



6<sup>as</sup> Jornadas

Corrosão e Protecção de Materiais

# Revestimentos auto-reparadores de sol-gel dopados com zeólitos permutados com Cério

Susana A.S. Dias<sup>1</sup>, S.V. Lamaka<sup>2</sup>, T.C. Diamantino<sup>1</sup> e  
M.G. Ferreira<sup>2,3</sup>

<sup>1</sup> LMR/Laboratório Nacional de Energia e Geologia;

<sup>2</sup> ICEMS/Instituto Superior Técnico;

<sup>3</sup> CICECO/Universidade de Aveiro

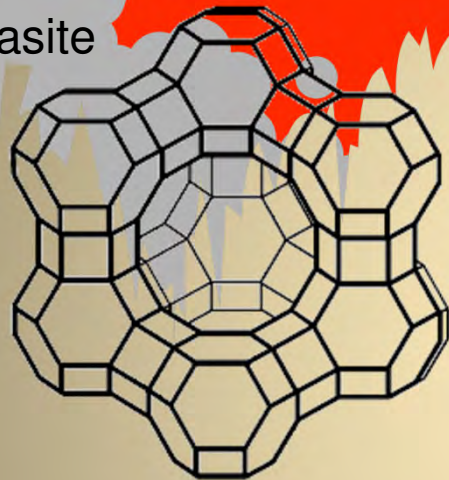
# Zeólitos

Conjunto de blocos organizados de forma periódica de modo a construírem uma rede de canais e poros

área específica >  $300 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$

volume dos poros internos  $\approx 0.1 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$

Faujasite

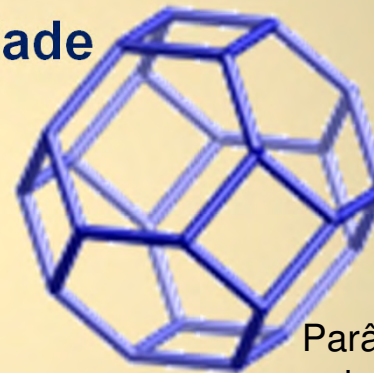


<http://izasc.ethz.ch/>

Alumino-silicatos cristalinos formados por “arestas” de tetraedros  $\text{SiO}_4^{4-}$  ou  $\text{AlO}_4^{5-}$

unidade

$\text{Ce}^{3+}$



<http://izasc.ethz.ch/>

$3 \text{ Na}^+$

Parâmetros experimentais:  
natureza das espécies catiónicas;  
carga do catião; concentrações das  
espécies catiónicas e aniónicas na  
solução.



Catião de Compensação  
(extra estrutura)

## Aplicações Industriais

Absorção (peneiros moleculares);  
Catalizadores;  
Permutadores catiónicos.

# Metodologia

## Permuta catiónica dos zeólitos - NaX

- ✓ Difraccção de raios-X,
- ✓ Microscopia Electrónica de Varrimento com Espectrometria de Dispersão de Energias.

## Revestimento

- ✓ Microscopia Electrónica de Varrimento com Espectrometria de Dispersão de Energias.

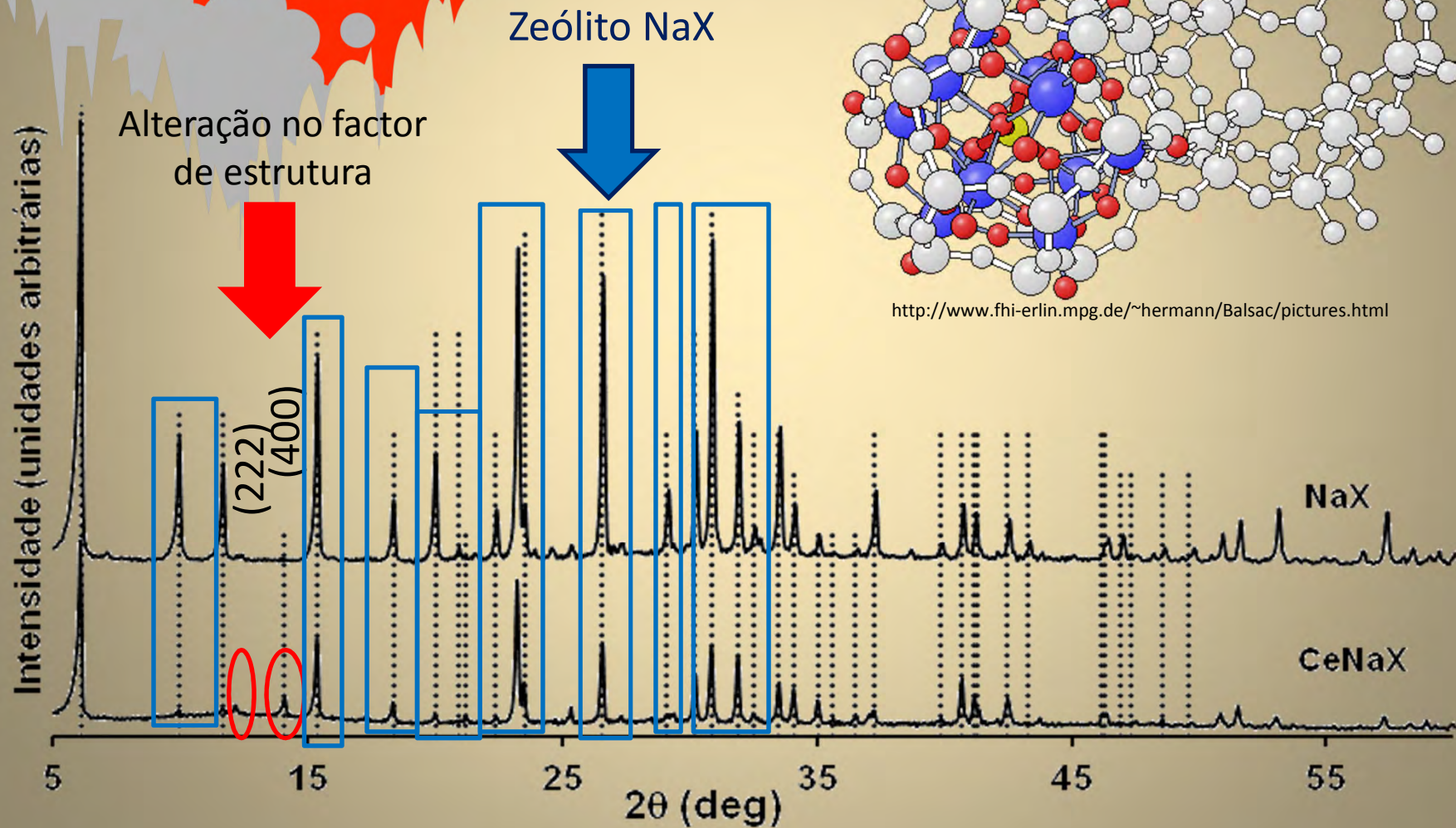
## Eficiência anticorrosiva do revestimento

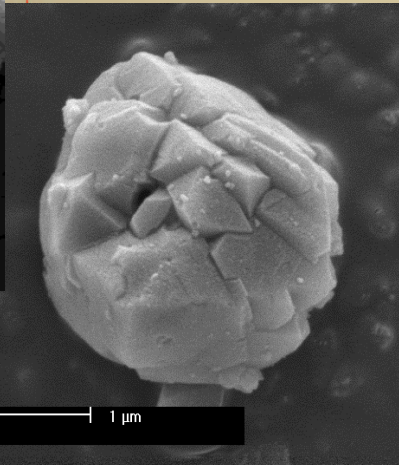
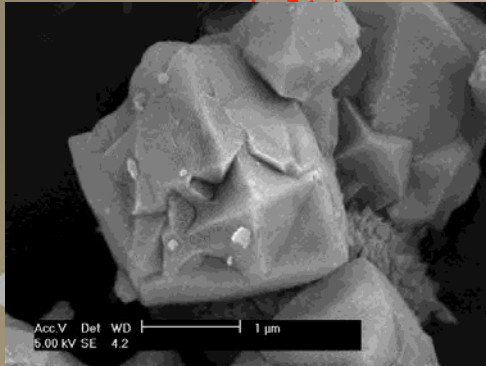
- ✓ Espectroscopia de Impedância Electroquímica,
- ✓ Microscopia Electrónica de Varrimento com Espectrometria de Dispersão de Energias.



# Zeólitos - micropartículas

Cristalização em células cúbicas no grupo espacial F3d





Dimensão média =  $\pm 1 \mu\text{m}$

esfera

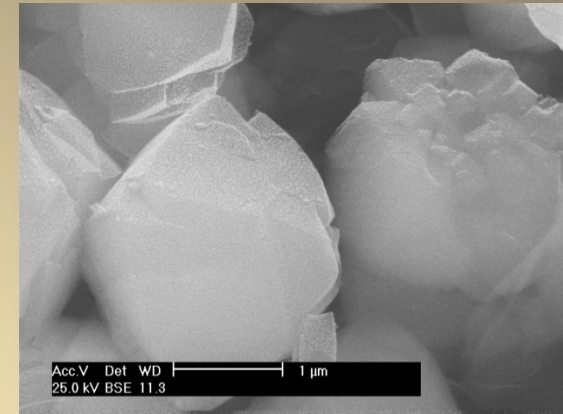
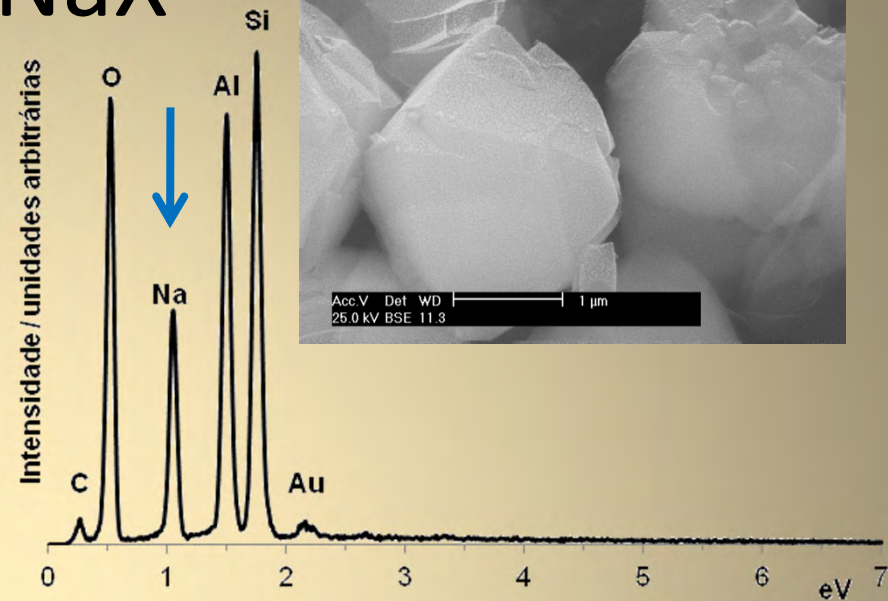
Factores ZAF →  
Sem padrão

Z: número atómico;  
A: absorção ;  
F: emissão de raios-X.

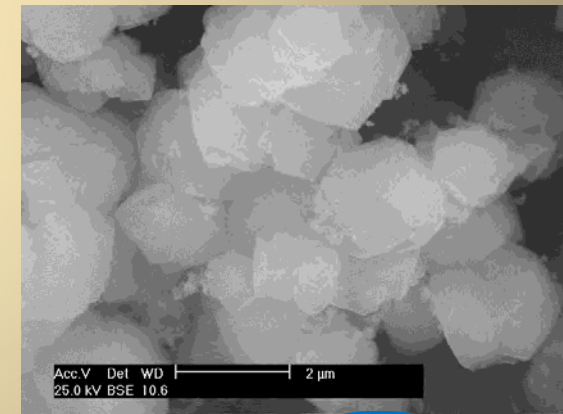
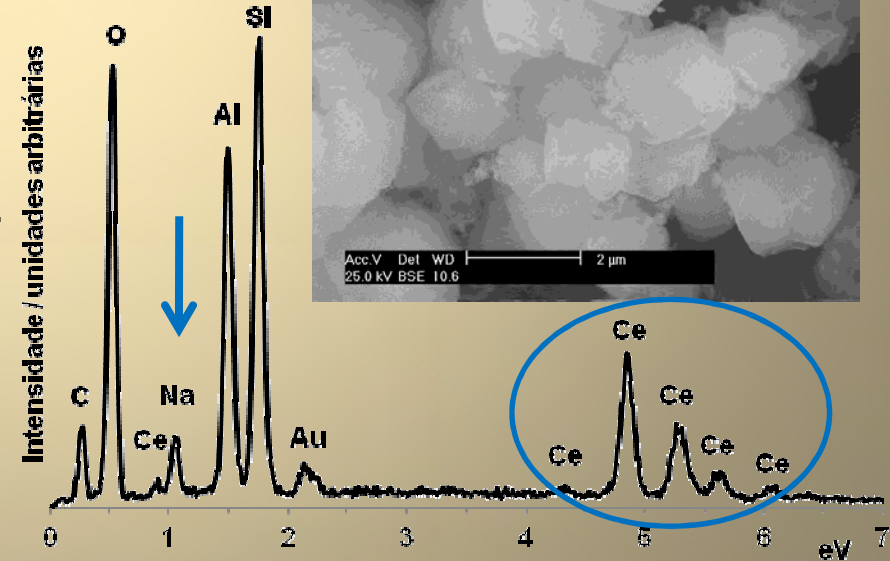
Si/Al = 1.3

85 % of  $\text{Na}^+$  para  $\text{Ce}^{3+}$

## NaX



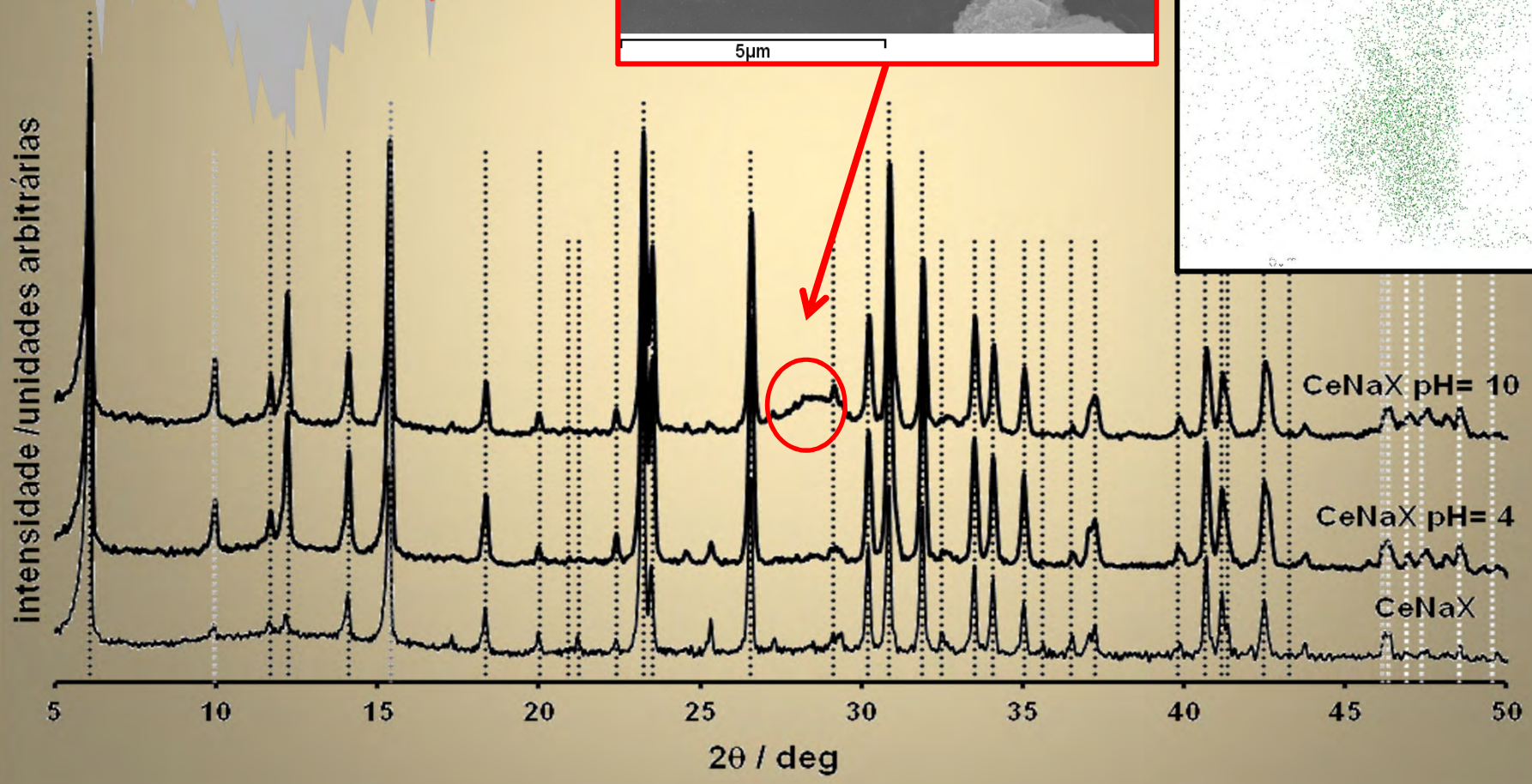
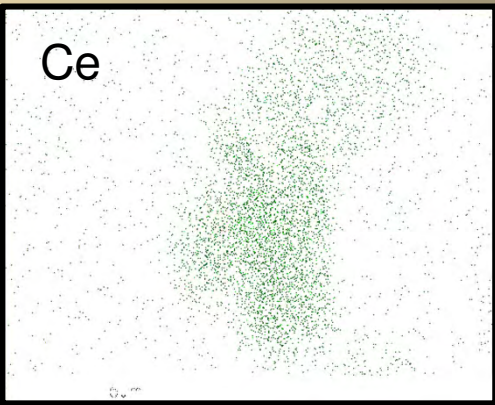
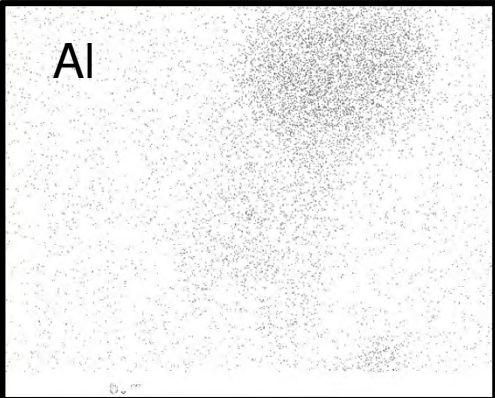
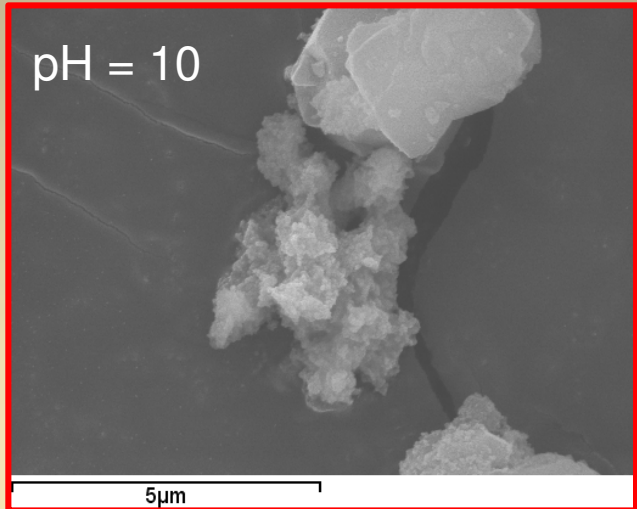
## CeNaX



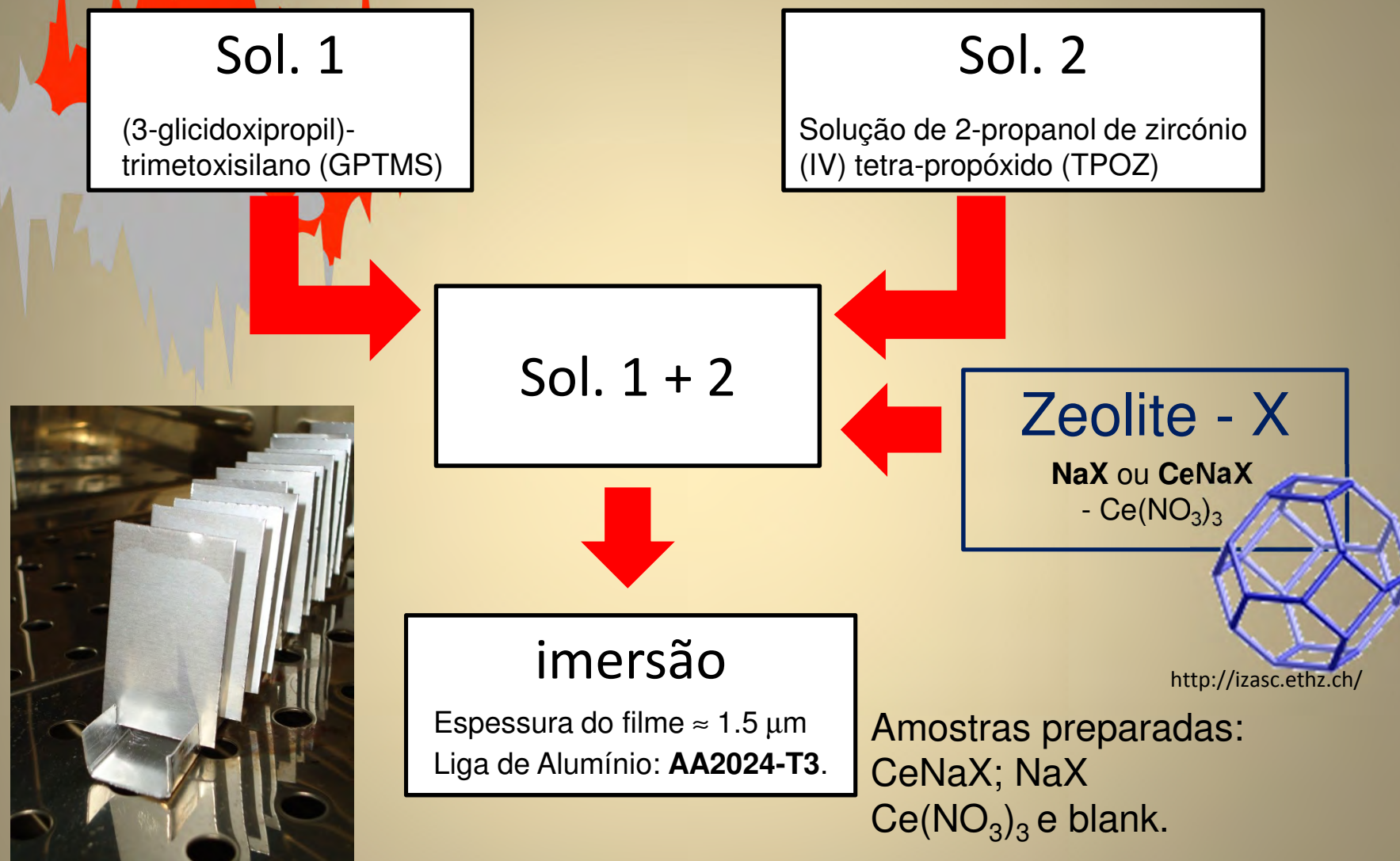


# Estudo de estabilidade

3 % NaCl



# Preparação do revestimentos sol-gel $ZrO_2/SiO_2$ <sup>(1)</sup>

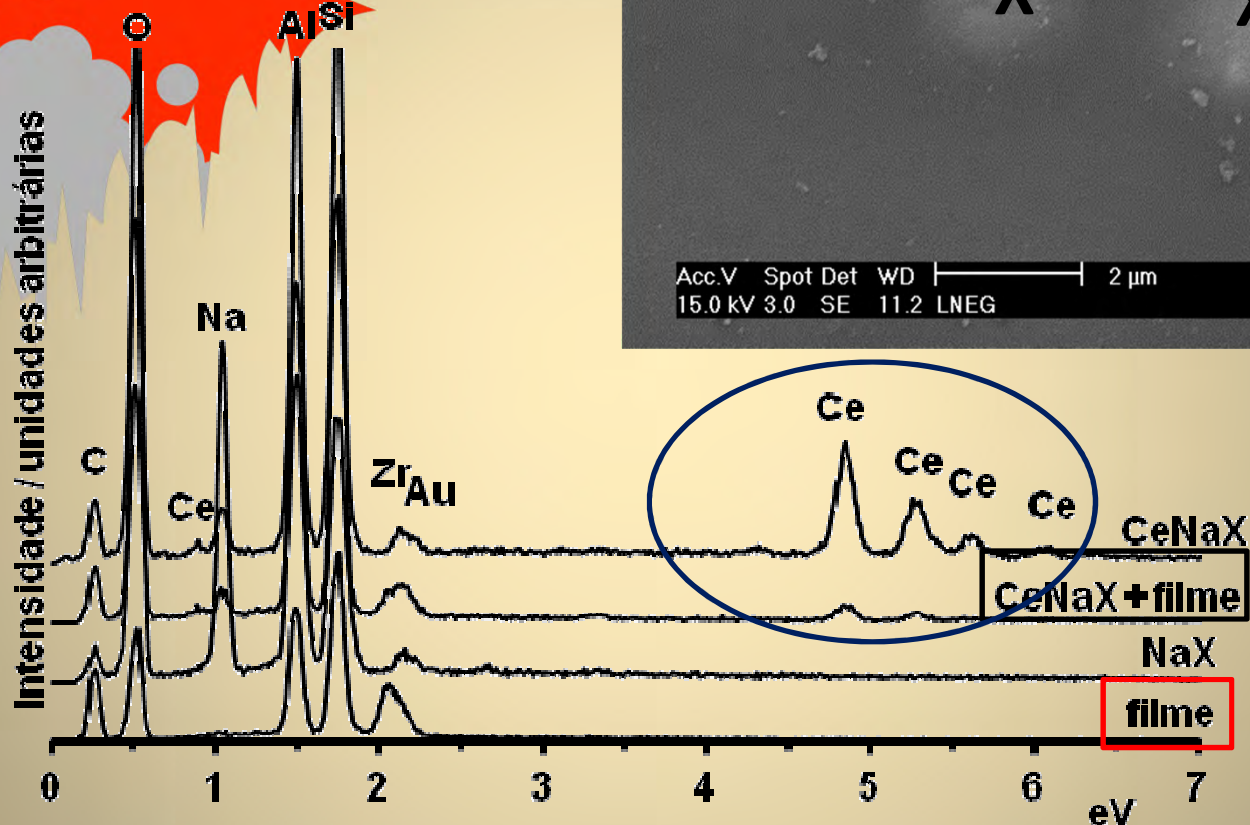
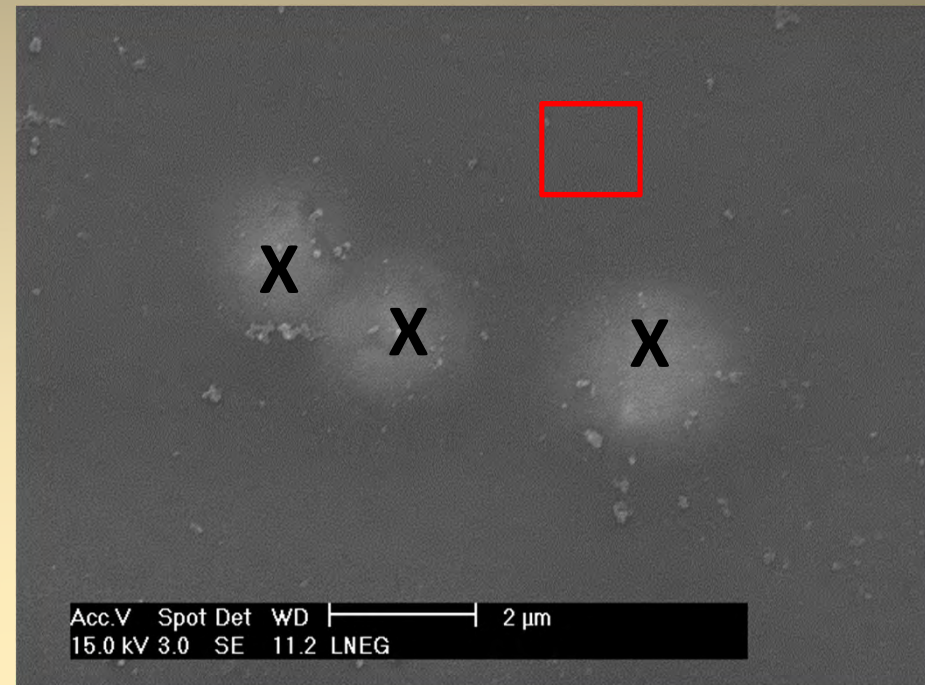


<sup>(1)</sup>S.V. Lamaka *et al.* *Prog. Org. Coat.* 58 (2007) 127-135.



**NaX** – O, Na, Al e Si

**CeNaX** – O, Na, Al, Si e Ce

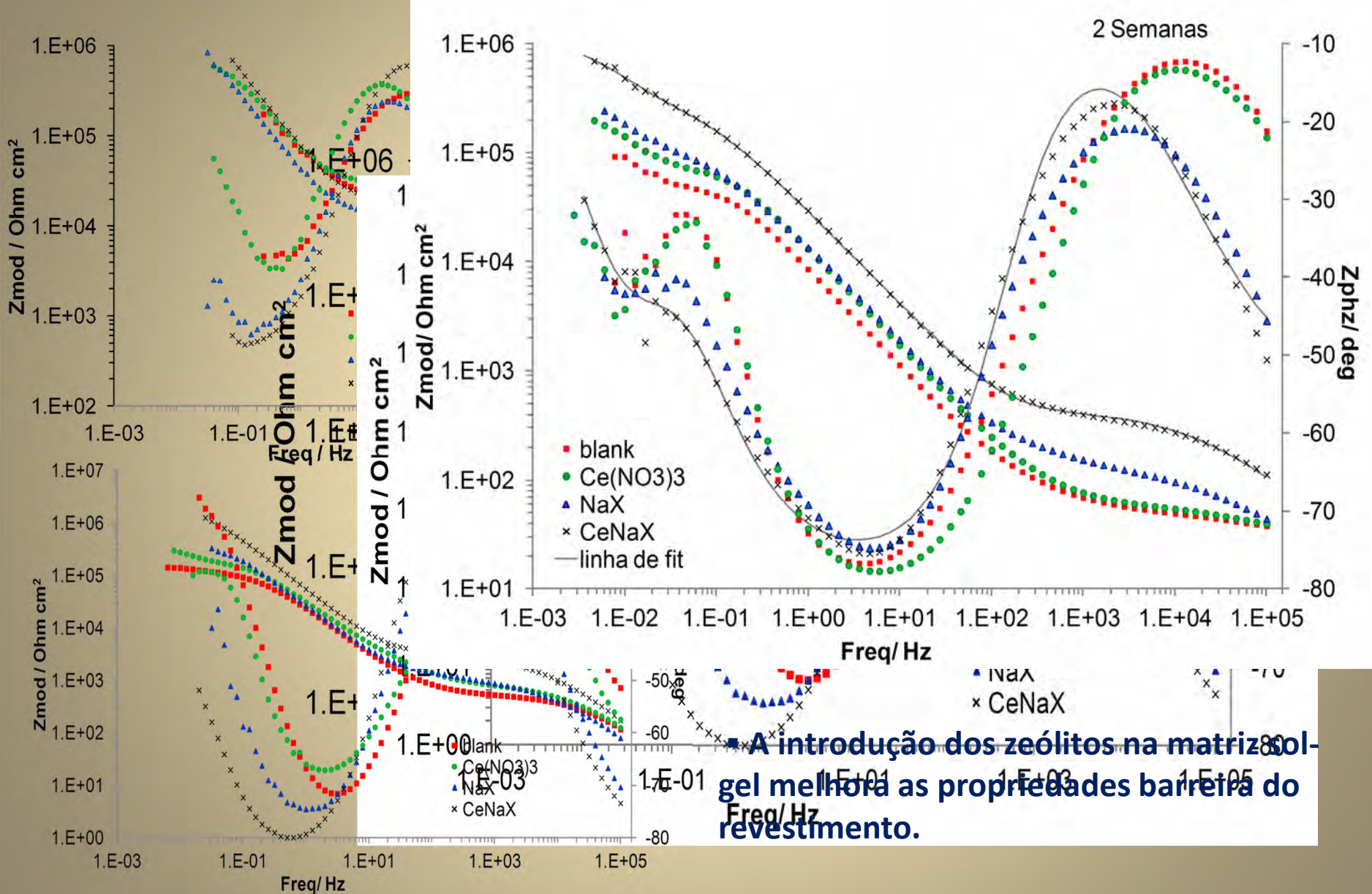


Os espectros de EDX das micropartículas de CeNaX no pó e no revestimento de sol-gel são similares.

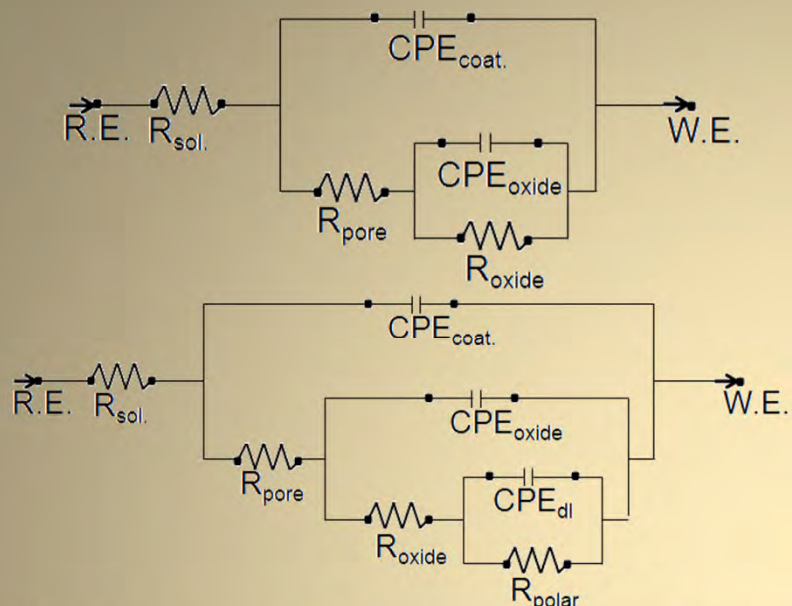
**O processo de revestimento não altera a composição das micropartículas de CeNaX**



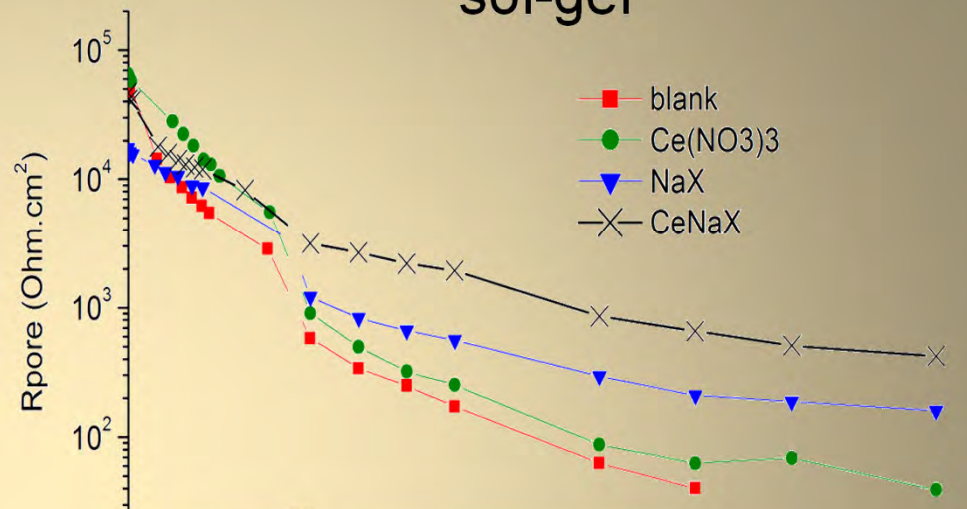
# Espectroscopia de Impedância Electroquímica



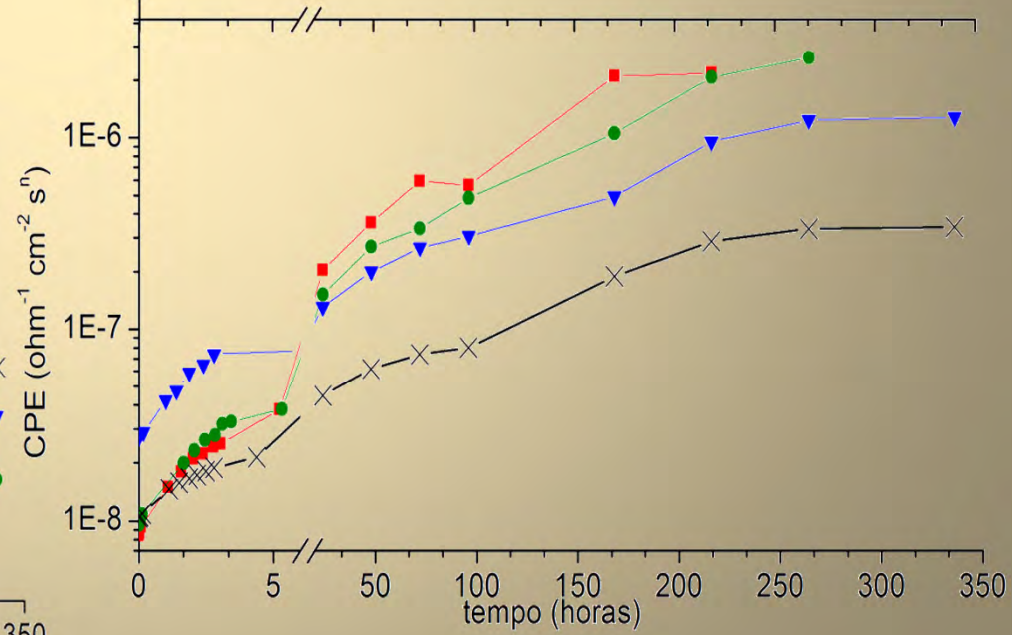
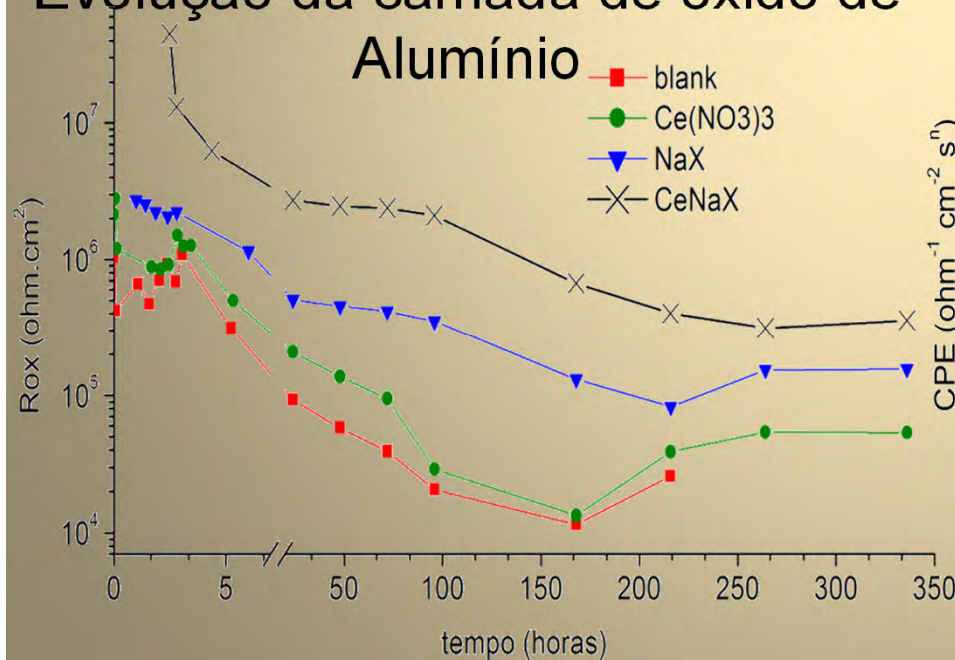
## Circuitos Equivalentes



## Evolução da Resistência e Capacitância no revestimento de sol-gel



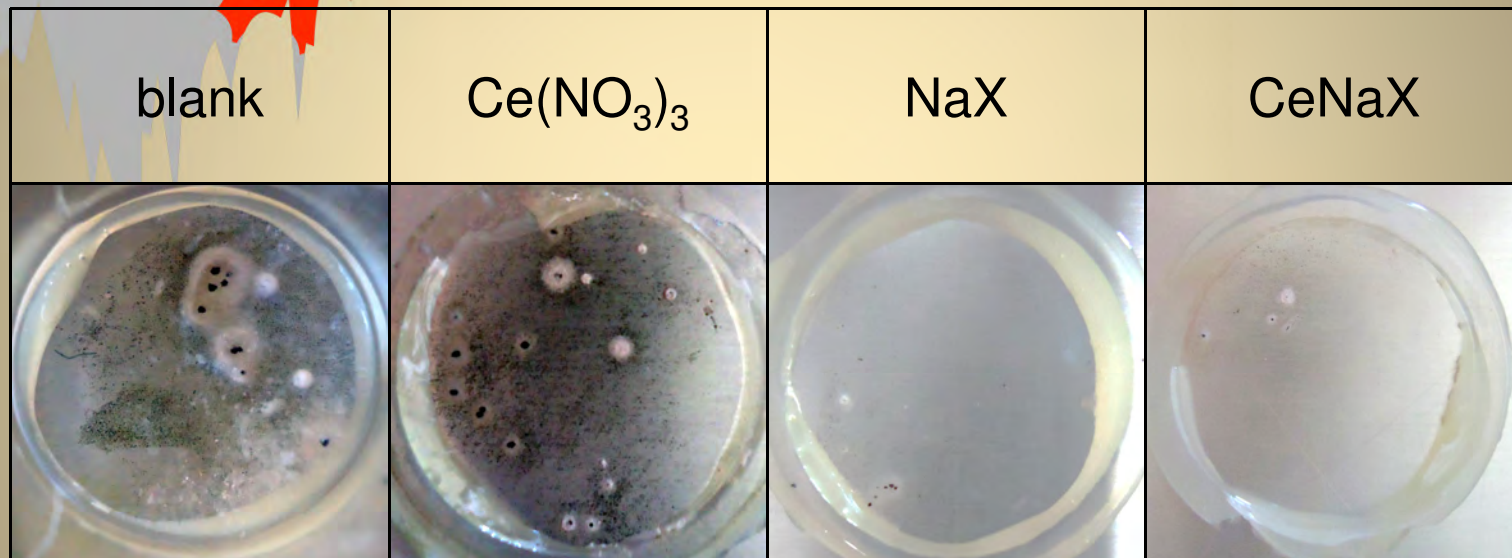
## Evolução da camada de óxido de Alumínio





# Fotografias ópticas

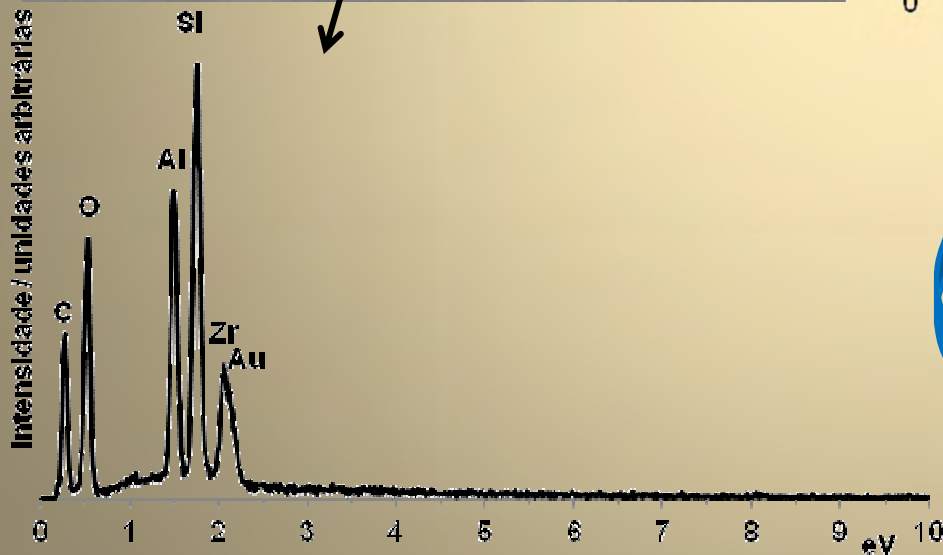
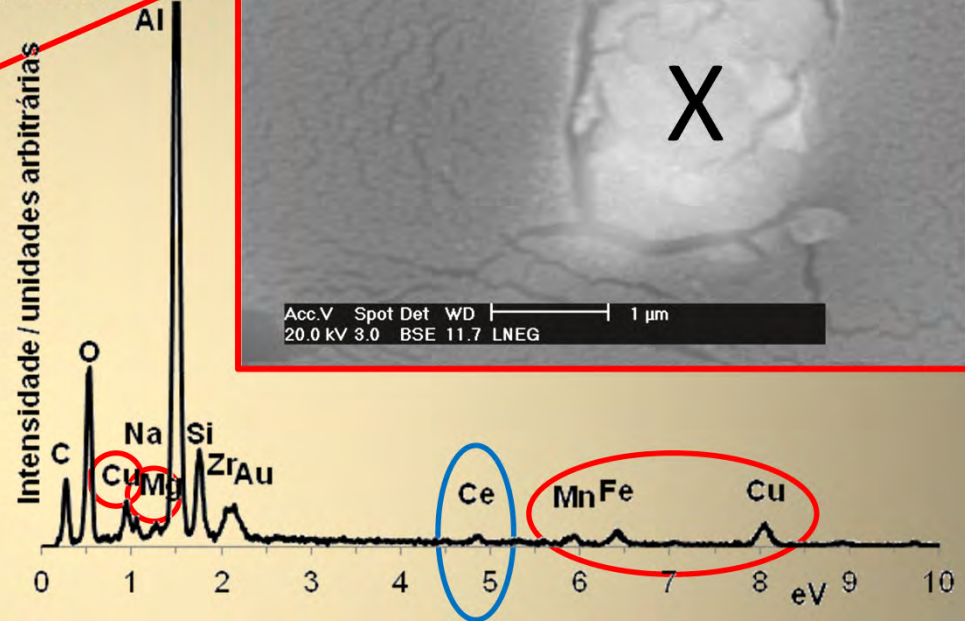
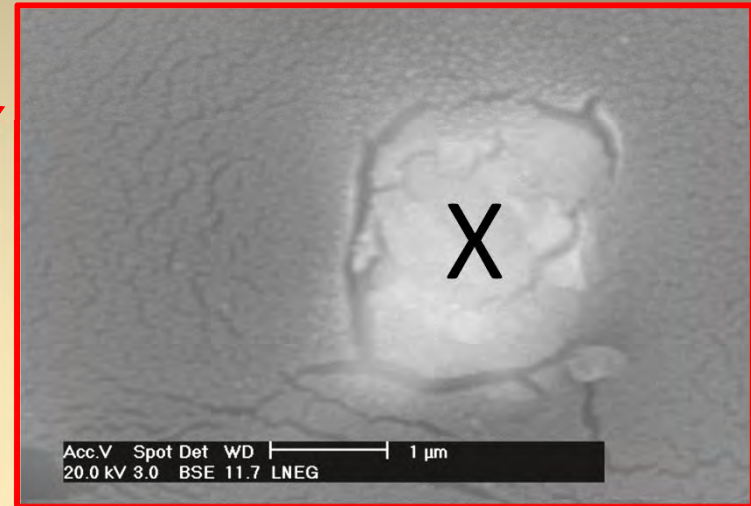
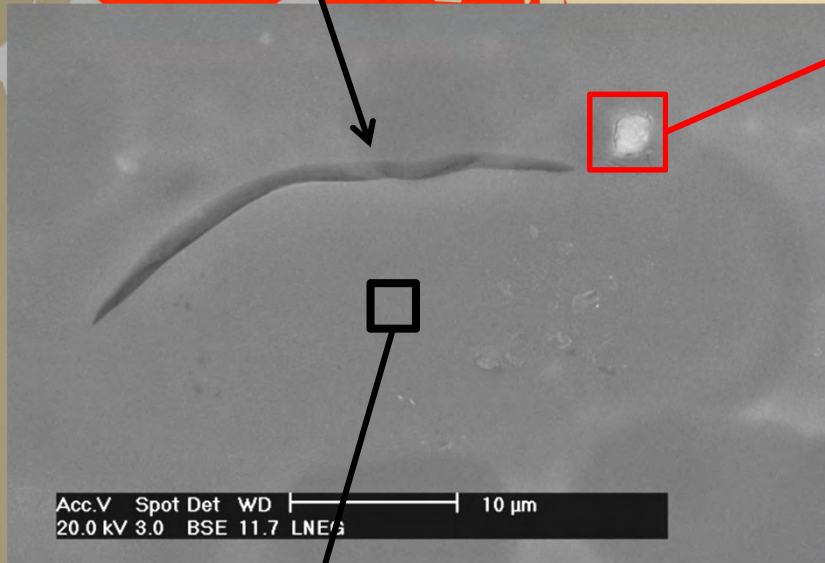
Após 2 semanas de imersão



**NaX** and **CeNaX** – poucas picadas e a superfície mantém um aspecto brilhante

# Fissura no revestimento de sol-gel

Após 2 semanas de imersão



Inclusão intermetálica  
 $Al_6(Cu, Fe, Mn)$

+ Ce

**Redução significativa  
do processo corrosivo**



# Conclusões

- ✓ O processo de revestimento de sol-gel  $\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2$  não altera a composição química das micropartículas de CeNaX;
- ✓ A presença das micropartículas de zeólito na matriz do híbrida do sol-gel melhora as propriedades barreira do revestimento;
- ✓ O revestimento dopado com CeNaX é o mais efectivo a nível de protecção anticorrosiva;
- ✓ Ce (III) é libertado do zeólito reduzindo significativamente o processo de corrosão nos passos iniciais;
- ✓ O revestimento com CeNaX foi o mais eficaz na protecção anticorrosiva.



# Agradecimentos

S.A.S. Dias agradece à FCT a bolsa de Doutoramento SFRH/BD/46586/2008.

D. Teresa Magalhães pelas análises de DRX.





Obrigada pela vossa  
atenção