

Copyright 2012, ABRACO

Trabalho apresentado durante o INTERCORR 2012, em Salvador/BA no mês de maio de 2012.

As informações e opiniões contidas neste trabalho são de exclusiva responsabilidade do(s) autor(es).

Qualificação de Revestimento Externo de Dutos em FBE *High Temp*

André Koebsch^a, Bruna Portilho^b, Emerson Monteiro^c, Enio Oura^d, Erik Barbosa Nunes^e, Thiago Alexandre Boucas^f

Abstract

The FBE (Fusion Bonded Epoxy), heat-cured epoxy powder, is one of the most commonly used coatings as external corrosion protection of onshore and offshore pipelines. This coating may be used in systems single layer and dual layer of FBE and as primer on systems tree layer of polyethylene or polypropylene. Often, for transporting heated fluid is need of thermal coatings. The system constituted for the thermal insulation of pipes, which will compose buried pipelines, is basically formed by a coating anticorrosive applied directly to the pipe, a rigid foam polyurethane (PU) and an external casing of polyethylene. Insulation systems adopted for submerged pipelines are polypropylene foam, solid or synthatic and polyurethane solid or synthatic. For all these thermal coatings should be used anticorrosive coating in FBE or tree layer. With the discovery of new oil fields, as for example, the pre-salt, the possibility exists of working with higher temperatures. Thus, this paper aims to present the qualification requirements for the raw material FBE High Temp that will compose the anticorrosive system of pipelines thermally isolated.

Keywords: corrosion, coating etc.

Resumo

O FBE (*Fusion Bonded Epoxy*), epóxi em pó termicamente curado, é um dos revestimentos mais utilizados como proteção anticorrosiva externa de dutos enterrados e submersos. Este revestimento pode ser utilizado nos sistemas *single layer* e *dual layer* de FBE e como primer de sistemas tripla camada de polietileno ou polipropileno. Muitas vezes, para transporte de fluidos aquecidos necessita-se de revestimentos térmicos. O sistema constituído para o isolamento térmico dos tubos, que irão compor um duto enterrado, é formado basicamente por um revestimento anticorrosivo aplicado diretamente ao tubo, uma espuma rígida de poliuretano (PU) e uma camisa externa de polietileno. Os sistemas de isolamento térmico adotados para dutos submarinos são polipropileno espuma, sólido ou sintático e poliuretano sólido ou sintático. Para todos esses revestimentos térmicos citados deve-se utilizar revestimento anticorrosivo em FBE ou tripla camada. Com a descoberta de novos poços de petróleo, como por exemplo, o pré-sal, existe a possibilidade de trabalharmos com temperaturas mais elevadas. Desta forma, este trabalho tem por objetivo apresentar os requisitos para qualificação da matéria-prima FBE alta temperatura que irá compor o sistema anticorrosivo dos dutos isolados termicamente.

Palavras-chave: corrosão, revestimento etc.

^a Engenheiro de Equipamentos - PETROBRAS

^b Consultora de Negócio - DUPONT

^c Técnico Especialista – 3M do Brasil

^d Técnico Especialista – Akzo Nobel

^e Engenheiro de Equipamentos - PETROBRAS

^f Engenheiro de Equipamentos - PETROBRAS

Introdução

Muitas vezes, para transporte de fluidos aquecidos necessita-se de revestimentos térmicos, tais como espuma de poliuretano, mais comumente utilizado em dutos *onshore* e polipropileno sólido ou sintático especificados em dutos *offshore*. Para todos esses revestimentos térmicos citados deve-se utilizar revestimento anticorrosivo em FBE ou tripla camada.

Com a descoberta de novos poços de petróleo, como por exemplo, o pré-sal, existe a possibilidade de trabalharmos com temperaturas mais elevadas. Até então, tínhamos revestimentos em pó epóxi qualificados para temperaturas de até 95°C. Esses epóxios são considerados convencionais. Com a expectativa de operar com temperaturas mais elevadas, principalmente em dutos de coleta, a Engenharia se antecipou e vem qualificando previamente revestimentos que resistem a temperaturas superiores a 110°C. Trata-se de FBE *High Temp*.

Desta forma, este trabalho tem por objetivo apresentar aplicação e os requisitos para qualificação de matéria-prima FBE denominado *High Temp* (alta temperatura) que irá compor o sistema anticorrosivo dos dutos isolados termicamente.

Metodologia

O processo de homologação da Engenharia de dutos engloba qualificação da matéria-prima e qualificação em planta de revestimento do produto aplicado. A qualificação consiste na verificação do atendimento aos requisitos técnicos em Norma ou Especificação Técnica pertinente. O processo de homologação permite que as qualificações sejam uniformes e intercambiáveis entre os empreendimentos, permitindo assim que os revestimentos aplicados e qualificados previamente possam ser utilizados em novos dutos com número reduzidos de ensaios, independentemente do solicitante original da qualificação.

O revestimento previsto para aplicação externa de tubos deve estar de acordo com a norma ABNT NBR 15221 que contém 3 partes. Neste caso, deve-se seguir as partes 2 e 3 que tratam de revestimentos com polipropileno em três camadas e epóxi em pó termicamente curado, respectivamente. Contudo, tais normas não tratam de FBE *High Temp*. Este epóxi para alta temperatura possui maior densidade de reticulação e temperatura de transição vítrea (T_g) superior aos epóxios convencionais. Isso permite maior estabilidade do revestimento em temperaturas de operação mais elevadas e apresenta superior resistência química e à abrasão. Em contrapartida, algumas propriedades são teoricamente prejudicadas, tais como: dobramento, alongamento e maior porosidade.

Desta forma, a Engenharia trabalhou em uma revisão da ET de revestimento externo de tubos em FBE incluindo novos requisitos para este material e assim, a qualificação da matéria-prima esteve condicionada ao atendimento dos requisitos da Norma ABNT NBR 15221-2 (polipropileno em três camadas), ABNT NBR 15221-3 (epóxi em pó termicamente curado) e Especificação Técnica complementar

Como citado acima, a qualificação de revestimentos anticorrosivos de dutos se divide em duas etapas: qualificação de matéria-prima e qualificação em planta. Este trabalho relata os resultados de qualificação da matéria-prima realizada com 3 fabricantes (A, B e C). Para transporte de produtos aquecidos geralmente especifica-se como anticorrosivo externo,

polipropileno em tripla camada que resiste temperatura de operação de até 110 °C. Neste caso, 3 fabricantes qualificaram seus produtos para serem utilizados como *primer* do sistema tripla camada (tabela 1). Contudo, caso há necessidade de trabalhar com temperaturas mais elevadas, deve-se adotar como anticorrosivo FBE (tabelas 1 e 2). Para este último caso, o fabricante B se qualificou.

Propriedades do revestimento

Para a qualificação de FBE para aplicação *single layer*, devem ser seguidos os requisitos das Tabelas 1 e 2. Para qualificação de FBE como *primer* dos sistemas tripla camada, deve-se seguir apenas os requisitos da Tabela 1.

Tabela 1 – Requisitos do Pó Epóxi

Propriedades ^{a)}		Unidades	Valores Limite	Métodos de ensaio
Massa específica ^{b)}		g/cm ³	1,30 a 1,65	CAN/CSA Z245.20 Seção 12.6
Granulometria	Retenção na peneira de 60 mesh (250µm)	%	Máx. 0,2	CAN/CSA Z245.20 Seção 12.5 ou Análise de Dispersão a laser
	Retenção na peneira de 100 mesh (150µm)		Máx. 3,0	
Tempo de gel a 205°C		s	^{c)}	CAN/CSA Z245.20 Seção 12.2
Tempo de cura a 232°C		s	^{c)}	CAN/CSA Z245.20 Seção 12.1
Temperatura de Transição Vítea <i>onset</i>	Tg ¹	°C	^{c)}	CAN/CSA Z245.20 Seção 12.7
	Tg ² ^{d)}		Mín. 125	
Teor de umidade		% em massa	Máx. 0,6	CAN/CSA Z245.20 Seção 12.4
Dobramento a 2,5 °/PD ^{e)}		Nenhuma trinca		CAN/CSA Z245.20 Seção 12.11
Espectro infravermelho ^{f)}		cm-1	Anexar curva característica do epóxi entre 750 e 950	Disco de KBr ou método ATR (Attenuated Reflectance)

a) Deve ser informado pelo fabricante no certificado de qualidade do Material.

b) O valor deve ser especificado pelo fabricante, aceitando-se uma tolerância de 0,05 g/cm³.

c) O valor deve ser especificado pelo fabricante, aceitando-se uma tolerância de ± 20%.

d) Para temperaturas de projeto até 95°C, a Tg² deve ser de no mínimo 100°C.

e) A temperatura de dobramento deve ser de - 30°C, - 18°C, ou 0°C, conforme especificado pelo fabricante.

f) De acordo com a Tabela 5 do Infrared Spectroscopy Atlas for the Coatings Industry, a faixa característica do epóxi fica entre 750 cm-1 a 950 cm-1.

Tabela 2 – Requisitos do revestimento

Propriedades^{a)b)}	Unidade	Valores	Métodos de ensaio
Tensão de ruptura	Kgf/cm ²	Mín. 400	ASTM D 2370
Alongamento à ruptura	%	Mín. 6	ASTM D 2370
Absorção de água	%	< 10	ASTM D 570
Rigidez dielétrica	kV/mm	Mín. 40	ASTM D 149 ^{c)}
Descolamento catódico 28 dias	Raio a partir da Borda mm	< 7	CAN/CSA Z245.20 Seção 12.8
Resistência à Abrasão, perda de massa (CS 17/ 1kg com 5000 ciclos) ou (CS 17/ 1kg com 3000 ciclos)	g	Máx. 0,350 Máx. 0,200	ASTM D 4060
Dobramento / Polarização	-	d)	CAN/CSA Z245.20 Seção 12.13
Envelhecimento à luz (UV), 1000 h	-	e)	ASTM G 154
Névoa salina, 1000 h	-	f)	ASTM B 117
Permeabilidade à água	g/hm ²	g)	ASTM E 96 método água

a) Deve ser informado no certificado de conformidade do material de revestimento.
b) Espessura do revestimento dos corpos-de-prova deve ser de 450µm.
c) Meio utilizado ar. Eletrodo: de aço inoxidável. Diâmetro de 1/8", ponta arredondada.
d) O revestimento não deve apresentar trincas, descolamento ou descontinuidade, com diferença de potencial de 2,5 kV ± 0,2 kV.
e) Não deve apresentar perda de eficácia ou quaisquer outros defeitos, sendo aceitas diferenças de tonalidade e perda de brilho.
f) Não deve haver corrosão sob o filme, empoamento e a perda de aderência não deve ultrapassar 3 mm.
g) O valor deve ser especificado pelo fabricante do pó epóxi, aceitando-se uma tolerância de ± 20%.

Aplicação do revestimento em planta

Segue o procedimento de aplicação de FBE em uma planta de revestimento.

Preparo de superfície

A superfície dos tubos deve estar livre de graxa, óleo, gordura ou camadas de óxido solto e demais contaminantes. Quando a superfície apresentar contaminação com óleo, graxa ou gordura, ela deve ser limpa com solvente indicado pelo fabricante.

A contaminação por sais solúveis deve ser verificada de acordo com a NACE No 5/ SSPC-SP 12, e o valor máximo de contaminante aceitável é de 2 µg/cm², medidos por instrumento eletrônico.

Antes do jateamento, se necessário, o tubo deve ser preaquecido para remover a umidade. A superfície do tubo deve ser mantida a uma temperatura de pelo menos 3 °C acima do ponto de orvalho, porém abaixo de 100 °C.

O jateamento deve ser realizado em duas etapas: o primeiro jato pode utilizar granalhas esféricas ou misturas de angulares e esféricas. O segundo jato deve utilizar granalhas de aço angulares. A superfície a ser revestida deve ser submetida à jateamento com granalhas de aço, até chegar ao metal quase branco, segundo a NACE No.2/SSPC-SP 10 ou, no mínimo, a uma das gravuras Sa 2 1/2 da ISO 8501-1.

O perfil de rugosidade deve ser de 60 µm a 100 µm medido utilizando-se o método “Replica Tape” (“Press-o-Film” ou similar) ou método eletrônico e, neste caso, considerando-se o parâmetro RZ_{DIN} , e deve ter natureza angular. O valor da rugosidade deve ser obtido por meio de três medidas aleatórias sobre a superfície do tubo.

Os tubos jateados, limpos e aceitos para revestimento devem ser revestidos dentro de um período não superior a 2 h. Nos casos em que o valor da umidade relativa do ar for superior a 85%, este tempo deve ser reduzido a 1h.

A contaminação da granalha deve ser verificada conforme a ABNT NBR 15221.

A contaminação por pó na superfície do tubo jateado não deve exceder o padrão da Figura 2, da ISO 8502-3.

Aquecimento do tubo

O aquecimento dos tubos deve ser feito preferencialmente por meio de forno de indução ou outro processo que assegure a não contaminação da superfície. Não é permitido o aquecimento por chama direta.

A temperatura da superfície externa do tubo deve ser selecionada pelo revestidor, não devendo exceder 275°C, e deve estar de acordo com as recomendações do fabricante do pó epóxi. A temperatura deve verificada e monitorada antes e após a aplicação do epóxi.

Aplicação do revestimento

Aplicação do pó epóxi

O pó epóxi deve ser aplicado através de um equipamento pulverizador eletrostático ligado a um sistema de ar comprimido. O ar que alimenta o sistema de aplicação deve estar isento de água, óleo e quaisquer impurezas. O equipamento deve ser provido no mínimo de filtros separadores contendo sílica-gel e carvão ativado, para retirada de água e de óleo, respectivamente, ou de qualquer processo de secagem que garanta a pureza do ar.

Para o sistema tripla camada, deve-se ainda aplicar camada de adesivo copolimérico no tempo de gel do epóxi para que não ocorra problemas de aderência no sistema. Em seguida, aplica-se a camada externa de polipropileno.

Resfriamento

Se o revestimento aplicado trata-se de FBE, o resfriamento deve ser iniciado após a cura completa do revestimento, de acordo com os dados do fabricante do pó epóxi. Em se tratando de polipropileno tripla camada, o resfriamento deve ser feito logo após a aplicação do polipropileno. O tubo deve ser resfriado por meio de aspersão de água, de forma que, no final da linha, o tubo esteja com temperatura menor que 90°C.

Resultados e discussão

Os ensaios foram realizados em amostras de epóxi em pó, em FBE aplicado em painéis de aço jateados (Sa 3) e na película destacada. Solicitou-se pelo menos 3 amostras para cada ensaio executado. A rugosidade dos corpos de prova ficou entre 60 μm e 100 μm , parâmetro RZ_{DIN} . Em termos do processo de aplicação, alguns fornecedores optaram por utilizar pistola eletrostática, enquanto outros optaram pelo método de imersão. Para utilização como *primer*, a espessura do revestimento aplicado foi de 200 $\mu\text{m} \pm 50 \mu\text{m}$. Na qualificação de epóxi em pó como *single layer* a espessura aplicada foi de 550 $\mu\text{m} \pm 50 \mu\text{m}$.



Figura 1 – Medição de perfil de rugosidade



Figura 2 – Aplicação do revestimento

Seguem os resultados acerca dos ensaios descritos da tabela 1 que são necessários em um processo de qualificação de matéria-prima de epóxi em pó para os sistemas tripla camada e FBE *single layer*.

Massa Específica

O ensaio de massa específica foi realizado de acordo com a norma CAN/CSA Z245.20. Pode ser realizado por meio de procedimento manual (A) ou automático (B). A massa específica deve estar entre 1,30 e 1,65 g/cm^3 e aceita-se uma tolerância de 0,05 g/cm^3 em relação ao valor especificado pelo fabricante.



Figura 3 – Procedimento A



Figura 4 – Procedimento B (picnômetro)

Todos os resultados obtidos ficaram de acordo com o especificado pela Norma ABNT NBR 15221 e obedeceram a tolerância de $0,05 \text{ g/cm}^3$ em relação ao especificado pelos fabricantes. Seguem a seguir os resultados de massa específica obtidos:

Tabela 3 – Resultados de Massa Específica

Fabricante	Massa Específica (g/cm ³)
A	1,33
B	1,37
C	1,56

Granulometria

O ensaio de granulometria foi realizado conforme Norma CAN/CSA Z245.20. Este ensaio determina a homogeneidade do tamanho da partícula do pó. O material retido nas peneiras deve estar de acordo com o especificado na Norma ABNT NBR 15221. Considerando a peneira de 60 mesh, a retenção do pó epóxi deve ser de no máximo 0,2% e a retenção na peneira de 100 mesh deve ser de no máximo 3,0%.



Figura 5 – Pesagem da amostra



Figura 6 – Ensaio de granulometria

Segue na tabela abaixo a retenção de pó epóxi obtida no ensaio:

Tabela 4 – Resultados de Tamanho da Partícula

Fabricante	Retenção na peneira 60 mesh (%)	Retenção na peneira 100 mesh (%)
A	0,06	0,06
B	0,00	1,6
C	0,13	2,6

Tempo de Gel

O ensaio de tempo de gel foi realizado conforme Norma CAN/CSA Z245.20. É definido como tempo requerido para o pó ir do estado líquido ao estado de gel, propriedade importante para sua aplicação. Aquece e mantém a temperatura de uma superfície quente a $205^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ e cobre o pó epóxi sobre a superfície por meio de uma ferramenta com uma largura próxima de 25 mm. Deve-se marcar o tempo em que o epóxi atingir o tempo de gel. Para isso, aplica-se uma leve pressão através do epóxi fundido até não mais atingir a superfície metálica. O tempo de gel deve ser especificado pelo fabricante e aceita-se tolerância de $\pm 20\%$.



Figura 7 – Tempo de gel do epóxi

Figura 8 – Superfície à $205^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$

Todos os resultados obtidos ficaram de acordo com o especificado pelos fabricantes obedecendo a tolerância de 20 %. Seguem a seguir os resultados de tempo de gel:

Tabela 5 – Resultados de Tempo de Gel

Fabricante	Tempo de Gel (s)
A	20
B	9
C	8

Tempo de Cura

O ensaio de tempo de cura foi realizado conforme Norma CAN/CSA Z245.20. Deve-se aquecer e manter a temperatura da superfície metálica a $232^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Antes do epóxi atingir o tempo de gel, deve-se utilizar uma faca ou espátula a fim de remover 10 tiras de película. Por meio de DSC (Differential Scanning Calorimeter), técnica de análise térmica, determina-se ΔT_g ($T_{g4} - T_{g3}$) e porcentagem de conversão.



Figura 9 – Ensaio Tempo de Cura



Figura 10 – Equipamento DSC

De acordo com a Norma Canadense, o tempo de cura pode ser determinado (“plotado”) em função de ΔT_g ou porcentagem de conversão. Para epóxi convencional, costuma-se adotar o tempo em segundos correspondente a $\Delta T_g = 2 \text{ } ^\circ\text{C}$. Este tempo deve obedecer a uma tolerância de $\pm 20 \%$ em relação ao especificado pelo fabricante. Contudo, o epóxi em pó termicamente curado para alta temperatura, costuma apresentar valores de ΔT_g negativos, até mais negativos que a faixa indicada em norma: $-2 < \Delta T_g > +3$. Os valores negativos encontrados por meio do ensaio de DSC para determinar o grau de cura do revestimento não significa dizer que o revestimento sofreu uma sobrecura, pois se trata de uma característica do material. É pouco provável que o FBE sofra uma sobrecura sem que passe por um processo de pós cura. Testes adicionais seriam necessários a fim de averiguar este efeito, como por exemplo, ensaio de dobramento.

A análise do grau de cura do FBE *High Temp* não é tão simples, observou-se grande variabilidade de resultados ΔT_g entre os diferentes fabricantes. Com o intuito de averiguar se o revestimento aplicado está bem curado, adotou-se outro critério indicado na norma Canadense: porcentagem de conversão. Verificou-se se o tempo de cura informado pelo fabricante correspondeu a uma porcentagem de conversão de pelo menos 99 %, sem pico de energia.

A conversão é dada pela fórmula:

$$C = \frac{\Delta H - \Delta H_1}{\Delta H} \times 100$$

Onde,

C = Porcentagem de conversão;

ΔH = Reação exotérmica verificada no segundo ciclo térmico do ensaio de DSC para o pó epóxi, em J/g;

ΔH_1 = Reação exotérmica verificada no segundo ciclo térmico do ensaio de DSC para o revestimento, em J/g

Segue abaixo Tabela com os tempos de cura informados pelos fabricantes e sua respectiva porcentagem de conversão:

Tabela 6 – Resultados Tempo de Cura

Fabricante	Tempo de Cura (s)	Conversão (%)
A	120	> 99
B	300	99,8
C	240	99,9

Temperatura de Transição Vítre

Ainda em relação às características térmicas do pó epóxi, foi realizado o ensaio para determinação da temperatura de transição vítrea por meio do ensaio de DSC. Foram verificadas as características térmicas previstas na ficha técnica do produto (Tg1 e Tg2). Tg1 corresponde à temperatura de transição vítrea *onset* do pó epóxi e trata-se de um dado importante para o fabricante, pois é verificado se o material não reagiu durante a fabricação ou armazenamento. Este deve estar de acordo com o especificado pelo fabricante, aceitando-se uma tolerância de $\pm 20\%$. Tg2 corresponde à temperatura de transição de transição vítrea *onset* do revestimento e este deve ser de no mínimo, 125 °C e pelo menos 5 °C acima da temperatura de projeto, ou seja, deve-se especificar revestimentos que possuem temperatura de transição vítrea superior à temperatura de projeto do duto.

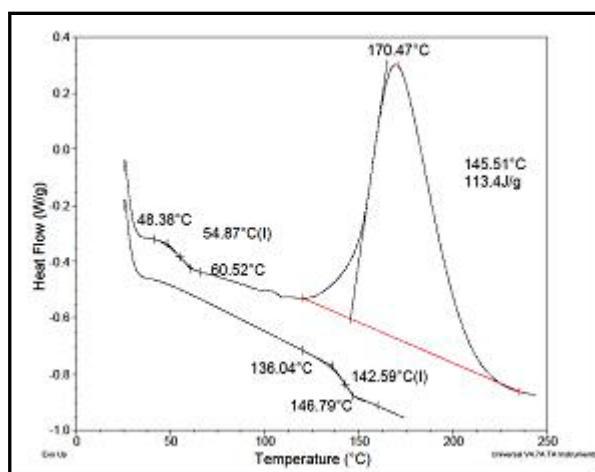


Figura 11 – Curva DSC com valores de Tg1 e Tg2

A temperatura de transição vítrea Tg1 dos materiais ficou dentro da tolerância permitida pela Norma ABNT NBR 15221 e a temperatura de transição vítrea Tg2 atendeu ao especificado. Segue a seguir tabela com resultados de Tg1 e Tg2:

Tabela 7 – Resultados Temperatura de Transição Vítre

Fabricante	Tg1 (°C)	Tg2 (°C)
A	56,87	130,86
B	55	137,95
C	55,21	142,56

Teor de Umidade

O ensaio de umidade foi realizado conforme Norma CAN/CSA Z245.20. Permite determinar o teor de umidade nas amostras de pó epóxi a partir da perda de massa antes e após ensaio. A perda de massa pode ser calculada manualmente ou utilizando uma máquina que determina automaticamente o teor de umidade por perda de massa. O teor de umidade deve ser no máximo 0,6% em massa.



Figura 12 – Pesagem da amostra



Figura 13 – Método automático

A seguir, os resultados do teor de umidade por perda de massa do pó epóxi:

Tabela 8 – Resultados Teor de Umidade

Fabricante	Teor de Umidade (%)
A	0,47
B	0,46
C	0,20

Dobramento

O ensaio de dobramento foi realizado conforme Norma CAN/CSA Z245.20. Este ensaio é realizado com o intuito de determinar a flexibilidade do revestimento aplicado sobre o substrato metálico. O raio do mandril corresponde ao ângulo de 2,5 °/PD e o revestimento não deve apresentar trincas. Para os sistemas tripla camada, este ensaio deve ser realizado a -30°C. Contudo para os sistemas *single layer* de FBE (maior espessura de epóxi), o fabricante deve especificar a temperatura de ensaio no qual seu produto pode ser utilizado: -30 °C, -18 °C ou 0 °C.



Figura 14 – Ensaio de Dobramento a -30 °C



Figura 15 – Ensaio de Dobramento

Os fabricantes que qualificaram seus produtos para atender o sistema *single layer* de FBE optaram em realizar o ensaio de dobramento a -30°C . Após os ensaios, em torno de 2 h, realizou ensaio de descontinuidade e não foi detectada qualquer descontinuidade, trinca ou descolamento no revestimento. Seguem abaixo os resultados dos ensaios de dobramento:

Tabela 9 – Resultados de Ensaio de Dobramento

Fabricante	Dobramento a 2,5 %PD – <i>primer</i> Tripla Camada	Dobramento a 2,5 %PD – <i>single layer</i> FBE
A	passa	-
B	passa	passa
C	passa	-

Espectro Infravermelho

O espectro de infravermelho deve ser realizado pelo método ATR (*Attenuated Reflectance*) ou Disco de KBr. Consiste no estudo da interação da radiação infravermelha com a matéria, revelando, principalmente, informações sobre as ligações químicas da molécula.



Figura 16 – Espectômetro de Infravermelho

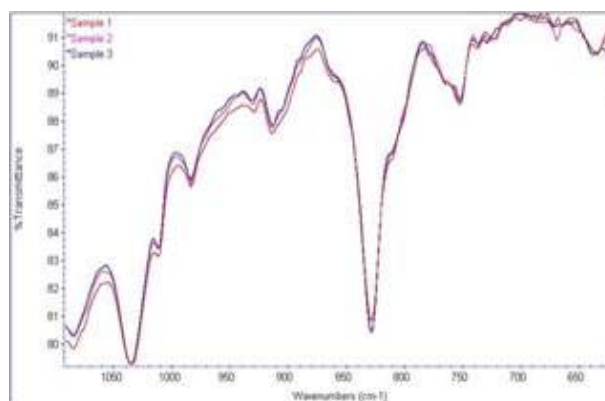


Figura 17 – Espectro sobreposto de três amostras

De acordo com a Tabela 5 do *Infrared Spectroscopy Atlas for the Coatings Industry*, a faixa característica do epóxi fica entre 750 cm^{-1} a 950 cm^{-1} . Por meio de uma análise comparativa entre os espectros na região do infravermelho, é possível saber se os materiais são compostos pelo mesmos tipos de ligações químicas, ou seja, são compostos de resina epóxi.

Seguem os resultados acerca dos ensaios descritos da tabela 2 que são necessários em um processo de qualificação de matéria-prima epóxi em pó para FBE *single layer*.

Tensão e Alongamento

O ensaio de tensão e alongamento é realizado conforme Norma ASTM D 2370. O ensaio é realizado em película livre e determina o comportamento do revestimento frente aos esforços de tensão a uma taxa de alongamento de 10% por minuto. A tensão de ruptura deve ser de no mínimo 400 kgf/cm^2 e o alongamento na ruptura de no mínimo 6% conforme especificado na Norma ABNT NBR 15221-3.

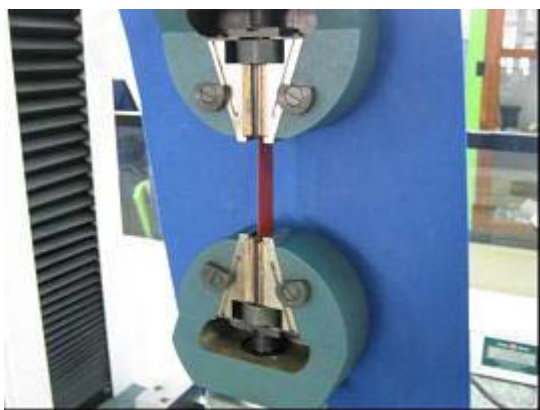


Figura 18 – Ensaio de Tração

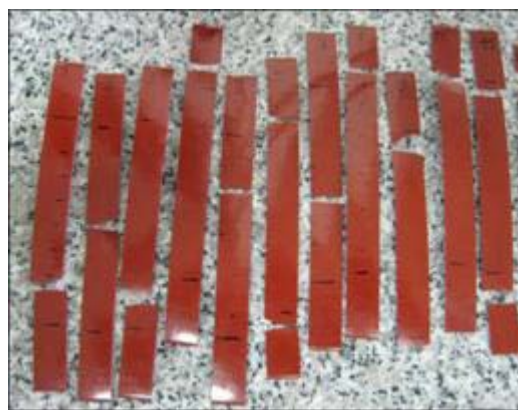


Figura 19 – Amostras após ensaio

O revestimento apresentou valores de tensão e alongamento à ruptura superior a 400 kgf/cm^2 e 6 %, respectivamente.

Tabela 10 – Resultados de Tensão e Alongamento

Fabricante	Tensão à ruptura (kgf/cm^2)	Alongamento (%)
B	603,9	6,86

Absorção de Água

O ensaio de absorção de água foi realizado conforme Norma ASTM D 570. Este ensaio é realizado em película livre para determinar a taxa de água absorvida em massa pela película ao longo do tempo. Este ensaio foi realizado a 98°C por 1000 h. A absorção de água deve ser de no máximo 10%.



Figura 20 – Pesagem da amostra antes do ensaio



Figura 21 – Ensaio Absorção de água

A absorção de água verificada nas amostras após 1000 h de ensaio foi menor que 10 %. Indica-se na tabela abaixo a média obtida entre as amostras:

Tabela 11 – Resultados de Absorção de Água

Fabricante	Absorção de Água (%)
B	1,74

Rigidez Dielétrica

Este ensaio foi realizado conforme Norma ASTM D 149 (meio ar). Determina-se a voltagem de ruptura (KV/mm) do revestimento no momento da falha dielétrica com incremento a uma taxa de 100 V/s. Trata-se da capacidade de interromper o circuito elétrico durante a reação de corrosão, impedindo a passagem de corrente elétrica através do revestimento. A rigidez dielétrica do revestimento deve ser de no mínimo 40 kV/mm, conforme especificado na Norma ABNT 15221-3.



Figura 22 – Equipamento ensaio de rigidez dielétrica

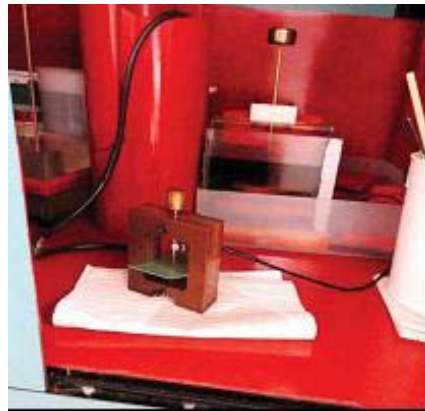


Figura 23 – Ensaio rigidez dielétrica (meio ar)

A voltagem de ruptura foi superior ao especificado pela Norma ABNT NBR 15221-3.

Tabela 12 – Resultado de Rigidez Dielétrica

Fabricante	Rigidez Dielétrica (kV/mm)
B	51,2

Descolamento Catódico

O ensaio de descolamento catódico foi realizado conforme Norma CAN/CSA Z245.20. O ensaio objetiva determinar a resistência do revestimento quando submetido ao processo de evolução de hidrogênio causado pela ação de sistemas de proteção catódica quando houver falha no revestimento. Os ensaios foram realizados em 28d@23°C@-1,5V. O raio medido a partir da borda deve ser de no máximo 7 mm.



Figura 24 – Ensaio descolamento catódico (DC)



Figura 25 – Após ensaio de DC

Os resultados de descolamento catódico atenderam o especificado na Norma ABNT NBR 15221-3. Segue abaixo a média de descolamento catódico obtido nos corpos de prova.

Tabela 13 – Resultado de Descolamento Catódico

Fabricante	Descolamento Catódico 28dias @ 23°C @ -1,5V (mm)
B	4,4

Resistência à Abrasão

Este ensaio foi realizado de acordo com a Norma ASTM D 4060. Este ensaio tem como objetivo determinar a resistência à abrasão do revestimento aplicado e é reportada como perda de massa em função do número de ciclos. De acordo com o especificado pela ABNT NBR 15221-3, a perda de massa em 3000 ciclos deve ser de no máximo 200 mg e em 5000 ciclos de no máximo 350 mg. Pode-se optar por um dos dois ciclos.



Figura 26 – Ensaio de Abrasão

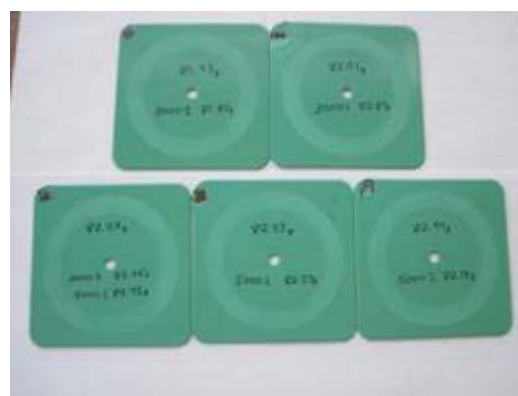


Figura 27 – Após ensaio de abrasão

Optou-se por fazer o ensaio em 3000 ciclos. A perda de massa medida ficou dentro do especificado em norma. Segue abaixo tabela com resultados da perda de massa em 3000 ciclos.

Tabela 14 – Resultado de Resistência à Abrasão

Fabricante	Perda de massa (mg) em 3000 ciclos
B	91,83

Dobramento / Polarização

Este ensaio foi realizado no revestimento aplicado conforme Norma CAN/CSA Z245.20. Tem como objetivo avaliar a adesão do revestimento a baixa tensão e igualmente a preparação da superfície. O corpo de prova (CP) revestido ficou condicionado a -30°C e este foi submetido ao dobramento 2,5 %PD e em seguida polarizado a uma voltagem de -1,5 V por 28 dias. O revestimento não deve apresentar trincas ou descolamento.



Figura 28 – Ensaio Dobramento/polarização



Figura 29 – Amostras após ensaio

Após os 28 dias de ensaio, o revestimento não apresentou trincas ou descolamento.

Tabela 15 – Resultado de Dobramento/Polarização

Fabricante	Dobramento
B	Sem trincas

Envelhecimento à Luz

O ensaio de resistência às intempéries (UV e umidade) foi realizado de acordo com a Norma ASTM G 154, ciclo 1. Espera-se que a resina epoxídica perca brilho e tonalidade quando exposta aos raios UV e observa-se a ocorrência de empoamento que consiste da degradação natural da película caracterizada pela formação de pó na superfície da película. Dutos enterrados não permanecem muito tempo expostos aos raios solares. Contudo, sempre existem períodos de estocagem e manuseio a céu aberto, que devem ser controlados. O ensaio foi conduzido por 1000 h e o revestimento não deve apresentar defeitos.



Figura 30 – Ensaio de envelhecimento UV



Figura 31 – Amostra após 1000 h de ensaio

A degradação por meio de raios UV é natural para a resina epóxi, mas é superficial e não significa perda de suas propriedades anticorrosivas. Após o ensaio não foi constatada qualquer defeito na película. Para informação, realizou-se medidas de espessura pelo método magnético em pontos localizados conforme Norma SSPC PA2 e brilho a 60°, UB conforme ASTM D 523 antes e após ensaio.

Tabela 16 – Resistência às Intempéries

Fabricante	Resistência às Intempéries	Medição de espessura (μm)		Brilho 60°, UB	
		Inicial	Final	Inicial	Final
B	Sem defeitos	588,5	540,4	75,2	3,1

Para cada CP (total de 3) foram realizadas medições em 5 regiões diferentes (estabelecidas por máscara), sendo que em cada uma delas, foram realizadas 3 medidas. Dentre os diversos pontos, a maior redução de espessura foi de 48,1 μm e que correspondeu 8,2 % da espessura inicial. Este ponto teve como desvio padrão 10 μm . Em relação ao brilho, indicou-se na tabela acima o resultado em que se perdeu mais brilho após o ensaio dentre os diversos pontos analisados.

Névoa Salina

O ensaio de névoa salina foi realizado no revestimento aplicado conforme Norma ASTM B 117. Este ensaio é realizado em uma atmosfera corrosiva controlada para produzir informações de resistência à corrosão relativa. O ensaio foi realizado por 1000 h e não poderá ocorrer corrosão sob o filme, empolamento e perda de aderência não deve ultrapassar 3 mm.

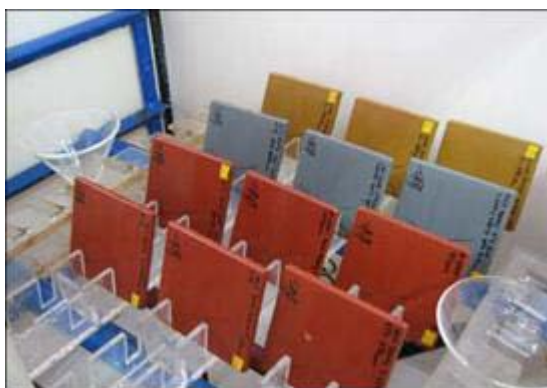


Figura 32 – Início ensaio névoa salina



Figura 33 – Durante ensaio

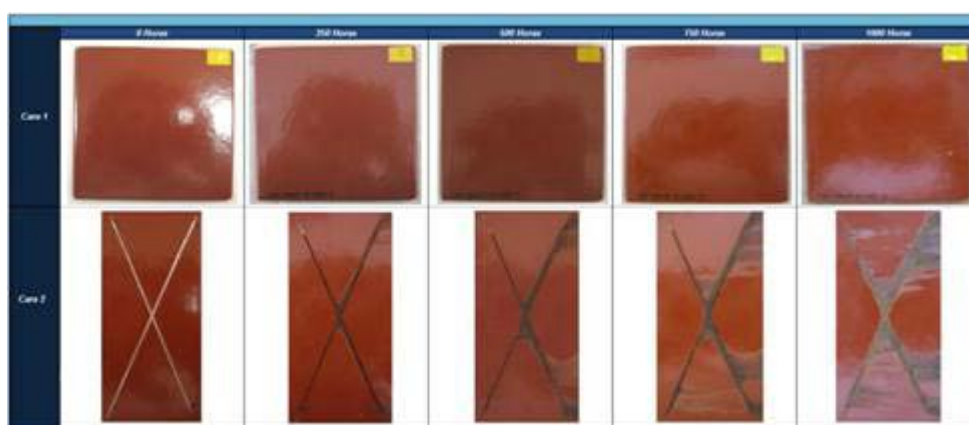


Figura 34 – Amostras após 1000 h

Os resultados dos ensaios foram considerados satisfatórios. Não foi constatada qualquer falha associada a empolamento ou produtos de corrosão após 1000 h de ensaio.

Transmissão de Vapor de Água

Este ensaio deve ser realizado conforme Norma ASTM E 96 (método água). Este ensaio é realizado em película livre a 38°C e 50% de umidade relativa para estabelecer a capacidade do revestimento de atuar como barreira para passagem do vapor de água através da película por unidade de área e tempo. Admite-se uma tolerância de $\pm 20\%$ referente ao valor especificado pelo fabricante do pó epóxi.



Figura 35 – Preparação das amostras



Figura 36 – Ensaio de Transmissão de vapor

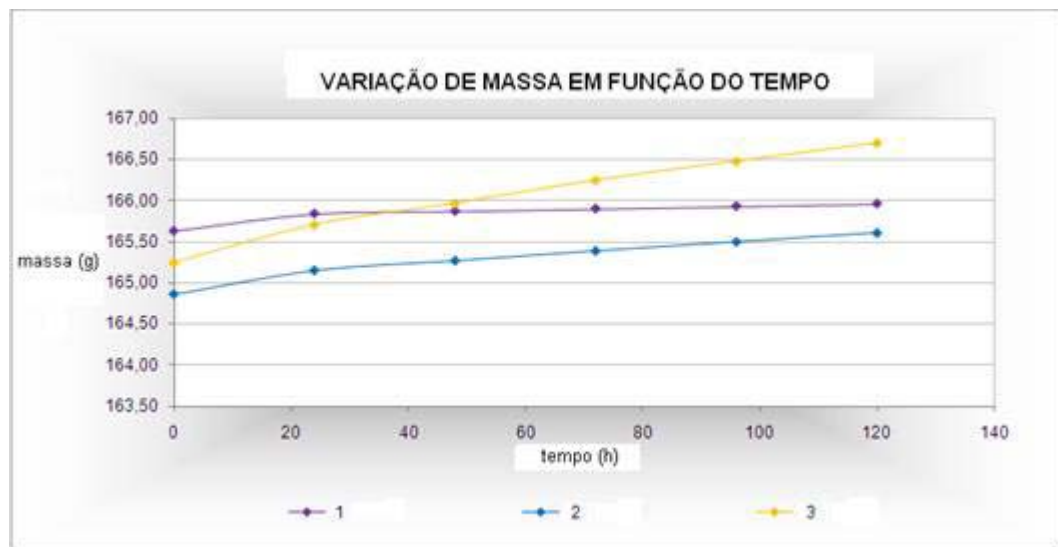


Figura 37 – Representação gráfica de resultados de 3 amostras

A transmissão de vapor de água ($\text{g}/(\text{h} \cdot \text{m}^2)$) é dada pela fórmula:

$\text{WVT} = G/t \cdot A$, onde:

G = mudança de massa, g;

t = tempo, h;

A = área de teste, m^2

A média da transmissão de vapor de água para as três amostras foi de $0,3587 \text{ g}/(\text{h} \cdot \text{m}^2)$. Este valor ficou dentro da tolerância de $\pm 20\%$ referente ao valor informado pelo fabricante.

Tabela 17 – Resultado de Transmissão de Vapor de Água

Fabricante	Transmissão de vapor d`água
B	0,3587

Conclusões

O FBE *High Temp* pode ser utilizado como revestimento anticorrosivo externo de dutos enterrados ou submersos em sistemas de isolamento térmico. Seguem-se algumas conclusões acerca deste trabalho:

- As matérias-primas de FBE High Temp, epóxi em pó termicamente curado para alta temperatura, atenderam todos os requisitos de qualificação estabelecidos pelas Normas ABNT e Especificação Técnica complementar;
- Observou-se que mesmo para valores $d\Delta T_g$ (grau de cura) mais negativos que os usualmente encontrados para os epóxios convencionais, o FBE *High Temp* pode estar bem curado. Testes adicionais são importantes para averiguar o grau de cura;
- Ensaios considerados críticos para materiais que possuam temperatura de transição vítrea mais elevada tais como, dobramento e alongamento, apresentaram resultados satisfatórios e atenderam o mesmo critério adotado para os convencionais;
- Após estes ensaios de qualificação descritos no trabalho conclui-se que o FBE, como matéria-prima, trata-se de um bom anticorrosivo. Há um forte indicativo que este material possa ser utilizado em revestimento externo de tubos como *single layer* de FBE ou *primer* dos sistemas tripla camada. Contudo, há necessidade de averiguar a aplicabilidade deste material em tubos e a sua compatibilidade com outras matérias-primas que compõem um sistema de revestimento. Desta forma, o próximo passo será a qualificação do procedimento de aplicação em uma planta de revestimento.