

EDUARDO DOS SANTOS MARTINS

**DESENVOLVIMENTO DE UM GALVANOSTATO PARA
HIDROGENAÇÃO DE MATERIAIS EM ENSAIOS DE
SUSCEPTIBILIDADE À FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**

2021

EDUARDO DOS SANTOS MARTINS

**DESENVOLVIMENTO DE UM GALVANOSTATO PARA
HIDROGENAÇÃO DE MATERIAIS EM ENSAIOS DE
SUSCEPTIBILIDADE À FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO**

Projeto de Fim de Curso apresentado ao curso de graduação em Engenharia Mecatrônica da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia, como parte dos requisitos para a obtenção do título de **BACHAREL em ENGENHARIA MECATRÔNICA.**

Orientadora: Profa. Dr.-Ing. Vera Lúcia Donizeti de Sousa Franco.

UBERLÂNDIA - MG

2021

AGRADECIMENTOS

A Deus, por todas as conquistas e superações durante os meus anos de estudo.

A minha mãe Yolanda Maria dos Santos Martins, por todo exemplo pessoal, pela paciência, amor, compreensão e por todos os anos dedicados aos filhos, sempre incentivando e apoiando nos estudos.

A toda a minha família, em especial ao meu pai Josefino Alves Martins, meu irmão Rafael dos Santos Martins e minha irmã Isabela dos Santos Martins, por todo o apoio e incentivo para que eu pudesse realizar o sonho de me graduar em Engenharia Mecatrônica.

Aos meus amigos e colegas do curso de Engenharia Mecatrônica, em especial ao Jhonatan de Oliveira Silva, Lucas Eduardo Coelho e Rodrigo Rocha dos Santos por toda ajuda, apoio e vivência durante os anos de faculdade.

A minha orientadora, a professora Dr.-Ing. Vera Lúcia Donizeti de Sousa Franco, por todo aprendizado, confiança e disposição para que a realização desse trabalho fosse possível.

A todo o grupo de funcionários e colaboradores do Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste (LTAD), em especial aos engenheiros Felipe Oliveira Caixeta e Matheus Heitor Silva Ferreira e aos técnicos Wedeson Oliveira dos Santos e Johnson Gonçalves, com os quais aprendi bastante e que me apoiaram durante o desenvolvimento deste Projeto de Fim de Curso.

À Petrobras pelo apoio financeiro para o desenvolvimento deste projeto.

À Universidade Federal de Uberlândia (UFU) e à Faculdade de Engenharia Mecânica (FEMEC) pela oportunidade de realizar o curso de graduação em Engenharia Mecatrônica.

MARTINS, E. S. **Desenvolvimento de um Galvanostato para Hidrogenação de Materiais em Ensaios de Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio**. 2021. 84 p. Monografia (Bacharelado em Engenharia Mecatrônica) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

Resumo

Este trabalho descreve o desenvolvimento de um galvanostato para a aplicação de corrente constante (de 1 mA a 300 mA) em uma célula eletroquímica, visando a geração de hidrogênio em amostras metálicas a serem usadas em ensaios para a avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio. Utilizou-se um microcontrolador de 8-bits (ATmega328P) para gerar um sinal de tensão modulado por largura de pulso que, posteriormente, é filtrado e empregado no controle da corrente aplicada pelo galvanostato, em que o referido sinal constantemente é monitorado a partir das leituras realizadas pelo conversor A/D de 10-bits do microcontrolador. Um visor LCD foi utilizado para permitir ao usuário a visualização de informações necessárias à configuração da corrente a ser aplicada, ao monitoramento do ensaio e à calibração do galvanostato. As leituras dos valores de corrente são feitas de forma indireta, por meio da tensão mostrada no visor e de um fator multiplicativo definido pela chave seletora (10^{-3} , 10^{-2} , 10^{-1}) presente no painel frontal do aparelho. Para a validação do galvanostato, realizaram-se ensaios de curta e longa duração, nos quais um multímetro digital Agilent, modelo 34410A, foi utilizado para a leitura e aquisição das correntes aplicadas entre um contraeletrodo e um eletrodo de trabalho em determinada célula eletroquímica de dois eletrodos.

Palavras-chave: *Galvanostato. Fragilização por hidrogênio. Célula eletroquímica. Microcontrolador.*

MARTINS, E. S. **Development of a Galvanostat for Hydrogenation of Materials in Hydrogen Embrittlement Susceptibility Testing**. 2021. 84 p. Monograph (Bachelor of Mechatronics Engineering) – Faculty of Mechanical Engineering, Federal University of Uberlândia, Uberlândia.

Abstract

This work describes the development of a galvanostat for the application of a constant current (from 1 mA to 300 mA) in an electrochemical cell, aimed to the generation of hydrogen on metallic samples that will be used in tests to evaluate the susceptibility to hydrogen embrittlement. An 8-bit microcontroller (ATmega328P) was used to generate a pulse-width modulated voltage signal, which is subsequently filtered and required to control the current applied by a galvanostat, in which the aforesaid signal is constantly monitored from the readings carried out by 10-bit A/D converter of the microcontroller. An LCD display was implemented to allow the user to visualize necessary information to configure the current to be applied, to the test monitoring and to calibrate the galvanostat. The readings of current values are indirectly made through the voltage shown on the display and a multiplicative factor defined by the selector switch (10^{-3} , 10^{-2} , 10^{-1}) present on the device's front panel. For the galvanostat validation, short and long-term tests were carried out, in which an Agilent digital multimeter, model 34410A, was used to read and acquire the currents applied between a counter-electrode and a working electrode in a given two-electrode electrochemical cell.

Keywords: *Galvanostat. Hydrogen embrittlement. Electrochemical cell. Microcontroller.*

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Sítios octaédricos e tetraédricos das estruturas CCC e CFC do ferro com seus respectivos raios intersticiais. (adaptado de Vianna (2005); original de Miranda (1994)).....	16
Figura 2 – Processo de dissolução do hidrogênio molecular em materiais metálicos.....	17
Figura 3 – Representação esquemática do empolamento e dos mecanismos de propagação de trincas SWC e SOHIC (adaptado de Alvisi (2010)).....	18
Figura 4 – Representação esquemática do hidrogênio contribuindo para a redução da coesão cristalina do material metálico (adaptado de Del-Pozo, Villalobos e Serna (2020)).....	19
Figura 5 – Representação esquemática do crescimento de uma trinca pelo mecanismo de decoesão. Em (a) o hidrogênio se difunde para a região da ponta da trinca, levando em (b) à saturação com hidrogênio e em (c) à propagação da trinca (adaptado de Oliveira e Miranda (2008)).....	19
Figura 6 – Representação esquemática de uma célula eletroquímica de três eletrodos, sendo eles o eletrodo de trabalho (ET), o eletrodo de referência (ER) e o contra-eletrodo (CE).....	21
Figura 7 – Exemplos de técnicas empregadas no controle de corrente com um galvanostato. (a) Cronopotenciometria de corrente constante. (b) Cronopotenciometria de aumento linear de corrente. (c) Cronopotenciometria cíclica. À esquerda encontram-se os gráficos que ilustram o sinal da corrente aplicada entre o ET e o CE; à direita, a resposta obtida para a diferença de potencial entre o ET e o ER (adaptado de Bard e Faulkner (2000)).....	22
Figura 8 – Representação simplificada da montagem experimental para testes de cronopotenciometria em uma célula eletroquímica de três eletrodos, composta por um eletrodo de trabalho (ET), um eletrodo de referência (ER) e um contra-eletrodo (CE) (adaptado de Bard e Faulkner (2000)).....	23

Figura 9 – (a) Símbolo representativo do amplificador operacional; (b) modelo do circuito equivalente para o amplificador operacional (adaptado de Alexander e Sadiku (2013)).....	24
Figura 10 – Regiões de operação de um amplificador operacional (adaptado de Alexander e Sadiku (2013)).....	25
Figura 11 – (a) Amplificador inversor; (b) seguidor de tensão.....	25
Figura 12 – Circuito elétrico dos galvanostatos propostos por Bard e Faulkner (2000).....	27
Figura 13 – Representação da forma de onda obtida a partir da técnica PWM (adaptado de Vitorino (2019)).....	28
Figura 14 – Representação esquemática do microcontrolador ATmega328P em diagramas de bloco (MICROCHIP, 2020, p. 15).....	29
Figura 15 – Especificação da pinagem do microcontrolador ATmega328P para o encapsulamento do tipo 28 SPDIP (MICROCHIP, 2020, p. 12).....	30
Figura 16 – Diagrama de blocos representativo do projeto do galvanostato.....	31
Figura 17 – Fonte de alimentação simétrica de ± 15 V desenvolvida para o galvanostato...	32
Figura 18 – Circuitos para regulação de saída de tensão de +12 V e de +5 V, utilizando o L7812C e o L7805C, respectivamente.....	34
Figura 19 – Circuito elétrico básico do galvanostato.....	36
Figura 20 – Diagrama elétrico das conexões realizadas com o microcontrolador ATmega328P para o projeto do galvanostato.....	39
Figura 21 – Fluxograma simplificado das instruções repassadas ao microcontrolador através do <i>software</i> desenvolvido na IDE do Arduino.....	40
Figura 22 – Registrador ADCSRA utilizado na configuração do conversor A/D do ATmega328P (MICROCHIP, 2020, p. 258).....	41
Figura 23 – Representação esquemática do registrador TCCR1A utilizado na configuração do sinal de saída PWM (MICROCHIP, 2020, p. 140).....	42

Figura 24 – Representação esquemática do registrador TCCR1B utilizado na configuração do sinal de saída PWM (MICROCHIP, 2020, p. 142).....	43
Figura 25 – Diagrama elétrico do circuito desenvolvido para a filtragem do sinal PWM e obtenção da tensão V_{IN} a ser utilizada no controle da corrente aplicada pelo galvanostato.	45
Figura 26 – Fotografias das principais placas do galvanostato após finalizada a confecção.....	46
Figura 27 – Fotografias mostrando a parte externa do galvanostato após finalizada a fabricação.....	46
Figura 28 – Fotografias mostrando a parte interna do galvanostato após finalizada a fabricação.....	47
Figura 29 – Painel traseiro do galvanostato.....	48
Figura 30 – Painel frontal do galvanostato. ER indica o conector para o eletrodo de referência. ET indica o conector para o eletrodo de trabalho. CE indica o conector para o contraeletrodo.....	48
Figura 31 – Telas apresentadas no visor LCD do galvanostato para a calibração da tensão de 1,0 V.....	50
Figura 32 – Comparação entre os valores de tensão medidos pelo multímetro Agilent 34410A (em azul) e pelo multímetro Keysight 3458A (em verde).....	50
Figura 33 – Eletrodo de trabalho (à esquerda) e contraeletrodo (à direita) utilizados nos ensaios de validação do galvanostato.....	51
Figura 34 – Disposição dos equipamentos e materiais utilizados durante os ensaios de validação do galvanostato.....	52
Figura 35 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 10,0 mA entre o ET e o CE.....	53
Figura 36 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 300 mA entre o ET e o CE.....	54
Figura 37 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 1,00 mA entre o ET e o CE.....	55

Figura 38 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 5,00 mA entre o ET e o CE.....	55
Figura 39 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 20,0 mA entre o ET e o CE.....	56
Figura 40 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 30,0 mA entre o ET e o CE.....	56
Figura 41 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 30,0 mA entre o ET e o CE.....	57
Figura 42 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 50,0 mA entre o ET e o CE.....	57
Figura 43 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 75,0 mA entre o ET e o CE.....	58
Figura 44 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 150 mA entre o ET e o CE.....	58

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Informações da folha de dados dos CIs reguladores de tensão L7815C e L7915C, conforme STMicroelectronics (2018) e STMicroelectronics (2019). T_j representa a temperatura na junção do componente.....	34
Tabela 2 – Informações da folha de dados dos CIs reguladores de tensão L7812C e L7805C, conforme STMicroelectronics (2018). T_j representa a temperatura na junção do componente.....	35
Tabela 3 – Informações do transistor BUL312FP, conforme STMicroelectronics (2004). V_{CE} é a tensão entre o coletor e o emissor; T_c é a temperatura do encapsulamento.....	37
Tabela 4 – Resultados obtidos para o cálculo da potência máxima dissipada pelas resistências de 10 Ω , 100 Ω e 1 k Ω	37
Tabela 5 – Fatores de divisão do <i>prescaler</i> conforme configuração dos bits 0 (ADPS0), 1 (ADPS1) e 2 (ADPS2) do registrador ADCSRA (MICROCHIP, 2020, p. 259).....	41
Tabela 6 – Modos de operação do <i>Timer1</i> (adaptado de Microchip (2020)).....	42
Tabela 7 – Descrição da pinagem do módulo do visor LCD 16x2 (adaptado de Amotec (2008)).....	44
Tabela 8 – Resultados obtidos para a média e desvio padrão dos valores de corrente aplicados entre o ET e o CE pelo galvanostato.....	59

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A/D	Analógico para Digital
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CE	Contraeletrodo
CFC	Cúbica de Face Centrada
CI	Circuito Integrado
ET	Eletrodo de Trabalho
ER	Eletrodo de Referência
E/S	Entrada e Saída
GND	<i>Ground</i>
GPRS	<i>General Packet Radio Service</i>
IDE	<i>Integrated Development Environment</i>
LAN	<i>Local Area Network</i>
LCD	<i>Liquid Crystal Display</i>
PCI	Placa de Circuito Impresso
PWM	<i>Pulse Width Modulation</i>
RISC	<i>Reduced Instruction Set Computer</i>
SOHIC	<i>Stress Oriented Hydrogen Induced Cracking</i>
SWC	<i>Stepwise Cracking</i>

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	13
1.1.	Objetivos.....	14
1.2.	Justificativa.....	15
2.	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	16
2.1.	Fragilização por hidrogênio.....	16
2.2.	Hidrogenação de materiais em laboratório.....	20
2.3.	Circuito elétrico do galvanostato.....	23
2.4.	Microcontrolador.....	28
3.	DESENVOLVIMENTO.....	31
3.1.	Descrição do projeto.....	31
3.1.1.	Fonte de alimentação.....	32
3.1.2.	Circuito elétrico básico do galvanostato.....	35
3.1.3.	Circuito elétrico com o microcontrolador.....	38
3.1.4.	Módulo do visor LCD.....	43
3.1.5.	Filtragem do sinal PWM.....	44
3.2.	Fabricação do galvanostato.....	46
3.2.1.	Confecção das placas de circuito impresso.....	46
3.2.2.	Montagem do galvanostato.....	46
3.2.3.	Apresentação dos painéis frontal e traseiro do galvanostato.....	47
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	49
4.1.	Calibração do galvanostato.....	49
4.2.	Preparação dos ensaios.....	51
4.3.	Resultados obtidos.....	53
4.3.1.	Ensaio de longa duração.....	53
4.3.2.	Ensaio de curta duração.....	54

4.3.3. Resultados gerais.....	59
5. CONCLUSÕES.....	61
6. TRABALHOS FUTUROS.....	62
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	63
APÊNDICE A – Programa desenvolvido para o microcontrolador.....	67
APÊNDICE B – Leiaute das placas de circuito impresso do galvanostato.....	79
ANEXO I – Certificado de calibração do multímetro digital Keysight 3458A.	82
ANEXO II – Certificado de calibração do osciloscópio Tektronix TPS2012....	84

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

O hidrogênio é considerado o elemento químico mais abundante no universo e, devido ao seu pequeno raio atômico, pode estar presente na estrutura de diversos materiais metálicos, ocasionando efeitos danosos e alteração de algumas de suas propriedades mecânicas (DEL-POZO; VILLALOBOS; SERNA, 2020).

Os primeiros estudos que identificaram os efeitos prejudiciais do hidrogênio no ferro e no aço foram realizados no início da década de 1870, mas foi a partir da segunda metade do século XX que os fenômenos de fragilização por hidrogênio foram intensamente estudados (LYNCH, 2011). Conforme mencionam Silva, Ponte e Pashchuck (2007), cerca de 25 % das falhas verificadas na indústria de óleo e gás estão relacionadas com a fragilização por hidrogênio, sendo em geral decorrentes de processos de proteção catódica ou pela presença de sulfeto de hidrogênio (H_2S), que em meio aquoso funciona como um catalizador para a permeação de hidrogênio no metal.

A caracterização dos materiais quanto à susceptibilidade à fragilização por hidrogênio requer ensaios com duração menor que os processos naturais, que geralmente ocorrem por um longo período de tempo. A aceleração desses testes pode envolver tanto a aplicação de tensões mecânicas mais elevadas como condições ambientais mais severas (DIETZEL; ATRENS; BARNOUSH, 2012). Para tais ensaios, é necessário a permeação de hidrogênio difusível nos corpos de prova a qual pode ser realizada a partir da eletrólise da água, onde a passagem de uma corrente elétrica entre dois eletrodos, submersos em um fluido aquoso de boa condutividade iônica, permite a redução dos íons H^+ sobre a superfície do catodo dessa reação, no caso sobre a superfície da amostra a ser carregado com hidrogênio (VIANNA, 2005).

Para o controle da corrente aplicada durante a permeação de hidrogênio em determinada amostra, pode-se utilizar um galvanostato. Segundo Bard e Faulkner (2000), o

galvanostato é o instrumento que realiza o controle da corrente que flui entre um contraeletrodo e um eletrodo de trabalho numa célula eletroquímica, de modo que o potencial elétrico nessa célula possa variar livremente em função da impedância do fluido utilizado como eletrólito. Quando se deseja medir a variação de potencial do eletrodo de trabalho, utiliza-se também um eletrodo de referência apenas para essa finalidade de medição.

Para este projeto de fim de curso, foi projetado e fabricado um galvanostato com o objetivo de aplicar uma corrente constante numa célula eletroquímica, visando à permeação de hidrogênio em amostras metálicas a serem utilizadas em testes de avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio. A faixa de aplicação do galvanostato desenvolvido varia de 1 mA a 300 mA e o controle da corrente aplicada é realizado por um microcontrolador de 8-bits, sendo possível monitorar o ensaio através dos valores mostrados em um visor LCD.

Esta monografia está dividida em seis capítulos. No Capítulo II é apresentada uma revisão bibliográfica sobre temas importantes para o desenvolvimento do assunto. O Capítulo III traz a descrição do projeto do galvanostato, detalhando os componentes eletrônicos utilizados, os circuitos elétricos desenvolvidos e as instruções básicas de uso do aparelho após a sua fabricação. O Capítulo IV contém os resultados obtidos com os ensaios de validação do galvanostato, em que medições indiretas do sinal de corrente foram feitas com um osciloscópio e multímetro digital. O Capítulo V apresenta as conclusões finais e o Capítulo VI, as propostas de trabalhos futuros. Por fim, são informadas as referências bibliográficas, como também os anexos e apêndices utilizados para a elaboração deste trabalho.

1.1. Objetivos

O objetivo principal deste Projeto de Fim de Curso foi desenvolver um galvanostato para a permeação de hidrogênio em amostras metálicas a serem utilizadas em testes de avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio.

Como objetivos específicos pode-se citar:

- desenvolver um galvanostato para aplicar correntes constantes entre um contraeletrodo e um eletrodo de trabalho imersos em um eletrólito aquoso de boa condutividade iônica, de modo a favorecer a redução de íons H^+ sobre a superfície da amostra que se deseja carregar com hidrogênio;
- atender a uma faixa de aplicação de corrente de 1 mA a 300 mA;

- desenvolver um galvanostato que seja de baixo custo em relação a outros aparelhos disponíveis no mercado;
- realizar ensaios de hidrogenação para validar o galvanostato desenvolvido.

1.2. Justificativa

Os galvanostatos/potenciostatos encontrados no mercado são produzidos para usos gerais em estudos eletroquímicos, possuindo diversas funcionalidades e sendo capazes de tanto aplicar como medir valores ultrabaixos de corrente, com elevada precisão. Todavia, tais características fazem com que o custo para a aquisição desses aparelhos seja bastante elevado, sendo geralmente superior a 10 mil dólares. Por conta disso, em aplicações mais simples, como as que visam avaliar a susceptibilidade de determinado material à fragilização por hidrogênio, é vantajoso desenvolver as próprias fontes para a polarização e o controle da corrente que flui entre os eletrodos nos ensaios eletroquímicos. Isso viabiliza um baixo custo para a confecção desses aparelhos além da possibilidade de realização de diversos ensaios ao mesmo tempo.

CAPÍTULO II

FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1. Fragilização por hidrogênio

O hidrogênio é um elemento com raio atômico pequeno, de 25 a 54 pm ($\text{pm} = 10^{-12} \text{ m}$), o que permite que ele se difunda através dos interstícios da estrutura cristalina de muitos materiais metálicos (ARAÚJO, 2013). A nível de comparação, a Fig. 1 abaixo apresenta o raio intersticial dos sítios octaédricos e tetraédricos das estruturas cúbica de corpo centrado (CCC) e cúbica de face centrada (CFC) do ferro.

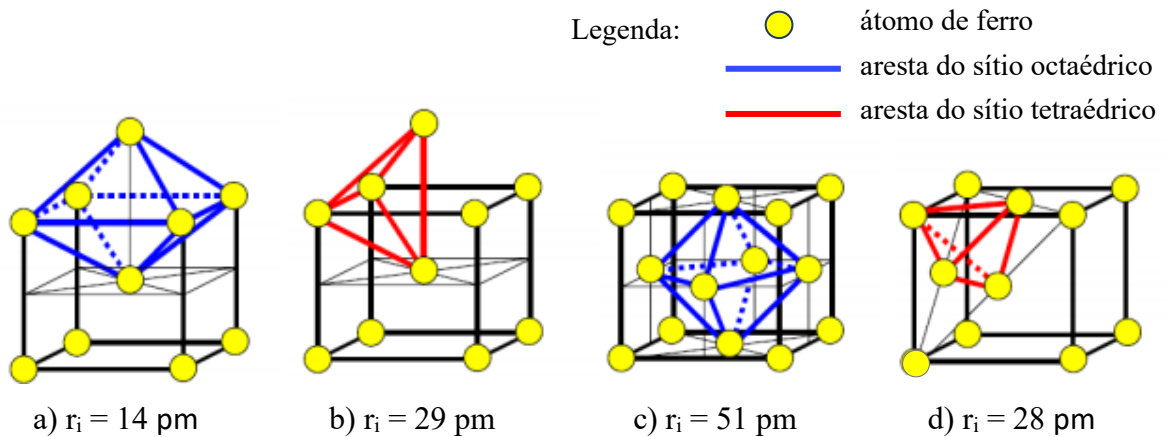


Figura 1 – Sítios octaédricos e tetraédricos das estruturas CCC e CFC do ferro com seus respectivos raios intersticiais. (adaptado de Vianna (2005); original de Miranda (1994)).

As etapas que envolvem o processo de dissolução do hidrogênio molecular nos metais são divididas em quatro, como apresentadas na Fig. 2, onde (1) a molécula de hidrogênio passa pela adsorção física na superfície metálica, que pode levar à (2) dissociação da molécula de H_2 após reações químicas entre o hidrogênio e os átomos do metal e, em seguida, (3) o

hidrogênio atômico pode ser absorvido pelo metal, penetrando a superfície do material para, posteriormente, (4) se difundir no seu interior (VIANNA, 2005).

Além da possibilidade de encontrar hidrogênio atômico dissolvido nos interstícios dos materiais metálicos, também são comuns os casos em que se detecta o hidrogênio na forma molecular (H_2) e em diferentes compostos, tais como CH_4 e H_2O (ROSADO, 2011). Quando o hidrogênio adentra a estrutura do material metálico, ele pode migrar para regiões de defeitos na malha cristalina, como vazios, discordâncias, trincas, contornos de grãos, e se combinar com outro átomo de hidrogênio ou outros compostos, de modo a gerar produtos gasosos que induzem tensões internas e que podem levar à fragilização do material (GENTIL, 1996).

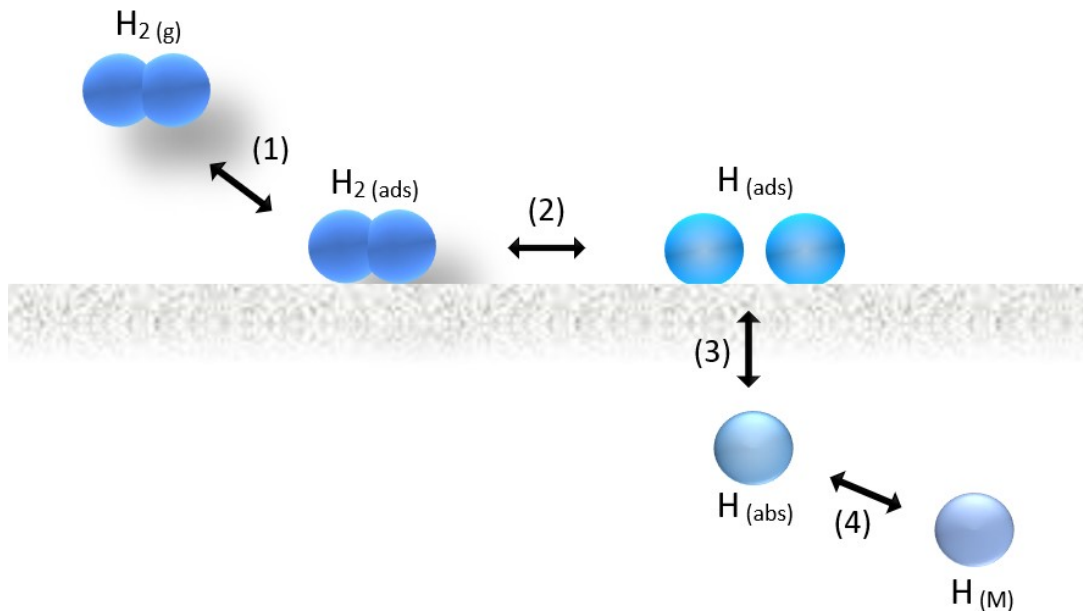


Figura 2 – Processo de dissolução do hidrogênio molecular em materiais metálicos.

A fragilização por hidrogênio é um fenômeno complexo que pode se manifestar de diferentes formas e se caracteriza, principalmente, por ocasionar a alteração das propriedades mecânicas dos materiais, em especial dureza e ductilidade (DEL-POZO; VILLALOBOS; SERNA, 2020). Devido a essa complexidade e apesar das quantidades massivas de estudos realizados nos últimos anos, ainda não se chegou a um consenso em relação aos mecanismos que levam à fragilização por hidrogênio (MURAKAMI, 2019). Dentre os problemas frequentes identificados na literatura estão o empoamento e o trincamento induzido por hidrogênio.

A formação de bolhas dentro do material é conhecida como empoamento e, em alguns casos, são visíveis quando geradas próximas a sua superfície (GENTIL, 1996). O

empolamento pode estar associado ao processo de propagação de trincas, sendo apresentados por Alvisi (2010) dois mecanismos principais, que são: o Trincamento em Degrau (*Stepwise Cracking*, SWC) e o Trincamento Induzido por Hidrogênio e Orientado por Tensão (*Stress Oriented Hydrogen Induced Cracking*, SOHIC). O SWC pode ocorrer quando pressões internas, oriundas da deformação gerada pelo hidrogênio na malha cristalina do material, fazem com que a matriz se rompa e interligue as regiões afetadas de maneira semelhante a um degrau. Já o SOHIC poderá ocorrer quando as trincas são nucleadas em locais que estão sob tensões comumente superiores àquelas verificadas no SWC, de modo que as regiões vizinhas afetadas pelo hidrogênio possam ser interligadas conforme a orientação dessas tensões, que tendem a ser perpendiculares à superfície do material (ALVISI, 2010). A Fig. 3 abaixo ilustra esses dois mecanismos de propagação de trincas.

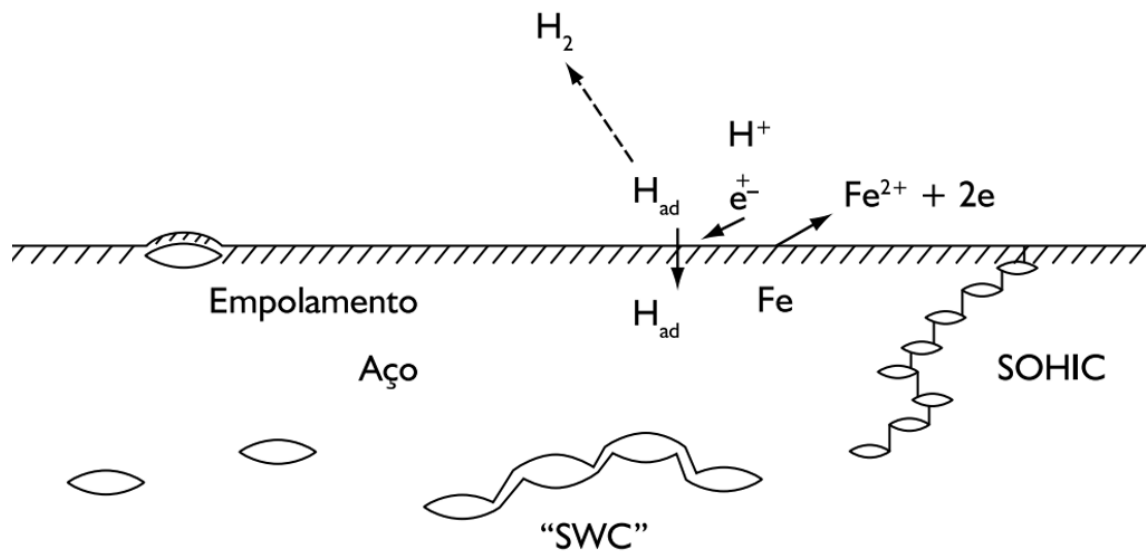


Figura 3 – Representação esquemática do empolamento e dos mecanismos de propagação de trincas SWC e SOHIC (adaptado de Alvisi (2010)).

Outro mecanismo proposto para a propagação de trincas relaciona a presença do hidrogênio à capacidade de reduzir a energia de coesão entre os átomos do material, como mostrado na Fig. 4. Essa redução na energia de coesão provoca o aparecimento de fissuras e a fragilização da região afetada (DEL-POZO; VILLALOBOS; SERNA, 2020). A Fig. 5 apresenta esse fenômeno no processo de crescimento de uma trinca, em que a presença de concentrações elevadas de hidrogênio na região da ponta da trinca ocasiona a redução da coesão cristalina e contribui para a propagação da trinca. O processo pode se repetir diversas vezes e levar à ruptura do material (MARTINIANO, 2016).

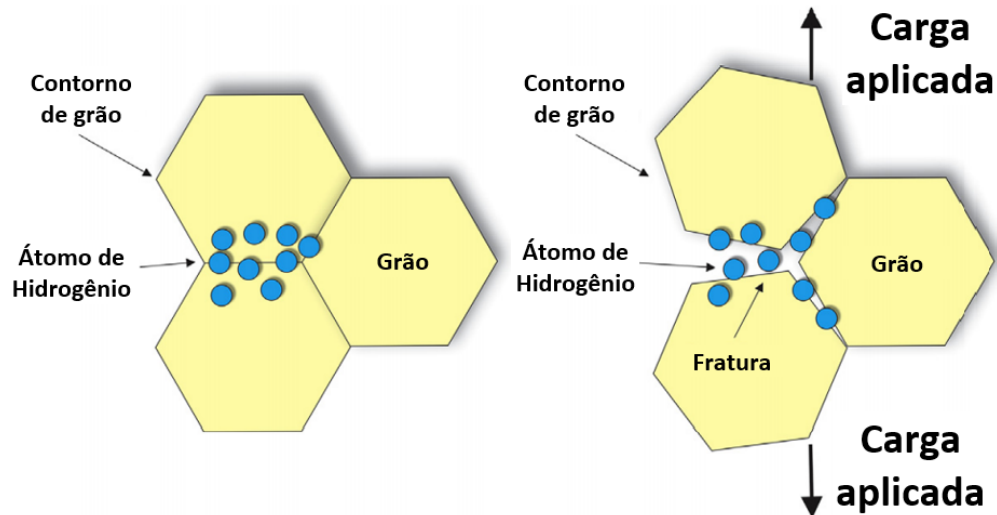


Figura 4 – Representação esquemática do hidrogênio contribuindo para a redução da coesão cristalina do material metálico (adaptado de Del-Pozo, Villalobos e Serna (2020)).

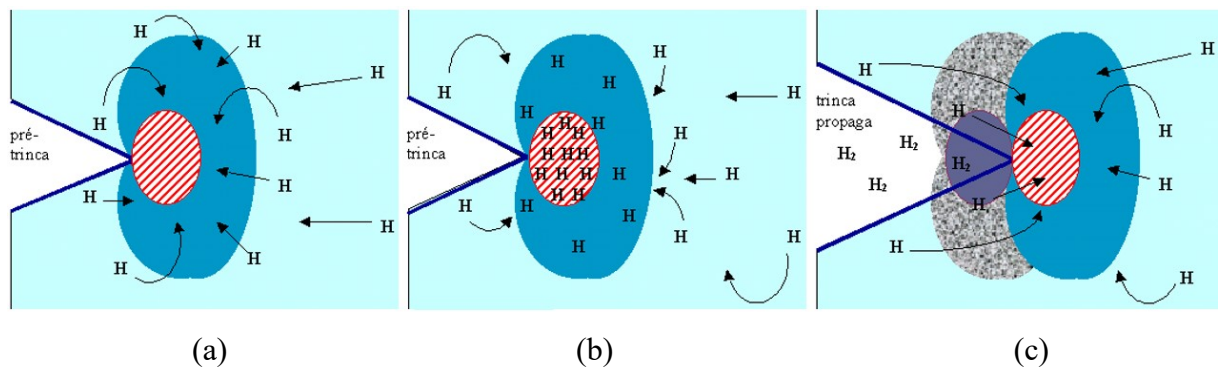


Figura 5 – Representação esquemática do crescimento de uma trinca pelo mecanismo de decoesão. Em (a) o hidrogênio se difunde para a região da ponta da trinca, levando em (b) à saturação com hidrogênio e em (c) à propagação da trinca (adaptado de Oliveira e Miranda (2008)).

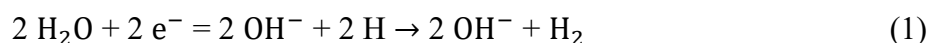
Alguns sítios e defeitos na estrutura do material podem funcionar como aprisionadores de hidrogênio ou também chamados de armadilhas de hidrogênio. Essas armadilhas são classificadas como reversíveis ou irreversíveis e influenciam na concentração de hidrogênio e na taxa com que se difunde no material. Armadilhas reversíveis são aquelas em que o hidrogênio não apresenta grandes dificuldades para se difundir pelo material e fica retido por um tempo relativamente pequeno. Por sua vez, armadilhas irreversíveis podem manter o hidrogênio aprisionado por mais tempo e ocasionar o surgimento de bolhas, aumento de tensões e de fissurações (DEL-POZO; VILLALOBOS; SERNA, 2020).

Processos de fabricação do material podem levar à absorção do hidrogênio, tais como a soldagem, deposição eletroquímica e decapagem (DEL-POZO; VILLALOBOS; SERNA, 2020). Gentil (1996) aponta também as técnicas de proteção catódica como indutoras de hidrogênio na superfície da estrutura protegida, isso por conta da redução da molécula de água, o que pode elevar ao risco do material se fragilizar pelo hidrogênio. Outra constatação trazida por Gentil (1996) é que os aços de dureza mais elevada, seja devido ao teor de carbono ou por tratamentos superficiais, são mais suscetíveis ao processo de fragilização por hidrogênio e isso ocorre devido à baixa capacidade do material em absorver as deformações plásticas.

2.2. Hidrogenação de materiais em laboratório

Os testes de avaliação de susceptibilidade à fragilização por hidrogênio são realizados comparando-se as propriedades mecânicas da amostra antes e após o seu carregamento com hidrogênio, o qual pode ocorrer previamente ou concomitantemente ao ensaio. Muitos desses testes seguem normas e padrões estabelecidos internacionalmente como, por exemplo, a Norma ASTM F1624-12 (2018) que, através de ensaios com carregamento progressivo, visa avaliar quantitativamente a susceptibilidade relativa dos aços à fragilização por hidrogênio, bem como os efeitos da exposição ambiental e do hidrogênio residual decorrente do processamento do material. A norma ASTM F1459-06 (2017) também busca determinar quantitativamente a susceptibilidade de materiais metálicos à fragilização por hidrogênio, porém quando estes estão expostos a hidrogênio gasoso em pressões elevadas.

A permeação de hidrogênio na amostra a ser avaliada é comumente feita por meio de uma célula de polarização a três eletrodos, formada por um eletrodo de trabalho (ET), um eletrodo de referência (ER) e um contra-eletrodo (CE), ou também chamado de eletrodo auxiliar. A Fig. 6 a seguir ilustra a montagem de uma célula de polarização a três eletrodos. O eletrodo de trabalho é aquele em que se deseja realizar a permeação de hidrogênio e, por isso, é configurado como catodo da reação eletrolítica. Para eletrólitos aquosos, a reação catódica resulta na produção de hidrogênio na superfície do eletrodo de trabalho, que pode ocorrer por meio da redução da molécula de água, conforme mostrado na Eq. 1 (SCHWENK, 1997).



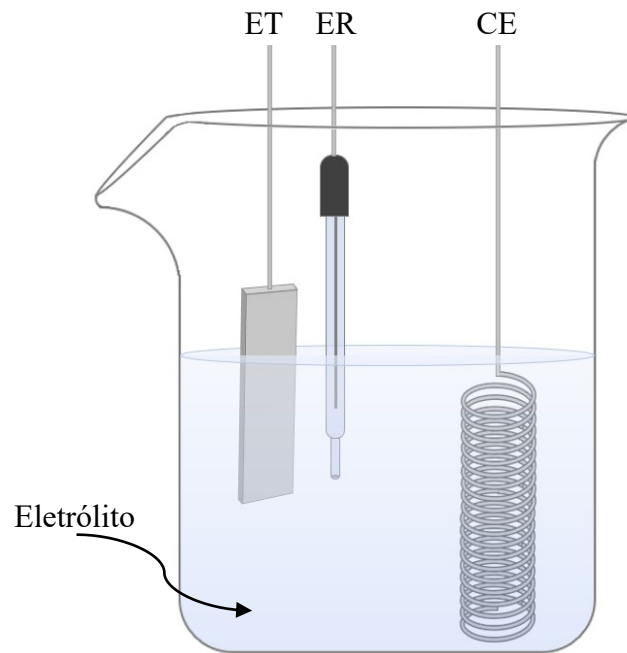


Figura 6 – Representação esquemática de uma célula eletroquímica de três eletrodos, sendo eles o eletrodo de trabalho (ET), o eletrodo de referência (ER) e o contra-eleto (CE).

A polarização desses eletrodos (Figura 6) é realizada com o auxílio de um potenciostato ou de um galvanostato, a depender do tipo de análise desejada. O potenciostato tem a função de controlar a aplicação de potencial entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo de referência, permitindo o monitoramento da corrente que flui entre o contra-eleto e o eletrodo de trabalho. O galvanostato, por sua vez, controla a aplicação da corrente que flui entre o contra-eleto e o eletrodo de trabalho, enquanto o eletrodo de referência é utilizado apenas para monitorar a variação do potencial em relação ao eletrodo de trabalho (BARD; FAULKNER, 2000).

As técnicas que objetivam analisar a diferença de potencial entre a amostra ensaiada e um eletrodo de referência, a partir da aplicação de uma corrente através do eletrólito, são conhecidas como cronopotenciometrias. A Fig. 7 apresenta algumas das técnicas cronopotenciométricas mais utilizadas: em (a) verifica-se a aplicação de um valor constante de corrente, por isso chamada de cronopotenciometria de corrente constante; em (b) tem-se a aplicação de um valor de corrente crescente com o tempo, por isso denominada cronopotenciometria de aumento linear de corrente; já em (c) verifica-se a aplicação de uma corrente reversa periódica, o que caracteriza a cronopotenciometria cíclica. Na Fig. 8 tem-se a representação simplificada dos aparatos necessários para uma cronopotenciometria, composta

basicamente por uma célula eletroquímica, um galvanostato e um dispositivo para a leitura de tensão elétrica, como um voltímetro ou osciloscópio. (BARD; FAULKNER, 2000).

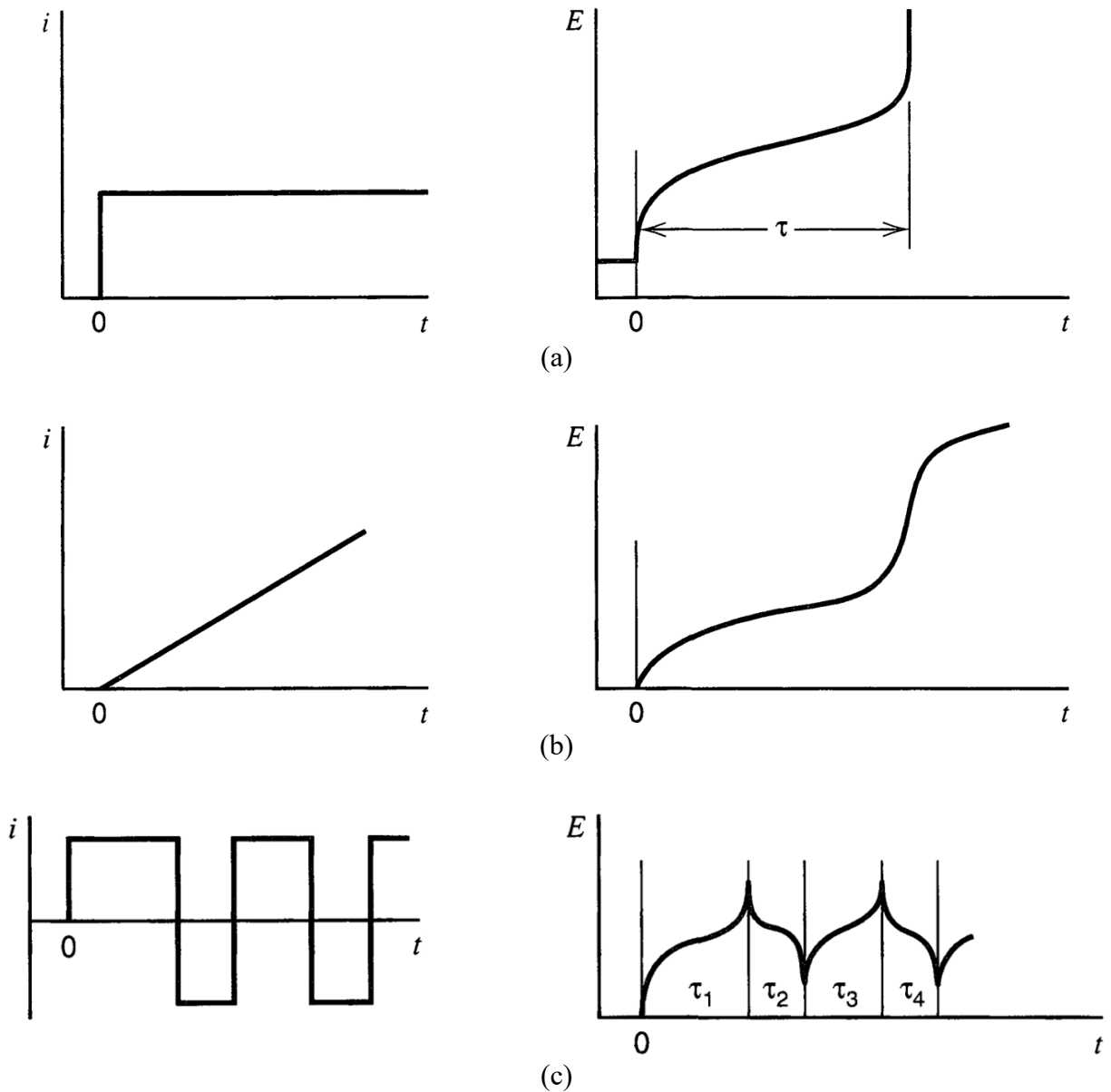


Figura 7 – Exemplos de técnicas empregadas no controle de corrente com um galvanostato. (a) Cronopotenciometria de corrente constante. (b) Cronopotenciometria de aumento linear de corrente. (c) Cronopotenciometria cíclica. À esquerda encontram-se os gráficos que ilustram o sinal da corrente aplicada entre o ET e o CE; à direita, a resposta obtida para a diferença de potencial entre o ET e o ER (adaptado de Bard e Faulkner (2000)).

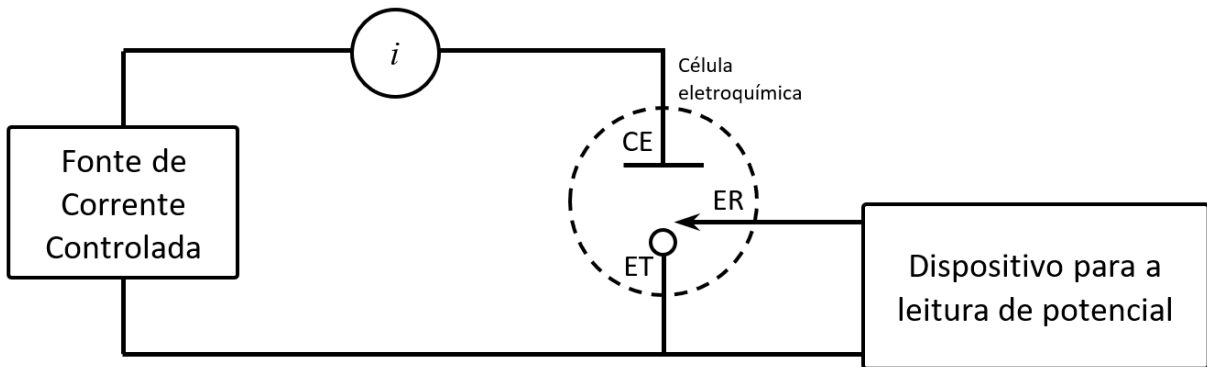


Figura 8 – Representação simplificada da montagem experimental para testes de cronopotenciometria em uma célula eletroquímica de três eletrodos, composta por um eletrodo de trabalho (ET), um eletrodo de referência (ER) e um contra-eletrodo (CE) (adaptado de Bard e Faulkner (2000)).

2.3. Circuito elétrico do galvanostato

O galvanostato tem como objetivo básico realizar o controle de corrente, o que pode ser obtido a partir da utilização de circuitos derivados de amplificadores operacionais (BARD; FAULKNER, 2000). “O amplificador operacional é uma unidade eletrônica que se comporta como uma fonte de tensão controlada por tensão e ele também pode ser usado na construção de uma fonte de corrente controlada por corrente ou tensão” (ALEXANDER; SADIKU, 2013, p. 155). Em conjunto com outros componentes, tais como resistores, capacitores, transistores, é possível manipular os sinais que entram no amplificador operacional para obter um sinal de saída que seja a amplificação, redução, adição, subtração, diferenciação e/ou integração dos sinais de entrada (ALEXANDER; SADIKU, 2013). A Fig. 9 apresenta em (a) o símbolo geralmente utilizado para representar o amplificador operacional e em (b) o modelo de um circuito equivalente a um amplificador operacional.

Como mostrado na Fig. 9 (a), o amplificador operacional possui duas entradas, 1 e 2, que representam, respectivamente, as entradas inversora (-) e não inversora (+). Além disso, possui também uma saída em 3 e entradas para alimentação do componente, representadas por V^+ , fonte de alimentação positiva, e por V^- , fonte de alimentação negativa. Na Fig. 9 (b) encontra-se o circuito equivalente para o amplificador operacional, onde v_d representa a diferença entre as tensões de entrada v_1 e v_2 , que é amplificada por um ganho A para fornecer o sinal de saída v_o . R_i e R_o são as resistências de entrada e saída do amplificador, respectivamente (ALEXANDER; SADIKU, 2013).

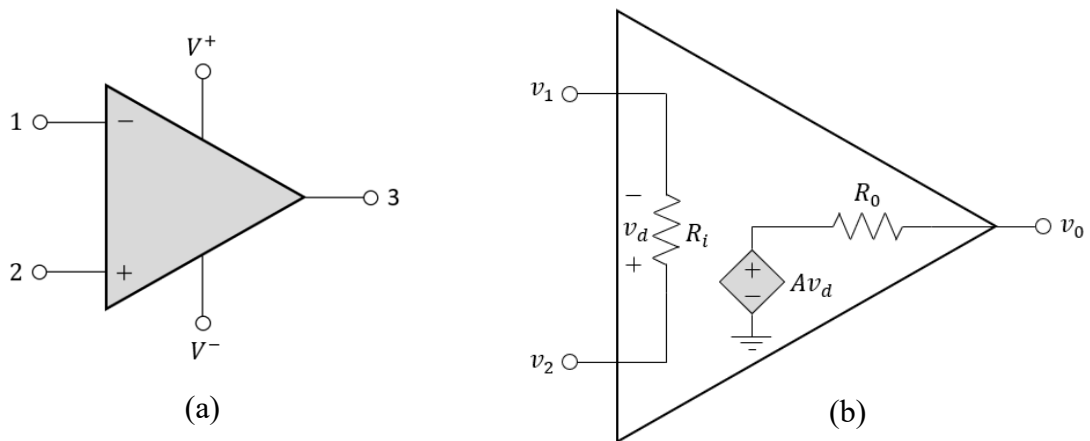


Figura 9 – (a) Símbolo representativo do amplificador operacional; (b) modelo do circuito equivalente para o amplificador operacional (adaptado de Alexander e Sadiku (2013)).

Idealmente, o ganho de tensão em malha aberta (A) de um amplificador operacional é infinito, a impedância de entrada (R_i) é infinita e a impedância de saída (R_o) é nula. Todavia, um amplificador com características ideais é impossível de ser implementado na prática. Utilizando-se como exemplo o LM741C, o valor típico de R_i é de 2 M Ω , de R_o é 75 Ω , enquanto que do ganho estático A é de 100.0000, podendo variar de 20.000 à 200.000 (MALVINO; BATES, 2016).

As aplicações mais comuns com o amplificador operacional buscam realimentar a saída com a entrada do componente, de modo a conseguir um ganho estável em malha fechada (A_v). Isso porque os valores do ganho em malha aberta (A) são incertos e muito grandes, podendo levar o amplificador a operar na região de saturação, onde a tensão de saída (v_o) é limitada às tensões de alimentação V^+ e V^- , o que é indesejado (MALVINO; BATES, 2016). A Fig. 10 ilustra as regiões de operação de um amplificador operacional, sendo elas: região de saturação negativa, região linear e região de saturação positiva (ALEXANDER; SADIKU, 2013).

Para exemplificar a utilização de um amplificador operacional com realimentação entre a entrada e a saída, são apresentados na Fig. 11 dois circuitos muito utilizados, conhecidos como amplificador inversor e seguidor de tensão.

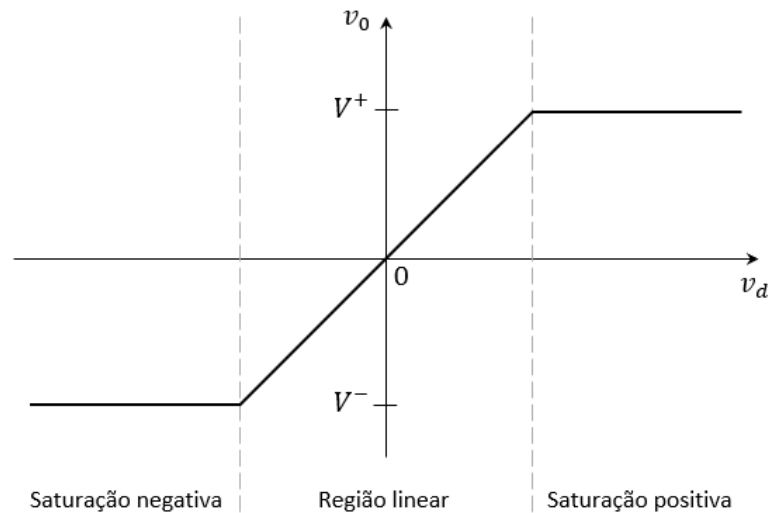


Figura 10 – Regiões de operação de um amplificador operacional (adaptado de Alexander e Sadiko (2013)).

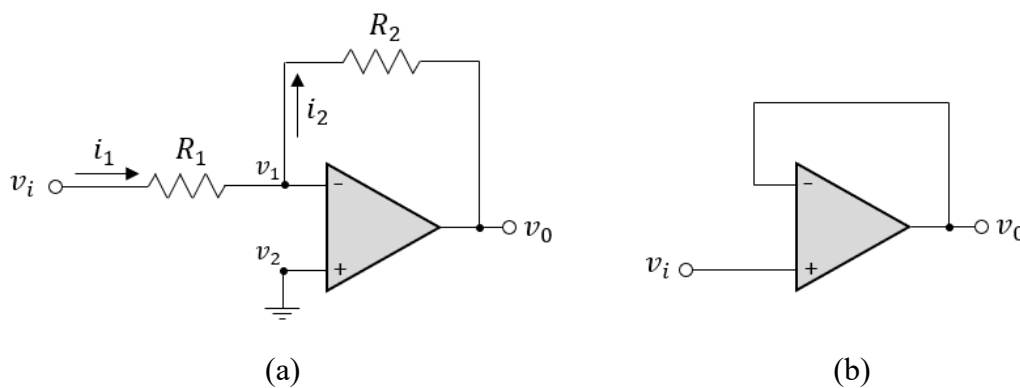


Figura 11 – (a) Amplificador inversor; (b) seguidor de tensão.

Ao analisar o circuito do amplificador inversor na Fig. 11 (a), verifica-se que a entrada não inversora é aterrada. Como a impedância de entrada do amplificador é muito elevada, a corrente que passa entre as entradas inversora e não inversora é muito pequena, de modo que se pode considerar $v_1 = v_2 = 0$ e $i_1 = i_2 = v_i/R_1$. Sendo assim, tem-se que:

$$i_2 = \frac{v_1 - v_o}{R_2} \Rightarrow \frac{v_i}{R_1} = \frac{0 - v_o}{R_2} \quad (2)$$

e, portanto,

$$v_o = -\frac{R_2}{R_1} v_i \quad (3)$$

em que o ganho para o circuito do amplificador inversor é definido como $A_v = -R_2/R_1$. (ALEXANDER; SADIKU, 2013).

O seguidor de tensão tem esse nome porque apresenta na saída o mesmo sinal de tensão aplicado na entrada. Como existe uma realimentação da saída com a entrada inversora, pode-se obter v_o a partir da relação mostrada na Eq. 4, em que:

$$v_o = A(v_i - v_o) \quad (4)$$

de onde se determina que:

$$v_o = \frac{v_i}{1 + 1/A} \Rightarrow v_o \approx v_i \quad (5)$$

uma vez que o ganho A é um valor elevado, a razão $1/A$ é demasiadamente pequena e pode ser desconsiderada. Portanto, o ganho em malha fechada é unitário em um seguidor de tensão (BARD; FAULKNER, 2000).

O circuito do seguidor de tensão é bastante interessante, visto que a realimentação negativa melhora algumas características do próprio amplificador operacional, dentre as quais estão uma maior impedância de entrada (Z_i) e menor impedância de saída (Z_o), conforme a relação apresentada por Malvino e Bates (2016) nas Eq. 6 e Eq. 7 a seguir:

$$Z_i \cong (1 + A)R_i \quad (6)$$

$$Z_o \cong \frac{R_o}{1 + A} \quad (7)$$

onde se verifica que a impedância de entrada é muito maior do que R_i , enquanto que a impedância de saída é muito inferior à R_o , uma vez que o ganho A apresenta valores bem elevados. Na prática, Z_o é inferior a 1Ω e Z_i é limitado à resistência de entrada em modo comum (R_{CM}) do amplificador operacional, que pode ser obtida no *datasheet* do componente (MALVINO; BATES, 2016).

Baseando-se em circuitos com amplificador operacional, Bard e Faulkner (2000) trazem duas propostas de galvanostato, as quais são apresentadas na Fig. 12. Em ambos os circuitos da Fig. 12, o valor da corrente i_{cell} , que flui entre o contra-eletrodo e o eletrodo de trabalho, é obtida em função da tensão de entrada e_i , conforme a Eq. 8:

$$i_{cell} = -\frac{e_i}{R} \quad (8)$$

sendo R o valor da resistência escolhida pelo projetista e que determina a magnitude de i_{cell} .

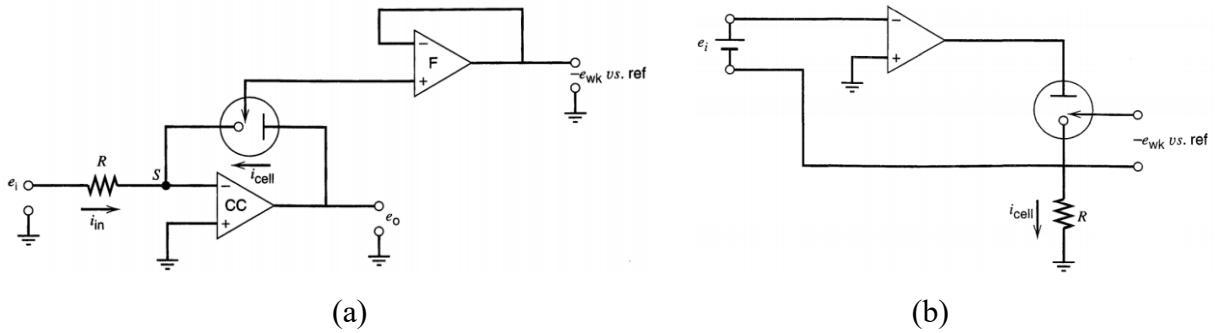


Figura 12 – Circuito elétrico dos galvanostatos propostos por Bard e Faulkner (2000).

Como pode ser visto na Fig. 12 (a), o circuito para o controle de corrente é derivado do amplificador inversor da Fig. 11 (a), onde a resistência R_2 é substituída pela célula eletroquímica. O eletrodo de trabalho da Fig. 12 (a) encontra-se em terra virtual, permitindo que se mensure o seu potencial em relação ao eletrodo de referência ($-e_{wk} \text{ vs. ref}$) através de um circuito seguidor de tensão. Já no circuito da Fig. 12 (b), o eletrodo de trabalho não está aterrado, de modo que o potencial do eletrodo de trabalho em relação ao eletrodo de referência deve ser medido diferencialmente (BARD; FAULKNER, 2000).

Outros projetos de galvanostato encontrados na literatura também foram desenvolvidos a partir de circuitos derivados de amplificadores operacionais. Gruber, Pardini e Viertler (1991) apresentam um projeto de potenciostato/galvanostato capaz de fornecer tensões e correntes elevadas, de cerca de 100 V e 1 A, necessárias para sínteses orgânicas com solventes não aquosos. Para isso, utiliza amplificadores de instrumentação de potência em conjunto com transistores, de modo a obter um ganho maior de corrente.

Santos (2013) desenvolveu um potenciostato/galvanostato para ser utilizado em campo na determinação de cátions eletroativos de metais presentes em amostras contendo águas naturais. O aparelho foi projetado para operar com baterias e célula solar, sendo capaz de enviar dados remotamente via tecnologias *Wi-Fi*, *Bluetooth* e GPRS (*General Packet Radio Service*), além de registrar as coordenadas geográficas do local onde foram feitas as análises.

Meloni (2016) utilizou uma placa Arduino UNO no projeto de um potenciostato para experimentos eletroquímicos simples, em que se destaca o uso da técnica de modulação por largura de pulso (*Pulse Width Modulation*, PWM) para o controle do potencial aplicado entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo de referência. Segundo Vitorino (2019), o PWM consiste em uma técnica de chaveamento, onde a tensão média de saída (V_m) depende do tempo em que a chave se mantém ligada (t_{on}) em cada ciclo de período fixo T_s , conforme relação apresentada na Eq. 9. A Fig. 13 apresenta um sinal PWM de onda quadrada.

$$V_m = \frac{t_{on}}{T_s} V_i \quad (9)$$

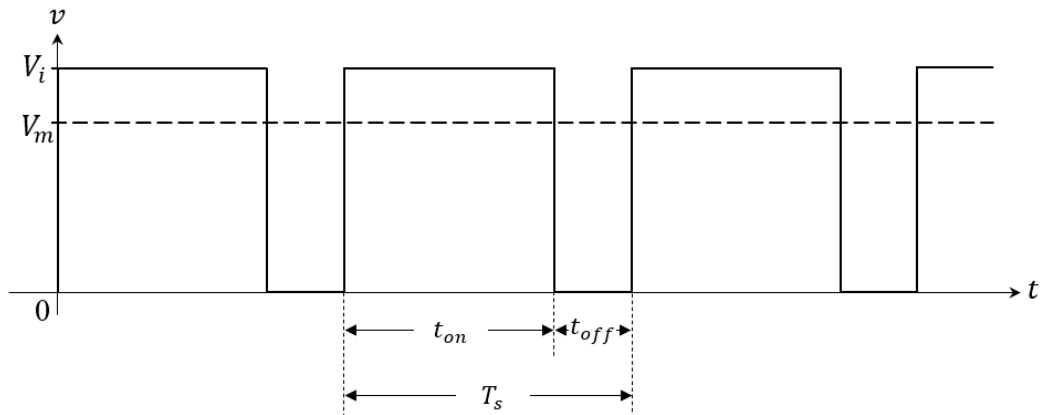


Figura 13 – Representação da forma de onda obtida a partir da técnica PWM (adaptado de Vitorino (2019)).

2.4. Microcontrolador

O microcontrolador é um dispositivo utilizado para aplicações de controle e nada mais é do que um pequeno computador dentro de um *chip*. Diferentemente de computadores com propósito geral, o microcontrolador é feito para rodar um único programa, dedicado a uma aplicação específica. Esse programa é chamado de *software* e representa uma série de instruções a serem executadas pelo *hardware*, isto é, pelos componentes eletromecânicos do microcontrolador. Os programas geralmente ficam armazenados em memórias permanentes, conhecidas como memórias não voláteis, para que o seu conteúdo seja mantido a salvo na memória mesmo que a alimentação de energia do dispositivo seja cortada. Em geral, a programação do *software* é feita em linguagem de alto nível, como em C, Python e Java, e um programa de computador (compilador) é responsável por converter essas instruções dadas pelo usuário para códigos binários de máquina (TOULSON; WILMSHURST, 2017).

Os microcontroladores são classificados de acordo com o número de bits que eles processam em cada operação, sendo os mais populares os de 8-bits (IBRAHIM, 2010). Um exemplo de microcontrolador de 8-bits é o ATmega328P. A Fig. 14 a seguir traz a representação simplificada do microcontrolador ATmega328P por meio de diagramas de bloco.

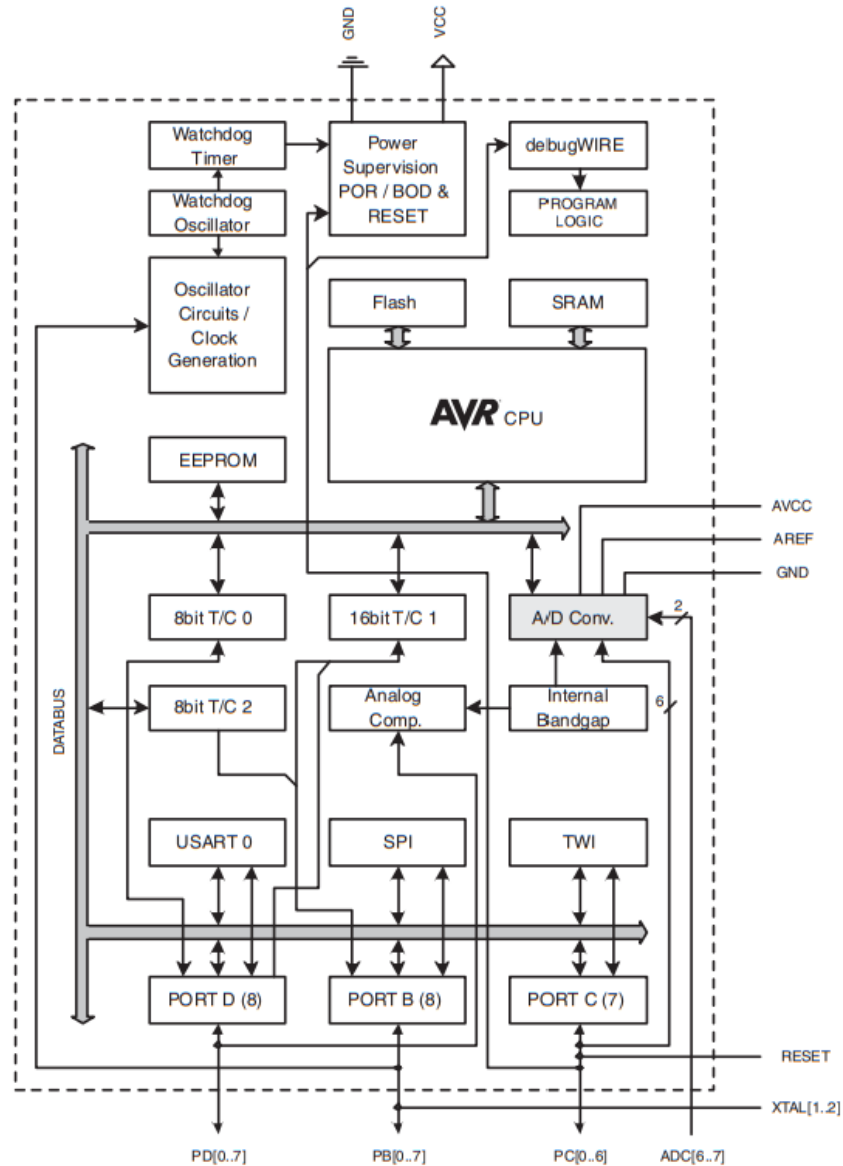


Figura 14 – Representação esquemática do microcontrolador ATmega328P em diagramas de bloco (MICROCHIP, 2020, p. 15).

Conforme informações constantes na folha de dados, o ATmega328P é um microcontrolador da família AVR, com arquitetura Harvard e de conjunto de instruções reduzidas (*Reduced Instruction Set Computer*, RISC). Por conta disso, enquanto uma instrução é executada, outra já é simultaneamente buscada na memória do programa, permitindo a execução de uma instrução completa em cada ciclo de *clock*. A depender da frequência do oscilador utilizado, o ATmega328P pode realizar até 20 milhões de instruções por segundo. Além disso, o microcontrolador conta com um conversor analógico-digital (A/D) de 10-bits, dois temporizadores de 8-bits, um temporizador de 16-bits, 23 pinos de

entrada e saída (E/S), memória *Flash*¹ de 32 Kbytes, memória SRAM² de 2 Kbytes, memória EEPROM³ de 1 Kbyte (MICROCHIP, 2020). A Fig. 15 abaixo apresenta a pinagem do microcontrolador ATmega328P para o modelo de encapsulamento utilizado.

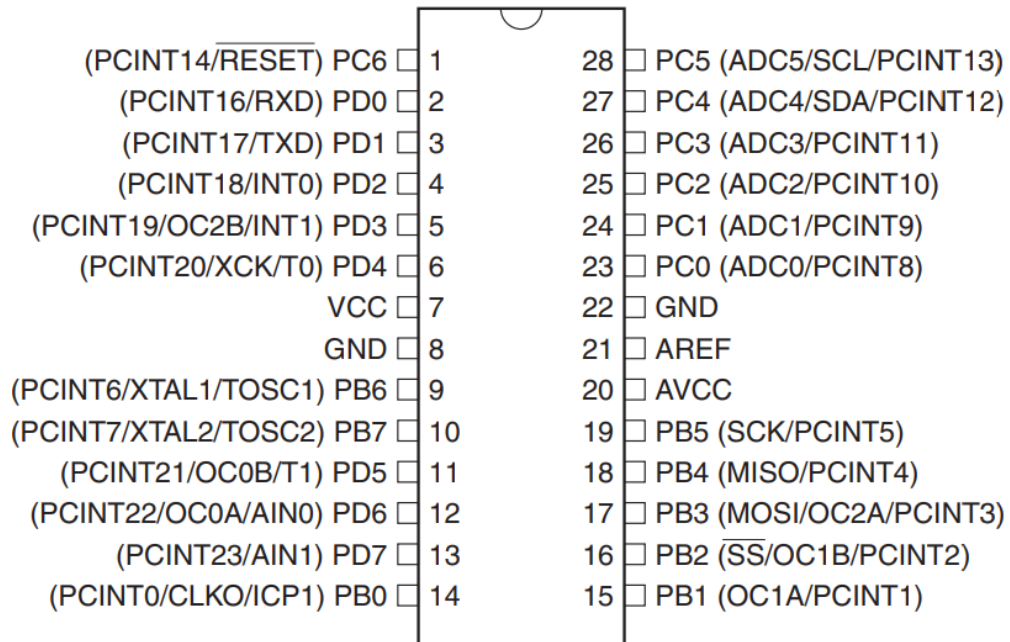


Figura 15 – Especificação da pinagem do microcontrolador ATmega328P para o encapsulamento do tipo 28 SPDIP (MICROCHIP, 2020, p. 12).

Os pinos 7 (VCC) e 20 (AVCC), na Fig. 15, são pinos de alimentação com tensão de 1,8 V a 5,5 V. Os pinos 8 (GND) e 22 (GND) são os pinos que se conectam ao terra do circuito. O pino 21 (AREF) é para a tensão de referência do conversor A/D. Os demais pinos podem ser configurados tanto para entrada quanto para saída de dados, além de algumas funções específicas, dentre as quais se destacam a capacidade de fornecer um sinal de saída PWM nos pinos 5 (PD3), 11 (PD5), 12 (PD6), 15 (PB1), 16 (PB2), 17 (PB3), e seis pinos que permitem a aquisição de um sinal analógico a partir da conversão em um sinal digital com resolução de 10 bits, que são os pinos 23 (PC0) a 28 (PC5) (MICROCHIP, 2020).

¹É um tipo de memória não volátil, basicamente utilizada para armazenar o *software* contendo o conjunto de instruções ao microcontrolador. Pode ser reescrita cerca de 10 mil vezes no ATmega328P.

²Static Random Access Memory (SRAM) é um tipo de memória volátil de alta velocidade.

³Electrically Erasable Programmable Read Only Memory (EEPROM) é um tipo de memória não volátil, geralmente utilizada para salvar valores constantes. Pode ser reescrita cerca de 100 mil vezes no ATmega328P.

CAPÍTULO III

DESENVOLVIMENTO

3.1. Descrição do projeto

O projeto proposto para o galvanostato é apresentado de maneira simplificada na Fig. 16, através de diagramas de bloco. O microcontrolador é a unidade responsável pelo monitoramento e controle da corrente aplicada pelo galvanostato e o usuário do equipamento tem acesso a informações por meio do visor LCD (*Liquid Crystal Display*). A partir do momento em que se determina o valor da tensão desejada, o microcontrolador gera um sinal PWM cuja tensão média é equivalente à tensão selecionada pelo usuário. Em seguida, o sinal PWM é filtrado a fim de se eliminar a componente alternada do sinal. O microcontrolador monitora constantemente o valor da tensão sobre um dos resistores selecionados na chave seletora, atuando sobre o sinal PWM sempre que ultrapassados os limites aceitáveis de variação, já que é a partir dela que se controla a corrente aplicada pelo galvanostato.

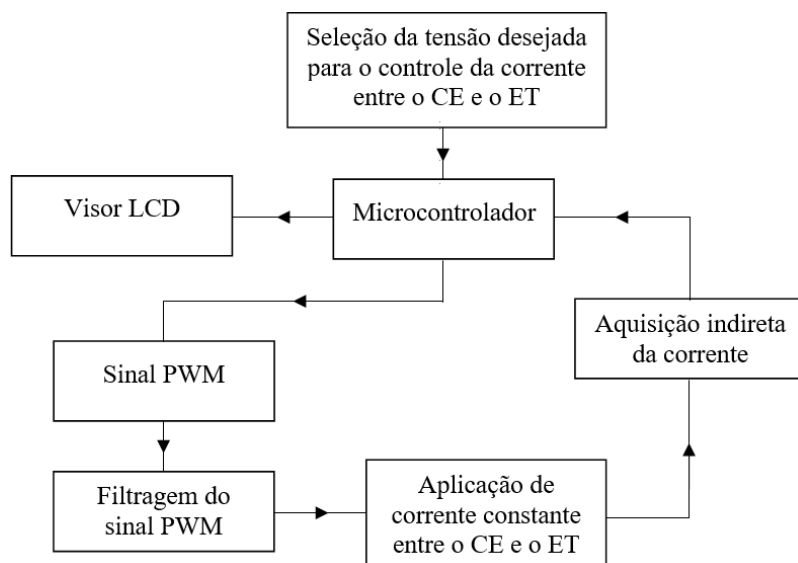


Figura 16 – Diagrama de blocos representativo do projeto do galvanostato.

Nas seções seguintes serão apresentados, detalhadamente, o projeto do galvanostato, os circuitos elétricos desenvolvidos e os componentes eletrônicos utilizados, iniciando-se pela fonte de alimentação.

3.1.1. Fonte de alimentação

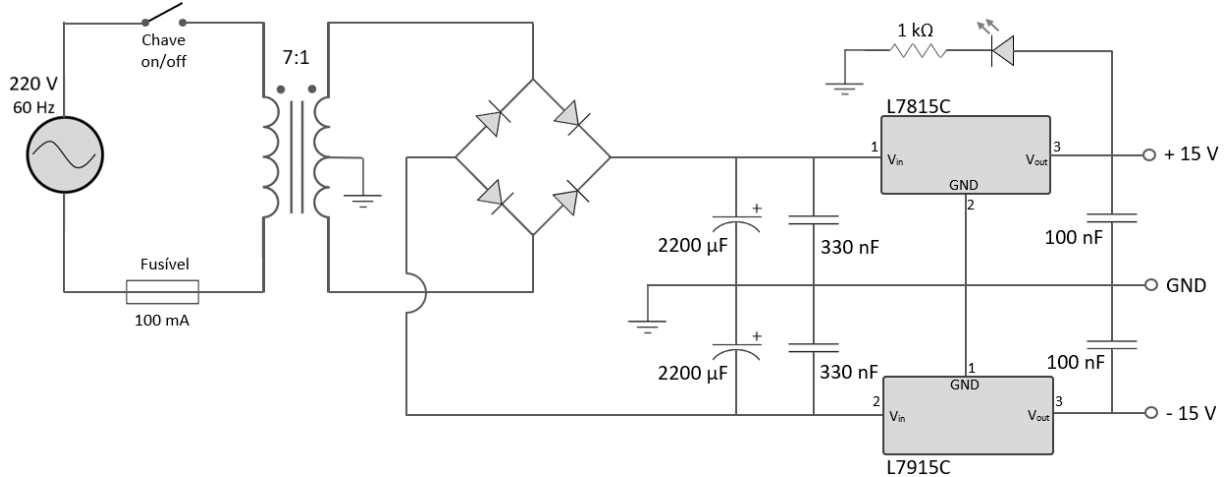


Figura 17 – Fonte de alimentação simétrica de ± 15 V desenvolvida para o galvanostato.

Para a alimentação dos componentes eletrônicos do galvanostato, foi projetada uma fonte de alimentação simétrica de ± 15 V contínuos, conforme apresentado na Fig. 17. O equipamento é alimentado com uma tensão eficaz (rms) de 220 V, com frequência de 60 Hz, que é conectada entre os terminais do enrolamento primário do transformador. A relação de espiras do transformador utilizado é de aproximadamente 7 para 1, uma vez que é induzida entre os terminais do enrolamento secundário uma tensão de 30 V rms, ou 2×15 V rms como especificado pelo fabricante para um transformador com derivação central. Em uma das linhas do primário do transformador foi instalado um fusível retardado de 100 mA como proteção contra sobrecargas da rede elétrica e curtos-circuitos nos componentes ou trilhas das placas de circuito impresso.

Após a redução da tensão elétrica da rede pelo transformador, um retificador de onda completa em ponte, formado por quatro diodos 1N4001, foi utilizado para converter o sinal de corrente alternada (CA) em um sinal de corrente contínua (CC) pulsante. Os diodos são dispositivos semicondutores que bloqueiam ou permitem a passagem de corrente elétrica, a depender da polarização entre os seus terminais. Quando polarizado diretamente, o diodo funciona como uma chave fechada e a corrente flui normalmente pelo componente, desde que a tensão entre os seus terminais supere a barreira de potencial, conhecida também como

tensão de joelho e de aproximadamente 0,7 V para o diodo de silício. Quando polarizado reversamente, o diodo funciona como uma chave aberta e se opõe fortemente ao fluxo de cargas elétricas (BOILESTAD; NASHELSKY, 2013).

O circuito retificador em ponte produz sobre a carga uma tensão contínua pulsante, com uma frequência que é o dobro da observada na entrada do circuito. Todavia, a tensão de pico verificada na saída ($V_{p(out)}$) é cerca de 1,4 V inferior à tensão de pico na entrada ($V_{p(in)}$), isso em decorrência da queda de tensão de aproximadamente 0,7 V em cada um dos dois diodos que conduzem em série em uma ponte retificadora. A tensão de pico (V_p) pode ser obtida a partir do seu valor eficaz (V_{rms}), conforme mostrado na Eq. 10 (MALVINO; BATES, 2016).

$$V_p = \sqrt{2} V_{rms} \quad (10)$$

Com base na Eq. 10, estimou-se $V_{p(in)}$ e $V_{p(out)}$ ao levar em conta que a tensão induzida entre os terminais do secundário do transformador é de 30 V rms e que a queda de tensão nos diodos é de aproximadamente 1,4 V. Portanto, tem-se que:

$$V_{p(in)} = \sqrt{2} \times 30 \text{ (V)} \Rightarrow V_{p(in)} = 42,4 \text{ (V)} \quad (11)$$

$$V_{p(out)} = V_{p(in)} - 1,4 \text{ (V)} \Rightarrow V_{p(out)} = 42,4 - 1,4 \text{ (V)} \Rightarrow V_{p(out)} = 41,0 \text{ (V)} \quad (12)$$

Devido à utilização de um transformador com derivação central aterrada, mostrado na Fig. 17, é possível obter como saída da ponte retificadora de diodos dois valores simétricos de tensão e com picos de aproximadamente metade do valor em módulo de $V_{p(out)}$, isto é, de + 20,5 V e de - 20,5 V. Para as flutuações verificadas no sinal de saída da ponte de diodos, foram inseridos filtros com capacitores de 2200 μ F, de modo a manter a tensão próxima ao valor de pico. Em conjunto com os capacitores, foram inseridos Circuitos Integrados (CIs) reguladores de tensão para que as tensões fornecidas pela fonte de alimentação se mantenham fixas, apesar da variação da corrente na carga ou de flutuações na tensão de alimentação da rede.

O L7815C foi o CI escolhido como regulador de tensão fixa positiva de + 15 V, enquanto que, para a tensão fixa negativa de -15 V, foi escolhido o L7915C. Ambos possuem três pinos de conexão, sendo um para a tensão de entrada, outro para a tensão de saída regulada e o pino GND (*Ground*) ligado ao terra do circuito. Entre a entrada e saída desses

reguladores, o fabricante orienta a utilização de capacitores a fim de evitar oscilações e melhorar a resposta transitória. A folha de dados traz ainda os valores máximos e mínimos de tensão para alimentação dos CIs que, no caso do L7815C, é limitada a 35 V e em pelo menos 2 V acima da tensão de saída, enquanto que, para o L7915C, os respectivos valores são de - 35 V e de - 1,1 V. A Tab. 1 a seguir apresenta outras características importantes desses reguladores obtidas a partir da folha de dados.

Tabela 1 – Informações da folha de dados dos CIs reguladores de tensão L7815C e L7915C, conforme STMicroelectronics (2018) e STMicroelectronics (2019). T_j representa a temperatura na junção do componente.

	L7815C	L7915C
Corrente máxima	1,5 A	1,5 A
Corrente quiescente máxima ($T_j = 25\text{ °C}$)	8 mA	3 mA
Temperatura operacional da junção	0 °C à 125 °C	0 °C à 150 °C
Resistência térmica junção-encapsulamento	5 °C/W	5 °C/W
Resistência térmica junção-ambiente	50 °C/W	50 °C/W
Rejeição mínima a <i>ripple</i>	54 dB	54 dB

Alguns componentes eletrônicos do galvanostato precisam ser alimentados com tensões contínuas de +12 V e de +5 V e, para isso, foram utilizados outros dois reguladores de tensão, sendo o L7812C e o L7805C. Ambos são alimentados pelo L7815C, conforme mostrado na Fig. 18 abaixo. Os valores máximos e mínimos de tensão para alimentação desses CIs são, respectivamente, de 35 V e de pelo menos 2 V acima da tensão de saída. A Tab. 2 apresenta algumas características importantes desses CIs e foram retiradas da folha de dados dos componentes.

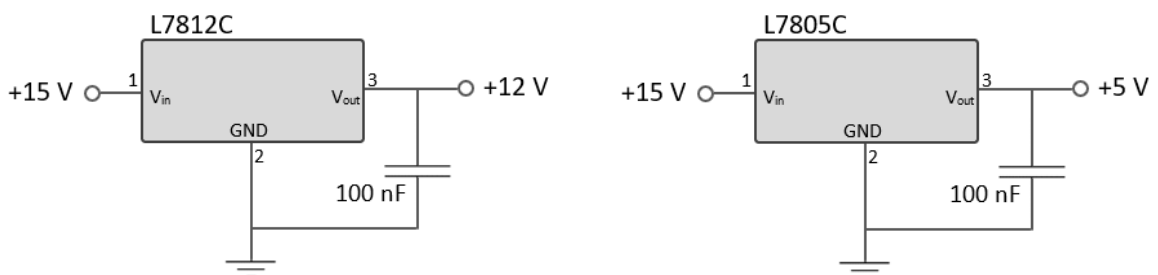


Figura 18 – Circuitos para regulação de saída de tensão de +12 V e de +5 V, utilizando o L7812C e o L7805C, respectivamente.

Tabela 2 – Informações da folha de dados dos CIs reguladores de tensão L7812C e L7805C, conforme STMicroelectronics (2018). T_j representa a temperatura na junção do componente.

	L7812C	L7805C
Corrente máxima	1,5 A	1,5 A
Corrente quiescente máxima ($T_j = 25\text{ °C}$)	8 mA	8 mA
Temperatura operacional da junção	0 °C à 125 °C	0 °C à 125 °C
Resistência térmica junção-encapsulamento	5 °C/W	5 °C/W
Resistência térmica junção-ambiente	50 °C/W	50 °C/W
Rejeição mínima a <i>ripple</i>	55 dB	62 dB

Visando evitar que a tensão de saída dos reguladores sofra variações significativas em função da elevação da temperatura, foram utilizados dissipadores de calor tanto no L7805C quanto no L7815C – além do transistor a ser abordado na próxima seção – já que são eles que alimentam a maior parte dos componentes, alguns dos quais requerem valores estáveis e confiáveis de tensão, como os amplificadores operacionais e o microcontrolador. Também foi utilizado um *cooler* para aplicar uma ventilação forçada nos componentes. A tensão de alimentação do *cooler* é de 12 V e o consumo de corrente é de 100 mA.

3.1.2. Circuito elétrico básico do galvanostato

O circuito da Fig. 19 traz o diagrama elétrico para a funcionalidade básica do galvanostato, que é a aplicação de corrente constante entre os eletrodos, e foi baseado no modelo proposto por Bard e Faulkner (2000), apresentado na Fig. 12 (b). Nesse modelo há a aplicação de um valor de tensão ao eletrodo de trabalho que, em conjunto com uma resistência conhecida, proporciona o controle da corrente que flui pelo eletrólito, conforme relação estabelecida na Eq. 8. O mesmo princípio é utilizado no circuito da Fig. 19, em que o valor de tensão V_{IN} é aplicado na porta não-inversora do amplificador operacional e, devido ao seu elevado ganho, a diferença de tensão entre as entradas é ínfima, permitindo a aplicação da mesma tensão V_{IN} ao eletrodo de trabalho.

Tendo em vista que é muito alta a impedância de entrada dos amplificadores com realimentação negativa, a corrente $I_{CE/ET}$, aplicada entre o contraeletrodo e o eletrodo de trabalho, será a mesma que passa pela resistência R_L , escolhida através da chave seletora (1 k Ω , 100 Ω ou 10 Ω), e irá depender da tensão V_{IN} . Conforme estabelecido pela lei de Ohm, a tensão entre os terminais de um resistor linear é proporcional à corrente através dele, de modo que o valor de $I_{CE/ET}$ pode ser obtido de maneira indireta pela relação mostrada na Eq. 13.

$$I_{CE/ET} = \frac{V_{IN}}{R_L} \quad (13)$$

Como as correntes a serem aplicadas pelo galvanostato chegam a 300 mA, foi implementado ao circuito um transistor NPN para ganhos de corrente dessa magnitude, o BUL312FP, uma vez que o amplificador operacional utilizado no projeto, o UA741C, tipicamente não fornece mais que 25 mA em sua saída, segundo a folha de dados do componente (STMICROELECTRONICS, 2013). Como o ganho do transistor BUL312FP é de aproximadamente 20 para uma corrente no coletor de 300 mA, a corrente na base será de cerca de 15 mA, como pode ser calculado pela Eq. 14 a seguir:

$$\beta_{cc} = \frac{I_C}{I_B} \Rightarrow I_B = \frac{I_C}{\beta_{cc}} \Rightarrow I_B = \frac{300 \text{ mA}}{20} \Rightarrow I_B = 15 \text{ mA} \quad (14)$$

em que β_{cc} é o ganho de corrente, I_C é a corrente no coletor e I_B é a corrente na base (MALVINO; BATES, 2016). Para a saída do amplificador UA741C, o valor máximo de corrente 15 mA é adequado e mantém uma faixa de segurança de 10 mA.

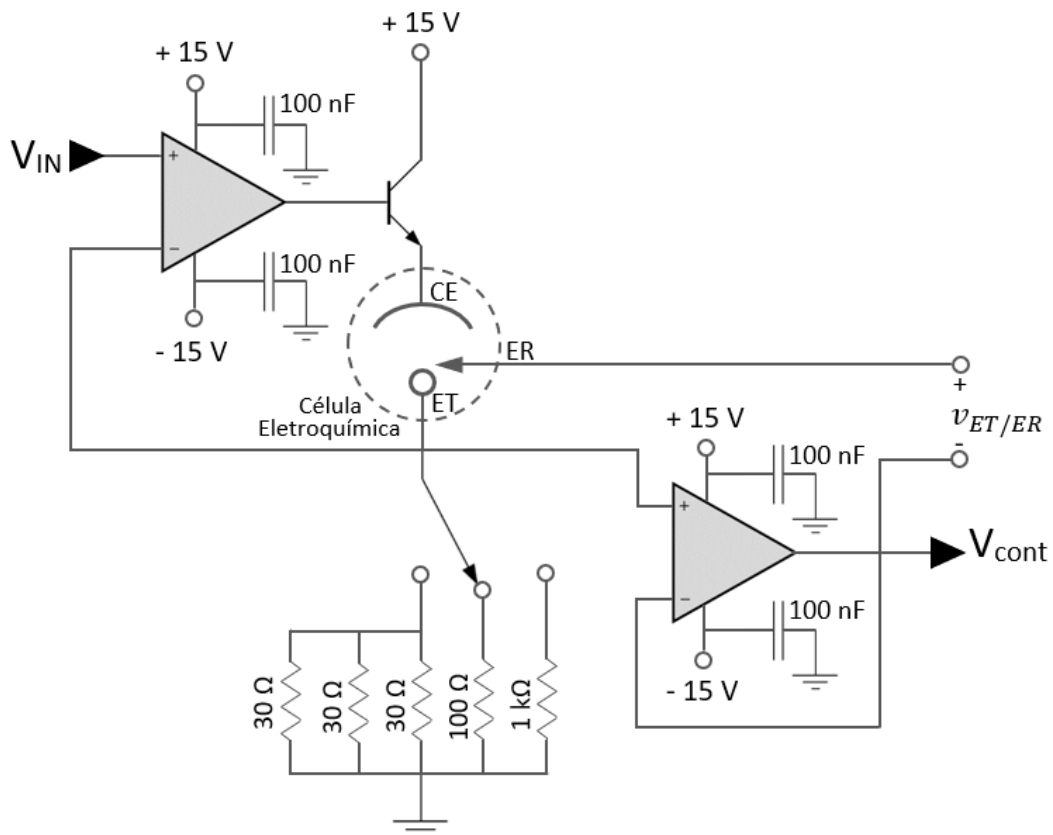


Figura 19 – Circuito elétrico básico do galvanostato.

Algumas informações importantes sobre o transistor BUL312FP podem ser verificadas na Tab. 3 a seguir e foram obtidas da folha de dados do componente.

Tabela 3 – Informações do transistor BUL312FP, conforme STMicroelectronics (2004). V_{CE} é a tensão entre o coletor e o emissor; T_c é a temperatura do encapsulamento.

Tensão máxima entre o coletor e o emissor ($I_B = 0$)	500 V
Tensão máxima entre o emissor e a base ($I_C = 0$)	9 V
Corrente máxima no coletor	5 A
Corrente máxima na base	3 A
Corrente de corte no coletor ($I_B = 0$ e $V_{CE} = 500$ V)	250 μ A
Dissipação total de potência ($T_c = 25$ °C)	36 W
Temperatura operacional máxima para a junção	150 °C
Resistência térmica junção-encapsulamento	3,5 °C/W
Resistência térmica junção-ambiente	62,5 °C/W

Para o dimensionamento dos resistores, levou-se em conta a capacidade de dissipação da potência absorvida, cujo valor é calculado a partir da Eq. 15 abaixo:

$$P = R \times I^2 \quad (15)$$

onde a potência dissipada P é função da resistência R e do quadrado da corrente I que flui entre os seus terminais (ALEXANDER; SADIKU, 2013). A Tab. 4 a seguir apresenta a potência dissipada nas resistências de 1 k Ω , 100 Ω e 10 Ω quando a corrente $I_{CE/ET}$ é máxima, isto é, quando $V_{IN} = 3$ V. A resistência de 10 Ω é obtida através da associação em paralelo de três resistores de 30 Ω e de 1 W de potência cada. Os resistores de 100 Ω e de 1 k Ω são de 1/4 W. Todos os resistores utilizados têm precisão de 1% em relação ao valor nominal de resistência.

Tabela 4 – Resultados obtidos para o cálculo da potência máxima dissipada pelas resistências de 10 Ω , 100 Ω e 1 k Ω .

Resistência R_L	Tensão máxima	Corrente máxima	Potência máxima dissipada	Potência de dissipação nominal
10 Ω	3 V	300 mA	0,900 W	3,00 W
100 Ω	3 V	30 mA	0,090 W	0,25 W
1 k Ω	3 V	3 mA	0,009 W	0,25 W

Um circuito seguidor de tensão com um amplificador operacional UA741C foi utilizado para a aquisição da tensão aplicada ao eletrodo de trabalho, permitindo o monitoramento de V_{IN} e a atuação pelo microcontrolador para manter o seu valor constante e igual àquele inicialmente configurado pelo usuário. O valor de V_{CONT} idealmente seria o mesmo de V_{IN} , todavia há uma pequena diferença devido ao erro de *offset* existente entre as tensões nas entradas do amplificador operacional. No caso do UA741C, esse erro é tipicamente de 1 mV, conforme a folha de dados do componente. O potencial do eletrodo de trabalho em relação ao eletrodo de referência ($v_{ET/ER}$) pode ser medido através de um dispositivo externo como, por exemplo, um multímetro.

3.1.3. Circuito elétrico com o microcontrolador

Para o projeto do galvanostato, utilizou-se o microcontrolador ATmega328P com três objetivos principais, os quais são:

- permitir a interação com o usuário a partir do envio e recebimento de dados entre o microcontrolador e periféricos externos, como botões de seleção e visor LCD;
- gerar um sinal PWM de 1 kHz e tensão média igual ao valor desejado de V_{IN} , informado pelo usuário;
- monitorar V_{IN} a partir da leitura de V_{CONT} , atuando sobre o sinal PWM quando verificadas variações significativas de V_{IN} ;

A Fig. 20 traz o esquema elétrico para as conexões realizadas com o ATmega328P no projeto do galvanostato. Como pode ser visto, o microcontrolador foi alimentado com uma tensão contínua de 5 V nos pinos 7 e 20. Os pinos 8 e 22 foram aterrados. O pino 1 foi mantido em nível lógico alto, de modo que não é possível reinicializar o microcontrolador pelo envio de um sinal de nível lógico baixo ao pino de *Reset* apenas pela deserregização do CI a partir da chave de alimentação do galvanostato. Aplicou-se ao pino 21 uma tensão de 3,3 V, utilizada como referência pelo conversor A/D e obtida através de um circuito divisor de tensão com a associação de resistores de 1 k Ω e de 2 k Ω . Aos pinos 9 e 10 foram conectados os terminais de um cristal oscilador de 16 MHz, cada qual com filtro capacitivo de 22 pF, como orientado pela folha de dados do componente. Os pinos 17, 18 e 19 foram configurados para a leitura dos botões de seleção. Ao pino 23, ligado ao conversor A/D de 10-bits, foi conectado o sinal de V_{CONT} a ser utilizado no controle PWM, configurado como saída do pino 15 com uma frequência de 1 kHz. Os pinos 4, 5, 6, 11, 12 e 13 foram utilizados para a comunicação com o módulo do visor LCD.

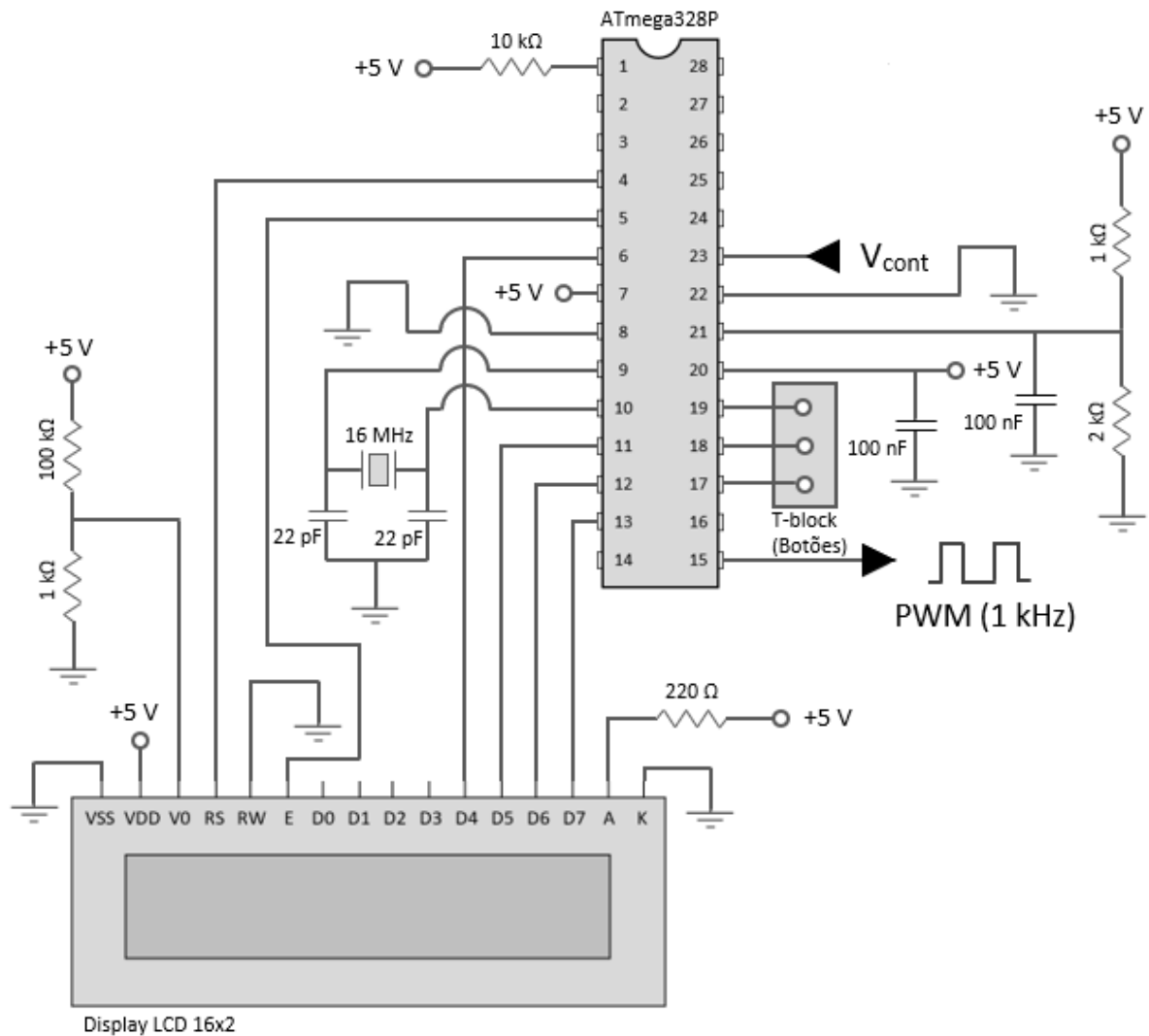


Figura 20 – Diagrama elétrico das conexões realizadas com o microcontrolador ATmega328P para o projeto do galvanostato.

O *software* contendo as instruções ao microcontrolador foi elaborado no ambiente de desenvolvimento integrado (*Integrated Development Environment, IDE*) do Arduino, uma vez que o ATmega328P é utilizado em algumas das placas de prototipagem desenvolvida pela empresa e já existem diversas aplicações e bibliotecas prontas para facilitar a sua programação. A Fig. 21 apresenta o fluxograma simplificado das instruções repassadas ao microcontrolador através do *software* desenvolvido na IDE do Arduino. O programa completo encontra-se no Apêndice A.

Inicialmente, o *software* envia instruções para configurar os registradores do conversor A/D e do *Timer 1*, este que é um temporizador/contador de 16-bits e é utilizado para gerar o sinal PWM.

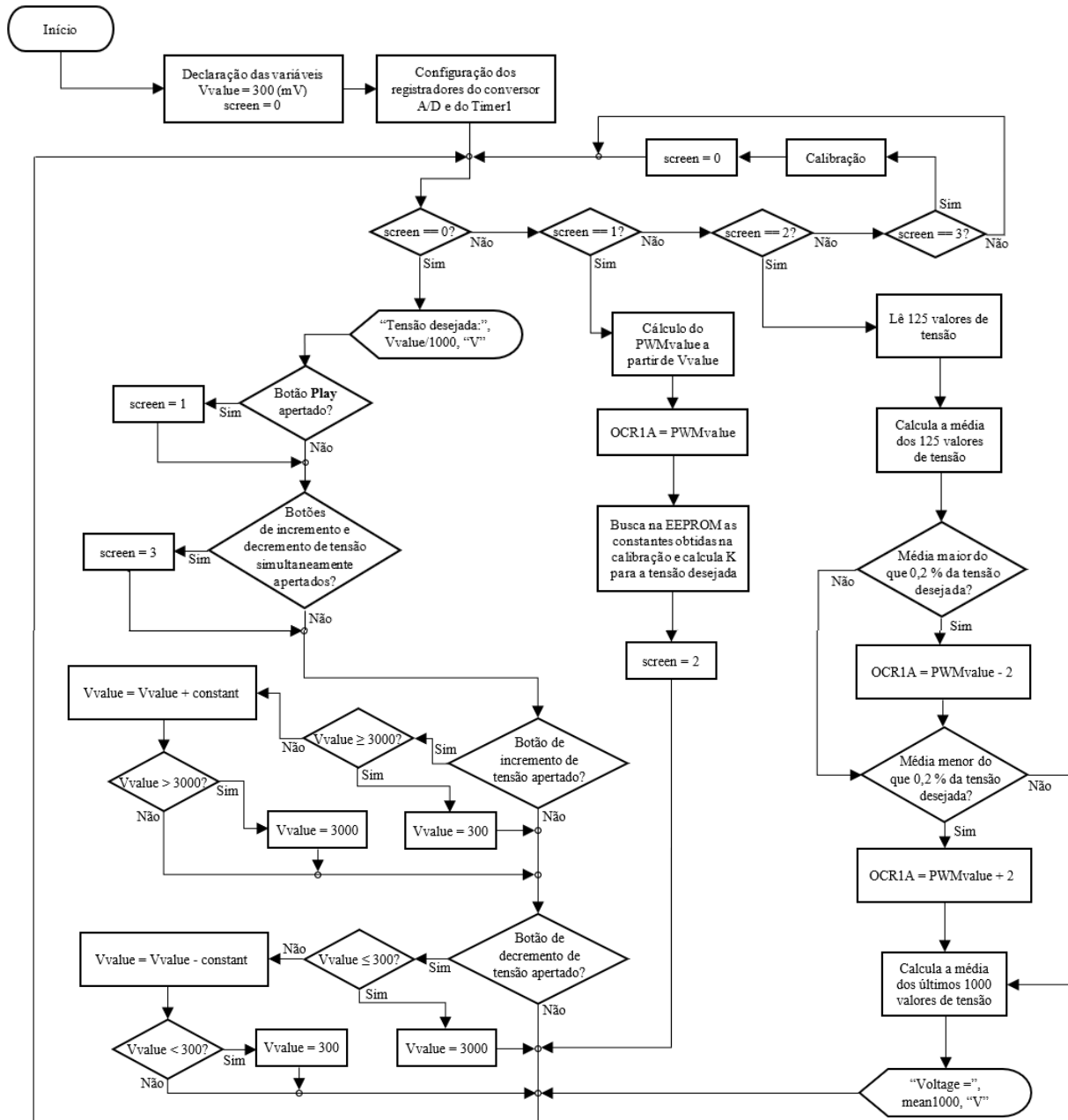


Figura 21 – Fluxograma simplificado das instruções repassadas ao microcontrolador através do *software* desenvolvido na IDE do Arduino.

- Configurações do conversor A/D

As configurações realizadas para a habilitação do conversor A/D foram feitas a partir da modificação dos bits do registrador ADCSRA, apresentado na Fig. 22, onde a frequência de amostragem de 125 kHz foi definida a partir da configuração de um *prescaler* de 128, que reduz o valor da frequência de *clock* de 16 MHz em 128 vezes, permitindo ao conversor A/D trabalhar em uma frequência adequada para o seu funcionamento. Para isso, o valor 1 foi

escrito nos bits 0 (ADPS0) ao 2 (ADPS2) do registrador ADCSRA, de modo a obter um valor de *prescaler* de 128, conforme mostrado na Tab. 5. Para habilitar o conversor A/D, foi escrito o valor 1 no bit 7 (ADEN) do registrador ADCSRA. A configuração da tensão de referência para o conversor A/D foi realizada através da função `analogReference()`, disponibilizada pela biblioteca `Arduino.h`, como sendo o valor externo de 3,3 V aplicado ao pino 21 (AREF) do microcontrolador ATmega328P.

Bit	7	6	5	4	3	2	1	0	
(0x7A)	ADEN	ADSC	ADATE	ADIF	ADIE	ADPS2	ADPS1	ADPS0	ADCSRA
Read/Write	R/W	R/W	R/W	R/W	R/W	R/W	R/W	R/W	
Initial Value	0	0	0	0	0	0	0	0	

Figura 22 – Registrador ADCSRA utilizado na configuração do conversor A/D do ATmega328P (MICROCHIP, 2020, p. 258).

Tabela 5 – Fatores de divisão do *prescaler* conforme configuração dos bits 0 (ADPS0), 1 (ADPS1) e 2 (ADPS2) do registrador ADCSRA (MICROCHIP, 2020, p. 259).

ADPS2	ADPS1	ADPS0	Division Factor
0	0	0	2
0	0	1	2
0	1	0	4
0	1	1	8
1	0	0	16
1	0	1	32
1	1	0	64
1	1	1	128

- Configurações do sinal PWM

O sinal PWM foi configurado com o auxílio de um temporizador/contador de 16-bits, o *Timer1*, escolhido para operar no modo *Fast PWM*, modo 14 da Tab. 6. Nesse modo, a contagem do *Timer1* é atualizada constantemente no registrador TCNT1, iniciando-se em 0 e sendo incrementada unitariamente até atingir o valor inteiro armazenado no registrador ICR1, de no máximo 65.535, o que leva à reinicialização da contagem. Um registrador de comparação, o OCR1A, armazena o valor inteiro de referência para a largura do pulso do sinal PWM, gerado como saída no pino OC1A (pino 15 do ATmega328P). No início da contagem do *Timer1*, o sinal de saída do pino OC1A é mantido em nível lógico alto até que o

valor armazenado no registrador TCNT1 seja igual ao do registrador OCR1A, atualizando a saída para nível lógico baixo até atingir o valor de *TOP* informado ao registrador ICR1, quando o contador é reinicializado e o sinal de saída retorna para o nível lógico alto.

A configuração do modo de operação do *Timer1* foi realizada com a modificação de 0 para 1 no valor do bit 1 (WGM11) do registrador TCCR1A e dos bits 3 (WGM12) e 4 (WGM13) do registrador TCCR1B, conforme orientado na Tab. 6 para o modo 14 com *Fast PWM*. Além disso, foi gravado o valor 1 no bit 7 (COM1A1) do TCCR1A para que o sinal de saída no pino OC1A seja configurado em nível lógico baixo quando os valores dos registradores OCR1A e TCNT1 forem correspondentes, e em nível lógico alto, quando o contador atingir o valor de *TOP* do registrador ICR1. A Fig. 23 traz a representação esquemática do registrador TCCR1A e a Fig. 24 traz a representação esquemática do registrador TCCR1B, ambos de 8-bits.

Tabela 6 – Modos de operação do *Timer1* (adaptado de Microchip (2020)).

Mode	WGM13	WGM12 (CTC1)	WGM11 (PWM11)	WGM10 (PWM10)	Timer/Counter Mode of Operation	TOP	Update of OCR1x at	TOV1 Flag Set on
0	0	0	0	0	Normal	0xFFFF	Immediate	MAX
1	0	0	0	1	PWM, Phase Correct, 8-bit	0x00FF	TOP	BOTTOM
2	0	0	1	0	PWM, Phase Correct, 9-bit	0x01FF	TOP	BOTTOM
3	0	0	1	1	PWM, Phase Correct, 10-bit	0x03FF	TOP	BOTTOM
4	0	1	0	0	CTC	OCR1A	Immediate	MAX
5	0	1	0	1	Fast PWM, 8-bit	0x00FF	BOTTOM	TOP
6	0	1	1	0	Fast PWM, 9-bit	0x01FF	BOTTOM	TOP
7	0	1	1	1	Fast PWM, 10-bit	0x03FF	BOTTOM	TOP
8	1	0	0	0	PWM, Phase and Frequency Correct	ICR1	BOTTOM	BOTTOM
9	1	0	0	1	PWM, Phase and Frequency Correct	OCR1A	BOTTOM	BOTTOM
10	1	0	1	0	PWM, Phase Correct	ICR1	TOP	BOTTOM
11	1	0	1	1	PWM, Phase Correct	OCR1A	TOP	BOTTOM
12	1	1	0	0	CTC	ICR1	Immediate	MAX
13	1	1	0	1	(Reserved)	–	–	–
14	1	1	1	0	Fast PWM	ICR1	BOTTOM	TOP
15	1	1	1	1	Fast PWM	OCR1A	BOTTOM	TOP

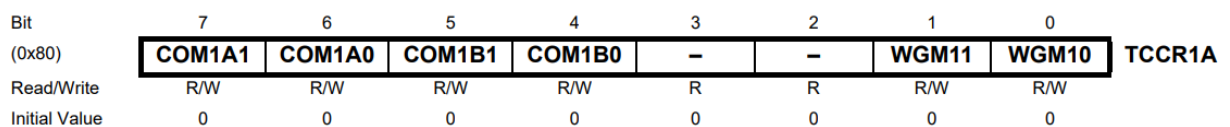


Figura 23 – Representação esquemática do registrador TCCR1A utilizado na configuração do sinal de saída PWM (MICROCHIP, 2020, p. 140).

Bit (0x81)	7	6	5	4	3	2	1	0	TCCR1B
	ICNC1	ICES1	–	WGM13	WGM12	CS12	CS11	CS10	
Read/Write	R/W	R/W	R	R/W	R/W	R/W	R/W	R/W	
Initial Value	0	0	0	0	0	0	0	0	

Figura 24 – Representação esquemática do registrador TCCR1B utilizado na configuração do sinal de saída PWM (MICROCHIP, 2020, p. 142)

A Eq. 16 abaixo apresenta a relação dada pela folha de dados do ATmega328P para configurar a frequência do sinal PWM no modo *Fast* PWM:

$$f_{PWM} = \frac{f_{clk}}{N(1 + TOP)} \quad (16)$$

onde f_{PWM} é a frequência do sinal PWM, f_{clk} é a frequência de *clock* de 16 MHz, TOP é o valor limite superior para a contagem do *Timer1* e N é o divisor do *prescaler* utilizado para reduzir a frequência de *clock* em 1, 8, 64, 256 ou 1024 vezes. Conforme relação estabelecida na Eq. 16, determinou-se o valor de $N = 1$ e de $TOP = 15999$, resultando em um sinal PWM com frequência de 1 kHz, como mostrado na Eq. 17. Para configurar o divisor de *prescaler* com $N = 1$, foi gravado o valor 1 no bit 0 (CS10) do registrador TCCR1B, conforme orientação da folha de dados do ATmega328P.

$$f_{PWM} = \frac{f_{clk}}{N(1 + TOP)} \Rightarrow f_{PWM} = \frac{16 \text{ MHz}}{1 \times (1 + 15999)} \Rightarrow f_{PWM} = 1 \text{ kHz} \quad (17)$$

3.1.4. Módulo do visor LCD

O módulo do visor LCD permite ao usuário visualizar informações úteis para configurar o galvanostato ou também monitorar o valor da corrente que está sendo aplicada. Geralmente, esses módulos são especificados pelo número de caracteres mostrados em cada linha. No caso do projeto do galvanostato, foi utilizado um módulo do modelo ADM1602K-NSW-FBS, com visor LCD 16x2, ou seja, com capacidade de mostrar 16 caracteres em cada uma das duas linhas, em que cada caractere é formado a partir de uma matriz de 5x8 pontos, conforme folha de dados do componente. Além disso, o módulo também possui leds para luz de fundo e pode ser alimentado com tensão de até 7 V. A Tab. 7 abaixo contém informações sobre as conexões dos pinos do módulo LCD, sendo que o envio de dados do ATmega328P

ao módulo é realizado através dos pinos de E/S do microcontrolador, cujas conexões foram apresentadas na Fig. 20.

Tabela 7 – Descrição da pinagem do módulo do visor LCD 16x2 (adaptado de Amotec (2008)).

Nº do pino	Símbolo	Descrição
1	VSS	Pino de alimentação (0 V).
2	VDD	Pino de alimentação (5 V).
3	V0	Pino para ajuste de contraste.
4	RS	<i>Register Select</i> – (1): dado enviado é um comando; (0): dado enviado é um caractere.
5	RW	<i>Read/Write</i> – (1): leitura de dados; (0): escrita de dados.
6	E	<i>Enable</i> – (1): habilita a leitura e escrita de dados; (0): desabilita a leitura e escrita de dados.
7 a 10	D0 a D3	Pinos para a transferência de dados de 8 bits (não utilizado quando 4 bits).
11 a 14	D4 a D7	Pinos para a transferência de dados de 4 bits ou de 8 bits.
15	A	Pino conectado ao anodo do LED para luz de fundo.
16	K	Pino conectado ao catodo do LED para luz de fundo.

3.1.5. Filtragem do sinal PWM

O sinal PWM gerado pelo microcontrolador é aplicado à entrada de um filtro ativo passa-baixas de 2ª ordem com topologia Sallen-Key, ganho unitário e aproximação Butterworth, conforme mostrado na Fig. 25. Um filtro passa-baixas é útil quando se deseja permitir a passagem de sinais com frequências menores que a de corte (f_c) e bloquear aqueles acima dessa frequência. Em geral, a resposta Butterworth nesses filtros se caracteriza por apresentar atenuação quase nula na banda de passagem e um decaimento de aproximadamente $20n$ dB por década na banda de corte, sendo n o número que representa a ordem do filtro. Para o cálculo da f_c em um filtro passa-baixas de 2ª ordem com resposta Butterworth, pode-se utilizar a relação apresentada na Eq. 18:

$$f_c = \frac{1}{2\pi\sqrt{R_1R_2C_1C_2}} \quad (18)$$

em que R_1 e R_2 são os valores das resistências e C_1 e C_2 , das capacitâncias do filtro com topologia Sallen-Key (MALVINO; BATES, 2016).

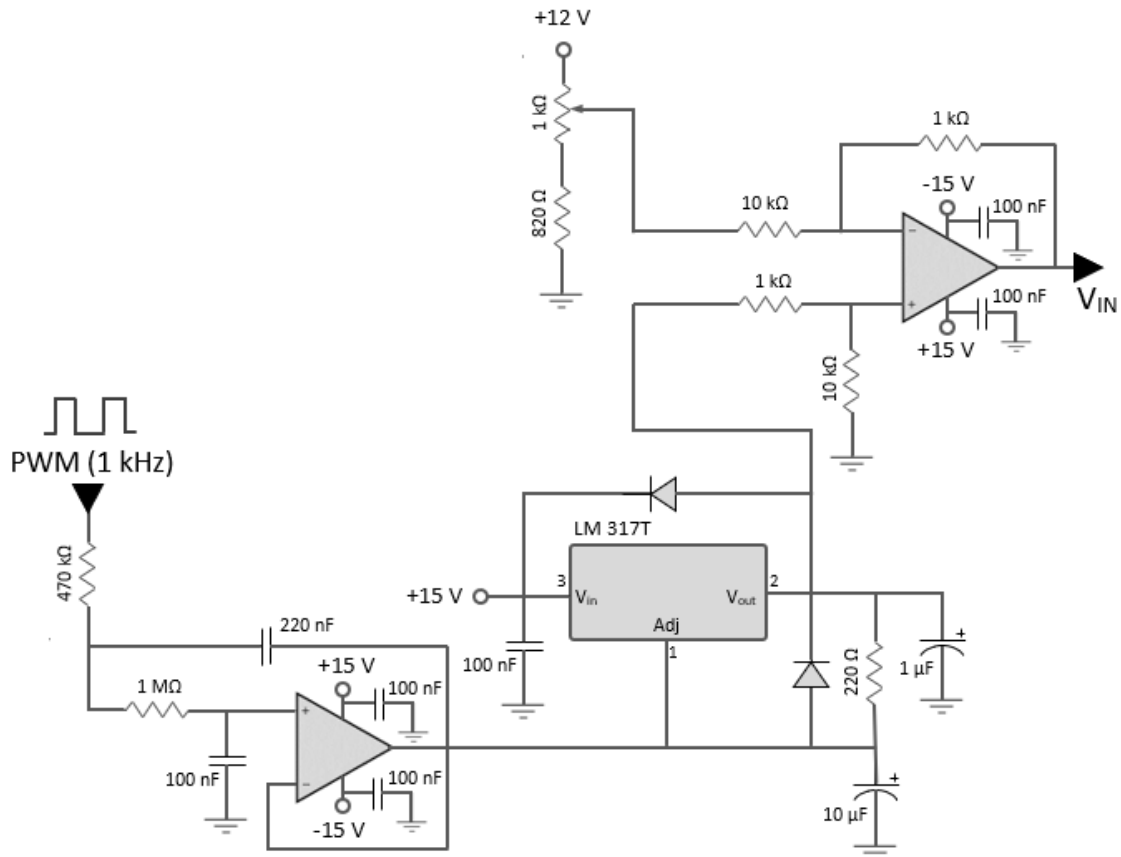


Figura 25 – Diagrama elétrico do circuito desenvolvido para a filtragem do sinal PWM e obtenção da tensão V_{IN} a ser utilizada no controle da corrente aplicada pelo galvanostato.

Levando-se em conta a Eq. 18 e o filtro passa-baixas no circuito da Fig. 25, a frequência de corte pode ser obtida como mostrado a seguir:

$$f_c = \frac{1}{2\pi\sqrt{470 \times 10^3 \times 1 \times 10^6 \times 100 \times 10^{-9} \times 220 \times 10^{-9}}} \Rightarrow f_c = 1,6 \text{ Hz} \quad (19)$$

Sendo assim, o sinal PWM de entrada para o filtro da Fig. 25 é atenuado em 40 dB/década a partir da frequência de corte de 1,6 Hz, o que significa que um sinal de frequência de 1 kHz sofrerá uma atenuação de aproximadamente 120 dB. Esse sinal que sai do filtro é aplicado ao pino de ajuste em um regulador de tensão LM317T, de modo a garantir maior rejeição a *ripple* (oscilação) e valores de corrente baixos na saída do microcontrolador. Como o sinal de saída do LM317T é acrescido de um valor de referência constante e tipicamente de 1,25 V, foi realizada a remoção desse nível de tensão através de um circuito diferencial com o UA741C, sendo utilizado um *trimpot* de 1 kΩ e 25 voltas para o ajuste preciso da tensão.

3.2. Fabricação do galvanostato

3.2.1. Confeção das placas de circuito impresso

O leiaute das placas de circuito impresso (PCIs) desenvolvidas para o projeto do galvanostato é mostrado no Apêndice B. A Fig. 26 traz as fotografias das principais placas do galvanostato após finalizada a confecção.

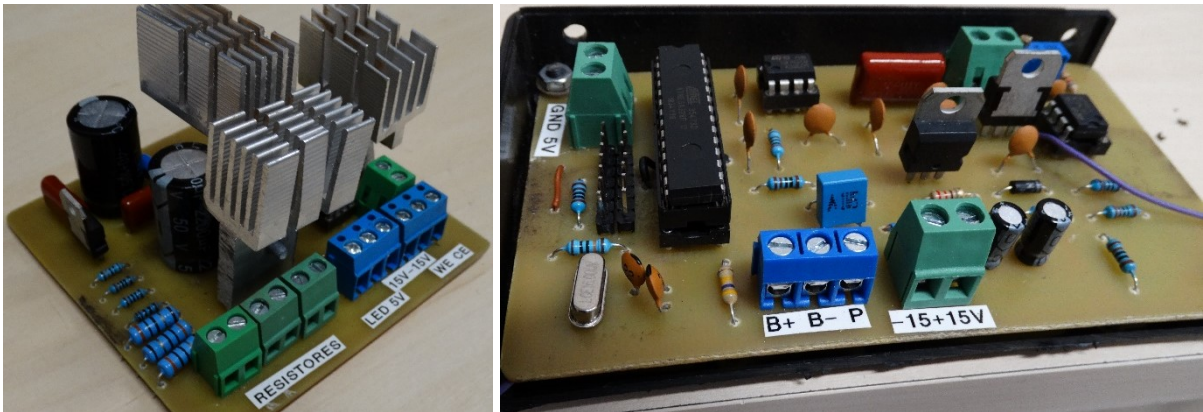


Figura 26 – Fotografias das principais placas do galvanostato após finalizada a confecção.

3.2.2. Montagem do galvanostato

Após a fabricação das PCIs, foi realizada a confecção manual do invólucro escolhido para a proteção dos circuitos internos do galvanostato, uma caixa plástica patola, onde foram inseridas as placas, conectores, chaves e demais componentes do galvanostato. A Fig. 27 abaixo apresenta a parte externa do aparelho e a Fig. 28 a parte interna após finalizada a montagem do galvanostato.



Figura 27 – Fotografias mostrando a parte externa do galvanostato após finalizada a fabricação.

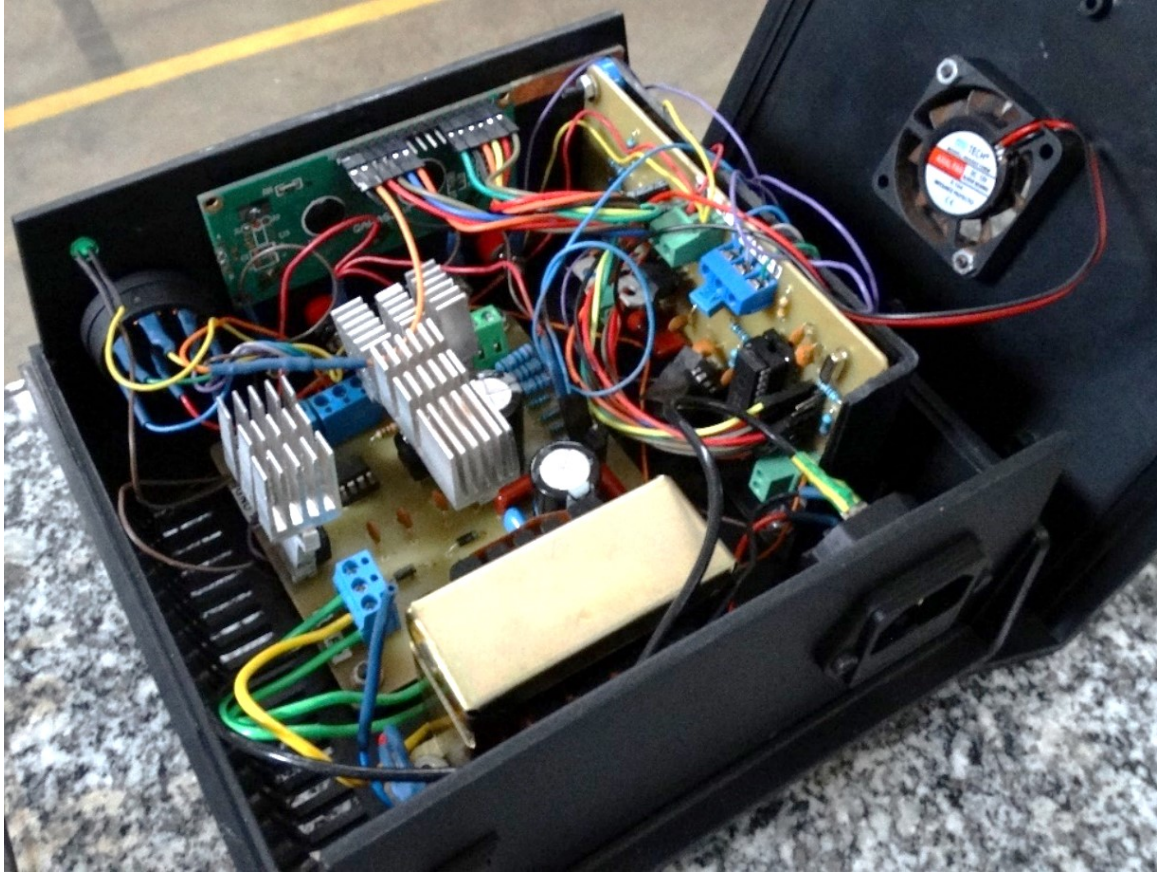


Figura 28 – Fotografia mostrando a parte interna do galvanostato após finalizada a fabricação.

3.2.3. Apresentação dos painéis frontal e traseiro do galvanostato

A Fig. 29 a seguir apresenta o painel traseiro do galvanostato, que possui um conector para o cabo de alimentação, com tensão de 220 V e frequência de 60 Hz, e uma chave para ligar e desligar o aparelho. A Fig. 30 mostra o painel frontal do galvanostato, formado por:

- um visor LCD, onde são mostradas informações ao usuário;
- um led que indica o funcionamento do galvanostato quando aceso;
- uma chave seletora para o fator multiplicativo da tensão e conversão indireta da corrente aplicada pelo galvanostato;
- botão para incremento de tensão (V+);
- botão para decremento de tensão (V-);
- botão PLAY para confirmação da ação desejada;
- conectores fêmea para a saída de tensão, a ser medida pelo voltímetro, e também para a conexão dos eletrodos.



Figura 29 – Painel traseiro do galvanostato.



Figura 30 – Painel frontal do galvanostato. ER indica o conector para o eletrodo de referência. ET indica o conector para o eletrodo de trabalho. CE indica o conector para o contraeletrodo.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. Calibração do galvanostato

O galvanostato deve ser calibrado utilizando-se um instrumento capaz de medir tensão elétrica, cujas ponteiros de medição devem ser inseridas nos conectores destinados ao voltímetro no painel frontal do galvanostato. É importante que o instrumento de medição de tensão, em relação ao qual o galvanostato será calibrado, apresente valores precisos e confiáveis para que não haja erros consideráveis na aplicação de corrente pelo galvanostato.

Para realizar a calibração, é preciso pressionar simultaneamente os botões de incremento (V+) e de decremento (V-) de tensão no painel frontal do galvanostato. Uma nova mensagem será mostrada no visor LCD: “Calibração 0,3 V”, indicando que foi iniciado o modo de calibração do aparelho. Em seguida, deve-se pressionar o botão V+ ou V- até que a tensão mostrada no voltímetro seja a mesma que está sendo calibrada. Por exemplo, o primeiro valor de tensão a ser calibrado é o de 0,3 V e, suponha que a leitura em um voltímetro indique 0,28 V, então o botão V+ deve ser pressionado até que o voltímetro mostre 0,3 V. Após isso, o botão PLAY deve ser pressionado e a mensagem no visor é alterada, solicitando que o usuário aguarde alguns segundos enquanto o microcontrolador calcula a constante de calibração. O valor dessa constante é mostrado na próxima mensagem escrita no visor e é utilizada pelo microcontrolador para corrigir a referência de tensão do galvanostato. São calibrados quatro valores diferentes de tensão, 0,3 V, 1 V, 2 V e 3 V, sendo geradas quatro constantes, K300, K1000, K2000 e K3000, respectivamente. Essas constantes ficam salvas na memória EEPROM do microcontrolador e não se perdem quando o aparelho é desligado, já que essa é uma memória não volátil. A Fig. 31 abaixo apresenta as telas que são mostradas no visor LCD do galvanostato durante a calibração da tensão de 1 V.

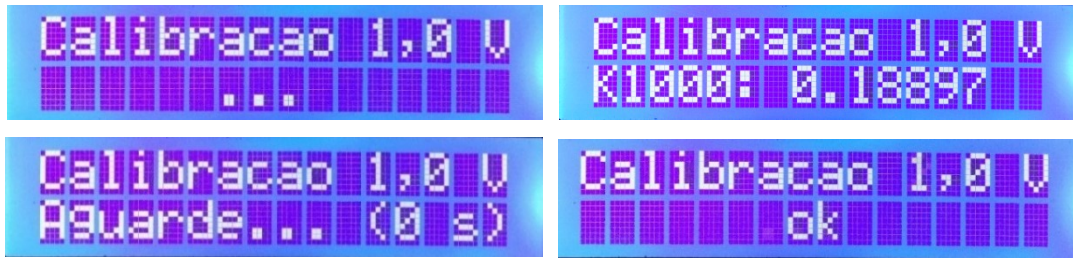


Figura 31 – Telas apresentadas no visor LCD do galvanostato para a calibração da tensão de 1,0 V.

Como instrumento padrão, em relação ao qual o galvanostato foi calibrado, utilizou-se o multímetro digital Agilent, modelo 34410A (6½ dígitos). Para verificar se as medições de tensão realizadas com este multímetro estavam adequadas, utilizou-se um outro multímetro digital calibrado recentemente, o Keysight 3458A (8½ dígitos), cujo certificado de calibração encontra-se disponível no Anexo I. Ambos os instrumentos foram usados na medição de um mesmo sinal de tensão, sendo registrados a cada dez segundos os valores obtidos. Os resultados são mostrados no gráfico da Fig. 32. A partir das curvas geradas com as medições de tensão pelos multímetros, é possível ver que ambas estão quase sobrepostas, sendo verificados poucos pontos onde os resultados apresentaram pequenas diferenças, de no máximo 0,6 mV.

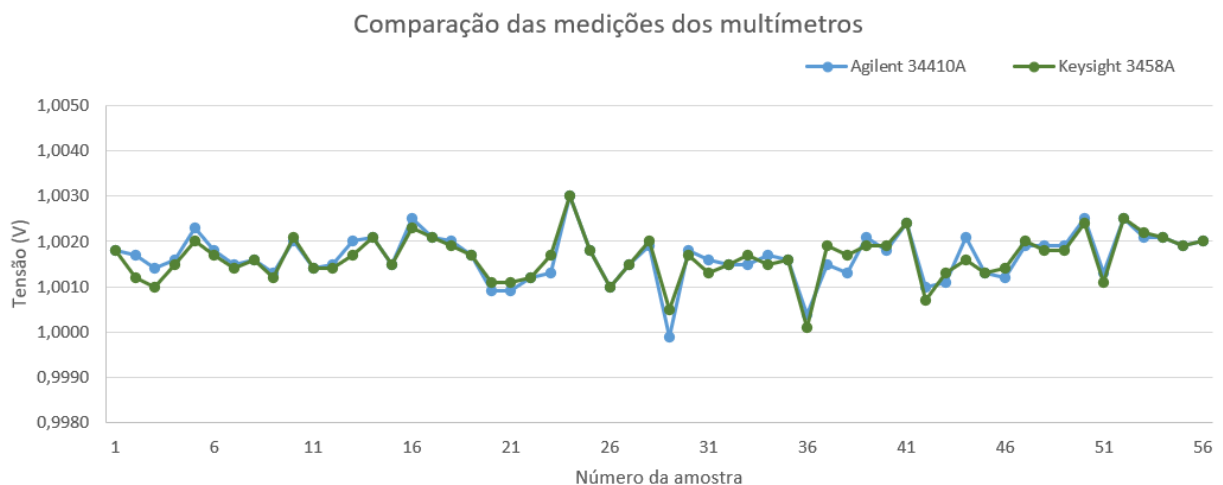


Figura 32 – Comparação entre os valores de tensão medidos pelo multímetro Agilent 34410A (em azul) e pelo multímetro Keysight 3458A (em verde).

4.2. Preparação dos ensaios

Os ensaios com o galvanostato foram realizados em uma célula eletroquímica a dois eletrodos – o eletrodo de trabalho (ET) e o contraeletrodo (CE) – não sendo utilizado o eletrodo de referência (ER), uma vez que não houve a necessidade de monitorar a diferença de potencial do ET em relação ao ER e sim a corrente aplicada para a ocorrência da eletrólise da água. Como material para o eletrodo de trabalho, foi utilizada uma amostra de aço inoxidável (65 x 15 x 2 mm), lixada com lixas de granulometrias 80, 120 e 220 *mesh*. Para o contraeletrodo, foi utilizado um fio de platina (200 x Ø 0,5 mm). A Fig. 33 mostra os eletrodos já com as conexões preparadas para os ensaios.



Figura 33 – Eletrodo de trabalho (à esquerda) e contraeletrodo (à direita) utilizados nos ensaios de validação do galvanostato.

A configuração da corrente aplicada pelo galvanostato foi feita no painel frontal do aparelho a partir da seleção de um dos valores de tensão mostrados no visor LCD e de um dos valores de resistência da chave seletora. As resistências equivalentes nos terminais da chave seletora são de 1 k Ω , 100 Ω e 10 Ω , e definem, respectivamente, os fatores multiplicativos 1E-3 (10^{-1}), 1E-2 (10^{-2}) e 1E-1 (10^{-3}) para a conversão da tensão mostrada no visor LCD em um valor de corrente a ser aplicado no ensaio. Com os botões V+ e V-, pode-se escolher um dos valores de tensão entre 0,30 V e 3,00 V, incrementando ou decrementando a tensão desejada em 0,01 V. O microcontrolador atua para que esse valor de tensão escolhido se

mantenha constante durante todo o ensaio, de modo que, em conjunto com um valor fixo de resistência, definido pela chave seletora, a corrente que flui entre o ET e o CE possa também se manter constante. Após efetuadas as configurações iniciais, o botão PLAY foi pressionado para iniciar o ensaio.

Durante os ensaios, a aquisição da corrente aplicada pelo galvanostato foi feita indiretamente pela leitura de tensão com um multímetro digital Agilent de 6 ½ dígitos, modelo 34410A. Esse multímetro é capaz de armazenar na memória interna até 50 mil valores de medição, que podem ser acessados pelo computador através de uma conexão de rede local (*Local Area Network*, LAN) e de uma interface *web* em um navegador habilitado para Java (AGILENT TECHNOLOGIES, 2012). A Fig. 34 a seguir mostra a disposição dos equipamentos e materiais utilizados durante os ensaios, estando à esquerda da imagem o multímetro Agilent 34410A, ao fundo (direita) o galvanostato e à frente a célula eletroquímica. Como eletrólito, utilizou-se 400 ml de solução de 3,5% de NaCl em massa.

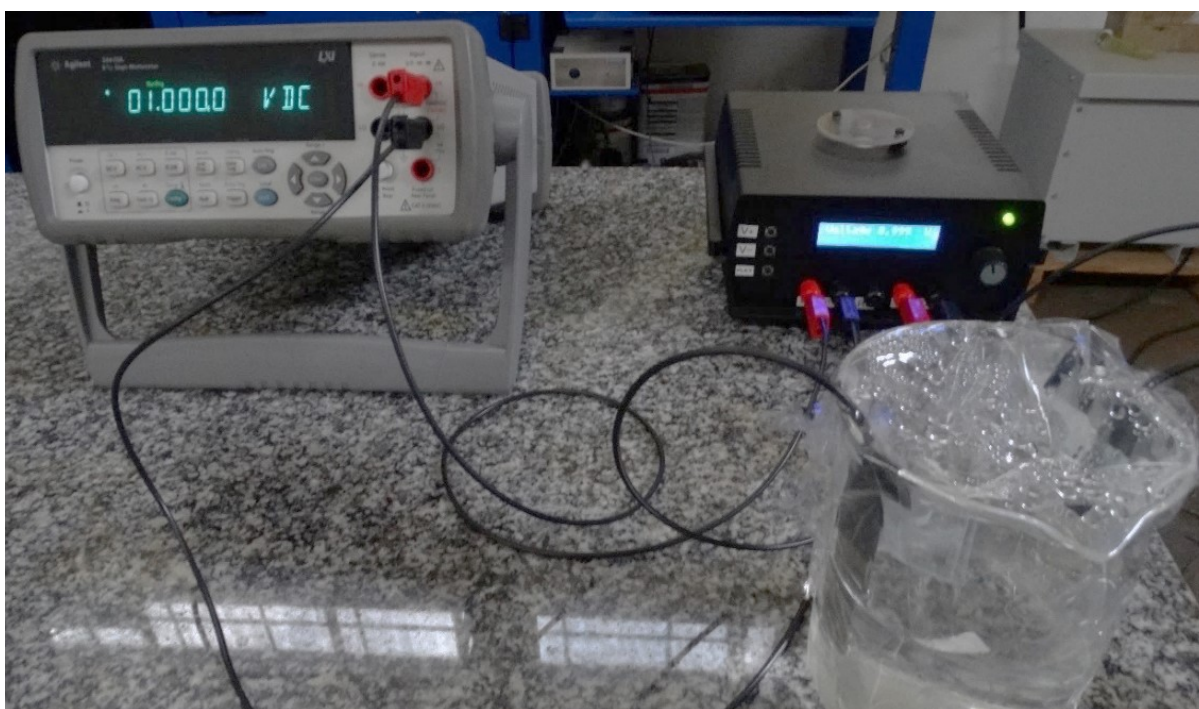


Figura 34 – Disposição dos equipamentos e materiais utilizados durante os ensaios de validação do galvanostato.

4.3. Resultados obtidos

4.3.1. Ensaio de longa duração

Os ensaios de longa duração – ensaio 1 e ensaio 2 – foram realizados para avaliar o funcionamento do galvanostato por períodos maiores de tempo, verificando-se a estabilidade da corrente aplicada em relação ao valor desejado pelo usuário e os possíveis problemas que possam surgir durante tais ensaios.

O primeiro ensaio foi realizado com a aplicação de 10,0 mA de corrente entre o ET e o CE durante um período total de 334 horas e intervalo de amostragem de 10 segundos. Os resultados obtidos são apresentados no gráfico da Fig. 35, onde em azul são mostrados os valores de corrente medidos com o multímetro Agilent 34410A ao longo do tempo.

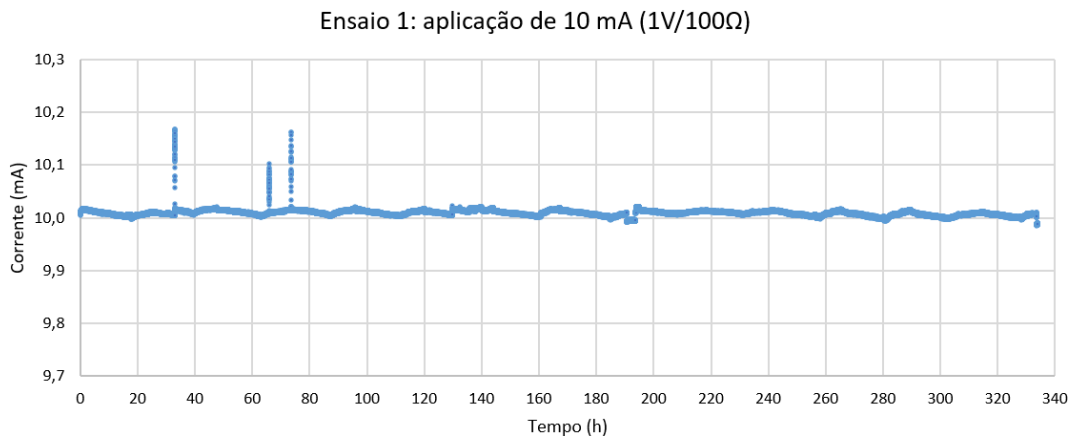


Figura 35 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 10,0 mA entre o ET e o CE.

O segundo ensaio foi realizado com a aplicação de 300 mA de corrente entre o ET e o CE durante um período total de 190 horas e intervalo de amostragem de 10 segundos. Os resultados obtidos são apresentados no gráfico da Fig. 36, onde em azul são mostrados os valores de corrente medidos com o multímetro Agilent 34410A ao longo do tempo.

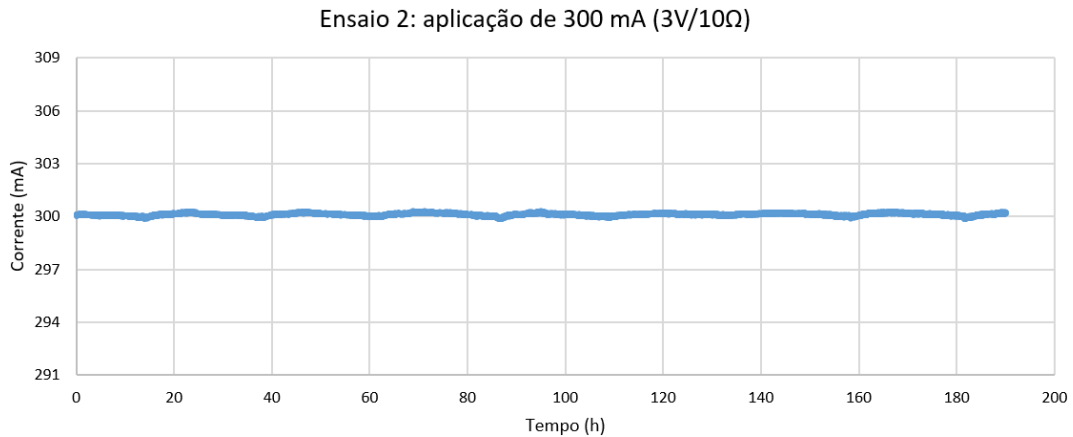


Figura 36 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 300 mA entre o ET e o CE.

Como pode ser visto na Fig. 35, o ensaio 1 apresentou em três momentos picos de corrente que ultrapassaram em mais de 1% o valor configurado de 10,0 mA. Levando-se em conta que o ensaio foi iniciado às 15 h, o primeiro desses picos foi registrado por volta da 0 h, o segundo por volta das 9 h e o terceiro, às 16:30 h. É provável que esses picos de corrente sejam ruídos oriundos da rede elétrica, tendo em vista que o galvanostato estava em terra flutuante durante esse primeiro ensaio, o que poderia ter contribuído para que o equipamento ficasse mais suscetível a ruídos. Para os demais ensaios, foi providenciado o aterramento adequado dos circuitos do galvanostato. Uma segunda hipótese levantada foi em relação à possibilidade de alguém ter colidido com algum dos equipamentos ou com a célula eletroquímica enquanto o ensaio estava em andamento, já que a mesa onde foi realizado o teste era compartilhada para a preparação e realização de outros experimentos. Durante as mais de 250 horas que sucederam ao último pico de corrente no ensaio 1, não houve variações consideráveis da corrente aplicada entre o ET e o CE.

Os resultados do ensaio 2 (Fig. 36), por sua vez, não apresentaram variações expressivas da corrente aplicada. O principal objetivo desse ensaio foi analisar o comportamento do galvanostato durante a aplicação da corrente máxima do aparelho, em que não se constatou o aquecimento dos seus componentes internos ou qualquer outro problema relativo ao funcionamento do galvanostato.

4.3.2. Ensaio de curta duração

Os ensaios de curta duração – ensaio 3 ao ensaio 10 – foram realizados visando analisar um maior número de valores da faixa de aplicação de corrente pelo galvanostato, utilizando um período de amostragem menor em relação aos ensaios de longa duração.

O ensaio 3 foi realizado com a aplicação de 1,00 mA de corrente entre o ET e o CE durante um período total de 3 horas e intervalo de amostragem de 0,25 segundos. Os resultados obtidos são apresentados no gráfico da Fig. 37, onde em azul são mostrados os valores de corrente medidos com o multímetro Agilent 34410A ao longo do tempo.

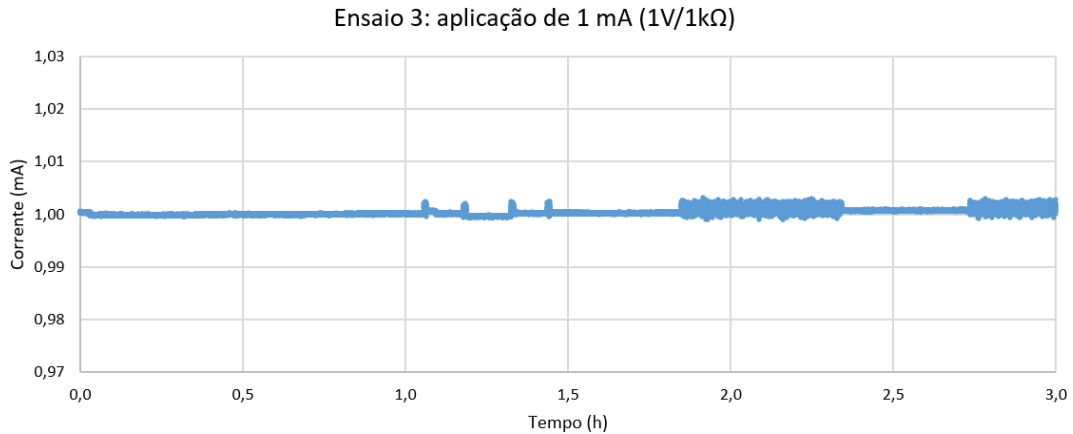


Figura 37 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 1,00 mA entre o ET e o CE.

O ensaio 4 foi realizado com a aplicação de 5,00 mA de corrente entre o ET e o CE durante um período total de 3 horas e intervalo de amostragem de 0,25 segundos. Os resultados obtidos são apresentados no gráfico da Fig. 38, onde em azul são mostrados os valores de corrente medidos com o multímetro Agilent 34410A ao longo do tempo.

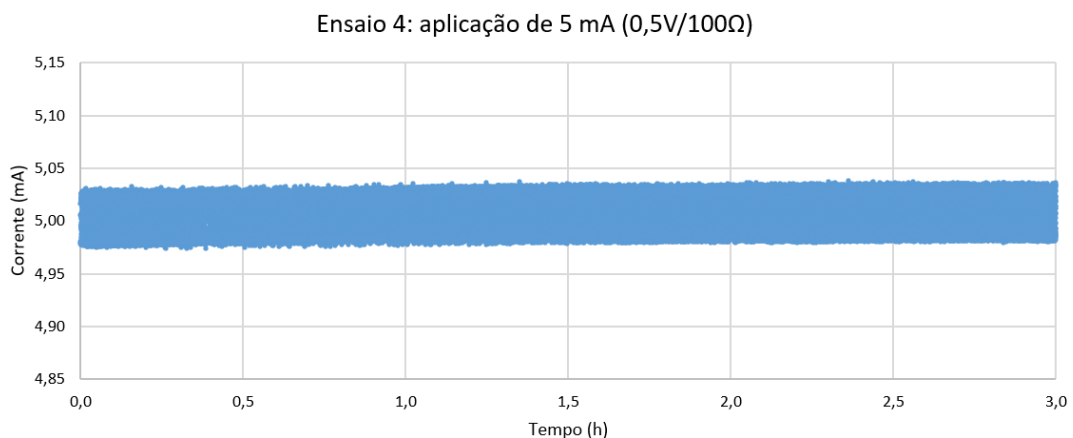


Figura 38 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 5,00 mA entre o ET e o CE.

O ensaio 5 foi realizado com a aplicação de 20,0 mA de corrente entre o ET e o CE durante um período total de 3 horas e intervalo de amostragem de 0,25 segundos. Os

resultados obtidos são apresentados no gráfico da Fig. 39, onde em azul são mostrados os valores de corrente medidos com o multímetro Agilent 34410A ao longo do tempo.

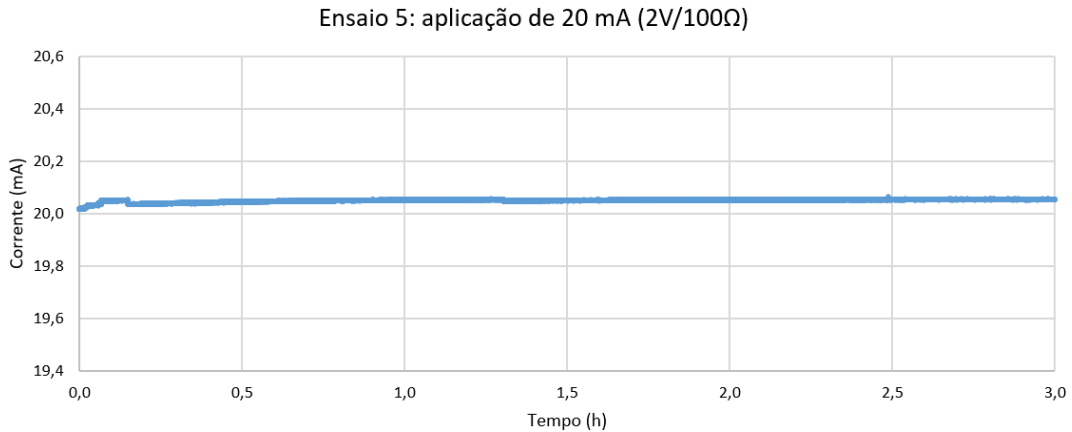


Figura 39 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 20,0 mA entre o ET e o CE.

O ensaio 6 foi realizado com a aplicação de 30,0 mA de corrente entre o ET e o CE durante um período total de 3 horas e intervalo de amostragem de 0,25 segundos. Os resultados obtidos são apresentados no gráfico da Fig. 40, onde em azul são mostrados os valores de corrente medidos com o multímetro Agilent 34410A ao longo do tempo.

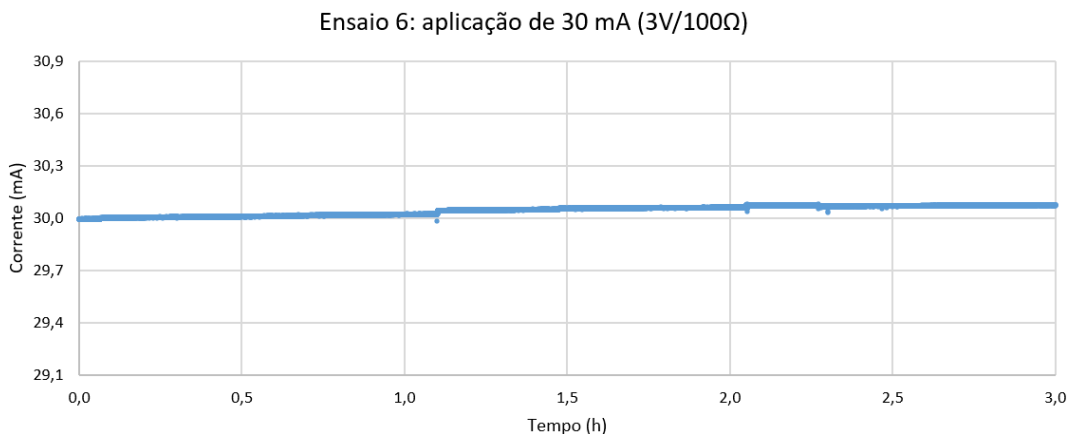


Figura 40 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 30,0 mA entre o ET e o CE.

Para o ensaio 7, aplicou-se novamente 30,0 mA de corrente entre o ET e o CE, entretanto com uma tensão de 0,3 V entre os terminais dos três resistores de 30 Ω em paralelo (equivalente a 10 Ω), diferentemente da relação utilizada no ensaio 6, em que foram aplicados 3 V ao resistor de 100 Ω. O período de duração do ensaio 7 foi de 3 horas, com intervalo de

amostragem de 0,25 segundos. Os resultados obtidos são apresentados no gráfico da Fig. 41, onde em azul são mostrados os valores de corrente medidos com o multímetro Agilent 34410A ao longo do tempo.

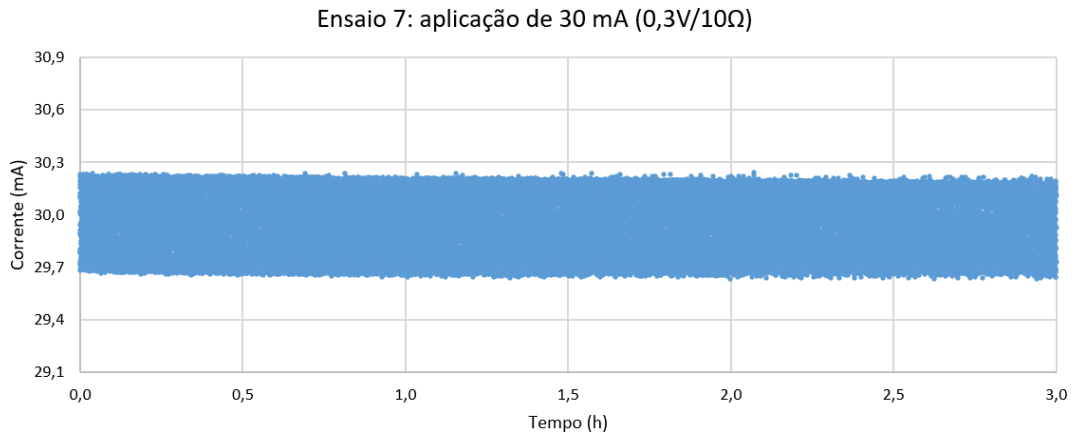


Figura 41 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 30,0 mA entre o ET e o CE.

O ensaio 8 foi realizado com a aplicação de 50,0 mA de corrente entre o ET e o CE durante um período total de 3 horas e intervalo de amostragem de 0,25 segundos. Os resultados obtidos são apresentados no gráfico da Fig. 42, onde em azul são mostrados os valores de corrente medidos com o multímetro Agilent 34410A ao longo do tempo.

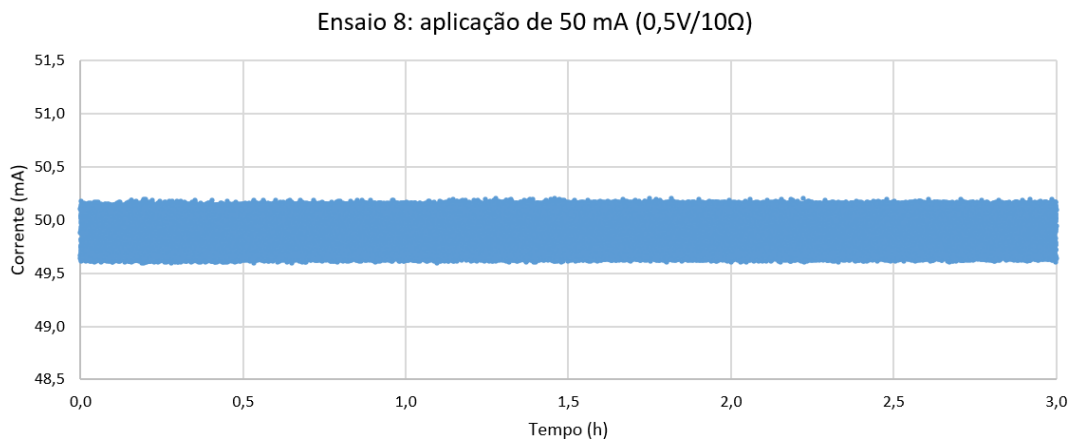


Figura 42 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 50,0 mA entre o ET e o CE.

O ensaio 9 foi realizado com a aplicação de 75,0 mA de corrente entre o ET e o CE durante um período total de 3 horas e intervalo de amostragem de 0,25 segundos. Os

resultados obtidos são apresentados no gráfico da Fig. 43, onde em azul são mostrados os valores de corrente medidos com o multímetro Agilent 34410A ao longo do tempo.

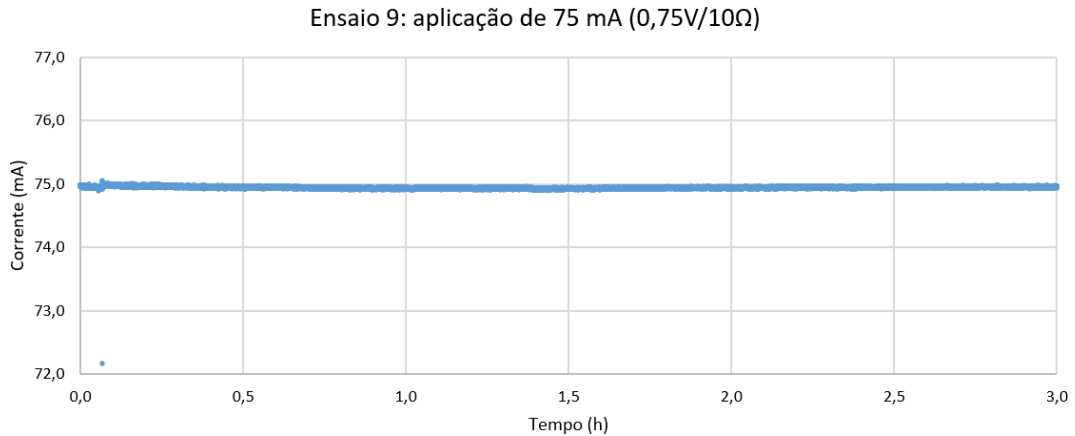


Figura 43 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 75,0 mA entre o ET e o CE.

O ensaio 10 foi realizado com a aplicação de 150 mA de corrente entre o ET e o CE durante um período total de 3 horas e intervalo de amostragem de 0,25 segundos. Os resultados obtidos são apresentados no gráfico da Fig. 44, onde em azul são mostrados os valores de corrente medidos com o multímetro Agilent 34410A ao longo do tempo.

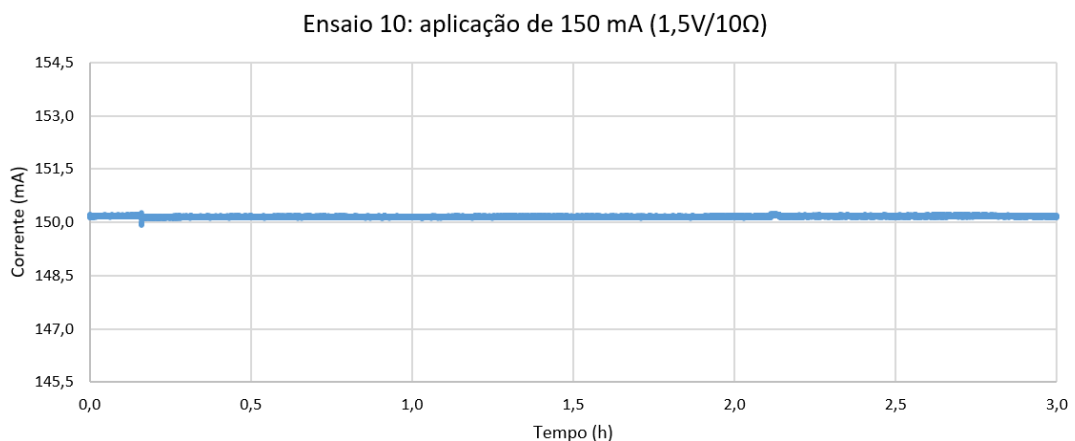


Figura 44 – Gráfico da corrente aplicada pelo galvanostato em função do tempo. Ensaio configurado para a aplicação de 150 mA entre o ET e o CE.

Os ensaios de curta duração, do 3 ao 10, apresentaram informações importantes acerca da corrente aplicada pelo galvanostato. Para alguns dos gráficos obtidos, houve um pequeno deslocamento da corrente em relação ao valor desejado, como pode ser visto na Fig. 39

(ensaio 5) e Fig. 40 (ensaio 6), o que já era esperado nos ensaios, tendo em vista que o limite de variação permitido pelo galvanostato, sem que haja a atuação do microcontrolador, é de $\pm 0,2\%$ da corrente desejada.

Os resultados do ensaio 7 (Fig. 41) mostraram variações maiores quando comparado este ao ensaio 6 (Fig. 40), apesar de ter sido configurado o mesmo valor de corrente entre os eletrodos. Variações de magnitude semelhante também foram constatadas no ensaio 4 (Fig. 38) e no ensaio 8 (Fig. 42). Tais oscilações podem ter relação com a baixa resolução do conversor A/D de 10-bits, de modo que tensões mais baixas estão sujeitas a maiores erros relativos durante a conversão do sinal analógico para digital. Por conta disso, o microcontrolador realiza a média aritmética de 125 valores de tensão obtidos com o conversor A/D. Porém, é possível que este valor médio ainda esteja saindo dos limites aceitáveis de variação de $\pm 0,2\%$, o que leva o microcontrolador a atuar constantemente para corrigir a corrente aplicada pelo galvanostato.

4.3.3. Resultados gerais

A Tab. 8 a seguir apresenta as médias e desvios padrões dos valores de corrente medidos durante os ensaios, onde pode ser visto que a corrente aplicada pelo galvanostato se manteve, na média, muito próxima ao valor desejado e que os ensaios com dispersões maiores em torno da média foram os que realizaram a aplicação de corrente a partir de valores mais baixos da faixa de tensão do galvanostato – ensaios 4, 7 e 8.

Tabela 8 – Resultados obtidos para a média e desvio padrão dos valores de corrente aplicados entre o ET e o CE pelo galvanostato.

Ensaio N°	Duração do ensaio (h)	Corrente desejada (mA)	Média (mA)	Desvio padrão (mA)	2 x Desvio padrão (mA)	2 x Desvio padrão (%) ⁴
1	334	10,0000	10,0090	0,0056	0,0112	0,11
2	190	300,0000	300,1077	0,0704	0,1408	0,05
3	3	1,0000	1,0004	0,0006	0,0012	0,12
4	3	5,0000	5,0060	0,0174	0,0348	0,70
5	3	20,0000	20,0508	0,0054	0,0108	0,05
6	3	30,0000	30,0434	0,0266	0,0532	0,18
7	3	30,0000	29,9373	0,1809	0,3618	1,21
8	3	50,0000	49,8917	0,1764	0,3528	0,71
9	3	75,0000	74,9435	0,0196	0,0392	0,05
10	3	150,0000	150,1639	0,0165	0,0330	0,02

⁴ Percentual em relação à média dos valores de corrente medidos para o respectivo ensaio.

Durante a realização dos ensaios 1 ao 10, constatou-se a ocorrência da eletrólise da água via bolhas formadas na superfície dos eletrodos, aumentando o surgimento delas à medida que a corrente entre os eletrodos fosse aumentada.

Para verificar se as correntes aplicadas pelo galvanostato estariam suscetíveis a ruídos, foram feitas as leituras de três sinais de tensão de 0,3 V, de 1 V e de 2 V, gerados pelo galvanostato para o controle de corrente. Foi utilizado na leitura dos sinais de tensão um osciloscópio Tektronix, modelo TPS2012, com largura de banda de 100 MHz e taxa de amostragem de 1 GS/s, cujo certificado de calibração encontra-se no Anexo II. Os resultados obtidos mostraram a presença de ruídos de alta frequência no sinal, com aproximadamente 200 kHz e amplitude de 40 mV pico a pico. Conforme mencionado na NBR 5410, “uma tensão contínua ‘sem ondulação’ é convencionalmente definida como apresentando uma taxa de ondulação não superior a 10% em valor eficaz” (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2004, p. 46). Sendo assim, observou-se que, para os valores de tensão de 0,30 V a 0,40 V, a presença de ruídos com amplitudes de 40 mV pico a pico representaram oscilações superiores a 10% do sinal de tensão, ou seja, acima do convencionado pela NBR 5410. Entretanto, para as demais faixas de tensão, entre 0,40 V e 3,00 V, os níveis de ruído não ultrapassaram os 10%. A alteração das resistências na chave seletora não ocasionou diferenças significativas no sinal de ruído, por isso não foram especificados os seus valores.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

Neste trabalho foi projetado, fabricado e testado um galvanostato de baixo custo para a aplicação de corrente constante, visando à hidrogenação de materiais para ensaios de susceptibilidade à fragilização por hidrogênio. O controle da corrente aplicada entre o contraeletrodo e o eletrodo de trabalho foi feito a partir de um sinal de tensão gerado por um microcontrolador com a técnica PWM (*Pulse Width Modulation*). Através de um módulo com visor LCD, o usuário pode configurar a corrente desejada, de 1 mA a 300 mA, e acompanhar o andamento dos ensaios.

De modo geral, os resultados obtidos com os ensaios de longa e de curta duração demonstraram o controle adequado da corrente aplicada pelo galvanostato. Também se constatou em todos os ensaios a ocorrência da eletrólise da água via bolhas formadas na superfície dos eletrodos, aumentando o surgimento delas à medida que a corrente fosse maior entre os eletrodos, submersos em uma solução de 3,5% NaCl em massa.

Por fim, o custo material estimado para a fabricação do galvanostato foi de aproximadamente R\$ 300,00, valor bem inferior ao praticado no mercado, que é da ordem de dezenas de milhares de dólares. Os preços maiores desses galvanostatos/potenciostatos se justificam pela elevada precisão dos resultados e também pelo grande número de funcionalidades que possuem. Entretanto, em aplicações que não necessitam de aparelhos tão sofisticados, o custo alto para a sua aquisição pode atrasar e dificultar o desenvolvimento dos projetos. Portanto, um galvanostato de baixo custo, de fácil e rápida confecção, como o que foi desenvolvido neste trabalho, atende a tais aplicações como, por exemplo, as que visam o carregamento de hidrogênio em amostras para ensaios de avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio.

CAPÍTULO VI

TRABALHOS FUTUROS

Como trabalhos futuros para este Projeto de Fim Curso, propõe-se:

1º) para redução da interferência de ruídos sobre o sinal de corrente aplicado pelo galvanostato:

- substituir a caixa patola por um gabinete metálico, visando melhorar a blindagem eletromagnética dos componentes e circuitos do galvanostato;
- reduzir internamente a quantidade de cabos elétricos do galvanostato a partir da confecção de uma única placa de circuito impresso, podendo-se utilizar componentes SMD para a redução do tamanho das PCIs;
- utilizar cabos elétricos blindados;
- alimentar o galvanostato com baterias para que se elimine os ruídos oriundos da rede de alimentação;
- utilizar acopladores ópticos para isolar os circuitos do galvanostato do meio externo.

2º) para melhorar a variação de corrente verificada nos ensaios 5, 7 e 8:

- utilizar um conversor A/D com resolução superior a 10 bits.

3º) como melhorias adicionais:

- implementar interface gráfica para que os resultados obtidos possam ser plotados em tempo real;
- desenvolver um sistema de aquisição de dados que permita armazenar os valores de corrente medidos durante os ensaios.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGILENT TECHNOLOGIES. **Multímetros Digitais de 6 ½ dígitos Agilent 34410A e 34411A**: Guia do Usuário. 2012. Disponível em: <<https://www.keysight.com/br/pt/assets/9018-05586/user-manuals/9018-05586.pdf>>. Acessado em: 19 mar. 2021.

ALEXANDER, C. K.; SADIKU, M. N. O. **Fundamentos de Circuitos Elétricos**. 5 ed. Porto Alegre: AMGH, 2013.

ALVISI, P.P. **Nota sobre a seleção do aço para o serviço com H₂S**. Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração, v. 6, n. 4, p. 192 – 200, 2010. Disponível em: <<https://tecnologiammm.com.br/article/10.4322/tmm.00604002/pdf/tmm-6-4-192.pdf>>. Acessado em: 08 mar. 2021.

AMOTEC DISPLAY. **Specifications of LCD Module: ADM1602K**. 2008. Disponível em: <<http://amotec-display.com/product-13778-17057-47431.html>>. Acessado em: 12 abr. 2021.

ARAÚJO, B. A. **Avaliação do Nível de Tensão Residual e Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio em Juntas Soldadas de Aços API 5L X80 Utilizados para Transporte de Petróleo e Gás**. 2013. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande. Disponível em: <<http://dspace.sti.ufcg.edu.br:8080/jspui/bitstream/riufcg/7180/1/BRUNO%20ALLISON%20ARA%c3%9aJO%20-%20TESE%20PPG-CEMat%202013.pdf>>. Acessado em: 11 mar. 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5410: Instalações Elétricas de Baixa Tensão**. Rio de Janeiro, 2004

ASTM F1624-12. **Standard Test Method for Measurement of Hydrogen Embrittlement Threshold in Steel by the Incremental Step Loading Technique**. American Society of Testing and Materials. West Conshohocken, PA, 2018.

ASTM F1459-06. **Standard Test Method for Determination of the Susceptibility of Metallic Materials to Hydrogen Gas Embrittlement (HGE)**. American Society of Testing and Materials. West Conshohocken, PA, 2017.

BARD, A. J.; FAULKNER, L. R. **Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications**. 2 ed. Wiley, 2000.

DEL-POZO, A.; VILLALOBOS, J. C.; SERNA, S. A general overview of hydrogen embrittlement. *In*: BASILE, A.; GALLUCCI, F. **Current Trends and Future Developments on (Bio-) Membranes: Recent Advances in Metallic Membranes**. 1 ed. Elsevier, 2020. p. 139 – 168.

DIETZEL, W.; ATRENS, A.; BARNOUSH, A. Mechanics of modern test methods and quantitative-accelerated testing for hydrogen embrittlement. *In*: GANGLOFF, R. P.; SOMERDAY, B. P. **Gaseous Hydrogen Embrittlement of Materials in Energy Technologies: The Problem, its Characterisation and Effects on Particular Alloy Classes**. 1 ed. Woodhead Publishing, 2012. p. 237 – 273. v. 2.

GENTIL, V. **Corrosão**. 3 ed. Rio de Janeiro: LTC, 1996.

GRUBER, J.; PARDINI, V. L.; VIERTLER, H. **Construção de um Potenciostato/Galvanostato de Baixo Custo para Eletrossíntese**. São Paulo: Química Nova, 1991. p. 83 – 85. Disponível em: <http://static.sites.s bq.org.br/quimicanova.s bq.org.br/pdf/Vol15No1_83_v15_n1_%2812%29.pdf>. Acessado em: 22 mar. 2021.

IBRAHIM, D. **SD Card Projects Using the PIC Microcontroller**. 1 ed. Newnes, 2010.

LYNCH, S. P. Hydrogen embrittlement (HE) phenomena and mechanisms. *In*: RAJA, V. S.; SHOJI, T. **Stress Corrosion Cracking: Theory and Practice**. 1 ed. Woodhead Publishing, 2011. p. 90 – 130.

MALVINO, A.; BATES, D. **Eletrônica**. 8 ed. Porto Alegre: AMGH, 2016. v. 2.

MARTINIANO, G. A. **Desenvolvimento de um Equipamento para Avaliação da Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio**. 2016. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia, 2016. Disponível em: <<http://repositorio.ufu.br/bitstream/123456789/19794/1/DesenvolvimentoEquipamentoAvaliacao.pdf>>. Acessado em: 11 mar. 2021.

MELONI, G. N. Building a Microcontroller Based Potentiostat: A Inexpensive and Versatile Platform for Teaching Electrochemistry and Instrumentation. **Journal of Chemical Education**. São Paulo, 2016. p. 1320 – 1322. Disponível em: <<https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acs.jchemed.5b00961>>. Acessado em: 23 mar. 2021.

MICROCHIP. **Datasheet Atmega328P**. 2020. Disponível em: <https://br.mouser.com/datasheet/2/268/ATmega48A_PA_88A_PA_168A_PA_328_P_DS_DS40002061B-1900559.pdf>. Acessado em: 02 abr. 2021.

MIRANDA, P. E. V.; RODRIGUES, J. A. **Gases em Metais e Ligas: Fundamentos e Aplicações na Engenharia**. Rio de Janeiro: Didática e Científica Ltda, 1994.

MURAKAMI, Y. **Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions**. 2 ed. Academic Press, 2019.

OLIVEIRA, S.P.; MIRANDA, P. E. V. Concentração Crítica de Hidrogênio para a Fragilização pelo Hidrogênio em Aços. **Revista Matéria**. Rio de Janeiro, 2008. Disponível em: <<http://www.materia.coppe.ufrj.br/sarra/artigos/artigo10111/>>. Acessado em: 12 mar. 2021.

ROSADO, D. B. **Comparação do Efeito da Fragilização por Hidrogênio em Aços com Resistência à Tração acima de 1000 MPa**. 2011. 76 p. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre - RS. Disponível em: <<https://www.lume.ufrgs.br/handle/10183/37374>>. Acessado em: 12 mar. 2021.

SANTOS, V. B. **Desenvolvimento de um Potenciostato/Galvanostato Portátil e Eletrodos Impressos para Determinações *In Situ* em Análises em Fluxo com Transmissão de Dados em Tempo Real**. Tese de Doutorado, Universidade Federal de São Carlos. São Carlos, 2013. 193 p. Disponível em <<https://repositorio.ufscar.br/bitstream/handle/ufscar/6273/5296.pdf?sequence=1&isAllowed=y>>. Acessado em: 23 mar. 2021.

SCHWENK, W. Fundamentals and Concepts of Corrosion and Electrochemical Corrosion Protection. *In*: BAECKMANN, W.; SCHWENK, W.; PRINZ, W. **Handbook of Cathodic Corrosion Protection: Theory and Practice of Electrochemical Protection Processes**. 3 ed. Elsevier, 1997. p. 27 – 78.

SILVA, A. G. S. G.; PONTE, H. A.; PASHCHUCK, A. **Estudo da Influência do Hidrogênio Permeado nas Propriedades Eletroquímicas do Nb/Nb₂O₅ para o Desenvolvimento de um Sensor**. *In*: PDPETRO, 4, 2007, Campinas - SP. Artigos e Resumos. 10 p. Disponível em: <http://www.portalabpg.org.br/PDPetro/4/resumos/4PDPETRO_4_2_0185-1.pdf>. Acessado em: 10 mar. 2021.

STMICROELECTRONICS. **Datasheet BUL312FP:** High Voltage Fast-Switching NPN Power Transistor. 2004. Disponível em: <<https://www.st.com/resource/en/datasheet/bul312fp.pdf>>. Acessado em: 23 abr. 2021.

STMICROELECTRONICS. **Datasheet L78:** Positive Voltage Regulator ICs. 2018. Disponível em: <<https://www.st.com/resource/en/datasheet/l78.pdf>>. Acessado em: 23 abr. 2021.

STMICROELECTRONICS. **Datasheet L79:** Negative Voltage Regulators. 2019. Disponível em: <<https://www.st.com/resource/en/datasheet/l79.pdf>>. Acessado em: 23 abr. 2021.

STMICROELECTRONICS. **Datasheet UA741:** General-Purpose Single Operational Amplifier. 2013. Disponível em: <<https://www.st.com/resource/en/datasheet/ua741.pdf>>. Acessado em: 23 abr. 2021.

VIANNA, C. S. **Comportamento Mecânico do Aço API 5L X-60 com e sem Hidrogênio.** 2005. 98 p. Tese de Mestrado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro.

VITORINO, M. A. **Eletrônica de Potência:** Fundamentos, Conceitos e Aplicações. 1 ed. Curitiba: Appris, 2019. 668 p.

APÊNDICE A – Programa desenvolvido para o microcontrolador

```

#include <Arduino.h>
#include <LiquidCrystal.h>
#include <EEPROM.h>
#include <util/delay.h>

#define ADD 13 // Pino que recebe sinal do botão soma
#define SUB 12 // Pino que recebe sinal do botão subtração
#define PLAY 11 // Pino que recebe o sinal do botão play
#define PWMpin 9 // Pino de saída para o sinal PWM

LiquidCrystal lcd(2, 3, 4, 5, 6, 7);

void PWM_init(void); // Declarando a função PWM_init
void ADC_init(void); // Declarando a função ADC_init

int PWMvalue = 0; // Variável a ser incrementada para alterar o PWM
int TOPvalue = 15999; // Valor de TOP (máximo) para o PWM a ser informado ao registrador ICR1
int Vvalue = 300; // Tensão em mV, ou seja, Vvalue é inicializada com valor de 300 mV
int Vmax = 3000; // Tensão máxima de 3000 mV
int increasePWM = 0; // Variável que recebe valor lógico alto (1) ou baixo (0) do pino 13 (ADD)
int decreasePWM = 0; // Variável que recebe valor lógico alto (1) ou baixo (0) do pino 12 (SUB)
int play = 0; // Variável que recebe valor lógico alto (1) ou baixo (0) do pino 11 (PLAY)
int i = 0;
int counter = 0; // Variável utilizada para o cálculo da média de tensão
int constant = 10; // Constante para o incremento e decremento da tensão desejada
int screen = 0; // Variável utilizada para selecionar as telas 1, 2 ou 3 no while
int Vref = 5000; // Tensão de referência de 5000 mV para a alimentação do arduino

float sum = 0.0;
float sum1000 = 0.0; // Variável a receber o valor da soma de 1000 leituras de tensão
float mean1000 = 0.0; // Variável a receber o valor da média de 1000 leituras de tensão
float result = 0.0; // Variável a receber o valor da média de 125 leituras de tensão
float K3000; // Constante de calibração para 3000 mV
float K2000; // Constante de calibração para 2000 mV
float K1000; // Constante de calibração para 1000 mV
float K300; // Constante de calibração para 300 mV
float K; // Variável que recebe o valor da constante de calibração
float voltageA0 [125]; // Vetor de 125 posições que recebe os valores da leitura de tensão
float V = 0.30; // Variável a receber o valor de tensão desejado (recebe em mV e informa em Volts)

int voltageA0_size = sizeof(voltageA0)/sizeof(float); // Retorna o tamanho do vetor voltageA0

// Variáveis e vetores para aumentar a velocidade de seleção da tensão desejada
boolean buttonSUM = false;
boolean buttonSUB = false;
boolean Vi [10] = {false, false, false, false, false, false, false, false, false, false};
boolean Vd [10] = {false, false, false, false, false, false, false, false, false, false};

const unsigned char PSPWM_1 = (1 << CS10); // constante para configuração do prescaler (N=1)
const unsigned char PSPWM_8 = (1 << CS11); // constante para configuração do prescaler (N=8)

int main(void)
{
    lcd.begin(16, 2);
    lcd.clear();

```

```

pinMode(PWMPin, OUTPUT); // declara a porta 9 como de saída
pinMode(ADD, INPUT_PULLUP); // declara a porta 13 como de entrada com resistor Pull-up
pinMode(SUB, INPUT_PULLUP); // declara a porta 12 como de entrada com resistor Pull-up
pinMode(PLAY, INPUT_PULLUP); // declara a porta 11 como de entrada com resistor Pull-up

analogReference(EXTERNAL); // configura a tensão de referência do ADC para aquela aplicada ao pino AREF

ADC_init(); // Chamando a função ADC_init
PWM_init(); // Chamando a função PWM_init

while (1)
{
  switch (screen)
  {
    case 0:

      lcd.setCursor(0, 0);
      lcd.print("Tensao desejada:");
      lcd.setCursor(5, 1);
      lcd.print(V);
      lcd.setCursor(9, 1);
      lcd.print(" V ");
      increasePWM = digitalRead(ADD); //Lê sinal do botão de incremento de tensão
      decreasePWM = digitalRead(SUB); //Lê sinal do botão de decremento de tensão
      play = digitalRead(PLAY); //Lê sinal do botão play

      if (play == 0) //Inverte a lógica com o resistor pullup.
      //Se o botão play foi pressionado, faça:
      {
        screen = 1;
        lcd.clear();
      }

      else if (decreasePWM == 0 && increasePWM == 0) //Inverte a lógica com o resistor pullup.
      //Se ambos os botões de incremento e decremento de tensão foram pressionados, faça:
      {
        i = 0;
        PWMvalue = 960; //(0,3/5)*16000
        OCR1A = PWMvalue;
        lcd.clear();
        lcd.setCursor(0, 0);
        lcd.print("Calibracao 0,3 V");
        lcd.setCursor(0, 1);
        lcd.print(" ... ");
        screen = 3;
        Vvalue = 300;
        constant = 1;
        i = 0;
      }

      if (decreasePWM == 1 && increasePWM == 0) // Inverte a lógica com o resistor pullup.
      //Se o botão de incremento de tensão for pressionado, faça:
      {
        buttonSUM = true;
        buttonSUB = false;

        if (Vvalue >= Vmax)
        {
          Vvalue = 300;
        }
      }
    }
  }
}

```

```

else
{
  if (Vvalue + constant <= Vmax)
  {
    Vvalue = Vvalue + constant;
  }
  else if (Vvalue + constant > Vmax)
  {
    Vvalue = Vmax;
  }
}
V = Vvalue/1000.0;
}

else if (decreasePWM == 0 && increasePWM == 1) //Inverte a lógica com o resistor pullup.
//Se o botão de decremento de tensão for pressionado, faça:
{
  buttonSUM = false;
  buttonSUB = true;

  if (Vvalue <= 300)
  {
    Vvalue = Vmax;
  }

  else
  {
    if (Vvalue - constant >= 0)
    {
      Vvalue = Vvalue - constant;
    }
    else if (Vvalue - constant < 0)
    {
      Vvalue = 300;
    }
  }
  V = Vvalue/1000.0;
}

else if (decreasePWM == 1 && increasePWM == 1) //Inverte a lógica com o resistor pullup.
//Se nenhum dos 2 botões forem pressionados, faça:
{
  buttonSUM = false;
  buttonSUB = false;
  constant = 10;
}

if (i <= 9) // Para modificar a velocidade com que a tensão desejada é incrementada ou decrementada
{
  Vi[i] = buttonSUM;
  Vd[i] = buttonSUB;
  i++;

  if (Vi[0] && Vi[1] && Vi[2] && Vi[3] && Vi[4] && Vi[5] && Vi[6] && Vi[7] && Vi[8] && Vi[9] ==
true
  || Vd[0] && Vd[1] && Vd[2] && Vd[3] && Vd[4] && Vd[5] && Vd[6] && Vd[7] && Vd[8] &&
Vd[9] == true)
  {
    for (int j = 0; j < 10; j++)

```

```

    {
        Vi[j] = false;
        Vd[j] = false;
    }

    if (constant < 100)
    {
        constant = constant + 10;
    }

    else if (constant == 100)
    {
        constant = 100;
    }
}

if (i == 10)
{
    i = 0;
}
_delay_ms(130);

break;

case 1:

    PWMvalue = (1.0*Vvalue*TOPvalue)/Vref; // Cálculo do valor a ser informado ao OCR1A
    OCR1A = PWMvalue;
    i = 0;

    // Etapa para o cálculo de K conforme a tensão desejada e as constantes de calibração
    if (V < 1.00)
    {
        K = (EEPROM.get(4, K1000)*(V - 0.30) + EEPROM.get(0, K300)*(-V + 1.00))/0.7;
    }

    else if (V >= 1.00 && V < 2.00)
    {
        K = (EEPROM.get(8, K2000)*(V - 1.00) + EEPROM.get(4, K1000)*(-V + 2.00));
    }

    else if (V >= 2.00 && V <= 3.00)
    {
        K = (EEPROM.get(12, K3000)*(V - 2.00) + EEPROM.get(8, K2000)*(-V + 3.00));
    }

    screen = 2;

    break;

case 2:

    if (i < voltageA0_size) //Leitura de 125 valores de tensão e correção com a constante K de calibração
    {
        voltageA0[i] = K + analogRead(A0)*0.0032226; //(3.3/1024);

        i++;
    }

```

```

else
{
  i = 0;
  sum = 0.0;

  for (int j = 0; j < voltageA0_size; j++)
  {
    sum = sum+voltageA0[j]; //Soma todos os 125 valores de tensão no vetor voltageA0
  }

  sum1000 = sum1000 + sum;
  result = sum/(1.0*voltageA0_size); //Calcula a média dos 125 valores de tensão lidos

  if (result > V*1.002) //Se a média dos 125 valores de tensão for maior que 0,2% de V, faça:
  {

    PWMvalue = PWMvalue - 1;
    OCR1A = PWMvalue--;
  }

  else if (result < V*0.998) //Se a média dos 125 valores de tensão for menor que 0,2% de V, faça:
  {
    PWMvalue = PWMvalue + 1;
    OCR1A = PWMvalue++;
  }

  if (counter == 8)
  {
    mean1000 = sum1000/(8.0*voltageA0_size); // Cálculo da média de 1000 valores de tensão
    lcd.setCursor(0, 0);
    lcd.print("Voltage ");
    lcd.print(mean1000,3);
    lcd.setCursor(15, 0);
    lcd.print("V");
    sum1000 = 0.0;
    mean1000 = 0.0;
    counter = 0;
  }
  counter++;
}

break;

case 3:

  increasePWM = digitalRead(ADD); // Lê o pino ligado ao botão de incremento de tensão
  decreasePWM = digitalRead(SUB); // Lê o pino ligado ao botão de decremento de tensão
  play = digitalRead(PLAY); // Lê o pino ligado ao botão de play

  _delay_ms(50);

  switch (Vvalue)
  {

    case 300: //Calibração 300 mV

      _delay_ms(100);

      if (play == 0) // Se o botão play foi pressionado, faça:
      {

```



```

for (int u=0; u<5; u++)
{
  lcd.setCursor(0, 1);
  lcd.print("Aguarde... (");
  lcd.print(u++);
  lcd.print(" s)");
  _delay_ms(1500);
}

for (int k=0; k<voltageA0_size; k++)
{
  voltageA0[k] = analogRead(A0)*3.3/(1024.0);
}

for (int j=0; j<voltageA0_size; j++)
{
  sum = sum + voltageA0[j];
}

result = (sum*1.0)/(1.0*voltageA0_size);
K300 = (0.3 - result);

EEPROM.put(0, K300); //Salva a constante de calibração K300 na memória EEPROM

lcd.setCursor(0, 1);
lcd.print("K300: ");
lcd.print(EEPROM.get(0, K300),5);
_delay_ms(5000);

sum = 0.0;

lcd.setCursor(0, 1);
lcd.print("  ok  ");

_delay_ms(1000);

lcd.clear();
lcd.setCursor(0, 0);
lcd.print("Calibracao 1,0 V");
lcd.setCursor(0, 1);
lcd.print("  ...  ");
Vvalue = 1000;
PWMvalue = 3200;
OCR1A = PWMvalue;
}

if (decreasePWM == 1 && increasePWM == 0) // Se apenas o botão de incremento de tensão foi
pressionado, faça:
{
  buttonSUM = true;
  buttonSUB = false;
  PWMvalue = PWMvalue + constant;
  OCR1A = PWMvalue;
  constant++;
}

else if (decreasePWM == 0 && increasePWM == 1) // Se apenas o botão de decremento de tensão foi
pressionado, faça:
{
  buttonSUM = false;

```

```

    buttonSUB = true;
    PWMvalue = PWMvalue - constant;
    OCR1A = PWMvalue;
    constant++;
}

else if (decreasePWM == 1 && increasePWM == 1) // Se nenhum botão foi pressionado, faça:
{
    // Apenas modifica as variáveis relacionadas à velocidade de seleção da tensão desejada, retornando à
menor velocidade.
    buttonSUM = false;
    buttonSUB = false;
    constant = 1;
}

else if (decreasePWM == 0 && increasePWM == 0) // Se ambos os botões de incremento e decremento de
tensão foram pressionados, faça:
{
    buttonSUM = false;
    buttonSUB = false;
    Vvalue = 300;
    screen = 0;
    OCR1A = 0;
    constant = 10;
    i = 0;
}

if (constant > 100)
{
    constant = 100;
}

break;

case 1000: //Calibração 1V

    _delay_ms(100);

    if (play == 0)
    {

        for (int u=0; u<5; u++)
        {
            lcd.setCursor(0, 1);
            lcd.print("Aguarde... (");
            lcd.print(u++);
            lcd.print(" s)");
            _delay_ms(1500);
        }

        for (int k=0; k<voltageA0_size; k++)
        {
            voltageA0[k] = analogRead(A0)*3.3/(1024.0);
        }

        for (int j=0; j<voltageA0_size; j++)
        {
            sum = sum + voltageA0[j];
        }
    }

```

```

result = (sum*1.0)/(1.0*voltageA0_size);
K1000 = (1.0 - result);
EEPROM.put(4, K1000);

lcd.setCursor(0, 1);
lcd.print("K1000: ");
lcd.print(EEPROM.get(4, K1000),5);
_delay_ms(5000);

sum = 0.0;

lcd.setCursor(0, 1);
lcd.print("  ok  ");

_delay_ms(1000);

lcd.clear();
lcd.setCursor(0, 0);
lcd.print("Calibracao 2,0 V");
lcd.setCursor(0, 1);
lcd.print("  ...  ");
Vvalue = 2000;
PWMvalue = 6400;
OCR1A = PWMvalue;
}

if (decreasePWM == 1 && increasePWM == 0)
{
  buttonSUM = true;
  buttonSUB = false;
  PWMvalue = PWMvalue + constant;
  OCR1A = PWMvalue;
  constant++;
}

else if (decreasePWM == 0 && increasePWM == 1)
{
  buttonSUM = false;
  buttonSUB = true;
  PWMvalue = PWMvalue - constant;
  OCR1A = PWMvalue;
  constant++;
}

else if (decreasePWM == 1 && increasePWM == 1)
{
  buttonSUM = false;
  buttonSUB = false;
  constant = 1;
}

else if (decreasePWM == 0 && increasePWM == 0)
{
  buttonSUM = false;
  buttonSUB = false;
  Vvalue = 300;
  screen = 0;
  OCR1A = 0;
  constant = 10;
  i = 0;
}

```

```

}

if (constant > 100)
{
  constant = 100;
}

break;

case 2000: //Calibração 2V

  _delay_ms(100);

  if (play == 0)
  {

    for (int u=0; u<5; u++)
    {
      lcd.setCursor(0, 1);
      lcd.print("Aguarde... (");
      lcd.print(u++);
      lcd.print(" s)");
      _delay_ms(1500);
    }

    for (int k=0; k<voltageA0_size; k++)
    {
      voltageA0[k] = analogRead(A0)*3.3/(1024.0);
    }

    for (int j=0; j<voltageA0_size; j++)
    {
      sum = sum + voltageA0[j];
    }

    result = (sum*1.0)/(1.0*voltageA0_size);
    K2000 = (2.0 - result);
    EEPROM.put(8, K2000);

    lcd.setCursor(0, 1);
    lcd.print("K2000: ");
    lcd.print(EEPROM.get(8, K2000),5);
    _delay_ms(5000);

    sum = 0.0;

    lcd.setCursor(0, 1);
    lcd.print("  ok  ");

    _delay_ms(1000);

    lcd.clear();
    lcd.setCursor(0, 0);
    lcd.print("Calibracao 3,0 V");
    lcd.setCursor(0, 1);
    lcd.print("  ...  ");
    Vvalue = 3000;
    PWMvalue = 9600;
    OCR1A = PWMvalue;
  }

```

```

if (decreasePWM == 1 && increasePWM == 0)
{
  buttonSUM = true;
  buttonSUB = false;
  PWMvalue = PWMvalue + constant;
  OCR1A = PWMvalue;
  constant++;
}

else if (decreasePWM == 0 && increasePWM == 1)
{
  buttonSUM = false;
  buttonSUB = true;
  PWMvalue = PWMvalue - constant;
  OCR1A = PWMvalue;
  constant++;
}

else if (decreasePWM == 1 && increasePWM == 1)
{
  buttonSUM = false;
  buttonSUB = false;
  constant = 1;
}

else if (decreasePWM == 0 && increasePWM == 0)
{
  buttonSUM = false;
  buttonSUB = false;
  Vvalue = 300;
  screen = 0;
  OCR1A = 0;
  constant = 10;
  i = 0;
}

if (constant > 100)
{
  constant = 100;
}

break;

case 3000: //Calibração 3V

  _delay_ms(100);

  if (play == 0)
  {
    for (int u=0; u<5; u++)
    {
      lcd.setCursor(0, 1);
      lcd.print("Aguarde... (");
      lcd.print(u++);
      lcd.print(" s)");
      _delay_ms(1500);
    }

    for (int k=0; k<voltageA0_size; k++)

```

```

{
    voltageA0[k] = analogRead(A0)*3.3/(1024.0);
}

for (int j=0; j<voltageA0_size; j++)
{
    sum = sum + voltageA0[j];
}

result = sum/(1.0*voltageA0_size);
K3000 = (3.0 - result);
EEPROM.put(12, K3000);
lcd.setCursor(0, 1);
lcd.print("K3000: ");
lcd.print(EEPROM.get(12, K3000),5);

    _delay_ms(5000);
    sum = 0.0;
    lcd.setCursor(0, 1);
    lcd.print("    ok    ");
    _delay_ms(1000);

    lcd.clear();
    Vvalue = 300;
    screen = 0;
    PWMvalue = 0;
    OCR1A = PWMvalue;
}

if (decreasePWM == 1 && increasePWM == 0)
{
    buttonSUM = true;
    buttonSUB = false;
    PWMvalue = PWMvalue + constant;
    OCR1A = PWMvalue;
    constant++;
}

else if (decreasePWM == 0 && increasePWM == 1)
{
    buttonSUM = false;
    buttonSUB = true;
    PWMvalue = PWMvalue - constant;
    OCR1A = PWMvalue;
    constant++;
}

else if (decreasePWM == 1 && increasePWM == 1)
{
    buttonSUM = false;
    buttonSUB = false;
    constant = 1;
}

else if (decreasePWM == 0 && increasePWM == 0)
{
    buttonSUM = false;
    buttonSUB = false;
    Vvalue = 300;
    screen = 0;
}

```

```

    OCR1A = 0;
    constant = 10;
    i = 0;
}

if (constant > 100)
{
    constant = 100;
}

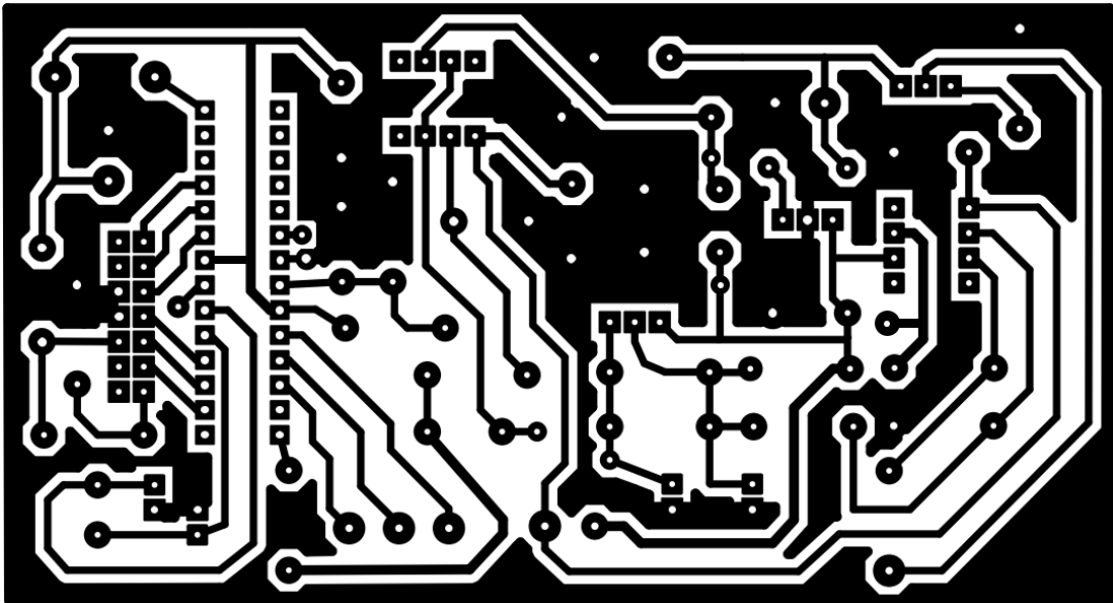
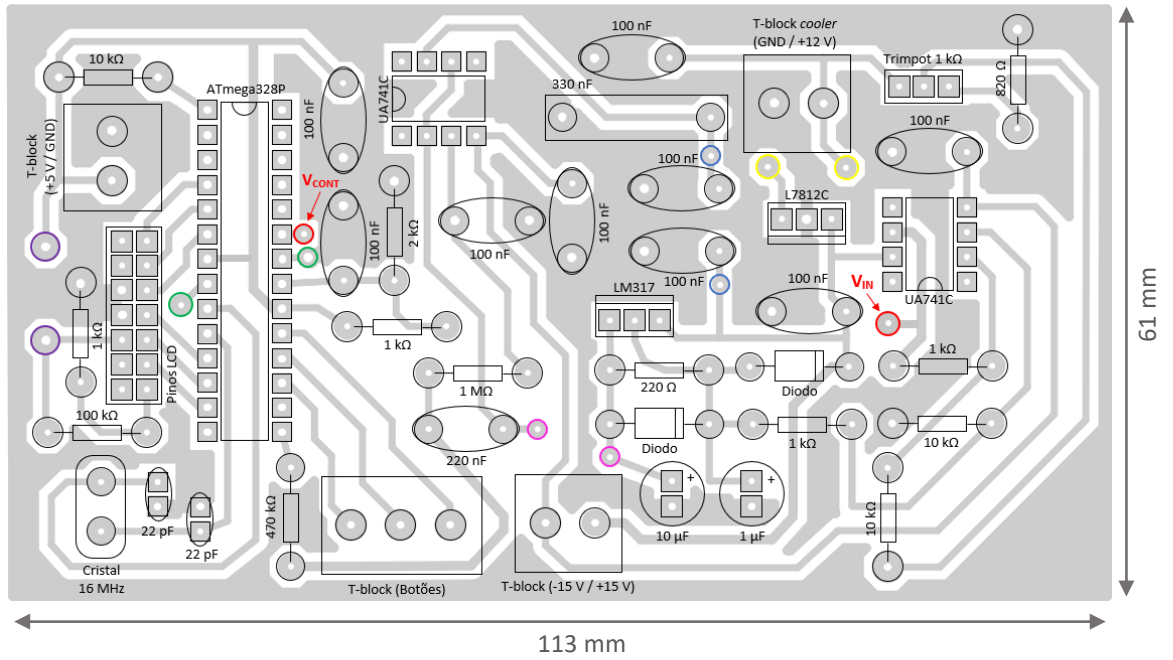
break;
}
break;
}
}
return (0);
}

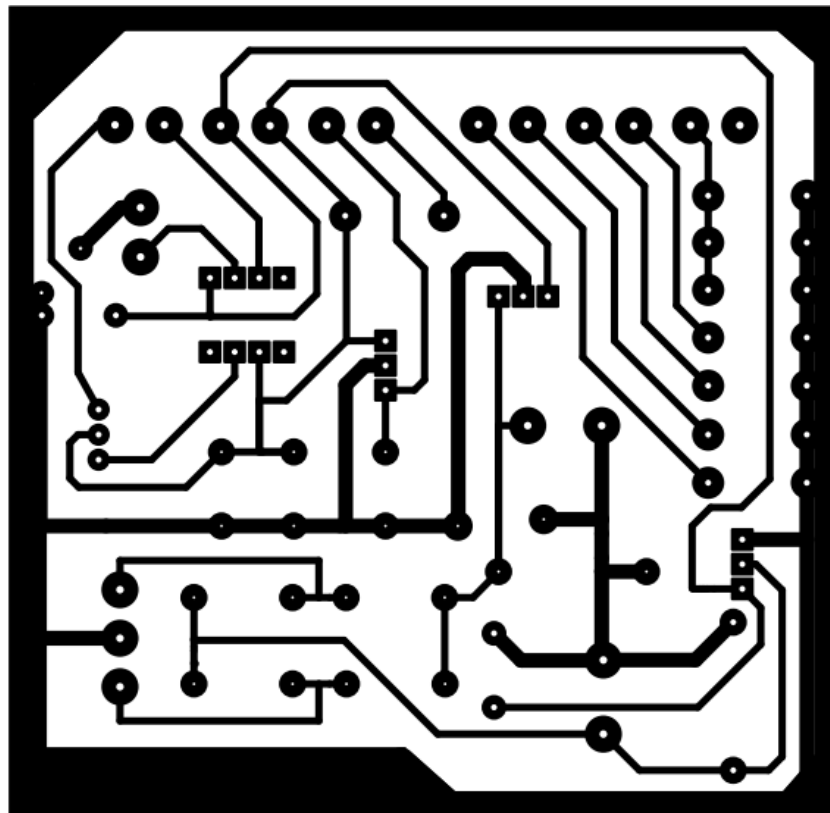
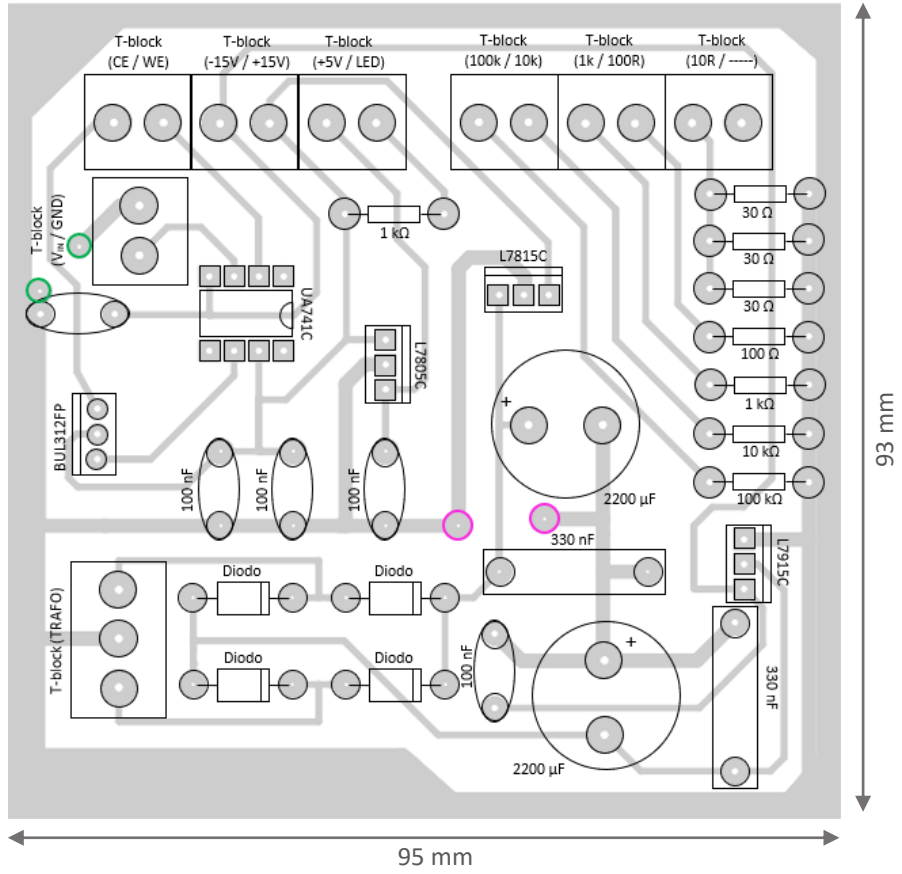
void PWM_init(void)
{
    TCCR1A |= (1 << COM1A1); // Configurando o pino de comparação de saída.
    // Modo de operação 14: Fast PWM;
    TCCR1A |= (1 << WGM11);
    TCCR1B |= (1 << WGM13) | (1 << WGM12);
    TCCR1B |= PSPWM_1; // Configura o prescaler do PWM para 1 e inicia o PWM
    ICR1 = 15999; // Valor de TOP = 15999 e frequência de 1 kHz
    OCR1A = 0;
}

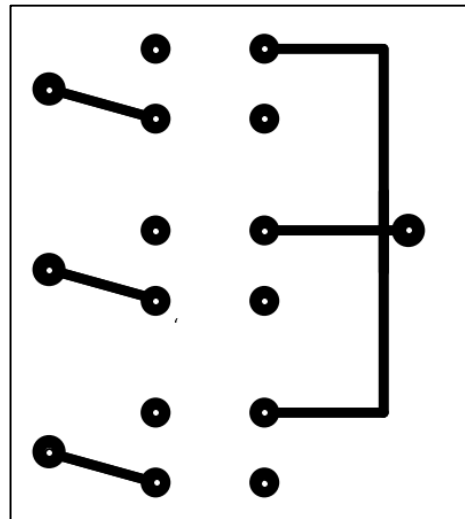
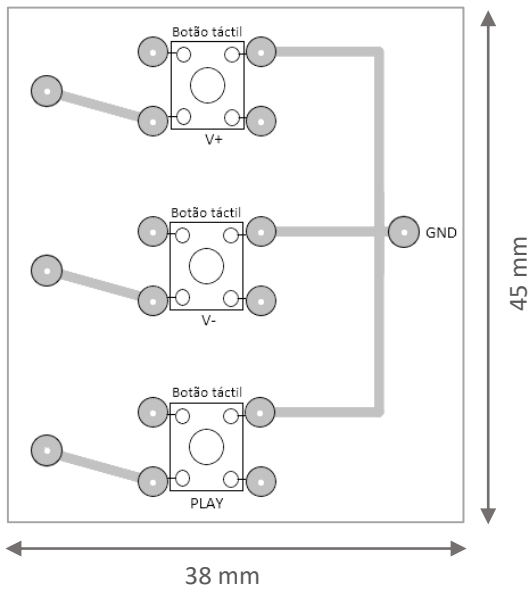
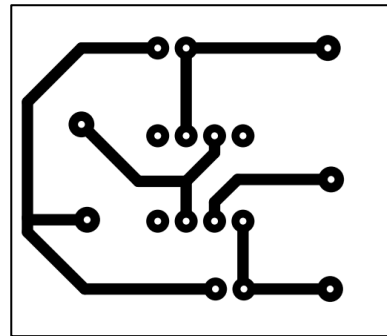
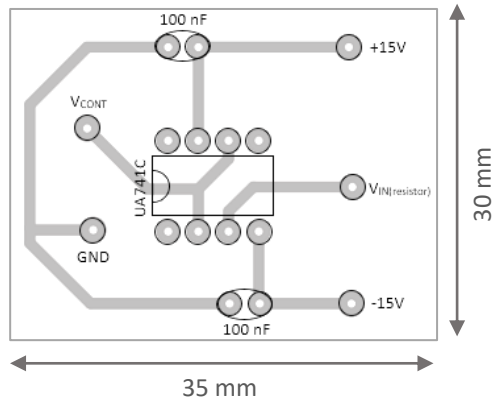
void ADC_init(void)
{
    ADCSRA |= (1<<ADPS2)|(1<<ADPS1)|(1<<ADPS0)|(1<<ADEN); // Configura o prescaler do ADC para 128 e
    habilita o ADC
}

```

APÊNDICE B – Leiaute das placas de circuito impresso do galvanostato







ANEXO I – Certificado de calibração do multímetro digital Keysight 3458A

 KEYSIGHT TECHNOLOGIES	Keysight Technologies Malaysia Sdn Bhd (463532-M) Bayan Lepas Free Industrial Zone 11900 Penang, Malaysia	 5962-0476
---	---	--

Certificate of Calibration

ANSI/NCSL Z540-1-1994

Certificate No: PENANG4448322-5467256-1

Manufacturer: Keysight Technologies

Description: 8-1/2 Digit Multimeter

Model No: 3458A

Serial No: MY59351783

Options Installed With Specifications: 002

Date of Calibration: 19-FEB-2021

Temperature: (23 ± 0.5) °C

Humidity: (30 to 50)% RH

Procedure: 3458A.CAL.N01

This certifies that the equipment has been calibrated using applicable Keysight Technologies procedures and in compliance with ISO/IEC 17025:2017 and ANSI/NCSL Z540-1-1994. The quality management system is registered to ISO 9001:2015.

As Received Conditions: Factory tested. No incoming data available.

Action Taken:

- No corrective actions were necessary.

As Shipped Conditions: At the completion of the calibration, measured values were IN SPECIFICATION at the points tested.

Remarks or special requirements:

This calibration includes the attached measurement report with report number 2303A10494.

Notes:

- 1.This calibration report may refer to equipment manufactured by HP, Agilent and Keysight as being manufactured by Keysight Technologies, Inc.
- 2.The test limits stated in the calibration report correspond to the published specifications of the equipment, at the points tested.
- 3.The documented test results relate to the equipment tested only.
- 4.This calibration report shall not be reproduced, except in full

Traceability Information: Measurements are traceable to the International System of Units (SI) via national metrology institutes (www.keysight.com/find/NMI) that are signatories to the CIPM Mutual Recognition Arrangement.

Uncertainty of Measurement

The uncertainty evaluation has been performed in accordance with ISO/IEC Guide 98-3:2008 (GUM). The reported expanded uncertainty of measurement is stated as the standard uncertainty of measurement multiplied by the coverage factor k such that the coverage probability corresponds to approximately 95 %. This probability corresponds to a coverage factor of k=2 for a normal distribution.

Print Date: 19-FEB-2021

Keysight Technologies				
	DD	MM	YY	BY
CAL	19	02	21	ZA
DUE				


 Tay Eng Su
 Quality Manager

 KEYSIGHT TECHNOLOGIES	Keysight Technologies Malaysia Sdn Bhd (463532-M) Bayan Lepas Free Industrial Zone 11900 Penang, Malaysia	 <small>5962-0476</small>
---	---	---

Certificate of Calibration

ANSI/NCSL Z540-1-1994

Certificate No: PENANG4448322-5467256-1

Calibration Equipment Used

<u>Model Number</u>	<u>Model Description</u>
FLU 5720A	Calibrator
33250A	Func/Arb Waveform Generator
3458A	8-1/2 Digit Multimeter

Date Used: Date equipment used in this calibration

<u>Equipment ID</u>	<u>Date Used</u>	<u>Cal Due Date</u>
PN020003	19-FEB-2021	02-DEC-2021
PM01165	19-FEB-2021	17-JAN-2022
PM00463	19-FEB-2021	25-FEB-2021

ANEXO II – Certificado de calibração do osciloscópio Tektronix TPS2012

Tektronix (China) Co. Ltd.
1227 Chuan Qiao Road
Pudong New District, Shanghai, China 201206

TRACEABLE CALIBRATION
TPS2012, C020498
Cal Date: 17-NOV-2009
Cal Due: _____ Lab: Tek

Tektronix

Tektronix

CERTIFICATE OF TRACEABLE CALIBRATION

Certificate No: SH06PXRRYG	Revision: 00	Serial No: C020498
Manufacturer: Tektronix	Model: TPS2012	Humidity: 62 %
Description: Oscilloscope; 100 MHz, 2 Channel	Temperature: 25 °C	Due Date: _____ *
Cal Date: 17-NOV-2009	Date Placed In Service: _____ *	

*Optional customer entry fields: The "Due Date" may be established by adding the calibration interval to the "Date Placed In Service." Recommended calibration intervals, for Tektronix products, are available on the Tektronix website at: <http://www.tek.com/service/product-support/>

INSTRUMENT CONDITION:

Received: Not applicable, initial calibration
Returned: In tolerance, within published measurement specification

Tektronix certifies the above instrument has been calibrated using standards traceable to the PRC National Institute of Metrology (NIM) and/or other National Metrology Institutes (NIST, NPL, PTB) that are linked to the international system of units (SI). The policies and procedures used for the calibration of this product are based on ISO/IEC 17025:2005.
This certificate shall not be reproduced, except in full, without the written approval of the calibration facility.

CALIBRATION PROCEDURE:

MANIFEST:Product_Oscilloscopes_TDS-TPS1K2K_Full VERSION:22

CALIBRATION EQUIPMENT USED:

<u>MANUFACTURER/MODEL</u>	<u>MODEL DESCRIPTION</u>	<u>ID NUMBER</u>	<u>DUE DATE</u>
Keithley 2000	Multimeter	CT0020	10-Dec-2010
Wavetek 9100	Calibrator	CT0016	24-Dec-2009

Issued By: *Walter Qian*

Certified By: Huiyun Wu

Metrology Manager: Qian, Walter

Date Issued: 17-NOV-2009

ISO 9001 Registered Quality System

TPS2012 C020498

Page 1 of 1

001-1387-01

