



Universidade Estadual Paulista
"Júlio de Mesquita Filho"

Programa Interunidades

unesp 

Engenharia Civil e Ambiental

CARIME DOS SANTOS SOUZA

**UTILIZAÇÃO DE LAMA VERMELHA PARA OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA
ASSISTIDA POR PLASMA DE DIFERENTES METAIS**

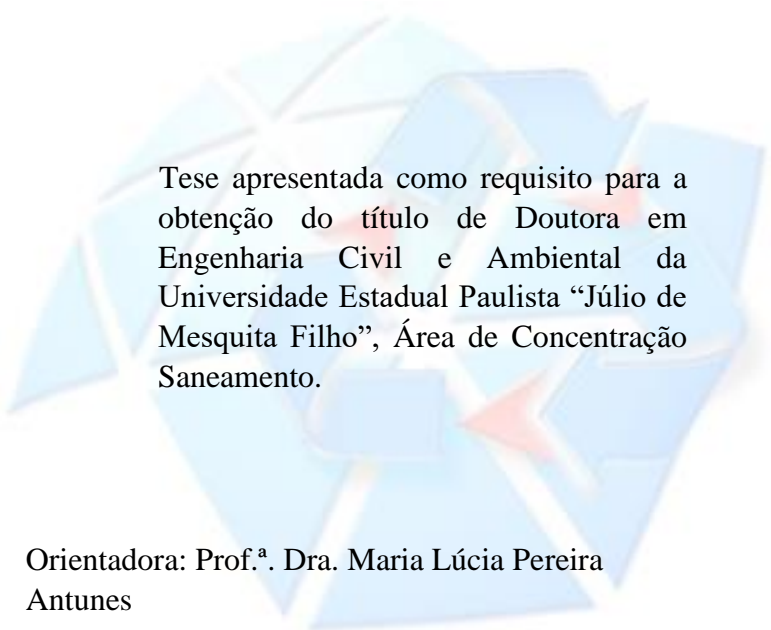
Bauru

2021



CARIME DOS SANTOS SOUZA

**UTILIZAÇÃO DE LAMA VERMELHA PARA OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA
ASSISTIDA POR PLASMA DE DIFERENTES METAIS**



Tese apresentada como requisito para a obtenção do título de Doutora em Engenharia Civil e Ambiental da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Área de Concentração Saneamento.

Orientadora: Prof.^a. Dra. Maria Lúcia Pereira Antunes

Bauru

2021

Souza, Carime dos Santos.

Utilização de lama vermelha para oxidação eletrolítica assistida por plasma de diferentes metais / Carime dos Santos Souza, 2021

317 f. : il.

Orientador: Maria Lúcia Pereira Antunes

Tese (Doutorado)- Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia, Bauru, 2021

1. Lama vermelha. 2. Oxidação eletrolítica assistida por plasma. 3. Resíduos sólidos. 4. Alumínio 1200. 5. Aço carbono 1020. 6. Aluzinco. I. Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia. II. Título.

ATA DA DEFESA PÚBLICA DA TESE DE DOUTORADO DE CARIME DOS SANTOS SOUZA, DISCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL, DA FACULDADE DE ENGENHARIA - CÂMPUS DE BAURU.

Aos 12 dias do mês de agosto do ano de 2021, às 14:00 horas, por meio de Videoconferência, realizou-se a defesa de TESE DE DOUTORADO de CARIME DOS SANTOS SOUZA, intitulada **UTILIZAÇÃO DE LAMA VERMELHA PARA OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA ASSISTIDA POR PLASMA DE DIFERENTES METAIS**. A Comissão Examinadora foi constituída pelos seguintes membros: Prof^a. Dr^a. MARIA LUCIA PEREIRA ANTUNES SILVA (Orientador(a) - Participação Virtual) do(a) Departamento de Engenharia Ambiental / Instituto de Ciência e Tecnologia, Câmpus de Sorocaba, Unesp, Prof. Dr. ANTONIO HORTENCIO MUNHOZ JUNIOR (Participação Virtual) do(a) Departamento de Materiais / Universidade Presbiteriana Mackenzie, Prof. Dr. FRANCICO ROLANDO VALENZULA DIAZ (Participação Virtual) do(a) Engenharia Metalúrgica e de Materiais / Universidade de São Paulo - USP, Prof^a. Dr^a. JANE MARIA FAULSTICH DE PAIVA (Participação Virtual) do(a) Departamento de Engenharia de Produção / Universidade Federal de São Carlos / Campus de Sorocaba, Prof. Dr. LUIZ FERNANDO GRESPAN SETZ (Participação Virtual) do(a) Centro de Engenharia, Modelagem e Ciências Sociais Aplicadas / Universidade Federal do ABC - UFABC - Santo André. Após a exposição pela doutoranda e arguição pelos membros da Comissão Examinadora que participaram do ato, de forma presencial e/ou virtual, a discente recebeu o conceito final: APROVADA . Nada mais havendo, foi lavrada a presente ata, que após lida e aprovada, foi assinada pelo(a) Presidente(a) da Comissão Examinadora.



Prof^a. Dr^a. MARIA LUCIA PEREIRA ANTUNES SILVA

AGRADECIMENTOS

À minha família que me apoiou não só neste trabalho, mas durante toda a minha vida, que compartilhou comigo suas experiências e sabedoria e nunca me deixou desistir.

Ao Renan Moraes, meu noivo e colega de profissão, que me apoiou neste trabalho e incentivou.

À professora e orientadora Dr^a. Maria Lúcia Pereira Antunes sou muito grata pela orientação, oportunidade concedida, pelo conhecimento compartilhado, pela paciência, dedicação e confiança em mim depositada.

Ao Professor e coordenador do programa de Engenharia Civil e Ambiental, Dr. Gustavo Ribeiro, por todo apoio ao projeto, como também aos funcionários da secretaria de pós-graduação.

À Empresa CBA - Companhia Brasileira de Alumínio pelo fornecimento do resíduo.

Ao Professor Dr. Nilson Cristino da Cruz e à Professora Dr^a. Elidiane Cipriano Rangel pela permissão do uso dos equipamentos para a execução do trabalho, pela oportunidade concedida, apoio e pelo conhecimento compartilhado.

Ao Professor Marcos Dorigão Manfrinato pelo auxílio com os testes de corrosão por névoa salina, apoio e pelo conhecimento compartilhado.

À colega e amiga Livia Sottovia por ter me ensinado os primeiros passos do trabalho, por toda a ajuda durante os experimentos, troca de experiências, pela paciência e amizade.

Ao Rafael Parra Ribeiro pelo suporte técnico, além de todo o apoio, paciência e amizade.

À Norma Furlan Tartari por ter me auxiliado nos primeiros testes com aço carbono, por toda a ajuda, troca de experiências e pela paciência.

Aos técnicos de laboratório Gabriel Romano, Lucas Araújo, Larissa Solano, Jamille Altheman, pelas análises feitas por Microscopia Eletrônica.

Aos técnicos de laboratório Marco Souza, Gustavo Henrique, Luan Soares, pelas análises feitas por Difratômetros de Raios X.

Aos técnicos de laboratório Suzan Lessa, Letícia Gonçalves e Sandro Garcia por toda a ajuda, troca de experiências e suporte técnico.

À empresa Calhas Boi (Sorocaba) pela doação de sobras de calhas aluzinco.

Às colegas Fabiola Palinkas, Thaís Matiello, Tamires Araujo e Florence Rezende que gentilmente transmitiram conhecimento.

Ao colega Marcos Macedo pelo auxílio com os testes de corrosão por névoa salina.
Aos técnicos Gabrielly Ivanof e João Paulo de Proença pelos agendamentos para o uso dos equipamentos do laboratório de Plasmas Tecnológicos (LaPTec) da UNESP de Sorocaba.

Aos alunos de graduação Bruna Schatz, Ellen Chiochetti e Alexandre Bertolaccini pelo auxílio com as medidas das amostras.

Aos Laboratórios Multiusuário de Caracterização de Materiais (LMCMat) e Plasmas Tecnológicos (LaPTec) da UNESP de Sorocaba.

À Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales - FATEC Sorocaba e ao técnico Henrique Medeiros pelo auxílio com os testes de dureza.

Ao Laboratório de Caracterização e Processamento de Materiais da EE da Universidade Presbiteriana Mackenzie.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro.

À Universidade Estadual Paulista - UNESP por contribuir mais uma vez para minha formação profissional e pessoal.

A todos que colaboraram direta ou indiretamente para que este sonho se realizasse, meus sinceros agradecimentos.

Resumo

Dentro da política de reduzir a quantidade gerada de resíduos industriais e de mineração, uma boa alternativa é desenvolver tecnologias que possibilitem sua reutilização. Nesse cenário, avaliando um dos resíduos gerados na região de Sorocaba ligado à mineração, destaca-se a lama vermelha. Uma alternativa é o uso desse resíduo como revestimento cerâmico de metais. Este trabalho propõe o seu uso, para a produção e caracterização de revestimentos protetivos, em superfícies de diferentes ligas metálicas, através da técnica de oxidação eletrolítica assistida por plasma – PEO (do inglês: *plasma electrolytic oxidation*). Obteve-se recobrimentos em ligas de alumínio 1200, aço carbono 1020 e aluzinco, através de PEO utilizando solução preparada com lama vermelha e água destilada, aplicando-se potencial de 600 e 500V, utilizando diferentes concentrações e tempos de deposição. Os revestimentos foram avaliados pelas técnicas MEV, EDS, DRX (com exceção do aço carbono), FTIR, Rugosidade, Molhabilidade, Dureza, Espessura, foram avaliadas as propriedades mecânicas através do teste de pino sobre disco e corrosão. Os revestimentos obtidos com lama vermelha total em alumínio 1200 apresentaram maior rugosidade em relação aos revestimentos obtidos com a fração silte/argila. Para as deposições em aço carbono 1020 e aluzinco a rugosidade foi maior do que os substratos polidos. Os revestimentos em substrato de alumínio 1200 utilizando lama vermelha total (LVT) e fração silte/argila (LVA) apresentaram características hidrofóbicas, já os revestimentos em aço carbono 1020 e aluzinco foram classificados como hidrofílicos. Quanto à dureza, apenas os revestimentos obtidos com LVA em liga de alumínio possuem maior dureza em relação ao seu substrato. Quanto ao estudo de desgaste mecânico, os revestimentos obtidos com LVT e LVA em liga de alumínio houve aumento da resistência da superfície e os revestimentos podem ser classificados como abrasivos. A avaliação da corrosão mostra que para os revestimentos em liga de alumínio, os danos são maiores para os obtidos com LVA do que nos revestimentos obtidos com LVT. Para os revestimentos obtidos em aço carbono 1020 observam-se as maiores taxas de corrosão, identificando-as como severa. Pode-se dizer que a lama vermelha pode ser aplicada na produção de revestimentos nos três tipos de materiais, porém em liga de alumínio e em aluzinco são obtidos revestimentos cerâmicos que em certas condições acabam por melhorar as propriedades dos substratos.

Palavras-chave: lama vermelha, oxidação eletrolítica assistida por plasma, liga de alumínio 1200, aço carbono 1020, aluzinco, resíduos sólidos.

Abstract

Within the policy of reducing the amount of industrial and mining waste generated, a good alternative is to develop technologies that enable its reuse. In this scenario, evaluating one of the waste generated in the Sorocaba region linked to mining, the red mud stands out. An alternative is to use residue as a ceramic coating on metals. This work proposes its use, for the production and characterization of protective coatings, on surfaces of different metallic alloys, through the technique of plasma assisted electrolytic oxidation - PEO. Coatings in aluminum alloys 1200, carbon steel 1020 and aluzinc were obtained through PEO using a solution prepared with red mud and distilled water, applying 600 and 500 V potential, using different deposition times and times. The coatings were obtained by MEV, EDS, DRX (except carbon steel), FTIR, Roughness, Wettability, Hardness, Thickness techniques, were evaluated as mechanical properties through the pin-on-disc and corrosion test. The coatings obtained with total red mud in aluminum 1200 showed greater roughness in relation to the coatings obtained with the silt/clay fraction. For the depositions on 1020 carbon steel and aluzinc, the roughness was greater than for the polished substrates. The coatings on 1200 aluminum substrate using total red mud (LVT) and silt/clay fraction (LVA) showed hydrophobic characteristics, while the coatings on 1020 carbon steel and aluzinc were classified as hydrophilic. As for hardness, only the coatings obtained with LVA in aluminum alloy have greater hardness in relation to its substrate. As for the study of mechanical wear, the coatings obtained with LVT and LVA in 1200 aluminum alloy showed an increase in surface resistance and the coatings can be classified as abrasive. Corrosion evaluation shows that for aluminum alloy coatings, damage is greater for those obtained with LVA than for coatings obtained with LVT. For the coatings obtained from 1020 carbon steel, the highest corrosion rates are observed, identifying them as severe. It can be said that the red mud can be applied in the production of coatings on the three types of metals, however, in aluminum alloy and aluzinc, ceramic coatings are obtained which, under certain conditions, improve the properties of the substrates.

Keywords: red mud, plasma assisted electrolytic oxidation, 1200 aluminum alloy, carbon steel 1020, aluzinc, solid waste.

Índice de Figuras

Figura 1 - Artigos publicados relacionados com o tema “lama vermelha”.....	13
Figura 2 - As principais aplicações no Brasil se resumem.....	17
Figura 3 - Representação da seção transversal da camada de substrato da liga 55%Al-Zn.....	23
Figura 4 - Esquema de célula para o processo de oxidação por plasma eletrolítico.	25
Figura 5 (a) - Diagrama das etapas da metodologia.....	35
Figura 6 - Geometria do substrato (mm).	39
Figura 7 - Representação da seção transversal da camada de revestimento da liga 55%Al- Zn.....	39
Figura 8 - Sistema do plasma eletrolítico: Sistema de eletrólise.....	40
Figura 9 - Esquema ilustrativo do Ensaio de Microdureza Vickers.....	50
Figura 10 - Equipamento de desgaste mecânico por pino-sobre-disco.	51
Figura 11 - Sistema criado para ensaio de corrosão por imersão.	54
Figura 12 - Micrografias da lama vermelha total analisadas por MEV.	56
Figura 13 - Micrografias da fração silte/argila de lama vermelha analisadas por MEV.	57
Figura 14 - Análise de EDS por pontos.....	57
Figura 15 - Curva de difração da lama vermelha total (LVT) e sua fração silte/argila (LVA)	60
Figura 16 - Espectros obtidos por FTIR para a lama vermelha total (LVT) e sua fração silte/argila (LVA) no modo de transmitância.....	62
Figura 17 A, B e C - Imagens ao MEV, após polimento e limpeza, das superfícies dos substratos de alumínio (liga 1200), aço carbono (liga AISI 1020) e de aluzinco.....	64
Figura 18 - Curva de difração do substrato de alumínio polido e sem tratamento a plasma, onde Al corresponde ao padrão de alumínio metálico.	66
Figura 19 - Curva de difração do substrato de aço carbono polido e sem tratamento a plasma.....	67
Figura 20 - Curva de difração do substrato aluzinco sem tratamento a plasma.	68
Figura 21 - Espectro obtido por FTIR para o substrato de alumínio de liga 1200.	69
Figura 22 - Espectro obtido por FTIR para o substrato de aço carbono (AISI 1020)...	70
Figura 23 - Espectro obtido por FTIR para o substrato aluzinco.	71

Figura 24 - Média da densidade de corrente para os revestimentos.....	75
Figura 25 - Substratos de alumínio 1200 e depositados com LVT e LVA	77
Figura 26 - Substratos de aço carbono 1020 e depositado com LVT.....	77
Figura 27 - Substratos de aluzinco depositado com lama vermelha total	78
Figura 28 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando liga de alumínio 1200 e resíduo de lama vermelha total (LVT) na concentração de 5 g/L variando o tempo.	79
Figura 29 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando liga de alumínio 1200 e resíduo de lama vermelha total (LVT) na concentração de 10 g/L variando o tempo.	80
Figura 30 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando liga de alumínio 1200 e resíduo de lama vermelha fração silte/argila na concentração de 5 g/L variando o tempo.	84
Figura 31 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando liga de alumínio 1200 e resíduo de lama vermelha fração silte/argila (LVA) na concentração de 10 g/L variando o tempo.....	85
Figura 32 - Curva de difração obtida por DRX para Lama Vermelha Total (LVT) nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.....	90
Figura 33 - Curva de difração obtida por DRX para Lama Vermelha Fração Silte/Argila (LVA) nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.	94
Figura 34 - Espectros obtidos por FTIR para os seis revestimentos de lama vermelha total (LVT) nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.....	96
Figura 35 - Espectros obtidos por FTIR para os seis revestimentos da fração silte/argila de lama vermelha (LVA) nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.	97
Figura 36 - Rugosidade (Ra) do substrato de liga de alumínio 1200 e revestimentos de lama vermelha total (LVT) nas diferentes condições de deposição.	98
Figura 37 - Rugosidade (Ra) do substrato de liga de alumínio 1200 e revestimentos de lama vermelha fração silte/argila (LVA) nas diferentes condições de deposição.	100
Figura 38 - Medidas dos ângulos de contato dos revestimentos obtidos com lama vermelha total (LVT) com concentrações de 5 g/L e 10 g/L nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.	102

Figura 39 - Medidas dos ângulos de contato dos revestimentos obtidos com fração silte/argila da lama vermelha (LVA) com concentrações de 5 g/L e 10 g/L nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.	103
Figura 40 - Teste de dureza para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.....	104
Figura 41 - Teste de dureza para revestimentos com lama vermelha fração silte/argila (LVA) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.....	105
Figura 42 - Média das espessuras para os revestimentos de lama vermelha total (LVT) nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.	107
Figura 43 - Média das espessuras para os revestimentos de fração silte/argila da lama vermelha (LVA) nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.....	108
Figura 44 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando resíduo de lama vermelha na concentração de 5 g/L variando o tempo.	110
Figura 45 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando resíduo de lama vermelha na concentração de 10 g/L variando o tempo.	117
Figura 46 - FTIR dos revestimentos de aço carbono AISI 1020 com lama vermelha total (LC).	125
Figura 47 - Rugosidade dos substratos de aço carbono AISI 1020 e lama vermelha total (LC).	127
Figura 48 - Medidas dos ângulos de contato dos revestimentos obtidos com lama vermelha total (LC) e aço carbono AISI 1020 nas concentrações de 5 g/L e 10 g/L...	128
Figura 49 - Teste de dureza para revestimentos com lama vermelha total (LC) para as diferentes condições de deposição de aço carbono AISI 1020.....	129
Figura 50 - Massa de recobrimento formada por lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de aço carbono AISI 1020.....	131
Figura 51 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando resíduo de lama vermelha na concentração de 5 g/L variando o tempo.	132
Figura 52 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando resíduo de lama vermelha na concentração de 10 g/L variando o tempo.	139
Figura 53 - Curvas de difração obtidas por DRX para Lama Vermelha Total (LVT) nas diferentes condições de deposição de aluzinco.	148
Figura 54 - FTIR dos revestimentos de aluzinco com lama vermelha total (LVT). ...	151

Figura 55 - Rugosidade (Ra) do substrato de aluzinco e revestimentos de lama vermelha total (LZ) nas diferentes condições de deposição.....	153
Figura 56 - Medidas dos ângulos de contato dos revestimentos obtidos com lama vermelha total (LVT) e aluzinco nas concentrações de 5 g/L e 10 g/L.....	155
Figura 57 - Teste de dureza para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição em aluzinco.	156
Figura 58 - Massa de recobrimento formada por LVT para as diferentes condições de deposição de aluzinco.	157
Figura 59 - Variação de massa dos revestimentos - Ensaio Pino Sobre Disco da Lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200...	159
Figura 60 - Imagens dos revestimentos de LVT submetidos ao teste de desgaste por pino sobre disco.	160
Figura 61 - Variação de massa dos revestimentos - Ensaio Pino Sobre Disco da Lama vermelha fração silte/argila (LVA) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.....	161
Figura 62 - Imagens dos revestimentos de LVA submetidos ao teste de desgaste por pino sobre disco.	162
Figura 63 - Variação de massa dos revestimentos - Ensaio de Pino Sobre Disco da Lama vermelha total para as diferentes condições de deposição de aço carbono AISI 1020.	163
Figura 64 - Imagens dos revestimentos de lama vermelha total (LC) submetidos ao teste de desgaste por pino sobre disco.	164
Figura 65 - Variação de massa dos revestimentos - Ensaio de Pino Sobre Disco da Lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de aluzinco (LZ).	166
Figura 66 - Imagens dos revestimentos de LZ submetidos ao teste de desgaste por pino sobre disco.	167
Figura 67 – Corrosão por salt spray do substrato de alumínio 1200 sem tratamento.	169
Figura 68 - Micrografias corrosão por salt spray do substrato de alumínio 1200 sem tratamento.	170
Figura 69 - Imagens dos revestimentos com lama total (LVT) antes e depois do ensaio de corrosão <i>salt spray</i> - névoa salina.....	172

Figura 70 - Taxa de corrosão por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200...	174
Figura 71 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimento com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 300 segundos em alumínio 1200.....	176
Figura 72 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimento com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 600 e 900 segundos.	178
Figura 73 - Imagens dos revestimentos com lama fração silte/argila (LVA), antes e depois do ensaio de corrosão <i>salt spray</i> - névoa salina.	180
Figura 74 - Taxa de corrosão por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha fração silte/argila (LVA) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.....	182
Figura 75 -Corrosão por <i>salt spray</i> do substrato de aço carbono 1020 sem tratamento.	184
Figura 76 - Corrosão por <i>salt spray</i> do substrato de aço carbono 1020 sem tratamento.	185
Figura 77 - Imagens dos revestimentos com lama total (LVT) antes e depois do ensaio de corrosão <i>salt spray</i> - nevoa salina.....	187
Figura 78 - Taxa de corrosão por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de aço carbono AISI 1020.	189
Figura 79 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 300 segundos.	191
Figura 80 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 600 segundos.	193
Figura 81 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 900 segundos.	195
Figura 82 - Corrosão por <i>salt spray</i> do substrato de aluzinco sem tratamento.	197

Figura 83 - Corrosão por <i>salt spray</i> do substrato de aluzinco sem tratamento.	198
Figura 84 - Imagens dos revestimentos com lama total antes e depois do ensaio de corrosão <i>salt spray</i> - névoa salina.	201
Figura 85 - Taxa de corrosão por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de aluzinco pura.....	203
Figura 86 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 300 segundos.	205
Figura 87 - Imagens de MEV/EDS por névoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 600 segundos.	208
Figura 88 - Imagens de MEV/EDS por névoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 900 segundos.	210
Figura 89 - Corrosão por imersão do substrato de alumínio 1200 sem tratamento.....	213
Figura 90 - Imagens dos revestimentos com lama total (LVT) depois do ensaio de 96 horas de corrosão por imersão.	214
Figura 91 - Taxa de corrosão por imersão para revestimentos com lama vermelha lama total (LVT) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.....	215
Figura 92 - Imagens dos revestimentos com lama fração silte/argila (LVA) após ensaio de 96 horas de corrosão por imersão.	216
Figura 93 - Taxa de corrosão por imersão para revestimentos com lama vermelha fração silte/argila (LVA) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.	218
Figura 94 - Corrosão por imersão do substrato de aço carbono AISI/1020 sem tratamento.	220
Figura 95 - Imagens dos revestimentos com lama total (LVT) depois do ensaio de corrosão de 96 horas por imersão.	221
Figura 96 -Taxa de corrosão por imersão para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de aço carbono AISI 1020.	222
Figura 97 - Corrosão por imersão do substrato de aluzinco sem tratamento.	223

Figura 98 - Imagens dos revestimentos com lama total (LVT) depois do ensaio de corrosão de 96 horas por imersão.	224
Figura 99 - Taxa de corrosão por imersão para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição em aluzinco.	225

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Produção de bauxita (Unidade: 1000 toneladas)	5
Tabela 2 - Produção de alumina (Unidade: 1000 toneladas)	7
Tabela 3 - Produção anual de lama vermelha em alguns países	8
Tabela 4 - Principais composições de lama vermelha em diferentes países (% em peso).	10
Tabela 5 - Incidentes com a lama vermelha em diferentes países	11
Tabela 6 - Trabalhos publicados relacionados com o tema “lama vermelha”	14
Tabela 7 - Principais elementos das composições das ligas e suas aplicações	18
Tabela 8 - Composição química em massa da liga de alumínio 1200	19
Tabela 9 - Principais características da liga de alumínio 1200	19
Tabela 10 - Classificação do aço carbono.	20
Tabela 11 - Composição química em massa da liga de aço carbono AISI 1020	22
Tabela 12 - Principais características da liga de aço carbono (AISI 1020)	22
Tabela 13 - Exemplos de aplicações industriais de revestimentos de PEO	26
Tabela 14 - Bibliografias com o uso de plasma eletrolítico de oxidação	27
Tabela 15 - Bibliografias que buscam utilizar resíduo para a produção de camadas protetivas.	28
Tabela 16 - Estudos com uso de plasma em ligas de alumínio e lama vermelha	30
Tabela 17 - Estudos para a produção de camadas protetivas com o uso de plasma em substrato de aço	31
Tabela 18 - Estudos para a produção de camadas protetivas com o uso de plasma em substrato de zinco.	33
Tabela 19 - Composição dos substratos	38
Tabela 20 - Principais especificações da fonte de tensão.	40
Tabela 21 - Condições aplicadas nas deposições dos substratos de alumínio 1200 e nomenclaturas para identificação de cada amostra	41
Tabela 22 - Condições aplicadas nas deposições dos substratos de aço carbono e nomenclaturas para identificação de cada amostra	42
Tabela 23 - Condições aplicadas nos testes de deposições dos substratos de aluzinco.	43
Tabela 24 - Tipos de análises a serem realizadas até a conclusão final deste trabalho.	44
Tabela 25 - Parâmetros utilizados para a análise das amostras.	48

Tabela 26 - Parâmetros do ensaio de desgaste por pino-sobre-disco.	51
Tabela 27 - Composição química do pino utilizado para o desgaste.....	52
Tabela 28 - Classificação do grau de corrosão por meio da velocidade de corrosão. ...	53
Tabela 29 - Composição química elementar apresentada no espectro de EDS do resíduo lama vermelha total.	58
Tabela 30 - Composição química elementar apresentada espectro de EDS da fração silte/argila de lama vermelha.....	58
Tabela 31 - Composição Química da lama vermelha e sua fração granulométrica (silte argila) obtida pela técnica de Fluorescência de Raios X (FRX).....	59
Tabela 32 - Fichas e Minerais encontrados nos pós de lama vermelha total (LVT) e sua fração silte/argila (LVA)	61
Tabela 33 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho.	62
Tabela 34 - Massa específica da Lama Vermelha Total (LVT).....	63
Tabela 35 - Massa específica da fração Silte/Argila de Lama Vermelha (LVA).	63
Tabela 36 - Porcentagem em massa dos elementos encontrados por EDS/MEV para os substratos.	65
Tabela 37 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho.	69
Tabela 38 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho.	70
Tabela 39 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho.	71
Tabela 40 - Rugosidade dos substratos de alumínio, aço carbono e aluzinco.....	72
Tabela 41 - Ângulo de contato dos substratos	73
Tabela 42 - Resultados para o teste de dureza dos substratos.	74
Tabela 43 - Média da densidade de corrente para os revestimentos de alumínio 1200 com lama vermelha total (LVT) e com lama vermelha fração silte /argila (LVA), para os revestimentos de aço carbono AISI 1020 com lama vermelha total (LC) e para os revestimentos de aluzinco com lama vermelha total (LZ).	76
Tabela 44 - Porcentagem atômica dos elementos encontrados nos revestimentos de lama vermelha total (LVT), por pontos, por EDS.	81
Tabela 45 - Porcentagem atômica dos elementos encontrados nos revestimentos da fração silte/argila da lama vermelha (LVA), por pontos, por EDS.	87
Tabela 46 - Principais elementos químicos encontrados por EDS nos revestimentos. .	88

Tabela 47 - Fichas e Minerais encontrados nos revestimentos obtidos por PEO com lama vermelha total (LVT) na solução eletrolítica.	91
Tabela 48 - Fichas e Minerais encontrados nos revestimentos obtidos por PEO com lama vermelha fração silte/argila (LVA) na solução eletrolítica.	95
Tabela 49 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho.	97
Tabela 50 - Resumo – Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.	99
Tabela 51 - Resumo – Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha silte/argila LVA.	100
Tabela 52 - Resumo – Dureza dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.	104
Tabela 53 - Resumo - Dureza dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha fração silte/argila (LVA)	106
Tabela 54 - Resumo – Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.	107
Tabela 55 - Resumo - Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha silte/argila (LVA)	109
Tabela 56 - Porcentagem atômica dos elementos encontrados nos revestimentos da lama vermelha (LC), por mapeamento, por EDS.	123
Tabela 57 - Principais elementos químicos encontrados por EDS nos revestimentos.	123
Tabela 58 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho. ...	126
Tabela 59 - Resumo – Rugosidade dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (LC).	127
Tabela 60 - Resumo – Dureza dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total LC.	130
Tabela 61 - Resumo – Diferença de massa dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total LVT.	131
Tabela 62 - Porcentagem atômica dos elementos encontrados nos revestimentos da lama vermelha (LZ), por mapeamento, por EDS.	145
Tabela 63 - Principais elementos químicos encontrados por EDS nos revestimentos.	146
Tabela 64 - Fichas e Minerais encontrados nos revestimentos obtidos por PEO com lama vermelha fração silte/argila (LVA) na solução eletrolítica.	149

Tabela 65 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho. ...	151
Tabela 66 - Resumo - Rugosidade (μm) dos substratos de aluzinco com lama vermelha total LZ.	153
Tabela 67 - Resumo – Dureza dos substratos de aluzinco com lama vermelha total..	156
Tabela 68 - Resumo – Diferença de massa (g) dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (LVT).....	158
Tabela 69 - Porcentagem em massa dos elementos identificados por EDS	171
Tabela 70 - Resultado da Taxa de corrosão para os revestimentos obtidos com lama vermelha total, em substrato de alumínio e sua classificação de acordo com a (Norma NACE RP-07-75)	174
Tabela 71 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica para revestimento com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 300 segundos em alumínio 1200.	177
Tabela 72 - Resultado da Taxa de corrosão para os revestimentos obtidos com lama vermelha fração silte/argila, em substrato de alumínio e sua classificação de acordo com a Classificação da taxa de corrosão (Norma NACE RP-07-75).....	183
Tabela 73 - Porcentagem em massa dos elementos identificados por EDS do substrato de aço carbono 1020 sem tratamento	186
Tabela 74 - Resultado da Taxa de corrosão para os revestimentos obtidos com lama vermelha, em substrato de aço carbono e sua classificação de acordo com a (Norma NACE RP-07-75).	189
Tabela 75 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.	192
Tabela 76 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.	194
Tabela 77 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.	196
Tabela 78 - Porcentagem em massa dos elementos identificados por EDS.	200
Tabela 79 - Classificação da taxa de corrosão (Norma NACE RP-07-75).....	204
Tabela 80 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.	206
Tabela 81 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.	209
Tabela 82 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.	211
Tabela 83 - Resultado da Taxa de corrosão por imersão para os revestimentos obtidos com lama vermelha, em substrato de alumínio e sua classificação de acordo com a (Norma NACE RP-07-75).....	216

Tabela 84 - Resultado da Taxa de corrosão por imersão para os revestimentos obtidos com lama vermelha, em substrato de alumínio e sua classificação de acordo com a Classificação da taxa de corrosão (Norma NACE RP-07-75).....	219
Tabela 85 - Resultado da Taxa de corrosão por imersão para os revestimentos obtidos com lama vermelha, em substrato de aço carbono e sua classificação de acordo com a (Norma NACE RP-07-75).	222
Tabela 86 - Resultado da Taxa de corrosão por imersão para os revestimentos obtidos com lama vermelha, em substrato de aluzinco e sua classificação de acordo com a (Norma NACE RP-07-75).	226
Tabela 87 - Primeiras tentativas de deposições dos substratos de aço carbono até atingir luminescência	261
Tabela 88 - Tentativas de deposições dos substratos de aço carbono até atingir luminescência	261
Tabela 89 - Tentativas de deposições dos substratos em aluzinco até atingir luminescência	263
Tabela 90 - Análise de Variância (ANOVA) - Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.....	267
Tabela 91 - Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.	267
Tabela 92 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha silte/argila (LVA).....	268
Tabela 93 - Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha silte/argila (LVA).	268
Tabela 94 - Análise de Variância (ANOVA) – Dureza dos revestimentos com lama vermelha total LVT.	269
Tabela 95 - Teste de Tukey - Dureza dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.	269
Tabela 96 - Análise de Variância (ANOVA) – Dureza revestimentos com lama vermelha fração silte/argila (LVA).....	270
Tabela 97 - Análise de Variância (ANOVA) – Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.....	270

Tabela 98 - Teste de Tukey - Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.	271
Tabela 99 - Análise de Variância (ANOVA) – Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVA.	272
Tabela 100 - Teste de Tukey - Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha silte/argila LVA.	272
Tabela 101 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (5 g/L LC).	273
Tabela 102 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (5 g/L LC).	273
Tabela 103 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (10 g/L LC).	274
Tabela 104 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (10 g/L LC).	274
Tabela 105 - Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (LC).	274
Tabela 106 - Análise de Variância (ANOVA) – Dureza dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (5 g/L LC).	275
Tabela 107 - Análise de Variância (ANOVA) - Dureza dos revestimentos com lama vermelha total (5 g/L LC).	275
Tabela 108 - Análise de Variância (ANOVA) – Dureza dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (10 g/L LC).	276
Tabela 109 - Análise de Variância (ANOVA) - Dureza dos revestimentos com lama vermelha total (10 g/L LC).	276
Tabela 110 - Análise de Variância (ANOVA) – Diferença de massa dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total LVT.	277
Tabela 111 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (5 g/L LZ).	277
Tabela 112 - Teste de Tukey - Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (5 g/L LZ).	277
Tabela 113 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (5 g/L LZ).	278

Tabela 114 - Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (5 g/L LZ).	278
Tabela 115 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (10 g/L LZ).	279
Tabela 116 - Teste de Tukey - Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (10 g/L LZ).	279
Tabela 117 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (10 g/L LZ).	279
Tabela 118 - Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (10 g/L LZ).	280
Tabela 119 - Análise de Variância (ANOVA) - Dureza dos substratos de aluzinco com lama vermelha total.	280
Tabela 120 - Análise de Variância (ANOVA) – Diferença de massa dos substratos de aluzinco com lama vermelha total LVT.	281
Tabela 121 - Corrosão por salt spray do substrato de alumínio 1200 sem tratamento.	281
Tabela 122 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina <i>salt spray</i> para revestimento com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de	282
Tabela 123 - Corrosão por <i>salt spray</i> do substrato de aço carbono 1020 sem tratamento.	282
Tabela 124 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 300 segundos.	283
Tabela 125 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 600 segundos.	284
Tabela 126 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 900 segundos.	285
Tabela 127 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 300 segundos.	286

Tabela 128 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 600 segundos.	287
Tabela 129 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - <i>salt spray</i> para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 900 segundos.	288

Sumário

RESUMO.....	7
ABSTRACT.....	9
ÍNDICE DE FIGURAS	10
ÍNDICE DE TABELAS.....	17
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 OBJETIVOS.....	3
2.1 OBJETIVOS GERAIS	3
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	3
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
3.1. <i>O Brasil e a produção de bauxita</i>	5
3.2 <i>A produção de alumina pelo processo Bayer</i>	6
3.3 <i>Lama Vermelha</i>	7
3.4 <i>Problemas ambientais e a lama vermelha</i>	11
3.5 <i>Aplicações e usos da lama vermelha</i>	12
3.6. <i>Substratos</i>	18
3.6.1. <i>Ligas de alumínio</i>	18
3.6.1.1. <i>Ligas de alumínio 1200</i>	19
3.6.1.1.a. <i>Composição Química em massa da liga de alumínio 1200</i>	19
3.6.1.1.b. <i>Principais características da liga de alumínio 1200</i>	19
3.6.2 <i>Aço carbono</i>	20
3.6.2 a <i>Composição Química em massa do aço carbono AISI 1020</i>	21
3.6.2 b <i>Principais características do aço carbono AISI 1020</i>	22
3.6.3 <i>Aluzinco (Zn-55Al)</i>	23
3.7. TRATAMENTO DE SUPERFÍCIES E OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA POR PLASMA (PEO)	24
3.7.1 EXEMPLOS DE APLICAÇÕES INDUSTRIAIS DE REVESTIMENTOS OBTIDOS POR PEO	26
3.7.2 ESTUDOS COM USO DE OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA POR PLASMA	27
3.7.3 ESTUDOS COM USO DE PLASMA EM LIGAS DE ALUMÍNIO E LAMA VERMELHA	30
3.7.4 ESTUDOS COM USO DE PLASMA ELETROLÍTICO (PEO) EM LIGAS DE DIFERENTES SUBSTRATOS	31
3.7.4.A AÇO CARBONO	31
3.7.4. B LIGAS DE ZINCO	33
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	34

4.1	PREPARO DA LAMA VERMELHA.....	36
4.2	DEPOSIÇÃO DE LAMA VERMELHA EM DIFERENTES SUBSTRATOS.....	36
4.2.1	SUBSTRATOS UTILIZADOS E SEU PREPARO	37
4.3	PROCESSAMENTO A PLASMA.....	40
4.3.1	<i>Deposição em substrato de alumínio 1200</i>	41
4.3.2	<i>Deposição em substrato de aço carbono AISI 1020</i>	41
4.3.3	<i>Deposição em substrato de aluzinco.....</i>	42
4.4	TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO	43
4.4.1	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS)</i>	45
4.4.2	<i>Fluorescência de Raios X (FRX).....</i>	46
4.4.3	<i>Difração de Raios X (DRX)</i>	46
4.4.4	<i>Espectroscopia por Infravermelho com Transformações de Fourier (FTIR)</i>	47
4.4.5	<i>Massa específica do resíduo</i>	47
4.4.6	<i>Rugosidade dos revestimentos</i>	48
4.4.7	<i>Molhabilidade dos Revestimentos.....</i>	48
4.4.8	<i>Dureza dos revestimentos - Ensaio de microduzera Vickers</i>	49
4.4.9	<i>Espessura dos revestimentos.....</i>	50
4.4.10	<i>Resistência mecânica dos revestimentos através do ensaio de desgaste mecânico por pino- sobre-disco.....</i>	50
4.4.11	<i>Ensaio de corrosão dos revestimentos - exposição a nevoa salina.....</i>	52
4.4.12	<i>Ensaio de corrosão dos revestimentos por imersão.....</i>	54
4.4.13	<i>Análise estatística dos resultados</i>	55
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	56
5.1	CARACTERIZAÇÃO DA LAMA VERMELHA.....	56
5.1.1	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)</i>	56
5.1.2	<i>Fluorescência de Raios X (FRX).....</i>	58
5.1.3	<i>Difratometria de Raios X (DRX)</i>	60
5.1.4	<i>Espectroscopia por Infravermelho com Transformações de Fourier (FTIR)</i>	61
5.1.5	<i>Massa específica</i>	63
5.2	CARACTERIZAÇÃO DOS SUBSTRATOS.....	64
5.2.1	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)</i>	64
5.2.2	<i>Difratometria de Raios X (DRX)</i>	66
5.2.3	<i>Espectroscopia por Infravermelho com Transformações de Fourier (FTIR)</i>	68

5.2.4	<i>Rugosidade</i>	72
5.2.5	<i>Ângulo de contato</i>	73
5.2.6	<i>Dureza</i>	73
5.3	CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DO PROCESSAMENTO A PLASMA	75
5.4	CARACTERIZAÇÃO FÍSICO QUÍMICA DOS REVESTIMENTOS.....	79
5.4.1	<i>Revestimentos em liga de alumínio 1200 com lama vermelha total (LVT) e fração silte/argila (LVA)</i>	79
5.4.1.a	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)</i>	79
5.4.1.b	<i>Difração de Raios X (DRX)</i>	89
5.4.1.c	<i>Espectroscopia de Infravermelho (FTIR)</i>	96
5.4.1.d	<i>Rugosidade</i>	98
5.4.1.e	<i>Ângulo de contato</i>	101
5.4.1.f	<i>Dureza dos revestimentos - Ensaio de microduzera Vickers</i>	104
5.4.1.g	<i>Espessura</i>	107
5.4.2	<i>Revestimentos em liga de aço carbono 1020 com lama vermelha total (LC)</i>	109
5.4.2.a	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)</i>	109
5.4.2.b	<i>Espectroscopia de Infravermelho (FTIR)</i>	125
5.4.2.c	<i>Rugosidade</i>	126
5.4.2.d	<i>Ângulo de contato</i>	128
5.4.2.e	<i>Dureza dos revestimentos - Ensaio de microduzera Vickers</i>	129
5.4.2.f	<i>Espessura</i>	130
5.4.3	<i>Revestimentos em aluzinco com lama vermelha total (LZ)</i>	132
5.4.3.a	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)</i>	132
5.4.3.b	<i>Difratometria de Raios X (DRX)</i>	147
5.4.3.c	<i>Espectroscopia de Infravermelho (FTIR)</i>	151
5.4.3.d	<i>Rugosidade</i>	152
5.4.3.e	<i>Ângulo de contato</i>	154
5.4.3.f	<i>Dureza dos revestimentos - Ensaio de microduzera Vickers</i>	156
5.4.3.g	<i>Espessura</i>	157
5.5	ESTUDO DO DESGASTE MECÂNICO DOS REVESTIMENTOS	158
5.5.1.a	<i>Revestimentos obtidos em substrato de Alumínio 1200</i>	158
5.5.1.b	<i>Revestimentos obtidos em substrato de Aço Carbono AISI 1020</i>	163
5.5.1.c	<i>Revestimentos obtidos em substrato de Aluzinco</i>	165
5.6	ESTUDO DA CORROSÃO DOS REVESTIMENTOS.....	168

5.6.1	<i>Corrosão por Névoa salina - Salt Spray</i>	168
5.6.1.a	<i>Substrato Alumínio 1200</i>	168
5.6.1.b	<i>Revestimentos obtidos em substrato de Alumínio 1200</i>	171
5.6.1.c	<i>Substrato Aço Carbono AISI 1020</i>	183
5.6.1.d	<i>Revestimentos obtidos em substrato de Aço Carbono</i>	187
5.6.1.e	<i>Substrato Aluzinco</i>	197
5.6.1.f	<i>Revestimentos obtidos em substrato de Aluzinco</i>	200
5.6.2	<i>Corrosão por Imersão</i>	212
5.6.2.a	<i>Substrato Alumínio 1200</i>	212
5.6.2.b	<i>Revestimentos obtidos em substrato de Alumínio 1200</i>	214
5.6.2.c	<i>Substrato Aço Carbono AISI 1020</i>	220
5.6.2.d	<i>Revestimentos obtidos em substrato de Aço Carbono</i>	221
5.6.2.e	<i>Substrato AluZinco</i>	223
5.6.2.f	<i>Revestimentos obtidos em substrato de Aluzinco</i>	224
6	RESUMO DOS RESULTADOS QUE ANTECEDE AS CONCLUSÕES	227
7	CONCLUSÕES	235
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	237
9	APÊNDICE	261

1 INTRODUÇÃO

A lama vermelha é um resíduo da indústria de alumínio gerada em larga escala necessitando de extensa área para sua disposição. Segundo a *Environmental Protection Agency* (EPA) não é classificada como um resíduo perigoso, mas tem potencial para provocar contaminação de águas superficiais e subterrâneas e pode causar chuvas cáusticas, atingindo a vegetação e os animais de regiões vizinhas (GELENCSÉR *et al.*, 2011). A utilização da lama vermelha para outros fins como remediação de áreas contaminadas ou tratamento de água e efluentes líquidos, pode trazer benefícios econômicos e ambientais (JESUS, 2011 e SOUZA, 2013).

Nos últimos anos, o grupo de pesquisa NATEL, sob orientação da Professora Dra. Maria Lucia Pereira Antunes, tem usado a lama vermelha para alterar as propriedades de superfícies de alumínio (ANTUNES *et al.*, 2014, SOTTOVIA *et al.*, 2014, MORAES, 2019), obtendo revestimentos cerâmicos utilizando a técnica de Oxidação eletrolítica assistida por Plasma (dos artigos em inglês: *plasma electrolytic oxidation - PEO*) (ANTONIO, 2011; YEROKHIN, 2004). Outros resíduos contendo silício também foram e vem sendo estudados pelo grupo, para avaliar as propriedades protetivas que produzem em superfícies de liga de alumínio (SOTTOVIA *et al.*, 2014; SOUZA, *et al.*, 2015; PALINKAS, 2017).

Dando continuidade a essa linha de pesquisa, este trabalho pretende ampliar o estudo, avaliando as propriedades que o resíduo lama vermelha pode produzir em diferentes substratos ainda não estudados, como aço carbono e aluzinco. Procura-se também incorporar o aprendizado que se tem tido com estudos recentes com lama vermelha (BINNEMANS *et al.*, 2013) e (RATH *et al.*, 2018) e, que procuram recuperar alguns elementos valiosos constituintes da lama. A separação dos elementos presentes na lama vermelha tem sido feita quimicamente ou fisicamente (PEPPER *et al.*, 2016) e pode melhorar o aproveitamento e uso desse resíduo. Sendo assim, outra inovação deste trabalho é separação do resíduo lama vermelha em frações de menor granulometria, procurando desta maneira separar compostos presentes na lama.

Desta forma, este estudo visa avaliar o comportamento da lama vermelha total e a sua fração de menores granulometria (silte/argila), utilizada na solução eletrolítica do sistema PEO para obtenção de revestimentos em diferentes ligas metálicas avaliando a

influência do tempo de deposição e a concentração da solução nas características do revestimento obtidos.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivos Gerais

Este trabalho tem como objetivo produzir e estudar revestimentos obtidos sobre diferentes substratos: liga de alumínio 1200, aço carbono AISI 1020 e aluzinco, obtidos por oxidação eletrolítica assistida por plasma (PEO), utilizando solução eletrolítica contendo o resíduo lama vermelha. Visando assim o desenvolvimento de novas tecnologias para o aproveitamento desse resíduo e trazendo informações inéditas sobre a obtenção e caracterização de revestimentos a partir de resíduo em diferentes metais.

2.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar o resíduo lama vermelha e a sua fração silte/argila quanto à morfologia (MEV), composição química (MEV/EDS e FRX), estrutura cristalográfica (DRX), ligações moleculares (FTIR) e massa específica;
- Caracterizar os substratos de liga de alumínio 1200, aço carbono AISI 1020 e aluzinco quanto a sua morfologia (MEV), composição química elementar (EDS), estrutura cristalográfica (DRX) com exceção do aço carbono, ligações moleculares (FTIR), rugosidade, molhabilidade, espessura, dureza, resistência ao desgaste e a corrosão.
- Produzir revestimentos em liga de alumínio 1200 pela técnica de oxidação eletrolítica assistida por plasma (PEO) a partir de solução eletrolítica contendo resíduo de lama vermelha e de fração silte/argila em duas concentrações diferentes (5 g/L e 10 g/L) e para três diferentes tempos de deposições (300 s, 600 s e 900 s);
- Estudar as condições (tensão, frequência, tempo de deposição, concentração da solução eletrolítica) para a deposição em diferentes substratos (aço carbono e aluzinco) do resíduo por PEO;
- Depositar o resíduo lama vermelha e a fração silte/argila em diferentes substratos (aço carbono, aluzinco) por oxidação eletrolítica assistida por plasma, na melhor condição de deposição;
- Avaliar como as condições (tensão, frequência, tempo de deposição, concentração da solução eletrolítica), o resíduo lama vermelha e a fração silte/argila e os substratos usados podem influenciar nas características dos

revestimentos obtidos por PEO, analisando: morfologia (MEV), composição química elementar (EDS), estrutura cristalográfica (DRX), ligações moleculares (FTIR), rugosidade, molhabilidade, espessura, dureza, resistência ao desgaste e a corrosão.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. O Brasil e a produção de bauxita

O Alumínio não é encontrado na forma metálica na crosta terrestre, a sua obtenção ocorre através da mineração da bauxita, que passa por etapas de refinaria e redução. A bauxita é uma rocha sedimentar, rica em alumínio, que tem sua formação pela ação química que ocorre em rochas onde há presença de silicato de alumínio. Possui coloração avermelhada (decorrente da presença de óxido de ferro) e percentual de alumínio superior a 40% de alumina (Al_2O_3) (ABAL, 2021). É composta por hidróxidos de alumínio, gibbsita, boemita, hidróxidos de ferro, óxido de titânio, quartzo e argilominerais (CROSSLEY, 2001).

A Tabela 1 apresenta os dados e valores da produção de bauxita no Brasil, nos anos de 2018 e 2019.

Tabela 1 - Produção de bauxita (Unidade: 1000 toneladas)

Descrição	2018	2019
Suprimento	32.466,2	32.239,6
Produção	32.377,0	31.937,9
Outros	2.467,1	2.845,0
Importações	89,2	301,7
Consumo Doméstico	23.768,3	26.744,3
Usos metálicos	21.875,9	24.681,3
Outros usos	1.892,4	2.063,0
Exportações	8.472,0	7.105,2

Fontes: (ABAL 2021).

Observa-se na Tabela 1 que a produção de bauxita no Brasil chegou a 32.377 milhões de toneladas em 2018 e a quase 31.938 milhões de toneladas no ano de 2019. O dado de importação do ano de 2019 (quase 302 mil toneladas) é maior do que o ano de 2018 (quase 90 mil toneladas).

A bauxita ocupa a terceira posição de recursos naturais em volume produzido no Brasil, atrás dos agregados para construção civil e do minério de ferro (ABAL, 2015). Na

visão global, a produção brasileira de bauxita em 2015 ocupava o terceiro lugar, atrás da Austrália com cerca de 81 milhões de toneladas anuais e a China, com 65 milhões. Logo atrás do Brasil, estão Guiné e Índia com 27,6 e 24,2 milhões de toneladas anuais, respectivamente.

3.2 A produção de alumina pelo processo Bayer

A bauxita passa por um processo de refino, o processo mais utilizado para obtenção de alumina é o processo Bayer. Foi desenvolvido por Karl Joseph Bayer em 1888 (RIBEIRO *et al.*, 2011).

Através de equipamentos mecânicos o processo de extração mineral tem seu início para obtenção da bauxita. (SANTOS, 2006). Esse minério passa pela etapa de britagem e separação para a retirada de caulinita e para concentrar minerais de alumínio. (SILVA FILHO; ALVES; MOTTA, 2007). O minério passa pela etapa de lavagem e é transportado até a refinaria onde passa pela etapa de digestão (lixiviação alcalina), clarificação, espessamento e calcinação como descrito a seguir.

No processo de digestão ocorre inicialmente a moagem da bauxita e adição de solução de NaOH sob temperatura e pressão (concentração, temperatura e pressão variam com a natureza da bauxita).

- Na etapa de clarificação é feita a separação entre as fases: sólida (resíduo insolúvel) e a fase líquida (licor).
- Espessamento: processo de decantação com a finalidade de adensar o resíduo, aumentando o teor de sólidos para recuperação de NaOH, é comum ocorrer adição de polímeros para a floculação de partículas.
- Filtração e precipitação, ocorre o resfriamento do licor e é feita a adição de cristais de hidróxido de alumínio para precipitação.
- Calcinação: etapa final do processo, onde o hidróxido de alumínio é lavado para remoção de resíduos do licor e depois é seco. O hidróxido de alumínio é calcinado em aproximadamente 1.000°C para desidratar os cristais, formando cristais de alumina, com aspecto arenoso e branco (SILVA FILHO *et. al.*, 2007).

Assim o resíduo de óxido de ferro e outros compostos da bauxita são separados, produzindo um resíduo insolúvel, altamente alcalino, denominado lama vermelha (ANTUNES et. al., 2011).

A Tabela 2 apresenta os dados e valores da produção de alumina no Brasil.

Tabela 2 - Produção de alumina (Unidade: 1000 toneladas)

Composição	2018	2019
Suprimento	8.285,1	9.192,4
Produção	8.258,0	9.170,8
Outros	101,4	101,4
Importações	27,1	21,6
Consumo Doméstico	1.896,8	1.971,7
Usos metálicos	1.258,9	1.240,9
Outros usos	637,9	730,8
Exportações	6.236,7	7.128,9

Fontes: (ABAL, 2021).

Pode-se observar na Tabela 2 que a produção de alumina no Brasil chegou a quase 9.171 milhões de toneladas em 2019 e a 8.258 milhões de toneladas em 2018. A importação do ano de 2018 (27,1 mil toneladas) foi maior do que no ano de 2019 (21,6 mil toneladas) e a exportação em 2019 (quase 7.129 milhões de toneladas) foi maior do que no ano de 2018 (quase 6.237 milhões de toneladas).

3.3 Lama Vermelha

A lama vermelha é um resíduo insolúvel, altamente alcalino e faz parte de um grupo conhecido como “*tailings*” (SILVA FILHO *et al.*, 2007), resultantes do processamento de minérios e compostos por partículas muito finas. Sua composição química apresenta principalmente óxidos de ferro, titânio e sílica presentes na bauxita, além de óxidos de outros metais e hidróxidos de alumínio remanescentes, mas as concentrações podem variar dependendo da origem da bauxita e das técnicas industriais empregadas (MERCURY *et al.*, 2010). Como a produção de alumina gera elevada quantidade de lama vermelha, para sua disposição é necessária uma grande área, o que contribui como custo adicional e permanente ao processo de produção do alumínio.

A lama vermelha não é consideravelmente tóxica e segundo a *Environmental Protection Agency* (EPA) não é classificada como um resíduo perigoso, mas tem potencial

de contaminação por NaOH, Fe, Al e outros agentes químicos. Pode causar danos em contato direto com animais, plantas e seres humanos; a formação de nuvens de poeira alcalina, devido ao carreamento, pelo vento, de partículas de depósitos de lama seca e consequentes, chuvas cáusticas; e impacto visual devido à extensa área utilizada (SILVA FILHO *et al.*, 2007; HIND *et al.*, 1999).

A disposição incorreta da lama vermelha ou encerramento inadequado das atividades podem causar contaminação do solo, danos à flora e à fauna, contaminação das águas superficiais e subterrâneas, corrosão de equipamentos metálicos inclusive impacto visual sobre extensas áreas.

A quantidade de lama vermelha gerada por tonelada de alumina produzida varia de acordo com a qualidade e o tipo da bauxita utilizada. São necessárias duas toneladas de alumina para produção de uma tonelada de metal primário através do processo de redução e para cada tonelada de alumina produzida, são gerados de 0,7 toneladas a 0,9 toneladas de resíduo de bauxita (ABAL, 2021).

Assim, calcula-se que se para produzir 1 tonelada de alumínio, são geradas de 1,4 a 1,8 toneladas de lama vermelha. Segundo Nunn 1998, pode ocorrer a geração de 0,5 a 2,0 toneladas de lama vermelha seca dependendo da origem da bauxita.

Os dados de produção de lama vermelha de alguns países são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 - Produção anual de lama vermelha em alguns países.

País	Quantidade: milhões de toneladas/ano	Referência
China	105,00 (2018)	YANG, 2019
Austrália	28,00 (2019)	STATISTA, 2019
Brasil	10,60 (2017)	LIMA <i>et al.</i> , 2017
Índia	10,00 (2018)	VIJAVA <i>et al.</i> , 2018
Rússia	3,78 (2019)	STATISTA, 2019

Jamaica	2,94 (2019)	STATISTA, 2019
Arábia Saudita	2,52 (2019)	STATISTA, 2019
Estados Unidos	2,24 (2019)	STATISTA, 2019
Canadá	2,10 (2019)	STATISTA, 2019
Grécia	0,70 (2014)	SUTAR <i>et al.</i> , 2014

Fonte: (Yang, 2019).

Com base nos dados da Tabela 3, pode-se observar que a produção anual de lama vermelha no Brasil chegou a 10,60 milhões de toneladas em 2017. A produção na Austrália atingiu cerca de 28 milhões de toneladas em 2019 e na China 105 milhões de toneladas em 2018. Em seguida estão Índia com 10 milhões de toneladas em 2018 e Rússia com 3,78 milhões de toneladas em 2019.

Segundo Mancini *et al.* 2021, a indústria de mineração está sob pressão para minimizar os riscos relacionados aos seus resíduos, que causaram graves acidentes nos últimos anos. Existem riscos ambientais, de saúde, segurança e sociais relacionados aos resíduos de mineração, como observado na última década no Brasil quando ocorreram dois acidentes significativos, ambos no Estado de Minas Gerais. A economia circular visa, entre outros aspectos, minimizar os aspectos ambientais, sociais e danos e impactos econômicos dos resíduos sólidos, bem como a minimização dos próprios resíduos. Sendo uma possibilidade de uso para os países que acabam exportando o minério já processado e ficando com o passivo ambiental.

A Tabela 4 apresenta os elementos valiosos disponíveis na lama vermelha em alguns países. Segundo Liu *et al.*, 2007 a composição da lama vermelha depende da localização da mina, do tipo de bauxita e dos parâmetros do processo Bayer.

Tabela 4 - Principais composições de lama vermelha em diferentes países (% em peso).

País	Composição Principal						Referências
	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	TiO ₂	SiO ₂	Na ₂ O	CaO	
Australia	36,48	23,53	6,84	14,88	9,41	1,83	TANG <i>et al.</i> (2019)
China	19,79	21,78	3,38	18,00	6,91	14,91	WANG <i>et al.</i> (2019)
Índia	51,04	17,57	3,24	8,65	8,03	1,64	ALAM <i>et al.</i> (2017)
Irã	32,69	11,64	4,92	13,17	4,90	20,09	EBRAHIMINEJAD <i>et al.</i> (2019)
Grécia	42,68	25,09	4,98	5,34	1,99	9,05	DAVRIS <i>et al.</i> (2016)
Brasil	45,6	15,1	15,1	15,6	7,5	1,2	SNARS AND GILKES (2009)
Alemanha	44,8	16,2	16,2	5,4	4,0	5,2	SNARS AND GILKES (2009)
Espanha	37,5	21,2	21,2	4,4	3,6	5,5	SNARS AND GILKES (2009)
EUA	35,5	18,4	18,4	8,5	6,1	7,7	SNARS AND GILKES (2009)
Peru	36,9	20,4	4,9	15,74	10,1	2,2	ALTUNDOĞAN <i>et al.</i> (2002)
Itália	35,2	20	9,2	11,6	7,5	6,7	SGLAVO <i>et al.</i> (2000)
Canadá	31,6	20,6	20,6	8,8	10,3	1,6	VACHON <i>et al.</i> (1994)

Fonte: (MA Khairul, 2019 e Shaohan Wang, 2021).

Com os dados da Tabela 4 pode-se observar que o país que apresenta maior porcentagem em peso de Fe₂O₃ é a Índia com 51,04, a Grécia com 25,09 de Al₂O₃, Espanha com 21,20 de TiO₂, China com 18,00 de SiO₂, Canada com 10,30 de Na₂O e Irã com 20,09 de CaO.

3.4 Problemas ambientais e a lama vermelha

A lama vermelha pode ser um passivo ambiental para as indústrias de alumínio, pois gera riscos de contaminação do meio ambiente, elevados custos de manejo e disposição. As atividades industriais mais poluentes são citadas pela comissão mundial sobre meio ambiente e desenvolvimento como indústria de metais não ferrosos e identifica a do alumínio entre elas (SILVA; ALVES; MOTTA, 2007).

Outros autores classificam a lama vermelha tóxica, por poder ser um possível risco para a população ao entorno, por causa de possuir elevadas taxas de cálcio e hidróxido de sódio, alta alcalinidade e capacidade de troca iônica.

A Tabela 5 apresenta algumas ocorrências ligadas à lama vermelha em diferentes locais.

Tabela 5 - Incidentes com a lama vermelha em diferentes países

Data	Localização	Ocorrência
2012	Guangxi Huayin, China	Vazamento da lagoa de descarte
2012	Rusal, Irlanda	Contaminação de poeira fina
2011	Alcoa, Virgin Island	Poluição geral
2011	Venezolana de Guayana, Venezuela	Descarga de lama vermelha no rio Orinoco
2011	Rusal, Itália	Derramamentos de lama vermelha
2011	Vedanta, Índia	Poluição após chuva forte
2011	Rusal, Ucrânia	Contaminação de poeira fina
2010	Alcoa, Estados Unidos	Contaminação de poeira fina
2010	MAL Hungarian, Hungria	Pausa para barragem
2010	Vedanta, Índia	Contaminação de poeira fina

2010	Rusal, Jamaica	Nuvens de poeira tóxica
2009	Norsk Hydro, Brasil	Descarga de lama vermelha no rio Murucupi
2008	Rio Tinto, Canadá	Descarga de lama vermelha no rio
2008	KAP Alumínio, Montenegro	Contaminação de poeira fina
2007	Rio Tinto, Canadá	49 toneladas lançadas no rio Saguenay
2006	Alcoa, Austrália	Emissão de poeira venenosa
2004	São Paulo (SP), Brasil	Vazamento de aproximadamente 900.000 litros de lama vermelha que atingiu o córrego do Bugre, o rio Varzão e o Pirajibu, pertencentes à bacia do Rio Sorocaba
2003	Barcarena (PA), Brasil	Vazamento de lama vermelha nas nascentes do rio Murucupi
2002	Alcoa, Austrália	Descarte de lama vermelha em terras agrícolas locais
1966	Rio Tinto, França	Descarga de lama vermelha no oceano

Fonte: (ADAPTADO. Hammond, 2014).

Como se observa na Tabela 5 alguns acidentes ambientais mais comuns são vazamento de lagoa, contaminação por poeira e descarga de lama vermelha em corpos hídricos.

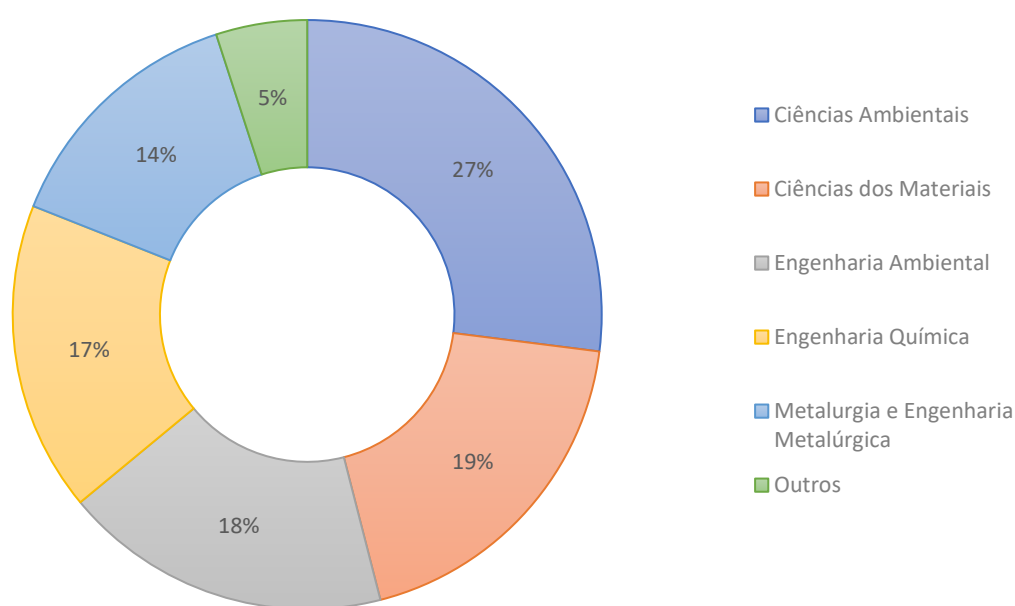
3.5 Aplicações e usos da lama vermelha

De acordo com SGLAVO *et al.* 2000, por muito tempo o resíduo lama vermelha foi classificado como um resíduo sem valor para ser reaproveitado, assim os custos e os riscos ambientais associados à disposição deste resíduo têm motivado empresas e pesquisadores

na dedicação e investigação de alternativas ambientalmente corretas, possibilitando a redução do volume de resíduo destinado a disposição final.

Um resultado de pesquisa da *Web of Science* com base no termo ‘Lama vermelha’, de 2001 a 2018, o número total de publicações e soma de citações foram 997 e 14.699, respectivamente. A Figura 1 destaca artigos publicados relacionados com o tema “lama vermelha”. Números de publicações em diferentes áreas (%).

Figura 1 - Artigos publicados relacionados com o tema “lama vermelha”.



Fonte: (M.A. Khairul, 2019).

Pode-se observar na Figura 1 que a maior porcentagem de artigos publicados é na área de ciências ambientais com 27 %, seguido por ciências dos materiais com 19 %, em terceiro lugar engenharia ambiental 18 %, engenharia química 17 %, metalurgia e engenharia metalúrgica 14 % e outros com 5 %.

A Tabela 6 apresenta alguns trabalhos publicados relacionados com o tema “lama vermelha”, no presente século

Tabela 6 - Trabalhos publicados relacionados com o tema “lama vermelha”.

Referência	País e Ano	Trabalhos produzidos com lama vermelha
Conceição, F. T.; Silva, M. S. G.; Menegário, A. A.; Antunes, M. L. P.; Navarro, G. R. B.; Fernandes, A. M.; Dorea, C.; Moruzzi, R.B.	Brasil 2021	Remoção de metais em água Precipitation as the main mechanism for Cd (II), Pb (II) and Zn (II) removal from aqueous solutions using natural and activated forms of red mud. Environmental Advances, Volume 4, art. num. 100056.
Mengfan Wang	China 2021	Aplicações da lama vermelha como material de remediação ambiental: uma revisão
Jizhe Zhang	China 2021	Utilização sustentável de resíduo de bauxita (Lama Vermelha) como material rodoviário em pavimentos: uma revisão crítica
Chongqing Wang	China 2020	Neutralização da lama vermelha usando bioácido gerado pela carbonização hidrotérmica de biomassa residual para potencial aplicação no solo
Joohyun Kim	Coréia 2020	Processo de peroximonossulfato ativado por lama vermelha para a remoção de fluoroquinolonas em águas residuais hospitalares
Mohamed HM Ahmed	Austrália 2020	Nanocatalisadores porosos à base de lama vermelha para valorização de resíduos sólidos urbanos
Shifeng Liu	China 2019	Aplicação de lama vermelha termicamente ativada no tratamento de superfície de liga de alumínio 5005
MA Khairul	Austrália 2019	A composição, reciclagem e utilização da lama vermelha Bayer
S. Vigneshwaran	Índia 2019	Desenvolvimento e sustentabilidade de compostos híbridos de lama vermelha à base de resíduos industriais
Youngjae Kim	Coréia 2019	Preparação de tijolos de alta porosidade utilizando lama vermelha e resíduos de mina
Yuan-Cheng Li et. al	China (2019)	Utilização de lama vermelha e resíduos de fundição de Pb / Zn para a síntese de um material cimentício à base de lama vermelha
Pichinelli, B. C., Silva, M. S. G., Conceição, F. T., Menegário, A. A., Antunes, M. L. P., Navarro, G. R. B., Moruzzi, R. B.	Brasil 2017	Adsorvedor de metais em água Adsorption of Ni(II), Pb(II) and Zn(II) on Ca(NO ₃) ₂ -Neutralised Red Mud. Water Air Soil Pollut, vol 228, p.24 – 36. DOI 10.1007/s11270-016-3208-1, pag. 24-37.

Shanchuan He et. Al	China (2017)	Investigação de sorventes à base de CaO derivados de cascas de ovo e lama vermelha para captura de CO ₂
Shufa Zhu et. al	China (2017)	Remoção de flúor da lama vermelha (resíduo de bauxita) por eletrocínética
Ruibing Li et. al	China (2016)	Método de calcificação-carbonatação para processamento de lama vermelha
Chenna Rao Borra	Bélgica (2015)	Lixiviação de terras raras de resíduo de bauxita (lama vermelha)
Antunes, M. L. P.; Cruz, N. C.; Delgado, A. O.; Durrant, S. F.; Bortoleto, J. R. R.; Lima, V. F.; Santana, P. L.; Caseli, L.; Rangel, E. C.	Brasil 2014	Produção de filmes finos com lama vermelha Feasibility of RF Sputtering and PIID for Production of Thin Films from Red Mud. Materials Research, v.17 (5), p 1316- 1323
Jesus, C. P. C.; Antunes, M. L. P.; Conceição, F. T.; Navarro, G. R. B.; Moruzzi, R. B.	Brasil 2014	Adsorvedor de corante ou tratamento de efluentes têxteis Removal of reactive dye from aqueous solution using thermally treated red mud. Desalination and Water Treatment (Print), v. 52, p. 1-8.
Sottovia, L.; Antunes, M. P.; Antonio, C. A.; Rangel, E. C.; Cruz., N. C.	Brasil 2014	Obtenção de revestimentos cerâmicos em liga de alumínio: Thin films produced on 5052 aluminum alloy by plasma electrolytic oxydation with Red Mud-containing Electrolytes. Materials Research (São Carlos. Impresso), v. 17, p. 1404-1409, 2014.
Hao Zhang et. al	China (2014)	Lama vermelha combinado com reagente de Fenton no condicionamento de lodo de esgoto
Yang Qu et. al	China (2013)	Biolixiviação de terras raras e elementos radioativos da lama vermelha usando <i>Penicillium tricolor</i> RM-10
Edy Saputra et. al	Austrália (2012)	Resíduos industriais, lama vermelha e cinzas volantes, foram empregados como suportes para a síntese de catalisadores à base de co-óxido.
Sahu; Patel; Ray	Índia (2011)	Remoção de ácido sulfídrico

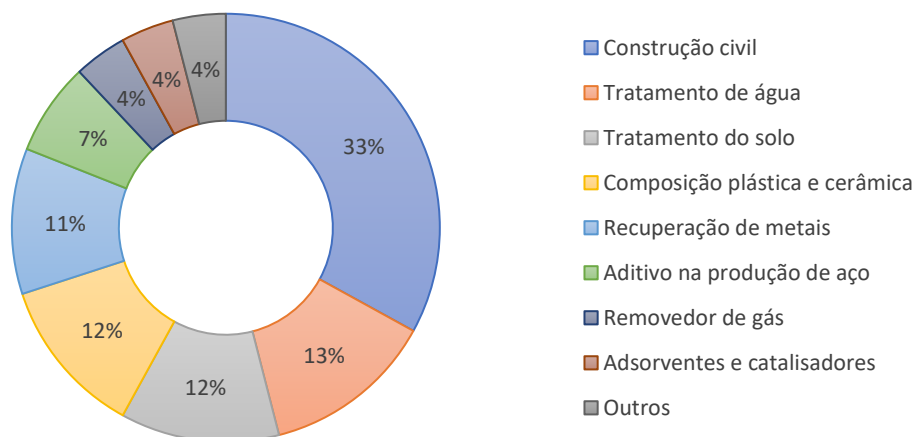
Vangelatos <i>et al.</i>	Grécia (2009)	Clínquer
Sotero <i>et al.</i>	Brasil (2009)	Blocos de concreto para pavimentação
Montin <i>et al.</i>	Brasil (2008)	Clínquer e pozolana (lama seca)
Ribeiro e Morelli	Brasil (2008)	Pozolana (lama seca)
Wang; Ang; Tadé	Austrália (2008)	Agricultura: correção de solos ácidos devido sua alcalinidade, por fornecer ferro para o solo e atuar como auxiliar no aumento da retenção de fósforo
Wang; Ang; Tadé	Austrália (2008).	Indústria química: sua ação catalisadora é utilizada em várias aplicações: na remoção de enxofre presente no querosene, degradação de compostos orgânicos voláteis e degradação de cloreto de polivinila, sendo também utilizada como pigmentos de tintas anti-corrosivas
Yang e Xiao	China (2007)	Tijolos sem queima, produzidos com cinzas, areia, cal, gesso e cimento Portland
Kavas	Turquia (2006)	Tijolos queimados produzidos com resíduos provenientes da indústria de boro
Vieira; Gomes	Brasil (2006)	Fabricação de cerâmica
Tsakirids; Agatzini- Leonardou; Oustakadis, Pan <i>et al.</i> ,	Grécia (2004)	Engenharia civil produção de cimento: Clínquer
CICCU <i>et al.</i> , 2003; LOMBI <i>et al.</i> ,	Itália (2002)	Imobilização de metais pesados em solos contaminados
Sglavo <i>et al.</i>	Itália (2000)	Produtos cerâmicos (colorante)
Yalçin e Sevinç	Turquia (2000)	Placas cerâmicas, artigos sanitários, porcelanas e eletro porcelanas (isoladores de alta tensão)
Pera e Pera	França (2000)	Concreto auto-nivelante (lama como agente de viscosidade) e concreto colorido (lama como pozolana)

Fonte: (O autor, 2021).

Um busca bibliográfica sobre lama vermelha mostra sempre um grande número de pesquisas da China, Austrália, Brasil, Índia, Turquia, Itália, Grécia, França, Coreia, Jamaica, EUA, Bélgica. As áreas de estudo compreendem engenharia civil, indústria química, agricultura entre outras.

Entre os anos de 1964 e 2008, ocorreram 734 patentes em aplicações com a lama vermelha. (Shinomiya 2015). No Brasil, algumas linhas de pesquisa buscam alternativas técnicas e economicamente viáveis para a indústria aplicar levantadas no trabalho de Santos (2019) estão apresentadas na Figura 2.

Figura 2- As principais aplicações no Brasil se resumem



Fonte: (Santos, D. H., 2019).

Com base nos dados apresentados na Figura 2, pode-se observar que a construção civil é a maior área de aplicação para a lama vermelha com 33 %. Seguida por tratamento de água 13 %, tratamento de solo 12 %, composição plástica e cerâmica 12 %, recuperação de metais 11 %, aditivo na produção de aço 7 %, removedor de gás 4 %, adsorventes e catalisadores 4 % e outros 4%.

Neste trabalho utilizou-se o resíduo lama vermelha para obtenção de revestimentos em diferentes metais, como alumínio, aço carbono e aluzinco. Com base nas pesquisas em trabalhos de outros autores encontrou-se aplicações de resíduo de lama vermelha em diferentes ligas de alumínio (SOTTOVIA, et.al., 2014), porém não foram encontrados trabalhos que utilizassem resíduo de lama vermelha em aço carbono e em aluzinco.

Sendo assim, este trabalho busca estudar deposição de resíduo lama vermelha em diferentes metais para estudar as propriedades. Por exemplo, os problemas com corrosão são frequentes e ocorrem nas mais variadas atividades, em especial, nas indústrias naval,

petrolífera, e petroquímica, que envolvem a circulação de meios aquosos em estruturas de grande porte.

3.6. Substratos

Alguns problemas ambientais podem ser evitados se metais utilizados apresentarem condições que inibam a ocorrência de acidentes devido a corrosão, desgaste e etc., por exemplo. Por esse motivo neste trabalho serão estudados os revestimentos de substratos com o resíduo de lama vermelha, procurando identificar as propriedades que lhes são conferidas, serão estudados três substratos (alumínio 1200, aço carbono 1020 e aluzinco). A seguir é apresentada um revisão simplificada de algumas características desses metais e suas ligas.

3.6.1. Ligas de alumínio

O alumínio possui baixa resistência mecânica para determinadas aplicações e grande propriedade de resistência a corrosão, assim, a soma de elementos de liga é usada para dar origem a uma grande opção de ligas dependendo do objetivo de sua aplicação.

Neste trabalho será usada a liga 1200, ou seja, uma liga com 99% de alumínio. A Tabela 7 apresenta os principais elementos das composições das ligas de alumínio e suas principais aplicações.

Tabela 7 - Principais elementos das composições das ligas e suas aplicações.

Série	Composição Química	Principais Aplicações
1XXX	Al comercial	Contatos elétricos
2XXX	Al-Cu e Al-Cu-Mg	Industria Aeronáutica
3XXX	Al-Mn e Al-Mn-Mg	Latas de bebida. Painelas
4XXX	Al-Si	Metal de adição de solda. Pistões
5XXX	Al-Mg	Navios e Barcos
6XXX	Al-Mg-Si	Perfis arquitetônicos. Componentes automotivos
7XXX	Al-Zn e Al-Zn-Mg	Industria aeronáutica
8XXX	Outras ligas (Al-Li, Al-Fe)	Várias

Fonte: (*Aluminum Association, 1998*).

3.6.1.1. Ligas de alumínio 1200

3.6.1.1.a. Composição Química em massa da liga de alumínio 1200

Os substratos que foram utilizados para as deposições por PEO neste trabalho, são compostos de uma liga de alumínio 1200 com a composição em massa apresentada na Tabela 8.

Tabela 8 - Composição química em massa da liga de alumínio 1200.

Elemento	Porcentagem (%)
Alumínio	99,00
Silício + Ferro	1,00
Zinco	0,10
Cobre	0,05
Manganês	0,05
Titânio	0,05

(Fonte: ABNT, 2006).

Observa-se na Tabela 8 que a liga de alumínio 1200 (Tabela 7) possui 99 % de alumínio.

3.6.1.1.b. Principais características da liga de alumínio 1200

A Tabela 9 apresenta as principais características da liga de alumínio 1200.

Tabela 9 - Principais características da liga de alumínio 1200.

Propriedades físicas	
Característica	Valor
Condutibilidade elétrica	61 (%IACS)
Condutibilidade térmica a 25°C	0,53 (Cal/cm/°C)
Densidade	2,70 (g/cm ³)
Coefficiente de dilatação térmica	23.10 ⁻⁶ (L/°C)
Módulo de elasticidade	70.000 (MPa)
Ponto de fusão	658 (°C)

Propriedades mecânicas	
Característica	Valor
Limite de resistência	128 - 172 (Mpa)
Limite de escoamento	152 (Mpa)
Alongamento	3 - 9 (%)
Dureza	41 (Brinell)
Temperatura de fusão	660 (°C)

(Fonte: ABAL, 2021).

Pode-se observar na Tabela 9 as propriedades físicas e mecânicas da liga de alumínio 1200. Nota-se a densidade de 2,70 g/cm³ e a dureza 41 Brinell.

3.6.2 Aço carbono

Dentre os materiais, os aços carbono, por causa do seu baixo custo e das suas características - alta resistência a impactos, ductibilidade, tenacidade e facilidade de soldagem - têm sido extensivamente empregados (SILVA, 2009).

O aço carbono contém ferro e carbono (Fe-C) e é produzido em alto-forno, contém até 2% de carbono e outros elementos químicos, como: silício, manganês, fósforo, enxofre e oxigênio, resultantes do processo de fabricação e da matéria prima.

O coque e o minério de ferro são as principais matérias primas desse processo, que após a redução obtém-se ferro-gusa que é processado e transformado em diversos tipos de aço. De acordo com a porcentagem de carbono, o aço pode ser classificado como na Tabela 10.

Tabela 10 - Classificação do aço carbono.

Aço	Carbono
Aço Doce	0,008 < % C < 0,15
Aço Baixo Carbono	0,15 < % C < 0,30
Aço Médio Carbono	0,30 < % C < 0,50
Aço Alto Carbono	0,50 < % C < 2,10

Fonte: Adaptado de FRAUCHES *et al.*, 2014.

O aço carbono é o material mais usado para a construção de estruturas e equipamentos, devido as suas propriedades mecânicas e ao seu baixo custo de obtenção e de processamento, apesar da sua fraca resistência à corrosão (FRAUCHES *et al.*, 2014).

Cerca de 30% do aço produzido é destinado a reposição de equipamentos, peças ou instalações corroídas e para melhoria de algumas propriedades é possível adicionar elementos à liga e a dureza pode estar associada ao teor de carbono existente na estrutura cristalina após o processo de têmpera do aço. (Nunes e Lobo, 1990).

O carbono é o elemento determinante das propriedades mecânicas do aço. A adição de elementos de liga (níquel, cromo, manganês, tungstênio, molibdênio, vanádio, silício, cobalto e alumínio) confere características especiais, tais como resistência à tração e à corrosão, elasticidade, ductibilidade, dureza, entre outras, ou apenas facilita o processo de fabrico (usinabilidade). Assim, os então denominados aços-liga ou aços especiais são melhores do que os aços carbono.

Os sistemas de classificação também são os mesmos, destacando-se os sistemas AISI, SAE, ASTM e UNS. Na prática, o sistema americano – AISI (American Iron and Steel Institute) - é o mais adotado para a classificação dos aços.

Neste caso, o aço carbono é seguido de AISI e por quatro algarismos. Os dois primeiros algarismos representam as porcentagens aproximadas dos elementos de liga mais significativos, enquanto os dois algarismos finais representam a quantidade de carbono. Por exemplo, o aço carbono AISI 1020, extensivamente usado em instalações industriais e portuárias, pertence ao grupo dos aços comuns ao carbono, contendo 0,2% de carbono, ou seja, se classifica como baixo carbono.

3.6.2 a Composição Química em massa do aço carbono AISI 1020

Os substratos utilizados para as deposições são compostos de uma liga de aço carbono (ABNT/SAE/AISI 1020) com a seguinte composição em massa apresentada na Tabela 11.

Tabela 11 - Composição química em massa da liga de aço carbono AISI 1020.

Elemento	Porcentagem
Carbono	0,18 a 0,23
Manganês	0,30 a 0,60
Fósforo	≤ 0,030
Enxofre	≤ 0,050

Fonte: SAE J403:2001.

3.6.2 b Principais características do aço carbono AISI 1020

A Tabela 12 apresenta as principais características da liga de aço carbono AISI 1020.

Tabela 12 - Principais características da liga de aço carbono (AISI 1020).

Característica	Valor
Massa volumétrica	7,86 (g/cm ³)
Coefficiente de expansão térmica	11,7 10 ⁻⁶ (C°) ⁻¹
Condutibilidade térmica a 25°C	0,12 (Cal/cm/°C)
Calor específico	486 (J/kg ^{-K})
Resistividade elétrica	1,6 10 ⁻⁷ (Ωm)
Módulo de elasticidade (Módulo de Young) longitudinal	210 (GPa)
Módulo de elasticidade (Módulo de Young) transversal	80 (GPa)
Coefficiente de Poisson	0,3
Limite de escoamento	210 (MPa)
Limite de resistência à tração	380 (MPa)
Alongamento	25 (%)
Temperatura de fusão	1500 (°C)

Fonte: Adaptado de GERDAU, 2018.

3.6.3 Aluzinco (Zn-55Al)

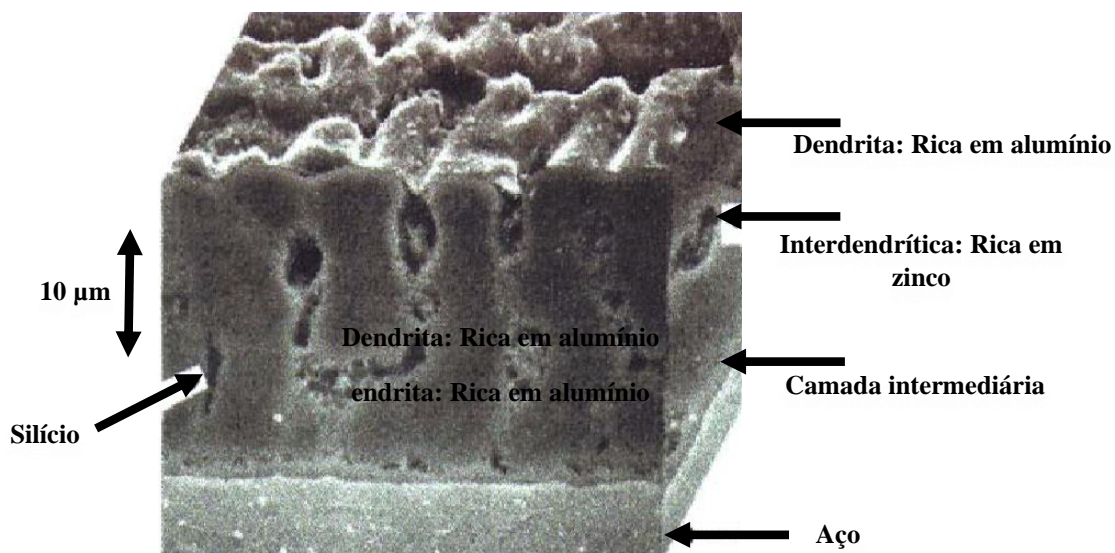
O substrato aluzinco de Zn-55Al obtido pelo processo de imersão a quente foi produzido comercialmente pela primeira vez em 1972, nos Estados Unidos, com a marca registrada Galvalume® (ASM Handbook, 1994). Existem diferentes nomes comerciais (Galvalume, Zinalume, Aluzink, Aluzinc, Zalutite) dependendo do fabricante e país (MOREIRA, 2006; MARDER, 1987 e 2000; SOUTO, 2006).

O substrato tem como composição média 55% Al, 43,5% Zn e 1,5% Si, e consiste de uma estrutura com três fases principais:

- Fina camada intermetálica quaternária constituída de Al, Zn, Fe e Si, entre o aço base e o revestimento;
- Fase dendrítica rica em alumínio (cerca de 80% do volume), responsável pela resistência a corrosão;
- Fase interdendrítica rica em zinco. (WALLINDER, 2012; QIU, 2012).

A Figura 3 ilustra uma representação esquemática da seção transversal da camada de substrato da liga 55% Al-Zn.

Figura 3 - Representação da seção transversal da camada de substrato da liga 55% Al-Zn



FONTE: 55% Aluminium-zinc Coated Sheet Steel Research and Technology Manual; BIEC International Inc, BHP Steel, Austrália, 1994.

As três fases têm grande importância para aumentar a resistência à corrosão, este desempenho é possível, devido à formação da camada passiva sobre o alumínio com a proteção por “sacrifício” do zinco (PORTER, 1994). A fase interdendrítica com alto teor de zinco tem como objetivo proteção galvânica próxima aos revestimentos zincados. A fase dendrítica rica em alumínio e a camada intermetálica são responsáveis pela maior durabilidade do revestimento reduzindo a velocidade em que a fase rica em zinco é consumida. (PORTER, 1994; MOREIRA, 2006; VUILLEMIN, 2011).

Ao comparar com substrato de somente de zinco, estes substrato têm apresentado melhor proteção contra corrosão atmosférica, (PALMA, 1998; PERSSON, 2011), mais precisamente na presença de íons cloreto (DI SARLI, 1998). Oferecendo excelente resistência a corrosão em atmosferas marinha e industrial, resistência a oxidação a altas temperaturas e refletividade térmica associados com aparência agradável e distinta quando comparado a outros revestimentos semelhantes.

Estudos realizados em atmosfera industrial e rural concluem que a durabilidade e resistência à corrosão são melhoradas de duas a quatro vezes em comparação com os revestimentos de aço galvanizado convencional. (PALMA, 1998).

3.7. Tratamento de superfícies e oxidação eletrolítica por plasma (PEO)

A ciência dos materiais tem permitido o desenvolvimento de diversas novas propriedades de certos materiais, apenas com a alteração e tratamento de sua superfície (CALLISTER, 2007), como: alteração da energia de superfície de polímeros para melhorar a adesão de tintas, adesivos e filmes finos; introdução de impurezas na superfície de metais para melhorar o crescimento de células ósseas; produção de camadas finas isolantes/condutoras para fabricação de dispositivos eletrônicos; filmes transparentes para aplicações ópticas; filmes protetivos contra corrosão em dispositivos aeronáuticos, aeroespaciais e navais; revestimentos endurecedores de ferramenta, entre outras aplicações (D’AGOSTINO, 1990; FRIDMAN, 2004). A variedade de aplicações desses materiais deve-se à associação de propriedades como elevada dureza, alta resistência ao desgaste, à corrosão e estabilidade física a elevadas temperaturas.

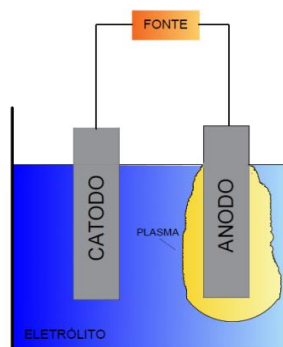
Os métodos mais utilizados para se modificar as propriedades na região da superfície dos materiais são os processos químicos, a plasma e a irradiação com feixe de íons e elétrons.

Os processos a plasma são de fácil execução, limpos, financeiramente viáveis e versáteis, além de poderem ser dimensionados para produções em larga escala e produzem poucos resíduos indesejáveis como os obtidos nos processos químicos.

Os plasmas são constituídos por elétrons, íons, radicais livres, átomos e moléculas em estados excitados (YASUDA, 1985) e por causa da presença dessas espécies reativas e energéticas, os plasmas podem ser utilizados para modificar a superfície de sólidos (LIEBERMAN, 1994). Para se estabelecer um plasma, energia deve ser fornecida a um gás. Uma das formas mais simples de se estabelecer um plasma é através da aplicação de campos elétricos. Sob a ação do campo, elétrons livres presentes no gás são acelerados até que ganhem energia suficiente para excitar, ionizar e fragmentar espécies químicas através de colisões com átomos do gás, produzindo espécies reativas.

A oxidação eletrolítica assistida por plasma é uma técnica de criação de plasma em meio aquoso, utilizando os processos conhecidos da eletrólise para o tratamento de superfícies de metais (YEROKHIN, 2004). Este sistema possibilita a produção de filmes de óxidos como alumina, titânia e sílica. No tratamento superficial por eletrólise a plasma, a amostra a ser tratada é acoplada em um dos eletrodos (Figura 4), e esta é imersa em uma solução eletrolítica. Uma diferença de potencial elétrico, mais elevada que a usada em eletrólise convencional, é aplicada. Essa tensão leva a formação de gás em torno da amostra, acompanhada por uma luminescência e micro-arcos, formando o plasma.

Figura 4- Esquema de célula para o processo de oxidação por plasma eletrolítico.



Fonte: adaptado de ANTONIO, 2011.

No PEO, o campo elétrico é maior na região do eletrodo gerando um aquecimento na região vizinha. Tal aquecimento conduz a formação de uma região de vapor ao redor do eletrodo, em que a condutividade elétrica é muito menor que a da solução eletrolítica, ocorrendo uma queda de tensão dessa região, induzindo um campo elétrico dentro das

bolhas separadas (YEROKHIN, 2004). Com o aumento da diferença de potencial, o plasma acaba se estendendo por todo o eletrodo.

Os fatores que influenciam os fenômenos da eletrólise a plasma são: voltagem, frequência, ciclo de trabalho, tempo de deposição e geometria da amostra.

O processo de deposição oxidação a plasma eletrolítico depende fortemente da combinação do metal e da solução eletrolítica. Para o revestimento de óxidos em ligas de alumínio, a literatura cita soluções de eletrólitos que promovam a rápida dissolução do alumínio como: NaCl, NaOH, NaClO₃, HCl, NaNO₃ (YEROKHIN, 1999). O revestimento obtido será formado pela oxidação do substrato e pela incorporação de substâncias provenientes do eletrólito. O aumento da resistência à corrosão e ao desgaste de superfícies metálicas pode ser alcançado através de revestimentos cerâmicos dessas superfícies (GU *et al.*, 2007).

3.7.1 Exemplos de aplicações industriais de revestimentos obtidos por PEO

A Tabela 13 resume alguns dos recursos existentes e potenciais aplicações de revestimentos obtidos por PEO, abrangem as indústrias aeroespacial, construção, elétrica, biomédica, processamento de óleo / gás, setor têxtil e da indústria de lazer. A vasta gama de aplicações pode ser associada ao revestimento de óxido duro que fornece características químicas e físicas melhoradas.

Tabela 13 - Exemplos de aplicações industriais de revestimentos de PEO.

Liga	Componente principal no revestimento de PEO	Espessura revestimento (µm)	Setor industrial (produto)
Al	γ-alumina	30-80	Fabricação de ferramentas (corte / afiação)
Al	γ-alumina	50-100	Engenharia aeroespacial (corpos de válvula / atuadores)
Al de alta resistência	α -alumina	100-150	Processamento têxtil (rotores / rolos)
Al-Si	Mulita	100-150	Motores automotivos (pistões / camisas de cilindro)
Al	γ-alumina	30-50	Componentes eletrônicos (dissipadores de calor / folhas)
Al-Mg	γ-alumina	60-120	Extração de gás e óleo (selos / anéis)

Mg	α -alumina	40-80	Lazer e produtos esportivos (quadros de bicicletas)
Ti	TiO ₂	4-10	Engenharia biomédica (fixação cirúrgica)
Aço inoxidável	γ -alumina	40-50	Engenharia de vácuo (rotores e válvulas da bomba)

Fonte: Adaptado de WALSH, 2009.

3.7.2 Estudos com uso de oxidação eletrolítica por plasma

A Tabela 14 apresenta um apanhado de trabalhos que estudaram deposição por plasma eletrolítico (PEO) em diferentes substratos, como latão, magnésio, alumínio e etc.

Tabela 14 - Bibliografias com o uso de plasma eletrolítico de oxidação

Autor	País e Ano	Uso
Yulin Cheng Zhunda Zhu Qinghe Zhang XiuJuan Zhuang Yingliang Cheng,	China 2020	Oxidação eletrolítica de plasma de latão
TW Clyne, SC Troughton	Reino Unido 2018	Uma revisão do trabalho recente sobre as características de descarga durante a oxidação eletrolítica de plasma de vários metais
Huan-jun XIE Ying- liang CHENG Shao- xian LI Jin-hui CAO Li CAO	China 2017	Revestimentos resistentes ao desgaste e à corrosão na superfície da liga de alumínio fundido A356 por oxidação eletrolítica de plasma em eletrólitos de aluminato moderadamente concentrados
Frank Simchen Maximilian Sieber Thomas Lampke	Alemanha 2017	Influência do eletrólito na ignição dos processos de oxidação eletrolítica do plasma em metais leves
Gh. Barati Darband M. Aliofkhazraei P. Hamghalam N.Valizade	Iran 2017	Oxidação eletrolítica de plasma de magnésio e suas ligas: Mecanismo, propriedades e aplicações
SC Troughton aA. Nominé bJ. Dean aT.W. Clyne a	Reino Unido 2016	Efeito de cascatas de descarga individuais na microestrutura de revestimentos de oxidação eletrolítica de plasma

IV LukiyanchukaVS Rudnev abLM Tyrinaa	Rússia 2016	Camadas de óxido eletrolítico de plasma como sistemas promissores para catálise
EV ParfenovaA. YerokhinbRR NevyantsevaaMV GorbatkovaC.-J. LiangbA. Matthews	Rússia e Reino Unido 2015	Rumo a tecnologias inteligentes de plasma eletrolítico: uma visão geral das abordagens metodológicas para modelagem de processos
Chen LiuaDonglei ElebQin YanaZhiquan HuangaPeng LiuaDalong LicGuirong JiangcHaojie MaaPhilip NashdDejiu Shena	China 2015	Uma investigação da interface revestimento / substrato de alumínio revestido por oxidação eletrolítica de plasma

Fonte: (O autor, 2020).

A Tabela 15 apresenta estudos com uso de resíduos para a produção de camadas protetivas.

Tabela 15 - Bibliografias que buscam utilizar resíduo para a produção de camadas protetivas.

Autor	País e Ano	Uso
Sutar <i>et al.</i>	2012	Concluíram que a lama vermelha se demonstrou um bom recobrimento cerâmico para os metais testados (alumínio, aço-carbono, cobre e aço inoxidável) pelo método de pulverização a plasma (plasma spraying) e tiveram boa resistência ao desgaste
Satapathy <i>et al.</i>	2013	Utilizaram o processo de plasma spray para obter filmes de lama vermelha em cobre, alumínio, aço macio e aço inox, obtendo filmes de espessura entre 170-210 µm
Antunes, M. L. P.; Sottovia, L.; Bohner, N. V.; Souza, J. A. S.; Rangel, E. C.; Cruz, N. C.	2014	Estudo de viabilidade de produção de filmes finos cerâmicos a partir de resíduo de caulim, utilizando plasma eletrolítico em liga de alumínio
Antunes, M. L. P.; Cruz, N. C.; Delgado,	2014	Viabilidade de produção de filmes finos a partir de lama vermelha por RF sputtering e PIII

A.O., Durrant, S.F., Bortoleto, J.R., Lima, V.F., Santana, P.L., Caseli, L., Rangel, E.C.		
Sottovia, L.; Antunes, M. L. P.; Antonio, C.A., Rangel, E.C e Cruz, N.C.	2014	Produção de filmes finos em liga de alumínio 5052 por PEO com eletrólito contendo lama vermelha
Sottovia, L.	2015	Utilização de lama vermelha para oxidação eletrolítica assistida por plasma de liga de alumínio
Souza, C.	2016	Utilização de pó de exaustão de areia de fundição para oxidação eletrolítica assistida por plasma em liga de alumínio
Palinkas, F. B. S. M	2017	Utilização de resíduo de caulim para oxidação eletrolítica assistida por plasma de liga de alumínio
Moraes, R.F.	2019	Estudo da fração areia da lama vermelha para a produção de revestimentos em liga de alumínio por oxidação eletrolítica assistida por plasma

Fonte: adaptado de SOUZA, 2016.

O grupo de pesquisa onde este trabalho foi desenvolvido se dedica a estudar e caracterizar a deposição de resíduos em alumínio por PEO. Assim, é possível relacionar e comparar os dados obtidos por cada pesquisador, verificando se as propriedades em estudo foram alteradas, como por exemplo rugosidade, molhabilidade, dureza, espessura, desgaste, corrosão.

Assim este trabalho vem complementar esses estudos do grupo de pesquisa, avaliando se é possível depositar lama vermelha em outros metais e quais propriedades são desenvolvidas com esses revestimentos.

3.7.3 Estudos com uso de plasma em ligas de alumínio e lama vermelha

A Tabela 16 apresenta estudos com uso de resíduo de lama vermelha para a produção de camadas protetivas com o uso de plasma em ligas de alumínio.

Tabela 16 - Estudos com uso de plasma em ligas de alumínio e lama vermelha

Autor	País e Ano	Uso
Liu Shifeng, Zeng Jianmin	China 2019	Efeito da tensão positiva na estrutura e resistência à corrosão do revestimento de óxido eletrolítico de plasma de lama vermelha
Liu Shifeng, Zeng Jianmin	China 2019	Aplicação de lama vermelha termicamente ativada no tratamento de superfície de liga de alumínio 5005
Maria Lucia Pereira Antunes ¹ , C.S. Souza ¹ , R.F. Moraes ¹ , E.C. Rangel ¹ and N.C. Cruz ¹	Brasil 2019	Uso de resíduos industriais para produzir revestimentos cerâmicos em metal
Liu Shifeng, Zeng Jianmin	China 2018	Efeitos da tensão negativa na microestrutura e resistência à corrosão de revestimentos de oxidação eletrolítica de plasma de lama vermelha
Liu Shifeng, Zeng Jianmin Wang, Youbin.	China 2017	Preparação e caracterização de revestimento de oxidação eletrolítica de plasma em liga de alumínio 5005 com lama vermelha como aditivo eletrolítico
Sottovia, L. <i>et al</i>	Brasil 2014	Filmes finos produzidos em liga de alumínio 5052 por oxidação eletrolítica de plasma com eletrólitos contendo lama vermelha

Fonte: (O autor, 2019).

Este trabalho tem como diferencial depositar resíduo de lama vermelha em diferentes metais, como alumínio, aço carbono e aluzinco.

3.7.4 Estudos com uso de plasma eletrolítico (PEO) em ligas de diferentes substratos

3.7.4.a Aço carbono

Nota-se que a deposição por plasma em substratos de alumínio é bastante comum, assim, também tem se feito deposição por PEO em outros substratos. Serão aprestados alguns estudos em aço e em zinco, pois esse é o enfoque deste trabalho.

A Tabela 17 apresenta estudos para a produção de camadas protetivas com o uso de plasma em substrato de aço

Tabela 17 - Estudos para a produção de camadas protetivas com o uso de plasma em substrato de aço

Autor	País e Ano	Uso
Yulin Cheng Zhunda Zhu Qinghe Zhang XiuJuan Zhuang Yingliang Cheng	China 2018	Uma re-compreensão da teoria da quebra a partir do estudo da oxidação eletrolítica de plasma de um aço carbono - Um metal não válvula
Wenbin Yang Qingbiao Li Weimin Liu Jun Liang Zhenjun Peng Baixing Liu	China 2017	Caracterização e propriedades do revestimento de oxidação eletrolítica de plasma em aço de baixo carbono fabricado a partir de eletrólito de aluminato
Jiankang WangaZhongping Yao Qixing XiaaYajing WangaZhaohua Jianga	China 2017	Um novo catalisador de revestimento de ácido sólido em aço carbono Q235 para oxidação semelhante a Fenton de fenol sob pH circum-neutro
Jiankang Wang Zhongping Yao Yajing Wang Qixing Xia Huiya Chu Zhaohua Jiang	China 2017	Preparação de catalisador de revestimento imobilizado semelhante a Fenton para degradação de fenol altamente eficiente
Jiankang Wang ,Zhongping Yao ,Min Yang ,Yajing	China 2016	Um revestimento de compósito Fe ₃ O ₄ / FeAl ₂ O ₄ via oxidação eletrolítica de plasma em aço

Wang ,Qixing Xia eZhaohua Jiang		carbono Q235 para degradação de fenol semelhante a Fenton
V. MalinovschiaA. Marin bcM. MihalacheI. Iosuba	Romênia 2016	Preparação e caracterização de revestimentos em aço carbono obtido por PEO em eletrólito silicato / carbonato
L. PezzatoaK. BrunelliaP. DolcetbM. Dabalâa	Itália 2016	Revestimento de oxidação eletrolítica de plasma produzido em aço 39NiCrMo3
Wenbin Yang aQingbiao Li aQian Xiao bJun Liang a	China 2015	Melhoria do desempenho de proteção contra corrosão do revestimento orgânico em aço de baixo carbono por pré-tratamento PEO
V. Malinovschi A. Marin S. Moga D. Negrea	Romênia 2014	Preparação e caracterização de camadas anticorrosivas depositadas por oxidação de micro-arco em aço de baixo carbono
Yunlong WangaZhaohua Jiang Zhongping Yao	China 2010	Formação de revestimentos compostos de titânia em aço carbono por oxidação eletrolítica de plasma
Yunlong Wang Zhaohua Jiang Zhongping Yao Hui Tang	China 2010	Microestrutura e resistência à corrosão de revestimento cerâmico em aço carbono preparado por oxidação eletrolítica de plasma
Yunlong Wang Zhaohua Jiang Zhongping Yao	China 2009	Preparação e propriedades do revestimento cerâmico em aço carbono Q235 por oxidação eletrolítica de plasma
Yunlong Wang Zhaohua Jiang	China 2009	Formação in situ de revestimentos cerâmicos de baixa fricção em aço carbono por oxidação eletrolítica de plasma em dois tipos de eletrólitos

Fonte: (O autor, 2019).

Pode-se observar que o interesse em estudar PEO em aço pode ter se dado ao fato de que o aço é um material de fácil corrosão, assim, testou-se a necessidade de criar camadas protetivas para esse metal.

Pode-se notar que entre os trabalhos selecionados na Tabela 17 nenhum utilizou resíduo na deposição por plasma. Foram feitas deposições em diferentes tipos de aço e utilizou-se diferentes materiais para produção de camadas, como por exemplo eletrólito de aluminato, ácido sólido, Fe₃O₄ / FeAl₂O₄, silicato / carbonato, titânia, etc.

Pode-se observar que cada trabalho utilizou uma condição diferente de tensão, frequência, concentração, tempo de deposição.

Assim este trabalho testou e selecionou os melhores parâmetros para deposição de resíduo lama vermelha em aço carbono AISI 1020 pra que ocorresse luminescência característica de plasma.

3.7.4. b Ligas de zinco

A Tabela 18 apresenta estudos para a produção de camadas protetivas com o uso de plasma em substrato de zinco.

Tabela 18 - Estudos para a produção de camadas protetivas com o uso de plasma em substrato de zinco.

Autor	País e Ano	Uso
Qian Huang Liangliang Liu Zhongzhen Wu Shunping Ji aHao Wu Pinghu Chen Zhengyong Ma Zhongcan Wu Ricky KY Fu bHai Lin Xiubo Tian Feng Pan Paul K. Chu	China 2020	Revestimento de oxidação eletrolítica de plasma resistente à corrosão modificado por fosfato de zinco e mecanismo de autocura no ambiente de spray de sal
C. BlawertaSA KarpushenkovaBM. SerdechnovaaLS KarpushenkavabML Zheludkevich	Alemanha e Rússia 2020	Oxidação eletrolítica plasmática de liga de zinco em um eletrólito de fosfato-aluminato
Luca Pezzato, Alessio Giorgio Settimi, Pietrogiovanni Cerchier Claudio Gennari, Manuele Dabalà Katya Brunelli	Itália 2020	Propriedades microestruturais e de corrosão de PEO Aço zinco-aluminizado revestido (ZA)
Shobhna Choudhary e RJ Sengwa	Índia 2017	Propriedades morfológicas, estruturais, dielétricas e elétricas de filmes nanodielétricos PEO-ZnO

Smilja Markovića Vladimir Rajića Ana Stankovića Ljiljana Veselinovića Jelena Belošević- Čavorb Katarina Batalovića Nadica Abazovića Srečo Davor Škapinc Dragan Uskokovića	Sérvia 2016	Efeito do peso molecular de PEO na atividade fotocatalítica induzida pela luz solar de compostos de ZnO / PEO
Stevan Stojadinović Nenad Tadić Rastko Vasilic	Sérvia 2016	Formação e caracterização de filmes de ZnO em substrato de zinco por oxidação eletrolítica de plasma

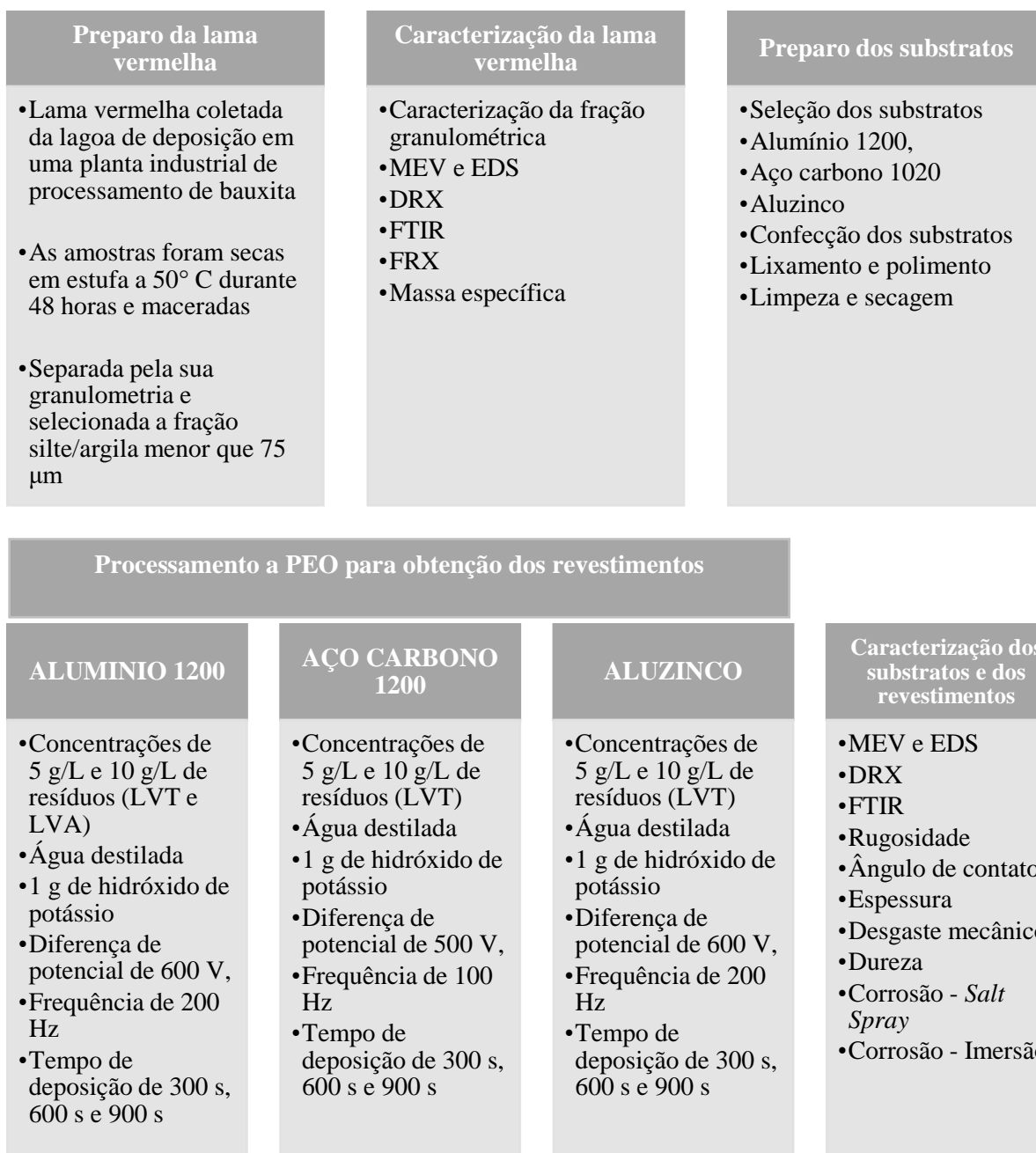
Fonte: (O autor, 2020).

Com base nos dados apresentados na Tabela 18, as pesquisas buscam deposições por plasma em zinco para avaliar a melhoria do desempenho de proteção contra corrosão dos revestimentos e outras propriedades. Nota-se que nenhuma das pesquisas utilizou resíduo na deposição por plasma. Um dos eletrólitos utilizados nos trabalhos são eletrólito de fosfato-aluminato. Pode-se observar que cada trabalho utilizou uma condição diferente de tensão, frequência, concentração, tempo de deposição.

Assim este trabalho testou e selecionou os melhores parâmetros para deposição de resíduo lama vermelha em aluzinco pra que ocorresse luminescência característica de plasma.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A Figura 5 (a) e (b) apresenta um quadro resumo, com todas as etapas experimentais desenvolvidas neste trabalho e na sequência é descrita cada uma dessas etapas nos tópicos que constituem o item Materiais e Métodos.

Figura 5 (a) - Diagrama das etapas da metodologia

(LVT: Lama vermelha total e LVA: Lama vermelha fração silte/argila)

Fonte: O autor (2017).

4.1 Preparo da lama vermelha

A lama vermelha utilizada neste trabalho foi fornecida por uma planta industrial de uma empresa produtora de alumínio localizada na cidade de Alumínio, interior de São Paulo.

Esse material foi coletado na forma de lama e foi processado inicialmente para sua conversão na forma de pó. Para isso, primeiramente foi feita a secagem da lama em estufa, a 50°C durante 48 horas, maceradas e então armazenada.

Visando a separação ou provocar o aumento da concentração de alguns elementos químicos presentes na lama vermelha foi feita a sua separação granulométrica. Para isso foi adotada a classificação da ABNT NBR 6502/95.

Sendo assim, foi feita a separação da lama vermelha utilizando peneira ABNT 200 (75 µm ou 0,075 mm) buscando separar as frações mais finas da lama vermelha (fração silte/argila: diâmetro de grão inferior a 0,075mm).

A fração granulométrica da lama vermelha (menor que 75 µm), que denominaremos neste trabalho de fração silte/argila da lama (LVA), bem como a lama total (LVT), sem separação granulometria, são os materiais que serão utilizados para a preparação das soluções eletrolíticas empregadas na produção de revestimentos em diferentes ligas metálicas, por PEO. Completando assim, o estudo utilizando as três frações granulométricas da lama vermelha (lama total, fração areia e fração silte/argila), uma vez que a fração areia já foi estudada em outro trabalho do grupo de pesquisa (MORAES, 2019).

Tanto a lama vermelha total (LVT), bem como a fração silte/argila (LVA), foram caracterizadas quanto a sua morfologia (por microscopia eletrônica de varredura - MEV), composição química elementar (por Espectrometria de Energia Dispersiva - EDS), identificação das fases mineralógicas (por Difração de Raios X – DRX), ligações moleculares (por Espectroscopia por Infravermelho - FTIR), composição química (por Fluorescência de Raios X - FRX) e massa específica. As respectivas metodologias são apresentadas no item 4.4 deste trabalho.

4.2 Deposição de lama vermelha em diferentes substratos

Este trabalho, tem como objetivo avaliar a deposição do resíduo lama vermelha bem como sua fração silte/argila em diferentes substratos. A princípio, foi estabelecido como

substratos a serem estudados nas deposições: alumínio 1020, aço carbono 1200 e aluzinco.

A escolha desses substratos foi em decorrência das pesquisas do grupo NATEL, sob orientação da Professora Dra. Maria Lucia Pereira Antunes, que utilizou alumínio 5052 e lama vermelha para alterar as propriedades de superfícies (ANTUNES *et al.*, 2014 e SOTTOVIA *et al.*, 2014), obtendo revestimentos cerâmicos utilizando a técnica de Oxidação eletrolítica assistida por Plasma (dos artigos em inglês: *plasma electrolytic oxidation - PEO*) (ANTONIO, 2011; YEROKHIN, 2004). Outros resíduos contendo silício também foram e vem sendo estudados pelo grupo, para avaliar as propriedades protetivas que produzem em superfícies de liga de alumínio (SOTTOVIA *et al.*, 2014; SOUZA, *et al.*, 2015; PALINKAS, 2017).

Neste trabalho utilizou-se o substrato de alumínio 1200 a fim de comparação com os trabalhos com os substratos de alumínio 5052, completando assim o estudo utilizando as três frações granulométricas da lama vermelha (lama total, fração areia e fração silte/argila) (MORAES, 2019).

Devido às suas propriedades mecânicas, soldabilidade e baixo custo, o aço carbono é um material amplamente utilizado nos mais diversos setores. Entretanto, o aço carbono é facilmente oxidado quando exposto ao ambiente. Para evitar esse problema, alguns trabalhos sugerem o desenvolvimento de revestimentos protetivos utilizando técnicas de deposição a plasma. O substrato de aço carbono 1020 já havia sido estudado por outros autores em outros tipos de plasma Rangel *et al.* (2012) e (RIBEIRO, 2017).

O substrato de aluzinco foi selecionado para ser estudado neste trabalho devido a sua composição. Em sua camada interna é composto por aço carbono e as camadas externas são compostas por zinco e alumínio.

4.2.1 Substratos utilizados e seu preparo

Os substratos que foram utilizados para as deposições são compostos de uma liga de alumínio 1200, uma liga de aço carbono (ABNT/SAE/AISI 1020) e os substratos de aluzinco são provenientes do resíduo (sobras) de produção de calhas de uma empresa local. A composição dos substratos é apresentada na Tabela 19.

Tabela 19 - Composição dos substratos

Substrato	Composição em massa	Referência
Alumínio 1200	99,00% de Al 1,00% de (Si+Fe) 0,05% de Cu 0,05% de Mn 0,10% de Zn 0,05% de Ti	ABNT, 2006
Aço carbono AISI 1020	0,18 a 0,23 de C 0,30 a 0,60 de Mn menor ou igual a 0,030 de P menor ou igual a 0,050 de S	SAE J403:2001
Aluzinco	55% Al 43,5% Zn 1,5% Si	Segundo o fabricante

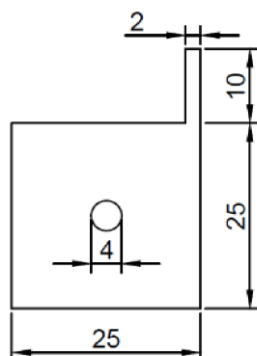
Fonte: O autor (2017).

Os substratos de alumínio e aço carbono foram cortados a laser e os substratos de aluzinco foram cortados com uma tesoura corta chapa. O corte do substrato de aluzinco foi feito a mão por se tratar de um resíduo doado por uma empresa e por não ter o formato de uma chapa inteira, dificultando a execução do corte a laser.

Os substratos (Figura 6) possuem a dimensão: 25 x 25 mm e espessura 2 mm para o alumínio 1200 e aço carbono 1020 e de 0,5 mm para o aluzinco. Foram preparados com um apêndice para a fixação no sistema eletrolítico e são providos de um furo central (diâmetro de 4 mm) para ensaios de resistência mecânica.

A geometria dos substratos de alumínio, aço carbono e aluzinco foi confeccionada desta maneira para comparação com outros trabalhos.

Figura 6 - Geometria do substrato (mm).

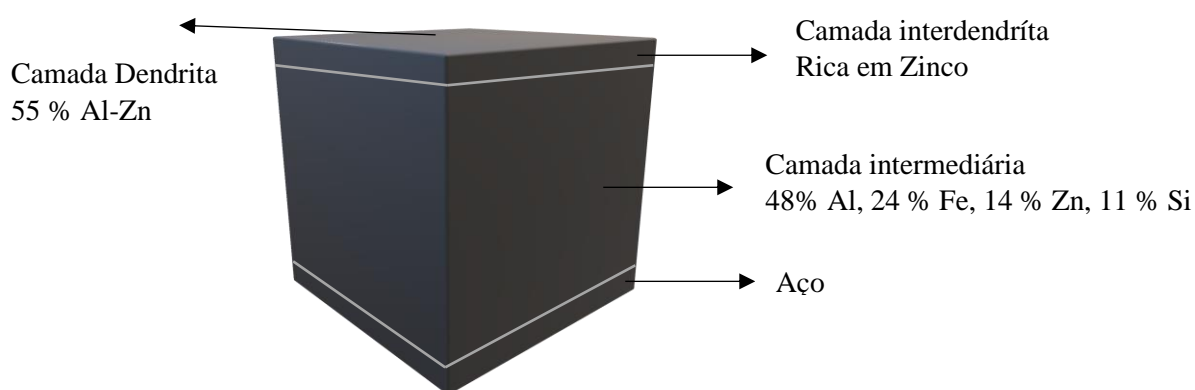


Fonte: O autor (2017).

Os substratos de alumínio e aço carbono foram polidos com lixas de 200, 300, 400, 600 e 1200 micras, obtendo-se o polimento final com o auxílio de uma micro retífica e agente polidor (líquido para polimento de metais).

Os substratos de aluzinco não foram polidos com lixas de diferentes micras, para que não houvesse desgaste da superfície de alumínio, podendo atingir a camada interna de aço carbono. A seguir, a Figura 7 representa a seção transversal da camada de revestimento da liga 55% Al- Zn.

Figura 7 - Representação da seção transversal da camada de revestimento da liga 55% Al- Zn



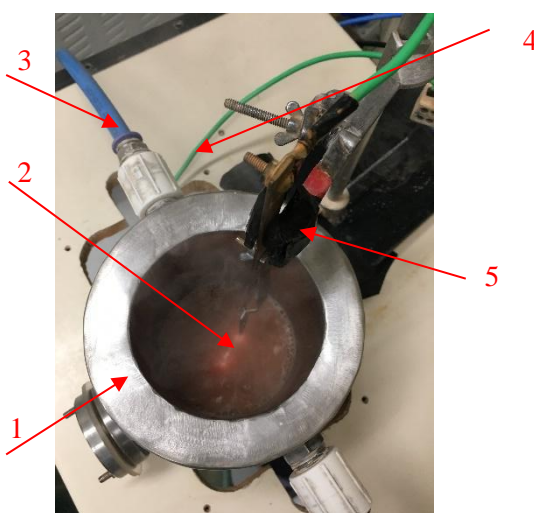
FONTE: 55% Aluminium-zinc Coated Sheet Steel Research and Technology Manual; BIEC International Inc, BHP Steel, Austrália, 1994

Em seguida as amostras de alumínio foram limpas com detergente especial, acetona, álcool e água destilada em ultrassom e secas com soprador térmico (HG2000K, Black&Decker). As amostras de aço carbono e aluzinco foram limpas apenas com detergente especial e álcool em ultrassom e secas com soprador térmico.

4.3 Processamento a plasma

Os revestimentos dos substratos foram depositados por oxidação eletrolítica assistida por plasma (PEO) (ANTONIO, 2011; YEROKHIN, 2004). O sistema do PEO utilizado do Laboratório de Plasmas Tecnológicos (LapTec - UNESP/Sorocaba) é constituído por uma fonte de tensão MAO-30 da Plasma Technology Ltd. e um reator descrito na Figura 8. As principais especificações técnicas da fonte são apresentadas na Tabela 20.

Figura 8 - Sistema do plasma eletrolítico: Sistema de eletrólise.



1: Cuba de aço inox com solução eletrolítica.

2: Amostra/Substrato.

3: Tubos de circulação de água do sistema de refrigeração.

4: Terminal aterrado da fonte.

5: Suporte para amostra conectado ao terminal positivo da fonte.

Fonte: O autor (2017).

Tabela 20 - Principais especificações da fonte de tensão.

Voltagem	Polo positivo: 80 – 800 V Polo negativo: 20 – 200 V
Frequência	30 – 3000 Hz
Corrente de saída	3 – 30 A
Ciclo de trabalho	10 – 80 %

Fonte: Plasma Technology, [s.d].

O reator ou sistema de eletrólise é constituído pelos eletrodos com o substrato de ligas metálicas fixado no ânodo (onde foram depositados os revestimentos), por um cátodo de aço inoxidável e pela solução eletrolítica.

Durante a produção dos revestimentos por PEO, foi anotada a corrente elétrica apresentada no painel da fonte a cada minuto de deposição e a temperatura da solução eletrolíticas foi medida com um termômetro digital infravermelho.

4.3.1 Deposição em substrato de alumínio 1200

Para as deposições em substrato de alumínio 1200 foram utilizadas duas soluções eletrolíticas diferentes: 1) solução eletrolítica foi preparada com lama vermelha total (LVT) e 2) solução eletrolítica preparada com a fração silte/argila da lama vermelha (LVA). Essas soluções foram preparadas com água destilada e 1 g de hidróxido de potássio (para atingir a condutividade necessária) nas concentrações de 5 g/L e 10 g/L de resíduos. Foi utilizada uma diferença de potencial de 600 V, frequência de 200 Hz e tempo de deposição de 300 s, 600 s e 900 s. A Tabela 21 apresenta as condições das deposições obtidas com alumínio 1200 e a nomenclatura que será utilizada neste trabalho para cada tipo de amostra. Para cada condição de deposição foram obtidas 6 amostras.

Tabela 21 - Condições aplicadas nas deposições dos substratos de alumínio 1200 e nomenclaturas para identificação de cada amostra.

Resíduo	Concentração (g/L)	Tensão (V)	Frequência (Hz)	Ciclo de trabalho (%)	Tempo (segundos)	KOH (g)	Nomenclatura
Lama vermelha total	5	+ 600	200	60	300	1	LVT5(300)
				20	600	1	LVT5(600)
					900	1	LVT5(900)
	10	+ 600	200	60	300	1	LVT10(300)
				20	600	1	LVT10(600)
					900	1	LVT10(900)
Lama vermelha fração silte/argila	5	+ 600	200	60	300	1	LVA5(300)
				20	600	1	LVA5(600)
					900	1	LVA5(900)
	10	+ 600	200	60	300	1	LVA10(300)
				20	600	1	LVA10(600)
					900	1	LVA10(900)

Fonte: O autor (2018).

4.3.2 Deposição em substrato de aço carbono AISI 1020

A solução eletrolítica foi preparada com lama vermelha total (LVT), água destilada e 1 g de hidróxido de potássio (para atingir a condutividade necessária) nas

concentrações de 5 g/L e 10 g/L de resíduo. Foi aplicada uma diferença de potencial de 500 V, frequência de 100 Hz e utilizando tempo de deposição de 300 s, 600 s e 900 s. A Tabela 22 mostra um resumo das condições de deposição bem como a nomenclatura das amostras, que será utilizado neste trabalho. Para cada condição de deposição foram obtidas 6 amostras.

Tabela 22 - Condições aplicadas nas deposições dos substratos de aço carbono e nomenclaturas para identificação de cada amostra.

Resíduo	Concentração (g/L)	Tensão (V)	Frequência (Hz)	Ciclo de trabalho (%)	Tempo (segundos)	KOH (g)	Nomenclatura
Lama vermelha total	5	+ 500	100	60	300	1	LC5(300)
				20	600	1	LC5(600)
					900	1	LC5(900)
	10	+ 500	100	60	300	1	LC10(300)
				20	600	1	LC10(600)
					900	1	LC10(900)

Fonte: O autor (2019).

O procedimento para a deposição por PEO em aço carbono, ainda não é padrão no laboratório, portanto teve-se que desenvolver uma metodologia e avaliar as condições para isso.

Foram feitos testes de parâmetros de algumas referências e em nenhum teste ocorreu luminescência característica de plasma. Os parâmetros foram alcançados a partir do que já havia sido feito para outras deposições em alumínio de maneira que ocorresse luminescência.

Durante a pesquisa deste trabalho, foram realizados testes (cerca de 100 deposições) para encontrar os melhores parâmetros de concentração, tempo, tensão, frequência, ciclo de trabalho e quantidade de KOH para que ocorresse luminescência característica de plasma (YEROKHIN *et al.*, 1999). No Apêndice A deste trabalho é apresentado um resumo das condições experimentais testadas para se chegar a melhor condição como mostram as Tabela 87, Tabela 88 e Tabela 89.

4.3.3 Deposição em substrato de aluzinco

As deposições em aluzinco são inéditas, não há na literatura deposições em PEO neste tipo de material.

Com base nas deposições de alumínio e aço carbono foram estudadas novas condições de deposição para aluzinco.

O substrato de aluzinco é um material com composição de aço carbono em seu interior e alumínio e zinco em suas camadas externas, justificando a escolha deste substrato.

Para a definição dos parâmetros e das condições de deposições, foram feitos testes iniciais, aplicando as condições utilizadas nas deposições dos substratos de alumínio e aço carbono até atingir a luminescência, característica de plasma.

Para as deposições em aluzinco, a luminescência observada é muito semelhante as deposições em substratos de alumínio.

Assim, a solução eletrolítica foi preparada com lama vermelha total (LVT), água destilada e 1 g de hidróxido de potássio (para atingir a condutividade necessária) nas concentrações de 5 g/L e 10 g/L de resíduo, aplicando-se uma diferença de potencial de 600 V, frequência de 200 Hz e utilizando tempo de deposição de 300 s, 600 s e 900 s, como mostra a Tabela 23.

Tabela 23 - Condições aplicadas nos testes de deposições dos substratos de aluzinco

Resíduo	Concentração (g/L)	Tensão (V)	Frequência (Hz)	Ciclo de trabalho (%)	Tempo (segundos)	KOH (g)	Nomenclatura
Lama vermelha total	5	+ 600	200	60	300	1	LZ5(300)
					600	1	LZ5(600)
					900	1	LZ5(900)
	10	+ 600	200	60	300	1	LZ10(300)
					600	1	LZ10(600)
					900	1	LZ10(900)

Fonte: O autor (2019).

4.4 Técnicas de caracterização

A lama vermelha total e sua fração silte/argila, bem como os substratos sem revestimento e os revestimentos obtidos por PEO, foram caracterizados por diferentes técnicas de análise com diferentes objetivos. A Tabela 24 apresenta um resumo das

caracterizações realizadas neste trabalho. Em seguida é feita uma breve descrição da preparação das amostras e condições de cada técnica que foram utilizadas.

Tabela 24 - Tipos de análises a serem realizadas até a conclusão final deste trabalho.

Análise	Material analisado	Técnica	Equipamento
Morfologia	Resíduo (LVT e LVA) Substratos (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco) Revestimentos depositado por PEO (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco)	MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura	Microscópio Eletrônico de Varredura JOEL JSM-6010LA
Composição química elementar	Resíduo (LVT e LVA) Substratos (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco) Revestimentos depositado por PEO (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco)	EDS - Espectrometria de Energia Dispersiva	
Composição química	Resíduo (LVT e LVA)	FRX - Fluorescência de Raios X	Oxford X- Supreme Prensa Carver 3853-0
Identificação estrutura cristalográfica	Resíduo (LVT e LVA) Substratos (Al 1200 e Aluzinco) Revestimentos depositado por PEO (Al 1200 e Aluzinco)	DRX - Difração de Raios X	Difratômetro PANalytical X'Pert Pro
Identificação ligações moleculares	Resíduo (LVT e LVA) Substratos (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco) Revestimentos depositado por PEO (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco)	FTIR - Espectroscopia por Infravermelho	Espectrômetro de Infravermelho Jasco FTIR-40
Massa específica	Resíduo (LVT e LVA)	Picnometria	Picnômetro
Rugosidade	Substratos (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco)	Perfilometria	Perfilômetro Veeco Dek Tak

	Revestimentos depositado por PEO (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco)		
Molhabilidade	Substratos (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco) Revestimentos depositado por PEO (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco)	Ângulo de Contato	Goniômetro Ramé-Hart inc. modelo 100-000
Dureza	Substratos (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco) Revestimentos depositado por PEO (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco)	Dureza	Microdurômetro Mitutoyo Hardness Testing Machine HM
Espessura	Revestimentos depositado por PEO (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco)	Corrente Parasita e Diferença de Massa	MCT-401 e Balança Quimis®
Desgaste mecânico	Substratos (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco) Revestimentos depositado por PEO (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco)	Desgaste de pino sobre disco	Desgaste de pino sobre disco
Corrosão	Substratos (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco) Revestimentos depositado por PEO (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco)	Ensaio acelerado Névoa Salina ou <i>Salt Spray</i>	Câmara <i>Salt Spray</i> Modelo USC
Corrosão	Substratos (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco) Revestimentos depositado por PEO (Al 1200, Aço carbono 1020 e Aluzinco)	Ensaio de imersão	Recipientes de vidro e solução salina

Fonte: O autor (2018).

4.4.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS)

A morfologia das partículas das amostras de lama vermelha e o aspecto dos revestimentos depositados foi analisada e obtida através da Microscopia Eletrônica de

Varredura (MEV) e a composição química elementar foi feita através da técnica de Espectroscopia de energia dispersiva (EDS/MEV).

Para isso, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM-6010LA do Laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais (LMCMat) da UNESP de Sorocaba.

As condições em que o microscópio operou foram SEI: 3kV ou 10kV, WD: 12 mm ou 10 mm e SS: 30. Obteve-se as micrografias por elétrons secundários.

A análise química elementar da lama vermelha total, da fração silte/argila, dos substratos e dos revestimentos foi feita pelo mapeamento de regiões distintas e analisadas por pontos.

Para o resíduo lama vermelha foram usados diferentes aumentos: 1500, 3000 e 5000 vezes, para os substratos 500 vezes e para os revestimentos os seguintes aumentos: 200, 500, 950 e 5000 vezes.

As amostras foram colocadas em um porta amostra sendo fixadas por fita de carbono, para ambas as análises (microscopia e espectroscopia) foram realizadas com a mesma amostra.

O resíduo da lama vermelha total e da fração silte/argila foi dispersado em água destilada e uma gota foi depositada em uma lâmina de vidro sobre a fita de carbono. Aguardou-se a evaporação da água durante um dia para se obter as partículas dispersas para análise.

4.4.2 Fluorescência de Raios X (FRX)

A análise por fluorescência de raios X foi realizada apenas para as amostras na forma de pó, sendo, portanto, realizadas apenas para a caracterização do resíduo lama vermelha e sua fração silte/argila. A análise foi feita através do equipamento de fluorescência Oxford, X-Supreme, prensa Carver 3853-0 do Laboratório de Caracterização e Processamento de Materiais da EE da Universidade Presbiteriana Mackenzie.

4.4.3 Difração de Raios X (DRX)

A cristalinidade das amostras foi avaliada pela técnica de difração de raios X (DRX), a fim de identificar as fases minerais presentes. Para isso, foi utilizado um difratômetro Panalytical X'Pert Pro do (LMCMat/UNESP) de Sorocaba, que usa radiação de Cu-K α ($\lambda= 1,54$ nm).

As análises dos resíduos lama vermelha total (LVT), lama vermelha fração silte argila (LVA), dos substratos e dos revestimentos de alumínio, aço e aluzinco foram feitas no modo Theta2Theta, nas condições de 45 kV, 40 mA, fenda divergente fixa de 1° a 2° e varredura dos ângulos de 10° a 80°.

Uma amostra de pó da lama vermelha total (LVT) e de pó da lama vermelha fração silte argila (LVA) foi compactada em um suporte para a análise e as amostras dos substratos e dos revestimentos foram inseridas no equipamento sem nenhum preparo. Utilizou-se um passo de 0,01 e tempo por passo de 35 segundos.

As análises para o substrato de aço carbono e para os revestimentos produzidos com aço carbono e lama vermelha total (LVT) não foram realizadas, pois o difratômetro do LMCMat/UNESP Sorocaba possui tubo de cobre, não sendo possível identificar as fases minerais de substratos ferrosos. Foram feitas diversas tentativas de análises em outras instituições de ensino, porém com a pandemia não foi possível a realização dos testes.

4.4.4 Espectroscopia por Infravermelho com Transformações de Fourier (FTIR)

Os grupos químicos da lama vermelha total, da fração silte/argila, dos substratos e dos revestimentos foram analisados por Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), no modo de transmitância, através do equipamento espectrômetro Jasco FTIR-410, que se encontra LaPTec da UNESP de Sorocaba. As amostras foram submetidas a 128 varreduras, na faixa de número de onda de 4000 cm⁻¹ a 400 cm⁻¹, com resolução de 4 cm⁻¹.

Uma amostra de pó da lama vermelha total (LVT) e de pó da lama vermelha fração silte argila (LVA) foi compactada em um suporte para a análise e as amostras dos substratos e dos revestimentos foram inseridas no equipamento sem nenhum preparo.

4.4.5 Massa específica do resíduo

A massa específica da lama vermelha total e da fração silte/argila desse resíduo foi determinada utilizando-se a técnica da Picnometria (CAPUTO, 1988) e utilizando-se a Equação 1.

$$D = \frac{P_s * D_a}{P_s + P_2 - P_1} \quad (1)$$

Onde:

(D) é a Massa específica em (g/cm³);

Ps é a Massa seca em (g);

Da é a Densidade água em (g/cm³);

P2 é a Massa do picnômetro com água em (g);

P1 é a Massa do picnômetro + lama + água em (g).

As massas iniciais foram medidas com o auxílio de uma balança analítica Quimis®, com precisão de 0,1 mg.

4.4.6 Rugosidade dos revestimentos

A medida da rugosidade dos revestimentos obtidos por PEO e do substrato sem tratamento foram realizadas com o perfilômetro Veeco DekTak ISO no Laboratório LaPTec da UNESP de Sorocaba. Cada amostra foi medida 10 vezes, em diferentes regiões, obtendo-se assim uma média aritmética. A rugosidade dos revestimentos foi calculada a partir da média dos valores de Ra (que é a média aritmética dos desvios de medição em relação uma linha base encontrados pelo perfilômetro).

O equipamento foi operado com os parâmetros de análise como descrito na Tabela 25.

Tabela 25 - Parâmetros utilizados para a análise das amostras.

Raio de ponta	12,5 µm
Duração de medida	15 segundos
Força aplicada	3 mg
Comprimento de análise	2000 µm
Resolução	0,44 µm/amostra

Fonte: O autor (2018).

4.4.7 Molhabilidade dos Revestimentos

A molhabilidade dos substratos usados e dos revestimentos foi analisada utilizando Goniômetro Ramé-Hart, inc. modelo n°100-000 do Laboratório LaPTec UNESP de Sorocaba. O equipamento consiste em uma fonte luminosa, uma câmera de captura de imagem, uma plataforma ajustável e uma micro seringa que pode produzir gotas de 0,2 µL. As imagens são enviadas ao programa de computador *DropImage* que calcula os ângulos.

A molhabilidade é medida através do ângulo de contato da gota de água deionizada (produzida pela micro-seringa) com a superfície da amostra, e permite identificar a característica hidrofílica ou hidrofóbica dos revestimentos. Foram aplicadas três gotas em áreas diferentes das amostras, cada gota sendo medida dez vezes, perfazendo um total de 30 medidas por amostra.

Essas medidas foram realizadas ao longo de 40 semanas para acompanhar o envelhecimento das deposições e verificar a influência nos resultados de molhabilidade, afetando no aumento ou diminuição do ângulo de contato, contribuindo para a preservação do material.

4.4.8 Dureza dos revestimentos - Ensaio de microdureza Vickers

Para o ensaio de dureza Vickers (DEMEC, 2016), foi analisado a resistência que o material oferece a um penetrador padrão (Pirâmide de Diamante de Vickers (HV)), com uma determinada carga aplicada.

Os ensaios de microdureza foram realizados em triplicata nos substratos e nos revestimentos com o equipamento Microdurômetro Mitutoyo Hardness Testing Machine HM da Faculdade de Tecnologia de Sorocaba - FATEC.

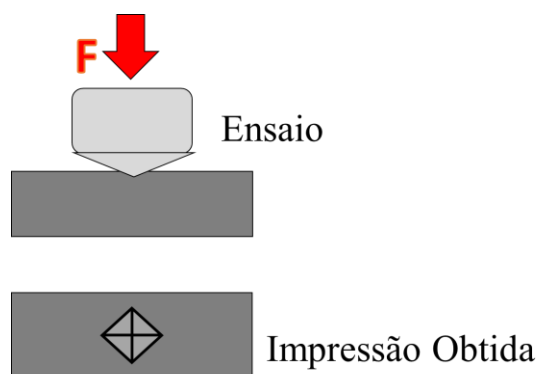
O cálculo do valor da dureza com a Pirâmide de Diamante de Vickers (HV) é obtido dividindo-se a carga aplicada (em kgf) pela área da superfície da indentação (em mm²), conforme a equação 2.

$$HV = \frac{Carga}{Área da Superfície Piramidal} \quad (2)$$

No caso do Microdurômetro utilizado, o resultado já é fornecido em HV. O ensaio de dureza é considerado não destrutivo deixando uma pequena marca no material, não comprometendo a utilização da peça.

Para calcular o valor da dureza de Pirâmide de diamante Vickers, as duas diagonais são medidas (Figura 9), e a média dos valores encontrados é usada na fórmula citada acima para a determinação do valor da dureza Vickers HV. Para as amostras foram realizadas três impressões com carga de 200gf.

Figura 9 - Esquema ilustrativo do Ensaio de Microdureza Vickers



Fonte: O autor (2021).

4.4.9 Espessura dos revestimentos

As medidas de espessura dos revestimentos obtidos em substrato de alumínio foram verificadas através da corrente parasita, que faz medidas de camadas não condutoras (PEREIRA, 2007).

O equipamento usado para medição por corrente parasita foi o Minipa Medidor de Espessura de Camada MCT-401 que possui uma sonda colocada diretamente sobre as amostras. Foram feitas quinze medidas em cada amostra e obteve-se a média aritmética. A diferença de massa foi calculada a partir das medidas das massas dos substratos antes e após o revestimento obtidas com uma balança Quimis®, com precisão de $\pm 0,1$ mg.

Já revestimentos em substrato de aço carbono e aluzinco, tiveram sua espessura determinada por diferença de massa (Barbosa., *et al*, 2019), ambos métodos não destrutivos.

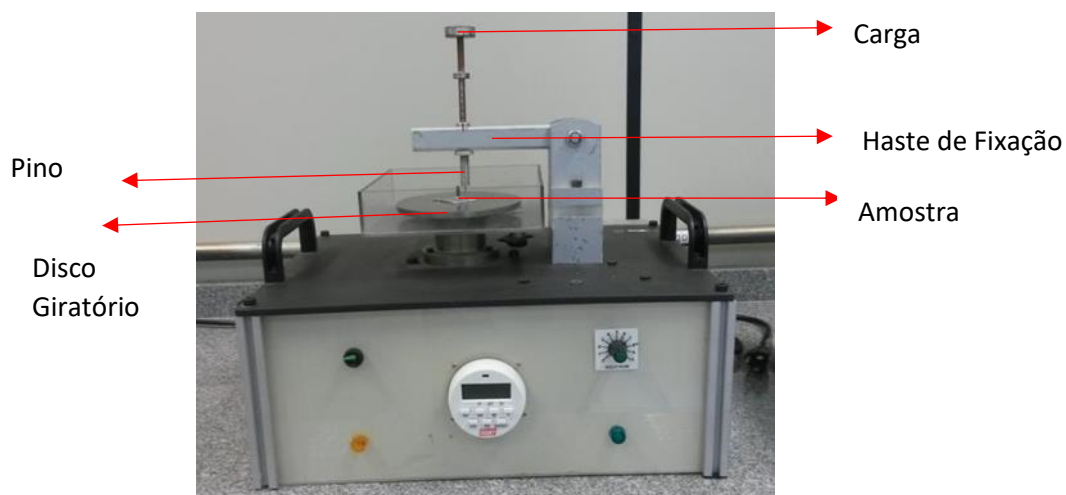
Os substratos de aço carbono e aluzinco não foram medidos por corrente parasita pois as camadas desses materiais contêm substratos ferrosos. O MCT-401 utiliza o princípio de campo magnético, e o ferro contido nas camadas causaria erros na medição.

4.4.10 Resistência mecânica dos revestimentos através do ensaio de desgaste mecânico por pino-sobre-disco

A resistência mecânica dos revestimentos foi verificada através do ensaio de desgaste por pino-sobre-disco. O equipamento de desgaste (Figura 10) conta com um

plano circular ligado a um motor, ajuste de rotação, um braço com suporte para pino e carga.

Figura 10 - Equipamento de desgaste mecânico por pino-sobre-disco.



Fonte: O autor (2018).

O equipamento de desgaste foi desenvolvido pelo Mestre César Augusto Antônio e pelo Professor Doutor Nilson Cristino da Cruz.

Os testes foram feitos de acordo com os parâmetros apresentados na Tabela 26. Para a mesma condição de deposição foram realizados três ensaios, obtendo-se uma média a partir dos valores de massa. As massas, tanto do pino como da amostra, foram medidas antes e depois do ensaio, com o auxílio de uma balança Quimis®, com precisão de $\pm 0,1$ mg.

Tabela 26 - Parâmetros do ensaio de desgaste por pino-sobre-disco.

Velocidade (m/s)	0,0631
Distância percorrida (m)	56,79
Diâmetro da trilha (mm)	18
Tempo de ensaio (minutos)	15
Diâmetro do pino (mm)	4
Pressão sobre a amostra (MPa)	0,106
Temperatura (°C)	23

Fonte: O autor (2018).

O pino utilizado nesse equipamento é de aço 9861 HSS M2, com a seguinte composição nominal em porcentagem de massa (Tabela 27), de acordo com a ABNT

Tabela 27 - Composição química do pino utilizado para o desgaste.

Elemento	C	Mn	P	S	Si	Cr	V	W	Mo
%	0,78 – 0,88	0,15 – 0,40	0,03	0,03	0,20 – 0,45	3,75 – 4,50	1,75 – 2,20	5,50 – 6,75	4,50 – 5,50

Fonte: ABNT, 2005.

4.4.11 Ensaio de corrosão dos revestimentos - exposição a nevoa salina

O ensaio de corrosão por nevoa salina (do inglês: *salt spray*) é um teste que cria uma atmosfera úmida totalmente controlada com cloreto de sódio onde as amostras são expostas, simulando em curto prazo de tempo o que ocorreria se a mesma amostra fosse exposta em intempérie real por um longo período de tempo de exposição (COUTINHO, 2019). Esse ensaio busca de forma qualitativa e comparativa, testar a eficiência dos recobrimentos frente a resistência a corrosão.

O ensaio de corrosão por *salt spray*, foi realizado utilizando a câmara de ensaio de corrosão na temperatura de $35\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ e com concentração de 5% de solução de cloreto de sódio, com pH entre 6,50 a 7,20. As amostras foram ensaiadas com 96 horas de exposição a nevoa salina. Os ensaios de névoa salina foram realizados conforme as normas ABNT NBR 8094 e a DIN 50.021.

Após a retirada das amostras do ensaio de corrosão, foi feita a avaliação da degradação dos revestimentos. As amostras foram lavadas com água destilada com o intuito de retirar qualquer vestígio de solução salina de sua superfície e posteriormente foram secas com o secador.

Para a avaliação da superfície que sofreu corrosão pelo *salt spray*, utilizou-se um Estereoscópio Eletrônico Digital USB com zoom de 1000x e software de captura de imagem Measure.

Apenas as amostras de 5 g/L foram analisadas através da Microscopia Eletrônica de Varredura e de Espectrometria de Dispersão de Energia para estudo da morfologia e composição química das amostras após o tempo de ensaio. Em decorrência das restrições impostas pela pandemia de COVID19, as atividades em laboratórios da UNESP de Sorocaba foram suspensas, não sendo possível dar continuidade as atividades experimentais.

Para avaliar a intensidade do processo corrosivo e estimar o desgaste do material em dado meio, foi feita a medida da massa inicial das amostras antes da

realização do teste de *salt spray* e após as 96 horas de teste. A determinação da perda de massa permitiu calcular a taxa de corrosão utilizando a equação 3.

$$Tc = \frac{K \times \Delta Mc}{A \times t \times r} \quad (3)$$

Onde:

Tc é a Taxa de corrosão uniforme em (mm/ ano)

K é o Fator de conversão para mm/ano: $8,76 \times 10^4$.

ΔMc é a perda de massa, perda de massa dos corpos ensaiados, menos a perda de massa dos cps não ensaiados em (gramas)

A é a Área do cp, em (cm²)

T é o Tempo de ensaio, em (horas)

r é a Massa específica do material metálico ensaiado:

- 2,70 g/cm³ (alumínio)
- 7,86 g/cm³ (aço carbono)
- 7,14 g/cm³ (zinco)

Segundo a NACE (*National Association of Corrosion Engineers*), a taxa de corrosão é classificada em quatro graus de gravidade como descrito na Tabela 28 (NACE RP-07-75-200516).

Tabela 28 - Classificação do grau de corrosão por meio da velocidade de corrosão.

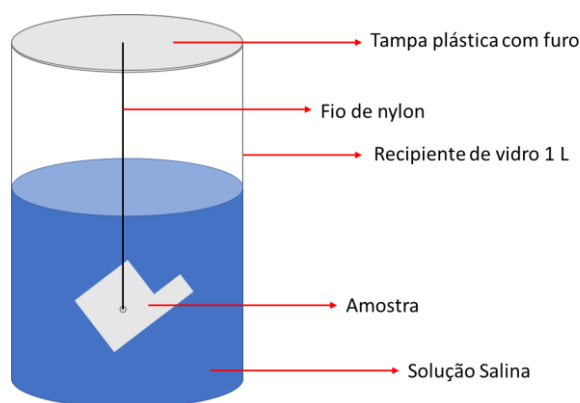
Taxa de corrosão uniforme (mm/ano)	Grau de corrosão
< 0,025	Baixa
0,025 a 0,120	Moderada
0,12 a 0,25	Alta
> 0,25	Severa

NACE RP-07-75-200516

4.4.12 Ensaio de corrosão dos revestimentos por imersão

Para os ensaios de corrosão por imersão foi construído um sistema em laboratório/casa, como da Figura 11. Esse sistema é constituído por recipientes de vidro de um litro, tampas plásticas, fio de nylon para pendurar as amostras.

Figura 11 - Sistema criado para ensaio de corrosão por imersão.



Fonte: O autor (2020).

Os recipientes foram preenchidos com solução de cloreto de sódio (5 %), as amostras foram imersas nessa solução (sempre em duplicata) e mantidas por 96 horas nessa condição, para que ocorresse sua corrosão. Esse sistema foi mantido a temperatura ambiente. O volume utilizado das soluções de cloreto de sódio foi estabelecido como sendo de 700 ml, o volume foi definido com base no cálculo de 50 vezes a área exposta do corpo de prova. O fator 50 é para evitar a saturação da solução com produtos de corrosão durante o teste e com concentração de 5% de solução de Cloreto de sódio. (CODARO, 2006).

Após a retirada das amostras do ensaio de corrosão por imersão, foram lavadas com água destilada e foram secas com o secador. Para a avaliação da superfície

que sofreu corrosão, utilizou-se um Estereoscópio Eletrônico Digital USB com zoom de 1000x e software de captura de imagem Measure.

Apenas as amostras de 5 g/L foram analisadas através da Microscopia Eletrônica de Varredura e de Espectrometria de Dispersão de Energia para estudo da morfologia e composição química das amostras após o tempo de ensaio. Em decorrência das restrições impostas pela pandemia de COVID19, as atividades em laboratórios da UNESP de Sorocaba foram suspensas, não sendo possível dar continuidade as atividades experimentais.

Para avaliar a intensidade do processo corrosivo e estimar o desgaste do material em dado meio, foi feita a medida da massa das amostras antes e ao final do ensaio de corrosão. Assim, a determinação da perda de massa permitiu calcular a taxa de corrosão (equação 2) e foi feita a classificação do grau de corrosão de acordo com a Tabela 28 (NACE RP-07-75-200516).

4.4.13 Análise estatística dos resultados

O método de análise de variância (ANOVA) foi aplicado para análise estatística dos resultados de rugosidade, dureza, espessura, desgaste e corrosão. Por meio dessa análise de variância foi possível identificar se houve diferenças significativas entre as médias dos resultados. O recurso de análise de dados do Excel foi aplicado, adotando-se o índice de significância (α) de 5%.

Assim, onde o resultado de $F_{\text{observado}}$ foi inferior ao do $F_{\text{crítico}}$, pode-se concluir que não houve diferenças significativas entre os grupos estudados e onde o valor do $F_{\text{observado}}$ foi superior ao do $F_{\text{crítico}}$, identificou-se que havia de pelo menos uma diferença significativa.

O Teste de Tukey (COSTA NETO, 2002), foi aplicado para verificação das médias dos grupos amostrais para determinar entre quais médias houve diferenças significativas. Foi calculada a diferença mínima significativa por meio da equação 4:

$$dms = q \sqrt{\frac{\text{MQR}}{n^{\circ} \text{ de repetições}}} \quad (4)$$

Onde:

- **q:** é o valor da amplitude em função do cruzamento de dados do glR (grau de liberdade dentro dos grupos)
- **MQR:** médias dos quadrados dentro dos grupos
- **k:** (número de grupos amostrais) ao nível α de probabilidade (5%).

A tabela com os valores está disponível no Apêndice B.

Para identificação de quando a diferença entre duas médias for superior à diferença mínima significativa ($|\bar{x}a - \bar{x}b| \geq dms \rightarrow \mu a \neq \mu b$), conclui-se que essas médias eram diferentes (diferença significativa). E se a diferença entre duas médias for inferior à diferença mínima significativa ($|\bar{x}a - \bar{x}b| < dms \rightarrow \mu a = \mu b$), conclui-se que essas médias eram iguais (diferença não significativa). (LEITE, 2019).

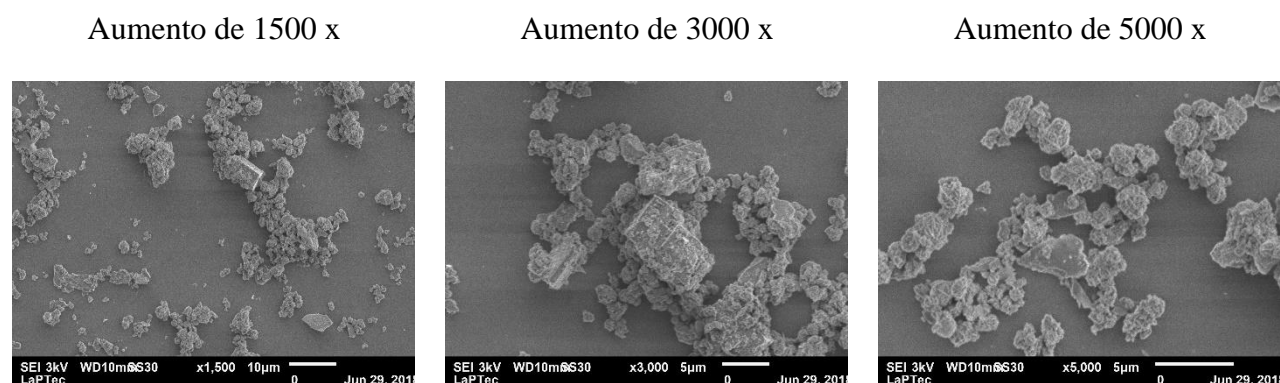
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização da lama vermelha

5.1.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

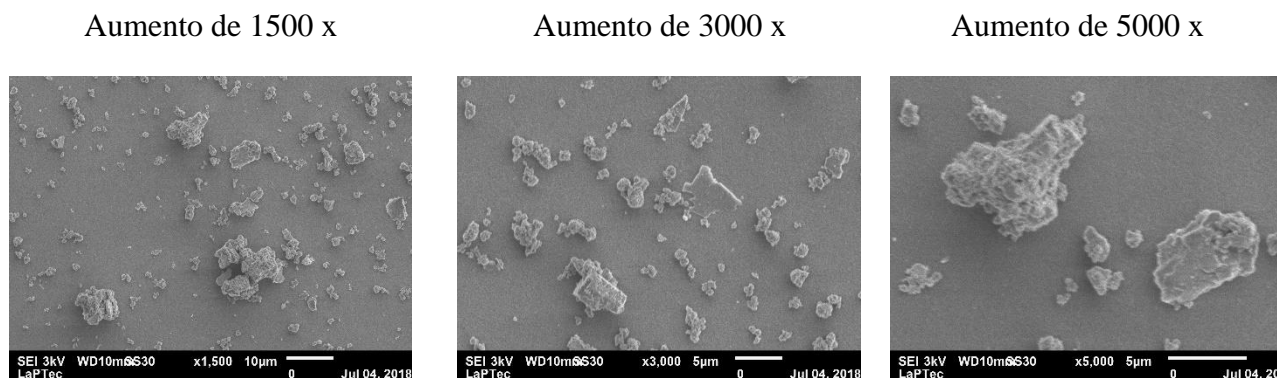
A análise por MEV, das amostras de lama vermelha total (Figura 12) e das amostras de lama vermelha fração silte/argila (Figura 13), mostra uma variedade granular e heterogeneidade, contendo partículas de diferentes formas e tamanhos.

Figura 12 - Micrografias da lama vermelha total analisadas por MEV.



Fonte: O autor (2018).

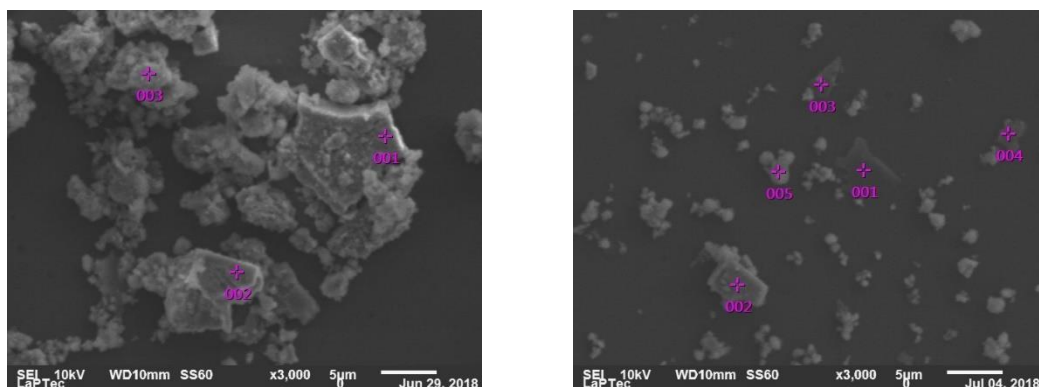
Figura 13 - Micrografias da fração silte/argila de lama vermelha analisadas por MEV.



Fonte: O autor (2018).

Pode-se observar que a lama vermelha total (Figura 12) apresenta partículas com dimensões de até 10µm. Já para as partículas correspondente a fração silte/argila (Figura 13) não ultrapassam 5µm. Isso mostra que a técnica empregada seleciona a granulometria da lama vermelha, revelando partículas menores.

Figura 14 - Análise de EDS por pontos.



(A) Lama vermelha total

(B) Lama vermelha fração silte/argila

Fonte: O autor (2018).

Os resultados da análise semi quantitativa (análise EDS/por ponto) (Figura 14) da composição elementar das partículas constituintes da lama vermelha, são apresentados nas Tabelas 29 e 30.

Tabela 29 - Composição química elementar apresentada no espectro de EDS do resíduo lama vermelha total.

Pontos	Elementos (% em massa)				
	C	O	Al	Fe	Ti
1	4,72	61,32	9,53	24,43	-
2	9,31	57,24	-	16,60	29,23
3	7,67	62,88	8,13	21,32	-

Fonte: O autor (2018).

Tabela 30 - Composição química elementar apresentada espectro de EDS da fração silte/argila de lama vermelha.

Pontos	Elementos (% em massa)									
	C	O	Al	Fe	Ti	Si	Na	Ca	Mg	K
1	7,63	54,77	4,14	0,44	-	23,38	4,16	2,58	1,69	1,19
2	4,87	65,85	26,50	1,61	-	0,47	0,26	0,23	-	0,14
3	6,72	52,95	5,05	4,66	0,07	21,27	4,31	2,29	1,59	1,90
4	7,69	56,46	4,91	0,61	0,05	21,03	4,32	2,07	1,41	1,44
5	9,21	55,54	9,17	3,30	0,08	31,81	7,13	1,17	0,59	-

Fonte: O autor (2018).

Esses resultados mostram que as partículas de lama vermelha são constituídas principalmente por Fe, Al, Si. Também há presença de titânio, cálcio e sódio, todos elementos já descritos na literatura para a composição química elementar desse resíduo (ANTUNES *et al.*, 2012).

5.1.2 Fluorescência de Raios X (FRX)

Quanto a análise de fluorescência de raios X (FRX) para a identificação da composição química das amostras de lama vermelha, a Tabela 31 apresenta os resultados.

Tabela 31 - Composição Química da lama vermelha e sua fração granulométrica (silte argila) obtida pela técnica de Fluorescência de Raios X (FRX).

Elementos	Concentração lama vermelha total (Wt % em massa)	Concentração lama vermelha fração silte/argila (Wt % em massa)
Fe ₂ O ₃	30,867	31,595
Al ₂ O ₃	30,520	30,656
SiO ₂	19,883	18,955
Na ₂ O	8,364	8,650
CaO	4,730	4,384
TiO ₂	2,979	3,166
MgO	0,976	0,989
P ₂ O ₅	0,845	0,749
SO ₃	0,288	0,304
K ₂ O	0,199	0,195
Mn ₂ O ₃	0,151	0,148
Cl	0,114	0,110
Cr ₂ O ₃	0,052	0,054
SrO	385 mg/kg	337 mg/kg
ZnO	91 mg/kg	105 mg/kg

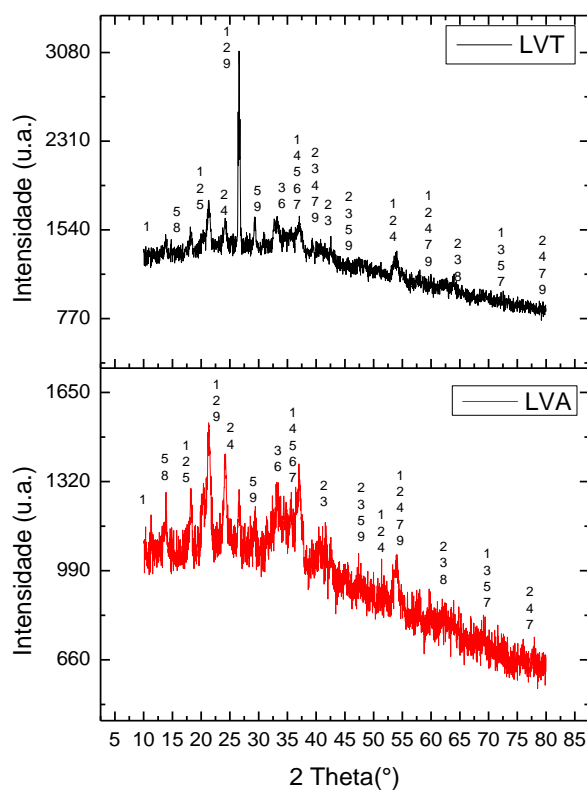
Fonte: O autor (2018).

O resultado da análise de FRX mostra que com a seleção de partículas de menor tamanho (fração silte/argila), há um pequeno aumento na concentração de óxido de titânio, óxido de ferro e óxido de sódio. Nota-se também que há uma leve diminuição nessa fração na concentração de óxido de silício e óxido de cálcio. Desta forma, pode-se entender que a seleção granulométrica da lama vermelha leva a um enriquecimento de ferro e titânio nessa fração da lama vermelha o que pode resultar em uma deposição diferente quando se utiliza o processo de plasma eletrolítico (PEO) para se obter revestimentos em metal.

5.1.3 Difractometria de Raios X (DRX)

A Figura 15 apresenta a curva de difração obtida para lama vermelha total (LVT) e para lama vermelha fração silte/argila (LVA). Foram identificados os minerais encontrados através de números de 1 a 9, identificados na Tabela 32.

Figura 15 - Curva de difração da lama vermelha total (LVT) e sua fração silte/argila (LVA)



Fonte: O autor (2020).

Os picos observados nos resultados de DRX, tanto da lama vermelha como da sua fração silte/argila, permitem identificar as fases: (1) de óxido de silício, (2) quartzo, (3) alumina beta, (4) hematita, (5) magnetita, (6) óxido de sódio, (7) óxido de cálcio, (8) óxido de titânio e (9) rutilo. Essa mineralogia é em geral descrita na literatura para a lama vermelha (ANTUNES *et al.*, 2012, SOTTOVIA *et al.*, 2014, LIU *et al.*, 2019).

A Tabela 32 apresenta a ficha de identificação mineralógica utilizada para os picos identificados nas curvas de difração, da Figura 15.

Tabela 32 - Fichas e Minerais encontrados nos pós de lama vermelha total (LVT) e sua fração silte/argila (LVA)

Lama Vermelha	Numeração da Ficha de identificação/Minerais	Legenda gráfico
	[76-931] (SiO ₂) Óxido de Silício	1
	[85-930] (SiO ₂) Quartzo	2
Total (LVT)	[55-769] (Al ₂ O ₃) Alumina Beta	3
	[85-599] (Fe ₂ O ₃) Hematita	4
Fração silte/argila (LVA)	[79-416] (Fe ₃ O ₄) Magnetita	5
	[6-500] (NaO ₂) Oxido de Sódio	6
	[1-1160] (CaO) Óxido de Cálcio	7
	[49-1433] (TiO ₂) Óxido de Titânio	8
	[76-1941] (TiO ₂) Rutilo	9

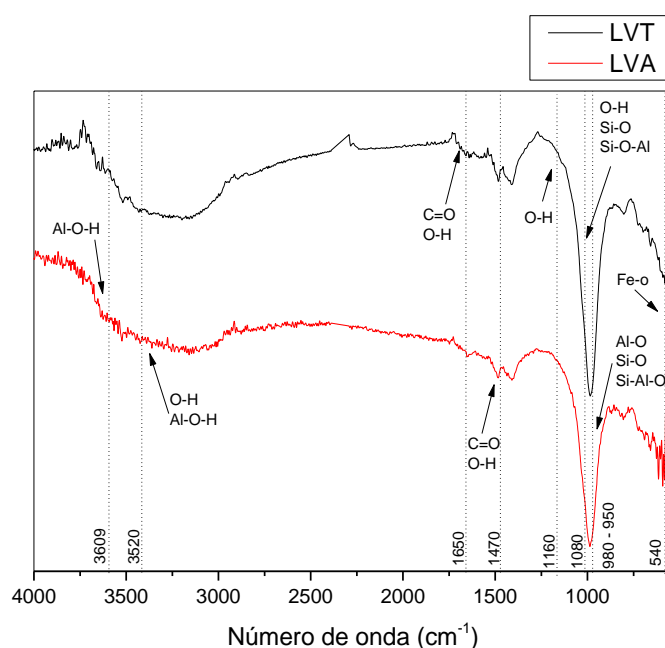
Fonte: O autor (2020).

Relacionando o DRX com os resultados de MEV/EDS, observa-se os mesmos elementos encontrados: oxigênio, alumínio, ferro, titânio, silício, sódio e cálcio.

5.1.4 Espectroscopia por Infravermelho com Transformações de Fourier (FTIR)

A lama vermelha total e sua fração silte/argila foram analisadas quanto a suas ligações químicas por espectroscopia de infravermelho, e o espectro de FTIR obtido é apresentado na Figura 16 e as bandas identificadas na Tabela 33.

Figura 16 - Espectros obtidos por FTIR para a lama vermelha total (LVT) e sua fração silte/argila (LVA) no modo de transmitância.



Fonte: O autor (2018).

Tabela 33 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho.

Número de onda (cm ⁻¹)	Identificação das bandas	Referência
3609	Al-O-H	
3520	O-H; Al-O-H	
1650 - 1470	C=O; O-H	
1160	O-H	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014
1080	O-H; Si-O; Si-Al-O	
980 - 950	Al-O; Si-O; Si-Al-O	
540	Fe-O	

Fonte: O autor (2018).

Tanto a lama total, quanto a fração silte/argila, os grupos funcionais são praticamente os mesmos. Observa-se grupos funcionais característicos do resíduo de lama vermelha (SINGH *et al.*, 2019).

Conforme mostrado na Figura 16, as bandas típicas no espectro FTIR de lama vermelha localizam-se em 3620 cm⁻¹, 1117 cm⁻¹ e 996 cm⁻¹, que atribui a ligação –OH de moléculas de água (Wang *et al.*, 2018a), Ligações Si – O – Al e Si – O (KAYA e SOYER-UZUN, 2016) em minerais de lama vermelha. (WANG *et al.*, 2020).

Observa-se uma banda em 1080 cm^{-1} correspondente a boemita (KLOPROGGE *et al.*, 2002). As ligações de Al-OH em 3609 cm^{-1} está relacionada gibsite (UNICAMP, 2015), as ligações de Si-O em 1080 cm^{-1} correspondem ao quartzo (ANDRADE *et al.* (2009). Já as ligações de Fe-O pode ser observada em 540 cm^{-1} banda correspondente a hematita.

5.1.5 Massa específica

Os resultados de massa específica da lama vermelha total e da fração silte/argila, calculados a partir da Equação 1 são apresentados na Tabela 34 e 35.

Tabela 34 - Massa específica da Lama Vermelha Total (LVT).

Massa picnômetro + lama + água (P1) (g)	Massa lama seca (Ps) (g)	Massa picnômetro + água (P2) (g)	Massa água (g)	Densidade água (Da) (g/cm ³)	Massa picnômetro (g)	Massa específica lama (g/cm ³)
87,7374	1,0300	87,0732	51,9100	1,040	35,1623	2,93
87,7007	1,0157	87,0363	51,8400	1,036	35,1915	2,99
87,8162	1,0803	87,1610	51,9900	1,040	35,1705	2,64
Média: (2,85±0,18) g/cm³						

Fonte: O autor (2018).

Tabela 35 - Massa específica da fração Silte/Argila de Lama Vermelha (LVA).

Massa picnômetro + lama + água (P1) (g)	Massa lama seca (Ps) (g)	Massa picnômetro + água (P2) (g)	Massa água (g)	Densidade água (Da) (g/cm ³)	Massa picnômetro (g)	Massa específica lama (g/cm ³)
87,7841	1,0203	87,1051	51,9497	1,038	35,1554	3,10
87,8537	1,0047	87,1347	51,9502	1,039	35,1845	3,65
87,7455	1,0099	87,0669	51,8868	1,037	35,1801	3,16
Média: (3,01±0,21) g/cm³						

Fonte: O autor (2018).

Dentro do erro experimental as densidades são muito próximas. Não se observa diferença na densidade entre a lama vermelha total e sua fração silte/argila.

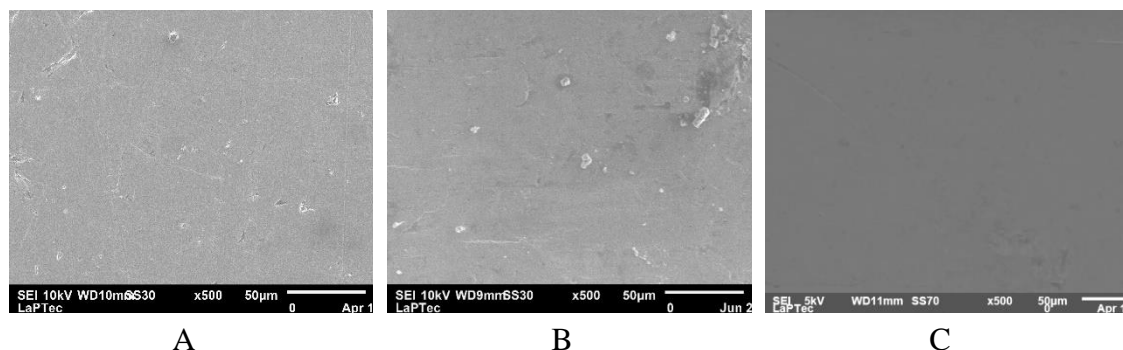
Os valores da literatura para a densidade da lama vermelha (WANG *et al.*, 2012, Villar, L.F.S. (2002); Matthew Stephen Gore 2015; Donaldson, D., & Raahauge, BE (Eds) (2016) estão em torno de $3,26 \text{ g/cm}^3$ e $2,70 \text{ g/cm}^3$. Isso mostra que os valores apresentados nas Tabelas 34 e 35 estão de acordo com o que se observa na literatura.

5.2 Caracterização dos substratos

5.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

A Figura 17 A, B e C apresenta imagens ao MEV, após polimento e limpeza, das superfícies dos substratos de alumínio (liga 1200), aço carbono (liga AISI 1020) e de aluzinco, respectivamente. Todas as superfícies, vistas a olho nu, tem aparência lisa, porém nota-se que ainda existem pequenas imperfeições e marcas de polimento na imagem ao microscópio.

Figura 17 A, B e C - Imagens ao MEV, após polimento e limpeza, das superfícies dos substratos de alumínio (liga 1200), aço carbono (liga AISI 1020) e de aluzinco.



Fonte: O autor (2018).

A Tabela 36 apresenta a porcentagem em massa de cada elemento encontrado por análise de EDS para os substratos.

Tabela 36 - Porcentagem em massa dos elementos encontrados por EDS/MEV para os substratos.

Substrato de Al (liga 1200)	
Elemento	Massa atômica (%)
Al	87,99
C	6,71
O	5,30
Substrato de Aço Carbono (AISI 1020)	
Fe	92,23
C	6,07
O	1,70
Substrato de Aluzinco	
Al	5,29
Zn	94,71

Fonte: O autor (2018).

Os resultados apresentados na Tabela 36, da análise por EDS do substrato obtida por mapeamento, mostram a predominância de alumínio para a liga 1200, e valores compatíveis com o apresentado pela ABNT NBR 6834:2006. O mesmo se observa para o substrato de aço carbono, mostrando boa compatibilidade com o que é apresentado na norma ABNT NBR NM 87:2000.

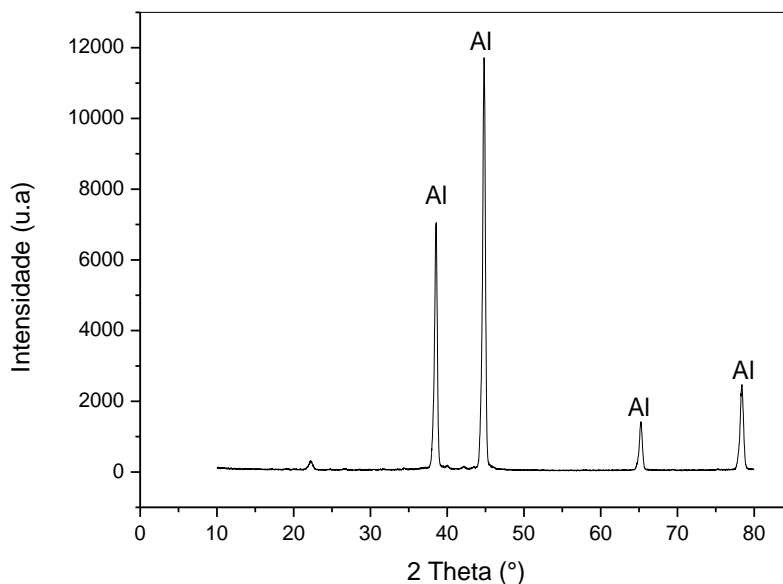
Já o substrato de aluzinco, foi fornecido pela empresa com as seguintes especificações: 43,5% zinco, 55% alumínio e 1,5% Silício. Os resultados por EDS/MEV, mostram para esse substrato, a predominância do zinco, porém esta análise é feita apenas na superfície do substrato, mostrando que essa é predominantemente constituída pelo Zn e nota-se o Al que deve ser da camada inferior. Com base na literatura (PORTER, 1994; MOREIRA, 2006; VUILLEMIN, 2011), o substrato de aluzinco é composto por três fases: fase interdendrítica com alto teor de zinco, fase dendrítica rica em alumínio (cerca de 80%) e camada intermetálica composta de alumínio, zinco, ferro e silício, conforme mostra a Figura 3 da revisão bibliográfica. Justificando a diferença entre os valores obtidos por EDS e os valores do fornecedor.

5.2.2 Difratomia de Raios X (DRX)

Para determinar a cristalografia dos substratos, foi feita a análise de difração de raios X.

A Figura 18, identifica o alumínio metálico nos ângulos aproximados de 38°, 44°, 66° e 79°, mostrando a composição cristalográfica do substrato de liga de alumínio 1200. Estes também foram os picos identificados por Liu *et al.* (2017) em um trabalho no qual depositou lama vermelha (5 g L⁻¹) termicamente ativada no tratamento de superfície de liga de alumínio 5005 por PEO.

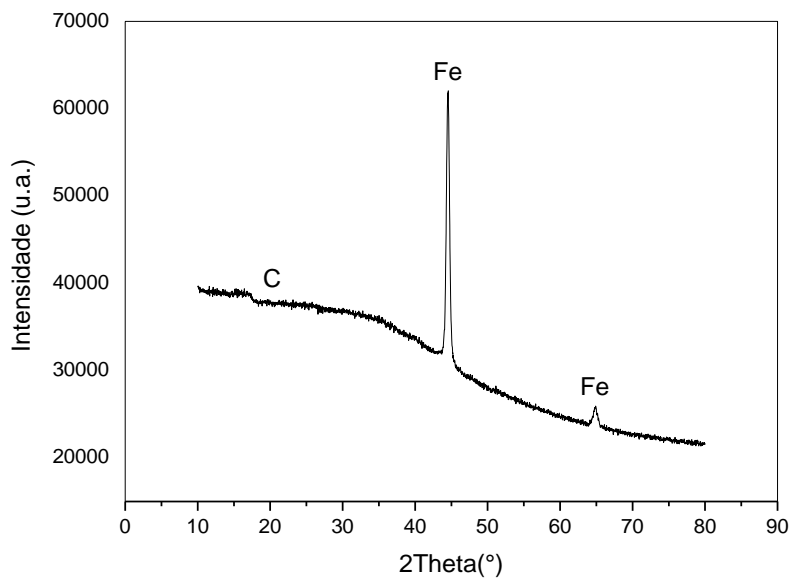
Figura 18 - Curva de difração do substrato de alumínio polido e sem tratamento a plasma, onde Al corresponde ao padrão de alumínio metálico.



Fonte: O autor (2018).

A Figura 19, identifica pico correspondente ao substrato de aço carbono AISI 1020, se observa a presença do carbono e do ferro nos ângulos aproximados de 20°, 45° e 65°, respectivamente. Para o ferro estes resultados estão em concordância com as curvas de difração obtidas por Djekoun *et al.*, 2004 para a liga nanocristalina (Fe-Ni) e Caudron *et al.*, 2000 para o ferro puro.

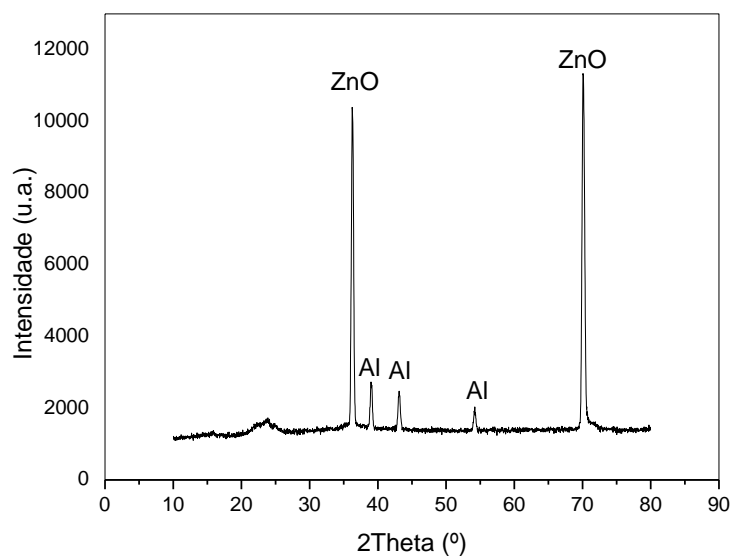
Figura 19 - Curva de difração do substrato de aço carbono polido e sem tratamento a plasma.



Fonte: O autor (2019).

A Figura 20, identifica nos ângulos aproximados o óxido de zinco em 36° e 70° e o alumínio em 39° 43° e 54°, compondo o substrato aluzinco. A curva de difração de ZnO mostra a morfologia cristalina e picos de difração de alta intensidade com picos pertinentes a $2\theta = 31,9, 34,6, 36,4, 47,7, 56,7, 63, 66,5, 68,1, 69,2$ (ZEBARDASTAN *et al.*, 2017).

Figura 20 - Curva de difração do substrato aluzinco sem tratamento a plasma.

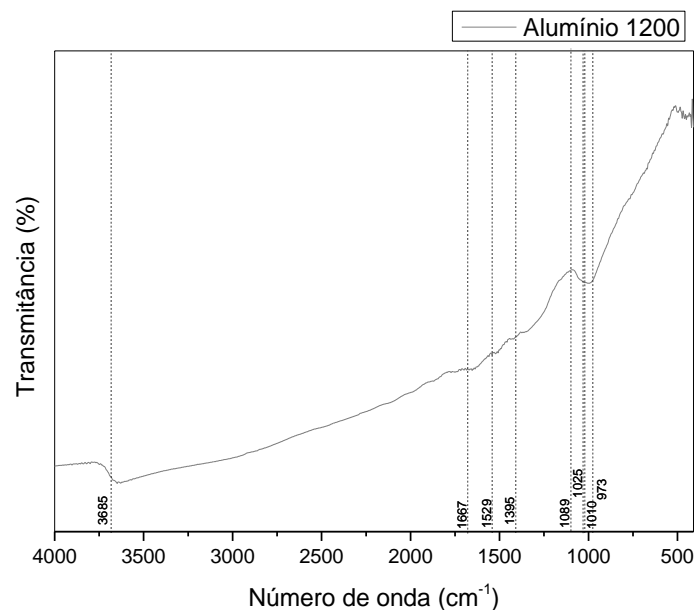


Fonte: O autor (2020).

Observa-se que os espectros dos três substratos são coerentes e não há presença de contaminantes.

5.2.3 *Espectroscopia por Infravermelho com Transformações de Fourier (FTIR)*

Os espectros de FTIR obtido dos substratos de alumínio de liga 1200, aço carbono AISI 1020 e aluzinco foram analisado e são apresentados nas Figuras 21, 22 e 23 e suas bandas identificadas nas Tabelas 37, 38 e 39.

Figura 21 - Espectro obtido por FTIR para o substrato de alumínio de liga 1200.

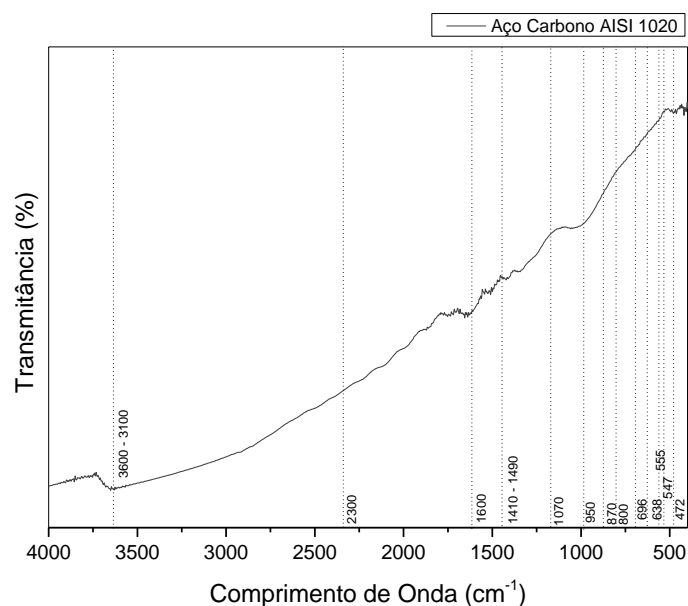
Fonte: O autor (2018).

Tabela 37 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho.

Número de onda (cm ⁻¹)	Identificação das bandas	Referência
3685	O-H	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014
1667	O-H; C=O	
1529	O-H	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014 SOUZA <i>et al.</i> , 2015
1395	O-H	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014
1089	O-H; Si-O	KLOPROGGE <i>et al.</i> , 2002 UNIVERSITY OF TARTU, 2015
973	Al-O; Si-O; Si-Al-O	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014

Fonte: O autor (2018).

As ligações químicas presentes na liga de alumínio foram verificadas através da presença dos grupos Al=O nas bandas 1025 cm⁻¹ e 1010 cm⁻¹, como observado na Figura 22. (NIELSEN e RANGEL, 2011 apud PALINKAS *et al.*, 2017).

Figura 22 - Espectro obtido por FTIR para o substrato de aço carbono (AISI 1020).

Fonte: O autor (2018).

Tabela 38 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho.

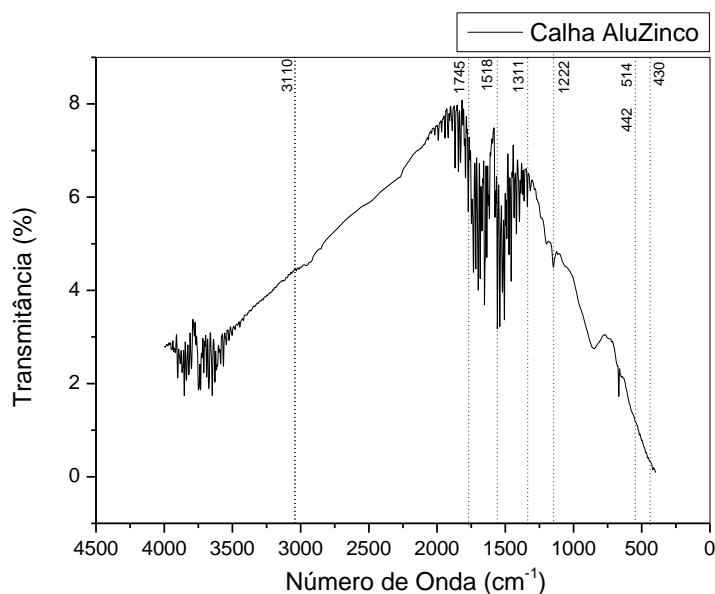
Número de onda (cm ⁻¹)	Identificação das bandas	Referência
3600-3100	O-H	
2300-1600	C=O	
1630	Fe-O	SOTTOVIA, 2015
1490-1470, 1450 e 1410	C=O	
1420	C-O	
1170-950	C-OH; C-O-C	PADILHA, F. J. <i>et al.</i> , 2017
870	C-O	
800	C=O	SOTTOVIA, 2015
750	FeO(OH)	
696, 638, 555, 547	Fe-O	PADILHA, F. J. <i>et al.</i> , 2017
560-450 e 480-460	Fe-O	SOTTOVIA, 2015
472	Fe-O	PADILHA, F. J. <i>et al.</i> , 2017

Fonte: O autor (2018).

Pôde-se observar no substrato de aço carbono a presença das bandas características dos íons hidroxila (3600-3100 cm⁻¹). As bandas de C=O podem

corresponder a CO₂ da atmosfera, e as bandas de O-H correspondem ao vapor da atmosfera (BARBOSA, 2007). Foram identificadas bandas características do óxido de ferro, na faixa de 472-696 e 1630 cm⁻¹.

Figura 23 - Espectro obtido por FTIR para o substrato aluzinco.



Fonte: O autor (2020).

Tabela 39 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho.

Número de onda (cm ⁻¹)	Identificação das bandas	Referência
430	ZnO	XIONG, G. <i>et al.</i> , 2006
442 - 514		JURABLU, S. <i>et al.</i> , 2015
1222		
1311		CRUZ, N. D. <i>et al.</i> , 2020
1518		
1745		
3110		

Fonte: O autor (2020).

Por meio dos resultados de FTIR, apresentados na Tabela 39, é possível observar as bandas vibracionais típicas do ZnO, nos picos 430 cm⁻¹, entre 514 cm⁻¹ e 442 cm⁻¹ e 1222 cm⁻¹, 1311 cm⁻¹, 1518 cm⁻¹, 1745 cm⁻¹, 3110 cm⁻¹.

5.2.4 Rugosidade

A rugosidade dos substratos de alumínio de liga 1200, aço carbono AISI 1020 e aluzinco sem tratamento a plasma foram determinadas a partir da média de Ra (que é a média aritmética dos desvios de medição em relação uma linha base encontrados pelo perfilômetro), obtendo-se os valores médios apresentados na Tabela 40.

Tabela 40 - Rugosidade dos substratos de alumínio, aço carbono e aluzinco.

Substrato	Ra (μm)
Al (liga 1200)	0,16 \pm 0,07
Aço Carbono (AISI 1020)	0,15 \pm 0,09
Aluzinco	1,77 \pm 0,09

Fonte: O autor (2018).

Pode-se associar ao valor obtido da rugosidade do substrato de alumínio liga 1200 ao fato de que o substrato foi polido até se obter um aspecto espelhado. A molhabilidade pode ser influenciada pela rugosidade, a baixa rugosidade do material pode ser relevante para o aumento do ângulo de contato e conseqüentemente o aumento da resistência a corrosão e ao desgaste (LUZ *et al.*, 2008).

Outros ensaios da rugosidade de outra liga de alumínio (5052) obtiveram os seguintes valores: Ra = 0,185 μm (ANTONIO, 2011), Ra = (0,32 \pm 0,12) μm (SOUZA, 2016), Ra = (0,11 \pm 0,02) μm (PALINKAS, 2017). Segundo Moraes (2019) a rugosidade para o substrato de alumínio liga 1200 foi de Ra = (0,136 \pm 0,069) μm .

De acordo com Taskin *et al.* (2021) o Ra das amostras de aço carbono estavam entre 0,2 μm e 0,4 μm . E segundo Pires *et al.*, (2007) para as amostras de aço galvanizado a rugosidade média foi de 0,34 μm e para as amostras de aço revestidos de zinco-ferro foi de 0,52 μm .

Comparando os resultados de rugosidade das superfícies de alumínio 1200, com aço carbono 1020 observa-se que estas superfícies dentro do erro apresentam a mesma rugosidade quando polidas pela mesma técnica. Porém, o substrato de aluzinco é o que apresenta a maior rugosidade entre os três substratos.

5.2.5 Ângulo de contato

O resultado para o teste de molhabilidade para os substratos sem tratamento a plasma foram determinados pelo ângulo de contato com a água e os substratos, obtendo-se os valores médios apresentados na Tabela 41.

Tabela 41 - Ângulo de contato dos substratos

Substrato	Ângulo de contato (°)
Al (liga 1200)	74,37±0,07
Aço Carbono (AISI 1020)	88,40±0,25
Aluzinco	92,54±5,95

Fonte: O autor (2018).

O resultado apresentado acima com ângulo de contato de 74°, caracteriza o substrato de alumínio 1200 como sendo uma superfície hidrofílica (menor que 90°). (NUNES, 2008).

Outros ensaios da molhabilidade de outra liga de alumínio 5052, obtiveram os seguintes valores: 78° (RAHIMI, 2014), (70,0 ± 0,1) (SOUZA, 2016) e (68,7 ± 3,2°) e (PALINKAS, 2017), sendo classificadas como hidrofílicas. Segundo Moraes (2019) o ângulo de contato do substrato de alumínio liga 1200 foi de (84,06 ± 0,14°).

Para o aço carbono o ângulo de contato é de 77,32 ± 5,48, segundo Taskin *et al.*, (2021). De acordo com Shaban *et al.* (2016) o ângulo de contato para o zinco é de 86 °.

Sendo assim as medidas de ângulo de contato deste trabalho (Tabela 41) identificam as superfícies de alumínio 1200 e de aço carbono (AISI 1020), como sendo hidrofílicas. Já a superfície de aluzinco, pode se dizer que dentro do erro experimental apresenta característica hidrofílica, também.

5.2.6 Dureza

Os valores médios dos resultados para o teste de dureza Vickers para os substratos estão apresentados na Tabela 42.

Tabela 42 - Resultados para o teste de dureza dos substratos.

Substrato	Dureza de Vickers (HV)
Al (liga 1200)	43,96±3,25
Aço Carbono (AISI 1020)	113,00±14,00
Aluzinco	261,00±102,31

Fonte: O autor (2018).

A liga de alumínio 1200 possui uma dureza Brinell de 41 HB (ABAL, 2021), sendo considerado por COBDEN (1994) macia e dúctil. Como o ensaio obteve o resultado através da medição da dureza Vickers, foi necessário realizar a conversão entre a dureza Brinell e Vickers. A dureza obtida foi de 43,96±3,25 HV. A conversão da dureza Vickers (HV) em dureza Brinell (HB) foi realizada a partir da norma ASTM E-140.

A partir da tabela da norma, comparando a dureza obtida (HV) com a dureza Brinell (HB) correspondente, obteve-se o valor de 40 HB. Assim apresentando-se compatível com o resultado da dureza catalogada pela Associação Brasileira de Alumínio (ABAL).

A liga de aço carbono AISI 1020 possui dureza Brinell (HB) para aços laminados/normalizados entre 120 e 170 e para aço recozido de no máximo 145 HB, de acordo com o fabricante (Repal, 2021).

Segundo um fabricante BABOIAN 1995 o aço possui dureza Brinell de 121 HB e dureza Vickers de 126 HV (convertido a partir da dureza Brinell). O valor obtido na Tabela 42 foi de 113,00±14,00 HV, assim, a medida foi coerente com os dados do fabricante.

O aluzinco apresentou o valor de 261,00±102,31 na Tabela 42 e segundo o fabricante (Royalmbc, 2021), o aluzinco possui dureza Rockwell na escala B de 50 a 60 HRB, convertendo para a dureza Vickers obteve-se o valor sendo menor que 100 HV.

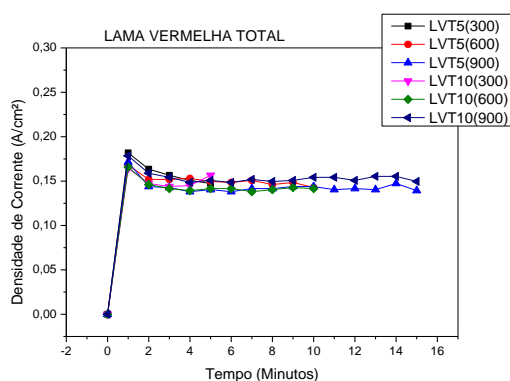
Observa-se que o aluzinco possui o maior valor de dureza e o erro muito grande, isso mostra que as leituras dos resultados variam muito, podendo indicar que o aluzinco é um material mais mole e as vezes pode ocorrer a medida na camada de zinco em vez da camada de alumínio.

5.3 Características Físicas do Processamento a plasma

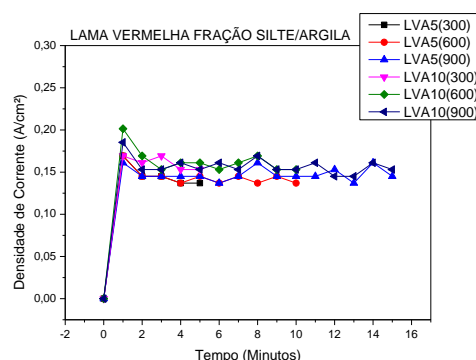
Durante as deposições da lama vermelha sobre os diferentes substratos, utilizando o processamento a plasma (PEO), foi medida a temperatura da solução eletrolítica. Essas medidas foram realizadas antes e depois das deposições utilizando um termômetro digital de infravermelho, sendo que a temperatura esteve em torno de 21°C e 81°C respectivamente. O pH das soluções foi medido antes das deposições, sendo sempre o seu valor em torno de 12. A densidade de corrente foi acompanhada em todas as deposições sendo apresentados na Figura 24 - A, B, C e D.

Figura 24 - Média da densidade de corrente para os revestimentos.

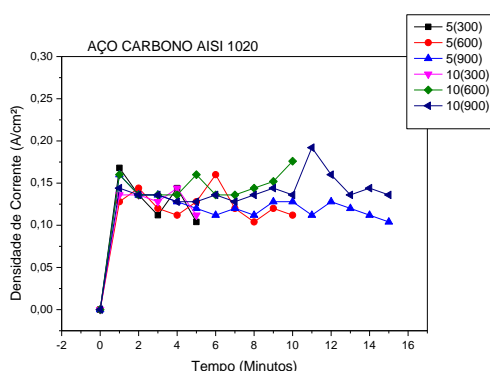
(A) Revestimentos de alumínio 1200 e lama vermelha total (LVT).



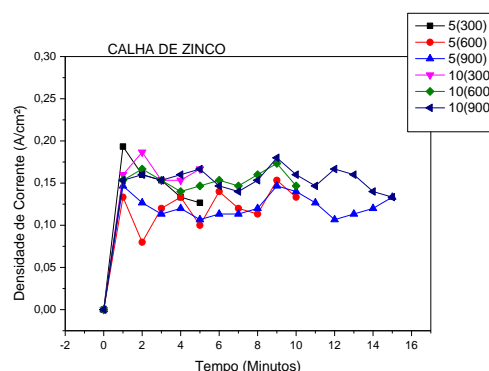
(B) Revestimentos de alumínio 1200 e lama vermelha fração silte argila (LVA).



(C) Revestimentos de aço carbono AISI 1020 e lama vermelha total (LC).



(D) Revestimentos de aluzinco e lama vermelha total (LZ).



Fonte: O autor (2018).

O valor da corrente média de cada deposição é apresentado na Tabela 43. De acordo com Yerokhin *et al.*, (1999), a densidade de corrente do processo PEO deve estar entre 0,01 e 0,3 A/cm². Assim sendo, todas as deposições estudadas estão nesse intervalo.

Um outro parâmetro importante de se observar é a luminescência durante as deposições, pode se notar faíscas e bolhas de gases espalhadas pela superfície, que posteriormente se tornam uma luminescência uniforme distribuída pelo substrato.

Observa-se apenas que a média da densidade de corrente para as deposições em substrato de aço carbono é um pouco menor do que para os demais substratos, mas mesmo assim dentro da faixa mencionada.

Tabela 43 - Média da densidade de corrente para os revestimentos de alumínio 1200 com lama vermelha total (LVT) e com lama vermelha fração silte /argila (LVA), para os revestimentos de aço carbono AISI 1020 com lama vermelha total (LC) e para os revestimentos de aluzinco com lama vermelha total (LZ).

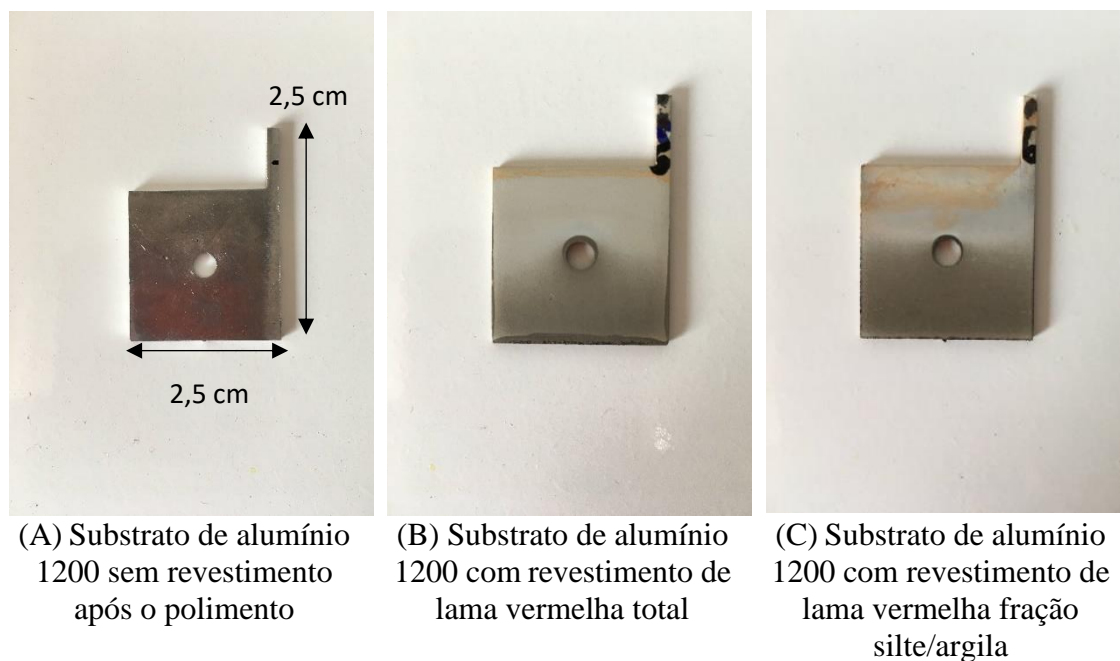
Séries	Densidade de corrente (A/cm ²)	Séries	Densidade de corrente (A/cm ²)	Séries	Densidade de corrente (A/cm ²)	Séries	Densidade de corrente (A/cm ²)
LVT5(300)	0,16	LVA5(300)	0,15	LC5(300)	0,13	LZ5(300)	0,15
LVT5(600)	0,15	LVA5(600)	0,15	LC5(600)	0,12	LZ5(600)	0,12
LVT5(900)	0,14	LVA5(900)	0,15	LC5(900)	0,12	LZ5(900)	0,12
LVT10(300)	0,15	LVA10(300)	0,16	LC10(300)	0,13	LZ10(300)	0,16
LVT10(600)	0,14	LVA10(600)	0,17	LC10(600)	0,14	LZ10(600)	0,15
LVT10(900)	0,15	LVA10(900)	0,16	LC10(900)	0,14	LZ10(900)	0,15

Fonte: O autor (2018).

Como maneira de ilustrar os tipos de revestimentos no substrato de alumínio, as Figuras 25 (A), 25(B) e 25(C) mostram as placas de alumínio polidas, com revestimento obtido através da lama vermelha total e revestimento com lama vermelha fração silte/argila, respectivamente.

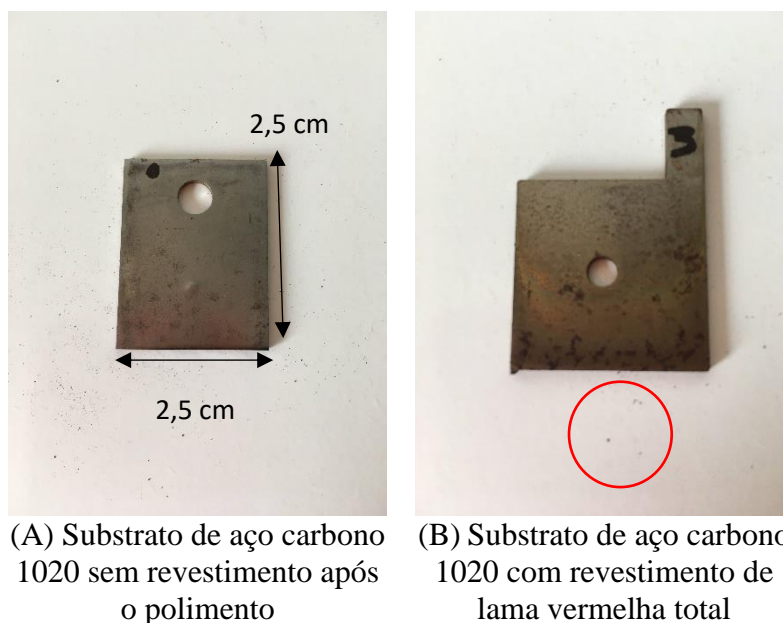
Nota-se que os revestimentos com lama vermelha são mais opacos, demonstrando em alguns pontos uma coloração amarronzada.

Figura 25 - Substratos de alumínio 1200 e depositados com LVT e LVA



Fonte: O autor (2018).

Figura 26 - Substratos de aço carbono 1020 e depositado com LVT

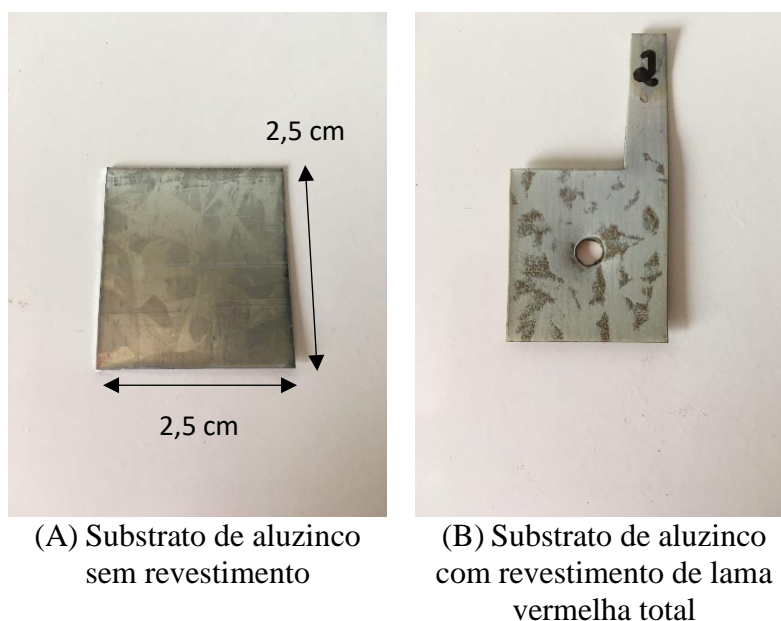


Fonte: O autor (2018).

Nas Figuras 26 A e 26 B são apresentadas as placas de aço carbono sem revestimento após o polimento e a placa de aço carbono com revestimento obtido através da lama vermelha total, respectivamente. No revestimento com lama vermelha é percebido uma coloração amarronzada. Aparentemente, o material (revestimento de LVT em placa de aço carbono) não fica aderido totalmente à placa, sendo evidenciado material

desprendido (destacado com círculo vermelho) e também percebido ao armazenar em estojos, diferentemente do que acontece no revestimento de alumínio, onde não há este desprendimento de material.

Figura 27 - Substratos de aluzinco depositado com lama vermelha total



Fonte: O autor (2018).

A Figura 27 A apresenta a placa de aluzinco na forma pura e sem revestimento. Nestes substratos não foi realizado o polimento devido às características do material, que possui três camadas de formação da estrutura da chapa, evitando assim um desgaste. Já a Figura 27 B apresenta a placa de aluzinco com revestimento obtido com lama vermelha total. Observa-se que o revestimento com lama vermelha (Figura 27 B) apresenta uma coloração acinzentada, semelhante ao revestimento obtido com o substrato de alumínio liga 1200. Este fato pode estar relacionado ao alumínio presente na camada da fase dendrítica da placa de aluzinco. Semelhante ao que ocorre na placa de alumínio o revestimento aparentemente fica aderido a placa, não ocorrendo desprendimento de materiais. Outra característica observada é a coloração mais escura e amarronzada, podendo ser relacionada com a região interdendrítica, onde há a presença de duas fases, sendo a mais clara rica em zinco e a mais escura em alumínio. Na Figura 27 B o revestimento formado apresenta algumas manchas mais escuras e amarronzadas, podendo estar relacionada a região interdendrítica, com a existência de duas fases, a mais clara que é rica em zinco e a mais escura que é rica em alumínio. (WALLINDER, 2012; QIU, 2012).

5.4 Caracterização Físico química dos revestimentos

5.4.1 Revestimentos em liga de alumínio 1200 com lama vermelha total (LVT) e fração silte/argila (LVA)

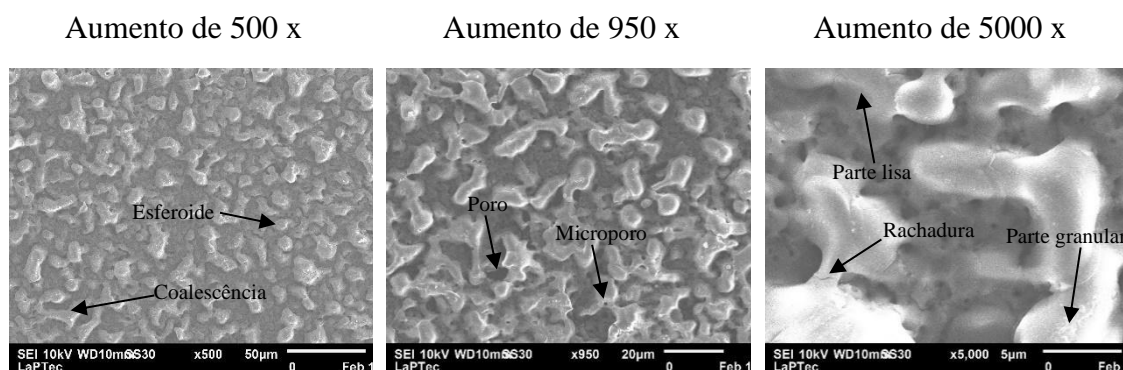
5.4.1.a. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

A seguir (Figura 28 e Figura 29) são apresentados os resultados das morfologias dos revestimentos obtidos a partir da lama vermelha total (LVT), analisados por MEV, separados por concentração, tempo e com os aumentos de 500, 950 e 5000 vezes.

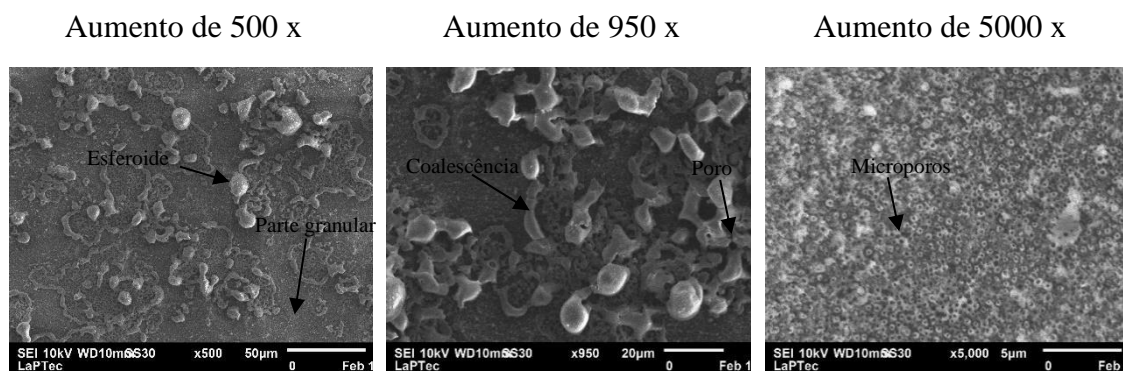
Figura 28 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando liga de alumínio 1200 e resíduo de lama vermelha total (LVT) na concentração de 5 g/L variando o tempo.

Lama Vermelha Total 5 g/L

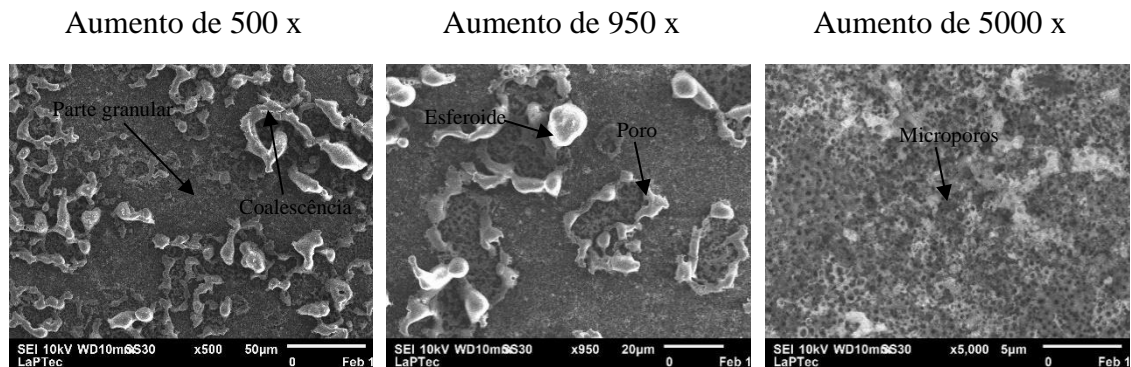
Tempo de deposição de 300 s LVT5(300)



Tempo de deposição de 600 s LVT5(600)



Tempo de deposição de 900 s LVT5(900)

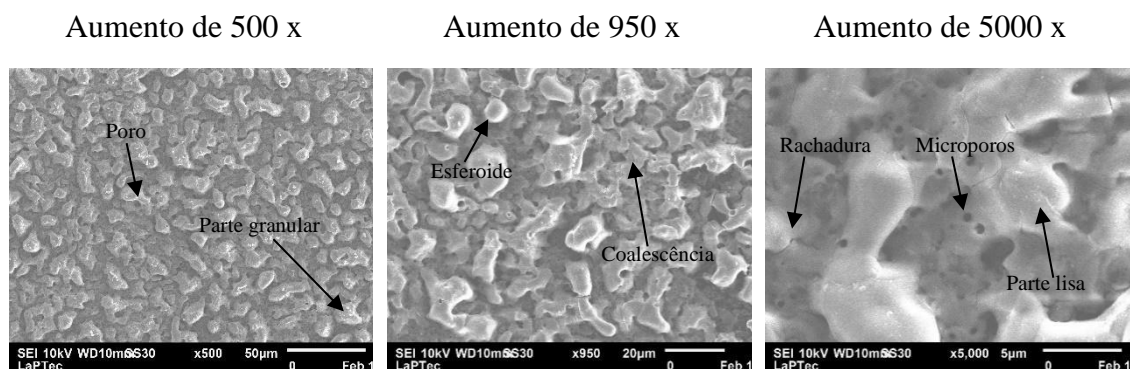


Fonte: O autor (2018).

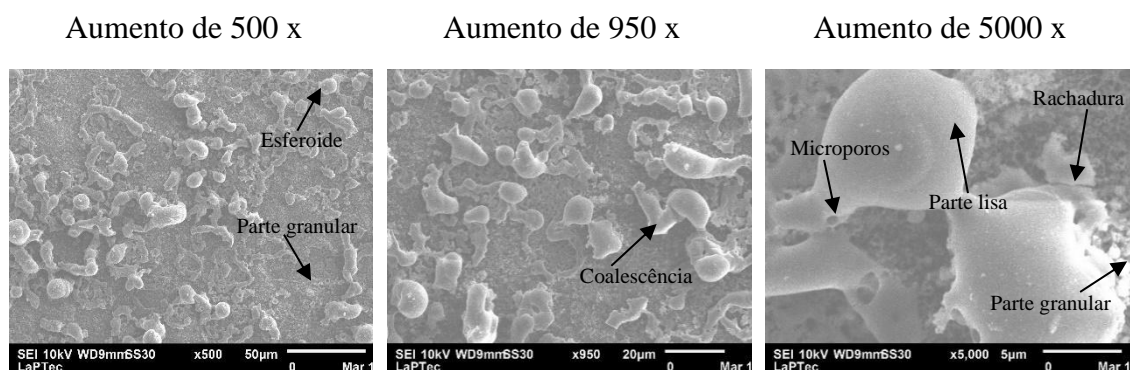
Figura 29 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando liga de alumínio 1200 e resíduo de lama vermelha total (LVT) na concentração de 10 g/L variando o tempo.

Lama Vermelha Total 10 g/L

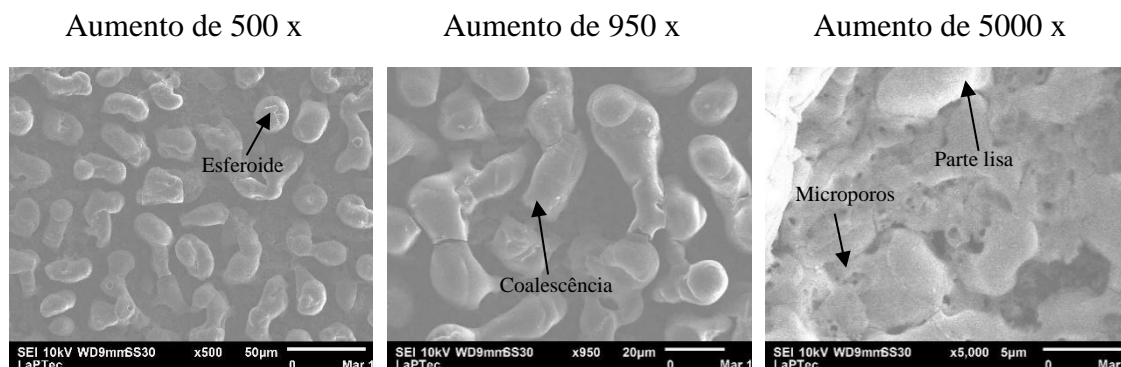
Tempo de deposição de 300 s LVT10(300)



Tempo de deposição de 600 s LVT10(600)



Tempo de deposição de 900 s LVT10(900)



Fonte: O autor (2018).

A Tabela 44 apresenta a composição elementar analisada por EDS realizada por pontos da superfície, onde foi feita a média aritmética para a determinação da composição elementar de cada revestimento.

Tabela 44 - Porcentagem atômica dos elementos encontrados nos revestimentos de lama vermelha total (LVT), por pontos, por EDS.

Elementos	LVT5(300)	LVT5(600)	LVT5(900)	LVT10(300)	LVT10(600)	LVT10(900)
C	27,73	19,92	29,44	17,12	16,68	8,94
O	43,44	48,35	43,53	45,75	47,71	46,37
Na	0,43	0,09	0,20	0,06	0,07	0,08
Al	28,55	36,38	40,54	36,71	34,01	39,61
Si	0,09	0,14	0,47	0,04	0,42	0,44
K	0,08	0,02	0,13	0,07	0,06	0,22
Ca	0,05	0,05	0,05	0,09	0,10	0,19
Ti	0,05	-	-	0,01	0,07	0,10
Fe	0,10	0,22	0,56	0,24	0,87	4,29

Fonte: O autor (2018).

Com os resultados da Tabela 44 pode-se observar que para os revestimentos de lama vermelha total (LVT), menor concentração e aumento de tempo, ocorre aumento da concentração de alumínio, silício e ferro nos revestimentos cerâmicos obtidos. Para os revestimentos de LVT de maior concentração, o aumento de tempo de deposição, não leva a um aumento tão pronunciado da concentração de Al, porém nota-se que a concentração dos elementos Fe, Si, Ca, Ti e Na aumentam. Todos esses elementos são

constituintes da lama vermelha, mostrando que os elementos presentes na solução eletrolítica estão sendo depositados.

Observa-se nas micrografias a formação de pescoços, característicos da coalescência de materiais cerâmicos. Os resultados de EDS/MEV dessas estruturas mostram a presença de Al e O (Tabela 42), o que sugere que estas seriam estruturas correspondentes a alumina (Al_2O_3). Quando se aumenta o tempo de deposição, a presença de esferóides/nódulos é menor, apresentando superfícies mais lisas e uniformes. Na região onde não são observados os nódulos característicos da alumina, identifica-se uma região mais porosa, que não era observada com tanta frequência em LVT10(300). Em LVT10(600) observa-se que ocorre mudanças nas características da superfície.

Em LVT10(900) é verificado dois tipos de revestimentos, aparentemente uma mescla das superfícies observadas nos revestimentos LVT10(300) e LVT10(600).

Segundo Liu *et al.*, 2019 que trabalhou com aplicação de lama vermelha (5 g L^{-1}) termicamente ativada no tratamento de superfície de liga de alumínio 5005, as superfícies dos revestimentos foram identificadas como irregulares e duras. O que também é observado nos revestimentos obtidos nesta tese. Ele identifica também algumas pequenas partículas com diâmetro de 1 - 5 μm que aderiram à superfície do revestimento, como sendo alumina. E sugere que essas partículas foram produzidas durante a descarga do plasma. Quando a alumina fundida foi pulverizada de dentro para fora, ela se solidificou rapidamente e foi depositada na superfície do revestimento pelo efeito de resfriamento do eletrólito. Existem também algumas partículas regulares de vários tamanhos nas superfícies de revestimento e muitas partes granulares.

Liu *et al.*, 2017 identificou a presença de partículas de vários tamanhos e alguns microporos na superfície de revestimento. A maior parte dessas partículas foram identificadas como alumina produzida durante a descarga periódica do plasma. Há ainda outras partículas identificadas como CaTiO_3 , CaCO_3 e Fe_2O_3 da lama vermelha, que foram depositados na superfície do revestimento durante o tratamento PEO. Os resultados desta tese utilizando concentração de 10g/L de lama vermelha também identificam o aumento de Ca e Ti nos revestimentos.

Liu *et al.*, 2017, descreve que os microporos foram formados por descarga de plasma, óxido fundido e escape de gás. Rachaduras também puderam ser vistas ao redor dos microporos.

Pode-se comparar os resultados obtidos com Sottovia, *et al.*, 2014 que utilizou PEO e lama vermelha em liga de alumínio 5052, Souza *et al.*, 2016 que depositou resíduo de pó de exaustão de areia de fundição em liga de alumínio 5052, Palinkas, 2017 que fez deposições de PEO em resíduo de caulim em alumínio 5052 e Moraes 2019 que utilizou PEO e lama vermelha em liga de alumínio 1200. Foram identificadas estruturas de coalescência, poros, microporos, parte granular, parte lisa, rachaduras em ambas deposições, estruturas cerâmicas semelhantes na morfologia identificada pelas imagens de MEV deste trabalho.

Como se observa nos resultados da Tabela 44, o elemento presente em maior concentração em todas as deposições é o Al, uma vez que é o elemento majoritário tanto no substrato como no resíduo presente na solução eletrolítica. Com o revestimento LVT5(300), o sódio é o elemento de maior concentração, já quando há aumento do tempo de deposição LVT5(900), a concentração de silício é maior em relação ao sódio, assim pode-se relacionar essa região característica com a presença de silício.

Segundo Liu *et al.*, 2019 os principais elementos nos revestimentos de lama vermelha com PEO em liga de alumínio 5005 identificados foram Al, O, Fe e Ca, com traços de Ti e Si, o que indicou presença de constituintes do lama vermelha nos seus revestimentos.

Os revestimentos formados com PEO e lama vermelha em substratos de alumínio 5005 apresentaram teores de Fe (6,05%), Ca (19,66%) e Ti (3,30%) (LIU *et al.*, 2018). As composições atômicas obtidas a partir dos dados de EDS consistiam em Fe, O, Na, Si, Al, Ca e Ti. (LIU *et al.*, 2017).

Os elementos identificados na presente tese são os mesmos que os observados por Liu *et al.*, 2017, isso mostra que Fe, O, Na, Si, Al, Ca e Ti são os elementos característicos da deposição de lama vermelha em ligas de alumínio por PEO.

Na pesquisa de Sottovia, *et al.*, 2014, foi feita a deposição de lama vermelha em substratos de liga de alumínio 5052, uma liga rica em magnésio (e em diversos elementos que também são constituintes da lama vermelha), diferente da liga utilizada neste trabalho, liga 1200 contendo 99,00 % de alumínio em sua composição. Foram identificados nos revestimentos obtidos, elementos presentes tanto na liga de alumínio 5052 quanto elementos presentes na solução eletrolítica com lama vermelha, não

podendo-se afirmar a origem dos elementos depositados no substrato de liga de alumínio 5052.

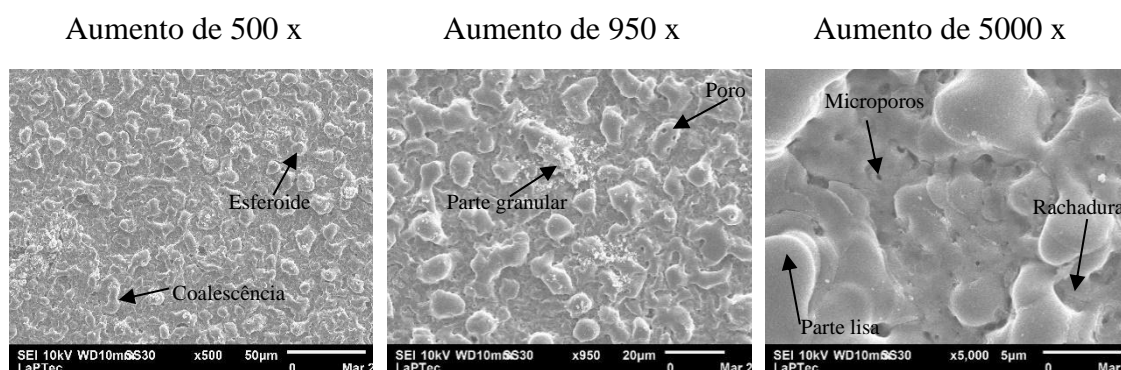
Neste trabalho pode-se observar a deposição de elementos presentes apenas na lama vermelha, pois o substrato de liga de alumínio 1200 é formado por 99,00% de Al; 1,00% de (Si+Fe); 0,05% de Cu; 0,05% de Mn; 0,10% de Zn e 0,05% de Ti (ABNT, 2006).

A seguir (Figura 30 e Figura 31), são apresentados os resultados das morfologias dos revestimentos obtidos a partir fração silte/argila (LVA), analisados por MEV, separados por concentração, tempo e com os aumentos de 500, 950 e 5000 vezes.

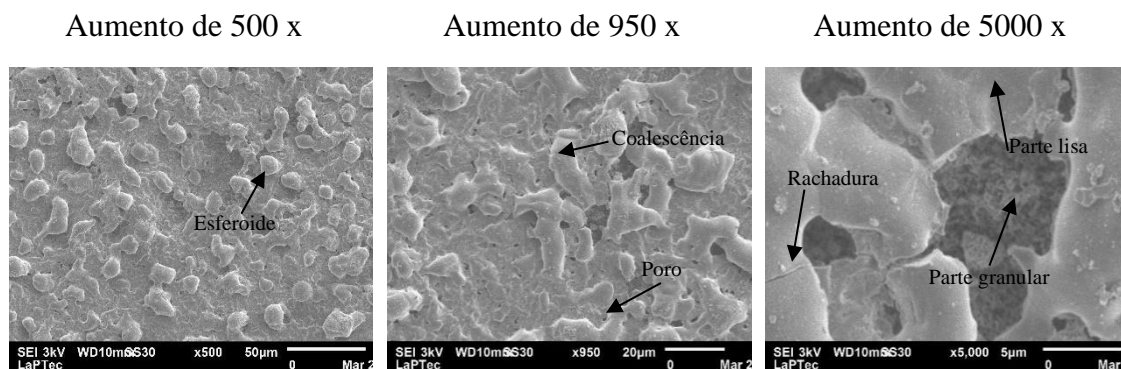
Figura 30 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando liga de alumínio 1200 e resíduo de lama vermelha fração silte/argila na concentração de 5 g/L variando o tempo.

Lama Vermelha Fração Silte/Argila 5 g/L

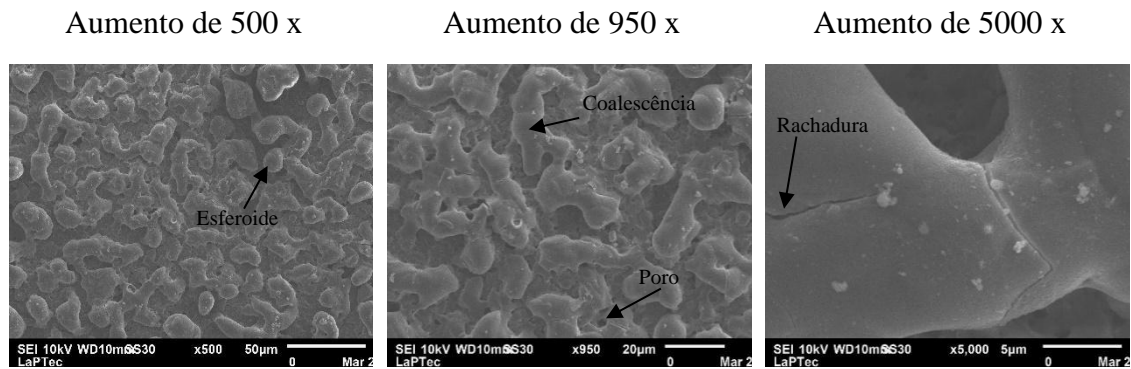
Tempo de deposição de 300 s LVA5(300)



Tempo de deposição de 600 s LVA5(600)



Tempo de deposição de 900 s LVA5(900)



Fonte: O autor (2018).

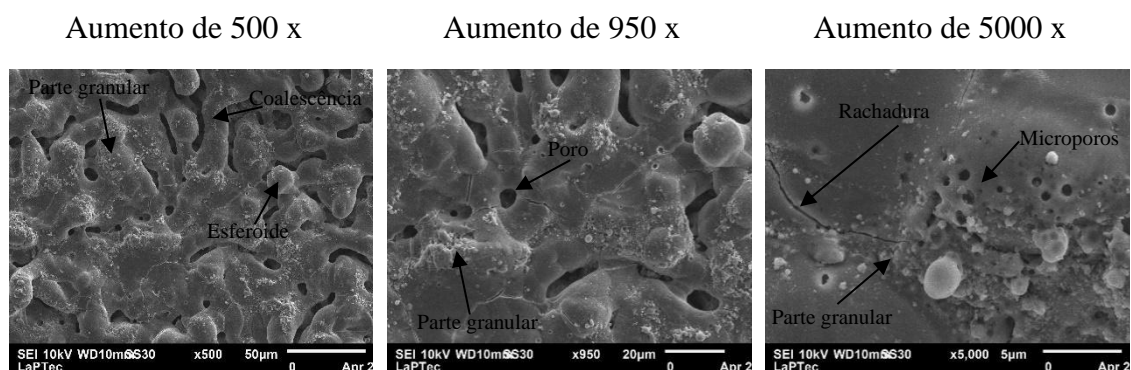
Figura 31 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando liga de alumínio 1200 e resíduo de lama vermelha fração silte/argila (LVA) na concentração de 10 g/L variando o tempo.

Lama Vermelha Fração Silte/Argila 10 g/L

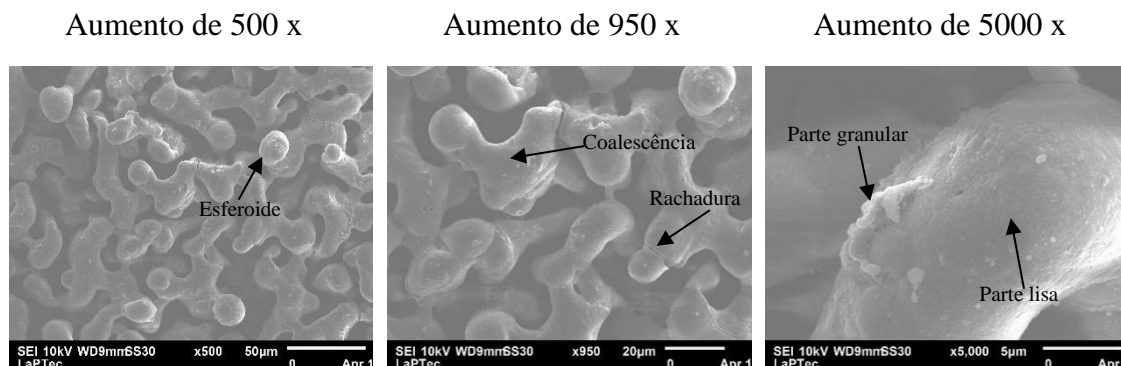
Tempo de deposição de 300 s LVA10(300)



Tempo de deposição de 600 s LVA10(600)



Tempo de deposição de 900 s LVA10(900)



Fonte: O autor (2018).

Pode-se observar que quando a concentração é maior e com o menor tempo LVA10(300) se tem uma estrutura semelhante à de menor concentração e maior tempo LVA5(900)

Quando a concentração aumenta, os pescoços/coalescências vão se unindo a ponto de se tornarem uma superfície mais regular. Pescoços vão se aglomerando, a coalescência aumenta, dando origem a outras estruturas. Também se observa que com o aumento de concentração e de tempo as dimensões das coalescências são maiores e com estruturas mais arranjadas.

Comparando com outros trabalhos da literatura (SOTTOVIA, 2015; SOUZA, 2016 e PALINKAS, 2017) com a mudança da liga de alumínio 5052 para a liga de alumínio 1200 observa-se que as estruturas observadas em MEV são muito parecidas das apresentadas por esses trabalhos.

Observa-se que ao utilizar lama vermelha de granulometria menor (fração silte/argila) produz-se uma estrutura com mais nódulos e coalescência ocasionando a formação de grandes poros devido a junção dessas estruturas. Entretanto ao utilizar lama vermelha de maior granulometria (lama total) surgem áreas mais lisas, o que indica que a seleção da granulometria das partículas pode alterar a morfologia.

Assim, pode levar a uma rugosidade diferente (R.A.), para os revestimentos obtidos com lama vermelha total (LVT) apresentam maior rugosidade em relação aos revestimentos obtidos com a fração silte/argila (LVA) e também podendo influenciar na

molhabilidade. Esses resultados serão melhor analisados com o estudo sobre a rugosidade e molhabilidade que serão apresentados nos itens 5.4.1.d. e 5.4.1.e.

Também foi feita a análise por EDS da composição elementar dos revestimentos obtidos com Lama Vermelha Fração Silte/Argila e esses resultados são apresentados na Tabela 45.

Tabela 45 - Porcentagem atômica dos elementos encontrados nos revestimentos da fração silte/argila da lama vermelha (LVA), por pontos, por EDS.

Elementos	LVA5(300)	LVA5(600)	LVA5(900)	LVA10(300)	LVA10(600)	LVA10(900)
C	14,02	8,89	16,65	14,30	11,09	24,07
O	49,69	49,99	48,78	45,33	44,81	40,83
Na	2,41	0,09	0,06	0,05	0,45	7,65
Al	24,35	40,27	33,96	43,23	34,26	28,09
Si	3,67	0,31	0,07	0,07	2,11	1,87
K	1,67	0,10	0,03	-	4,21	-
Ca	0,56	0,14	0,12	0,19	0,90	0,32
Ti	0,25	0,10	0,09	0,01	0,60	0,23
Fe	6,48	0,42	0,30	0,33	13,01	4,36

Fonte: O autor (2018).

Os resultados das análises de EDS (Tabela 45) demonstram que o elemento de maior concentração presente nos revestimentos é o Al e O, assim como foi observado nos revestimentos obtidos com a lama vermelha total. Nota-se, porém, os revestimentos obtidos com a fração silte/argila da lama vermelha, leva a um aumento da concentração de Fe, Si, Ti, Ca e Na nos revestimentos obtidos. Esses resultados parecem demonstrar que concentrando esses elementos em partículas menores, a deposição dos mesmos parece ser mais eficiente, indicando que a uniformidade do tamanho das partículas na solução deve contribuir na deposição Lu *et. al.*, (2016).

Comparando-se os revestimentos cerâmicos obtidos por plasma eletrolítico com lama vermelha total e com a fração silte/argila, quando se deseja maior concentração de Ti, Fe e Si o uso da fração silte/argila parece promissor. Quando houve o peneiramento do resíduo, ocorreu concentração de partículas menores, justificando o peneiramento e enriquecendo o material em ferro, titânio, silício e sódio.

A Tabela 46 mostra a composição elementar encontrada por EDS para os revestimentos através dos mapeamentos para cada elemento.

Tabela 46 - Principais elementos químicos encontrados por EDS nos revestimentos.

Revestimentos	Características
LVT5(300)	C, O, Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Fe
LVT5(600)	C, O, Na, Al, Si, K, Ca, Fe
LVT5(900)	C, O, Na, Al, Si, K, Ca, Fe
LVT10(300)	C, O, Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Fe
LVT10(600)	C, O, Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Fe
LVT10(900)	C, O, Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Fe
LVA5(300)	C, O, Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Fe
LVA5(600)	C, O, Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Fe
LVA5(900)	C, O, Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Fe
LVA10(300)	C, O, Na, Al, Si, Ca, Ti, Fe
LVA10(600)	C, O, Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Fe
LVA10(900)	C, O, Na, Al, Si, Ca, Ti, Fe

Fonte: O autor (2018).

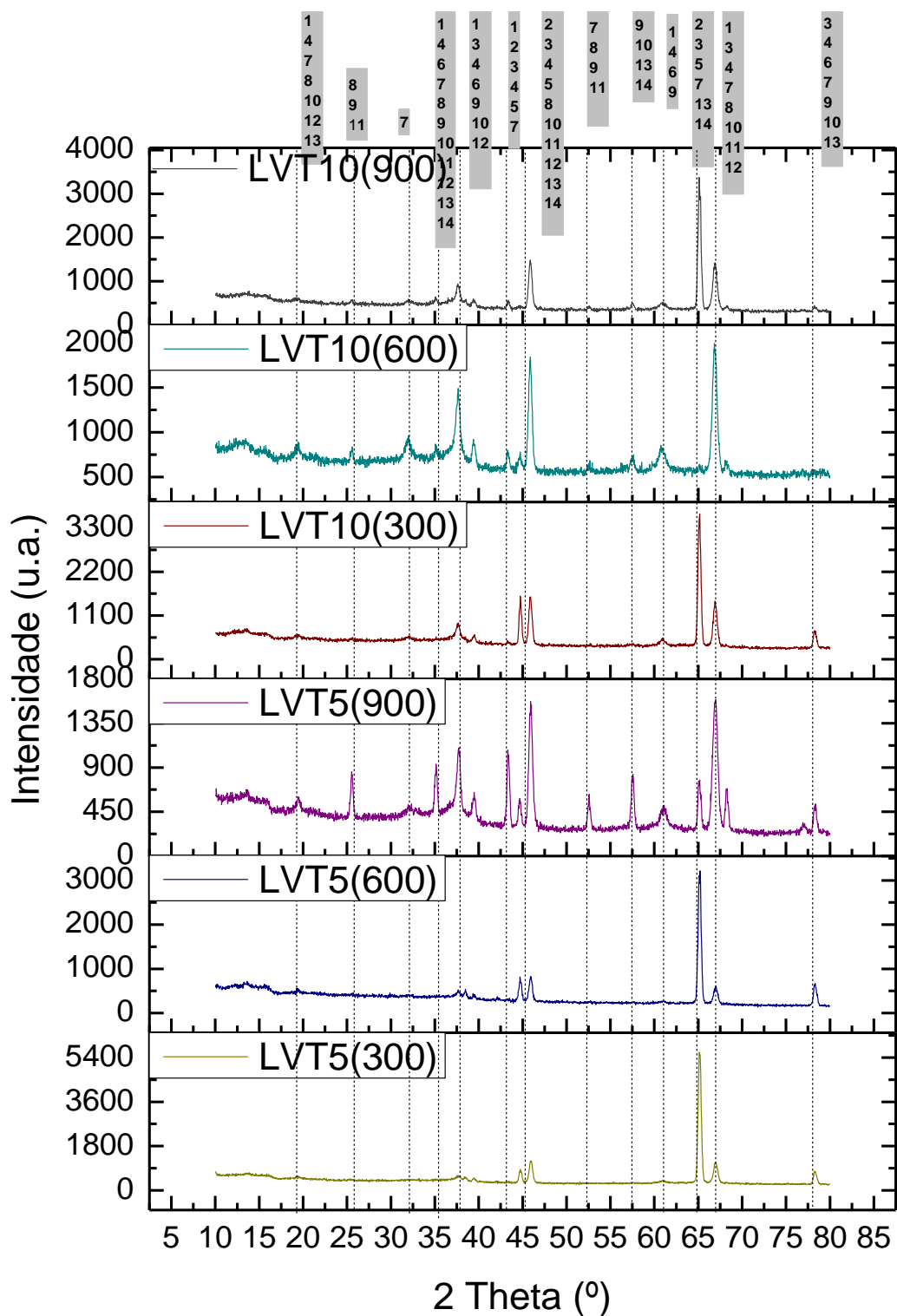
Quando se usa a solução eletrolítica com a fração silte/argila (LVA), o titânio é identificado em todas as deposições. Isso pode ocorrer pelo fato da fração silte/argila, apresentar um aumento na concentração desse elemento, ou no fato do tamanho da partícula na solução eletrolítica influenciar a deposição por PEO e promover a deposição desse elemento.

Um ponto a se destacar, é que nos estudos anteriores do grupo de pesquisa em que se depositou lama vermelha em liga de alumínio 5052 Sottovia *et al.*, 2016, havia dúvida se uma parte da composição do revestimento cerâmico era proveniente do próprio substrato ou se era proveniente da solução eletrolítica. Os resultados do presente trabalho, que utiliza a liga de alumínio 1200 como substrato, confirmam que os elementos Fe, Ti, Ca e Na são provenientes da solução eletrolítica, uma vez que estes não estão presentes na composição dessa liga. Porém a presença do elemento potássio pode estar vindo da pastilha de KOH utilizada na solução eletrolítica para estabelecer o pH necessário no processo.

5.4.1.b Difração de Raios X (DRX)

As Figuras 32 e 33 apresentam as curvas de difração obtidas para as deposições por PEO utilizando lama vermelha total (LVT) e lama vermelha fração silte/argila (LVA) na solução eletrolítica. Foram identificados os minerais encontrados através de números de 1 a 14, identificados nas Tabelas 47 e 48.

Figura 32 - Curva de difração obtida por DRX para Lama Vermelha Total (LVT) nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: O autor (2018).

Tabela 47 - Fichas e Minerais encontrados nos revestimentos obtidos por PEO com lama vermelha total (LVT) na solução eletrolítica.

Revestimento	Numeração da Ficha de identificação/Minerais	Legenda gráfico
LVT5(300)	[1-1303] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	1
	[1-1262] (Fe) Ferro	2
	[4-787] (Al) Alumínio	3
	[4-875] (Al ₂ O ₃) Alumina Eta	4
	[65-4899] (Fe) Ferro Alpha	5
LVT5(600)	[10-425] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	1
	[4-787] (Al) Alumínio	3
	[1-1223] (FeO) Óxido de Ferro	6
	[3-862] (Fe ₃ O ₄) Magnetita	7
	[50-1496] (Al ₂ O ₃) Alumina Alpha	8
	[2-915] (Fe ₃ O ₄) Hematita	9
	[4-875] (Al ₂ O ₃) Alumina Eta	4
LVT5(900)	[2-1422] (Al ₂ O ₃) Alumina Kappa	10
	[71-1241] (Al ₂ O ₃) Coríndon	11
	[77-396] (Al ₂ O ₃) Alumina Eta	4
	[11-661] (Al ₂ O ₃) Alumina Alpha	8
	[10-425] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	1
	[87-722] (Fe) Ferro	2
[3-932] (Al) Alumínio	3	

	[86-1356] (Fe ₃ O ₄) Magnetita	7
	[74-2206] (Al ₂ O ₃) Óxido de Alumínio	12
LVT10(300)	[1-1303] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	1
	[3-1050] (Fe) Ferro	2
	[4-875] (Al ₂ O ₃) Alumina Eta	4
	[77-2135] (Al ₂ O ₃) Coríndon	11
	[89-950] (Fe ₃ O ₄) Magnetita	7
	[74-2206] (Al ₂ O ₃) Óxido de Alumínio	12
LVT10(600)	[50-741] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	1
	[4-875] (Al ₂ O ₃) Alumina Eta	4
	[75-782] (Al ₂ O ₃) Coríndon	11
	[87-721] (Fe) Ferro	2
	[81-2266] (Al ₂ O ₃) Alumina Alpha	8
	[86-1353] (Fe ₃ O ₄) Magnetita	7
	[73-603] (Fe ₃ O ₄) Hematita	9
	[74-2206] (Al ₂ O ₃) Óxido de Alumínio	12
LVT10(900)	[11-661] (Al ₂ O ₃) Alumina Alpha	8
	[1-1303] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	1
	[75-1512] (Al ₂ O ₃) Coríndon	11

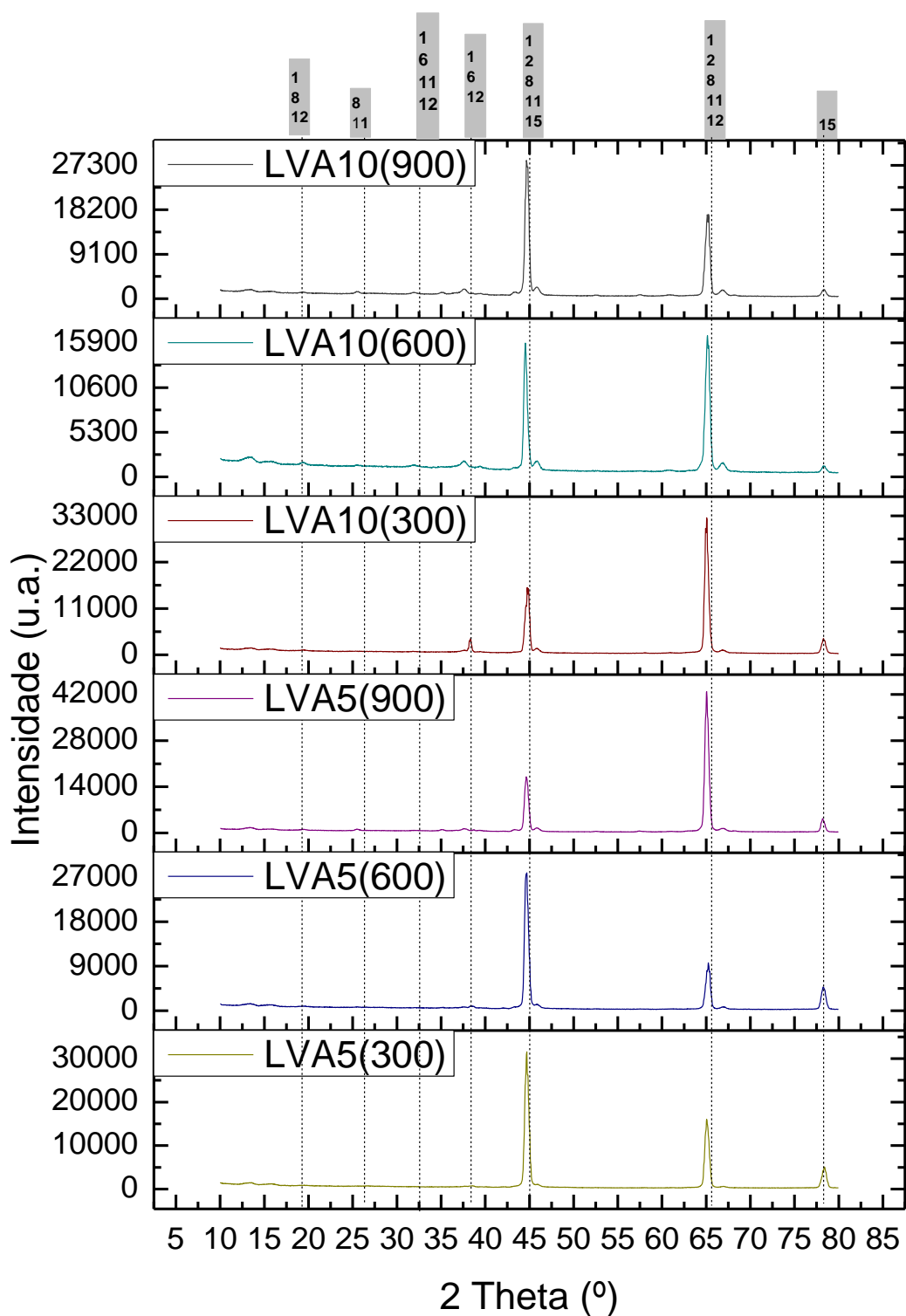
Fonte: O autor (2018).

Na Tabela 47 são relacionados os picos identificados no gráfico com os números que correspondem aos minerais encontrados nos revestimentos obtidos com a lama vermelha total (LVT). Todos os revestimentos apresentaram as fases da alumina, isso mostra que o

PEO forma um revestimento cerâmico (Ceramic Materials: Science and Engineering, 2007). Encontra-se também óxidos de ferro, como a magnetita e hematita.

A Figura 33 apresenta as curvas de difração dos substratos correspondentes à lama vermelha fração silte/argila (LVA). Foram identificados os minerais encontrados através de números.

Figura 33 - Curva de difração obtida por DRX para Lama Vermelha Fração Silte/Argila (LVA) nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: O autor (2018).

Na Tabela 48 são relacionados os picos identificados no gráfico com os números que correspondem com os minerais encontrados nos revestimentos obtidos com a lama vermelha fração silte/argila (LVA). Na análise foram encontrados em todos os revestimentos a presença da alumina nas suas diversas fases, como também o ferro e alumínio.

Tabela 48 - Fichas e Minerais encontrados nos revestimentos obtidos por PEO com lama vermelha fração silte/argila (LVA) na solução eletrolítica.

Revestimento	Numeração da Ficha de identificação/Minerais	Legenda gráfico
LVA5(300)	[85-1410] (Fe) Ferro	2
	[75-921] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	1
LVA5(600)	[75-921] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	1
	[75-1865] (Al ₂ O ₃) Óxido de Alumínio	12
LVA5(900)	[10-425] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	1
	[1-1262] (Fe) Ferro	2
	[75-1512] (Al ₂ O ₃) Coríndon	11
LVA10(300)	[75-921] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	1
	[65-2900] (TiO) Óxido de Titânio	15
LVA10(600)	[50-741] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	1
	[1-1262] (Fe) Ferro	2
LVA10(900)	[11-661] (Al ₂ O ₃) Alumina Alpha	8
	[10-425] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	1

Fonte: O autor (2018).

As fases encontradas nos revestimentos obtidos por PEO com lama vermelha fração silte/argila (LVA) na solução eletrolítica, também revelam a formação de um revestimento cerâmico (REF) onde predominam os óxidos de alumínio. A forma

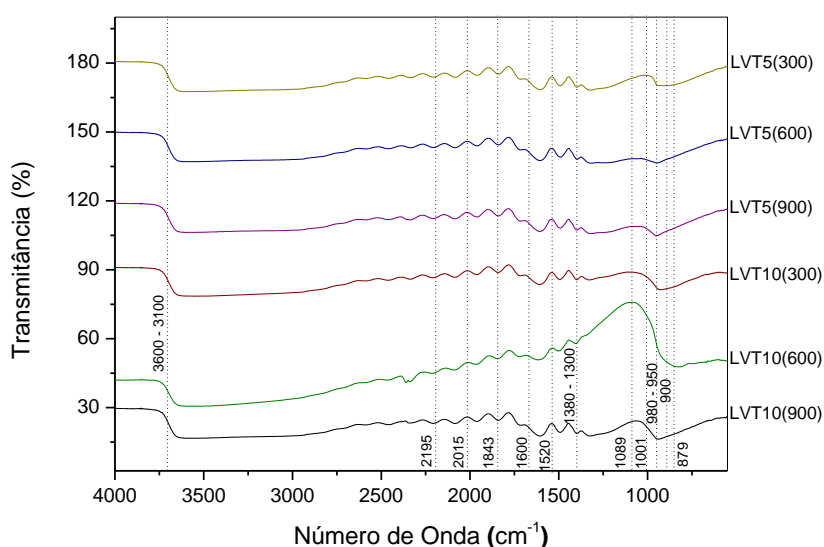
cristalina do material obtido pelo PEO parece ser predominante do material que constitui o substrato (liga de Al 1200) com a presença de Fe que pode ter origem na lama vermelha.

Segundo Guohua (2006) e Dehnavi *et al.* (2014) revestimentos cerâmicos de alumina tendem a ser mais resistentes a corrosão e ao desgaste. A alumina tem propriedades como resistência a corrosão, isolamento elétrico, estabilidade de temperaturas, dureza. A alumina alfa é a mais resistente das aluminas e precisa de maior temperatura para sua formação. O que leva a crer que a deposição por PEO em substrato de alumínio pode ter diversas aplicações, quando se observa a sua mineralogia.

5.4.1.c Espectroscopia de Infravermelho (FTIR)

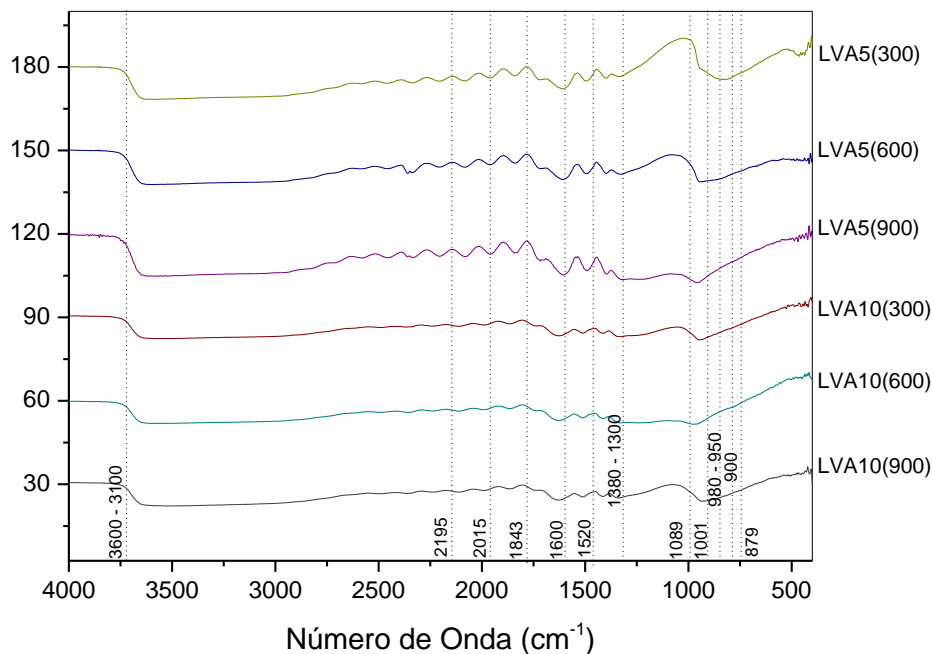
Os espectros de FTIR dos doze revestimentos foram analisados e estão apresentados nas Figura 34 (LVT), Figura 35 (LVA) e a identificação das bandas na Tabela 49.

Figura 34 - Espectros obtidos por FTIR para os seis revestimentos de lama vermelha total (LVT) nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: (O autor, 2018).

Figura 35 - Espectros obtidos por FTIR para os seis revestimentos da fração silte/argila de lama vermelha (LVA) nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: O autor (2018).

Tabela 49 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho.

Número de onda (cm ⁻¹)	Identificação das bandas	Referência
3600 - 3100	O-H	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014
1600	C=O	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014
1520	O-H	SOUZA <i>et al.</i> , 2015
1380 - 1300	O-H	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014
1089	O-H; Si-O	KLOPROGGE <i>et al.</i> , 2002 UNIVERSITY OF TARTU, 2015
1001 - 980 - 950	Al-O; Si-O; Si-Al-O	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014
879	AlO ₄ ,	

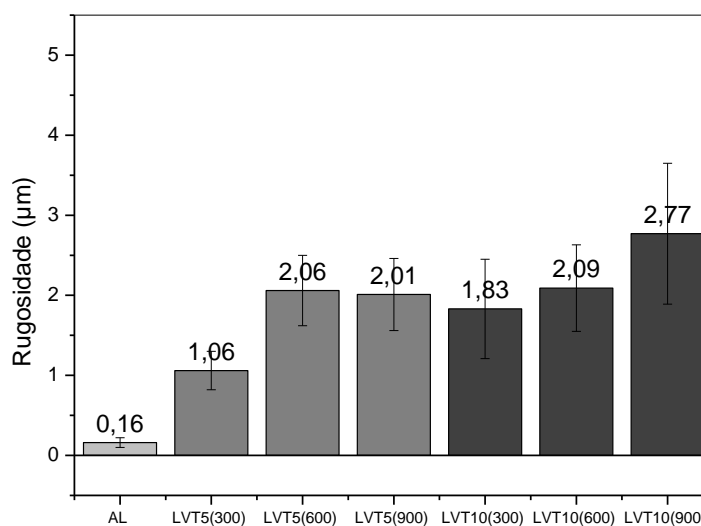
Fonte: O autor (2018).

Todos os revestimentos apresentaram as bandas de O-H, C=O, Si-O, Al-O e Si-Al-O. As ligações de C=O podem estar relacionadas ao CO₂ do ambiente. As bandas entre 1640 e 1620 cm⁻¹ podem ser atribuídas à vapor de água proveniente da umidade do ar. A banda da região de 3600 cm⁻¹ pode ser hidroxila ligada ao alumínio. Picos da região de 680 cm⁻¹ podem ser associados a AlO₆ e os próximos a 780 cm⁻¹ são de AlO₄, confirmando a presença de alumina nos revestimentos (SOTTOVIA, 2015). As demais bandas observadas são coerentes com a composição elementar observada por EDS nos revestimentos. Estes resultados corroboram os resultados de DRX, onde se observam a presença de diferentes mineralogias do alumínio.

5.4.1.d Rugosidade

A rugosidade dos revestimentos foi calculada a partir da média dos valores de (Ra). A Figura 36 ilustra o teste de perfilometria para obtenção dos resultados de rugosidade para os doze revestimentos obtidos com lama vermelha na solução eletrolítica.

Figura 36 - Rugosidade (Ra) do substrato de liga de alumínio 1200 e revestimentos de lama vermelha total (LVT) nas diferentes condições de deposição.



Fonte: O autor (2018).

Os resultados de rugosidade dos substratos de alumínio e dos revestimentos, estão apresentados na Tabela 50.

Tabela 50 - Resumo – Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.

RESUMO			
<i>Grupo</i>	<i>Média</i>	<i>Desvio</i>	<i>Variância</i>
Alumínio	0,16	± 0,06	0,004866
LVT5(300)	1,06	± 0,24	0,060582
LVT5(600)	2,06	± 0,44	0,194898
LVT5(900)	2,01	± 0,45	0,207248
LVT10(300)	1,83	± 0,62	0,386546
LVT10(600)	2,09	± 0,54	0,299497
LVT10(900)	2,77	± 0,88	1,41243

Fonte: O autor (2021).

Nota-se, observando a Figura 36 e Tabela 50, que em relação ao substrato de alumínio sem deposição, todas as deposições causam um aumento da rugosidade da superfície. Isso é coerente com as imagens da morfologia dos substratos observado ao Microscópio eletrônico de varredura, que mostra que as estruturas que se formam com a deposição, provocam diversas irregularidades na superfície.

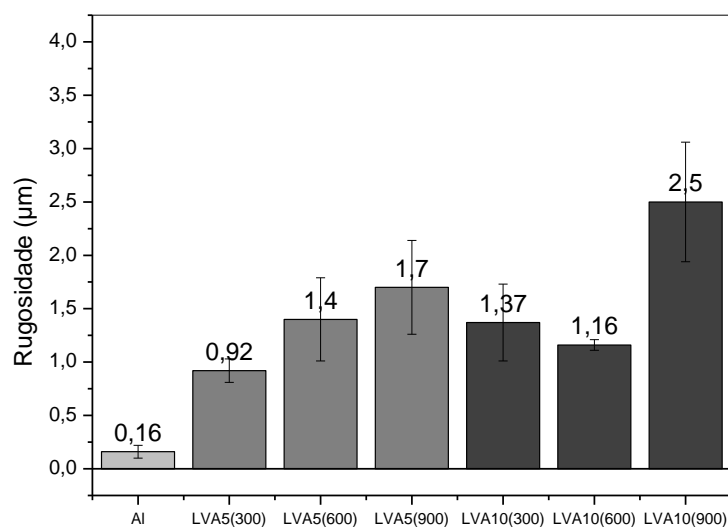
Porém, para verificar se há diferença entre as superfícies depositadas, em relação a rugosidade, foi feito o teste de ANOVA. A Tabela 90 no Apêndice C apresenta a análise estatística (ANOVA) desses resultados, a qual indicou que há pelo menos uma diferença significativa entre eles, pois, neste caso, o valor do $F_{\text{observado}}$ foi maior que o valor do $F_{\text{crítico}}$.

A Tabela 91 no Apêndice C mostra os resultados do Teste de Tukey para a rugosidades dos substratos de alumínio e dos revestimentos. Analisando-se a tabela verifica-se que há diferença significativa entre as médias.

Como mostra o teste de Tukey e os resultados da Figura 36, para os revestimentos obtidos com solução eletrolítica na concentração de 5g/L, o aumento do tempo de deposição de 300 s para 600 s, leva a um aumento da rugosidade. Porém após 600 s a rugosidade parece se manter constante para essa concentração de 5 g/L. Já para as deposições obtidas com concentração de 10 g/L, há um aumento da rugosidade quando se compara o tempo de deposição de 300 s para 900 s. Nota-se então um leve aumento da rugosidade com o aumento do tempo de deposição. Observa-se na Figura 36 que a rugosidade aumenta de acordo com o aumento do tempo de deposição para os revestimentos depositados com a lama vermelha total.

A Figura 37 ilustra o teste de perfilometria para obtenção dos resultados de rugosidade para os doze revestimentos obtidos com a fração silte/argila de lama vermelha na solução eletrolítica.

Figura 37 - Rugosidade (Ra) do substrato de liga de alumínio 1200 e revestimentos de lama vermelha fração silte/argila (LVA) nas diferentes condições de deposição.



Fonte: O autor (2018).

Os resultados de rugosidade dos substratos de alumínio e dos revestimentos, estão apresentados na Tabela 51.

Tabela 51 - Resumo – Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha silte/argila LVA.

RESUMO			
<i>Grupo</i>	<i>Média</i>	<i>Desvio</i>	<i>Variância</i>
Alumínio	0,16	± 0,06	0,004866396
LVA5(300)	0,92	± 0,11	0,013276667
LVA5(600)	1,40	± 0,39	0,154266089
LVA5(900)	1,70	± 0,44	0,19555819
LVA10(300)	1,37	± 0,36	0,129926271
LVA10(600)	1,16	± 0,05	0,002980001
LVA10(900)	2,482	± 0,56	1,553571871

Fonte: O autor (2021).

Novamente, nota-se dos resultados da Figura 37 e Tabela 51, que a rugosidade dos revestimentos cerâmicos aumenta em relação ao substrato de alumínio, o que é coerente com as imagens de MEV.

A Tabela 92 no Apêndice C apresenta a análise estatística (ANOVA) desses resultados, a qual indicou que há pelo menos uma diferença significativa entre eles, pois, neste caso, o valor do $F_{\text{observado}}$ foi maior que o valor do $F_{\text{crítico}}$.

A Tabela 93 no Apêndice C mostra os resultados do Teste de Tukey para a rugosidades dos substratos de alumínio e dos revestimentos. Analisando-se a tabela verifica-se que há diferença significativa entre as médias.

Pode-se observar que os revestimentos possuem maior rugosidade em relação a superfície de alumínio 1200 sem revestimento (ver item 5.2.4. deste trabalho).

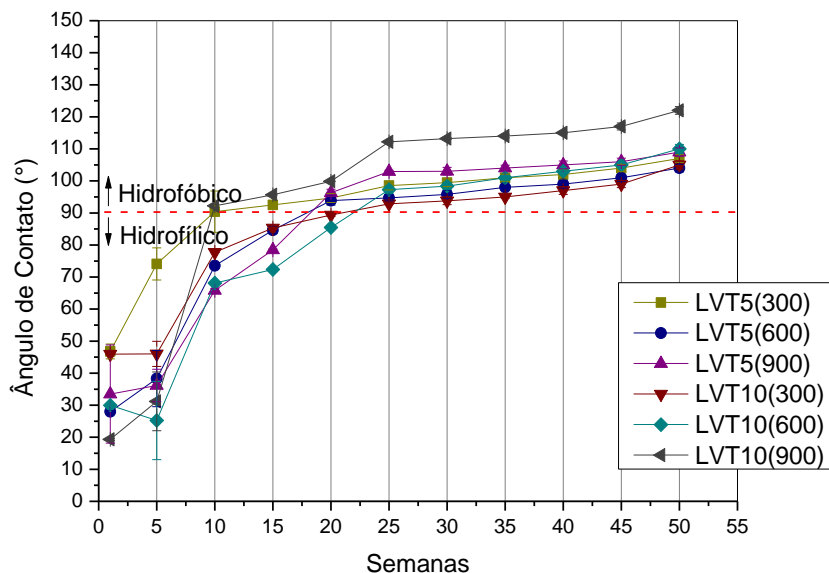
Na Figura 37, com concentrações (5 g/L e 10 g/L) e tempo de 900 segundos, foram as que apresentaram maior rugosidade.

Os revestimentos obtidos com lama vermelha total (Figura 36) apresentam maior rugosidade em relação aos revestimentos obtidos com a fração silte/argila (Figura 37). Nas micrografias do MEV é possível perceber uma maior heterogeneidade das superfícies, o que se pode relacionar com a maior rugosidade deste revestimento.

5.4.1.e Ângulo de contato

Os revestimentos obtidos por PEO foram analisados quanto a sua molhabilidade através da análise do ângulo de contato da água. O substrato de alumínio 1200 foi analisado, obtendo-se um ângulo de contato hidrofílico (inferior a 90°). As Figuras 38 e 39 mostram os ângulos medidos para os doze revestimentos acompanhadas durante 50 semanas.

Figura 38 - Medidas dos ângulos de contato dos revestimentos obtidos com lama vermelha total (LVT) com concentrações de 5 g/L e 10 g/L nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.

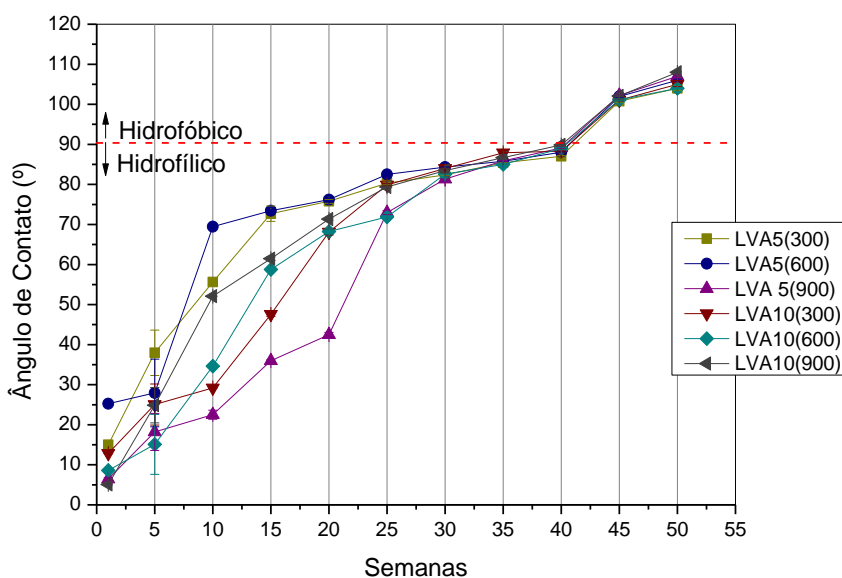


Fonte: O autor (2018).

Após cinquenta semanas das deposições, nota-se que o ângulo de contato estabiliza, mantendo-se constante.

Observou-se que os revestimentos em substrato de alumínio utilizando lama vermelha total (LVT) (Figura 38) apresentaram características hidrofóbicas (ângulo de contato se estabilizam em um valor superior a 90°). O maior ângulo obtido foi de aproximados 122° para o revestimento de 10 g/L 900 segundos.

Figura 39 - Medidas dos ângulos de contato dos revestimentos obtidos com fração silte/argila da lama vermelha (LVA) com concentrações de 5 g/L e 10 g/L nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: O autor (2018).

Quanto aos resultados dos revestimentos da fração silte/argila (LVA) (Figura 39), ao longo das cinquenta semanas, apresentaram características hidrofóbicas os revestimentos atingiram o valor superior a 90. O maior ângulo obtido foi de aproximados 108° para o revestimento de 10 g/L 900 segundos.

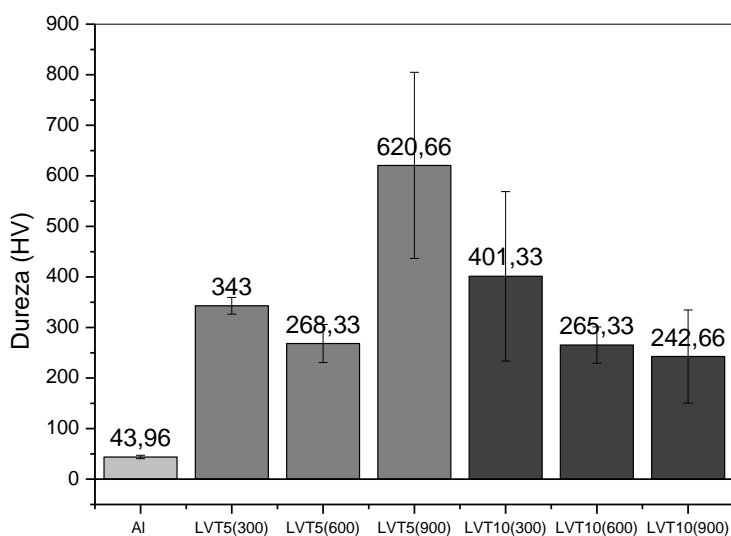
A composição química das soluções eletrolíticas de LVT e LVA podem influenciar na molhabilidade. No uso da solução LVA ocorre deposição de elementos como Si, Ca e Ti nos revestimentos e no uso de LVT ocorre deposição dentre outros elementos o K. A morfologia das superfícies também pode influenciar na molhabilidade, nota-se que as deposições de LVT e LVA apresentaram diferentes morfologias no MEV.

Segundo Luz *et al.*, 2008 a molhabilidade favorece o desgaste por oxidação podendo reduzir a vida útil do revestimento. E quanto a redução da rugosidade pode influenciar nos resultados de molhabilidade, afetando no aumento do ângulo de contato, contribuindo para a preservação do material.

5.4.1.f Dureza dos revestimentos - Ensaio de microdureza Vickers

Os revestimentos foram submetidos ao teste de microdureza Vickers. A Figura 40 apresenta os resultados dos revestimentos obtidos com lama total (LVT) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.

Figura 40 - Teste de dureza para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: O autor (2019).

Os resultados de dureza dos substratos de alumínio sem revestimento e dos substratos com revestimentos, estão apresentados na Tabela 52.

Tabela 52 - Resumo – Dureza dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.

RESUMO			
Grupo	Média	Desvio	Variância
Alumínio	43,97	± 3,25	10,62333
LVT5(300)	343,01	± 16,46	271
LVT5(600)	268,33	± 37,63	1416,333
LVT5(900)	620,67	± 184,13	33904,33
LVT10(300)	401,33	± 167,61	28096,33
LVT10(600)	265,33	± 35,79	1281,333
LVT10(900)	242,67	± 92,08	8480,333

Fonte: O autor (2021).

Nota-se pelos resultados da Figura 40 e pela Tabela 52, que em relação ao substrato todos os revestimentos conferem uma maior dureza. Isso se deve, a presença da formação de uma camada cerâmica constituída de diferentes fases da alumina.

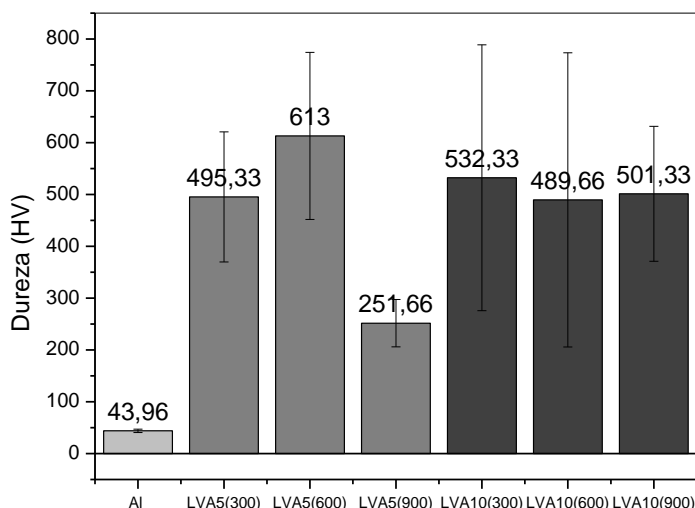
Para uma comparação entre a dureza dos revestimentos obtidos foi feita a análise estatística ANOVA. A Tabela 94 no Apêndice C apresenta essa análise a qual indicou que há pelo menos uma diferença significativa entre eles, pois, neste caso, o valor do Fobservado foi maior que o valor do Fcrítico.

A Tabela 95 no Apêndice C mostra os resultados do Teste de Tukey para a dureza dos revestimentos. Analisando-se a tabela verifica-se que há diferença significativa entre as médias.

Pelos resultados apresentados pelo teste de Tukey, não há diferença entre os valores de dureza de todos os revestimentos, exceto o revestimento LVT5(900) que se diferencia dos demais revestimentos apresentando uma maior dureza.

A Figura 41 apresenta os resultados dos revestimentos com lama fração silte/argila (LVA) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.

Figura 41 - Teste de dureza para revestimentos com lama vermelha fração silte/argila (LVA) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: O autor (2019).

Os resultados de dureza dos substratos de alumínio e dos revestimentos, estão apresentados na Tabela 53.

Tabela 53 - Resumo - Dureza dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha fração silte/argila (LVA)

RESUMO			
Grupo	Média	Desvio	Variância
Alumínio	43,96	± 3,25	10,62333
LVA5(300)	495,33	± 125,59	15774,33
LVA5(600)	613,01	± 161,19	25983
LVA5(900)	251,66	± 45,76	2094,333
LVA10(300)	532,33	± 256,5	60766,33
LVA10(600)	489,66	± 283,82	80558,33
LVA10(900)	501,33	± 130,31	16982,33

Fonte: O autor (2021).

A Tabela 96 no Apêndice C apresenta a análise estatística (ANOVA) desses resultados, a qual indicou que não há diferença significativa entre eles, pois, neste caso, o valor do $F_{\text{observado}}$ foi menor que o valor do $F_{\text{crítico}}$ e valor $-p > 0,05$.

Com base nos resultados pode-se observar que os revestimentos obtidos com a fração silte/argila de lama vermelha possuem maior dureza em relação ao substrato de alumínio 1200, sem deposição. O valor médio da dureza de todos esses revestimentos ($480,55 \pm 121,12$) é maior que os valores obtidos para a dureza dos revestimentos obtidos com lama vermelha total.

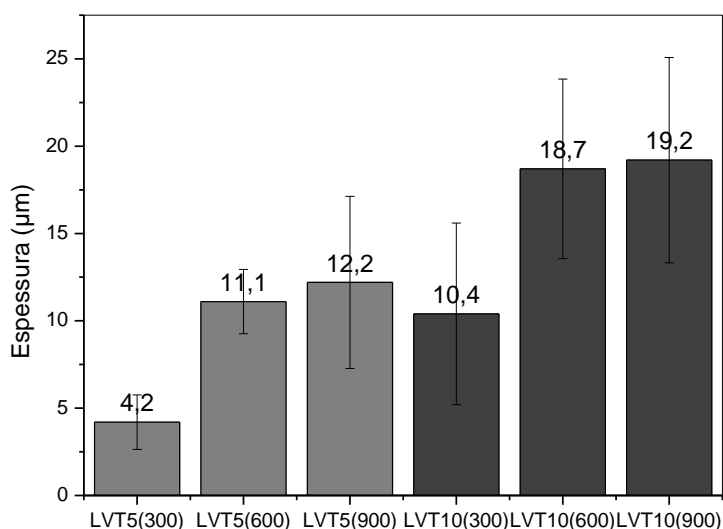
Observando-se a composição química das soluções eletrolíticas de LVT e LVA nota-se que em LVT ocorre deposição dentre outros elementos o K e em alguns revestimentos não é encontrado o Ti. Em LVA ocorre deposição de elementos como Si, Ca e Ti, porém em alguns revestimentos não foi encontrado o K. No MEV nota-se que as deposições de LVT e LVA apresentaram diferentes morfologias.

Talvez utilizar partículas de menor tamanho podem levar a melhoria na propriedade dureza. Segundo Cavalheira *et al.*, 2016 com a diminuição do tamanho das partículas observou-se redução da densidade hidrostática, provavelmente devido ao aumento da porosidade nas amostras. Por outro lado, ocorreu aumento da dureza vickers com a diminuição do tamanho das partículas.

5.4.1.g Espessura

Os doze revestimentos foram caracterizados quanto sua espessura através da medição da corrente parasita, sendo que a média das medidas são apresentadas na Figura 42 (LVT) e Figura 43 (LVA).

Figura 42 - Média das espessuras para os revestimentos de lama vermelha total (LVT) nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: O autor (2018).

Os resultados de espessura dos revestimentos, estão apresentados na Tabela 54.

Tabela 54 - Resumo – Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.

RESUMO			
<i>Grupo</i>	<i>Média</i>	<i>Desvio</i>	<i>Variância</i>
LVT5(300)	4,21	± 1,56	2,457143
LVT5(600)	11,13	± 1,84	3,409524
LVT5(900)	12,26	± 4,93	24,35238
LVT10(300)	10,42	± 5,21	27,11429
LVT10(600)	18,73	± 5,14	26,49524
LVT10(900)	19,26	± 5,88	34,6381

Fonte: O autor (2021).

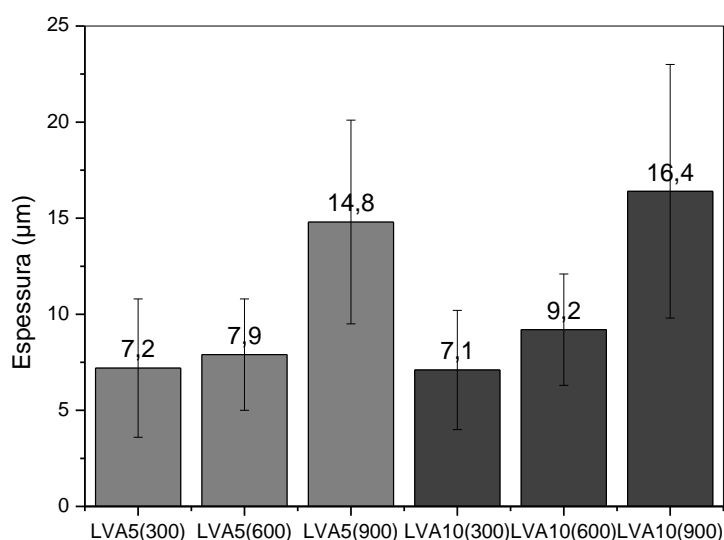
Para avaliar se há diferença na espessura dos revestimentos, foi feito um estudo estatístico. A Tabela 97 no Apêndice C apresenta a análise estatística (ANOVA) desses

resultados, a qual indicou que há pelo menos uma diferença significativa entre eles, pois, neste caso, o valor do $F_{\text{observado}}$ foi maior que o valor do $F_{\text{crítico}}$.

A Tabela 98 no Apêndice C mostra os resultados do Teste de Tukey para a espessura dos revestimentos. Analisando-se a tabela verifica-se que há diferença significativa entre as médias.

Observa-se que para os revestimentos obtidos com lama vermelha total, aumentar o tempo de deposição provoca um aumento espessura do revestimento. Nota-se que o revestimento obtido com 900s de deposição quase triplica a espessura do revestimento quando se utiliza concentração de 5g/L e duplica quando a concentração é de 10g/L.

Figura 43 - Média das espessuras para os revestimentos de fração silte/argila da lama vermelha (LVA) nas diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: O autor (2018).

Os resultados de espessura dos revestimentos estão apresentados na Tabela 55.

Tabela 55 - Resumo - Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha silte/argila (LVA)

RESUMO			
<i>Grupo</i>	<i>Média</i>	<i>Desvio</i>	<i>Variância</i>
LVA5(300)	7,21	± 3,60	13,31429
LVA5(600)	7,93	± 2,91	8,780952
LVA5(900)	14,86	± 5,32	28,98095
LVA10(300)	7,13	± 3,13	9,980952
LVA10(600)	9,26	± 2,91	8,495238
LVA10(900)	16,46	± 6,60	44,40952

Fonte: O autor (2021).

A Tabela 99 no Apêndice C apresenta a análise estatística (ANOVA) desses resultados, a qual indicou que há pelo menos uma diferença significativa entre eles, pois, neste caso, o valor do $F_{\text{observado}}$ foi maior que o valor do $F_{\text{crítico}}$.

A Tabela 100 no Apêndice C mostra os resultados do Teste de Tukey para a espessura dos revestimentos. Analisando-se a tabela verifica-se que há diferença significativa entre as médias.

A análise das Figuras 42 e 43, mostra que com o aumento da concentração e do tempo de deposição ocorre o aumento da espessura. Segundo Yerokhin *et al.* (1999) a concentração influencia diretamente no aumento do revestimento.

Na Figura 43 observa-se que com o aumento da concentração e mesmo tempo, não ocorre aumento de espessura para o revestimento de 300 segundos (LVA5(300) e LVA10(300)).

Observando a morfologia do MEV dos revestimentos de menor tempo de 300 segundos, ainda pode-se ter uma condição preliminar da produção da camada e por isso não ocorre o aumento da espessura.

5.4.2 Revestimentos em liga de aço carbono 1020 com lama vermelha total (LC)

5.4.2.a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

A Figura 44 apresenta as imagens de MEV para o revestimento de aço carbono utilizando solução eletrolítica de lama vermelha total.

Figura 44 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando resíduo de lama vermelha na concentração de 5 g/L variando o tempo.

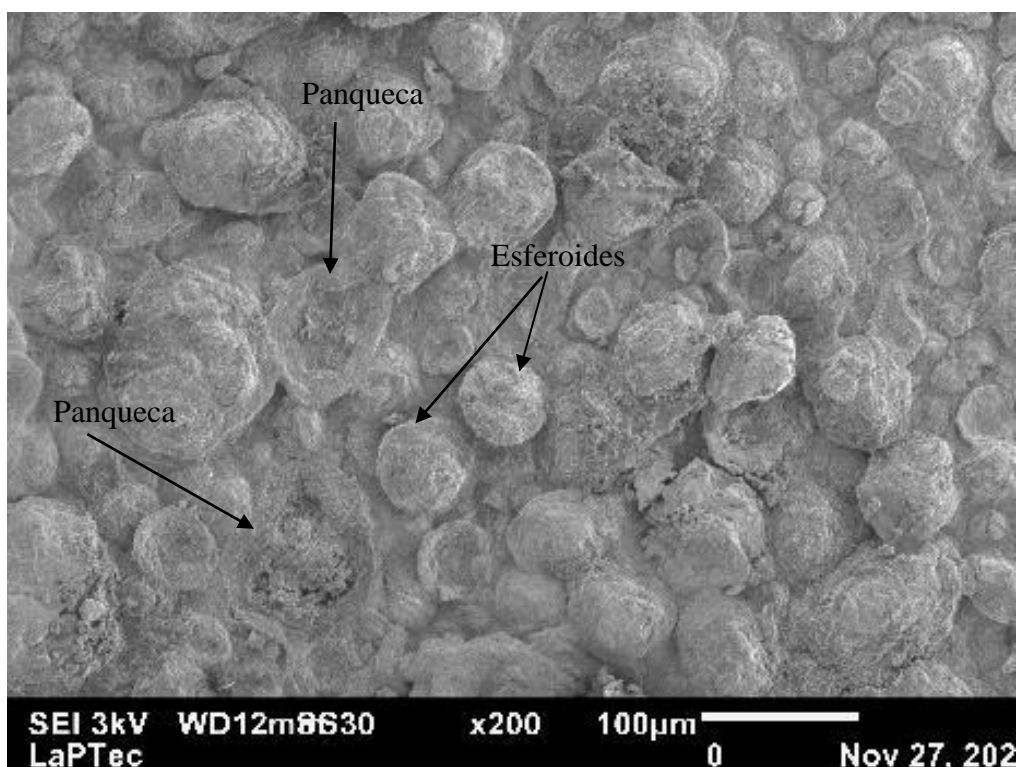
AÇO CARBONO 1020 [600 V, 200 Hz, 1 g KOH]

Lama Vermelha Total 5 g/L

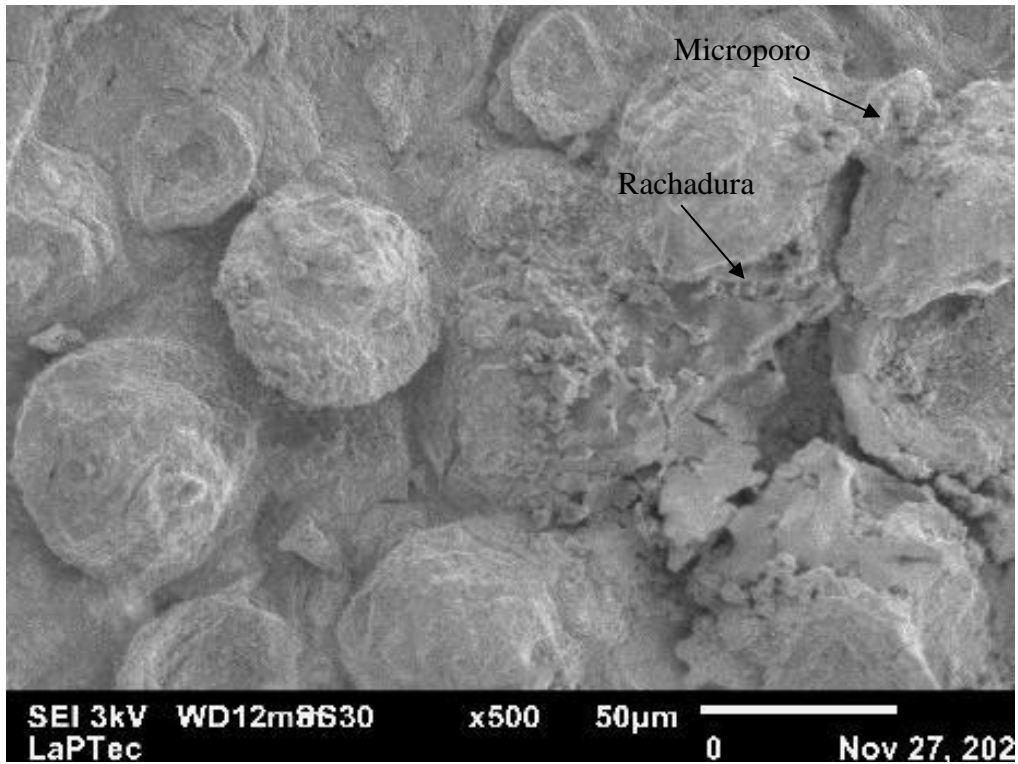
Tempo de deposição de 300 s

LC5(300)

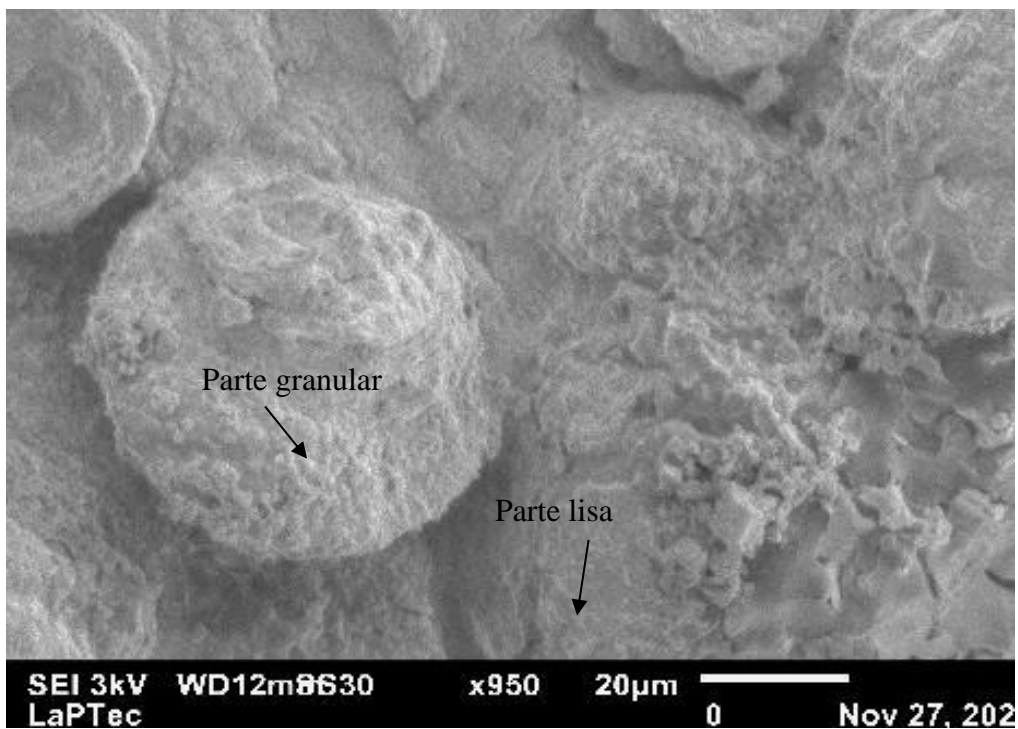
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Aumento de 950 x



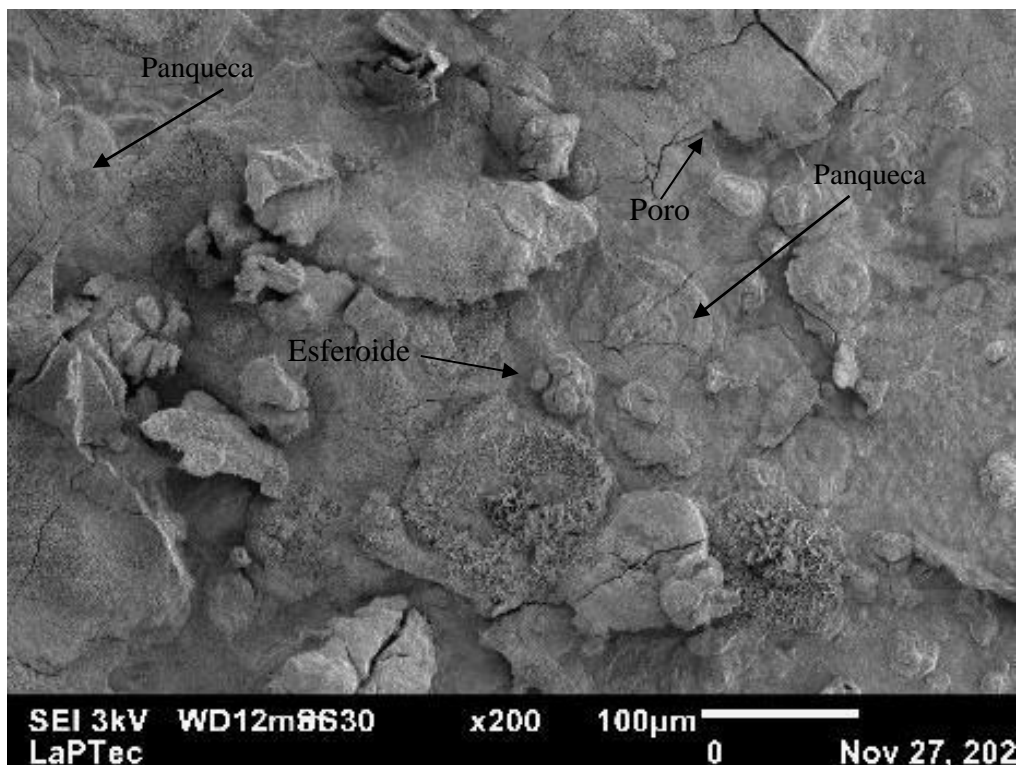
AÇO CARBONO 1020 [600 V, 200 Hz, 1 g KOH]

Lama Vermelha Total 5 g/L

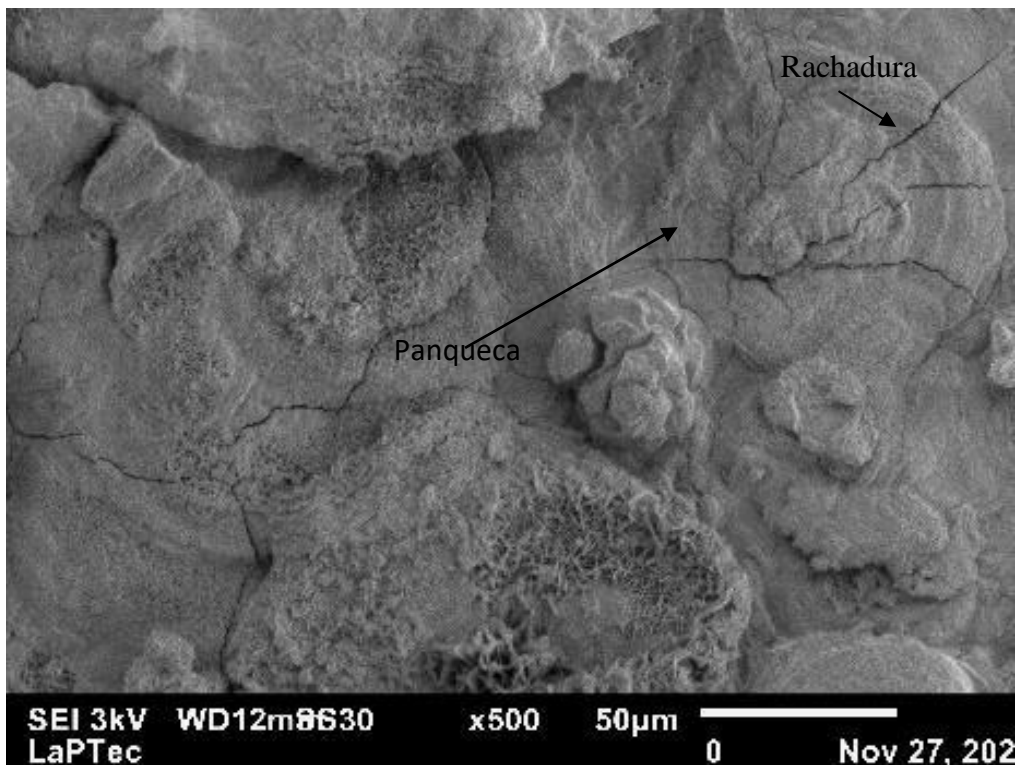
Tempo de deposição de 600 s

LC5(600)

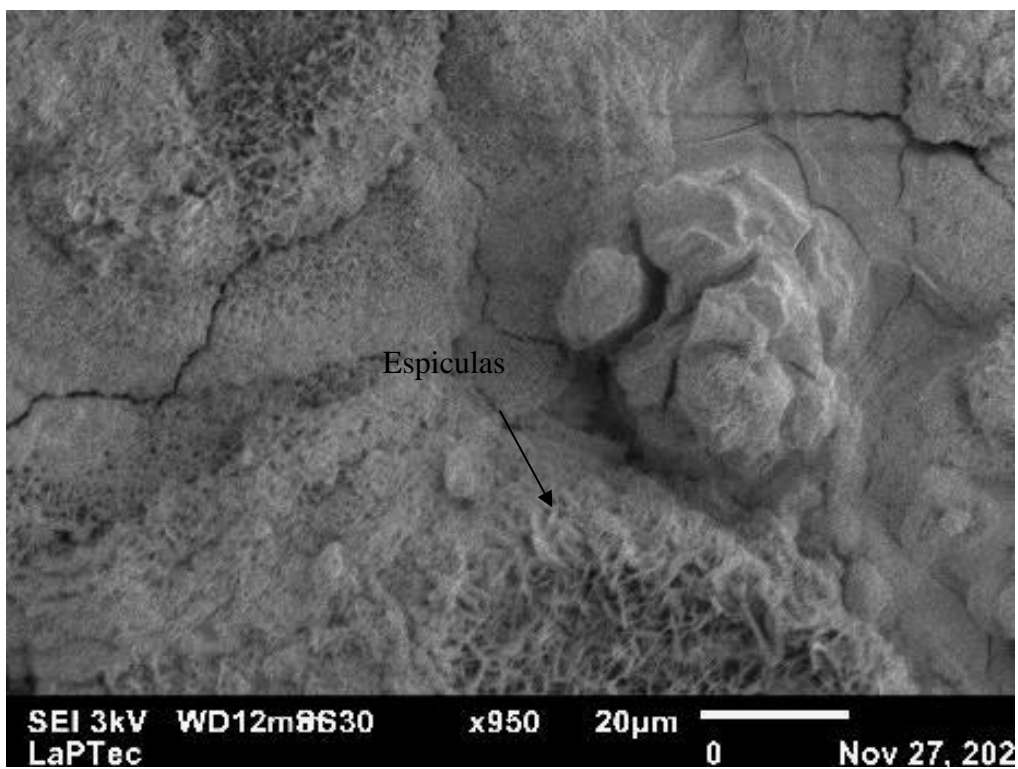
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Aumento de 950 x



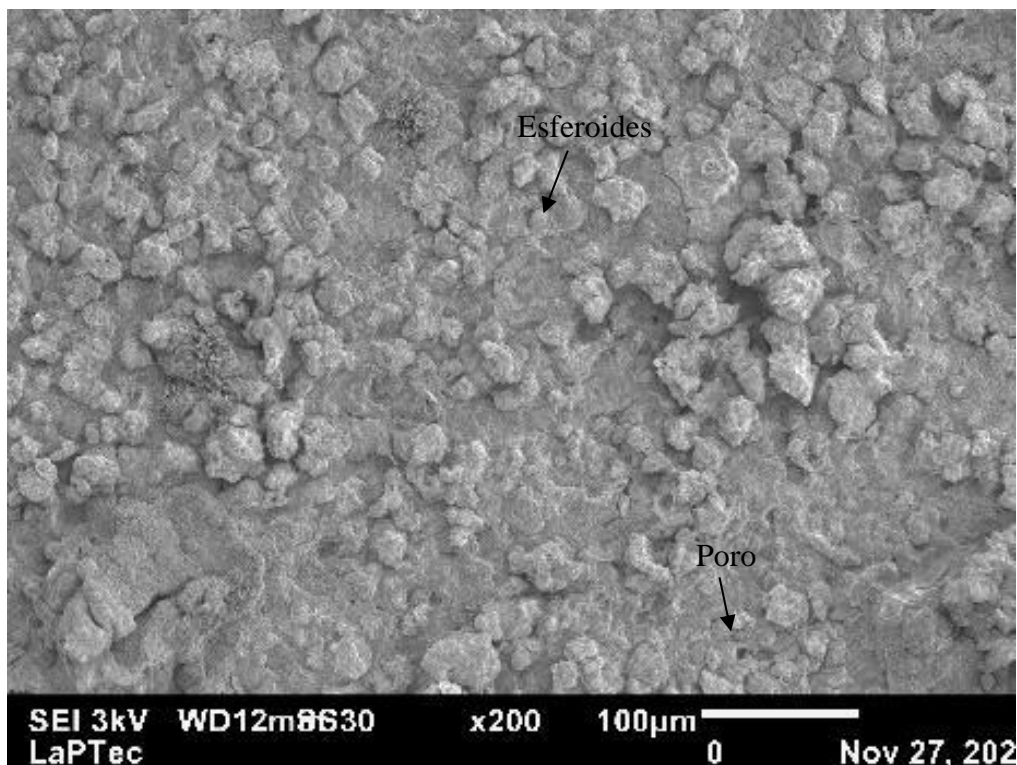
AÇO CARBONO 1020 [600 V, 200 Hz, 1 g KOH]

Lama Vermelha Total 5 g/L

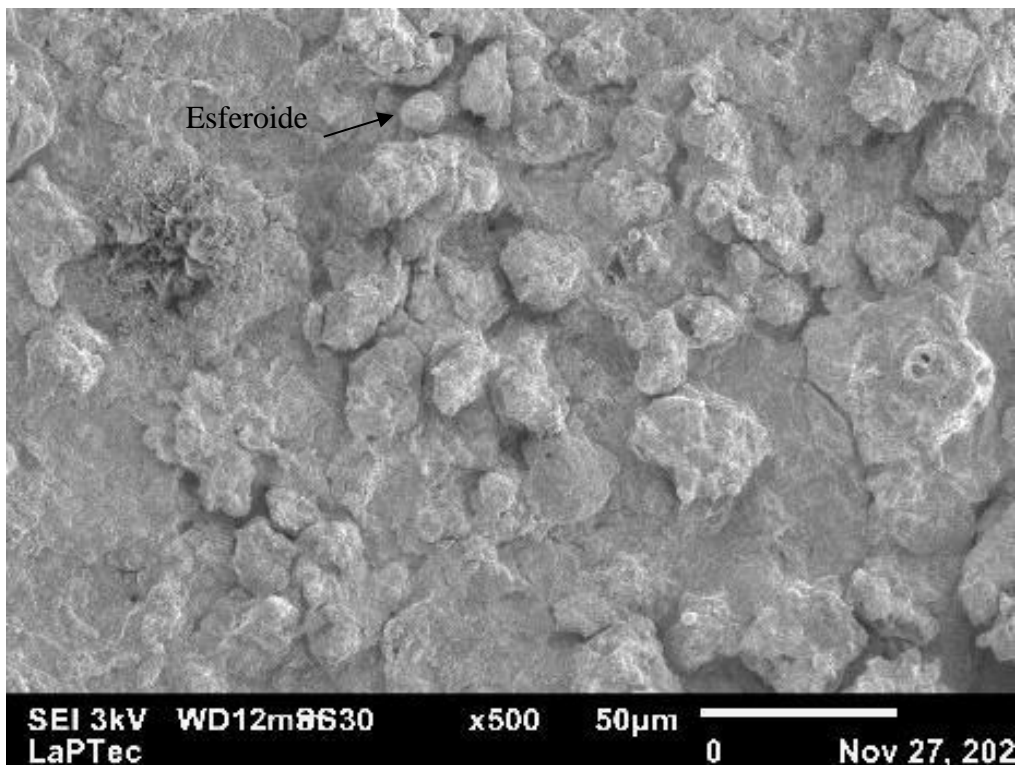
Tempo de deposição de 900 s

LC5(900)

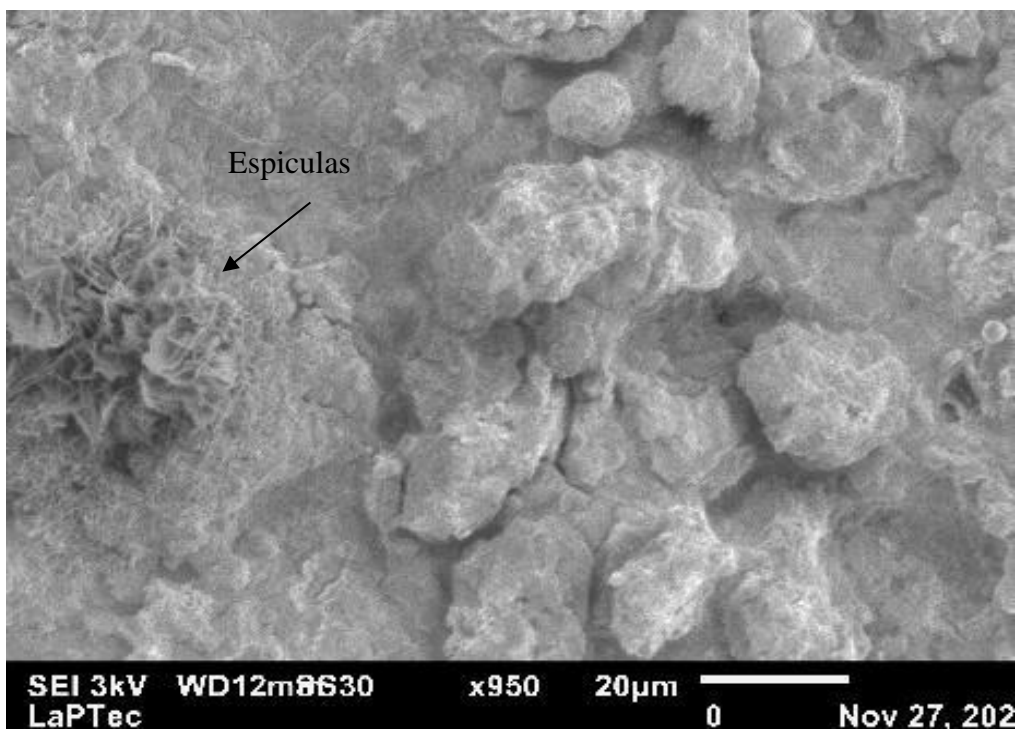
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Aumento de 950 x



Fonte: O autor (2020).

Observando-se a Figura 44, pode-se concluir que no menor tempo de deposição LC5(300) já é possível identificar estrutura de esferóides fundidos à superfície e estruturas de panquecas características de revestimentos cerâmicos observa-se também pouco de material disperso e pó solto. No aumento de 950 vezes é possível observar parte granular. A Tabela 56 apresenta a porcentagem atômica dos elementos encontrados nos revestimentos.

Para o revestimento de LC5(600) e LC5(900) observa-se estruturas diferentes comparadas as imagens de LC5(300). Pode-se observar a presença de espículas que podem estar associadas ao aparecimento de estruturas de corrosão, provocadas pela imersão na solução eletrolítica e ação do PEO. Segundo Menncci *et al.*, 2010 camadas de produtos de corrosão têm formato de agulha e dimensão micrométrica.

No artigo de Ostroski 2019, foram obtidas imagens de microscopia eletrônica de varredura e espectro de energia dispersiva com a intenção de verificar a influência do intemperismo na morfologia dos produtos de corrosão do aço carbono 1020. Após exposição das amostras de aço carbono 1020 ao intemperismo portuário durante um período de 365 dias, notou-se que o ensaio gerou produtos de corrosão que tomaram conta da superfície do aço carbono 1020, ou seja, não houve região na superfície do aço que ficasse isenta de corrosão. Ocorreu a formação de “flores” auto organizadas, esta caracterização da morfologia das nanopartículas de óxido de ferro já foi reportada por Sayed e Polshettiwar (2015).

Com o aumento do tempo aparecem mais defeitos na superfície, como por exemplo trincas, podendo influenciar os resultados de molhabilidade, rugosidade e dureza.

No revestimento de maior tempo LC5(900), observa-se estruturas cerâmicas semelhantes às encontradas em LC5(300). Observando-se a Tabela 56 o silício corresponde a 0,98% e o alumínio tem seu maior valor identificado 2,60%, assim, o aumento do tempo pode estar relacionado ao aumento de silício e alumínio.

A Figura 45 apresenta as imagens de MEV para o revestimento de aço carbono e 10g/L de lama vermelha total.

Figura 45 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando resíduo de lama vermelha na concentração de 10 g/L variando o tempo.

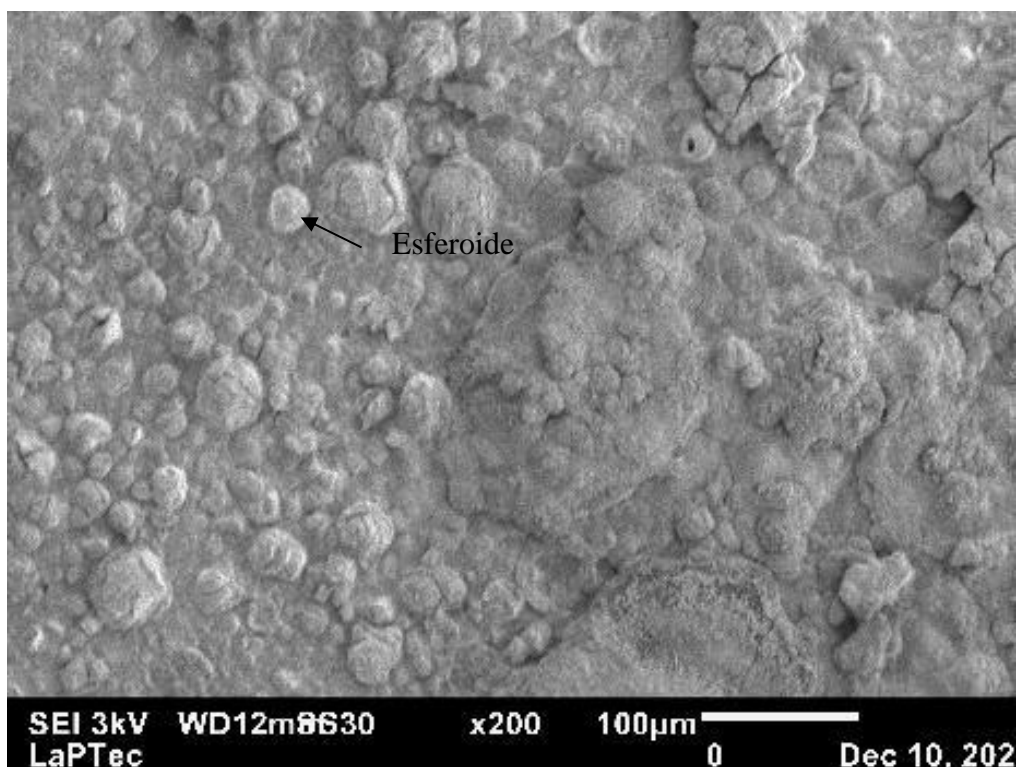
AÇO CARBONO 1020 [600 V, 200 Hz, 1 g KOH]

Lama Vermelha Total 10 g/L

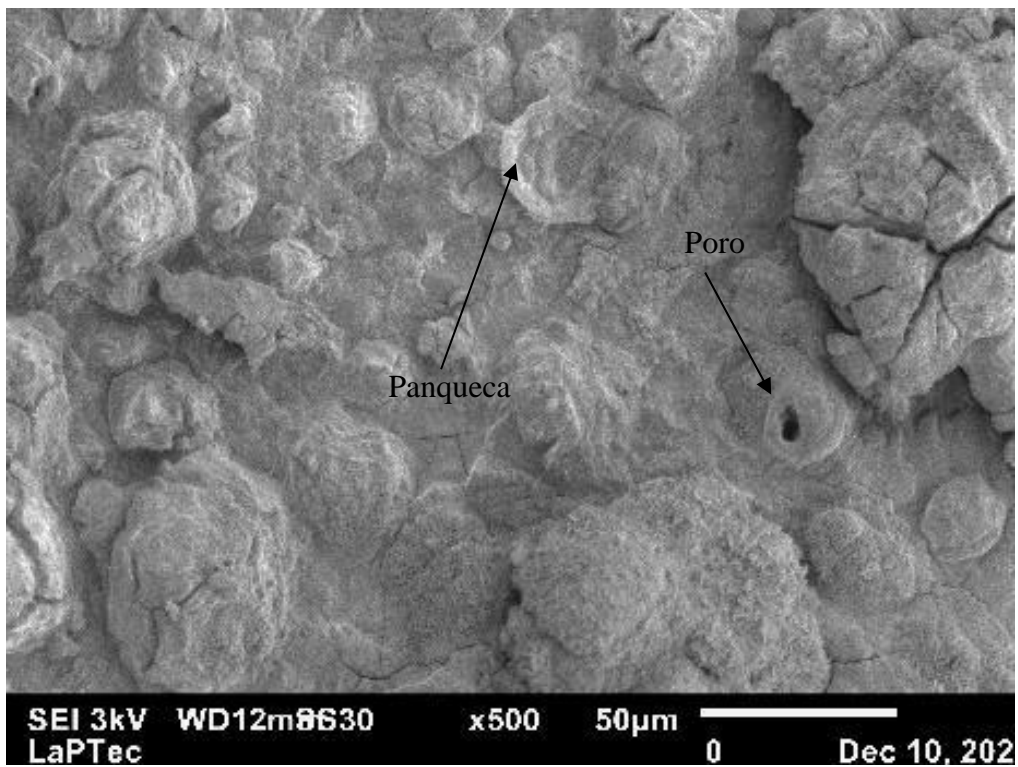
Tempo de deposição de 300 s

LC10(300)

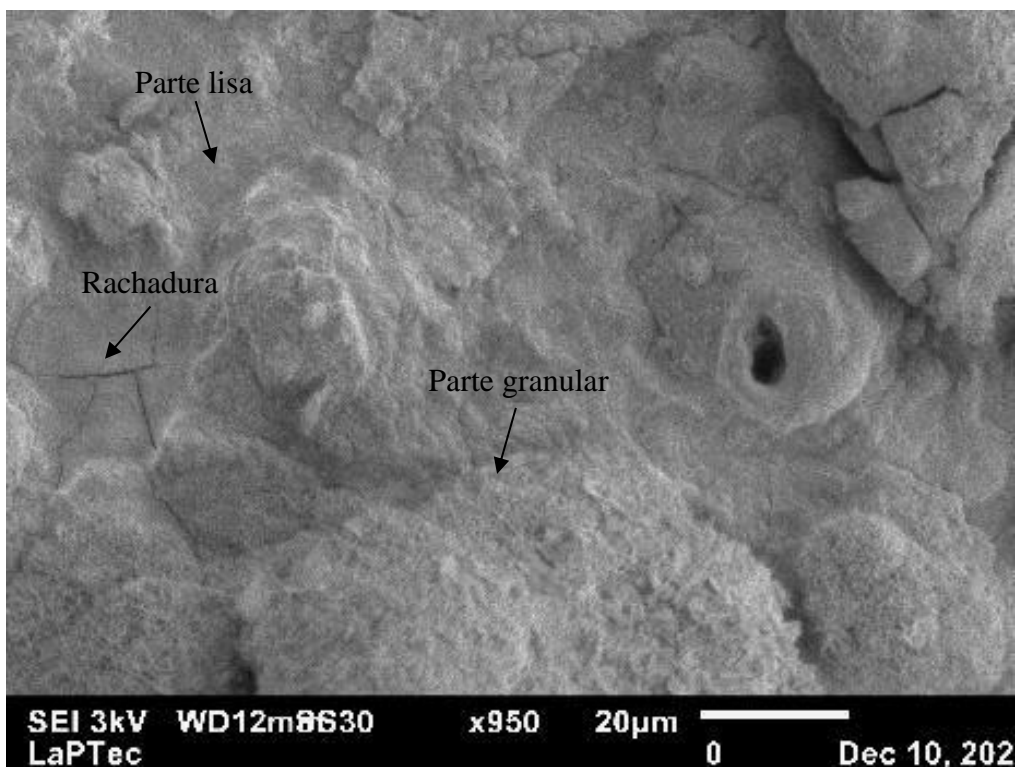
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Aumento de 950 x



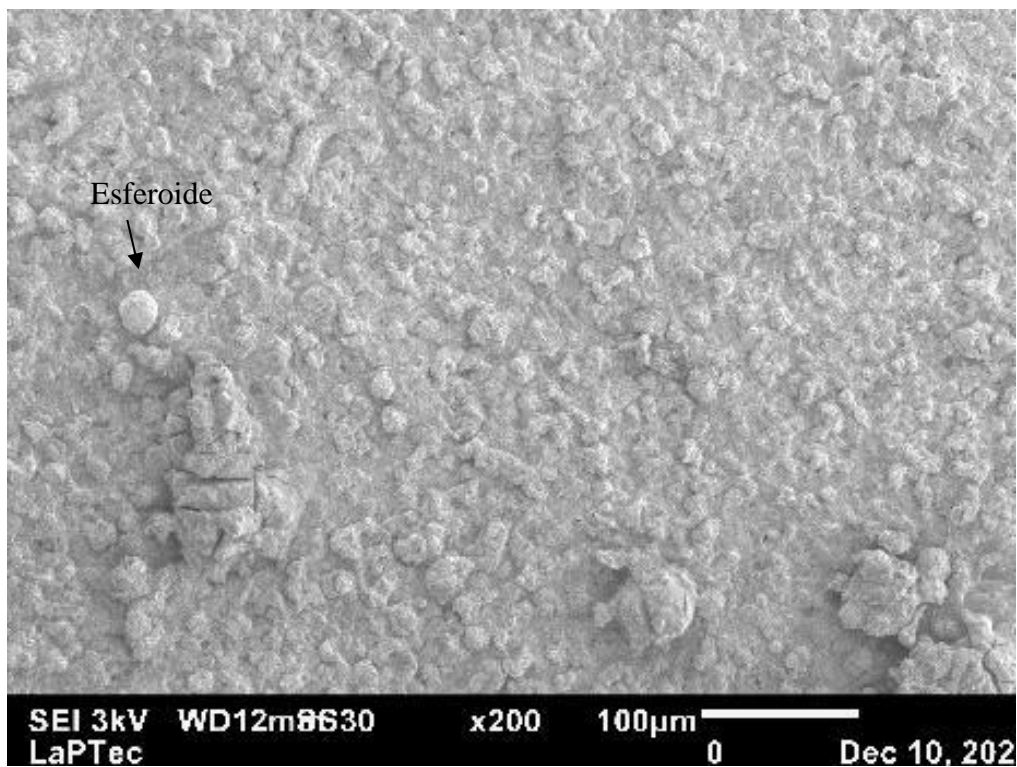
AÇO CARBONO 1020 [600 V, 200 Hz, 1 g KOH]

Lama Vermelha Total 10 g/L

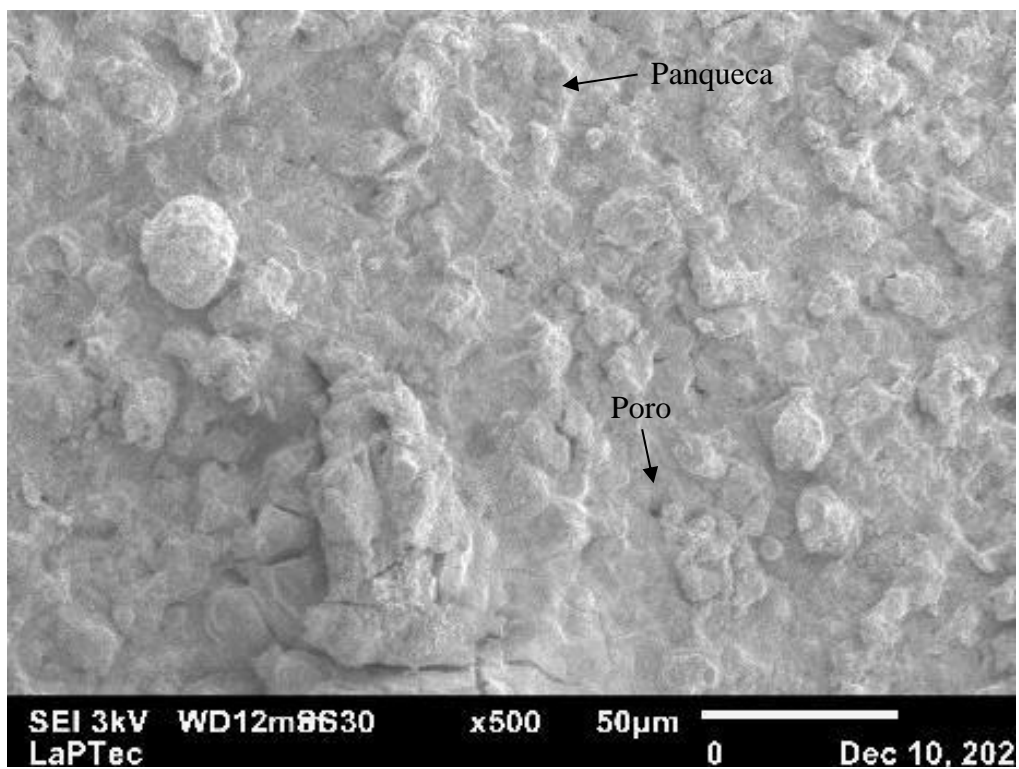
Tempo de deposição de 600 s

LC10(600)

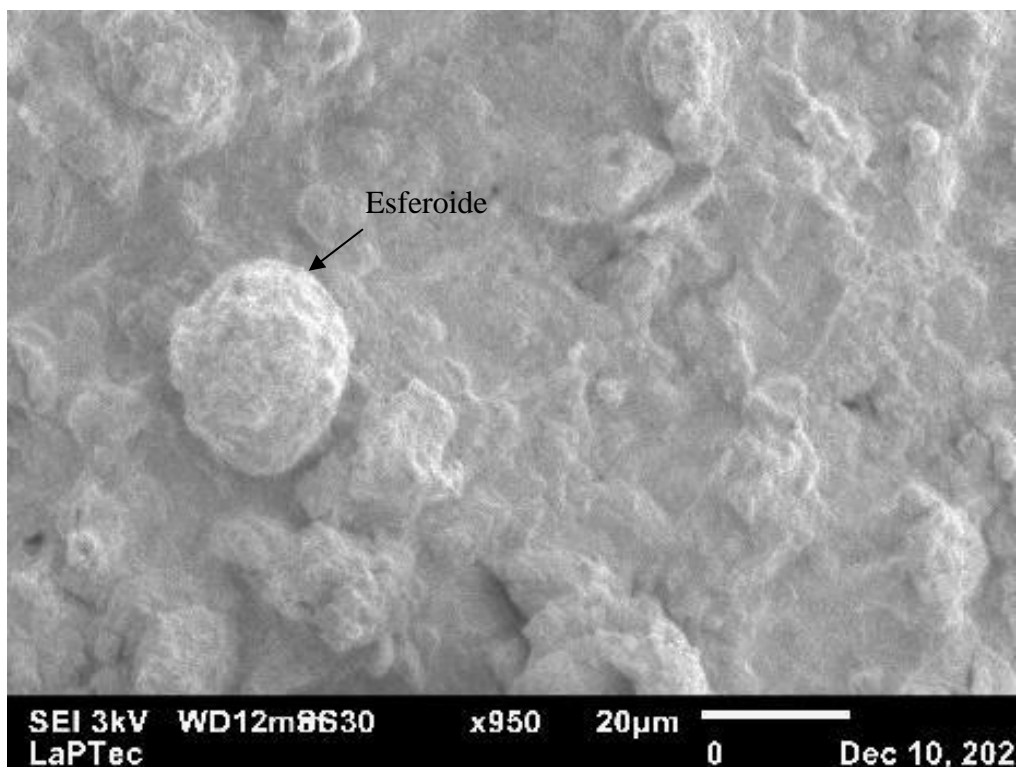
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Aumento de 950 x



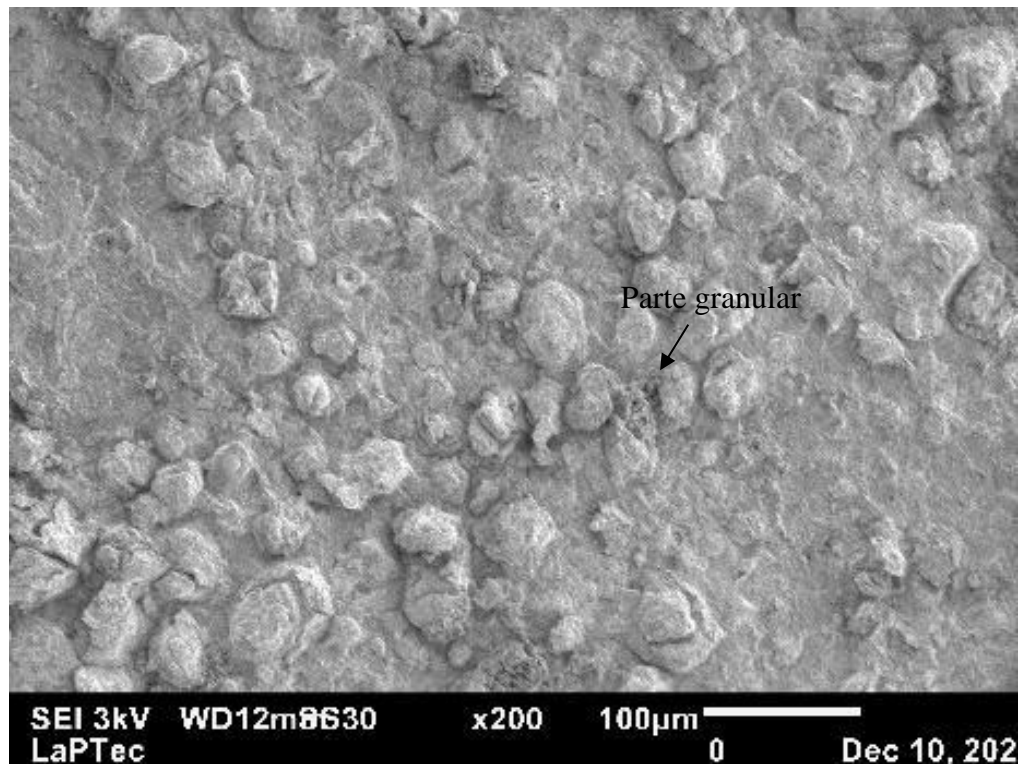
AÇO CARBONO 1020 [600 V, 200 Hz, 1 g KOH]

Lama Vermelha Total 10 g/L

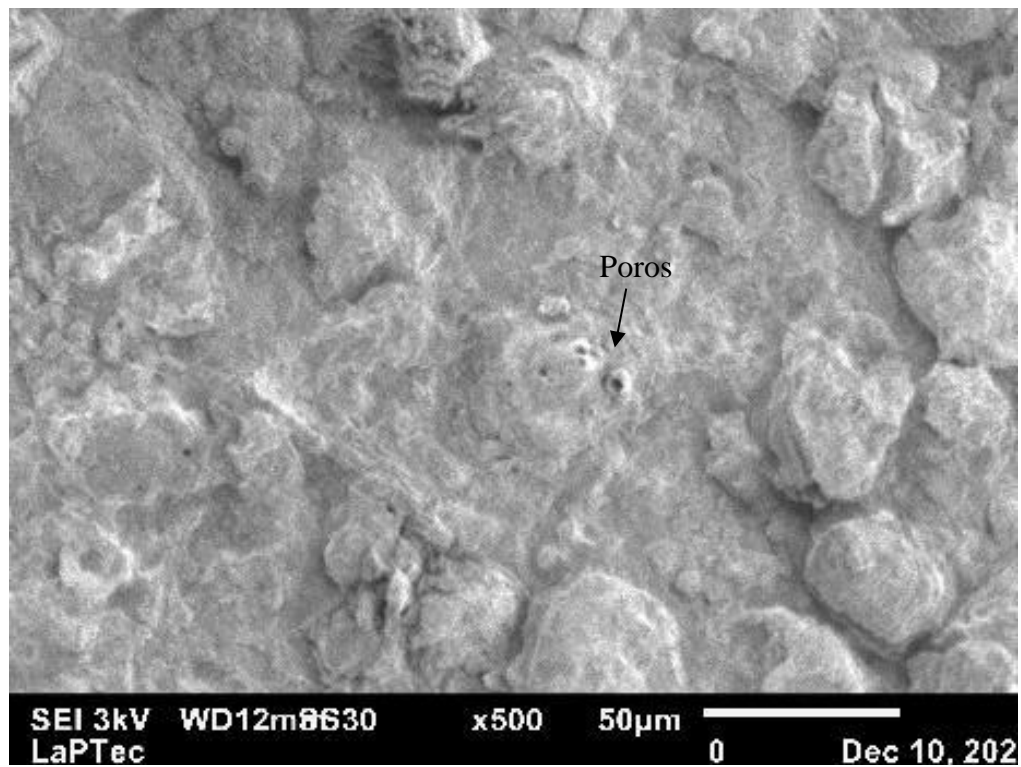
Tempo de deposição de 900 s

LC10(900)

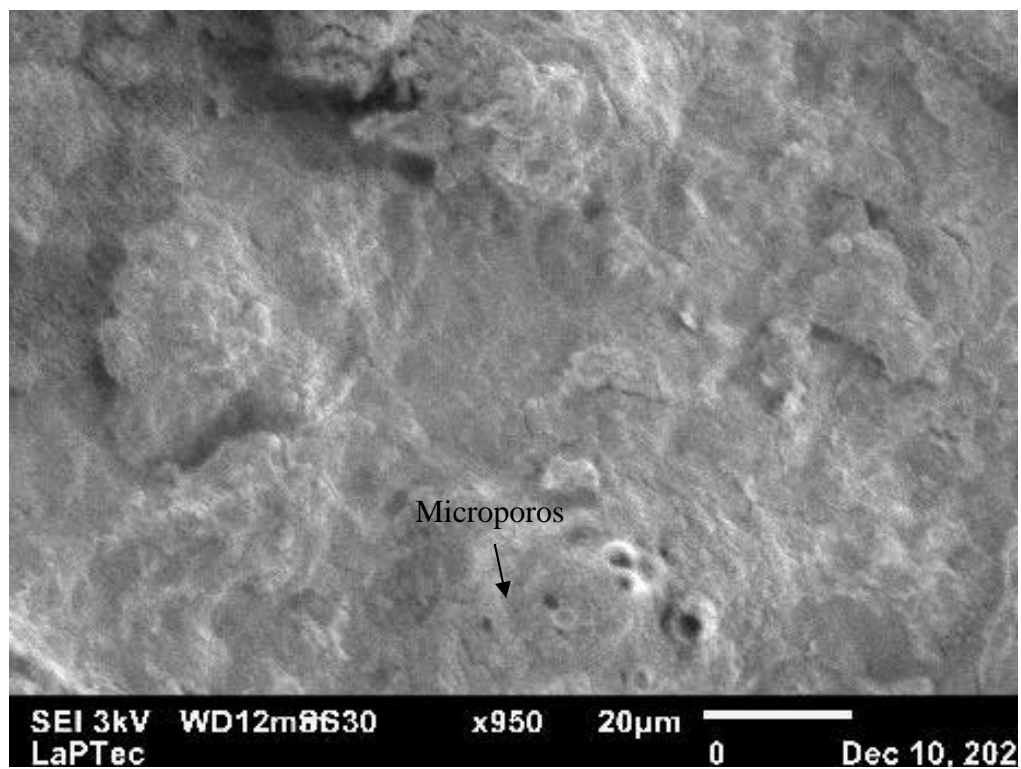
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Aumento de 950 x



Fonte: O autor (2020).

As imagens da Figura 45 apresentam estruturas semelhantes as deposições anteriores (5 g/L), porem com partículas soltas. Acima, observa-se camadas mais irregulares e com heterogeneidade. São observadas regiões com variedade granular, poros, micro poros, esferoides e panquecas.

A Tabela 56 apresenta o resultado de EDS para o revestimento de aço carbono e lama vermelha total.

Tabela 56 - Porcentagem atômica dos elementos encontrados nos revestimentos da lama vermelha (LC), por mapeamento, por EDS.

Elementos	LC5(300)	LC5(600)	LC5(900)	LC10(300)	LC10(600)	LC10(900)
C	6.50	5.80	5.41	10.22	9.63	9.28
O	28.87	28.67	29.14	48.94	48.70	48.67
Na	0.04	-	0.03	0.03	0.33	0.11
Mg	0.03	0.03	0.07	0.04	0.07	0.06
Al	0.85	0.04	2.60	1.12	4.32	2.77
Si	0.49	-	0.98	0.38	1.38	0.90
P	0.11	-	0.16	0.12	0.22	0.20
S	0.01	0.09	-	0.11	0.05	-
K	-	-	0.26	0.35	0.08	0.34
Ca	-	-	-	-	-	0.18
Mn	7.88	9.10	9.11	-	-	-
Fe	32.00	32.02	28.63	38.06	35.21	37.47

Fonte: O autor (2020).

A Tabela 57 apresenta os principais elementos químicos encontrados por EDS nos revestimentos.

Tabela 57 - Principais elementos químicos encontrados por EDS nos revestimentos.

Revestimentos	Características
LC5(300)	C, O, Na, Mg, Al, Si, P, S, Mn, Fe
LC5(600)	C, O, Mg, Al, S, Mn, Fe,
LC5(900)	C, O, Na, Mg, Al, Si, P, K, Mn, Fe
LC10(300)	C, O, Na, Mg, Al, Si, P, S, K, Fe
LC10(600)	C, O, Na, Mg, Al, Si, P, S, K, Fe, Sr
LC10(900)	C, O, Na, Mg, Al, Si, P, K, Fe, Zn

Fonte: O autor (2020).

O resultado da deposição em aço carbono mostra que uma boa parte do alumínio do resíduo é depositado no aço carbono. O que pode estar contribuindo para as estruturas cerâmicas que se observam nas imagens de MEV. Nos estudos anteriores (SOTTOVIA, 2015 e SOTTOVIA *et al.*, 2014), não era possível confirmar se a alumina que se formava era do material proveniente do próprio substrato (liga de alumínio) ou da solução eletrolítica, porém com essa análise por EDS parece se confirmar que pelo PEO, o alumínio presente na solução também se deposita compondo o revestimento cerâmico. (Tabela 57), uma vez que esta deposição está sendo feita em aço carbono.

Os elementos predominantes na deposição em liga de aço carbono são o oxigênio (que contribui na formação dos óxidos do revestimento), alumínio, ferro, carbono e silício. Isso é um bom indicativo, mostrando que são incorporados elementos presentes na solução eletrolítica.

Wenbin Yang *et al.*, 2017, estudou em seu trabalho a caracterização e as propriedades de revestimento de oxidação eletrolítica de plasma em aço de baixo carbono fabricado a partir de eletrólito de aluminato. Verificou que a morfologia da superfície do revestimento PEO em aço de baixo carbono apresentava microporos, trincas e estruturas semelhantes a vulcões. A maior parte da superfície estava coberta por protuberâncias fundidas compactas, resultantes de descargas de plasma. A ocorrência de descargas de plasma depende da espessura do revestimento PEO e dos defeitos estruturais do revestimento. A descarga intensa foi mais propícia à formação de microfissuras por estresse térmico produzido durante o rápido resfriamento do óxido fundido pelo eletrólito. Os poros com diâmetros em torno de 10 μm também foram atribuídos à descarga intensa. Com o aumento do tempo de tratamento, o tamanho médio do microporo aumenta um pouco, mas o número de microporos diminui muito, assim resultando na conversão da superfície de revestimento de solta para compacta.

Yunlong Wang *et al.*, 2009 estudou a preparação e as propriedades do revestimento cerâmico em aço carbono Q235 por oxidação eletrolítica de plasma. Esse estudo mostra que o revestimento cerâmico foi formado pelo efeito de combinação de reações químicas, reações termoquímicas e reações químicas de plasma. O mesmo parece ocorrer com a deposição de lama vermelha no substrato de aço carbono deste trabalho.

Saikiran A. *et al.*, 2019 estudaram em o efeito da composição do eletrólito na morfologia e resistência à corrosão de revestimentos de oxidação eletrolítica de plasma

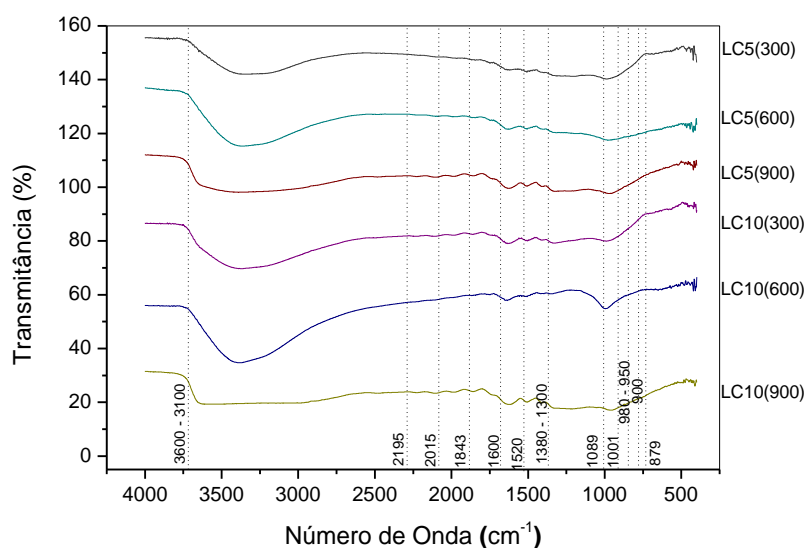
em aço aluminizado. Avaliaram a repercussão de várias misturas de eletrólitos (três eletrólitos diferentes com composições diferentes de metassilicato de sódio nona hidratado e hidróxido de potássio) na morfologia do revestimento, espessura e seu efeito combinado na resistência à corrosão do aço aluminizado. Esse estudo foi realizado no aço aluminizado comercialmente disponível com liga de Al-Si (cerca de 15% Si) e revestido sobre o aço livre intersticial de carbono ultrabaixo.

Concluiu que a morfologia da superfície das amostras revestidas com PEO apresentaram estrutura porosa com microfissuras, características típicas das amostras tratadas com PEO, que ocorrem devido à ejeção dos óxidos de metal fundido e da evolução do gás pelos canais de descarga formado durante o processo. Também identificou estruturas semelhantes a panquecas que são formadas devido à solidificação do óxido de metal fundido em torno dos canais de descarga durante a formação do revestimento.

5.4.2.b Espectroscopia de Infravermelho (FTIR)

O espectro de FTIR do revestimento foi analisado e é apresentado na Figura 46 e as bandas identificadas na Tabela 58.

Figura 46 - FTIR dos revestimentos de aço carbono AISI 1020 com lama vermelha total (LC).



Fonte: O autor (2019).

Tabela 58 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho.

Número de onda (cm⁻¹)	Identificação das bandas	Referência
3600 - 3100	Al-OH	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014
1600	O-H, C=O	
1520	C = C	JEZINI, 2015
1380 - 1300	C - O - H	
1089	C-OH C-O-C	PADILHA <i>et al.</i> , 2017
555	Fe-O	ANDRADE <i>et al.</i> , 2009
472	Fe-O	

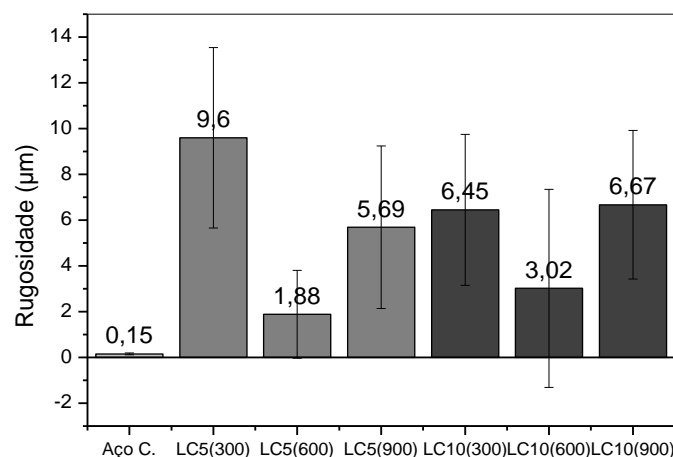
Fonte: O autor (2019).

As ligações de Al-OH em 3609 cm⁻¹ associadas a um hidróxido de alumínio (UNICAMP, 2015), reforçam a presença de compostos de alumínio no revestimento produzido. Não há bandas correspondente a Al-O, o que pode indicar que não haja formação de alumina nos revestimentos e, portanto, não se observam os pescoços característicos das imagens de MEV em substratos de alumínio. Isso pode ser uma indicação que os componentes da lama vermelha (que são hidróxidos de alumínio), apenas se depositem no aço sem alcançar a condição de fusão e formação de alumina. As ligações de O-H em 3520 cm⁻¹ podem estar associadas à umidade atmosférica, já as ligações de Fe-O em 555 e 472 cm⁻¹ podem ser atribuídas a hematita (ANDRADE *et al.*, 2009), que se deve formar devido ao material do substrato e do resíduo na solução eletrolítica

5.4.2.c Rugosidade

A medida da rugosidade dos revestimentos obtidos em superfícies de aço carbono, calculadas a partir da média dos valores de Ra, com o equipamento Perfilômetro são apresentados na Figura 47.

Figura 47 - Rugosidade dos substratos de aço carbono AISI 1020 e lama vermelha total (LC).



Fonte: O autor (2019).

Os resultados de rugosidade dos substratos de aço carbono 1020 e dos revestimentos, estão apresentados na Tabela 59.

Tabela 59 - Resumo – Rugosidade dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (LC).

RESUMO			
Grupo	Média	Desvio	Variância
Aço Carb.	0,15	± 0,04	0,001628
LC5(300)	9,60	± 3,94	15,57229
LC5(600)	1,88	± 1,92	3,695175
LC5(900)	5,69	± 3,55	12,62759
LC10(300)	6,45	± 3,30	10,92661
LC10(600)	3,02	± 4,33	18,77537
LC10(900)	6,24	± 3,25	1,231767

Fonte: O autor (2021).

Pelos resultados apresentados na Figura 47 e Tabela 59, a rugosidade de todas as deposições é maior do que a rugosidade do substrato polido, compatível com o que se observa nas micrografias (MEV).

Para verificar se os valores de rugosidade são diferentes para os revestimentos obtidos, foi feita uma análise estatística ANOVA. As Tabelas 101, 102, 103 e 104 no Apêndice C apresentam essa análise estatística (ANOVA). Os resultados indicaram que há pelo menos uma diferença significativa entre eles, pois, neste caso, o valor do $F_{\text{observado}}$

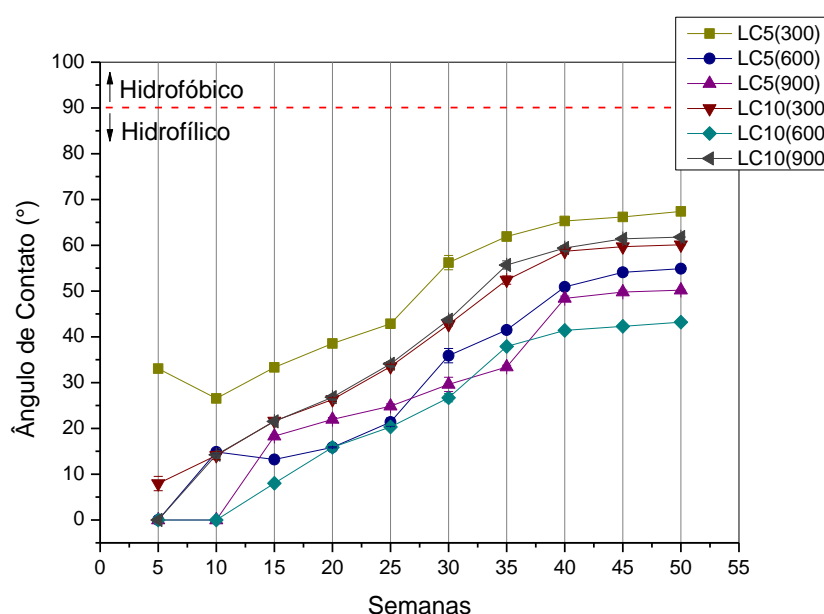
foi maior que o valor do $F_{\text{crítico}}$, como pode ser observado na Tabela 101 no Apêndice C, a rugosidade dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (5 g/L).

A Tabelas 105 no Apêndice C mostra os resultados do Teste de Tukey para a rugosidades dos substratos de aço carbono e dos revestimentos. Analisando-se a tabela verifica-se que há diferença significativa entre as médias. Comparando os valores dos revestimentos com o obtido para a superfície de aço carbono sem revestimento, nota-se que há diferença significativa entre os revestimentos LC5(300) e aço e entre LC5(600) e LC5(300) obtidos por PEO e ocorre aumento da rugosidade da superfície.

5.4.2.d Ângulo de contato

Os revestimentos obtidos por PEO foram analisados quanto a sua molhabilidade através da análise do ângulo de contato da água. O substrato de aço carbono (AISI 1020) foi caracterizado como sendo uma superfície hidrofílica (Ver item 5.2.5. deste trabalho). A Figura 48 apresenta a medida do ângulo de contato para o revestimento após cinquenta semanas de deposição.

Figura 48 - Medidas dos ângulos de contato dos revestimentos obtidos com lama vermelha total (LC) e aço carbono AISI 1020 nas concentrações de 5 g/L e 10 g/L.



Fonte: O autor (2021).

Quanto aos resultados dos revestimentos de aço carbono (Figura 48), ao longo das cinquenta semanas, nenhum dos revestimentos atingiu valor superior a 90°. O maior

ângulo obtido foi de aproximados $67,40^\circ$ para o revestimento LC5(300). Isso mostra que 50 semanas após a deposição de lama vermelha em aço carbono a superfície do revestimento continua hidrofílica.

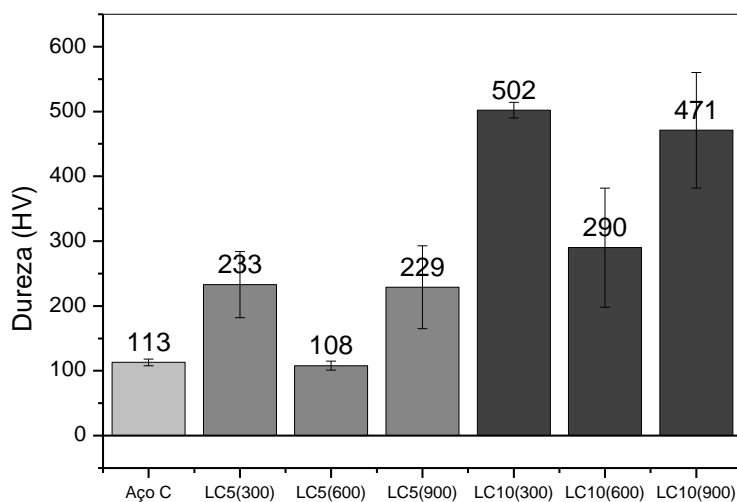
A composição química da solução eletrolítica de LC pode influenciar na molhabilidade, assim como a morfologia das superfícies. Nota-se que a deposição de LC apresentara diferentes morfologias no MEV.

A molhabilidade favorece o desgaste por oxidação podendo reduzir a vida útil do revestimento. E quanto a redução da rugosidade pode influenciar nos resultados de molhabilidade, afetando no aumento do ângulo de contato, contribuindo para a preservação do material (Luz *et al.*, 2008).

5.4.2.e Dureza dos revestimentos - Ensaio de microdureza Vickers

Os revestimentos foram submetidos ao teste de microdureza Vickers para verificar a dureza. A Figura 49 apresenta os resultados dos revestimentos com lama total (LC) para as diferentes condições de deposição de aço carbono 1020.

Figura 49 - Teste de dureza para revestimentos com lama vermelha total (LC) para as diferentes condições de deposição de aço carbono AISI 1020.



Fonte: O autor (2019).

Os resultados de dureza dos substratos de aço carbono e dos revestimentos, estão apresentados na Tabela 60.

Tabela 60 - Resumo – Dureza dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total LC

RESUMO			
Grupo	Média	Desvio	Variância
Aço Carb	110,66	± 5,00	46,33333
LC5(300)	233,33	± 51,00	2601,333
LC5(600)	118,00	± 7,00	499
LC5(900)	229,33	± 64,00	27020,33
LC10(300)	502,00	± 12,00	156
LC10(600)	290,00	± 92,00	85692
LC10(900)	471,66	± 89,00	11930,33

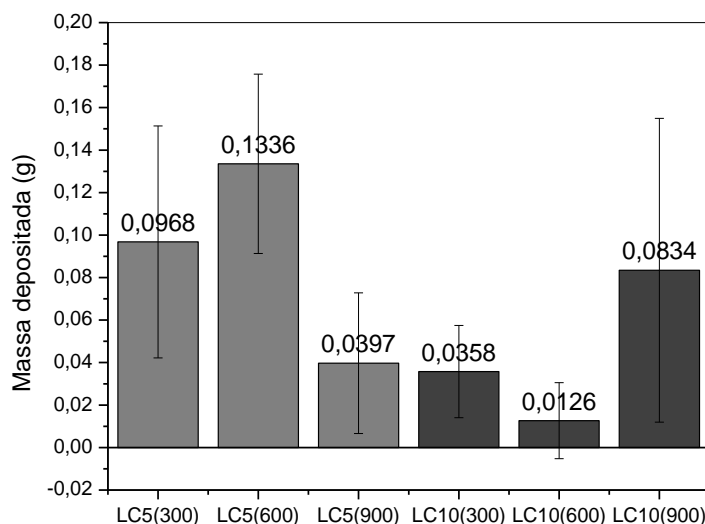
Fonte: O autor (2021).

As Tabelas 106, 107, 108 e 109 apresentam a análise estatística (ANOVA) desses resultados, a qual indicou que não há diferença significativa entre eles, pois, neste caso, o valor do $F_{\text{observado}}$ foi menor que o valor do $F_{\text{crítico}}$.

5.4.2.f Espessura

A alternativa para estimar a espessura dos revestimentos foi avaliar a diferença de massa do substrato antes e após o revestimento e esses resultados estão apresentados na Figura 50.

Figura 50 - Massa de recobrimento formada por lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de aço carbono AISI 1020.



Fonte: O autor (2020).

Os resultados de diferença de massa dos revestimentos estão apresentados na Tabela 61.

Tabela 61 - Resumo – Diferença de massa dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total LVT.

RESUMO			
Grupo	Média	Desvio	Variância
LC5(300)	7,78	± 0,09	0,00298
LC5(600)	7,81	± 0,13	0,001782
LC5(900)	7,72	± 0,03	0,001095
LC10(300)	7,72	± 0,03	0,000471
LC10(600)	7,69	± 0,01	0,00032
LC10(900)	7,76	± 0,08	0,005111

Fonte: O autor (2021).

A Tabela 110 no Apêndice C apresenta a análise estatística (ANOVA) desses resultados, a qual indicou que não há diferença significativa entre eles, pois, neste caso, o valor do $F_{\text{observado}}$ foi menor que o valor do $F_{\text{crítico}}$ e valor $-p > 0,05$.

A análise estatística (Tabela 110 no Apêndice C), mostra que não há diferença entre os valores obtidos para a diferença de massa de todos os revestimentos obtidos com o substrato de aço carbono. O valor médio das massas para essas deposições

é $(7,74 \pm 0,04)$ gramas (Tabela 61), o que mostra que independente da condição de deposição deve ocorrer uma saturação na deposição.

5.4.3 Revestimentos em aluzinco com lama vermelha total (LZ)

5.4.3.a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

A Figura 51 apresenta as imagens de MEV para o revestimento de aluzinco e lama vermelha total.

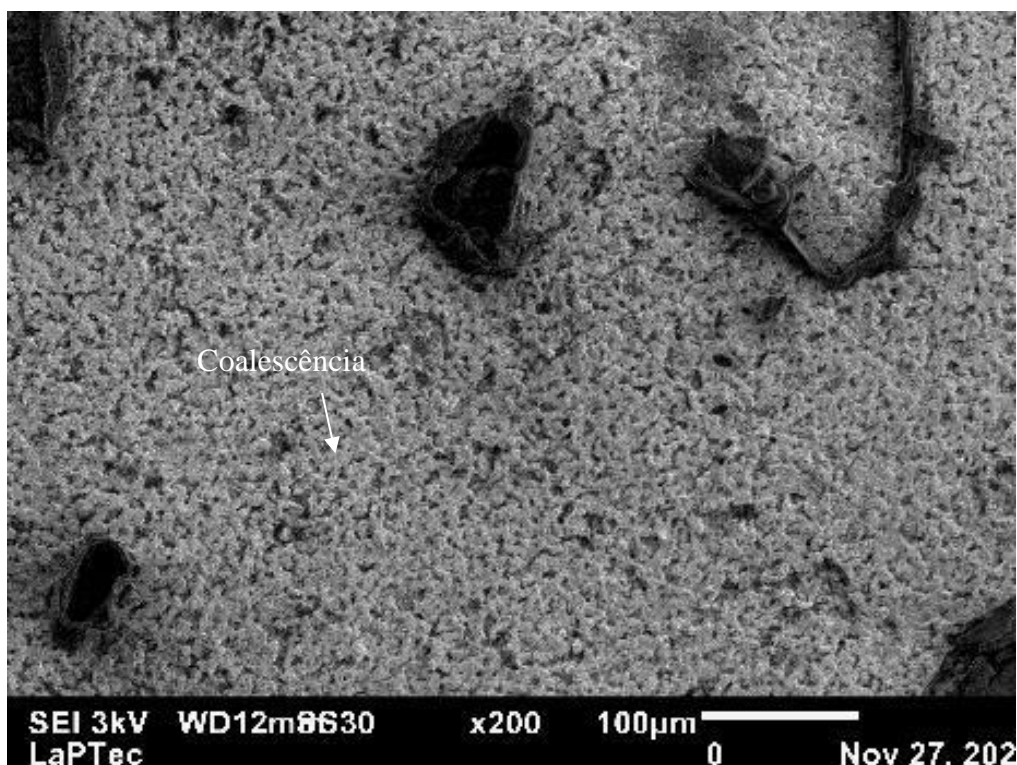
Figura 51 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando resíduo de lama vermelha na concentração de 5 g/L variando o tempo.

Lama Vermelha Total 5 g/L

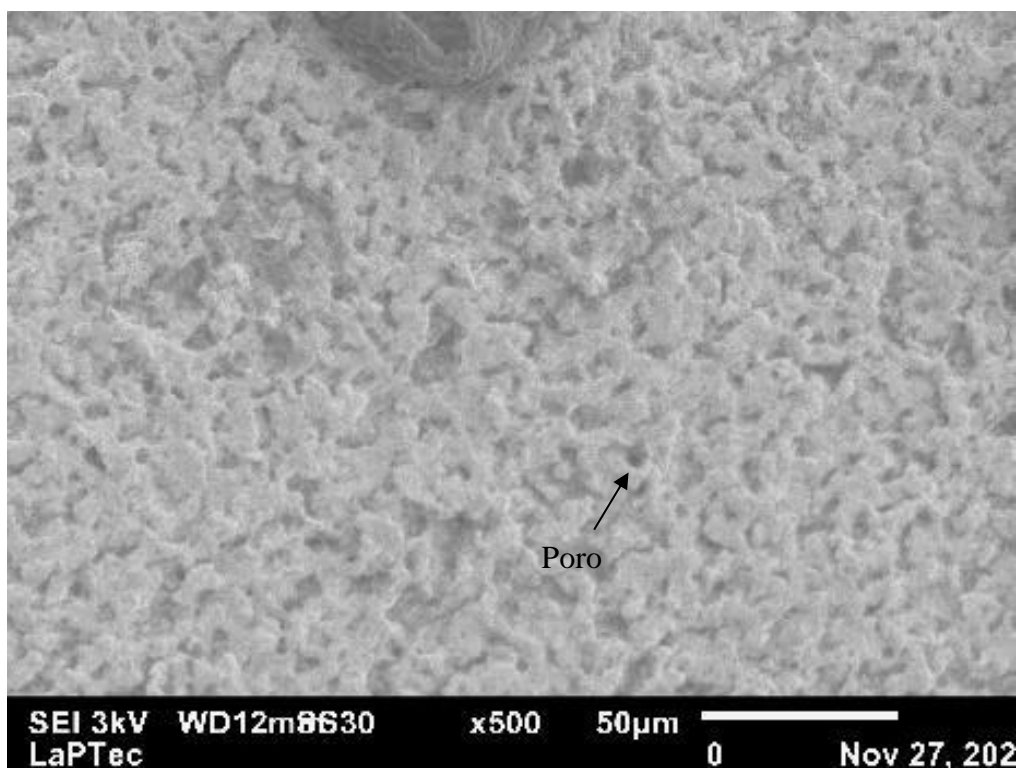
Tempo de deposição de 300 s

LZ5(300)

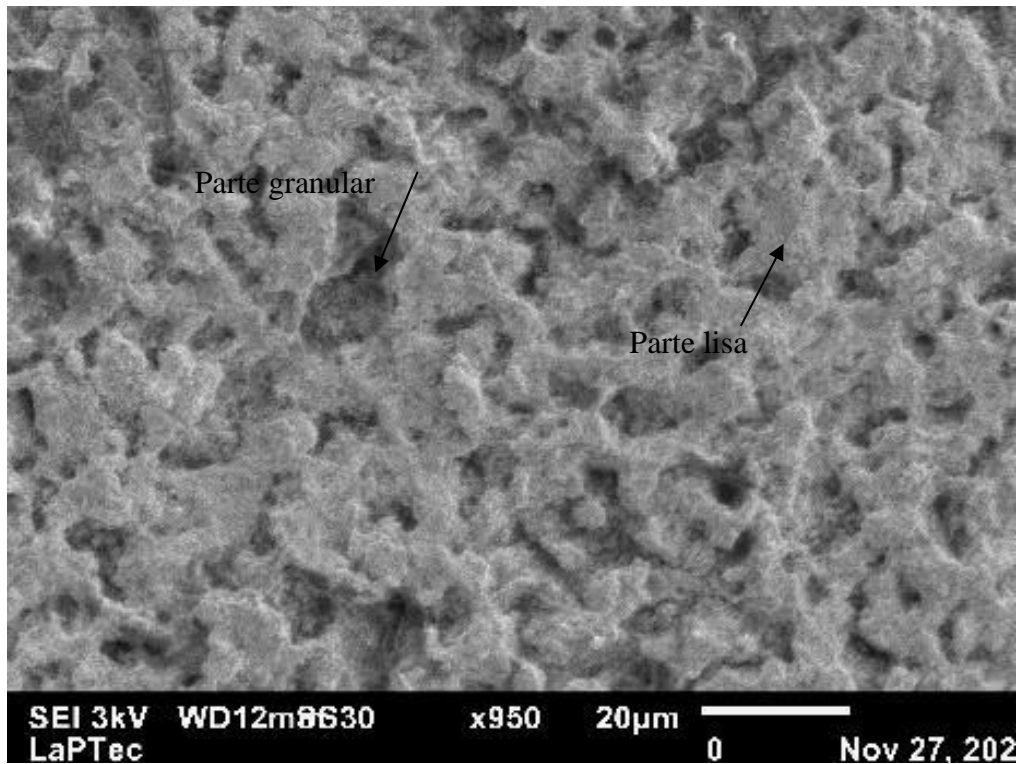
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Aumento de 950 x

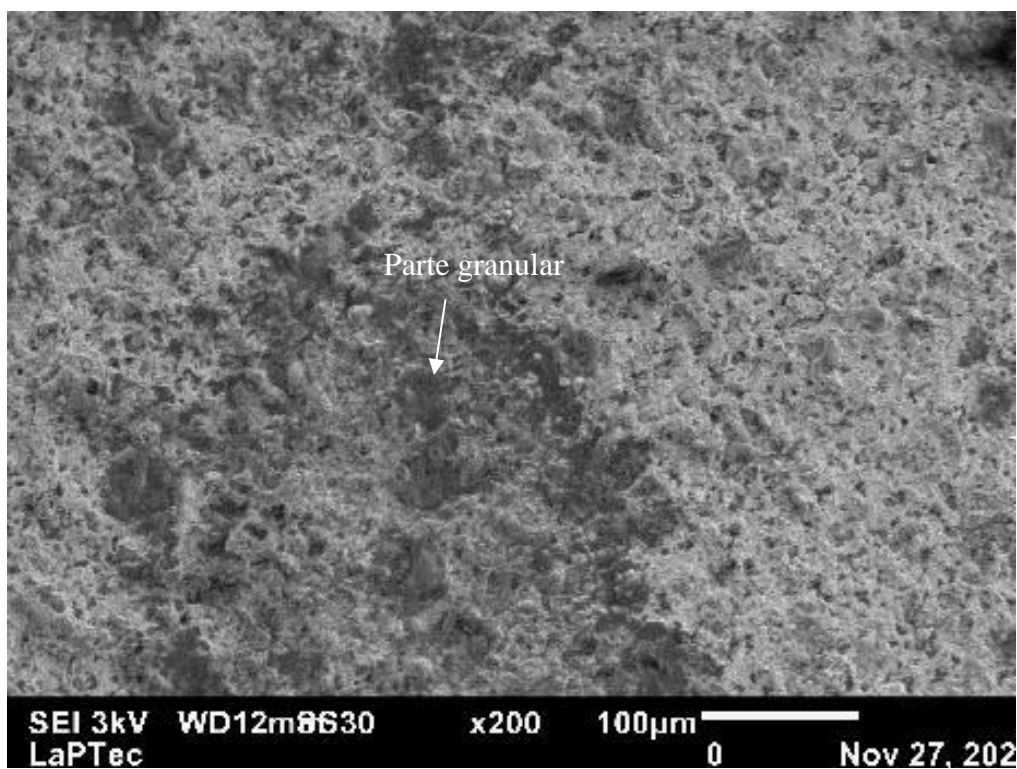


Lama Vermelha Total 5 g/L

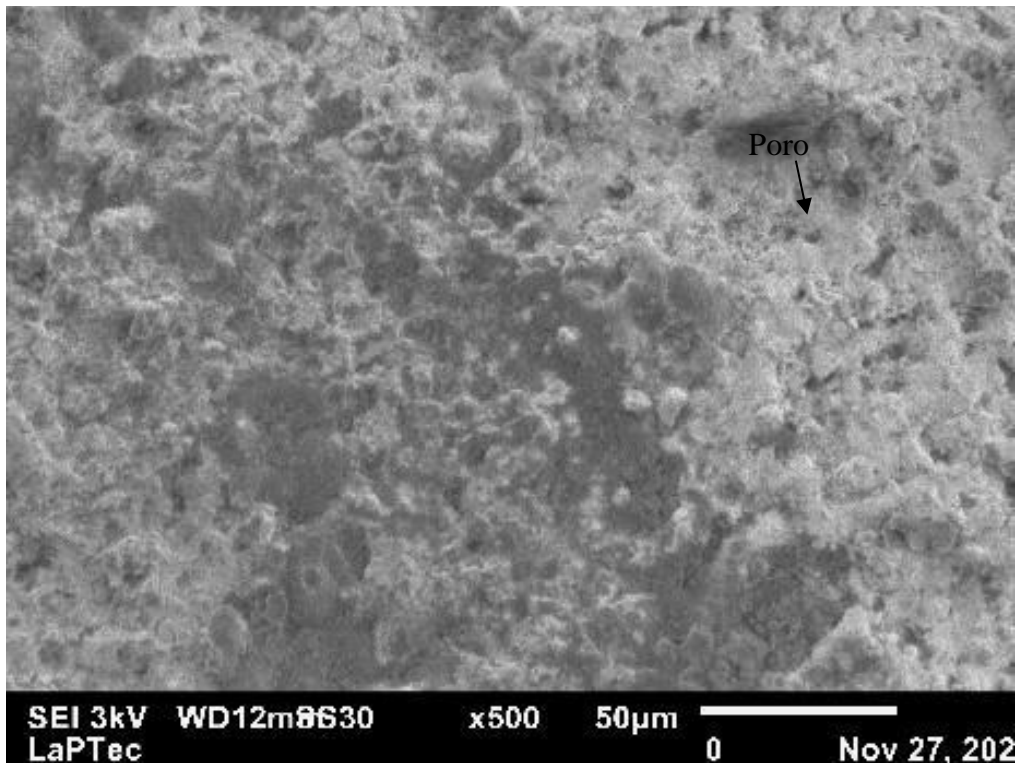
Tempo de deposição de 600 s

LZ5(600)

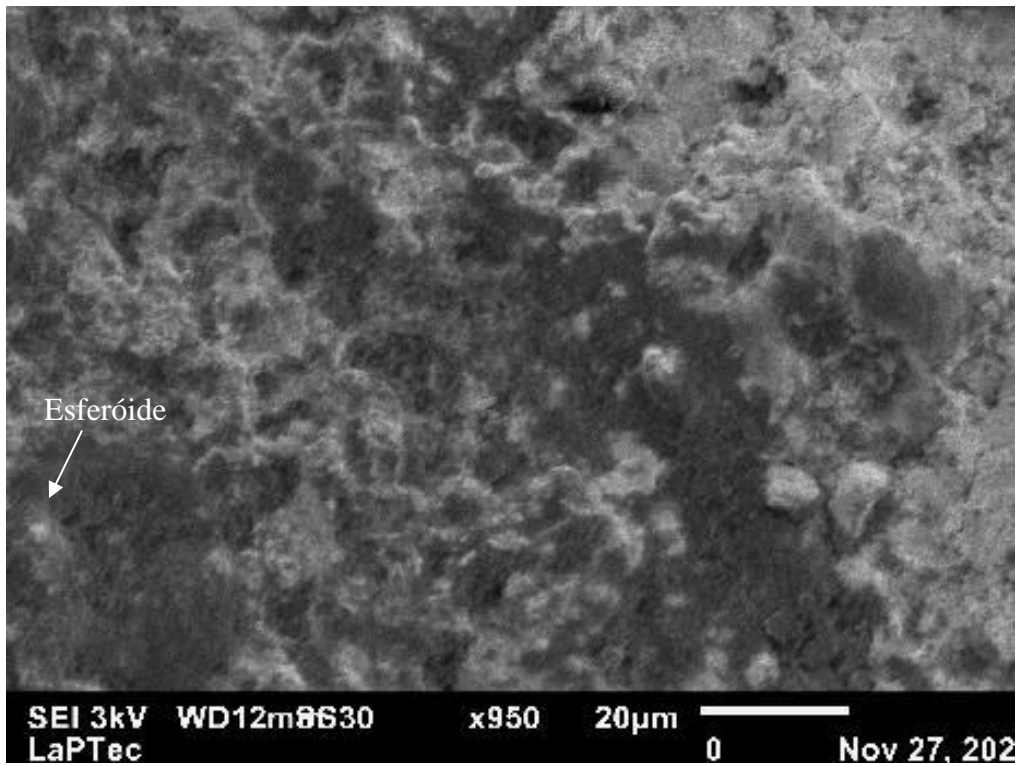
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Aumento de 950 x

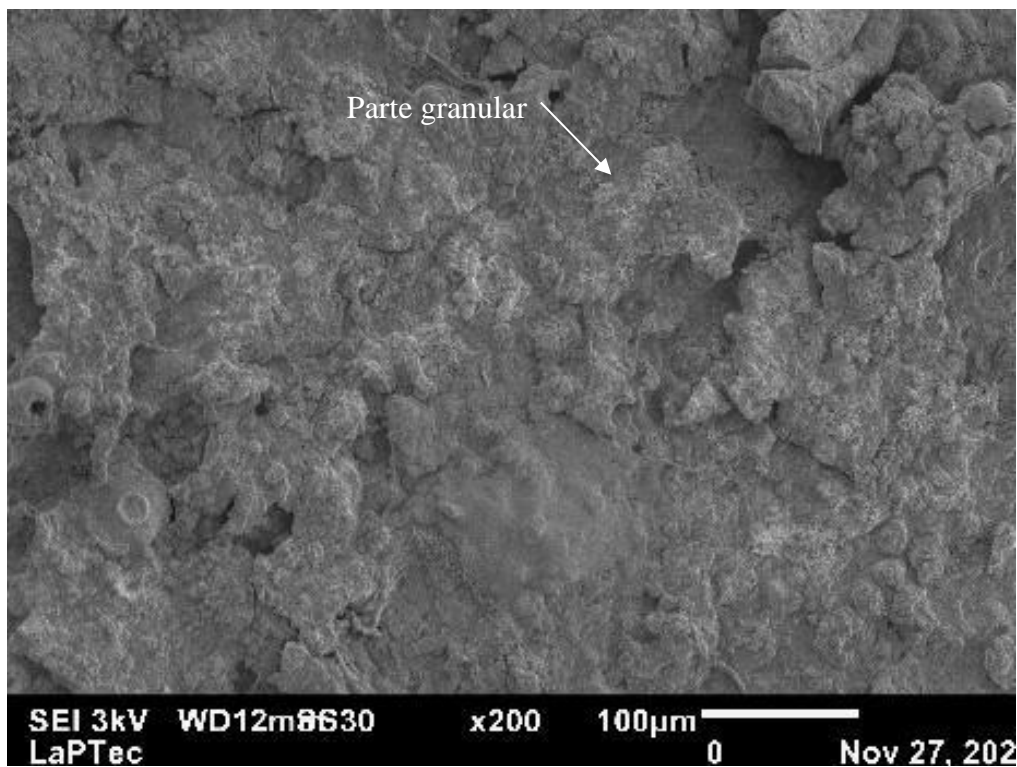


Lama Vermelha Total 5 g/L

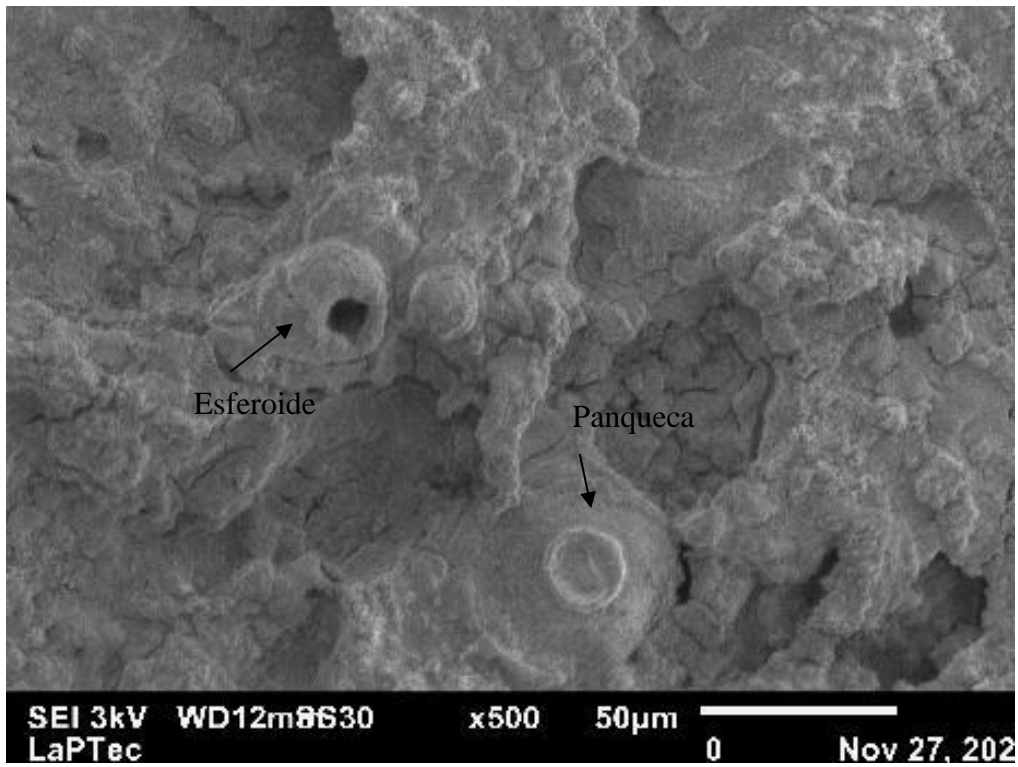
Tempo de deposição de 900 s

LZ5(900)

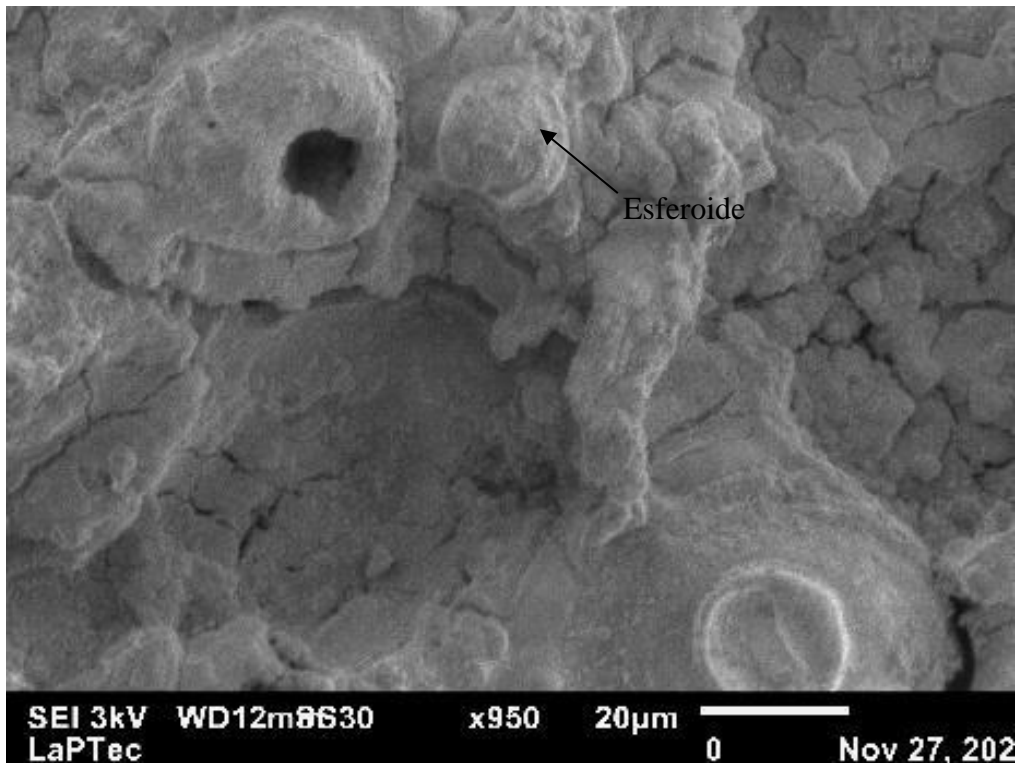
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Aumento de 950 x



Fonte: O autor (2020).

Observando-se a Figura 51 verifica-se na deposição LZ5(300) a presença de estruturas cerâmicas, coalescência e pouco poro. Pode-se observar que a coalescência que se forma não é tão intensa quanto no alumínio e por isso não se formam tantos poros.

Verificando-se o EDS na Tabela 62, observa-se as porcentagens de alumínio 0,48%, silício 0,23%, 4,67% para o ferro e 29,93% para zinco. Os elementos alumínio, silício e ferro são constituintes do resíduo de lama vermelha, já o zinco e o alumínio são elementos do substrato de aluzinco.

Para a deposição LZ5(600) observa-se no aumento de 950 vezes regiões mais escuras, podendo ser de regiões de diferentes profundidades ou outro material ou composto que se cristalizou de forma diferente.

Nas imagens de menores aumentos verifica-se estruturas bem ligadas, formando coalescência e muitos poros.

Verificando-se o EDS na Tabela 62, observa-se as porcentagens de alumínio 0,95%, silício 0,75%, 5,47% para o ferro e 26,99 para zinco.

Na deposição LZ5(900) observa-se imagens melhores, talvez por não ter tanta diferença de profundidade. Com o aumento do tempo de deposição aparecem mais rachaduras, mais defeitos na estrutura, observa-se poros e camada arenosa. Observou-se na Tabela 62 o valor da porcentagem atômica de 21,51% para o ferro, 1,92% para alumínio, 1,28 para silício e 8,39 para zinco.

A Figura 52 apresenta as imagens de MEV para o revestimento de aluzinco e 10g/L de lama vermelha total.

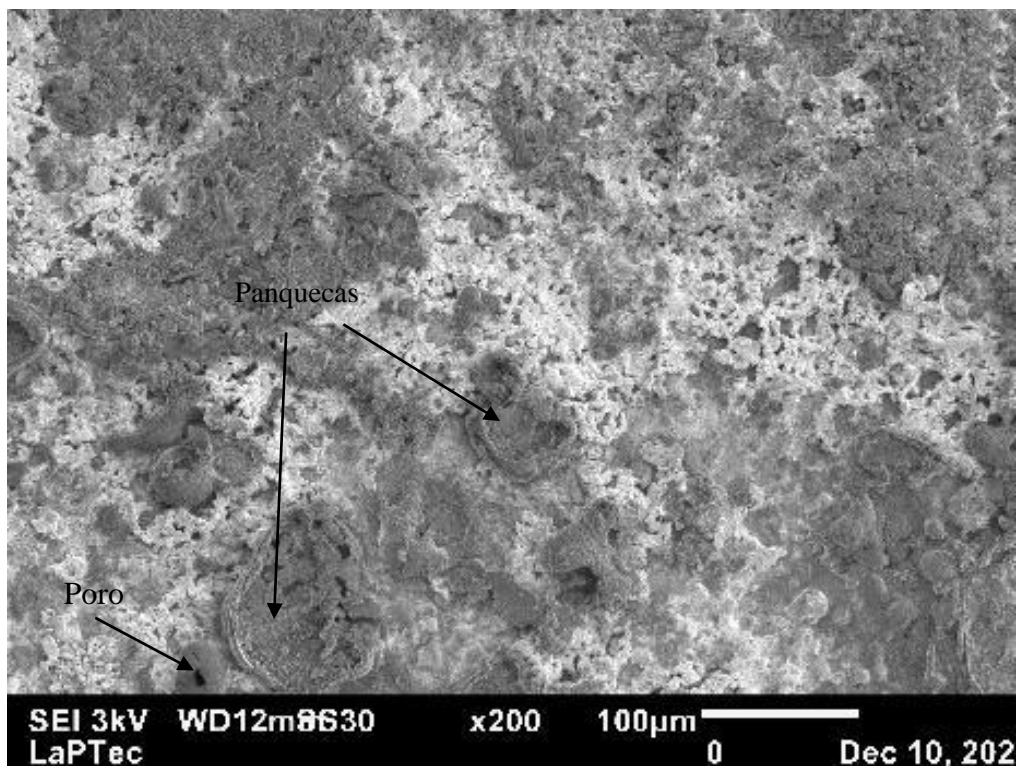
Figura 52 - Micrografias dos revestimentos produzidos por PEO utilizando resíduo de lama vermelha na concentração de 10 g/L variando o tempo.

Lama Vermelha Total 10 g/L

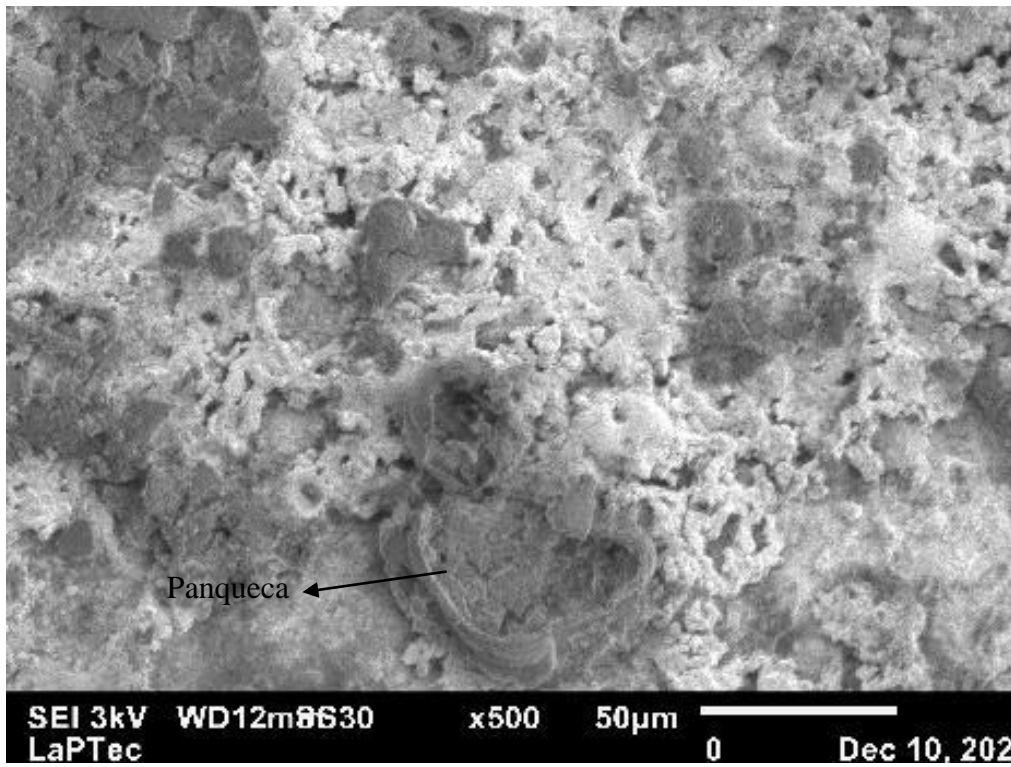
Tempo de deposição de 300 s

LZ10(300)

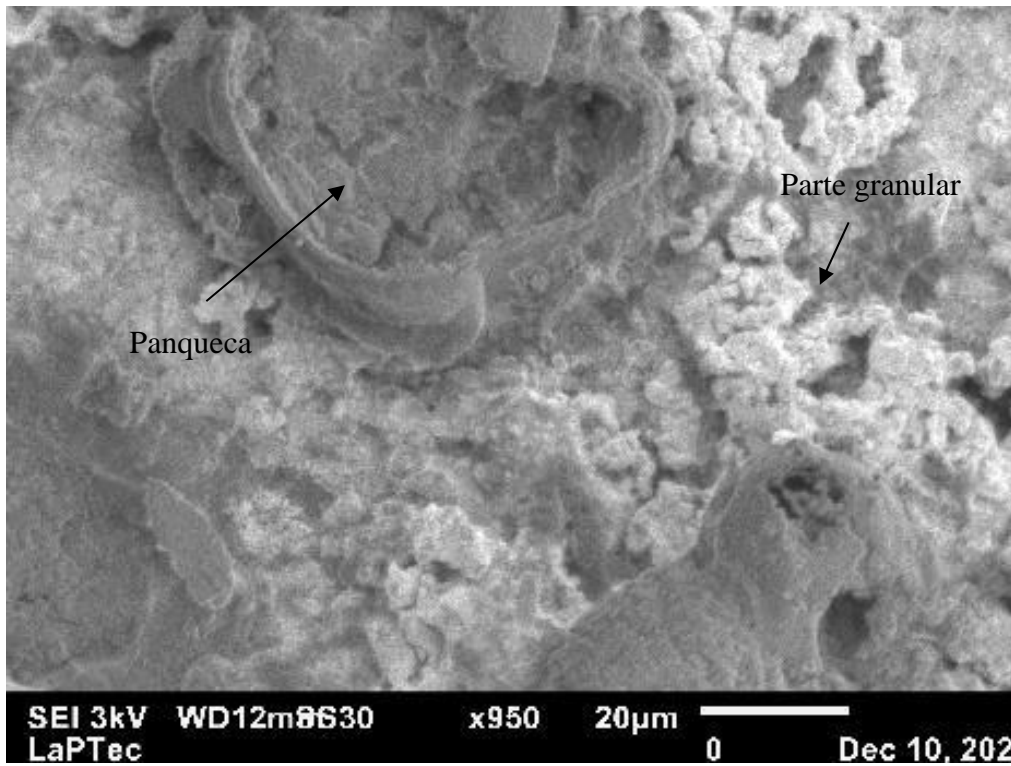
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Aumento de 950 x

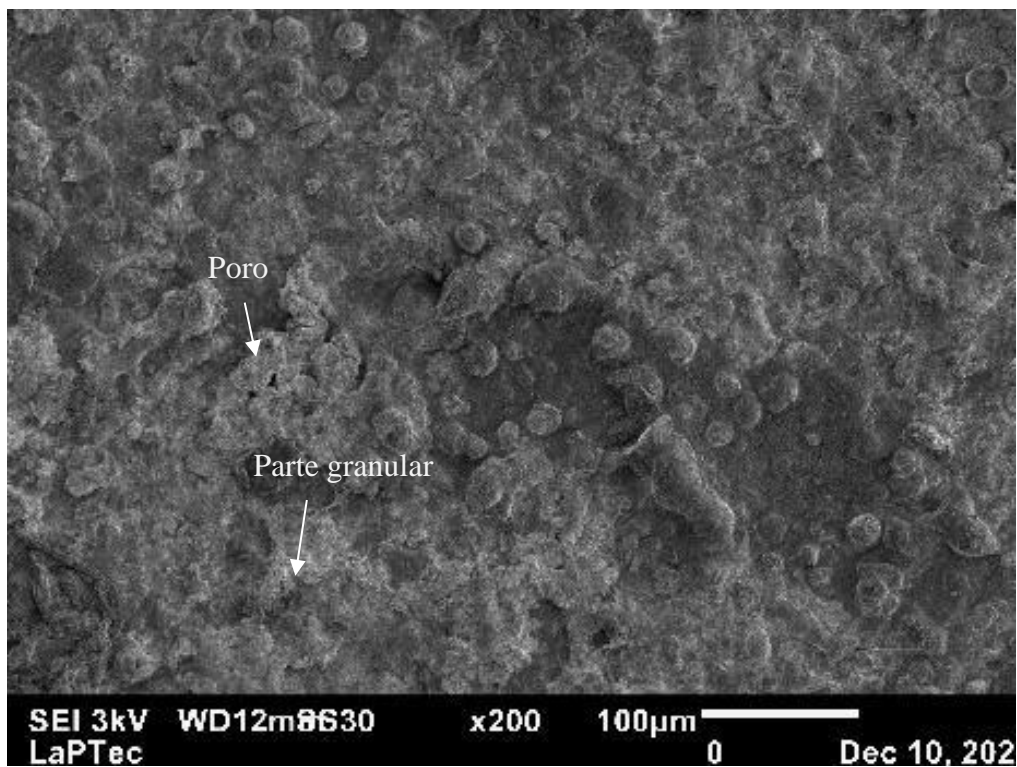


Lama Vermelha Total 10 g/L

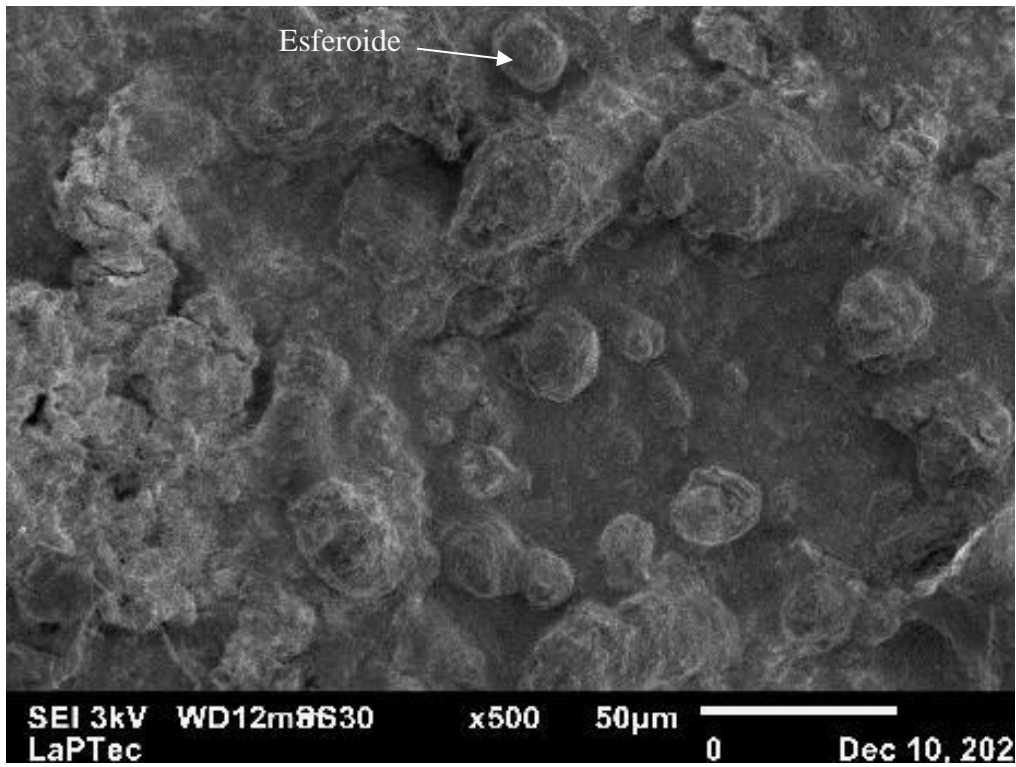
Tempo de deposição de 600 s

LZ10(600)

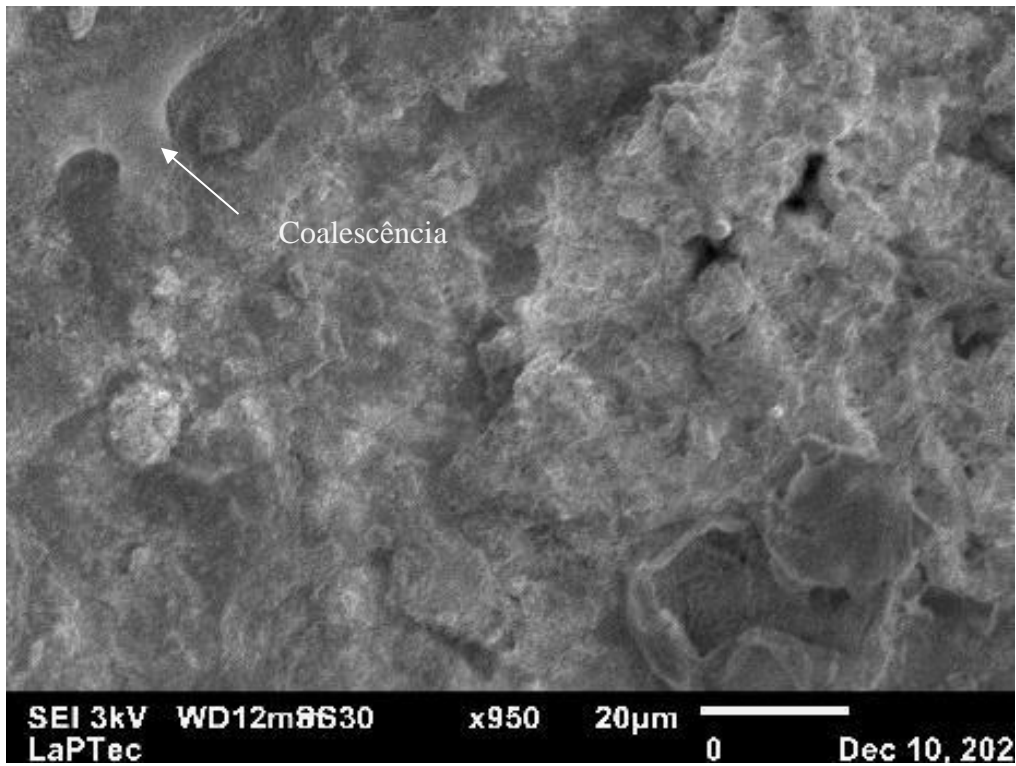
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Aumento de 950 x

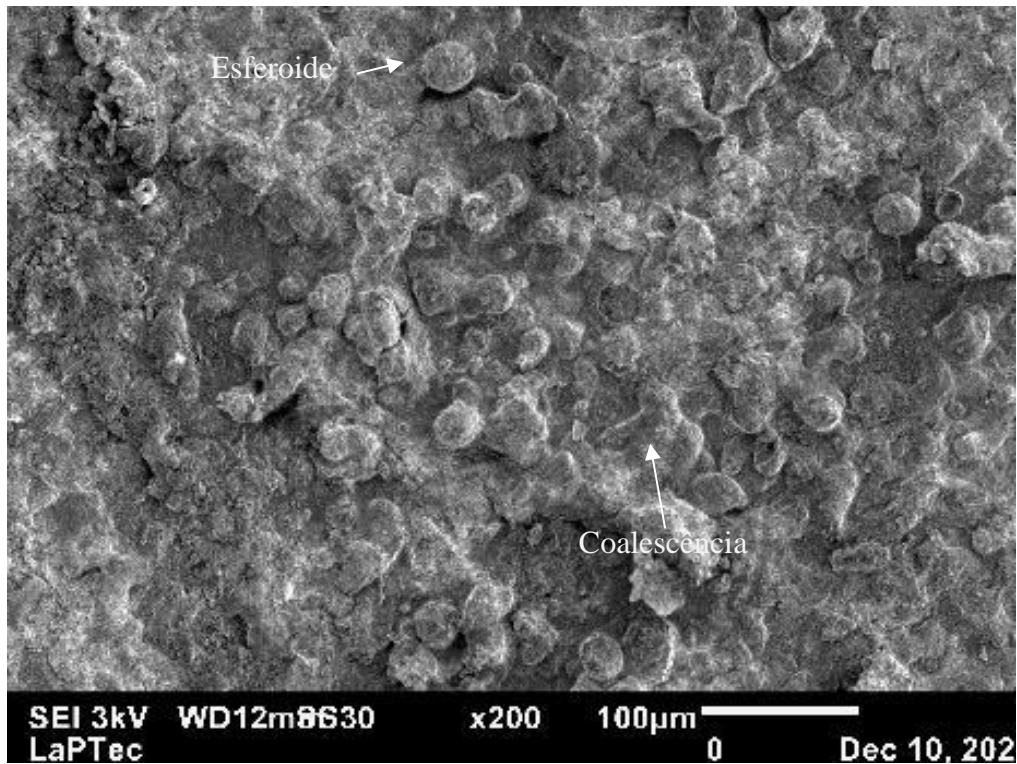


Lama Vermelha Total 10 g/L

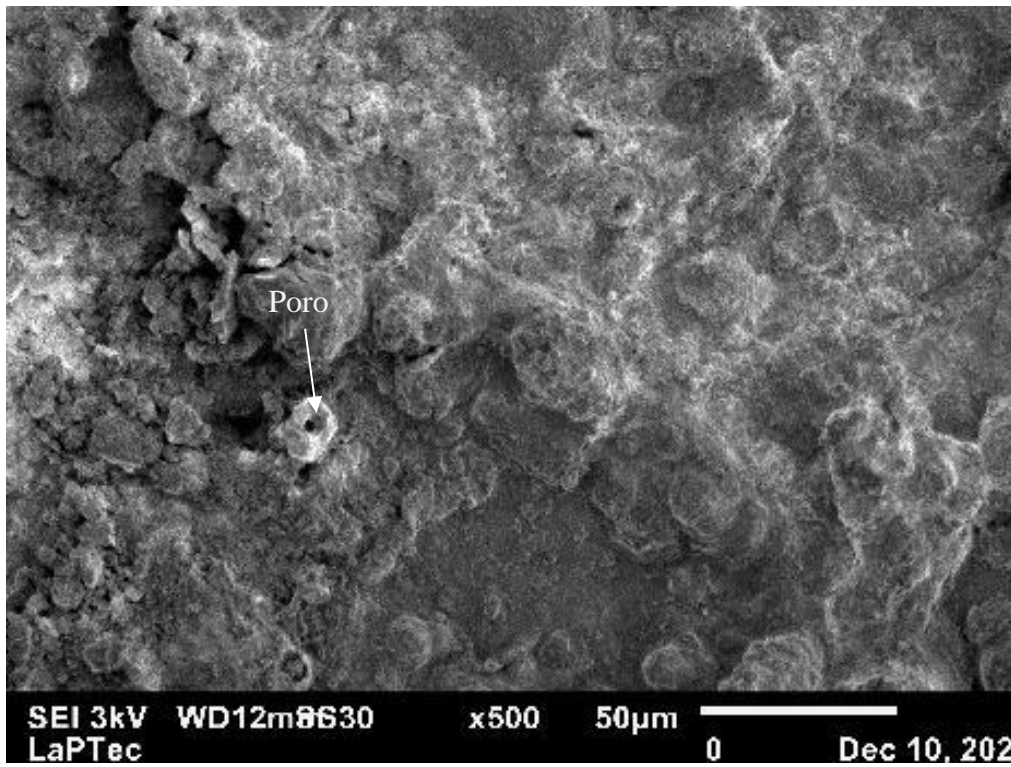
Tempo de deposição de 900 s

LZ10(900)

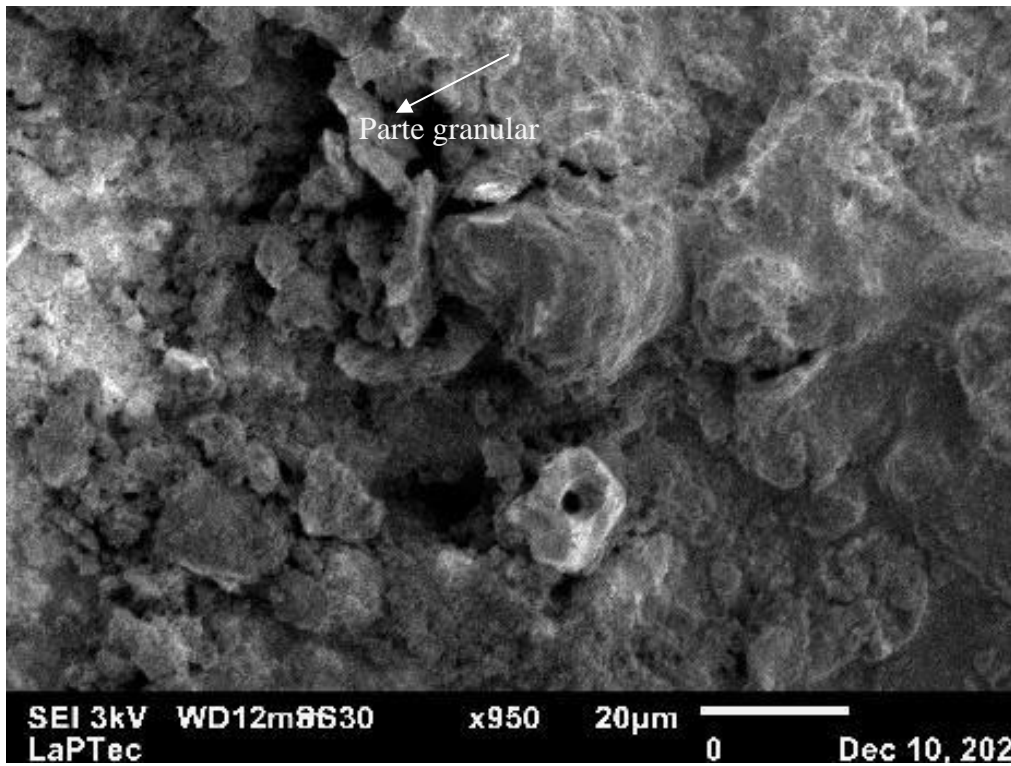
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Aumento de 950 x



Fonte: O autor (2020).

As imagens da Figura 52 apresentam estruturas diferentes das encontradas nas deposições dos revestimentos de resíduo em alumínio e aço carbono.

Acima, observa-se camadas mais irregulares e com heterogeneidade. São observadas regiões com variedade granular, panquecas, esferoides e algumas regiões de coalescência. As estruturas de pescoços aparecem pouco e desta forma parece não ocorrer espaços para aparecimento de poros, como na coalescência da deposição em substrato de alumínio. A morfologia dos revestimentos parece bem características de estruturas cerâmicas, indicando que o revestimento sugere a formação de material cerâmico, aderido à superfície metálica

A Tabela 62 apresenta o resultado de EDS para o revestimento de aluzinco e lama vermelha total.

Tabela 62 - Porcentagem atômica dos elementos encontrados nos revestimentos da lama vermelha (LZ), por mapeamento, por EDS.

Elementos	LZ5(300)	LZ5(600)	LZ5(900)	LZ10(300)	LZ10(600)	LZ10(600)
C	5.98	6.68	5.63	11.60	8.28	9.22
O	30.31	30.09	29.18	48.80	48.12	47.99
Mg	-	0.04	0.02	0.05	-	-
Al	0.48	0.95	1.92	1.64	2.91	3.31
Si	0.23	0.75	1.28	1.04	2.51	2.48
P	0.10	0.06	0.09	0.06	0.13	0.18
S	-	0.14	0.02	0.19	0.20	0.18
Cl	-	0.09	0.04	0.07	0.05	0.07
K	-	0.09	0.04	0.24	0.12	0.13
Ca	-	-	-	-	0.08	-
Mn	10.64	10.68	9.49	-	-	-
Fe	4.67	5.47	21.51	4.32	8.76	10.54
Zn	29.93	26.99	8.39	31.92	28.78	25.90

Fonte: O autor (2020).

Comparando-se os dados da Tabela 62 com os resultados de (WALLINDER, 2012; QIU, 2012) o substrato de aluzinco sem revestimento tem como composição média 55% Al, 43,5% Zn e 1,5% Si, e consiste de uma estrutura com três fases principais. Fina camada intermetálica quaternária constituída de Al, Zn, Fe e Si, entre o aço base e o

revestimento; Fase dendrítica rica em alumínio (cerca de 80% do volume), responsável pela resistência a corrosão; Fase interdendrítica rica em zinco. Os resultados da análise por EDS/MEV apresentam esses elementos como os principais, indicando que os elementos do substrato são predominantes nestas deposições. Já para o caso da identificação do manganês, pode-se concluir que este elemento pode estar vindo do substrato da aluzinco que é constituído por aço carbono (rico em Mn, C, P e S) em suas camadas.

A **Tabela 63** apresenta os principais elementos químicos encontrados por EDS nos revestimentos.

Tabela 63 - Principais elementos químicos encontrados por EDS nos revestimentos.

Revestimentos	Características
LZ5(300)	C, O, Al, Si, P, Cr, Mn, Fe, Zn, Sr
LZ5(600)	C, O, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Cr, Mn, Fe, Zn
LZ5(900)	C, O, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Cr, Mn, Fe, Zn
LZ10(300)	C, O, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Fe, Zn, Sr
LZ10(600)	C, O, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Fe, Zn, Sr
LZ10(900)	C, O, Al, Si, P, S, Cl, K, Fe, Zn

Fonte: O autor (2020).

Com base nos resultados da Tabela 37 do item 5.2.3 onde são apresentados os resultados de EDS da lama vermelha total e no item 5.2.3 Tabela 39 onde são apresentados os dados de EDS do substrato de aluzinco, pode-se observar que todos os revestimentos da Tabela 63 apresentam em sua composição alumínio e zinco, elementos que são componentes do substrato aluzinco. Os demais elementos (ferro, cálcio, potássio, magnésio, fosforo, enxofre, cloro, cromo e manganês) são encontrados na lama vermelha.

Arash Fattah-alhosseini *et al.*, 2020, observaram na etapa do procedimento de PEO que o Zn é derretido do substrato, vai para os canais de descarga e então reage com os constituintes da solução. Os produtos da reação são removidos dos canais de descarga ativos na superfície do revestimento onde eles se solidificam rapidamente enquanto estão em contato com o eletrólito tendo baixa temperatura. Simultaneamente, a deposição de produtos de reação nas paredes do canal de descarga acontece enquanto a descarga

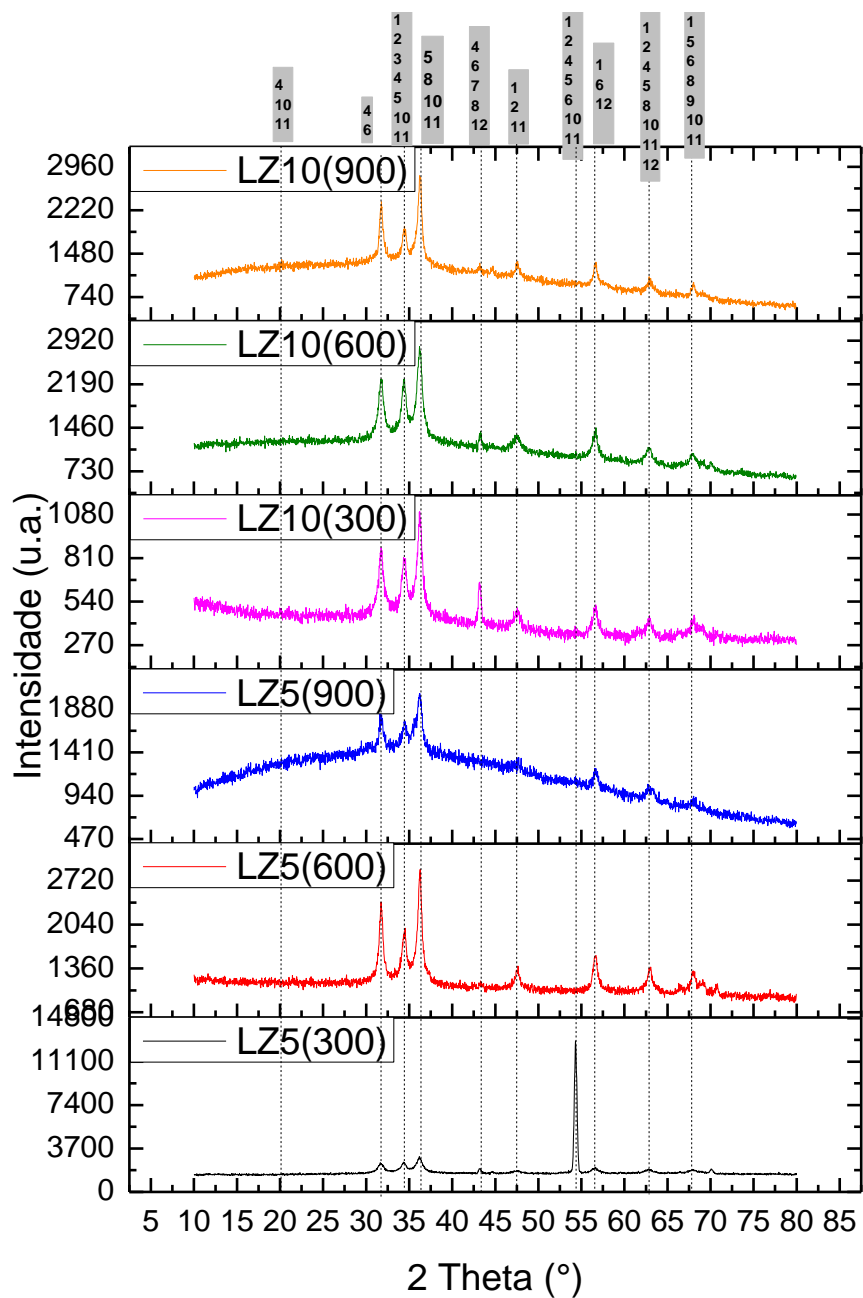
para e os canais começam a esfriar. Os resultados da análise de EDS dos revestimentos mostram que zinco, oxigênio e silício são componentes dos revestimentos.

Assim, pode-se concluir que os resultados do EDS estão de acordo com a literatura. O alumínio e o zinco, que são elementos do substrato aluzinco podem ser derretidos do substrato, vão para os canais de descarga e então reagem com os constituintes da solução. Os demais elementos (ferro, cálcio, potássio, magnésio, fosforo, enxofre, cloro, cromo e manganês) podem ser encontrados na lama vermelha.

5.4.3.b Difractometria de Raios X (DRX)

A Figura 53 apresenta as curvas de difração obtidos para as deposições por PEO utilizando aluzinco e lama vermelha total (LVT) na solução eletrolítica. Foram identificados os minerais encontrados através de números de 1 a 12, identificados nas Tabela 64. Pode-se observar a presença de picos cristalinos em todas as curvas de difração, mostrando que os revestimentos obtidos correspondem a estruturas cerâmicas cristalinas.

Figura 53 - Curvas de difração obtidas por DRX para Lama Vermelha Total (LVT) nas diferentes condições de deposição de aluzinco.



Fonte: O autor (2020).

Tabela 64 - Fichas e Minerais encontrados nos revestimentos obtidos por PEO com lama vermelha fração silte/argila (LVA) na solução eletrolítica.

Revestimento	Numeração da Ficha de identificação/Minerais	Legenda gráfico
LZ5(300)	[80-74] (ZnO) Óxido de Zinco	1
	[51-37] (Zn ₆ Al ₂ O ₉) Óxido de Zinco Alumínio	2
	[73-603] (Fe ₂ O ₃) Hematita Alpha	3
	[75-1609] (Fe ₃ O ₄) Magnetita	4
	[2-1165] (Fe ₂ O ₃) Óxido de Ferro Delta	5
	[75-278] (Al ₂ O ₃) Óxido de Alumínio	6
LZ5(600)	[3-1050] (Fe) Ferro	7
	[3-932] (Al) Alumínio	8
	[4-879] (Al ₂ O ₃) Óxido de Alumínio	6
	[8-87] (Fe ₃ O ₄) Óxido de Ferro	9
	[3-888] (ZnO) Óxido de Zinco	1
	[3-1033] (Al ₂ O ₃) Alumina Alpha	10
	[3-800] (Fe ₂ O ₃) Hematita Alpha	3
LZ5(900)	[3-1050] (Fe) Ferro	7
	[8-87] (Fe ₃ O ₄) Óxido de Ferro	9
	[1-1179] (Al) Alumínio	8
	[3-888] (ZnO) Óxido de Zinco	1
	[4-879] (Al ₂ O ₃) Óxido de Alumínio	6
	[3-1033] (Al ₂ O ₃) Alumina Alpha	10
	[2-919] (Fe ₂ O ₃) Hematita	11
	[75-921] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	12
LZ10(300)	[3-1050] (Fe) Ferro	7
	[8-87] (Fe ₃ O ₄) Óxido de Ferro	9
	[3-932] (Al) Alumínio	8
	[3-1033] (Al ₂ O ₃) Alumina Alpha	10
	[4-879] (Al ₂ O ₃) Óxido de Alumínio	6
	[49-1447] (Fe ₃ O ₄) Óxido de Ferro	9

	[50-741] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	12
	[11-614] (Fe ₃ O ₄) Magnetita	4
	[2-919] (Fe ₂ O ₃) Hematita	11
	[65-2880] (ZnO) Óxido de Zinco	1
LZ10(600)	[3-1050] (Fe) Ferro	7
	[8-87] (Fe ₃ O ₄) Óxido de Ferro	9
	[3-932] (Al) Alumínio	8
	[49-1447] (Fe ₃ O ₄) Óxido de Ferro	9
	[3-1033] (Al ₂ O ₃) Alumina Alpha	10
	[50-741] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	12
	[2-919] (Fe ₂ O ₃) Hematita	11
	[80-75] (ZnO) Óxido de Zinco	1
LZ10(900)	[3-1050] (Fe) Ferro	7
	[8-87] (Fe ₃ O ₄) Óxido de Ferro	9
	[3-932] (Al) Alumínio	8
	[3-1033] (Al ₂ O ₃) Alumina Alpha	10
	[4-879] (Al ₂ O ₃) Óxido de Alumínio	6
	[2-919] (Fe ₂ O ₃) Hematita	11
	[65-682] (ZnO) Óxido de Zinco	1
	[50-741] (Al ₂ O ₃) Alumina Gamma	12

Fonte: O autor (2018).

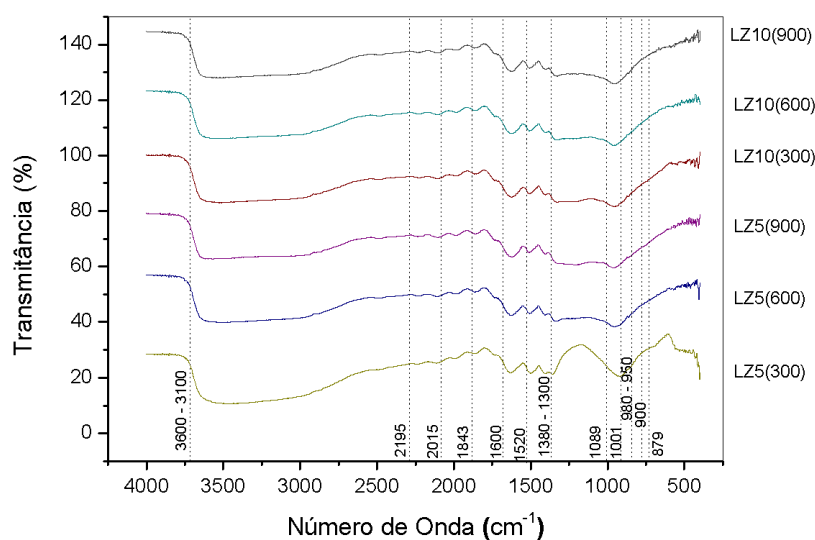
Arash Fattah-alhosseini *et al.*, 2020 estudaram a liga ZA27, utilizaram a técnica de PEO e obtiveram sucesso com um revestimento denso nesta liga por eletrólitos de aluminato, silicato e aluminato / borato. Obtiveram os padrões de DRX de camadas de óxido que foram formados após diferentes tempos de PEO, as camadas são cristalizadas e consistem principalmente de estrutura do tipo wurtzita de ZnO. Os revestimentos são compostos principalmente de Al₂O₃, ZnAl₂O₄ e CuAlO₂. Além disso, os picos de difração relacionados ao Zn₂SiO₄ são visíveis na forma de camadas padrões de DRX em maior tempo de procedimento PEO. Em outra investigação, Yuan *et al.*, 2019, obtiveram os mesmos padrões de DRX de PEO de zinco em soluções de NaOH, seus resultados indicaram que as camadas consistem principalmente de ZnO.

Assim, pode-se concluir que os resultados de DRX estão de acordo com a literatura, foram identificados picos cristalinos de óxido de zinco. Observa-se que o resíduo de lama vermelha influenciou na produção de camada cerâmica e no aparecimento de aluminas.

5.4.3.c Espectroscopia de Infravermelho (FTIR)

O espectro de FTIR do revestimento foi analisado e é apresentado na Figura 54 e as bandas identificadas na Tabela 65.

Figura 54 - FTIR dos revestimentos de aluzinco com lama vermelha total (LVT).



Fonte: O autor (2019).

Tabela 65 - Atribuições das bandas identificadas nos espectros do infravermelho.

Número de onda (cm ⁻¹)	Identificação das bandas	Referência
3609	Al-O-H	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014
3520	O-H; Al-O-H	
1650 - 1470	C=O; O-H	
3110	ZnO	CRUZ, N. D. <i>et al.</i> , 2020
1160	O-H	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014
1745		

1518	ZnO	CRUZ, N. D. <i>et al.</i> , 2020
1311		
1222		
1080	O-H; Si-O; Si-Al-O	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014
980 - 950	Al-O; Si-O; Si-Al-O	SOTTOVIA <i>et al.</i> , 2014

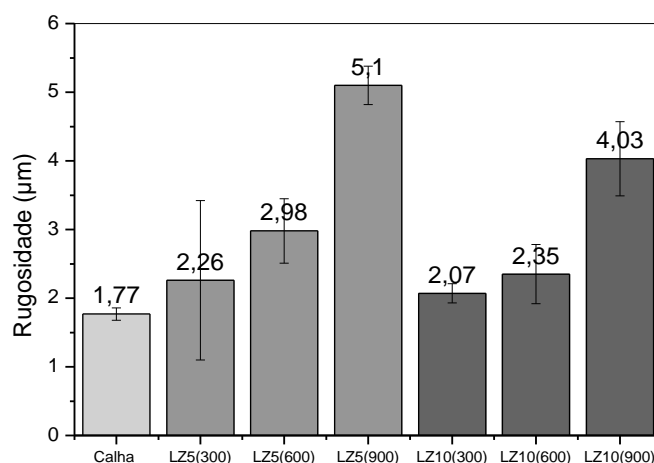
Fonte: O autor (2019).

Por meio dos resultados de FTIR, apresentados na Tabela 65, é possível observar as bandas vibracionais típicas do ZnO, nos picos, entre 1222 cm^{-1} , 1311 cm^{-1} , 1518 cm^{-1} , 1745 cm^{-1} , 3110 cm^{-1} . Sendo compatível com dados da literatura para a composição média do substrato de aluzinco: 55% Al, 43,5% Zn e 1,5% Si. (WALLINDER, 2012; QIU, 2012). Formam-se também óxidos de alumínio e silício. Nota-se na Tabela 65 que algumas bandas de Al-O são identificadas, que devem estar relacionadas as aluminas que se formam e que também foram identificadas por DRX. Assim, nota-se que esses resultados de FTIR são coerentes com os resultados do DRX.

5.4.3.d Rugosidade

A rugosidade dos revestimentos foi calculada a partir da média dos valores de Ra. A Figura 55 ilustra o teste de perfilometria para obtenção dos resultados de rugosidade para os doze revestimentos obtidos com aluzinco e lama vermelha total (LZ) na solução eletrolítica.

Figura 55 - Rugosidade (Ra) do substrato de aluzinco e revestimentos de lama vermelha total (LZ) nas diferentes condições de deposição.



Fonte: O autor (2019).

Os resultados de rugosidade dos substratos de aluzinco pura e dos revestimentos, estão apresentados na Tabela 66.

Tabela 66 - Resumo - Rugosidade (μm) dos substratos de aluzinco com lama vermelha total LZ.

RESUMO			
Grupo	Média	Desvio	Variância
Aluzinco	1,77	± 0,09	0,008932
LZ5(300)	2,26	± 1,16	1,365823
LZ5(600)	2,98	± 0,47	0,225008
LZ5(900)	15,10	± 0,28	39,46547
LZ10(300)	2,07	± 0,14	0,020624
LZ10(600)	2,35	± 0,43	0,186989
LZ10(900)	4,03	± 0,54	0,29312

Fonte: O autor (2021).

As Tabelas 111, 113, 115 e 117 do Apêndice C apresentam as análises estatística (ANOVA) desses resultados, a qual indicou que há pelo menos uma diferença significativa entre eles, pois, neste caso, o valor do $F_{\text{observado}}$ foi maior que o valor do $F_{\text{crítico}}$.

As Tabelas 112, 114, 116 e 118 do Apêndice C mostram os resultados do Teste de Tukey para a rugosidades dos substratos de aluzinco e dos revestimentos. Analisando-se a tabela verifica-se que há diferença significativa entre as médias.

Observa-se na Figura 55 que a rugosidade aumenta de acordo com o aumento do tempo de deposição para os revestimentos depositados com a lama vermelha.

De acordo com as micrografias apresentadas no MEV, é possível relacionar que as maiores rugosidades são os que apresentam características de superfícies com diferentes camadas.

Pode-se observar que os revestimentos possuem maior rugosidade em relação a superfície de aluzinco sem revestimento (ver item 5.2.4, Tabela 40 deste trabalho).

Na Figura 55, com concentrações (5 g/L e 10 g/L) e tempo de 900 segundos, foram as que apresentaram maior rugosidade.

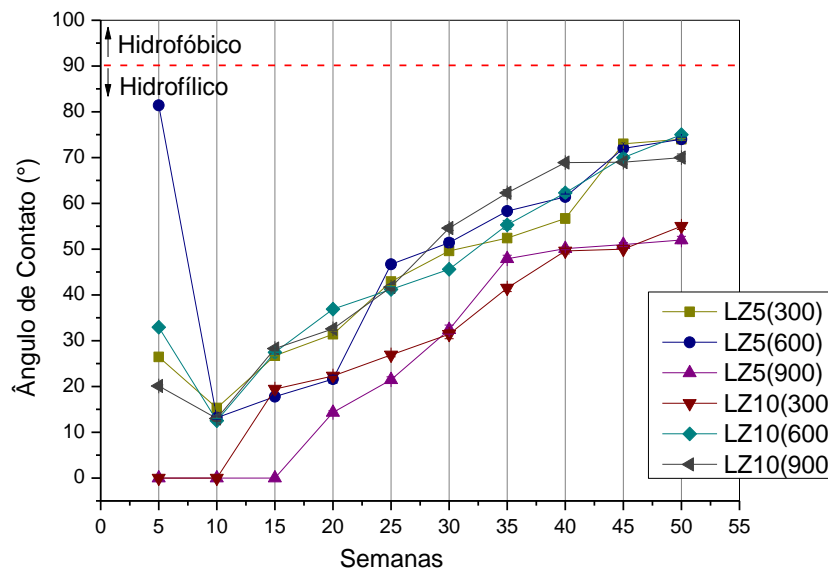
Nas micrografias do MEV é possível perceber uma maior heterogeneidade das superfícies, o que se pode relacionar com a maior rugosidade deste revestimento.

Em relação ao substrato sem deposição, a deposição de LZ 5 g/L faz aumentar a rugosidade dos revestimentos, o mesmo ocorre para os revestimentos LZ 10 g/L. Observa-se o aumento da rugosidade entre os revestimentos quando o tempo de deposição é alterado para 900 segundos.

5.4.3.e Ângulo de contato

Os revestimentos obtidos por PEO foram analisados quanto a sua molhabilidade através da análise do ângulo de contato da água. O substrato de aluzinco foi analisado, obtendo-se um ângulo de contato hidrofóbico. A Figura 56 mostra o ângulo medido para os seis revestimentos acompanhados durante 50 semanas.

Figura 56 - Medidas dos ângulos de contato dos revestimentos obtidos com lama vermelha total (LVT) e aluzinco nas concentrações de 5 g/L e 10 g/L.



Fonte: O autor (2021).

Após cinquenta semanas das deposições, foi realizada a décima medição do ângulo de contato dos revestimentos.

Esse aumento do ângulo de contato com o passar do tempo apresentado na Figura 56 pode ter como causa o fato do envelhecimento levar a secagem de água presente nos poros dos revestimentos. Os valores dos ângulos de contato da última medição ficaram em torno de 52° a 75°. São classificados como hidrofílicos, porém aumentam com o tempo, assim, futuras medidas podem ser realizadas, para verificação e se ocorreu estabilização e se tornou hidrofóbico.

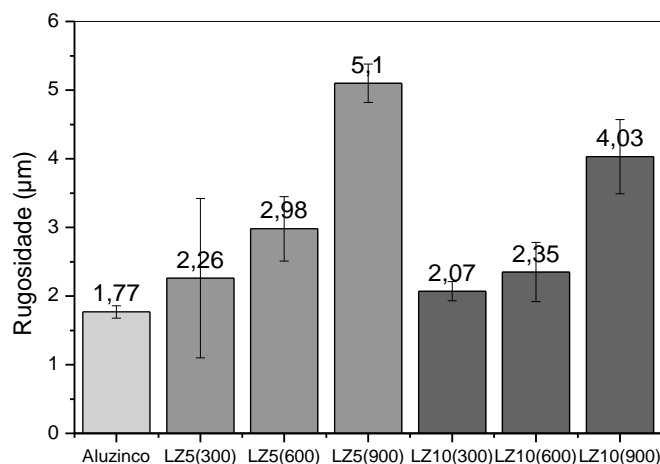
Ao se comparar o substrato sem revestimento, com ângulo de contato de $(92,54 \pm 5,95)$, classificado como hidrofóbico com os revestimentos formados após a deposição por PEO, verificou-se que os revestimentos se tornaram hidrofílicos.

Ao relacionar com o MEV, constata-se que são estruturas mais espaçadas entre si favorecendo a secagem do material.

5.4.3.f Dureza dos revestimentos - Ensaio de microdureza Vickers

Os revestimentos foram submetidos ao teste de microdureza Vickers. A Figura 57 apresenta os resultados dos revestimentos com lama total para as diferentes condições de deposição de aluzinco.

Figura 57 - Teste de dureza para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição em aluzinco.



Fonte: O autor (2019).

Os resultados de dureza dos substratos de aço carbono e dos revestimentos, estão apresentados na Tabela 67.

Tabela 67 - Resumo – Dureza dos substratos de aluzinco com lama vermelha total.

RESUMO			
Grupo	Média	Desvio	Variância
Aluzinco	261,33	± 102,00	10469,33
LZ5(300)	599,66	± 224,00	50565,33
LZ5(600)	320,33	± 80,00	6404,333
LZ5(900)	670,66	± 100,00	76360,33
LZ10(300)	482,33	± 198,00	35897,33
LZ10(600)	446,33	± 233,00	54629,33
LZ10(900)	469,33	± 126,00	15945,33

Fonte: O autor (2021).

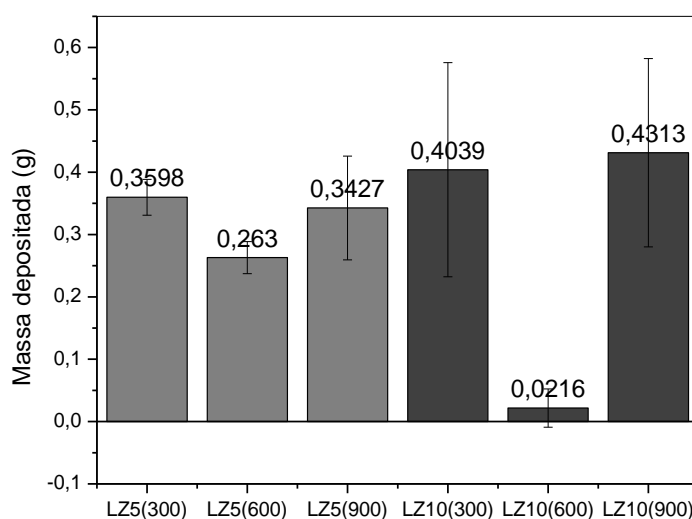
A Tabela 119 no Apêndice C apresenta a análise estatística (ANOVA) desses resultados, a qual indicou que não há diferença significativa entre eles, pois, neste caso, o valor do $F_{\text{observado}}$ foi menor que o valor do $F_{\text{crítico}}$ e valor $-p > 0,05$.

Observando-se os resultados da Figura 57, nota-se que os valores de dureza são todos iguais, pois não há diferença significativa entre elas na análise de estatística. Isso pode ocorrer pelo fato de que ao ocorrer deposição da lama vermelha no substrato de aluzinco, acontece a formação de aluminas, que são caracterizadas por possuírem alto valor de dureza.

5.4.3.g Espessura

A quantidade de revestimento formado na superfície das amostras foi obtida através do peso das mesmas antes e após a formação dos recobrimentos. Na Figura 58 é apresentado o resultado para as diferentes amostras estudadas.

Figura 58 - Massa de recobrimento formada por LVT para as diferentes condições de deposição de aluzinco.



Fonte: O autor (2020).

Observando-se a Figura 58, nota-se que o revestimento LZ10(600) apresenta o menor valor de massa formada. Pode ser um erro experimental, visto que os substratos de aluzinco foram cortados a mão com auxílio de uma tesoura própria para metais.

Os resultados de diferença de massa dos revestimentos estão apresentados na Tabela 68.

Tabela 68 - Resumo – Diferença de massa (g) dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (LVT).

RESUMO			
Grupo	Média	Desvio	Variância
LZ5(300)	2,81	± 0,35	0,000828
LZ5(600)	2,71	± 0,26	0,000662
LZ5(900)	2,79	± 0,34	0,006927
LZ10(300)	2,85	± 0,40	0,0295
LZ10(600)	2,47	± 0,02	0,000937
LZ10(900)	2,88	± 0,43	0,022812

Fonte: O autor (2021).

A Tabela 120 do Apêndice C apresenta a análise estatística (ANOVA) desses resultados, a qual indicou que não há diferença significativa entre eles, pois, neste caso, o valor do $F_{\text{observado}}$ foi menor que o valor do $F_{\text{crítico}}$ e valor $-p > 0,05$.

Pode-se observar que a deposição de PEO em substrato de aluzinco atinge a mesma deposição em massa, podendo estar ocorrendo alguma saturação, chegando a um ponto em que não é mais possível depositar material, independente do tempo de deposição ou da concentração da solução eletrolítica, apenas o que ocorre alteração são a estrutura morfológica do revestimento e talvez a composição.

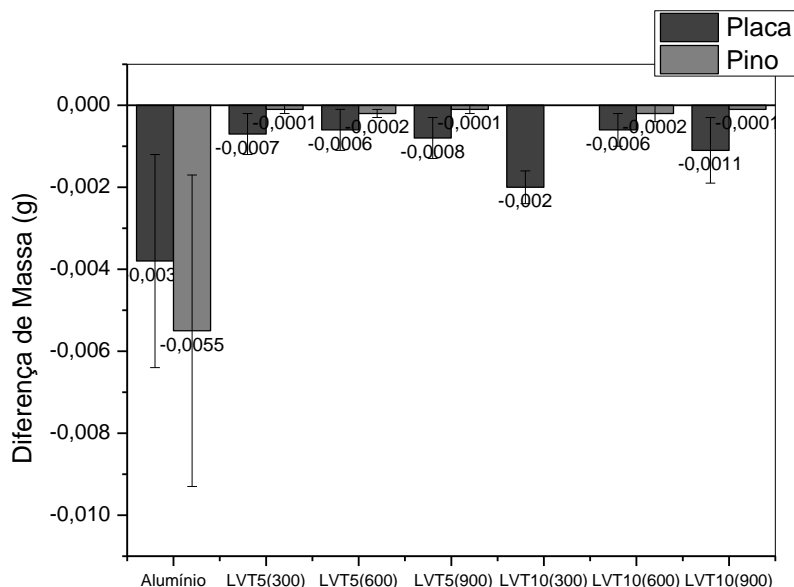
5.5 Estudo do desgaste mecânico dos revestimentos

Todos os revestimentos obtidos por PEO, bem como os substratos sem revestimento de alumínio 1200, aço carbono AISI 1020 e aluzinco foram submetidos ao teste de desgaste de pino-sobre-disco, para avaliar a resistência mecânica dos revestimentos obtidos. A seguir, esses resultados são apresentados separadamente para cada tipo de substrato utilizado.

5.5.1.a Revestimentos obtidos em substrato de Alumínio 1200

Para avaliar a resistência mecânica dos substratos sem e com revestimentos foram medidas as massas dos corpos de prova antes e após o ensaio. A variação de massa é representada nas Figuras 59 para os revestimentos obtidos com lama vermelha total (LVT) e Figura 60 para os revestimentos obtidos com lama vermelha fração silte/argila (LVA).

Figura 59 - Variação de massa dos revestimentos - Ensaio Pino Sobre Disco da Lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: O autor (2019).

Pode-se observar pelos resultados da Figura 59 que o desgaste da placa de alumínio sem revestimento é maior em relação a placa dos outros revestimentos. Nota-se que tanto o pino quanto os revestimentos sofrem desgaste como se observa pela perda de massa de ambos.

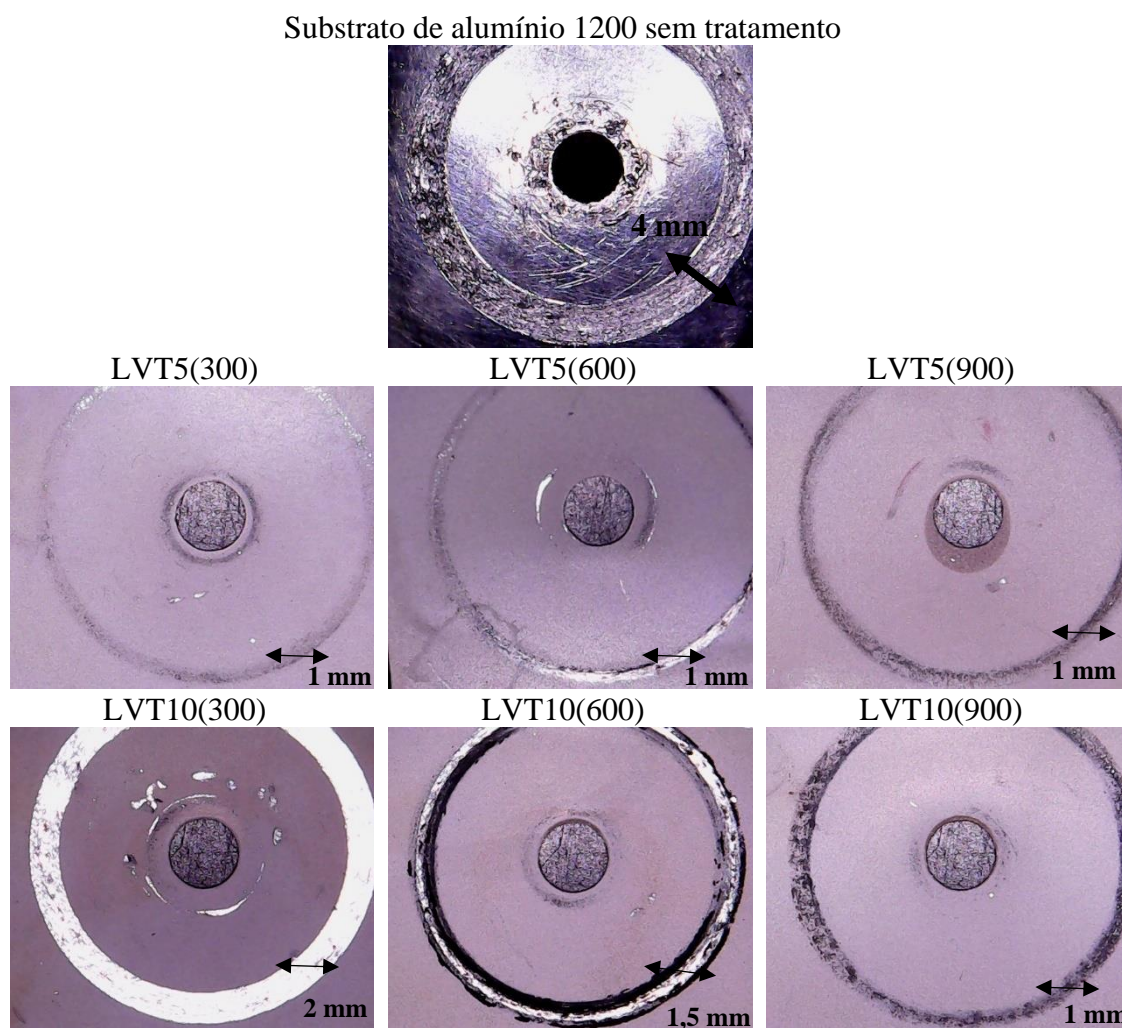
O pino praticamente em todas as avaliações dos revestimentos perdeu a mesma massa. Os revestimentos perdem mais massa em relação ao pino, demonstrando que a ação do pino provoca desgaste dos revestimentos. Os revestimentos que sofrem maior perda de massa são os revestimentos obtidos com maior concentração de lama vermelha na solução eletrolítica (LVT10). Observando-se as imagens de MEV (Figura 29 do Item 5.4.1.a) esses revestimentos apresentam regiões mais porosas e partículas mais soltas, ou seja, com menor aderência.

Já os revestimentos (LVT5) com menor concentração, perdem praticamente a mesma massa. Observa-se nas micrografias (Figura 28 do Item 5.4.1.a) a formação de pescoços, característicos da coalescência de materiais cerâmicos. Nos resultados de DRX observou-se formação de alumina, os revestimentos cerâmicos produzidos com alumina possuem grande potencial contra corrosão e resistência ao desgaste mecânico, de acordo

com Dehnavi *et al.*, (2013) e isso parece ser confirmado nos resultados de pino sobre disco.

A Figura 60 apresenta as imagens das placas do substrato de alumínio 1200 sem revestimento e dos revestimentos LVT submetidos ao teste de desgaste por pino sobre disco.

Figura 60 - Imagens dos revestimentos de LVT submetidos ao teste de desgaste por pino sobre disco.



Fonte: O autor (2020).

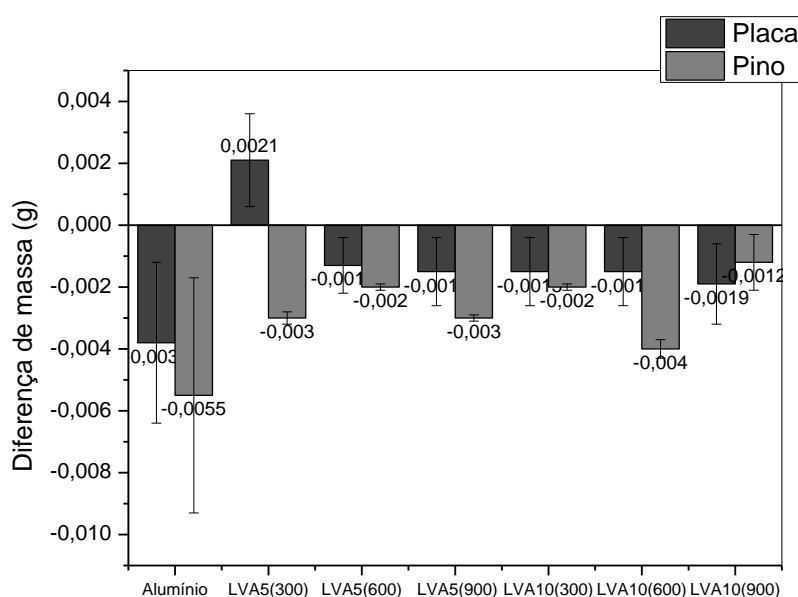
Observa-se na Figura 60 que a espessura do trilho de desgaste do substrato de alumínio 1200 sem revestimento foi maior (4 mm) em relação aos revestimentos.

Os revestimentos LVT10(300) e LVT10(600), com maior concentração de lama vermelha na deposição (10 g/L), apresentam maior traço de desgaste em relação aos demais revestimentos cerâmicos, expondo o substrato de alumínio.

Nos demais revestimentos se observa um leve traço de desgaste do revestimento cerâmico, sem afetar o substrato, mostrando-se mais protetivo.

A Figura 61 apresenta o gráfico da diferença de massa da lama vermelha fração silte/argila (LVA) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.

Figura 61 - Variação de massa dos revestimentos - Ensaio Pino Sobre Disco da Lama vermelha fração silte/argila (LVA) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: O autor (2019).

Na Figura 61 observa-se que o substrato de alumínio apresenta maior perda de massa em relação aos revestimentos. O desgaste do pino para o substrato de alumínio também é maior em comparação com os revestimentos.

Com relação a perda de massa dos revestimentos, o revestimento LVA10(900) apresenta o maior desgaste e o revestimento LVA5(300) apresenta o menor desgaste.

Pode-se observar que a perda de massa dos pinos é maior do que as massas dos revestimentos, esse fato parece demonstrar que os revestimentos são abrasivos e retiram massa do pino.

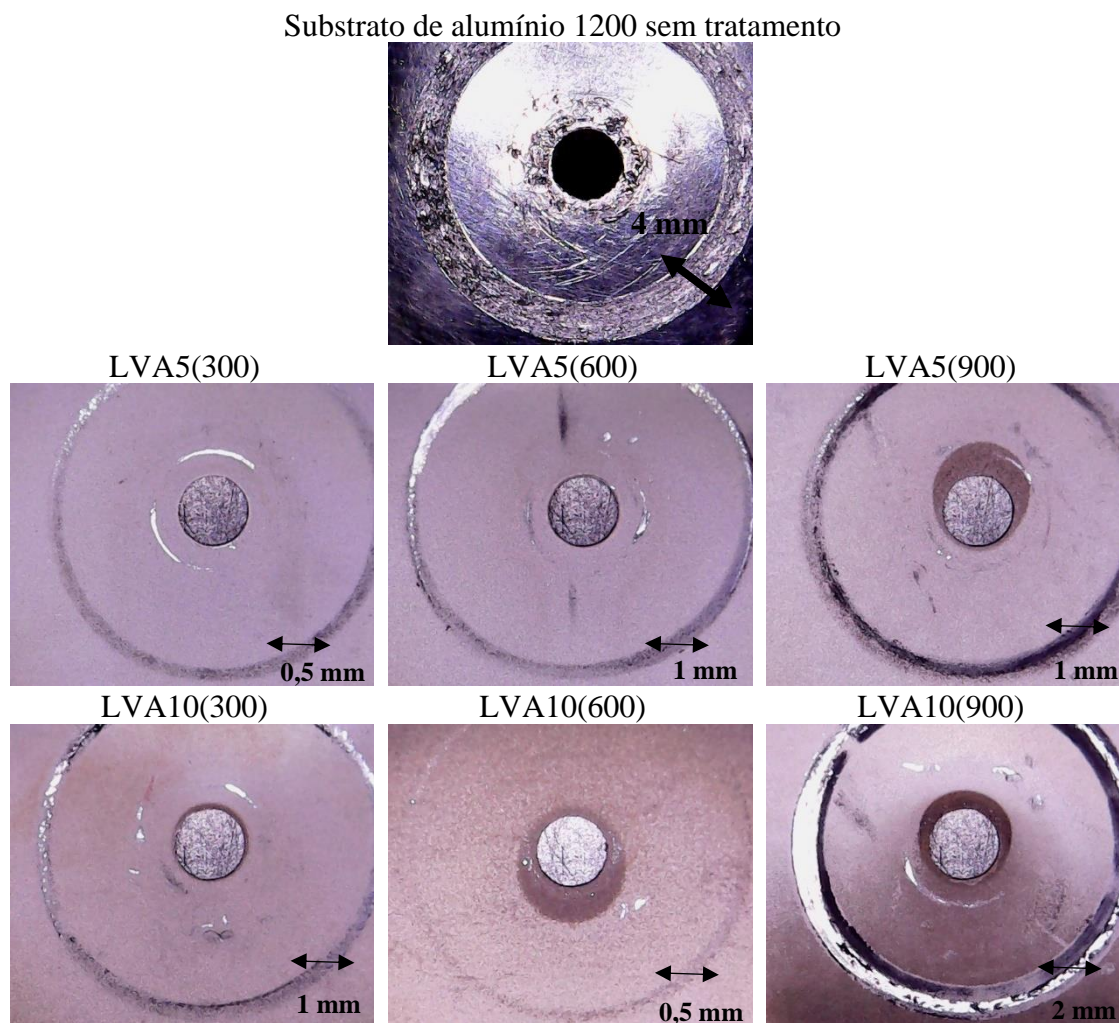
Nos resultados de MEV, que apresentam a morfologia dos revestimentos obtidos, observou-se que ao utilizar lama vermelha fração silte/argila (LVA) produziu-se superfícies com mais nódulos e coalescência ocasionando a formação de grandes poros

devido a junção dessas estruturas. Entretanto ao utilizar lama vermelha de maior granulometria (lama total LVT) surgiram áreas lisas. Essa diferenciação na morfologia parece demonstrar que o desgaste mecânico ocorre de forma diferente.

Portanto para aplicações que demandem revestimentos com menor desgaste mecânico, os revestimentos obtidos com lama vermelha total (LVT) podem ser a melhor opção. Os revestimentos obtidos com LVT possuem filmes mais grossos, de maior espessura e parecem desgastar menos. Já os revestimentos obtidos com LVA podem ser classificados como mais abrasivos, pois desgastam mais o pino.

A Figura 62 apresenta as imagens das placas do substrato de alumínio 1200 e dos revestimentos LVA submetidos ao teste de desgaste por pino sobre disco.

Figura 62 - Imagens dos revestimentos de LVA submetidos ao teste de desgaste por pino sobre disco.



Fonte: O autor (2020).

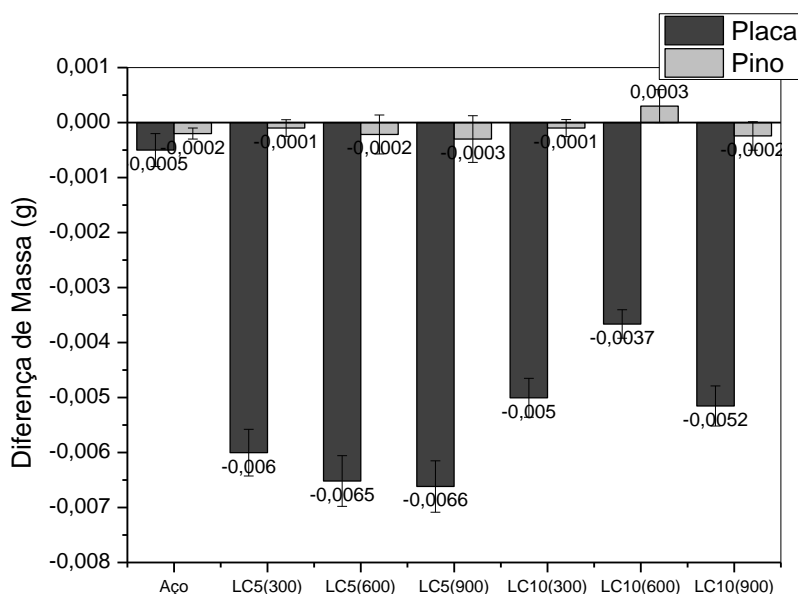
Pode-se observar na Figura 62 que o revestimento LVA10(900) apresenta a espessura do traço do desgaste com maior valor (2 mm), sendo possível visualizar o substrato de alumínio ao fundo. Os demais revestimentos LVA5(300), LVA5(600) e LVA10(300) apresentam um menor valor para a espessura do traço do desgaste, porém é possível visualizar substrato de alumínio ao fundo das amostras.

Para os revestimentos LVA5(900) e LVA10(600) não foi possível visualizar o revestimento de alumínio, indicando que podem sofrer menor desgaste.

5.5.1.b Revestimentos obtidos em substrato de Aço Carbono AISI 1020

A Figura 63 apresenta os resultados de diferença de massa do substrato de aço carbono e dos revestimentos com lama vermelha por PEO. Com relação ao substrato de aço carbono, nota-se que este apresenta a menor perda de massa em relação aos revestimentos e tanto o pino quanto o substrato sofrem desgaste e perda de massa. Porém comparando os valores dentro do erro experimental essa perda é pequena, mostrando que esse substrato é bastante resistente ao desgaste.

Figura 63 - Variação de massa dos revestimentos - Ensaio de Pino Sobre Disco da Lama vermelha total para as diferentes condições de deposição de aço carbono AISI 1020.



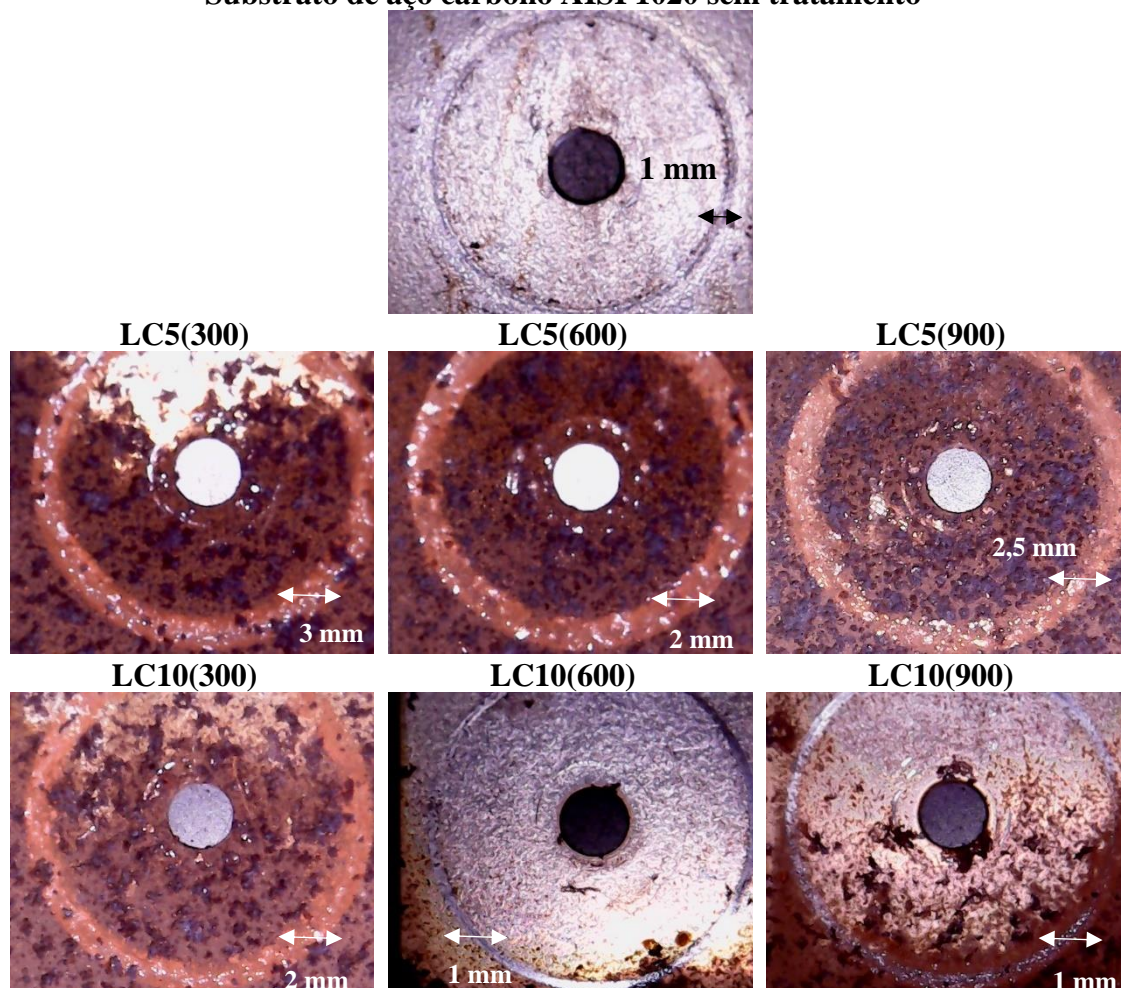
Fonte: O autor (2020).

Quanto aos revestimentos, observa-se que ocorre maior perda de massa das placas do que dos pinos. Isso mostra que os revestimentos são mais duros do que o substrato, logo, o que ocorre é o desprendimento do revestimento. O que corrobora com o fato dos revestimentos cerâmicos formados com a lama e os substratos de aço parecerem ser constituídos de uma camada porosa e que pode ser facilmente arrancada.

A Figura 64 apresenta as imagens das placas do substrato de aço carbono AISI 1020 e dos revestimentos LC submetidos ao teste de desgaste por pino sobre disco.

Figura 64 - Imagens dos revestimentos de lama vermelha total (LC) submetidos ao teste de desgaste por pino sobre disco.

Substrato de aço carbono AISI 1020 sem tratamento



Fonte: O autor (2020).

Observando-se a Figuras 64 observa-se que o substrato de aço carbono apresenta a espessura do traço do desgaste de 1 mm.

Os revestimentos LC10(600) e LC10(900) visualmente são diferentes dos outros revestimentos, não apresentando a coloração avermelhada em toda a superfície e a camada porosa não tão aderente, assim indicando que nessas regiões não houve uma cobertura total de revestimentos, pois o revestimento por PEO não ocorre de forma uniforme em toda a superfície de aço carbono. Observa-se que o trilho de desgaste é bem evidente nesses revestimentos

Ao observar o gráfico da Figuras 63 nota-se que o revestimento LC10(600) foi o que apresentou menor perda de massa do revestimento em relação aos outros revestimentos e aumento na massa do pino.

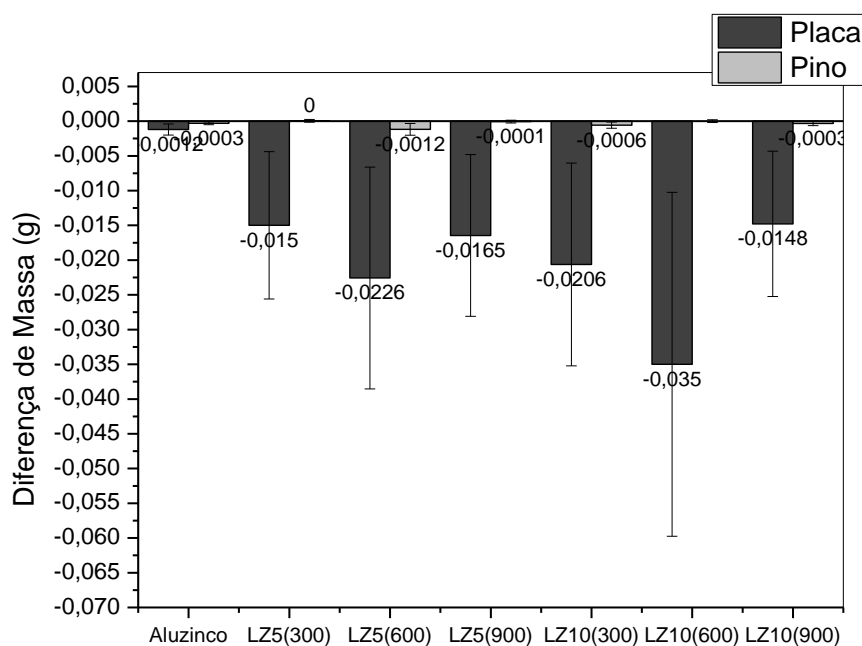
Observa-se na Figura 64 que o teste de desgaste fez com que o pino gastasse o revestimento formado com a lama vermelha na maior parte dos revestimentos, não chegando a desgastar o substrato de aço carbono, assim protegendo o substrato.

Portanto pode-se concluir que em termos de desgaste mecânico a melhor opção de deposição que se pode obter foram as LC5(300), LC5(600) e LC5(900), onde observa-se na Figura 64 um menor desgaste do substrato de aço carbono, não sendo possível visualiza-lo após o desgaste.

5.5.1.c Revestimentos obtidos em substrato de Aluzinco

A Figura 65 apresenta os resultados de variação de massa obtidos com o teste de pino sobre disco, para os revestimentos produzidos com lama vermelha em substratos de aluzinco (LZ).

Figura 65 - Variação de massa dos revestimentos - Ensaio de Pino Sobre Disco da Lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de aluzinco (LZ).

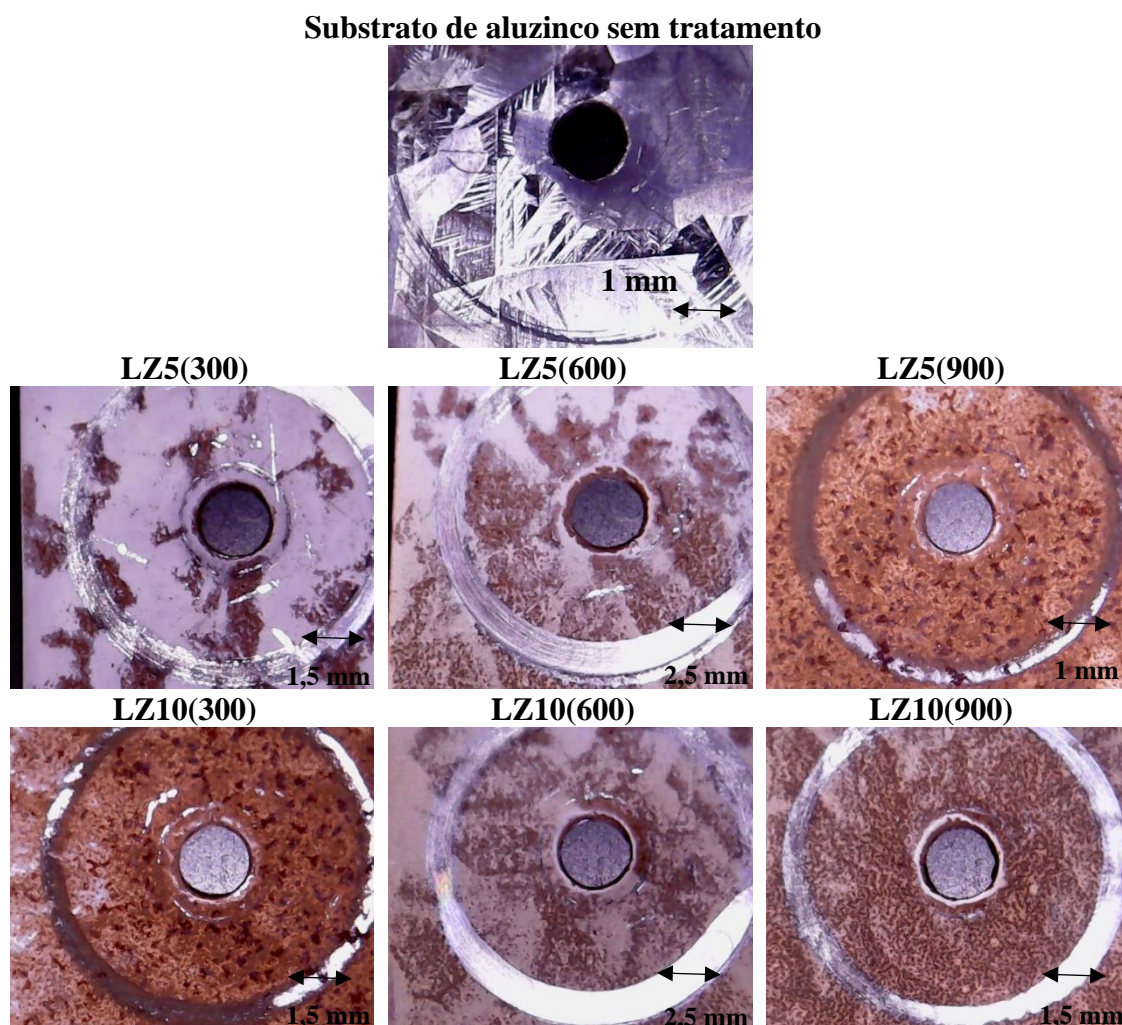


Fonte: O autor (2020).

Observando os resultados da Figura 65, nota-se que tanto no pino como no substrato de aluzinco ocorre a perda de massa e é pequena se comparada com os revestimentos. Pode-se observar que o pino quase não perde massa ao ser atritado sobre as superfícies dos revestimentos obtidos com lama vermelha, em comparação com a placa. Isso indica que os revestimentos são pouco abrasivos e não desgastam o pino.

A Figura 66 apresenta as imagens das placas do substrato de aluzinco e dos revestimentos (LZ) submetidos ao teste de desgaste por pino sobre disco.

Figura 66 - Imagens dos revestimentos de LZ submetidos ao teste de desgaste por pino sobre disco.



Fonte: O autor (2020).

Pode-se notar nas imagens da Figura 66, que em todos os revestimentos o desgaste pelo pino acaba expondo a superfície metálica, indicando fácil desprendimento destes revestimentos ao desgaste. Nota-se também que os revestimentos que apresentam maior traço de desgaste são os revestimentos LZ5(600), LZ10(600) e LZ10(900).

Observando-se as imagens de MEV para esses revestimentos é possível verificar camadas mais irregulares, com heterogeneidade e pouco aderentes. São observadas regiões com variedade granular, poros, esferoides, micro poros e algumas regiões de coalescência.

Quanto aos resultados de dureza observou-se que ao ocorrer deposição da lama vermelha no substrato de aluzinco, aconteceu a formação de aluminas, que conferem alto valor de dureza aos materiais, não justificando o desgaste desses materiais.

Comparando-se o teste de desgaste por pino sobre disco para os revestimentos obtidos com alumínio, aço carbono e aluzinco, pode-se concluir que nos revestimentos de alumínio é possível observar traços suaves de desgaste do revestimento cerâmico, sem afetar o substrato, mostrando-se mais protetivo.

Nos demais revestimentos, como no aço, o teste de desgaste fez com que o pino gastasse o revestimento formado com a lama vermelha na maior parte dos revestimentos, não chegando a desgastar o substrato de aço carbono, assim protegendo o substrato e para os revestimentos de aluzinco notou-se que não ocorreu a proteção contra o desgaste mecânico.

5.6 Estudo da corrosão dos revestimentos

Os estudos de corrosão dos revestimentos foram realizados através dos testes de corrosão por névoa salina e também através dos testes de corrosão por imersão (em solução salina por 96 horas). A seguir os resultados para os substratos e para todos os revestimentos produzidos por PEO, são apresentados.

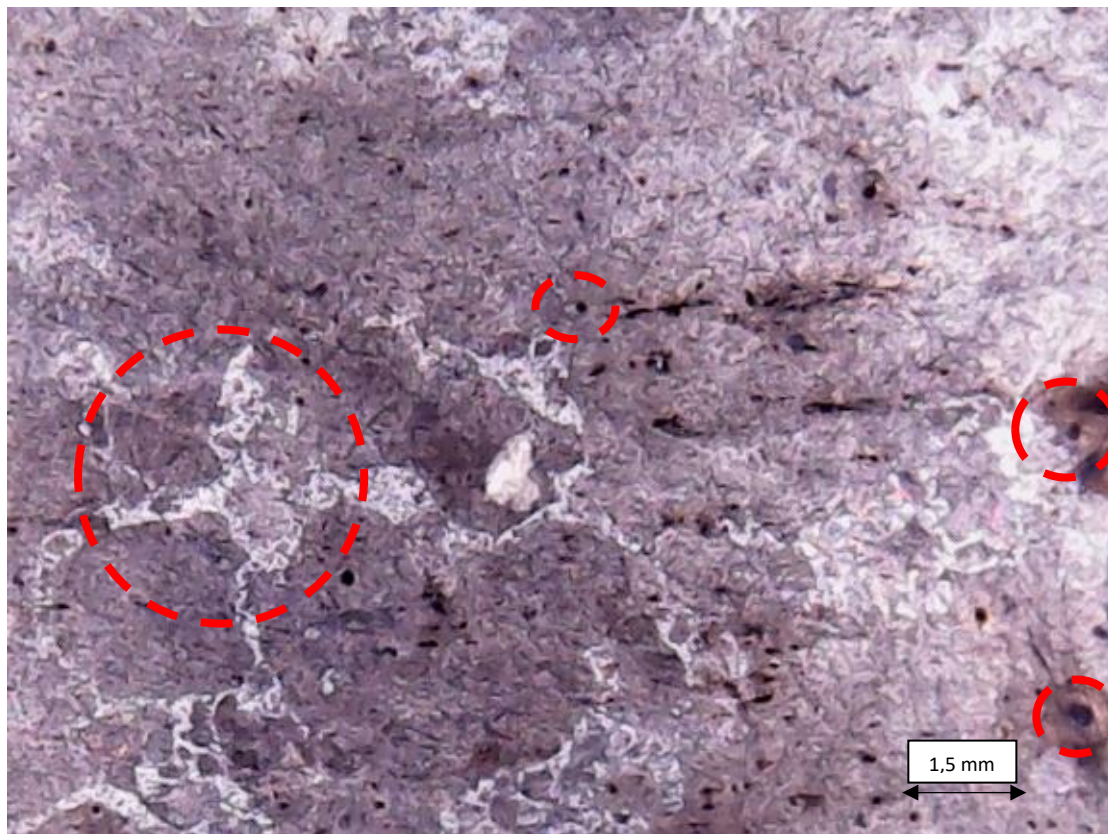
5.6.1 Corrosão por Névoa salina - Salt Spray

5.6.1.a Substrato Alumínio 1200

A Figura 67 apresenta uma imagem obtida no microscópico eletrônico USB digital, a qual mostra o efeito da corrosão do substrato de alumínio, após ter sido submetida a 96 horas sob ação da névoa salina.

Pode-se observar que o substrato de alumínio apresenta estrutura característica de corrosão, morfologia localizada e corrosão por pites. As estruturas apresentadas na Figura 67 são semelhantes as apresentadas na literatura (CODARO, 2006) para esse tipo de material.

Figura 67 – Corrosão por *salt spray* do substrato de alumínio 1200 sem tratamento.



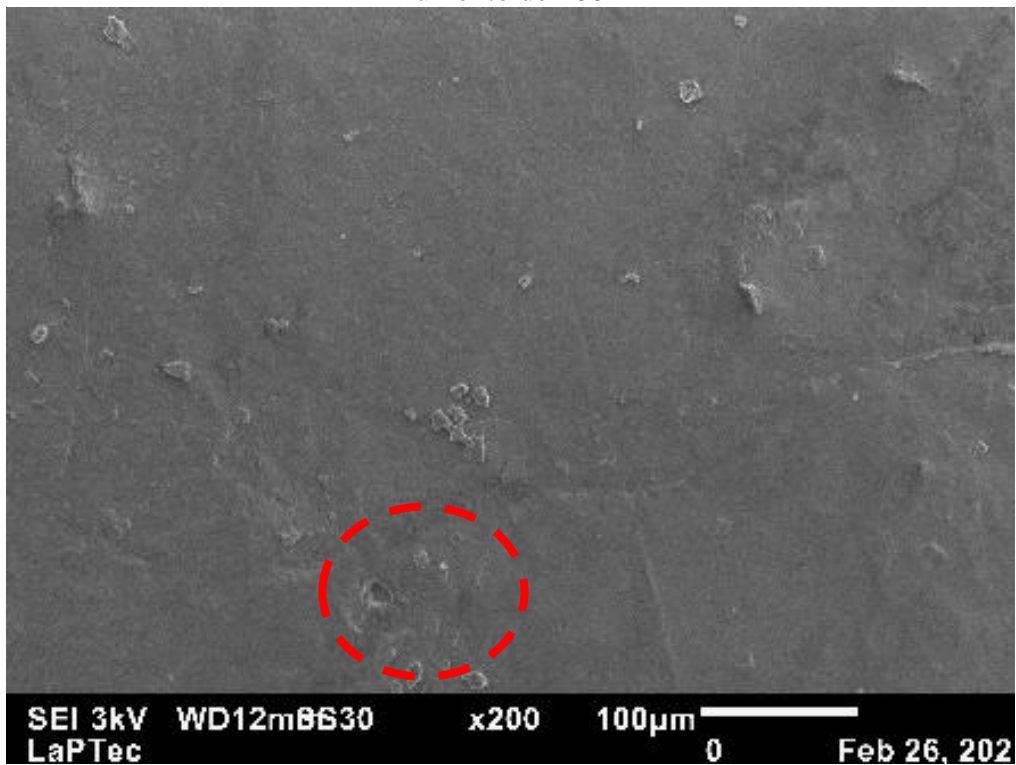
Fonte: O autor (2020).

A taxa de corrosão para o substrato de alumínio sem revestimento (Figura 67) submetido ao teste de corrosão por *salt spray* apresentou o valor de 0,0784 mm/ano. De acordo com a classificação da norma NACE RP-07-75-200516 uma taxa de corrosão moderada, entre 0,025 a 0,120 mm/ano.

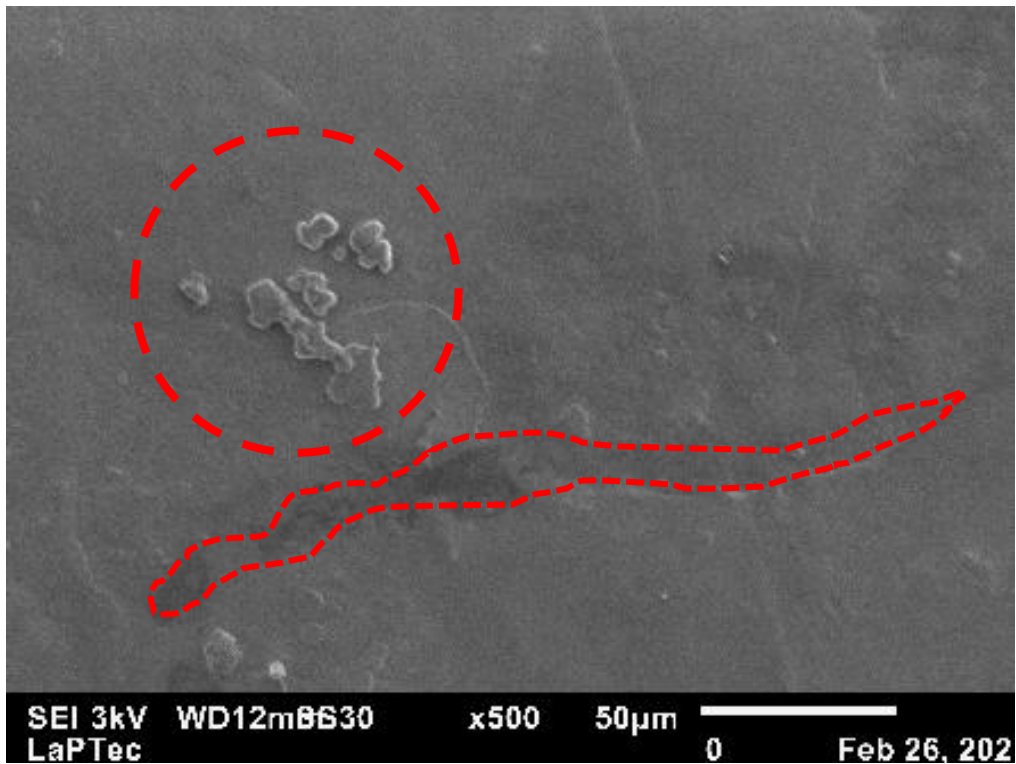
A Figura 68 apresenta as micrografias do substrato de alumínio 1200 sem tratamento e polido após os testes de corrosão por *salt spray* e a Tabela 69 mostra a porcentagem nos elementos identificados pelo EDS/MEV.

Figura 68 - Micrografias corrosão por *salt spray* do substrato de alumínio 1200 sem tratamento.

Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Fonte: O autor (2021).

Tabela 69 - Porcentagem em massa dos elementos identificados por EDS

Elementos	Massa Atômica (%)
O	57,11
Al	22,58
C	20,31

Fonte: O autor (2021).

Comparando-se as imagens de MEV da corrosão por *salt spray* do substrato de alumínio 1200 sem tratamento da Figura 67 com a imagem de MEV do substrato de alumínio 1200, polido e limpo das Figuras 17 A do item 5.2.1 pode-se observar o aparecimento de corrosão por pite, que não eram encontradas no MEV do substrato de alumínio.

Observando-se a imagem do microscópio eletrônico USB da Figura 67 com as imagens de MEV da Figura 68, pode-se notar que na Figura 67 com menor ampliação é possível observar estruturas de corrosão por pite, já na Figura 68 com ampliações de 200x e 500 x não é tão visível essas estruturas, porém nota-se a presença de material e partículas soltas e superfície mais irregular.

A Tabela 68 apresenta a composição do substrato de alumínio 1200 após o teste de corrosão por *salt spray*. O resultado do mapeamento do EDS identificou maior porcentagem de oxigênio, alumínio e carbono.

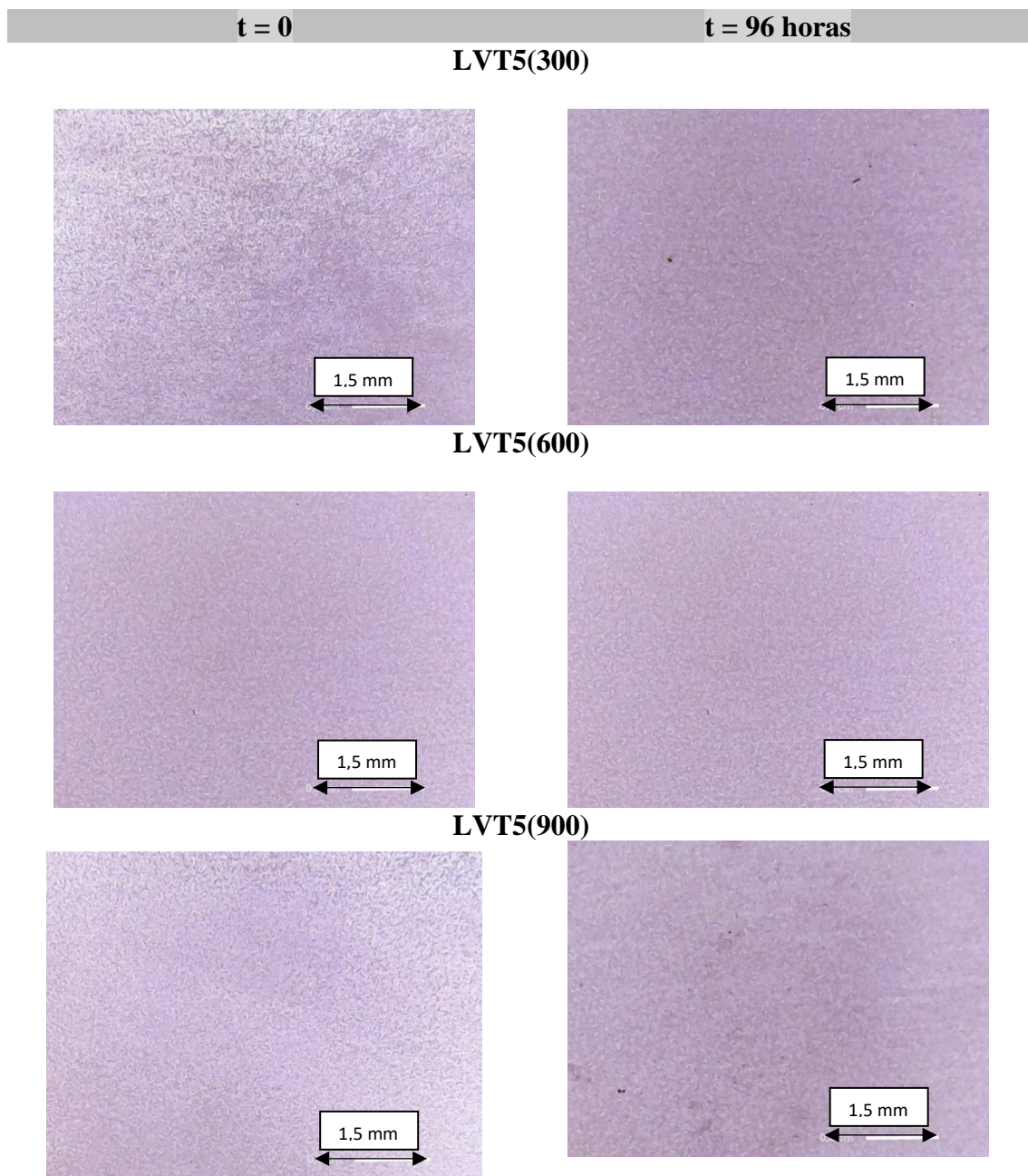
Comparando-se os resultados de EDS do substrato de alumínio 1200 sem tratamento Tabela 36 do item 5.2.1, pode-se observar aumento na porcentagem de massa atômica do oxigênio, de 5,30 para 57,11 e uma diminuição da porcentagem de massa atômica do alumínio de 87,99 para 22,58. Assim, ocorreu passivação do alumínio pela formação do óxido na superfície.

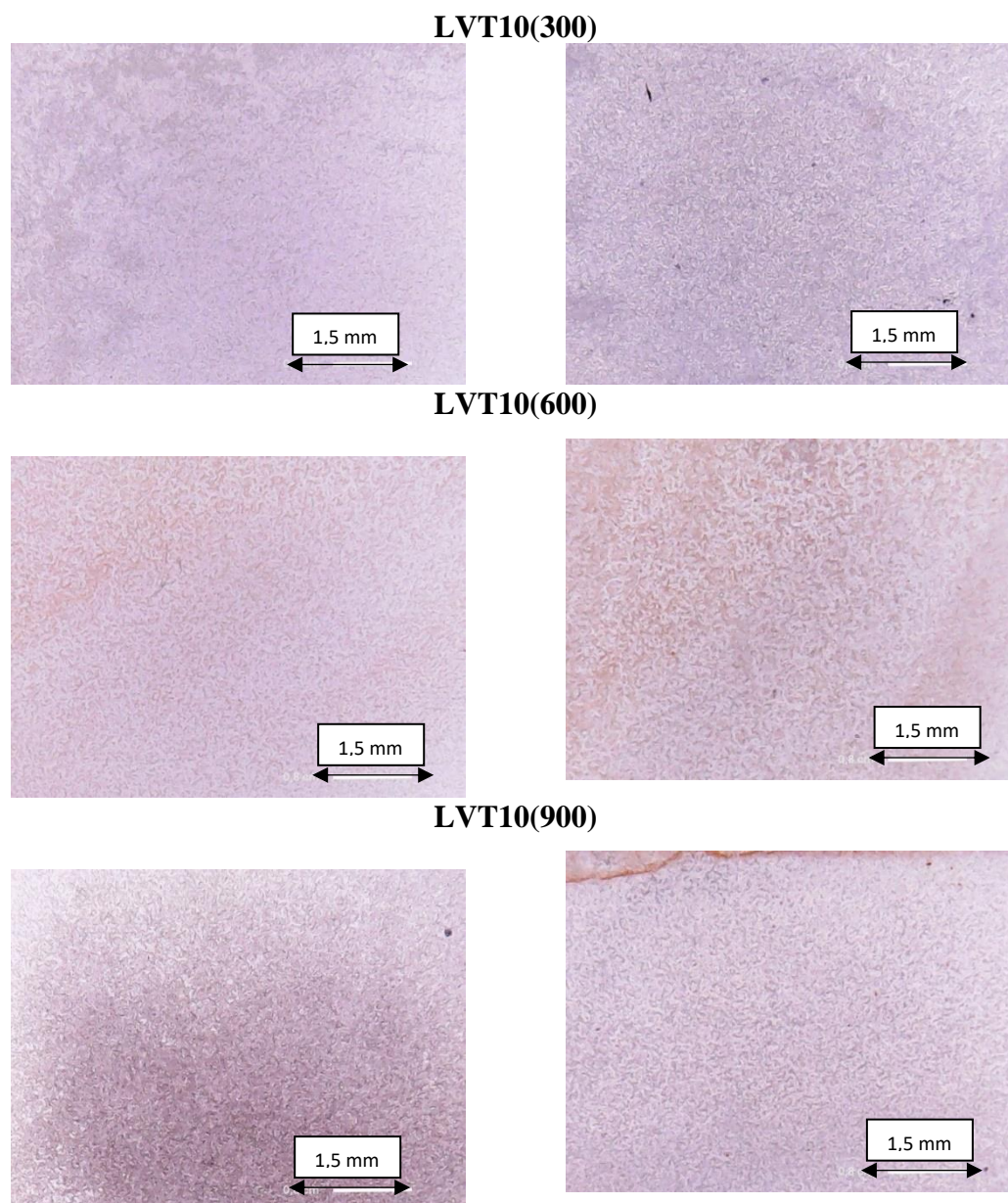
Assim, nota-se que o aumento da concentração de oxigênio de início acelera a corrosão, pois o oxigênio consome os elétrons gerados na reação catódica. (CODARO, 2006).

5.6.1.b. Revestimentos obtidos em substrato de Alumínio 1200

A Figura 69 apresenta as imagens dos revestimentos com lama total (LVT) no tempo (t) = 0 (antes do ensaio) e no tempo (t) = 96 horas (após o ensaio).

Figura 69 - Imagens dos revestimentos com lama total (LVT) antes e depois do ensaio de corrosão *salt spray* - névoa salina.





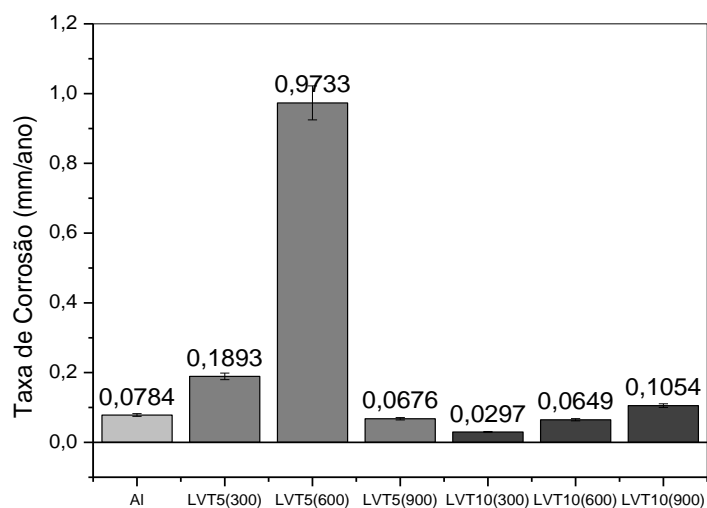
Fonte: O autor (2020).

Nesse experimento pode-se observar que as imagens da evolução da corrosão apresentam coloração mais escura. Durante o tempo de imersão, nas primeiras 24 horas a superfície tem alteração de coloração e escurece, o que pode caracterizar as primeiras etapas da corrosão. Segundo Huang *et al.*, 2019 as amostras primitivas de PEO mostram uma superfície cinza uniforme e as amostras com o passar do tempo ficam mais escuras.

Nota-se, nas imagens da Figura 69 a presença de pontos escuros, mostrando a formação de pites na superfície. As amostras de LVT10, são as que apresentam maior modificações em relação a morfologia dos revestimentos antes da corrosão.

A Figura 70 e a Tabela 70 apresentam os resultados dos cálculos da taxa de corrosão (obtida pela equação 3 do item Materiais e Métodos) do substrato de alumínio 1200 e dos revestimentos com lama total (LVT).

Figura 70 - Taxa de corrosão por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: O autor (2020).

Tabela 70 - Resultado da Taxa de corrosão para os revestimentos obtidos com lama vermelha total, em substrato de alumínio e sua classificação de acordo com a (Norma NACE RP-07-75)

Revestimentos	Taxa de corrosão uniforme (mm/ano)	Corrosividade
Alumínio 1200	0,0784	Moderada
LVT5(300)	0,1893	Alta
LVT5(600)	0,9733	Severa
LVT5(900)	0,0676	Moderada
LVT10(300)	0,0297	Moderada
LVT10(600)	0,0649	Moderada
LVT10(900)	0,1054	Moderada

Fonte: O autor (2020).

Pode-se observar que a maior taxa de corrosão foi identificada para o revestimento LVT5(600) classificada segundo a Norma NACE RP-07-75 como corrosão severa, seguida pelo revestimento LVT5(300) classificada como corrosão alta e LVT10(900) classificada como corrosão moderada. As menores taxas de corrosão foram identificadas para os revestimentos LVT10(300), LVT10(600), LVT5(900) e o substrato de alumino 1200, classificadas como corrosão moderada. Assim, verificando que a maior concentração e aumento de tempo, formam superfícies com menor taxa de corrosão.

Comparando-se com os resultados de espessura, observa-se que a espessura dos revestimentos com maior concentração (10 g/L) e maiores tempos (600 e 900 segundos) apresentaram maior espessura. Em relação aos resultados da composição química, pode-se observar que para as deposições de maior concentração e maiores tempos ocorreu a diminuição da porcentagem de sódio e aumento de cálcio, titânio e ferro. A morfologia para os revestimentos de maior concentração, também se mostrou diferente das demais.

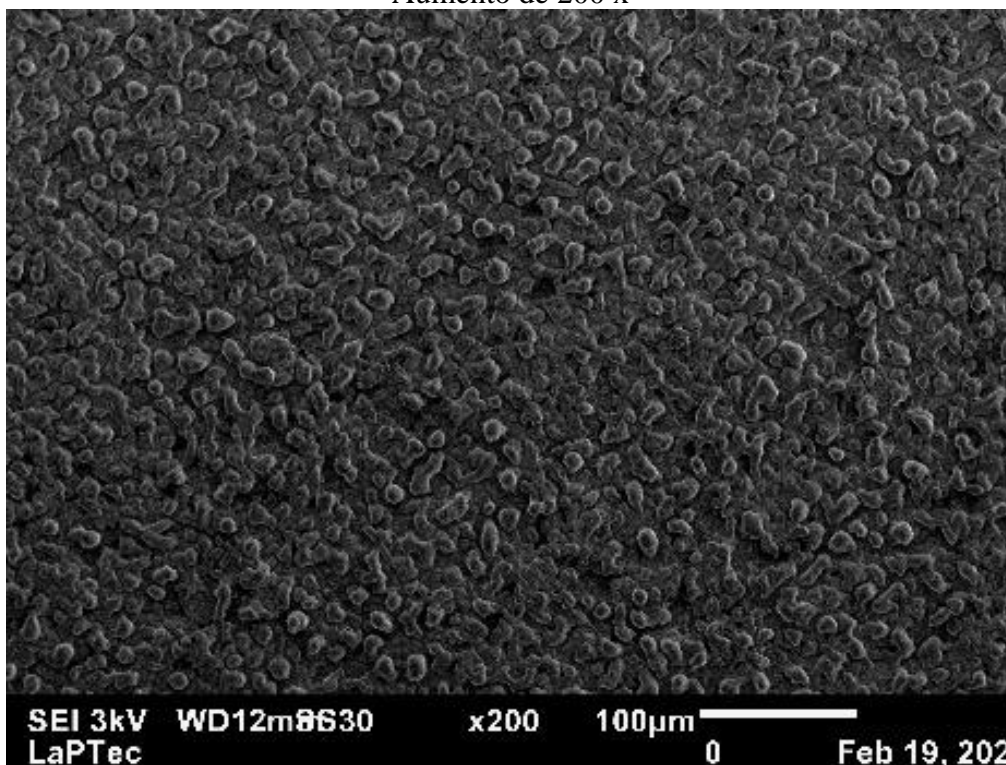
Quanto a molhabilidade, os revestimentos foram caracterizados como hidrofóbicos e segundo Luz *et al.*, 2008 a molhabilidade favorece o desgaste por oxidação podendo reduzir a vida útil do revestimento.

A Figura 71, apresenta as imagens de MEV/EDS para o revestimento LVT5(300) após o ensaio de corrosão por *salt spray*. A Tabela 71, apresenta os resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

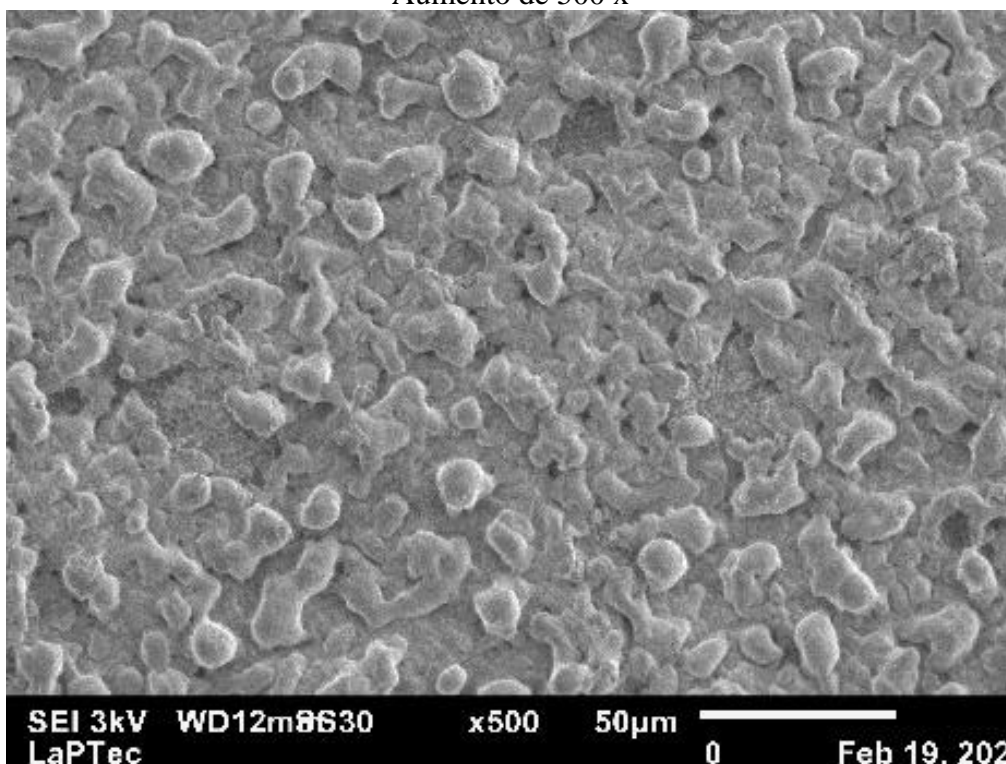
Figura 71 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimento com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 300 segundos em alumínio 1200.

**Lama Vermelha Total 5 g/L
Tempo de deposição de 300 s
LVT5(300)**

Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Fonte: O autor (2021).

Tabela 71 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica para revestimento com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 300 segundos em alumínio 1200.

Elementos	LVT5(300)
O	56.39
Al	29.01
C	13.99
Fe	0.61

Fonte: O autor (2021).

Observando-se as imagens de MEV apresentadas na Figura 71 e comparando-as com as imagens do revestimento LVT5(300) antes da corrosão (Figura 28 do item 5.4.1.a deste trabalho) nota-se semelhança nas estruturas identificadas. Verifica-se na Figura 71, após o teste de corrosão por *salt spray* o aparecimento de estruturas de coalescência, esferoides se mantém. Isso pode indicar que a corrosão pode ter arrancado apenas a camada superficial (mais solta) de revestimento, fazendo com que a camada coalescida mais resistente entre o alumínio e o resíduo ficasse em evidência.

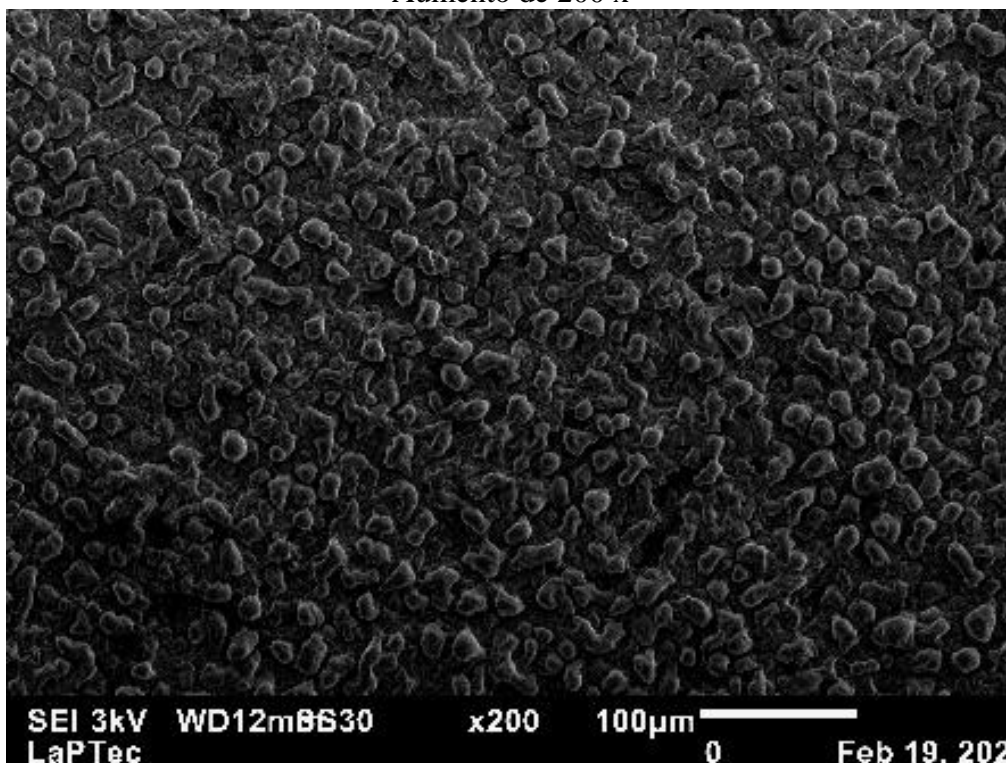
Pode-se observar na Tabela 71 que o EDS identificou maior porcentagem de oxigênio, alumínio, carbono e ferro. Observou-se aumento na porcentagem de massa atômica do oxigênio, de 43,44 para 56,39, pouco aumento da porcentagem de massa atômica do alumínio de 28,55 para 29,01 e grande aumento da porcentagem de massa atômica do ferro de 0,10 para 0,61. Pode-se dizer que o aumento da concentração de oxigênio acelera a corrosão, pois o oxigênio consome os elétrons gerados na reação catódica e a ferrugem que se forma, principalmente na forma de hidróxido de ferro (Codaro, 2006).

Resultados semelhantes da morfologia e composição pelo EDS/MEV foram observados para os revestimentos LVT5 (600) e LVT5(900). Para confirmar isso é apresentado na Figura 72 a e b as micrografias desses revestimentos.

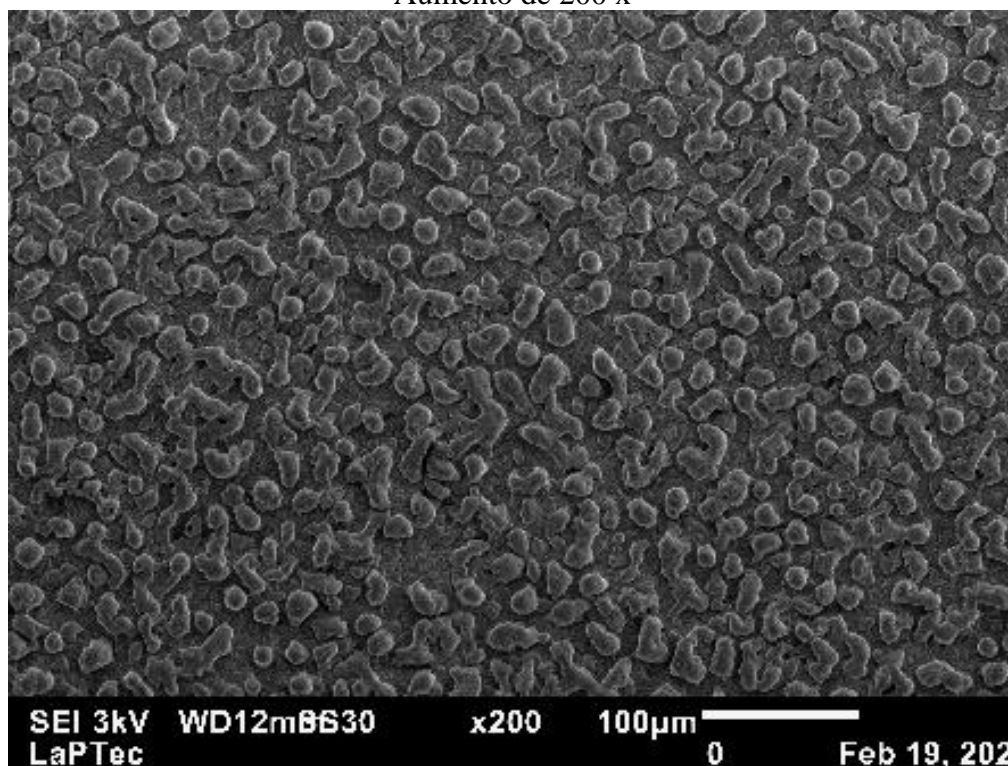
Figura 72 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimento com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 600 e 900 segundos.

Lama Vermelha Total 5 g/L
(a)LVT5(600) (b) LVT5(900)

Aumento de 200 x



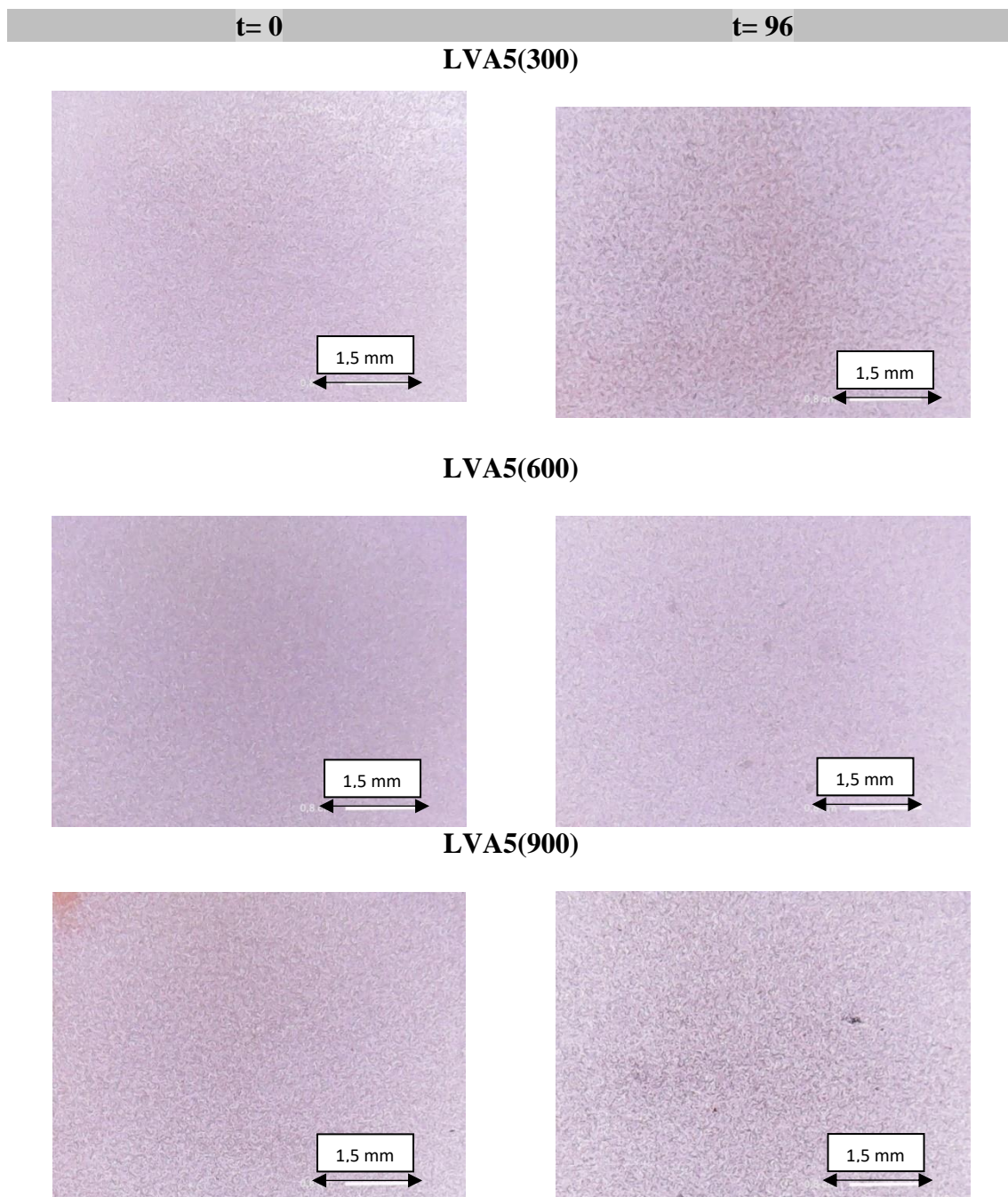
Aumento de 200 x

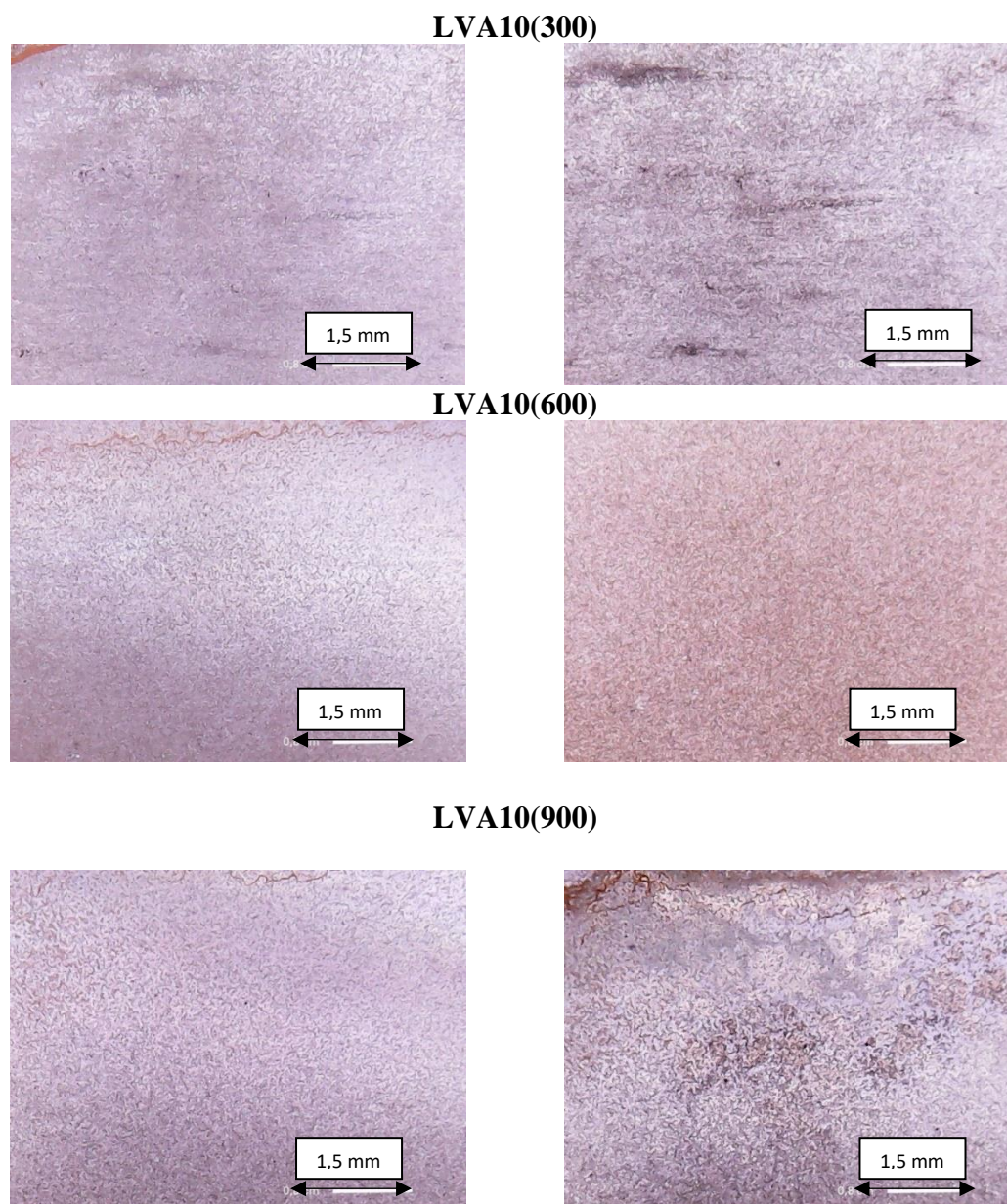


Fonte: O autor (2021).

A Figura 73 apresenta as imagens dos revestimentos obtidos por PEO com fração lama silte/argila de lama vermelha (LVA) no tempo (t) = 0 (antes do ensaio) e no tempo (t) = 96 horas (após o ensaio).

Figura 73 - Imagens dos revestimentos com lama fração silte/argila (LVA), antes e depois do ensaio de corrosão *salt spray* - névoa salina.





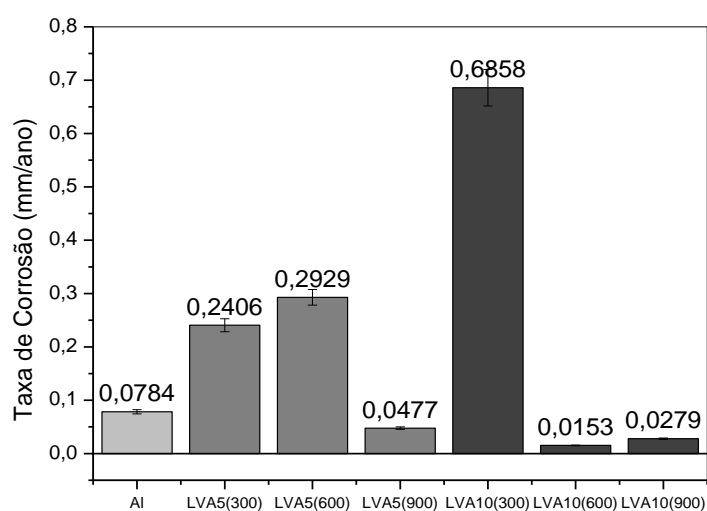
Fonte: O autor (2020).

As mesmas evoluções na coloração que foram observadas para os revestimentos LVT, são observadas para os revestimentos LVA, demonstrando a evolução do processo de corrosão.

Nota-se nas imagens da Figura 73, que os danos devido a corrosão por *salt spray* são maiores do que nos revestimentos LVT. Em especial os revestimentos LVA 10 g/L, além de pites aparecem grandes áreas nas superfícies com deformações e traços de corrosão. Indicando que estes revestimentos são mais suscetíveis a corrosão.

A Figura 74 e a Tabela 72 apresentam os resultados dos cálculos da taxa de corrosão do substrato de alumínio 1200 e dos revestimentos com lama fração silte/argila (LVA).

Figura 74 - Taxa de corrosão por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha fração silte/argila (LVA) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: O autor (2020).

Pode-se observar que a maior taxa de corrosão foi identificada para o revestimento LVA10(300), classificada segundo a Norma NACE RP-07-75 como corrosão severa, seguida pelo revestimento LVA5(600), classificada como corrosão severa e LVA5(300) classificada como corrosão alta.

Observando-se as imagens comparativas do antes e do depois do microscópio óptico da Figura 74 nota-se que o revestimento LVA10(300) ocorrem modificações nas estruturas e na coloração, podendo estar ocorrendo corrosão.

As menores taxas de corrosão foram identificadas para o revestimento LVA10(600) classificada como corrosão baixa, LVA10(900), LVA5(900), e substrato de alumínio 1200 classificadas como corrosão moderada.

Tabela 72 - Resultado da Taxa de corrosão para os revestimentos obtidos com lama vermelha fração silte/argila, em substrato de alumínio e sua classificação de acordo com a Classificação da taxa de corrosão (Norma NACE RP-07-75).

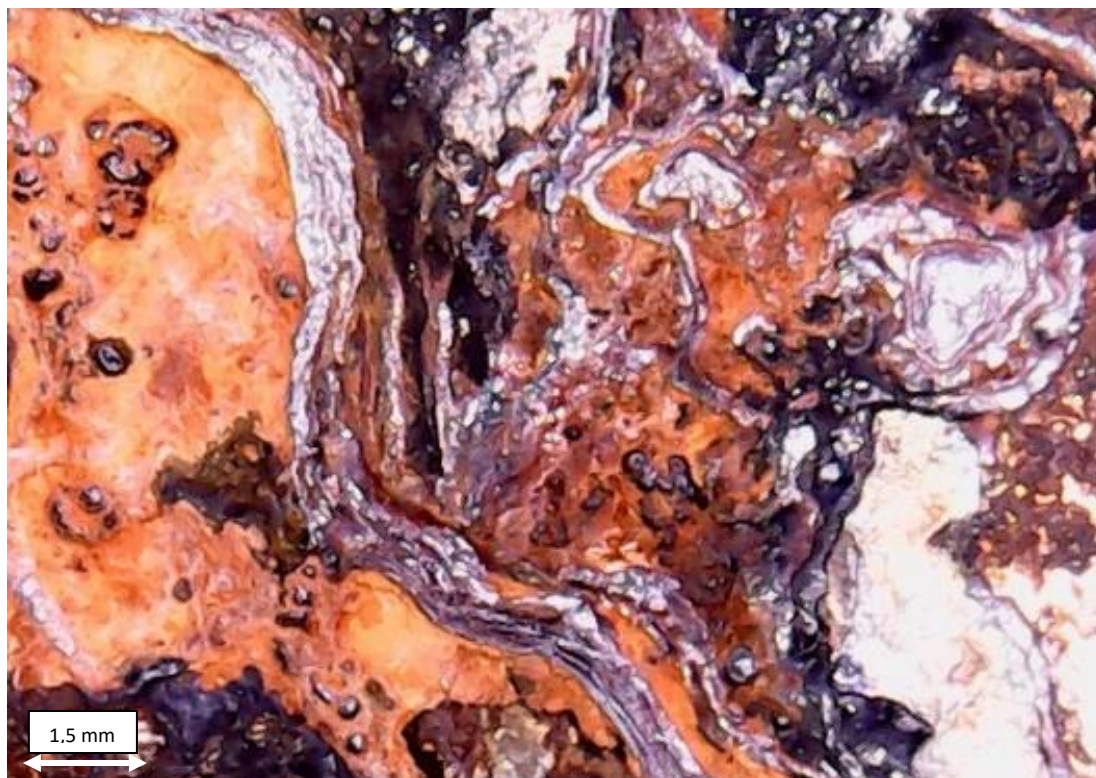
Revestimentos	Taxa de corrosão uniforme (mm/ano)	Corrosividade
Alumínio 1200	0,0784	Moderada
LVA5(300)	0,2406	Alta
LVA5(600)	0,2929	Severa
LVA5(900)	0,0477	Moderada
LVA10(300)	0,6858	Severa
LVA10(600)	0,0153	Baixa
LVA10(900)	0,0279	Moderada

Fonte: O autor (2020).

5.6.1.c. Substrato Aço Carbono AISI 1020

A Figura 75 mostra imagem da corrosão vista ao microscópico eletrônico USB digital, do substrato de aço carbono sem tratamento e polido.

Figura 75 -Corrosão por *salt spray* do substrato de aço carbono 1020 sem tratamento.



Fonte: O autor (2020).

A Figura 75 revela diferença acentuada nas morfologias do substrato de aço carbono apresentado na Figura 17 B do item 5.2.1. A olho nu também é possível identificar ataque uniforme da corrosão. A solução salina foi agressiva ao metal em estudo, provocando corrosão uniforme, com alteração de estruturas e coloração característica de corrosão.

Segundo Jeyaram *et al.*, 2020 os íons cloreto atacaram o aço e promoveram a formação de cloreto de ferro (II) e hidrólise, o que resulta na formação de ferrugem no substrato, assim ocorre a formação de ferrugem vermelha.

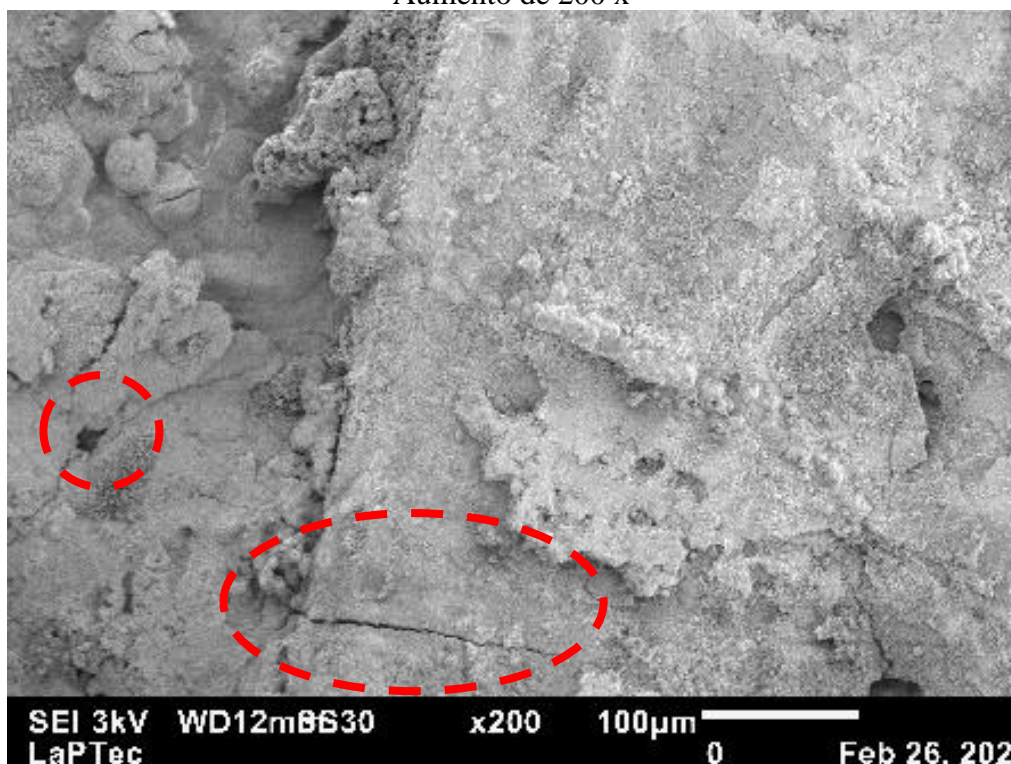
Os pites são difíceis de serem previstos, mesmo em ensaios de laboratórios pois precisam de um longo período de iniciação, que pode levar meses e até anos antes de se tornarem visíveis. (GENTIL, 2007). A corrosão por pites depende de vários fatores, tais como potencial eletroquímico, quantidade de cloreto, temperatura, inclusões não-metálicas, oxigênio dissolvido, transporte de massa, rugosidade superficial, dentre outros (VIDELA, 2003; SCHMUKI *et al.*, 2005).

A taxa de corrosão para o substrato de aço carbono submetido ao teste de corrosão por *salt spray* apresentou o valor de 0,2721 mm/ano, de acordo com a classificação da norma NACE RP-07-75-200516 uma taxa de corrosão severa, entre 0,025 a 0,120 mm/ano. Este já era um resultado esperado, uma vez que a literatura (FRAUCHES *et al.*, 2014) aponta a baixa resistência a corrosão do aço.

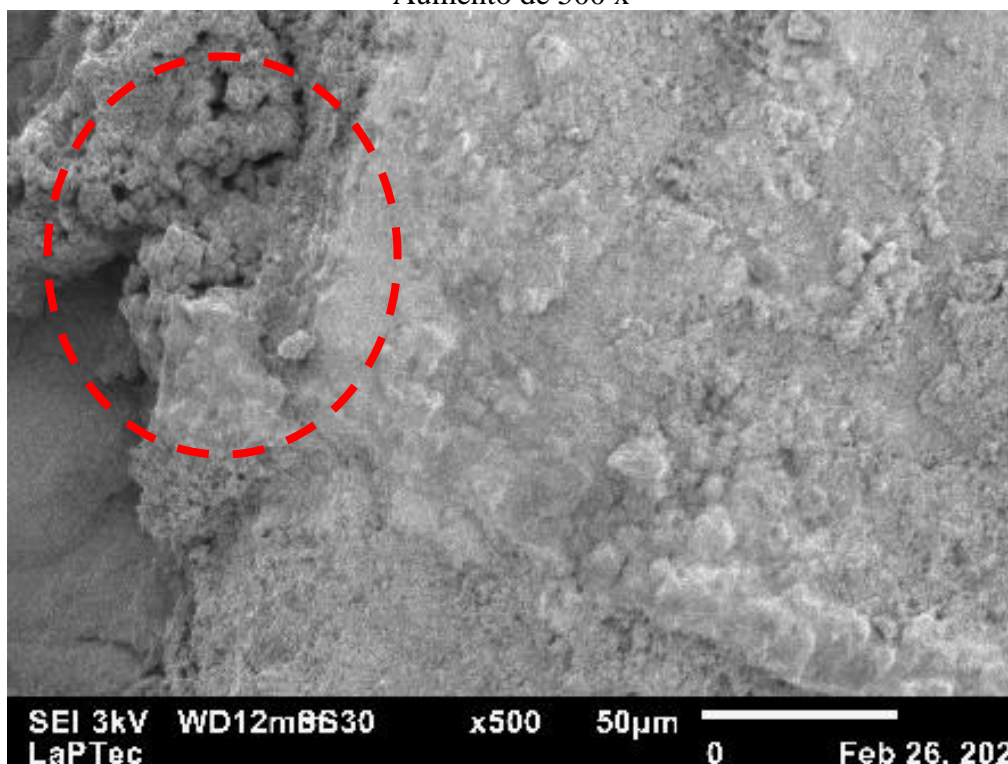
A Figura 76 apresenta as micrografias do substrato de aço carbono 1020 (sem tratamento e polido) para corrosão por *salt spray* e a Tabela 73 mostra a porcentagem em massa dos elementos identificados pelo EDS.

Figura 76 - Corrosão por *salt spray* do substrato de aço carbono 1020 sem tratamento.

Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Fonte: O autor (2021).

Comparando-se as imagens de MEV da corrosão por *salt spray* do substrato de aço carbono AISI 1020 sem tratamento da Figura 76 com a imagem de MEV do substrato de aço carbono AISI 1020, polido e limpo da Figura 17 B do item 5.2.1, pode-se observar o aparecimento de diferentes tipos de partículas e estruturas que não eram encontradas no MEV do substrato de aço carbono AISI 1020. Nota-se uma morfologia muito diferente, com aparecimento de uma camada “arenosa”, com diferença de profundidade, rachaduras e partículas soltas.

A Tabela 73 apresenta a composição do substrato de aço carbono AISI 1020 após o teste de corrosão por *salt spray*. O resultado do mapeamento do EDS identificou maior porcentagem de oxigênio, ferro e carbono.

Tabela 73 - Porcentagem em massa dos elementos identificados por EDS do substrato de aço carbono 1020 sem tratamento

Elementos	Porcentagem em massa atômica
O	48,57
Fe	43,17
C	8,26

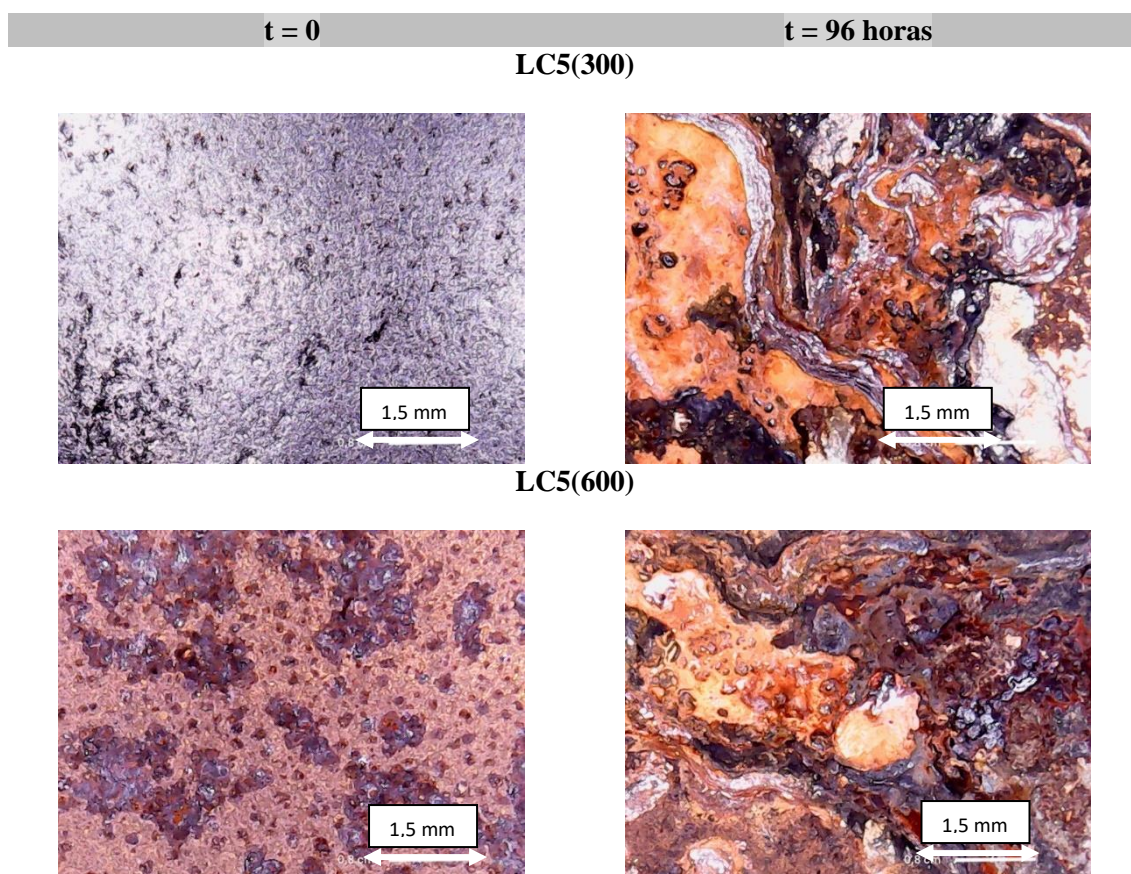
Fonte: O autor (2021).

Comparando-se os resultados de EDS do substrato de aço carbono AISI 1020 sem tratamento Tabela 36 do item 5.2.1, pode-se observar um aumento de 8 vezes na porcentagem de massa atômica do oxigênio, de 6,07 para 48,57, uma diminuição da porcentagem de massa atômica do ferro de 92,23 para 43,17 e um aumento na porcentagem de massa atômica do carbono de 6,07 para 8,26. Nota-se que o aumento da concentração de oxigênio da início e acelera a corrosão, pois o oxigênio consome os elétrons gerados na reação catódica. (Codaro, 2006).

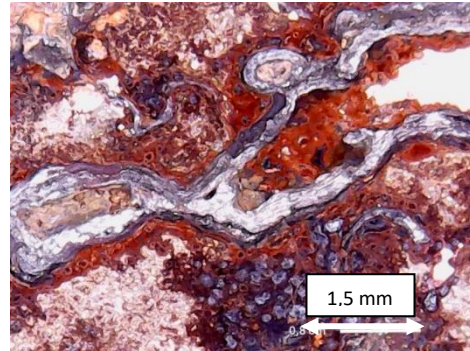
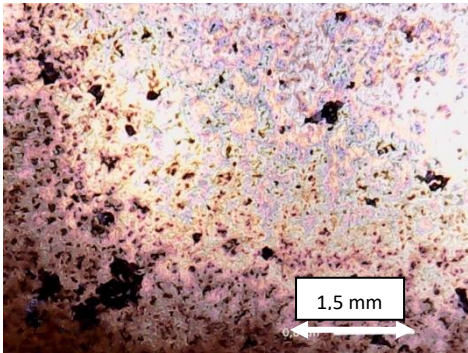
5.6.1.d. Revestimentos obtidos em substrato de Aço Carbono

A Figura 77 apresenta as imagens dos revestimentos com lama total (LVT) no tempo (t) = 0 (antes do ensaio) e no tempo (t) = 96 horas (após o ensaio).

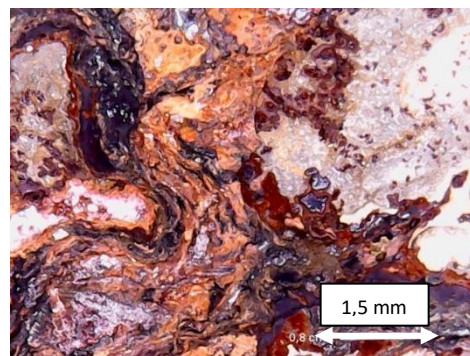
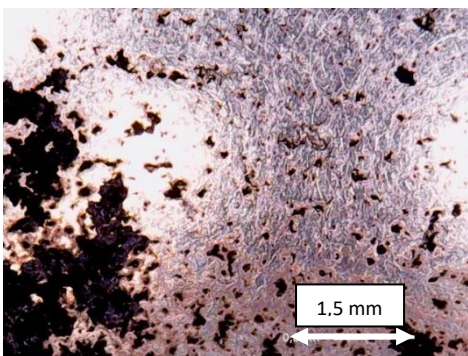
Figura 77 - Imagens dos revestimentos com lama total (LVT) antes e depois do ensaio de corrosão *salt spray* - nevoa salina.



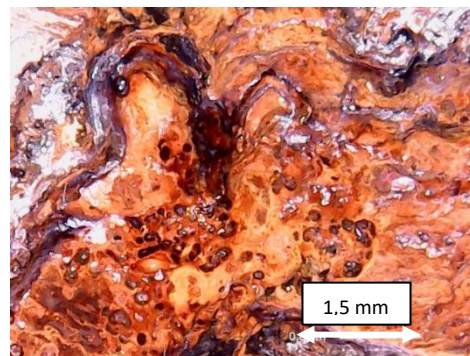
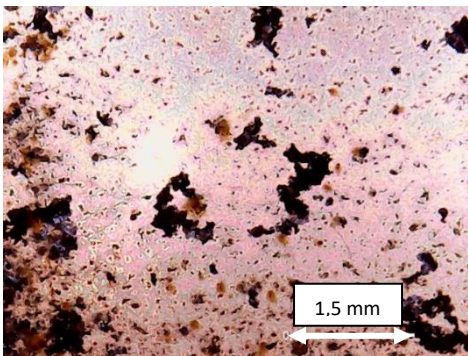
LC5(900)



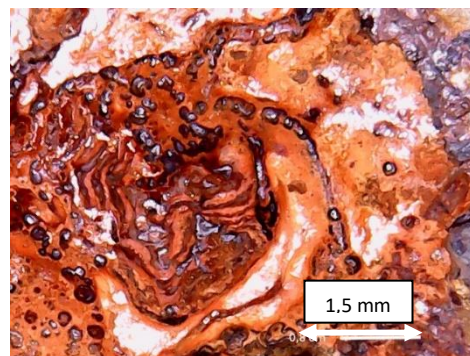
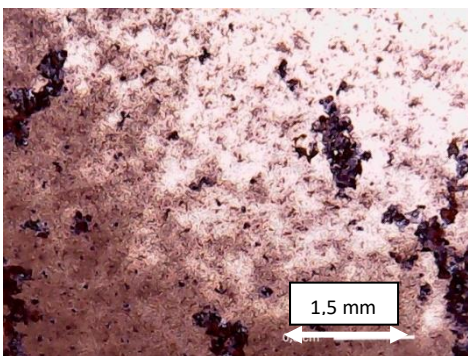
LC10(300)



LC10(600)



LVT10(900)

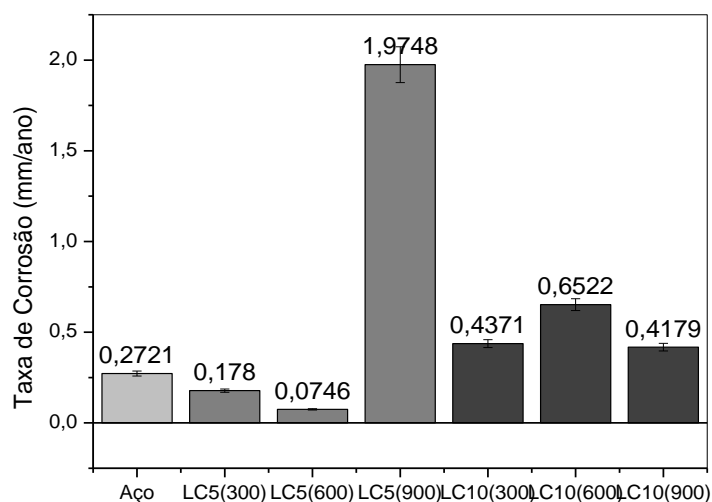


Fonte: O autor (2020).

Nesse experimento pode-se observar que as imagens da evolução da corrosão (coluna da direita) apresentam coloração mais avermelhada e amarronzada, característica da oxidação do ferro. Durante o tempo de imersão, nas primeiras 24 horas a superfície toda tem alteração de coloração além de se notar os efeitos severos da corrosão. Assim, conclui-se que os revestimentos não são aderentes, proporcionando corrosão. Confirmando os resultados observados no desgaste por pino.

A Figura 78 e a Tabela 74 apresentam os resultados dos cálculos da taxa de corrosão do substrato de aço carbono e dos revestimentos com lama total (LVT).

Figura 78 - Taxa de corrosão por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de aço carbono AISI 1020.



Fonte: O autor (2020).

Pode-se observar que a maior taxa de corrosão foi identificada para o revestimento LC5(900), seguida pelo revestimento LC10(600), LC10(300) E LC10(900), classificadas pela norma NACE RP-07-75-200516 como severa. As menores taxas de corrosão foram identificadas para o revestimento LC5(600) classificada como moderada, LC5(300) classificada como alta e o substrato de aço carbono 1020 classificada como severa.

Tabela 74 - Resultado da Taxa de corrosão para os revestimentos obtidos com lama vermelha, em substrato de aço carbono e sua classificação de acordo com a (Norma NACE RP-07-75).

Revestimentos	Taxa de corrosão uniforme (mm/ano)	Corrosividade
Aço Carbono 1020	0,2721	Severa
LC5(300)	0,1780	Alta
LC5(600)	0,0746	Moderada
LC5(900)	1,9748	Severa
LC10(300)	0,4371	Severa
LC10(600)	0,6522	Severa
LC10(900)	0,4179	Severa

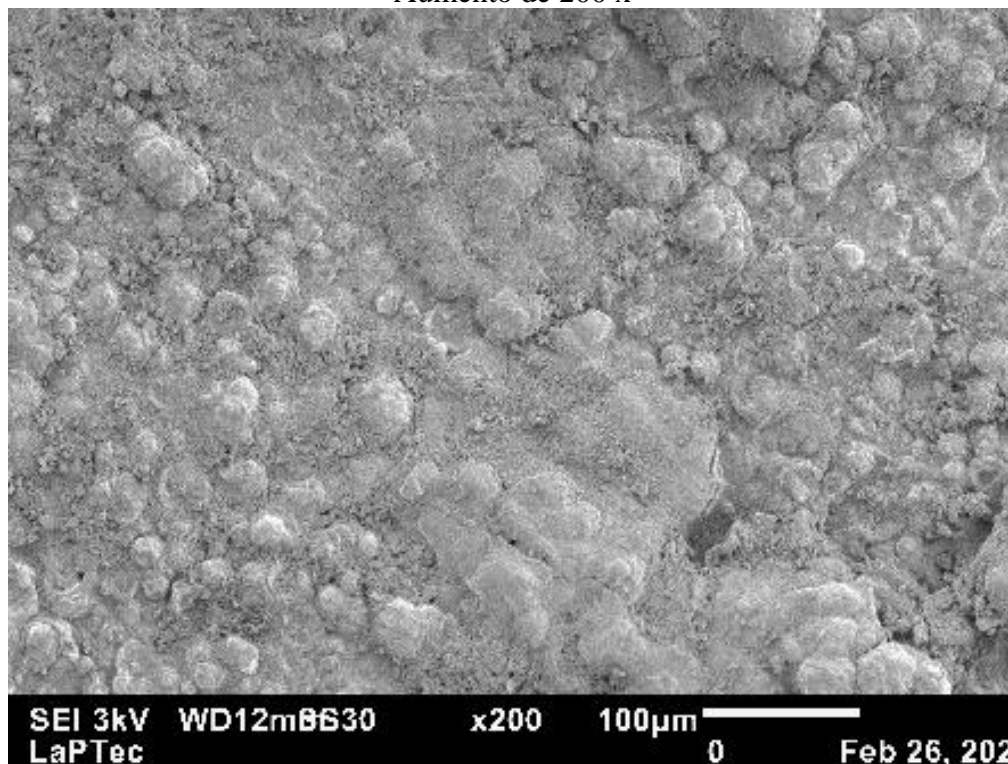
Fonte: O autor (2020).

As Figuras 79, 80 e 81 apresentam os resultados de imagens de MEV/EDS para corrosão por *salt spray* do substrato de aço carbono 1020 e dos revestimentos com lama total (LC) e as Tabelas 75, 76 e 77 apresenta os resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

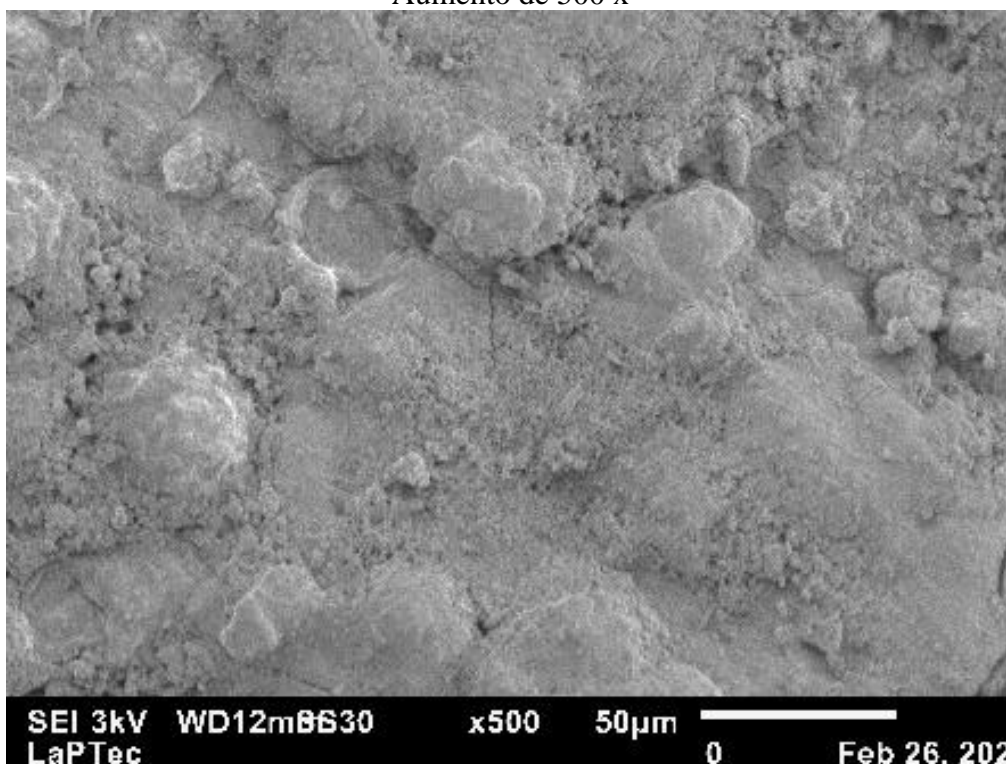
Figura 79 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 300 segundos.

**Lama Vermelha Total 5 g/L
Tempo de deposição de 300 s
LC5(300)**

Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Fonte: O autor (2021).

Comparando-se as imagens de MEV da corrosão por *salt spray* do revestimento LC5(300) da Figura 79 com a imagem de MEV do revestimento LC5(300) da Figura 45 do item 5.4.2a pode-se observar uma morfologia diferente, com aparecimento de uma camada arenosa e partículas soltas.

Tabela 75 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

Elementos	LC5(300)
O	49,69
Fe	39,37
C	9,92
Na	1,03

Fonte: O autor (2021).

Pode-se observar na Tabela 75 que o EDS identificou maior porcentagem de oxigênio, ferro, carbono e sódio. Comparando-se os resultados de EDS do revestimento LC5(300) da Tabela 56 do item 5.4.2.a com o resultado da Tabela 75 após a corrosão por *salt spray* é possível observar o aumento de quase 8 vezes na porcentagem de massa atômica do oxigênio, de 6,50 para 49,69, aumento da porcentagem de massa atômica do

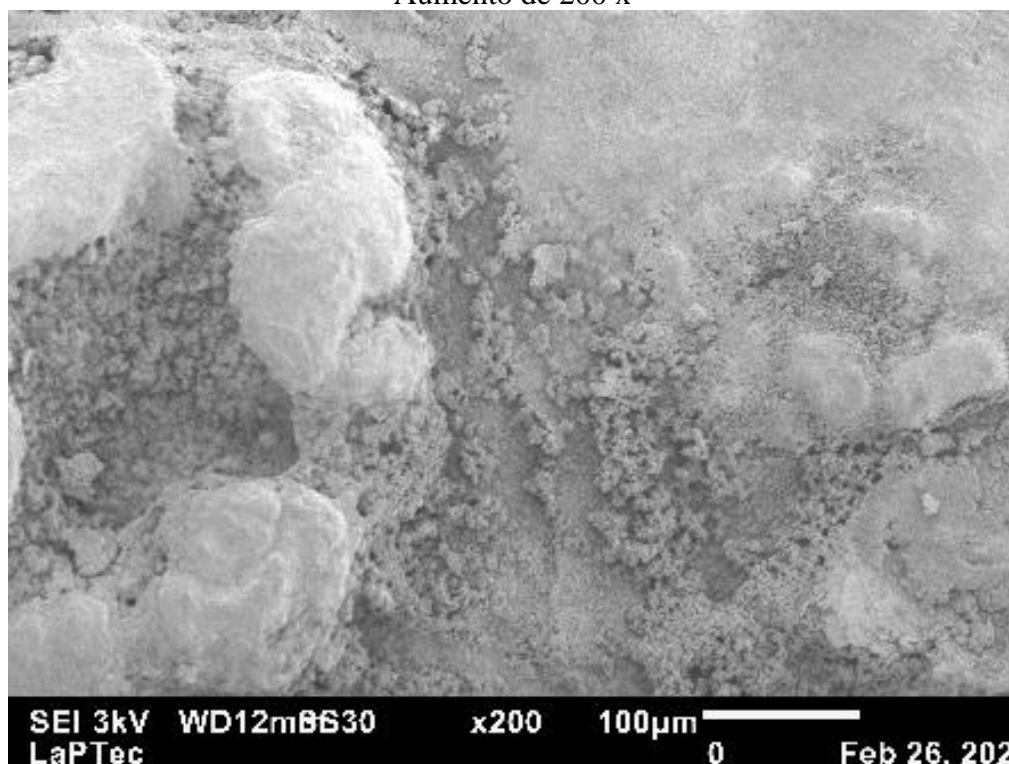
ferro de 32,00 para 39,37, aumento da porcentagem de massa atômica do carbono de 6,50 para 9,92 e aumento da porcentagem de massa atômica do sódio de 0,04 para 1,03.

Assim pode-se observar que o aumento da concentração de oxigênio acelera a corrosão, pois o oxigênio consome os elétrons gerados na reação catódica e a ferrugem que se forma, principalmente na forma de hidróxido de ferro (Codaro, 2006). O aumento do sódio pode estar relacionado a solução salina de NaCl.

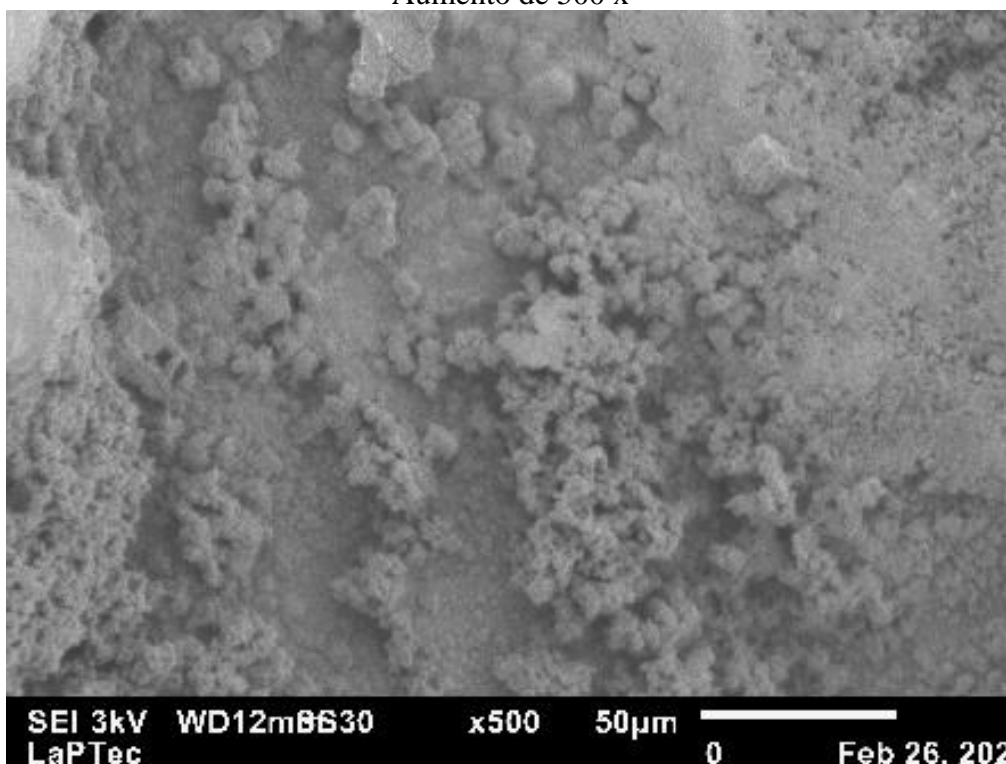
A Figura 80 apresenta as imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 600 segundos.

Figura 80 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 600 segundos.

Lama Vermelha Total 5 g/L
Tempo de deposição de 600 s
LC5(600)
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Fonte: O autor (2021).

Comparando-se as imagens de MEV da corrosão por *salt spray* do revestimento LC5(600) da Figura 80 com a imagem de MEV do revestimento LC5(600) da Figura 45 do item 5.4.2 a, observa-se uma morfologia diferente, com aparecimento de uma camada lisa ao fundo, camada arenosa na superfície e partículas soltas, com diferença de profundidade entre elas.

A Tabela 76 apresenta os resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

Tabela 76 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

Elementos	LC5(600)
O	54,12
Fe	40,70
C	4,71
Na	0,34

Fonte: O autor (2021).

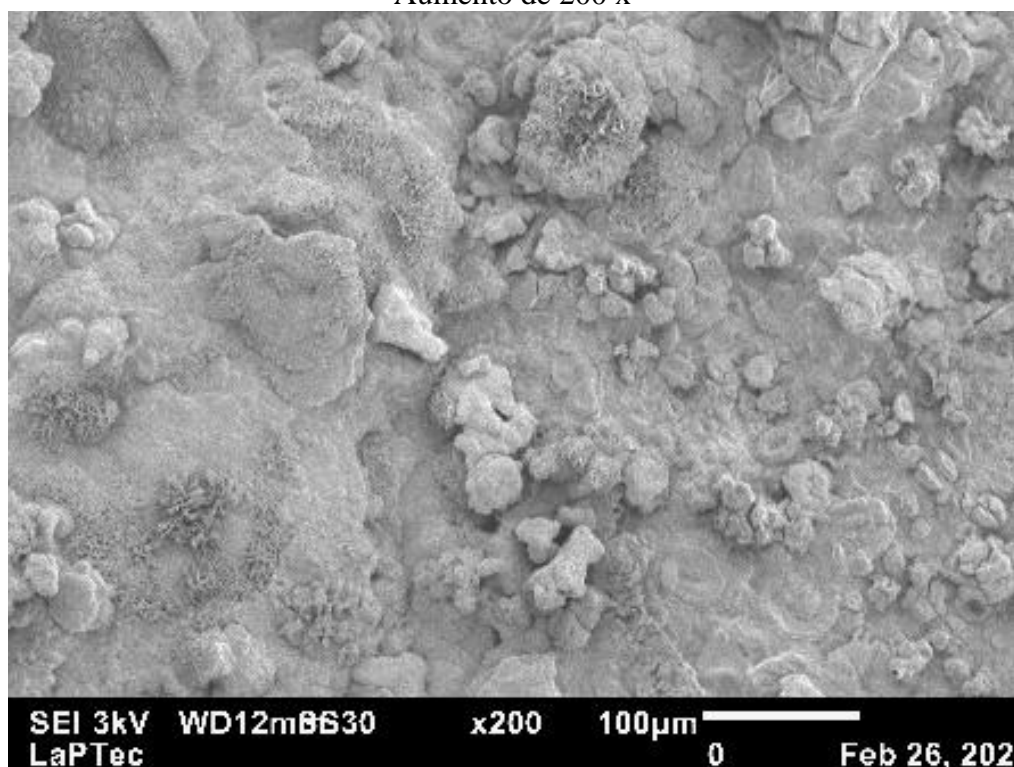
Pode-se observar na Tabela 76 que o EDS identificou maior porcentagem de oxigênio, ferro, carbono, sódio e zinco. Fazendo a comparação dos resultados de EDS do revestimento LC5(600) da Tabela 56 do item 5.4.2.a, pode-se observar aumento de quase o dobro na porcentagem de massa atômica do oxigênio, de 28,67 para 54,12, aumento da

porcentagem de massa atômica do ferro de 32,02 para 40,70, queda da porcentagem de massa atômica do carbono de 5,80 para 4,71 e aumento da porcentagem de massa atômica do sódio de 0 para 0,34.

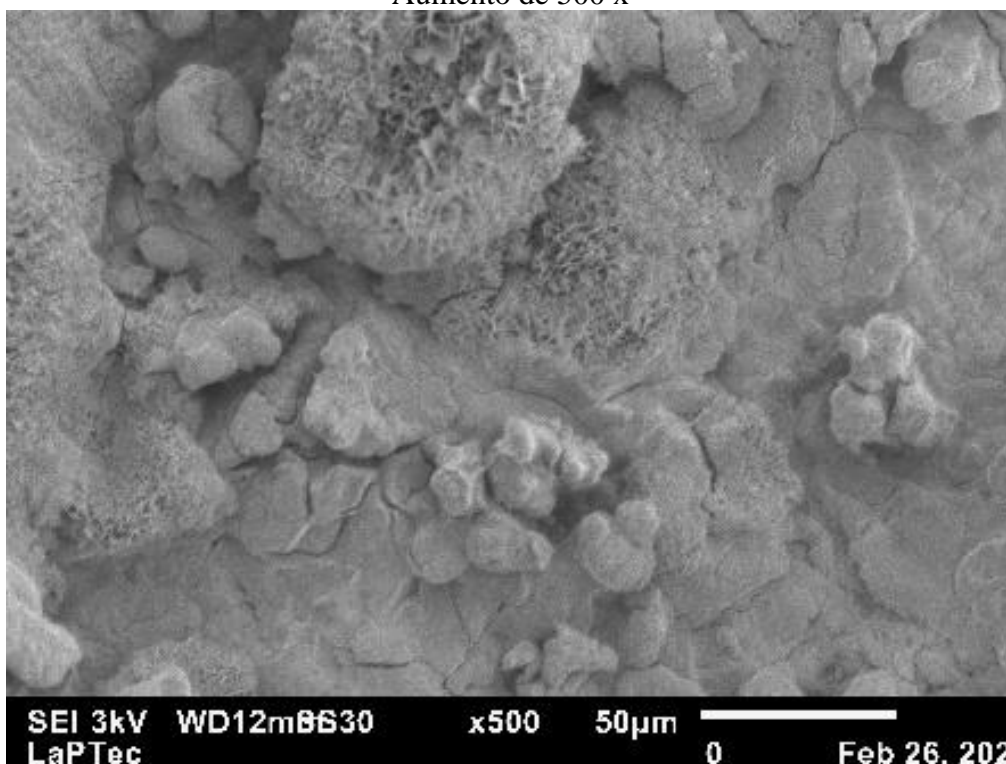
A Figura 81 apresenta as imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 900 segundos.

Figura 81 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 900 segundos.

Lama Vermelha Total 5 g/L
Tempo de deposição de 900 s
LC5(900)
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Fonte: O autor (2021).

Comparando-se as imagens de MEV da corrosão por *salt spray* do revestimento LC5(900) da Figura 81 com a imagem de MEV do revestimento LC5(900) da Figura 45 do item 5.4.2a pode-se observar uma morfologia bem parecida, observa-se a formação de rachaduras, um pouco de material disperso e pó solto.

A Tabela 77 apresenta os resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

Tabela 77 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

Elementos	LC5(900)
O	51,21
Fe	40,57
C	7,68
Na	0,54

Fonte: O autor (2021).

Pode-se observar na Tabela 77 que o EDS identificou maior porcentagem de oxigênio, ferro, carbono e sódio. Comparando os resultados de EDS do revestimento LC5(900) da Tabela 56 do item 5.4.2.a, pode-se observar aumento na porcentagem de massa atômica do oxigênio, de 29,14 para 51,20, aumento da porcentagem de massa atômica do ferro de 28,63 para 40,57, aumento da porcentagem de massa atômica do

carbono de 5,41 para 7,68 e aumento da porcentagem de massa atômica do sódio de 0,03 para 0,54. O aumento da concentração de oxigênio acelera a corrosão, pois o oxigênio consome os elétrons gerados na reação catódica e a ferrugem que se forma, principalmente na forma de hidróxido de ferro (CODARO, 2006). O aumento do sódio pode estar relacionado a solução salina de NaCl.

Assim, pode-se concluir que para o substrato e os revestimentos de aço carbono, o ataque da corrosão é mais severo em relação ao substrato e aos revestimentos de alumínio.

5.6.1.e. Substrato Aluzinco

A Figura 82 mostra a corrosão do substrato de aluzinco sem tratamento obtida através de um microscópio eletrônico USB digital.

Figura 82 - Corrosão por *salt spray* do substrato de aluzinco sem tratamento.



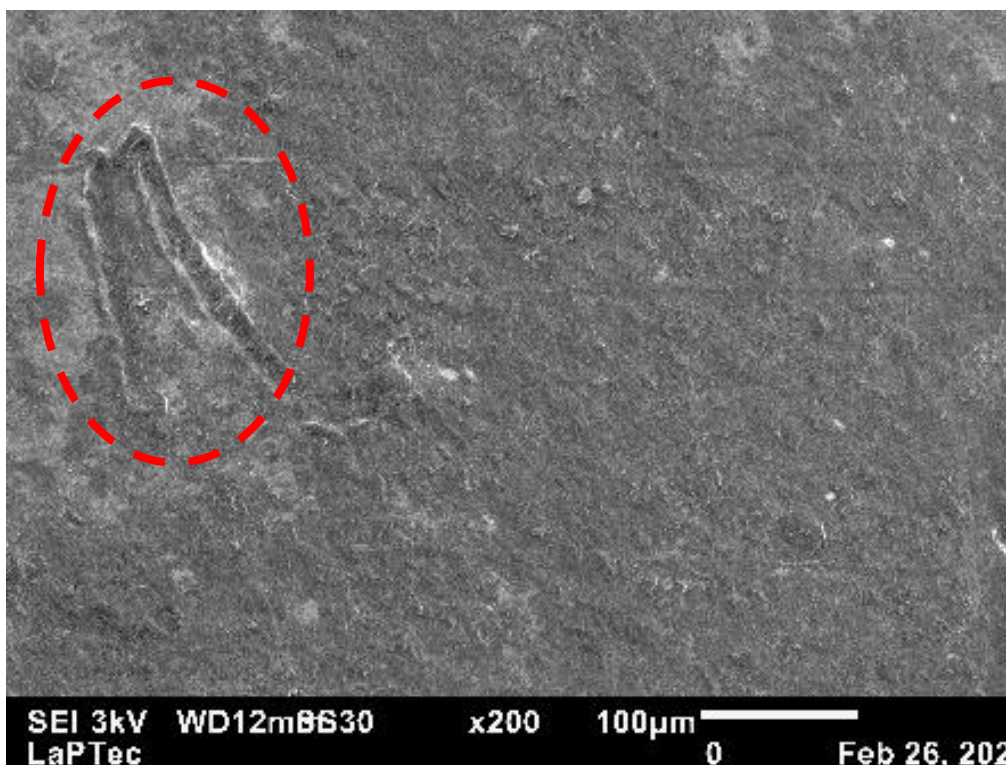
Fonte: O autor (2020).

Pode-se observar que o substrato de aluzinco apresenta estruturas de corrosão e morfologia localizada. Quando as ligas são imersas em meios contendo cloretos apresentam frequentemente corrosão localizada na forma de pites, intergranular ou esfoliação, sendo que essas últimas também podem iniciar-se através dos pites. (CODARO, 2006).

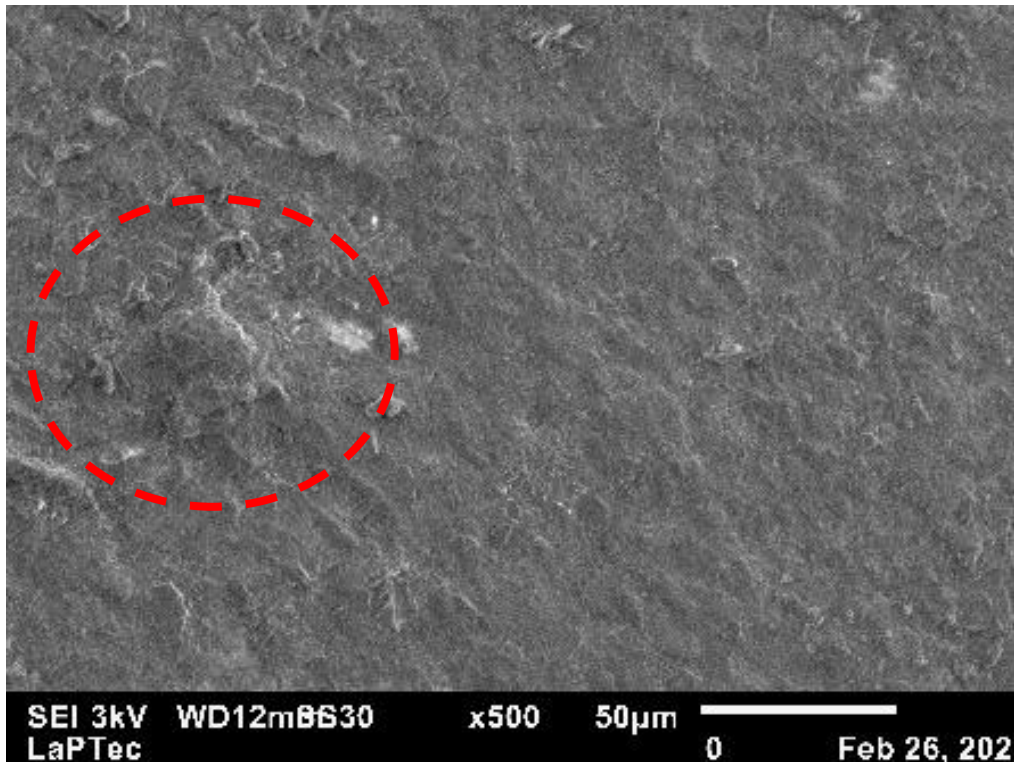
A taxa de corrosão para o substrato de aluzinco pura submetido ao teste de corrosão por *salt spray* (Figura 82) apresentou o valor de 0,1676 mm/ano, de acordo com a classificação da norma NACE RP-07-75-200516 uma taxa de corrosão alta, entre 0,13 a 0,25 mm/ano. A Figura 83 mostra os resultados da corrosão por névoa salina, observado ao MEV e com resultados de EDS/MEV.

Figura 83 - Corrosão por *salt spray* do substrato de aluzinco sem tratamento.

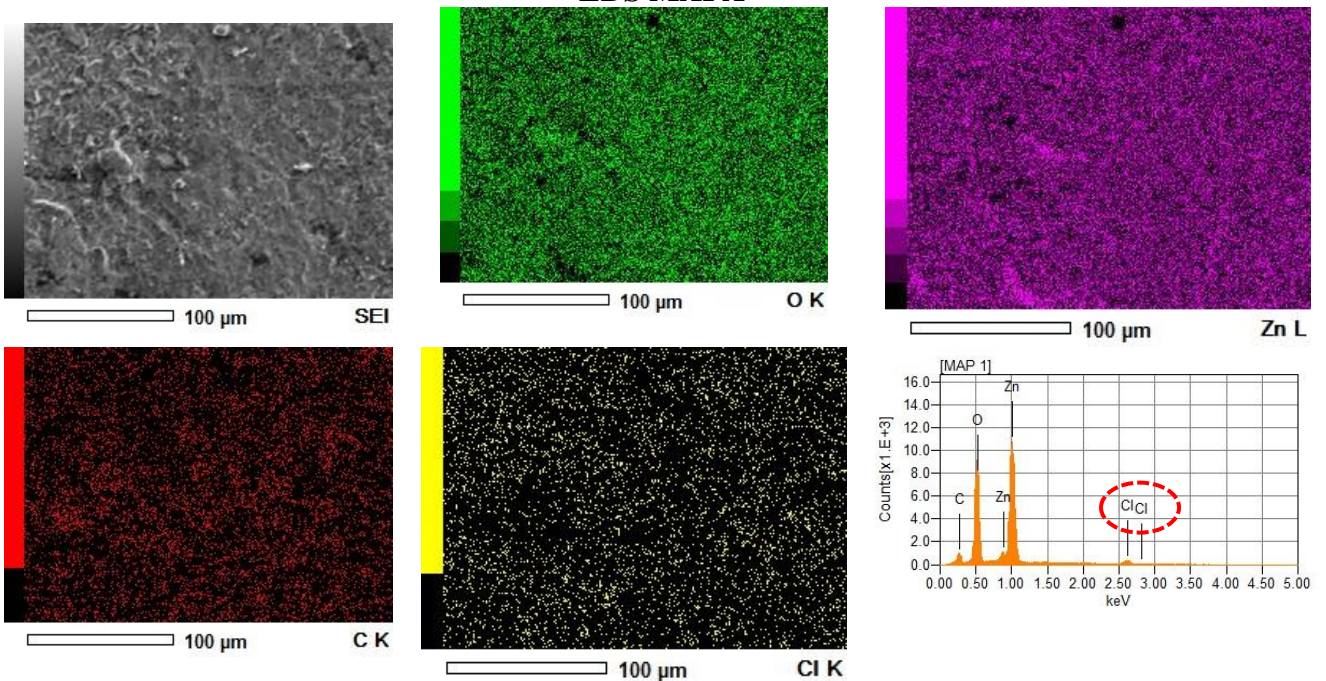
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



EDS MAPA



Fonte: O autor (2021).

As imagens da Figura 83 apresentam estruturas diferentes das encontradas nas imagens de aluzinco Figura 22 C do item 5.2.1. Pode-se observar uma camada mais

porosas e aparentemente um material solto na superfície do substrato. A olho nu também é possível identificar manchas de colocação mais escura.

Observando-se o mapeamento feito por EDS foi detectado o pico de cloro, podendo ser das partículas de sal que agregam aos revestimentos.

A Tabela 78 apresenta a porcentagem em massa dos elementos identificados por EDS.

Tabela 78 - Porcentagem em massa dos elementos identificados por EDS.

Elementos	Aluzinco
O	48,43
Zn	33,66
C	13,70
Cl	4,21

Fonte: O autor (2021).

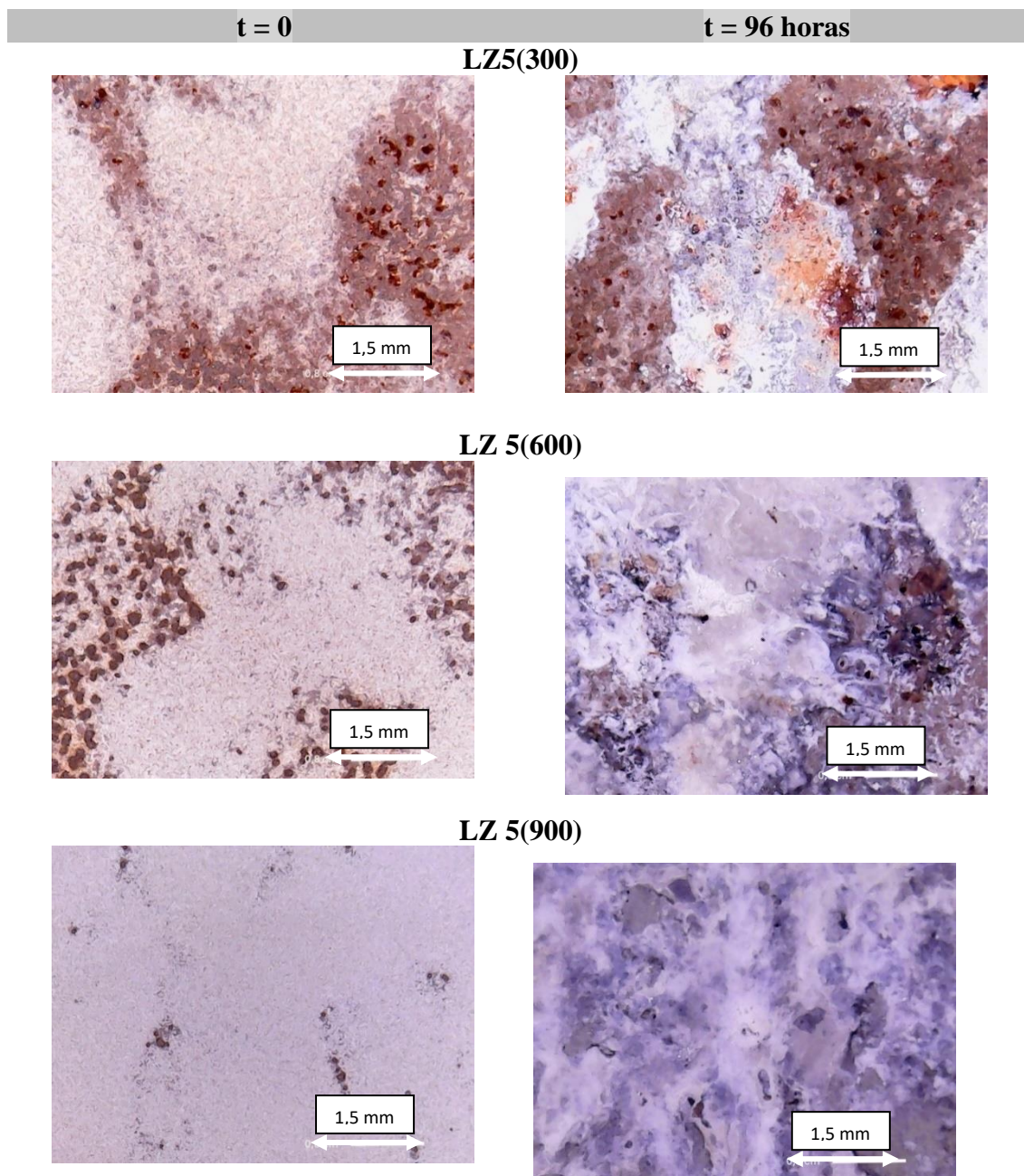
Os resultados do mapeamento do EDS/MEV identificam a presença dos elementos em maior porcentagem de oxigênio, zinco, carbono e cloro. Comparando-se os resultados de EDS do substrato de aluzinco sem tratamento Tabela 36 do item 5.2.1, pode-se observar aumento na porcentagem de massa atômica do oxigênio, de 0 para 48,43, diminuição da porcentagem de massa atômica do zinco de 94,71 para 33,66, aumento porcentagem de massa atômica do carbono de 0 para 13,70 e aumento da porcentagem de massa atômica do cloro de 0 para 4,21.

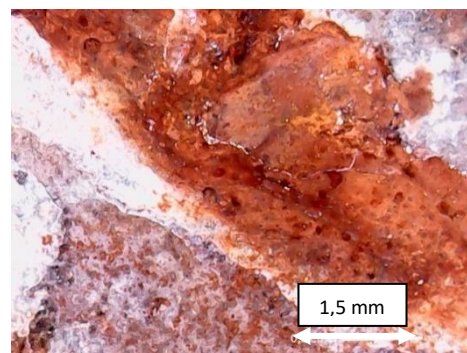
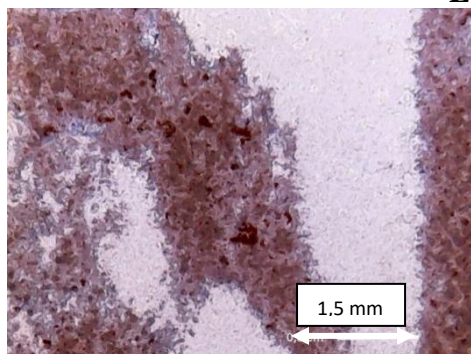
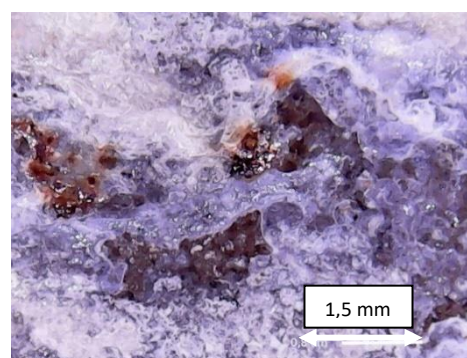
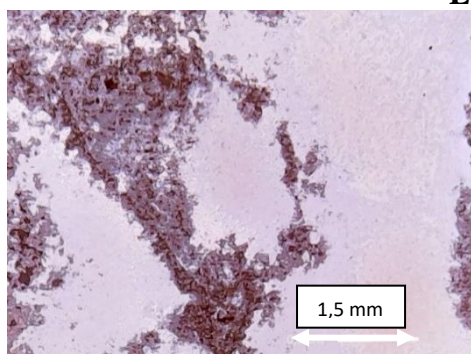
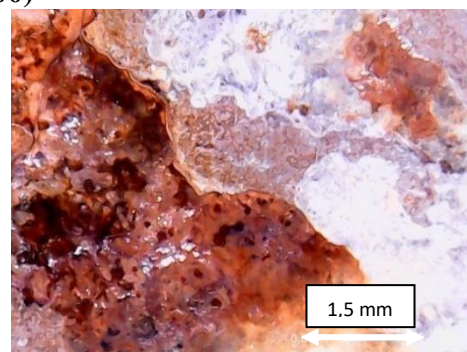
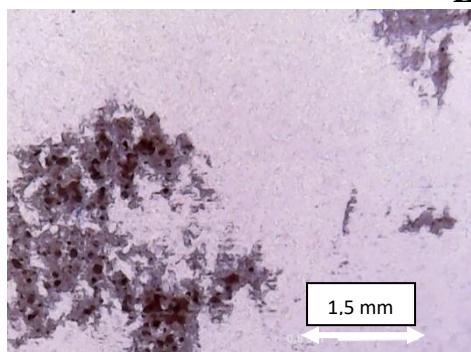
Comparando-se a porcentagem em massa presente no substrato de aluzinco como recebida do fabricante, nota-se que há uma redução da quantidade de Zn, indicando a corrosão desse material.

5.6.1.f. Revestimentos obtidos em substrato de Aluzinco

A Figura 84 apresenta as imagens dos revestimentos com lama total no tempo (t) = 0 (antes do ensaio) e no tempo (t) = 96 horas (após o ensaio).

Figura 84 - Imagens dos revestimentos com lama total antes e depois do ensaio de corrosão *salt spray* - névoa salina.



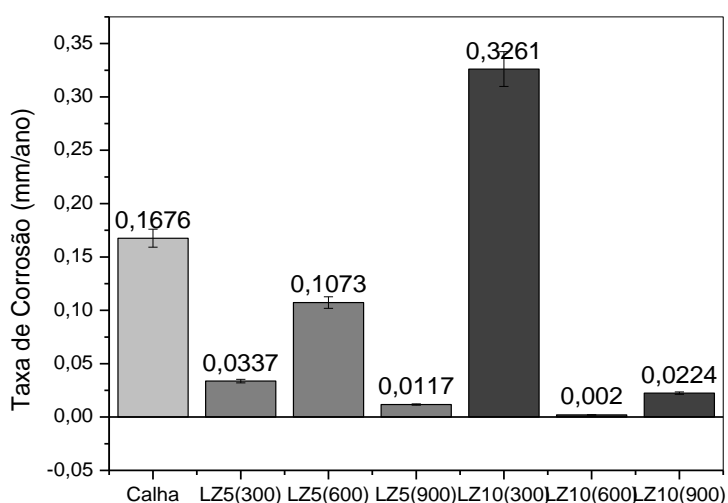
LZ 10(300)**LZ 10(600)****LZ10(900)**

Fonte: O autor (2020).

Nesse experimento pode-se observar que as imagens da evolução da corrosão apresentam coloração mais escura, coloração esbranquiçada, avermelhada e amarronzada, características da primeira etapa de corrosão. Nota-se também que os revestimentos LZ5(600), LZ5(900) e LZ10(600) parece manter a camada de revestimento, porém com alteração, indicando corrosão das mesmas, e mostrando que esses revestimentos parecem proteger os substratos.

A Figura 85 apresenta os resultados dos cálculos da taxa de corrosão do substrato de aluzinco pura e dos revestimentos com lama total (LVT).

Figura 85 - Taxa de corrosão por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de aluzinco pura.



Fonte: O autor (2020).

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 79, pode-se observar que a maior taxa de corrosão foi identificada para o revestimento LZ10(300) classificada como severa de acordo com a Norma NACE RP-07-7.

As menores taxas de corrosão foram identificadas para o revestimento LZ10(600) LZ5(900), LZ10(900) e classificadas como taxa de corrosão baixa.

Observando-se as imagens comparativas de antes e depois da Figura 84 pode-se notar que a deposição por lama vermelha nos substratos de aluzinco estão contribuindo para a proteção contra a corrosão.

Tabela 79 - Classificação da taxa de corrosão (Norma NACE RP-07-75).

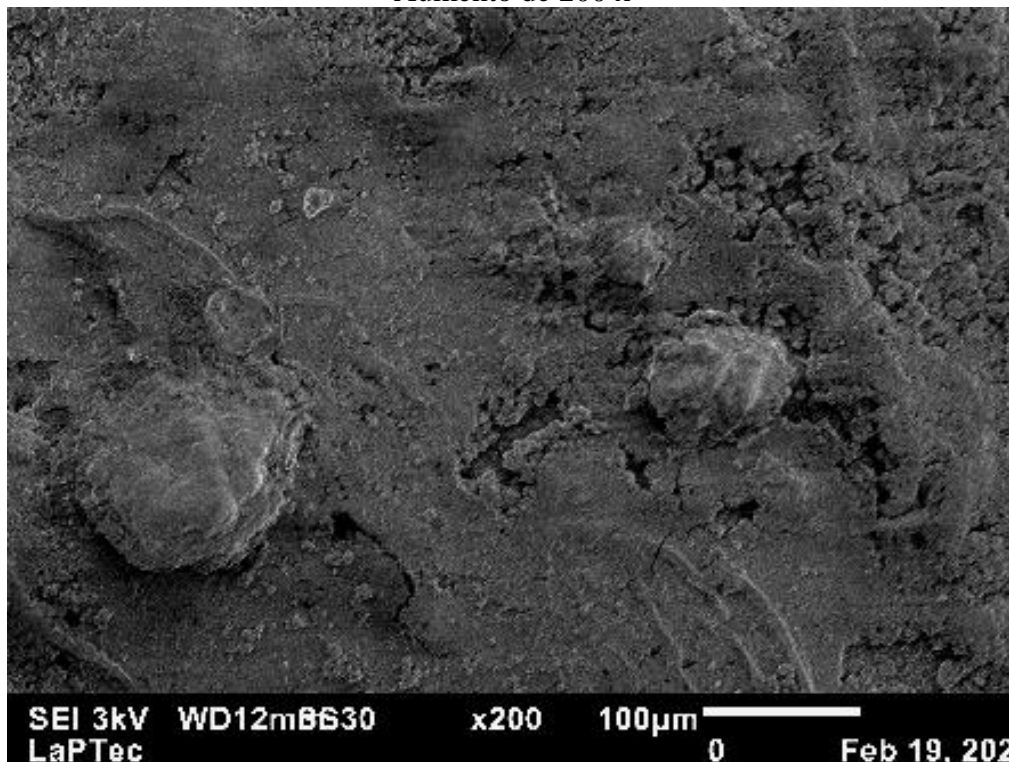
Revestimentos	Taxa de corrosão uniforme (mm/ano)	Corrosividade
Aluzinco	0,1676	Alta
LZ5(300)	0,0337	Moderada
LZ5(600)	0,1073	Moderada
LZ5(900)	0,0117	Baixa
LZ10(300)	0,3261	Severa
LZ0(600)	0,0020	Baixa
LZ10(900)	0,0224	Baixa

Fonte: O autor (2020).

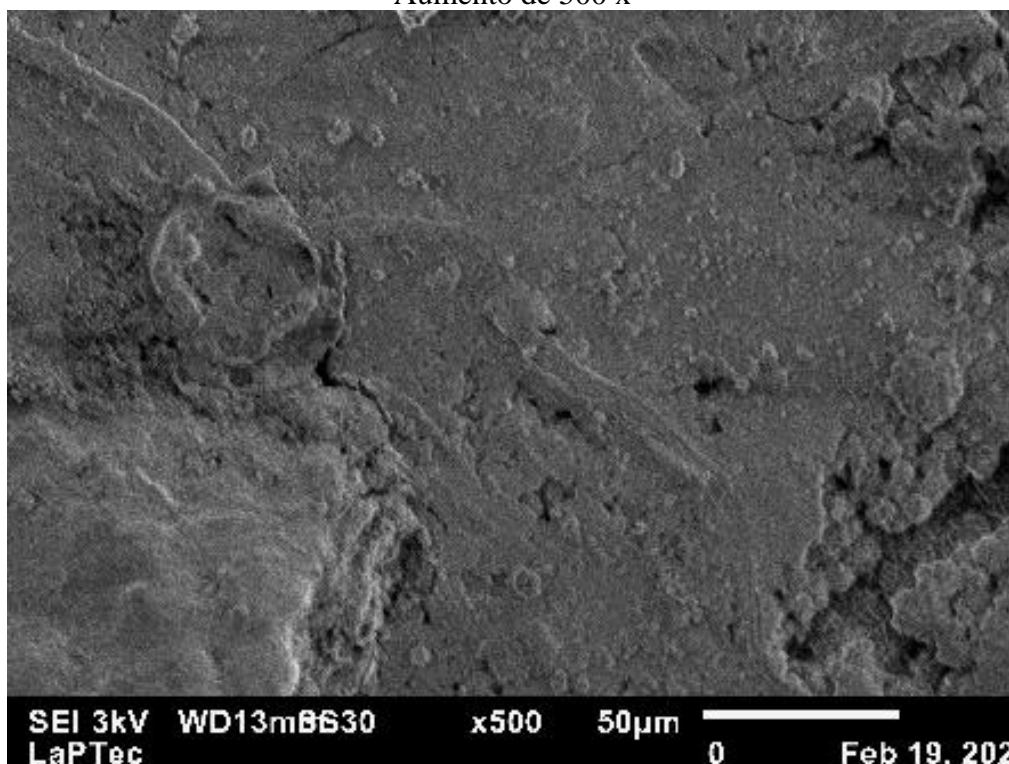
As Figuras 86, 87 e 88 apresentam os resultados e imagens de MEV/EDS para corrosão por *salt spray* dos revestimentos com lama total (LVT) e as Tabelas 80, 81 e 82 apresentam os resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

Figura 86 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 300 segundos.

Lama Vermelha Total 5 g/L
Tempo de deposição de 300 s
LZ5(300)
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Fonte: O autor (2021).

Comparando-se as imagens de MEV da corrosão por *salt spray* do revestimento LZ5(300) da Figura 86 com a imagem de MEV do revestimento LZ5(300) da Figura 52 do item 5.4.3a pode-se observar uma morfologia diferente, com aparecimento de uma camada lisa, com rachaduras e poucas partículas soltas. Isso demonstra que a estrutura da camada formada pelo PEO, acaba sendo removida pelo *salt spray*, que provoca uma superfície lisa, comprovando resultados anteriores.

A Tabela 80 apresenta os resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

Tabela 80 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

Elementos	LZ5(300)
O	51,82
Zn	29,27
Al	0,23
C	14,91
Fe	3,76

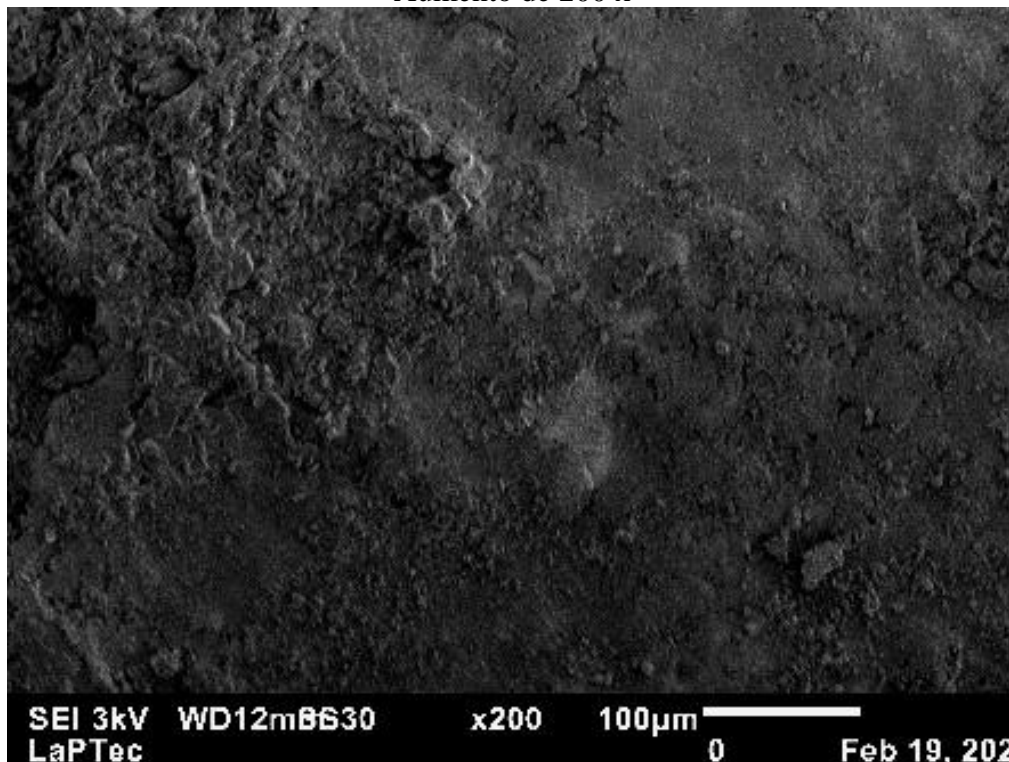
Fonte: O autor (2021).

Pode-se observar na Tabela 80 que o EDS identificou maior porcentagem de oxigênio, zinco, alumínio, carbono e ferro. Comparando os resultados de EDS do revestimento LZ5(900) da Tabela 62 do item 5.4.3.a, pode-se observar aumento na porcentagem de massa atômica do oxigênio, de 30,31 para 51,82, aumento da porcentagem de massa atômica do zinco de 29,93 para 29,27, redução da porcentagem de massa atômica do alumínio de 0,48 para 0,23, aumento da porcentagem de massa atômica do carbono de 5,98 para 14,91 e redução da porcentagem de massa atômica do ferro de 4,67 para 3,76. O aumento da concentração de oxigênio acelera a corrosão, pois o oxigênio consome os elétrons gerados na reação catódica (Codaro, 2006).

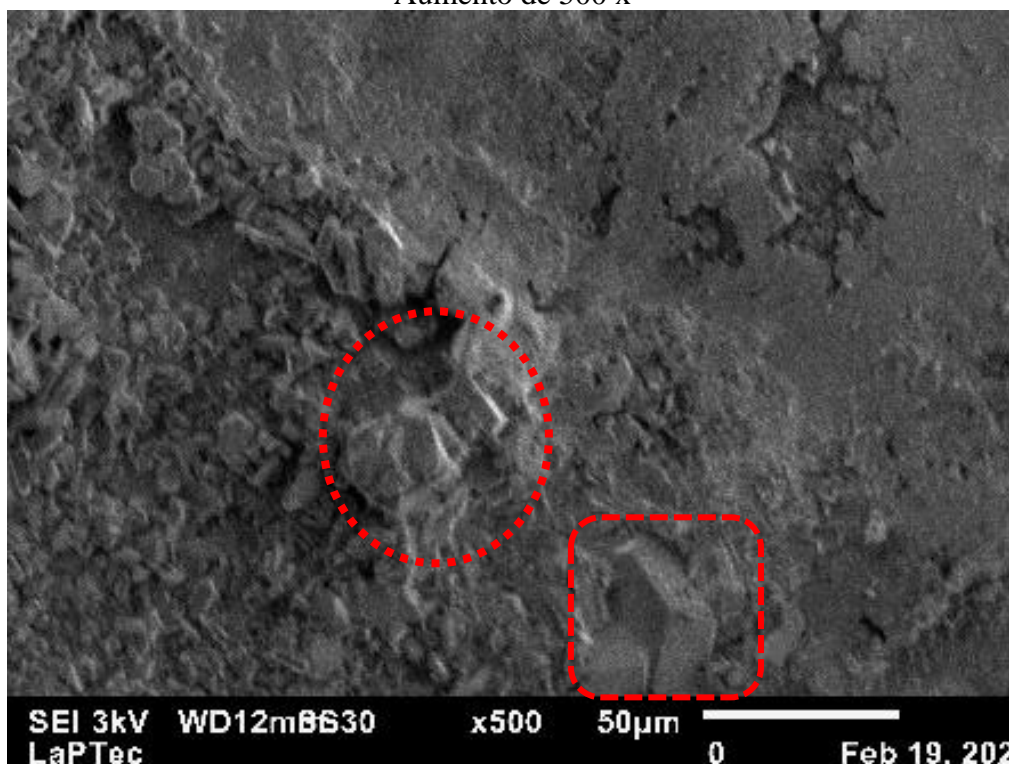
Comparando-se com os resultados da Tabela 62 do item 5.4.3.a, observa-se que os elementos zinco e alumínio estão presentes no substrato aluzinco. Os elementos Carbono, oxigênio e ferro são encontrados no resíduo de lama vermelha e consequentemente na solução eletrolítica. Os elementos silício, fosforo e manganês que foram identificados no EDS da Tabela 62 do item 5.4.3.a, não foram identificados no EDS da Tabela 80 após a corrosão.

Figura 87 - Imagens de MEV/EDS por névoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 600 segundos.

Lama Vermelha Total 5 g/L
Tempo de deposição de 600 s
LZ5(600)
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Fonte: O autor (2021).

Comparando-se as imagens de MEV da corrosão por *salt spray* do revestimento LZ5(600) da Figura 87 com a imagem de MEV do revestimento LZ5(600) da Figura 51 do item 5.4.3a pode-se observar uma morfologia diferente, com aparecimento de uma camada lisa, com partículas anguladas presas ao revestimento. Observando-se o mapeamento feito por EDS foi detectado o pico de cloro, podendo ser das partículas de sal que agregam aos revestimentos.

A Tabela 81 apresenta os resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

Tabela 81 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

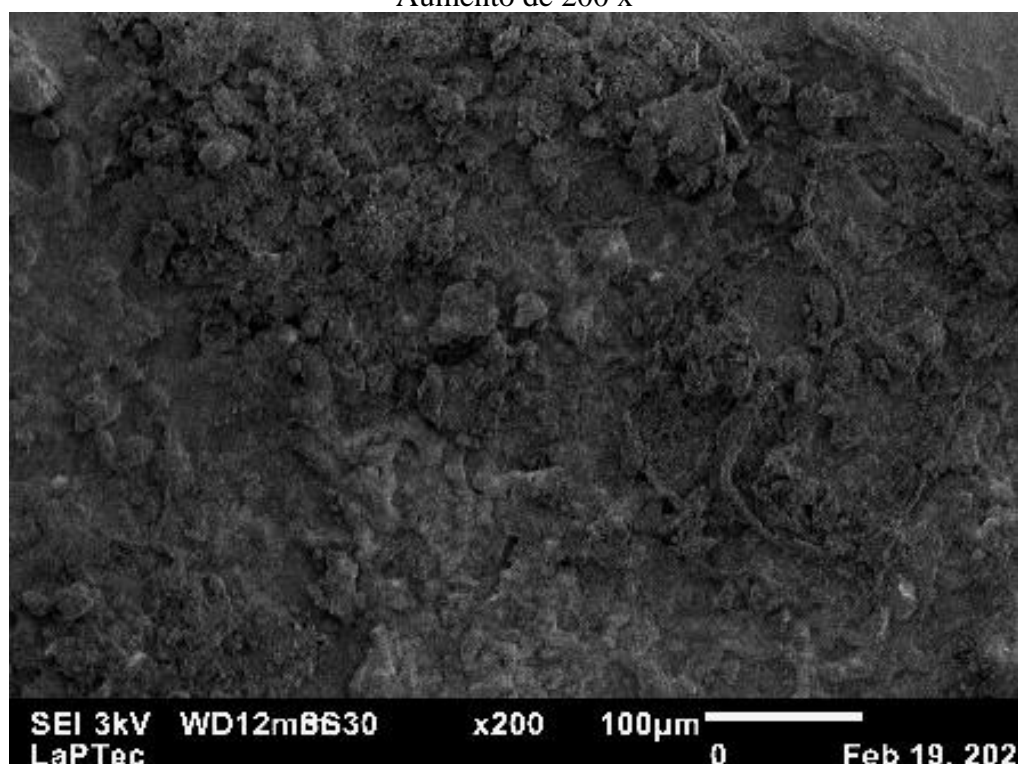
Elementos	LZ5(600)
O	46.42
Zn	38.78
C	2.78
Fe	1.29

Fonte: O autor (2021).

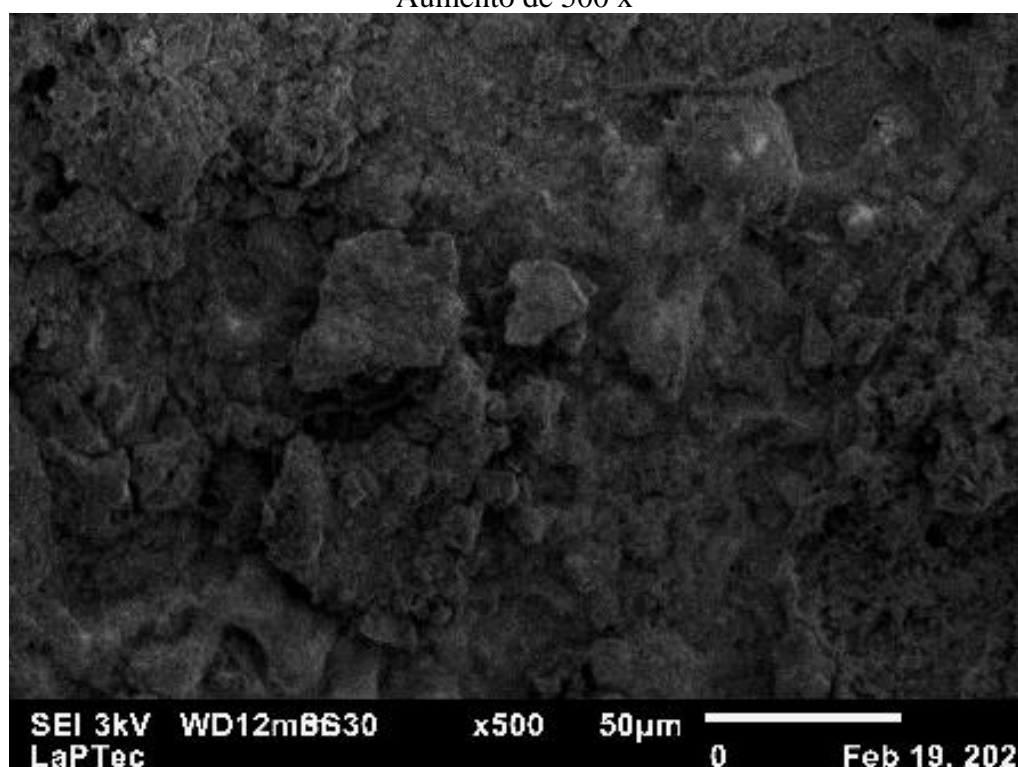
Pode-se observar na Tabela 81 que o EDS identificou maior porcentagem de oxigênio, zinco, alumínio, cloro, carbono e ferro. Comparando os resultados de EDS do revestimento LZ5(600) da Tabela 62 do item 5.4.3.a, pode-se observar aumento na porcentagem de massa atômica do oxigênio, de 30,09 para 46,42, aumento na porcentagem de massa atômica do zinco de 26,99 para 38,78, para o alumínio a porcentagem de massa atômica era de 0,95 e na Tabela 81 não foi identificado, redução na porcentagem de massa atômica do carbono 6,68 para 2,78 e redução na porcentagem de massa atômica do ferro de 5,47 para 1,29.

Figura 88 - Imagens de MEV/EDS por névoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 900 segundos.

Lama Vermelha Total 5 g/L
Tempo de deposição de 900 s
LZ5(900)
Aumento de 200 x



Aumento de 500 x



Fonte: O autor (2021).

Comparando-se as imagens de MEV da corrosão por *salt spray* do revestimento LZ5(900) da Figura 88 com a imagem de MEV do revestimento LZ5(900) da Figura 51 do item 5.4.3a pode-se observar uma morfologia um pouco diferente, observa-se a formação de uma camada “arenosa”, um pouco de material disperso e pó solto e o desaparecimento dos poros.

A Tabela 82 apresenta os resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

Tabela 82 - Resultados do EDS em porcentagem de massa atômica.

Elementos	LZ5(900)
O	52.12
Zn	28.93
C	11.31
Fe	2.89
Al	2.82
Si	1.94

Fonte: O autor (2021).

Pode-se observar na Tabela 82 que o EDS identificou maior porcentagem de oxigênio, zinco, carbono, ferro, alumínio e silício. Comparando os resultados de EDS do revestimento LZ5(900) da Tabela 62 do item 5.4.3.a, pode-se observar aumento na porcentagem de massa atômica do oxigênio, de 29,18 para 52,12, aumento na porcentagem de massa atômica do zinco de 0 para 28,93 (significa que o substrato foi exposto e houve corrosão), aumento na porcentagem de massa atômica do carbono de 5,63 para 11,31, redução na porcentagem de massa atômica do ferro de 5,47 para 2,89, aumento na porcentagem de massa atômica do alumínio de 1,92 para 2,82 e aumento na porcentagem de massa atômica do silício de 1,28 para 1,94.

Nota-se que ocorre aumento na porcentagem de massa atômica do alumínio e do silício, podendo indicar que é possível alcançar outras camadas do revestimento.

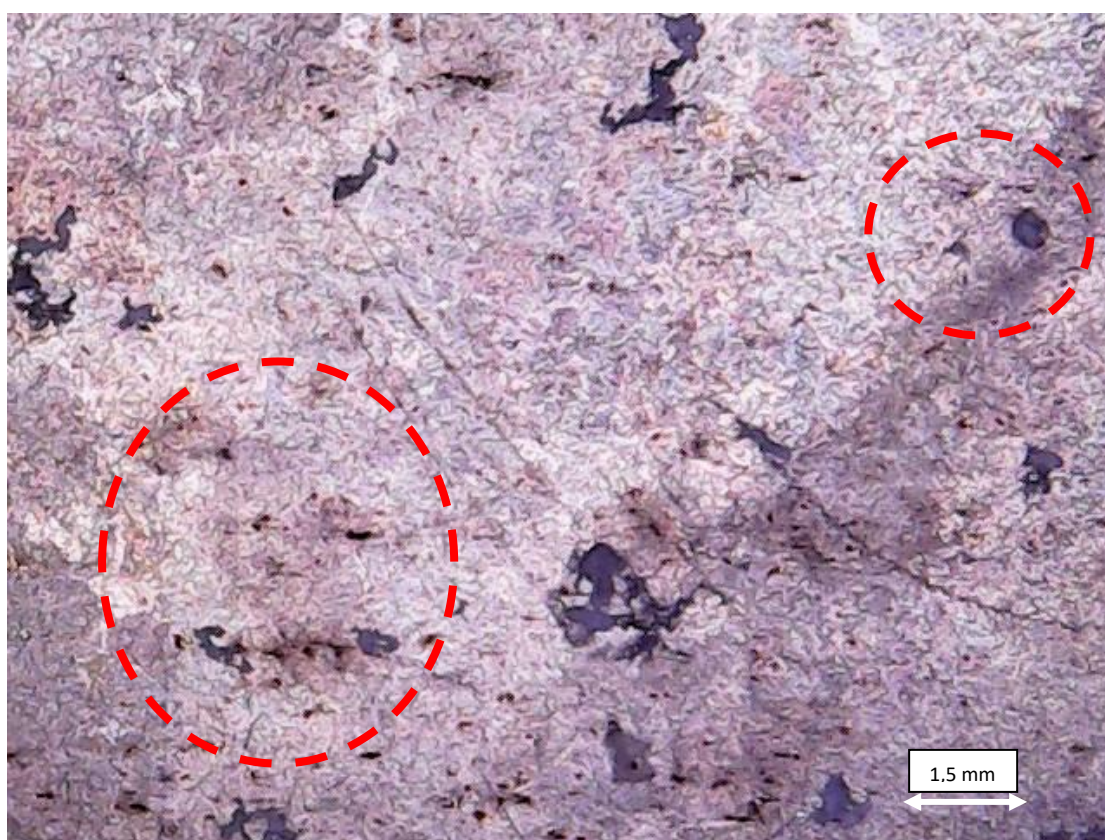
Na Figura 84 é possível observar o revestimento LZ5(900) com imagens de microscópio óptico, parece que nesse revestimento o desgaste por corrosão não tira a camada cerâmica e os resultados de EDS parecem confirmar isso, apontando que o revestimento é bom para proteção contra corrosão. Quanto a molhabilidade esse revestimento LZ5(900) foi classificado como hidrofílico (todos os outros revestimentos são hidrofóbicos), com ângulo de contato menor que 90 e a espessura foi de 0,3427 g de massa formada e a composição química é muito semelhante para todas as deposições.

5.6.2 Corrosão por Imersão

5.6.2.a Substrato Alumínio 1200

A Figura 89 mostra o efeito da corrosão do substrato de alumínio 1200, inicialmente polido.

Figura 89 - Corrosão por imersão do substrato de alumínio 1200 sem tratamento.



Fonte: O autor (2020).

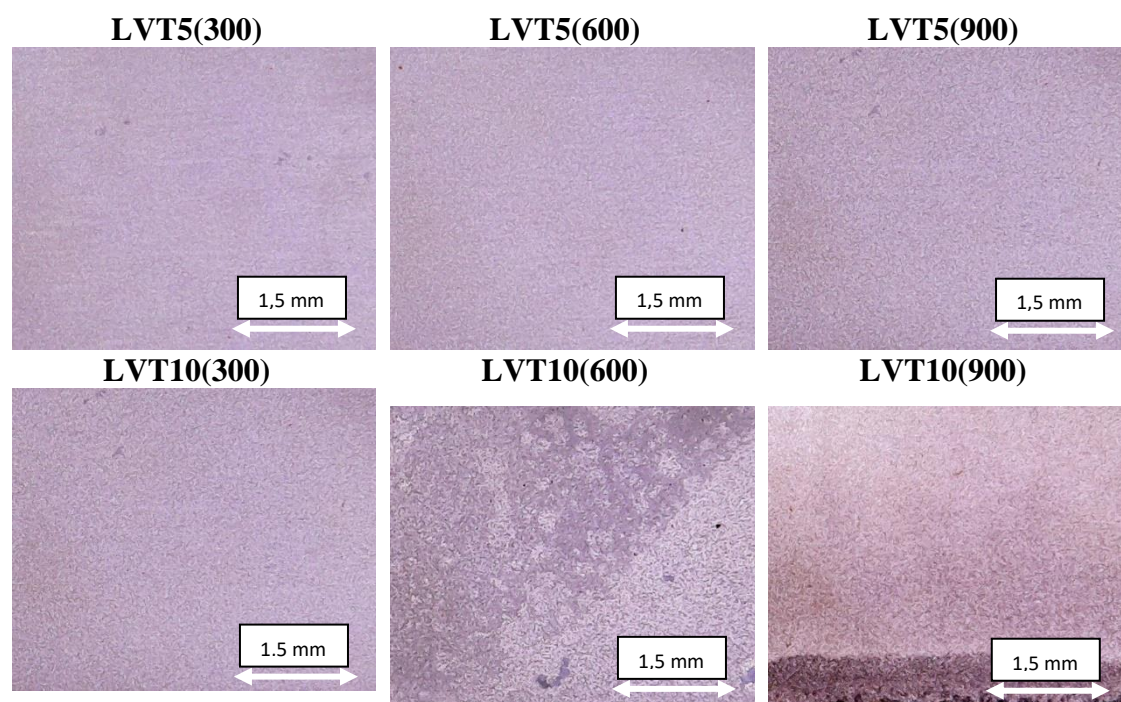
Comparando-se as imagens da Figura 67 onde se apresenta o substrato de alumínio 1200 após a o ensaio de corrosão por *salt spray* com a Figura 89 após o ensaio de corrosão por imersão observa-se que a corrosão por imersão parece provocar um maior ataque ao substrato, ocorrendo formação de corrosão por pites de maiores tamanhos e manchas brancas e amarronzadas em maior quantidade.

A taxa de corrosão para o substrato de alumínio submetido ao teste de corrosão por imersão (Figura 89) apresentou o valor de 1,7358 mm/ano, de acordo com a classificação da norma NACE RP-07-75-200516 uma taxa de corrosão severa, maior do que 0,25 mm/ano. A taxa de corrosão para o substrato de alumínio (Figura 67) submetido ao teste de corrosão por *salt spray* apresentou o valor de 0,0784 mm/ano. De acordo com a classificação da norma NACE RP-07-75-200516 uma taxa de corrosão moderada, entre 0,025 a 0,120 mm/ano. Assim, confirmando que que a corrosão por imersão parece provocar um maior ataque ao substrato.

5.6.2.b Revestimentos obtidos em substrato de Alumínio 1200

A Figura 90 apresenta as imagens dos revestimentos com lama total (LVT), submetidos a ensaio de corrosão por imersão, no tempo (t) = 96 horas (após o ensaio).

Figura 90 - Imagens dos revestimentos com lama total (LVT) depois do ensaio de 96 horas de corrosão por imersão.



Fonte: O autor (2020).

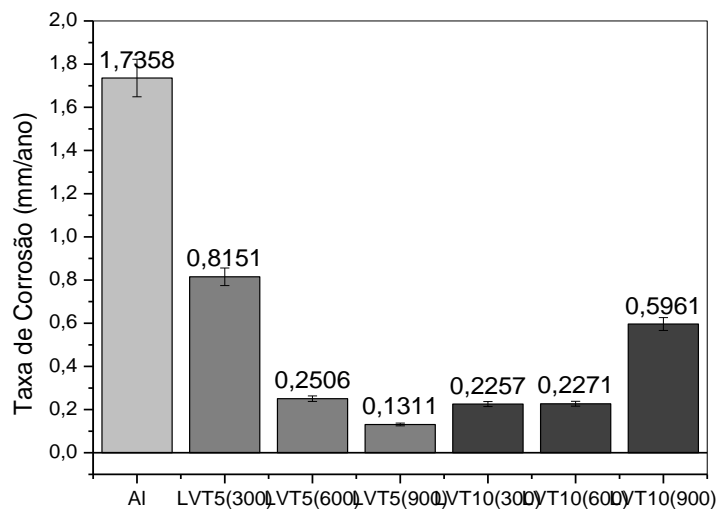
Pode-se observar no teste de corrosão por imersão que algumas imagens apresentam colocação avermelhada / amarronzada mais escura após o tempo de teste da corrosão.

Observou-se nas primeiras 48 horas que as superfícies dos revestimentos apresentaram alterações na cor e escurecimento.

As imagens da Figura 90, mostram que os revestimentos que apresentam maiores danos são os revestimentos LVT10(600) e LVT10(900). Nos demais revestimentos nota-se a presença de pites.

A Figura 91 e a Tabela 83 apresentam os resultados dos cálculos da taxa de corrosão do substrato de alumínio 1200 e dos revestimentos com lama total (LVT).

Figura 91 - Taxa de corrosão por imersão para revestimentos com lama vermelha lama total (LVT) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200



Fonte: O autor (2021).

Observa-se que a maior taxa de corrosão foi identificada para o substrato de alumínio 1200, para o revestimento LVT5(300), seguida pelo revestimento LVT10(900) e LVT5(600) todas classificadas como severa de acordo com a norma NACE RP-07-75. Mostrando que o revestimento pode estar protegendo o substrato de corrosão.

As menores taxas de corrosão foram identificadas o revestimento LVT5(900), LVT10(300) e LVT10(600), classificadas como taxa de corrosão alta.

Comparando-se os resultados de corrosão por névoa salina e por imersão observa-se que as taxas de corrosão por imersão são maiores em relação as taxas de corrosão por nevoa salina.

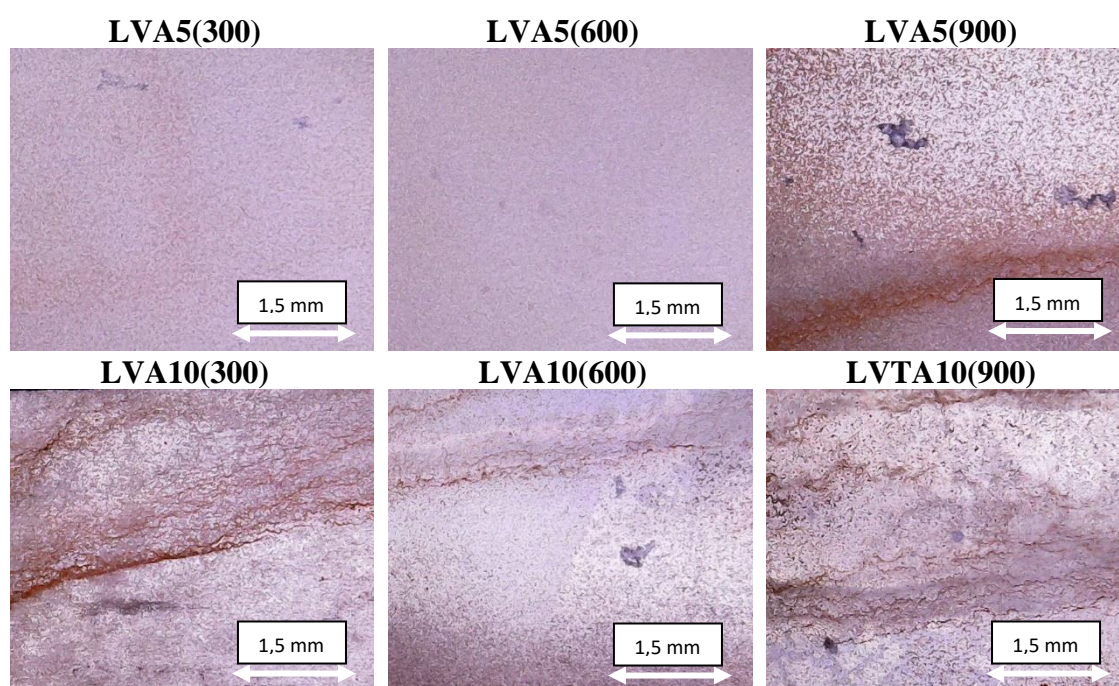
Tabela 83 - Resultado da Taxa de corrosão por imersão para os revestimentos obtidos com lama vermelha, em substrato de alumínio e sua classificação de acordo com a Norma NACE RP-07-75).

Revestimentos	Taxa de corrosão uniforme (mm/ano)	Corrosividade
Alumínio 1200	1,7358	Severa
LVT5(300)	0,8151	Severa
LVT5(600)	0,2506	Severa
LVT5(900)	0,1311	Alta
LVT10(300)	0,2257	Alta
LVT10(600)	0,2271	Alta
LVT10(900)	0,5961	Severa

Fonte: O autor (2021).

A Figura 92 apresenta as imagens dos revestimentos com lama vermelha fração silte/argila (LVA) após os ensaios de corrosão por imersão, no tempo (t) = 96 horas (após o ensaio).

Figura 92 - Imagens dos revestimentos com lama fração silte/argila (LVA) após ensaio de 96 horas de corrosão por imersão.



Fonte: O autor (2020).

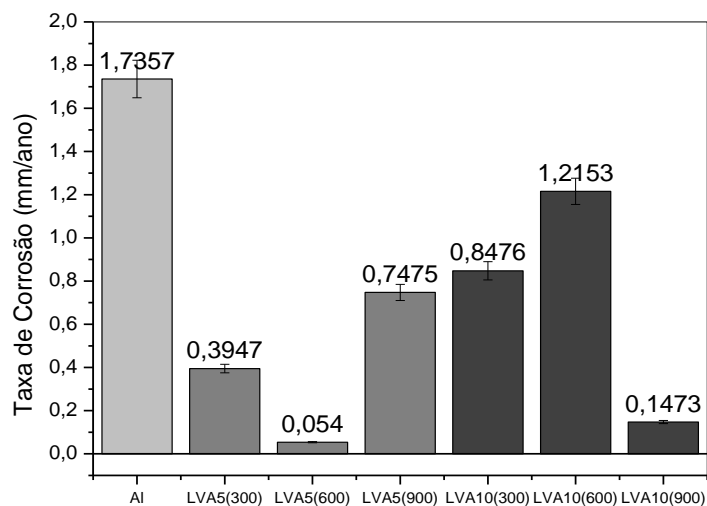
Nesse experimento pode-se observar que as imagens da evolução da corrosão apresentam coloração avermelhada e amarronzada mais escuras. Durante o tempo de imersão, nas primeiras 24 horas a superfície tem alteração de coloração e escurece, o que pode caracterizar as primeiras etapas da corrosão. Nota-se pela Figura 92, após 96 horas de imersão que os revestimentos LVA5(900) e as LVA10(600) sofreram os maiores danos, com formação de rachaduras e estruturas que indicam a corrosão.

Após a imersão observa-se a alteração do brilho metálico para marrom escuro com pontuações localizadas, características típicas de corrosão das ligas de Al manifestadas por uma superfície cheia de rachaduras e fragmentos esfoliados dos produtos de corrosão.

Durante o processo de plasma eletrolítico, há a possibilidade de formação de fissuras no revestimento formado, ocorrido pela expansão de volume durante a corrosão e estresse devido ao processo como um todo, fato explicado devido a penetração de gotículas no revestimento produzido, causando corrosão considerável no substrato. Devido às intempéries presentes em ambientes marinhos, este cenário tende a ser mais severo do que testes em laboratórios controlados, fato este explicitado devido à falta de controle e parâmetros como a concentração do íon cloreto, umidade, ventos, temperatura, etc. (BABOIAN 1995).

A Figura 93 e a Tabela 84 apresentam os resultados dos cálculos da taxa de corrosão do substrato de alumínio 1200 e dos revestimentos com lama fração silte/argila (LVA).

Figura 93 - Taxa de corrosão por imersão para revestimentos com lama vermelha fração silte/argila (LVA) para as diferentes condições de deposição de alumínio 1200.



Fonte: O autor (2021).

Pode-se observar que a maior taxa de corrosão é do substrato de alumínio 1200, seguida do revestimento LVA10(600), LVA10(300), LVA5(900) e LVA5(300) classificados pela norma NACE RP-07-75 como taxa de corrosão severa. As menores taxas de corrosão foram identificadas para o revestimento LVA5(600) classificada como taxa de corrosão moderada e LVA10(900) classificada como taxa de corrosão alta.

Tabela 84 - Resultado da Taxa de corrosão por imersão para os revestimentos obtidos com lama vermelha, em substrato de alumínio e sua classificação de acordo com a Classificação da taxa de corrosão (Norma NACE RP-07-75).

Revestimentos	Taxa de corrosão uniforme (mm/ano)	Corrosividade
Alumínio 1200	1,7357	Severa
LVA5(300)	0,3947	Severa
LVA5(600)	0,0540	Moderada
LVA5(900)	0,7475	Severa
LVA10(300)	0,8476	Severa
LVA10(600)	1,2153	Severa
LVA10(900)	0,1473	Alta

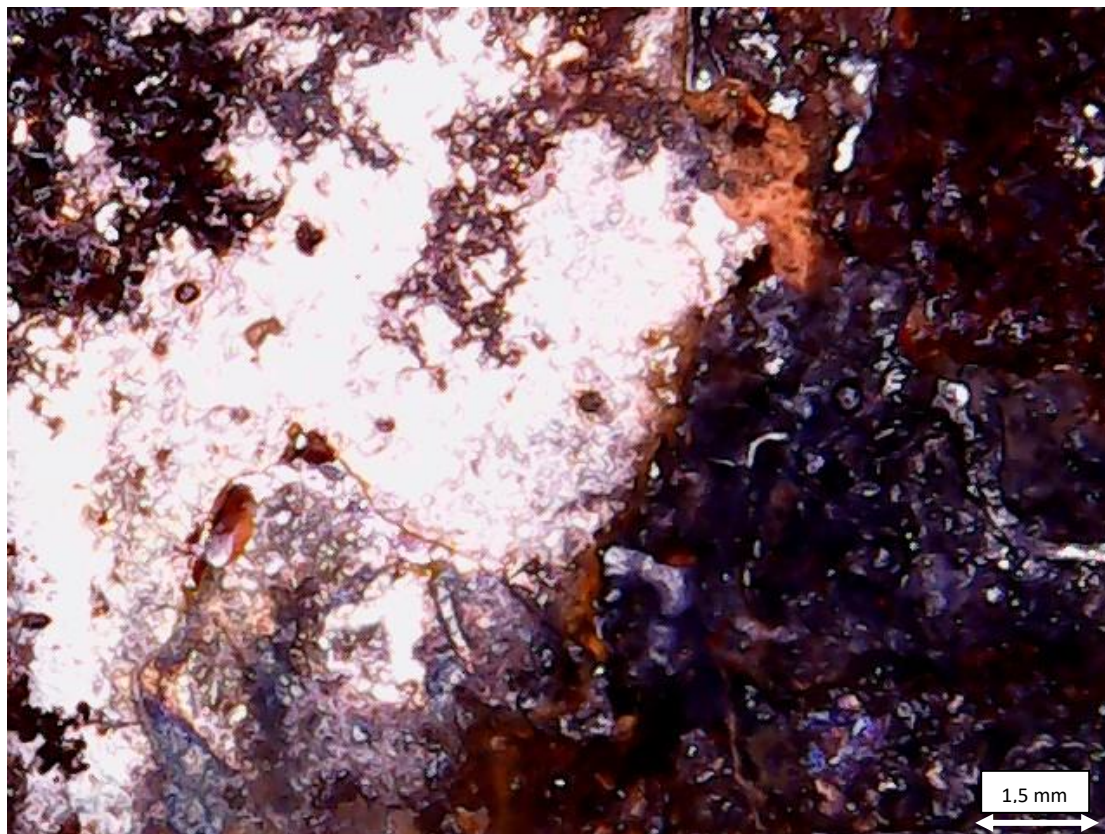
Fonte: O autor (2021).

Comparando-se os resultados de corrosão por névoa salina e por imersão observa-se que as taxas de corrosão por imersão são maiores em relação as taxas de corrosão por névoa salina, com exceção do revestimento LVA5(600). Assim conclui-se que talvez essa seria a melhor condição de deposição desse tipo de resíduo para proteção contra corrosão.

5.6.2.c Substrato Aço Carbono AISI 1020

A Figura 94 mostra a corrosão do substrato de aço carbono polido.

Figura 94 - Corrosão por imersão do substrato de aço carbono AISI/1020 sem tratamento.



Fonte: O autor (2020).

Observando-se a Figura 94 nota-se que ocorreu um ataque uniforme da corrosão. A solução salina foi agressiva ao metal em estudo, provocando corrosão uniforme. A olho nu também é possível identificar a corrosão. Resultado muito semelhante ao obtido com a corrosão por *salt spray* na Figura 75.

A taxa de corrosão para o substrato de aço carbono submetido ao teste de corrosão por imersão (Figura 94) apresentou o valor de 0,9597 mm/ano, de acordo com a classificação da norma NACE RP-07-75-200516 uma taxa de corrosão severa, maior que 0,25 mm/ano.

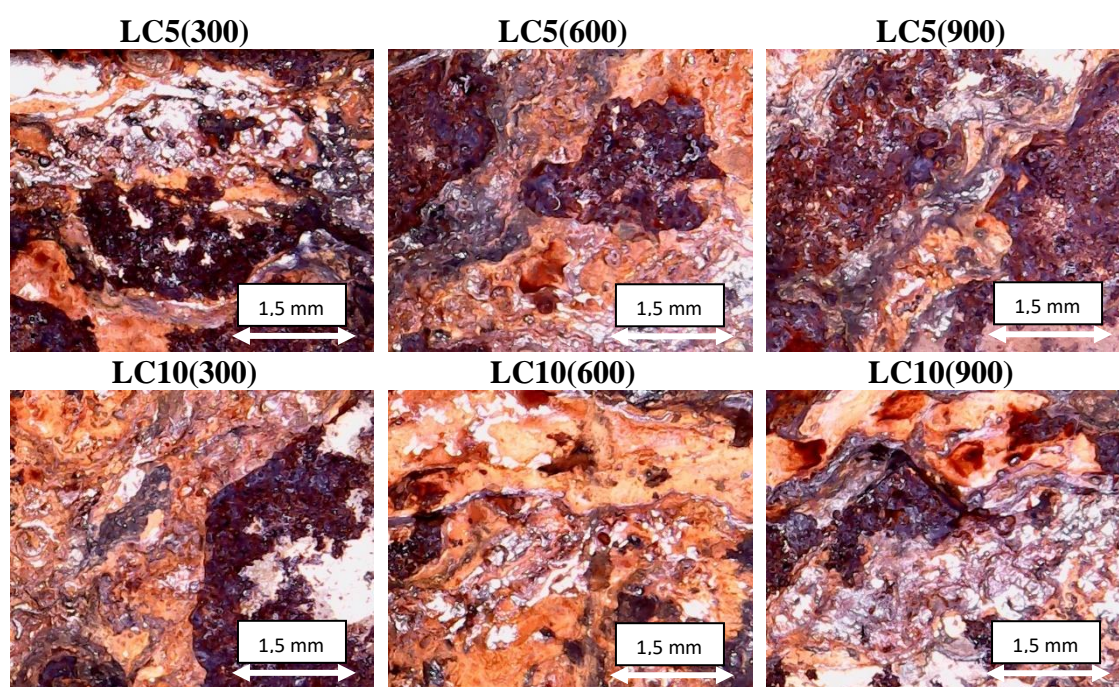
Comparando-se os resultados da taxa de corrosão por névoa salina com a taxa de corrosão por imersão foi possível concluir que a taxa de corrosão por névoa salina foi

classificada como severa (0,2721 mm/ano) e a taxa de corrosão por imersão foi classificada como severa (0,9597 mm/ano).

5.6.2.d Revestimentos obtidos em substrato de Aço Carbono

A Figura 95 apresenta as imagens dos revestimentos com lama total (LVT) após serem submetidos ao teste de corrosão por imersão durante 96 horas (após o ensaio).

Figura 95 - Imagens dos revestimentos com lama total (LVT) depois do ensaio de corrosão de 96 horas por imersão.

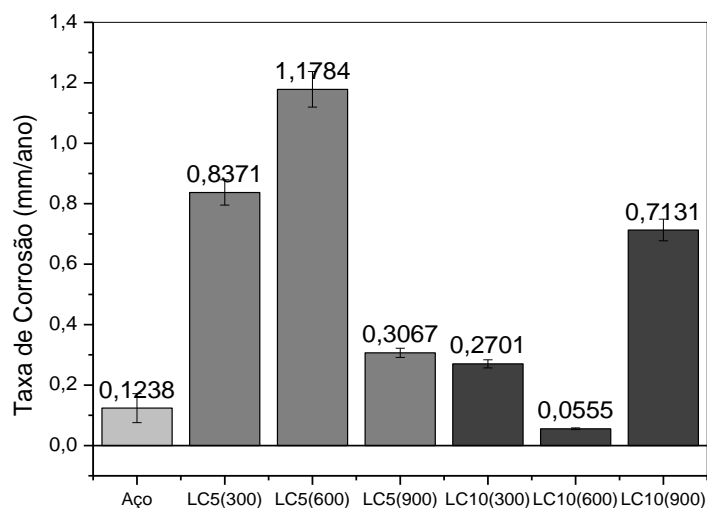


Fonte: O autor (2020).

Pode-se observar no teste de corrosão por imersão que as imagens apresentam colocação avermelhada mais escura após o tempo de teste da corrosão, característica de oxidação do ferro.

A Figura 96 e a Tabela 85 apresentam os resultados dos cálculos da taxa de corrosão do substrato de aço 1020 e dos revestimentos com lama total (LVT).

Figura 96 -Taxa de corrosão por imersão para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição de aço carbono AISI 1020.



Fonte: O autor (2020).

Observa-se que a maior taxa de corrosão foi identificada para o revestimento LC5(600) seguida pelo revestimento LC5(300), LC10(900), LC5(900) e LC10(300), classificadas pela Norma NACE RP-07-75 como taxa de corrosão severa. As menores taxas de corrosão foram identificadas para o revestimento LVT10(600) e para o substrato de aço carbono 1020 classificadas como taxa de corrosão moderada.

Tabela 85 - Resultado da Taxa de corrosão por imersão para os revestimentos obtidos com lama vermelha, em substrato de aço carbono e sua classificação de acordo com a (Norma NACE RP-07-75).

Revestimentos	Taxa de corrosão uniforme (mm/ano)	Corrosividade
Aço Carbono 1020	0,1238	Moderada
LC5(300)	0,8371	Severa
LC5(600)	1,1784	Severa
LC5(900)	0,3067	Severa
LC10(300)	0,2701	Severa
LC10(600)	0,0555	Moderada
LC10(900)	0,7131	Severa

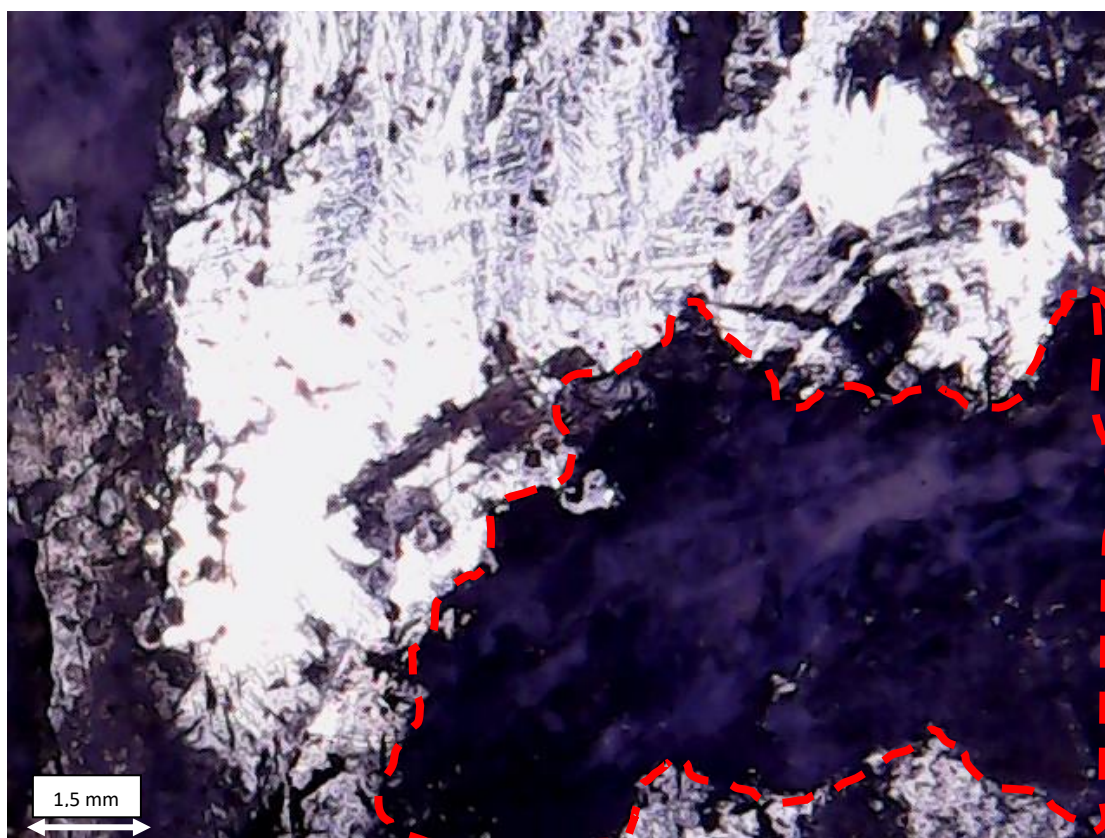
Fonte: O autor (2020).

Comparando-se os resultados de corrosão por nevoa salina e por imersão observa-se que as taxas de corrosão por névoa salina são maiores em relação as taxas de corrosão por imersão, com exceção do revestimento LVA5(300), LVA5(600) e LVA10(900).

5.6.2.e. Substrato AluZinco

Para comparação com os resultados de corrosão por nevoa salina, os substratos de aluzinco, também foram submetidos aos testes de corrosão por imersão em solução salina. A Figura 97 mostra a corrosão do substrato de aluzinco, após esses testes.

Figura 97 - Corrosão por imersão do substrato de aluzinco sem tratamento.



Fonte: O autor (2021).

Observa-se que o substrato de aluzinco apresenta estruturas de corrosão e morfologia localizada. Quando as ligas são imersas em meios contendo cloretos apresentam frequentemente corrosão localizada na forma de pites, intergranular ou esfoliação, (CODARO, 2006). Ao comparar com o resultado de corrosão por salt spray observou-se que a imagem apresentada na Figura 97 parece apresentar uma corrosão mais intensa em relação a Figura 82 (teste de *salt spray*).

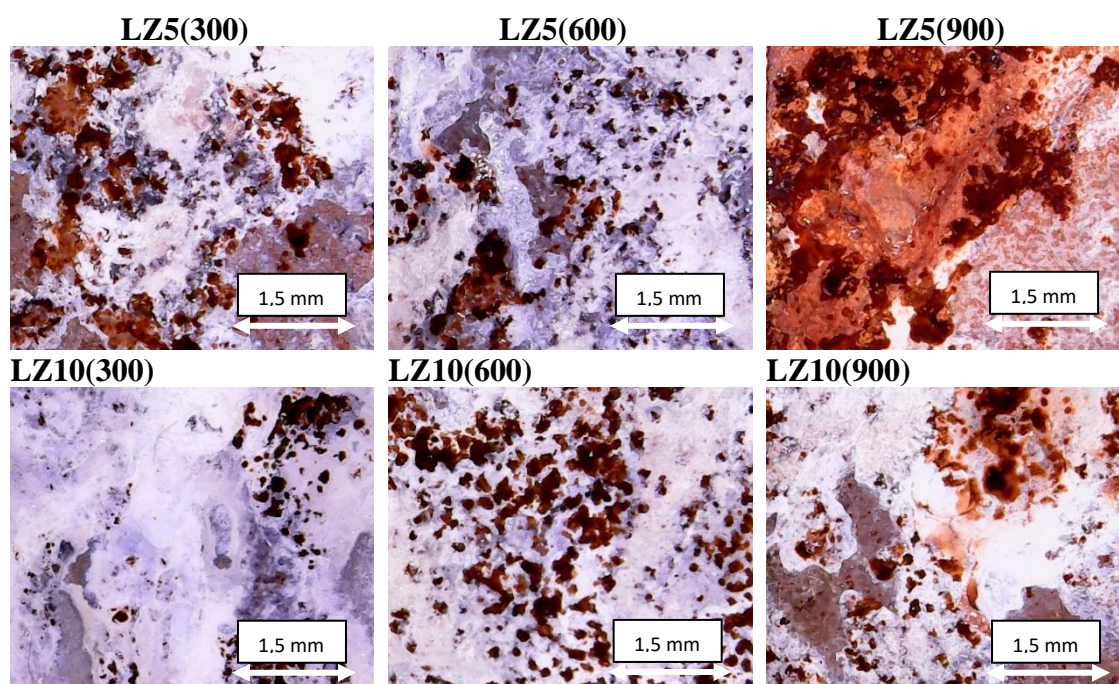
A taxa de corrosão para o substrato de aluzinco submetido ao teste de corrosão por imersão apresentou o valor de 1,5336 mm/ano, de acordo com a classificação da norma NACE RP-07-75-200516 uma taxa de corrosão severa.

Comparando-se os resultados da taxa de corrosão por névoa salina com a taxa de corrosão por imersão foi possível concluir que a taxa de corrosão por névoa salina foi classificada como alta (0,1676 mm/ano) e a taxa de corrosão por imersão foi classificada como severa (1,5336 mm/ano). Comparando-se os resultados de corrosão com os resultados de molhabilidade do item 5.4.3.e pode-se observar que o substrato de aluzinco foi classificado como hidrofóbico. Quando submetido ao processo de plasma para produção de revestimento cerâmico estes se tornaram hidrofílicos. Assim, podendo ocorrer uma maior taxa de corrosão para os revestimentos do que para os substratos.

5.6.2.f. Revestimentos obtidos em substrato de Aluzinco

Os revestimentos foram submetidos ao ensaio de corrosão por imersão por 96 horas para verificar a taxa de corrosão. A Figura 98 apresenta as imagens dos revestimentos com lama total (LVT) no tempo (t) = 96 horas (após o ensaio).

Figura 98 - Imagens dos revestimentos com lama total (LVT) depois do ensaio de corrosão de 96 horas por imersão.



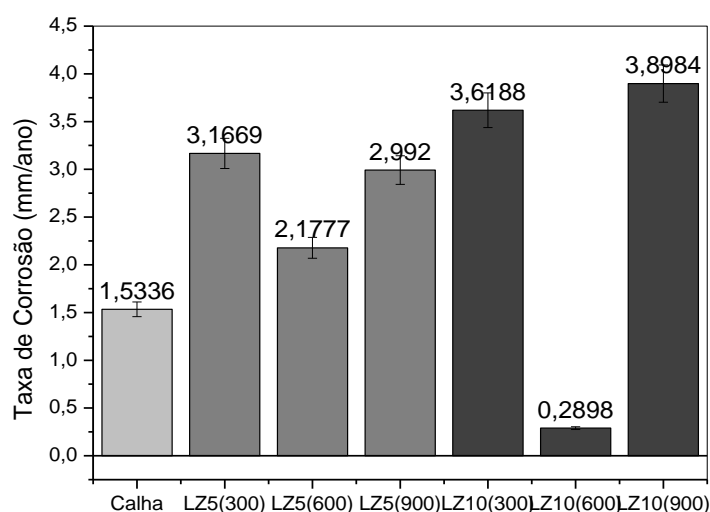
Fonte: O autor (2020).

Pode-se observar no teste de corrosão por imersão que as imagens apresentam coloração avermelhada mais escura após o tempo de teste da corrosão, característica de oxidação do ferro.

As imagens da Figura 98 destacam que os revestimentos LZ5(600) e LZ10(300) e LZ10(600) não estão tão corroídos pois há pouca coloração avermelhada nas imagens ao microscópio óptico.

A Figura 99 e a Tabela 86 apresenta a taxa de corrosão por imersão para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição em aluzinco.

Figura 99 - Taxa de corrosão por imersão para revestimentos com lama vermelha total (LVT) para as diferentes condições de deposição em aluzinco.



Fonte: O autor (2020).

Observa-se que a maior taxa de corrosão foi identificada para o revestimento LZ10(900) seguida pelo revestimento LZ10(300), LZ5(300), LZ5(900), LZ5(600), substrato de aluzinco e LZ10(600), classificadas pela Norma NACE RP-07-75 como taxa de corrosão Severa. A taxa de corrosão da LZ10(600) foi a única menor à do substrato.

Tabela 86 - Resultado da Taxa de corrosão por imersão para os revestimentos obtidos com lama vermelha, em substrato de aluzinco e sua classificação de acordo com a (Norma NACE RP-07-75).

Revestimentos	Taxa de corrosão uniforme (mm/ano)	Corrosividade
Aluzinco	1,5336	Severa
LZ5(300)	3,1669	Severa
LZ5(600)	2,1777	Severa
LZ5(900)	2,9920	Severa
LZ10(300)	3,6188	Severa
LZ10(600)	0,2898	Severa
LZ10(900)	3,8984	Severa

Fonte: O autor (2020).

Comparando-se os resultados de corrosão por nevoa salina e por imersão observa-se que as taxas de corrosão por imersão são mais severas do que as taxas de corrosão por *salt spray*.

6 RESUMO DOS RESULTADOS QUE ANTECEDE AS CONCLUSÕES

- Caracterização da Lama vermelha

Neste trabalho, o resíduo lama vermelha foi utilizado para a produção da solução eletrolítica para a deposição por PEO. Foram usadas a lama vermelha total (LVT) e a fração granulométrica, correspondente a silte/argila (LVA) (0,75 mm). Os resultados de EDS mostraram que as partículas de lama vermelha são constituídas principalmente por ferro, alumínio, silício e também há presença de titânio, cálcio e sódio. Nos resultados de DRX, tanto da lama vermelha como da sua fração silte/argila, permitiram identificar as fases: de óxido de silício, quartzo, alumina beta, hematita, magnetita, óxido de sódio, óxido de cálcio, óxido de titânio e rutilo.

Tanto para a lama total, quanto a fração silte/argila, os grupos funcionais identificados por FTIR foram praticamente os mesmos. Assim, observou-se os grupos funcionais característicos do resíduo de lama vermelha de acordo com dados da literatura. A massa específica medida para a lama vermelha total foi de $(2,83 \pm 0,16)$ g/cm³ e da sua fração silte/argila $(3,01 \pm 0,21)$ g/cm³, observa-se dentro do erro experimental que as densidades são muito próximas. Os resultados de FRX demonstraram que houve um pequeno aumento na concentração de óxido de titânio, óxido de ferro e óxido de sódio.

Desta maneira, pode-se concluir que as diferenças entre a lama total e a fração silte/argila observadas neste estudo correspondem:

- diferença de tamanho das partículas: partículas da lama total apresentam dimensão de 1µm a 10µm e da fração silte argila apresentam dimensão inferior a 1µm.
- seleção da fração granulométrica silte/argila provoca um leve aumento na concentração de óxido de titânio, óxido de ferro e óxido de sódio.

- Caracterização dos Revestimentos obtidos por PEO utilizando lama vermelha

Quanto aos resultados de MEV dos revestimentos obtidos com LVT e LVA em ligas de alumínio 1200, observou-se que ao utilizar lama vermelha de granulometria menor (fração silte/argila) produziu-se uma estrutura com mais nódulos e coalescência ocasionando a formação de grandes poros devido à junção dessas estruturas. Entretanto

ao utilizar lama vermelha de maior granulometria (lama total) surgiram áreas mais lisas, o que indicou que a seleção da granulometria das partículas pode alterar a morfologia. Os resultados do presente trabalho mostram que ao utilizar a liga de alumínio 1200 como substrato, confirmam que os elementos Fe, Ti, Ca e Na identificados nos revestimentos, são provenientes da solução eletrolítica, uma vez que estes não estão presentes na composição dessa liga.

Quanto aos resultados de MEV dos revestimentos formados com LVT em ligas de aço carbono 1020 foi possível identificar estrutura de esferóides fundidos à superfície e estruturas de panquecas características de revestimentos obtidos por PEO observa-se também pouco de material disperso, pó solto e parte granular. O resultado da deposição em aço carbono mostrou que uma boa parte do alumínio do resíduo foi depositado no aço carbono, que pode estar contribuindo para as estruturas que se observam nas imagens de MEV Os elementos predominantes na deposição em liga de aço carbono são o oxigênio (que contribui na formação dos óxidos do revestimento), alumínio, ferro, carbono e silício. Isso mostra que alguns elementos da lama vermelha presentes na solução eletrolítica são incorporados ao revestimento.

Quanto aos resultados de MEV dos revestimentos formados com LVT em ligas de aluzinco, observou-se a presença de estruturas cerâmicas, coalescência e pouco poro. Os resultados das análises de EDS demonstraram que o elemento de maior concentração presente nos revestimentos foi o Al e O, assim como foi observado nos revestimentos obtidos com a lama vermelha total. Nota-se, porém, os revestimentos obtidos com a fração silte/argila levou a um aumento da concentração de Fe, Si, Ti, Ca e Na. Para as deposições em aluzinco observou-se as porcentagens de alumínio 0,48%, silício 0,23%, 4,67% para o ferro e 29,93% para zinco. Os elementos alumínio, silício e ferro são constituintes do resíduo de lama vermelha, já o zinco e o alumínio são elementos do substrato de aluzinco.

Quando se usou a solução eletrolítica com a fração silte/argila (LVA), o titânio foi identificado em todas as deposições. Isso pode ocorrer pelo fato da fração silte/argila, apresentar um aumento na concentração desse elemento, ou no fato do tamanho da partícula na solução eletrolítica influenciar a deposição por PEO e promover a deposição desse elemento.

Para os resultados de DRX nas ligas de alumínio 1200, todos os revestimentos apresentaram as fases da alumina, isso mostra que o PEO forma um revestimento cerâmico, encontrou-se também óxidos de ferro, como a magnetita e hematita. Quanto aos resultados de FTIR para os revestimentos formados com alumínio 1200, observou-se que todos os revestimentos apresentaram as bandas de O-H, C=O, Si-O, Al-O e Si-Al-O. Estes resultados corroboram os resultados de DRX, onde se observam a presença de diferentes mineralogias desses elementos.

Para o aço carbono 1020, não há bandas correspondente a Al-O, o que pode indicar que não haja formação de alumina nos revestimentos e, portanto, não se observam os pescoços característicos das imagens de MEV em substratos de alumínio. Isso pode ser uma indicação que os componentes da lama vermelha (que são hidróxidos de alumínio), apenas se depositem no aço sem alcançar a condição da formação alumina e de estruturas características de revestimentos cerâmicos.

Para os revestimentos de aluzinco, nota-se que os resultados de DRX estão de acordo com a literatura, foram identificados picos cristalinos de óxido de zinco. Observou-se também que o resíduo de lama vermelha influenciou na produção de camada cerâmica e no aparecimento de aluminas. Para os revestimentos obtidos com aluzinco foi possível observar as bandas vibracionais típicas do ZnO, são identificadas, compatível com dados da literatura. Nota-se também que esses resultados de FTIR são coerentes com os resultados do DRX.

Para os resultados de rugosidade os revestimentos obtidos com lama vermelha total e alumínio 1200 apresentaram maior rugosidade em relação aos revestimentos obtidos com a fração silte/argila. Nas micrografias do MEV foi possível perceber uma maior heterogeneidade das superfícies, o que se pode relacionar com a maior rugosidade deste revestimento.

A rugosidade de todas as deposições de aço carbono 1020 foi maior do que a rugosidade do substrato polido, compatível com o que se observa nas micrografias (MEV). Houve diferença significativa entre os revestimentos LC5(300) e aço e entre LC5(600) e LC5(300) obtidos por PEO e ocorre aumento da rugosidade da superfície.

Quanto ao aluzinco, a rugosidade aumentou de acordo com o aumento do tempo de deposição para os revestimentos depositados com a lama vermelha. De acordo com as micrografias apresentadas no MEV, foi possível relacionar que as maiores rugosidades são os que apresentam características de superfícies com diferentes camadas.

Para a molhabilidade observou-se que os revestimentos em substrato de alumínio utilizando lama vermelha total (LVT) e revestimentos da fração silte/argila (LVA) apresentaram características hidrofóbicas.

Para o aço carbono 1020, quarenta semanas após a deposição de lama vermelha a superfície do revestimento continua hidrofílica. A composição química da solução eletrolítica de LC pode influenciar na molhabilidade, assim como a morfologia das superfícies. Notou-se que a deposição de LC apresentara diferentes morfologias no MEV.

Os valores dos ângulos de contato da última medição para o aluzinco ficaram em torno de 52° a 75°. Assim, são classificados como hidrofílicos, futuras medidas podem ser realizadas, para verificação e se ocorreu estabilização e se tornou hidrofóbico.

Pode-se observar que os revestimentos obtidos com a LVA possuem maior dureza em relação ao substrato de alumínio 1200, sem deposição. Talvez utilizar partículas de menor tamanho podem levar a melhoria na propriedade dureza.

Para os resultados de aço carbono, pode-se observar que os revestimentos não possuem maior dureza em relação ao substrato de aço 1020, sem deposição.

Os valores de dureza para os resultados de aluzinco são todos iguais, pois não houve diferença significativa entre elas na análise de estatística. Isso pode ocorrer pelo fato de que ao ocorrer deposição da lama vermelha no substrato de aluzinco, acontece a formação de aluminas, que são caracterizadas com alto valor de dureza aos materiais.

Quanto aos resultados de espessura por corrente parasita para os revestimentos em alumínio 1200, para os revestimentos obtidos com LVT, aumentando o tempo de deposição provoca um aumento espessura do revestimento, mostrando que com o aumento da concentração e do tempo de deposição ocorre o aumento da espessura.

Não houve diferença entre os valores obtidos para a diferença de massa de todos os revestimentos obtidos com o substrato de aço carbono. O valor médio das massas para essas deposições foi de $(7,74 \pm 0,04)$ o que mostrou que independente da condição de deposição deve ocorrer uma saturação na deposição.

Pode-se observar que a deposição de PEO em substrato de aluzinco atingiu a mesma deposição em massa, podendo estar ocorrendo alguma saturação, chegando a um ponto em que não foi mais possível depositar material, independente do tempo de deposição ou da concentração da solução eletrolítica. Observa-se alteração na estrutura morfológica do revestimento e na sua composição.

- Estudo do Desgaste Mecânico dos Revestimentos

Quanto aos testes de desgaste, a placa de alumínio sem revestimento apresentou maior valor em relação a placa dos outros revestimentos. Notou-se que tanto o pino quanto os revestimentos sofreram desgaste. Os revestimentos que sofreram maior perda de massa foram os revestimentos obtidos com maior concentração de lama vermelha na solução eletrolítica (LVT10). Com relação a perda de massa dos revestimentos, o revestimento LVA10(900) apresentou o maior desgaste e o revestimento LVA5(300) apresentou o menor desgaste. Portanto para aplicações que demandem revestimentos com menor desgaste mecânico, os revestimentos obtidos com lama vermelha total (LVT) podem ser a melhor opção. Os revestimentos obtidos com LVT possuem filmes mais grossos, de maior espessura e parecem desgastar menos. Já os revestimentos obtidos com LVA podem ser classificados como mais abrasivos, pois desgastam mais o pino.

Quanto aos revestimentos obtidos com aço carbono 1200, observou-se que ocorreu maior perda de massa das placas do que dos pinos. Isso mostrou que os revestimentos obtidos são menos resistentes ao desgaste do que o aço. O que corrobora com o fato dos revestimentos formados com a lama vermelha e os substratos de aço parecerem ser constituídos de uma camada porosa e que pode ser facilmente arrancada. Portanto pode-se concluir que em termos de desgaste mecânico a melhor opção de deposição que se pode obter foram as LC5(300), LC5(600) e LC5(900).

Para os resultados de aluzinco, pode-se observar que o pino quase não perde massa ao ser atritado sobre as superfícies dos revestimentos obtidos com lama vermelha,

em comparação com a placa. Isso indicou que os revestimentos são pouco abrasivos e não desgastam o pino.

- Estudo da Corrosão dos revestimentos

Quanto aos resultados de corrosão por *salt spray*, no caso do alumínio 1200, as mesmas evoluções na coloração que foram observadas para os revestimentos LVT, foram observados para os revestimentos LVA, demonstrando a evolução do processo de corrosão. Pode-se observar que a maior taxa de corrosão foi identificada para o revestimento LVT5(600) classificada segundo a Norma NACE RP-07-75 como corrosão severa e as menores taxas de corrosão foram identificadas para os revestimentos LVT10(300). Notou-se que os danos devido à corrosão por *salt spray* foram maiores em LVA do que nos revestimentos LVT. Em especial os revestimentos LVA10 além de pites apareceram grandes áreas nas superfícies com deformações e traços de corrosão. Indicando que estes revestimentos são mais suscetíveis a corrosão. Pode-se observar que a maior taxa de corrosão foi identificada para o revestimento LVA10(300), classificada segundo a Norma NACE RP-07-75 como corrosão severa. As menores taxas de corrosão foram identificadas para o revestimento LVA10(600) classificada como corrosão baixa.

Para o aço carbono 1020, pode-se observar que a maior taxa de corrosão foi identificada para o revestimento LC5(900), seguida pelo revestimento LC10(600), LC10(300) e LC10(900), classificadas pela norma NACE RP-07-75-200516 como severa. As menores taxas de corrosão foram identificadas para o revestimento LC5(600) classificada como moderada.

A taxa de corrosão para o substrato de aluzinco pura submetido ao teste de corrosão por Salt spray apresentou o valor de 0,1676 mm/ano, de acordo com a classificação da norma NACE RP-07-75-200516 uma taxa de corrosão alta, entre 0,13 a 0,25 mm/ano. A maior taxa de corrosão foi identificada para o revestimento LZ10(300) classificada como severa de acordo com a Norma NACE RP-07-7 e as menores taxas de corrosão foram identificadas para o revestimento LZ10(600) LC5(900), LZ10(900) e classificadas como taxa de corrosão baixa.

Notou-se que ocorreu aumento na porcentagem de massa atômica do alumínio e do silício, podendo indicar que foi possível alcançar outras camadas do revestimento. Outra hipótese é que esses elementos podem estar na camada de revestimento de lama

vermelha que não foi desgastada, assim protegendo o substrato e indicando que o revestimento é uma camada protetora e que funciona.

A corrosão por imersão parece provocar um maior ataque ao substrato. A taxa de corrosão para o substrato de alumínio submetido ao teste de corrosão por imersão apresentou o valor de 1,7358 mm/ano, de acordo com a classificação da norma NACE RP-07-75-200516 uma taxa de corrosão severa, maior do que 0,25 mm/ano.

Para os revestimentos de LVT, observou-se que a maior taxa de corrosão foi identificada para o substrato de alumínio 1200, para o revestimento LVT5(300), seguida pelo revestimento LVT10(900) e LVT5(600) todas classificadas como severa de acordo com a norma NACE RP-07-75. As menores taxas de corrosão foram identificadas nos revestimentos LVT5(900), LVT10(300) e LVT10(600), classificadas como taxa de corrosão alta. Observa-se que para todos os revestimentos os valores da taxa de corrosão por imersão são inferiores à da corrosão do substrato de alumínio. Mostrando que os revestimentos com LVT promovem a proteção substrato de alumínio à corrosão por imersão.

E para os revestimentos de LVA, observou-se que a maior taxa de corrosão foi do substrato de alumínio 1200, seguida do revestimento LVA10(600), LVA10(300), LVA5(900) e LVA5(300) classificadas pela norma NACE RP-07-75 como taxa de corrosão severa. As menores taxas de corrosão foram identificadas para o revestimento LVA5(600) classificada como taxa de corrosão moderada. Comparando-se os resultados de corrosão por névoa salina e por imersão, observou-se que as taxas de corrosão por imersão foram maiores em relação as taxas de corrosão por névoa salina, com exceção do revestimento LVA5(600). Assim conclui-se que talvez essa seria a melhor condição de deposição desse tipo de resíduo para proteção contra corrosão.

Quanto aos resultados de aço carbono a solução salina foi agressiva ao metal em estudo, provocando corrosão uniforme. A olho nu também é possível identificar a corrosão. Resultado muito semelhante ao obtido com a corrosão por *salt spray*. A taxa de corrosão para o substrato de aço carbono submetido ao teste de corrosão por imersão apresentou o valor de 0,9597 mm/ano, de acordo com a classificação da norma NACE RP-07-75-200516 uma taxa de corrosão severa, maior que 0,25 mm/ano. A maior taxa de corrosão foi identificada para o revestimento LC5(600) seguida pelo revestimento

LC5(300), LC10(900), LC5(900) e LC10(300), classificadas pela Norma NACE RP-07-75 como taxa de corrosão severa. As menores taxas de corrosão foram identificadas para o revestimento LVT10(600) e para o substrato de aço carbono 1020 classificadas como taxa de corrosão moderada. Comparando-se os resultados de corrosão por névoa salina e por imersão observa-se que as taxas de corrosão por névoa salina são maiores em relação as taxas de corrosão por imersão, com exceção do revestimento LVA5(300), LVA5(600) e LVA10(900).

As taxas de corrosão para o substrato de aluzinco submetido ao teste de corrosão por imersão apresentou o valor de 1,5336 mm/ano, de acordo com a classificação da norma NACE RP-07-75-200516 uma taxa de corrosão severa. A maior taxa de corrosão foi identificada para o revestimento LZ10(900) seguida pelo revestimento LZ10(300), LZ5(300), LZ5(900), LZ5(600), substrato de aluzinco e LZ10(600), classificadas pela Norma NACE RP-07-75 como taxa de corrosão Severa. Comparando-se os resultados de corrosão por névoa salina e por imersão observa-se que as taxas de corrosão por imersão são mais severas do que as taxas de corrosão por *salt spray*.

7 CONCLUSÕES

Conclui-se que para a deposição em liga de alumínio 1200, a seleção da fração granulométrica das partículas da lama vermelha altera a morfologia dos revestimentos obtidos. Os elementos Fe, Ti, Ca e Na presentes nos revestimentos cerâmicos são provenientes da lama vermelha que constitui a solução eletrolítica.

Nas deposições de lama vermelha em substrato de aço carbono 1020, ocorre a formação de um revestimento menos aderente ao substrato e que tem a presença dos elementos Al e Si, constituintes da lama vermelha, demonstrando a incorporação de elementos da solução eletrolítica aos revestimentos. Nas deposições de lama vermelha em substrato aluzinco, formam estruturas morfológicas características de revestimento cerâmico, e nessas deposições são formados revestimentos constituídos de elementos provenientes do substrato e da lama vermelha.

Os resultados de DRX e FTIR confirmam que se formam revestimentos cerâmicos nas deposições utilizando os substratos de alumínio 1200 e de aluzinco. Os revestimentos obtidos por PEO em substrato de alumínio 1200 formam alumina e nos revestimentos obtidos em aluzinco se forma óxido de zinco.

Para todos os revestimentos obtidos com lama vermelha a rugosidade aumenta em relação ao substrato sem revestimento. Para os revestimentos em aluzinco a rugosidade aumenta com o aumento do tempo de deposição.

A deposição utilizando lama vermelha total e lama vermelha fração silte/argila produzem revestimentos com características hidrofóbicas. Os revestimentos obtidos com substratos de aço carbono e aluzinco apresentam características hidrofílicas.

Conclui-se que os revestimentos obtidos com lama vermelha fração silte/argila em substratos de alumínio 1200 apresentam maior dureza do que o substrato de alumínio. Para as deposições com lama vermelha total em substrato de alumínio, o aumento do tempo e da concentração resultam em uma espessura maior.

Nos revestimentos dos substratos de aço carbono e aluzinco, conclui-se que as deposições atingem uma saturação de deposição, pois independente do tempo e da concentração a massa depositada não se altera.

Conclui-se que os revestimentos obtidos em liga de alumínio 1200, com lama vermelha total produzem revestimentos que apresentam menor desgaste mecânico do que os obtidos com lama vermelha fração silte/argila. Os revestimentos com lama vermelha total em substratos de alumínio 1200, promovem a proteção do substrato à corrosão por imersão. Os revestimentos formados com a lama vermelha e os substratos de aço parecerem ser constituídos de uma camada porosa e que pode ser facilmente arrancada. Para os resultados de aluzinco, os revestimentos são pouco abrasivos e não desgastam o pino.

Comparando-se os resultados de corrosão por névoa salina e por imersão para os revestimentos obtidos com alumínio, observou-se que as taxas de corrosão por imersão foram maiores em relação as taxas de corrosão por névoa salina, com exceção do revestimento LVA5(600). Os revestimentos LVT10(300) e LVA10(300) por *salt spray* e LVT10(300) e LVA5(600) por imersão apresentaram a menor taxa de corrosão.

Quanto aos resultados de aço carbono a solução salina foi agressiva ao metal em estudo. Os revestimentos LC5(600) por *salt spray* e o revestimento LC10(600) por imersão apresentaram a menor taxa de corrosão. Para os revestimentos obtidos com lama vermelha e substrato aluzinco, os revestimentos LZ10(600) por *salt spray* e por imersão apresentaram a menor taxa de corrosão.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABAL - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (Org.). **Alumínio**. 2021. Disponível em: <<http://www.abal.org.br/>>. Acesso em: 06 abril. 2021.
- ABAL - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (Org.). **Bauxita no brasil mineração responsável e competitividade**. 2015. Disponível em:<http://www.abal.org.br/downloads/ABAL_Relatorio_Bauxita_2017_1.pdf>. Acesso em: 06 abril. 2021.
- ALABBASI, A. *et al.* **Performance of pulsed constant current silicate-based PEO coating on pure magnesium insimulated body fluid**. *Materials Letters* 106, 2013, p.18–21.
- ALAM, S., Das, S.K., Rao, B.H., 2017. **Characterization of coarse fraction of red mud as a civil engineering construction material**. *J. Clean. Prod.* 168, 679–691
- “ALUMINUM ALLOY – SELECTION AND APPLICATIONS”, **The Aluminum Association Inc.**, 1998).
- ALTUNDOĞAN, H.S., Altundoğan, S., Tümen, F., Bildik, M., 2002. **Arsenic adsorption from aqueous solutions by activated red mud**. *Waste Manag.* 22 (3), 357–363.
- ANDRADE, A. L. *et al.* **Catalytic effect of magnetic nanoparticles over the H₂O₂ decomposition reaction**. *J Nanosci Nanotechnol.* p. 3695-3699. jun. 2009.
- ANTÔNIO, César Augusto. **Deposição de Filmes por Plasma Eletrolítico em Ligas de Alumínio**. 2011. 97 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência dos Materiais, Universidade Estadual Paulista, Sorocaba, 2011.
- ANTUNES, M. L.P., SOUZA, C., MORAES, R., RANGEL, E., & CRUZ, N. (2019). **Use of Industrial Waste to Produce Ceramic Coatings on Metal**. *European Journal of Sustainable Development*, 8(5), 9. <https://doi.org/10.14207/ejsd.2019.v8n5p9>
- ANTUNES, M.L.P. *et al.* **Red Mud from Brazil: Thermal Behavior and Physical Properties**. *Ind. Eng. Chem. Res.* 51, p. 775–779. 2012.

ANTUNES, M. L. P.; CRUZ, N. C.; DELGADO, A. O.; DURRANT, S. F.; BORTOLETO, J. R. R.; LIMA, V. F.; SANTANA, P. L.; CASELI, L.; RANGEL, E. C. **Feasibility of RF Sputtering and PIIID for Production of Thin Films from Red Mud.** Materials Research, v.17 (5), p 1316- 1323,2014.

ANTUNES, M. L. P.; SOTTOVIA, L.; BOHNER, N. V.; SOUZA, J. A. S.; RANGEL, E. C.; CRUZ, N. C. **Estudo de Viabilidade de Produção de Filmes Finos Cerâmicos a partir de Resíduo de Caulim, Utilizando Plasma Eletrolítico em Liga de Alumínio.** In: 58º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Bento Gonçalves – RS, 2014.

ASM SPECIALTY HANDBOOK: Stainless Steels Publisher: **ASM International**
Published: 1994 Pages: 576 Editor: J.R. Davis Hardcover Product code: 06398G SBN: 978-0-87170-503-7

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6834: **Alumínio e suas ligas** - Classificação da composição química. 2006.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6502: **Rochas e solos** – 1995

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR NM 87: **Aço carbono e ligados para construção mecânica** - Designação e composição química – 2000.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 8094: **Material metálico revestido e não revestido - Corrosão por exposição à névoa salina** - Método de ensaio – 1983.

ARASH FATTAH-ALHOSSEINI, KAZEM BABAEI, MARYAM MOLAEI. **Plasma electrolytic oxidation (PEO) treatment of zinc and its alloys: A review.** Surfaces and Interfaces, Volume 18, 2020, 100441, ISSN 2468-0230, <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2020.100441>.

ASTM 2002 **ensaios de microdureza Vickers** - ASTM 2002.

ASTM E140-12B (2019) e1, **Tabelas de conversão de dureza padrão para relações de metais entre a dureza Brinell, dureza Vickers, dureza Rockwell, dureza superficial, dureza Knoop, dureza escleroscópico e dureza Leeb**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2019, [www .astm.org](http://www.astm.org).

AZOM, 2021 **Aço Carbono AISI 1020** (UNS G10200).
<https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=9145>

BABOIAN, R. (ed.) **Corrosion Testing and Standards: Applications and Interpretations**. Fredericksburg, VA, ASTM Manual Series – American Society for Testing and Materials Publicacion, 1995, 764p.

BARBOSA, B.A.; COSTA, G.B.; SOUZA, M.E.P. **Study of silicate and aluminate coatings obtained by plasma electrolytic oxidation of aluminum alloy**. Revista Matéria, v.24, n.1, 2019. DOI: 10.1590/S1517-707620190001.0620

BARBOSA, Luiz Claudio De Almeida. **Espectroscopia no infravermelho na caracterização de compostos orgânicos**. 189 p. Viçosa: Ed. da UFV, 2007.

55% Aluminium-zinc Coated Sheet Steel Research and Technology Manual; BIEC International Inc, BHP Steel, Austrália, 1994.

BINNEMANS, K., PONTIKES, Y., JONES, P.T., VAN GERVEN, T., BLANPAIN, B., **Recovery of rare earths from industrial waste residues: a concise review**. In: **Proceedings of the 3rd International Slag Valorisation Symposium: The Transition to Sustainable Materials Management**, 2013, Leuven, Belgium, pp. 191-205.

CALLISTER, W.D. **Materials Science and Engineering: An Introduction**. New York: John Wiley & Sons, 2007.

CAPUTO, H.P. **Mecânica dos solos e suas aplicações** – vol. 1. 6ª ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 1988.

CAUDRON, E.; BUSCAIL, H. **In-situ high temperature X-ray diffraction characterization of yttrium implanted extra low carbono steel and pure iron**. Materials Chemistry and Physics, V. 64, p 29-36, 2000.

CAVALHEIRA, E. D.; MENDES, N. M. F.; CASINI, J. C.; BARBOSA, L. P.; SILVA, S. C.; TAKIISHI, H. **EFEITO DO TAMANHO DE PARTÍCULAS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE LIGAS DE ZIRCÔNIO REPROCESSADAS**. Blucher Proceedings. VII Encontro Científico de Física Aplicada. 2016. <http://pdf.blucher.com.br.s3-sa-east-1.amazonaws.com/physicsproceedings/vii-efa/010.pdf>

C. BLAWERT, S.A. KARPUSHENKOV, M. SERDECHNOVA, L.S. KARPUSHENKAVA, M.L. ZHELUDKEVICH. **Plasma electrolytic oxidation of zinc alloy in a phosphate-aluminate electrolyte.** Applied Surface Science, Volume 505, 2020, 144552, ISSN 0169-4332, <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.144552>.

CERAMIC MATERIALS: **Science and Engineering**, 2007. M. Grant Norton, C. Barry Carter

CHEN LIU, DONGLEI HE, QIN YAN, ZHIQUAN HUANG, PENG LIU, DALONG LI, GUIRONG JIANG, HAOJIE MA, PHILIP NASH, DEJIU SHEN. **An investigation of the coating/substrate interface of plasma electrolytic oxidation coated aluminum.** Surface and Coatings Technology, Volume 280, 2015, Pages 86-91, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.08.050>.

CHENNA RAO BORRA, YIANNIS PONTIKES, KOEN BINNEMANS, TOM VAN GERVEN, **Leaching of rare earths from bauxite residue (red mud), Minerals Engineering**, Volume 76, 2015, Pages 20-27, ISSN 0892-6875, <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2015.01.005>.

CHONGQING WANG, XUE ZHANG, RUIRUI SUN, YIJUN CAO. **Neutralization of red mud using bio-acid generated by hydrothermal carbonization of waste biomass for potential soil application.** Journal of Cleaner Production (IF 9.297) Pub Date : 2020-06-30 , DOI: 10.1016/j.jclepro.2020.122525

CICCU R., M. GHIANI, A. SERCI, S. FADDA, R. PERETTI, A. ZUCCA. **Heavy metal immobilization in the mining-contaminated soils using various industrial wastes,** Minerals Engineering, Volume 16, Issue 3, 2003, Pages 187-192, ISSN 0892-6875, [https://doi.org/10.1016/S0892-6875\(03\)00003-7](https://doi.org/10.1016/S0892-6875(03)00003-7).

CODARO NORBERTO. **Estudo da corrosão em ligas de alumínio utilizadas na indústria aeronáutica.** Tese de Livre-Docência. Universidade Estadual Paulista Campus de Guaratinguetá Faculdade de Engenharia. Guaratinguetá 2006.

COBDEN, RON; ALCAN; BANBURRY. **Aluminium physical properties, characteristics and alloys.** 1994. Disponível em: <<http://www.alueurope.eu/>>.

CONCEIÇÃO, F. T.; SILVA, M. S. G.; MENEGÁRIO, A. A.; ANTUNES, M. L. P.; NAVARRO, G. R. B.; FERNANDES, A. M.; DOREA, C.; MORUZZI, R. B. **Precipitation as the main mechanism for Cd (II), Pb (II) and Zn (II) removal from aqueous solutions using natural and activated forms of red mud.** Environmental Advances, 2021. Volume 4, art. num. 100056.

COSTA NETO, P. L. O. **Estatística.** 2ª ed. Editora Edgard Blucher Ltda., 2002.

COUTINHO, L, de S. **Construção de equipamento gerador de névoa salina (*salt spray*) para execução de ensaios acelerados de corrosão.** Volta Redonda: UniFOA, 2019.

CROSSLEY P. (2001). **Bauxite.** Industrial Minerals, p. 27-41.

CRUZ, N.D.; GALLIO, E.; GATTO, D.A., *et al.* **Green synthesis of zinc oxide nanoparticles.** revista Matéria, v.25, n.1, 2020

D'AGOSTINO, R. **Plasma Deposition, Treatment and Etching of Polymers.** London: Academic Press, 1990.

DAVRIS, P., BALOMENOS, E., PANIAS, D., PASPALIARIS, I., PANAGIOTIS DAVRIS, EFTHYMIOS BALOMENOS, DIMITRIOS PANIAS, IOANNIS PASPALIARIS, **Selective leaching of rare earth elements from bauxite residue (red mud), using a functionalized hydrophobic ionic liquid,** Hydrometallurgy, Volume 164, 2016, Pages 125-135, ISSN 0304-386X, <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2016.06.012>.

DEHNAVI V, BEN LI LUAN, DAVID W. SHOESMITH, XING YANG LIU, SOHRAB ROHANI, **Effect of duty cycle and applied current frequency on plasma electrolytic oxidation (PEO) coating growth behavior,** Surface and Coatings Technology, Volume 226, 2013, Pages 100-107, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.03.041>.

DEHNAVI V, XING YANG LIU, BEN LI LUAN, DAVID W. SHOESMITH, SOHRAB ROHANI, **Phase transformation in plasma electrolytic oxidation coatings on 6061 aluminum alloy,** Surface and Coatings Technology, Volume 251, 2014, Pages 106-114, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.04.010>.

DE JESUS, CAROLINA PETRISIN COSTA ; ANTUNES, MARIA LÚCIA PEREIRA; DA CONCEIÇÃO, FABIANO TOMAZINI ; NAVARRO, GUILLERMO RAFAEL BELTRAN ; MORUZZI, RODRIGO BRAGA . **Removal of reactive dye from aqueous solution using thermally treated red mud. Desalination and Water Treatment (Print)**, v. 52, p. 1-8, 2014.

DEMEC - **Departamento de Engenharia Mecânica. Dureza Vickers.** UFPR - Universidade Federal do Paraná, 2016.

DI SARLI, A. R.; SERÉ, P. R.; ZAPPONI, M.; ELSNER, C. I. **Comparative corrosion behavior of 55 aluminum–zinc alloy and zinc hot-dip coatings deposited on low carbon steel substrates.** Corrosion Science, v. 40, p. 1711-1723, 1998

DJEKOUN, A.; BOUZABATA, B.; OTMANI, A.; GRENECHE, J. M. **X-ray diffraction and Mossbauer studies of nanocrystalline Fe-Ni alloys prepared by mechanical alloying.** Catalysis Today, V 89, p 319-323, 2004.

DONALDSON, D.; RAAHAUGE, B. E. Essential Readings in Light Metals. **Alumina and Bauxita.** Volume 1, Ed. Springer. Switzerland, 2016.

EBRAHIMINEJAD AND KARIMZADEH, 2019 M. EBRAHIMINEJAD, R. KARIMZADEH. **Influence of phosphorus content on properties and performance of NiW nanocatalyst supported on activated red mud in atmospheric diesel hydrodesulfurization.** J. Hazard Mater., 384 (2019), p. 121485, 10.1016/j.jhazmat.2019.121485

E.V. PARFENOV, A. YEROKHIN, R.R. NEVYANTSEVA, M.V. GORBATKOV, C.-J. LIANG, A. MATTHEWS, **Towards smart electrolytic plasma technologies: An overview of methodological approaches to process modelling,** Surface and Coatings Technology, Volume 269, 2015, Pages 2-22, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.02.019>.

EPA - ENVIRONMENTAL PROTECY AGENCY apud SILVA FILHO, E. B. **Lama vermelha da indústria de beneficiamento de alumina: produção, características, disposição e aplicações alternativas.** Revista Matéria. v. 12, n. 2, p. 322 – 338. 2007.

Frank Simchen, Maximilian Sieber, Thomas Lampke, **Electrolyte influence on ignition of plasma electrolytic oxidation processes on light metals**, Surface and Coatings Technology, Volume 315, 2017, Pages 205-213, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.02.041>.

FRAUCHES-SANTOS, C.; ALBUQUERQUE, M. A.; OLIVEIRA, M. C. C. **A corrosão e os agentes anticorrosivos**. Revista Virtual de Química, v. 6, n. 2, p. 293-309. 2014.

FRIDMAN, A.; KENNEDY, L. A. **Plasma Physics and Engineering**. New York: Taylor & Francis, 2004.

GENTIL, V. **Corrosão**. 5ªed. Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., Rio de Janeiro, 2007

GELENCSÉR, A. *et al.* **The red mud accident in Ajka (Hungary): Characterization and potencial health effects of fugitive dust**. Environmental Science & Technology, Veszprém, v. 45, p.1608-1615, 2011.

GERDAU - **Aços finos. Manual de Aços**. Edição atualizada 2003. Disponível em:< http://www.feis.unesp.br/Home/departamentos/engenhariamecanica/maprotec/catalogo_acos_gerdau.pdf>. Acesso em: 10 de março de 2018

GH. BARATI DARBAND, M. ALIOFKHAZRAEI, P. HAMGHALAM, N. VALIZADE, **Plasma electrolytic oxidation of magnesium and its alloys: Mechanism, properties and applications**, Journal of Magnesium and Alloys, Volume 5, Issue 1, 2017, Pages 74-132, ISSN 2213-9567, <https://doi.org/10.1016/j.jma.2017.02.004>.

GU, W. C. *et al.* **Characterisation of ceramic coatings produced by plasma electrolytic oxidation of aluminium alloy**. Materials Science and Engineering. v.447, p.158-162. 2007.

GUOHUA LV, WEICHAO GU, HUAN CHEN, WENRAN FENG, M. LATIF KHOSA, LI LI, ERWU NIU, GULING ZHANG, SI-ZE YANG, **Characteristic of ceramic coatings on aluminum by plasma electrolytic oxidation in silicate and phosphate electrolyte**, Applied Surface Science, Volume 253, Issue 5, 2006, Pages 2947-2952, ISSN 0169-4332, <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2006.06.036>.

HAMMOND, K., 2014. **Recovery of Value-added Products From Red Mud and Foundry Baghouse. Dust.** Colorado School of Mines.

HAO ZHANG, JIAKUAN YANG, WENBO YU, SEN LUO, LI PENG, XINGXING SHEN, YAFEI SHI, SHINAN ZHANG, JIAN SONG, NAN YE, YE LI, CHANGZHU YANG, SHA LIANG, **Mechanism of red mud combined with Fenton's reagent in sewage sludge conditioning**, Water Research, Volume 59, 2014, Pages 239-247, ISSN 0043-1354, <https://doi.org/10.1016/j.watres.2014.04.026>.

HIND, A. R.; BHARGAVA, S. K.; S. C. GROCOTT **The surface chemistry of Bayer process solids: a review.** Colloids and Surfaces. p. 359–374. 1999.

HUAN-JUN XIE, YING-LIANG CHENG, SHAO-XIAN LI, JIN-HUI CAO, LI CAO, **Wear and corrosion resistant coatings on surface of cast A356 aluminum alloy by plasma electrolytic oxidation in moderately concentrated aluminate electrolytes**, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Volume 27, Issue 2, 2017, Pages 336-351, ISSN 1003-6326, [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(17\)60038-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(17)60038-4).

HUANG QIAN, ZHONGZHEN WU, HAO WU, SHUNPING JI, ZHENGYONG MA, ZHONGCAN WU, PINGHU CHEN, JIAYU ZHU, RICKY K.Y. FU, HAI LIN, XIUBO TIAN, FENG PAN, PAUL K. CHU, **Corrosion behavior of ZnO-reinforced coating on aluminum alloy prepared by plasma electrolytic oxidation**, Surface and Coatings Technology, Volume 374, 2019, Pages 1015-1023, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.06.079>.

I.V. LUKIYANCHUK, V.S. RUDNEV, L.M. TYRINA, **Plasma electrolytic oxide layers as promising systems for catalysis**, Surface and Coatings Technology, Volume 307, Part C, 2016, Pages 1183-1193, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.06.076>.

JESUS, C. P. C. **Caracterização da lama vermelha e sua aplicabilidade na adsorção do corante têxtil reativo azul 19.** Dissertação de mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental. Universidade de Estadual Paulista, UNESP, Sorocaba, 2011.

JEZINI, V. S. **Síntese e caracterização de óxido de ferro e do compósito óxido de ferro/óxido de grafeno reduzido para aplicação em supercapacitores.** Dissertação de

mestrado. Programa de Pós-graduação em Ciências e Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Amazonas. 2015.

JURABLU S., M. FARAHMANDJOU, T. P. FIROOZABADI (2015). **Sol-Gel Synthesis of Zinc Oxide (ZnO) Nanoparticles: Study of Structural and Optical Properties**. Journal of Sciences, Islamic Republic of Iran 26(3): 281 – 285

JIANKANG WANG, ZHONGPING YAO, QIXING XIA, YAJING WANG, ZHAOHUA JIANG, **A novel solid acid coating catalyst on Q235 carbon steel for Fenton-like oxidation of phenol under circumneutral pH**, Journal of Alloys and Compounds, Volume 711, 2017, Pages 278-286, ISSN 0925-8388, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.03.344>.

JIANKANG WANG, ZHONGPING YAO, YAJING WANG, QIXING XIA, HUIYA CHU, ZHAOHUA JIANG, **Preparation of immobilized coating Fenton-like catalyst for high efficient degradation of phenol**, Environmental Pollution, Volume 224, 2017, Pages 552-558, ISSN 0269-7491, <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2017.02.038>.

JIANKANG WANG, ZHONGPING YAO, MIN YANG, YAJING WANG, QIXING XIA & ZHAOHUA JIANG, **A Fe₃O₄/FeAl₂O₄ composite coating via plasma electrolytic oxidation on Q235 carbon steel for Fenton-like degradation of phenol**. Environ Sci Pollut Res 23, 14927–14936 (2016). <https://doi.org/10.1007/s11356-016-6613-5>

KAVAS TANER, **Use of boron waste as a fluxing agent in production of red mud brick**, Building and Environment, Volume 41, Issue 12, 2006, Pages 1779-1783, ISSN 0360-1323, <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2005.07.019>.

KAYA KARDELEN, SEZEN SOYER-UZUN, **Evolution of structural characteristics and compressive strength in red mud–metakaolin based geopolymer systems**, Ceramics International, Volume 42, Issue 6, 2016, Pages 7406-7413, ISSN 0272-8842, <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.01.144>.

KLOPROGGE, J. THEO; RUAN, HUADA D.; FROST, RAY L. **Thermal decomposition of bauxite minerals: infrared emission spectroscopy of gibbsite, boehmite and diaspore**. Journal of Materials Science. p. 1121-1129. 2002.

LEITE, F. R. **O potencial uso de resíduos de beneficiamento de rochas ornamentais como matéria-prima em argamassas e sua avaliação do ciclo de vida (acv)**. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental. Universidade de Estadual Paulista, UNESP, Sorocaba, 2019.

LIEBERMAN, M. A.; LICHTENBERG, A. J. **Principles of Plasma Discharges and Materials Processing**. John Wiley and Sons, Inc., New York, 1994.

LIU YONG, CHUXIA LIN, YONGGUI WU, **Characterization of red mud derived from a combined Bayer Process and bauxite calcination method**, Journal of Hazardous Materials, Volume 146, Issues 1–2, 2007, Pages 255-261, ISSN 0304-3894, <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2006.12.015>.

LIU SHIFENG, JIANMIN ZENG, **Application of thermally activated red mud in surface treatment of 5005 aluminum alloy**, Progress in Organic Coatings, Volume 133, 2019, Pages 276-288, ISSN 0300-9440, <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2019.04.041>.

LIU SHIFENG, JIANMIN ZENG, **Effects of negative voltage on microstructure and corrosion resistance of red mud plasma electrolytic oxidation coatings**, Surface and Coatings Technology, Volume 352, 2018, Pages 15-25, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.07.080>.

LIU, S., ZENG, J. & WANG, Y. **Preparation and Characterization of Plasma Electrolytic Oxidation Coating on 5005 Aluminum Alloy with Red Mud as an Electrolyte Additive**. Metall Mater Trans B 48, 2223–2231 (2017). <https://doi.org/10.1007/s11663-017-1013-x>

L. PEZZATO, K. BRUNELLI, P. DOLCET, M. DABALÀ, **Plasma electrolytic oxidation coating produced on 39NiCrMo3 steel**, Surface and Coatings Technology, Volume 307, Part A, 2016, Pages 73-80, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.08.057>.

LU *et. al.*, (2016). Xiaopeng Lu, Marta Mohedano, Carsten Blawert, Endzhe Matykina, Raul Arrabal, Karl Ulrich Kainer, Mikhail L. Zheludkevich, **Plasma electrolytic oxidation coatings with particle additions – A review**, Surface and Coatings Technology, Volume 307, Part C, 2016, Pages 1165-1182, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.08.055>.

L, PEZZATO, .; SETTIMI, AG; CERCHIER, P .; GENNARI, C .; DABALÀ, M .; BRUNELLI, K. **Microstructural and Corrosion Properties of PEO Coated Zinc-Aluminized (ZA) Steel.** *Coatings* 2020 , 10 , 448. <https://doi.org/10.3390/coatings10050448>

LUZ, A. B.; *et al.* **Rochas e Minerais Industriais.** CETEM/2008, 2ª Edição. Argila – Caulim. Capítulo 12. p. 255-294. 2008.

MANCINI, SD, DE MEDEIROS, GA, PAES, MX *et al.* **Economia Circular e Gestão de Resíduos Sólidos: Desafios e Oportunidades no Brasil.** *Circ.Econ.Sust.* 1, 261–282 (2021). <https://doi.org/10.1007/s43615-021-00031-2>

M.A. KHAIRUL, JAFAR ZANGANEH, BEHDAD MOGHTADERI, **The composition, recycling and utilisation of Bayer red mud,** *Resources, Conservation and Recycling*, Volume 141, 2019, Pages 483-498, ISSN 0921-3449, <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2018.11.006>.

MONTINI, M.; GALLO, J.B; MARTINS, L.T; MAIA, E.L; YAMAMOTO, C.F.; LOURENÇO, R.R; RODRIGUES, J. A. **Aplicações do resíduo de bauxita e da cinza pesada da indústria do alumínio na fabricação de cimento Portland.** In: Congresso Brasileiro de Cerâmica ,53, 2009, Guarujá, SP.

MATTHEW STEPHEN GORE 2015 The Dissertation Committee Geotechnical **Characterization of Bauxite Residue (Red Mud)** Dissertation The University of Texas at Austin August 2015

MENGFAN WANG, XIAOMING LIU, **Applications of red mud as an environmental remediation material: A review,** *Journal of Hazardous Materials*, Volume 408, 2021, 124420, ISSN 0304-3894, <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.124420>.

MENNCCI *et al.*, 2010 Marina Martins Mennucci Idalina Vieira Aoki Vincent Vivier Hercílio Gomes de Melo. **Microeletrodo com cavidade: técnica eletroquímica utilizada para estudo da estabilidade de produtos de corrosão de metais** *Revista CPC*, São Paulo, n. 10, p. 234-251, maio/out 2010. (<https://pdfs.semanticscholar.org/d475/420f9e0ff3d8f88e6bec10c99747a1605787.pdf>)

MERCURY, J. M. R.; GALDINO, L. G.; VASCONCELOS, N. S. L. S.; PAIVA, A. E. M.; CABRAL, A. A.; ANGÉLICA, R. S. **Estudo do comportamento térmico e propriedades físico-mecânicas da lama vermelha.** Revista Matéria, v. 15, n. 3, p. 445-460. 2010.

MORAES R. F. **Estudo da fração areia da lama vermelha para a produção de revestimentos em liga de alumínio por oxidação eletrolítica assistida por plasma.** Dissertação de mestrado. Programa de pós-graduação em engenharia civil e ambiental. Universidade de Estadual Paulista, UNESP, Sorocaba, 2019.

MOREIRA, A. R.; PANOSSIAN, Z.; CAMARGO, P. L.; MOREIRA, M. F.; SILVA, I. C.; CARVALHO, J. E. R. **Zn/55Al coating microstructure and corrosion mechanism,** Corrosion Science. v. 48, p. 564-576, 2006.

MARDER, A. R. **The metallurgy of zinc-coated steel.** Materials Science, V. 45, p.191-271, 2000.

MOHAMED H.M. AHMED, NUNO BATALHA, TENGFEI QIU, MD MAHMUDUL HASAN, LUQMAN ATANDA, NASIM AMIRALIAN, LIANZHOU WANG, HONG PENG, MUXINA KONAROVA, **Red-mud based porous nanocatalysts for valorisation of municipal solid waste,** Journal of Hazardous Materials, Volume 396, 2020, 122711, ISSN 0304-3894, <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122711>.

NACE STANDARD RP0775-2005. **Preparation, Instalation, Analysis, and Interpretation of Corrosion Coupons in Oilfield Operations,** item nº 21017, ISBN 1-57590-086-6, 2005.

NIELSEN, G. F. e RANGEL E. C.; **Characterization of Aluminum Oxide-Containing Organic Films,** Resumo publicado nos anais do 18º International Colloquium on Plasma Processes, p. 175, Nantes, França. 2011

NUNES, L.P. e LOBO, A.C.O. **Pintura industrial na proteção anticorrosiva.** Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 1990.

NUNES, B. M. F. **Funcionalização de superfícies de silício por radiação laser e implantação iônica: Estudo da molhabilidade.** 2008. 75 f. Dissertação (Mestrado) -

Curso de Engenharia de Materiais, Instituto Superior Técnico, Universidade de Lisboa, Lisboa, 2008.

NUNN, R. F., “**Advances in red mud dewatering and disposal technologies**”, The Minerals, Metals & Materials Society, 1998.

OSTROSKI V. C. **Avaliação da velocidade de corrosão nos equipamentos portuários**. R. gest. sust. ambient., Florianópolis, v. 8, n. 1, p.848-880, jan/mar. 2019. Doi: 10.19177/rgsa.v8e12019848-880

PADILHA, F. J.; SILVA, M. S; GUIMARÃES, R. S; CEDANO, J. C. C; OLIVEIRA, D. M; DAMACENO, J. B. D; ACHETE, C. A.; FALCÃO, N. P. S. **Use of Raman Spectroscopy and FT-IR to Characterize the Biochar in Yellow Oxisol of Central Amazonia**. Rev. Virtual Quim., Vol 9, No. 5 Data de publicação: 14 de setembro de 2017

PALMA, E.; PUENTE, J. M.; MORCILLO M. **The atmospheric corrosion mechanism of 55% Al-Zn coating on steel**. Corrosion Science, v. 40, p. 61-68, 1998.

PALINKAS, F. B. S. M. **Utilização de resíduo de caulim para oxidação eletrolítica assistida por plasma de liga de alumínio**. Dissertação de mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental. Universidade de Estadual Paulista, UNESP, Sorocaba, 2017.

PEPPER, R.A.; COUPERTHWAITTE, S.J.; MILLAR, G.J. **Comprehensive examination of acid leaching behavior of mineral phases from red mud: Recovery of Fe, Al, Ti and Si**. Miner. Eng., v.99, p.8-18, 2016.

PERA E PERA. França (2000) AMBROISE, J.; PERA, J. **Red mud, an interesting secondary raw material**. In: CONSTRUCTION & ENVIRONMENT, 2000, São Paulo.

PEREIRA, P. A. DE S., **Estudo Preliminar da Aplicação da Técnica de Correntes Parasitas Visando a Inspeção Submersa de Elementos Combustíveis**, Tese de M.Sc., COPPE COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2007.

PERSSON, D.; THIERRY, D.; LÉBOZEC, N. **Corrosion product formation on Zn55Al coated steel upon exposure in a marine atmosphere**. Corrosion Science, v. 53, p. 720-726, 2011.

PICHINELLI, B. C., SILVA, M. S. G., CONCEIÇÃO, F. T., MENEGÁRIO, A. A., ANTUNES, M. L. P., NAVARRO, G. R. B., MORUZZI, R. B. **Adsorption of Ni(II), Pb(II) and Zn(II) on Ca(NO₃)₂-Neutralised Red Mud**. *Water Air Soil Pollut*, vol 228, p.24 – 36, 2017. DOI 10.1007/s11270-016-3208-1, pag. 24-37.

PIRES *et al.*, **Comparative behaviour in terms of wear and corrosion resistance of galvanized and zinc-iron coated steels**. •*Matéria (Rio J.)* 12 (4) Dec 2007. <https://doi.org/10.1590/S1517-70762007000400011>

PLASMA TECHNOLOG. **MAO-30: User manual**. [s.d].

PORTER, F. C. **Corrosion resistance of zinc and zinc alloys**. *Corrosion Technology*, Marcel Dekker, New York, 1994.

QIAN HUANG, QIAN & LIU, LIANGLIANG & WU, ZHONGZHEN & JI, SHUNPING & WU, HAO & CHEN, PINGHU & MA, ZHENGYONG & WU, ZHONGCAN & FU, RICKY & LIN, HAI & TIAN, XIUBO & PAN, FENG & CHU, PAUL. (2020). **Corrosion-resistant plasma electrolytic oxidation coating modified by Zinc phosphate and self-healing mechanism in the salt-spray environment**. *Surface and Coatings Technology*. 384. 125321. 10.1016/j.surfcoat.2019.125321.

QIU, P.; LEYGRAF, C.; WALLINDER, I. O. **Evolution of corrosion products and metal release from Galvalume coatings on steel during short and long-term atmospheric exposures**. *Materials Chemistry and Physics*, v. 133, p. 419-428, 2012.

RAHIMI, M. *et al.* **Effects of aluminium surface morphology and chemical modification on wettability**. *Applied Surface Science*. v. 269, p.124–132. 204.

RANGEL, R. C. C. *et al.* **Improvement of the corrosion resistance of carbon steel by plasma deposited thin films**. In: RAZAVI, R. S. *Recent Researches in Corrosion Evaluation and Protection*. 1^a. ed. Rijeka: InTech, 2012. Cap. 5, p. 91-116.

RATH, SWAGAT S. *et al.* **Statistical Modeling Studies of Iron Recovery from Red Mud Using Thermal Plasma**. *Plasma Science and Technology*. p. 459-464. 2013. RED MUD PROJECT. Red Mud. 2014. Disponível em: <<http://redmud.org/>>. Acesso em: 11 jun. 2018.

RIBEIRO, RAFAEL P. *et al.* **Effect of Plasma Oxidation Treatment on Production of a SiO_x/SiO_xCyHz Bilayer to Protect Carbon Steel Against Corrosion.** Materials Research [online]. 2021, v. 24, suppl. 1 [Accessed 18 July 2021] , e20210039. Available from: <<https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2021-0039>>. Epub 12 July 2021. ISSN 1980-5373. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2021-0039>.

RIBEIRO, D.V. *et al.* **Red Mud Recycles on Bayer Process and Its Effect On the Iron Content on Liquor: Light Metals.** 2011 MaterialsResearch. Disponível em: <http://www.tms.org/%5Cpubs%5CBooks%5CPDFs%5C09-7315-G/09-7315-G-0.pdf> –

RIBEIRO, D.V.; MORELLI, M.R. **Estudo da viabilidade da utilização do resíduo de bauxita como adição ao cimento Portland.** In: CBECiMAT – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. 18, 2008, Pernambuco.

ROYALMBC, 2021, **Royal Metal Building Components RMBC GALVALUME® & GALVALUMEPLUS®.** Disponível em:<https://royalmbc.com/wp-content/uploads/2017/09/GalvalumeSpecSheet.pdf>.

RUIBING LI, TINGAN ZHANG, YAN LIU, GUOZHILV, LIQUN XIE, **Calcification-carbonation method for red mud processing,** Journal of Hazardous Materials, Volume 316, 2016, Pages 94-101, ISSN 0304-3894, <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2016.04.072>.

SAHU, RAMESH & PATEL, RAJKISHORE. (2011). **Adsorption of Zn(II) on Activated Red Mud: Neutralized by CO₂.** Desalination. 266. 93-97. [10.1016/j.desal.2010.08.007](https://doi.org/10.1016/j.desal.2010.08.007).

SAIKIRAN M., RAVALI G., KUMAR P. **“Comparative Study of Vegetable Based and Conventional Cutting Fluids in Machining of Copper Alloys”,** Material Today: Proceedings, 2019.

SANTOS, H. D., **Influência da sílica e temperatura nas propriedades físicas dos agregados sintéticos produzidos com resíduo do processo Bayer.** Tese de Doutorado, Universidade Federal do Pará, Pará, 2019. Disponível em: <<http://repositorio.ufpa.br/jspui/handle/2011/11261> >

SANTOS, S. **Produção e Avaliação do uso de pozolana com baixo teor de carbono obtida da cinza de casca de arroz residual para concreto de alto desempenho.** Tese (Doutorado). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2006.

SAPUTRA EDY, SYAIFULLAH MUHAMMAD, HONGQI SUN, HA MING ANG, MOSES O. TADÉ, SHAOBIN WANG, **Red mud and fly ash supported Co catalysts for phenol oxidation**, *Catalysis Today*, Volume 190, Issue 1, 2012, Pages 68-72, ISSN 0920-5861, <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2011.10.025>.

SATAPATHY, ALOK *et al.* **Characterization of Plasma Sprayed Pure Red Mud Coatings: An Analysis.** *American Chemical Science Journal*. p. 151-163. 2013.

SAYED, F., POLSHETTIWAR, V. **Facile and Sustainable Synthesis of Shaped Iron Oxide Nanoparticles: Effect of Iron Precursor Salts on the Shapes of Iron Oxides.** *Sci Rep* 5, 9733 (2015). <https://doi.org/10.1038/srep09733>

S.C. TROUGHTON, A. NOMINÉ, J. DEAN, T.W. CLYNE, **Effect of individual discharge cascades on the microstructure of plasma electrolytic oxidation coatings**, *Applied Surface Science*, Volume 389, 2016, Pages 260-269, ISSN 0169-4332, <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.07.106>.

SELVERIAN, J. H.; NOTIS, M. R.; MARDER, A. **The microstructure of 55 w/o Al-Zn-Si (Galvalume) hot dip coatings.** *Journal of Materials Engineering*, v. 9, p. 133-140, 1987.

SGLAVO, V.M., CAMPOSTRINI, R., MAURINA, S., CARTURAN, G., MONAGHEDDU, M., BUDRONI, G., COCCO, G., **Bauxite 'red mud' in the ceramic industry. Part 1: thermal behaviour**, *Journal of the European Ceramic Society*, Volume 20, Issue 3, 2000, Pages 235-244, ISSN 0955-2219, [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(99\)00088-6](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(99)00088-6).

SCHMUKI, P.; HILDEBRAND, H.; FRIEDRICH, A; VIRTANEN, S. **The composition of the boundary region of MnS inclusions in stainless steel and its relevance in triggering pitting corrosion**, *Corrosion Science*, Vol.47, p.1239-1250, 2005

SHABAN, MOHAMED & ZAYED, MOHAMED & HAMDY, HANY. (2016). **Nanostructured ZnO Thin Films for Self-Cleaning Applications**. RSC Advances. 7. 10.1039/C6RA24788A.

SHANCHUAN HE, YICHENG HU, TIANDING HU, AIHUA MA, QINGMING JIA, HONGYING SU, SHAOYUN SHAN, **Investigation of CaO-based sorbents derived from eggshells and red mud for CO₂ capture**, Journal of Alloys and Compounds, Volume 701, 2017, Pages 828-833, ISSN 0925-8388, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.12.194>.

SHAOHAN WANG, HUIXIN JIN, YONG DENG, YUANDAN XIAO, **Comprehensive utilization status of red mud in China: A critical review**, Journal of Cleaner Production, Volume 289, 2021, 125136, ISSN 0959-6526, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.125136>.

SHIFENG LIU, JIANMIN ZENG, **Application of thermally activated red mud in surface treatment of 5005 aluminum alloy**, Progress in Organic Coatings, Volume 133, 2019, Pages 276-288, ISSN 0300-9440, <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2019.04.041>.

SHINOMIYA *et al.* **Scenarios Planning for industrial wastes: The red mud case**. Revista Gestão em Engenharia, São José dos Campos, v.2, n.2, p.43-66, jul./dez. 2015. <http://www.mec.ita.br/~cge/RGE/ARTIGOS/v02n02a03.pdf>

S, CHOUDHARY., SENGWA, RJ **Propriedades morfológicas, estruturais, dielétricas e elétricas dos filmes nanodielétricos PEO – ZnO**. J Polym Res 24, 54 (2017). <https://doi.org/10.1007/s10965-017-1218-3>

SHUFA ZHU, DANYANG ZHU, XIAOHAN WANG, **Removal of fluorine from red mud (bauxite residue) by electrokinetics**, Electrochimica Acta, Volume 242, 2017, Pages 300-306, ISSN 0013-4686, <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2017.05.040>.

SINGH, SMITA M.U. ASWATH, RAHUL DAS BISWAS, R.V. RANGANATH, HARISH K. CHOUDHARY, RAJEEV KUMAR, BALARAM SAHOO, **Role of iron in the enhanced reactivity of pulverized Red mud: Analysis by Mössbauer spectroscopy and FTIR spectroscopy**, Case Studies in Construction Materials, Volume 11, 2019, e00266, ISSN 2214-5095, <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2019.e00266>.

SILVA FILHO, E. B.; ALVES, M. C. M.; DA MOTTA, M. **Lama vermelha da indústria de beneficiamento de alumina, disposição e aplicações alternativas.** Matéria, s.l., v. 12, n. 2, p. 322-338, 2007.

SILVA, R. P. C. **Ação do Biocida THPS sobre micro-organismos associados à corrosão de aço carbono em água de produção.** Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos 123 Químicos e Bioquímicos) Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009.

SILVA FILHO, E. B. **Lama vermelha da indústria de beneficiamento de alumina: produção, características, disposição e aplicações alternativas.** Revista Matéria. v. 12, n. 2, p. 322 - 338. 2007.

SMILJA MARKOVIC, & RAJIĆ, VLADIMIR & STANKOVIĆ, ANA & VESELINOVIĆ, LJILJANA & BELOSEVIC-CAVOR, JELENA & BATALOVIĆ, KATARINA & ABAZOVIĆ, NADICA & SKAPIN, SREČO & USKOKOVIĆ, DRAGAN. (2016). **Effect of PEO molecular weight on sunlight induced photocatalytic activity of ZnO/PEO composites.** Solar Energy. 127. 124-135. 10.1016/j.solener.2016.01.026.

SNARS, K., GILKES, R., 2009. **Evaluation of bauxite residues (red muds) of different origins for environmental applications.** Appl. Clay Sci. 46 (1), 13–20.

SNARS, K., GILKES, R., WONG, M., 2004. **The liming effect of bauxite processing residue (red mud) on sandy soils.** Soil Res. 42 (3), 321–328.

SOCIETY OF AUTOMOTIVE ENGINEERS - EUA: SAE J403. **Chemical Compositions of Carbon Steels.** 2001.

SOTERO, R.H.; SOUZA, I.A.; MERCURY, J.M. **Aproveitamento do resíduo de bauxita na fabricação de blocos de pavimentação aglomerados com cimento.** Disponível em: < <http://www.pdf-searchengine.com/abnt-nbr-12118-pdf.html>>.

SOTTOVIA, L. **Utilização de lama vermelha para a deposição de filmes cerâmicos em liga de alumínio por plasma eletrolítico.** Dissertação de mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental. Universidade de Estadual Paulista, UNESP, Sorocaba, 2015.

SOTTOVIA, LÍVIA ; ANTUNES, MARIA LÚCIA PEREIRA ; ANTONIO, CÉSAR AUGUSTO ; RANGEL, ELIDIANE CIPRIANO ; CRUZ, NILSON CRISTINO. **Thin films produced on 5052 aluminum alloy by plasma electrolytic oxydation with Red Mud-containing Electrolytes**. Materials Research (São Carlos. Impresso), v. 17, p. 1404-1409, 2014.

SOUTO, R. M.; FERNÁNDEZ-MÉRIDA, L.; GONZÁLEZ, S.; SCANTLEBURY, D. J. **Comparative EIS study of different Zn-based intermediate metallic layers in coil-coated steels**. Corrosion Science, v. 48, p. 1182-1192, 2006.

SOUZA, K. C. de *et al.* **Adsorption of reactive dye on seawater-neutralised bauxite refinery residue**. Journal of Colloid And Interface Science, n. 396, p.210-214, 2013a.

SOUZA, K. Cr de; ANTUNES, M. L. P.; CONCEIÇÃO, F. T. **Adsorção Do Corante Reativo Azul 19 Em Solução Aquosa Por Lama Vermelha Tratada Quimicamente Com Peróxido De Hidrogênio**. Quim. Nova, v. 5, n. 36, p.651-656, 2013b.

SOUZA, C. S. **Utilização de pó de exaustão de areia de fundição para a deposição de filmes cerâmicos em liga de alumínio por plasma eletrolítico**. Dissertação de mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental. Universidade de Estadual Paulista, UNESP, Sorocaba, 2016.

SOUZA, C. S.; ANTUNES, M. L. P.; VALENTINA, L. V. O. D.; RANGEL, E. C.; CRUZ, N. C. **Estudo da viabilidade de produção de camada cerâmica em liga de alumínio, a partir pó de exaustão de areia de fundição proveniente do processo de fundição, utilizando plasma eletrolítico**. In: 59º Congresso Brasileiro de Cerâmica. p.3014-3024. 2015.

STEVAN STOJADINOVIĆ, NENAD TADIĆ, RASTKO VASILIC, **Formation and characterization of ZnO films on zinc substrate by plasma electrolytic oxidation**, Surface and Coatings Technology, Volume 307, Part A, 2016, Pages 650-657, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.09.080>.

SUTAR, HAREKRUSHNA *et al.* **Morphology and solid particle erosion wear behavior of red mud composite coatings**. Natural Science. p. 832-838. 2012.

S., VIGNESHWARAN, UTHAYAKUMAR, M., & ARUMUGAPRABU, V. (2019). **Development and sustainability of industrial waste-based red mud hybrid composites.** *Journal of Cleaner Production*, 230 , 862-868. DOI: 10.1016 / J.JCLEPRO.2019.05.131

TANG *et al.*, 2019. WC TANG , Z. WANG , SW DONNE , M. FORGHANI , Y. LIU. **Influence of red mud on mechanical and durability performance of self-compacting concrete.** *J. Hazard Mater.* , 379 (2019) , p. 120802 , 10.1016 / j.jhazmat.2019.120802

TASKIN NILHAN URKMEZ, FATIH ORDU, **Effect of etching duration on roughness and wettability of different carbon steel substrates**, *Materials Chemistry and Physics*, Volume 257, 2021, 123746, ISSN 0254-0584, <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123746>.

TSAKIRIDIS PE, AGATZINI-LEONARDOU S, OUSTADAKIS P. **Red mud addition in the raw meal for the production of Portland cement clinker.** *J Hazard Mater.* 2004 Dec 10;116(1-2):103-10. doi: 10.1016/j.jhazmat.2004.08.002. PMID: 15561368.

TREVOR WILLIAM CLYNE & SAMUEL CHRISTOPHER TROUGHTON (2019) **A review of recent work on discharge characteristics during plasma electrolytic oxidation of various metals**, *International Materials Reviews*, 64:3, 127-162, DOI: 10.1080/09506608.2018.1466492

UNICAMP (Campinas). **Informações Gerais.** Disponível em: <<http://www.ige.unicamp.br/espectrobauxita/informacoes.html>>. Acesso em: 17 jan. 2018.

UNIVERSITY OF TARTU. **IR spectrum of Quartz.** Disponível em:

<http://tera.chem.ut.ee/IR_spectra/index.php?option=com_content&view=article&id=116&Itemid=84>. Acesso em: 18 jan. 2018.

VACHON, P., TYAGI, R.D., AUCLAIR, J.C., WILKINSON, K.J., 1994. **Chemical and biological leaching of aluminum from red mud.** *Environ. Sci. Technol.* 28 (1), 26–30.

VANGELATOS, I.; ANGELOPOULOS, G.N.; BOUFOUNOS, D. **Utilization of ferroalumina as raw material in the production of Ordinary Portland Cement.** *Journal of Hazardous Materials*, v.168, pp. 473 - 478, 2009.

VIDELA, H.A. **Biocorrosão, Biofouling e Bioterioração de materiais**. 1ª ed., Edgard Blücher Ltda, São Paulo, 2003.

V. MALINOVSKI, A. MARIN, M. MIHALACHE, I. IOSUB, **Preparation and characterization of coatings on carbon steel obtained by PEO in silicate/carbonate electrolyte**, Surface and Coatings Technology, Volume 296, 2016, Pages 96-103, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.04.007>.

V. MALINOVSKI, A. MARIN, S. MOGA, D. NEGREA, **Preparation and characterization of anticorrosive layers deposited by micro-arc oxidation on low carbon steel**, Surface and Coatings Technology, Volume 253, 2014, Pages 194-198, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.05.036>.

XIONG, G., PAL, U., SERRANO, J. G., UCER, K. B., & WILLIAMS, R. T. **Photoluminescence and FTIR study of ZnO nanoparticles: The impurity and defect perspective**. Physica Status Solidi (C) Current Topics in Solid State Physics, v. 3, p. 3577–3581, 2006.

ZEBARDASTAN, NEGAR & KHANMIRZAEI, MOHAMMAD HASSAN & T SUBRAMANIAM, RAMESH & KASI, RAMESHKASI. (2017). **Performance enhancement of poly (vinylidene fluoride-co-hexafluoro propylene)/polyethylene oxide based nanocomposite polymer electrolyte with ZnO nanofiller for dye-sensitized solar cell**. Organic Electronics. 49. [10.1016/j.orgel.2017.06.062](https://doi.org/10.1016/j.orgel.2017.06.062).

W. YUAN, B. LI, D. CHEN, D. ZHU, Y. HAN, Y. ZHENG, **Formation mechanism, corrosion behavior, and cytocompatibility of microarc oxidation coating on absorbable high-purity zinc**, ACS Biomater. Sci. Eng. 5 (2019) 487–497, <https://doi.org/10.1021/acsbiomaterials.8b01131>.

WALLINDER I. O.; ZHANG, X.; THANH-NAM V.; VOLOVITCH, P.; LEYGRAF C.; OGLE, K. **The initial release of zinc and aluminum from non-treated Galvalume and the formation of corrosion products in chloride containing media**. Applied Surface Science, v. 258, p. 4351-4359, 2012.

WALSH *et al.* **Plasma electrolytic oxidation (PEO) for production of anodised coatings on lightweight metal (Al, Mg, Ti) alloys**. Institute of Metal Finishing Published by Maney on behalf of the Institute. Vol 87. N° 3 (2009).

WANG YUNLONG, ZHAOHUA JIANG, ZHONGPING YAO, **Preparation and properties of ceramic coating on Q235 carbon steel by plasma electrolytic oxidation**, Current Applied Physics, Volume 9, Issue 5, 2009, Pages 1067-1071, ISSN 1567-1739, <https://doi.org/10.1016/j.cap.2008.12.004>.

WANG *et al.*, 2019. L. WANG, L. CHEN, D.C.W. TSANG, Y. ZHOU, J. RINKLEBE, H. SONG, E.E. KWON, K. BAEK, Y.S. OKG. **Mechanistic insights into red mud, blast furnace slag, or metakaolin-assisted stabilization/solidification of arsenic-contaminated sediment**. Environ. Int., 133 (Pt B) (2019), p. 105247, [10.1016/j.envint.2019.105247](https://doi.org/10.1016/j.envint.2019.105247)

WANG, S., ANG, H.M., TADÉ, M.O. **Novel applications of red mud as coagulant, adsorbent and catalyst for environmentally benign processes**. Chemosphere, v. 72, p. 1621-1635. 2008.

YANG, WENBIN & LI, QINGBIAO & XIAO, QIAN & LIANG, JUN. (2015). **Improvement of corrosion protective performance of organic coating on low carbon steel by PEO pretreatment**. Progress in Organic Coatings. 89. 260-266. [10.1016/j.porgcoat.2015.09.003](https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2015.09.003).

YANG, WENBIN & LI, QINGBIAO & XIAO, QIAN & LIANG, JUN. (2015). **Improvement of corrosion protective performance of organic coating on low carbon steel by PEO pretreatment**. Progress in Organic Coatings. 89. 260-266. [10.1016/j.porgcoat.2015.09.003](https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2015.09.003).

YANG, WENBIN Qingbiao Li, Weimin Liu, Jun Liang, Zhenjun Peng, Baixing Liu, **Characterization and properties of plasma electrolytic oxidation coating on low carbon steel fabricated from aluminate electrolyte**, Vacuum, Volume 144, 2017, Pages 207-216, ISSN 0042-207X, <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2017.08.003>.

YALÇIN, N., SEVINÇ, V., **“Utilization of bauxite waste in ceramic glazes”**, Ceramics International, n 26, pp. 485-493, 2000.

YANG QU, BIN LIAN, **Bioleaching of rare earth and radioactive elements from red mud using Penicillium tricolor RM-10**, Bioresource Technology, Volume 136, 2013, Pages 16-23, ISSN 0960-8524, <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2013.03.070>.

YASUDA, H. J. **Plasma Polymerization**. Academic Press. Inc, New York, 1985.

YEROKHIN, A.L. *et al.* **Review - Plasma Electrolysis for Surface Engineering**, Surface and Coating Technology, v.122, p.73-93, 1999.

YEROKHIN, A.L. *et al.* **Discharge characterization in plasma electrolytic oxidation of aluminium**. J. Phys. D: Appl. Phys. v. 36, p. 2110–2120. 2004.

YOUNGJAE KIM, YOUNGMIN LEE, MINSEUK KIM, HYUNSIK PARK, **Preparation of high porosity bricks by utilizing red mud and mine tailing**, Journal of Cleaner Production, Volume 207, 2019, Pages 490-497, ISSN 0959-6526, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.10.044>.

YUAN-CHENG LI, XIAO-BO MIN, YONG KE, LI-YUAN CHAI, MEI-QING SHI, CHONG-JIAN TANG, QING-WEI WANG, YAN-JIE LIANG, JIE LEI, DE-GANG LIU, **Utilization of red mud and Pb/Zn smelter waste for the synthesis of a red mud-based cementitious material**, Journal of Hazardous Materials, Volume 344, 2018, Pages 343-349, ISSN 0304-3894, <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2017.10.046>.

YUNLONG WANG, ZHAOHUA JIANG, ZHONGPING YAO, **Formation of titania composite coatings on carbon steel by plasma electrolytic oxidation**, Applied Surface Science, Volume 256, Issue 20, 2010, Pages 5818-5823, ISSN 0169-4332, <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.03.038>.

YUNLONG WANG, ZHAOHUA JIANG, ZHONGPING YAO, HUI TANG, **Microstructure and corrosion resistance of ceramic coating on carbon steel prepared by plasma electrolytic oxidation**, Surface and Coatings Technology, Volume 204, Issue 11, 2010, Pages 1685-1688, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.10.023>.

YUNLONG WANG, ZHAOHUA JIANG, ZHONGPING YAO, **Preparation and properties of ceramic coating on Q235 carbon steel by plasma electrolytic oxidation**, Current Applied Physics, Volume 9, Issue 5, 2009, Pages 1067-1071, ISSN 1567-1739, <https://doi.org/10.1016/j.cap.2008.12.004>.

YUNLONG WANG, ZHAOHUA JIANG, **In situ formation of low friction ceramic coatings on carbon steel by plasma electrolytic oxidation in two types of**

electrolytes, Applied Surface Science, Volume 255, Issue 12, 2009, Pages 6240-6243, ISSN 0169-4332, <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2009.01.089>.

YULIN CHENG, ZHUNDA ZHU, QINGHE ZHANG, XIUJUAN ZHUANG, YINGLIANG CHENG, **Plasma electrolytic oxidation of brass**, Surface and Coatings Technology, Volume 385, 2020, 125366, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125366>.

ZHI LI, YULIN CHENG, SHI-HANG KANG, WENBIN TU, YINGLIANG CHENG, **A re-understanding of the breakdown theory from the study of the plasma electrolytic oxidation of a carbon steel — A non-valve metal**, Electrochimica Acta, Volume 284, 2018, Pages 681-695, ISSN 0013-4686, <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2018.07.201>.

9 APÊNDICE

APÊNDICE A: Primeiras tentativas de deposições dos substratos de aço carbono.

Legenda: (X) significa que não foi possível obter a luminescência do plasma e o outro símbolo (√) foi obtido.

Tabela 87 - Primeiras tentativas de deposições dos substratos de aço carbono até atingir luminescência

Resíduo	Concentração (g/L)	Tensão (V)	Frequência (Hz)	Ciclo de trabalho (%)	Tempo (segundos)	KOH (g)	Plasma
Lama vermelha total	5	+ 450 - 200	700	20 60	0	1	X
		+ 450 - 200	100	60 20	0	1	X
		+ 800 - 70	150	50	0	1	X
		+ 800 - 70	150	15	0	1	X
		+ 400	100	60 20	0	1	X
		+ 500	100	60 20	0	0	X
		+ 650	100	60 20	0	1	X
		+ 700	100	60 20	0	0	X
		+ 750	100	60 20	300	0	✓

Fonte: O autor (2018).

Tabela 88 - Tentativas de deposições dos substratos de aço carbono até atingir luminescência

Concentração (g/L)	pH antes	KOH (g)	pH depois	Tensão (V)	Frequência (Hz)	Ciclo de trabalho (%)	Tempo (seg)	Plasma
0,5	9	1	12	400	100	60 20	-	X
1	9	1	12	400	100	60 20	-	X
5	7	-	-	750	100	60 20	300	(+-)

5	7	1	12	600	200	60 20	300	✓
5	7	1	12	500	100	60 20	300	✓
5	7	-	-	750	200	60 20	300	✓
5	7	-	-	750	200	60 20	600	✓
5	7	-	-	750	200	60 20	900	✓
10	7	-	-	750	200	60 20	300	✓
10	7	-	-	750	200	60 20	600	✓
10	7	-	-	750	200	60 20	900	✓
20	7	-	-	750	200	60 20	300	✓
20	7	-	-	750	200	60 20	600	✓
20	7	-	-	750	200	60 20	900	✓
5	7	-	-	750	200	60 20	-	X
5	7	-	-	650	300	60 20	300	X
5	7	-	-	750	300	60 20	300	✓
5	9	0,5	12	500	100	20 60	-	X
20	9	-	9	750	200	60 20	900	✓
20	9	-	9	750	200	60 20	1.200	✓
20	9	-	9	750	200	60 20	1.800	✓
5	9	1	12	500	100	60 20	600	✓
5	9	1	12	500	100	60 20	900	✓
5	9	1	12	500	100	60 20	1.800	✓

5	9	1	12	500	100	60 20	300	✓
5	9	1	12	500	100	60 20	600	✓
5	9	1	12	500	100	60 20	900	✓
10	9	1	12	500	200	60 20	300	✓
10	9	1	12	600	200	60 20	300	✓

Fonte: O autor (2018).

Para definir as condições de deposições de lama vermelha em aluzinco foram realizados testes para encontrar os melhores parâmetros de concentração, tensão, frequência e tempo para que ocorresse luminescência característica de plasma como mostram as Tabela 89.

Legenda: (X) significa que não foi possível obter a luminescência do plasma e o outro símbolo (✓) foi obtido.

Tabela 89 - Tentativas de deposições dos substratos em aluzinco até atingir luminescência

Concentração (g/L)	pH antes	KOH (g)	pH depois	Tensão (V)	Frequência (Hz)	Ciclo de trabalho (%)	Tempo (seg)	Plasma
5	9	-	-	300	100	60 20	300	X
5	9	-	-	400	200	60 20	300	X
5	9	1	12	400	200	60 20	300	X
5	9	1	12	450	200	60 20	300	X
5	9	1	12	450	100	60 20	300	X

5	9	1	12	500	200	60 20	300	✓
5	9	1	12	500	200	60 20	600	✓
5	9	1	12	500	200	60 20	900	✓
10	9	1	12	500	200	60 20	300	✓
10	9	1	12	500	200	60 20	600	✓
10	9	1	12	500	200	60 20	900	✓
20	9	1	12	500	200	60 20	300	✓
20	9	1	12	500	200	60 20	600	✓
20	9	1	12	500	200	60 20	900	✓
20	9	0,5	12	500	200	60 20	-	X
20	9	0,5	12	500	200	20 60	-	X
20	9	1	12	500	200	20 60	300	(+/-)
20	9	1	12	500	200	60 20	300	✓
20	9	1	12	500	200	60 20	300	✓
20	9	1	12	500	200	60 20	600	✓

APÊNDICE B:**Tabela para análise estatística**

Valores da amplitude total (q), para uso no teste de Tukey, ao nível de 95% de confiança.

$n_1 \backslash n_2$	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	24	30	40	60	80	100
1	17.97	26.98	32.82	37.08	40.41	43.12	45.40	47.36	49.07	50.59	51.96	53.19	54.32	55.36	56.32	57.21	58.04	58.82	59.55	62.11	65.14	68.91	73.96	77.39	79.97
2	6.08	8.33	9.80	10.88	11.73	12.43	13.03	13.54	13.99	14.40	14.76	15.09	15.39	15.67	15.92	16.16	16.38	16.59	16.78	17.46	18.25	19.22	20.46	21.26	21.85
3	4.50	5.91	6.82	7.50	8.04	8.48	8.85	9.18	9.46	9.72	9.95	10.15	10.35	10.52	10.69	10.84	10.98	11.11	11.24	11.68	12.21	12.86	13.74	14.33	14.78
4	3.93	5.04	5.76	6.29	6.71	7.05	7.35	7.60	7.83	8.03	8.21	8.37	8.52	8.66	8.79	8.91	9.03	9.13	9.23	9.58	10.00	10.53	11.24	11.73	12.10
5	3.64	4.60	5.22	5.67	6.03	6.33	6.58	6.80	6.99	7.17	7.32	7.47	7.60	7.72	7.83	7.93	8.03	8.12	8.21	8.51	8.87	9.33	9.95	10.37	10.69
6	3.46	4.34	4.90	5.30	5.63	5.90	6.12	6.32	6.49	6.65	6.79	6.92	7.03	7.14	7.24	7.34	7.43	7.51	7.59	7.85	8.19	8.60	9.16	9.55	9.84
7	3.34	4.16	4.68	5.06	5.36	5.61	5.82	6.00	6.16	6.30	6.43	6.55	6.66	6.76	6.85	6.94	7.02	7.10	7.17	7.42	7.73	8.11	8.63	8.99	9.26
8	3.26	4.04	4.53	4.89	5.17	5.40	5.60	5.77	5.92	6.05	6.18	6.29	6.39	6.48	6.57	6.65	6.73	6.80	6.87	7.11	7.40	7.76	8.25	8.59	8.84
9	3.20	3.95	4.41	4.76	5.02	5.24	5.43	5.59	5.74	5.87	5.98	6.09	6.19	6.28	6.36	6.44	6.51	6.58	6.64	6.87	7.14	7.49	7.96	8.28	8.53
10	3.15	3.88	4.33	4.65	4.91	5.12	5.30	5.46	5.60	5.72	5.83	5.93	6.03	6.11	6.19	6.27	6.34	6.40	6.47	6.69	6.95	7.28	7.73	8.04	8.28
11	3.11	3.82	4.26	4.57	4.82	5.03	5.20	5.35	5.49	5.61	5.71	5.81	5.90	5.98	6.06	6.13	6.20	6.27	6.33	6.54	6.79	7.11	7.55	7.85	8.07
12	3.08	3.77	4.20	4.51	4.75	4.95	5.12	5.27	5.39	5.51	5.61	5.71	5.80	5.88	5.95	6.02	6.09	6.15	6.21	6.41	6.66	6.97	7.39	7.69	7.91
13	3.06	3.73	4.15	4.45	4.69	4.88	5.05	5.19	5.32	5.43	5.53	5.63	5.71	5.79	5.86	5.93	5.99	6.05	6.11	6.31	6.55	6.85	7.27	7.55	7.77
14	3.03	3.70	4.11	4.41	4.64	4.83	4.99	5.13	5.25	5.36	5.46	5.55	5.64	5.71	5.79	5.85	5.91	5.97	6.03	6.22	6.46	6.75	7.16	7.44	7.65
15	3.01	3.67	4.08	4.37	4.59	4.78	4.94	5.08	5.20	5.31	5.40	5.49	5.57	5.65	5.72	5.78	5.85	5.90	5.96	6.15	6.38	6.67	7.07	7.34	7.55
16	3.00	3.65	4.05	4.33	4.56	4.74	4.90	5.03	5.15	5.26	5.35	5.44	5.52	5.59	5.66	5.73	5.79	5.84	5.90	6.08	6.31	6.59	6.98	7.25	7.46
17	2.98	3.63	4.02	4.30	4.52	4.70	4.86	4.99	5.11	5.21	5.31	5.39	5.47	5.54	5.61	5.67	5.73	5.79	5.84	6.03	6.25	6.53	6.91	7.18	7.38
18	2.97	3.61	4.00	4.28	4.49	4.67	4.82	4.96	5.07	5.17	5.27	5.35	5.43	5.50	5.57	5.63	5.69	5.74	5.79	5.98	6.20	6.47	6.85	7.11	7.31
19	2.96	3.59	3.98	4.25	4.47	4.65	4.79	4.92	5.04	5.14	5.23	5.31	5.39	5.46	5.53	5.59	5.65	5.70	5.75	5.93	6.15	6.42	6.79	7.05	7.24
20	2.95	3.58	3.96	4.23	4.45	4.62	4.77	4.90	5.01	5.11	5.20	5.28	5.36	5.43	5.49	5.55	5.61	5.66	5.71	5.89	6.10	6.37	6.74	6.99	7.19
22	2.93	3.55	3.93	4.20	4.41	4.58	4.72	4.85	4.96	5.06	5.14	5.23	5.30	5.37	5.43	5.49	5.55	5.60	5.65	5.82	6.03	6.29	6.65	6.90	7.09
24	2.92	3.53	3.90	4.17	4.37	4.54	4.68	4.81	4.92	5.01	5.10	5.18	5.25	5.32	5.38	5.44	5.49	5.55	5.59	5.76	5.97	6.23	6.58	6.82	7.01
26	2.91	3.51	3.88	4.14	4.35	4.51	4.65	4.77	4.88	4.98	5.06	5.14	5.21	5.28	5.34	5.40	5.45	5.50	5.55	5.72	5.92	6.17	6.52	6.76	6.94
28	2.90	3.50	3.86	4.12	4.32	4.49	4.62	4.74	4.85	4.94	5.03	5.11	5.18	5.24	5.30	5.36	5.41	5.46	5.51	5.67	5.87	6.12	6.46	6.70	6.88
30	2.89	3.49	3.85	4.10	4.30	4.46	4.60	4.72	4.82	4.92	5.00	5.08	5.15	5.21	5.27	5.33	5.38	5.43	5.47	5.64	5.83	6.08	6.42	6.65	6.83
40	2.86	3.44	3.79	4.04	4.23	4.39	4.52	4.63	4.73	4.82	4.90	4.98	5.04	5.11	5.16	5.22	5.27	5.31	5.36	5.51	5.70	5.93	6.26	6.48	6.65
60	2.83	3.40	3.74	3.98	4.16	4.31	4.44	4.55	4.65	4.73	4.81	4.88	4.94	5.00	5.06	5.11	5.15	5.20	5.24	5.39	5.57	5.79	6.09	6.30	6.46
80	2.81	3.38	3.71	3.95	4.13	4.28	4.40	4.51	4.60	4.69	4.76	4.83	4.89	4.95	5.00	5.05	5.10	5.14	5.18	5.33	5.50	5.72	6.01	6.21	6.37
120	2.80	3.36	3.68	3.92	4.10	4.24	4.36	4.47	4.56	4.64	4.71	4.78	4.84	4.90	4.95	5.00	5.04	5.09	5.13	5.27	5.43	5.64	5.93	6.13	6.27
240	2.79	3.34	3.66	3.89	4.06	4.21	4.32	4.43	4.52	4.60	4.67	4.73	4.79	4.85	4.90	4.94	4.99	5.03	5.07	5.20	5.37	5.57	5.85	6.04	6.18
∞	2.77	3.31	3.63	3.86	4.03	4.17	4.29	4.39	4.48	4.55	4.62	4.69	4.74	4.80	4.85	4.89	4.94	4.98	5.01	5.15	5.30	5.50	5.77	5.95	6.09

APÊNDICE C: Análise de Variância (ANOVA) e Teste de Tukey dos resultados.

Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.

Tabela 90 - Análise de Variância (ANOVA) - Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	43,17554	6	7,195923	19,62983	9,06E-13	2,246408
Dentro dos grupos	23,0946	63	0,366581			
Total	66,27014	69				

Fonte: O autor (2021).

Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.

Tabela 91 - Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.

Comparação		$\bar{Xa} - \bar{Xb}$	Dms	Conclusão
LVT5(600)	LVT5(300)	1,0011		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT5(900)	LVT5(300)	0,9442		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT5(900)	LVT5(600)	0,0569		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(300)	LVT5(300)	0,7662		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(300)	LVT5(600)	0,2348		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(300)	LVT5(900)	0,1779		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(600)	LVT5(300)	1,0298		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(600)	LVT5(600)	0,0287	0,8251	NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(600)	LVT5(900)	0,0856		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(600)	LVT10(300)	0,2636		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT5(300)	1,7051		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT5(600)	0,704		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT5(900)	0,7609		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT10(300)	0,9388		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT10(600)	0,6752		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha silte/argila (LVA).

Tabela 92 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha silte/argila (LVA).

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	30,2278459 8	6	5,037974331	17,1656150 4	1,21E- 11	2,24640 8
Dentro dos grupos	18,4900093 7	63	0,293492212			
Total	48,7178553 5	69				

Fonte: O autor (2021).

Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha silte/argila (LVA).

Tabela 93 - Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha silte/argila (LVA).

Comparação		$ \bar{X}_a - \bar{X}_b $	Dms	Conclusão
LVA5(600)	LVA5(300)	0,4724	0,7382	NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA5(900)	LVA5(300)	0,7732		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA5(900)	LVA5(600)	0,3008		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(300)	LVA5(300)	0,4417		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(300)	LVA5(600)	0,0307		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(300)	LVA5(900)	0,3314		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(600)	LVA5(300)	0,2392		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(600)	LVA5(600)	0,2332		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(600)	LVA5(900)	0,5339		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(600)	LVA10(300)	0,2025		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(900)	LVA5(300)	1,5534		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(900)	LVA5(600)	1,0811		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

LVA10(900)	LVA5(900)	0,7803		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(900)	LVA10(300)	1,1117		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Dureza dos revestimentos com lama vermelha total LVT.

Tabela 94 - Análise de Variância (ANOVA) – Dureza dos revestimentos com lama vermelha total LVT.

ANOVA						
Fonte da variação	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	303054,4	5	60610,89	4,951218	0,010864	3,105875
Dentro dos grupos	146899,3	12	12241,61			
Total	449953,8	17				

Fonte: O autor (2021).

Teste de Tukey - Dureza dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.

Tabela 95 - Teste de Tukey - Dureza dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.

Comparação		$ \bar{Xa} - \bar{Xb} $	Dms	Conclusão
LVT5(600)	LVT5(300)	74,6667		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT5(900)	LVT5(300)	277,6667		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT5(900)	LVT5(600)	352,3333		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(300)	LVT5(300)	58,3333		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(300)	LVT5(600)	133	240,8241	NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(300)	LVT5(900)	219,3333		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(600)	LVT5(300)	77,6667		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(600)	LVT5(600)	3		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(600)	LVT5(900)	355,3333		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

LVT10(600)	LVT10(300)	136		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT5(300)	100,3333		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT5(600)	25,6667		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT5(900)	378		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT10(300)	158,6667		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT10(600)	22,6667		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Dureza revestimentos com lama vermelha fração silte/argila (LVA).

Tabela 96 - Análise de Variância (ANOVA) – Dureza revestimentos com lama vermelha fração silte/argila (LVA).

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	220037, 1	5	44007,4 2	1,30612 5	0,32471 6	3,10587 5
Dentro dos grupos	404317, 3	12	33693,1 1			
Total	624354, 4	17				

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.

Tabela 97 - Análise de Variância (ANOVA) – Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	2395,46 7	5	479,093 3	24,2647 2	4,96E-15	2,32312 6
Dentro dos grupos	1658,53 3	84	19,7444 4			
Total	4054	89				

Fonte: O autor (2021).

Teste de Tukey - Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.

Tabela 98 - Teste de Tukey - Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVT.

Comparação		$ \bar{Xa} - \bar{Xb} $	Dms	Conclusão
LVT5(600)	LVT5(300)	6,9333	4,7383	HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT5(900)	LVT5(300)	8,0667		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT5(900)	LVT5(600)	1,1333		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(300)	LVT5(300)	6,2		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(300)	LVT5(600)	0,7333		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(300)	LVT5(900)	1,8667		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(600)	LVT5(300)	14,5333		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(600)	LVT5(600)	7,6		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(600)	LVT5(900)	6,4667		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(600)	LVT10(300)	8,3333		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT5(300)	15,0667		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT5(600)	8,1333		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT5(900)	7		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT10(300)	8,8667		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVT10(900)	LVT10(600)	0,5333		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVA.

Tabela 99 - Análise de Variância (ANOVA) – Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha total LVA.

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	1274,98 9	5	254,997 8	13,4254 2	1,28E- 09	2,32312 6
Dentro dos grupos	1595,46 7	84	18,9936 5			
Total	2870,45 6	89				

Fonte: O autor (2021).

Teste de Tukey - Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha silte/argila LVA.

Tabela 100 - Teste de Tukey - Espessura dos substratos de alumínio 1200 com lama vermelha silte/argila LVA.

Comparação		$\bar{X}_a - \bar{X}_b$	Dms	Conclusão
LVA5(600)	LVA5(300)	0,7333		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA5(900)	LVA5(300)	7,6667		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA5(900)	LVA5(600)	6,9333		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(300)	LVA5(300)	0,0667		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(300)	LVA5(600)	0,8		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(300)	LVA5(900)	7,7333		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(600)	LVA5(300)	2,0667	4,6473	NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(600)	LVA5(600)	1,3333		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(600)	LVA5(900)	5,6		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(600)	LVA10(300)	2,1333		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(900)	LVA5(300)	9,2667		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(900)	LVA5(600)	8,5333		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(900)	LVA5(900)	1,6		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

LVA10(900)	LVA10(300)	9,3333		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LVA10(900)	LVA10(600)	7,2		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (5 g/L LC).

Tabela 101 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (5 g/L LC).

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	159,459	3	53,153	6,66564	0,01440	4,06618
Dentro dos grupos	63,79336	8	7,97417	6	3	1
Total	223,2524	11				

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (5 g/L LC).

Tabela 102 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (5 g/L LC).

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	22,22279	2	11,1114	1,07759	0,39824	5,14325
Dentro dos grupos	61,86749	6	10,3112	9	5	3
Total	84,09028	8	5			

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (10 g/L LC).

Tabela 103 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (10 g/L LC).

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	80,46045	3	26,8201	3,46789	0,07086	4,06618
Dentro dos grupos	61,87075	8	7,73384	4	5	1
Total	142,3312	11	3			

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (10 g/L LC).

Tabela 104 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (10 g/L LC).

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	22,22279	2	11,1114	1,07759	0,39824	5,14325
Dentro dos grupos	61,86749	6	10,3112	9	5	3
Total	84,09028	8	5			

Fonte: O autor (2021).

Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (LC).

Tabela 105 - Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (LC).

Comparação		$ \bar{X}_a - \bar{X}_b $	Dms	Conclusão
LC5(300)	Aço	9,4528	6,2579	HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LC5(600)	Aço	1,7285		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

LC5(600)	LC5(300)	-7,7243		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LC5(900)	Aço	5,5468		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LC5(900)	LC5(300)	-3,9061		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LC5(900)	LC5(600)	3,8183		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Dureza dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (5 g/L LC).

Tabela 106 - Análise de Variância (ANOVA) – Dureza dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (5 g/L LC).

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	41171,67	3	13723,8	1,81972	0,22157	4,06618
Dentro dos grupos	60334	8	7541,75	2	2	1
Total	101505,7	11				

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) - Dureza dos revestimentos com lama vermelha total (5 g/L LC).

Tabela 107 - Análise de Variância (ANOVA) - Dureza dos revestimentos com lama vermelha total (5 g/L LC).

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	25712,89	2	12856,4	1,28049	0,34425	5,14325
Dentro dos grupos	60241,33	6	10040,2	4	6	3
Total	85954,22	8				

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Dureza dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (10 g/L LC).

Tabela 108 - Análise de Variância (ANOVA) – Dureza dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total (10 g/L LC).

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
			98622,5	4,03262	0,05094	4,06618
Entre grupos	295867,6	3	3	4	9	1
Dentro dos grupos	195649,3	8	24456,1	7		
Total	491516,9	11				

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) - Dureza dos revestimentos com lama vermelha total (10 g/L LC).

Tabela 109 - Análise de Variância (ANOVA) - Dureza dos revestimentos com lama vermelha total (10 g/L LC).

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
			39433,4	1,20988	0,36187	5,14325
Entre grupos	78866,89	2	4	3	1	3
Dentro dos grupos	195556,7	6	32592,7	8		
Total	274423,6	8				

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Diferença de massa dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total LVT.

Tabela 110 - Análise de Variância (ANOVA) – Diferença de massa dos substratos de aço carbono 1020 com lama vermelha total LVT.

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	0,02052	7	0,00410	2,09473	0,1971	4,38737
Dentro dos grupos	0,01175	9	0,00196	6	6	4
Total	0,03228	6				
		11				

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (5 g/L LZ).

Tabela 111 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (5 g/L LZ).

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	312,1301	2	156,065	11,40373	0,009035	5,143253
Dentro dos grupos	82,1126	6	13,68543			
Total	394,2427	8				

Fonte: O autor (2021).

Teste de Tukey - Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (5 g/L LZ).

Tabela 112 - Teste de Tukey - Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (5 g/L LZ).

Comparação		$\bar{X}_a - \bar{X}_b$	Dms	Conclusão
LZ510(600)	LZ5(300)	0,7225	11,3005	NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LZ5(900)	LZ5(300)	12,8382		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LZ5(900)	LZ510(600)	12,1157		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (5 g/L LZ).

Tabela 113 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (5 g/L LZ).

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	368,5203	3	122,8401	11,96536	0,002509	4,066181
Dentro dos grupos	82,13046	8	10,26631			
Total	450,6508	11				

Fonte: O autor (2021).

Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (5 g/L LZ).

Tabela 114 - Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (5 g/L LZ).

Comparação		$\bar{X}_a - \bar{X}_b$	Dms	Conclusão
LZ5(600)	LZ5(300)	0,7225	7,1006	NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LZ5(900)	LZ5(300)	12,8382		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LZ5(900)	LZ5(600)	12,1157		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
Aluzinco	LZ5(300)	-0,4926		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
Aluzinco	LZ5(600)	-1,2151		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
Aluzinco	LZ5(900)	-13,3307		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (10 g/L LZ).

Tabela 115 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (10 g/L LZ).

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	6,700797	2	3,350398	20,07295	0,002198	5,143253
Dentro dos grupos	1,001467	6	0,166911			
Total	7,702263	8				

Fonte: O autor (2021).

Teste de Tukey - Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (10 g/L LZ).

Tabela 116 - Teste de Tukey - Rugosidade dos revestimentos com lama vermelha total (10 g/L LZ).

Comparação		$\left \frac{\bar{X}_a - \bar{X}_b}{\sqrt{MS_{Dentro}}}$	Dms	Conclusão
LZ10(600)	LZ10(300)	0,2816	1,2479	NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LZ10(900)	LZ10(300)	1,9549		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LZ10(900)	LZ10(600)	1,6733		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (10 g/L LZ).

Tabela 117 - Análise de Variância (ANOVA) – Rugosidade dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (10 g/L LZ).

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	9,159039	3	3,053013	23,96093	0,000237	4,066181
Dentro dos grupos	1,01933	8	0,127416			
Total	10,17837	11				

Fonte: O autor (2021).

Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (10 g/L LZ).

Tabela 118 - Teste de Tukey - Rugosidade dos substratos de aluzinco com lama vermelha total (10 g/L LZ).

Comparação		$\left \frac{\bar{X}_a - \bar{X}_b}{\sqrt{Dms}} \right $	Dms	Conclusão
LZ10(300)	Aluzinco	0,3063	0,7910	NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LZ10(600)	Aluzinco	0,5879		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LZ10(600)	LZ10(300)	0,2816		NÃO HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LZ10(900)	Aluzinco	2,2612		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LZ10(900)	LZ10(300)	1,9549		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA
LZ10(900)	LZ10(600)	1,6733		HÁ DIFERENÇA SIGNIFICATIVA

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) - Dureza dos substratos de aluzinco com lama vermelha total.

Tabela 119 - Análise de Variância (ANOVA) - Dureza dos substratos de aluzinco com lama vermelha total.

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	370519,6	6	61753,27	1,727217	0,187108	2,847726
Dentro dos grupos	500542,7	14	35753,05			
Total	871062,3	20				

Fonte: O autor (2021).

Análise de Variância (ANOVA) – Diferença de massa dos substratos de aluzinco com lama vermelha total LVT.

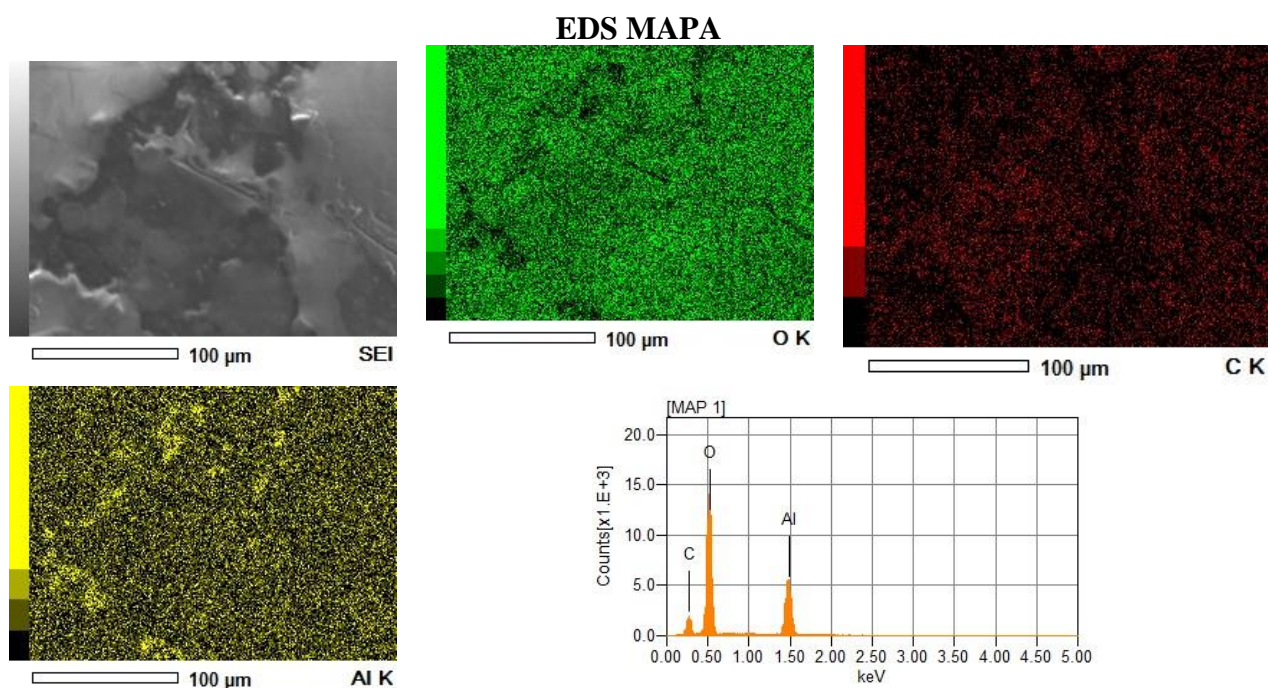
Tabela 120 - Análise de Variância (ANOVA) – Diferença de massa dos substratos de aluzinco com lama vermelha total LVT.

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	0,22439	8	0,04488	4,36661	0,05050	4,38737
Dentro dos grupos	0,06166	7	0,01027	3	8	4
Total	0,28606	6	11			

Fonte: O autor (2021).

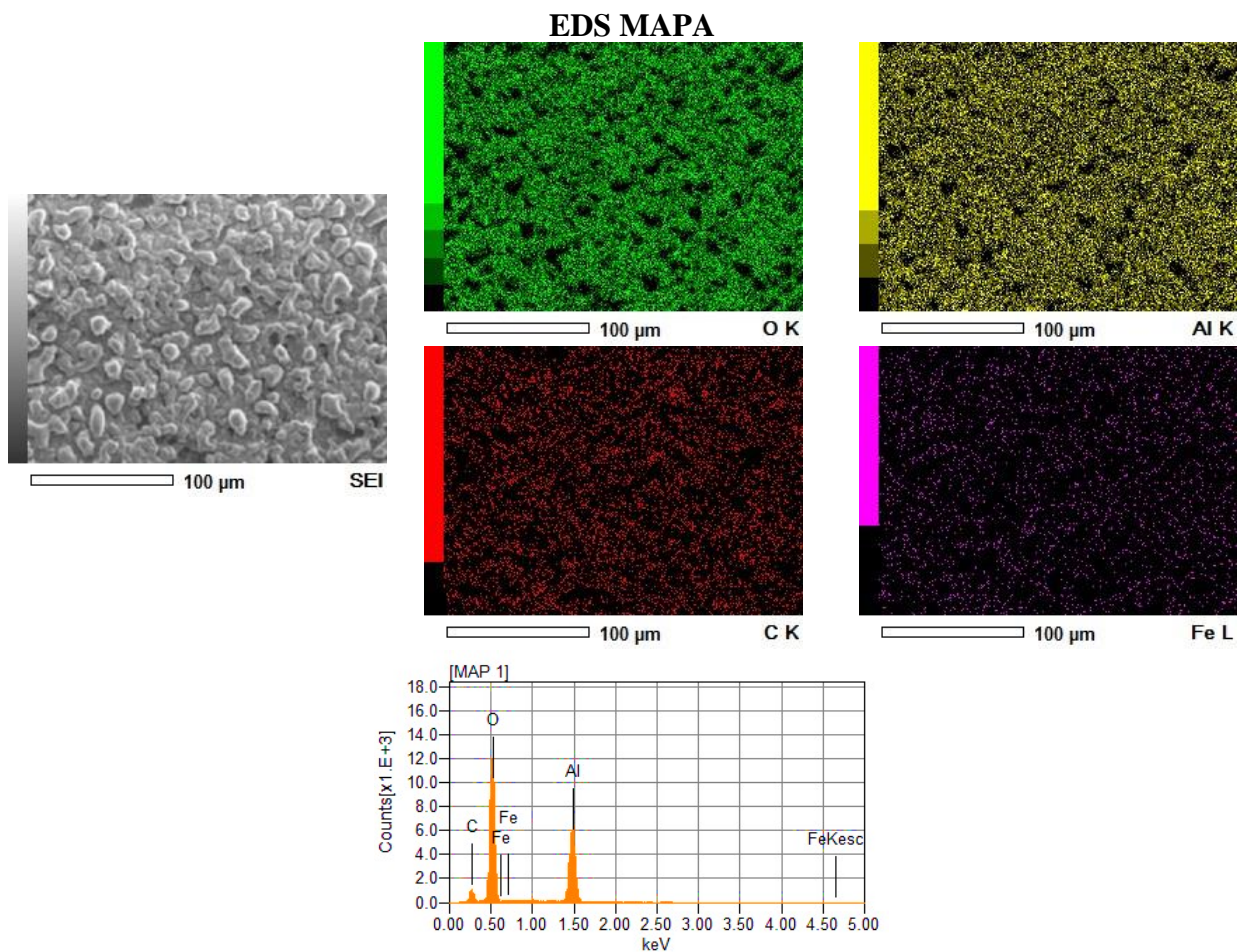
APÊNDICE D: Micrografias de corrosão

Tabela 121 - Corrosão por *salt spray* do substrato de alumínio 1200 sem tratamento.



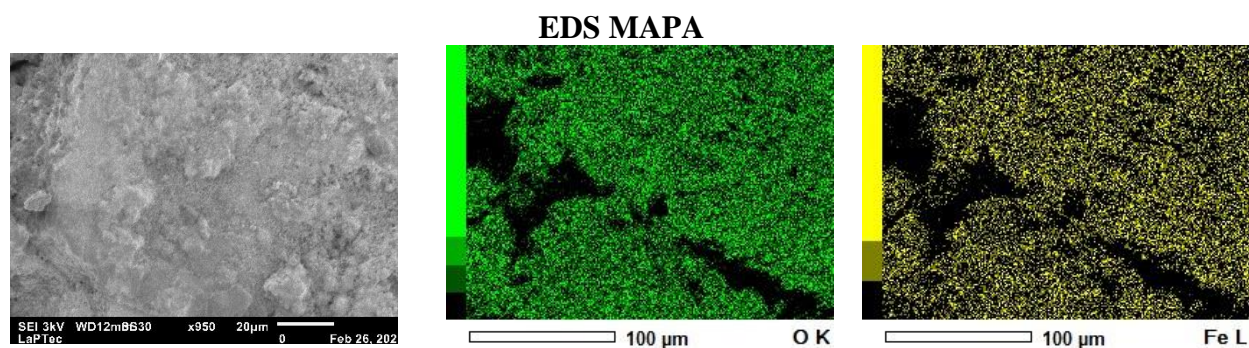
Fonte: O autor (2021).

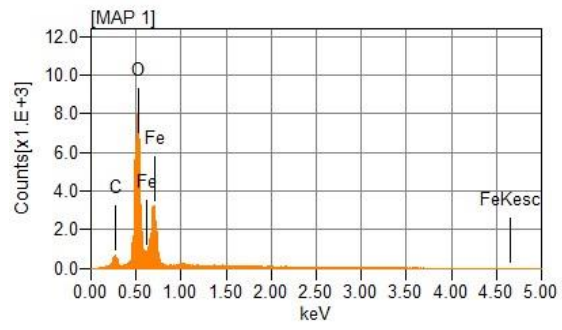
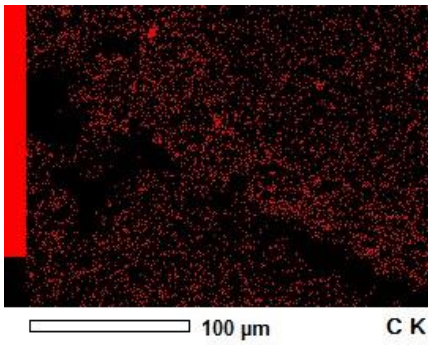
Tabela 122 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina *salt spray* para revestimento com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de



Fonte: O autor (2021).

Tabela 123 - Corrosão por *salt spray* do substrato de aço carbono 1020 sem tratamento.

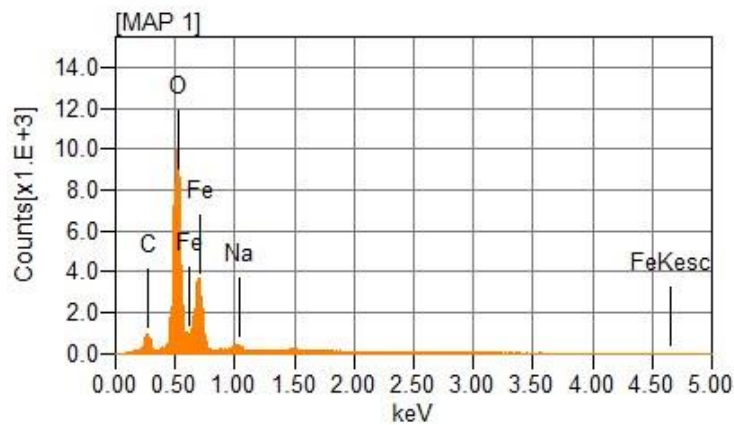
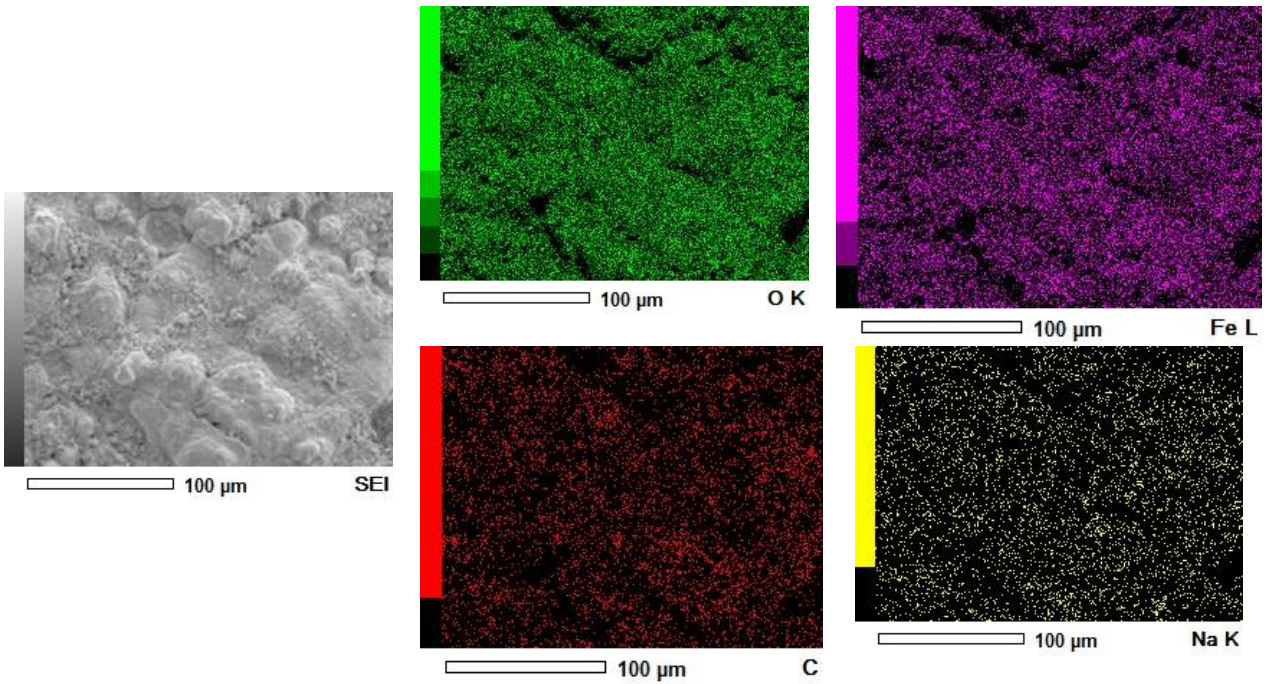




Fonte: O autor (2021).

Tabela 124 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 300 segundos.

EDS MAPA



Fonte: O autor (2021).

Tabela 125 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 600 segundos.

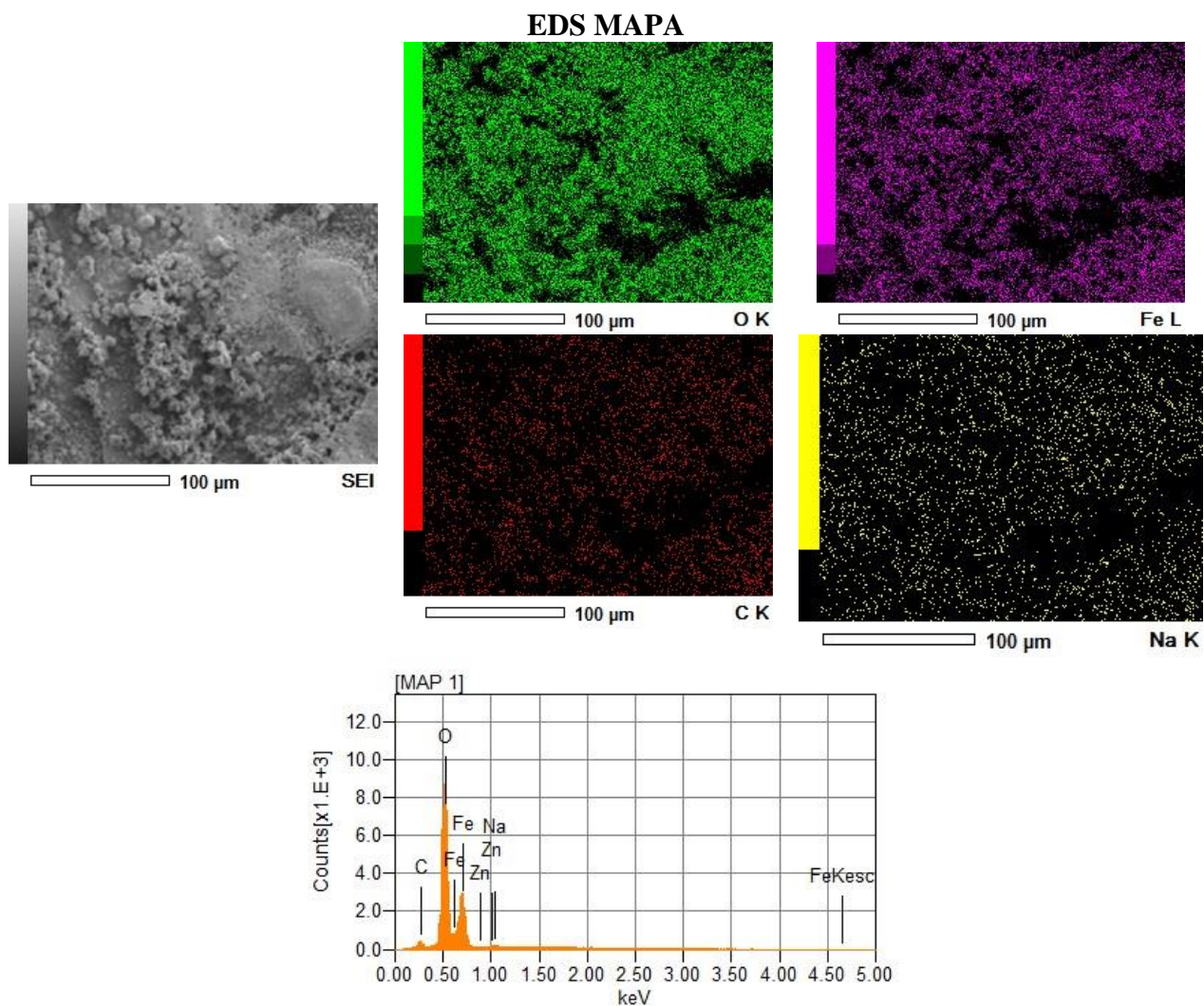
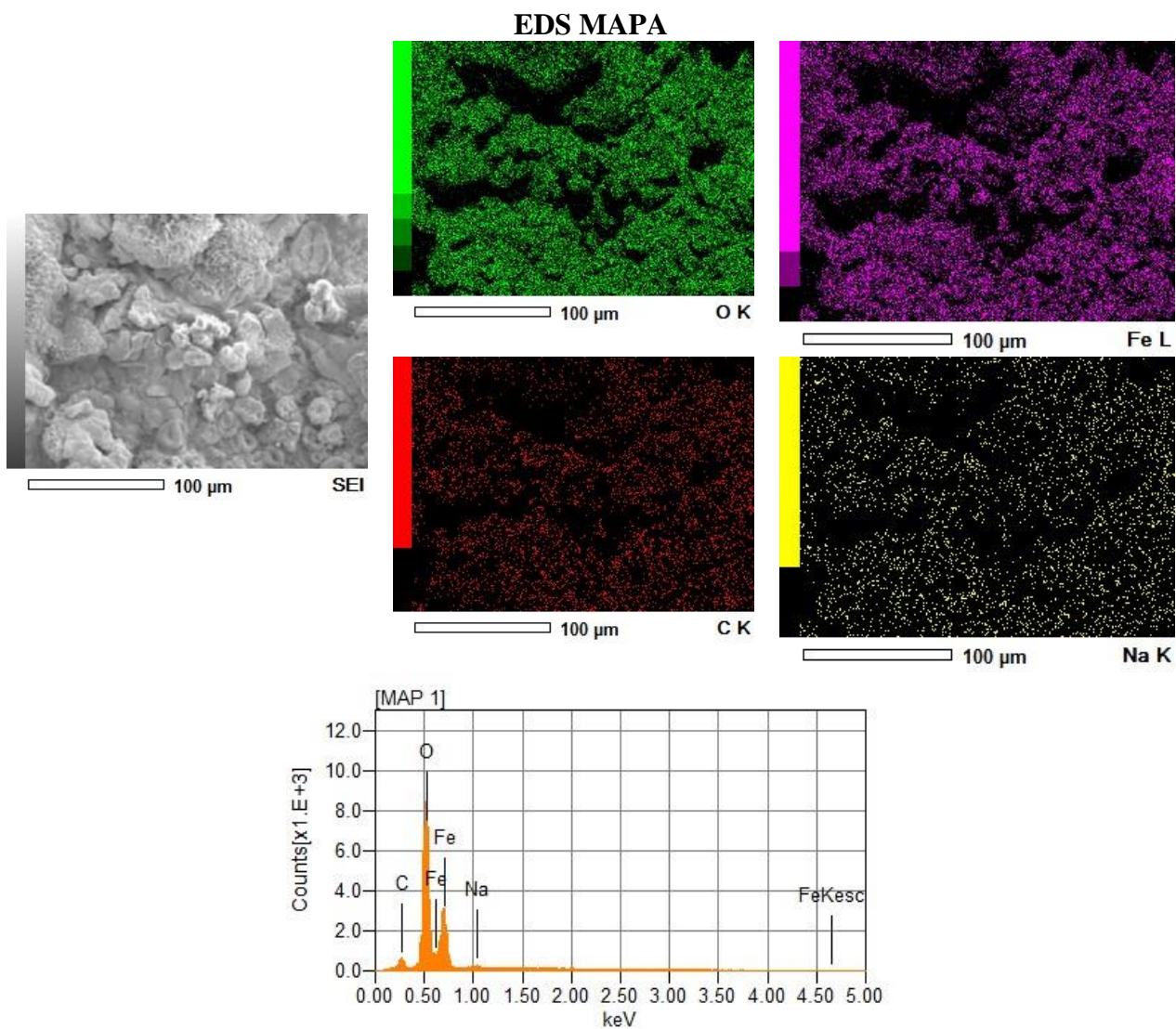


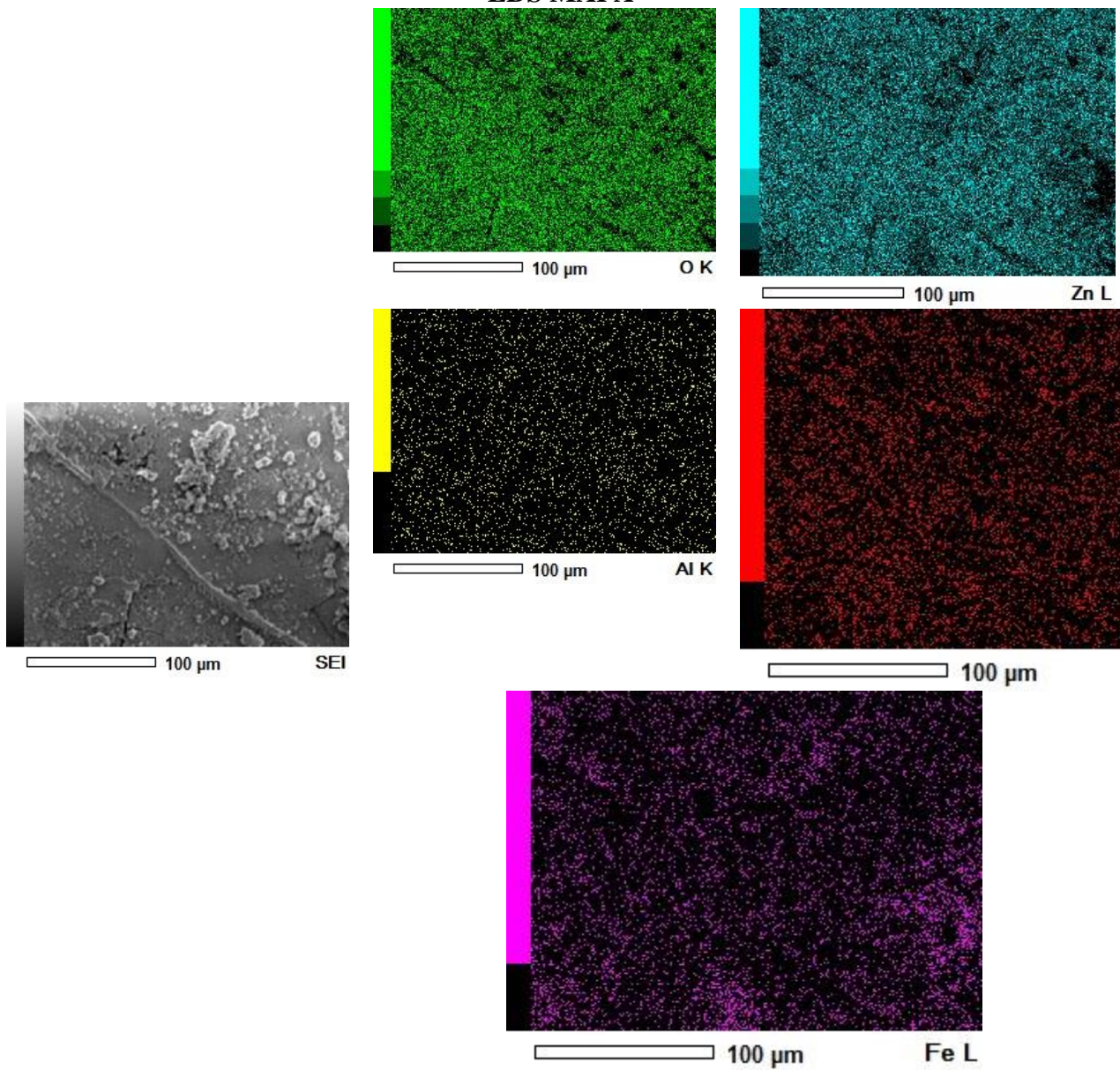
Tabela 126 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 900 segundos.

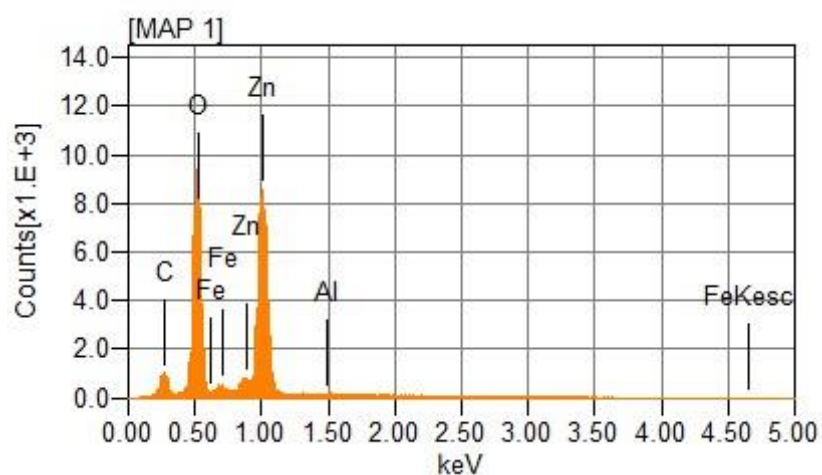


Fonte: O autor (2021).

Tabela 127 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 300 segundos.

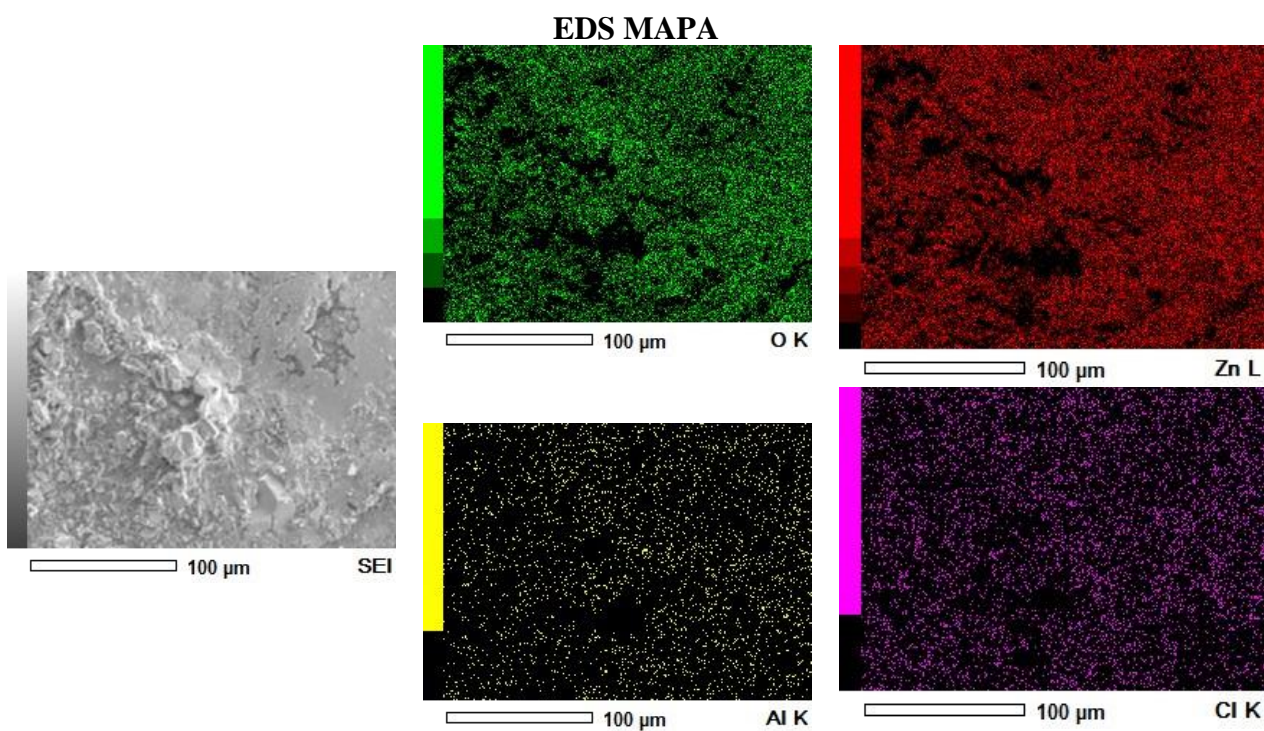
EDS MAPA

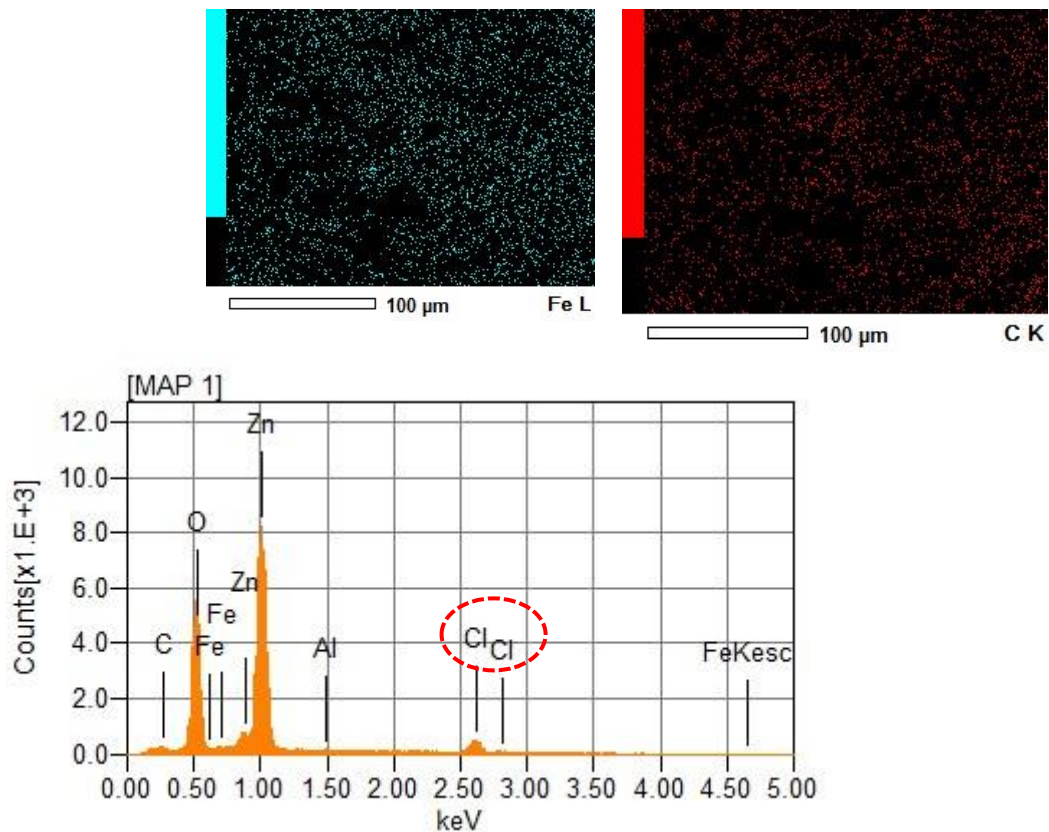




Fonte: O autor (2021).

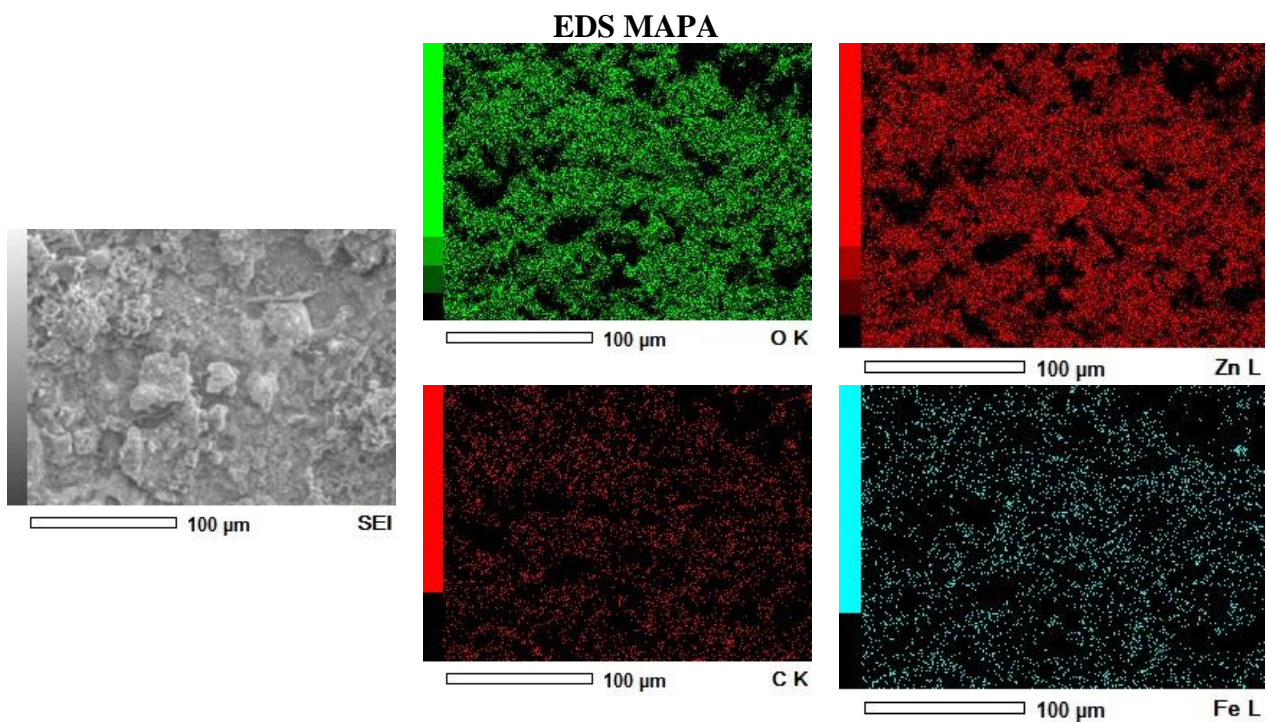
Tabela 128 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 600 segundos.

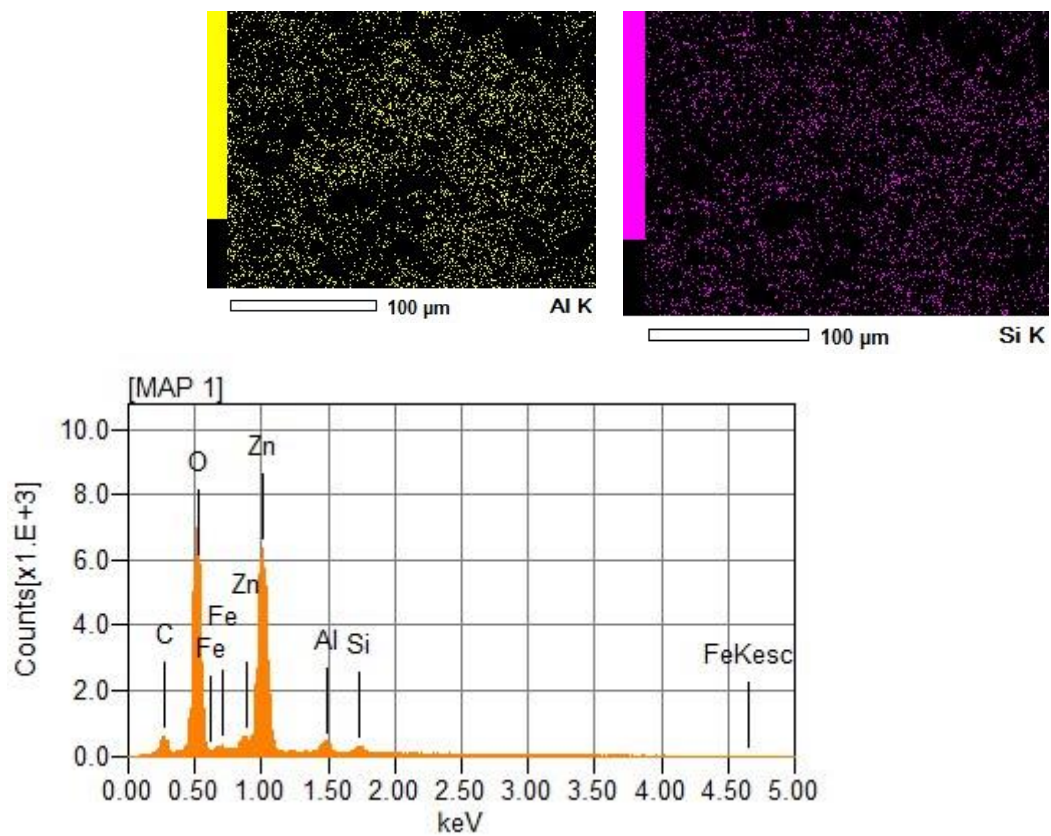




Fonte: O autor (2021).

Tabela 129 - Imagens de MEV/EDS por nevoa salina - *salt spray* para revestimentos com lama vermelha total (LVT) com concentração de 5 g/L e tempo de 900 segundos.





Fonte: O autor (2021).