

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

CLARICE SOMBRA DE MEDEIROS

DESENVOLVIMENTO DE MELHORIA NO PROCESSO DE EXTRUSÃO DO  
POLIETILENO PARA APLICAÇÃO EM SISTEMAS DE REVESTIMENTO  
ANTICORROSIVOS DE TUBOS DE AÇO: UM ESTUDO DE CASO

Lorena  
2017

CLARICE SOMBRA DE MEDEIROS

DESENVOLVIMENTO DE MELHORIA NO PROCESSO DE EXTRUSÃO DO  
POLIETILENO PARA APLICAÇÃO EM SISTEMAS DE REVESTIMENTO  
ANTICORROSIVOS DE TUBOS DE AÇO: UM ESTUDO DE CASO

Monografia apresentada à Escola  
de Engenharia de Lorena -  
Universidade de São Paulo como  
requisito legal para a conclusão de  
graduação no curso de Engenharia  
Química

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Elisângela de Jesus Cândido Moraes

Lorena  
2017

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado  
da Escola de Engenharia de Lorena,  
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Medeiros, Clarice Sombra de

Desenvolvimento de melhoria no processo de extrusão do polietileno para aplicação em sistemas de revestimento anticorrosivo de tubos de aço: Um estudo de caso / Clarice Sombra de Medeiros; orientador Elisângela de Jesus Cândido Moraes. - Lorena, 2017. 46 p.

Monografia apresentada como requisito parcial para a conclusão de Graduação do Curso de Engenharia Química - Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. 2017  
Orientador: Elisângela de Jesus Cândido Moraes

1. Polietileno. 2. Extrusão. 3. Secagem de resinas. 4. Ensaio de alongamento. I. Título. II. Moraes, Elisângela de Jesus Cândido, orient.

## **AGRADECIMENTOS**

Dedico especial agradecimento à Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Elisângela de Jesus Cândido Moraes a quem tenho enorme admiração e cujos conselhos e orientações foram essenciais para a conclusão do meu trabalho.

Agradecimentos especiais também para a minha família, especialmente meus pais, Fátima e Luiz, que sempre acreditaram em meu potencial e me ensinaram a ter fé em Deus, a sonhar grande e a ter determinação para realizar meus objetivos.

Agradeço aos meus irmãos queridos, Antônio Luís e Laura, por todo o incentivo e apoio, mesmo que à distância.

Por fim, gostaria de agradecer também a todos aqueles que foram meus professores durante a graduação e cujos ensinamentos e conselhos guardarei por toda a minha carreira profissional.

## RESUMO

MEDEIROS, C. S. **Desenvolvimento de melhoria no processo de extrusão do polietileno para aplicação em sistemas de revestimento anticorrosivo de tubos de aço: Um estudo de caso.** 2017. 46p. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia Química), Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2017.

Devido aos custos elevados com proteção anticorrosiva e instalação de tubulações de aço enterradas em regiões profundas do oceano, é necessária a escolha adequada do tipo de revestimento anticorrosivo e o controle cuidadoso dos parâmetros envolvidos no processo de revestimento. Esses fatores são fundamentais para a garantia da qualidade do revestimento e para evitar falhas de operação pela ação da corrosão. Um dos tipos de proteção anticorrosiva muito utilizados em projetos para tubulações submersas é o revestimento em tripla camada de polietileno ou 3LPE. O objetivo principal deste trabalho foi avaliar o impacto da presença de umidade no processo de extrusão de resinas de polietileno de alta densidade aditivadas com negro de fumo, cuja função é garantir a proteção do revestimento contra a ação dos raios ultravioleta. Para isso, foram utilizados ensaios de alongamento para análise das propriedades mecânicas da camada de polietileno do revestimento. A realização desse trabalho foi motivada pelo atraso na entrega dos pedidos ao cliente e gastos elevados em decorrência da frequência de falhas nos testes de alongamento da manta de polietileno de alta densidade (PEAD). Por fim, a metodologia de estudo de caso foi escolhida para apresentar uma proposta de melhoria no processo de extrusão do polietileno, mais precisamente na etapa de secagem, para garantia de um elevado padrão de qualidade no revestimento final. Ao comparar a metodologia atual com a proposta neste trabalho, observou-se que 100% das amostras preparadas pelo novo método foram aprovadas nos testes de alongamento, uma vez que atenderam aos requisitos das normas, assim como às especificações do cliente.

Palavras-chave: Polietileno. Extrusão. Secagem de Resinas. Ensaio de Alongamento.

## ABSTRACT

MEDEIROS, C. S. **Desenvolvimento de melhoria no processo de extrusão do polietileno para aplicação em sistemas de revestimento anticorrosivo de tubos de aço: Um estudo de caso.** 2017. 46 p. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia Química), Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2017.

Due to the high costs of protection and the installation of steel pipeline buried deep in the ocean, it is necessary to choose the appropriate type of anticorrosive coating and to control the process parameters involved in the coating process.

These factors are crucial for the quality assurance of the coating and to prevent operating failures due to corrosion. One of the most widely used types of anticorrosive coating in subsea pipeline projects is the polyethylene triple layer coating or 3LPE. The main goal of this work was to evaluate the impact of moisture content at the extrusion process of high density polyethylene resins additivated with carbon black, whose function is to guarantee protection against the ultraviolet ray's effect. For this purpose, elongation tests were performed to evaluate the mechanical properties of the polyethylene layer. This work was motivated by the delay on delivering customer orders and high expenses due to the failures in the elongation tests of the high-density polyethylene blanket (HDPE). Finally, the case study methodology was chosen in order to improve the polyethylene extrusion process, more precisely at the drying stage, to guarantee a high-quality standard of the final coating. When comparing the current methodology with the proposal in this work, it was observed that 100% of the samples prepared by following the new methodology were approved in the elongation tests, since they matched the requirements of the standards, as well as customer specifications.

Keywords: Polyethylene. Extrusion. Resin Drying. Elongation Test.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagramas de possíveis causas para falhas em testes laboratoriais....	13
Figura 2 - Esquema de camadas do revestimento em 3LPE. ....	17
Figura 3 - Representação esquemática da aplicação do processo de revestimento em 3LPE. ....	18
Figura 4 - Curva de tensão versus deformação de um corpo de prova de PEAD submetido ao teste de tração. ....	19
Figura 5 - Diagrama esquemático de uma extrusora. ....	21
Figura 6 - Diagrama de causa e efeito de falha nos testes de tração realizados nas amostras de PEAD extrudado ....	27
Figura 7 - Esquema de estocagem das embalagens de PEAD. ....	29
Figura 8 - Fluxograma simplificado do processo de extrusão do polietileno. ....	30
Figura 9 - Procedimento de retirada da manta de PEAD extrudada. ....	31
Figura 10 - Manta processada pelo Método A. ....	35
Figura 11 - Análise da manta obtida pelo Método A. ....	35
Figura 12 - Retirada das amostras para os testes de tração. ....	37
Figura 13 - Corpos de prova para ensaios de tração. ....	38
Figura 14 - Ensaios de tração com as amostras do Método A. ....	39
Figura 15 - Curvas de deformação das amostras do Método A. ....	40
Figura 16 - Ensaios de Tração com as amostras do Método B. ....	40
Figura 17 - Curvas de deformação das amostras do Método B. ....	41
Figura 18 - Amostras após ensaio de tração. ....	42

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Medições de temperatura da manta durante o processo de extrusão.....	33
Tabela 2 - Resultados dos testes de tração .....	41

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

API	<i>American Petroleum Institute</i>
ASTM	<i>American Society for Testing Materials</i>
EEL	Escola de Engenharia de Lorena
FBE	Sistema monocamada de revestimento em tinta em pó termicamente curado ( <i>Fusion Bonded Epoxy</i> )
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
PEAD	Polietileno de Alta Densidade
RPM	Rotações por minuto
URA	Umidade relativa do ar
USP	Universidade de São Paulo
UV	Ultravioleta
3LPE	Revestimento de tripla camada em polietileno de alta densidade

## SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	8
1.1	Justificativa.....	8
1.2	Objetivo Geral.....	9
1.3	Objetivo Específico.....	9
2.	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	11
2.1	Gestão da Qualidade.....	11
2.1.1	Ferramentas para Controle de Qualidade.....	12
2.1.2	Conceito de Fluxogramas.....	12
2.1.3	Diagramas de Causa e Efeito.....	12
2.2	Corrosão.....	13
2.3	Matrizes Poliméricas.....	14
2.3.1	Materiais Termoplásticos.....	14
2.3.2	Resina de Polietileno.....	15
2.3.3	Resina Epóxi.....	15
2.4	Tubulações Metálicas.....	16
2.4.1	Proteção Anticorrosiva para Tubulações Metálicas.....	16
2.4.2	Revestimentos em Tripla Camada de Polietileno (3LPE).....	17
2.5	Propriedades Mecânicas dos Polímeros.....	18
2.5.1	Ensaio de Tração e o Processo de Fratura do PEAD.....	20
2.6	Processos de Conformação de Polímeros.....	20
2.6.1	Processo de Extrusão.....	21
2.6.2	Defeitos no Processo de Extrusão.....	22
2.7	Umidade Relativa e Efeitos em Resinas Termoplásticas.....	22
2.7.1	Conceito de Higroscopia.....	22
2.7.2	Efeitos da Presença de Umidade no Processamento de Resinas.....	23
2.7.3	Condições de Secagem das Resinas.....	23
2.8	Degradação de Polímeros.....	24
2.8.1	Ação dos Raios Ultravioletas.....	24
2.8.2	Negro de Fumo.....	25
2.9	Aditivos Plastificantes.....	25
3.	METODOLOGIA.....	26
3.1	A Empresa.....	26

3.2	Método de Pesquisa .....	26
3.3	População e Amostra.....	27
3.4	Coleta de Dados.....	28
3.4.1	Descrição do Processo.....	28
3.5	Análise de Dados .....	31
3.5.1	Ensaio de Tração .....	32
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	33
4.1	Registros de temperatura das mantas .....	33
4.2	Quantificação de tubos reprovados por falha nos testes de tração .....	34
4.3	Análise das possíveis causas das falhas nos testes de tração .....	34
4.4	Preparo dos Corpos de Prova.....	37
4.5	Resultados dos Ensaios de Tração.....	38
4.6	Proposta de Melhoria nas Condições de Secagem das Resinas.....	42
5.	CONCLUSÕES.....	43
	REFERÊNCIAS .....	44

## 1. INTRODUÇÃO

O grau de exigência e competitividade cada vez mais elevado do mercado tem levado as empresas a investirem constantemente na melhoria de seus processos para aumentar o valor agregado dos seus produtos finais e cumprir com todas as exigências dos clientes. Neste sentido, ferramentas de controle e gestão envolvendo a prática da qualidade total vem sendo cada vez mais utilizadas pelas indústrias, no intuito de reduzir custos com falhas e de aumentar a credibilidade com os clientes.

No mercado de tubulações metálicas para transporte de petróleo e gás, a qualidade dos sistemas de revestimento anticorrosivo é um fator primordial. Se este não atender aos padrões de qualidade das normas e das especificações do cliente, podem ocorrer falhas na proteção anticorrosiva dos tubos, ocasionando gastos com a substituição prematura de tubulações corroídas, perdas por vazamento dos fluidos transportados, além dos impactos ambientais envolvendo derramamento desses materiais no oceano (MIYAJIMA *et al.*, 1994; TELLES, 2003, 2001).

Um dos tipos de revestimentos anticorrosivos mais utilizados em projetos para tubulações enterradas ou submersas é o revestimento em tripla camada de polietileno (3LPE). Dentre suas principais vantagens estão a alta impermeabilidade à água, boa resistência mecânica e excelente aderência à superfície metálica, além de uma boa relação custo/benefício (ALEXANDER, 1998a; TELLES, 2001).

Um dos motivos causadores da perda de eficácia em um revestimento do tipo 3LPE é a falta de uniformidade na camada de polietileno de alta densidade (PEAD) extrudado, uma vez que esta compromete as propriedades de resistência mecânica do revestimento em 3LPE.

Nessa monografia é apresentada uma melhoria no processo de extrusão do polietileno em uma planta industrial de revestimentos em 3LPE.

### 1.1 Justificativa

Com a crescente demanda pela melhoria na eficiência do transporte de fluidos e pela exigência de variáveis de operação cada vez mais críticas nos projetos de tubulações metálicas, o atendimento aos padrões de qualidade para

revestimentos anticorrosivos é de extrema importância. Por essa razão, as empresas do segmento de revestimentos anticorrosivos têm investido de forma significativa na melhoria de seus processos para garantia de alto desempenho de proteção contra a corrosão e maior durabilidade de tubulações e equipamentos metálicos.

Durante o armazenamento e/ou lançamentos de dutos revestidos com tripla camada de polietileno, é possível que ocorram danos no revestimento. Estas falhas podem funcionar como pontos de menor resistência à corrosão, podendo comprometer a integridade da tubulação de forma muito mais intensa do que se não houvesse revestimento algum.

Por essa razão, é importante que o revestimento possua boas propriedades mecânicas. Para isso, devem ser estudadas formas de mitigar os principais fatores que comprometem essas propriedades durante o processo de aplicação.

A escolha cuidadosa do tipo de revestimento a ser utilizado e o controle adequado dos parâmetros envolvidos no processo de revestimento são fundamentais para garantia de atendimento aos padrões especificado separa controle de custos, uma vez que a aplicação de revestimentos em tubulações envolve custos elevados. Além disso, para tubulações de projetos *offshore*, nos quais os tubos ficam enterrados em regiões profundas, é necessário que o revestimento dure no mínimo 20 anos (SAMIMI; ZARINABADI, 2011).

## **1.2 Objetivo Geral**

O objetivo geral deste trabalho foi contribuir com a teoria vigente sobre extrusão de resinas termoplásticas e revestimentos anticorrosivos para tubos de aço, por meio da análise de um estudo de caso aplicado a uma empresa do setor de revestimentos anticorrosivos.

## **1.3 Objetivo Específico**

Como objetivo específico, este trabalho visa apresentar sugestões de melhoria no processo de extrusão da resina de PEAD, por meio de alterações no processo de secagem, que antecede o processamento da resina. Dessa forma, foi

apresentada uma nova metodologia para garantir um aspecto uniforme na manta de PEAD, conferindo boas propriedades mecânicas ao revestimento em tripla camada de polietileno.

Um aprofundamento teórico foi realizado no intuito de obter uma melhor compreensão acerca do processo de revestimento em 3LPE, além de elaborar um levantamento das principais causas de falhas nas propriedades mecânicas de polímeros termoplásticos como o PEAD, enfatizando o impacto da umidade no processamento de resinas termoplásticas.

## 2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Este capítulo apresenta conceitos e aspectos teóricos fundamentais para o entendimento do tema estudado nesta monografia e sua relevância.

### 2.1 Gestão da Qualidade

A visão estratégica conferida pela gestão da qualidade auxilia na garantia do atendimento dos requisitos exigidos pelos clientes, conferindo padrões de qualidade mais elevados aos produtos e serviços oferecidos por uma empresa (CARVALHO *et al.*, 2012).

O controle de qualidade caracteriza-se como um conjunto de práticas, sistemas e recursos voltados para a prevenção de falhas e eliminação de desvios em um sistema de produção ou serviços. A qualidade deve estar presente em todas as atividades principais de uma indústria. É importante também que todos os colaboradores se sintam responsáveis pela garantia da qualidade do produto final e satisfação do cliente para assegurar o nível de competitividade da empresa (CONTADOR, 2010; FUSCO; SACOMANO, 2007).

Segundo Fusco e Sacomano (2007), entre os principais objetivos do controle de qualidade, podemos citar:

- Avaliar os padrões de qualidade dos materiais recebidos, do produto final e do processo como um todo.
- Avaliar a conformidade do processo com relação às normas e especificações do projeto estabelecidas.
- Auxiliar na tomada de ação corretiva apropriada, quando há ocorrência de não-conformidades.
- Avaliar o nível máximo de qualidade que pode ser obtido a partir das condições fornecidas.
- Aperfeiçoar continuamente os níveis de qualidade e produtividade, utilizando ferramentas de controle dos processos.
- Desenvolver a conscientização de todos os colaboradores sobre os impactos da qualidade.

### **2.1.1 Ferramentas para Controle de Qualidade**

São ferramentas gerenciais que proporcionam o controle e a melhoria dos processos. Dessa forma, é possível reduzir falhas no produto final e visualizar etapas do processo passíveis de melhoria, realizando uma análise crítica mais eficiente do processo como um todo e também de análises individuais, destacando etapas de maior relevância (CARVALHO *et al.*, 2012; CONTADOR, 2010).

No presente trabalho, foram utilizados o fluxograma e o diagrama de causa e efeito, também chamado de diagrama de Ishikawa.

### **2.1.2 Conceito de Fluxogramas**

De acordo com Marshall *et al.* (2006) o fluxograma é uma ferramenta utilizada para facilitar a visualização de um determinado processo por meio de sua representação gráfica simplificada de todas as etapas.

Essa representação deve ser sequencial, de forma que se tenha uma visão integrada de todo o processo, permitindo o rápido relacionamento entre variáveis. A simbologia utilizada nessa ferramenta é padronizada, de forma a facilitar o entendimento (CARVALHO *et al.*, 2012).

### **2.1.3 Diagramas de Causa e Efeito**

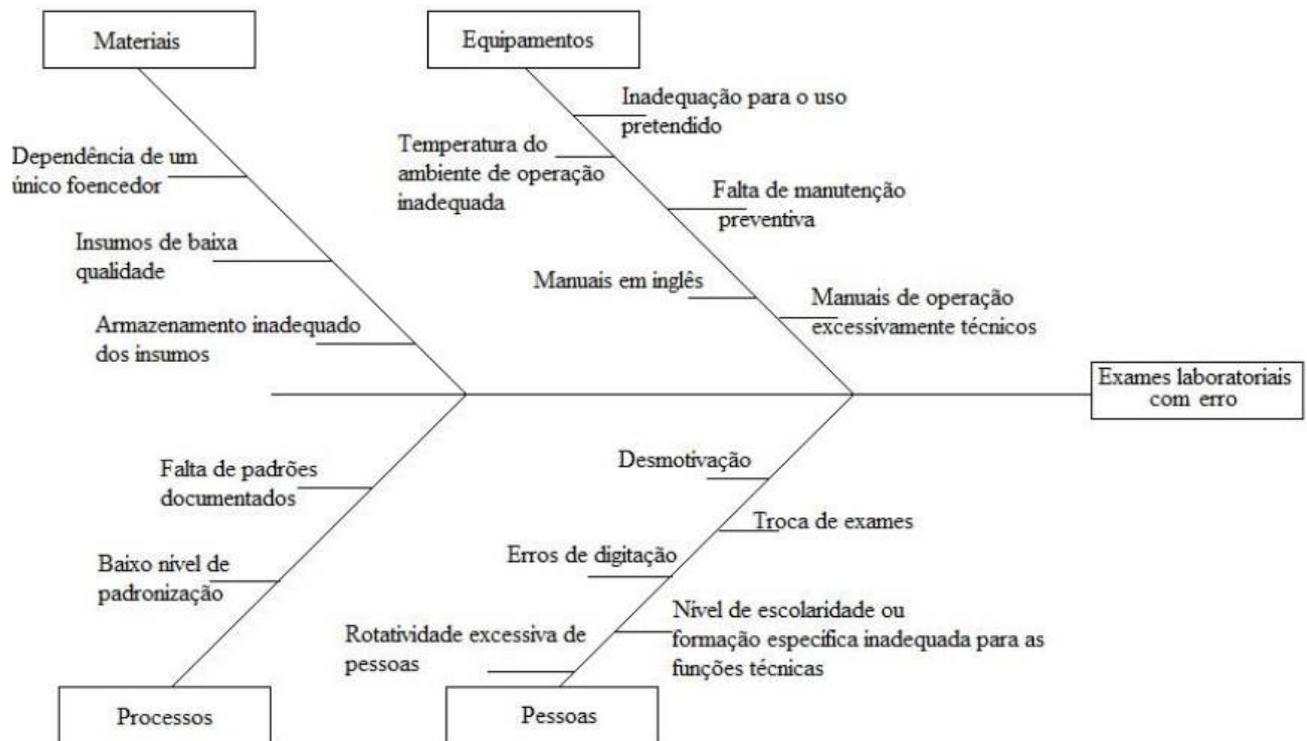
Segundo Carvalho *et al.* (2012), o diagrama de causa e efeito, também chamado de diagrama de Ishikawa ou diagrama espinha de peixe, é uma ferramenta utilizada para identificar e representar possíveis causas de determinado efeito. Entretanto, sua função vai além da tentativa de identificação de um problema e também se estende para a busca de soluções.

No presente trabalho, a ferramenta é utilizada para identificar as possíveis causas de falha nos ensaios de tração de amostras extrudadas de PEAD, analisando diretamente o processo de extrusão e indicando melhorias futuras.

A vantagem do diagrama de Ishikawa é atuar de forma mais direcionada e específica sobre o fenômeno analisado, por meio do isolamento de uma de suas possíveis causas. Para utilizá-lo, deve-se agrupar as causas por categorias e

semelhanças, que são previamente estabelecidas (Figura 1) (MARSHALL *et al.*, 2006).

Figura 1 - Diagramas de possíveis causas para falhas em testes laboratoriais



Fonte: Marshall *et al.* (2006).

## 2.2 Corrosão

A corrosão é definida como um processo de deterioração de um material, geralmente metálico, por ação química ou eletroquímica do meio ambiente. Materiais não metálicos, como por exemplo borracha, concreto e madeira também sofrem deterioração. Dessa forma, a perda de elasticidade da borracha devido à oxidação por ozônio; a perda de resistência da madeira quando exposta a soluções de ácidos e sais ácidos e a deterioração do cimento portland pela ação de sulfatos, também são considerados exemplos de corrosão (GETIL, 1996).

O processo de corrosão em metais ocorre devido às reações eletroquímicas entre o material e o meio ambiente. Esta deterioração provoca perda de espessura e falhas em estruturas metálicas (TELLES, 2003).

A corrosão, por ser um processo espontâneo, requer o emprego de algum mecanismo de proteção para retardar a deterioração em materiais metálicos, principalmente em meios agressivos, onde há presença de sais ou de gases dissolvidos. Para isso, existem diversas técnicas e mecanismos para proteção anticorrosiva, incluindo alterações nas características do meio corrosivo por meio da adição de inibidores, emprego de revestimentos anticorrosivos ou mesmo de proteção catódica (CALLISTER, 2012).

## **2.3 Matrizes Poliméricas**

Polímeros são compostos com massa molar na ordem de  $10^4$  a  $10^8$  g.mol<sup>-1</sup> formados pela repetição regular de unidades químicas denominadas meros. Essas unidades são conectadas por ligações covalentes, formando macromoléculas com estruturas lineares ou ramificadas. Quanto à classificação, os polímeros podem ser diferenciados quanto à estrutura de cadeia polimérica (linear ou ramificada), quanto à origem (natural ou sintética), quanto ao tipo de reação de obtenção (adição ou condensação) ou quanto à tecnologia de processamento (termoplásticos ou termofixos) (AKCELRUD, 2007; CANEVAROLO, 2002).

Os polímeros, também chamados de plásticos, possuem uma grande variedade de aplicações devido à vasta gama de combinações de suas propriedades. A rigidez e fragilidade desses materiais são influenciadas pelo grau de cristalinidade e pelas estruturas e configurações de suas moléculas (linear ou ramificada) (CALLISTER, 2012).

### **2.3.1 Materiais Termoplásticos**

Os termoplásticos são materiais que sofrem amolecimento e fluem sob ação de pressão e temperatura. A principal característica desses materiais é que eles podem ser reprocessados novamente, após serem conformados (MANO, 1999).

Materiais termoplásticos são muito empregados como revestimentos anticorrosivos em tubulações, uma vez que possuem boa resistência química, podendo resistir muito bem a compostos oxidantes, álcalis, halogêneos e soluções salinas e ácidas (TELLES, 2003).

### 2.3.2 Resina de Polietileno

O polietileno é uma poliolefina, isto é, sua origem vem de reações de adição entre monômeros hidrocarbonetos com ligações insaturadas reativas (MANO, 2013).

Dentre os materiais poliméricos, o polietileno é um dos mais versáteis, devido às características estruturais e propriedades. Sua fase cristalina confere boa resistência mecânica, enquanto que a fase amorfa confere flexibilidade (AVILA *et al.*, 2014).

Além disso, devido a sua natureza apolar e estrutura semicristalina, os polietilenos são inertes face à maioria dos agentes químicos. Quanto à classificação, os polietilenos são divididos de acordo com as ramificações em sua cadeia polimérica entre de alta densidade (PEAD), polietileno de baixa densidade (PEBD) e polietileno de baixa densidade linear (PBDL) (COUTINHO; MELLO; SANTA MARIA, 2003).

Para resinas de polietileno de alta densidade, fatores como espessura baixa do filme extrudado, presença de áreas tensionadas, condições de processamento e mistura com outras resinas podem afetar a resistência final do material (COUTINHO; MELLO; SANTA MARIA, 2003; TELLES, 2003).

### 2.3.3 Resina Epóxi

O epóxi é um polímero termofixo, isto é, após sua conformação, ele não pode ser reprocessado pelas técnicas tradicionais de transformação de polímeros, como moldagem por injeção, extrusão, termoformação à vácuo, rotomoldagem, dentre outros. Essa característica dos epóxios se deve à formação de entrecruzamentos em sua estrutura após seu processamento (MANO, 1999; RICHART, 2013).

Esse polímero é bastante utilizado em revestimentos anticorrosivos sobre chapas e tubos de aço por ser relativamente barato, possuir excelente estabilidade térmica, aderir fortemente à superfície do aço, além de possuir excelente combinação de propriedades mecânicas e de resistência à corrosão. Em revestimentos anticorrosivos, a função principal deste tipo de material é criar uma forte adesão entre o tubo e o revestimento, evitando que a água penetre e ocasione

o descolamento do revestimento. Após sua aplicação na superfície do metal sob aquecimento, a película torna-se rígida. Durante o processo de cura, ocorrem diversas alterações químicas e estruturais e são formadas diversas ligações cruzadas ou em rede (SAMIMI; ZARINABADI, 2011; SAVINI, 2016; TELLES, 2003).

## **2.4 Tubulações Metálicas**

A importância das tubulações na indústria é enorme, pois quando utilizadas como elementos de ligação para efetuar o transporte de fluidos em uma indústria petroquímica, seu valor pode corresponder, em média, de 20 a 25% do custo total da instalação industrial. Por essa razão, é necessário garantir um bom desempenho e uma boa proteção anticorrosiva das tubulações utilizadas.

A maior parte das tubulações industriais são produzidas com aço-carbono, por ser mais simples de soldar e conformar, além de apresentar ótima relação custo/resistência mecânica. Em refinarias de petróleo, por exemplo, 90% de toda a tubulação é feita com aço carbono. Contudo, esse tipo de material possui baixa resistência à corrosão e se faz necessário o emprego de algum tipo de proteção para garantir uma vida útil aceitável para a tubulação (TELLES, 2001).

### **2.4.1 Proteção Anticorrosiva para Tubulações Metálicas**

O processo corrosivo é um problema frequente no setor industrial, sendo responsável por prejuízos decorrentes da constante necessidade de substituição de equipamentos deteriorados e até por falhas em serviço. Este fenômeno pode ocasionar perdas de produtos por vazamentos ou perda de eficiência no transporte de fluidos, devido às incrustações que causam problemas como contaminações de produtos, aumento de atrito e redução da transferência de calor. Para evitar grandes perdas por corrosão, é necessário que sejam tomadas medidas de prevenção para retardar o processo de deterioração do material metálico (SAMIMI; ZARINABADI, 2011; TELLES, 2003).

### 2.4.2 Revestimentos em Tripla Camada de Polietileno (3LPE)

O revestimento em tripla camada de polietileno surgiu na Europa, em meados da década de 80 e é descrito por diversas normas internacionais, como a ISO 21809-1:2011 (ALEXANDER, 1998).

Esse tipo *de* revestimento consiste de uma camada de resina epóxi termo curada na forma de pó, seguido de uma camada de adesivo e, por fim, uma camada de polietileno, conforme mostra a Figura 2. Esse tipo de revestimento é muito usado para garantir uma boa proteção anticorrosiva e estender a vida útil de tubulações submersas para projetos com temperatura de operação de até 80°C (ALEXANDER, 1998; BAHADORI, 2015).

Figura 2 - Esquema de camadas do revestimento em 3LPE.



Fonte: Adaptada de Samimi e Zarinabadi (2011).

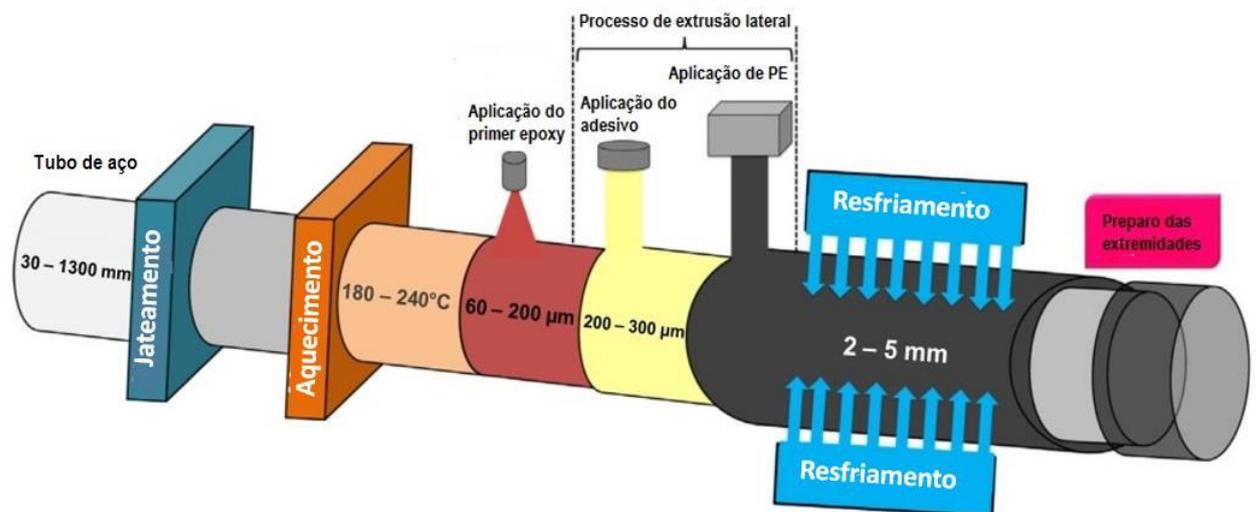
O revestimento do tipo 3LPE destaca-se também por possuir ótima resistência ao descolamento catódico, além de apresentar baixa incidência de reparos durante o lançamento do duto, graças à sua elevada resistência mecânica (ALEXANDER, 1998).

Portanto, as propriedades de ótima adesão da resina epóxi, também chamada de *Fusion Bonded Epoxy* (FBE), associadas à boa resistência mecânica proveniente da camada de polietileno tornam esse tipo de revestimento ideal para uso em tubulações enterradas ou submersas. Entretanto, para evitar a penetração do fluido por permeabilidade e o ataque corrosivo ao metal-base, revestimentos

deste tipo devem possuir uma espessura de, no mínimo 3mm (ALEXANDER, 1998; SAMIMI; ZARINABADI, 2011; TELLES, 2003).

No processo de revestimento em tripla camada, após a preparação de superfície por meio de jateamento abrasivo com granalhas de aço, aplica-se a resina epóxi em pó com a utilização de pistolas eletrostáticas sobre a superfície do tubo de aço previamente aquecido a uma temperatura próxima de 200° C. A segunda camada é constituída de um adesivo copolimérico que se liga fortemente com a primeira camada de resina epóxi e com a terceira camada apolar de polietileno. Conforme mostra a Figura 3, tanto o adesivo, quanto o PEAD são processados por extrusão lateral sobre a camada de epóxi e comprimidos sobre a superfície do tubo com o auxílio de rolos de borracha de silicone para garantir uma boa aderência entre as camadas. Em seguida, todo o sistema é resfriado bruscamente com água fria (ALEXANDER, 1998).

Figura 3 - Representação esquemática da aplicação do processo de revestimento em 3LPE.



Fonte: Adaptada de Diodjo *et al.* (2014).

## 2.5 Propriedades Mecânicas dos Polímeros

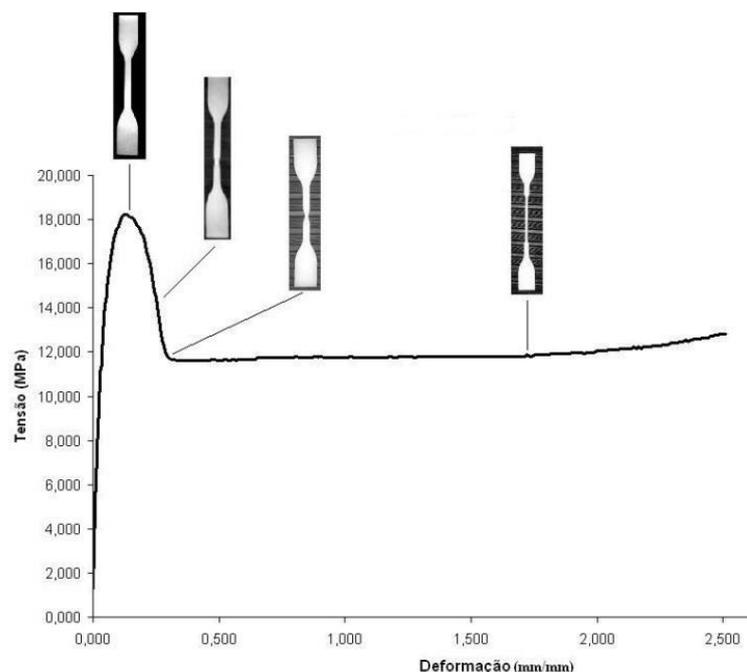
O comportamento mecânico de um polímero está associado à sua estrutura molecular e dentre os principais fatores que afetam as propriedades mecânicas

desse tipo de material estão as condições de processamento inadequado, a má seleção de materiais, dentre outros (RICHART, 2013).

As condições ambientais a que o material é exposto como temperatura, umidade, exposição a agentes químicos e/ou biológicos, presença de radiação e suas combinações interferem diretamente na resistência mecânica do polímero por meio de modificações estruturais no material (BAL *et al.*, 2007).

Uma propriedade muito importante de um material obtida a partir de ensaios de tração é a resistência ao escoamento, que corresponde à tensão relacionada ao início da deformação plástica irreversível e é representado pelo primeiro ponto de máximo da curva de tensão x deformação. Acima desse ponto, o material sofre ação de um fenômeno chamado de estrição, no qual ocorre uma redução significativa da área transversal da amostra, conforme ilustra a Figura 4. Esse comportamento está representado pela região da curva acentuada do gráfico de tensão *versus* deformação da Figura 4. Durante a estrição, ocorre reorientação dos blocos da estrutura cristalina remanescente, o que permite o aumento contínuo da região estirada até um valor limite de alongamento, no qual o material sofre ruptura (PERES, 2005).

Figura 4 - Curva de tensão *versus* deformação de um corpo de prova de PEAD submetido ao teste de tração.



Fonte: Peres(2005).

### 2.5.1 Ensaios de Tração e o Processo de Fratura do PEAD

Os ensaios de tração são normalmente utilizados para mensurar a resistência de um material à fratura, quando a amostra é alongada a uma taxa constante. Dessa forma, é possível caracterizar as propriedades mecânicas de um material em termos de resistência à tração e alongamento até a ruptura (BAL *et al.*, 2007).

A fratura é o processo de separação de um material sólido em duas ou mais partes, quando submetido a um valor de tensão suficiente para romper as ligações que mantém os átomos e moléculas unidos. Para materiais de engenharia, normalmente são considerados dois tipos de fratura: frágil e dúctil (CALLISTER, 2012).

O processo de fratura envolve a formação de uma ou mais trincas e sua propagação até a ruptura completa do material submetido a uma tensão. Para analisar o comportamento de fratura de polímeros é preciso levar em conta fatores como a estrutura molecular do material, massa molecular, densidade e cristalinidade. Nos polímeros, a fratura ocorre devido ao rompimento de ligações primárias covalentes e/ou de ligações secundárias do tipo *Van der Waals* (RICHART, 2013).

As imperfeições, cavidades e poros na estrutura interna do material atuam como pontos de concentração de tensões, que ocasionam o surgimento de trincas e levam à fratura prematura. Dessa forma, a tensão de ruptura do material é reduzida (BAL *et al.*, 2007; PLOTT; SHIH, 2017).

## 2.6 Processos de Conformação de Polímeros

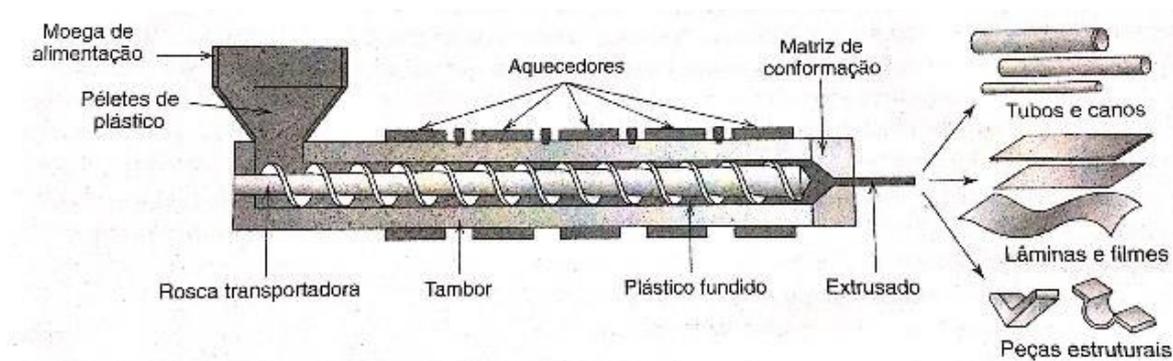
Existe uma grande variedade de técnicas empregadas no processamento e conformação de polímeros. A escolha da técnica ideal depende de fatores como, tipo do material, ou seja, se é termoplástico ou termofixo, da temperatura de amolecimento do material, geometria e tamanho do produto final conformado. Para materiais termoplásticos, por exemplo, o processo de conformação deve ocorrer sob temperaturas acima da temperatura de transição vítrea, para polímeros

amorfos, ou acima da temperatura de fusão, se o material for semicristalino (CALLISTER, 2012).

### 2.6.1 Processo de Extrusão

Durante o processo de extrusão, o material passa do estado sólido (na forma de *pellet*) para o estado pastoso. Esse fenômeno, se dá pela ação conjunta de resistências elétricas distribuídas ao longo da câmara, onde o material é comprimido e pela ação do trabalho mecânico associado ao cisalhamento entre a massa fundida e a superfície da câmara, gerado durante o deslocamento do material por meio do movimento de rotação helicoidal da rosca. A massa fundida é então forçada através de uma abertura, chamada de cabeçote (Figura 5) (CALLISTER, 2012; VERA-SORROCHE *et al.*, 2013).

Figura 5 - Diagrama esquemático de uma extrusora.



Fonte: Callister (2012).

Uma extrusora pode ter uma ou duas roscas, sendo que geralmente as extrusoras de duas roscas são utilizadas em processamentos de misturas de resinas diferentes (KHAN; DALU; GADEKAR, 2014).

A principal função de uma rosca é promover homogeneização, amolecimento e transporte da massa polimérica fundida do funil de alimentação, também chamado de silo, até o cabeçote da extrusora (RICHART, 2013).

Nas extrusoras de com penas uma rosca, a temperatura da manta de polímero é controlada por meio da regulagem de temperatura de cada uma das zonas da câmara e também do cabeçote da extrusora, além da velocidade de

rotação da rosca. Além disso, plantas de processamento de polímeros por extrusão são constituídas por um equipamento para sistema de secagem da resina, extrusora e pelas unidades de abastecimento dos grãos ou *pellets*, além de um sistema de resfriamento do material, que pode ser tanto por bombas de água como por compressores de ar (GILES; WAGNER; MOUNT, 2005).

### **2.6.2 Defeitos no Processo de Extrusão**

Um defeito é qualquer tipo de desvio nas características esperadas em um produto final de determinado processo e pode estar associado a uma única causa isolada ou a um conjunto de fatores acumulativos que afetam o processo (CONTADOR, 2010).

As falhas mais comuns observadas em processos de extrusão são: instalações impróprias da planta, falha operacional, variações nos parâmetros do processo, defeitos de matéria-prima, erro na seleção do tipo de resina, presença de umidade, contaminação, aquecimento excessivo da resina, dentre outros. Essas falhas no processo de extrusão podem ocasionar defeitos como superfície áspera, crateras, caroços e variações de espessura da manta (KHAN; DALU; GADEKAR, 2014).

## **2.7 Umidade Relativa e Efeitos em Resinas Termoplásticas**

Normalmente, a umidade relativa do ar (URA) é determinada através da medição do ponto de orvalho, que consiste na temperatura em que o vapor de água condensa. Dessa forma, um baixo ponto de orvalho está relacionado com uma baixa umidade no ar. Além disso, quanto maior a URA, maior a probabilidade de um polímero absorver a umidade presente no ar (GILES; WAGNER; MOUNT, 2005).

### **2.7.1 Conceito de Higroscopia**

Higroscopia é a capacidade que um material possui de absorver umidade ao longo do tempo. Por essa razão, as resinas higroscópicas precisam passar por

um processo de secagem antes do seu processamento (GILES; WAGNER; MOUNT, 2005).

### **2.7.2 Efeitos da Presença de Umidade no Processamento de Resinas**

A umidade interfere na performance de um polímero, uma vez que, se a resina for higroscópica, ela irá absorver a umidade contida no ar e aprisionar as moléculas de água, por meio da formação de ligações de hidrogênio. Dessa forma, irá apresentar variações em suas propriedades de resistência mecânica (BAL *et al.*, 2007).

Segundo Özen e Şisek (2015), a umidade residual contida em uma resina termoplástica, pode evaporar ao passar pelo cabeçote da extrusora, formando bolhas e crateras na manta, que resultam na ruptura prematura das amostras de PEAD submetidas a testes de alongamento.

Resinas como PET, *nylons* e policarbonatos podem sofrer degradação da cadeia polimérica e ter suas propriedades mecânicas alterados, caso sejam processados em presença de traços de umidade. Por essa razão, recomenda-se que o teor de umidade nesses materiais não ultrapasse 0,01%. Contudo, para a maioria das resinas, é aceitável um teor de umidade de até 0,1%. (KHAN; DALU; GADEKAR, 2014).

Nesse sentido, é recomendável verificar o teor de umidade contido em uma determinada resina e efetuar a sua secagem, antes de iniciar o processo de extrusão. Além disso, mesmo após a secagem, é necessário garantir que o material ainda permaneça seco (GILES; WAGNER; MOUNT, 2005).

### **2.7.3 Condições de Secagem das Resinas**

Segundo Drobny (2014), o tempo e a temperatura necessários para realizar a secagem de uma resina polimérica variam de acordo com as propriedades higroscópicas da resina. No entanto, é importante ter cuidado pois aquecimentos prolongados ou excessivos podem ocasionar danos no material.

Equipamentos de secagem são muito utilizados para a remoção de umidade superficial em resinas higroscópicas e não-higroscópicas. Existem diversos equipamentos de secagem que vão desde fornos para usos gerais, até sofisticados

desumidificadores que podem secar toneladas de material por hora. Dentre os principais fatores que afetam a taxa de secagem de uma resina, podemos citar o ponto de orvalho, a temperatura a qual os *pellets* estão submetidos, a porcentagem de massa úmida na resina e a qualidade do fluxo de ar utilizado na secagem.

Algumas resinas necessitam de mais tempo para secagem, especialmente as higroscópicas e, normalmente, tanto o teor de umidade, quanto as condições de secagem da resina são fornecidas pelo fabricante. O polietileno, por exemplo, não é considerado uma resina higroscópica e normalmente não exige secagem antes de ser processado. No entanto, quando são adicionados plastificantes como o negro de fumo à resina, o material adquire propriedades higroscópicas (GILES; WAGNER; MOUNT, 2005).

## **2.8 Degradação de Polímeros**

Materiais poliméricos podem sofrer deterioração pela interação com o ambiente. Existe uma variedade de fatores que podem influenciar nesse processo, dentre os quais está a deterioração por ruptura das ligações covalentes pela ação de reações químicas, efeitos térmicos, radiação provocada por raios ultravioleta (UV) ou mesmo pela ação de intemperismos (GILES; WAGNER; MOUNT, 2005).

O PEAD, por exemplo, pode sofrer degradação química, mecânica ou térmica. Quando estas três ocorrem simultaneamente, o fenômeno é chamado de degradação termo oxidativa e o material sofre quebra de ligações em sua cadeia, comprometendo suas propriedades mecânicas (AVILA *et al.*, 2014).

### **2.8.1 Ação dos Raios Ultravioletas**

Quase todos os materiais termoplásticos sofrem um processo de degradação lenta como resultado da oxidação, quando são expostos por longos períodos aos raios ultravioletas. Este processo torna o material gradativamente quebradiço. Por essa razão, pigmentos como o negro de fumo são adicionados em sua formulação para melhorar sua resistência a esse efeito (TELLES, 2003).

### 2.8.2 Negro de Fumo

O negro de fumo é uma forma particulada do carbono elementar e é utilizado em resinas termoplásticas para obtenção de um produto final com propriedades específicas ou ainda uma combinação única de propriedades. Esse material é um dos mais eficientes e difundidos absorvedores de radiação luminosa, característica esta que está relacionada ao tamanho de partícula e estrutura. Atualmente, vários fabricantes no segmento de indústrias plásticas utilizam o negro de fumo para estabilização de polímeros termoplásticos e termo fixos à radiação ultravioleta (UV), ou mesmo para conferir reforço das propriedades mecânicas das resinas (SOFRI, 2005).

Este tipo de aditivo auxilia na absorção de radiação UV, liberando a energia excedente na forma de calor. Normalmente, o negro de fumo é utilizado em aplicações nas quais a perda da transparência não exerce nenhuma interferência na aplicação final do polímero (DROBNY, 2014).

Contudo, os benefícios do negro de fumo só podem ser alcançados se for feita uma seleção correta da quantidade e do seu tipo. Caso contrário, pode haver redução de desempenho de certas propriedades importantes para a resina (SOFRI, 2005)

## 2.9 Aditivos Plastificantes

Aditivos são compostos adicionados em resinas poliméricas para conferir características específicas durante seu processamento e aplicação. Esses compostos podem ser adicionados durante ou imediatamente após a polimerização. O tipo de aditivo e a quantidade adicionada vão depender do tipo de polímero (DROBNY, 2014).

Em seu estudo, Ávila *et al.* (2014) mostraram que resinas de PEAD, por exemplo, estão sujeitas à degradação termo oxidativa a temperaturas superiores a 230° C e apresentam valores de tensão à ruptura inferiores aos registrados a 150 e 190° C. Portanto, para trabalhar em temperaturas superiores, é necessária a adição de aditivos plastificantes.

### **3. METODOLOGIA**

#### **3.1 A Empresa**

O presente trabalho foi realizado em uma indústria multinacional de grande porte do ramo metalúrgico, com mais de 100 anos de história e com operações em países da Ásia, América e Europa. A empresa, que atua no segmento de fabricação e revestimento de tubos de aço para indústrias do setor de óleo e gás, atende aos requisitos de diversas normas para revestimentos anticorrosivos.

#### **3.2 Método de Pesquisa**

A metodologia aplicada a esta monografia foi o estudo de caso. As aplicações do estudo de caso são variadas e abrangentes, tornando-se assim um modelo e estratégia de pesquisa útil para examinar eventos contemporâneos por meio do levantamento de evidências e observações sobre o caso, de modo a convergir com os resultados esperados. Este modelo de pesquisa possui a vantagem de ser possível incluir tanto estudo de caso único quanto de múltiplos casos, além de possibilitar abordagens quantitativas e qualitativas na elaboração da pesquisa (YIN, 2015).

Segundo Ventura (2007), a metodologia utilizada no delineamento do estudo de caso pode ser definida em quatro fases: definição da unidade-caso, coleta de dados, análise e interpretação dos dados e elaboração do relatório de caso.

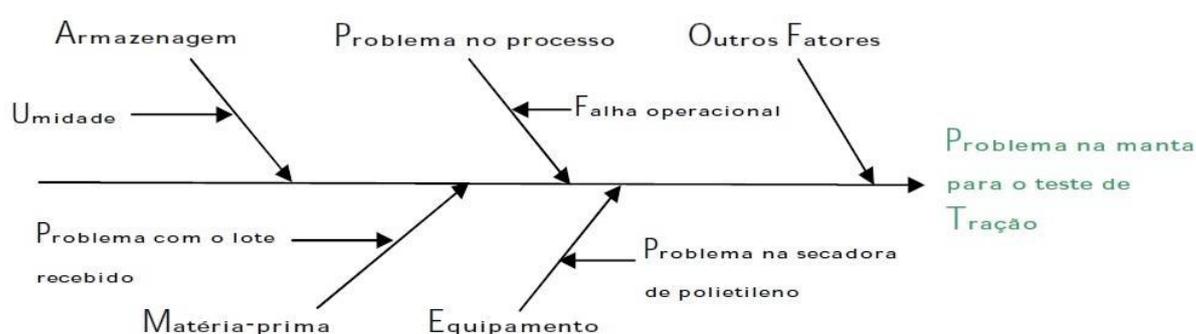
Estudos de caso têm sido úteis em pesquisas exploratórias de novas descobertas e decisões, gerando hipóteses a serem implementadas e especificando quais são os resultados obtidos. Em função da flexibilidade de seu planejamento e de permitir uma análise profunda dos processos estudados e das relações entre eles, pode-se afirmar que esse é um método que estimula novas descobertas (VENTURA, 2007; YIN, 2015).

Este trabalho utilizou a metodologia de estudo de caso para analisar os impactos da presença de umidade no processamento por extrusão de resina de polietileno de alta densidade, PEAD, aplicável em revestimentos em tripla camada de polietileno.

Por fim, o objetivo deste trabalho foi propor melhorias no processo de extrusão de PEAD, para garantia da qualidade da manta de polietileno e das propriedades mecânicas do revestimento em 3LPE.

Para fins de definição do estudo de caso, foi realizada uma análise dos principais fatores que influenciam nos resultados dos ensaios de tração, utilizando ferramentas de gestão da qualidade, como fluxogramas e o diagrama de Ishikawa (Figura 6), representado abaixo.

Figura 6 - Diagrama de causa e efeito de falha nos testes de tração realizados nas amostras de PEAD extrudado



Fonte: O próprio autor (2017).

Nesse estudo de caso, foi avaliado o impacto da presença de umidade na resina de PEAD submetida ao processo de extrusão, como causa isolada das falhas nos testes. Neste sentido, outros fatores como falha operacional durante o processo de extrusão causas de falha operacional durante o processo de extrusão, defeitos no lote de matérias-primas e problemas nas secadoras de polietileno, foram mitigados.

### 3.3 População e Amostra

Os dados analisados nesse trabalho foram extraídos de uma linha de revestimentos para tubos com soldagem por arco submerso e aço grau X60, atendendo padrões API 5L. As amostras foram retiradas das mantas de PEAD extrudado utilizadas no revestimento em tripla camada de polietileno.

### 3.4 Coleta de Dados

Todos os dados foram coletados de forma a garantir a confiabilidade dos resultados e conclusões obtidas. O foco foi na etapa de aplicação por extrusão da terceira e última camada do revestimento em 3LPE, a camada de PEAD.

Neste trabalho, foram comparadas duas metodologias diferentes no processo de extrusão do PEAD, denominadas Método “A” e Método “B”. Para cada metodologia, foram revestidos 3 tubos de aço de mesmo diâmetro, espessura e comprimento para garantia da uniformização da manta e estabilidade no processo, totalizando 6 tubos revestidos. Além disso, no início do processo de extrusão todo o material que fica dentro do fuso da extrusora foi descartado através do cabeçote da extrusora, com o intuito de garantir a uniformização do material dentro da câmara.

Em cada um dos métodos, o último dos 3 tubos, foi revestido sem a camada de adesivo, para facilitar a retirada das amostras da manta que foram utilizadas nos ensaios de alongamento.

Para evitar interferências nos resultados dos ensaios, os demais parâmetros de linha como temperatura da superfície de aço do tubo, o número de rotações por minuto (RPM), temperatura das zonas e do cabeçote da extrusora, assim como a velocidade de deslocamento axial do tubo, foram mantidos inalterados.

#### 3.4.1 Descrição do Processo

##### 1) Matéria prima: Polietileno de Alta Densidade

Foram utilizados *pellets* de PEAD virgem aditivado com partículas de negro de fumo dispersas em sua composição para garantir sua resistência à fotodegradação. Testes de inspeção de recebimento no lote do material foram realizados para garantir que estes atendem aos requisitos da norma ISO 21809-1:2011, que define as especificações para aquisição de matéria-prima e o padrão de qualidade exigido para tubulações de aço enterradas ou submersas com revestimento em tripla camada de polietileno.

As características físicas do material como densidade, índice de fluidez e teor de negro de fumo foram enviadas pelo fornecedor nos certificados de qualidade dos produtos. Da mesma forma, foram obtidas as propriedades de alongamento na ruptura, alongamento no escoamento, resistência à tração na ruptura, resistência à tração no escoamento e temperatura de amolecimento.

O armazenamento do material, tanto no almoxarifado, quanto no interior da planta, foi realizado de modo a descartar a probabilidade de contaminação da matéria prima com umidade devido às condições de armazenagem, conforme mostrado na Figura 7.

Figura 7 - Esquema de estocagem das embalagens de PEAD.



Fonte: O próprio autor (2017).

## 2) Procedimento de extrusão do PEAD

Antes de iniciar o processo de extrusão, os parâmetros de linha foram fixados e a resina de PEAD foi preparada de acordo com as duas metodologias descritas a seguir:

### Método A:

No Método A, os tubos foram revestidos no início do turno, logo pela manhã, utilizando o material que passou pela torre de secagem e ficou armazenado dentro do silo de abastecimento da extrusora durante 1 semana em contato com umidade. Após finalizado o processo de revestimento do tubo, o silo de abastecimento da extrusora e a câmara foram esvaziados de forma que, para realização do Método B, a extrusora operasse com material recebido diretamente da secadora.

## **Método B**

Neste método, os *pellets* de PEAD armazenados nas embalagens foram adicionados ao silo de abastecimento de PEAD e transferidos para a secadora, onde foram submetidos a uma temperatura de 90° C por um intervalo mínimo de 2h, de acordo com a sugestão do fornecedor da resina. Dessa forma, foi possível garantir que o nível da umidade presente no material seria praticamente desprezível. Posteriormente a resina foi transferida para o silo de abastecimento de uma extrusora mono roscada com 14 zonas de temperatura, de acordo com a Figura 8.

Figura 8- Fluxograma simplificado do processo de extrusão do polietileno.



Fonte: O próprio autor (2017).

Antes de iniciar o processo de extrusão, todo o material contido dentro do fuso da extrusora foi descartado até que a manta assumisse um aspecto uniforme antes de iniciar a aplicação.

Após a aplicação do filme de PEAD extrudado, o tubo avançou em movimento helicoidal em direção ao túnel de resfriamento, onde sofreu um resfriamento brusco com jatos de água fria provenientes da torre alcalina.

As resinas processadas em ambos os métodos avaliados nesse trabalho foram processadas sem alterar os valores das zonas de temperatura da extrusora. Durante a extrusão, utilizou-se um pirômetro óptico para registrar um total de 5 medições de temperatura de cada manta, em intervalos de 1 minuto, e assim garantir que não houve grandes variações de temperatura em nenhum dos dois procedimentos.

### 3) Preparo das amostras para ensaio de tração

As mantas foram produzidas com espessura entre 3,3mm – 4mm e as amostras utilizadas nos ensaios foram retiradas a partir delas.

Foram retiradas 4 amostras da manta de PEAD do último tubo revestido em cada uma das metodologias utilizando um molde de acordo com a norma. Das 4 amostras, foram selecionadas 2 com aspecto mais uniforme para a realização dos testes de alongamento no laboratório da empresa. O processo de retirada da manta é exemplificado na Figura 9.

Figura 9 - Procedimento de retirada da manta de PEAD extrudada.



Fonte: o próprio autor (2017).

### 3.5 Análise de Dados

A partir dos dados coletados nos testes, foi justificada a necessidade de implementação das ações de melhoria no processo de revestimento para garantia de um melhor desempenho. As etapas estão listadas abaixo:

- Quantificação de tubos que apresentaram falha nos testes de tração.
- Análise das variáveis que impactam no processo de extrusão de PEAD.
- Desenvolvimento de uma metodologia a ser proposta para produção de tubos revestidos em 3LPE.
- Comparação entre os resultados encontrados nos ensaios do método proposto neste trabalho e os resultados encontrados na metodologia atual.

### **3.5.1 Ensaio de Tração**

Os ensaios de resistência à tração foram conduzidos à temperatura de 23°C, de acordo com a norma ASTM D638. Utilizou-se uma máquina universal para ensaios LLOYDS, com célula de carga de 25kN e velocidade de aplicação da carga de 50mm/min.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este trabalho resultou em pospostas de melhoria de processo envolvendo o revestimento anticorrosivo de tubos de aço. Além disto, este estudo de caso contribuiu para o aprofundamento de conhecimentos sobre revestimentos anticorrosivos e para minha formação como engenheira, pois as análises de dados envolveram diversas disciplinas do curso de Engenharia Química como propriedades dos materiais, reologia e processamento de polímeros, dentre outras, que são vistas separadamente, mas que no exercício da engenharia é mandatória a integração do conhecimento adquiridos nessas disciplinas para a resolução de problemas reais.

### 4.1 Registros de temperatura das mantas

Para garantir que não houve variações nas temperaturas de aplicação foram realizados 5 registros de medições de temperatura da manta de PEAD ao longo do processo de extrusão, em intervalos de 2 minutos, conforme Tabela 1.

A Tabela 1 mostra que não foram observadas variações significativas nas temperaturas das mantas, nem nas temperaturas das zonas da extrusora, de forma que foi possível descartar qualquer possibilidade de falha envolvendo o controle dos parâmetros do processo de extrusão.

Tabela 1- Medições de temperatura da manta durante o processo de extrusão

<b>Medição</b>	<b>Temperatura Método A (°C)</b>	<b>Temperatura Método B (°C)</b>
<b>1</b>	231	239
<b>2</b>	229	242
<b>3</b>	236	235
<b>4</b>	232	238
<b>5</b>	230	237

Fonte: O próprio autor (2017).

## **4.2 Quantificação de tubos reprovados por falha nos testes de tração**

Uma semana antes da realização deste estudo de caso, durante a qualificação de uma obra, 3 tubos revestidos em 3LPE, de um total de 6, foram reprovados por falha nos testes de tração. Os resultados insatisfatórios atrasaram o início da obra e, portanto, comprometeram o prazo para entrega dos tubos ao cliente.

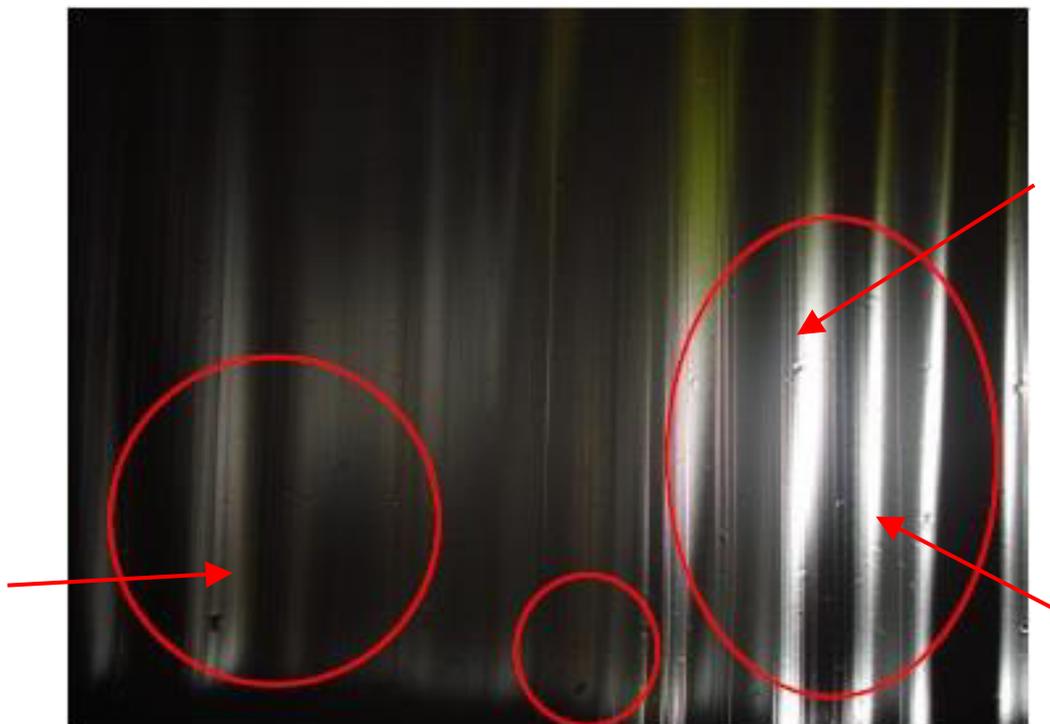
Verificou-se que, antes da qualificação, a planta havia ficado parada para manutenção durante o período de uma semana. Os defeitos encontrados nas mantas desses tubos foram idênticos aos observados no tubo revestido pelo Método A. Dessa forma, o presente estudo de caso foi realizado visando reproduzir exatamente as mesmas condições presentes na qualificação e, dessa forma, identificar as possíveis causas das falhas nos testes de alongamento.

## **4.3 Análise das possíveis causas das falhas nos testes de tração**

A secagem da resina de PEAD foi realizada à temperatura de 90°C por um tempo mínimo de 2 horas, conforme sugerido pelo fornecedor. Além disso, a secadora opera com volume de material de no mínimo 3 toneladas para garantir o abastecimento da extrusora.

Durante o processo de extrusão por meio do Método A, no qual a extrusora é abastecida com a resina armazenada em seu próprio silo, foi evidenciado o aparecimento de imperfeições na manta ao longo do processamento da resina de PEAD, conforme pode ser visto na Figura 10.

Figura 10 - Manta processada pelo Método A.



Fonte: O próprio autor (2017).

A manta retirada do tubo revestido pelo Método A apresentou sinais visíveis de porosidade, conforme mostra a Figura 11. Dessa forma, foram analisadas as possíveis causas relacionadas ao fenômeno.

Figura 11 - Análise da manta obtida pelo Método A.



Fonte: O próprio autor (2017).

Conforme reportado na ficha de informações técnicas enviada pelo fornecedor, a resina utilizada apresenta características higroscópicas devido à presença de negro de fumo em sua composição. As possíveis causas levantadas

para o surgimento de poros na manta foram relacionadas com o teor de umidade absorvido pelo material. Dentre as principais hipóteses que podem estar relacionados a este fenômeno, podemos citar:

1) Recebimento de PEAD com teor de umidade elevado

Para descartar essa possibilidade, foram retiradas 3 amostras do lote do material recebido pelo fornecedor logo imediatamente após a abertura de uma embalagem inicialmente lacrada. Essas amostras foram enviadas a um laboratório contratado para realizar das análises de teor de umidade (ppm) por meio de um equipamento modelo Mark 3 HP Moisture Analyze.

Os valores obtidos foram de 220, 250 e 280 ppm e todos se encontram dentro do nível aceitável evidenciado na literatura e especificado por norma, de forma a descartar a possibilidade de problemas envolvendo o lote do material.

2) Absorção de umidade durante o transporte e estocagem:

Conforme já mencionado anteriormente, as condições de estocagem das embalagens de polietileno, tanto no almoxarifado, quanto no interior da planta da foram cuidadosamente verificadas. Todos os sacos estavam lacrados e as embalagens foram suspensas em suportes de madeira para evitar o contato com o solo ou com o ambiente em geral. Além disso, as embalagens possuem um filme plástico em seu interior para proteger a resina do contato com a umidade do ar. Dessa forma é possível descartar esse fator como causa raiz.

3) Condições de secagem

A equipe de manutenção foi acionada para verificar as condições na secadora e não foi evidenciado nenhum problema no equipamento. Portanto, a possibilidade do material não ter passado pela secadora foi descartada.

No entanto, a sucção de ar para uso no sistema de secagem se encontra muito próxima do túnel de resfriamento, logo o ar admitido no sistema continha elevada concentração de umidade.

Outro fator que também compromete o processo de secagem é o fato de que não há um sistema de exaustão do vapor de água gerado durante o processo de resfriamento do revestimento, após aplicação da camada de polietileno.

#### 4.4 Preparo dos Corpos de Prova

As mantas de PEAD foram produzidas com espessura de 3,33 a 4,0mm, igualmente como na qualificação realizada na semana anterior.

Após a retirada das mantas de PEAD dos tubos revestidos, foram cortados 4 corpos de prova com o auxílio de moldes estabelecidos pela norma ASTM D638, conforme ilustrado na Figura 12.

Figura 12 - Retirada das amostras para os testes de tração.



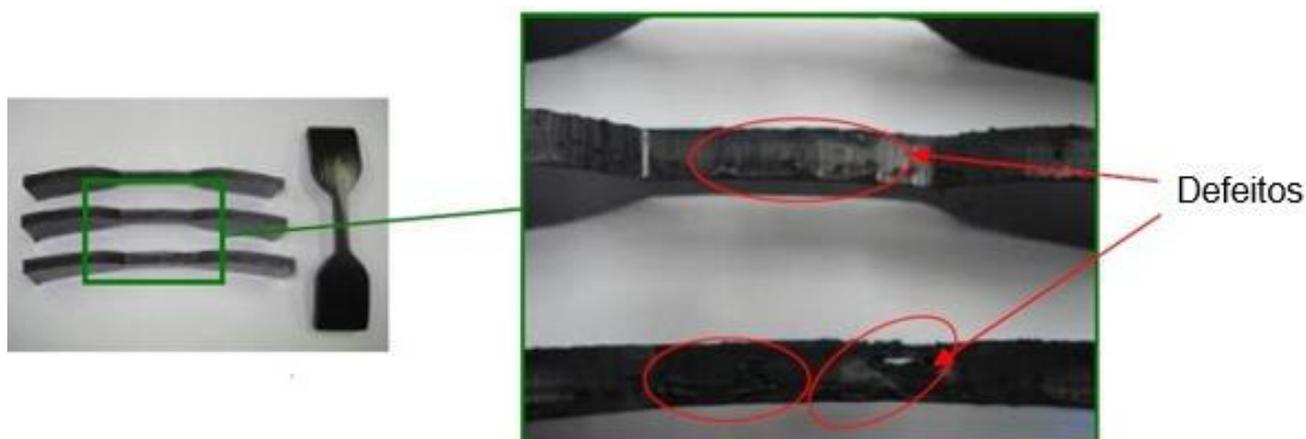
Fonte: O próprio autor (2017).

Os corpos de prova retirados da manta de PEAD produzida pelo Método A, apresentaram diversas imperfeições nas interfaces, conforme pode ser visto na Figura 13.

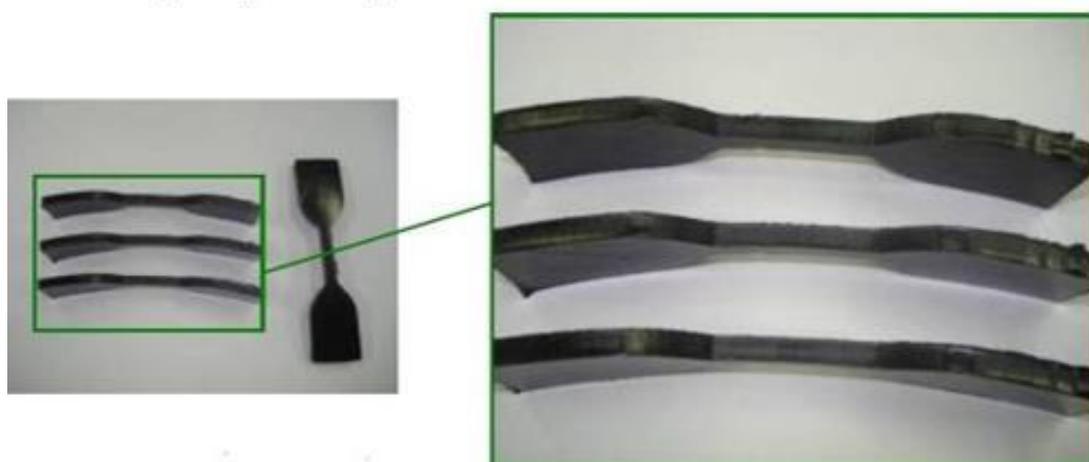
Das 4 amostras recortadas da manta, foram escolhidas as 2 com menor quantidade de defeitos para a utilização nos ensaios de tração axial.

No caso dos corpos de prova retirados da manta produzida pelo Método B, não foi evidenciada nenhuma imperfeição.

Figura 13 - Corpos de prova para ensaios de tração.



a) Corpos de prova extraídos no Método A



b) Corpos de prova extraídos no Método B

Fonte: O próprio autor (2017).

#### 4.5 Resultados dos Ensaios de Tração

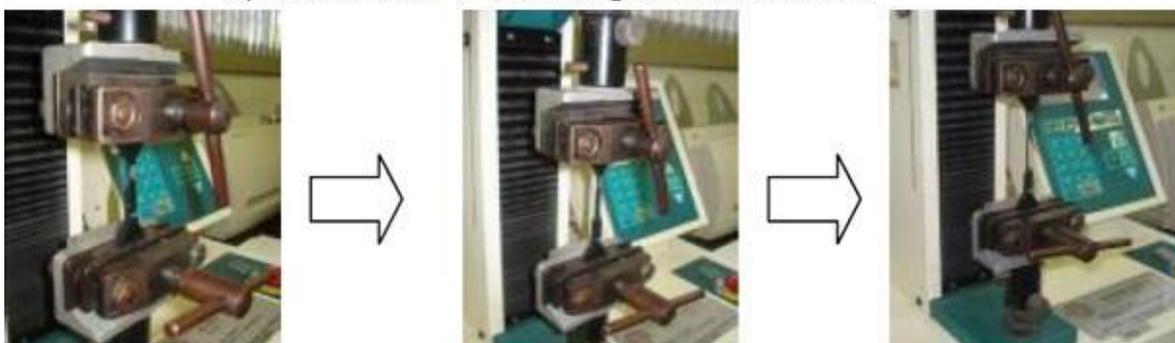
A análise dos efeitos da umidade na microestrutura de materiais higroscópicos como a resina de PEAD aditivada com negro de fumo foi realizada por meio do seu comportamento mecânico obtido nos testes de tração.

Após o corte dos corpos de prova e preparação do equipamento de ensaio, aplicou-se uma carga uniforme de 25kN sob uma velocidade de alongamento de 50mm/min, como mostra a Figura 14.

Figura 14 - Ensaio de tração com as amostras do Método A.



a) Ensaio com 1ª amostragem do Método A



b) Ensaio com 2ª amostragem do Método A

Fonte: O próprio autor (2017).

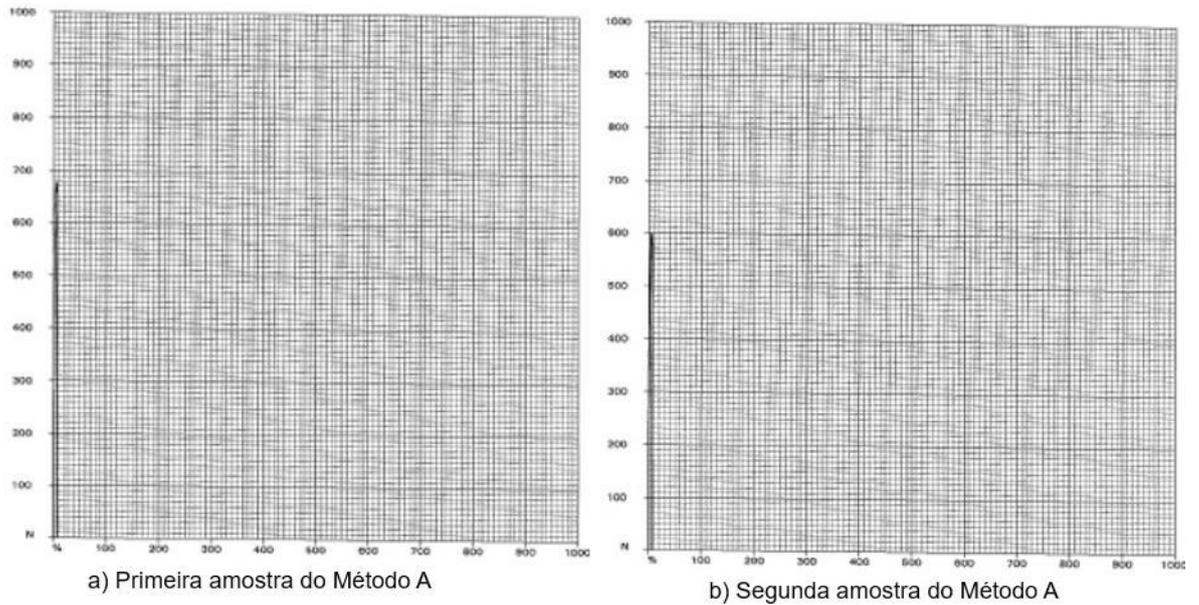
Tanto a 1ª quanto a 2ª amostragem, ilustradas na Figura 14, foram reprovadas nos ensaios de alongamento, situação idêntica à ocorrida durante a qualificação realizada antes deste estudo de caso.

As imperfeições presentes na estrutura das amostras do Método A se tornaram pontos de concentração de tensões, formando microfissuras que se propagaram rapidamente, ocasionando a fratura prematura do material e falha no teste de alongamento.

Conforme pode ser visto na Figura 15, não foi possível sequer gerar a curva de deformação para nenhuma das duas amostras obtidas pelo Método A.

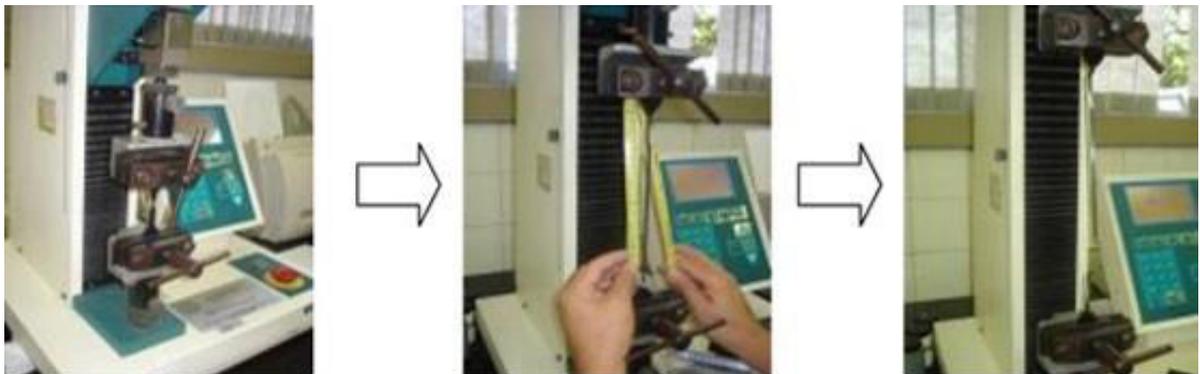
Já nos ensaios realizados com as amostras obtidas pelo Método B, foi possível analisar o comportamento mecânico do material por meio da análise de sua curva de deformação, ao contrário do primeiro método (Figura 16).

Figura 15 - Curvas de deformação das amostras do Método A.

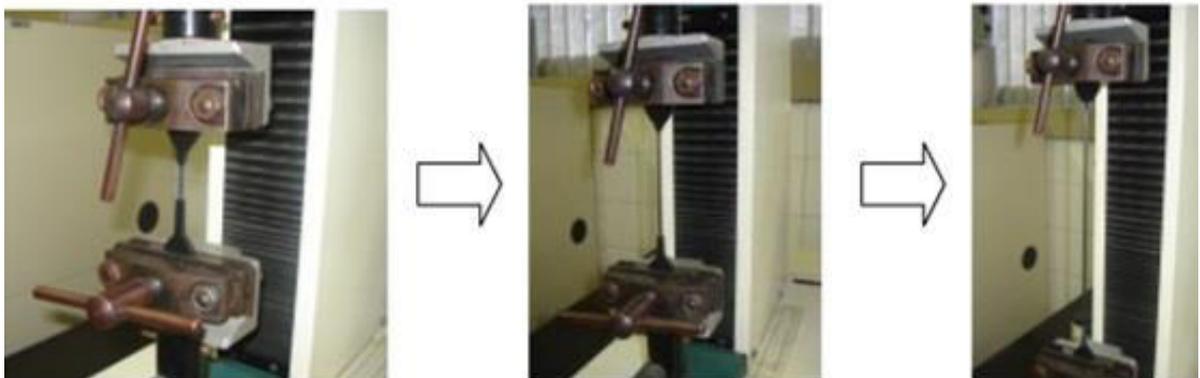


Fonte: O próprio autor (2017).

Figura 16 - Ensaio de Tração com as amostras do Método B.



a) Ensaio com 1ª amostragem do Método B

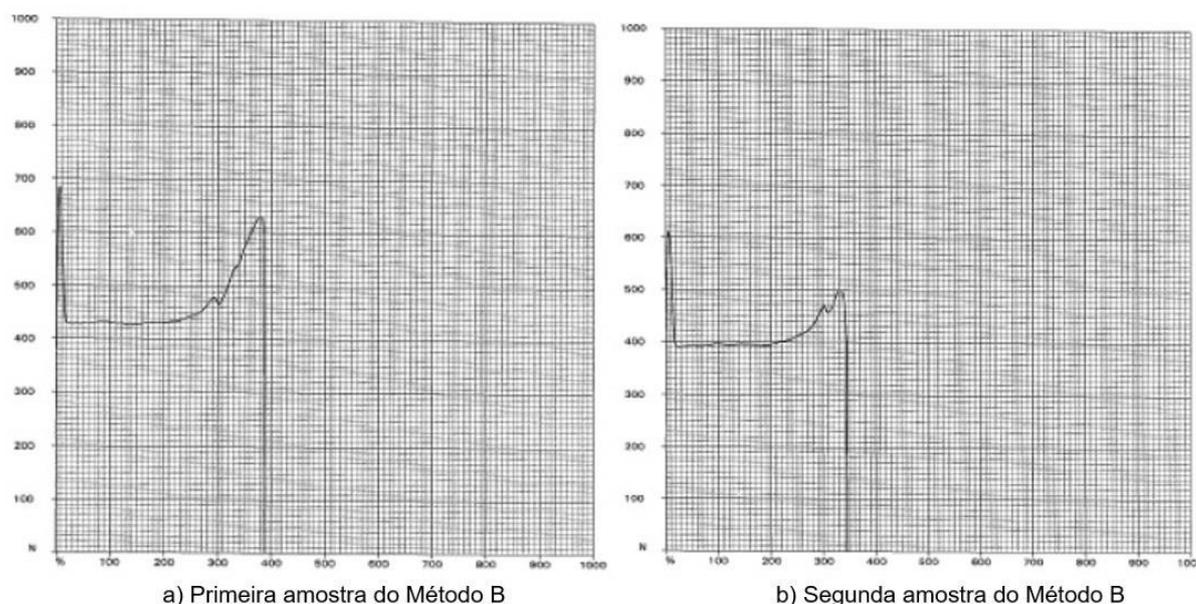


b) Ensaio com 2ª amostragem do Método B

Fonte: O próprio autor (2017).

Os corpos de prova do Método B obtiveram desempenho satisfatório nos ensaios de alongamento, uma vez que atingiram o requisito mínimo de 500% exigido pela norma para o polietileno e não sofreram fratura prematura, como os corpos de prova do Método A, conforme pode ser visto na Figura 17.

Figura 17 - Curvas de deformação das amostras do Método B.



Fonte: O próprio autor (2017).

Os valores de resistência à tração no escoamento e alongamento até a ruptura, obtidos nos ensaios das amostras de ambos os métodos foram registrados abaixo na Tabela 2.

Tabela 2 - Resultados dos testes de tração.

<b>Amostra</b>	<b>Método</b>	<b>Alongamento (%)</b>	<b>Resistência à Tração (Mpa)</b>
<b>1</b>	A	0	11
<b>2</b>	A	0	11
<b>3</b>	B	580	14
<b>4</b>	B	625	16

Fonte: O próprio autor (2017).

Por fim, conforme pode ser visto na Figura 18, há uma drástica diferença na aparência das amostras de cada método. Enquanto que no Método A o material praticamente não sofreu estricção em virtude das alterações em sua estrutura

cristalina do polietileno, em virtude da presença de umidade durante o processamento, no Método B o material não chegou a ultrapassar o valor limite de alongamento, no qual ocorre a ruptura do material.

Figura 18 - Amostras após ensaio de tração



Fonte: O próprio autor (2017).

#### 4.6 Proposta de Melhoria nas Condições de Secagem das Resinas

A seguir são propostas ações de melhoria no processo de secagem do polietileno para garantia dos padrões de qualidade requeridos para o revestimento em 3LPE:

- Antes do início de cada turno de produção, independentemente do tempo de armazenagem da resina, o silo de abastecimento da extrusora deve ser totalmente esvaziado e o material deve passar novamente pela secadora.
- No início de cada turno, deve ser feito o descarte de todo o material residual contido dentro da câmara da extrusora.
- Modificação no local de admissão de ar da secadora para uma posição mais distante do túnel de resfriamento.
- Instalação de dutos de exaustão de vapor de água na linha de resfriamento do revestimento.
- Instalação de termopares em diferentes alturas da secadora para efetuar um melhor monitoramento da temperatura dentro do reservatório.

## 5. CONCLUSÕES

Ao comparar a metodologia atual (Método A) com a proposta neste trabalho (Método B), observou-se que 100% das amostras preparadas pelo novo método apresentaram resultados satisfatórios nos testes de alongamento, uma vez que atenderam aos requisitos da norma ISSO 21809-1, assim como às especificações do cliente.

Verificou-se que as amostras do primeiro método apresentaram quantidade significativa de pequenos poros. Essas imperfeições contribuíram para a propagação de microfissuras internas no polietileno, interferindo no limite de escoamento do material e provocando a fratura prematura e a perda de resistência mecânica do polietileno.

No Método A, o material previamente seco ficou armazenado durante 7 dias em contato com a umidade. Como agravante, na semana em que o material ficou armazenado no silo de abastecimento da extrusora, a temperatura ambiente chegou a atingir aproximadamente 10 °C. Todos esses fatores contribuíram para que houvesse uma redução da temperatura do metal que compõe a estrutura do silo de abastecimento da extrusora. Dessa forma, uma vez que existem pontos no silo que não são hermeticamente enclausurados, ocorreu a entrada de ar no sistema e parte do vapor de água condensou sobre os *pellets*, devido à queda de temperatura ambiente. Conclui-se, portanto, que a presença dos poros encontrados nas amostras obtidas pelo estava associada ao vapor de água que condensou sobre a superfície do polietileno.

Dessa forma, esse estudo de caso confirmou o que preconiza a literatura sobre a influência da presença de umidade no processamento de resinas poliméricas com características hidrofílicas e seu impacto nas propriedades mecânicas do material.

Como proposta de melhoria, é sugerido que, antes do início da produção, seja feito um esvaziamento total do silo da extrusora por meio de uma mangueira de descarte que retorna o material para a secadora de PEAD. Dessa forma, é possível garantir que a extrusora estará sendo abastecida diretamente com o material que sai da secadora. Outra melhoria sugerida é garantir que não haja

material residual no interior da extrusora, por meio do descarte de todo o polietileno através do cabeçote da extrusora.

Com essas melhorias é possível garantir que o material a ser processado possuirá níveis adequados de teor de umidade e que as propriedades mecânicas da camada de polietileno do revestimento em 3LPE atenderão aos requisitos da norma e às especificações do cliente. Por fim, a melhoria proposta também poderá resultar em pontualidade no atendimento dos pedidos dos clientes, além de reduzir gastos relacionados às reprovadas de tubos por falha nos testes de tração.

## REFERÊNCIAS

AKCELRUD, L. **Fundamentos da ciência dos polímeros**. 1. ed. Barueri: Manole, 2007.

ALEXANDER, M. **Three Layer Epoxy/Polyethylene Side Extruded Coatings for Pipe for High Temperature Application**. In: 2nd International Pipeline Conference. ASME, 1998. p. 645-652.

ASTM D 638: **Standard test method for tensile properties of plastics**

AVILA, C. D. *et al.* Rheological and Thermal Behavior of High-Density Polyethylene (HDPE) at Different Temperatures. **Material Sciences and Applications**, v. 5, n. November, p. 923–931, 2014.

BAHADORI, A. **Essentials of Coating, Painting, and Lining for the Oil, Gas and Petrochemical Industries**. Perth: Gulf Professional Publishing, 2015. p. 473–498.

BAL, S. *et al.* Effect of Changing Environments on Microstructure of HDPE Polymer. **Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering**, v. 6, n. 1, p. 1–16, 2007.

CALLISTER, W. D. J. **Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma Introdução**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

CANEVAROLO Jr., S. **Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. 3. ed. São Paulo: Artliber, 2002.

CARVALHO, M. M. *et al.* **Gestão da Qualidade: Teoria e Casos**. 2. ed. Rio de Janeiro: Elsevier Ltd., 2012.

CONTADOR, J. C. **Gestão de Operações: A Engenharia de Produção a serviço da modernização da empresa**. 3a. ed. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 2010.

COUTINHO, F. M. B.; MELLO, I. L.; SANTA MARIA, L. C. DE. Polietileno: principais tipos, propriedades e aplicações. **Polímeros**, v. 13, n. 1, p. 1–13, jan. 2003.

DIODJO, M. R. T. *et al.* Computational modeling of quenching step of a coated steel

pipe with thermo-elastic, thermo-plastic and thermo-viscoelastic models: Impact of masking tape at tube ends. **Computational Materials Science**, v. 85, p. 67–79, 1 abr. 2014.

DROBNY, J. G. **Handbook of Thermoplastic Elastomers**. 2. ed. Chaddsford: Elsevier, 2014.

FUSCO, J. P. A.; SACOMANO, J. B. **Operações e Gestão Estratégia da Produção**. 1. ed. São Paulo: Arte & Ciência, 2007.

GENTIL, V. **Corrosão**. 3. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1996.

GILES, H. F.; WAGNER, J. R.; MOUNT, E. M. **Extrusion: The Definitive Processing Guide and Handbook**. 2. ed. Norwich: Plastics Design Library, 2005.

ISO 21809-1: **Petroleum and natural gas industries -- External coatings for buried or submerged pipelines used in pipeline transportation systems -- Part 1: Polyolefin coatings (3-layer PE and 3-layer PP)**.

KHAN, J. G.; DALU, R. S.; GADEKAR, S. S. Defects in Extrusion Process and Their Impact on Product Quality. **Int. J. Mech. Eng. & Rob. Res**, v. 3, n. 3, 2014.

MANO, E. B. **Introdução a polímeros**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blucher, 1999.

MARSHALL, J. I. *et al.* **Gestão da Qualidade**. 7. ed. Rio de Janeiro: Editora FGV, 2006.

MIYAJIMA, Y. *et al.* **Durability of Polyethylene-Coated Steel Pipe at Elevated Temperatures**. Tokyo: Nippon Industries, 1994, 5 p. Nippon Steel Technical Report No 63.

ÖZEN, İ.; ŞİMŞEK, S. Vital importance of moisture level in all stages of processing from calcium carbonate coating through polyethylene/calcium carbonate compounding to film generation. **Powder Technology**, v. 270, n. Part A, p. 320–328, jan. 2015.

PERES, F. M. **Desenvolvimento de métodos alternativos para a avaliação da resistência à fratura por fluência de resinas de polietileno utilizadas para a extrusão de tubos de água**. 2005. 168 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

PLOTT, J.; SHIH, A. The extrusion-based additive manufacturing of moisture-cured silicone elastomer with minimal void for pneumatic actuators. **Additive Manufacturing**, v. 17, p. 1–14, out. 2017.

RICHART, F. S. **Influência do processamento na preparação de compósitos de PEAD/PEBDL/argila organofílica para utilização em equipamentos para o setor elétrico**. 2013. 102 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2013.

SAMIMI, A.; ZARINABADI, S. An Analysis of Polyethylene Coating Corrosion in Oil and Gas Pipelines. **Journal of American Science**, v. 7, n. 71, p. 1032–1036,

2011.

SAVINI, G. **Estudo da Tenacificação de Materiais à Base de Polietileno Submetidos a Temperaturas Extremas**. 2016. 61 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016.

SOFRI, F. L. **Influência do negro de fumo na absorção da radiação na região do infravermelho para o reaquecimento do copolímero de poli(tereftalato de etileno) - PET**. 2005. 157 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2005.

TELLES, P. C. DA S. **Materiais para Equipamentos de Processo**. 6. ed. Rio de Janeiro: EDITORA INTERCIÊNCIA LTDA., 2003.

TELLES, P. C. S. **Tubulações Industriais - Materiais e Projeto**. 10. ed. São Paulo: LTC, 2001.

VENTURA, M. M. O Estudo de Caso como Modalidade de Pesquisa. **Revista da Sociedade de Cardiologia do Estado do Rio de Janeiro**, v. 20, n. 5, p. 383–386, 2007.

VERA-SORROCHE, J. *et al.* Thermal optimisation of polymer extrusion using in-process monitoring techniques. **Materials Sciences and Applications**, v. 53, n. 2, p. 923–931, 2013.

YIN, R. K. **Estudo de Caso: Planejamento e Métodos**. 5. ed. Porto Alegre: Bookman, 2015.