

## 4. Materiais e Métodos Experimentais

### 4.1 Materiais e corpos de provas

Para a realização deste trabalho foram utilizados tubos de poliamida 12 e de polietileno de alta intensidade (PEAD), fabricados pelas empresas Evonik e Braskem, respectivamente. Foram fabricados um total de 96 corpos de prova, usinados a partir dos tubos comerciais (tubo amarelo PA 12 e tubo laranja PEAD), figura 4.1, dentre os quais 48 de corpos de poliamida 12 e 48 de PEAD. Essa usinagem foi realizada no Laboratório de Estruturas e Materiais do Departamento de Engenharia Civil da PUC-Rio, Rio de Janeiro, Brasil. As tabelas 4.1 e 4.2 mostram a distribuição dos corpos de prova para a realização de cada ensaio.



Figura 4.1 Tubos comerciais (PA 12 – tubo amarelo; PEAD – tubo laranja).

**Tabela 4.1 Número de corpos de prova da poliamida 12.**

Poliamida 12	Como fabricados	Env a Temp ambiente	Env a 70 °C
Ensaio de Tração	5 Corpos de Prova	5 Corpos de Prova	5 Corpos de Prova
Ensaio de Impacto	10 Corpos de Prova	10 Corpos de Prova	10 Corpos de Prova
Impulso sonoro	1 Corpo de Prova	1 Corpo de Prova	1 Corpo de Prova
Total 48			

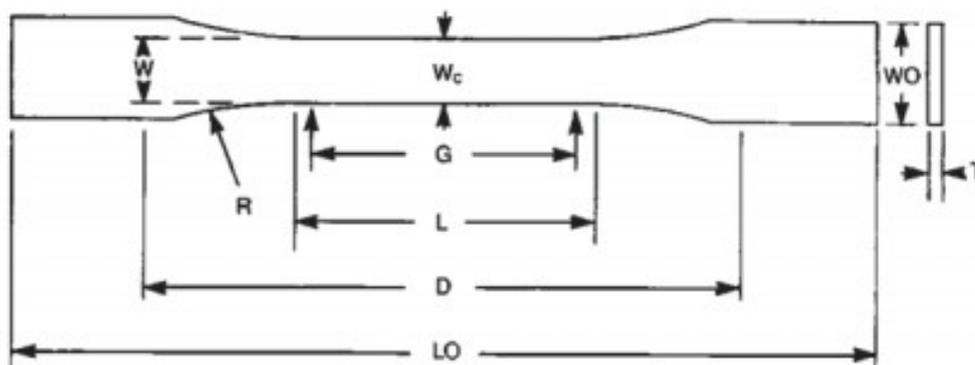
**Tabela 4.2 Número de corpos de prova do PEAD.**

PEAD	Como fabricados	Env a Temp ambiente	Env a 70 °C
Ensaio de Tração	5 Corpos de Prova	5 Corpos de Prova	5 Corpos de Prova
Ensaio de Impacto	10 Corpos de Prova	10 Corpos de Prova	10 Corpos de Prova
Impulso sonoro	1 Corpo de Prova	1 Corpo de Prova	1 Corpo de Prova
Total 48			

As dimensões dos corpos de prova foram baseadas na norma ASTM D 638, D 256 e E 1876 para os ensaios de tração, impacto e impulso sonoro, respectivamente, a saber:

**a) Ensaio de tração:**

Para o ensaio de tração as dimensões dos corpos de prova foram baseadas na norma **ASTM D 638** (Figura 4.2, Tabela 4.3).



**Figura 4.2** Dimensões para o ensaio de tração, segundo a Norma ASTM D638 [32].

Tabela 4.3 Dimensões do corpo de prova, segundo a Norma ASTM D638 [32].

Dimensões (mm) Perfil 1	
W	13 ± 0,5
L	57 ± 0,5
W <sub>0</sub>	19 ± 3,18
L <sub>0</sub>	165
G	50 ± 0,25
D	115 ± 5
R	76 ± 1,0
T	4 a 5 ± 0,01

### b) Ensaio de impacto:

Para o ensaio de Impacto Izod as dimensões dos corpos de prova foram baseadas na norma ASTM D 256-4 (Figura 4.3, Tabela 4.4).

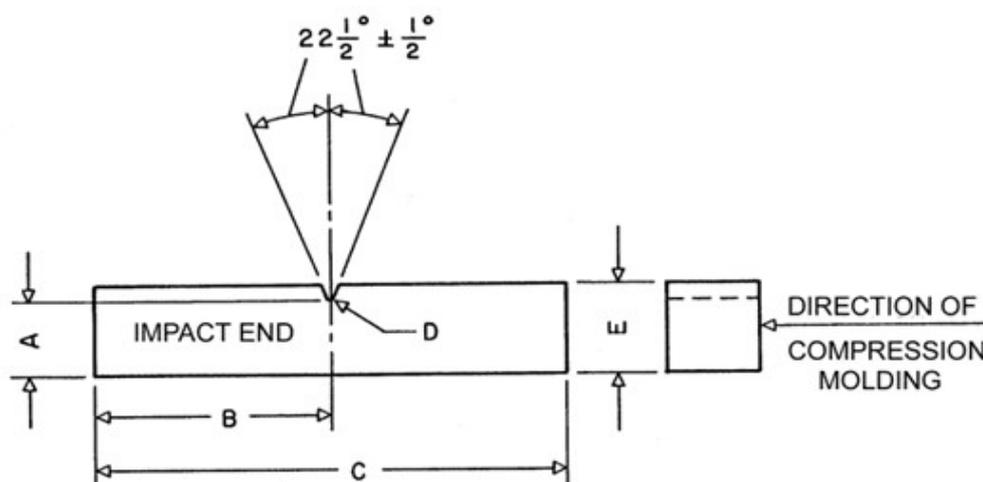


Figura 4.3 Dimensões para o ensaio de Impacto, segundo a Norma ASTM D 256-4 [33].

Tabela 4.4 Dimensões para o corpo de prova, segundo a Norma ASTM D 256-4 [33].

Dimensões (mm)	
A	10,16 ± 0,05
B	31,75 ± 1,0
C	63,5 ± 2,0
D	45 <sup>0</sup>
E	12,5 ± 0,2
T	4 a 5 ± 0,01

### c) Ensaio de excitação por impulso:

Para os ensaios de excitação por impulso as dimensões dos corpos de prova foram baseadas na norma **ASTM E 1876-09** (Figura 4.4).

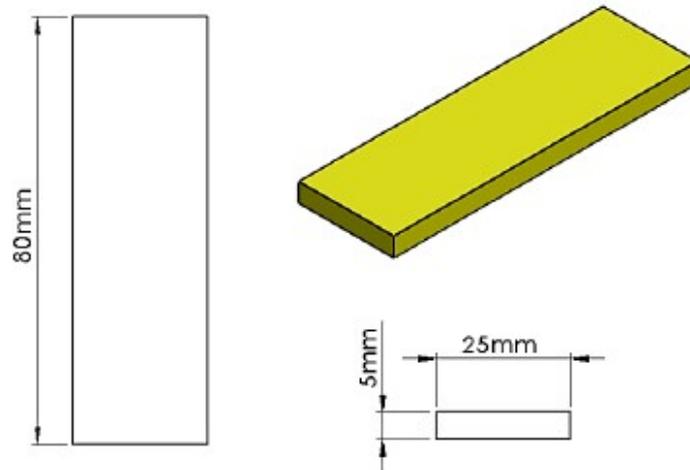


Figura 4.4 Dimensões do corpo de prova [3].

## 4.2

### Métodos de envelhecimento

Para o envelhecimento dos corpos de prova foi utilizado o Laboratório de Fabricação de Compósitos do Departamento de Engenharia Química e de Materiais da PUC – Rio, Rio de Janeiro, Brasil.

Os corpos de prova foram submersos em água, a temperatura ambiente ( $23 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ ) e a  $70 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ , de acordo com o apresentado nas Tabelas 4.1 e 4.2.

#### 4.2.1

### Envelhecimento a temperatura ambiente

Os corpos de prova foram submersos em água, dentro de um recipiente, onde permaneceram um total de 6 meses. A figura 4.5 mostra o recipiente contendo os 32 corpos de prova, figura 4.5.



Figura 4.5 Recipiente contendo os 32 corpos de prova.

#### 4.2.2 Envelhecimento a 70 °C e pressão atmosférica

A fim de simular uma situação extrema, durante o transporte, por exemplo, de uma tubulação de saneamento, utilizou-se a temperatura crítica de 70 °C. Os corpos de prova foram submersos em água dentro de um banho-maria, com temperatura controlada de  $70 \pm 1^\circ\text{C}$ , figura 4.6 e figura 4.7.



Figura 4.6 Banho-maria.



Figura 4.7 Corpos de prova submersos dentro de um banho-maria.

### 4.3 Métodos de caracterização

#### 4.3.1 Ensaio de tração

As propriedades mecânicas das amostras foram determinadas pelo ensaio de tração, realizado no Instituto Tecnológico da PUC-Rio – ITUC em um equipamento universal da INSTRON, modelo 5500R (Figura 4.8). A figura 4.9 mostra um corpo de prova da poliamida 12 sendo tracionado pelo equipamento. Os ensaios foram realizados a temperatura ambiente, onde foram registrados os valores da força e do tempo através do software Blue Hill, como mostra a figura 4.10. Os ensaios de tração foram baseados na norma ASTM D 638 – 10, onde a velocidade empregada no ensaio foi de 50 mm/min. A partir dos dados de carga e alongamento foram calculados os valores da tensão e da deformação.

As dimensões dos corpos de prova como largura, espessura e comprimento, foram medidas com um paquímetro de precisão 0,01 mm.



Figura 4.8 Máquina de tração.



Figura 4.9 Ensaio de tração na Poliamida 12.

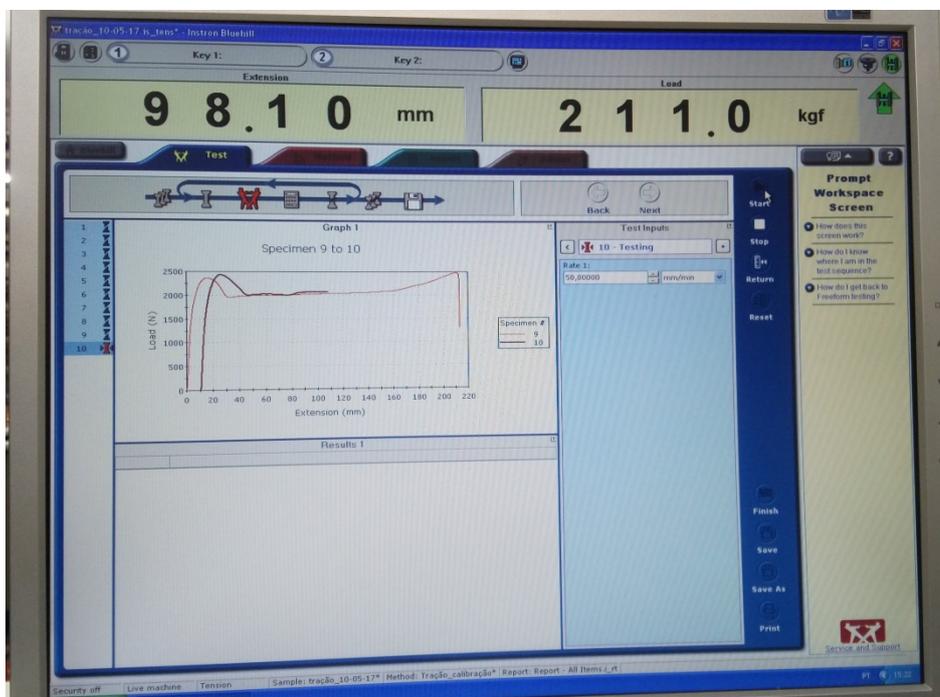


Figura 4.10 Interface do Blue Hill.

### 4.3.2 Ensaio de Impacto

De maneira a medir a tenacidade dos materiais e avaliar o efeito do envelhecimento sobre esse parâmetro, foi feito um ensaio de impacto IZOD (entalhe em V). Esse ensaio foi realizado seguindo a norma ASTM D 256-4. O princípio desse ensaio consiste na transformação de parte da energia potencial armazenada pelo martelo, em energia absorvida pela ruptura do corpo de prova, durante a queda do martelo.

Nos ensaios de impacto IZOD, a resistência ao impacto é calculada em termos de energia de impacto absorvida por unidade de espessura do corpo de prova ao longo do entalhe. Assim a resistência ao impacto é dada em J/m. Conforme mostrado na figura 4.11, os corpos de prova são posicionados verticalmente em relação ao eixo do equipamento de ensaio, simulando uma viga engastada.

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Microcaracterização de Materiais do Departamento de Engenharia Química e de Materiais da PUC – Rio, em um equipamento CSI, figura 4.12, controlado por computador, através do programa *Pendulum*, que permite acionar a descida do martelo, sem que haja interferência externa (figura 4.13).

As dimensões dos corpos de prova - largura, espessura e comprimento - foram medidas com um paquímetro de precisão de  $\pm 0,01$  mm, figura 4.14.

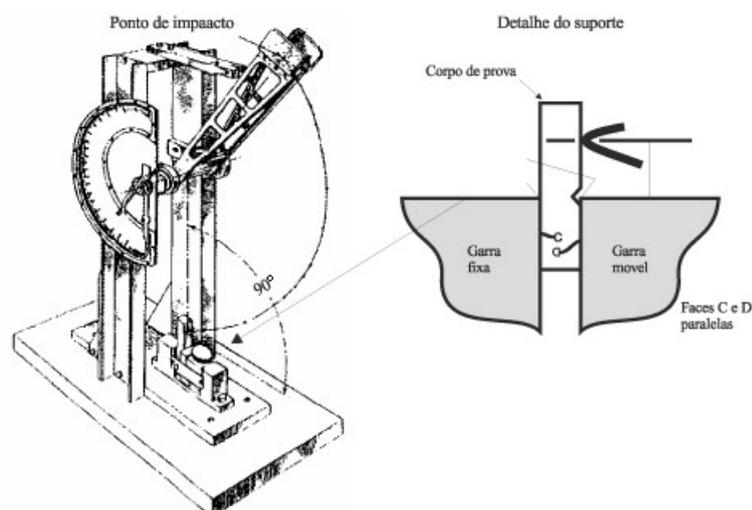


Figura 4.11 Ensaio de impacto IZOD [33].



Figura 4.12 Máquina de Impacto.

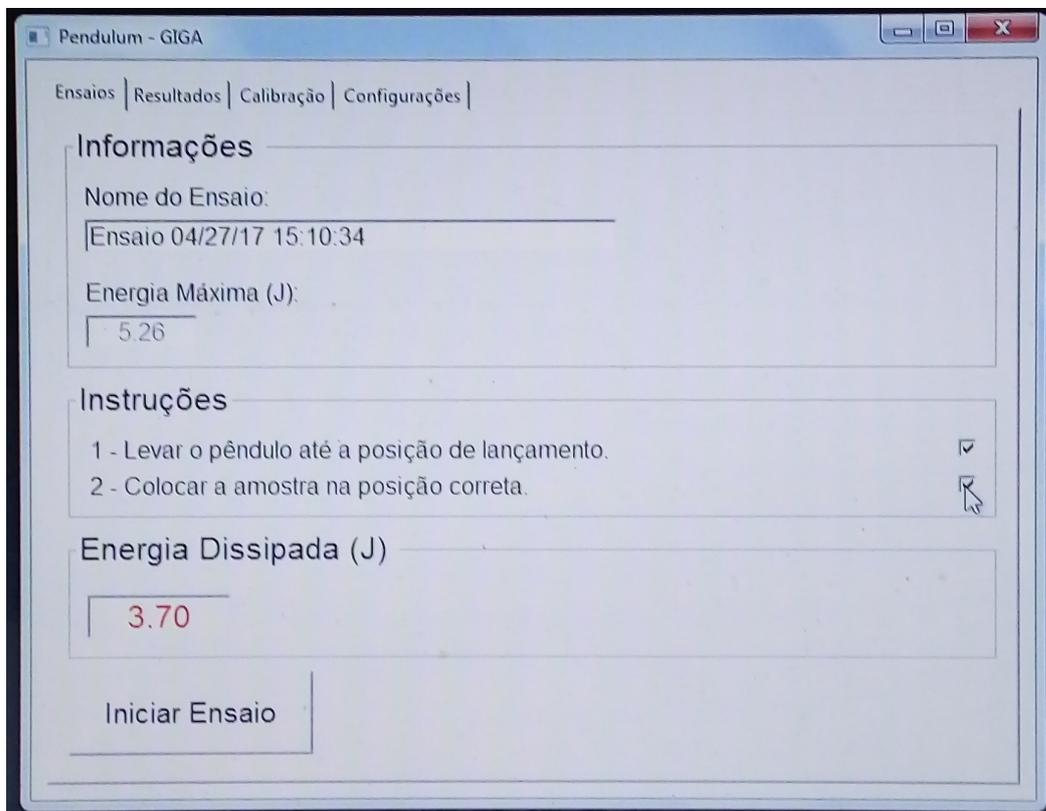


Figura 4.13 Interface do programa Pendulum.



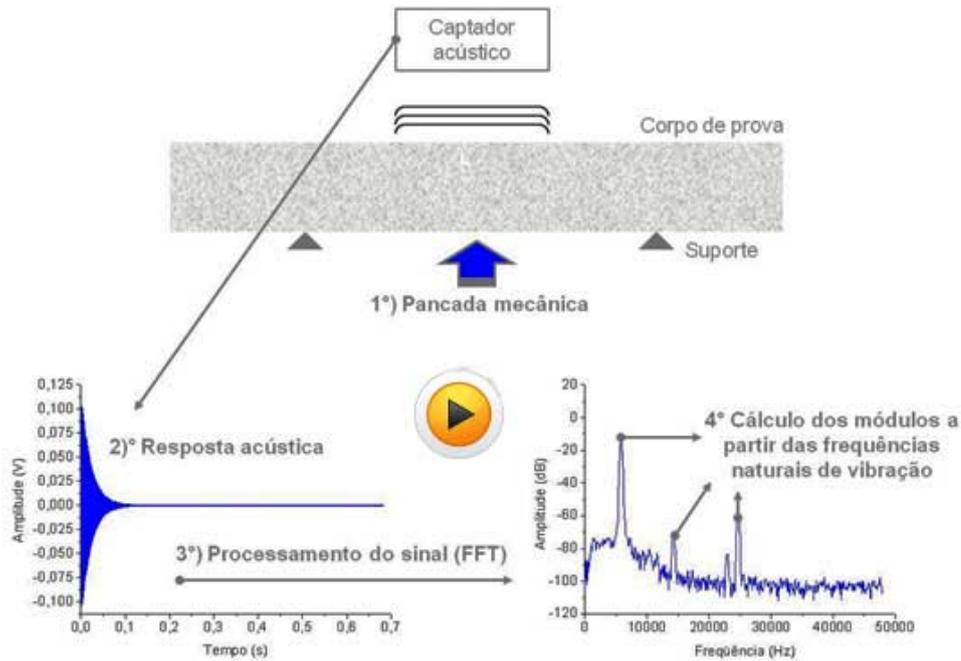
Figura 4.14 Corpos de prova de impacto.

### 4.3.3 Excitação por impulso

A excitação por impulso é um ensaio não destrutivo, no qual é possível determinar-se o módulo de elasticidade e módulo de amortecimento dos materiais, através das frequências naturais. O corpo de prova é excitado mediante uma rápida batida (impacto) de curta duração, respondendo com vibrações em suas frequências naturais. Sua resposta acústica, isto é, o som emitido pelo corpo de prova, tendo origem em suas frequências naturais de vibração, depende basicamente da densidade (massa, das dimensões do corpo de prova e sua geometria). Um captador acústico mede essas vibrações mecânicas transformando-as em um sinal elétrico como mostra a figura 4.15. Esse sinal é analisado calculando-se a frequência de ressonância. Essa frequência de ressonância, a massa, a geometria do corpo de prova junto com suas dimensões, serão usados para calcular o módulo de elasticidade (E). Também é possível calcular o fator de amortecimento, que é calculado a partir da taxa de atenuação do som. Isto é, a resposta ao impulso vem em forma de decaimento no tempo como mostra a figura 4.15. Sendo assim, o amortecimento pode ser calculado pelo método de decremento logarítmico. Esse comportamento pode ser descrito pela equação (4.1).

$$A(t) = A_0 \cdot e^{-\zeta \cdot w_0 \cdot t} \sin(w_d \cdot t) \quad (4.1)$$

onde  $\zeta$  é o fator de amortecimento (*damping*),  $A_0$  é a amplitude inicial,  $w_0$  é a frequência natural, e  $w_d = w_0 \cdot \sqrt{1 - \zeta^2}$  é a frequência natural amortecida. Logo quanto menor a duração do som, maior será seu amortecimento.



**Figura 4.15 Princípio de funcionamento do ensaio de excitação por impulso [34].**

Os ensaios de excitação por impulso foram realizados através do Software Sonelastic, figura 4.16. Primeiramente as amostras foram medidas usando-se um paquímetro de precisão de  $\pm 0,01$  mm. A seguir, as amostras foram pesadas em uma balança com precisão de  $\pm 0,0001$ g. Esses valores são introduzidos como parâmetros no Software, figura 4.16. Além desses parâmetros é preciso informar o valor do coeficiente de Poisson dos polímeros, tendo sido empregado o valor 0,4. Os corpos de prova foram, então, colocados 1 mm abaixo do pulsador, cuja intensidade do pulso foi correspondente a uma alimentação de 4 V, como mostra a figura 4.17.

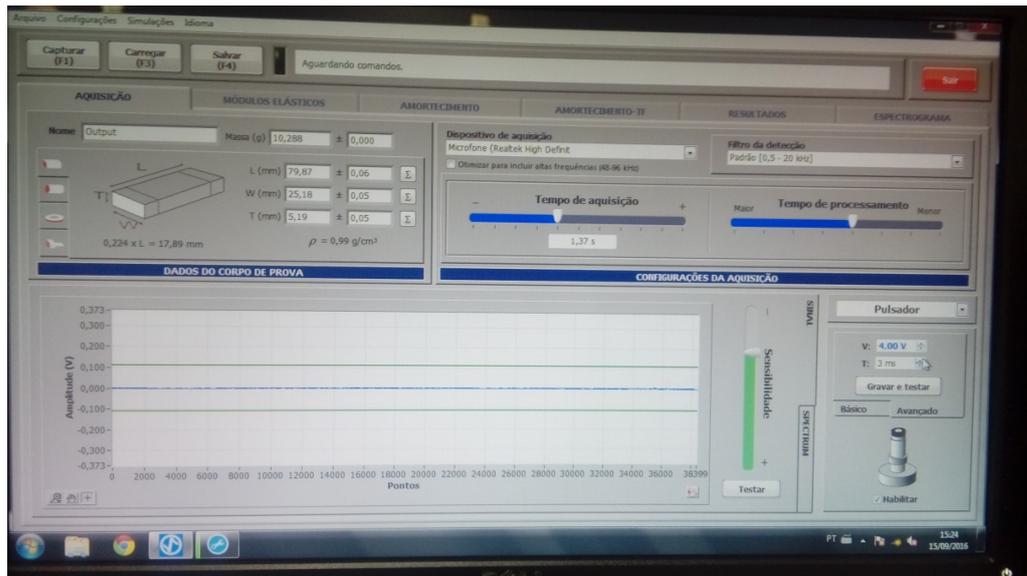


Figura 4.16 Software Sonelastic.

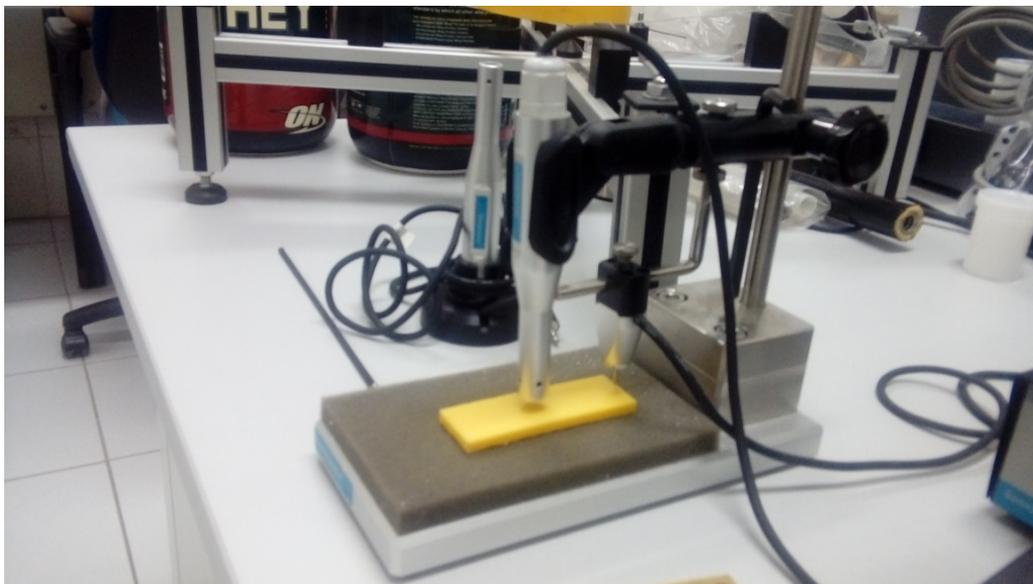


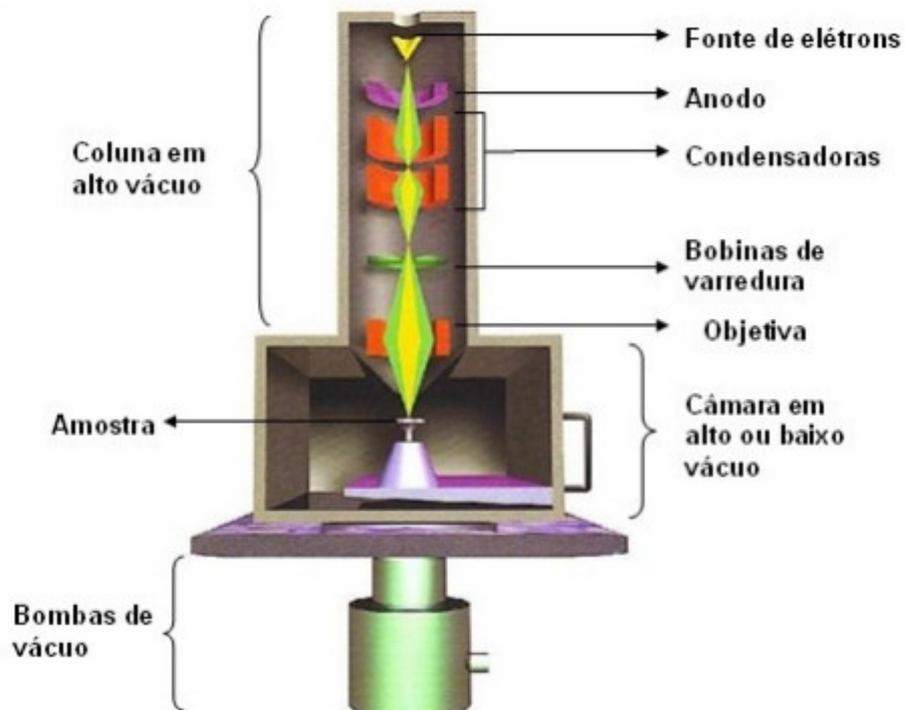
Figura 4.17 Ensaio de excitação por impulso.

#### 4.3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura, diferentemente da microscopia óptica, utiliza um feixe de elétrons incidindo sobre uma amostra ao invés de luz, permitindo uma ampla profundidade de foco além de ampliações bem maiores do que as técnicas ópticas.

O princípio de funcionamento, figura 4.18, consiste na emissão de feixes de elétrons por um filamento capilar de tungstênio (eletrodo negativo), devido à aplicação de uma diferença de potencial. Dentro da coluna de alto vácuo, os

elétrons são acelerados por uma diferença de potencial entre catodo e anodo. O feixe gerado passa por lentes condensadoras que reduzem o seu diâmetro, alinhando o feixe em direção à abertura da objetiva. A objetiva ajusta o foco do feixe de elétrons sobre a amostra. Acima da lente objetiva existem bobinas eletromagnéticas responsáveis pela varredura do feixe sobre a amostra.



**Figura 4.18 Princípio de funcionamento do MEV [35].**

A caracterização no MEV foi realizada no Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME) da PUC-Rio.

A superfície de fratura foi analisada através do microscópio eletrônico (JEOL JSM-6510 LV), figura 4.19, com voltagem de 20 kV e a análise da superfície de fratura dos corpos de prova foi realizada por elétrons secundários.

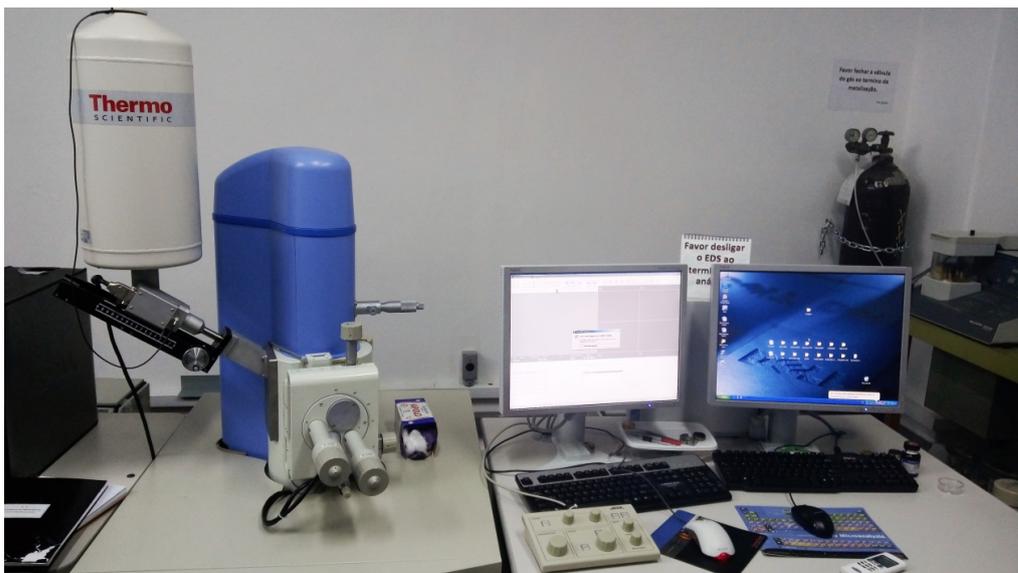


Figura 4.19 Microscópio eletrônico.

As amostras analisadas foram previamente metalizadas com ouro (figura 4.20), se tornando condutoras. Para isso foi usado o metalizador BALZERS SCD 050, figura 4.21.



Figura 4.20 Amostras cobertas com ouro.



Figura 4.21 Metalizador BALZERS SCD.