

3 Materiais e Métodos

3.1. Material Utilizado

O material empregado neste trabalho foi o VESTAMID® NRG 2101 (amarelo), um novo tipo de tubo fabricado em Poliamida 12, com cadeia longa, desenvolvido pela Evonik, e utilizado pela indústria fabricante PolyEasy. Esse material representa toda uma série de poliamidas utilizadas para aplicações especializadas no setor de energia. Foi desenvolvido especialmente para a indústria de petróleo e gás, atendendo a norma ABNT NBR ISO 16486 e especificações para tubos e conexões usados em sistemas de distribuição de gás, com operação de 18 bar [1].

Os tubos foram fornecidos com 900 mm de comprimento, 90mm de diâmetro externo, 8,2 mm de espessura e SDR (relação entre o diâmetro do tubo e a espessura da parede) igual a 11. Algumas das características são apresentadas na tabela 3-1 [2].

Tabela 3-1– Propriedades da poliamida 12

| PROPRIEDADES - POLIAMIDA 12 | |
|---|------------------|
| MRS (Tensão circunferencial) [MPa] | 18 |
| Densidade (g/cm³) | 1,0 – 1,04 |
| Viscosidade (mL/g) | ≥ 180 |
| Temperatura de aplicação máxima (°C) | (60 – 80) °C |
| Tensão de Tração no escoamento (Mpa) | 40 |
| Alongamento a ruptura (%) | > 250 |
| Módulo de Flexão (Mpa) | 1300 |
| Temperatura de Fusão (°C) | 177 |
| Coefficiente de dilatação Térmica (19-4 K-1) | 1,44 |
| Condutividade Térmica W/m.K | 0,22 |
| Resistividade superficial (ohm) | 10 ¹⁴ |

3.2. Procedimentos Experimentais

3.2.1 Preparação dos tubos

Antes de serem soldados, os tubos de Poliamida 12 foram cortados em seguimentos com 15 cm e posteriormente foram limpos com álcool. Pares desses tubos previamente preparados, foram destinados ao processo de soldagem, dando origem a juntas com 30 cm de comprimento.

3.2.2 Soldagem

O processo de soldagem aplicado nos tubos de Poliamida 12 foi o por termofusão. O equipamento utilizado é composto por máquina de solda do tipo horizontal, máquina faceadora, placa de solda e máquina hidráulica para o controle das pressões, (Figura 3-1). A máquina de marca Rothenberger e modelo P315B, possui tecnologia destinada à união de materiais termoplásticos, como o Polietileno e Polipropileno.

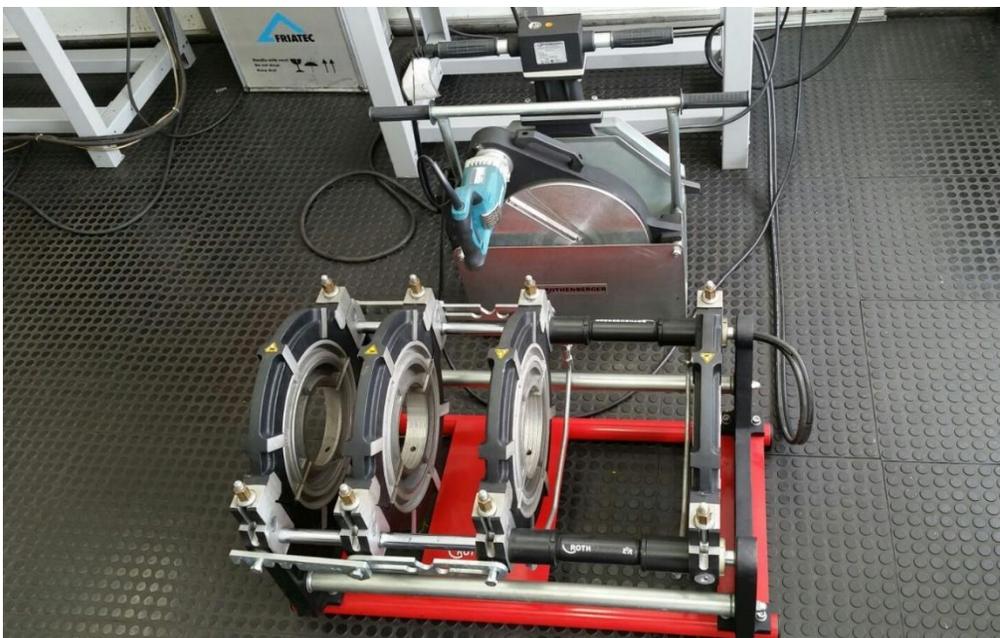


Figura 3-1– Equipamento utilizado nos processos de soldagem.

Visando estabelecer uma relação das propriedades do material com a temperatura de soldagem, os procedimentos foram realizados utilizando-se os limites para este tipo de material estabelecidos na norma DVS 2207-16: 220°C e 240°C. Em função destes limites foram definidos os 6 conjuntos de configurações dos parâmetros de soldagem, (Tabela 3-2).

Os conjuntos 1 e 2 foram resfriados à temperatura ambiente ao ar em torno de 27°C, os demais conjuntos foram submetidos a um resfriamento final forçado em água. As configurações de pressões e tempos do processo foram realizadas de acordo com as utilizadas pelo fabricante dos tubos fornecidos, e em acordo com os limites estabelecidos pela norma DVS 2207.

Deve ser mencionado que a etapa inicial da soldagem é importante para a integridade da junta soldada. Assim sendo, foi realizada uma inspeção visual de todos os cordões soldados a fim de verificar se a espessura inicial estava em conformidade com a norma DVS 2207. Esta norma determina que a espessura inicial dos cordões deve apresentar aproximadamente 1,5 mm. Essa inspeção é realizada quando ocorre o primeiro contato entre as extremidades dos tubos com a chapa aquecida.

Foram soldadas 36 juntas no total, sendo 12 destinadas a usinagem dos corpos de prova para os ensaios de tração (2 juntas de cada conjunto), e 24 utilizadas como corpos de prova para os ensaios de rigidez (4 juntas de cada conjunto). A figura 3-2, mostra os dois tipos de juntas soldadas construídas no processo por termofusão abordado neste trabalho.



Figura 3-2– Tubos de PA12 soldados por termofusão.

Tabela 3-2– Configurações dos parâmetros de soldagem.

| POLIAMIDA 12 | PARÂMETROS DE SOLDAGEM | | | | | | | | | |
|--------------------------|------------------------|-------|-------|-----|-----|-----|-------|-------------|------|-------------------------------|
| | *P1 | *P2 | *P3 | *t2 | *tp | *ts | *t3 | Temperatura | B* | Tipo Resfriamento final |
| | [Bar] | [Bar] | [Bar] | [s] | [s] | [s] | [min] | (°C) | [mm] | |
| Conjunto Parâmetros 1 | 8 | 0 | 8 | 98 | 6 | 7 | 11 | 220 | 1,5 | Temperatura Ambiente Ao ar |
| Conjunto Parâmetros 2 | | | | | | | | 240 | | |
| Conjunto Parâmetros 3 | | | | | | | 5 | 220 | 1,5 | Em água |
| Conjunto Parâmetros 4 | | | | | | | | 240 | | |
| Conjunto Parâmetros 5 | | | | | | | 11 | 220 | 1,5 | Em água |
| Conjunto Parâmetros 6 | | | | | | | | 240 | | |

* P1 (pressão preaq.); P2 (pressão aquec.); P3 (pressão soldagem); t2 (Tempo Aquec.); tp (Retirada da placa); ts (Elevar pressão); t3 (Resfriam. c/ pressão); B (Largura do cordão inicial)

3.3. Ensaio de Tração

3.3.1 Preparação dos Corpos de Prova

Este trabalho visa analisar através do ensaio de tração, as juntas soldadas, com e sem a rebarba. Para tanto, foram obtidos a partir das juntas soldadas, 6 corpos-de-prova sem rebarba e 6 corpos-de-prova com rebarba, totalizando em 12 corpos de prova de cada conjunto soldado. Como existem 6 conjuntos de soldagem, o total de corpos de prova usinados foi de 72 soldados e 6 extraídos do tubo original, com formato e características geométricas tipo III (com curvatura do tubo mantida), de acordo com norma ASTM D638, apresentadas na figura 3-3 e dados da tabela 3-3.

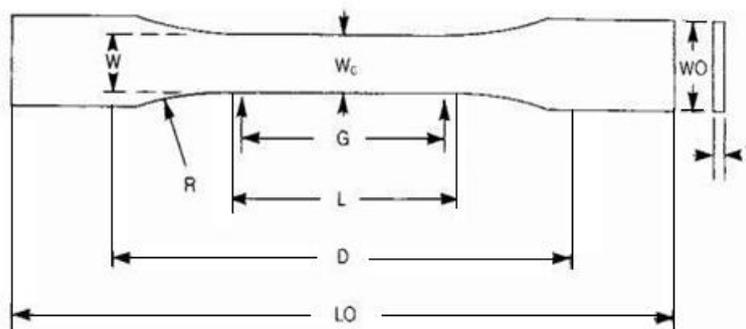


Figura 3-3- Formato do corpo de prova para teste de tração [44].

Tabela 3-3– Dimensões dos corpos-de-prova de acordo com a norma ASTM D638 [44].

| Dimensões | Tipo III | Tolerâncias |
|-----------|--------------------------|-------------|
| | Espessura (7 - 14) mm | |
| W | 19 | ± 0,5 |
| L | 57 | ± 0,5 |
| WO | 29 | ± 6,4 |
| LO | 246 | máx. |
| G | 50 | ± 0,25 |
| D | 115 | ± 5 |
| R | 76 | ± 1 |

3.3.2 Procedimento de Teste

O teste de tração foi realizado em uma máquina de ensaio universal, modelo INSTRON 5985, segundo a norma ASTM D638. A velocidade do ensaio empregada foi de 50mm/min e a separação inicial das garras foi de 80mm. A figura 3-5, mostra o equipamento utilizado.

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Materiais do departamento de engenharia mecânica do CEFET, em ambiente climatizado a temperatura em torno de 23°C e umidade 50%. Através deste ensaio foram obtidos os valores referentes ao limite de resistência das juntas soldadas.

Foram testados 5 corpos de prova com a rebarba da solda (Figura 3-4 (a)) e 5 corpos de prova sem a rebarba (Figura 3-4 (b)), de cada conjunto soldado, totalizando 60 corpos de prova testados. Além dos corpos de prova soldados, foram testados também 5 corpos de prova extraídos do material do tubo conforme recebido.

A remoção do cordão de solda não é uma prática usual, sendo mais empregada por companhias de distribuição de gás, restringindo-se à retirada do cordão externo, objetivando um controle da qualidade, para melhor avaliar-se o mesmo bem como arquivá-lo junto com o relatório de solda (servindo como amostra de testemunha do processo). Além disso, a retirada do cordão interno exige equipamentos relativamente caros e sua prática é restrita a tubulações para condução de alimentos. Devido a esse fato, neste trabalho é abordado o estudo entre a comparação do comportamento mecânico das juntas soldadas com rebarba e sem a rebarba, visando obter informações sobre as possíveis mudanças que possam ocorrer nos valores resultantes dos ensaios. Com o auxílio de um paquímetro com precisão de 0,01mm foram realizadas as medidas de largura e espessura das seções úteis (inicial e final) de cada corpo de prova para a determinação da área transversal.



Figura 3-4– (a) Corpos-de-prova com rebarba (b) Corpos-de-prova sem rebarba



Figura 3-5- Máquina de ensaio universal - modelo INSTRON 598.

3.4. Ensaio de rigidez

3.4.1 Preparação dos Corpos de Prova

Tubos soldados foram utilizadas como corpos de prova aplicados nos ensaios de rigidez. De acordo com a norma ASTM D2412, os corpos de prova testados devem possuir $150 \text{ mm} \pm 3$ de comprimento, conforme mostra o exemplo de junta soldada da figura 3-6.



Figura 3-6- Formato do corpo de prova para teste de rigidez.

3.4.2 Procedimento de Teste

Os testes de rigidez foram realizados com o objetivo de se determinar os valores de força máxima atribuída ao limite estabelecido de deflexão requerida (30%), e a rigidez ou capacidade de deformação, dos tubos. Os testes foram realizados em uma máquina de ensaio universal, marca MTS, com capacidade de 500KN, segundo a norma ASTM D2412, no Laboratório de Estruturas e Materiais (LEM-DEC) do departamento de Engenharia Civil da PUC– Rio, em ambiente climatizado a temperatura em torno de 23°C e umidade 50%.

Foram testadas 4 juntas com rebarba, de cada conjunto soldado, totalizando 24 corpos de prova. Além dos corpos de prova soldados, foram testados também 4 segmentos de tubo, extraídos do material conforme recebido.

Durante todo o ensaio, os corpos de prova foram submetidos à compressão até que o material atingisse uma deflexão correspondente a 30% da média do diâmetro

interno. A velocidade do ensaio empregada foi de 12,5mm/min. A Figura 3-7 mostra o equipamento usado.



Figura 3-7– Equipamento utilizado para os ensaios de rigidez.

3.5. Ensaios de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)

3.5.1 Preparação das Amostras

As amostras utilizadas nos ensaios de análise térmica (TG e DSC) foram extraídas das sobras das usinagens dos corpos de prova de tração e do tubo conforme recebido, contendo pesos entre 5 mg e 6 mg. Foram extraídas duas amostras de cada conjunto soldado, uma amostra da região soldada e 1 amostra da rebarba da solda, totalizando 12 amostras soldadas e 1 amostra na condição de como recebido.

3.5.2 Procedimento de Teste

O ensaio DSC foi realizado utilizando um analisador térmico simultâneo (Figura 3-8), marca Perkin Elmer modelo STA 6000, na faixa de 25°C a 800°C, em atmosfera inerte de nitrogênio com vazão de 20 ml/min e taxa de aquecimento de 10°C/min. O objetivo deste ensaio foi o de determinar a temperatura de fusão da fase cristalina do material, o calor de fusão, e o grau de cristalinidade das amostras de Poliamida 12 soldadas a 220°C e 240°C, assim como da amostra na condição do material como recebido.

3.6. Ensaios de Análise Termogravimétrica (TG)

3.6.1 Procedimento de Teste

O equipamento utilizado no teste DSC realiza simultaneamente a análise termogravimétrica nas amostras, dessa maneira as mesmas amostras utilizadas nos ensaios de DSC foram analisadas no ensaio de TG, sendo duas amostras de cada conjunto soldado. Os testes foram efetuados na região de 25°C a 800°C, em atmosfera inerte de nitrogênio com vazão de 20 ml/min, com taxa de aquecimento de 10°C/min. Através do ensaio térmico de termogravimetria, foi monitorada a estabilidade térmica das amostras dos 6 conjuntos.

As curvas termogravimétricas (TG) e termogravimétricas derivadas (DTG) foram obtidas usando o software PYRES, o que permitiu determinar a temperatura de início da degradação (*Tonset*), a temperatura de degradação a 1% de perda de massa e a temperatura de máxima degradação (*Tpico*).



Figura 3-8- Analisador Térmico simultâneo DSC/TG usado na pesquisa.

3.7. Ensaios de Difração de Raios X

3.7.1 Preparação das Amostras

Foram extraídas amostras das juntas soldadas (sem as rebarbas) de cada conjunto e uma amostra do material como recebido, com o objetivo de serem caracterizadas por meio da difração de raio X.

3.7.2 Procedimento de Teste

O equipamento utilizado nos testes foi um difratômetro *BRUKER*, série *D8DISCOVER*, com detector *LYNXEYE* (Figura 3-9) operando com radiação CuK , $= 1,5418 \text{ \AA}$, tensão de 40 kV e corrente de 40 mA. A varredura foi feita entre ângulos $2\theta = 15^\circ$ e 40° com passo de $0,02^\circ$ e tempo entre passo de 0,3 segundos. O objetivo destas análises foi o de observar o espectro de difração por raios X com a intensidade do feixe difratado em função dos ângulos de difração (2θ), de amostras de Poliamida 12, conforme recebida de fábrica e das amostras soldadas. Através desse espectro pôde-se obter informações sobre a estrutura do material, como a porcentagem (ou grau) de cristalinidade das amostras, os principais picos cristalinos, faixa de angulação correspondente, além dos halos amorfos.

As análises foram realizadas no Laboratório de Raios X do Departamento de Engenharia de Materiais da PUC-Rio.

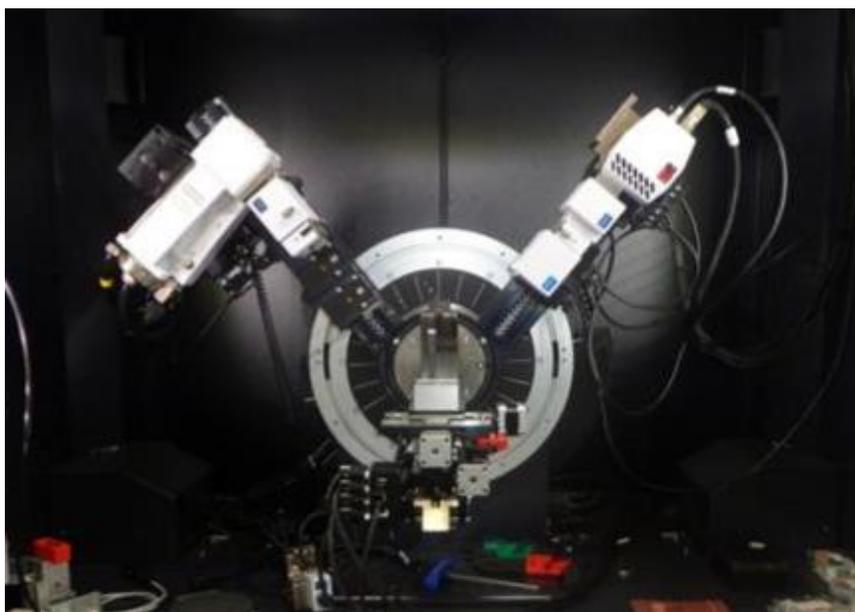


Figura 3-9- Difratômetro Bruker D8 Discover usado neste trabalho.