

Análise elementar em profundidade por espectrometria de emissão ótica de descarga luminescente em revestimentos de aços galvanizados

Patrícia Adriano, Ana Paula Melo, Elsa Vaz Pereira

Laboratório Nacional de Engenharia Civil I.P., Departamento Materiais, Núcleo Materiais Metálicos, Av. Brasil 101, 1700-066 Lisboa, Portugal
padriano@lnec.pt

Tradicionalmente utilizada na análise elementar de metais e suas ligas, a espectrometria de emissão ótica de descarga luminescente (GD-OES) tem vindo a despertar um interesse crescente na determinação da composição química elementar de materiais não condutores e, em especial, na análise elementar em profundidade de revestimentos finos, permitindo fornecer perfis qualitativos e quantitativos contínuos desde a superfície do revestimento até ao substrato (material base).

Para a validação do método desenvolveu-se uma metodologia para a análise elementar em profundidade em revestimentos de aços galvanizados, de acordo com as exigências da norma ISO 16962:2005 [1]. Selecionaram-se como elementos de análise o Fe, Zn e Al e determinou-se a repetibilidade mínima, os limites de detecção e de quantificação, precisão intermédia, exactidão e a incerteza associada ao método.

Na ausência de padrões de espessura de referência para GD-OES, desenvolveu-se um estudo comparativo com outros métodos de determinação de espessura de revestimento. Para tal, foram escolhidos aços galvanizados com diferentes espessuras de galvanização. Atendendo à heterogeneidade natural deste tipo de revestimentos, as amostras foram divididas em dois troços. Num dos troços determinou-se a espessura média do revestimento de zinco por perda de massa (NP EN ISO 1460:1997 [2]) e no outro troço determinou-se a espessura local pelo método das correntes de Foucault (NP EN ISO 2360:2005 [3]). Neste último troço, nas mesmas zonas onde foi determinada a espessura local, foi feita a análise por GD-OES. Em seguida, nestas mesmas zonas foram extraídos provetes para a determinação da espessura do revestimento de Zn por microscopia ótica (ISO 1463:2004 - método de referência).

Verificou-se que a medição de espessura de revestimento por microscopia ótica é o método que melhor se correlaciona com os resultados de medição de espessura obtidos por GD-OES. Na Figura 1 apresentam-se os resultados de espessura local média obtidos por microscopia ótica, e respectivo desvio padrão associado, e por espectrometria de descarga luminescente, onde se pode constatar a boa concordância de resultados obtida pelos dois métodos.

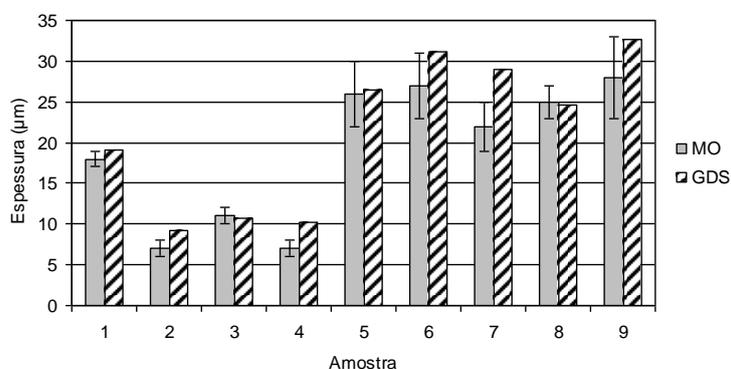


Figura 1 – Representação dos resultados de espessura obtidos através de dois métodos de análise (MO – Microscopia ótica; GDS – Espectrometria de descarga luminescente)

Verifica-se, no entanto, que nalgumas amostras, os resultados obtidos por GD-OES não se encontram contidos no desvio padrão do valor médio obtido pelo método de microscopia ótica, tendo esta diferença sido atribuída à heterogeneidade do revestimento, evidenciada quer pelos resultados obtidos no método de perda de massa quer, pelos obtidos pelo método das correntes de Foucault.

Referências:

- [1] ISO 16962:2005 – *Surface chemical analysis – Analysis of zinc – and/or aluminium-based metallic coatings by glow-discharge optical- emission spectrometry.*
- [2] NP EN ISO 1460:1997 – *Revestimentos metálicos. Revestimentos zincados por imersão a quente sobre materiais ferrosos. Determinação gravimétrica da massa por unidade de superfície.*
- [3] NP EN ISO 2360:2005 – *Revestimentos não condutores sobre materiais de base não magnéticos condutores eléctricos. Medição da espessura de revestimento – Método das correntes de Foucault sensível às variações de amplitude.*
- [4] ISO 1463:2004 – *Metallic and oxide coatings – Measurement of coating thickness – Microscopical method.*