

4 Resultados Experimentais

As amostras soldadas de acordo com os parâmetros da tabela 3-2 do capítulo 3 foram submetidas aos ensaios mecânicos de tração e rigidez, análises térmicas (calorimetria diferencial de varredura e termogravimetria) e difração de raios x.

4.1. Ensaio de tração

Os ensaios de tração das juntas soldadas foram realizados para todas as condições utilizadas, conforme apresentado na tabela 4-1, assim como o material na condição de conforme recebido.

Tabela 4-1– Condições de soldagem realizadas nos tubos de PA 12.

Condições de soldagem	Corpos-de-prova com rebarba	Corpos-de-prova-sem rebarba	Temperatura [°C]	Tempo de Resfriamento [min.]	Tipo de Resfriamento
A	Conj 1	Conj 1	220	11	Ao ar
	Conj 2	Conj 2	240		Ao ar
B	Conj 3	Conj 3	220	5	Água
	Conj 4	Conj 4	240		Água
C	Conj 5	Conj 5	220	11	Água
	Conj 6	Conj 6	240		Água

Em geral, as empresas que realizam o processo de soldagem em tubos poliméricos não realizam a retirada das rebarbas dos cordões soldados. Assim sendo, foi realizada uma análise comparativa entre os corpos-de-prova com e sem as rebarbas, de forma a se obter informações sobre as possíveis mudanças das propriedades mecânicas.

As juntas soldadas e o tubo conforme recebido foram ensaiados até a ruptura. A propriedade obtida a partir destes ensaios, aplicável à análise das juntas soldadas, foi o limite de resistência à tração, conforme os dados mostrados na Tabela 4-2, Tabela 4-3, Tabela 4-4 nos gráficos da figura 4-1.

Neste caso, o limite de escoamento não é avaliado através do ensaio de tração, pois o material de base e o material da região soldada podem apresentar microestruturas diferentes.

Tabela 4-2- Limite de resistência dos corpos de prova de Poliamida 12 - condição conforme recebido.

Corpos-de-prova	Limite de Resistência [MPa]	Desvio Padrão
Tubo conforme recebido	45,36	0,88 (1,94%)

Tabela 4-3- Limites de resistência dos corpos de prova de Poliamida 12 soldados, com rebarba.

Corpos-de-prova com Rebarba	Limite de Resistência [MPa]	Desvio Padrão
Conj 1	37,84	2,56 (6,77%)
Conj 2	37,68	0,87 (2,29%)
Conj 3	38,64	3,26 (8,43%)
Conj 4	37,33	1,11 (2,97%)
Conj 5	42,83	9,75 (22,76%)
Conj 6	38,97	1,35 (3,46%)

Tabela 4-4- Limite de resistência dos corpos de prova de Poliamida 12 soldados, sem rebarba.

Corpos-de-prova sem Rebarba	Limite de Resistência [MPa]	Desvio Padrão
Conj 1	37,26	5,35 (14,35%)
Conj 2	37,20	0,75 (2,02%)
Conj 3	36,02	3,90 (10,84%)
Conj 4	38,85	0,73 (1,87%)
Conj 5	38,66	0,77 (1,98%)
Conj 6	40,32	0,77 (1,90%)

Observou-se que a maior tensão suportada pelo material na condição de como recebido foi de 45MPa. Os corpos-de-prova apresentaram alta ductilidade, com redução média de 39% em sua largura e 41% em sua espessura.

O limite de resistência foi analisado através da comparação entre as médias dos valores, considerando os mesmos parâmetros de soldagem para as juntas soldadas com e sem rebarba. Pode ser observado que a presença de rebarba não influenciou o limite de resistência das juntas soldadas.

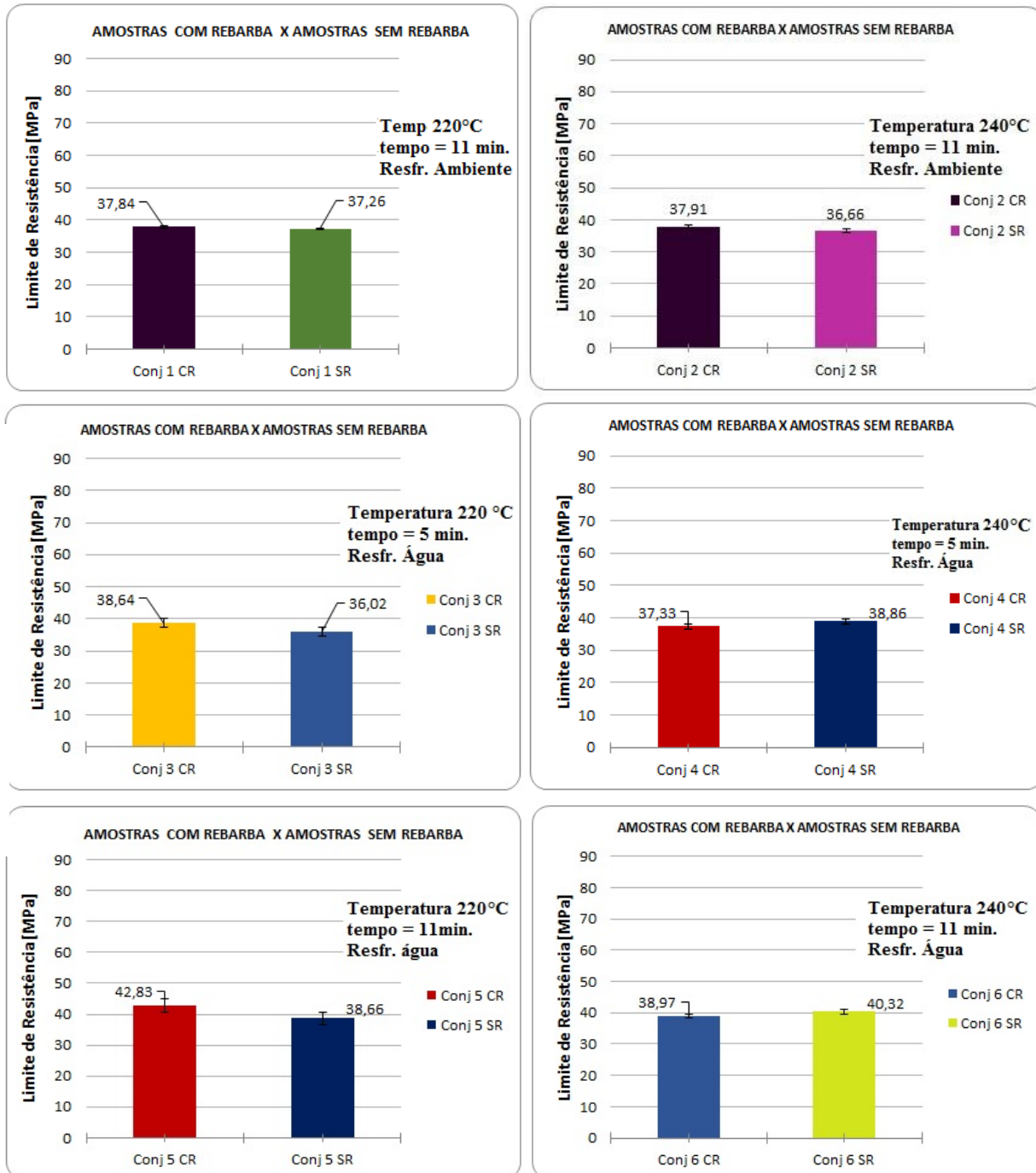


Figura 4-1– Limite de resistência médio entre os corpos-de-prova com e sem rebarba de todas as condições estudadas.

4.1.1 Influências dos parâmetros de soldagem no limite de resistência

4.1.1.1 Influência da temperatura de soldagem

A temperatura de soldagem de materiais poliméricos é um dos critérios mais importantes na escolha dos parâmetros utilizados, pois envolve mudanças em sua estrutura química e física. Conforme observado na Figura 4-2, os valores do limite de resistência das amostras das juntas soldadas do conjunto 1 e 2, para corpos-de-prova com e sem rebarba, praticamente não se diferem, bem como os conjuntos 3 e 4.

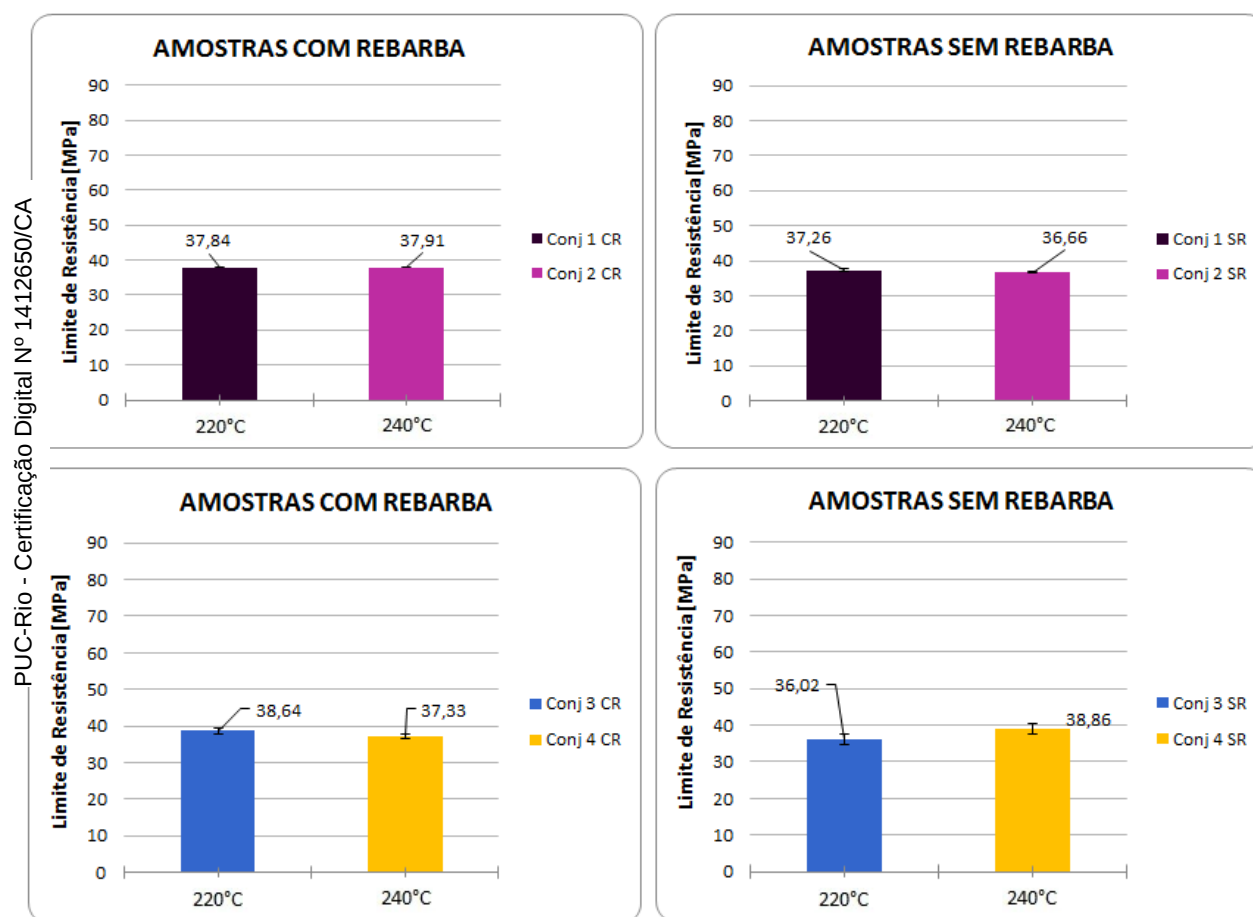


Figura 4-2– Limite de resistência médio entre os corpos-de-prova com e sem rebarba dos conjuntos 1, 2, 3 e 4.

Entre as três comparações realizadas dos conjuntos soldados, os conjuntos 5 e 6, Figura 4-3, foram os que apresentaram diferenças um pouco maiores, porém ainda pequena, entre os valores de limite de resistência.

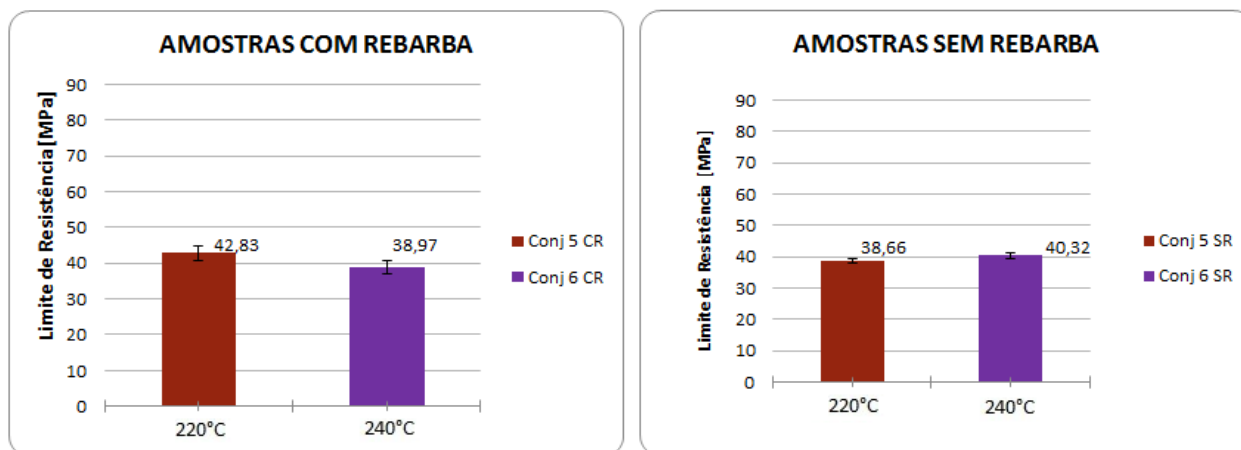


Figura 4-3– Limite de resistência médio entre os corpos-de-prova com e sem rebarba dos conjuntos 5 e 6.

4.1.1.2 Influência do tipo de resfriamento

As amostras dos conjuntos 1 e 5 (Figura 4-4) com os mesmos tempos de aplicação da pressão de resfriamento (11 min.) sob mesma temperatura de soldagem (220°C) apresentaram uma diferença de aproximadamente 5MPa entre os valores do limite de resistência à tração para as amostras com rebarba e de aproximadamente 4MPa para as amostras sem rebarba.

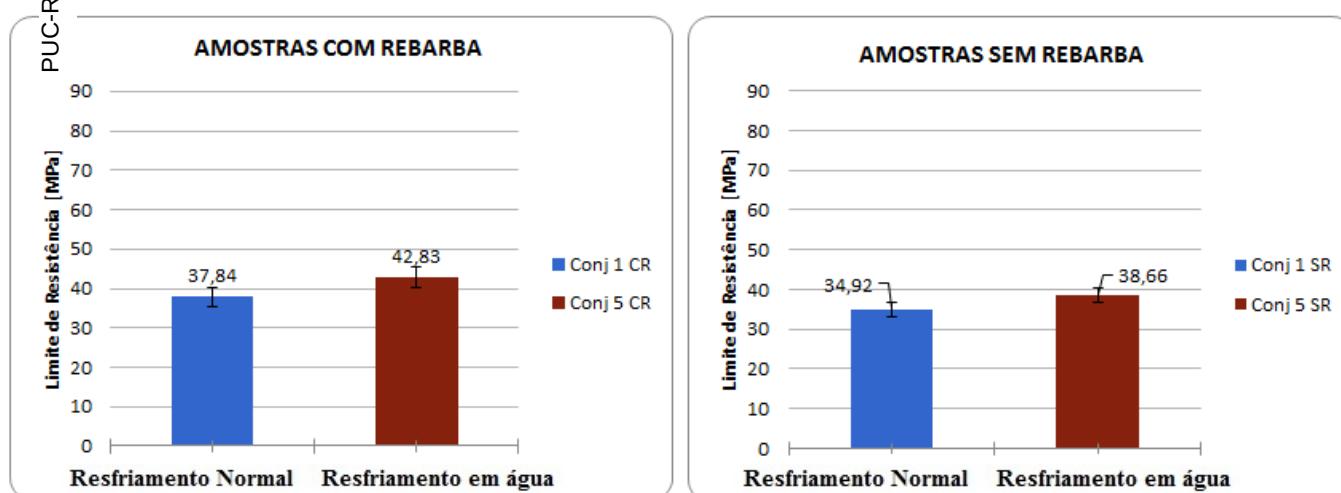


Figura 4-4- a) Limite de resistência médio entre os corpos-de-prova com rebarba dos conjuntos 1 e 5. b) Limite de resistência médio entre os corpos-de-prova sem rebarba.

Para as soldagens realizadas na temperatura de 240°C (Figura 4-5), apenas o conjunto 6 SR (sem rebarba) apresenta LR de aproximadamente 4MPa acima do LR obtido para o conjunto 2. Porém, assim como na comparação entre os conjuntos 1 e 5, percebe-se que o limite de resistência dos corpos-de-prova (com ou sem rebarba) resfriados em água é maior.

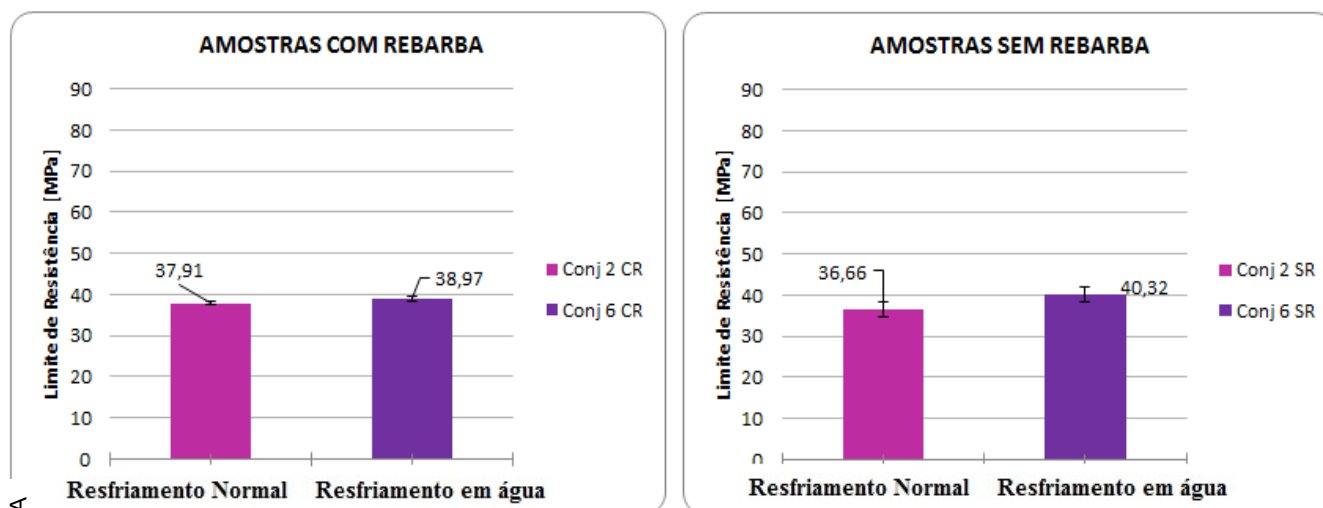


Figura 4-5 - Limite de resistência médio entre os corpos-de-prova com e sem rebarba dos conjuntos 2 e 6.

4.1.1.3 Influência do tempo de resfriamento com pressão

As amostras dos conjuntos 3 e 5 (Figura 4-6) e conjunto 4 e 6 possuem apenas variação no tempo de aplicação da pressão de resfriamento, (5 minutos e 11 minutos respectivamente), sendo soldadas a 220°C e 240°C seguidas de resfriamento em água, respectivamente.

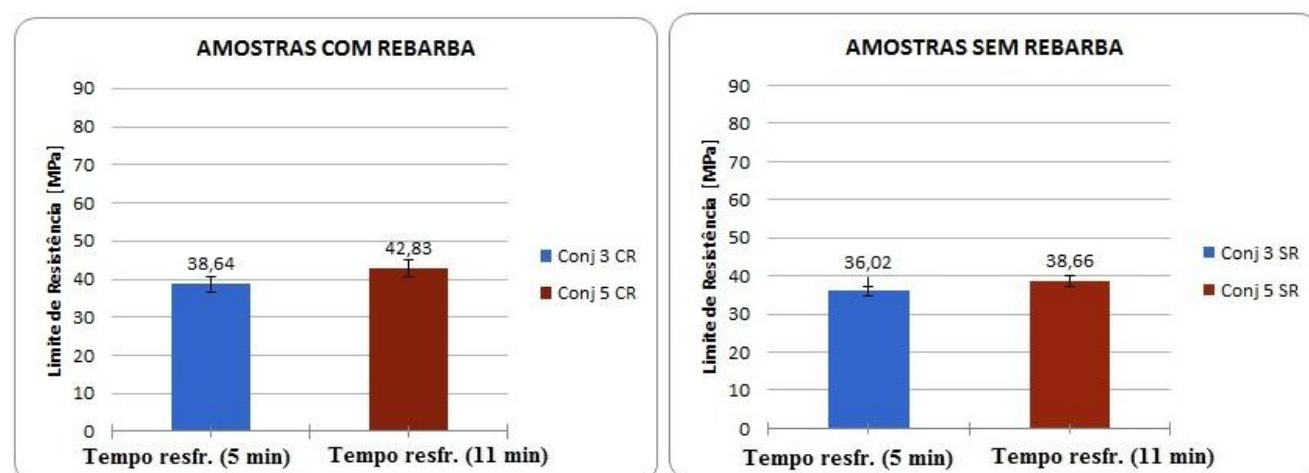


Figura 4-6- Limite de resistência médio entre os corpos-de-prova com e sem rebarba dos conjuntos 3 e 5 soldados a 220°C.

Observa-se que para o tempo de resfriamento de 11 minutos tanto para as amostras com ou sem rebarba (Figura 4-7), independente da temperatura de soldagem, ocorre uma tendência ao aumento do LR.

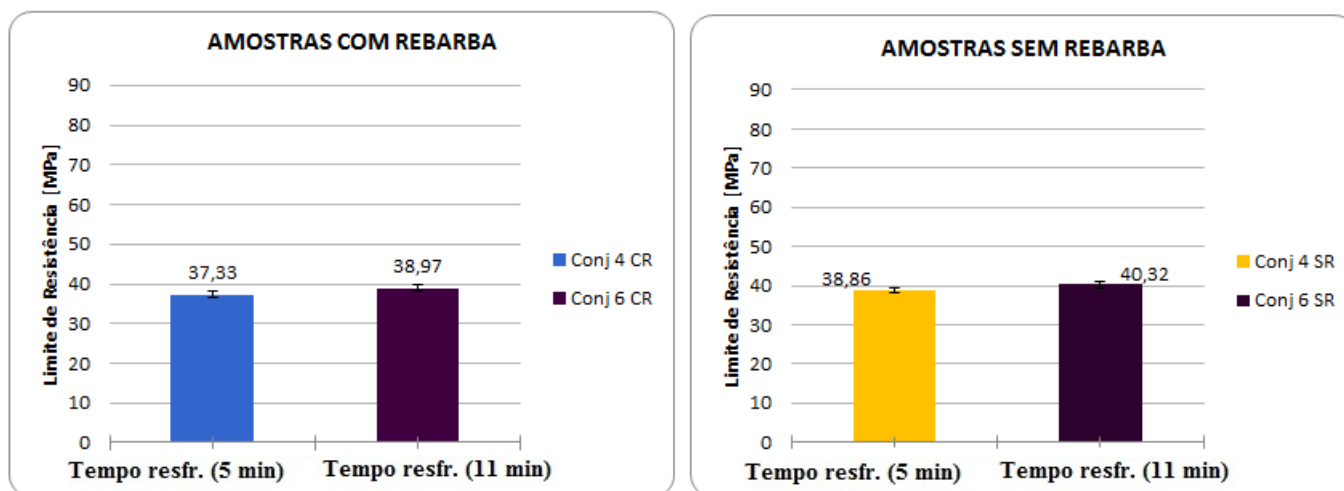


Figura 4-7- Limite de resistência médio entre os corpos-de-prova com e sem rebarba dos conjuntos 4 e 6 soldados a 240°C.

4.2. Ensaio de Rigidez

Nos ensaios de rigidez não foram analisados corpos-de-prova sem rebarba, como no ensaio de tração.

É importante ressaltar que, neste ensaio, os tubos de PA 12, não se rompem. Com o aumento da compressão, o tubo se deforma progressivamente até que suas paredes se encontrem sem que ocorram trincas. O teste de rigidez indica somente o grau de deformabilidade do material.

Os resultados dos ensaios, Figura 4-8, apontam o conjunto soldado 2 como o mais resistente. Como pode ser visto na Tabela 4-5, os valores de rigidez dos tubos 1, 3 e 4 são aproximados, bem como os valores dos conjuntos 5 e 6.

Tabela 4-5- Resultados dos ensaios de rigidez.

Corpo de prova	Rigidez Média [Kpa]	Desvio Padrão [Kpa]
Tubo conforme recebido	114,55	0,99 (0,86%)
Conj 1	142,45	1,79 (1,26%)
Conj 2	164,71	9,04 (5,49%)
Conj 3	141,77	4,9 (3,45%)
Conj 4	143,78	8,04 (5,59%)
Conj 5	137,93	11,29 (8,18%)
Conj 6	136,77	4,77 (3,49%)

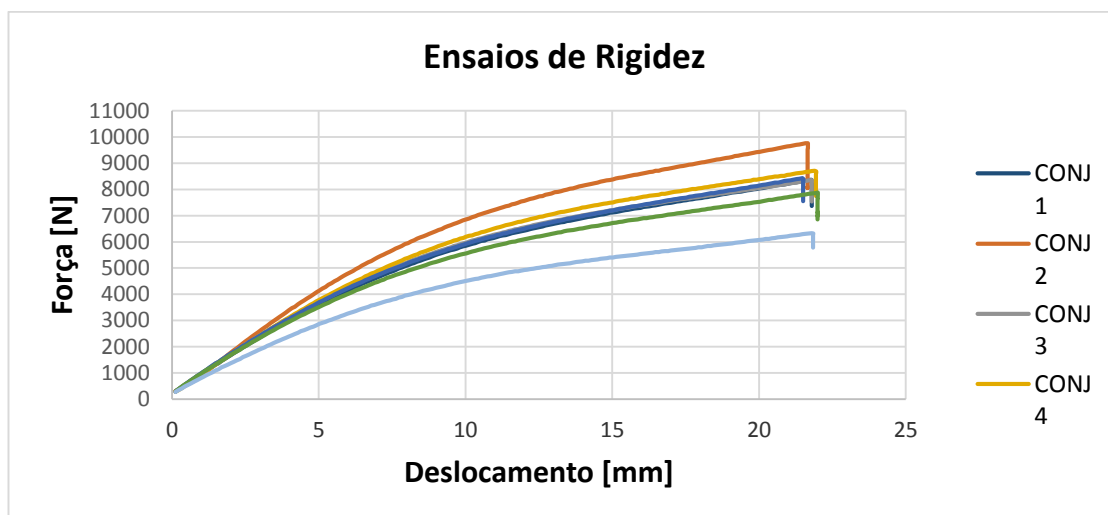


Figura 4-8– Curvas de carregamento X deslocamento axial obtidas através dos ensaios de rigidez.

4.2.1 Influências dos parâmetros de soldagem na rigidez

4.2.1.1 Influência da temperatura de soldagem

O conjunto 2, soldado na temperatura de 240°C, apresentou uma mudança significativa no valor de rigidez quando comparado ao conjunto 1, soldado a 220°C, Figura 4-9. Já para os conjuntos 3 e 4 (Figura 4-10) e conjuntos 5 e 6 (Figura 4-11), estes não apresentam diferença significativa entre os valores de rigidez.

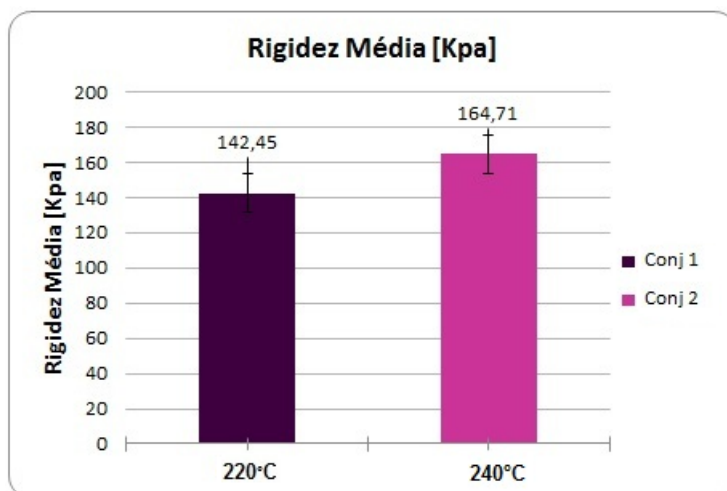


Figura 4-9– Rigidez média dos tubos soldados – comparação entre os conjuntos 1 e 2.

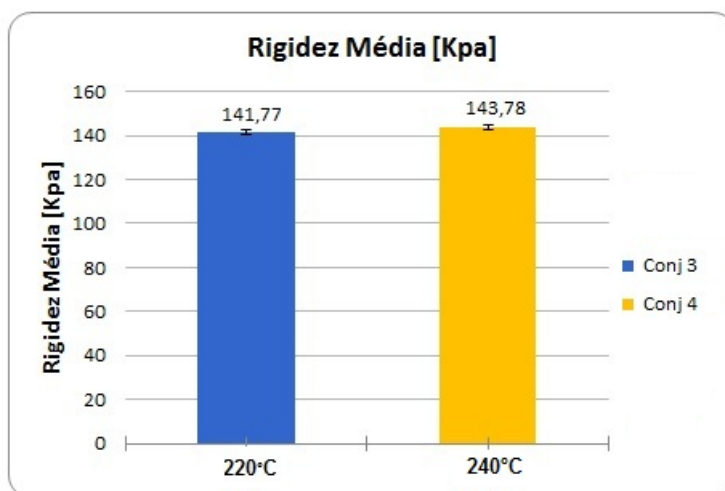


Figura 4-10– Rigidez média dos tubos soldados – comparação entre os conjuntos 3 e 4.

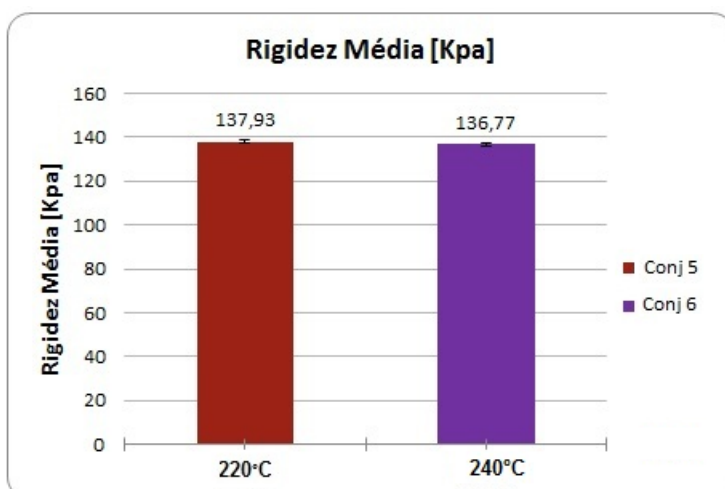


Figura 4-11– Rigidez média dos tubos soldados – comparação entre os conjuntos 5 e 6.

4.2.1.2 Influência do tipo de resfriamento

O resfriamento ao ar na temperatura ambiente (Figura 4-12 e Figura 4-13), influenciou no aumento da rigidez dos tubos. A Figura 4-12 compara as juntas soldadas a 220°C e a Figura 4-13 compara as juntas soldadas a 240°C. Pode se observar que independente da temperatura de soldagem, o resfriamento ao ar aumenta a rigidez da junta. E a soldagem a 240°C com resfriamento ao ar apresenta maior rigidez.

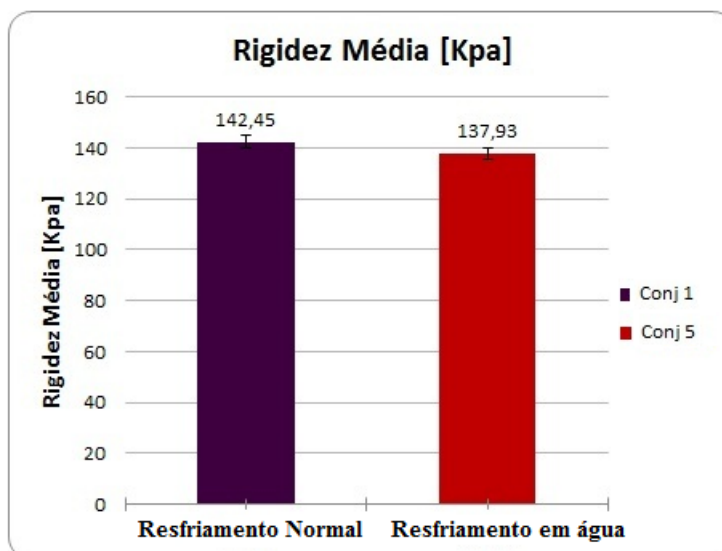


Figura 4-12– Rigidez média dos tubos soldados – comparação entre os conjuntos 1 e 5 soldados a 220°C.

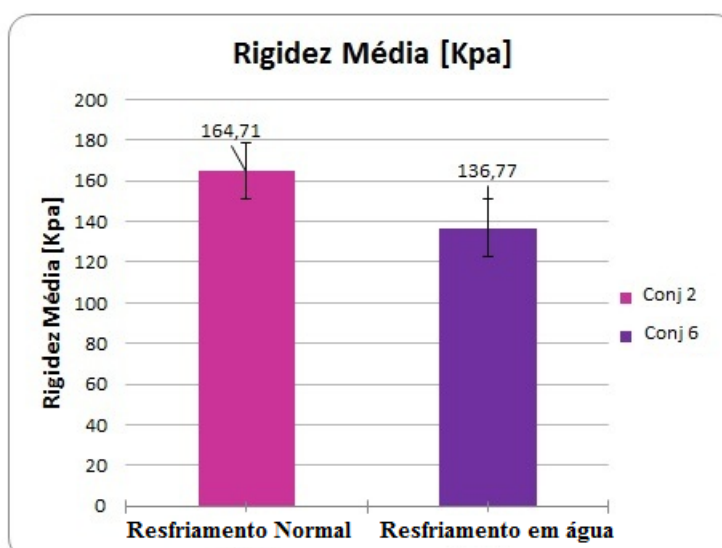


Figura 4-13– Rigidez média dos tubos soldados – comparação entre os conjuntos 2 e 6, soldados a 240°C.

4.2.1.3 Influência do tempo de resfriamento com pressão

As Figura 4-14 e 4-15 comparam o tempo de resfriamento sob aplicação de pressão entre 5 e 11 minutos, para os mesmos parâmetros de soldagem. Observa-se que o tempo de aplicação de pressão de 5 minutos favorece ao aumento da rigidez da junta soldada.

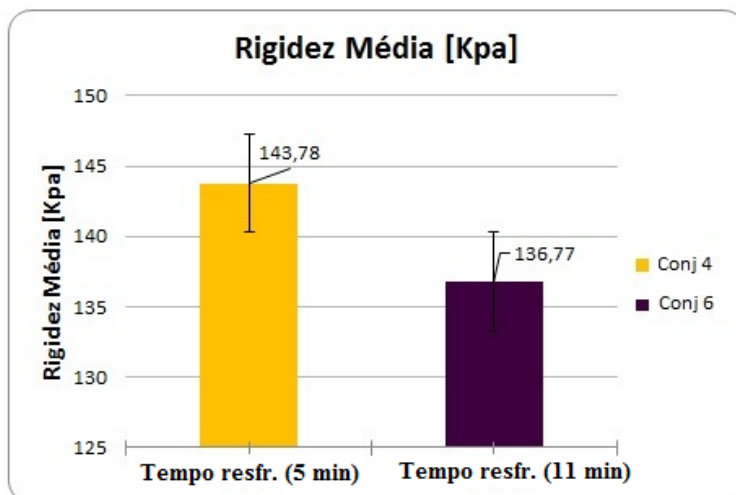


Figura 4-14– Rigidez média dos tubos soldados – comparação entre os conjuntos 4 e 6 a 240°C.

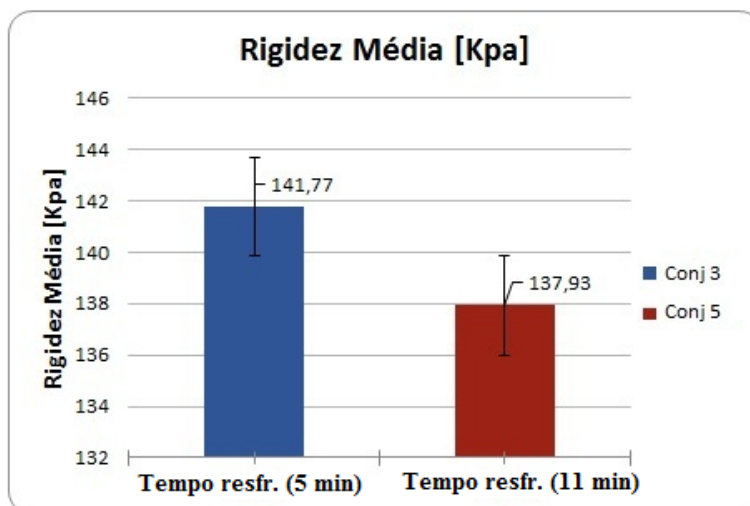


Figura 4-15– Rigidez média dos tubos soldados – comparação entre os conjuntos 3 e 5 a 220°C.

4.3. Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)

Tanto as amostras das juntas soldadas quanto as amostras de suas rebarbas foram analisadas pela técnica de calorimetria diferencial de varredura (além da amostra do tubo na condição de conforme recebido).

A Figura 4-16 mostra a curva de DSC para a amostra do tubo de Poliamida 12 na condição de conforme recebido, onde se observa a transição de fusão. Esta transição é utilizada para determinar a temperatura e o calor de fusão do material.

A fusão do material conforme recebido é caracterizada pelo pico endotérmico pronunciado com um máximo de temperatura de 177,38 °C e um calor de fusão igual a 31,43 J/g.

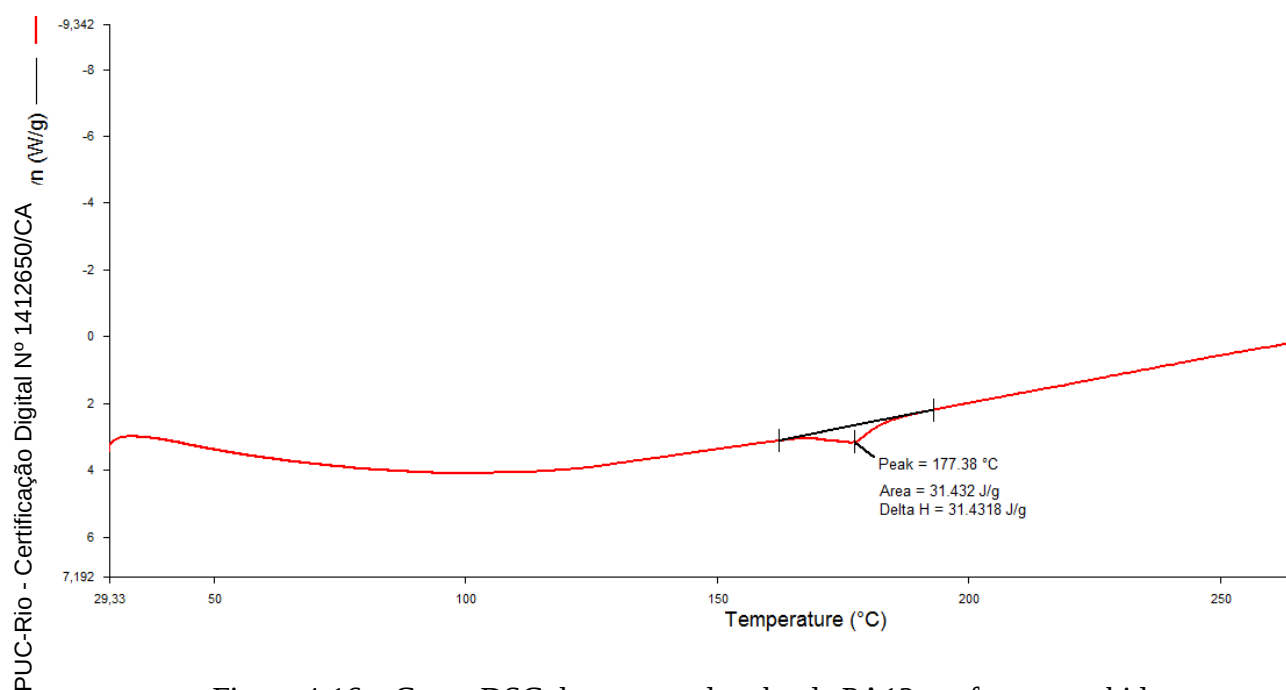


Figura 4-16 – Curva DSC da amostra do tubo de PA12 conforme recebido.

As curvas DSC das amostras das juntas soldadas são mostradas na Figura 4-17. Neste gráfico pode-se observar que a temperatura de fusão encontrada para as amostras apresentou pequenas variações, entre de 175°C e 178°C, e o calor de fusão variou entre 28 J/g a 34 J/g.

As curvas DSC das amostras das rebarbas das juntas soldadas são mostradas na Figura 4-18. Neste gráfico pode-se observar que assim como na análise das juntas, as temperaturas de fusão das amostras não tiveram variação considerável, ficando em torno de 177°C, e que o calor de fusão também variou pouco.

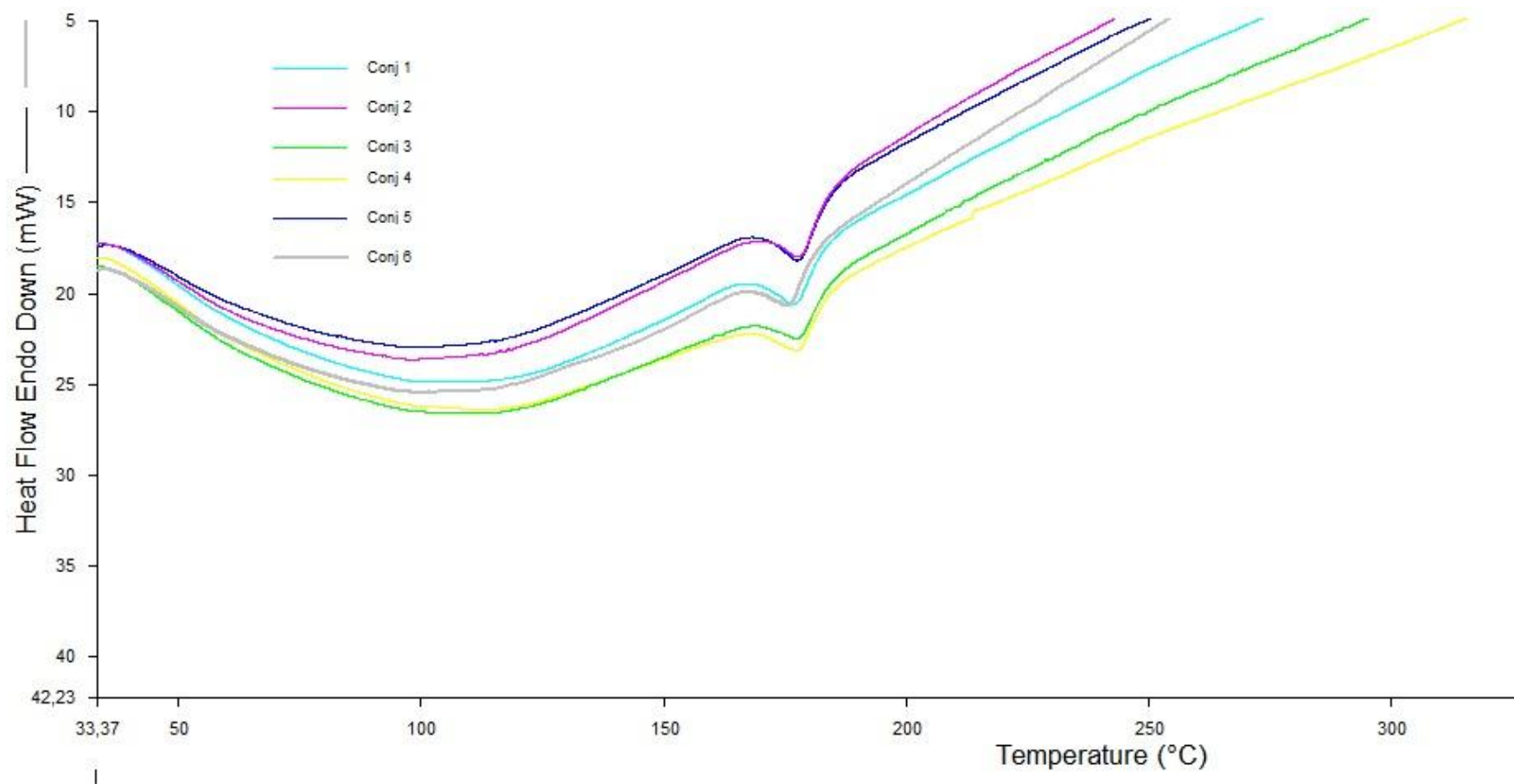


Figura 4-17 – Curvas DSC das amostras das juntas soldadas.

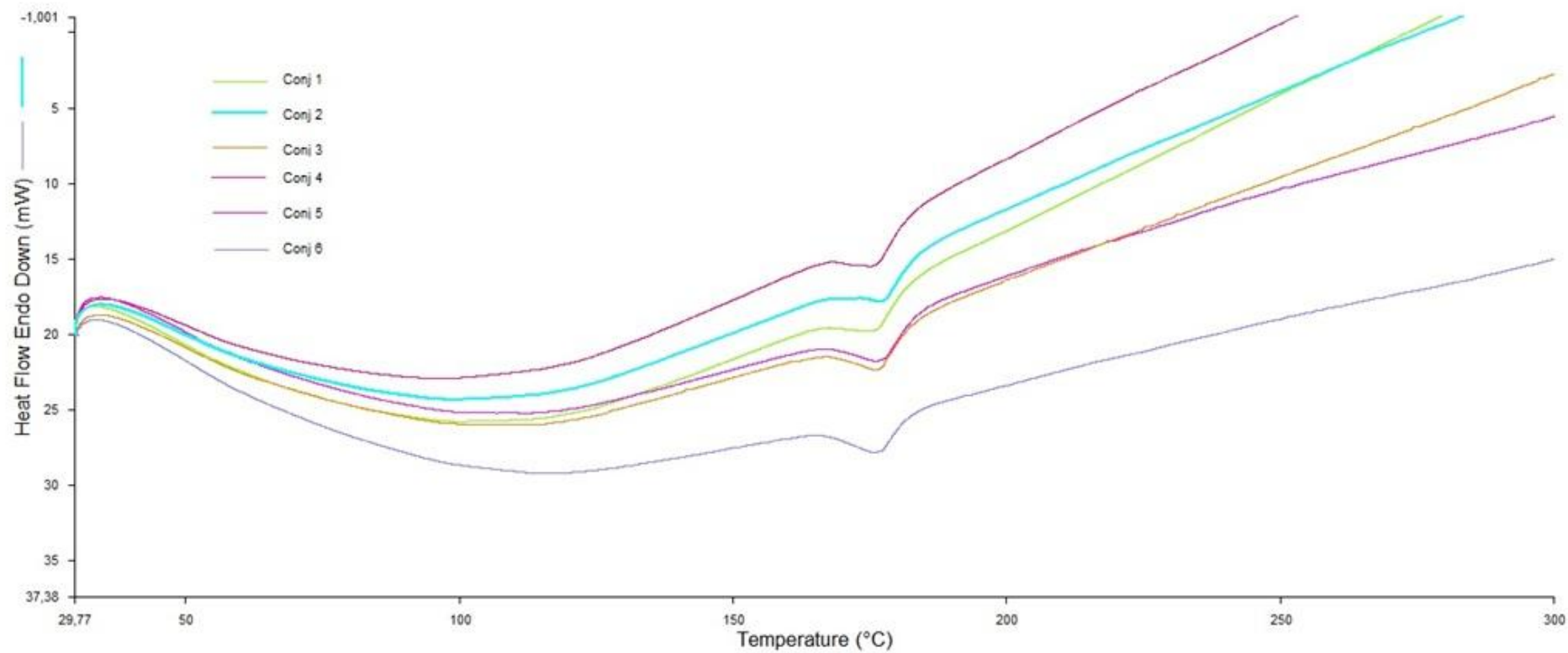


Figura 4-18 – Curvas DSC das rebarbas da juntas soldadas.

A Tabela 4-6, Tabela 4-7 e Tabela 4-8 mostram a temperatura e entalpia de fusão, grau de cristalinidade para o material na condição de como recebido, das juntas soldadas e das rebarbas de cada conjunto, respectivamente. Observa-se que a $T_{\text{fusão}}$ e entalpia não apresentaram variação significativa. O grau de cristalinidade em relação ao material na condição de como recebido mostra uma tendência a decrescer para a junta soldada e para as rebarbas.

Tabela 4-6-Temperatura e entalpia de fusão, e grau de cristalinidade da amostra do tubo de PA 12 conforme recebido.

Amostras	$T_{\text{fusão}} [^{\circ}\text{C}]$	$\Delta H_{\text{fusão}} [\text{J/g}]$	Grau de Cristalinidade [%]
Tubo conforme recebido	177,38	35,83	17,14

Tabela 4-7-Temperatura e entalpia de fusão, e grau de cristalinidade das amostras das juntas soldadas, de PA 12.

Amostras das juntas soldadas	$T_{\text{fusão}} [^{\circ}\text{C}]$	$\Delta H_{\text{fusão}} [\text{J/g}]$	Grau de Cristalinidade [%]
Conj 1	177,29	32,25	15,40
Conj 2	178,19	31,22	14,91
Conj 3	177,86	29,03	13,86
Conj 4	177,85	33,89	16,18
Conj 5	177,88	32,63	15,58
Conj 6	175,96	28,00	13,37

Tabela 4-8-Temperatura e entalpia de fusão, e grau de cristalinidade das amostras das rebarbas das juntas soldadas, de PA 12.

Amostras das Rebarbas	$T_{\text{fusão}} [^{\circ}\text{C}]$	$\Delta H_{\text{fusão}} [\text{J/g}]$	Grau de Cristalinidade [%]
Conj 1	176,41	26,33	12,57
Conj 2	176,81	28,31	13,52
Conj 3	176,62	24,46	11,68
Conj 4	176,29	23,66	11,3
Conj 5	177,44	17,19	8,21
Conj 6	175,96	34,14	16,3

4.4. Análise Termogravimétrica (TGA)

4.4.1 Ensaios das juntas soldadas

Os resultados desta análise térmica são mostrados sob a forma de um gráfico, relacionando a massa residual da amostra com a temperatura na qual foi submetido. A Figura 4-19 mostra a curva termogravimétrica TG e termogravimétrica derivada DTG da Poliamida 12 na condição de conforme recebido. Nessa curva pode-se observar que o material não apresenta mudança em sua massa até a temperatura de 437,42°C. A partir dessa temperatura, observa-se uma diminuição acentuada de sua massa inicial até por volta de 654°C.

Nesse intervalo de temperatura, a amostra perde 96,6% de sua massa inicial, devido à decomposição/degradação do polímero. A temperatura de decomposição do polímero, medida no pico da curva DTG, é de 459,94°C o que indica a temperatura de máxima degradação. Uma temperatura de 397,12°C é indicativa da degradação a 1% de perda de massa. A partir de 500°C até aproximadamente 794°C, a curva TG exibe um patamar, onde não há perda significativa de massa. O teor de resíduos estáveis a 794,4°C é de 3,37% que equivale a 0,2 mg da amostra utilizada.

A Figura 4-20 apresenta as curvas das amostras soldadas e do tubo original. Como pode-se observar neste gráfico, as curvas TG das amostras das juntas soldadas exibem o mesmo comportamento que a curva TG da amostra da poliamida 12, (conforme recebido). Isto permite confirmar que não ocorrem variações significativas no comportamento da degradação térmica das amostras.

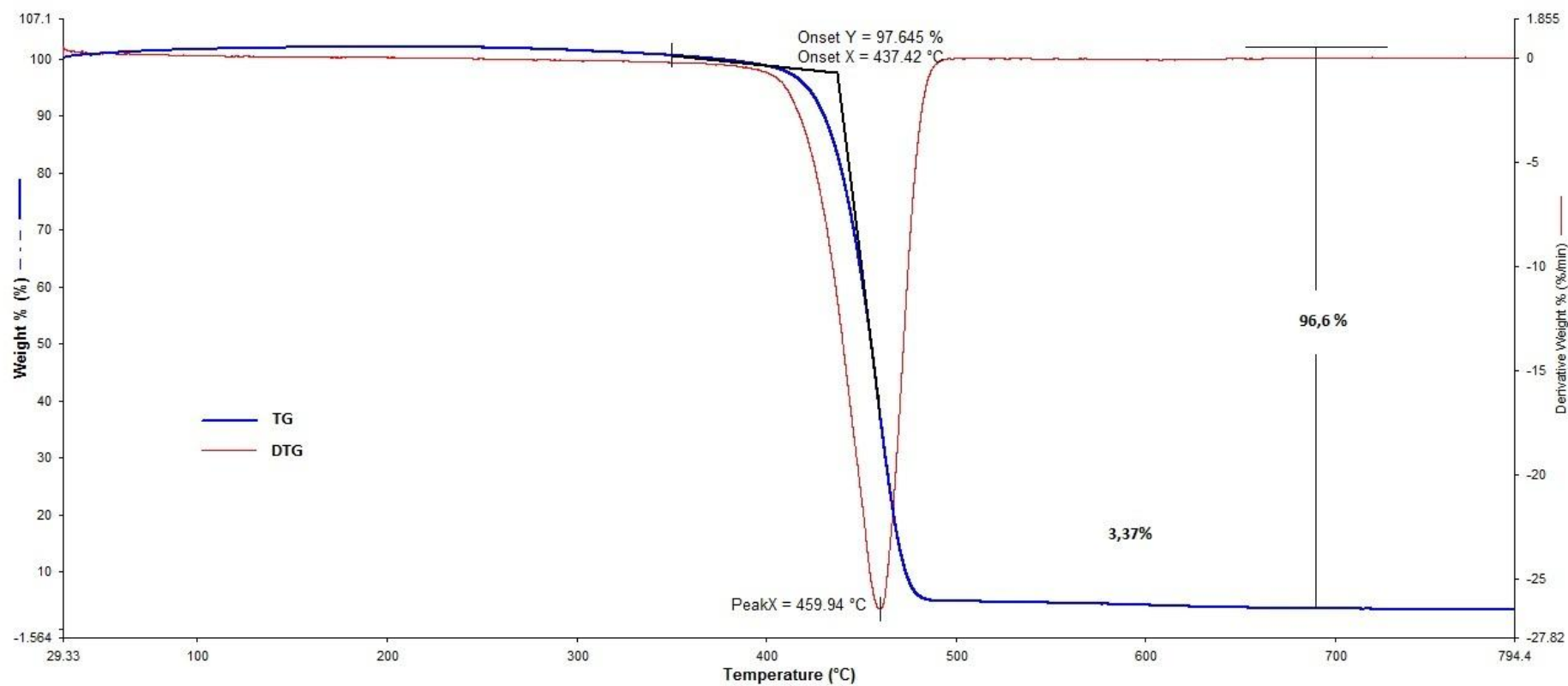


Figura 4-19– Curva TG para amostra do tubo de poliamida 12 na condição de conforme recebido.

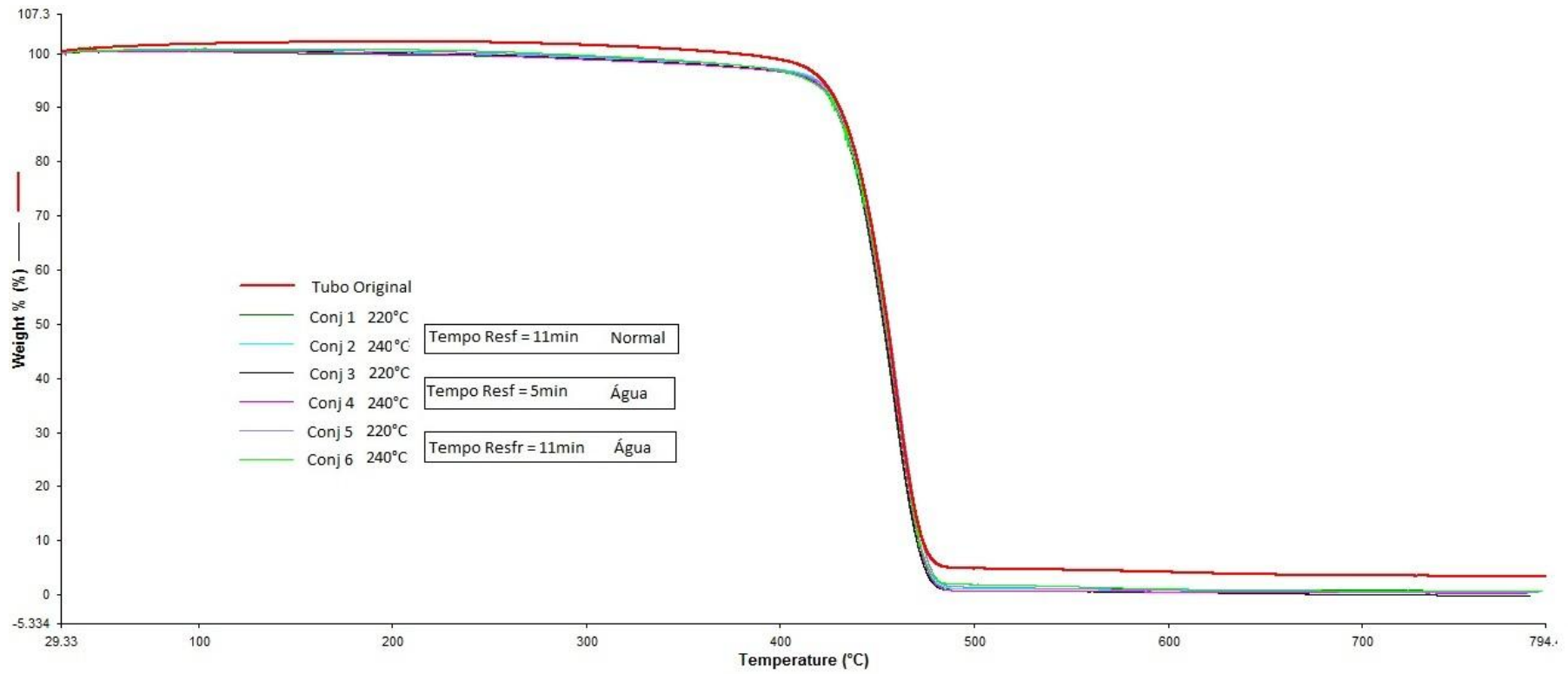


Figura 4-20- Curvas TG das juntas soldadas.

A tabela 4-9 e tabela 4-10 mostram os dados das características das curvas TG-DTG das amostras das juntas soldadas, de suas rebarbas e do material do tubo conforme recebido. Nestas tabelas é observada a temperatura de degradação a 1% de perda de massa (T1%), temperatura de máxima degradação (Tpico), temperatura de início de perda de massa (Tin-pm), temperatura *onset* e perda total de massa em porcentagem.

Tabela 4-9- Informações obtidas a partir das curvas TG-DTG das amostras das juntas soldadas.

Amostras	T 1% (°C)	T pico (°C)	T onset (°C)	Perda Total de Massa (%)
Tubo Recebido	397,12	459,94	437,42	96,60
Conj 1	297,00	458,61	436,32	99,24
Conj 2	317,91	459,91	434,51	99,70
Conj 3	304,06	458,77	430,61	99,90
Conj 4	292,47	459,56	433,18	99,70
Conj 5	325,61	460,16	433,61	99,60
Conj 6	335,71	459,65	434,89	99,40

Tabela 4-10-Informações obtidas a partir das curvas TG-DTG das amostras das rebarbas das juntas soldadas.

Amostras das rebarbas	T 1% (°C)	T pico (°C)	T onset (°C)	Perda Total de Massa (%)
Conj 1	310,05	461,07	436,46	99,10
Conj 2	311,39	458,77	434,83	99,06
Conj 3	322,41	459,9	438,46	99,98
Conj 4	324,67	461,05	439,55	98,99
Conj 5	303,43	457,52	438,11	99,80
Conj 6	308,92	460,39	436,3	99,90

4.4.2 Ensaios das rebarbas

A Figura 4-21 apresenta as curvas das amostras das rebarbas das juntas soldadas e do tubo conforme recebido (tubo original). Como pode-se observar neste gráfico, as curvas TG das amostras das rebarbas exibem o mesmo comportamento que a curva TG da amostra da poliamida 12, (conforme o tubo recebido), conforme o ocorrido para as amostras das juntas soldadas.

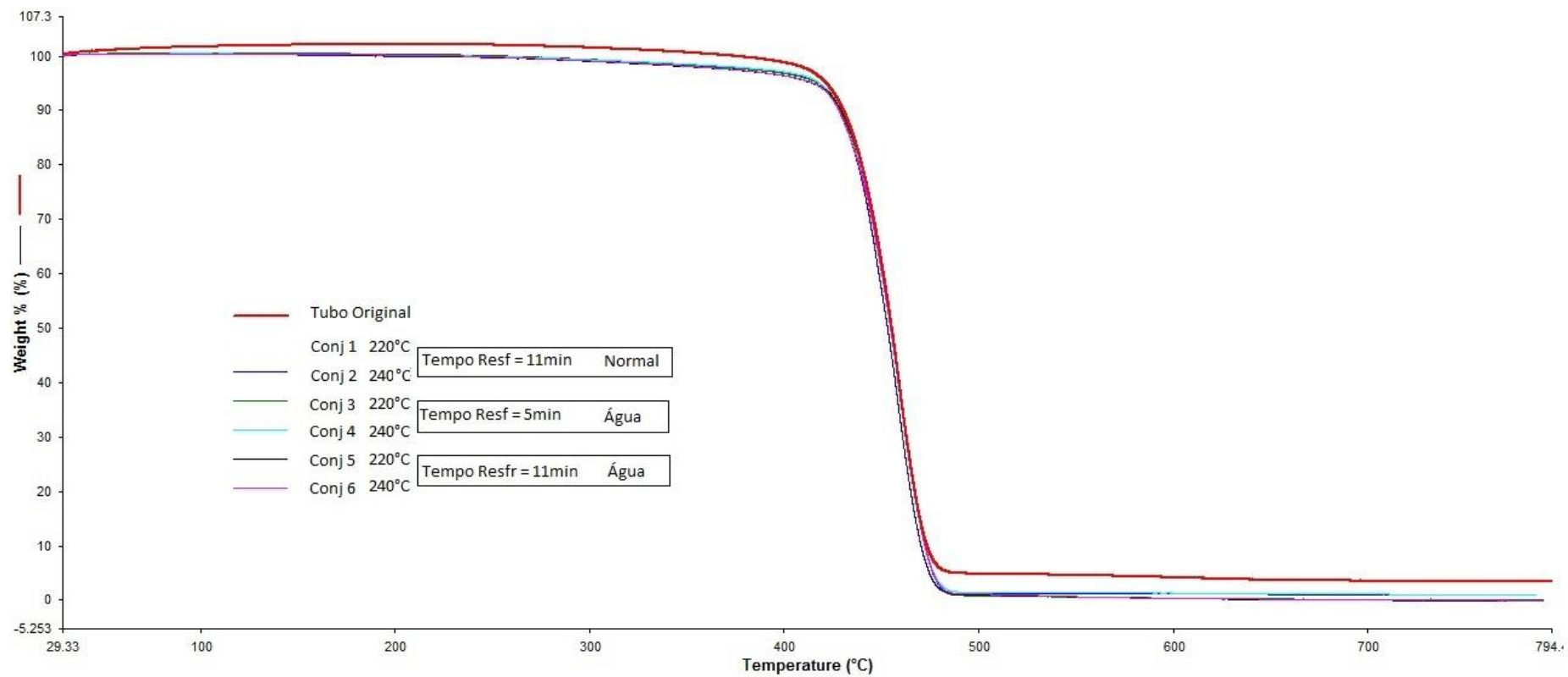


Figura 4-21- Curvas TG das rebarbas das amostras soldadas.

4.5. Ensaio de difração de raios x

Os ensaios de difração de raios x foram realizados somente nas juntas soldadas (sem rebarba), e no material conforme recebido, para identificar os graus de cristalinidade presente nas amostras.

O espectro de difração por raios X do tubo de PA12 conforme recebido apresenta um pico bastante intenso, juntamente com uma banda ou halo amorfo entre os ângulos 17° e 27° e outros picos menos intensos entre os ângulos 27° e 35°, como pode ser observado na figura 4-22.

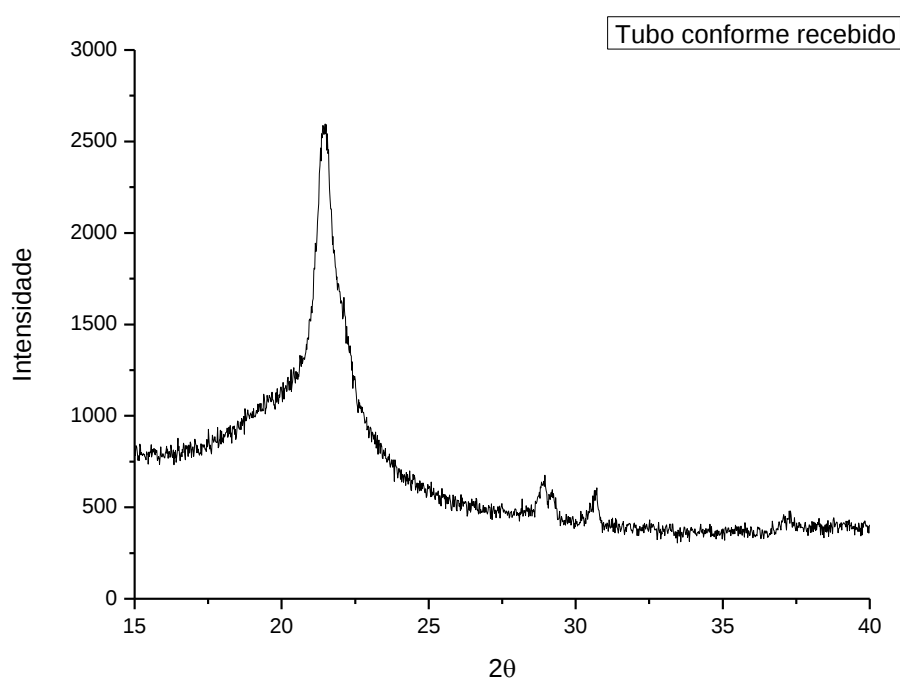


Figura 4-22–Difratograma da amostra do tubo de poliamida 12 (conforme recebido).

Além das difrações obtidas de cada amostra, foi realizada uma varredura do porta-amostra vazio (sem qualquer amostra) para permitir a subtração do espalhamento do ar e do porta-amostra. Esta subtração foi realizada segundo a relação abaixo (equação (1717)):

$$I(\text{corrigida}) = I(\text{experimental}) - X * I(\text{porta} - \text{amostra}) \quad (17)$$

Onde: $I(\text{corrigida})$ = Intensidade da amostra após a subtração;

$I(\text{experimental})$ = Intensidade experimental obtida;

$I(\text{porta-amostra})$ = Intensidade experimental do porta-amostra sem a amostra.

X = Um fator positivo menor que um ajustado arbitrariamente de maneira que o ruído de fundo do padrão de difração seja aproximadamente uma reta horizontal.

Apesar da subtração ter sido realizada para todo o padrão de difração, o ajuste dos picos, no procedimento para o cálculo do grau de cristalinidade, foi realizado para a faixa de 15° a 27°.

Nesse cálculo foram empregados dois picos superpostos para descrever a parte cristalina (com um pico principal) e um único pico para descrever a parte amorfa. A distinção entre os picos se fez baseado no parâmetro que descreve o tamanho de cristalito. O pico amorfo tinha tamanhos de cristalitos entre 1,9 e 2,4 nm, enquanto os picos cristalinos tinham tamanhos significativamente maiores.

A tabela 4-11, apresenta os dados dos parâmetros de ajuste (rwp e Gof) dos padrões de difração das amostras das juntas soldadas e do material na condição conforme recebido, assim como os picos cristalinos utilizados para o cálculo da cristalinidade e as distribuições dos tamanhos dos cristalitos presentes nas regiões predominantemente amorfas.

Tabela 4-11- Parâmetros de ajuste dos padrões de difração das amostras das juntas soldadas e do material conforme recebido, e os picos utilizados.

Amostra	Rwp	gof=chi2	Picos Cristalinos		Pico Amorfo	Tamanho Cristalito [nm]
Conj1	7,04	1,61	21,46°	21,96°	19,9°	2,1
Conj2	5,17	1,45	21,46°	21,93°	20,37°	1,5
Conj3	6,83	1,61	21,46°	21,92°	19,93°	1,9
Conj4	5,47	1,45	21,46°	21,92°	20,06°	1,9
Conj5	6,31	1,52	21,46°	21,95°	20,08°	1,9
Conj6	5,24	1,49	21,34°	21,9°	19,46°	2,4
Recebido	6,40	1,54	21,43°	21,92°	20,09°	1,9

O ajuste dos picos (Figura 4-23) foi realizado com o programa TOPAS 4.2, empregando parâmetros fundamentais otimizados com um material policristalino. O tamanho dos cristalitos foi simulado com uma função Lorentziana.

O grau de cristalinidade de um polímero corresponde a uma quantidade fracionada da cristalinidade da amostra, expressa por fração em massa ou fração em volume [51]. A fração em massa de material cristalino nesta pesquisa foi determinada através da divisão da área total dos dois picos cristalinos pela área total dos picos (cristalinos e halo amorfo), após subtração do ruído de fundo. Os graus de cristalinidade obtidos por essa operação seguem na tabela 4-12.

Tabela 4-12-Dados obtidos através da difração de raios x para todas as amostras soldadas e material conforme recebido.

Amostra	Grau de Cristalinidade [%]
Conj1	55,5
Conj2	61,5%
Conj3	53,7
Conj4	49,4
Conj5	49,4
Conj6	63,7%
Recebido	47,0

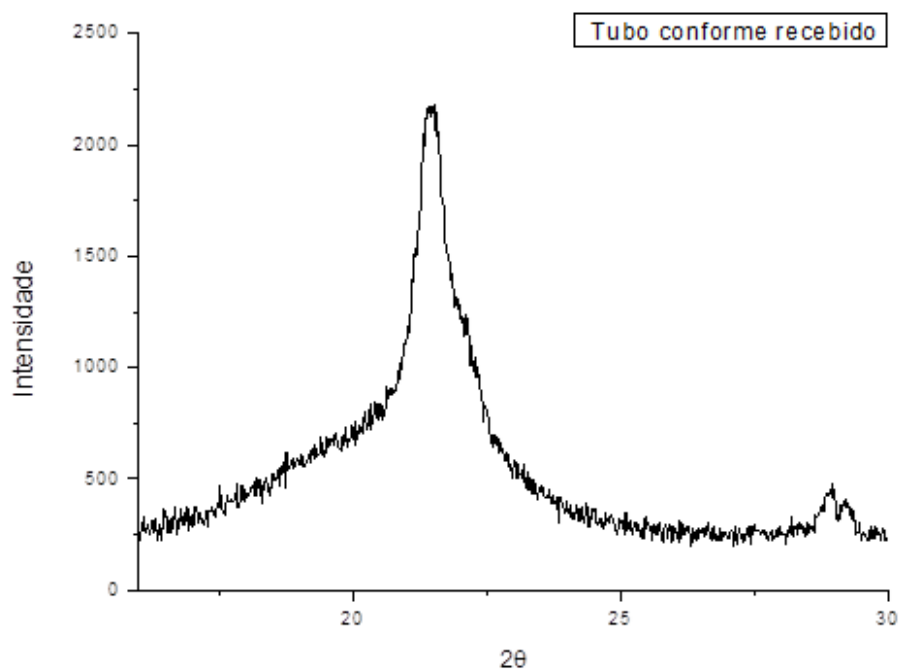


Figura 4-23- Difratoograma da amostra do tubo de poliamida 12 (conforme recebido) com os picos cristalinos e halo amorfo ajustados.

A Figura 4-24-a- b- c- d- e- f, mostra os difratogramas de cada junta soldada (de acordo com os conjuntos de parâmetros de soldagem empregados) na faixa 2θ : $15^\circ - 40^\circ$. Já a Figura 4-25 mostra os difratogramas de cada amostra das juntas soldadas na faixa 2θ : $16^\circ - 30^\circ$, com os picos corrigidos.

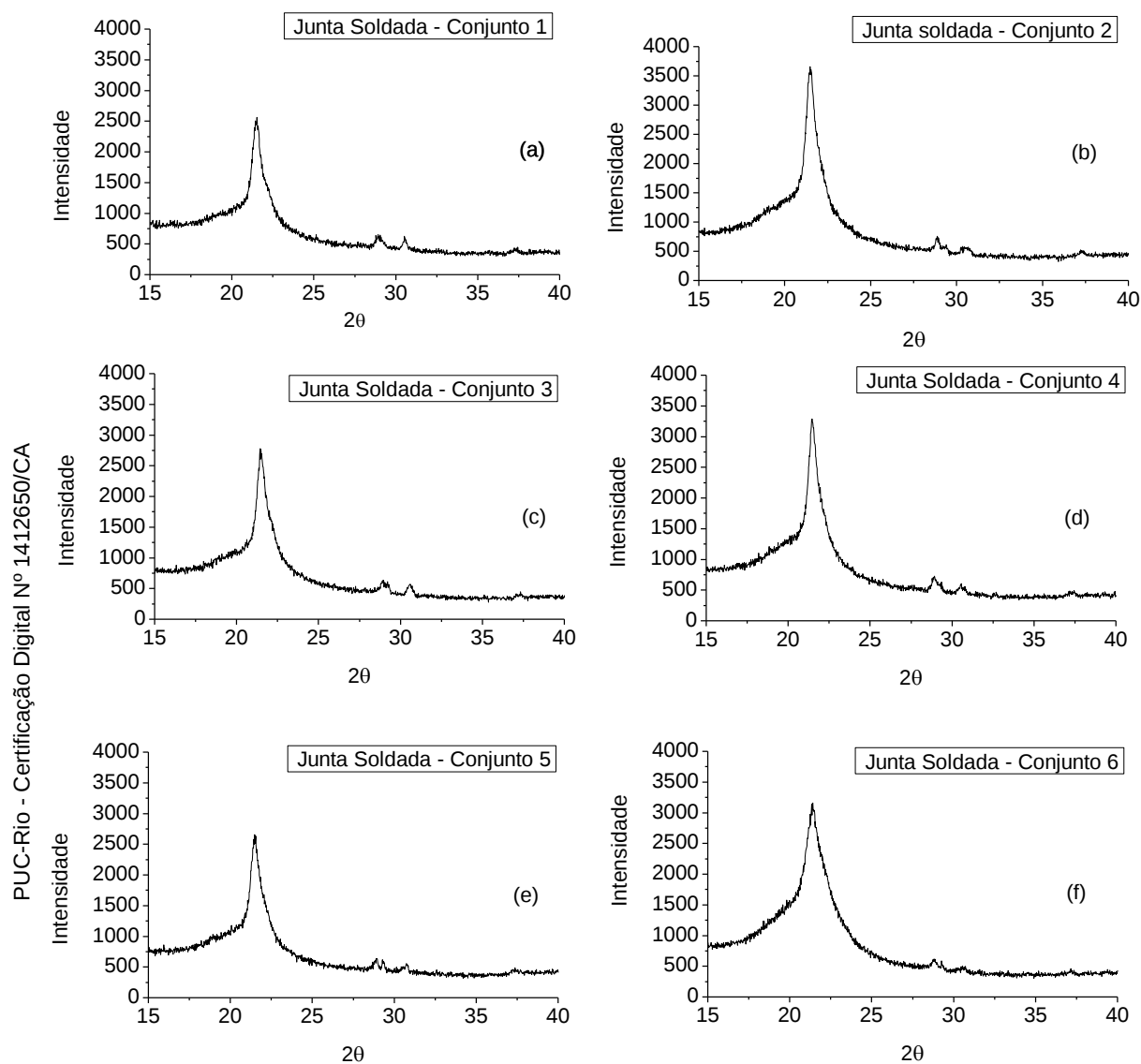


Figura 4-24– Difratogramas das juntas soldadas de Poliamida 12 – (a) Conjunto 1; (b) Conjunto 2; (c) Conjunto 3; (d) Conjunto 4; (e) Conjunto 5; (f) Conjunto 6.

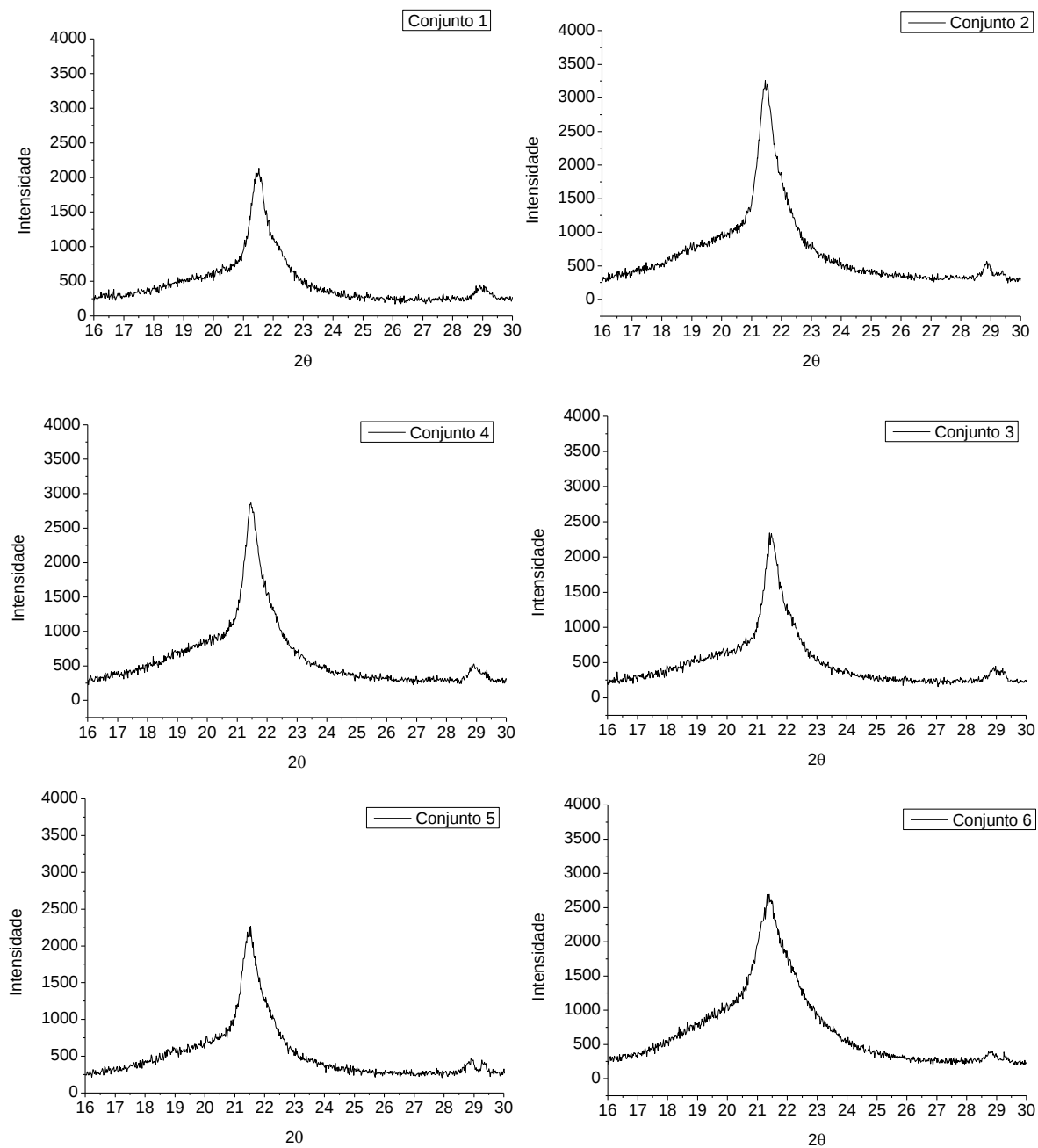


Figura 4-25– Difrátogramas corrigidos das juntas soldadas de Poliamida 12
 – (a) Conjunto 1; (b) Conjunto 2; (c) Conjunto 3; (d) Conjunto 4; (e) Conjunto 5;
 (f) Conjunto 6.

As curvas de todas as amostras são mostradas na Figura 4-26, na faixa 2θ de 15 até 30°. Os difratogramas dos conjuntos soldados 2, 4 e 6 tiveram picos cristalinos (corrigidos) com intensidades aproximadas (3000-3500) na faixa de 2θ de 18° a 25°. E os conjuntos 1, 3 e 5 apresentaram picos com intensidades entre 2500 e 2750, na faixa de 19° a 25°.

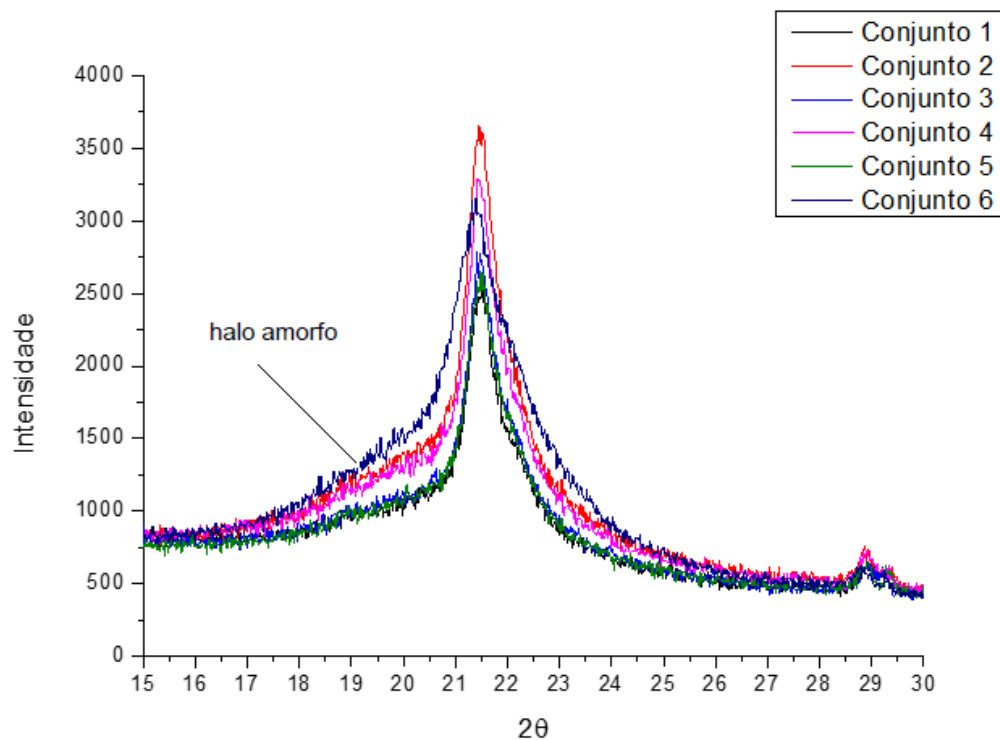


Figura 4-26– Difratograma de todas as amostras das juntas soldadas de acordo com os conjuntos de parâmetros.