

Copyright 2010, ABRACO

Trabalho apresentado durante o INTERCORR 2010, em Fortaleza/CE no mês de maio de 2010.

As informações e opiniões contidas neste trabalho são de exclusiva responsabilidade do(s) autor(es).

Ensaio De Aderência Em Tintas E Esquemas De Pintura - Análise De Resultados Obtidos Por Diferentes Métodos

Fernando Fragata¹, Cristina C. Amorim², Alberto P. Ordine³

Abstract

It is well known that adherence is an essential property to coatings lifetime, specially the anticorrosive ones applied to metallic substrates, though it isn't the only responsible to their performance. The evaluation of the coatings adherence has been done by different methods. The most traditional ones are the X-cut and the Cross-cut methods. There is also the pull-off test that evaluates the nature of the coating failure. Although they are currently used, those tests show incoherent results when compared among themselves, in terms of the results obtained. This work has the aim to show, based on previous studies, some qualitative and quantitative divergences observed in these methods. The pull-off test, in spite of some limitations, is among the three described methods, the one that allows getting the greater number of information in respect to the coating adherence and cohesion properties. The X-cut method not always gives reliable results about the coating adherence to carbon steel substrates.

Keywords: Adherence, X-cut Method, Cross-cut Method, Pull-Off Test, Paint System

Resumo

A aderência é uma propriedade essencial ao bom desempenho de revestimentos por pintura aplicados sobre substratos metálicos, embora não seja, por si só, o único fator responsável pela eficiência da proteção anticorrosiva dos mesmos. A avaliação da aderência dos revestimentos por pintura, ao longo dos anos, tem sido realizada por diversos métodos. Os mais tradicionais são aqueles que envolvem o corte do revestimento na forma de quadrículas ou de X, seguido da verificação da resistência do mesmo a um esforço de tração e/ou cisalhamento, proporcionado por uma fita adesiva apropriada. Há, ainda, o método de resistência à tração (*pull-off*) no qual se mede a tensão de ruptura, e se identifica a natureza da “falha de aderência”, ou seja, o local onde houve o rompimento. Ocorre que, os resultados obtidos, pelos métodos de corte em X e em grade e o de resistência à tração, muitas vezes se mostram incoerentes entre si, em termos qualitativos e quantitativos, no que se refere aos valores obtidos e, muitas vezes, com as próprias condições físicas dos revestimentos. O objetivo principal deste trabalho é mostrar, com base em diversos estudos realizados pelo CEPTEL, em tintas e esquemas de pintura, algumas divergências qualitativas e quantitativas a respeito dos ensaios de aderência pelos métodos de corte em grade, em X e de resistência à tração, bem como ressaltar a necessidade de uma análise correta dos valores obtidos.

⁽¹⁾ Engenheiro Químico, Pesquisador do CEPTEL – Centro de Pesquisas de Energia Elétrica

⁽²⁾ Mestre, Química Industrial, Fundação Padre Leonel Franca

⁽³⁾ D.Sc., Engenheiro Químico, Centro de Pesquisas de Energia Elétrica

Palavras-chave: aderência, corte em X, corte em quadrículas, resistência à tração, esquema de pintura.

1. INTRODUÇÃO

Como é conhecido, a aderência é uma propriedade essencial à durabilidade dos revestimentos por pintura, especialmente aqueles utilizados na proteção anticorrosiva de substratos metálicos, embora se reconheça que ela por si só não é responsável pelo desempenho dos revestimentos, uma vez que este depende também de outros fatores, como por exemplo do grau de contaminação da superfície. Ou seja, o fato de um revestimento possuir uma excelente aderência inicial não significa que ele vá apresentar um desempenho excepcional, após determinadas condições de exposição.

A avaliação da aderência dos revestimentos por pintura, ao longo dos anos, tem sido realizada por diversos métodos. Os mais tradicionais são aqueles que envolvem o corte do revestimento na forma de quadrículas ou de X [1,2,3], seguido da verificação da resistência do mesmo a um esforço de tração e/ou cisalhamento, proporcionado por uma fita adesiva apropriada, dependendo do ângulo de destacamento da mesma. Em função da área destacada, avalia-se, através de padrões visuais, o grau de aderência do revestimento. Há, ainda, um método de corte em X, previsto na norma ASTM D 6677 [4], cuja avaliação é feita levando-se em consideração o grau de dificuldade para o destacamento do revestimento na interseção, e para isso utiliza-se a ponta de uma lâmina, bem como as dimensões dos fragmentos oriundos do processo. Este método, entretanto, não será abordado no presente trabalho.

Nos últimos anos, um dos métodos mais utilizados na avaliação da aderência dos revestimentos por pintura, tanto em laboratório quanto em campo, nas condições reais de serviço, é aquele que envolve a medição da resistência do revestimento a um esforço de tração, o qual pode ser realizado segundo as normas ISO 4624 [5] ou ASTM D 4541 [6], utilizando-se equipamentos especiais para tal finalidade. Uma das vantagens do método é que, além do valor numérico da tensão de ruptura (em MPa), este permite identificar a natureza da “falha de aderência” (adesiva, coesiva ou entre demãos) e pode, em algumas situações, fornecer indicações importantes a respeito de certas propriedades técnicas do revestimento, principalmente nos casos de análise de falhas prematuras.

Apesar dos ensaios de aderência mencionados virem sendo utilizados ao longo dos anos, com relativo sucesso, o fato é que, às vezes, se observa uma incoerência grande nos resultados obtidos pelos métodos de corte, sobretudo em X, com aqueles obtidos pelo método de resistência à tração, principalmente em função das condições físicas dos revestimentos.

Tomando-se como base vários projetos de pesquisa em revestimentos anticorrosivos por pintura realizados no CEPTEL nos últimos anos, foi feito um levantamento dos resultados de aderência realizados nos mesmos, utilizando-se os métodos de corte em X, quadrículas e de resistência à tração, com o objetivo de se analisar, de forma qualitativa, a eficiência de cada um na avaliação da aderência.

Neste trabalho apresentam-se o levantamento realizado e as considerações técnicas a respeito dos resultados obtidos pelos diferentes métodos. O ensaio de resistência à tração, apesar de algumas limitações, é, dentre os três, aquele que permite obter um maior número de informações a respeito da aderência e da coesão dos revestimentos. O teste de corte em X, considerando-se a forma como a avaliação é feita, nem sempre fornece resultados confiáveis sobre a aderência dos revestimentos aos substratos metálicos.

2. METODOLOGIA

2.1 Preparação dos Corpos-de-prova

Em todos os projetos que deram suporte ao presente trabalho, os corpos-de-prova foram confeccionados a partir de chapas de aço-carbono 1020, com três diferentes condições superficiais de oxidação, com dimensões de 150 mm x 100 mm e espessuras de 4,8 mm e 6,4 mm.

Substratos metálicos e preparação de superfície:

- **Condição A:** chapas de aço-carbono com carepa de laminação intacta, correspondente ao grau de intemperismo A da norma ISO 8501-1 [8]. A preparação de superfície foi feita por meio de jateamento abrasivo, utilizando-se granalha de aço angular (G-50) e o grau de limpeza obtido, de acordo com a classificação da norma ISO 8501-1, foi o Sa3 (metal branco). O perfil médio de rugosidade da superfície ficou situado em torno de 50 μm .
- **Condição B:** chapas de aço-carbono com grau de intemperismo C, conforme norma ISO 8501-1 [8]. Para se atingir este grau de intemperismo, as chapas de aço com carepa de laminação intacta foram, inicialmente, submetidas a um processo de jateamento abrasivo, utilizando-se granalha de aço angular (G-50), até a obtenção do grau de limpeza mínimo ASa 2½ (metal quase branco), conforme classificação da norma ISO 8501-1. O perfil de rugosidade obtido foi de, aproximadamente, 50 μm . Em seguida, as chapas foram expostas ao intemperismo natural no pátio do CEPTEL, por um período aproximado de 15 meses. Durante este período, as chapas foram molhadas com água potável, duas a três vezes ao dia, exceto em dias chuvosos, feriados e finais de semana com o objetivo de acelerar o processo de oxidação. A preparação de superfície foi executada por meio de ferramentas mecânicas e

manuais, e o grau de limpeza final obtido foi o St3, de acordo com a classificação da norma ISO 8501-1[8].

- **Condição C:** chapas de aço-carbono com grau de intemperismo compreendido entre os graus C e D da norma ISO 8501-1. Para se atingir este grau de intemperismo mencionado, as chapas de aço-carbono com carepa de laminação intacta, foram, inicialmente, submetidas a um processo de jateamento abrasivo, tal como descrito na condição B. A diferença é que, neste caso, as chapas de aço foram expostas à atmosfera, na estação de corrosão do CEPTEL (atmosfera urbana) e, duas vezes por semana, eram imersas em solução de cloreto de sódio 1%. O objetivo desta imersão foi fazer com que a ferrugem resultante contivesse a presença do íon cloreto (Cl⁻), tal como ocorre nas estruturas de aço-carbono que sofrem oxidação em atmosfera marinha. A preparação de superfície foi executada por meio de ferramentas mecânicas e manuais (ver Nota), e o grau de limpeza final obtido foi o St3, de acordo com a classificação da norma ISO 8501-1[8].

Nota: Nesta condição, as chapas foram submetidas a um processo de limpeza com água pressurizada ($\cong 3500$ psi), antes das etapas de desengorduramento e de remoção de produtos de corrosão, com o objetivo de reduzir o teor de sais de cloreto na superfície e evitar a contaminação das ferramentas mecânicas.

2.2 Tintas e Esquemas de Pintura Utilizados no Estudo

Dentro do escopo do trabalho, foram escolhidos revestimentos orgânicos com características distintas, com relação à sua composição química e ao seu desempenho anticorrosivo, frente aos diversos ensaios acelerados de corrosão, realizados em laboratório.

Nas Tabelas I a III, apresentam-se a relação das tintas e dos esquemas de pintura utilizados, incluindo o código e o nome das tintas e dos esquemas de pintura, uma breve descrição das suas propriedades técnicas, o tratamento de superfície realizado, bem como a espessura final do revestimento obtido. Vale ressaltar que a codificação foi feita de modo a facilitar, rapidamente, a identificação do tipo de revestimento em questão.

Tabela I - Descrição das propriedades técnicas das tintas utilizadas

Tipo de Tinta	Código	Descrição
Fundo	EP.FZn	♦ Tinta de fundo epóxi de alto teor de sólidos pigmentada com fosfato de zinco e curada com poliamida.
	EMA	♦ Tinta de fundo epóxi mástique alumínio de alto teor de sólidos, curada com poliamida.
	EMAF	♦ Tinta de fundo epóxi mástique alumínio, com agente de cura à base de fenolcamina.
	ZGA	♦ Tinta de fundo rica em zinco (monocomponente) com mecanismo de secagem e cura por meio de evaporação de solventes.
	EPZn	♦ Tinta de fundo epóxi rica em zinco, curada com poliamida.
Intermediária	EP	♦ Tinta intermediária epóxi de alto teor de sólidos, curada com poliamida
	EPF	♦ Tinta intermediária epóxi branca, com agente de cura à base de fenolcamina.
	EPF.HB	♦ Tinta intermediária epóxi de alto teor de sólidos, pigmentada com alumínio e contendo agente de cura à base de fenolcamina.
Acabamento	PUDD	♦ Tinta de acabamento de dois componentes, formulada com resina de poliéster ortoftálico poli-hidroxiado, isento de ácidos graxos (comp. A) e agente de cura poliisocianato alifático (comp. B).
	PUAC	♦ Tinta de acabamento poliuretano acrílico alifático de dois componentes.
	PAS.1	♦ Tinta de acabamento poliaspártica (fabricante 1), com alto teor de sólidos.
	PAS.2	♦ Tinta de acabamento poliaspártica (fabricante 2), com alto teor de sólidos.
	EPX	♦ Tinta de acabamento epóxi curada com poliamida.
	ALK	♦ Tinta de acabamento alquídica.

Tabela II - Descrição básica dos revestimentos utilizando somente tintas de acabamento

Tinta	Descrição	Espessura total (µm)
PUDD	♦ 2 demãos de tinta de acabamento de dois componentes, formulada com resina de poliéster ortoftálico poli-hidroxiado, isento de ácidos graxos (comp. A) e agente de cura poliisocianato alifático (comp. B).	70 a 80
PAS.1	♦ 2 demãos de tinta de acabamento poliaspártica (fabricante 1), com alto teor de sólidos.	130 a 140
PAS.2	♦ 2 demãos de tinta de acabamento poliaspártica (fabricante 2), com alto teor de sólidos.	110 a 120
EPX	♦ 2 demãos de tinta de acabamento epóxi curada com poliamida.	75 a 85
ALK	♦ 2 demãos de tinta de acabamento alquídica.	60 a 70

Tabela III - Descrição básica dos esquemas de pintura

Esquema de pintura	Descrição	Espessura total (μm)
EP.FZn/PAS.1	<ul style="list-style-type: none"> ♦ 1 demão de tinta epóxi de alto teor de sólidos pigmentada com fosfato de zinco e curada com poliamida. ♦ 2 demãos de tinta de acabamento poliaspártica (fabricante 1), com alto teor de sólidos. 	225 a 245
EMA/EP/PUAC	<ul style="list-style-type: none"> ♦ 1 demão de tinta epóxi mástique alumínio de alto teor de sólidos, curada com poliamida. ♦ 1 demão de tinta de fundo epóxi de alto teor de sólidos. ♦ 1 demão de tinta de acabamento poliuretano acrílico alifático de dois componentes. 	280
EMAF/EPF/PUAC	<ul style="list-style-type: none"> ♦ 1 demão de tinta epóxi mástique alumínio, com agente de cura a base de fenolcamina. ♦ 1 demão de tinta epóxi intermediária branca, com agente de cura a base de fenolcamina. ♦ 1 demão de tinta de acabamento poliuretano acrílico alifático de dois componentes. 	280
ZGA/EPF.HB/PUAC	<ul style="list-style-type: none"> ♦ 1 demão de tinta de fundo rica em zinco (monocomponente) com mecanismo de secagem e cura por meio de evaporação de solventes. ♦ 1 demão de tinta intermediária epóxi de alto teor de sólidos, pigmentada com alumínio e com agente de cura a base de fenolcamina. ♦ 1 demão de tinta de acabamento poliuretano acrílico alifático de dois componentes. 	250
EPZn/EPF.HB/PUAC	<ul style="list-style-type: none"> ♦ 1 demão de tinta de fundo epóxi rica em zinco, curada com poliamida. ♦ 1 demão de tinta intermediária epóxi de alto teor de sólidos, pigmentada com alumínio e com agente de cura a base de fenolcamina. ♦ 1 demão de tinta de acabamento poliuretano acrílico alifático de dois componentes. 	250

2.3 Ensaios Realizados

2.3.1 Ensaios de corrosão

Os ensaios acelerados de corrosão, realizados em laboratório, aos quais os revestimentos foram expostos estão descritos na Tabela IV. Os resultados de desempenho e de aderência obtidos serão apresentados, separadamente, para as tintas e esquemas de pintura estudados. A discussão referente a cada um deles será apresentada ao final de cada item abordado.

Tabela IV - Descrição dos ensaios realizados

Ensaio Realizado	Descrição do Ensaio
Resistência à imersão em água destilada, a 40 °C	♦ Imersão dos corpos-de-prova até, aproximadamente, 90% de sua área total, em água destilada na temperatura de (40 ± 2) °C, controlada por meio de um termostato.
Resistência à imersão em solução de cloreto de sódio (NaCl 3,5%), a 40°C	♦ Imersão dos corpos-de-prova até, aproximadamente, 90% de sua área total, em solução de NaCl 3,5% na temperatura de (40 ± 2) °C, controlada por meio de um termostato.
Ensaio cíclico de corrosão 1 [radiação UV-B e condensação de umidade + frio + névoa salina (ASTM B 117)]	♦ Ensaio realizado em laboratório, expondo-se os corpos-de-prova às condições de agressividade descritas abaixo. Cada ciclo possuía duração de 336 horas. > 7 dias (168 horas) de exposição à radiação ultravioleta (UV) e condensação de umidade, de acordo com a norma ASTM G 154 [10], utilizando-se o ciclo de 8 horas de radiação UV-B e 4 horas de condensação de umidade; > 1 dia (24 horas) a baixa temperatura ($\cong -10$ °C); > 6 dias (144 horas) de exposição em câmara de névoa salina contínua, segundo a norma ASTM B 117 [11].
Ensaio cíclico de corrosão 2 [radiação UV-B e condensação de umidade + frio + dióxido de enxofre (SO₂)]	♦ Ensaio realizado em laboratório, expondo-se os corpos-de-prova às condições de agressividade descritas abaixo. Cada ciclo possuía duração de 336 horas. > 7 dias (168 horas) de exposição à radiação ultravioleta (UV) e condensação de umidade, de acordo com a norma ASTM G 154 [10], utilizando-se o ciclo de 8 horas de radiação UV-B e 4 horas de condensação de umidade; > 1 dia (24 horas) a baixa temperatura ($\cong -10$ °C); > 4 ciclos (8 horas cada ciclo) de exposição ao dióxido de enxofre (2 litros de SO ₂ por ciclo), com base na norma ABNT NBR 8096 [9]. > 2 dias (48 horas) de exposição ao ambiente.
Ensaio de exposição à névoa salina contínua (ASTM B 117)	♦ Ensaio realizado em laboratório expondo-se os corpos-de-prova em câmara de névoa salina contínua, segundo a norma ASTM B 117 [11].

2.3.2 Ensaios de aderência

A verificação da aderência dos revestimentos por pintura (tintas e esquemas de pintura), tanto inicialmente como após a realização de ensaios de corrosão, foi efetuada por três métodos diferentes, os quais estão descritos a seguir:

- **Corte em X** (NBR 11003 A) [1]: a verificação do grau de aderência é feita em função do destacamento do revestimento ao longo dos cortes, que pode variar desde X_0 até X_4 , e na interseção dos mesmos, cuja variação é de Y_0 até Y_4 . Quanto menor o índice, melhor é a aderência do revestimento por pintura.
- **Corte em grade** (ISO 2409) [3]: a verificação do grau de aderência é feita em função do destacamento do revestimento ao longo dos cortes e na interseção dos mesmos, que pode variar desde 0 a 5. Quanto menor o índice, melhor é a aderência do revestimento por pintura. Em todos os testes realizados, o espaçamento entre os cortes foi de 3 mm.
- **Método de resistência à tração** (ASTM D 4541) [7]: a verificação do grau de aderência por este método consiste, basicamente, em determinar a resistência do revestimento a um esforço de tração. Para tal, carretéis de alumínio são fixados à superfície por meio de adesivo apropriado. Após a cura do mesmo, submete-se o corpo-de-prova a um esforço de tração em um equipamento apropriado para esta finalidade. Os resultados são expressos em MPa. Além dos valores de tensão de ruptura, também se avaliou a natureza da “falha de aderência”, conforme descrito na Tabela V. O ensaio foi realizado utilizando-se o equipamento *PATTI*[®], *modelo 110*, da Elcometer.

Tabela V - Descrição das “falhas de aderência”(*)

A	→ falha coesiva do substrato
A/B	→ falha adesiva entre o substrato e a primeira camada de revestimento
B	→ falha coesiva da segunda camada
B/C	→ falha adesiva entre as camadas B e C
C	→ falha coesiva da camada C
C/Y	→ falha adesiva entre a última camada e o adesivo
Y	→ falha coesiva do adesivo
Y/Z	→ falha adesiva entre o adesivo e o carretel (“dolly”)

(*) Para um esquema de pintura contendo duas camadas de tinta (B e C). O termo “falhas de aderência” refere-se ao local onde ocorreu o rompimento que deu origem ao desprendimento do carretel (*dolly*).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO DOS ENSAIOS DE ADERÊNCIA

3.1 Tintas

A seguir serão apresentados os resultados dos ensaios de aderência realizados nas tintas, após a conclusão dos diversos ensaios de desempenho à corrosão, bem como o comportamento dos revestimentos. No caso da avaliação do desempenho dos revestimentos, esta foi feita com base na norma ISO 4628 [5]. Os parâmetros avaliados foram: empolamento, grau de corrosão e fendimento.

3.1.1 Ensaio de Resistência à Imersão em Água Destilada, a 40 °C

Na Tabela VI apresentam-se os resultados de desempenho das tintas alquídica (ALK), poliaspártica (PAS.1) e epóxi-poliâmida (EPX) no ensaio de imersão em água destilada, a 40 °C. Após a conclusão deste ensaio, realizaram-se os ensaios de aderência, cujos resultados estão apresentados na Tabela VII.

Tabela VI - Resultados do ensaio de resistência à imersão em água destilada, a 40 °C.

Tinta	Grau de Limpeza da Superfície	Tempo de Ensaio (horas)	Inspeção visual do revestimento (*)
ALK	Sa3	72	▪ presença de bolhas 4(S3/4).
PAS.1		432	▪ presença de bolhas 2(S3). Sob o revestimento, observou-se pontos escuros no substrato.
EPX		1512	▪ não houve alteração, quanto à corrosão e empolamento.

(*) Avaliação feita conforme a norma ISO 4628 [5].

Tabela VII - Resultados dos ensaios de aderência, após a conclusão do ensaio de resistência à imersão em água destilada, a 40 °C.

Tinta	ASTM D 4541 (MPa) ^(a)	Natureza da Falha	NBR 11003 A (corte em X)	ISO 2409 ^(b) (corte em grade)
ALK	4,0	A/B	X ₀ Y ₁	2
PAS.1	6,3	A/B	X ₀ Y ₀	1
EPX	18,2	Y/Z	X ₀ Y ₀	0

Observações

(a) Chapas com 4,8 mm de espessura.

(b) O espaçamento adotado entre os cortes foi de 3 mm, independente da espessura dos revestimentos.

Observando-se os resultados de aderência (Tabela VII) e de desempenho (Tabela VI), pode-se constatar os seguintes fatos:

- ♦ A tinta epóxi (**EPX**) apresentou valor alto de tensão de ruptura no ensaio de resistência à tração, com “falha de aderência” Y/Z (adesivo/carretel). Nos ensaios de corte em X e em quadrículas os resultados obtidos também foram excelentes. Portanto, no caso desta tinta, os resultados de aderência obtidos pelos três métodos, estão coerentes entre si e com o desempenho do revestimento no ensaio em questão.
- ♦ A tinta **PAS.1** apresentou empolamento no revestimento após a conclusão do ensaio. Mesmo assim, o resultado de aderência obtido pelo método de corte em X foi excelente (X_0Y_0). Pelo método de corte em quadrículas o grau foi 1, que se não é o melhor grau pelo menos é aceitável nas normas de pintura em qualquer país. Com relação ao resultado pelo método de resistência à tração, o valor da tensão de ruptura foi, relativamente, baixo e a natureza da “falha de aderência” foi do tipo A/B (substrato/tinta), o que está coerente com as condições do revestimento após a conclusão do ensaio. Portanto, no caso desta tinta, o resultado do teste de corte em X, considerando a forma como a avaliação é feita, em conformidade com a norma, não foi coerente com as condições finais do revestimento.
- ♦ Quanto à tinta alquídica (**ALK**), do ponto de vista qualitativo, os resultados foram bastante parecidos com os da tinta **PAS.1**. Ou seja, o resultado do teste de corte em X foi muito bom (X_0Y_1), porém não está coerente com as condições finais do revestimento após a conclusão do ensaio. O resultado do teste de corte em quadrículas foi mais coerente que o de corte em X, pois o grau obtido foi 2. Com relação ao ensaio de resistência à tração, o valor da tensão de ruptura foi baixo e a natureza da “falha de aderência” foi do tipo A/B (substrato/tinta). Portanto, este ensaio de aderência, no caso desta tinta, foi bastante coerente com as condições finais do revestimento.

3.1.2 Ensaio Cíclico de Corrosão 2 [radiação UV-B e condensação de umidade + frio + dióxido de enxofre (SO_2)]

Na Tabela VIII apresentam-se os resultados de desempenho de diferentes tintas de acabamento no ensaio cíclico de corrosão 2. Após a conclusão deste ensaio, realizaram-se os ensaios de aderência, cujos resultados estão apresentados na Tabela IX.

Tabela VIII - Resultados do ensaio cíclico de corrosão 2 [radiação UV-B e condensação de umidade + frio + dióxido de enxofre (SO₂)] [9]

Tinta	Grau de Limpeza da Superfície	Tempo de Ensaio (horas)	Inspeção visual do revestimento (*)
ALK	Sa3	2016 (6 ciclos)	<ul style="list-style-type: none"> Não houve alteração quanto a empolamento e corrosão. Observou-se apenas corrosão vermelha na incisão, porém sem penetração.
PUDD			
PAS.1			
PAS.2			

(*) Avaliação feita conforme a norma ISO 4628 [5].

Tabela IX - Resultados dos ensaios de aderência, após a conclusão do ensaio cíclico de corrosão 2 [radiação UV-B e condensação de umidade + frio + dióxido de enxofre (SO₂)] [9]

Tinta	ASTM D 4541 (MPa) ^(a)	Natureza da Falha	NBR 11003 A (corte em X)	ISO 2409 ^(b) (corte em grade)
ALK	8,0	A/B (substrato oxidado) ^(c)	X ₀ Y ₁	2
PUDD	11,0	A/B	X ₀ Y ₀	0
PAS.1	19,2	A/B	X ₀ Y ₀	0
PAS.2	15,2	A/B (substrato oxidado) ^(c)	X ₀ Y ₀	0

Observações

(a) Chapas com 6,4 mm de espessura.

(b) O espaçamento adotado entre os cortes foi de 3 mm, independente da espessura dos revestimentos.

(c) Observação feita após o destacamento dos carretéis.

Apesar da ausência de alterações visuais nos revestimentos por pintura, após o ensaio cíclico 2, o ensaio de aderência realizado pelo método de resistência à tração permitiu constatar, após o arrancamento dos carretéis, a presença de corrosão no substrato de aço-carbono, no caso das tintas **ALK** e **PAS.2**. Em ambas, a natureza da "falha de aderência" foi do tipo A/B (substrato/tinta), o que está coerente com as condições descritas anteriormente. No caso da tinta **PAS.2**, inclusive, a tensão de ruptura foi, relativamente, elevada e bem superior à da tinta **ALK**. Isto pode estar correlacionado ao grau de corrosão do substrato, sob os revestimentos.

No caso das tintas **PUDD** e **PAS.1**, apesar dos valores de tensão de ruptura terem sido satisfatórios, principalmente o da última, que apresentou tensão de ruptura bem mais elevado, o fato é que a natureza da "falha de aderência" também foi do tipo A/B (substrato/tinta), indicando assim que houve alguma alteração na interface substrato/tinta,

uma vez que, antes do ensaio, este fato não ocorreu. Inicialmente (antes da realização do ensaio), a tinta **PAS.1** apresentou tensão de ruptura de 15,7 MPa e natureza de falha dos tipos Y/Z (60%) e B (40%). No caso da tinta **PUDD**, a tensão de ruptura foi de 13,5 MPa e natureza de falha do tipo Y/Z (adesivo/carretel).

Quanto ao ensaio de corte em X, como pode ser observado na Tabela IX, os resultados obtidos foram todos excelentes, mesmo no caso das tintas **ALK** e **PAS.2**, cujos substratos encontravam-se oxidados após a conclusão do ensaio de corrosão em questão. No caso do teste de corte em grade, este mostrou alguma coerência com o de resistência à tração, apenas no caso da tinta **ALK**, cujo grau obtido foi 2. Para as demais tintas, o grau obtido foi 0 (zero), ou seja, excelente.

Observa-se, portanto, que o ensaio de resistência à tração foi, dentre os três, aquele que proporcionou obter um maior número de informações a respeito da aderência dos revestimentos. As condições superficiais dos substratos, principalmente no caso da tinta **ALK**, tiveram reflexo na natureza da "falha de aderência" e nos valores de tensão de ruptura. No caso do método de corte em X, os resultados na forma como são obtidos, não permitiram tirar as mesmas conclusões pois foram todos excelentes. Quanto ao ensaio de corte em grade, apenas no caso da tinta **ALK** é que o resultado apresentou alguma coerência com as condições do substrato, o qual se apresentava oxidado após o término do ensaio de corrosão.

3.1.3 Ensaio de exposição à névoa salina contínua (ASTM B 117)

Na Tabela X apresentam-se os resultados de desempenho das tintas de acabamento PAS.1 e EPX no ensaio de exposição à névoa salina contínua. Após a conclusão deste ensaio, realizaram-se os ensaios de aderência, cujos resultados estão apresentados na Tabela XI.

Tabela X - Resultados do ensaio de exposição à névoa salina contínua (ASTM B 117) [11]

Tinta	Grau de Limpeza da Superfície	Tempo de Ensaio (horas)	Inspeção visual do revestimento (*)
PAS.2	Sa3	3160	▪ corrosão vermelha na incisão e bolhas (S5) na região adjacente à mesma. Fora da incisão não foram constatadas alterações no revestimento.
EPX			▪ corrosão vermelha na incisão e bolhas (S3) na região adjacente à mesma. Fora da incisão não foram constatadas alterações no revestimento.

(*) Avaliação feita conforme a norma ISO 4628 [5].

Tabela XI - Resultados dos ensaios de aderência, após a conclusão do ensaio de exposição à névoa salina contínua (ASTM B 117) [11]

Tinta	ASTM D 4541 (MPa) ^(a)	Natureza da Falha	NBR 11003 A (corte em X)	ISO 2409 ^(b) (corte em grade)
PAS.2	7,4	A/B	X ₀ Y ₀	0
EPX	20,0	Y/Z	X ₀ Y ₀	0

Observações

(a) Chapas com 4,8 mm de espessura.

(b) O espaçamento adotado entre os cortes foi de 3 mm, independente da espessura dos revestimentos.

Como pode ser observado, o desempenho de ambas as tintas, no ensaio em questão, foram equivalentes. Entretanto, pelos resultados de aderência, sobretudo no de resistência à tração, houve diferença de comportamento entre as duas tintas. A tinta **EPX** apresentou um valor de tensão de ruptura elevado e natureza da “falha de aderência” Y/Z (adesivo/carrete). Portanto, um resultado excelente. Este fato também foi confirmado pelos testes de corte em X e em quadrículas. Logo, os resultados obtidos pelos três métodos em questão, para o caso desta tinta, foram coerentes.

No caso da tinta **PAS.2**, os resultados obtidos pelos métodos de corte em X e em quadrículas indicam uma excelente aderência do revestimento ao substrato. Entretanto, analisando-se o resultado obtido pelo método de resistência à tração, observa-se um valor de tensão de ruptura, relativamente, baixo e com “falha de aderência” do tipo A/B (substrato/tinta), que não é uma condição desejável para um revestimento anticorrosivo.

Portanto, aqui também se observa, no caso da tinta **PAS.2**, uma certa incoerência dos resultados. Enquanto os de corte em X e em grade indicam uma excelente aderência do revestimento, o de resistência à tração mostra que a aderência não está tão excelente assim, em função da tensão de ruptura, relativamente baixa, e da natureza da falha A/B (substrato/tinta).

3.2 Esquemas de Pintura

Serão apresentados, a seguir, os resultados dos ensaios de aderência realizados nos esquemas de pintura descritos na Tabela III, após a conclusão dos ensaios acelerados de corrosão. Para uma melhor compreensão, serão apresentadas também as observações realizadas em cada revestimento, após a conclusão dos ensaios.

3.2.1 Resistência à imersão em solução de cloreto de sódio (NaCl 3,5%), a 40°C

Na Tabela XII apresentam-se os resultados de desempenho dos diferentes esquemas de pintura no ensaio de imersão em solução de cloreto de sódio (NaCl 3,5%), a 40 °C. Após a

conclusão deste ensaio, realizaram-se os ensaios de aderência, cujos resultados estão apresentados na Tabela XIII.

Tabela XII - Resultados do ensaio de resistência à imersão em solução de cloreto de sódio (NaCl 3,5%), a 40°C

Esquema de pintura	Grau de Limpeza da Superfície	Tempo de Ensaio (horas)	Inspeção visual do revestimento (*)
ZGA/EPF.HB/PUAC	St3 (em chapas da condição B)	3192	▪ presença de bolhas 3(S2), porém sem corrosão na superfície.
EMA/EP/PUAC			▪ somente a presença de bolhas pequenas 4/5(S1), porém sem corrosão na superfície.
EMAF/EPF/PUAC	St3 (em chapas da condição C)		▪ somente a presença de bolhas 3/4(S2), porém sem corrosão na superfície.
EPZn/EPF.HB/PUAC			▪ não houve alteração, quanto à corrosão e empolamento.

(*) Avaliação feita conforme a norma ISO 4628 [5].

Tabela XIII - Resultados dos ensaios de aderência, após a conclusão do ensaio de resistência à imersão em solução de cloreto de sódio (NaCl 3,5%), a 40°C

Esquema de pintura	ASTM D 4541 (MPa) (a)	Natureza da Falha	NBR 11003 A (corte em X)	ISO 2409 (b) (corte em grade)
ZGA/EPF.HB/PUAC	2,0	A/B	X ₄ Y ₄	4
EMA/EPF/PUAC	7,5	A/B	X ₀ Y ₁	0
EMAF/EP/PUAC	7,1	A/B	X ₀ Y ₀	2-4
EPZn/EPF.HB/PUAC	7,5	A/B	X ₀ Y ₁	1-2

Observações

(a) Chapas com 6,4 mm de espessura.

(b) O espaçamento adotado entre os cortes foi de 3 mm, independente da espessura dos revestimentos.

Nota-se que, pelos resultados obtidos, através do método de resistência à tração, todos os esquemas apresentaram valores de tensão de ruptura, relativamente, baixos, especialmente o primeiro da Tabela XIII, e "falha de aderência" do tipo A/B (substrato/revestimento). De certa forma, estes resultados já eram esperados, em função do grau de limpeza St3 e do longo tempo de imersão.

No caso do método de corte em X, os resultados só foram coerentes no primeiro esquemas de pintura (ZGA/EPF.HB/PUAC), em que o grau foi X₄Y₄ (pior de todos). No caso dos demais esquemas os resultados obtidos foram satisfatórios (X₀Y₀ e X₀Y₁), diferente dos de resistência à tração, que proporcionaram informações mais consistentes a respeito das condições dos revestimentos, após o ensaio de imersão.

Quanto ao ensaio de corte em grade, os resultados obtidos, com exceção do segundo esquema de pintura (**EMA/EPF/PUAC**), foram, senão totalmente, mais coerentes com os de resistência à tração, principalmente com relação ao primeiro, terceiro e quarto esquemas de pintura. Já no caso do segundo, o grau obtido foi 0 (zero - excelente), enquanto que no ensaio de resistência à tração a "falha de aderência" foi do tipo A/B (substrato/revestimento).

Face aos comentários feitos anteriormente, observa-se, mais uma vez, que o ensaio de resistência à tração é o que proporciona obter, quantitativamente e qualitativamente, o maior número de informações a respeito das condições de aderência dos revestimentos.

3.2.2 Ensaio Cíclico de Corrosão 1 [radiação UV-B e condensação de umidade + frio + névoa salina (ASTM B 117)]

Na Tabela XIV apresentam-se os resultados de desempenho dos diferentes esquemas de pintura no ensaio cíclico de corrosão 1. Após a conclusão deste ensaio, realizaram-se os ensaios de aderência, cujos resultados estão apresentados na Tabela XV.

Tabela XIV - Resultados do ensaio cíclico de corrosão 1 [radiação UV-B e condensação de umidade + frio + névoa salina (ASTM B 117)] [11]

Esquema de pintura	Grau de Limpeza da Superfície	Tempo de Ensaio (horas)	Inspeção visual do revestimento (*)
ZGA/EPF.HB/PUAC	St3 (em chapas da condição C)	3407 (10,1 ciclos)	▪ presença de pontos de corrosão no revestimento (Ri1) do corpo-de-prova sem incisão, devido provavelmente, à porosidade inicial constatada no revestimento.
EMAF/EP/PUAC			▪ não houve alteração quanto a empolamento, observando-se somente corrosão vermelha na incisão.

(*) Avaliação feita conforme a norma ISO 4628 [5].

Tabela XV - Resultados dos ensaios de aderência, após a conclusão do ensaio cíclico de corrosão 1 (radiação UV-B e condensação de umidade + frio + névoa salina)

Esquema de pintura	ASTM D 4541 (MPa) ^(a)	Natureza da Falha	NBR 11003 A (corte em X)	ISO 2409 ^(b) (corte em grade)
ZGA/EPF.HB/PUAC	6,0	A/B	X ₄ Y ₄	4
EMAF/EP/PUAC	10,2	A/B	X ₀ Y ₁	0-1

Observações

(a) Chapas com 6,4 mm de espessura.

(b) O espaçamento adotado entre os cortes foi de 3 mm, independente da espessura dos revestimentos.

Pelos dados apresentados na Tabela XV, observa-se que, no caso do primeiro esquema de pintura (**ZGA/EPF.HB/PUAC**), os resultados obtidos pelos três métodos de aderência estão coerentes, pelo menos do ponto de vista qualitativo. Ou seja, baixa tensão de ruptura com natureza de falha A/B (substrato/revestimento), no caso do método de resistência à tração, e X₄Y₄ (método de corte em X) e 4 (método de corte em grade), sendo estes dois últimos os piores graus de aderência. Este resultado também é coerente com o desempenho do esquema após o ensaio cíclico (Tabela XIV)

No caso do segundo esquema de pintura (**EMAF/EP/PUAC**), os resultados de aderência não foram tão coerentes. Nos ensaios de corte em X e em grade os resultados foram excelentes, como pode ser observado na Tabela XV. Já pelo método de resistência à tração, observa-se uma falha de natureza A/B, condição esta não desejável para os revestimentos por pintura.

3.2.3 Ensaio Cíclico de Corrosão 2 [radiação UV-B e condensação de umidade + frio + dióxido de enxofre (SO₂)]

Na Tabela XVI apresentam-se o resultado de desempenho do esquema de pintura EP.FZn/PAS.1 no ensaio cíclico de corrosão 2. Após a conclusão deste ensaio, realizaram-se os ensaios de aderência, cujos resultados estão apresentados na Tabela XVII.

Tabela XVI - Resultados do ensaio cíclico de corrosão 2 [radiação UV-B e condensação de umidade + frio + dióxido de enxofre (SO₂)]

Esquema de pintura	Grau de Limpeza da Superfície	Tempo de Ensaio (horas)	Inspeção visual do revestimento ^(*)
EP.FZn/PAS.1	Sa3	2016 (6 ciclos)	▪ não houve alteração quanto a empolamento e corrosão. Observou-se apenas corrosão vermelha na incisão.

(*) Avaliação feita conforme a norma ISO 4628 [5].

Tabela XVII - Resultados dos ensaios de aderência, após a conclusão do ensaio cíclico de corrosão 2 [radiação UV-B e condensação de umidade + frio + dióxido de enxofre (SO₂)] [9]

Esquema de pintura	ASTM D 4541 (MPa) ^(a)	Natureza da Falha	NBR 11003 A (corte em X)	ISO 2409 ^(b) (corte em grade)
EP.FZn/PAS.1	13,0	B/C	X ₀ Y ₁	3 ^(c)

Observações

(a) Chapas com 6,4 mm de espessura.

(b) O espaçamento adotado entre os cortes foi de 3 mm, independente da espessura dos revestimentos.

(c) Falha adesiva entre a tinta de fundo e a tinta de acabamento.

Pelos resultados do ensaio cíclico 2, o esquema em questão apresentou bom desempenho (Tabela XVI). Já os resultados dos ensaios de aderência, apresentados na Tabela XVII, merecem alguns comentários específicos, como por exemplo:

- ♦ O valor da tensão de ruptura (13,0 MPa) é considerado satisfatório, porém a natureza da "falha de aderência" foi do tipo B/C, ou seja, entre demãos das tintas B (**EP.FZn**) e C (**PAS.1**), que não é uma condição desejável num revestimento por pintura, pois indica alguma alteração na interface entre as camadas de tintas.
- ♦ O resultado do ensaio de corte em X indica que a aderência ao substrato está satisfatória (X_0Y_1). Porém, considerando como a avaliação é feita, não identifica a perda de aderência entre as demãos.
- ♦ No ensaio de corte em grade (ISO 2409) o resultado obtido foi 3 (na maioria das empresas não é um grau aceitável). Portanto, a primeira idéia que se tem é que o esquema de pintura está com uma aderência ruim ao substrato. Ocorre que, através da análise microscópica, constatou-se que a tinta de fundo estava perfeitamente aderida ao substrato e que a película da tinta de acabamento fraturou na interseção dos cortes e o destacamento ocorreu exatamente entre as demãos de tintas, tal como constatado no ensaio de resistência à tração.

Estes fatos chamam a atenção no sentido de que as normas dos ensaios de corte em grade e em X necessitam ser melhoradas, com relação à forma de avaliação. A simples comparação com os padrões visuais das normas podem conduzir a conclusões errôneas sobre as condições de aderência dos revestimentos aos substratos metálicos.

4. COMENTÁRIOS SOBRE O TRABALHO REALIZADO

Já há alguns anos, em seus projetos de pesquisa, o CEPEL vem avaliando a aderência dos revestimentos anticorrosivos por pintura sempre por meio dos três métodos citados ao longo deste trabalho: resistência à tração, corte em X e corte em grade ou quadrículas. A avaliação é feita antes e após a realização dos ensaios de corrosão, conduzidos em campo e em laboratório. Obviamente, isto gerou um grande número de informações técnicas qualitativas e quantitativas importantes a respeito dos métodos e dos resultados obtidos. Um dos fatores que motivou a apresentação deste trabalho foi a incoerência de alguns resultados com as condições físicas reais dos revestimentos, especialmente no caso do método de corte em X. Isto se deve, em parte, à forma como a avaliação é feita, por meio de comparação com padrões visuais. Além disso, as características dos revestimentos, associadas a diversos fatores relacionados à execução dos cortes e com a forma de avaliação, podem conduzir à

obtenção de informações errôneas sobre as condições de aderência dos mesmos. Portanto, a interpretação correta dos resultados, e isto exige um certo conhecimento por parte de quem executa os ensaios, é vital na avaliação da aderência dos revestimentos.

De forma alguma, com estas observações, pretende-se desestimular a utilização dos métodos de corte (X ou grade). Apesar do método de resistência à tração ser, dentre os três, aquele que mais informações proporciona a respeito das propriedades de aderência e de coesão dos revestimentos, o fato é que, em certas situações críticas, a sua utilização em campo é, praticamente, inviável. Nestes casos, os métodos que envolvem o corte do revestimento podem ser úteis, desde que corretamente executados e avaliados. O objetivo deste trabalho, como já foi descrito anteriormente, é apenas alertar sobre a necessidade de se fazer uma revisão adequada das normas de aderência que utilizam tais métodos, no sentido de que a avaliação não se restrinja apenas à comparação visual (ver nota) com os padrões visuais contidos nas mesmas. Outros fatores têm que ser considerados, como por exemplo, o tipo e local da fratura e se, no corte, o revestimento resiste à introdução de uma lâmina sem haver delaminação do mesmo.

Nota: Na época em que os resultados aqui apresentados foram obtidos, a norma NBR 11003 utilizada foi a de abril de 1990. Na última revisão (29/10/2009), a referida norma, pelo menos, estabelece que, em havendo destacamento entre demãos de tintas este fato seja registrado.

Um outro aspecto importante a destacar diz respeito às especificações técnicas de pintura. Ao se especificar um grau de aderência mínimo, independente do método utilizado, há que se mencionar também, em termos de natureza da “falha de aderência”, o que é aceitável e o que não é. Tem-se observado, com bastante frequência, muitos profissionais, principalmente no ensaio de resistência à tração, se preocuparem apenas com o valor numérico da tensão de ruptura sem dar importância a natureza da falha, ou seja, onde ocorreu o rompimento. Neste trabalho foram mostrados casos em que os valores de tensão de ruptura foram elevados, porém com falha do tipo A/B (substrato/revestimento) que é uma condição não desejável para um revestimento por pintura (ver Tabela IX). Na Tabela XVII, por exemplo, pode-se observar que o valor obtido pelo método de corte em grade foi 3 (não satisfatório) e na realidade a tinta de fundo estava perfeitamente aderida ao substrato metálico. Isto mostra o quanto é importante especificar adequadamente os requisitos de aderência dos revestimentos.

Portanto, os resultados e a discussão dos mesmos apresentados neste trabalho devem ser encarados como uma contribuição técnica para que se possa eliminar pontos de atrito e melhorar o controle de qualidade de aplicação dos esquemas de pintura. Além disso, alertar os técnicos envolvidos em estudos de desempenho à corrosão de esquemas de pintura sobre a importância de uma análise bem criteriosa dos resultados dos ensaios de aderência, principalmente os de corte, em especial o de corte em X. Ou seja, não analisar apenas o grau

obtido mas também outros fatores importantes como aqueles descritos anteriormente. Em alguns casos mostrou-se que graus como, por exemplo, como X₀Y₀ ou X₀Y₁ (NBR 11003 A) ou 5 (ASTM D 3359), da forma como a avaliação é feita, nem sempre é uma garantia de que o revestimento esteja perfeitamente aderido.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS E CONCLUSÕES

Com base nos resultados apresentados, na discussão dos mesmos e nos comentários feitos no item 4, pode-se concluir que:

- ♦ O ensaio de aderência realizado pelo método de resistência à tração é, sem dúvida alguma, dentre aqueles abordados no presente trabalho, o que proporciona a obtenção do maior número de informações a respeito das propriedades de aderência e de coesão dos revestimentos por pintura.
- ♦ O método de corte em X, considerando-se a forma como a avaliação feita, nem sempre conduz à obtenção de resultados confiáveis e coerentes com as condições físicas dos revestimentos. Basta observar os casos em que os graus estavam excelentes e a aderência não estava satisfatória, como ficou comprovado através do ensaio de resistência à tração.
- ♦ O método de corte em grade mostrou-se mais seletivo que o de corte em X. Adequando-se este teste às características dos revestimentos e alterando-se a forma de avaliação, não baseada apenas na comparação visual com os padrões das normas, o mesmo pode-se tornar ainda mais importante, principalmente nos casos em que o de resistência à tração não puder ser utilizado.
- ♦ As especificações técnicas de pintura, por sua vez, têm que ser mais claras e exigentes, não só com relação ao grau mínimo, mas também com relação ao que pode ser aceito e o que não pode.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] NBR 11003A, *Tintas – Determinação da Aderência*, ABNT, Rio de Janeiro, Brasil (1990).
- [2] ASTM D 3359, *Measuring Adhesion by Tape Test*, ASTM, Philadelphia (1983).
- [3] ISO 2409, *Paints and Varnishes – Cross-Cut Test*, ISO, Genève, Switzerland (2007).
- [4] ASTM D 6677, *Standard Test Method for Evaluating Adhesion by Knife*, Philadelphia (2001).

- [5] ISO 4628/Part 1-6, *Evaluation of Degradation of Paint Coatings - Designation of Intensity, Quantity and Size of Common Types of Defect*, Second Edition, International Organization for Standardization, 01-09-2003.
- [6] ISO 4624, *Paints and Varnishes - Pull-off Test for Adhesion*, ISO, Genève, Switzerland (2002).
- [7] ASTM D 4541/A4, *Pull-Off Strength of Coatings Using Portable Adhesion Testers*, Philadelphia (2005).
- [8] ISO 8501-1, *Preparation of Steel Surfaces Before Application of Paints*, Genève (1988).
- [9] ABNT NBR 8096 - *Resistência de Películas de Tinta ao Dióxido de Enxofre, pelo Aparelho de Kesternick* (2008).
- [10] ASTM G 154 - *Standard Practice for Operating Fluorescent Light Apparatus for UV Exposure of Nonmetallic Materials* (2008).
- [11] ASTM B 117 - *Operating Salt Spray (Fog) Apparatus* (2008).