

Copyright 2016, ABRACO

Trabalho apresentado durante o INTERCORR 2016, em Búzios/RJ no mês de maio de 2016.

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

## LEGENDA:

### **Avaliação das propriedades ignífugas e de resistência à corrosão da tinta em pó epóxi/poliéster com adição de argilominerais**

Natanael Relosi<sup>a</sup>, Oscar A. Neuwald<sup>b</sup>, Ademir J. Zattera<sup>c</sup>, Diego Piazza<sup>c</sup>, Sandra R. Kunst<sup>c</sup>,  
Eliena J. Birriel<sup>c</sup>

## **Abstract**

Powder coatings are used as coatings on steel due to its for barrier protection characteristics and there is the possibility of incorporating clay minerals in chemical composition, with the aim of improving the properties of paints, for example, muscovite mica and montmorillonite (MMT). Muscovite mica provides to powder coating improved barrier properties and flame-retardant. The MMT provides increased corrosion resistance. In this sense, the present study is to develop and characterize a hybrid powder coating (epoxy/polyester) adding separately muscovite mica and MMT type Cloisite®30B at concentrations of 2, 4 and 6% (w/w). The performance of coatings was evaluated with salt spray tests (SS), electrochemical impedance spectroscopy (EIS) and flame test. In the salt spray test, all coatings had high corrosion resistance. In the EIS test, it was observed that the coating with 6% muscovite mica showed higher impedance values. In the flame test, all samples with muscovite mica incorporation showed no dripping and no emergence of flame during the test. Thus, between the two tested clay minerals, muscovite mica showed more promising results than the addition of MMT 30B.

**Keywords:** Hybrid coating, muscovite mica, montmorillonite, corrosion.

## **Resumo**

As tintas em pó são utilizadas como revestimento ao aço devido a suas características de proteção por barreira e há a possibilidade de incorporar argilominerais na composição química, com o objetivo de melhorar as propriedades das tintas, por exemplo, a mica muscovita e a montmorillonite (MMT). A mica muscovita confere às tintas em pó melhores propriedades de barreira e características ignífugas. A MMT proporciona um aumento da resistência à corrosão. Neste sentido, o presente estudo tem por finalidade desenvolver e caracterizar uma tinta em pó híbrida (epóxi/poliéster) adicionando separadamente mica muscovita e MMT do tipo Cloisite®30B nas concentrações de 2, 4 e 6% (m/m). O desempenho das tintas foi avaliado com os testes de névoa salina (NS), espectroscopia de

<sup>a</sup> Engenheiro Químico – Universidade de Caxias do Sul

<sup>b</sup> Acadêmico do curso de Engenharia Química - Universidade de Caxias do Sul

<sup>c</sup> Prof.Dr. - Universidade de Caxias do Sul

impedância eletroquímica (EIE) e ensaio de chama. No ensaio de névoa salina todas as tintas apresentaram elevada resistência à corrosão. No ensaio de EIE, observou-se que a tinta com 6% de mica muscovita apresentou maiores valores de impedância. No ensaio de chama, todas as amostras com incorporação de mica muscovita não apresentaram gotejamento e nem surgimento de chama durante o teste. Dessa forma, entre os dois argilominerais testados, a mica muscovita apresentou resultados mais promissores em relação à adição de MMT 30B.

**Palavras-chave:** tinta híbrida, mica muscovita, montmorilonita, corrosão.

## **Introdução**

---

Os revestimentos orgânicos têm sido utilizados desde a antiguidade e são aplicados para aumentar a resistência à corrosão dos materiais metálicos bem como para fins decorativos. Atualmente, porém, os tipos de tintas tem se desenvolvido e se tornado cada vez mais eficientes e específicos podendo atender melhor às necessidades do mundo contemporâneo.

As tintas em pó tiveram a sua origem em 1950, sendo utilizadas como revestimento de peças e fornecendo uma camada de proteção com elevada espessura para isolamentos de fios elétricos e revestimentos de tubos. Um dos aspectos que tem contribuído de forma determinante para a utilização das tintas em pó é a legislação ambiental, uma vez que estas tintas são isentas de compostos orgânicos voláteis (COV's) e possibilitam o reaproveitamento do material que não adere nas superfícies onde a tinta em pó for aplicada (1-2).

Com o objetivo de apresentar vantagem competitiva no mercado de revestimentos, novas tecnologias são utilizadas e diferentes materiais são incorporados nos revestimentos de pintura em pó (3). Além disso, nanocompósitos sintetizados mediante o uso de carga mineral são incorporados na matriz polimérica melhorando suas propriedades (4).

Os argilominerais, como a montmorilonita (MMT), proporcionam a redução da permeabilidade a gases, aumento de propriedades mecânicas como estabilidade dimensional e melhoria na estabilidade térmica (5). A mica, do tipo muscovita, apresenta propriedades como excelente resistência a intempéries, boa resistência química, baixa condutividade térmica, estabilidade em temperaturas elevadas e características de não inflamabilidade (6).

Neste trabalho foi estudado o efeito da incorporação de argilominerais nas tintas híbridas (epóxi/poliéster). A mica muscovita e a MMT 30B foram incorporadas em quantidades de 2%, 4% e 6% (m/m) separadamente e foi analisado o desempenho à corrosão, propriedades mecânicas e térmicas. Normalmente utiliza-se uma concentração de argilominerais de até 10%, pois é nessa porcentagem que ocorrem melhorias significativas nas propriedades térmicas e de inflamabilidade, entre outras (7-10). A aplicação das tintas obtidas foi realizada por pulverização eletrostática e foram realizados ensaios de caracterização relacionados tanto a tinta em pó quanto ao revestimento aplicado.

## **Metodologia**

---

### **Materiais**

Os materiais utilizados na composição química da tinta são apresentados na Tabela 1.

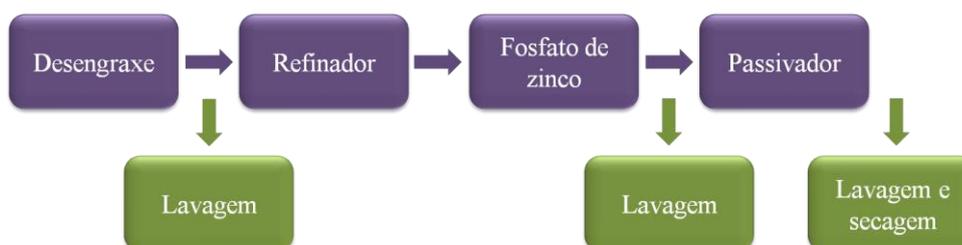
**Tabela 1** - Materiais utilizados na obtenção das tintas híbridas.

Material	Nome Comercial	Empresa
Resina Poliéster	Crylcoat™ 1783-0	Cytec
Resina Epóxi	Araldite GT 7220	Huntsman
Cera de polietileno	Licowax PE 520	Clariant
Agente alastrante	Resiflow™ PV-60	Estron Chemical Inc.
Agente de superfície	Benzoína	Datiquim
Mica muscovita	Muscovita ( <i>in natura</i> )	Lamil Lage Minérios
Montmorilonita 30B	MMT Cloisite® 30B	Southern Clay Products

Os substratos metálicos utilizados foram painéis de aço carbono com dimensões de 70 x 120 x 0,65 mm, confeccionados a partir de uma chapa de aço carbono AISI 1010, com a seguinte composição química: C (0,0651%), Si (0,0235%), Mn (0,2315%), P (0,0048%), S (0,0139%), Cr (0,0176%), Mo (0,0161%), Ni (0,0086%), Al (0,0541%), Co (<0,05%), Cu (<0,01%), Nb (<0,005%), Ti (<0,001%), V (<0,005%), W (<0,05%), Sn (<0,005%) e Fe (99,56%).

## Métodos

Antes da aplicação da tinta, os painéis metálicos sofreram preparação mecânica com lixas 320#, 400# e 600# e foram posteriormente submetidos a um tratamento de fosfatização com fosfato de zinco pelo método de imersão. O processo de fosfatização é apresentado na Figura 1 e incluíram as etapas de desengraxe, refinador, fosfatização, passivação e lavagem com água corrente dos corpos de prova. Em seguida, procedeu-se a secagem dos corpos de prova em estufa MDH da marca DeLeo por 10 minutos a 100°C.

**Figura 1** - Fluxograma do processo de fosfatização.

Os parâmetros do processo de fosfatização e os produtos utilizados são apresentados na Tabela 2. O pré-tratamento seguiu as orientações e produtos do fornecedor Klintex Insumos Industriais Ltda.

**Tabela 2** - Parâmetros e produtos utilizados na fosfatização.

Processo	Produto	Parâmetros	
		Temperatura	Tempo
Desengraxe	Saloclean 679 RZ	60°C	10 minutos
Refinador	Salocoloide 507	ambiente	1 minuto
Fosfatização	Salofos 715	30°C	10 minutos
	Salotex 903		
Passivador	Salomix 307	ambiente	90 segundos

A mistura da tinta em pó foi realizada manualmente, com a incorporação de 2%, 4% e 6% (m/m) de dois argilominerais separadamente (mica muscovita e MMT 30B), empregando-se formulações comerciais de tinta híbrida, conforme mostrado na Tabela 3.

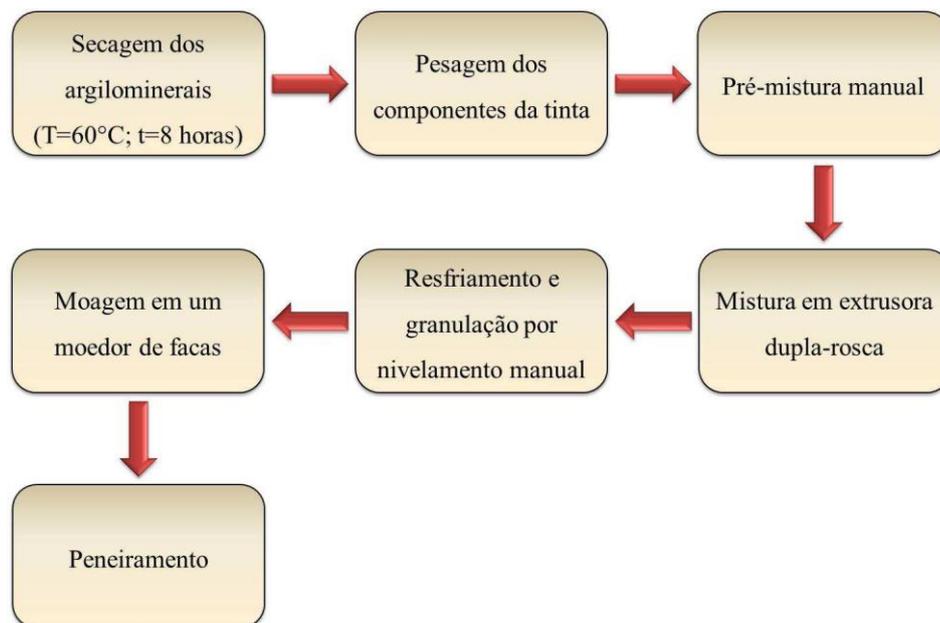
**Tabela 3** - Formulação de tinta em pó base epóxi/poliéster.

Material	Composição (%)
Resina poliéster	70,0
Resina epóxi	30,0
Agente alastrante	1,0
Agente de superfície	0,5
Cera de polietileno	0,5
Mica muscovita / MMT 30B	2, 4 e 6

Antes da incorporação dos argilominerais na tinta, estas foram secas em estufa a 60°C por 08 horas (11). A mistura foi processada em extrusora dupla-rosca co-rotante MH-COR-20-32 da MH Equipamentos Ltda, sendo especificadas as condições de velocidade de 200 rpm e temperatura de 70°C (zona 1), 80°C (zona 2) e 90°C (zona 3-9). O material extrusado foi nivelado manualmente com auxílio de um rolo metálico e granulado na forma de chips. Os chips foram moídos em um moedor de facas da marca Cadence, modelo MDR301 e posteriormente peneirados em peneira de 200 mesh Tyler (75 µm).

A aplicação da tinta foi realizada pelo método eletrostático com pistola do tipo corona da marca TecnoAvance, modelo 301. A cura da tinta ocorreu em estufa MDH da marca DeLeo a 200°C, por 15 minutos.

O fluxograma do processo de obtenção da tinta em pó é apresentado na Figura 2.



**Figura 2** - Fluxograma do processo de obtenção da tinta em pó.

A identificação das amostras é apresentada na Tabela 4.

**Tabela 4** - Identificação das amostras.

Identificação	Teor de carga (%)	Argilomineral
TH/0	sem carga	–
TH/2/MICA	2	Mica muscovita
TH/4/MICA	4	
TH/6/MICA	6	
TH/2/MMT 30B	2	MMT 30B
TH/4/MMT 30B	4	
TH/6/MMT 30B	6	

Caracterização das tintas em pó após a aplicação nos painéis metálicos

Ensaio de névoa salina (NS)

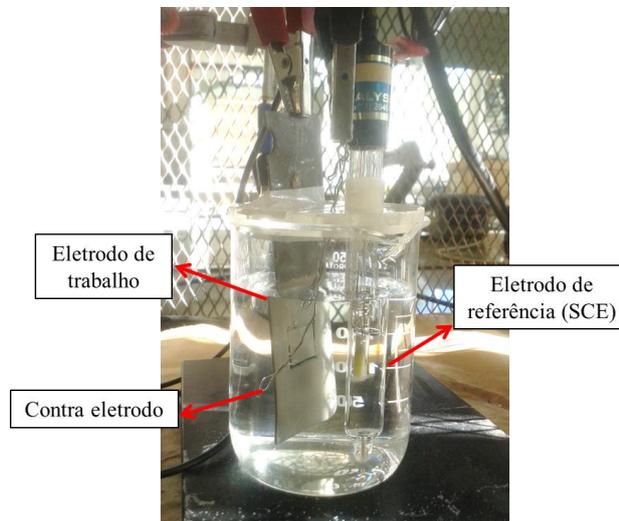
O ensaio de corrosão por NS tem o propósito de avaliar o desempenho à corrosão dos sistemas obtidos em um meio que simula a atmosfera marítima, segundo a norma ASTM B117-11 (12). Os corpos de prova pintados e curados foram submetidos à NS por 850 horas em uma câmara fechada da marca BASS Equipamentos, modelo USX-6000/2012. Os painéis metálicos tiveram suas bordas protegidas com cera de abelha e uma incisão em forma de X realizada na superfície pintada dos substratos metálicos para observar a migração subcutânea, conforme norma ASTM D1654-08 (13). As amostras são fixadas na câmara em apoios com ângulos entre 15 a 30° em relação à posição vertical.

O ensaio de névoa salina foi conduzido utilizando solução de NaCl  $5\% \pm 1\%$  (m/v) com faixa de pH 6,5 a 7,2 e temperatura de  $35^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Durante o ensaio de exposição à névoa salina, o grau e a intensidade do empolamento foram classificados conforme a norma ASTM D714-02 (14). As medidas do deslocamento foram realizadas a partir da incisão até a região onde o revestimento perdeu a aderência (um lado da raspagem) e perpendicularmente a incisão. As medições foram realizadas em 10 pontos ao longo de cada incisão por amostra. Estas medidas foram realizadas com auxílio de um paquímetro digital de resolução 0,01 mm da marca Mitutoyo modelo 500-144B. O ensaio de exposição à névoa salina foi realizado em triplicata.

### Espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE)

O ensaio de EIE foi realizado utilizando uma célula de três eletrodos posicionada no interior de uma gaiola de Faraday. A técnica foi utilizada para analisar fenômenos eletroquímicos que ocorrem na interface solução/revestimento/metal, permitindo estudar o comportamento geral do sistema quando um grande número de processos intercorrelacionados ocorre em diferentes velocidades. Os dados obtidos através da técnica de impedância apresentam dois pontos distintos, as propriedades de barreira do revestimento que estão relacionadas com a alta frequência e as reações ocorridas nos poros do revestimento que são observadas em baixa frequência (7).

A Figura 3 apresenta a célula eletroquímica composta por eletrodo de referência (eletrodo de calomelano saturado com KCl (ECS)) posicionado em um capilar de Luggin, contra eletrodo (fio de platina) e eletrodo de trabalho (painel de aço carbono revestido com a tinta em pó).



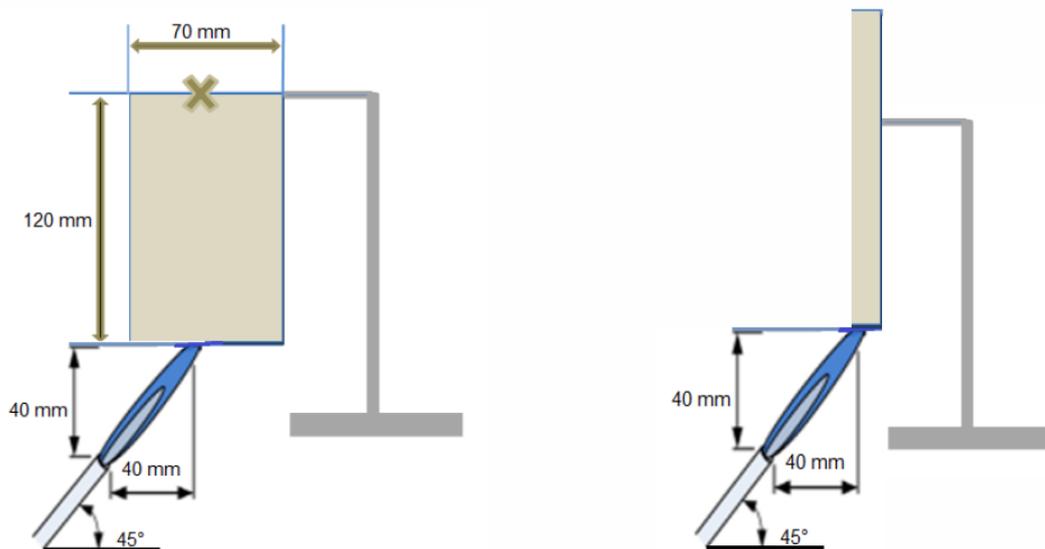
**Figura 3** - Célula eletroquímica utilizada para realizar as medidas de impedância eletroquímica.

As medidas de EIE foram realizadas expondo uma área de  $2,25\text{ cm}^2$  da amostra em uma solução de 3,5% (m/v) de NaCl. Os dados de EIE foram obtidos utilizando um potenciostato/galvanostato IviumStat Technologies, auxiliado pelo software IviumSoft, aplicando uma faixa de frequência de 10 mV em torno do potencial de corrosão. As medidas foram realizadas como função do tempo de imersão das amostras com as diferentes composições das tintas.

## Ensaio de inflamabilidade

O ensaio de inflamabilidade serviu para verificar o efeito retardante à queima pela ação de uma chama direta. O método do ensaio foi adaptado da norma internacional DIN 4102/B2 de 1998 e pela EN ISO 119225-2 de 2010 empregada para materiais de construção, tecidos, filmes e outros. A técnica baseia-se na exposição direta dos corpos de prova na posição vertical em uma pequena chama de 20 mm com ângulo de 45°.

A montagem do sistema de queima seguiu o modelo proposto por Cardelli *et al.* (15), onde os corpos de prova foram montados verticalmente dentro de uma câmara de teste, onde sua borda foi exposta a uma chama de gás com ângulo de 45° e 40 mm de comprimento de chama durante os tempos de 20, 40 e 60 segundos (Figura 4). Foi utilizado para o ensaio três amostras de cada formulação. A superfície da amostra (a borda) é exposta a uma pequena chama de gás, com auxílio de um bico de Bunsen e durante o ensaio de inflamabilidade são observados parâmetros como o tempo de queima (estabilidade térmica), gotejamento, área danificada e perda de massa das amostras.



**Figura 4** - Representação esquemática adaptada do teste de inflamabilidade.

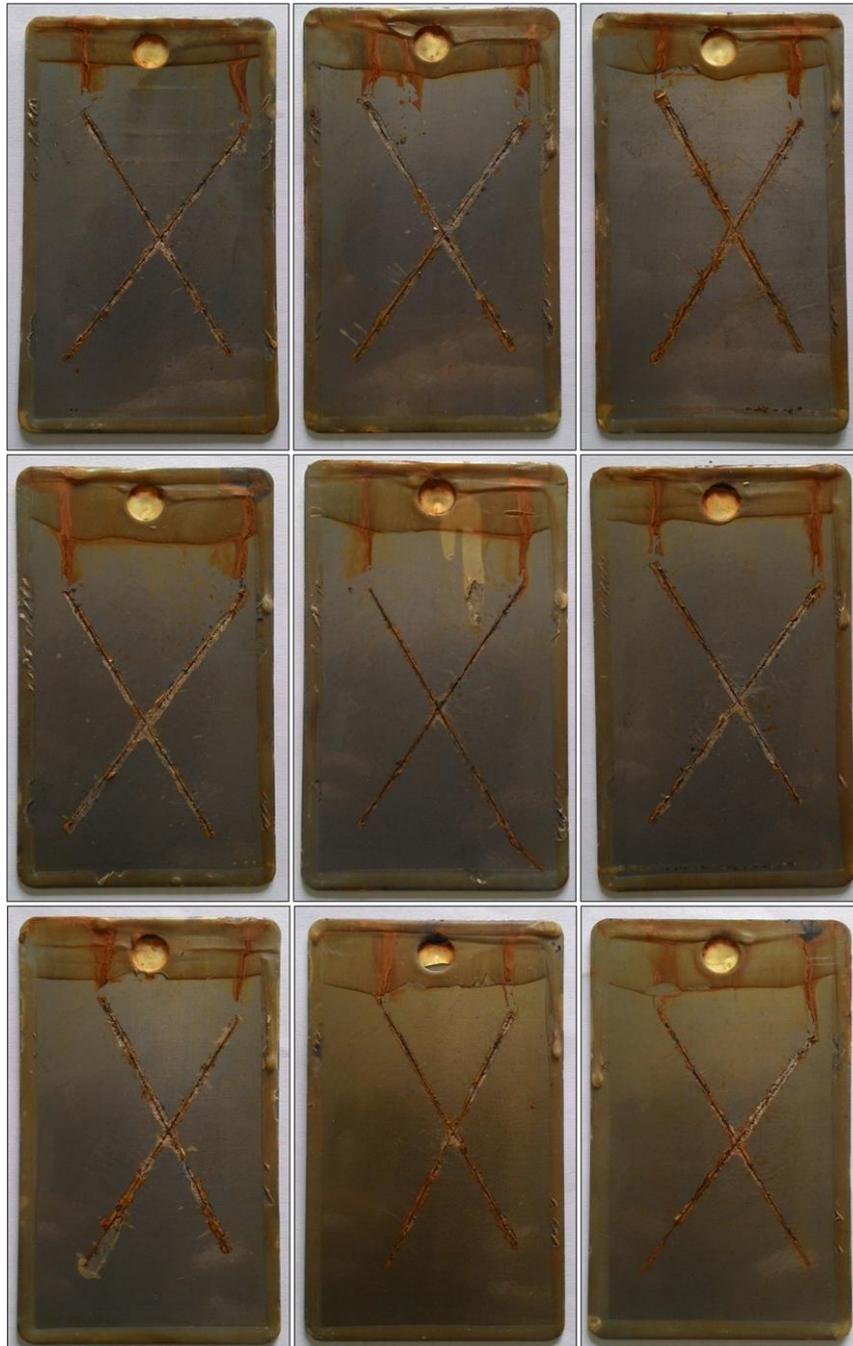
## Resultados e discussão

Estudos anteriores realizados com estas tintas mostraram que todas as tintas em pó com incorporação de mica muscovita apresentaram resultados satisfatórios nos ensaios de aderência e flexibilidade. Percebeu-se que a incorporação de mica muscovita nas tintas ocasionou um decréscimo de brilho das amostras. Além disso, a tinta TH/4/MICA apresentou o melhor desempenho no ensaio de resistência ao impacto. Isso ocorreu provavelmente devido ao aumento nas forças coesivas ocasionado pela presença de mica muscovita na tinta em pó. (16).

A incorporação da mica muscovita nas concentrações de 2, 4 e 6% (m/m) na tinta em pó híbrida ainda resultou no decréscimo da temperatura de transição vítrea e na reatividade do sistema, o que pode indicar a utilização desta tinta para aplicações que requerem características ignífugas (17).

## Névoa salina (NS)

O ensaio de névoa salina avaliou o desempenho à corrosão das tintas em pó híbridas com e sem a adição dos argilominerais. A Figura 5 apresenta o aspecto das amostras após 850 horas expostas à névoa salina, indicando a presença de produtos de corrosão perto a incisão, fato este esperado, pois a incisão expõe o metal ao meio agressivo da solução do ensaio.



**Figura 5** - Imagens dos painéis metálicos após 850 horas de exposição ao ensaio de névoa salina.

A Tabela 5 apresenta os resultados das medidas de migração subcutânea realizadas nos revestimentos híbridos após 850 horas de exposição à névoa salina.

**Tabela 5** - Medidas de migração subcutânea realizadas nos revestimentos híbridos contendo diferentes teores de argilominerais após 850 horas de exposição à névoa salina.

Amostra	Média (mm)	Deslocamento (mm)	
		Mínimo	Máximo
TH/0	0,89	0	1,74
TH/4/MICA	0,81	0	1,67
TH/2/MMT 30B	0,77	0	2,74

Não foram observados bolhas ou pontos de corrosão na superfície de nenhuma das amostras, evidenciando a eficácia do efeito barreira fornecido pelas tintas. O aumento da resistência à corrosão é associado com a natureza, a forma e o tamanho do material de enchimento. Piazza *et al.* (18) relataram um aumento do efeito de barreira com a adição de MMT para um revestimento de pó à base de poliéster. Choudalakis & Gotsis (19) atribuiu esse efeito ao aumento da dificuldade de difusão (tortuosidade) de líquidos ou gases de moléculas ao longo do filme de polímero devido à estrutura predominantemente esfoliada do nanocompósito. Percebe-se ainda que os maiores valores de deslocamento foram verificados para as amostras com incorporação de MMT 30B. Isso corrobora com os resultados dos ensaios mecânicos (flexibilidade e impacto) que também identificaram que as tintas com incorporação de MMT 30B apresentaram propriedades inferiores às tintas com adição de mica muscovita.

#### Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE)

A espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE) é um dos métodos utilizados para avaliar propriedades protetoras dos revestimentos orgânicos. Este método possibilita monitorar a degradação da tinta quando esta é exposta a um meio agressivo, com cloretos, por exemplo. As amostras das tintas em pó híbridas com adição de mica muscovita e MMT 30B foram analisadas em diferentes tempos de imersão (30, 45 e 50 dias) em uma solução de 3,5% de NaCl (p/p). Os diagramas de Bode ( $\log |Z|$ ) estão apresentados na Figura 6.

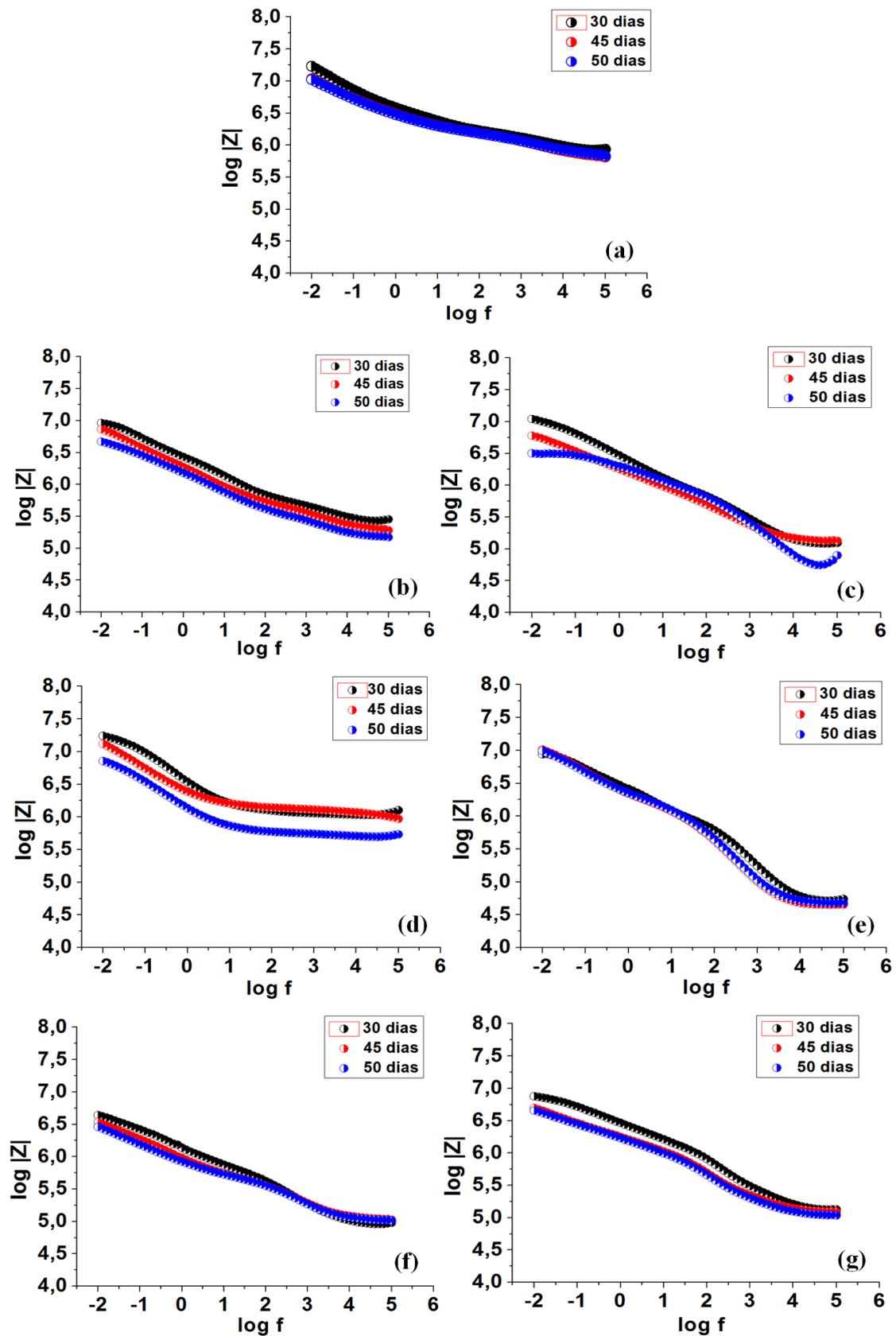


Figura 6 - Diagramas de Bode ( $\log Z$ ) das amostras de tinta em pó híbrida (a) TH/0, (b) TH/2/MICA, (c) TH/4/MICA, (d) TH/6/MICA, (e) TH/2/MMT 30B, (f) TH/4/MMT 30B e (g) TH/6/MMT 30B.

Pelos resultados obtidos, observa-se que em 30 dias de imersão, a amostra sem argilomineral (TH/0) e a amostra TH/6/MICA apresentaram os maiores valores de impedância (em torno de 7,3) em relação aos outros sistemas estudados.

Para a tinta TH/0, este resultado confirma que a tinta híbrida apresenta uma excelente resistência à corrosão, o que já era esperado, devido ao elevado grau de reticulação proporcionado pelo revestimento híbrido. A tinta poliéster ao reagir com ácido epóxi obtém uma maior reticulação no processo de cura devido à esterificação dos grupos hidroxila. A reação de esterificação entre os grupos hidroxila e glicídila ocorre de forma efetiva melhorando a reticulação do filme. Além disso, pesquisadores confirmam tais valores para esse tipo de tinta e atribuem tal resultado também ao aumento da tortuosidade ocasionada pela presença dos silicatos lamelares dispersos na matriz polimérica, o que dificulta a difusão de moléculas de gases e líquidos (7).

O maior valor de impedância eletroquímica para a tinta TH/6/MICA pode ser atribuído ao fato de a mica apresentar uma melhor resistência química quando comparada a MMT 30B. Isso também justifica os piores resultados para a amostra TH/4/MMT 30B para os mesmos 30 dias de imersão. Com o aumento do teor de mica muscovita incorporada nas tintas, observaram-se melhores resultados de resistência à corrosão em relação às outras tintas obtidas, ainda que de forma pouco significativa. Este comportamento indica que um aumento da concentração de mica muscovita melhora as propriedades de barreira que podem estar associados à boa dispersão da argila na matriz polimérica.

Em 45 e 50 dias de imersão observa-se que todos os sistemas estudados, com exceção da TH/2/MMT 30B, apresentaram valores menores de impedância com aumento da exposição da amostra ao eletrólito devido ao início do processo corrosivo, ocasionado pela absorção de água e penetração dos íons  $Cl^-$ . Essa redução pode ainda estar associada ao aumento da taxa de corrosão ocasionada pela presença de novos poros e outras falhas existentes na tinta em pó (20).

O fato da amostra TH/2/MMT 30B em 45 e 50 dias de imersão não apresentar uma redução nos valores de impedância pode estar associado a melhor dispersão da argila na matriz polimérica nessa proporção.

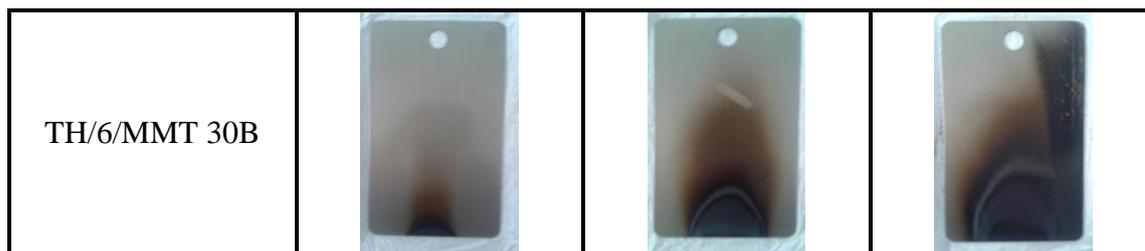
A tinta sem adição de argilas e todas as outras tintas com incorporação de mica muscovita apresentaram valores maiores de impedância eletroquímica em relação às tintas com incorporação de MMT 30B nos primeiros dias de imersão. Contudo, os valores de impedância para essas tintas decrescem de forma mais acentuada em relação às tintas com MMT 30B, denotando que esses sistemas não resistem a longos períodos de imersão. Isso pode estar relacionado ao fato de que a mica muscovita apresente apenas uma interação física enquanto que a MMT 30B é constituída de ligações de Van der Waals que são responsáveis pela união dos grupos hidroxilas com as partículas de argila.

#### Ensaio de Chama

Os resultados do ensaio de inflamabilidade estão resumidos no Quadro 1 com diferentes tempos de queima.

**Quadro1** - Resultados dos testes de chama em tintas híbridas realizados em três painéis metálicos pintados em três tempos (20 s, 40 s e 60 s).

Tinta Híbrida	20 s	40 s	60 s
TH/0			
TH/2/MICA			
TH/2/MMT 30B			
TH/4/MICA			
TH/4/MMT 30B			
TH/6/MICA			



Com base no Quadro 1, percebe-se que as tintas híbridas que estiveram expostas a um tempo de combustão de 20s não apresentaram alterações visuais significativas no revestimento.

A propriedade de retardamento de chama no tempo de combustão de 40s na tinta TH/4/MICA demonstrou que esta possui maior estabilidade térmica quando comparada com as demais formulações e com a TH/0. Tal resultado comprova o efeito da mica muscovita como retardante de chama.

O comportamento antichama observado pela adição de diferentes teores de mica muscovita pode ser explicado pela possibilidade da argila promover a formação de carvão transitório, que começa a degradar-se em temperaturas elevadas (21). O contato entre os silicatos e as macromoléculas do polímero é essencial para o avanço do processo de carbonização pelo desempenho dos microcompósitos, em que a volatilização é ligeiramente atrasada pelo efeito de barreira do retardador de chama (22).

Wang *et al.* (23) comenta o fato de a camada de carvão formada a partir da interação das resinas epóxi/poliéster com as partículas inorgânicas (nano-SiO<sub>2</sub>) bem distribuídas no polímero atua como uma barreira eficaz e pode melhorar a estabilidade térmica na resistência à chama. Quanto maior o tempo de resistência à chama, melhor as características ignífugas das tintas híbridas.

As tintas com incorporação de MMT 30B mostraram menor capacidade de evitar a propagação da chama quando comparados com as tintas com adição de mica muscovita e seus resultados se aproximaram bastante à tinta TH/0. De acordo com Panchatapa *et al.* (24), dependendo do modificador orgânico da MMT, a degradação que ocorre à temperaturas elevadas torna os silicatos mais hidrofílicos e menos compatíveis com a matriz polimérica.

Destaca-se, também, que nas formulações com adição de mica não foram observados gotejamento ou surgimento de chama independente do tempo de exposição à chama. No entanto, houve o surgimento de chamas (combustão) nas tintas TH/0 e TH/2/MMT 30B no tempo de 40 s. Para o tempo de 60 s, houve o aparecimento de chama para a TH/0 e para todas as tintas com MMT 30B.

Observa-se que todas as tintas apresentaram maior perda de massa com o aumento do tempo de exposição à chama, devido à carbonização (queima) da matéria orgânica. Os painéis metálicos pintados com a tinta TH/2/MMT 30B nos tempos 40 s e 60 s foi o que apresentou maior perda de massa. Isso indica que o modificador orgânico da argila pode ter catalisado as reações de combustão. Novamente constata-se que a mica muscovita é capaz de minimizar o efeito da queima, atuando efetivamente como retardante de chama, já que produziu menor perda de massa que as demais formulações.

## Conclusões

O objetivo desse estudo foi avaliar a influência da incorporação de dois argilominerais separadamente (mica muscovita e MMT 30B) nas propriedades térmicas, mecânicas e

químicas de tinta híbridas, tendo como variáveis os teores dos argilominerais de 2, 4 e 6 % (m/m). Os resultados obtidos permitem concluir que:

- o ensaio de névoa salina evidenciou que todas as amostras apresentaram elevada proteção à corrosão. Não foram observados bolhas ou pontos de corrosão na superfície de nenhuma das amostras. Contudo, no ensaio de migração subcutânea realizado após ao ensaio de névoa salina, a amostra TH/2/MMT 30B foi a que apresentou maior deslocamento (2,74 mm).
- através do ensaio de impedância observou-se que os painéis pintados com a tinta contendo mica muscovita apresentaram maiores valores de impedância quando comparados às tintas com MMT. Isso comprova que a mica possui uma resistência química superior à MMT 30B.
- a adição de mica muscovita no teor de 4% (m/m) na formulação de tinta em pó híbrida proporcionou melhores resultados de retardamento à queima da tinta quando aplicado em painéis de aço carbono. Além disso, todas as tintas com adição de mica muscovita não apresentaram gotejamento e nem surgimento de chama independente do tempo de exposição. Em contrapartida, houve o surgimento de chama para a tinta sem adição de argilominerais e para todas as amostras com incorporação de MMT 30B.

Entre os dois argilominerais testados, a adição de mica muscovita apresentou resultados mais promissores em relação à adição de MMT 30B.

De todas as concentrações de mica muscovita utilizadas, a concentração de 4% foi a que obteve melhores resultados nos testes, com exceção do ensaio de impedância eletroquímica, onde a tinta com 6% de mica apresentou maior resistência em solução salina.

Os resultados do teste de chama apontam que a adição de mica muscovita aumenta a resistência à inflamabilidade e não se observou gotejamento e nem surgimento de chama.

Desta forma, a tinta com adição de mica muscovita apresenta maior resistência à temperaturas elevadas e poderá ter aplicação em superfícies metálicas expostas a esta condição, com uma performance melhor que a tinta híbrida convencional.

### **Agradecimentos**

Os autores agradecem a Universidade de Caxias do Sul (UCS), ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologia (PGEPROTEC) da UCS, ao órgão de fomento CAPES pelo suporte financeiro ao estudo, bem como a empresa Pulverit do Brasil pelo fornecimento do material. Também agradecem ao Laboratório de Corrosão (LCOR) da UCS pela realização dos ensaios químicos.

### **Referências bibliográficas**

- (1) FU, J.; KRANTZ, M.; ZHANG, H.; ZHU, J.; KUO, H.; WANG, Y. M.; LIS, K. Investigation of the recyclability of powder coatings. *Powder Technology*, v. 211, p. 38-45, 2011.
- (2) HU, R. G.; ZHANG, S.; BU, J. F.; LIN, C. J.; SONG, G. L. Recent progress in corrosion protection of magnesium alloys by organic coatings. *Progress in Organic Coatings*, v. 73, p. 129-141, 2012.
- (3) EL-WAHABA, H.A.; EL-FATTAHB, M.A.; GABRC, M. Y. Preparation and Characterization of Flame Retardant Solvent Base and Emulsion Paints. *Progress in Organic Coatings*, v. 69, p. 272-277, 2010.

- 
- (4) ZHU, J; UHL, F. M.; MORGAN, A. B.; WILKIE, C. A. Studies on the mechanism by which the formation of nanocompósitos enhances thermal stability. *Chemistry of materias*, v. 13, p. 4649-4654, 2001.
  - (5) WASCHBURGER, M. R. Compósito de Propileno com Nanocarga. 2006. 90f. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.
  - (6) SIRELLI, L. Compósitos de Poli(Tereftalato de Etileno) e Mica Muscovita: Preparação, Caracterização e Propriedades. 2008. 131f. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Polímeros). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano, 2008.
  - (7) HANG, T. T. X.; TRUC, T. A.; NAM, T. H.; OANH, V. K.; JORCIN, J. B.; PÉBÈRE, N. Corrosion protection of carbon steel by an epoxy resin containing organically modified clay. *Surface & Coatings Technology*, v.201, p.7408-7415, 2007.
  - (8) ARAÚJO, E. M.; KOJUCH, L. R.; BARBOSA, R.; NÓBREGA, K. C.; DE MELLO, T. J. A. Influência das Condições de Processamento em Nanocompósitos de PE/Argila Organofílica. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v.3.3, p.20-28, 2008
  - (9) CHEN, C.; KHOBAID, M.; CURLISS, D. Epoxy layered-silicate nanocomposites. *Progress in Organic Coatings*, v.47, p.376-383, 2003.
  - (10) HUSSAIN, F.; CHEN, J.; HOJJATI, M. Epoxy-silicate nanocomposites: Cure monitoring and characterization. *Materials Science and Engineering A*, v.445-446, p.467-476, 2007.
  - (11) PIAZZA, D.; LORANDI, N. P.; PASQUAL, C. I.; SCIENZA, L. C.; ZATTERA, A. J. Influence of a microcomposite and a nanocompósito on the properties of an epoxy-bases powder coating. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, p. 6769-6775, 2011.
  - (12) AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). ASTM B117: Standard practice for operating salt spray (fog) apparatus, EUA, 2011.
  - (13) \_\_\_\_\_. ASTM D1654-08: Evaluation of painted or coated specimens subjected to corrosive environments, EUA, 2008.
  - (14) \_\_\_\_\_. ASTM D714-02 (Reapproved 2009): Standard test method for evaluating degree of blistering of paints, EUA, 2002.
  - (15) CARDELLI, A., RUGGERI, G., CALDERISI, M., LEDNEY, O., CARDELLI, C., TOMBARI, E. Effects of poly(dimethylsiloxane) and inorganic fillers in halogen free flame retardant poly(ethylene-co-vinyl acetate) compound: A chemometric approach. *Polymer Degradation and Stability*, 97, 2536-2544, 2012.

- 
- (16) RELOSI, N.; RECKZIEGEL, A.; ZATTERA, A. J.; PIAZZA, D.; RODRIGUES, K. S.; KUNST, S. R.; BIRRIEL, E. J. Efeito da adição de mica muscovita nas propriedades mecânicas de uma tinta em pó a base de epóxi/poliéster. 14° Congresso Internacional de Tintas (ABRAFATI), São Paulo, SP, 2015.
- (17) RELOSI, N.; ZATTERA, A. J.; PIAZZA, D.; RECKZIEGEL, A.; KUNST, S. R.; BIRRIEL, E. J. Avaliação das propriedades térmicas da tinta em pó epóxi/poliéster com adição de mica muscovita. 13° Congresso Brasileiro de Polímeros (CBPOL), Natal, RN, 2015.
- (18) PIAZZA, D., SILVEIRA, D. S., LORANDI, N. P., BIRRIEL, E. J., SCIENZA, L. C., ZATTERA, A. J. Polyester-based powder coatings with montmorillonite nanoparticles applied on carbon steel. *Progress in Organic Coatings*. v. 73, p. 42-46. 2012.
- (19) CHOUDALAKIS, G.; GOTSIS, A. D. Permeability of polymer/clay nanocomposites: a review. *European Polymer Journal*, v. 45, p. 967-984, 2009.
- (20) BEHZADNASAB, M. MIRABEDINI, S. M.; KABIRI, K. JAMALI, S. Corrosion performance of epoxy coatings containing silane treated ZrO<sub>2</sub> nanoparticles on mild steel in 3,5% NaCl solution. *Corrosion Science*, v. 53, p. 89-98, 2011.
- (21) HULL, T. R.; WITKOWSKI, A.; HOLLINGBERY, L.; Fire retardant action of mineral fillers. *Polymer Degradation and Stability*. V. 96, p. 1462-1469, 2011.
- (22) KILIARIS P., PAPANAYIDES C. D. Polymer/layered silicate (clay) nanocomposites: An overview of flame retardancy. *Progress in Polymer Science*, v. 35, p. 902-958, 2010.
- (23) WANG, Z.; HAN, E.; KE, W.; Effect of acrylic polymer and nanocomposite with nano-SiO<sub>2</sub> on thermal degradation and fire resistance of APP-DPER-MEL coating. *Polymer Degradation and Stability*, v. 91, p. 1937-1947, 2006.
- (24) PANCHATAPA, J. WILKIE, C. Effects of surfactants on the thermal and fire properties of poly(methyl methacrylate)/clay nanocomposites. *Polymer Degradation and Stability*, v. 88, p. 401-406, 2005.