

UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL
ÁREA DO CONHECIMENTO DE CIÊNCIAS EXATAS E ENGENHARIA
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS
TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

RAFAELA FIORESE

**AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO DE GEOPOLÍMERO UTILIZADO COMO
REVESTIMENTO PROTETOR DO AÇO**

CAXIAS DO SUL

2021

RAFAELA FIORESE

**AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO DE GEOPOLÍMERO UTILIZADO COMO
REVESTIMENTO PROTETOR DO AÇO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como parte dos requisitos para obtenção da aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2 do curso de Engenharia de Materiais na Universidade de Caxias do Sul.

Orientador: Prof. Roberto Mandelli

CAXIAS DO SUL

2021

RAFAELA FIORESE

**AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO DE GEOPOLÍMERO UTILIZADO COMO
REVESTIMENTO PROTETOR DO AÇO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como parte dos requisitos para obtenção da aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2 do curso de Engenharia de Materiais na Universidade de Caxias do Sul.

Aprovada em:

Banca Examinadora

Profa. Dra. Eliena Jonko
Universidade de Caxias do Sul - UCS

Dra. Jaíne Webber
Instituto Hercílio Randon - IHR

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a minha mãe, Vanilse Betoni, por todo amor, empenho, dedicação, esforços, além dos ensinamentos, respeito e responsabilidade, repassados a mim por todos esses anos que possibilitaram me tornar a pessoa que sou.

Ao meu namorado, Nathan Longoni, pelo amor, apoio incondicional, conselhos e por estar sempre presente.

Aos meus amigos, em especial a Ludmyla Petersen e ao William Wagner Oliveira, pela parceria durante toda a graduação e apoio durante este trabalho.

A todos os professores da minha caminhada na Engenharia de Materiais que contribuíram de maneira direta e indireta na realização deste sonho.

Aos meus orientadores Prof. Eliena Jonko e Prof. Roberto Mandelli pelo apoio, incentivos, confiança, ensinamentos e dedicação que foram fundamentais na realização deste trabalho.

Aos funcionários dos Laboratórios da UCS (LCOR, LCMIC, LAMEC e LBTEC) pela contribuição de seu tempo e dedicação nos ensaios realizados. Em especial a Eng. Química Ma. Taís Sabedot Pertile do LCOR pelos ensinamentos, por ter me acompanhado e guiado durante a preparação das amostras e ensaios.

Agradecer a Dra. Jaíne Webber por ter cedido todos os insumos para obtenção do geopolímero para que o estudo pudesse ser realizado, por todo o conhecimento compartilhado e pela disponibilidade em ser examinadora da minha banca de TCC1 e TCC2. Também a Profa. Dra. Eliena Jonko por ter aceito o convite de fazer parte da banca de TCC2.

RESUMO

Materiais de revestimento de proteção ambientalmente corretos e sustentáveis com desempenho aprimorado têm sido muito procurados por todos os setores industriais. Entre esses revestimentos pode-se citar os revestimentos geopolímeros que são formados a partir de uma reação exotérmica entre um ativador alcalino e um precursor aluminossilicato, e tem emergido como potencial base de revestimentos protetores para substratos metálicos. O objetivo deste trabalho foi de avaliar o desempenho de um material geopolimérico como revestimento protetivo em corpos de prova de aço carbono SAE 1006 e 1020. Após a cura em estufa da camada de revestimento nas amostras metálicas observou-se defeitos, entre eles fragilidade, poros e fissuras, o que originou a ideia de aplicação de uma segunda camada de revestimento nas amostras. No aspecto visual, a segunda camada foi mais homogênea e tornou o substrato mais protegido, por não apresentar bolhas e fissuras visíveis a olho nu. O ensaio de névoa salina, para as amostras em aço SAE 1006, foram identificados problemas de aderência do revestimento ao substrato, apresentando pontos de corrosão em todas as amostras nas primeiras 48 horas de ensaio. Nas as amostras em aço SAE 1020 com a aplicação da segunda camada de revestimento apresentaram ótima resistência a corrosão durante o período do ensaio de 240 horas. A rugosidade apresentada por ambos os aços SAE 1006 e SAE 1020 está relacionada diretamente aos resultados positivos obtidos, considerando que a amostra em aço SAE 1020 é mais rugosa e teve melhor aderência do revestimento. Os ensaios realizados mostram que o revestimento geopolímero apresentou resultado razoavelmente satisfatório nas condições estudadas, entretanto sugestões para trabalhos futuros são apresentadas relativas à aplicação do geopolímero e o substrato metálico mais adequado.

Palavras-chave: Aços SAE 1006 e 1020, Revestimento, Geopolímero, Corrosão, Ensaio de Corrosão.

ABSTRACT

Environmentally friendly and sustainable protective coating materials with improved performance have been highly sought after by all industrial sectors. Among these coatings, we can mention geopolymer coatings that are formed from an exothermic reaction between an alkaline activator and an aluminosilicate precursor, and have emerged as a potential base for protective coatings for metallic substrates. The objective of this work was to evaluate the performance of a geopolymer material as a protective coating on SAE 1006 and 1020 carbon steel specimens. After oven curing of the coating layer in the metallic samples, defects were observed, including fragility, pores and cracks, which gave rise to the idea of applying a second coating layer to the samples. In the visual aspect, the second layer was more homogeneous and made the substrate more protected, as it did not present bubbles and cracks visible to the naked eye. The saline mist test, for samples in SAE 1006 steel, problems of adhesion of the coating to the substrate were identified, showing corrosion points in all samples in the first 48 hours of testing. The samples in SAE 1020 steel with the application of the second coating layer showed excellent corrosion resistance during the test period of 240 hours. The roughness presented by both SAE 1006 and SAE 1020 steels is directly related to the positive results obtained, considering that the SAE 1020 steel sample is rougher and had better coating adhesion. The tests carried out show that the geopolymer coating presented reasonably satisfactory results under the conditions studied, however suggestions for future work are presented regarding the application of the geopolymer and the most suitable metallic substrate.

Keywords: SAE 1006 and 1020 Steel, Coating, Geopolymer, Corrosion, Corrosion Testing.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Pilha de elétrons	17
Figura 2 - Corrosão do aço exposto a intempérie	17
Figura 3 - Pirâmide de Gizé no Egito	20
Figura 4 - Representação do processo de moldagem de blocos para construção das pirâmides no Egito.....	21
Figura 5 - Estrutura dos geopolímeros	23
Figura 6 - Tipos de geopolímeros conforme relação Si:Al.....	24
Figura 7 - Estrutura tridimensional dos geopolímeros	24
Figura 8 - Fluxograma básico de geopolimerização	27
Figura 9 - Diagrama de fluxo deste trabalho	31
Figura 10 - Diagrama de obtenção do geopolímero	35
Figura 11 - Metacaulim e Silicato de Sódio sob a balança	35
Figura 12 - Misturador FISATOM	36
Figura 13 - Amostras com a aplicação de revestimento geopolimérico	36
Figura 14 - Amostras dispostas dentro da estufa	37
Figura 15 - Amostra aço SAE 1006 após 1ª camada de revestimento geopolímero curado	37
Figura 16 - Amostra 5 aço SAE 1020 com 2ª camada antes e depois da cura	38
Figura 17 - Microscópio ocular	39
Figura 18 - Medidor de camada Elcometer 345	40
Figura 19 - Pontos aonde a camada foi medida.....	40
Figura 20 - Amostras preparadas para o ensaio de imersão em solução neutra	41
Figura 21 - Amostra sob imersão de H ₂ O.....	42
Figura 22 - A) Equipamento utilizado no ensaio e B) amostra com o pino colado na superfície do revestimento geopolimérico	43
Figura 23 - Bancada da realização do ensaio com o equipamento SurfTest SJ-301	44
Figura 24 - Amostra após a cura com partículas sólidas.....	47
Figura 25 - Amostra 4 após o processo de cura da 2ª camada.....	48
Figura 26 - Imagens de MEV obtidas para a amostra 05 SAE 1006 revestida com 2 camadas de geopolímero: (A) 250 x e (B) 1 kx	51
Figura 27 - Espectro EDS da amostra 05 em SAE 1006 com 1 camada de revestimento geopolímero	52

Figura 28 - Imagens de MEV obtidas para as amostras de aço SAE 1020 revestidas com uma camada de geopolímero: (A) amostra 07, 80 x, (B) amostra 07, 250 x, (C) amostra 08, 80 x, (D) amostra 08, 250 x, (E) amostra 09, 80 x, (F) amostra 09, 250 x.	53
Figura 29 - Imagem obtida por microscopia óptica para a amostra com 1 camada de revestimento geopolímero.	54
Figura 30 - Imagem obtida por microscopia óptica para a amostra com 2 camada de revestimento geopolímero.	55
Figura 31 - Amostra aço SAE 1006 com uma camada de revestimento antes do ensaio de névoa salina	55
Figura 32 - Amostra SAE 1020 com uma camada de revestimento geopolímero antes do ensaio de névoa salina.....	56
Figura 33 - Amostra aço SAE 1006 com uma camada de revestimento geopolímero após 48 horas em névoa salina	56
Figura 34 - Amostras aço SAE 1020 com uma camada de revestimento geopolímero após 48 horas em névoa salina.....	57
Figura 35 - Amostras de aço SAE 1006 com uma camada de revestimento geopolímero após 96 horas em névoa salina	57
Figura 36 - Amostras de aço SAE 1020 com uma camada de revestimento geopolímero após 96 horas em névoa salina.....	58
Figura 37 - Amostra de aço SAE 1006 com duas camadas de revestimento geopolímero após 48 horas em névoa salina.....	58
Figura 38 - Amostras de aço SAE 1020 com duas camadas de revestimento geopolímero após 168 horas em névoa salina.....	59
Figura 39 - Amostra de aço SAE 1006 com duas camadas de revestimento geopolímero após 240 horas em névoa salina.....	59
Figura 40 - Amostra de aço SAE 1020 com duas camadas de revestimento geopolímero após 240 horas em névoa salina.....	60
Figura 41 - Amostras de aço SAE 1006 com 1 camada de revestimento geopolímero após imersão de 96 horas e posterior secagem sob a bancada por 72 horas	61
Figura 42 - Partículas deslocadas da amostra de aço SAE 1006 com 1 camada de revestimento geopolímero após 96 horas de imersão em H ₂ O	61
Figura 43 - Amostras de aço SAE 1020 com 1 camada de revestimento geopolímero após imersão de 96 horas e posterior secagem sob a bancada por 72 horas	62

Figura 44 - Amostras com 2 camadas de revestimento geopolímero após 96 horas de ensaio de imersão em H ₂ O: (A) SAE 1006 e (B) SAE 1020	62
Figura 45 - Amostra em aço SAE 1020 com deslocamento do revestimento geopolímero após o ensaio de pull off.....	63
Figura 46 - Amostra em SAE 1020 com deslocamento de 80% do revestimento após o ensaio de pull off	64

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades.....	28
Tabela 2 - Relação Si:Al e aplicações.....	29
Tabela 3 - Composição química do aço SAE 1006 utilizado neste trabalho	32
Tabela 4 – Composição química do aço SAE 1020 utilizado neste trabalho	32
Tabela 5 – Composição química do metacaulim MetaMax	32
Tabela 6 – Propriedades do lote da solução de silicato de sódio comercial utilizada.	32
Tabela 7 - Proporções utilizadas na formulação do revestimento geopolímero.....	33
Tabela 8 - Resultado ensaio de rugosidade no substrato aço SAE 1006.....	44
Tabela 9 - Resultado ensaio de rugosidade no substrato aço SAE 1020.....	45
Tabela 10 - Valores médios das camadas obtidos das amostras de aço SAE 1006....	47
Tabela 11 - Valores médios das camadas obtidos das amostras de aço SAE 1020....	48

LISTA DE SIMBOLOS

Fe: Ferro.

O: Oxigênio.

Al: Alumínio.

Si: Silício.

H₂O: Água.

Cl: Cloro.

C₂H₅OH: Álcool etílico.

Al₂SiO₅: Alumínio silicato.

Al₂O₃: Óxido de alumínio.

SiO₂: Dióxido de silício.

KOH: Hidróxido de potássio.

NaOH: Hidróxido de sódio.

LCMIC: Laboratório Central de Microscopia.

LAMEC: Laboratorio de Ensaio Mecânicos.

LCOR: Laboratório de Corrosão e Proteção Superficial.

LBTEC: Laboratório de Tecnologia Construtiva.

MEV/FEG: Microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo.

EDS: Espectroscopia por energia dispersiva.

MPa: Megapascal.

Mm: Milímetro.

Rpm: Rotação por minuto.

µm: Micrometro.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
1.2	Objetivo geral	15
1.3	Objetivos específicos.....	15
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	16
2.1	Corrosão	16
2.2	Revestimentos.....	18
2.2.1	Revestimentos orgânicos	18
2.2.2	Revestimentos inorgânicos	19
2.3	Geopolímero	20
2.3.1	Estrutura.....	22
2.3.2	Percursos Sólidos	25
2.3.3	Metacaulim	25
2.3.4	Ativadores Alcalinos	26
2.3.5	Geopolimerização	27
2.3.6	Propriedades dos Geopolímeros.....	28
2.3.7	Aplicações do Geopolímeros.....	29
3	MATERIAIS E MÉTODOS	30
3.1	Materiais	32
3.1.1	Aço.....	32
3.1.2	Metacaulim	33
3.1.3	Silicato de sódio	33
3.2	Proporções	34
3.3	Métodos	34
3.3.1	Preparação dos substratos.....	34
3.3.2	Preparação do Geopolímero	34
3.4	Técnicas de Caracterização	38
3.4.1	Ensaio de microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV/FEG).....	38
3.4.2	Ensaio de microscopia óptica.....	39
3.4.3	Medição de camada	39
3.4.4	Ensaio de corrosão em névoa salina	41
3.4.5	Ensaio de imersão em solução neutra	41
3.4.6	Ensaio de aderência pull off.....	43
3.4.7	Ensaio de rugosidade	43

4	RESULTADOS.....	45
4.1	Ensaio de rugosidade superficial.....	45
4.2	Avaliação Geopolímero	47
4.3	Ensaio de microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV/FEG).....	50
4.3.1	Ensaio de microscopia óptica superficial	54
4.4	Ensaio de corrosão em névoa salina	55
4.5	Ensaio em imersão em solução neutra	60
4.6	Ensaio de aderência pull off	63
5	CONCLUSÃO.....	65
6	BIBLIOGRAFIA.....	68

1 INTRODUÇÃO

A busca por novas soluções comumente encontra-se com o desenvolvimento e inovação de materiais para usos industriais. Os revestimentos são um ótimo exemplo desta busca, pois tem como uma de suas finalidades ser a barreira entre o substrato metálico e a corrosão do meio.

Os revestimentos não metálicos inorgânicos são constituídos de compostos inorgânicos que são depositados diretamente na superfície metálica ou formados sobre a mesma. Entre os revestimentos mais usados em proteção contra a corrosão podem ser citados: esmaltes vitrosos, vidros, porcelanas, cimentos, óxidos, carbetos, nitretos, boretos e silicetos (GENTIL, 2011).

A tentativa de retardar a ação do processo corrosivo é uma luta antiga do setor industrial. A corrosão é a deterioração de um material metálico por ação química ou eletroquímica, onde a deterioração físico-química entre o material e o meio causa alterações como desgaste, modificações estruturais, alterações nas propriedades e diminuição da vida útil. Estes efeitos são onerosos pois os materiais metálicos deixam de satisfazer os fins a que se destinam (GENTIL, 2011).

No avanço do desenvolvimento científico uma nova classe de materiais surge, os geopolímeros. Estudados pioneiramente por Joseph Davidovits, geopolímeros são caracterizados como um produto de uma reação específica entre aluminossilicato sólido e uma solução aquosa de um silicato ou hidróxido alcalino (DAVIDOVITS, 1994).

A união de revestimento e geopolímero pode agregar tecnologia ao combate à corrosão, pois o processo de geopolimerização garante propriedades como rigidez, resistência mecânica, química e estabilidade, em que a reação é rápida e a cura acontece entre 24 e 48 horas (DAVIDOVITS, 1991).

Este trabalho avaliará a utilização de revestimento geopolímero com a finalidade protetiva como revestimento em aço carbono.

1.2 Objetivo geral

Avaliar o desempenho de um material geopolimérico como revestimento protetivo em substratos metálicos de aço carbono.

1.3 Objetivos específicos

Para alcançar o objetivo geral, serão realizadas as seguintes tarefas

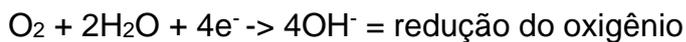
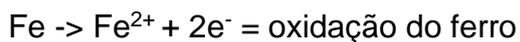
- a) determinar a rugosidade superficial dos substratos metálicos;
- b) analisar a morfologia da camada de revestimento geopolímero sobre os substratos metálicos;
- c) determinar a resistência à corrosão com em ambiente salino;
- d) determinar a resistência à corrosão por imersão em meio de solução neutra;
- e) analisar por microscopia eletrônica de varredura (MEV/FEV) e microscopia ótica a porosidade do filme de geopolímero, a aderência entre o substrato metálico e o filme de geopolímero;

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Corrosão

Corrosão é a denominação para o processo de degradação de materiais metálicos por ações físico-químicas e eletroquímicas do meio em que o material está inserido. Para metais puros e suas ligas, esta reação é decorrente da tendência natural ou espontânea que esses materiais possuem em retornar para a forma de minerais termodinamicamente mais estáveis (JONES, 1996).

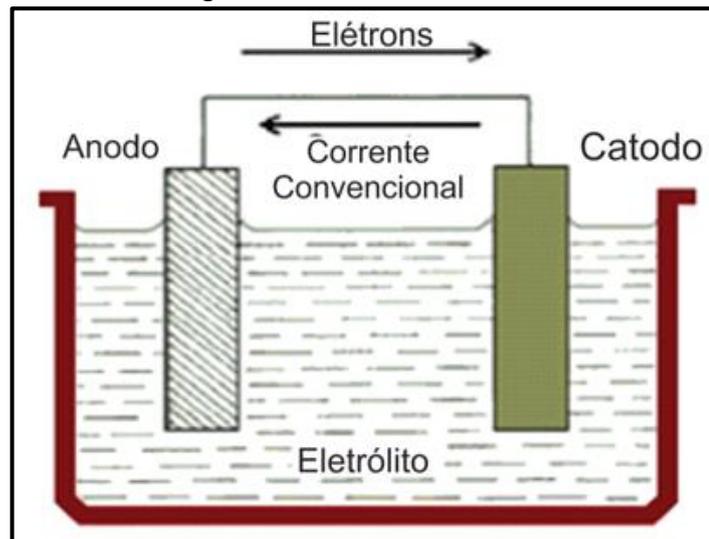
O processo de corrosão ocorre porque os metais possuem potencial de oxidação maior que o do oxigênio na atmosfera, fazendo com que os metais percam elétrons. O ferro é o exemplo mais característico do processo de corrosão, com as seguintes reações (GENTIL, 2011):



Na corrosão, os produtos sólidos que se formam sobre a superfície do substrato são arrastados e/ou o metal é removido como íons. A película sobre a superfície metálica é removida devido à ação abrasiva de fluidos ou gases que se movem rapidamente, o que pode levar ao aparecimento de pequenas regiões anódicas em contato com grandes regiões catódicas (PIMENTA, 2021).

Na Figura 1, é possível observar as reações eletroquímicas que ocorrem em uma célula de corrosão, onde existe tanto um fluxo de elétrons quanto migração de espécies químicas através do eletrólito. Para que haja uma célula eletroquímica, quatro processos ocorrem simultaneamente: 1) Oxidação na superfície do ânodo; 2) Redução na superfície do cátodo; 3) Fluxo de elétrons entre eles através de uma conexão metálica; 4) Fluxo de íons através de um eletrólito (PIMENTA, 2021).

Figura 1 - Pilha de elétrons



Fonte: (PIMENTA, 2021)

Existem diversas variações do processo de corrosão, e cada uma destas variações acomete o material de forma diferente, conforme o meio, a composição do material e se há presença de proteção ou não.

Uma das variações deste processo de corrosão, é a corrosão generalizada, também chamada de uniforme, a mais comum de ser encontrada em materiais metálicos sem revestimentos e expostos a intempérie. A corrosão acontece de forma uniforme e generalizada pela superfície do metal, conforme a Figura 2 abaixo:

Figura 2 - Corrosão do aço exposto a intempérie



Fonte: Autora (2020).

2.2 Revestimentos

Os revestimentos protetores são essenciais e benéficos devido à sua resistência a substâncias deletérias como ácidos, alcalinos e sais, e condições severas como por exemplo: choque térmico, temperatura extrema e ciclo de secagem-umedecimento nos ambientes de serviço de estruturas civis (P. Basheer, D. Basheer, J. Cleland, A.E. Long, 1997).

Os revestimentos consistem em uma camada de material depositada sobre um substrato ou superfície, e geralmente, agregam como forma protetiva e acabamento. De forma protetiva, atribuem características tais como resistência contra o desgaste, dureza superficial e resistência a corrosão. Os revestimentos devem ser aplicados de forma homogênea, contínua, sem falhas ou bolhas e industrialmente, podem ter sua espessura controlada. As aplicações destes revestimentos podem ocorrer de diversas formas, tais como por pulverização, imersão, por rolo e deposição química.

Amplamente utilizados para impedir o contato de substratos ferrosos com meios corrosivos, os revestimentos são atualmente, a melhor solução impeditiva ao processo de corrosão. Os materiais aplicados como revestimentos podem ser divididos basicamente em dois tipos, em termos de seus principais componentes químicos, revestimentos orgânicos e inorgânicos (NUNES, 2007).

2.2.1 Revestimentos orgânicos

Os revestimentos orgânicos para proteção anticorrosiva por barreira mais comumente utilizados são resinas epóxi, fluoropolímeros e polietileno, devido ao seu desempenho (NUNES, 2007). No entanto, existem desvantagens de sua incapacidade de liberar pressão de vapor, mais suscetível ao fogo, falta de estabilidade sob radiação UV e liberação de odores como compostos orgânicos voláteis, durante o ciclo de vida (P. Basheer, D. Basheer, J. Cleland, A.E. Long, 1997). Além disso, a pegada de carbono dos materiais de revestimento orgânico é maior do que a de revestimentos inorgânicos (Jiang, C., Wang A., Bao, X. et al , 2020).

2.2.2 Revestimentos inorgânicos

Os materiais de revestimento inorgânicos agem pelo mecanismo de barreira e por inibição anódica. Os mais utilizados são vidros, cimentos, óxidos, nitretos e esmaltes vitrosos (NUNES, 2007).

De acordo com Pan e Shi (X. Pan, Z. Shi, C. Shi, et al., 2017) os revestimentos podem ser divididos em quatro tipos, em termos de sua função de anticorrosão: sobreposição, impregnação hidrofóbica, bloqueio de poros e multifuncional revestimentos protetores.

Os revestimentos de sobreposição formam uma camada em uma espécie de escudo densa e impermeável que serve como uma barreira física contínua, inibindo a troca de substâncias entre a matriz protegida e a condição exposta (Jiang, C., Wang A., Bao, X. et al , 2020).

Os revestimentos de impregnação hidrofóbica modificam o estado da superfície e a parede dos poros, aumentando o ângulo de contato. Uma vez que o ângulo de umedecimento é maior que 90°, a superfície se torna hidrofóbica. Assim, este tipo de revestimento pode mitigar a permeabilidade de moléculas de água e íons solúveis enquanto permite a troca de vapor d'água (X. Pan, Z. Shi, C. Shi, et al., 2017).

Os revestimentos bloqueadores de poros podem obstruir os poros capilares do substrato, aumentando sua impermeabilidade, muito utilizados em pontes de estruturas metálicas (X. Pan, Z. Shi, C. Shi, et al., 2017).

Nos últimos anos, uma classe de novos revestimentos inorgânicos que são compostos por geopolímeros têm sido investigados e aplicados na proteção de superfícies de elementos estruturais de concreto, aço e madeira (Jiang, C., Wang A., Bao, X. et al , 2020).

Conforme o estudo realizado por (Bhardwaj, P., Gupta, R., Mishra, D. et al, 2019) para aumentar a eficiência de proteção da superfície do metal contra a corrosão, em ambiente externo e fogo, a alcalinidade do gel de geopolímero mostra um comportamento adequado, sendo o revestimento geopolímero depositado por pulverização com espessura controlada. Os estudos mostram que o revestimento geopolímero se mostrou promissor para substrato metálico em condições de névoa salina e resistência a chama direta por 45 minutos sem apresentar danos.

2.3 Geopolímero

Historicamente os geopolímeros foram mencionados pela primeira vez pelo Dr. Joseph Davidovits, em 1978. Classificados como um produto originado a partir de uma reação específica entre aluminossilicato e uma solução aquosa de um hidróxido ou silicato alcalino.

Davidovits, em 1979, fundou o Geopolymer Institute na França, onde criou o que é chamado de novo ramo da química, a geopolimerização. Os produtos geopoliméricos podem ser de materiais avançados à cimentos simples e podem ser produzidos a partir das reações químicas inorgânicas, nas quais materiais de alumina (Al_2O_3) e sílica (SiO_2) são misturados para formar zeólitos sintéticos ou minerais secundários que formam rochas. Quimicamente, não há maneira de diferenciar um zeólito sintético de um natural. O cimento produzido com geopolímero pode ser comparado ao cimento natural, aglutinados de pedras como arenito, puddinstones e calcário com carcaças fósseis (DAVIDOVITS & MORRIS, 1988).

Uma teoria de Davidovits, não reconhecida por acadêmicos tradicionais, é que a geopolimerização vem sendo utilizada junto a alvenaria desde 3.800 anos a.C. E uma destas aplicações notórias seriam as Grandes Pirâmides Egípcias, como a de Gizé. Conforme a Figura 3.

Figura 3 - Pirâmide de Gizé no Egito



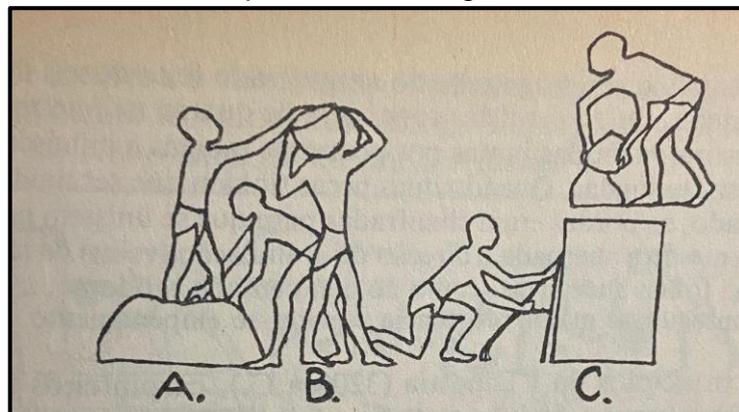
Fonte: (www.egito.com/piramides-gize).

Davidovits também liderou estudos de ecologia egípcia, constatando que na lama do Rio Nilo contém alumina propícia para síntese mineral em baixa temperatura,

identificou que o sal natrão é abundante nos desertos e lagos salgados da região. Este sal reage com cal e água, produzindo soda cáustica, que é o ingrediente principal para produzir a pedra. A abundância de cal seria possível através da calcinação de calcário em fornos simples. E ainda nos tempos antigos as minas de Sinai, eram ricas em turquesa e crisocola, necessárias para produção de zeólitos sintéticos. Essas minas também continham minerais arsenicais, como olivenita e escorodita, necessários para o rápido endurecimento de grandes blocos de concreto (DAVIDOVITS & MORRIS, 1988).

Nesta teoria, o trabalho de construção teria sido facilmente realizado com as ferramentas disponíveis, sem precisar cortar ou içar blocos, da mesma forma que eram produzidos tijolos de barro secos ao sol. Cestas para transportar os ingredientes, gamelas para misturar e prepará-los, escadas e moldes de madeira. Esses instrumentos foram encontrados na pirâmide do faraó Pepi II, da VI Dinastia (DAVIDOVITS & MORRIS, 1988), e a Figura 4 ilustra como seria realizado o trabalho.

Figura 4 - Representação do processo de moldagem de blocos para construção das pirâmides no Egito



Fonte: (DAVIDOVITS & MORRIS, 1988)

Davidovits estudou química de polímeros inorgânicos após incêndios catastróficos que ocorreram na França entre os anos de 1970 e 1972, que envolveram plástico orgânico. A partir de estudos da literatura científica, de patentes sobre a síntese de zeólitas e peneiras moleculares, essencialmente na forma de pós, ficou claro que a geoquímica até então não havia sido investigada para a produção de ligantes e polímeros minerais. Passou a desenvolver materiais de silício-aluminato tridimensionais amorfos a semicristalinos, que chamou de geopolímeros, definido

como polímeros minerais resultantes da geoquímica ou geossíntese (DAVIDOVITS, 2008).

As primeiras aplicações foram a construção de produtos desenvolvidos entre 1973 e 1976, e eram painéis de aglomerado resistentes ao fogo, compostos de um núcleo de madeira coberto com dois revestimentos nanocompósitos de geopolímero, chamados "Processo Siliface". Uma característica inusitada foi observada no processo de fabricação: pela primeira vez, o endurecimento de matéria orgânica (aparas de madeira e resina orgânica a base de ureia formaldeído aminoplasto) ocorreu simultaneamente a do mineral sílico-aluminato, ao aplicar temperatura de 150-180°C (DAVIDOVITS, 2008).

Desde 1972, Davidovits e sua equipe estavam envolvidos na aplicação de uma metodologia baseada na transformação de argilas cauliníticas. O material era argila úmida e só poderia ser processado por compressão ou extrusão. Não tinham à disposição um aglutinante fluido. O verdadeiro avanço ocorreu quando, em 1975, descobriram em laboratório um aglutinante líquido geopolimérico à base de metacaulim e silicato (SiO_4) alcalino solúvel (DAVIDOVITS, 2008).

Os geopolímeros provenientes do processo Siliface, eram obtidos a partir de misturas de polialuminossilicatos tridimensionais naturais (argilas, micas, mulita, e todos os que contenham em sua composição silício, alumínio e oxigênio), polissialatos ou sílica, com caulinita. O primeiro geopolímero patenteado por esse processo foi o Siliface Q, composto por caulinita, quartzo e hidróxido de sódio (NaOH) prensados a frio e na etapa seguinte prensados a quente a temperatura de 150°C (DAVIDOVITS, 1988b).

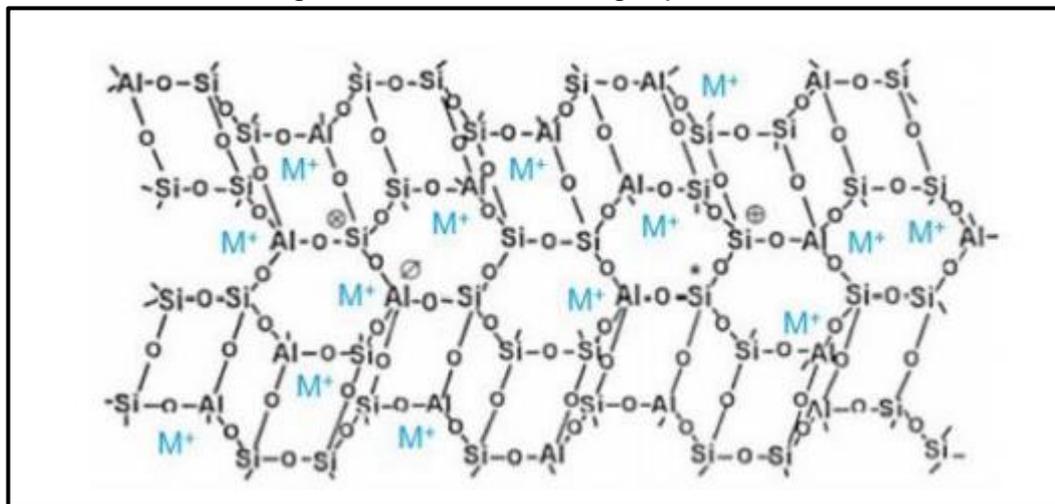
2.3.1 Estrutura

Geopolímeros são formados por tetraedros de SiO_4 e AlO_4 , resultantes da reação exotérmica entre um ativador alcalino e um precursor reativo de aluminossilicato (Al_2SiO_5). Neste processo, ocorre a dissolução e hidrólise do óxido de alumínio (Al_2O_3) e dióxido de silício (SiO_2) em uma solução de silicato com alta alcalinidade, resultando na policondensação dos monômeros em ânions de aluminossilicatos (DAVIDOVITS, 1991).

A estrutura dos geopolímeros que envolve o processo de geopolimerização é muito similar à síntese dos zeólitos, onde ambas possuem uma grande cadeia molecular composta de silício (Si), oxigênio (O) e alumínio (Al), mas diferem no grau de cristalinidade. Enquanto as zeólitos possuem estruturas ordenadas e cristalinas, o geopolímero possuem estrutura amorfa ou semicristalina.

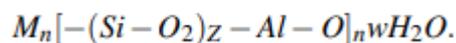
A estrutura geopolimérica pode ser obtida pela razão $Si/Al \geq 2$, que consiste de unidades funcionais compostas pelos tetraedros, com o Al de coordenação IV ligado a oxigênios, possibilitando a ligação das cadeias (BARBOSA, 1999), conforme demonstrado na Figura 5:

Figura 5 - Estrutura dos geopolímeros



Fonte: (Barbosa, 1999).

O processo de geopolimerização envolve a reação química sob ambiente alcalino dos minerais Si e Al, produzindo a ligação polimérica Si-O-Al-O, conforme mostra a fórmula:



Onde, "M" o elemento alcalino (Na^+ , K^+ , Li^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , NH_4^+ , H_3O^+); "z" igual a 1, 2 ou 3; "n" o grau de polimerização e "w" é o grau de hidratação (possui um valor em torno de 7). Quando "z" é igual a 2, o polissialato é chamado de polisiloxossialato ou PSS. Quando "M" é sódio ou sódio e potássio, o polímero é chamado de polisiloxossialato de sódio, Na-PSS ou de sódio e potássio, Na,K-PSS (DAVIDOVITS, 1994).

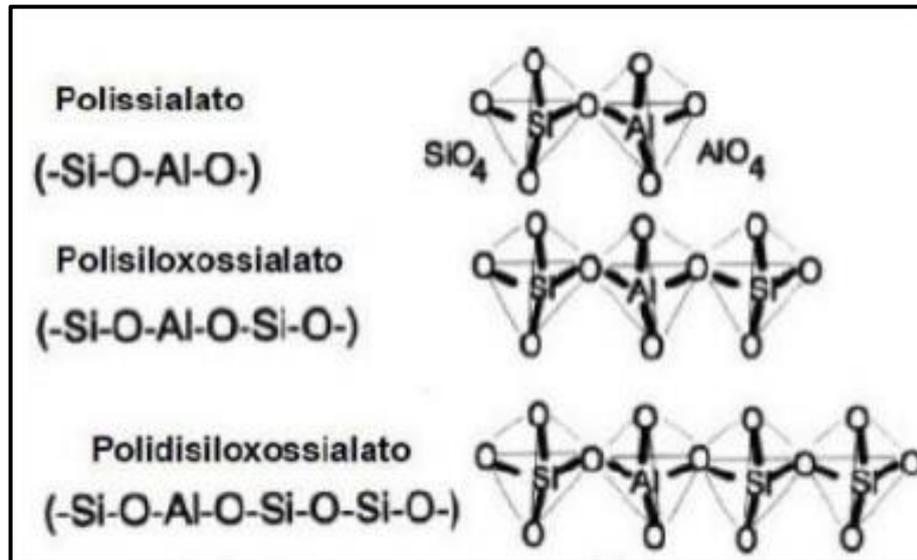
Conforme demonstrado na Figura 6 e na Figura 7, de acordo com a variação de relação entre Si:Al é possível obter produtos com diferentes características (PINTO, 2004).

Figura 6 - Tipos de geopolímeros conforme relação Si:Al

NOME	Si:Al	UNIDADE REPETIDORA	ABREVIÇÃO
Polissialato	1:1	$M_n - (Si-O-Al-O)_n -$	(M)-OS
Polissialato-siloxo	2:1	$M_n - (Si-O-Al-O-Si-O)_n -$	(M)-PSS
Polissialato-dissiloxo	3:1	$M_n - (Si-O-Al-O-Si-O-Si-O)_n -$	(M)-PSDS

Fonte: (PINTO, 2004).

Figura 7 - Estrutura tridimensional dos geopolímeros



Fonte: (PINTO, 2004).

2.3.2 Percursos Sólidos

Qualquer fonte de sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3) ou composto pozolânico que possa ser dissolvido em solução alcalina pode ser utilizado como um precursor geopolimérico. Entretanto, existem diferenças nas propriedades dos geopolímeros que dependem diretamente da natureza dos materiais precursores, como o tamanho, formato e distribuição de partícula, presença de impurezas que interferem no grau de polimerização (SANTOS, 2017).

Muitos materiais já foram implementados como precursores geopoliméricos, alguns deles são como rejeitos industriais e materiais naturais. Alguns exemplos de precursores aluminossilicatos são: cinzas volantes, escória de alto forno, argilas caulínicas, resíduos de construção, solos lateríticos, entre outros (SANTOS, 2017).

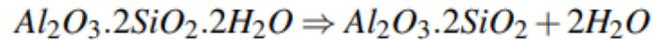
2.3.3 Metacaulim

Um minério composto por silicatos hidratados de alumínio, o caulim também é constituído, principalmente, pela caulinita e pela haloisita. Durante a desidroxilação do caulim, o metacaulim é formado. Com ponto de fusão considerado alto, entre 1650°C e 1775°C , apresenta uma coloração branca, quando comparado a outras argilas. O caulim possui baixa resistência mecânica e granulometria mais grosseira (MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA, 2017).

Para a obtenção do metacaulim, o caulim passa por um tratamento térmico, que o torna mais reativo e apropriado para sofrer ativação alcalina. Com essa transformação do caulim em metacaulim, o material apresenta propriedades pozolânicas, ou seja, ele possui composição silico-aluminosa e depende de uma ativação alcalina para obter propriedades cimentícias. O produto obtido pode ter diferentes espessuras e apresentar diferentes colorações (VASSALO, 2013).

Ao aquecer o caulim entre 500 e 900°C durante um longo período, dá-se a desidroxilação e a alteração da coordenação do alumínio, que passa de octaédrica para tetraédrica (maioria) e pentaédrica (parcial) (DAVIDOVITS, 1994).

A reação básica é a seguinte:



(Caulim)

(Metacaulinita)

Os geopolímeros com metacaulinita tem grande potencial na indústria da construção civil, pois apresentam excelentes propriedades de cimentação em termos de resistência mecânica e boa estabilidade química quando submersa em líquidos agressivos. Atualmente, a metacaulinita utilizada é obtida a partir de caulim de alta qualidade, o que deixa o custo de fabricação de uma pasta geopolimérica ainda é mais caro do que o de cimento Portland (PALOMO, GRUTZECK, & BLANCO, 1999).

Os materiais como metacaulinita, escórias e cinzas volantes, que são predominantemente amorfos, normalmente apresentam uma reatividade satisfatória para o fenômeno de geopolimerização. Materiais amorfos geralmente possuem maior energia livre em comparação aos materiais predominantemente cristalinos. No caso da metacaulinita, isso se deve à desidroxilação superficial durante o tratamento térmico, a qual desestrutura o arranjo atômico superficial. No caso das escórias, que são subprodutos industriais, sua estrutura amorfa e consequente reatividade resultam do rápido resfriamento durante o processo de obtenção do ferro gusa. E as cinzas volantes são provenientes das usinas termoelétricas, as quais resultam da fusão e calcinação das impurezas minerais incombustíveis contidas no carvão mineral (PALOMO, GRUTZECK, & BLANCO, 1999).

2.3.4 Ativadores Alcalinos

A ativação alcalina é uma reação de hidratação de aluminossilicatos com substâncias alcalinas ou alcalinas-terrosos. Os geopolímeros são formados por materiais cimentícios suplementares e líquidos alcalinos. Estes líquidos podem ser à base de sódio ou potássio, por exemplo: NaOH ou hidróxido de potássio (KOH) (WALLA, 2006).

A ativação alcalina independe do tipo de cátion, podendo ser alcalino e/ou alcalino terroso (Na^+ , K^+ , Ca^+ , Mg^+ , Ba^+ , NH_4^+ , H_3O^+) pode ser utilizado com qualquer

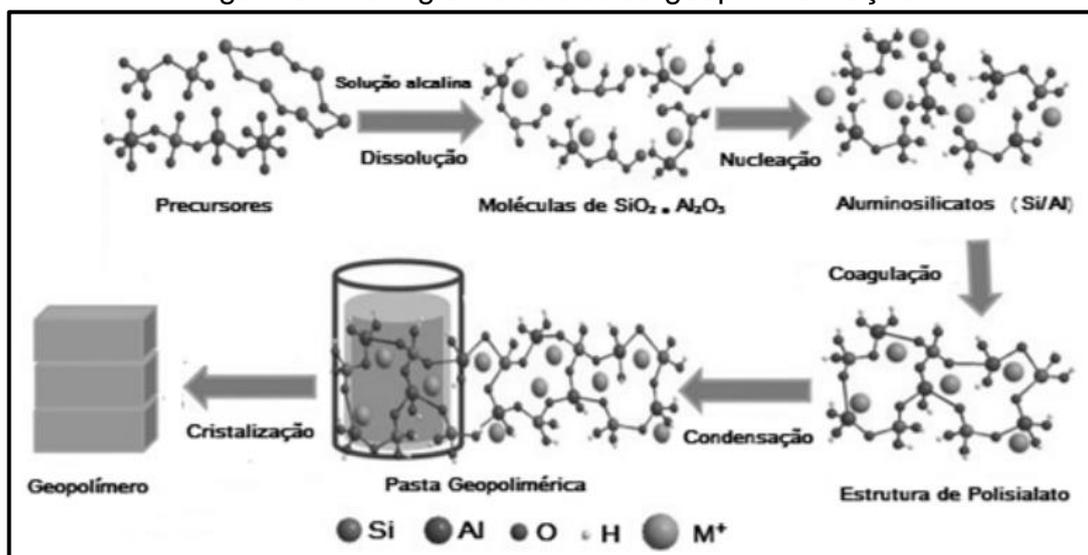
cátion, desde que seja de fonte alcalina. Porém, Na^+ e K^+ são mais comumente utilizados (BOCA SANTA, 2012).

2.3.5 Geopolimerização

O mecanismo de reação que origina materiais ativados é um processo químico na sua dissolução alcalina e precipitação em uma solução aquosa de um precursor, sendo responsável pelo endurecimento e propriedades dos geopolímeros. O mecanismo da ativação alcalina em materiais constituídos principalmente por sílica e alumina reativa é composto por um conjunto de reações de dissolução, coagulação, condensação e cristalização (Provis, Duxson, Deventer, Lukey, 2005).

Primeiro ocorre a quebra das ligações covalentes-iônicas Si-O-Si e Al-O-Si, quando há um aumento do pH da solução alcalina, transformando-os em uma fase coloidal. Após ocorre a acumulação dos produtos das quebras de ligações, que interagem para formar uma estrutura coagulada, conduzindo a uma terceira fase com a geração de uma estrutura condensada e, que com aplicação de temperatura e tempo podem desenvolver s (Zhuang, Chen, Komorneni, Zhou, Tong, Yang, Yu, Wang, 2016), conforme o fluxograma apresentado na Figura 8.

Figura 8 - Fluxograma básico de geopolimerização



Fonte: (Zhuang, Chen, Komorneni, Zhou, Tong, Yang, Yu, Wang, 2016).

No processo de síntese dos geopolímeros, a água participa da dissolução, hidrólise e das reações de policondensação, além de conferir plasticidade. Criando

um meio apropriado para a dissolução de aluminossilicatos, transferência de íons e hidrólise do Al^{3+} e Si^{4+} . A alta proporção de líquido / sólido pode acelerar a etapa da dissolução e a hidrólise de Si^{4+} e Al^{3+} , afetando a policondensação (PAN, YANG, 2003).

2.3.6 Propriedades dos Geopolímeros

Os geopolímeros podem policondensar e endurecer à baixas temperaturas, além de serem rígidos, resistentes às intempéries e às altas temperaturas. Conforme o emprego de matérias-primas e suas proporções e das condições de processamento, os geopolímeros podem apresentar uma grande amplitude de propriedades e características, como alta resistência à compressão, baixa retração, moldagem rápida ou lenta, resistência a ácidos, resistência ao fogo e baixa condutividade térmica (DAVIDOVITS, 1991).

Segundo Davidovits, o cimento geopolimérico com cura à temperatura ambiente pode adquirir resistência à compressão de 20 MPa em 4 horas. Conforme as condições de síntese e cura, esse material pode se assemelhar e ainda superar propriedades do cimento Portland (Andrade, 2019). A Tabela 1 apresenta um comparativo de algumas propriedades do geopolímero e cimento Portland.

Tabela 1 – Comparativo de algumas propriedades do geopolímero e cimento Portland

Propriedades	Geopolímero	Cimento Portland
Custo (TORGAL <i>et al.</i> , 2011)	maior	menor
Formação de matriz imobilizadora de resíduos tóxicos (PROVIS, 2018)	sim	não
Resistência a temperaturas elevadas (DAVIDOVITS, 1991)	alta	baixa
Resistência aos ácidos (DUXSON <i>et al.</i> , 2007; TORGAL e JALALI, 2010)	alta	baixa
Alta resistência inicial (DAVIDOVITS, 2013)	24 horas	Mínimo de 7 dias (CP V)

Fonte: (Andrade, 2019).

Dentre as propriedades do geopolímero, é importante ressaltar que o mesmo apresenta baixos valores de permeabilidade, que favorecem sua aplicação na imobilização de resíduos tóxicos e radioativos. Apresenta boa resistência às altas

temperaturas, o que permite desenvolvimento de estruturas mais resistentes à ação do fogo. Destacam-se a economia de energia e sustentabilidade ambiental, uma vez que a produção de geopolímeros não exige grande quantidade de energia. As emissões de CO₂ são muito baixas em comparação ao cimento Portland (SANTOS, 2017) (BOCA SANTA, 2012) (DAVIDOVITS, 1994).

Os geopolímeros apresentam também excelentes propriedades de durabilidade, elevada resistência ao fogo e consegue resistir a temperaturas na faixa de 1000°C a 1200°C, sem perder características funcionais (BOCA SANTA, 2012).

Os geopolímeros possibilitam a imobilização de metais pesados através de sua matriz polimérica, transformando resíduos em um adesivo sólido (DAVIDOVITS, 1994). Algumas propriedades como temperatura de fusão e coeficiente de expansão térmica estão relacionadas com a razão Si/Al, onde o coeficiente de expansão térmica aumenta de acordo com a quantidade de SiO₂ presente na estrutura do geopolímero (DAVIDOVITS, 1991).

2.3.7 Aplicações do Geopolímeros

Conforme Davidovits, os geopolímeros têm vasta aplicabilidade nas indústrias automobilística, aeronáutica, na metalurgia e construção civil. As aplicações dos materiais geopoliméricos são determinadas pela sua estrutura química, ou seja, pela razão de proporção Si:Al. Os tipos de aplicação dos geopolímeros podem ser classificados conforme a Tabela 2 abaixo (DAVIDOVITS, 1988b).

Tabela 2 - Relação Si:Al e aplicações

Relação Si:Al	Aplicações
1	Tijolos Cerâmica Proteção contra o fogo
2	Cimentos e concretos com baixo CO ₂ Retenção de resíduos tóxicos
3	Compósitos resistentes ao aquecimento (200°C a 1000 °C) Equipamentos de fundição
> 3	Aditivos (colas) para a indústria (200°C a 600°C) Equipamentos para indústria aeronáutica
20 - 35	Fibras e compósitos resistentes ao fogo

Fonte: Adaptado de (DAVIDOVITS, 1988b).

Os geopolímeros podem ser sintetizados a partir de resíduos industriais que contenham em sua estrutura aluminossilicatos amorfos, também possuem características para substituir os cimentos tradicionais, como o Portland. Tem boa aderência para reforço do aço e são duráveis em ambientes agressivos (MIRANDA, FERNÁNDEZ, GONZÁLEZ, PALOMO , 2005).

A composição química utilizada no trabalho foi a relação atômica Si:Al = 2,17 ($\text{SiO}_2:\text{Al}_2\text{O}_3$ molar = 4,35) Al:Na = 1 ($\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Na}_2\text{O}$ molar = 1) e $\text{H}_2\text{O}:\text{Na}_2\text{O}$ molar = 15,91, utilizando metacaulinita de elevada pureza com a área superficial de 1910,4 m² por cada 100g e uma solução de silicato de sódio com relação mássica $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ = 2,36g (RISSARDI, 2019).

Os resultados obtidos por Rissardi, indicam que a estabilidade química do cimento geopolimérico não está ligada a microestrutura do precursor sólido, se é cristalino ou amorfo, mas sim a um conjunto de relações da composição do produto (RISSARDI, 2019).

O emprego de revestimentos protetores em peças metálicas é um mecanismo largamente utilizado, o que incentiva pesquisas para obtenção de revestimentos mais resistentes a situações onde o meio corrosivo é mais agressivo. Os geopolímeros são considerados análogo as zeólitas, e por isso, aplicados como revestimento podem conferir melhoria de propriedades contra corrosão em substratos metálicos.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Um resumo do procedimento experimental deste trabalho é ilustrado pelo fluxograma na Figura 9, abaixo. Este trabalho foi dividido em três etapas. Na primeira etapa foram abordados os materiais de base, substratos de aço e o geopolímero. O geopolímero foi formulado a partir de estudos já realizados. Segundo estudos realizados por Indicatti, a aplicação de geopolímero como revestimento protetor do aço, indicaram que a realização de pré tratamentos no substrato, como fosfatização e nanocerâmicos, apresenta melhor resultado com o substrato sem pré tratamento ou com a aplicação de nanocerâmico.

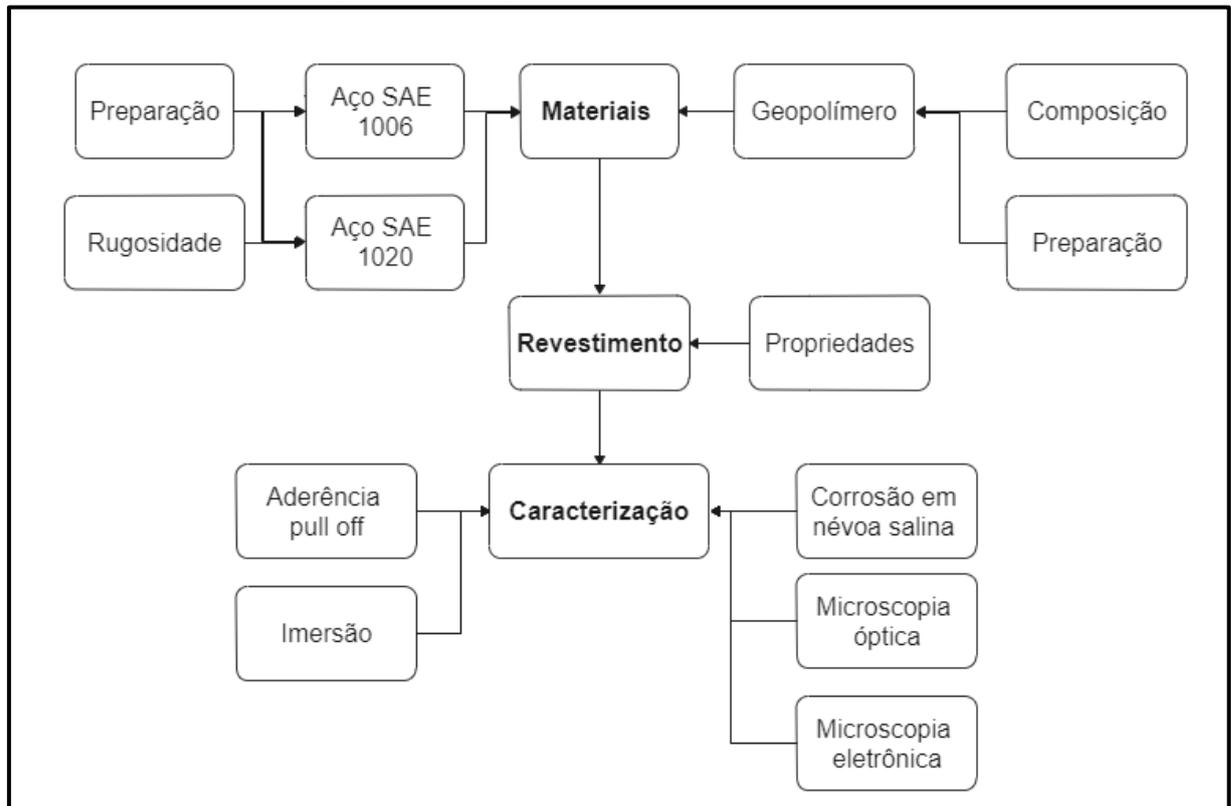
Já quando as amostras foram submetidas a um teste de imersão em água, houve o deslocamento do revestimento sem apresentar corrosão no substrato

metálico. Na imersão em ácido clorídrico 1,0 mol/L, além do deslocamento, houve processo de corrosão em toda a superfície, indicando não haver adesão ao substrato em tais condições.

Esses resultados foram obtidos a partir de um geopolímero com estrutura química de 2,53g de H₂O deionizada, 421,64g de Na₂SiO₃ relação 3,16 e 5,38g de NaOH. Após diluição, adicionado 170,56g de metacaulim.

A segunda etapa foi a obtenção do revestimento geopolimérico e a sua aplicação sobre a superfície dos substratos. A terceira etapa foi a caracterização dos corpos-de-prova revestidos com geopolímero. As etapas estão detalhadas conforme os desdobramentos neste capítulo.

Figura 9 - Diagrama de fluxo deste trabalho



Fonte: Autora (2021).

3.1 Materiais

3.1.1 Aço

Foram utilizados dois tipos de substratos para a aplicação de revestimento geopolímero: aço SAE 1006 e aço SAE 1020, cujas composições químicas são apresentadas na Tabela 3 e Tabela 4, respectivamente. As chapas de aço SAE 1006 (Arcelormital Brasil) possuíam espessura de 0,80 mm, enquanto as chapas de aço SAE 1020 (LCOR) possuíam espessura de 6,00 mm.

O aço SAE 1006 é laminado a frio, de fácil temperabilidade e boa usinabilidade, e por isso, largamente utilizado em setores da construção civil, automobilística e eletroeletrônicos.

O aço SAE 1020 é um dos aços mais utilizados, devido a sua baixa temperabilidade, excelente forjabilidade e soldabilidade, e por isso, largamente utilizado em componentes mecânicos de uso como engrenagens, eixos, virabrequins, eixos-comando, pinos guia e anéis de engrenagem.

Tabela 3 - Composição química do aço SAE 1006 utilizado neste trabalho

Elementos	C	Si	Mn	P	S	Al	Cu	Ni	Cr	N	Fe
Concentração (%)	0,0386	0,011	0,226	0,014	0,0148	0,034	0,016	0,005	0,016	0,001	Restante

Fonte: Adaptado de (Arcelormital Brasil).

Tabela 4 – Composição química do aço SAE 1020 utilizado neste trabalho

Elementos	C	Si	Mn	P	S	Mo	Cu	Ni	Cr	Al	Fe
Concentração (%)	0,210	0,073	0,408	0,023	0,009	0,019	0,144	0,022	0,019	0,045	Restante

Fonte: Adaptado de UCS.

A preparação das amostras foi realizada através do lixamento com o auxílio de lixas de gramaturas 400, 600 e 1000, após foram limpas com acetona, álcool etílico (C₂H₅OH) e secas com o auxílio de um secador.

3.1.2 Metacaulim

O precursor sólido fonte de SiO_2 e Al_2O_3 utilizado para a obtenção de geopolímero foi o metacaulim MetaMax (BASF), cuja composição química é apresentada na Tabela 5.

Tabela 5 – Composição química do metacaulim MetaMax

Material	Composição química (%m)									
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	K_2O	Na_2O	TiO_2	MnO	P_2O_5
Metacaulinita	51,2	45,6	0,4	-	0,4	0,1	-	1,1		0,5

Fonte: Adaptado (RISSARDI, 2019).

3.1.3 Silicato de sódio

O ativador alcalino utilizado foi uma solução de silicato de sódio (Manchester), cujas propriedades são apresentadas na Tabela 6. O Silicato de sódio pode ser chamado de vidro líquido, e é uma solução constituída de SiO_2 e Na_2O .

Tabela 6 – Propriedades do lote da solução de silicato de sódio comercial utilizada

SS 3,3 (Silicato de sódio neutro, Manchester)	
Na_2O (%)	8,44
SiO_2 (%)	27,75
Concentração Total (%)	36,19
Relação mássica $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$	3,3
Densidade (g/cm^3)	1,375
Viscosidade (Pa.s)	0,119
Teor em Fe (ppm)	-

Fonte: Adaptado (RISSARDI, 2019).

3.2 Proporções

As proporções utilizadas para a obtenção do revestimento geopolimérico, foram baseadas em estudos anteriores realizados pelo Laboratório de Corrosão e Proteção Superficial (LCOR) e por Rissardi (2019), conforme a Tabela 7:

Tabela 7 - Proporções utilizadas na formulação do revestimento geopolímero

Metacaulim			Silicato de Sódio				Razões Molares		
Total (g)	SiO ₂ (g)	Al ₂ O ₃ (g)	Total (g)	SiO ₂ (g)	Na ₂ O (g)	H ₂ O (g)	Si:Al	Al:Na	H ₂ O:Na ₂ O
100,00	51,20	45,60	258,20	71,65	21,79	164,76	2,29	1,27	26,04

Fonte: Adaptado de (RISSARDI, 2019).

3.3 Métodos

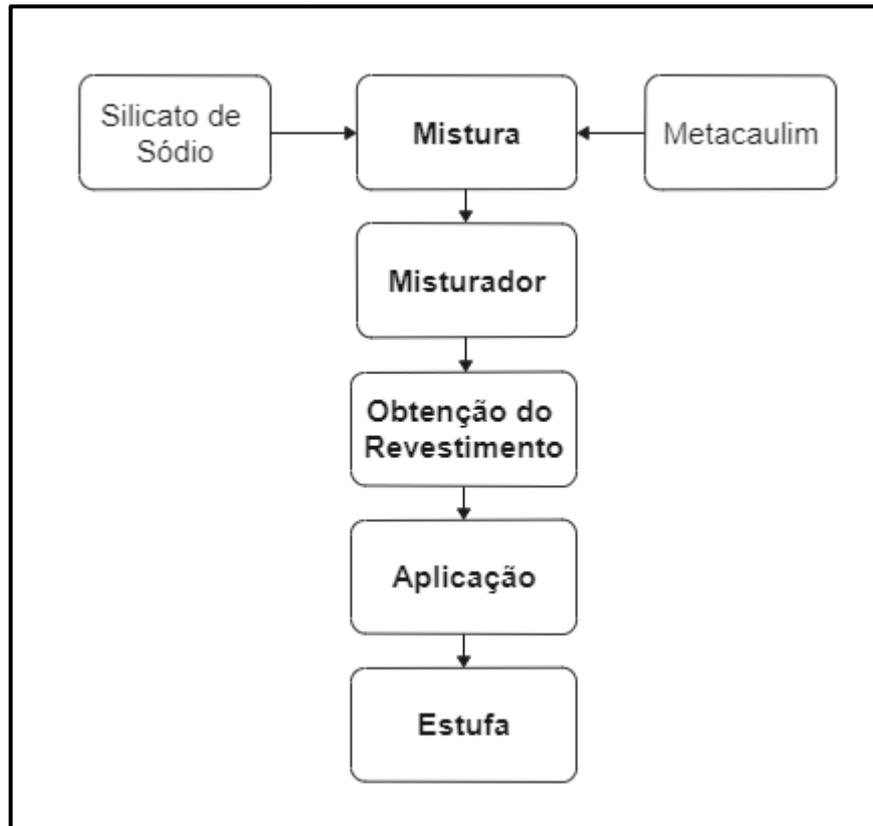
3.3.1 Preparação dos substratos

As amostras dos substratos metálicos foram previamente submetidas a uma etapa de lixamento, com lixas de gramaturas 400, 600 e 1000, para assegurar uma superfície lisa e isenta de oxidação. As dimensões dos corpos-de-prova do aço SAE 1020 foram de 170 mm x 100 mm x 6 mm e as dimensões dos corpos-de-prova do aço SAE 1006 foram 120 mm x 75 mm x 0,8 mm para receber o filme de revestimento.

3.3.2 Preparação do Geopolímero

A obtenção do geopolímero foi realizada no Laboratório de Corrosão e Proteção Superficial (LCOR), da Universidade de Caxias do Sul, a partir das proporções pré-determinadas no item 3.2 conforme estudos prévios e utilizando a sequência conforme o diagrama mostrado na Figura 10:

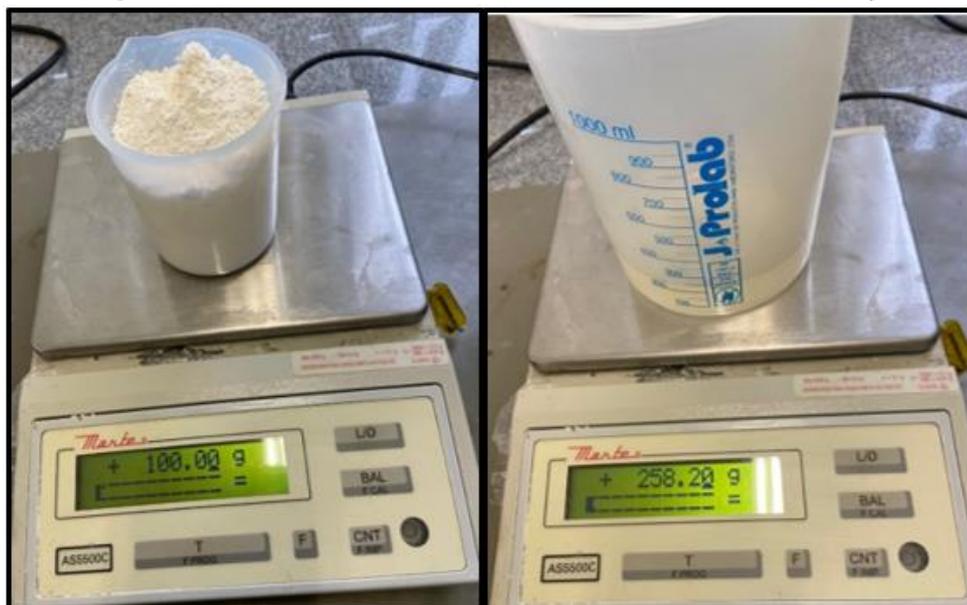
Figura 10 - Diagrama de obtenção do geopolímero



Fonte: Autora (2021).

Em um Béquer de plástico foram pesadas a solução de Silicato de Sódio (líquido) e o Metacaulim (pó), conforme a Figura 11, de acordo com as proporções pré-estabelecidas

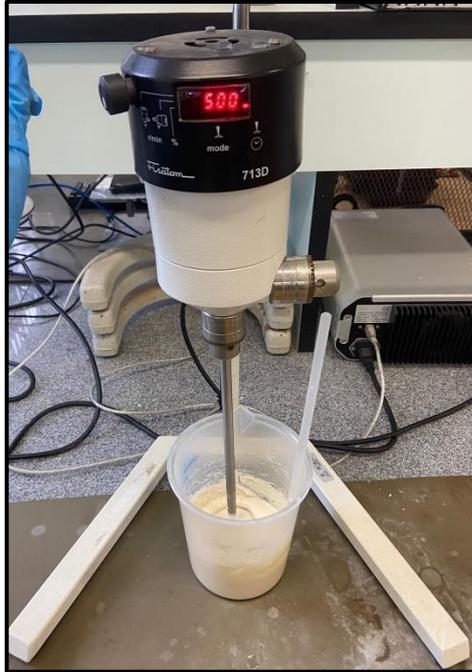
Figura 11 - Metacaulim e Silicato de Sódio sob a balança



Fonte: Autora (2021).

Após utilizou-se um misturador da marca FISATOM para homogeneizar a mistura, pelo período de 5 minutos em uma rotação de 500 rpm. Conforme ilustra a Figura 12.

Figura 12 - Misturador FISATOM



Fonte: Autora (2021).

Posteriormente o filme de geopolímero foi aplicado com um pincel de cerdas macias, sobre as amostras metálicas, conforme mostra a Figura 13:

Figura 13 - Amostras com a aplicação de revestimento geopolimérico



Fonte: Autora (2021).

Para ocorrer a cura completa do geopolímero, as amostras permaneceram por 24 horas na estufa á 60 °C, como é mostrado na Figura 14.

Figura 14 - Amostras dispostas dentro da estufa



Fonte: Autora (2021).

Após o período de cura, percebeu-se que algumas amostras não apresentavam uniformidade na camada de revestimento de geopolímero, conforme é perceptível na Figura 15.

Figura 15 - Amostra aço SAE 1006 após 1ª camada de revestimento geopolímero curado



Fonte: Autora (2021).

Afim de criar um comparativo, em algumas amostras foram aplicadas uma 2ª camada de revestimento geopolímero e submetidas também aos testes de

caracterização. A Figura 16 mostra a mesma amostra de número 5, com a 2ª camada de revestimento após a aplicação e ao lado após o tempo de cura, com a camada do revestimento, visivelmente mais uniforme.

Figura 16 - Amostra 5 aço SAE 1020 com 2ª camada antes e depois da cura



Fonte: Autora (2021).

3.4 Técnicas de Caracterização

3.4.1 Ensaio de microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV/FEG)

A análise por microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV/FEV), tem a imagem formada no vácuo a partir de um feixe concentrado de elétrons, que é varrido sobre a superfície da amostra. Quando os elétrons entram em contato e penetram na superfície, interagindo com os átomos da amostra, resultando na emissão de elétrons ou de fótons. Após uma quantidade dos elétrons emitidos é coletada por detectores, cujos impulsos são usados para modular o brilho de um tubo de raios catódicos. Os impulsos de entrada no tubo variando entre as coordenadas x-y, sincronizando com as voltagens de deflexão do feixe eletrônico, de maneira que cada ponto atingido pelo feixe é mapeado em um ponto correspondente da tela, gerando a imagem da superfície da amostra (STOLF, 2015).

Esta técnica foi realizada no Laboratório Central de Microscopia (LCMIC) na Universidade de Caxias do Sul, as amostras submetidas ao MEV/FEV apresentaram as dimensões de 20 x 20 x 6 mm e 15 x 10 x 0,8 mm.

3.4.2 Ensaio de microscopia óptica

A técnica da microscopia óptica foi realizada pelo Laboratório de Ensaio Mecânicos (LAMEC) na Universidade de Caxias do Sul, com o auxílio do Microscópio ocular (Observer.D1m – Zeiss), conforme a Figura 17.

Figura 17 - Microscópio ocular



Fonte: LAMEC (2021).

A visão panorâmica proporcionada pelo microscópio originou imagem da superfície da camada do revestimento nas amostras de 50 e 20 μm .

3.4.3 Medição de camada

O ensaio de medição de camada foi realizado junto ao Laboratório de Corrosão e Proteção Superficial (LCOR) da Universidade de Caxias do Sul, com o auxílio de um medidor de camada Elcometer 345, conforme a Figura 18 abaixo.

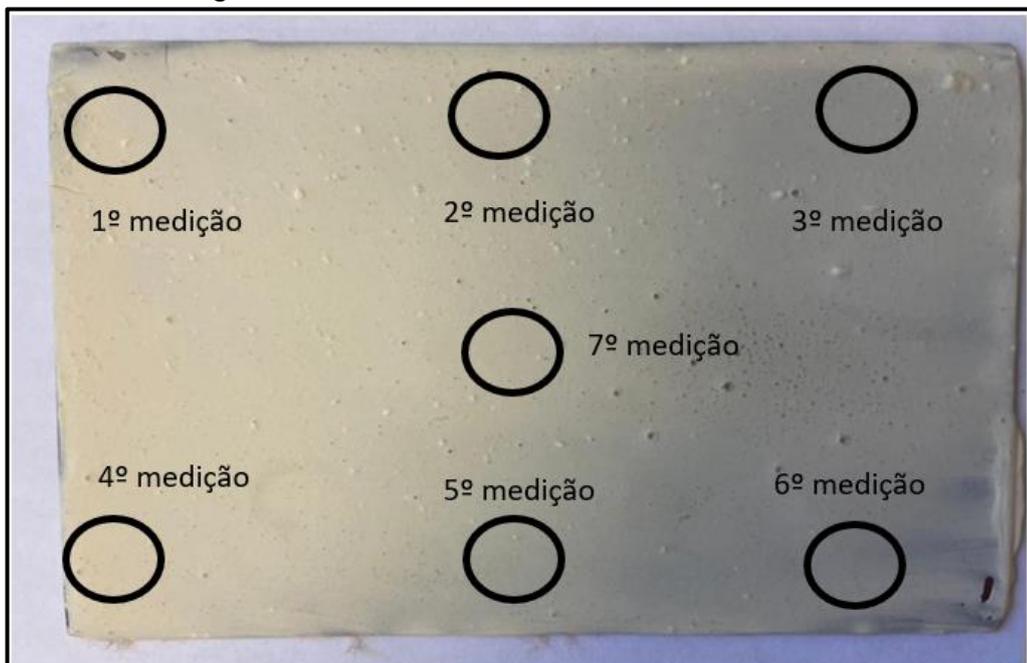
Figura 18 - Medidor de camada Elcometer 345



Fonte: Autora (2021).

Foi possível estabelecer uma média da primeira camada entre as amostras e também uma média para a segunda camada do revestimento geopolímero. A medição foi feita em 7 pontos em cada amostra, como ilustrado na Figura 19.

Figura 19 - Pontos aonde a camada foi medida



Fonte: Autora (2021).

3.4.4 Ensaio de corrosão em névoa salina

O ensaio de corrosão acelerada de névoa salina foi realizado de acordo com a Norma ASTM B117 (Standard Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus) na câmara fechada da marca Bass, modelo USX – 6000/2012. Este ensaio foi realizado no Laboratório de Corrosão e Proteção Superficial (LCOR) da Universidade de Caxias do Sul.

A temperatura da câmara durante o ensaio manteve-se a $35^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, com solução de cloreto de sódio a $5\% \pm 1\%$, com as amostras dispostas em ângulo de 15° a 30° graus em relação ao plano vertical e tiveram a preparação feita com cera de abelha para proteção de cantos e substrato aparente. Os períodos de duração deste ensaio foram de 96 horas, com checagens a cada 24 horas para as amostras com 1 camada de geopolímero e de 240 horas, com checagens a cada 24 horas para as amostras com a 2ª camada do revestimento geopolimérico.

3.4.5 Ensaio de imersão em solução neutra

A execução do ensaio de imersão nas amostras foi realizada junto ao Laboratório de Corrosão (LCOR) na Universidade de Caxias do Sul. Para a preservação do substrato metálico que não foi revestido com geopolímero e suas bordas, as amostras foram preparadas para o ensaio com cera de abelha derretida e aplicada em todo o substrato aparente, conforme é visto na Figura 20.

Figura 20 - Amostras preparadas para o ensaio de imersão em solução neutra

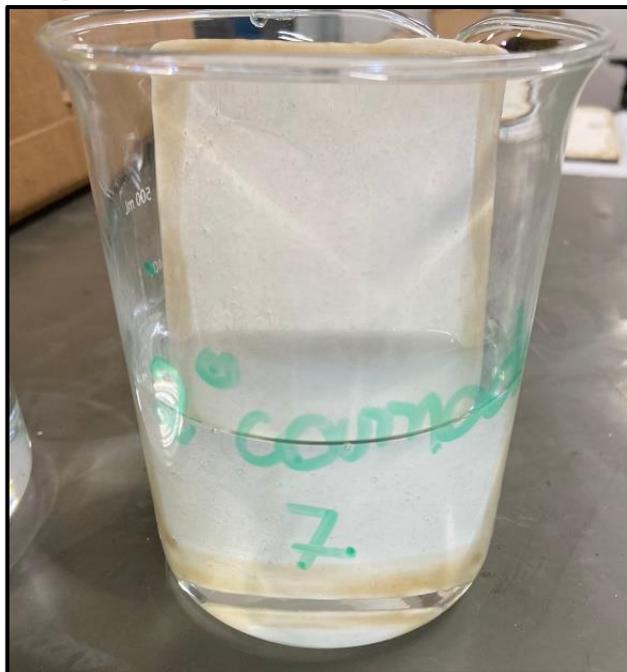




Fonte: Autora (2021).

Após a preparação, as amostras que foram colocadas em sob imersão de H₂O pelo período de 96 horas, conforme a Figura 21.

Figura 21 - Amostra sob imersão de H₂O



Fonte: Autora (2021).

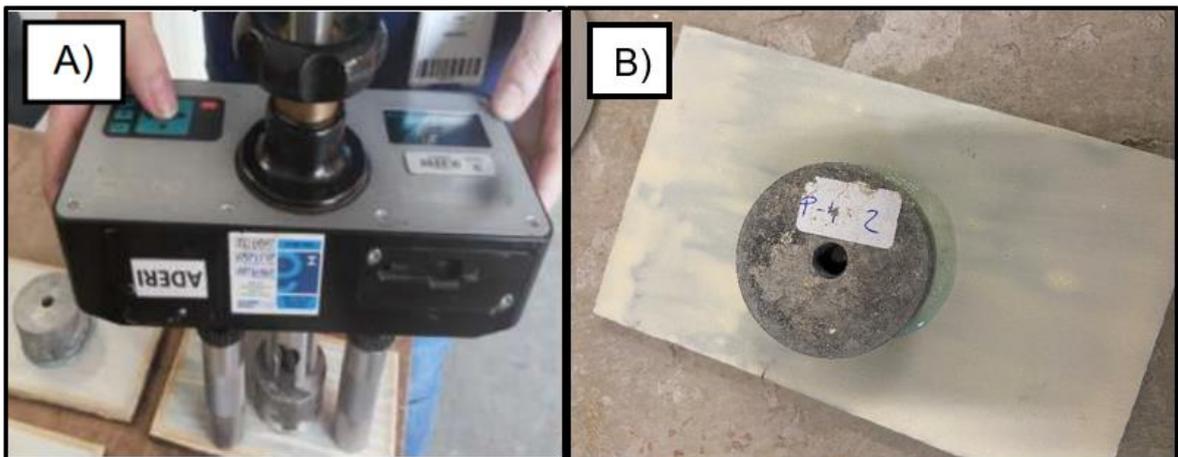
Ao finalizar, as amostras passaram por um período de secagem de 72 horas sobre a bancada em condições de temperatura e umidade ambiente.

3.4.6 Ensaio de aderência pull off

No ensaio de aderência foi utilizando o método pull off (arrancamento), conforme ASTM D4541 (standard test method for pull off strength of coatings using portable adhesion testers) junto ao Laboratório de Tecnologia Construtiva (LBTEC) no campus 8 da Universidade de Caxias do Sul, com o intuito de avaliar a resistência do revestimento geopolimérico à separação do substrato com a aplicação de uma força perpendicular de tração.

A Figura 22 (A) e (B) abaixo, mostra a execução do ensaio de aderência pull off, onde os pinos foram fixados sobre a superfície das amostras revestidas com o geopolímero com o auxílio de uma cola com tempo de secagem de 2 horas.

Figura 22 - A) Equipamento utilizado no ensaio e B) amostra com o pino colado na superfície do revestimento geopolimérico



Fonte: A) Patricia Indicatti (2020) e B) Autora (2021).

3.4.7 Ensaio de rugosidade

Ensaio de rugosidade superficial foi executado nos substratos metálicos antes e pós preparação para a aplicação do revestimento geopolímero conforme as normas NBR ISO 4288:2008 (Especificações geométricas de produto GPS – Rugosidade: Método do perfil – Regras e procedimentos para avaliação de rugosidade) e NBR ISO 4287:2002 (Especificações geométricas do produto (GPS) - Rugosidade: Método do perfil - Termos, definições e parâmetros da rugosidade), realizado pelo Laboratório de Ensaios Mecânicos (LAMEC) na Universidade de Caxias

do Sul. Utilizando o equipamento SurfTest SJ-301 da marca Mitutoyo, conforme a Figura 23:

Figura 23 - Bancada da realização do ensaio com o equipamento SurfTest SJ-301



Fonte: LAMEC (2021).

4 RESULTADOS

4.1 Ensaio de rugosidade superficial

O ensaio de rugosidade foi realizado nos substratos metálicos de ambas as amostras de aço SAE 1006 e aço SAE 1020 conforme recebidas (sem preparação) e após a preparação, com passagem pelas lixas de diferentes gramaturas. A Tabela 8 abaixo traz os dados da amostra em aço SAE 1006.

Tabela 8 - Resultado ensaio de rugosidade no substrato aço SAE 1006

Aço SAE 1006 (espessura 0.8 mm)	Sem preparação	Ra (μm)	Rz (μm)	Rt (μm)
		0,89	4,74	6,55
		1,00	6,14	7,11
		0,92	4,84	6,51
	Média	0,93	5,24	6,73
	Com preparação	0,79	3,7	4,99
		0,79	3,58	4,38
		0,69	3,26	4,24
	Média	0,76	3,51	4,54

Fonte: Autora (2021).

Os parâmetros de avaliação da rugosidade são dados por Ra (rugosidade média principal), média aritmética dos valores absolutos das ordenadas de afastamento, dos pontos do perfil de rugosidade em relação à linha média, dentro do percurso de medição. Por Rz que é a média aritmética dos 5 valores da rugosidade parcial Zi. A rugosidade parcial Zi é definida como a soma dos valores absolutos das ordenadas dos pontos de maiores afastamentos existentes dentro de um comprimento de amostragem. E por Rt (profundidade da rugosidade em segundos) que está definida como a distância vertical entre o pico mais alto e o vale mais profundo dentro do comprimento total de avaliação (Parâmetros de avaliação da rugosidade, 2021).

Observa-se que a amostra em aço SAE 1006 apresentava uma rugosidade maior antes do processo de preparação da superfície com as lixas, que está de acordo com o resultado esperado.

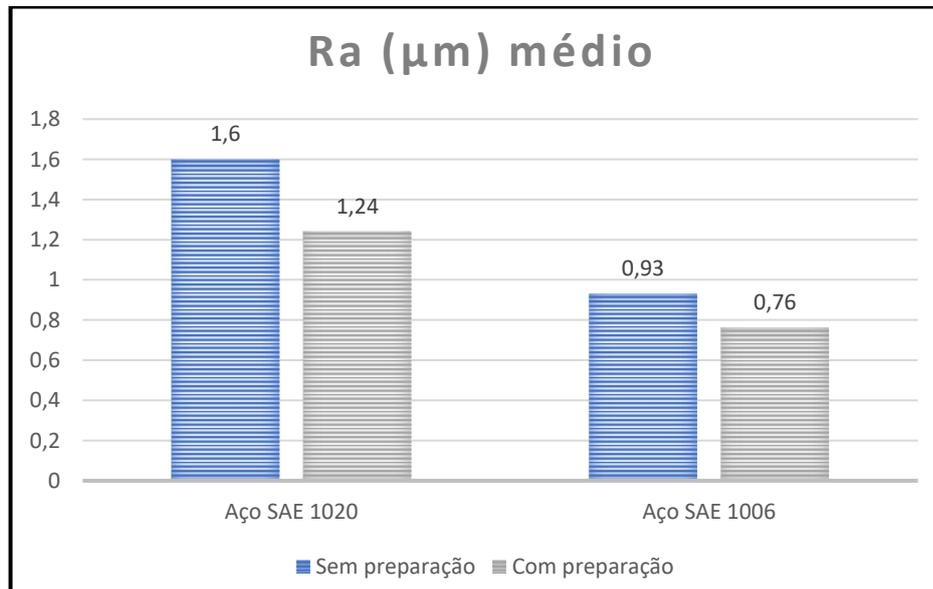
A Tabela 9 abaixo traz os dados obtidos do ensaio de rugosidade da amostra em aço SAE 1020.

Tabela 9 - Resultado ensaio de rugosidade no substrato aço SAE 1020

Aço SAE 1020 (espessura 6 mm)	Sem preparação	Ra (μm)	Rz (μm)	Rt (μm)
		1,43	8,94	11,56
		1,70	10,02	11,31
	1,67	9,20	10,76	
	Média	1,60	9,39	11,21
	Com preparação	1,16	8,97	16,00
		1,30	7,35	8,94
		1,26	6,65	8,13
	Média	1,24	7,65	11,02

Fonte: Autora (2021).

Observa-se que as amostras em aço SAE 1020 também apresentavam uma rugosidade média maior antes do processo de preparação da superfície com as lixas, conforme o gráfico.



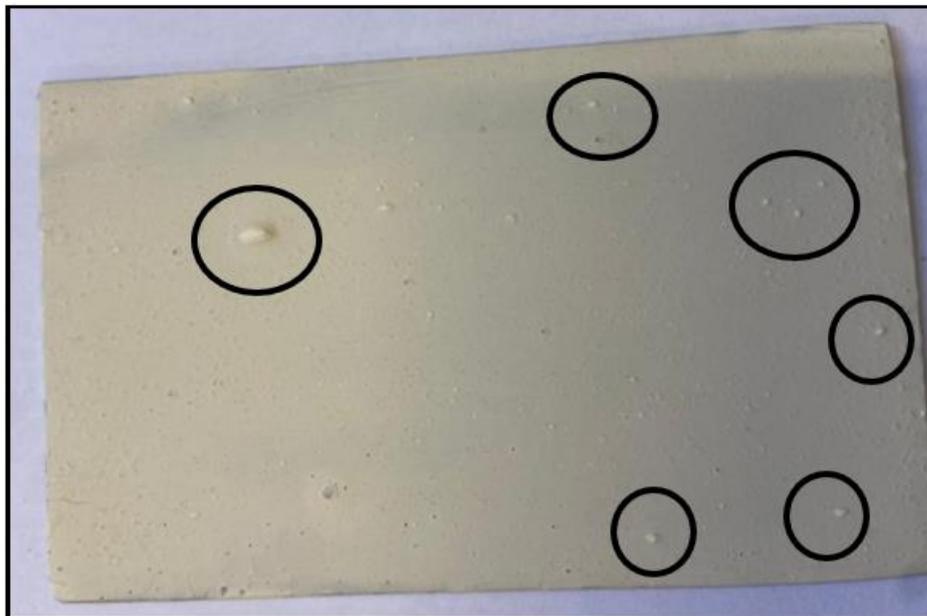
Fonte: Autora (2021).

As amostras em aço SAE 1020 tiveram maior rugosidade média ao serem comparadas com as amostras em aço SAE 1006. O que corrobora com os resultados obtidos nos demais ensaios realizados, como na corrosão em névoa salina que as amostras em aço SAE 1020 obtiveram o melhor desempenho.

4.2 Avaliação Geopolímero

Ao realizar a aplicação da camada de geopolímero sobre as amostras, não ficou visível as possíveis irregularidades da camada, mas sim pequenas partículas sólidas, com mais abundância no geopolímero depositado nas bordas do Becker que o mesmo foi obtido. A partir desta constatação, preferiu-se utilizar o geopolímero localizado ao centro do Becker. A Figura 24 mostra a identificação destas partículas sólidas em uma amostra.

Figura 24 - Amostra após a cura com partículas sólidas



Fonte: Autora (2021).

Ao perceber pequenas bolhas e fissuras na camada de revestimento após o processo de cura, realizou-se uma nova aplicação do revestimento geopolímero em algumas peças, após o segundo processo de cura, o resultado obtido foi uma camada de revestimento mais uniforme, como é mostrado na Figura 25.

Figura 25 - Amostra 4 após o processo de cura da 2ª camada



Fonte: Autora (2021).

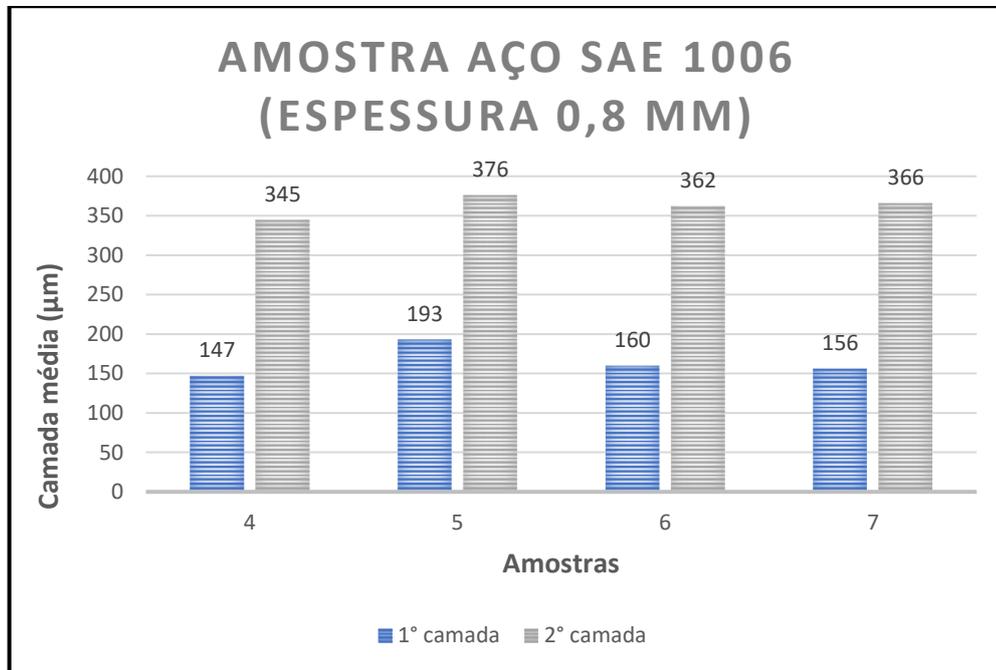
A Tabela 10 traz os valores médios de espessura de camada obtidos para amostras em aço SAE 1006.

Tabela 10 - Valores médios das camadas obtidos das amostras de aço SAE 1006

	Amostra	1ª Camada média (µm)	2ª Camada média (µm)
Amostra aço SAE 1006 (espessura 0,8 mm)	1	195	0
	2	173	0
	3	185	0
	4	147	345
	5	193	376
	6	160	362
	7	156	366
	8	165	0
	9	172	0
	10	198	0
	11	150	0
	12	194	0
	13	193	0
	14	198	0

Fonte: Autora (2021).

O Gráfico mostra a representação das espessuras das camadas dos corpos de prova em aço SAE 1006, que apresenta na 1ª camada a média de 182 μm e na 2ª camada a média de 361 μm .



Fonte: Autora (2021).

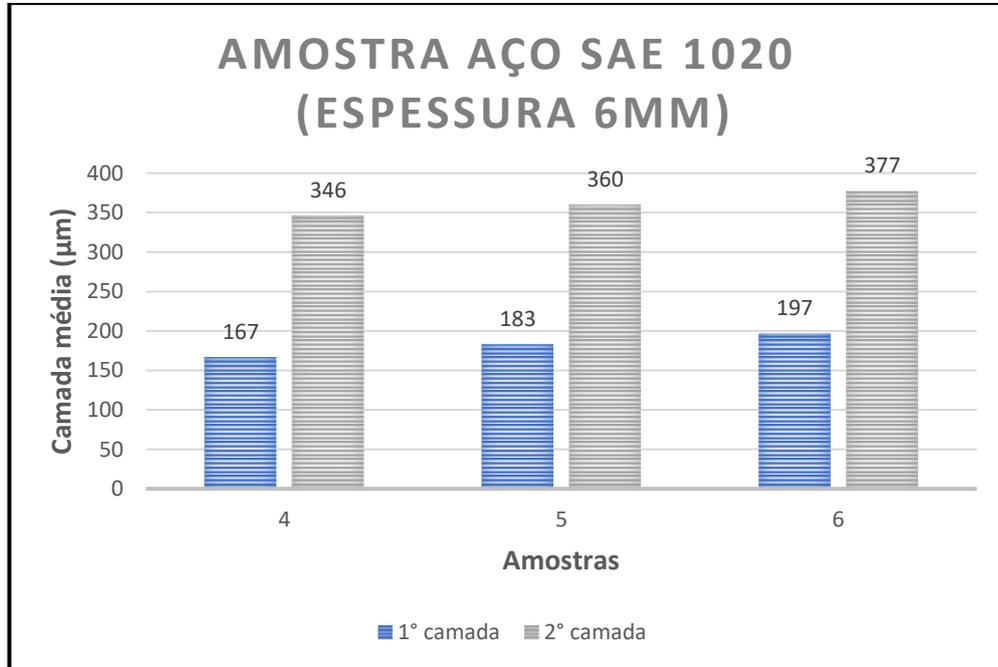
A Tabela 11 traz os valores médios de espessura de camada obtidos para amostras em aço SAE 1020.

Tabela 11 - Valores médios das camadas obtidos das amostras de aço SAE 1020

	Amostra	1ª Camada média (μm)	2ª Camada média (μm)
Amostra aço SAE 1020 (espessura 6mm)	1	170	0
	2	173	0
	3	191	0
	4	167	346
	5	183	360
	6	197	377
	7	191	0
	8	169	0
	9	192	0
	10	183	0
	11	181	0
	12	186	0

Fonte: Autora (2021).

O Gráfico mostra a representação das espessuras das camadas dos corpos de prova em aço SAE 1020, que apresenta na 1ª camada a média de 164 µm e na 2ª camada a média de 362 µm.



Fonte: Autora (2021).

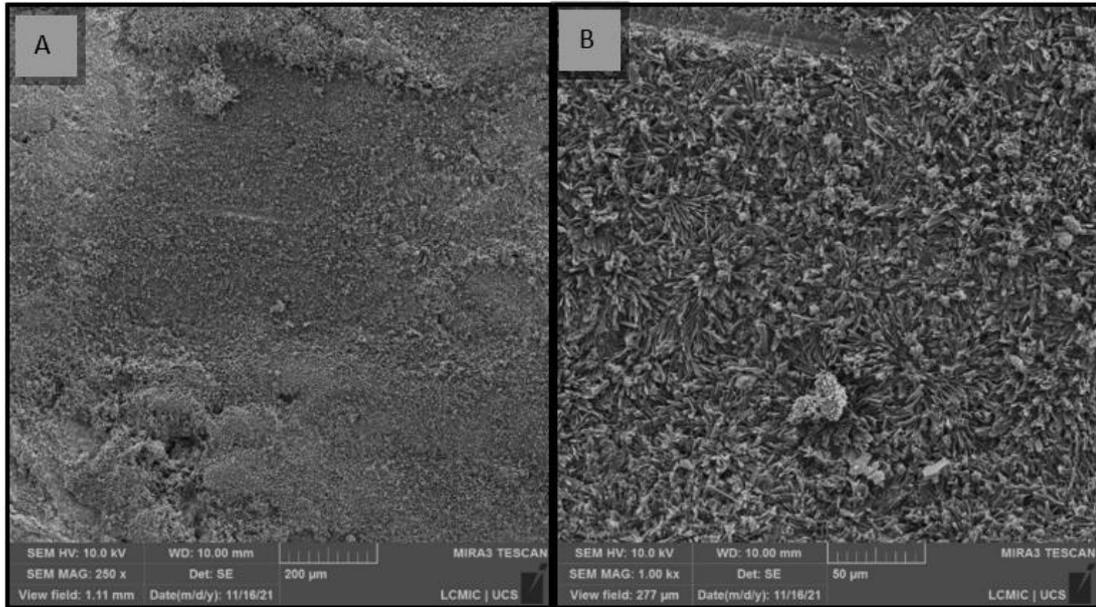
Considerando a margem variação, as 2ª camadas estão com a espessuras mais uniformes, do que as 1ª camadas de revestimento, o que condiz com o aspecto visual das amostras.

4.3 Ensaio de microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV/FEG)

Durante o processo de corte das amostras para a adequação de tamanho que a técnica do MEV necessita, ocorreu o deslocamento do revestimento geopolímero do substrato metálico de todas as amostras, o que impossibilitou que o ensaio fosse realizado com as mesmas. A adequação de tamanho também foi realizada nas amostras que passaram pelo ensaio de névoa salina, onde o resultado do corte foi satisfatório para uma amostra em aço SAE 1006 com 2 camadas de revestimento e para três amostras em aço SAE 1020 com 1 camada de revestimento.

A Figura 26 (A e B) abaixo, exibe a amostra 05 de aço SAE 1006 com 2 camadas de revestimento, onde é possível visualizar em sua morfologia aglomerado de partículas, fissuras e irregularidades na camada superficial do revestimento.

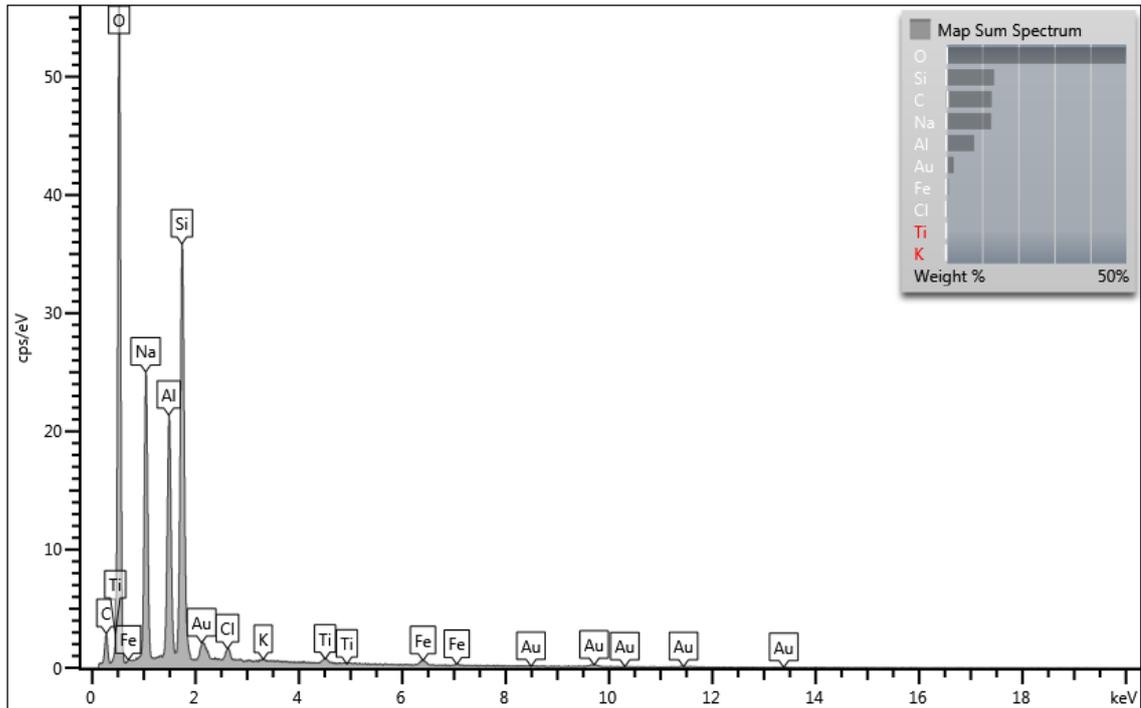
Figura 26 - Imagens de MEV obtidas para a amostra 05 SAE 1006 revestida com 2 camadas de geopolímero: (A) 250 x e (B) 1 kx



Fonte: LCMIC.

O espectro EDS (Espectroscopia por energia dispersiva) da amostra 05 em SAE 1006 com 1 camada de revestimento geopolímero (Figura 27) exibe a composição do geopolímero com os elementos químicos O, Si, Al e Na, juntamente com produto de corrosão vermelha e seus elementos químicos Fe, O e C. Também é possível identificar alguns elementos derivados do ensaio de névoa salina, como o Cl (Cloro), conforme Figura 27.

Figura 27 - Espectro EDS da amostra 05 em SAE 1006 com 1 camada de revestimento geopolímero

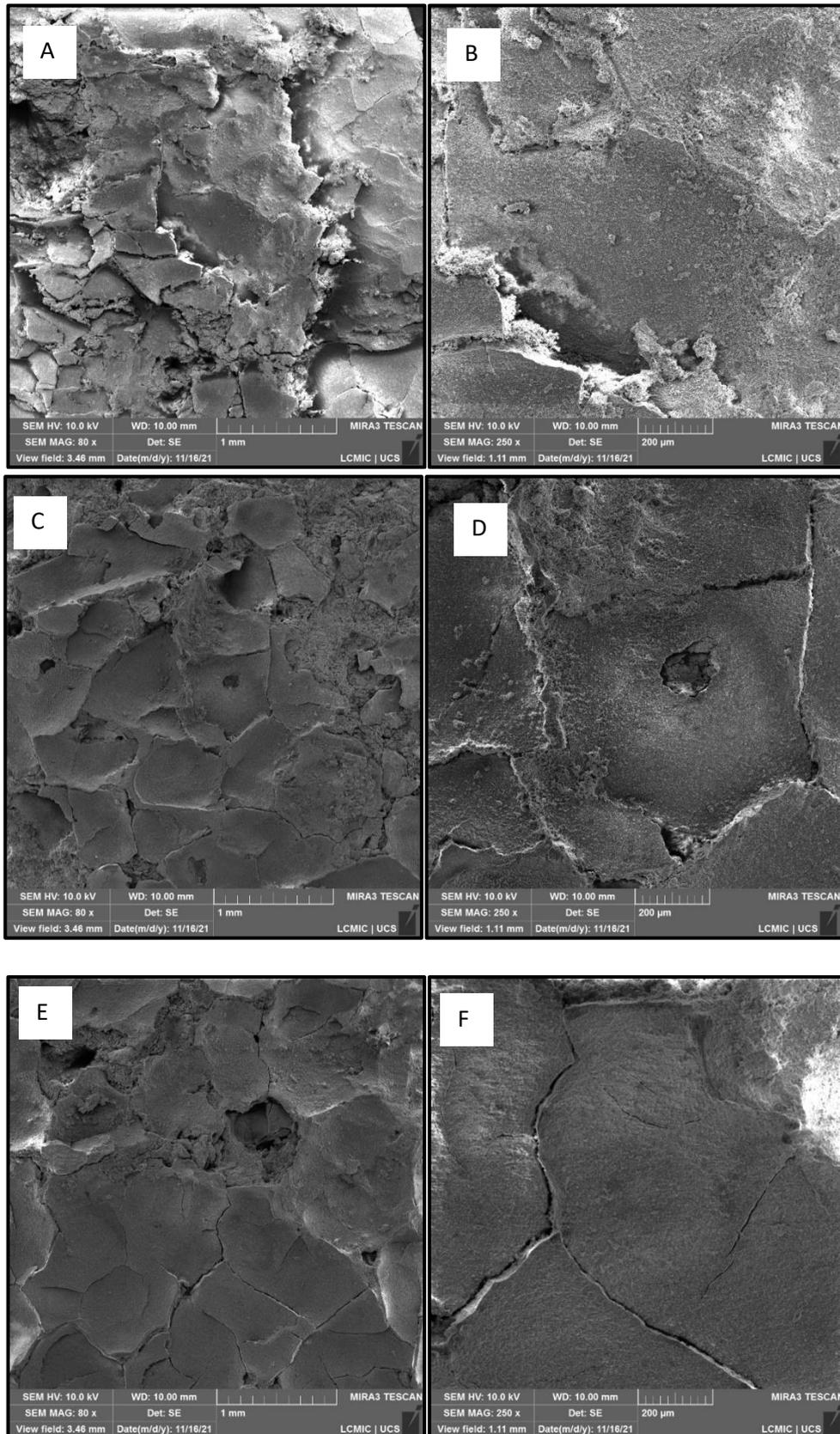


Fonte: LCMIC.

Os elementos químicos evidenciados a partir do espectro de EDS são semelhantes em todas as amostras submetidas a esta caracterização.

A Figura 28 (A, B, C, D, E e F) abaixo, das amostras 07, 08 e 09 em aço SAE 1020 com 1 camada de revestimento, apresentaram resultados similares onde é possível perceber falhas, irregularidades, trincas, porosidade e deslocamento na camada do revestimento geopolímero.

Figura 28 - Imagens de MEV obtidas para as amostras de aço SAE 1020 revestidas com uma camada de geopolímero: (A) amostra 07, 80 x, (B) amostra 07, 250 x, (C) amostra 08, 80 x, (D) amostra 08, 250 x, (E) amostra 09, 80 x, (F) amostra 09, 250 x.



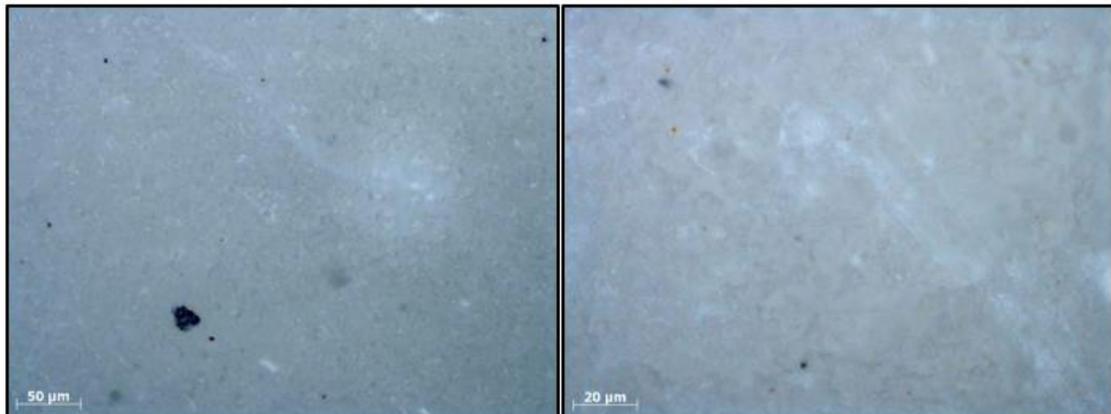
Fonte: LCMIC.

Os resultados obtidos no ensaio de MEV/FEG apresentam características similares às encontrados no estudo realizado anteriormente por Indicatti, onde foram utilizadas amostras sem pré tratamento de superfície do substrato metálico e com pré tratamento de fosfato e nanocerâmico do substrato metálico. Em todas as amostras analisadas, após a aplicação do revestimento geopolímero sugeriram falhas, fissuras e poros. A melhor relação encontrada por Indicatti foi entre o corpo de prova com pré tratamento nanocerâmico o revestimento geopolímero.

4.3.1 Ensaio de microscopia óptica superficial

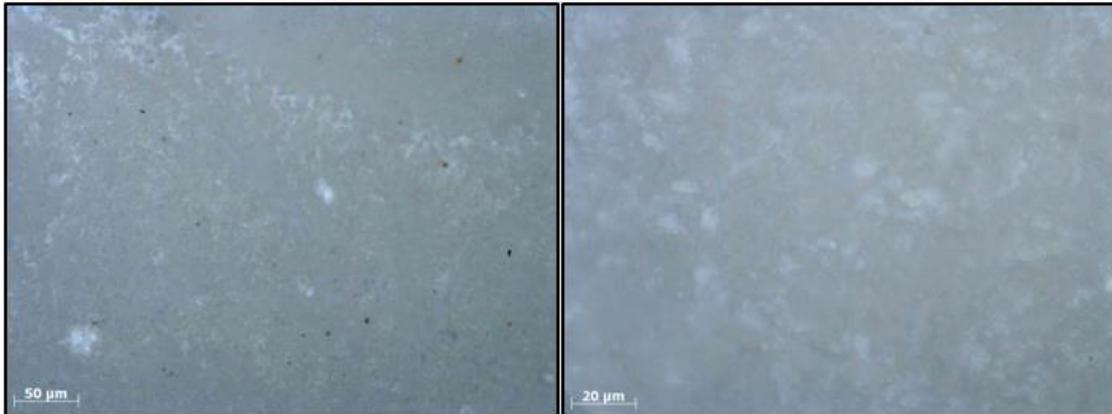
A microscopia óptica foi realizada em amostras com 1 e 2 camadas de revestimento, e, em ambas as camadas das amostras ficaram evidentes as falhas na aplicação uniforme do revestimento geopolímero. As Figuras 29 e 30 mostram as superfícies das amostras, nelas podemos observar que a segunda camada apresentou menos defeitos superficiais.

Figura 29 - Imagem obtida por microscopia óptica para a amostra com 1 camada de revestimento geopolímero.



Fonte: LAMEC (2021).

Figura 30 - Imagem obtida por microscopia óptica para a amostra com 2 camada de revestimento geopolímero.



Fonte: LAMEC (2021).

4.4 Ensaio de corrosão em névoa salina

A condição das amostras em aço SAE 1006 com uma camada de revestimento geopolímero no início do ensaio em névoa salina apresentavam pequenas irregularidades, conforme a Figura 31.

Figura 31 - Amostra aço SAE 1006 com uma camada de revestimento antes do ensaio de névoa salina



Fonte: LCOR (2021).

A condição das amostras em aço SAE 1020 com uma camada de revestimento geopolímero no início do ensaio em névoa salina apresentavam pequenas irregularidades e poros maiores do que as amostras em aço SAE 1006, conforme a Figura 32.

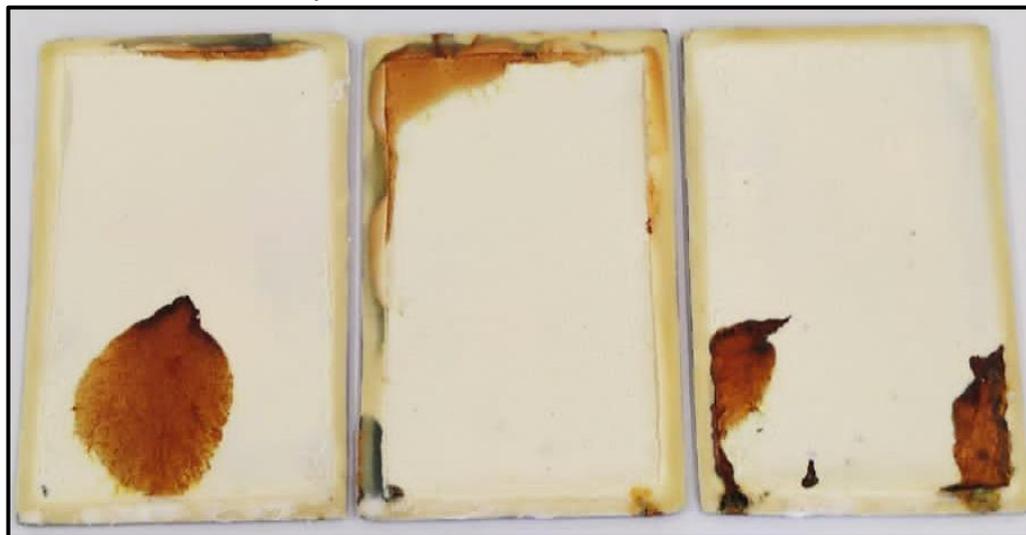
Figura 32 - Amostra SAE 1020 com uma camada de revestimento geopolímero antes do ensaio de névoa salina



Fonte: LCOR (2021).

Durante o ensaio de névoa salina nas amostras com uma camada de revestimento geopolímero, a aparição de produto de corrosão deu-se após 48 horas em ambas as amostras de aço SAE 1006 e aço SAE 1020, a Figura 33 corresponde a esta observação.

Figura 33 - Amostra aço SAE 1006 com uma camada de revestimento geopolímero após 48 horas em névoa salina

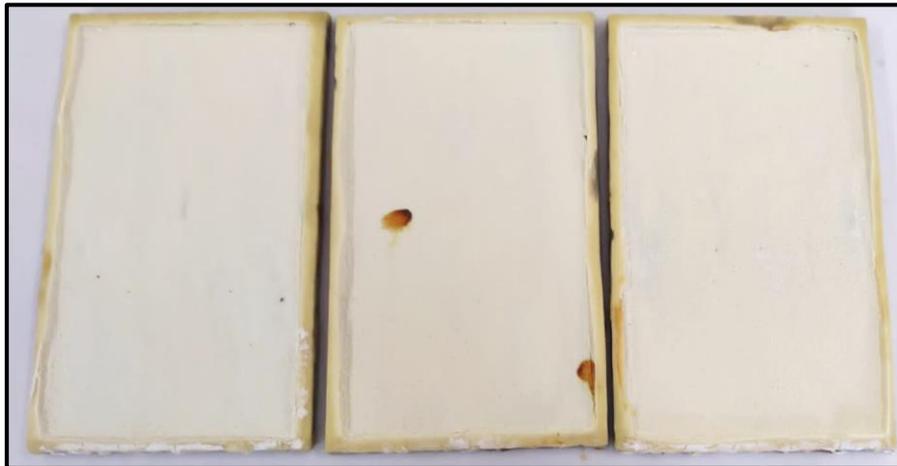


Fonte: LCOR (2021).

O produto de corrosão vermelha com escorrimento é visível em todas as amostras submetidas ao ensaio em pontos variados onde o revestimento apresentava irregularidades.

As amostras de aço SAE 1020 após 48 horas de ensaio apresentaram um resultado superior às amostras do SAE 1006, com aparição de um pequeno ponto de corrosão vermelha em apenas uma amostra, conforme a Figura 34.

Figura 34 - Amostras aço SAE 1020 com uma camada de revestimento geopolímero após 48 horas em névoa salina



Fonte: LCOR (2021).

O final do ensaio foi dado totalizando 96 horas para as amostras, constada corrosão vermelha evidente com acúmulo e escorrimento de produto de corrosão vermelha em várias regiões superficiais de todas as amostras com uma camada de revestimento geopolímero, conforme a Figura 35:

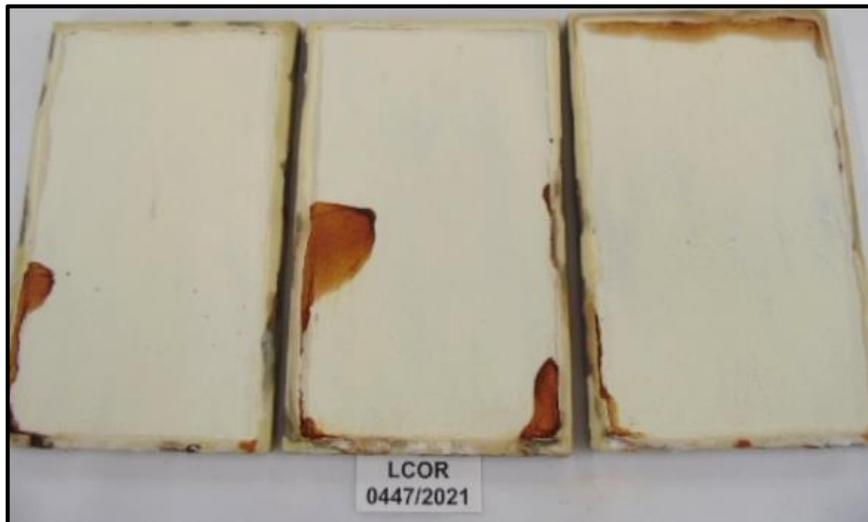
Figura 35 - Amostras de aço SAE 1006 com uma camada de revestimento geopolímero após 96 horas em névoa salina



Fonte: LCOR (2021).

As amostras com 1 camada de revestimento geopolímero do material aço SAE 1020 apresentaram maior resistência à corrosão em névoa salina quando comparados ao aço SAE 1006. Com o mesmo tempo de ensaio, a corrosão vermelha aparente foi significativamente menor. A Figura 36 retrata este fato.

Figura 36 - Amostras de aço SAE 1020 com uma camada de revestimento geopolímero após 96 horas em névoa salina



Fonte: LCOR (2021).

O ensaio de corrosão em névoa salina também foi realizado para uma amostra de cada substrato com a aplicação da 2ª camada do revestimento geopolímero.

A amostra em aço SAE 1006 com duas camadas de revestimento geopolímero apresentou uma melhor performance se comparada ao mesmo substrato com uma camada de revestimento. A Figura 37 mostra o resultado após 48 horas de ensaio.

Figura 37 - Amostra de aço SAE 1006 com duas camadas de revestimento geopolímero após 48 horas em névoa salina



Fonte: LCOR (2021).

Já a amostra em aço SAE 1020 com duas camadas de revestimento geopolímero não apresentou produto de corrosão por 168 horas de ensaio, o que é uma melhoria na performance de 350% se comparada ao mesmo substrato com uma camada de revestimento para o tempo de aparição do primeiro produto de corrosão. A Figura 38 mostra o resultado.

Figura 38 - Amostras de aço SAE 1020 com duas camadas de revestimento geopolímero após 168 horas em névoa salina



Fonte: LCOR (2021).

O ensaio foi finalizado em 240 horas. A amostra de substrato aço SAE 1006 com duas camadas de revestimento geopolímero apresentou aspecto de enrugamento em grande parte da superfície, bem como corrosão vermelha evidente com acúmulo e escorrimento de produto de corrosão vermelha na superfície da região inferior da amostra, conforme a Figura 39 abaixo:

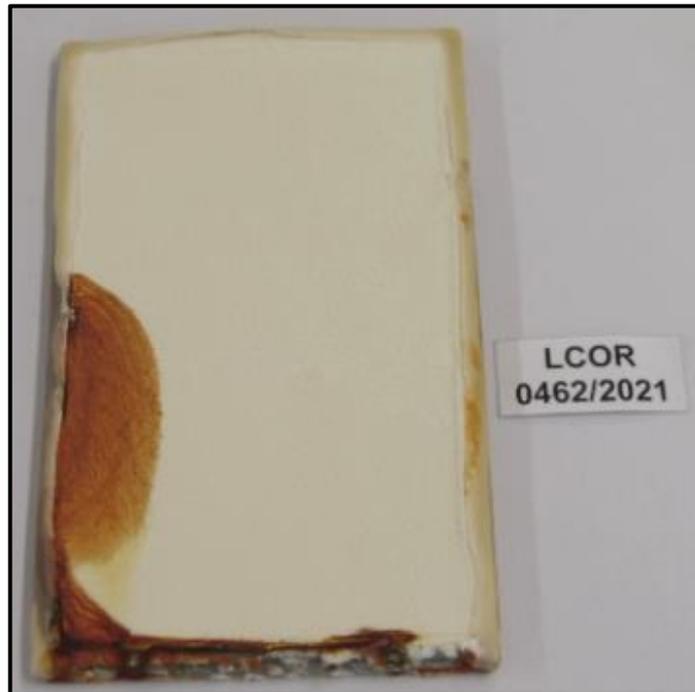
Figura 39 - Amostra de aço SAE 1006 com duas camadas de revestimento geopolímero após 240 horas em névoa salina



Fonte: LCOR (2021).

A amostra de substrato aço SAE 1020 com duas camadas de revestimento geopolímero apresentou corrosão vermelha com acúmulo e escorrimento de produto de corrosão vermelha na superfície da região da superfície da amostra, conforme a Figura 40:

Figura 40 - Amostra de aço SAE 1020 com duas camadas de revestimento geopolímero após 240 horas em névoa salina



Fonte: LCOR (2021)

O material aço SAE 1020 com a 2ª camada de revestimento geopolímero foi o que apresentou melhor resultado no ensaio de corrosão em névoa salina em 240 horas.

4.5 Ensaio em imersão em solução neutra

Após o período de 96 horas de imersão em H₂O, as amostras em aço SAE 1006 com uma camada de revestimento geopolímero apresentaram uma resistência inferior as amostras em aço SAE 1020, conforme a Figura 41.

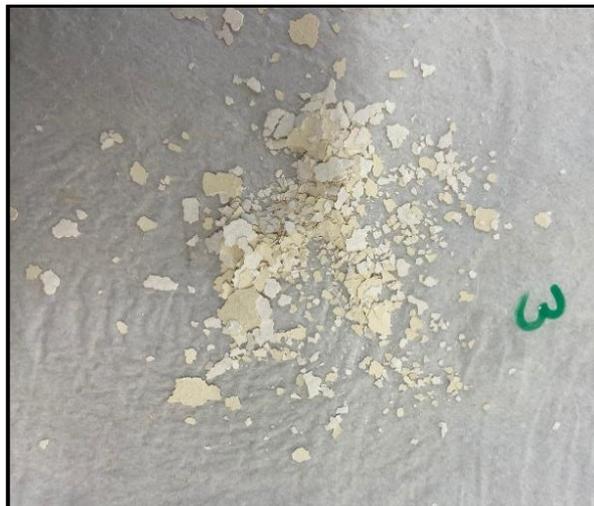
Figura 41 - Amostras de aço SAE 1006 com 1 camada de revestimento geopolímero após imersão de 96 horas e posterior secagem sob a bancada por 72 horas



Fonte: Autora (2021)

O fenômeno de deslocamento do revestimento foi notado nas primeiras 48 horas de imersão. O revestimento foi identificado também como resíduo no fundo do Becker ao final das 96 horas de imersão. A Figura 42 mostra o revestimento deslocado.

Figura 42 - Partículas deslocadas da amostra de aço SAE 1006 com 1 camada de revestimento geopolímero após 96 horas de imersão em H₂O



Fonte: Autora (2021)

As amostras em aço SAE 1020 com uma camada de revestimento apresentaram boa resistência ao ensaio de imersão em H₂O. Não apresentaram o fenômeno de deslocamento do revestimento visto nas amostras de aço SAE 1006, conforme pode ser observado na Figura 43.

Figura 43 - Amostras de aço SAE 1020 com 1 camada de revestimento geopolímero após imersão de 96 horas e posterior secagem sob a bancada por 72 horas

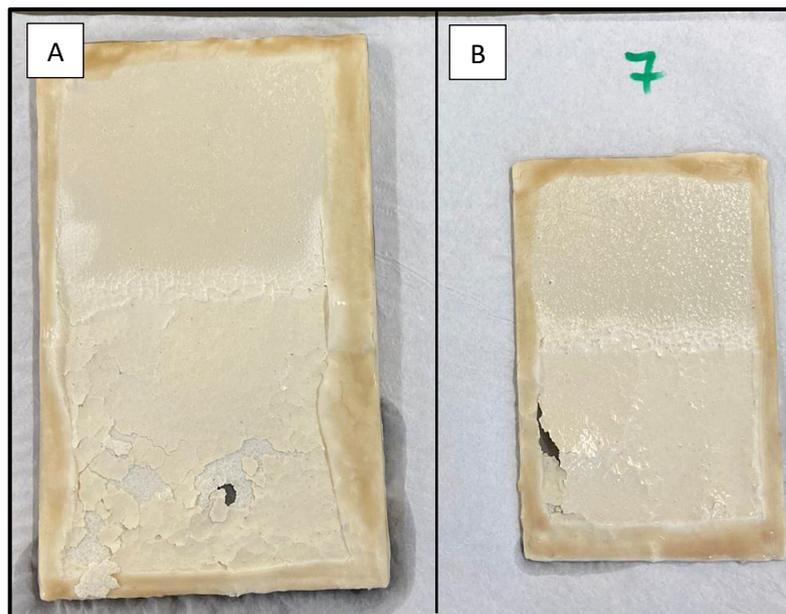


Fonte: Autora (2021)

O melhor resultado foi apresentado pela amostra 02 do aço SAE 1020, onde não houve deslocamento do revestimento geopolímero do substrato metálico.

As amostras com a 2ª camada de revestimento de ambos os substratos não apresentaram uma melhora em comparação com as amostras com uma camada. Na Figura 44, as amostras logo após o término do ensaio de imersão.

Figura 44 - Amostras com 2 camadas de revestimento geopolímero após 96 horas de ensaio de imersão em H₂O: (A) SAE 1006 e (B) SAE 1020



Fonte: Autora (2021)

4.6 Ensaio de aderência pull off

Seis amostras foram submetidas ao ensaio de aderência, dentre elas, uma de cada aço com a aplicação da 2ª camada de revestimento geopolímero. O LBTEC informou que as amostras em aço SAE 1006 (espessura 0,8 mm) não puderam ser ensaiadas pois apresentaram deformação mecânica.

As amostras em aço SAE 1020 foram ensaiadas, porém algumas apresentaram deslocamento do revestimento logo após a colagem do pino para iniciar o arrancamento por aderência, como mostra a Figura 45.

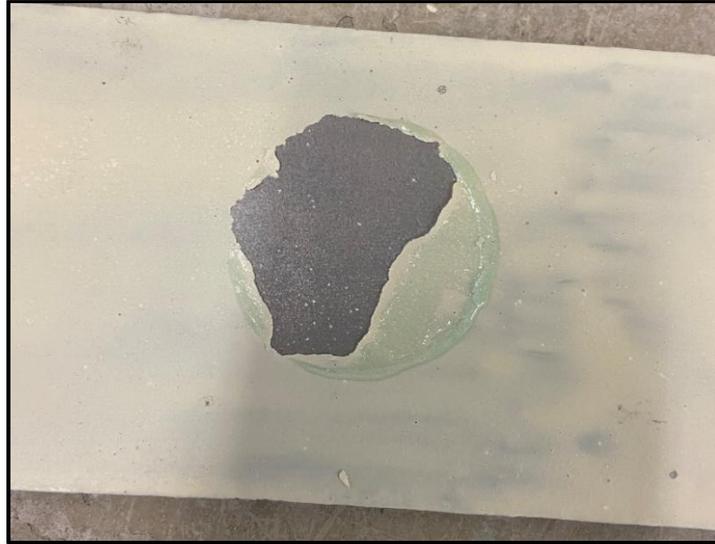
Figura 45 - Amostra em aço SAE 1020 com deslocamento do revestimento geopolímero após o ensaio de pull off



Fonte: Autora (2021)

A amostra em aço SAE 1020 em que o ensaio de aderência teve melhor êxito ao ser realizado, foi a amostra de número 10 (com uma camada de revestimento) que resultou em 80% do revestimento arrancado, conforme a Figura 46, demonstrando uma baixa aderência.

Figura 46 - Amostra em SAE 1020 com deslocamento de 80% do revestimento após o ensaio de pull off



Fonte: Autora (2021).

Os resultados obtidos por Indicatti, no estudo anterior, no ensaio de aderência pull off, onde foram utilizadas amostras sem pré tratamento de superfície do substrato metálico e com pré tratamento de fosfato e nanocerâmico do substrato metálico, foram superiores aos resultados encontrados neste estudo. Para Indicatti, as amostras analisadas sem pré tratamento de superfície apresentaram nenhuma área de arrancamento do revestimento geopolímero. Já nas amostras com pré tratamento de superfície de fosfato e nanocerâmico, houve arrancamento de 40 a 90% do revestimento geopolímero da superfície do substrato metálico.

5 CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos neste estudo, pode-se concluir que a metodologia de mistura dos componentes para ativação da pasta geopolimérica aparentava ser eficiente, pois tinha aspecto visual homogêneo, liso e firme. Ao ser espalhada nos substratos metálicos, ficou evidente o aparecimento de partículas sólidas na composição do revestimento, o que indica que o tempo de mistura poderia ter sido maior, e o recipiente poderia ter sido diferente para uma melhor incorporação dos materiais. Após o tempo de cura das amostras em estufa, trincas e bolhas ficaram visíveis, evidenciando que o revestimento geopolímero necessitava uma camada mais homogênea através de uma forma diferente de aplicação. Na preparação da segunda camada de revestimento geopolímero, com os cuidados mencionados acima, a pasta apresentou um aspecto mais homogêneo após a aplicação nas amostras. A variação de espessuras de camada encontradas ao medir as mesmas, deixou claro que o método de aplicação do revestimento utilizado, um pincel, não pode ser considerado o mais adequado para uma boa ancoragem e aderência ao substrato metálico.

A análise de microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo, apresentou um resultado parcial, pois as amostras utilizadas no MEV já haviam sido submetidas ao ensaio de corrosão por névoa salina, o que comprometeu parte da avaliação das amostras em ambas as camadas. Porém, foi possível visualizar a irregularidade e porosidade do revestimento geopolímero na superfície dos substratos metálicos.

No ensaio de microscopia óptica superficial foi possível identificar que a aplicação da segunda camada de revestimento trouxe maior proteção e uniformidade aos substratos metálicos, onde ficou aparente a maior cobertura, maior espessura de camada, uma superfície mais homogênea e com menor incidência de defeitos superficiais.

No ensaio de névoa salina as amostras de aço SAE 1006 com 1 camada de revestimento apresentaram uma resistência inferior as amostras de aço SAE 1020 também com 1 camada de revestimento, com produto de corrosão vermelha em todas as amostras em 48 horas de ensaio. Onde as amostras em aço SAE 1020 apresentaram corrosão vermelha em todas as amostras somente após 96 horas de ensaio. Ambas as amostras com a 2 camada do revestimento geopolímero obtiveram

uma melhora expressiva ao suportar o ensaio de névoa salina por 240 horas e apresentar processo de corrosão inferior ao do ensaio com 1 camada. As amostras em aço SAE 1020 performaram melhor em ambos os ensaios.

Todas as amostras submetidas ao ensaio de imersão apresentaram deslocamento do revestimento geopolímero do substrato metálico. As amostras com 1 camada de revestimento do aço SAE 1006 apresentaram menor resistência ao ensaio, ao término do experimento ficaram totalmente sem revestimento. Já as amostras de aço SAE 1020 apresentaram deslocamento nas bordas, onde havia a proteção com cera de abelha. As amostras com a aplicação da 2ª camada de revestimento, em ambos os substratos, também apresentaram deslocamento, não sendo possível considerar que apresentou maior resistência à solução neutra.

No ensaio de aderência, as amostras em aço SAE 1006 não puderam ser analisadas, pois sofreram deformação mecânica na preparação do ensaio. As amostras em aço SAE 1020 apresentaram fragilidade no revestimento deslocando cerca de 80% da superfície e também da superfície que não fazia parte do ensaio, independentemente da quantidade de camadas.

A utilização de aços SAE 1006 e aço SAE 1020, teve como intuito testar a influência da rugosidade do substrato em relação a aderência do revestimento geopolímero, ambos com a mesma preparação. O aço SAE 1006 de espessura 0,8 mm com rugosidade inicial sem preparação foi de Ra 0,93 μm , e com preparação de Ra 0,76 μm . O aço SAE 1020 de espessura 6 mm com rugosidade inicial sem preparação foi de Ra 1,60 μm , e com preparação de Ra 1,24 μm . O que demonstrou que a ancoragem do revestimento foi mais satisfatória do aço SAE 1020, por ser mais rugoso.

Baseado nos resultados obtidos, pode-se concluir que o revestimento geopolímero apresentou melhores resultados nas amostras em aço SAE 1020 com a 2ª camada de revestimento, os resultados preliminares são promissores, entretanto para uso industrial, seria aconselhável considerar as sugestões para trabalhos futuros.

Sugestão para trabalhos futuros

- Avaliação de um método de aplicação do revestimento geopolímero sobre o substrato metálico de forma mais uniforme e homogênea, do que com pincel.
- Estudo do tempo de cura da 1^o camada de revestimento para melhorar a aderência da 2^o camada de geopolímero.
- Variação da rugosidade do substrato metálico.

6 BIBLIOGRAFIA

ANDRADE, B. Estudo da obtenção de geopolímero a partir de aluminossilicato sintetizado via sol-gel. Dissertação (Mestrado) Universidade Federal de Minas Gerais, 2019.

BARBOSA, V. F. Síntese e caracterização de polissialatos. Tese (Doutorado). Instituto Militar de Engenharia, 1999.

BOCA SANTA, R. Desenvolvimento de geopolímeros a partir de cinzas pesadas oriundas da queima do carvão mineral e metacaulim sintetizado a partir de resíduo da indústria de papel. Dissertação (Mestrado) Universidade Federal de Santa Catarina, 2012.

Bhardwaj, P., Gupta, R., Mishra, D. *et al.* Corrosion and Fire Protective Behavior of Advanced Phosphatic Geopolymeric Coating on Mild Steel Substrate. Instituto de Pesquisa de Materiais e Processos (CSIR-AMPRI), 2019.

DAVIDOVITS, Joseph; MORRIS, Margie. The pyramids – An enigma solved. Hippocrene Books, 1988.

DAVIDOVITS, Joseph. Geopolymers of the First Generation: SILIFACE-Process. In: Geopolymer – First European Conference on Soft Mineralurgy. Compiègne, France, 1988b.

DAVIDOVITS, Joseph. Geopolymer: Ultra-high Temperature Tooling Material for the Manufacture of Advanced Composites. Geopolymer Tooling Material, 1991.

DAVIDOVITS, Joseph. Properties of geopolymer cements. Geopolymer Institute. Alkaline Cements and concretes, Ukraine, 1994.

DAVIDOVITS, Joseph. Geopolymer Chemistry and Applications. 5th ed 2008.

GENTIL, Vicente. Corrosão. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2011.

INDICATTI, P. Caracterização de revestimento geopolímero utilizados como revestimentos protetores do aço. Universidade de Caxias do Sul, 2020.

J.L. Provis, P. Duxson, J.S.J. van Deventer, G.C. Lukey. The role of mathematical modelling and gel chemistry in advancing geopolymer technology. Department of Chemical and Biomolecular Engineering, The University of Melbourne. Australia, 2005.

Jiang, C., Wang A., Bao, X., Ni, T., Ling, J. A review on geopolymer in potential coating application: Materials, preparation and basic properties. China, 2020.

JONES, D.; Principles and prevention of corrosion. 2 ed. Prentice Hall: Upper Saddle River, 1996.

Ministério das minas e energias. (2017). [acessado em: 21 de abril de 2021].

MIRANDA, J. FERNÁNDEZ A. GONZÁLEZ, J. PALOMO, A. Corrosion Resistance in Activated Fly Ash Mortars. Cement and Concrete Research, Science Direct, 2005.

NBR ISO 4287:1997. Disponível em <https://pt.slideshare.net/Robsoncn/abnt-nbr-iso-4287-rugosidade-mtodo-do-perfil-termos-definies-e-parmetros-da-rugosidade> Acesso em 10 de novembro de 2021.

NBR ISO 4287:2002. Disponível em <https://www.abntcatalogo.com.br/norma.aspx?ID=2665> Acesso em 10 de novembro de 2021.

NUNES, L. P. Fundamentos de resistência à corrosão. Interciência. Rio de Janeiro, 2007.

PALOMO, A. GRUTZECK, M. BLANCO, M. Alkali-activated fly ashes: a cement for the future. Cement and concrete research, Elsevier, 1999.

Parâmetros de avaliação da rugosidade. Disponível em <http://moldesinjecaoplasticos.com.br/parametros-de-avaliacao-da-rugosidade-acabamento-superficial/> Acesso em 07 de dezembro de 2021.

X. Pan, Z. Shi, C. Shi, et al., A review on concrete surface treatment Part I: types and mechanisms, Construction and Building Materials p. 578 - 590 (2017).

PINTO, A. T. Sistemas Ligantes Obtidos por Ativação Alcalina do Metaucalino. Tese (Doutorado) - Universidade do Minho, Portugal, 2004.

PIMENTA, G.; Pilha de corrosão, Disponível em: <http://www.abraco.org.br> Acesso em 20 de novembro de 2021.

P. Basheer, D. Basheer, J. Cleland, A.E. Long, A review on concrete surface treatments for concrete: assessment methods and reported performance, Construction and Building Materials p. 413 - 429 (1997).

RISSARDI, R.C. Desenvolvimento de cimentos à base de silicatos utilizando rochas vulcânicas. Dissertação (Mestrado) – Universidade de Caxias do sul, 2019.

SANTOS, F. A. Estudo da Variação da Relação SiO₂/Al₂O₃ na Produção de Geopolímeros para Imobilizar Contaminantes. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Pernambuco, 2017.

STOLF, D. Imagem Elementar No Microscópio Eletrônico De Varredura. Docente na UCEFF -Doutora em Ciência e Engenharia de Materiais. Faculdade Empresarial de Chapecó, 2015.

VASSALO, E. Obtenção de Geopolímero a partir de Metacaulim ativado. Dissertação (Mestrado) Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia, 2013.

WALLAH, S.E. Low-calcium fly ash-based geopolymer concrete: Long-term properties. Faculty of Engineering Curtin University of Technology Perth, Australia, 2006.

Xiao Yu Zhuang, Liang Chen, Sridhar Komorneni, Chun Hui Zhou, Dong Shen Tong, Hui Min Yang, Wei Hua Yu, Hao Wang. Fly ash-based geopolymer: clean production, properties and applications. *Journal of Cleaner Production*, 2016.