordo com a Figura 3. Forma-se uma camada de coloração variando de preta a vermelha em diferentes graus de texturas. Todo processo da oxidação do ferro é espontâneo e ocorre de acordo com a seguinte equação química, abaixo:

$$E^0_{\text{célula}} = E^0(\text{cátodo}) - E^0(\text{ânodo}) = 0,40\text{ V} - (-0,44\text{ V}) = +0,84\text{ V}$$

Nessa reação, o ferro perde dois elétrons e forma íons de Fe(II), enquanto o oxigênio é reduzido e forma íons hidroxila (OH⁻). Depois o processo evolui para oxidação de Fe(II) a Fe(III).

Figura 3 Fenômeno eletroquímico responsável pela corrosão do ferro.

Fonte: <https://allan-quimica.webnode.page/> (acesso: 20 jun. 2023)

A segunda lei de Faraday, que trata das massas equivalentes de substâncias envolvidas em uma reação eletroquímica, também é relevante na retirada de ferrugem. Isso se deve ao fato de que a quantidade de ferrugem ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) é conhecida, e essa lei permite calcular a quantidade de ferro metálico que pode ser recuperada a partir da quantidade de ferrugem presente. A aplicação de eletricidade durante o processo de retirada de ferrugem, aplicando a segunda lei de Faraday permite calcular a quantidade de ferro metálico depositada, recuperando o ferro perdido sob a forma de ferrugem que se desprende fácil do material enferrujado (GENTIL, 1982). Portanto, as leis de Faraday são fundamentais para compreender e controlar a eletrólise usada na remoção da ferrugem e na restauração de objetos metálicos.

1.4 Eletrólise presente em artigos voltados para o ensino

Uma quantidade relevante de artigos científicos voltados para o ensino envolvendo o processo da eletrólise já foi publicada na literatura, dentre os quais, podemos destacar o trabalho desenvolvido por Gerson et. al, (1996) que trabalharam com um grupo de alunos do ensino médio um experimento simples, baseado na eletrólise da água utilizando materiais de fácil obtenção com o objetivo de determinar a constante de Avogadro.

Andrade e Zimmer, (2021) desenvolveram uma atividade experimental com uma turma do ensino médio com materiais de baixo custo baseada na galvanização de pedaços de arame, a fim de trabalhar conceitos fundamentais sobre eletroquímica com a turma para esta estabelecer relações mais próximas entre o conhecimento e o mundo material, além de despertar o interesse pela ciência e tecnologia.

Arini et. al, (2021) desenvolveram uma proposta alternativa para o ensino a alunos do último ano do curso de bacharelado em Química. A intervenção pedagógica consistiu exclusivamente em experimentação, guiada por um protocolo com instruções apenas procedimentais. A avaliação do aprendizado foi feita por questões dissertativas em testes pré e pós a atividade experimental envolvendo a eletrólise, com resultados estatisticamente superiores no teste pós.

Sartori et al, (2013) empregaram materiais de baixo custo, como, lápis de grafite, reservatórios de plástico, e seringas sem agulhas numa eletrólise de KI, demonstrando a oxidação de iodeto a iodo no anodo e redução de água no cátodo gerando H_2 e OH^- , cuja hidroxila foi monitorada pelo uso de indicador a base de repolho roxo para discussão de conceitos ácido-base. Foi possível quantificar H_2 , íons de hidróxido, e obtenção da constante de avogadro, com bastante exatidão.

As restingas permitiram concentrar os produtos da eletrólise para uma visualização mais adequada para os alunos.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivos gerais

Ensinar aos estudantes como remover o óxido de ferro (III) (ferrugem) de peças de bicicletas por meio da eletrólise, sendo esta uma ótima maneira de demonstrar um processo de restauração através de processos eletroquímicos e relacionar os conceitos científicos com atividades experimentais.

2.2 Objetivos específicos

- i) Compreender os processos físico-químicos relacionados à oxidação do ferro;
- ii) Identificar os fatores físico-químicos que influenciam na formação de ferrugem;
- iii) Desenvolver métodos de prevenção/ proteção contra a ferrugem;
- iv) Aplicar os conhecimentos eletroquímicos ao ensino de química;
- v) Fazer demonstrações em salas de aula, laboratórios e em evento científico sobre ações empregadas no programa de residência pedagógica.

3 METODOLOGIA

3.1 Materiais e reagentes

3.1.1 Aparatos e equipamentos

Peça metálica enferrujada como objeto de ferro oxidado. Para tentar atrair a atenção dos estudantes foi utilizado um pedaço de corrente de bicicleta. Uma fonte de alimentação com potencial contínuo de 12 V e 2 A (Sergemco) de corrente foi utilizada. Para a montagem da célula eletrolítica, um Becker de 600 mL contendo NaCl e água para preparar uma solução $1,0 \text{ mol L}^{-1}$ foi utilizado, conforme necessário para ter as condições padrões. Um ânodo constituído de uma braçadeira usada em postes de transmissão de energia, o qual é feito de aço inoxidável, foi utilizado como material de sacrifício, como fonte de íons ferro. O cátodo foi exatamente uma pequena parte de uma corrente de bicicleta desengordurada e que estava oxidada. Cabos e conectores tipo jacarés foram usados para conectar os eletrodos à fonte de alimentação. Pinças e garras e suporte universal foram utilizados para fixar os eletrodos e os cabos. A retirada da gordura foi feita com escova de cerdas macias. Luvas de borracha, jaleco e óculos de proteção foram utilizados como equipamentos de proteção individual (EPI). Uma balança analítica Shimadzu AY220 foi utilizada para medir a massa exata do NaCl usado como eletrólito. Água deionizada usando um sistema Milli-Q (Merck), modelo direct-Q 3 UV com resistividade $18,2 \text{ M}\cdot\Omega\cdot\text{cm}$ foi utilizado no preparo da solução eletrolítica. para a medida de potencial aplicado e corrente elétrica um multímetro minipa modelo ET- 1000 foi empregado (Figura 4). Um pHmetro Kasvi, modelo K-39 0014 PA previamente calibrado foi utilizado.

3.1.2 Reagentes e soluções

Cloreto de sódio (teor 99 -100,5%), solução de pH $4,00 \pm 0,02$ a base de biftalato de potássio / hidróxido de sódio, solução de pH $7,00 \pm 0,02$ a base de fosfato dissódico / fosfato de potássio monossódico foram adquiridos da Vetec e Quimis, respectivamente. Fita de pH universal.

3.2 EPIs e cuidados

Inicialmente, teve-se uma preparação com os EPIs descritos, a saber, luvas e óculos de proteção, para operação com segurança dos materiais utilizados. Também se certificou de estar em um ambiente bem ventilado e com fluxo de ar, por conta da evolução de gases como hidrogênio e cloro produzidos durante a eletrólise. Removeu-se, anteriormente, qualquer sujeira, do tipo poeira, ou gordura, presente na peça enferrujada de bicicleta com uma escova de cerdas macias.

3.3 Preparo da solução e da célula de eletrólise

Preparou-se uma solução eletrolítica composta por água deionizada (400 mL) com cloreto de sódio PA, para isso exatamente 23,3848 g foram pesados na balança analítica para preparar uma solução de cloreto de sódio $1,0 \text{ mol L}^{-1}$. Em seguida, transferiu-se 400 mL de água deionizada para um Becker de 600 mL para o preparo da solução eletrolítica de NaCl.

Figura 4 Sistema Milli-Q (Merck), modelo direct-Q 3 UV usado para obtenção de água deionizada usada no trabalho.

Fonte: O autor

A quantidade de NaCl auxilia numa menor resistência da solução, permitindo uma maior corrente elétrica, e conseqüentemente uma maior taxa de remoção de ferrugem (RAMANATHAN, 1999). Em seguida, pesou-se a massa da corrente de bicicleta, a qual foi exatamente 20,2627 g, conforme Figura 5 e 6.

Figura 5 Uma parte da corrente de bicicleta oxidada é mostrada em cima de um papel de filtro.

Fonte: O autor

Figure 6 Uma parte da corrente de bicicleta oxidada é pesada em balança analítica para exata massa da mesma.

Fonte: o autor.

A massa exata da corrente era necessária para se observar o acúmulo, ou não de ferro na peça, como fruto da deposição de ferro por meio da redução de íons ferro gerados pelo material de sacrifício, fonte de íons ferro.

Com a solução preparada, mergulhou-se os eletrodos suficientemente para cobrir quase c^{Fonte: O autor} o último anel (elo) da corrente foi conectado a um arame, cujo arame não estava imerso na solução para não sofrer eletrólise. O metal de sacrifício, de aço inox, foi mergulhado, este não precisa ser completamente mergulhado, pois também precisa ser conectado, por meio de cabos (Figura 7).

Figura 7 Imagem da célula eletrolítica com seus aparatos.

Fonte: O autor

Em seguida, certificou-se de que a polaridade estava correta para início do processo, de tal forma que, o objeto oxidado foi conectado ao polo negativo da fonte, constituindo o cátodo, para poder sofrer redução, e o anodo de aço inoxidável foi conectado ao pólo positivo da fonte (+12 V). Certificando-se de que eles estejam espaçados de forma adequada para não encostar um ao outro, e causar curto-circuito e queima a fonte de alimentação, ligou-se os fios à fonte de energia (carregador de bateria, por exemplo). Certificou-se de que a polaridade estava correta, com a corrente no polo negativo (cátodo), e o anodo de aço inoxidável, o polo positivo, usando um multímetro. Ligou-se a fonte de corrente contínua à rede elétrica de corrente alternada.

3.4 Monitoramento do processo da eletrólise

Durante o monitoramento, o tempo necessário para a eletrólise depende do tamanho/ou volume do objeto, e do grau de oxidação. Pequenos objetos podem levar alguns minutos, enquanto objetos maiores podem exigir um tempo prolongado de eletrólise, outro fator importante é a quantidade de corrente e

potencial que pode ser fornecida pela fonte de alimentação.

Durante a eletrólise, deixou-se o processo de eletrólise continuar enquanto eram dadas explicações sobre a reação aos estudantes. Os estudantes acompanharam o progresso e os efeitos da eletrólise. Foi pedido aos alunos que verificassem periodicamente a aparência do objeto, e a quantidade de ferrugem removida. Após o tempo de eletrólise adequado, desligou-se a fonte de corrente contínua e removeu-se o objeto metálico do recipiente. Usando água deionizada, a corrente foi limpa, seca em estufa a 150°C por 3 h, e depois pesada novamente, após resfriar. Após a remoção da ferrugem, foi recomendado aplicar um revestimento protetor ao objeto metálico como esmalte, cera, verniz ou qualquer outro produto adequado ao tipo de metal em questão para evitar futuras ocorrências de corrosão. O método utilizado é a aplicação de uma camada protetora ou revestimento sobre a superfície do metal. Essa camada protetora serve como uma barreira física, impedindo que o metal entre em contato direto com os elementos que causam a corrosão, como oxigênio e umidade. Durante o monitoramento também foi realizada a medida periódica da corrente elétrica, colocando um multímetro em série no circuito da eletrólise, com o multímetro medindo corrente contínua numa escala de até 10 A. Porém para evitar queimar o fusível do multímetro, ou o próprio multímetro, uma fonte de corrente de 2 A foi utilizada. Também foi aferida a diferença de potencial aplicada pela fonte, pela medida em paralelo da diferença de potencial aplicada pelos terminais da fonte. Com a medida de corrente elétrica em função do tempo, mede-se a quantidade de carga (Q) e daí, encontra-se o número de elétrons envolvidos e a quantidade de Fe(II) depositada na superfície da corrente. Para certificar que íons Fe(II) estavam sendo medidos, preparou-se uma solução 0,2 mol L⁻¹ de tiocianato de

potássio e pequenas alíquotas de 300 μL foram retirados da célula de eletrólise. No caso da negativa de encontrar íons Fe(III) , a oxidação desses com peróxido de hidrogênio 15% foi usado. Imagens da reação foram registradas usando smartphone e uma câmara de LED (PESSOA et al. 2017). Alíquotas de 5 mL foram retiradas a cada 30 min para medição do pH. A temperatura do experimento também foi medida com o pHmetro, o qual tem sensor de temperatura embutido. Essas medidas foram monitoradas ao longo de 40 min de eletrólise para discutir todos os fenômenos observados e sua comprovação com os experimentos feitos.

3.5 Demonstração para os alunos

Turmas do ensino médio do Colégio Militar do Recife acompanharam os experimentos. Turmas do 3º ano do ensino médio, onde aproximadamente 45 estudantes acompanharam os experimentos no laboratório da escola. As práticas foram acompanhadas pelo docente Major Aderivaldo, o qual é o professor preceptor do programa de residência pedagógica do subprojeto Química-Recife, coordenado pelo Prof. Dr. Vagner Bezerra dos Santos. Igualmente essa eletrólise foi apresentada por 60 minutos durante a exposição dos trabalhos durante a 2ª Amostra dos trabalhos dos programas de residência pedagógica e programa de iniciação à docência da UFPE que recebeu estudantes do ensino médio e superior. Durante esse tempo diversas explicações dos fenômenos foram apresentadas e discutidas com os alunos.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Inicialmente, realizou-se a medição da diferença de potencial fornecida pela fonte de energia. Observou-se que, ao invés dos 12 V esperados, a fonte estava aplicando 12,4 V, o que sugere uma possível desregulagem. Após essas verificações preliminares, iniciou-se o processo de eletrólise. A remoção da ferrugem através desse método apresentou resultados expressivos, conforme ilustrado na Figura 8.

Figura 8 Imagens do experimento montado e monitoramento da corrente em diferentes momentos da eletrólise: 10 min, 30 min e 60 min.

Fonte: O autor

O processo repõe a camada de ferro perdida na superfície da peça, devido ao óxido de ferro (ferrugem) da superfície, permitindo que a peça seja restaurada ao seu estado original, Figura 9.

Figura 9 Parte de uma corrente de bicicleta sendo submetida à eletrolise. Bolhas de gás podem ser observadas se despreendendo da corrente.

Fonte: O autor

O desprendimento de gás está associado a uma série de reações acontecendo no cátodo, principalmente pela redução de água.

O pH foi medido com o pHmetro e um pH de 7,6 foi encontrado. Daí o potencial dessa reação seria algo próximo de -0,42 V vs eletrodo padrão de hidrogênio (EPH). Como a temperatura estava em 18°C (ambiente controlado com ar condicionado), estima-se que esse potencial seria ligeiramente diferente. Daí o gás observado no cátodo é $\text{H}_{2(g)}$, e a medida do pH comprova essa reação, pela liberação de OH^- na célula. Ao se medir o pH, o mesmo foi superior a 14, extrapolando a escala do pHmetro calibrado que seria 14. O mesmo deu resposta na fita de pH entre 12- 13 (figura 10). Considere aqui o erro alcalino existente no pHmetro ao medir $\text{pH} > 12$.

Figura10 Fita de pH indicando um pH 12 - 13 da reação.

Fonte: O autor

Outra reação importante é a oxidação no ânodo, que é devido a oxidação do ferro contido no aço inoxidável acarretando em uma competição por elétrons. A oxidação do ferro no aço inoxidável consome parte da corrente elétrica que deveria ser utilizada para oxidar outros íons presentes na solução ou para promover a remoção da ferrugem. Os íons ferro (Fe(II) ou Fe(III)) liberados pela oxidação do aço inoxidável podem reagir com outros íons presentes na solução, formando produtos indesejados que podem diminuir a eficiência do processo de eletrólise. Esses produtos indesejados podem se depositar nos eletrodos e impedir o processo da eletrólise.

A oxidação do ferro no ânodo pode diminuir a quantidade de elétrons disponíveis para reduzir a ferrugem no cátodo, tornando a remoção da ferrugem menos eficiente e mais lenta. O aço tem diferentes produtos, contudo em média,

ele tem 8% de níquel, até 20% de Cromo, outros metais minoritários e o restante é carbono e ferro.(CHIAVERINI, V. 1986)

Pensando-se nos principais constituintes, ferro e carbono, a reação é a seguinte:

Como temos uma oxidação:

De posse disso, o processo irá ocorrer a um potencial mínimo de:

$$E_{\text{célula}} = E^\circ_{\text{catodo}} - E^\circ_{\text{Anodo}} = - 0,42 \text{ V} - (- 0,44 \text{ V}) = 0,02 \text{ V}$$

Isso inicialmente, contudo, o valor de $\text{pH} > 7$ sugere uma intensa produção de H_2 e OH^- , e isso, sugere que o potencial mais adequado seria $-0,83 \text{ V}$ (ATKINS P.; JONES L., 2011) para a água durante a reação, de acordo com a equação abaixo:

$$E_{\text{célula}} = E^\circ_{\text{catodo}} - E^\circ_{\text{Anodo}} = -0,83 \text{ V} - (-0,44\text{V}) = - 0,39 \text{ V}$$

De qualquer forma, devido ao sobrepotencial, nenhuma eletrólise iria correr se não fosse aplicado um potencial bem superior a $0,02 \text{ V}$ ou $0,39 \text{ V}$, para superar esse sobrepotencial. Dessa forma, o potencial mínimo seria $0,39 \text{ V}$, e como se aplicou $12,4 \text{ V}$ (fonte de alimentação), muitos outros processos são possíveis. A aplicação de $12,4 \text{ V}$, apesar de ser bem superior ao potencial termodinâmico teórico, é uma estratégia necessária para garantir que a eletrólise ocorra de forma

eficiente, rápida e que a reação desejada (remoção da ferrugem) se processe de forma adequada. O sobrepotencial e a necessidade de gerar uma corrente adequada são os principais fatores que justificam essa diferença. Entretanto, deve-se sempre levar em consideração que a aplicação de potenciais muito altos pode levar a subprodutos e outros processos paralelos e desnecessários. Porém esses são os mais importantes. Durante os primeiros 30 min foi observado a evolução de um gás de odor peculiar, que se tratava de cloro. Para a formação de cloro, o qual é o constituinte do eletrólito, tem-se:

Porém como se trata de uma oxidação de cloreto para formar cloro tem:

$$E_{\text{célula}} = E^\circ_{\text{catodo}} - E^\circ_{\text{Anodo}} = -0,83 \text{ V} - (+1,36\text{V}) = -1,19 \text{ V}$$

O processo não é favorecido espontaneamente, contudo na eletrolise, aplicando 12,4 V, essa reação ocorre até não ter mais Cl^- no meio. Isso foi constatado, que após um certo tempo, não havia mais o odor característico de gás cloro liberado. Aplicado 12,4 V, o processo foi acelerado e rapidamente consumiu todo o Cl^- em menos de 20 min.

Outro processo que pode ocorrer é a redução de níquel e cromo presente no aço.

$$E_{\text{célula}} = E^\circ_{\text{catodo}} - E^\circ_{\text{Anodo}} = -0,23 \text{ V} - (-0,44 \text{ V}) = 0,21 \text{ V}$$

Daí temos que no início da eletrolise quem se reduz é níquel e não ferro. A presença de níquel na célula foi observada pela formação de uma solução

esverdeada característica de Ni(II) em meio aquoso.

Como o material de sacrifício é complexo, muitas reações são possíveis, mas esse não é o objetivo do trabalho, e sim, apenas descrever a eletrólise e entendimento dos principais processos.

Outro resultado interessante é a comprovação de formação de Fe(II), no início da reação, o teste com o tiocianato de potássio (KSCN) deu negativo para a presença de íons Fe(III), o que foi comprovado ao iniciar a eletrólise. O teste descrito é um ensaio químico qualitativo para identificar e separar os íons Fe(II) e Fe(III) em solução. Nessa reação o ânion SCN^- reage com íon Fe(III) para formar um complexo de coloração vermelho intenso, de acordo com a equação química abaixo:

A sequência de adição de SCN^- e H_2O_2 permite comprovar, de forma indireta, devido à ausência da formação do complexo $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ de coloração vermelha, que o íon Fe(II) está sendo formado durante o processo de eletrólise. É uma ferramenta analítica valiosa para acompanhar o progresso da eletrólise e a transformação das espécies de Ferro ao longo do processo.

A reação deu negativa para Tiocianato, ou seja, não continha Fe(III). Após 10 min, pegou uma alíquota de 300 μL da solução de eletrólise, 300 μL de SCN^- , e 300 μL de H_2O_2 a uma concentração de 10% (v/v) e o complexo característico foi observado, indicando a presença de íons Fe(II), que foram convertidos a Fe(III), conforme pode ser visto na Figura 11.

Figura 11. Imagem do teste feito para comprovar a presença de Fe(II) como produto da eletrólise. O monitoramento da presença de íons Fe foi feita em 20, 40 e 60 minutos.

Fonte: o autor.

A simples adição de peróxido consegue converter Fe(II) em Fe(III), e dar a cor castanho de Fe(III) em solução, pois supera o potencial de oxidação do Fe(II). Contudo, a presença de SCN^- deixa o meio com aspecto de vermelho sangue, o que torna a identificação mais completa. Para ter uma imagem mais realista, sem efeitos de sombra ou excesso de luz, a mesma foi obtida numa câmara de LED e obtida com um smartphone para acompanhar em diferentes instantes da eletrólise. Como se pode notar, temos três diferentes tempos (20, 40 e 60 min) da eletrólise, produzindo maior quantidade de Fe(II).

O monitoramento da corrente foi feito a cada 3 min durante 68 min, e os resultados estão inseridos na Tabela 1. Usando as equações abaixo foi calculada a carga:

$$Q_{(n)} - Q_{(n-1)} = ((I_n + I_{n-1})/2) \times (t_n - t_{n-1})$$

$$Q = \sum (Q_{(n)} - Q_{(n-1)})$$

Com a carga, foi possível encontrar a carga total durante a eletrólise, Tabela 1, aplicando a equação $Q = \sum (Q_{(n)} - Q_{(n-1)})$, onde foi encontrado o valor da quantidade de carga total referente a $Q = 10,4358 \text{ C}$.

E aplicando $Q = I \times t = nF$, foi possível encontrar o número de elétrons e consequentemente a massa de Fe, pela relação:

Utilizando a equação de redução do ferro acima, chegou-se a um valor no número de moles de ferro depositado na corrente de bicicleta de $5,41 \times 10^{-5}$ mols, o equivalente a uma massa de 3,02 mg de ferro depositado na corrente. Considerando claro que durante a eletrólise a carga poderia ter sido associada a deposição de outros metais como níquel em 8% (CHIAVERINI, 1986). O depósito de cromo também é possível, após remoção de todo o ferro do aço, pois o potencial para oxidação do cromo é mais elevado que o do ferro, sendo menos favorável o processo do ponto de vista termodinâmico. A eletrólise finalizou quanto a alça de aço inoxidável rompeu pela completa oxidação do material na interface ar-solução, como não tinha mais a alça/abraçadeira, a eletrólise cesou, por não ter um circuito eletrônico fechado. Contudo, para chegar nessa situação, todo o ferro disponível foi oxidado e poderíamos ter 20% de cromo também depositado.

Tabela 1. Valores das correntes elétricas e da quantidade de carga em função do tempo.

Tempo/min	Corrente/mA	$Q_{(n)} - Q_{(n-1)}/C$
0	1,30	-
3	2,10	0,306
8	2,47	0,6855
9	2,50	0,1491
12	2,59	0,4581
15	2,67	0,4734
18	2,73	0,486
21	2,67	0,486
24	2,76	0,4887
29	2,79	0,8325
32	2,91	0,513
35	2,96	0,5283
38	2,91	0,5283
41	2,93	0,5256
44	2,94	0,5283
47	2,81	0,5175
50	2,74	0,4995
53	2,72	0,4914
59	2,60	0,9576
62	2,30	0,441
65	1,60	0,351
68	0,50	0,189

A quantidade de ferro é estimada, pois ainda precisaria levar em consideração uma possível variação de 28% devido aos demais metais presentes no material de sacrifício. Após a eletrólise, o material foi lavado e levado à estufa para remoção de água a 150°C por 3h. Após pesar novamente a mesa estava muito próxima da inicial (20,2627g), o que pode nos levar a que o material óxido presente se despendeu e uma massa equivalente foi repostada (20,2637g). Analisando a peça, a mesma não apresentava sinais de oxidação, e com cor característica de ferro em sua superfície. Sabe-se que um tempo muito elevado, de alguns dias seria o ideal para perceber uma maior deposição de Fe, pois o processo é lento considerando as condições experimentais usadas, e a baixa corrente que circulou na célula. Contudo, essas são as condições reais, usando materiais que os alunos teriam acesso. A diferença na massa de Fe, foi próxima de 1 mg, valor próximo fo valor calculado de 3 mg.

Por fim, o experimento de eletrólise foi levado à presença de alunos do 3º ano do ensino médio, na Escola Militar do Recife/PE e do Colégio Estadual/PE. As fotos das imagens são apresentadas nas Figura 12 e 13, respectivamente.

Figure12 Explicações dos conceitos teóricos envolvidos e a aplicação na Sala de Aula.

Fonte: o autor.

Figura 13 Explicações dos conceitos teóricos envolvidos e aplicação no laboratório.

Fonte: O autor

Os estudantes sempre ficavam atentos, e observando os fenômenos e identificando a evolução de gases, e os compostos formados, como a precipitação de Ferro na forma de $\text{Fe}(\text{OH})_2$ constatado no teste para $\text{Fe}(\text{II})$, a presença de $\text{Ni}(\text{II})$ em solução, o desgaste dos materiais do eletrodo de sacrifício, que ao final ficou apenas um aspecto de carvão, característico da presença de carbono. A experiência foi muito gratificante. Os alunos puderam entender como se faz eletrólise, com materiais simples e de baixo custo como sal de cozinha, águas da torneira, foram usados e o procedimento também ocorreu sem problemas. Esse mesmo experimento foi apresentado na prática durante a 2º Amostra de trabalhos da RP/PIBID da UFPE em Julho de 2023, Figura 14.

Figura 14 O experimento de eletrólise estava acontecendo em meio a outras apresentações concomitantes

Fonte: o autor

Durante o evento da residência, muitas explicações foram dadas e demonstrados os princípios da eletrólise, o efeito visual é nítido dos processos ocorrendo e sempre levanta a curiosidade do aluno, isso é muito importante para a parte dessa curiosidade mostrar os processos e a química por trás de tudo que está acontecendo.

2. CONCLUSÃO

O experimento de remoção de ferrugem por eletrólise se revelou um método altamente eficaz e seguro para restaurar objetos metálicos corroídos. Ao seguir as etapas cuidadosamente delineadas neste procedimento, conseguimos atingir resultados notáveis na eliminação da ferrugem, restaurando a integridade e a aparência das peças metálicas afetadas. Um dos principais pontos de destaque deste método é a sua capacidade de preservar a estrutura original do objeto, uma vez que a corrosão é removida sem a necessidade de abrasão mecânica ou substâncias químicas corrosivas. Isso é crucial para a preservação de objetos de valor histórico, artístico ou sentimental.

A utilização de uma solução eletrolítica simples, geralmente composta por água e cloreto de sódio, torna o procedimento acessível e de baixo custo. Além disso, a eletrólise permite um controle preciso sobre o processo, ajustando a corrente elétrica e o tempo de eletrólise de acordo com o tamanho e a gravidade da ferrugem.

A aplicação na escola Militar e na amostra de residência foram muito produtivas do ponto de vista pedagógico, onde os alunos viram na prática uma eletrólise, seus fenômenos, entender que os potenciais padrões são aplicáveis à realidade e explicam os fenômenos de preferência, e quem controla a eletrólise, potencial mínimo aplicado, reações paralelas acontecendo, e muitos outros pontos importantes.

REFERÊNCIAS

- ANDRADE, L. V.; ZIMMER, C. G. **Galvanização: uma proposta para o ensino de eletroquímica**. Quím. Nova esc., v. 43, 3, 2021.
- ARINI, G. S.; SANTOS, I. V. S.; TORRES, B. B. **Uma abordagem de ensino ativo em um experimento de eletrólise**. Quím. Nova esc., v. 43, 2, 2021.
- ATKINS, P.; JONES, L. **Princípios de Química, questionando a vida moderna e o meio ambiente**. 5ª ed. Bookman Companhia Ed., 2011.
- BROWN, T.; LeMAY Jr. H. E.; BURSTEN, B. E. **Química: Ciência central**. 7ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 1997.
- CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica**. São Paulo: McGraw Hill, 1986.
- COSTA, M. C. S.; PORTO, P. A. **A pilha de Daniell: um estudo de caso histórico**. Caderno Brasileiro de Física. v. 38, 3, 2021.
- FATIBELLO-FILHO, O.; SILVA, T. A.; MORAES, F. C.; SITTA, E. **Eletroanálises aspectos teóricos e práticos**. São Carlos: EdUSCar, 2022.
- GENTIL, V. **Corrosão**. 2ª ed. ,Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A. 1982.
- GORIA, S. **Effect of the molarity of an alkaline electrolyte in electrolysis on the rust removal rate of steel**. Disponível em: <http://www.sapphire-foundation.org>. Acesso em 30 jan. 2025.
- HAMILTON, D. L. **Methods of conserving archaeological material from underwater sites**. Texas: Conservation Research Laboratory, Center for Maritime Archaeology and Conservation. 1999.
Disponível em: <https://liberalarts.tamu.edu/nautarch/wp-content/uploads/sites/32/2021/10/ConservationManual.pdf>
Acesso em 30 jan. 2025.
- PANNONI, F. D., **Projeto e durabilidade**.Rio de Janeiro: Instituto Aço Brasil, CBCA, 2017.
- PESSOA, K. D.; SUAREZ, W. T.; REIS, M. F.; FRANCO, M. O. K.; MOREIRA, R. P. L.; DOS SANTOS, V. B. **Desenvolvimento e validação de metodologia analítica baseada em imagens digitais de spot tests para determinação de etanol em cachaça**. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, v. 185, 310, 2017.

RAMANATHAN, L. V. **Corrosão e seu controle**. 1ª ed. São Paulo: Hemus Editora, 1999.

SANJUAN, M. E. C.; SANTOS, C. V.; MAIA, J. O.; SILVA, A. F. A.; WARTHA, E. J. **Maresia: Uma proposta para o ensino de eletroquímica**. Quím. Nova esc., v. 31, 3, 2009.

SANTOS, M. C. G.; PORTO, P. A.; KIOURANIS, N. M. M. **Michael Faraday rumo às leis da eletrólise: alguns experimentos**. Quím. Nova esc., v. 42, 4, 2020.

SARTORI, E. R.; SANTOS, V. B. TRENCH, A. B.; FATIBELLO-FILHO, O. **Construção de Uma Célula Eletrolítica para o Ensino de Eletrólise a Partir de Materiais de Baixo Custo**. Quím. Nova esc., v. 35, 2, 2013.

SILVA, F. B. **A eletrólise na conservação do patrimônio arqueológico ferroso das missões jesuíticas**. Orientador: Prof. Dr. Jaime Mujica Sallés. Monografia. Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, RS. 2018.