

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

SOLDAGEM PONTUAL POR FRICÇÃO (FSpW) DE POLIAMIDA 6

Joel Gonçalves

São Carlos-SP
2015

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

SOLDAGEM PONTUAL POR FRICÇÃO (FSpW) DE POLIAMIDA 6

Joel Gonçalves

Dissertação apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em Ciência e
Engenharia de Materiais como requisito parcial
à obtenção do título de MESTRE EM CIÊNCIA
E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Orientador: Dr. Leonardo Bresciani Canto

Co-Orientador: Dr. Sergio de Traglia Amancio Filho

Agência Financiadora: CAPES

São Carlos-SP

2015

Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da Biblioteca Comunitária UFSCar
Processamento Técnico
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

G635s Gonçalves, Joel
 Soldagem pontual por fricção (FSpW) de poliamida 6
 / Joel Gonçalves. -- São Carlos : UFSCar, 2015.
 175 p.

 Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal de
 São Carlos, 2015.

 1. Soldagem. 2. Poliamida 6. I. Título.

VITAE DO CANDIDATO

Formado em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos
(UFSCar).

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Joel Gonçalves, realizada em 03/08/2015:

Prof. Dr. Leonardo Bresciani Canto
UFSCar

Profa. Dra. Silvia Helena Prado Bettini
UFSCar

Prof. Dr. Tonilson de Souza Rosendo
UNIPAMPA

AGRADECIMENTOS

Aos meus orientadores prof. Dr. Sérgio Amancio pela oportunidade de trabalhar no Centro de Pesquisa HZG na Alemanha, por todo conhecimento ensinado e pelas inúmeras reuniões onde muitas ideias surgiram, e ao prof. Dr. Leonardo Canto por ser um orientador sempre presente, de muito fácil acesso e que permitiu que meu trabalho fosse não somente da área tecnológica, mas também apresentasse uma larga influência em ciência dos polímeros.

À Universidade Federal de São Carlos e todos os seus docentes e colaboradores pela qualidade de ensino que me levaram a concluir com êxito esse trabalho.

Aos meus amigos do mestrado, João Victor, Camila Rodrigues, Lucas Castro e aos meus amigos e companheiros pelas experiências na Europa: Eduardo Feistauer, Luiz Victor Natri, Marcelo Macedo, Amauri Mosquen, Diego Paulino, Kaio Niitsu, Otavio, Felipe Kroeff, Thiago Figueiredo, Debora Piccolo, Skitter, Gabriel, Luciano Bergmann, Andre Abibe, Lucian Blaga, Ana Guerra, Gustavo Valio, Jan Carstensen, Marilia Sonogo, Juliano Soyama, Daniela Benedini, Seyed. E também ao Bruno Proença pelas horas no DSC e viscosimetria ajudando na pesquisa.

À minha família por me passar os valores que me formaram e por me apoiarem em todas as minhas decisões.

À minha noiva e companheira Letícia por estar do meu lado dia a dia compartilhando das minhas vitórias e me auxiliando em meus desafios.

Aos meus amigos de graduação pela companhia e amizade durante os anos morados em São Carlos.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de nível superior (CAPES) pelo bolsa de mestrado e à FAPESP pela bolsa de iniciação científica concedida ao aluno Bruno Cordeiro de Proença.

RESUMO

A Soldagem Pontual por Fricção (FSpW) foi desenvolvida e patenteada pela Helmholtz-Zentrum Geesthacht (HZG), na Alemanha. A FSpW é uma técnica de soldagem pontual que ocorre por meio da fricção de uma ferramenta, com movimentos rotacional e axial, através das amostras, gerando aquecimento suficiente para fundir e misturar localmente o(s) polímero(s), com posterior consolidação sob pressão. Este estudo teve como principal objetivo investigar o uso da FSpW na fabricação de juntas pontuais entre chapas de poliamida 6 (PA6) sobrepostas. Experimentos do tipo fatorial completo (2^4) e análise de variância (ANOVA) possibilitaram a compreensão dos efeitos dos parâmetros de soldagem, velocidade de rotação (VR), tempo de soldagem (TS), profundidade de penetração da ferramenta (PP), tempo de consolidação (TC), e de suas interações, sobre características microestruturais e a resistência mecânica das juntas. Os parâmetros velocidade de rotação (VR) e tempo de soldagem (TS), dentro dos limites estudados, apresentaram maior influência sobre a resistência mecânica das juntas, alcançando 26 MPa. Este comportamento foi relacionado à maior geração de calor durante a soldagem, atingindo temperaturas de até 275°C, conseqüentemente, aumentando a área soldada. A utilização do parâmetro tempo de consolidação (TC), idealizado neste estudo, possibilitou o resfriamento e solidificação do polímero sob pressão, melhorando o acabamento superficial da solda e evitando a formação de defeitos. Juntas com maiores valores de resistência ao cisalhamento sob tração apresentaram maior probabilidade de falha por fratura de uma das chapas, enquanto que juntas menos resistentes falharam por separação das chapas. O grau de cristalinidade da PA6 nas soldas não sofreu variação significativa e observou-se um decréscimo de até 7% na massa molar da PA6 em relação ao material de base ($M_v = 41.800 \text{ g/mol}$) que ocorreu de forma linear com o aumento da temperatura durante a solda, porém essa alteração não comprometeu a resistência mecânica da solda.

FRICION SPOT WELDING (FSPW) OF POLYAMIDE 6

ABSTRACT

Friction Spot Welding (FSpW) is an innovative technique developed and patented in 2005 by the Helmholtz Zentrum Geesthacht (HZG) research center in Germany. FSpW uses the friction between a rotating tool and the workpieces to generate heat enough to cause diffusion across the interface to consolidate the weld. This new welding technology has been tested and optimized with the objective of produce overlap weld joints between two polyamide 6 plates. Full factorial design of experiments (24) and analysis of variance (ANOVA) allowed to explain the effects of weld parameters as rotational speed (RS), welding time (WT), plunge depth (PP), holding pressure time (HPT) and the interactions between these main parameters on the microstructural characteristics and mechanical strength of the joints. The rotational speed (RS) and welding time (WT), within the limits studied, had greater influence on the mechanical single lap shear strength of the joints that achieved up to 26 MPa. This behavior was related to the higher heat generation during the weld, reaching temperatures of up to 275°C, thereby increasing the welded area. The parameter holding pressure time (HPT), designed in this study allowed the cooling and solidification of the polymer under pressure, improving the weld surface finishing and avoiding defects as voids in the weld area. The most common failure for the joints with higher mechanical strength was the fracture of one of the plates while the joints with lower mechanical strength showed interface shear failure. The degree of crystallinity of PA6 in the welded area did not show a significant difference as compared to the base material. The molecular weight of PA6 in the welded area was reduced in the worst case 7% as compared to the base material ($M_v = 41.800 \text{ g/mol}$), and that reduction occurred linearly with the increase of the temperature during the welding; however, that low degree of degradation was not found to affect the mechanical strength of the joints. These characteristics emphasize the potential of this FSpW as an alternative to the current welding methods for polyamide 6.

PUBLICAÇÕES

GONÇALVES, J; AMANCIO-FILHO, S.T; DOS SANTOS, J.F; CANTO, L.B.
Friction spot welding of carbon fiber-reinforced polyamide 66 laminate. Aceito para publicação na revista **Materials Letters**, V.159, P.506-509, 2015.

GONÇALVES, J; PROENÇA, B.C; AMANCIO-FILHO, S.T; DOS SANTOS, J.F; CANTO, L.B. Soldagem Pontual por Fricção de Poliamida 6: Avaliação da Extensão da Degradação do Polímero. Artigo aceito no **13° Congresso Brasileiro de Polímeros (13° CBPol)**, Natal, 2015

GONÇALVES, J; AMANCIO-FILHO, S.T; DOS SANTOS, J.F; CANTO, L.B.
Aperfeiçoamento da Técnica de Soldagem Pontual por Fricção (FSpW) para união de Poliamida 6 e Laminado de Poliamida 66 com Fibra de Carbono. Revista **Soldagem e Inspeção**, V.19, n.1, p.19-27, São Paulo, 2014.

GONÇALVES, J; AMANCIO-FILHO, S.T; DOS SANTOS, J.F; CANTO, L.B.
Estudos Preliminares na Soldagem Pontual por Fricção (FSpW) de chapas de Poliamida 6. **12° Congresso Brasileiro de Polímeros (12° CBPol)**, Florianópolis, 2013.

PROENÇA, B.C; GONÇALVES, J; AMANCIO-FILHO, S.T; CANTO, L.B.
Análise Comparativa de Medidas de Massa Molar de Poliamida 6 por Viscosimetria em Solução de Ácido Fórmico Via Métodos de Diluição e de Concentração Única. **12° Congresso Brasileiro de Polímeros (12° CBPol)**, Florianópolis, 2013.

PROENÇA, B.C; GONÇALVES, J; AMANCIO-FILHO, S.T; CANTO, L.B.
Avaliação da Degradação da Poliamida 6 no Processo de Soldagem Pontual por Fricção. **10° Congresso de Iniciação Científica da UFSCar (10° CIC)**, São Carlos, 2013.

GONÇALVES, J; AMANCIO-FILHO, S.T; DOS SANTOS, J.F; CANTO, L.B. Soldagem Pontual por Fricção (FSpW) de Poliamida 6 e Laminado de Poliamida 66 com Fibra de Carbono. **20° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Anais do 20° CBECIMat**, Joinville, 2012.

GONÇALVES, J; AMANCIO-FILHO, S.T; DOS SANTOS, J.F; CANTO, L.B. Aperfeiçoamento da Técnica de Soldagem Pontual por Fricção (FSpW) para União de Poliamida 6 e Laminado de Poliamida 66 com Fibra de Carbono Através da Otimização de Parâmetros de Processo e do Tamanho da Ferramenta. **38° Congresso Nacional de Soldagem (XXXVIII CONSOLDA)**, Ouro Preto, 2012

SUMÁRIO

FOLHA DE APROVAÇÃO	I
AGRADECIMENTOS	III
RESUMO	V
ABSTRACT	VII
PUBLICAÇÕES.....	IX
SUMÁRIO	XI
ÍNDICE DE FIGURAS	XV
ÍNDICE DE TABELAS	XXV
ÍNDICE DE ABREVIATURAS.....	XXVII
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1 POLIAMIDA 6 (PA6).....	5
2.2 PROCESSOS DE UNIÃO DE POLÍMEROS	10
2.2.1 CLASSIFICAÇÃO DOS PROCESSOS DE UNIÃO	10
2.2.2 TEORIA DA SOLDAGEM DE POLÍMEROS	14
2.2.3 SOLDAGEM POR FRICÇÃO.....	16
2.2.3.1 ASPECTOS GERAIS.....	16
2.2.3.2 SOLDAGEM POR FRICÇÃO LINEAR ('FRICTION STIR WELDING – FSW').....	16
2.2.3.3 SOLDAGEM PONTO POR FRICÇÃO ('FRICTION STIR SPOT WEDING – FSSW').....	18
2.2.3.4 SOLDAGEM PONTUAL POR FRICÇÃO ('FRICTION SPOT WELDING – FSPW').....	21
2.3 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS E ANÁLISE DE DADOS	24
2.3.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS	24
2.3.2 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTO UTILIZANDO FATORIAL COMPLETO	26
2.3.3 COMPARAÇÃO DE MÉDIAS PELO MÉTODO DE TUKEY	28
2.3.4 PLANEJAMENTO FATORIAL UTILIZANDO FATORIAL COMPLETO SEM RÉPLICAS.....	29
2.3.5 REGRESSÃO LINEAR PARA PROPOSIÇÃO DE MODELOS ESTATÍSTICOS.....	30
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	33
3.1 POLIAMIDA 6.....	33
3.2 PLANO DE TRABALHO	33
3.3 PROCEDIMENTO DE SOLDAGEM PONTUAL POR FRICÇÃO (FSPW)	35

3.4 PLANEJAMENTO DOS EXPERIMENTOS.....	37
3.5 MONITORAMENTO TÉRMICO POR CÂMERA DE INFRAVERMELHO	41
3.6 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS JUNTAS.....	44
3.7 DETERMINAÇÃO DAS ZONAS MICROESTRUTURAIS POR ENSAIOS DE MICRODUREZA.....	45
3.8 DETERMINAÇÃO DO GRAU DE CRISTALINIDADE DA PA6 NA ZONA DE MISTURA DAS SOLDAS POR CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC).....	45
3.9 DETERMINAÇÃO DA MASSA MOLAR DA PA6 NA ZONA DE MISTURA DAS SOLDAS POR VISCOSIMETRIA DE SOLUÇÃO DILUÍDA	47
3.10 ENSAIO MECÂNICO DE CISALHAMENTO SOB TRAÇÃO DAS JUNTAS	49
3.11 DETERMINAÇÃO DO CONSUMO DE ENERGIA DURANTE A SOLDAGEM.....	50
3.12 AVALIAÇÃO DO DESGASTE DA FERRAMENTA	52
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	53
4.1 TEMPERATURA DO PROCESSO.....	53
4.1.1 ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE SOLDAGEM NA TEMPERATURA SUPERFICIAL FINAL DAS JUNTAS.....	54
4.1.2 ANÁLISE DOS PARÂMETROS DE SOLDAGEM QUE INFLUENCIAM NO AUMENTO DA TEMPERATURA DO PROCESSO	62
4.2 ACABAMENTO SUPERFICIAL DAS JUNTAS.....	67
4.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS SOLDAS	74
4.4 ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS LOCAIS E SUA CORRELAÇÃO COM A MICROESTRUTURA DAS SOLDAS.....	84
4.5 GRAU DE CRISTALINIDADE DA PA6 NA ZONA DE MISTURA DAS SOLDAS	88
4.6 MASSA MOLAR DA PA6 NA ZONA DE MISTURA DAS SOLDAS.....	91
4.7 RESISTÊNCIA MECÂNICA DAS JUNTAS NO ENSAIO DE CISALHAMENTO SOB TRAÇÃO.....	99
4.8 MECANISMOS DE FRATURA DAS JUNTAS.....	111
4.9 CONSUMO DE ENERGIA DURANTE A SOLDAGEM	115
4.10 ANÁLISE DE DESGASTE DA FERRAMENTA	121
4.11 ESCOLHA DA CONDIÇÃO DE SOLDAGEM PONTUAL ÓTIMA DE CHAPAS DE PA6 BASEADO NA ANÁLISE CONJUNTA DOS PARÂMETROS E RESPOSTAS DA FSPW.....	123
4.12 MODELAGEM ESTATÍSTICA DA SOLDAGEM PONTUAL DE CHAPAS DE PA6 POR FSPW	126
4.12.1 TEMPERATURA SUPERFICIAL MÁXIMA.....	128

4.12.2 ACABAMENTO SUPERFICIAL.....	130
4.12.3 PROFUNDIDADE DE IMPRESSÃO DEIXADA PELA FERRAMENTA	133
4.12.4 MASSA MOLAR	134
4.12.5 RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO SOB TRAÇÃO.....	136
4.12.6 CONSUMO DE ENERGIA.....	139
5 CONCLUSÕES.....	141
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	145
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	147
APÊNDICE A– MONITORAMENTO TÉRMICO	163
APÊNDICE B – MICROGRAFIA DA REGIÃO TRANSVERSAL	167
APÊNDICE C – ENSAIOS MECÂNICOS.....	171

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1: Patentes em Soldagem por Fricção Linear (FSW).....	2
Figura 2-1: Estrutura química da unidade de repetição da poliamida 6 (PA6). ...	5
Figura 2-2: Representação esquemática das ligações de hidrogênio entre as cadeias da PA6: forma α antiparalela (a) e forma γ paralela (b).	7
Figura 2-3: Efeito do teor de umidade sobre a resistência à tração e a deformação na ruptura de uma PA6. Adaptado de [25].	8
Figura 2-4: Representação da reação de hidrólise de uma poliamida [29].	8
Figura 2-5: Mecanismo básico de degradação termo-oxidativa de poliamidas alifáticas. Adaptado de [28].	9
Figura 2-6: a) Decaimento da viscosidade relativa da PA6 com o tempo de degradação a diferentes temperaturas; b) Alongamento na ruptura em função da viscosidade relativa. Adaptado de [28].	10
Figura 2-7: Classificação dos processos de união de polímeros [1].	11
Figura 2-8: Soldagem por Fricção Linear ('Friction Stir Welding – FSW'). a) Geometria da ferramenta; b) Esquema do Processo.....	17
Figura 2-9: Ilustração da ferramenta de FSW com sapata aquecida desenvolvida por Nelson <i>et. al</i> [55].	18
Figura 2-10: Esquema ilustrativo das etapas da soldagem ponto por fricção ('Friction Stir Welding – FSSW').....	19
Figura 2-11: Ferramentas utilizadas na Soldagem Pontual por Fricção ('Friction Spot Welding – FSpW'). a) Pino, b) Camisa, c) Anel de Fixação...	21
Figura 2-12: Ilustração do processo de Soldagem Pontual por Fricção ('Friction Spot Welding – FSpW'): a) Etapas do processo na variante camisa-penetrante; b) Detalhes da etapa de interdifusão.	23
Figura 2-13: Micrografia da seção transversal de uma junta de poliamida 6 obtida por soldagem pontual por fricção ('Friction Spot Welding – FSpW') mostrando as delimitações das regiões microestruturais. A linha preta foi adicionada intencionalmente para definir o centro da solda. [15]	24

Figura 2-14: Etapas de um planejamento de experimentos. Adaptado de [82].	26
Figura 2-15: Curva de distribuição normal, e as regiões críticas bilaterais para os casos onde (a) H_0 é rejeitado e (b) H_0 não é rejeitado. Adaptado de [83]......	28
Figura 3-1: Etapas do planejamento experimental do estudo de soldagem de chapas de PA6 por FSpW.	33
Figura 3-2: Foto do equipamento de Soldagem Pontual por Fricção (FSpW) modelo RPS 100 da Harms & Wende com detalhes da ferramenta.	35
Figura 3-3: Ilustração das amostras soldadas na configuração junta simples sobreposta ('single lap-shear') de acordo com a norma ASTM D3163-08 [99]......	35
Figura 3-4: Ilustração do porta amostras utilizado para a fixação das amostras de PA6 durante a soldagem por FSpW.	36
Figura 3-5: Procedimento de preparação das amostras para o monitoramento térmico durante a soldagem FSpW. a) chapa de poliamida; b) demarcação da posição da solda; c) adesivo para proteção contra pintura; d) recobrimento com tinta preta; e) remoção dos adesivos.	42
Figura 3-6: Equipamento utilizado para o monitoramento térmico durante a soldagem FSpW.	42
Figura 3-7: Representação esquemática do monitoramento da temperatura do polímero e da ferramenta por câmera de infravermelho durante a soldagem FSpW.	43
Figura 3-8: Ilustração da metodologia utilizada para a extração da área de interesse das juntas para as análises macro e microscópica.	44
Figura 3-9: Acabamento superficial do topo de uma junta de PA6 soldada por FSpW. As marcas deixadas pelas ferramentas foram utilizadas como base para delimitação da região de interesse para a análise do grau de cristalinidade das soldas (anel formado entre o pino e o anel de fixação).	46

- Figura 3-10. Ilustração da metodologia utilizada para extração da zona de mistura (ZM) das soldas para a análise de DSC.....47
- Figura 3-11: Monitoramento de vídeo mostrando a flexão das juntas ocorrida durante o ensaio mecânico de cisalhamento sob tração (a) Início da medição; (b) Imagem 2 segundos antes da quebra; (c) detalhe mostrando a flexão ocorrida; (d) após quebra.....50
- Figura 3-12- Exemplo de gráfico obtido pelo equipamento de solda por FSpW mostrando o consumo de corrente do eixo, do pino e da camisa. .51
- Figura 3-13 – Exemplo de uma medição realizada pelo perfilômetro e a foto da ferramenta utilizada.....52
- Figura 4-1: Temperaturas máximas superficiais após a soldagem das juntas pontuais de PA6 em função das condições de soldagem FSpW. ...53
- Figura 4-2: Gráficos de efeitos principais dos parâmetros de soldagem FSpW das juntas de PA6 sobre a temperatura superficial máxima após a soldagem60
- Figura 4-3: Gráficos de interações de 2ª ordem entre os parâmetros de soldagem FSpW das juntas de PA6 sobre a temperatura superficial máxima após a soldagem61
- Figura 4-4- Gráficos de efeito padrão normalizados utilizando o método de Lenth para a temperatura superficial máxima após a soldagem. ...55
- Figura 4-5- Diagrama de Pareto utilizando o método de Lenth para a temperatura superficial máxima de juntas de PA6 soldadas por FSpW utilizando todos os fatores da análise estatística (VR: velocidade de rotação; PP: profundidade de penetração; TS: tempo de soldagem; TC: tempo de consolidação).....56
- Figura 4-6: Diagrama de Pareto para a temperatura superficial máxima de juntas de PA6 soldadas por FSpW (VR: velocidade de rotação; PP: profundidade de penetração; TS: tempo de soldagem; TC: tempo de consolidação).....58
- Figura 4-7: Comparação entre a temperatura superficial da solda entre uma condição com TC no mínimo (PP5) e com o parâmetro TC no máximo (PP6); (a) Termograma; (b) Imagem de

infravermelho da condição PP5 (b-1) e da condição PP6 (b-2) mostrando a temperatura máxima medida.	62
Figura 4-8: Gráficos de efeitos utilizando como resultado a temperatura máxima alcançada no processo para as condições com o parâmetro TC fixado em seu valor mínimo de 0,5 s.	63
Figura 4-9: Gráficos de efeitos utilizando como resultado a temperatura máxima alcançada no processo para as condições com o parâmetro TC fixado em seu valor máximo de 20 s.	64
Figura 4-10: Imagens obtidas pela câmera de infravermelho. a) Condição PP2; b) Condição PP14; 1: momento em que o material é expulso do interior da solda; 2: momento em que a ferramenta se desacopla da região de soldagem.	67
Figura 4-11: Exemplificação dos 6 tipos de acabamento superficial observados. a) Pontuação 1 (amostra PP13.2); b) Pontuação 2 (amostra PP11.2); c) Pontuação 3 (amostra PP5.1); d) Pontuação 4 (amostra PP3.5); e) Pontuação 5 (amostra PP 14.3); f) Pontuação 6 (amostra PP16.1).	68
Figura 4-12: Gráfico de efeitos principais dos parâmetros de soldagem sobre o acabamento superficial das juntas de PA6.	71
Figura 4-13: Termograma e acabamentos superficiais de duas soldas mostrando a influência significativa do parâmetro TC sobre essas respostas. A junta obtida na condição de soldagem PP11 com TC mínimo (0,5 s) recebeu nota 2 enquanto que a solda PP12 com TC máximo (20,5 s) recebeu nota 6 com relação ao acabamento superficial.	72
Figura 4-14: Gráficos de efeitos de interações entre os parâmetros de soldagem FSpW sobre o acabamento superficial das juntas de PA6.	73
Figura 4-15: Diagrama de Pareto mostrando a influência dos parâmetros de soldagem sobre o acabamento superficial das juntas de PA6. VR: velocidade de rotação; PP: profundidade de penetração; TS: tempo de soldagem; TC: tempo de consolidação.	70

- Figura 4-16: Ilustração do deslocamento das partes das ferramentas e seus respectivos volumes.....74
- Figura 4-17: Imagens de microscópio ótico da seção transversal e do topo de juntas exemplificando os 3 tipos de estruturas obtidas para as soldas; a) Tipo I (condição PP7); b) Tipo II (condição PP9); c) Tipo III (condição PP10).....75
- Figura 4-18: Imagens de microscópio ótico da seção transversal de juntas com delimitação da área soldada (linha tracejada laranja) e da área penetrada pela ferramenta (linha preta tracejada) obtidas em diferentes de condições de parâmetros de soldagem: a) Condição com parâmetros de soldagem nos limites inferiores, b) Condição com parâmetros de soldagem intermediários, c) Condição com parâmetros de soldagem nos limites superiores.77
- Figura 4-19: Representação esquemática da penetração da ferramenta no topo das juntas de PA6 quando um grande volume de material polimérico é afetado termicamente ao redor da região soldada. ...78
- Figura 4-20: Gráficos de efeitos principais dos parâmetros de soldagem FSpW sobre a profundidade de impressão da ferramenta no topo das juntas de PA6.....82
- Figura 4-21: Gráficos de interações dos parâmetros de soldagem FSpW sobre a profundidade de impressão da ferramenta no topo das juntas de PA6.84
- Figura 4-22: Diagrama de Pareto para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem FSpW na profundidade de impressão da ferramenta no topo das juntas de PA6.81
- Figura 4-23: Imagem da seção transversal da solda de uma solda (amostra PP10) mostrando as linhas de medidas de microdureza Vickers juntamente com os valores medidos ao longo das linhas pontilhadas amarelas partindo do centro da solda até a borda.....85
- Figura 4-24: Gráficos das análises de microdureza Vickers da amostra soldada na condição PP10 sobreposto à respectiva micrografia da seção

- transversal da zona de mistura da solda com as três linhas de indentações. 86
- Figura 4-25: Micrografia da seção transversal da amostra soldada na condição PPV2 mostrando o mapa de microdureza superficial com delimitação da zona de mistura (ZM) e demais zonas microestruturais. 87
- Figura 4-26: Ilustração do fluxo do material durante o processo de soldagem, mostrando em amarelo o volume de material que foi afetado termicamente, em vermelho o material que mais sofreu orientação devido à fricção com a ferramenta e em verde o material que foi não foi afetado substancialmente. 88
- Figura 4-27: Grau de cristalinidade médio da PA6 na zona de mistura (ZM) das soldas em função das condições de soldagem FSpW. 89
- Figura 4-28: Massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura das soldas em função das condições de soldagem FSpW. 92
- Figura 4-29: Gráficos de efeitos dos parâmetros de soldagem FSpW sobre a massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura das soldas. 97
- Figura 4-30: Gráficos das influências das interações entre os parâmetros de soldagem FSpW sobre a massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura das soldas. 98
- Figura 4-31 - Gráficos de efeito padrão normalizados utilizando o método de Lenth para a massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura das soldas. 93
- Figura 4-32- Diagrama de Pareto utilizando o método de Lenth para a massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de misturas da solda. 94
- Figura 4-33: Diagrama de Pareto para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem FSpW na massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura das soldas. 96

Figura 4-34: Relações entre a massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura e a temperatura superficial das soldas para as diversas condições de soldagem FSpW empregadas.	99
Figura 4-35: Força máxima e resistência ao cisalhamento sob tração das juntas em função das condições de soldagem FSpW.	100
Figura 4-36: Gráficos de efeitos dos parâmetros de soldagem FSpW sobre a resistência ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais de PA6.	104
Figura 4-37: Gráficos de interações entre os parâmetros de soldagem FSpW sobre a resistência mecânica ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais de PA6.	105
Figura 4-38: Diagrama de Pareto para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem FSpW na resistência ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais de PA6.	102
Figura 4-39: Resistência ao cisalhamento sob tração em função da temperatura superficial das juntas pontuais de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW.....	107
Figura 4-40: Resistência ao cisalhamento sob tração em função da pontuação do acabamento superficial das juntas pontuais de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW.....	108
Figura 4-41: Resistência ao cisalhamento sob tração em função da profundidade de impressão da ferramenta nas juntas pontuais de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW.....	109
Figura 4-42: Relações entre a resistência ao cisalhamento sob tração, temperatura superficial e massa molar da PA6 na zona de mistura das juntas pontuais de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW.....	110
Figura 4-43: Tipos de falha observados nas juntas pontuais de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW: a) Tipo I: Separação total das chapas; b) Tipo II: Fratura da chapa superior; c) Tipo III: Fratura da chapa inferior, d) Tipo IV: “Pullout”.	112

- Figura 4-44: Monitoramento de vídeo durante o ensaio mecânico mostrando o ângulo gerado pela flexão e o tempo em que ocorreu a falha. a) Condição PP1: todos os parâmetros de soldagem nos limites inferiores; b) Condição PP17: todos os parâmetros de soldagem com valores intermediários; c) Condição PP16: todos os parâmetros de soldagem nos limites superiores. 113
- Figura 4-45: Monitoramento de vídeo durante o ensaio mecânico mostrando o ângulo gerado pela flexão e o tipo de fratura ocorrida. a) Condição PP1 – separação total das chapas; b) Condição PP17 – fratura da chapa inferior; c) Condição PP16 – fratura da chapa inferior. 115
- Figura 4-46: Média do consumo de energia registrado em cada condição de soldagem de poliamida 6 por FSpW..... 116
- Figura 4-47: Gráfico de efeitos utilizando como resposta o consumo de energia 119
- Figura 4-48: Gráficos de interação entre dois dos parâmetros de soldagem para o consumo de energia. 120
- Figura 4-49: Diagrama de Pareto para o consumo de energia de soldas de PA6 produzidas por FSpW..... 118
- Figura 4-50: Desgaste da ferramenta na soldagem de poliamida por FSpW utilizando o mapeamento do contorno da superfície; a) antes de ser utilizada; b) após 200 soldas. 121
- Figura 4-51: Imagens ilustrando o destino do material descartado durante o processo de soldagem de poliamida por FSpW. a) Deposição nos canais de refrigeração; b) Deposição entre as ferramentas; c) Material expelido para a superfície da amostra depreciando o acabamento superficial..... 123
- Figura 4-52: Validação do modelo reduzido para a temperatura superficial máxima das juntas pontuais de PA6 obtidas por FSpW. 130
- Figura 4-53: Validação do modelo reduzido para o acabamento superficial das juntas pontuais de PA6 obtidas por FSpW. 132

Figura 4-54: Validação do modelo completo para a profundidade de impressão deixada pela ferramenta nas juntas pontuais de PA6 obtidas por FSpW.....	134
Figura 4-55: Validação do modelo completo para a análise da massa molar da PA6 na região de mistura das juntas pontuais obtidas por FSpW.	136
Figura 4-56: Validação do modelo completo para a resistência mecânica ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais de PA6 obtidas por FSpW.....	138
Figura 4-57: Validação do modelo reduzido para o consumo de energia durante a soldagem das juntas pontuais de PA6 por FSpW.....	140
Figura A-1- Curva de temperatura para a condição PP1 (a) e condição PP2 (b)	163
Figura A-2- Curva de temperatura para a condição PP3 (a) e condição PP4 (b)	163
Figura A-3- Curva de temperatura para a condição PP5 (a) e condição PP6 (b)	164
Figura A-4- Curva de temperatura para a condição PP7 (a) e condição PP8 (b)	164
Figura A-5- Curva de temperatura para a condição PP9 (a) e condição PP10 (b)	164
Figura A-6- Curva de temperatura para a condição PP11 (a) e condição PP12 (b).....	165
Figura A-7- Curva de temperatura para a condição PP13 (a) e condição PP14 (b).....	165
Figura A-8- Curva de temperatura para a condição PP15 (a) e condição PP16 (b).....	165
Figura A-9- Curva de temperatura para a condição PP17(a) e condição PPV1(b)	166
Figura A-10- Curva de temperatura para a condição PPV2 (a) e condição PPV3 (b).....	166
Figura A-11- Curva de temperatura para a condição PPV4 (a).....	166

Figura B-1 Micrografias da seção transversal da condição PP1 (a); PP2 (b); PP3 (c); PP4 (d); PP5 (e); PP6 (f)	167
Figura B-2- Micrografias da seção transversal da condição PP7 (a); PP8 (b); PP9 (c); PP10 (d); PP11 (e); PP12 (f)	168
Figura B-3- Micrografias da seção transversal da condição PP13 (a); PP14 (b); PP15 (c); PP16 (d); PP17 (e); PPV1 (f)	169
Figura B-4- Micrografias da seção transversal da condição PPV2 (a); PPV3 (b); PPV4 (c)	169
Figura C-1- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP1 (a) e PP2 (b)	171
Figura C-2- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP3 (a) e PP4 (b)	171
Figura C-3- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP5 (a) e PP6 (b)	172
Figura C-4- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP7 (a) e PP8 (b)	172
Figura C-5- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP9 (a) e PP10 (b)	172
Figura C-6- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP11 (a) e PP12 (b)	173
Figura C-7- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP13 (a) e PP14 (b)	173
Figura C-8- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP15 (a) e PP16 (b)	174
Figura C-9- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP17 (a) e PPV1 (b)	174
Figura C-10- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PPV2 (a) e PPV3 (b)	174
Figura C-11- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PPV4 (a)	175

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2-1: Principais propriedades da poliamida 6 (PA6) [20,21,22,23].	6
Tabela 2-2: Parâmetros de rede da PA6 [24].....	7
Tabela 2-3: Vantagens, desvantagens e aplicações de algumas técnicas de soldagem de polímeros [7,4,33,36,9].....	13
Tabela 3-1: Propriedades físicas, térmicas e mecânicas da poliamida 6 (PA6).	33
Tabela 3-2: Valores dos parâmetros de soldagem FSpW utilizados para a fabricação das juntas de PA6.	37
Tabela 3-3: Condições experimentais de soldagem FSpW das juntas de PA6 utilizando a análise estatística fatorial completo.	39
Tabela 4-1: Tabela ANOVA para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem na temperatura superficial máxima de juntas de PA6 soldadas por FSpW (VR: velocidade de rotação; PP: profundidade de penetração; TS: tempo de soldagem; TC: tempo de consolidação).....	57
Tabela 4-2: Tabela das médias das pontuações de acabamento superficial obtido para cada condição de soldagem e seu desvio padrão ..	68
Tabela 4-3: Tabela ANOVA para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem FSpW no acabamento superficial das juntas de PA6.	69
Tabela 4-4- Tabela apresentando os dados da média obtida para a profundidade de impressão da ferramenta para cada condição de soldagem	79
Tabela 4-5: Tabela ANOVA para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem FSpW na profundidade de impressão da ferramenta no topo das juntas de PA6.....	80
Tabela 4-6: Análise de Tukey para comparação das médias do grau de cristalinidade da PA6 na zona de mistura das soldas em função das condições de soldagem FSpW.....	91

Tabela 4-7: Tabela ANOVA para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem FSpW na massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura das soldas.....	95
Tabela 4-8: Tabela ANOVA para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem na resistência ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais e PA6.....	101
Tabela 4-9: Tabela ANOVA para avaliação do consumo de energia para a soldagem de PA6 por FSpW.....	117
Tabela 4-10: Análise de Tukey para comparação das médias de resistência ao cisalhamento sob tração das juntas.	124
Tabela 4-11- Profundidade de impressão da ferramenta para as condições do grupo A.....	125
Tabela 4-12: Condições de soldagem selecionadas para a validação dos modelos estatísticos propostos.	127
Tabela 4-13: Valores das respostas obtidas para as condições de validação.	128

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

ANOVA	Análise de variância
ABS	Terpolímero acrilonitrila-butadieno-estireno
ASTM	American Society for Testing and Materials
DOE	Design of experiments (planejamento de experimentos)
DSC	Differential scanning calorimetry
FSpJ	Friction Spot Joining (união pontual por fricção)
FSpW	Friction Spot Welding (soldagem por fricção por ponto)
FSSW	Friction Stir Spot Welding (soldagem por fricção e mistura por ponto)
FSW	Friction Stir Welding (soldagem por fricção e mistura)
GL	Graus de liberdade
H ₀	Hipótese nula
H ₁	Hipótese alternativa
HDPE	Polietileno de alto peso molecular
HZG	Helmholtz-Zentrum Geesthacht
MB	Material de base
n	População estudada
η	Viscosidade intrínseca
η_{iner}	Viscosidade inerente
η_{red}	viscosidade reduzida
OFAT	One-factor-at-a-time
PA	Poliamida
PC	Policarbonato
PMMA	Poli (metacrilato de metila)
PP	Profundidade de penetração
PP	Polipropileno
OS	Poliestireno
PSE	Pseudo Standard Error (Pseudo erro padrão)
PVC	Poli (cloreto de vinila)
Q	Aporte térmico
QM	Quadrados médios
R ²	Coeficiente de aproximação de uma regressão
R ² (pred)	Coeficiente de aproximação de uma regressão para valores preditos
S/R	Razão sinal-ruído
SAN	Copolímero estireno acrilonitrila
SQ	Soma dos quadrados
SQ ajs	Soma dos quadrados ajustado
SQ seq	Soma dos quadrados sequencial
T _c	Temperatura de cristalização
TC	Tempo de Consolidação
T _g	Temperatura de transição vítrea

T_m	Temperatura de fusão
TP	Tempo de permanência sob máxima penetração
TS	Tempo de soldagem
TWI	Instituto de Soldagem da Inglaterra
VR	Velocidade de Rotação
X_c	Grau de cristalinidade
ZAT	Zona afetada termicamente
ZM	Zona de mistura
δ	Desvio padrão
μ	Média

1 INTRODUÇÃO

Peças produzidas a partir de componentes fabricados em polímeros têm sido cada vez mais utilizadas nos setores automobilístico, aeronáutico, de construção civil e de eletroeletrônicos devido principalmente às características intrínsecas dos polímeros como baixa densidade, excelente resistência mecânica específica e facilidade de processamento. A união desses componentes é necessária devido às restrições técnicas e econômicas de se produzir peças únicas, como geometria e tamanho limitado pelo processo de fabricação e necessidade de combinar diferentes materiais no produto final.

Os métodos usuais de união de polímeros são fixação mecânica, utilização de adesivos e soldagem [1].

A fixação mecânica utiliza encaixes e fixadores externos como parafusos, rebites, grampos, entre outros. As juntas mecânicas não apresentam alto desempenho mecânico para polímeros devido ao efeito concentrador de tensão existente na região entorno do fixador, o que pode levar à formação de trincas e falha do material [2,3] A união por adesivos é uma técnica muito vantajosa para materiais dissimilares. Porém, apesar das inúmeras vantagens desse método, o uso de adesivos requer extensivo tratamento superficial dos componentes e a cura do adesivo, tornando o processo caro e longo.

Os processos de soldagem de polímeros são baseados no aquecimento localizado que proporciona amolecimento/ fusão, interdifusão e consolidação no volume das partes a serem unidas. Podem ser classificados, de acordo com a fonte geradora de calor, em soldagem por condução térmica, aquecimento eletromagnético ou aquecimento por fricção [4]. Os processos de soldagem por fricção apresentam inúmeras vantagens sobre os demais como, por exemplo, o baixo consumo de energia, já que todo calor necessário para o processo provém do aquecimento gerado pelo atrito entre as partes envolvidas [5]. Além disso, apresenta tempos de soldagem curtos, alta taxa de produção, obtenção de juntas com desempenho mecânico adequado, ausência de material de adição e possibilidade de soldar quaisquer termoplásticos similares

e dissimilares, desde que haja compatibilidade entre eles, sem a necessidade de adição de modificadores para auxílio da soldagem [6,7,8,9].

Embora vários processos de soldagem de polímeros estejam consolidados em diversas áreas da indústria, suas aplicações são restritas a alguns tipos de polímeros e geometrias de união. Devido a esse fato, inúmeras pesquisas têm buscado melhorar os processos existentes e desenvolver novos processos de soldagem de polímeros [5,10,11,12].

Na Soldagem por Fricção Linear (*Friction Stir Welding – FSW*) duas partes são configuradas em juntas de topo, ou seja, uma ao lado da outra, ou sobrepostas, enquanto uma ferramenta rotacional penetra as amostras e se move ao longo do cordão de solda. A Figura 1-1 apresenta dados do número de patentes sobre a soldagem de materiais por FSW considerando-se os últimos 20 anos. O número de patentes aumentou significativamente desde 2006 demonstrando o grande interesse pela pesquisa da soldagem de polímeros por fricção.

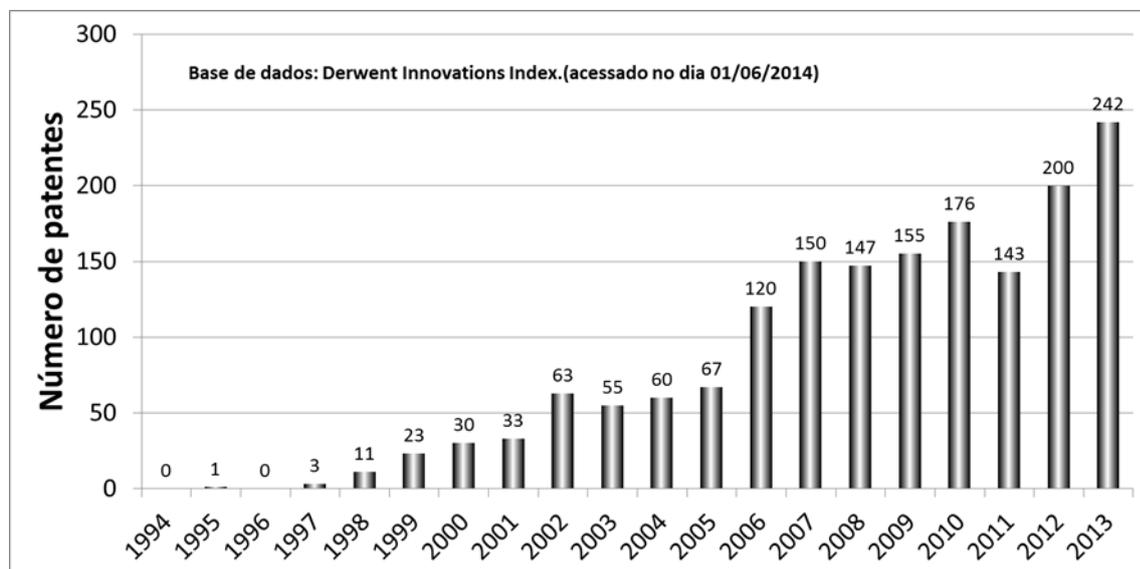


Figura 1-1: Patentes em Soldagem por Fricção Linear (FSW)

A Soldagem Pontual por Fricção ('Friction Spot Welding – FSpW') foi desenvolvida pela HZG para a soldagem de materiais similares. Estudos demonstraram a eficiência da FSpW na soldagem de metais como liga de

alumínio 2024 [13], polímeros como PMMA [14] e a combinação de PA6 e laminado compósito de PA66 com tecido de fibra de carbono [15,16,17].

A aplicação da FSpW em juntas similares de PA6 é inédita. Esse polímero e os compósitos derivados dele são de grande interesse para as indústrias automobilística, de eletroeletrônicos e aeroespacial. Isso se deve ao fato desses materiais apresentarem um conjunto de propriedades desejadas como leveza, resistência mecânica e processabilidade. Estudos aprofundados da FSpW na poliamida 6, com utilização de planejamento de experimentos, possibilitará verificar a influência dos parâmetros de soldagem sobre a microestrutura e propriedades das soldas, comprovando os seus limites de utilização e ampliando as informações necessárias para a transferência dessa tecnologia para a indústria.

O objetivo desta pesquisa foi aplicar a Soldagem Pontual por Fricção (FSpW) para a obtenção de juntas sobrepostas de chapas de poliamida 6 (PA6) e compreender a influência dos parâmetros de soldagem na microestrutura e resistência mecânica das soldas. As variáveis de soldagem estudadas foram: velocidade de rotação, profundidade de penetração, tempo de soldagem e tempo de consolidação. Esses objetivos foram atingidos a partir das seguintes caracterizações:

- O desempenho mecânico das soldas foi avaliado por ensaios de resistência ao cisalhamento sob tração em junta sobreposta simples;
- A superfície de fratura e também a microestrutura das soldas foram analisadas utilizando microscopia óptica e eletrônica de varredura;
- As zonas microestruturais térmica e termomecanicamente afetadas durante a soldagem foram mapeadas por ensaios de microdureza Vickers;
- O grau de cristalinidade da PA6 na região de mistura das soldas foi investigado por calorimetria diferencial de varredura (DSC);
- Análises de degradação da PA6 na área soldada foram realizadas por meio de determinação da massa molar do polímero através de viscosimetria de solução diluída

Os dados foram tratados através de um planejamento experimental (DOE) buscando realizar a correlação entre desempenho mecânico,

características microestruturais e parâmetros de soldagem. Técnicas estatísticas de análise de variância (ANOVA) foram aplicadas para a interpretação das relações existentes entre os parâmetros de soldagem e as propriedades das soldas de PA6.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Poliamida 6 (PA6)

A poli(ϵ -caprolactama) ou poliamida 6 (PA6) é obtida por polimerização por abertura de anel da ϵ -caprolactama. A estrutura química das unidades de repetição da PA6 é apresentada esquematicamente na Figura 2-1.

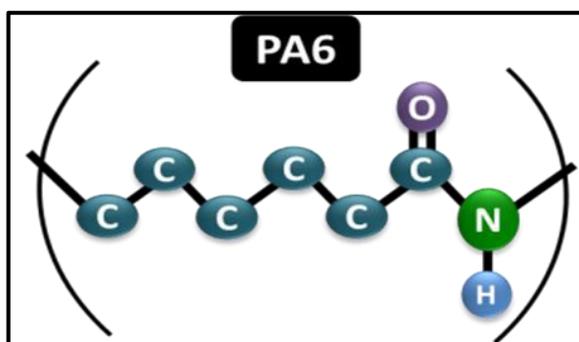


Figura 2-1: Estrutura química da unidade de repetição da poliamida 6 (PA6).

A poliamida 6 é um polímero semicristalino de cadeia alifática e a cristalinidade é resultante das ligações de hidrogênio entre os grupos amida de cadeias adjacentes. Essa estrutura semicristalina concede ao material bom balanço de propriedades como rigidez, dureza, tenacidade, resistência química e resistência ao desgaste. As principais propriedades da poliamida 6 de interesse para este estudo são apresentadas na Tabela 2-1.

A poliamida 6 é insolúvel em solventes orgânicos usuais à temperatura ambiente. No entanto, é solúvel em ácido fórmico, fenóis, ácidos minerais e álcoois fluorados como o triflúor etanol [18].

A poliamida 6, quando cristalizada por resfriamento do fundido, apresenta morfologia esferulítica com cristais na forma de lamelas de cadeias dobradas, mantidas por ligações de hidrogênio e forças de van der Waals [19].

Tabela 2-1: Principais propriedades da poliamida 6 (PA6) [20,21,22,23].

Propriedades Físicas	PA6	Unidades	Norma
Densidade	1,14	g/cm ³	ISO 1183
Temperatura mínima de uso	-40	°C	-
Temp. máxima (curto período)	160	°C	-
Temp. máxima (5000/20000 horas)	85/70	°C	-
Absorção de umidade a 23°C	2,6	%	DIN 53495
Absorção de umidade (saturação)	9,0	%	DIN 53495
Propriedades Mecânicas	PA6	Unidades	Norma
Tensão de escoamento à tração	60	MPa	ASTM D638
Módulo de elasticidade à tração	1800	MPa	ASTM D638
Tensão de ruptura à compressão	90	MPa	ASTM D695
Alongamento até ruptura	200	%	ASTM D638
Dureza Rockwell	R100	-	ASTM D785
Propriedades Térmicas	PA6	Unidades	Norma
T _g (vítreo)	60	°C	ISO 3146
T _m (fusão)	220	°C	ISO 3146
T _c (cristalização)	180	°C	ISO 3146
Condutividade Térmica (23°C)	0,28	w/(K.m)	DIN 52612
Coefficiente linear de expansão térmica a 23 °C	90	10 ⁻⁶ /K	-
Calor específico a 23 °C	1,7	J/K.g	-

A PA6 pode assumir duas formas cristalográficas, monoclinica α ou monoclinica pseudo-hexagonal γ (Tabela 2-2). Na forma α as ligações de hidrogênio são formadas entre cadeias antiparalelas (Figura 2-2a), e na forma γ entre cadeias paralelas (Figura 2-2b), causando a torção das cadeias em planos zig-zag. Como resultado deste fenômeno a densidade da fase cristalina e a entalpia de fusão da forma γ , onde as interações entre as cadeias são mais fracas, são menores que da forma α (Figura 2-2) [24].

Tabela 2-2: Parâmetros de rede da PA6 [24].

PA6			
Forma α		Forma γ	
d= 1,23 g/cm ³		d= 1,17 g/cm ³	
a= 9,53 Å		a = 9,33 Å	
b= 17,2 Å	$\beta = 67,5^\circ$	b = 16,9 Å	$\beta = 121^\circ$
c= 8,01 Å		c = 4,78 Å	

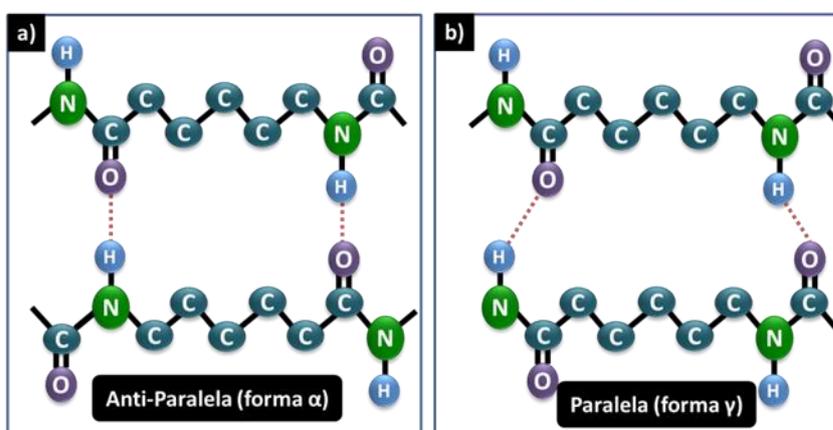


Figura 2-2: Representação esquemática das ligações de hidrogênio entre as cadeias da PA6: forma α antiparalela (a) e forma γ paralela (b).

Poliamidas em geral são higroscópicas devido ao grupo amida realizar ligações de hidrogênio com moléculas de água. A absorção de água é maior na região amorfa devido à maior permeabilidade nessa região e também devido à maior disponibilidade de grupos amidas que não estão ligados entre si por ligações de hidrogênio. A umidade afeta fortemente as propriedades do material por atuar como um plastificante reduzindo as forças de atração entre as moléculas. Isso reduz a temperatura de transição vítrea (T_g) e a resistência mecânica e aumenta a ductilidade do material. A Figura 2-3 apresenta os efeitos do teor de umidade sobre a resistência à tração e a deformação na ruptura para uma PA6 [25,26].

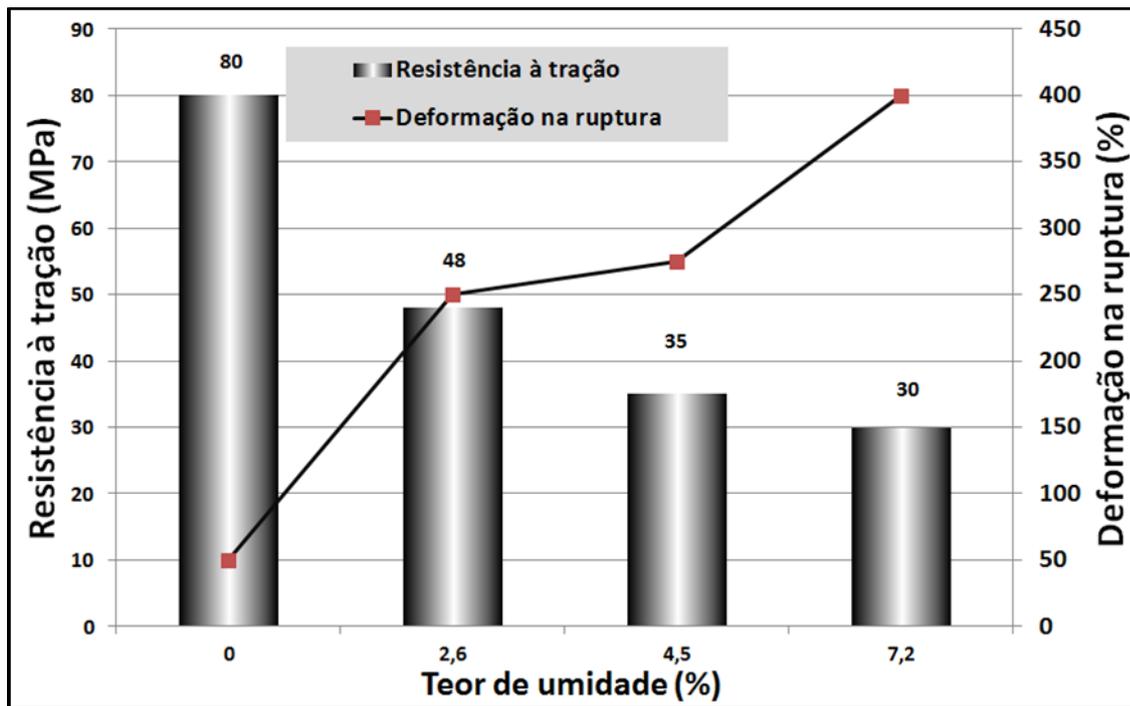


Figura 2-3: Efeito do teor de umidade sobre a resistência à tração e a deformação na ruptura de uma PA6. Adaptado de [25].

Poliamidas sofrem degradação por hidrólise [27] e termo-oxidação [28]. A hidrólise é acelerada em meio ácido ou básico e pelo aumento da temperatura. A molécula de água reage com o grupo amida regenerando o ácido dicarboxílico e a diamina, como mostrado na Figura 2-4. Assim, essa reação é oposta à de síntese do polímero.

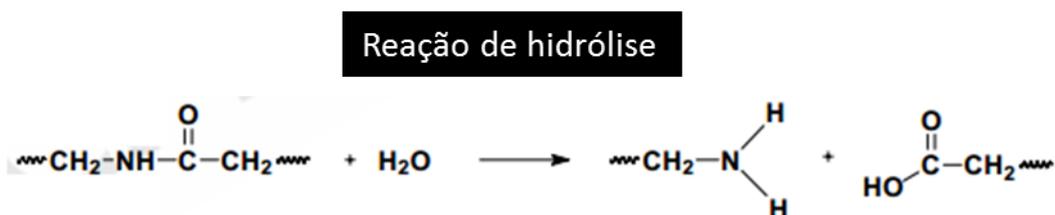


Figura 2-4: Representação da reação de hidrólise de uma poliamida [29].

O trabalho pioneiro de Levantovskaya [30] observou que a degradação termo-oxidativa de poliamidas se inicia pela extração de um hidrogênio do grupo metileno adjacente ao átomo de nitrogênio, por ser a ligação mais fraca. O mecanismo de degradação termo-oxidativa das poliamidas alifáticas pode

ser representado como no esquema da Figura 2-5 [28]. A iniciação ocorre através do surgimento de radicais livres por abstração de hidrogênios ligados a carbonos (Figura 2-5, etapa 1), os quais reagem com oxigênio (Figura 2-5, etapa 2) formando radicais peroxila instáveis. Estes podem se recombinar gerando grupos carbonila e hidroxila, ou atacar uma nova cadeia gerando grupos hidroperóxido (Figura 2-5, etapa 3), os quais são instáveis e se decompõem em dois radicais, alcóxila e hidroxila (Figura 2-5, etapa 4). Esses radicais podem abstrair hidrogênio do substrato polimérico para formar novos radicais alquila. Tal processo encadeia uma série de reações de degradação, ou seja, quebra de cadeia e formação de compostos de baixa massa molar que geram descontinuidade nas propriedades do material original.

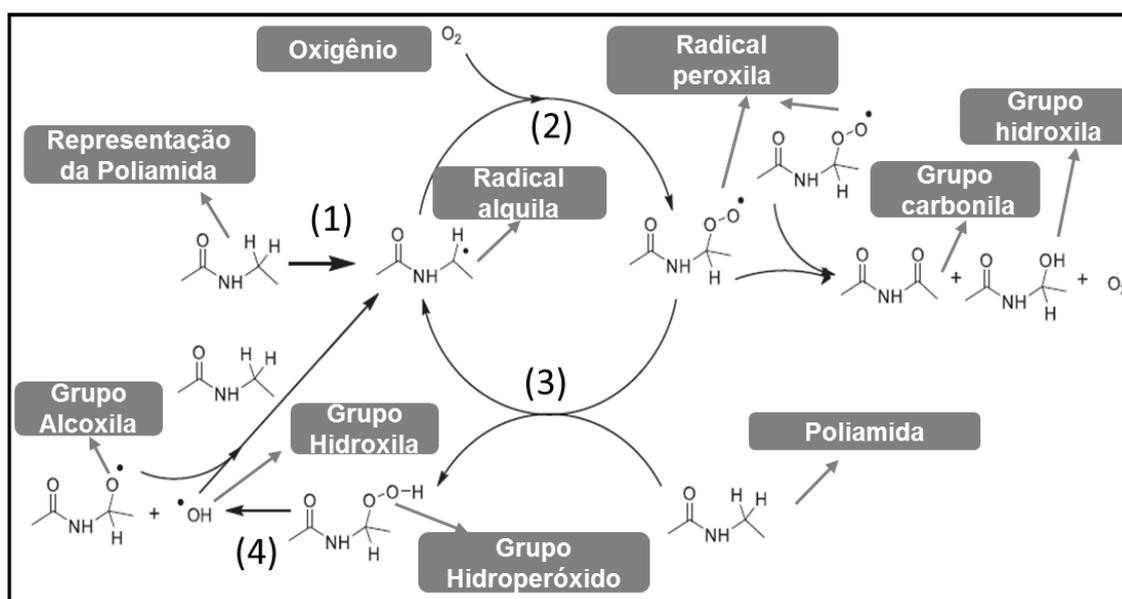


Figura 2-5: Mecanismo básico de degradação termo-oxidativa de poliamidas alifáticas. Adaptado de [28].

Entre os produtos da degradação das poliamidas, Lanska e colaboradores [31,32] identificaram, através de técnicas de cromatografia, a presença de aldeído e amida primária, gerados pela reação entre a cadeia polimérica e a hidroxila, além de ácidos carboxílicos gerados pela oxidação do aldeído, imida pela reação bimolecular de dois radicais peroxilas, além de dióxido de carbono e monóxido de carbono.

Dong e Gijsman [28] estudaram a degradação termo-oxidativa da poliamida 6 em um forno (Blinder FP 115) com ventilação forçada de ar. As análises foram realizadas na faixa de temperaturas entre 120 e 170°C e faixas de tempo entre 0 e 250 horas. A degradação da PA6 foi caracterizada pela diminuição da viscosidade relativa e, portanto, da massa molar do polímero (Figura 2-6a) e pela redução do alongamento na ruptura em função da viscosidade relativa (Figura 2-6b).

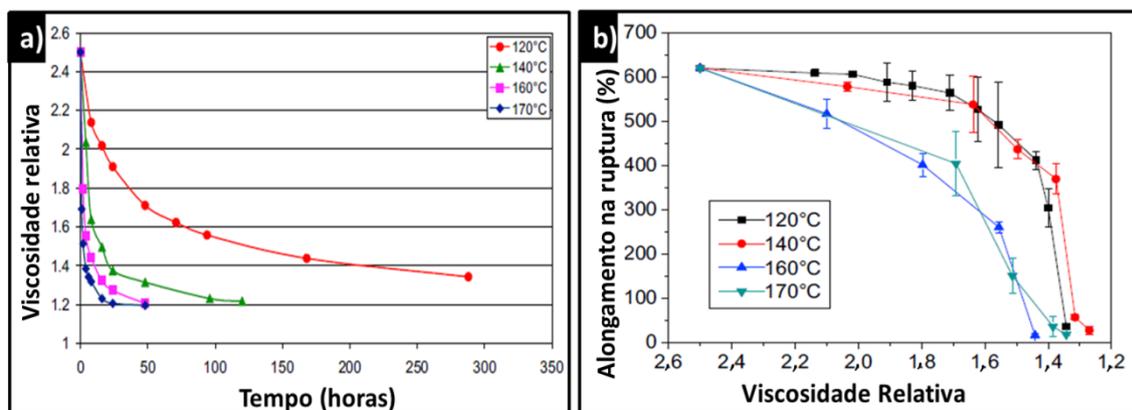


Figura 2-6: a) Decaimento da viscosidade relativa da PA6 com o tempo de degradação a diferentes temperaturas; b) Alongamento na ruptura em função da viscosidade relativa. Adaptado de [28].

2.2 Processos de União de Polímeros

2.2.1 Classificação dos processos de união

Os processos de união de polímeros podem ser classificados em duas principais categorias, união mecânica e união físico-química, como mostrado no fluxograma da Figura 2-7.

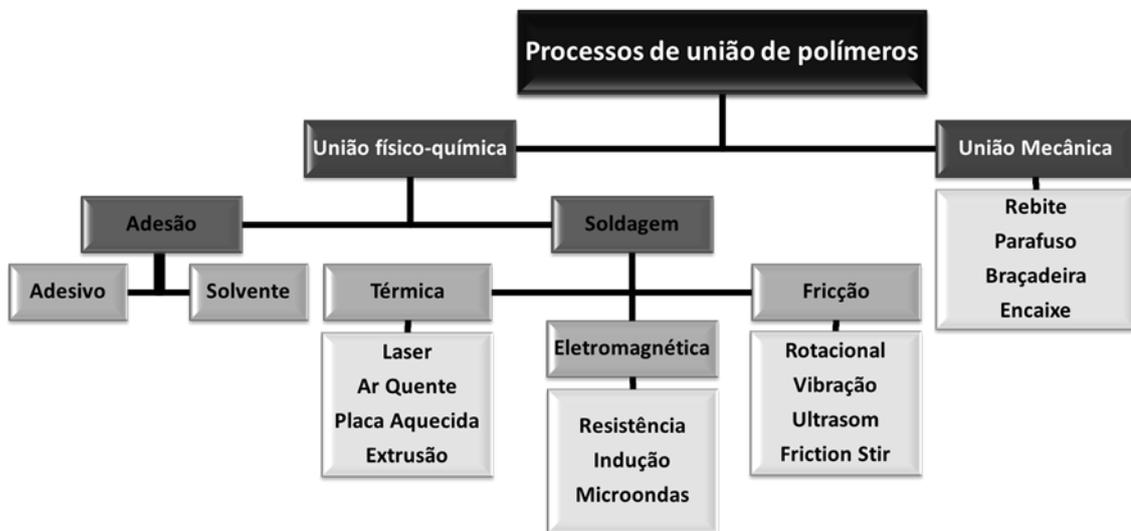


Figura 2-7: Classificação dos processos de união de polímeros [1].

A união mecânica envolve encaixes e fixadores externos, como parafusos, rebites, abraçadeiras, entre outros, que podem ser permanentemente fechados ou com a possibilidade de serem reabertos, facilitando a manutenção ou substituição das partes. Apesar de serem processos simples possuem desvantagens como o fato de exigirem componentes extras que ocasionam acréscimo no peso e causam um efeito de concentração de tensão na área de fixação [33].

Os processos de união físico-química de polímeros são subdivididos em métodos que envolvem adesão por interações químicas e técnicas de soldagem [1].

A união de polímeros por adesão pode ser obtida por meio do uso de adesivos ou de solventes. Na união por solvente, a aplicação de um solvente apropriado na linha de união induz mobilidade suficiente para que as cadeias poliméricas das partes a serem unidas se interdifundam [33]. Devido ao fato do solvente precisar solubilizar uma grande quantidade de material, a técnica é restrita a polímeros amorfos como policarbonato (PC), acrílicos e poliestireno (PS), pois são mais facilmente solubilizados à temperatura ambiente [33]. No caso do uso de adesivos, estes são depositados entre as partes a serem unidas (aderentes). A união por adesão é aplicável tanto a materiais similares quanto dissimilares. Dentre as vantagens desse método de união, citam-se

baixa concentração de tensão, boa resistência à fadiga, vedação, redução de peso em relação ao processo mecânico, bom acabamento, é aplicável à união de materiais de pequenas espessuras além de aceitar reparação [34,35]. Suas desvantagens consistem na necessidade de preparação da superfície, resistência predominantemente ao cisalhamento sob tração, dificuldade em prever a fratura, sensibilidade à temperatura, necessidade de material de adição (no caso do uso de adesivo) e processo longo [34,35].

Os processos de soldagem de polímeros podem ser classificados de acordo com a fonte geradora de calor em soldagem térmica, eletromagnética ou friccional. Outra classificação normalmente aceita faz referência a dois grandes grupos [33]: processos envolvendo aquecimento interno tais como ultrassom, fricção, vibração, micro-ondas, laser, eletromagnético, infravermelho, e processos envolvendo aquecimento externo, tais como placa aquecida, gás aquecido e resistência. As vantagens, desvantagens e aplicações de cada uma das técnicas de soldagem de polímeros mencionadas anteriormente são descritas resumidamente na Tabela 2-3.

Tabela 2-3: Vantagens, desvantagens e aplicações de algumas técnicas de soldagem de polímeros [4,7,9,33,36].

Técnica	Vantagens	Desvantagens	Aplicação conhecida
Placa Aquecida	Sem material de adição Simples e de alta produtividade Diversas geometrias possíveis Solda grandes espessuras	Alto consumo de energia Tensões residuais Ferramenta recoberta com material antiaderente Alto tempo de ciclo	Tubo para sistemas de drenagem Tanque de combustível Baterias Máquinas de lavar
Ar quente e Extrusão	Baixo custo de equipamento Soldagem de formas complexas Equipamento portátil União de diversos materiais	Não apreciado para larga escala Material de adição Operação manual Difícil controle de processo	Recipientes químicos Dutos de ventilação Reparação de plásticos Para-choque automotivos
Resistência	Processo e equipamento simples Mínima preparação superficial	Necessidade de implante condutor Longos tempos de ciclo	Para-choques Cascos de barco
Indução	Curto tempo de ciclo Solda hermética	Aplicável em polímeros com alto coeficiente dielétrico	Selagem de copos antissépticos
Micro-ondas	Baixo gasto energético Ciclo rápido Formação de juntas internas	Necessário implante absorvedor quando o material não é interferido pela radiação micro-ondas	Baterias
Fricção rotacional	Alta qualidade da junta formada Simplicidade e repetibilidade Sem material de adição Baixo consumo de energia Grandes partes podem ser unidas	Limita-se a geometrias circulares Baixa taxa de produção Baixa tolerância geométrica Tendência de sobre aquecimento	Tubos
Fricção vibracional	Todos os tipos de termoplásticos Soldagem de compósitos	Limitação geométrica Soldagem de compósitos	Aparelhos eletrônicos Soldagem de compósitos
Ultrassom	Ciclo rápido Fácil automação Baixo consumo de energia Diferentes geometrias possíveis Equipamento compacto	Tamanho dos componentes Alto custo Produz altos Ruído Limitação de tipos de polímeros	Embalagem de alimento Componentes eletrônicos Reservatório de combustível

A Poliamida, por ser um polímero de grande aplicabilidade na indústria automobilística e de eletroeletrônicos, já foi testada em inúmeras dessas técnicas. Stokes [37] estudou a soldagem de poliamida 6 por placa aquecida e por vibração tanto para a matéria prima não seca quanto para seca chegando a resultados de resistência mecânica de 54 a 57% para o estudo de placa aquecida e de quase igualdade em relação ao material de base para a soldagem por vibração. Para a obtenção de altas resistências mecânicas na soldagem por vibração foi necessário a utilização de baixa pressão de soldagem (0,54 a 0,9 MPa) e vibrações de 120 Hz. Para evitar a formação de bolhas devido à evolução gasosa de moléculas de água torna-se necessário a utilização de altas pressões de soldagem (5 MPa ou mais) quando a temperatura atinge 220°C ou secagem do material antes da soldagem [38]. A soldagem por vibração apresenta baixo tempo de soldagem e equipamentos simples enquanto a soldagem por placa aquecida possui como principal

vantagem a soldagem de geometrias complexas. Uma das aplicações da soldagem de poliamida por soldagem por vibração é na junção das partes do coletor de admissão de ar para carros [39].

Potente e Uebbing [40] estudaram a soldagem de poliamidas por fricção através da rotação de uma das partes a serem soldadas (*spin welding*). Apesar de vários testes com diferentes geometrias e parâmetros de pressão e velocidades utilizados, muitos defeitos foram observados nas amostras finais causados principalmente pela umidade e pela característica da poliamida de apresentar uma redução abrupta de viscosidade quando fundida. Sabreen [35] estudou a união de poliamida por adesivo e notou ser necessária a limpeza superficial com solvente para remover impurezas e em alguns casos um tratamento superficial de plasma para aumentar a funcionalização química do material, além de ser necessária a aplicação de uma camada uniforme de adesivo para obtenção de uma união satisfatória. Taylor [41] realizou uma comparação na aplicação da soldagem por vibração e da união por adesivos no coletor de admissão de ar no setor automobilístico e concluiu que a soldagem por vibração requer que todos os pontos de soldas estejam alinhados em um mesmo plano, o que diminui a liberdade de produção da peça além de um investimento maior em maquinário enquanto que a utilização de adesivo requer um tempo de 100 minutos após produção para que a junta se consolide.

2.2.2 Teoria da Soldagem de Polímeros

A soldagem de polímeros é um processo de união de duas ou mais partes através do aquecimento localizado que proporciona o amolecimento (para polímeros amorfos) ou fusão (para polímeros semicristalinos), mistura e consolidação da massa polimérica na interface. A temperatura atingida no local da solda deve ser maior que a temperatura de transição vítrea (T_g), no caso dos polímeros amorfos ou de polímeros semicristalinos com baixo grau de cristalinidade, e maior que a temperatura de fusão (T_m) para o caso dos polímeros semicristalinos com alto grau de cristalinidade [42,43].

As técnicas de soldagem possuem três fases em comum [33]. A primeira envolve a formação de uma massa amolecida/fundida sobre as superfícies a serem unidas. Essa camada não precisa necessariamente possuir um grande volume, mas o suficiente para que as cadeias de polímeros possam se mover pela interface entre os materiais. Na segunda fase, pressão é aplicada sobre as partes a serem unidas assegurando mistura completa do material em toda a superfície comum. Durante a terceira e última etapa, a massa fundida é resfriada enquanto a pressão é mantida para evitar a formação de vazios interiores ou contrações diferenciais.

O processo de soldagem de termoplásticos pode ser dividido em cinco estágios, de acordo com Wool e O'Connor [44]:

- 1- Aproximação das duas superfícies a serem soldadas, sob pressão;
- 2- Rearranjo molecular das cadeias poliméricas nas superfícies de soldagem;
- 3- Molhamento das superfícies;
- 4- Interdifusão das cadeias poliméricas;
- 5- Rearranjo e emaranhamento das cadeias poliméricas.

De acordo com Kim e Wool [45] a interdifusão molecular e o rearranjo aleatório podem ser entendidos pelo modelo de reptação proposto por de Gennes [46,47]. Kausuh e Jud [48,49] estudaram a auto-regeneração (*self-healing*) e soldagem de polímeros como PMMA e SAN por aquecimento das partes a serem soldadas e notaram que a difusão das cadeias aumentava a resistência mecânica devido ao emaranhamento molecular após interdifusão. Em condições ideais, a difusão é completa quando a interface entre os materiais não pode ser distinguida.

A última etapa do processo de soldagem ocorre durante o resfriamento e solidificação do polímero. Nessa etapa, polímeros semicristalinos se recristalizam para obter suas microestruturas finais e polímeros amorfos mantêm parcialmente a orientação molecular induzida pela soldagem. Tensões residuais são geradas durante a solidificação dos polímeros [33].

2.2.3 Soldagem por Fricção

2.2.3.1 Aspectos gerais

A soldagem por fricção é um processo de união físico-química baseada no atrito ou fricção entre uma ferramenta e as superfícies das peças poliméricas a serem soldadas [50]. Existem diversas variações da soldagem por fricção em relação à energia necessária para realizar a união das partes. Todas dependem da conversão do atrito entre a ferramenta e o polímero em energia térmica para fornecer calor suficiente para provocar amolecimento e interdifusão das cadeias. Ao final do processo as peças são mantidas unidas sobre pressão enquanto as juntas se resfriam e consolidam. Os processos de soldagem por fricção de polímeros de interesse para este estudo são descritos a seguir.

2.2.3.2 Soldagem por Fricção Linear (*Friction Stir Welding – FSW*)

A técnica de soldagem por fricção linear (FSW) [51] foi desenvolvida em 1991 no Instituto de Soldagem da Inglaterra (TWI) inicialmente para soldar ligas metálicas [52] e posteriormente mostrou-se eficiente para a soldagem de polímeros.

Na soldagem por FSW, duas chapas são configuradas uma ao lado da outra (junta de topo) ou sobrepostas, enquanto a ferramenta rotacional penetra as chapas e se move ao longo da linha de soldagem.

A geometria da ferramenta assim como a configuração básica do processo de soldagem por FSW é ilustrado na Figura 2-8 para uma junta de topo. A ferramenta é dividida em duas principais partes sendo elas o pino e o rebaixo (Figura 2-8a). O pino se origina do rebaixo, porém, apresenta um diâmetro menor, sendo que o seu diâmetro e geometria podem ser modificados para aumentar o aquecimento por fricção. Inicialmente, o pino com movimento rotacional penetra a superfície entre as amostras a serem soldadas gerando

aquecimento dos polímeros. A ferramenta então avança ao longo da linha de união, removendo material da frente e depositando-o atrás da ferramenta.

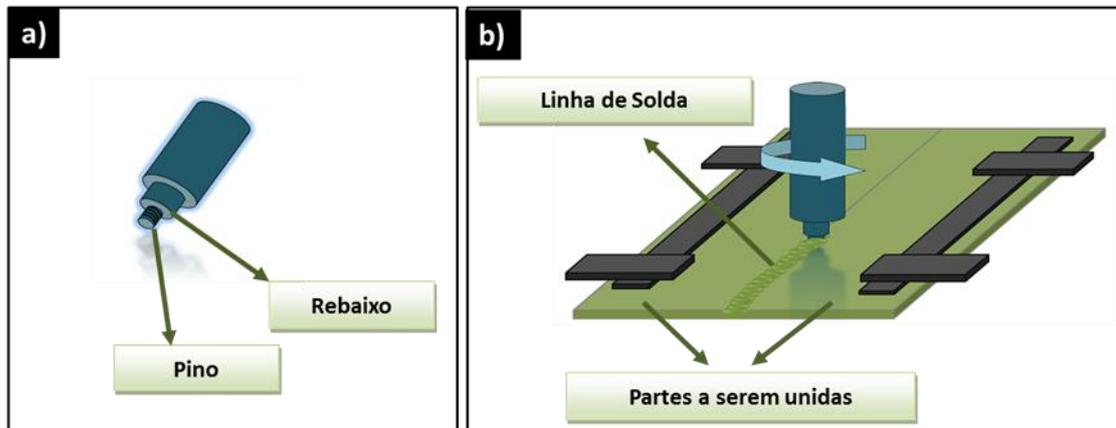


Figura 2-8: Soldagem por Fricção Linear ('Friction Stir Welding – FSW'). a) Geometria da ferramenta; b) Esquema do Processo.

Devido ao fato de polímeros semicristalinos consistirem de cristais imperfeitos e de diferentes volumes o material não apresenta um único ponto de fusão e sim uma faixa. Durante o processo FSW, alguns volumes de polímero atingem seu ponto de fusão enquanto outras partes não. No entanto, algum volume de material sólido pode apresentar mobilidade suficiente por estar suspenso no material fundido, o que lhe permite fácil mistura e conformação. Enquanto a ferramenta se desloca ao longo da junta, o rebaixo mantém pressão sob a solda enquanto essa se solidifica [53].

Nelson *et al.* [54] propôs uma ferramenta com sapata aquecida estacionária e pino (Figura 2-9) para unir polímeros termoplásticos. Através do uso da sapata aquecida, obteve-se uma melhor difusão de calor através do aquecimento adicional por resistência. Assim, o problema da fusão não homogênea, relacionado com a baixa condutividade térmica do polímero, que não permite que um volume de polímero seja amolecido ou fundido pelo calor friccional, pôde ser resolvida. Outro efeito benéfico relacionado à sapata aquecida é a menor incidência de rechupe na área do cordão de solda [55]. A temperatura da sapata aquecida pode ser controlada de modo a proporcionar uma taxa de aquecimento mais lenta no volume de polímero amolecido/fundido arrastado e depositado pelo movimento do pino.

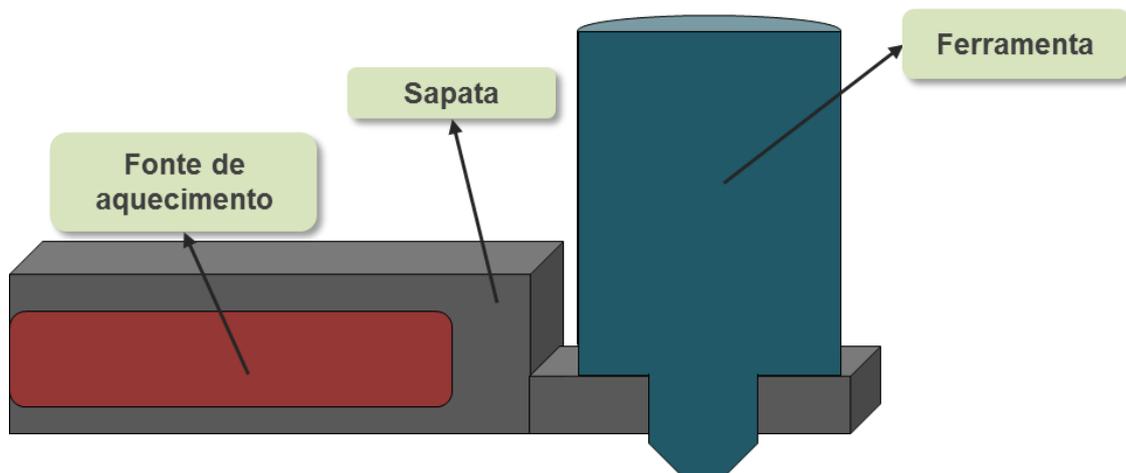


Figura 2-9: Ilustração da ferramenta de FSW com sapata aquecida desenvolvida por Nelson *et. al* [55].

A FSW vem sendo estudada para a soldagem de inúmeros polímeros, entre eles PP [7], ABS [54] e HDPE [55], onde as soldas mantiveram mais de 90% da resistência mecânica do material de base. Arici e Selale [56] e Bozkurt [57] fizeram algumas modificações no processo utilizando passos duplos de soldagem (superior e inferior) com ferramentas sem sapata aquecida e altos aportes térmicos, para conseguir atingir o nível de resistência mecânica *quasi* estática aceitáveis em juntas de PE soldadas via FSW.

2.2.3.3 Soldagem Ponto por Fricção (*Friction Stir Spot Welding – FSSW*)

A soldagem ponto por fricção (FSSW) é uma adaptação da FSW cuja diferença reside no fato desta técnica produzir soldas pontuais ao invés de uma linha de solda [58].

As principais etapas do FSSW são apresentadas de forma esquemática na Figura 2-10. Inicialmente, as partes a serem soldadas são fixadas sob pressão (Figura 2-10a). A ferramenta rotacional de FSSW é inserida na área a ser soldada o que gera aumento local da temperatura por atrito (Figura 2-10b). No caso de metais, o aquecimento por fricção plastifica localmente um volume dinâmico de material envolta da ferramenta a temperaturas entre 70 a 90% do

ponto de fusão do material [59]. Para termoplásticos, onde pouca informação ainda está disponível na literatura, a temperatura atingida eventualmente ultrapassa a transição vítrea no caso de polímeros amorfos [14] e a temperatura de fusão cristalina nos polímeros semicristalinos [60]. A geometria da ferramenta e os parâmetros de processo (velocidade de rotação, penetração da ferramenta, tempo de solda) afetam a quantidade de energia fornecida e então o volume soldado e, conseqüentemente, a resistência mecânica das soldas [61,62].

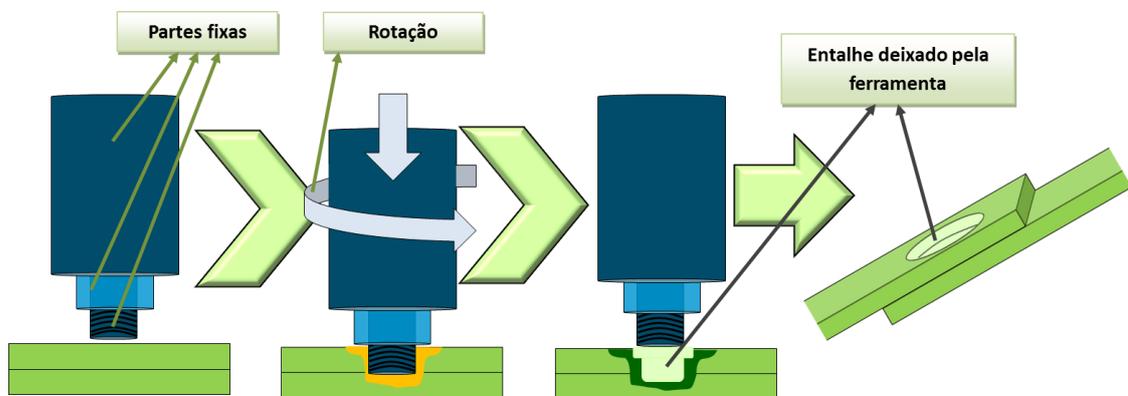


Figura 2-10: Esquema ilustrativo das etapas da soldagem ponto por fricção ('Friction Stir Welding – FSSW').

Ao final do processo a ferramenta é retraída e a solda se consolida, deixando um entalhe (impressão feita pelo pino) no centro da solda (Figura 2-10c) [63,64]. O entalhe deixado na amostra resulta num ponto concentrador de tensões que poderá iniciar trincas, além de depreciar o acabamento da solda.

Bilici [65] e Arici e Mert [60] avaliaram a soldabilidade de juntas sobrepostas de PP por FSSW e verificaram que, no intervalo de parâmetros estudados, a rotação da ferramenta e o tempo de permanência sob máxima penetração foram os parâmetros que exerceram maior influência na resistência mecânica das soldas enquanto que a profundidade de penetração e a taxa de penetração da ferramenta não afetaram significativamente esta propriedade. Bilici e Yüklér [66] e Bilici, Yüklér e Kurtulmuş [67] investigaram a soldagem de HDPE por FSSW sob condições de processo otimizadas e verificaram que as

soldas que apresentaram maior resistência mecânica ao cisalhamento sob tração apresentaram fraturas do tipo '*pull nugget failure*' onde após a quebra o topo da solda pontual permanece aderido somente à chapa inferior.

Oliveira e colaboradores [5] [14] [68] estudaram a soldagem de PMMA por FSSW e FSpW e verificaram que os parâmetros relacionados ao tempo de soldagem foram considerados os mais importantes para a formação de juntas de qualidade, como microestrutura sem defeitos volumétricos e área soldada homogênea grande o suficiente para resultar em juntas com elevada resistência mecânica. Entretanto, também relataram que tempos longos, além de não serem economicamente interessantes, podem levar à degradação das cadeias poliméricas acarretando na queda da resistência da junta, apesar de não ter sido verificada uma correlação direta entre a diminuição da massa molar e a resistência mecânica da solda. O entalhe característico das soldagens por FSSW apresentou formato relacionado com os parâmetros de processo, principalmente com o tempo de recalque, que é o tempo em que a ferramenta fica sob penetração máxima. Quanto maior o tempo de permanência da ferramenta dentro das chapas poliméricas, maior a quantidade de material amolecido pelo calor gerado e, conseqüentemente, maior a quantidade de material removida da região. Os parâmetros que mais influenciaram na resistência mecânica ao cisalhamento sob tração foram a taxa de penetração, seguida pelo tempo de recalque, mostrando que os parâmetros relacionados ao tempo foram os que mais influenciaram na resistência mecânica das soldas. Isso porque quanto maior o tempo de processo, mais tempo o calor fica acumulado na região e maior o tempo para a propagação dessa energia térmica para dentro do volume polimérico, possibilitando uma maior difusão das cadeias poliméricas. Foi observado também dois tipos de falhas, o primeiro por separação completa das chapas, característico de juntas com menores desempenhos mecânicos, e fratura total da chapa, onde a trinca segue através do material de base, no caso de juntas de maiores desempenhos mecânicos. [14]

2.2.3.4 Soldagem Pontual por Fricção ('Friction Spot Welding – FSpW')

A soldagem pontual por fricção (FSpW), utilizada nesta pesquisa, foi desenvolvida e patenteada pelo centro de pesquisa alemão Helmholtz Zentrum Geesthacht (HZG) na Alemanha. É uma evolução da 'Friction Stir Spot Welding' (FSSW) e foi criada para amenizar o problema do entalhe criado pela retração da ferramenta FSSW [69].

A ferramenta da FSpW consiste em três diferentes partes com movimentos independentes. A parte externa é chamada anel de fixação ('clamping ring') (Figura 2-11c) e tem a tarefa de manter pressão constante sobre as amostras. A parte interna é chamada pino ('pin') (Figura 2-11a) e a parte intermediária de camisa ('sleeve') (Figura 2-11b) e ambos possuem a tarefa de gerar aquecimento através da fricção.

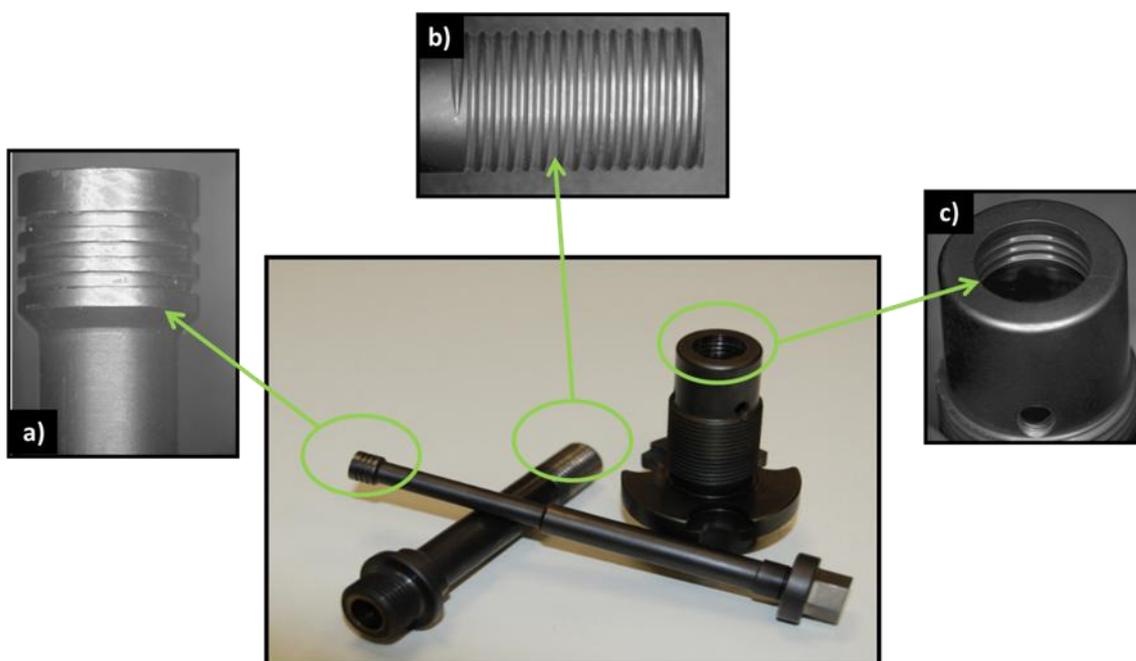


Figura 2-11: Ferramentas utilizadas na Soldagem Pontual por Fricção ('Friction Spot Welding – FSpW'). a) Pino, b) Camisa, c) Anel de Fixação.

A FSpW já demonstrou eficiência na soldagem de metais [13] e polímeros [5] [68]. A primeira tentativa de se empregar a FSpW para soldar

termoplásticos foi realizada por Oliveira e colaboradores empregando poli(metacrilato de metila) (PMMA) [5]. As soldas de PMMA apresentaram resistência ao cisalhamento sob tração comparáveis e muitas vezes superiores às juntas soldadas por ultrassom, por soldagem térmica e por soldagem por micro-ondas, técnicas essas disponíveis comercialmente [5]. Recentemente Junir e colaboradores [70] [71] investigaram a soldabilidade de juntas dissimilares entre PMMA com nanocompósitos de sílica. A velocidade de rotação foi variada entre 1000 e 3000 rpm e foi verificado que as soldas produzidas a 2000 rpm apresentaram maior qualidade com ausência de linhas de solda e defeitos. Quando utilizado 1000 rpm as linhas de solda eram visíveis mostrando geração de calor insuficiente para uma boa solda, enquanto que a uma rotação de 3000 rpm a solda demonstrou deformação excessiva. As soldas alcançaram resultados de 3.9 ± 0.05 MPa cujo valor é similar ao obtido com as técnicas usuais de soldagem de PMMA

Devido suas vantagens como ciclos rápidos, baixo custo e alto desempenho mecânico, uma variante dessa tecnologia, denominada União Pontal por Fricção (*Friction Spot Joining, FSpJ*), foi desenvolvida para a fabricação de juntas híbridas metal com compósito polimérico. [10,72,73,74].

Existem duas variantes da técnica FSpW: Camisa Penetrante ('sleeve-plunge') e Pino Penetrante ('pin-plunge') [75], que se diferem basicamente pela parte penetrante da ferramenta. O processo FSpW com a variante camisa penetrante é o mais adotado por gerar maiores áreas soldadas e, portanto, soldas mais resistentes mecanicamente [76]. Essa variante do processo é dividida em três principais etapas (Figura 2-12). As amostras poliméricas são fixadas em sobreposição e pressionadas contra o anel de fixação enquanto o pino e a camisa começam a rotacionar em um mesmo sentido, à determinada velocidade angular (etapa 1 da Figura 2-12a). A camisa penetra a amostra e a fricção entre a ferramenta e o material gera aquecimento suficiente para plastificar e amolecer o polímero na região da solda enquanto que a retração do pino cria um espaço para o preenchimento do polímero amolecido (etapa 2 da Figura 2-12a).

Após o limite de penetração ser atingido, a camisa e o pino retornam para sua posição original e o material amolecido é realocado no espaço deixado pela ferramenta, evitando, assim, a formação do entalhe (etapa 3 da Figura 2-12a). No final do ciclo de soldagem a ferramenta é mantida em contato com as amostras e a junta é resfriada sobre pressão evitando contração diferencial durante sua consolidação. Essa última etapa é chamada de tempo de consolidação e foi um parâmetro introduzido pelo autor para melhorar o acabamento superficial e o desempenho mecânico das soldas poliméricas. A Figura 2-12b ilustra de forma esquemática a interdifusão entre as cadeias poliméricas de ambas as chapas.

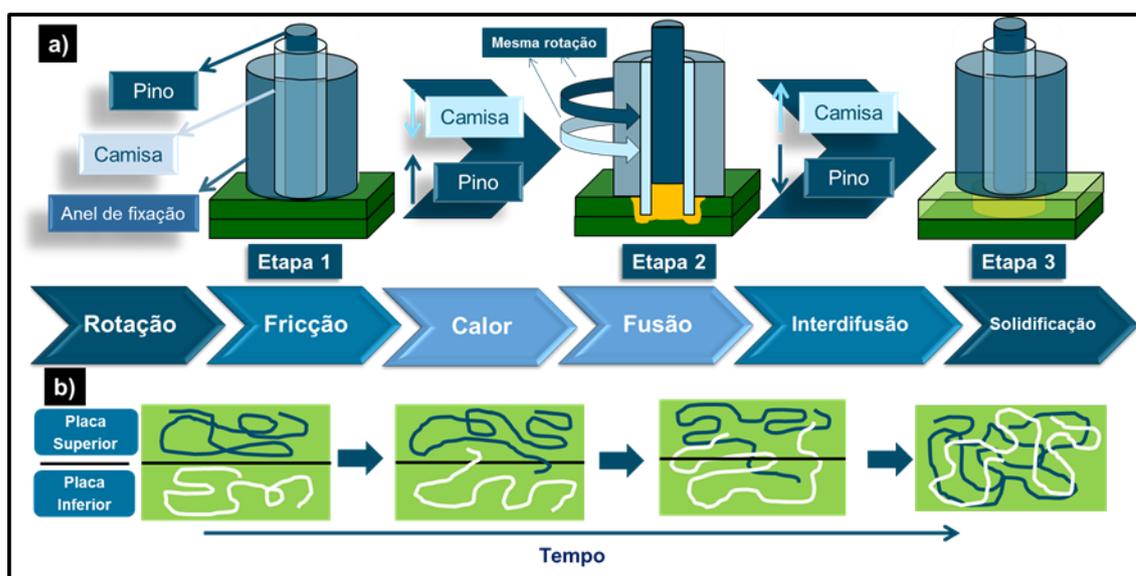


Figura 2-12: Ilustração do processo de Soldagem Pontual por Fricção ('Friction Spot Welding – FSpW'): a) Etapas do processo na variante camisa-penetrante; b) Detalhes da etapa de interdifusão.

A ausência do entalhe no processo FSpW, ao contrário da técnica FSSW, leva a soldas com melhores acabamentos superficiais e com melhores propriedades mecânicas devido ao fato de reduzir o efeito concentrador de tensão oriundo do entalhe e maximizar a área soldada [77].

As zonas microestruturais de uma junta pontual de poliamida 6 soldada por FSpW são mostradas esquematicamente na Figura 2-13. A região do material de base (MB) ('base material – BM') compreende o volume mais

distante do centro da solda onde não são observadas mudanças estruturais ou redução do valor de microdureza. A zona afetada termicamente (ZAT) (*'heat affected zone – HAZ'*) abrange as regiões onde se observa redução da dureza devido às altas temperaturas experimentadas. Por fim, a zona de mistura (ZM) (*'stir zone – SZ'*) compreende o espaço onde o material amolecido pela ação termomecânica preencheu a cavidade deixada pela ferramenta [5].

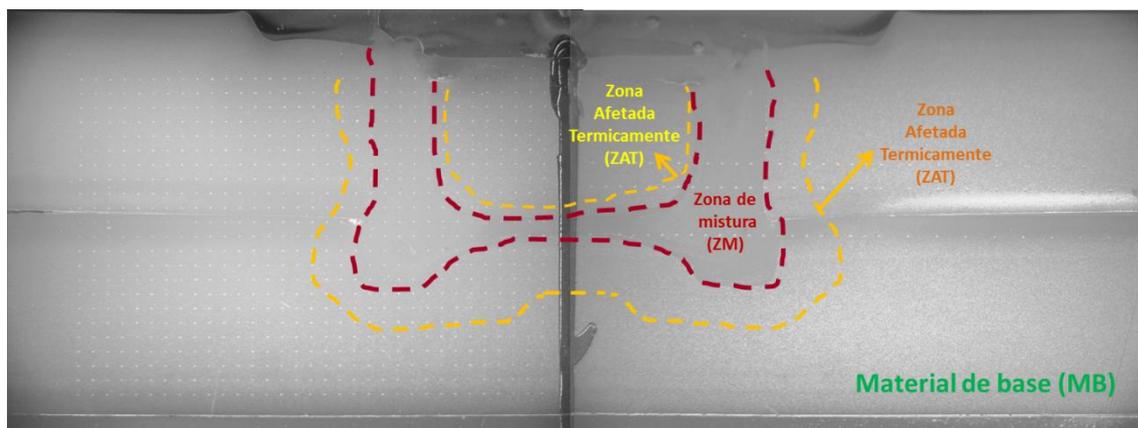


Figura 2-13: Micrografia da seção transversal de uma junta de poliamida 6 obtida por soldagem pontual por fricção (*'Friction Spot Welding – FSpW'*) mostrando as delimitações das regiões microestruturais. A linha preta foi adicionada intencionalmente para definir o centro da solda. [15]

2.3 Planejamento de experimentos e análise de dados

2.3.1 Considerações gerais

Esta seção é dedicada à descrição das ferramentas estatísticas de planejamento de experimentos e análise de dados experimentais utilizadas neste estudo.

Um planejamento de experimentos consiste em um conjunto de ensaios nos quais se realizam propositadamente alterações nas chamadas variáveis de entrada de modo a se observar e identificar a influência desses parâmetros nas variáveis de resposta [78] [79]. Por exemplo, no caso deste estudo, as variáveis de entrada serão os parâmetros do processo de soldagem e as

variáveis de resposta serão as propriedades microestruturais e mecânicas das soldas.

Um planejamento experimental permite redução do número de ensaios, estudo simultâneo da influência de diversas variáveis, previsão de respostas através de modelos estatísticos, elaboração de conclusões a partir de resultados qualitativos e otimização dos parâmetros levando à melhoria do produto [80].

Os princípios básicos de um planejamento de experimentos segundo Montgomery [81] são replicação, aleatoriedade e blocagem. O uso de réplicas leva à obtenção de erro experimental que permite verificar se as diferenças entre os dados são significativas aumentando, assim, a precisão do experimento [81]. Realizar as réplicas de forma aleatória garante que os fatores não considerados tenham seus efeitos distribuídos entre todas as condições de forma homogênea evitando, assim, que um fator externo casual influencie em todas as réplicas de uma determinada condição e não em outras [82]. Por fim, a blocagem é uma técnica utilizada quando um efeito externo conhecido afeta um grupo de amostras [83]. Assim, caso exista mais de um operador do processo ou diferentes bateladas da produção, essa técnica é necessária. Dessa maneira, o efeito desse bloco de amostras será levado em consideração na estatística.

As etapas de um planejamento de experimentos podem ser visualizadas na Figura 2-14 [82]. Todo planejamento experimental começa com uma série inicial de experimentos com o objetivo de definir as variáveis e os níveis importantes. Podem-se ter variáveis qualitativas do tipo equipamento ou operador, e quantitativas, por exemplo, velocidade de rotação ou pressão, no caso da soldagem por fricção. Os resultados devem ser analisados e modificações pertinentes devem ser feitas no planejamento experimental. Antes de se realizar a segunda série de experimentos os objetivos e os critérios devem estar claros, ou seja, devem-se conhecer os parâmetros envolvidos, a faixa de variação desses parâmetros (série inicial de experimentos), as respostas pretendidas e o tipo de planejamento experimental que se irá realizar. Nessa etapa, há de se considerar o número de parâmetros, número de

réplicas e disponibilidade de recursos tanto para o experimento quanto para a caracterização posterior. E muitas vezes após o modelamento estatístico, novas conclusões são feitas e um novo processo de planejamento recomeça.



Figura 2-14: Etapas de um planejamento de experimentos. Adaptado de [82].

2.3.2 Planejamento de experimento utilizando fatorial completo

Entre os tipos de planejamento de experimentos mais utilizados estão: um fator por vez ('one-factor-at-a-time – OFAT'), planejamento fatorial completo ('full fatorial') e Taguchi. No método um fator por vez apenas um dos fatores (parâmetros de entrada) é variado em cada condição, possibilitando comparar a influência dessa alteração com uma condição tomada como referência [81]. Esse método é realizado em estudos simples, em que é facilmente observável a influência de cada fator de entrada na resposta analisada. Porém, necessita de maior número de experimentos, além de não visualizar interações entre os fatores.

O planejamento fatorial completo é aquele em que todos os fatores, em seus diferentes níveis, são combinados entre si, possibilitando assim a análise tanto da influência dos fatores de entrada principais como das possíveis interações entre eles [81]. No entanto, quando se analisa muitos fatores e/ou muitos níveis, essa análise pode se tornar inviável devido ao grande número de experimentos. Nesse caso, é comum a escolha do método Taguchi, em que

apenas algumas condições chave são testadas, podendo, com grande grau de confiança, realizar as análises tanto dos fatores como das principais interações [84]. A utilização de vários fatores em uma pesquisa demanda uma análise precisa para analisar a influência dos parâmetros e de suas interações fazendo necessário o uso de planejamento de experimentos [85] [86] [87].

Uma das maneiras de realizar a análise dos dados de um experimento do tipo fatorial completo é através da análise de variâncias (ANOVA). Primeiramente, é escolhida uma resposta a ser analisada e, então, obtém-se a média e a variância para cada tratamento. A ANOVA, como o próprio nome diz, analisa e compara as variâncias das relativas médias para saber se o resultado obtido é devido aos fatores utilizados ou ao erro produzido de cada grupo [82].

Ao se realizar a comparação dos tratamentos de amostras de uma dada população, aplica-se o teste de hipóteses [82]. A hipótese nula (H_0) afirma que dois tratamentos comparados são estatisticamente iguais, enquanto a hipótese alternativa (H_1) afirma que dois tratamentos são diferentes. Ao testar essas hipóteses, dois tipos de erros podem ser encontrados: tipo I, quando se rejeita H_0 sendo que H_0 é verdadeira; tipo II, quando não se rejeita H_0 e H_0 é falsa. Existe a possibilidade de se trabalhar com a probabilidade de ocorrência do erro I ou II. Neste trabalho será usada a probabilidade de ocorrência do erro tipo I, $\alpha = P$ (erro tipo I). A probabilidade de cometermos um erro tipo I é chamada de nível de significância, denotado pela letra grega α [82]. O nível de significância utilizado nesse trabalho foi de 5%.

Para realizar o teste de hipótese, utiliza-se a estatística descrita na Equação 2.1, sendo δ o desvio padrão relacionado à média μ e n é a população estudada [81].

$$Z = \frac{\mu - \mu_0}{\frac{\delta}{\sqrt{n}}} \quad (2.1)$$

O p-valor é o valor dentro da distribuição de valores de probabilidade e representa a probabilidade de encontrar um valor extremo ao valor observado [82], ou seja, rejeitar incorretamente a hipótese nula quando ela é verdadeira (erro tipo I) (Equação 2.2).

$$P \text{ valor} = P[Z > |Z_{obs}|] + P[Z < -|Z_{obs}|] \quad (2.2)$$

Para uma distribuição bilateral, caso o p-valor esteja na região de rejeição da hipótese nula H_0 (Figura 2-15a), tem-se que os tratamentos μ_0 e μ são estatisticamente diferentes e, então, a hipótese nula deve ser rejeitada [83]. Caso contrário, se o p-valor é maior que o nível de significância (Figura 2-15b), os valores serão iguais, ou seja, não terão diferença estatística dentro do grau de confiança escolhido e, então, a hipótese nula não deve ser rejeitada [83].

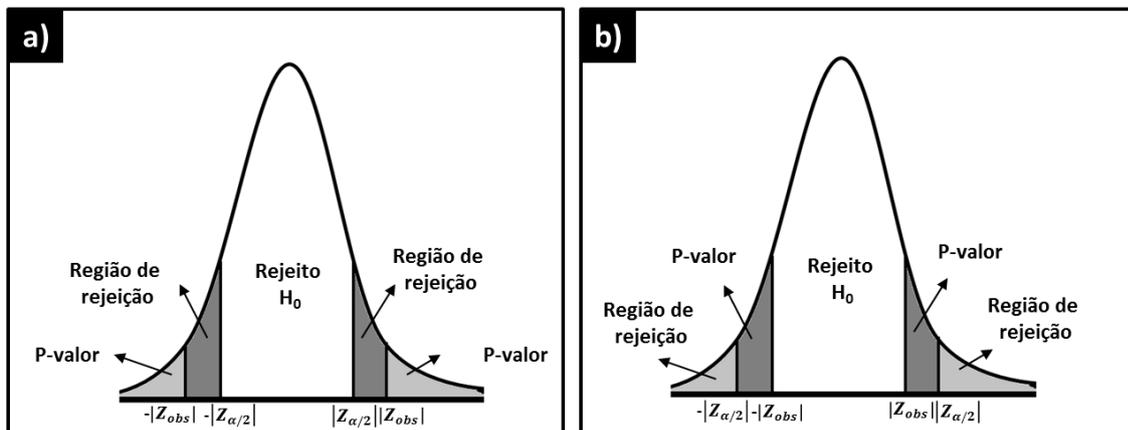


Figura 2-15: Curva de distribuição normal, e as regiões críticas bilaterais para os casos onde (a) H_0 é rejeitado e (b) H_0 não é rejeitado. Adaptado de [83].

2.3.3 Comparação de médias pelo método de Tukey

Para verificar que existe diferença estatística relevante entre os tratamentos (respostas) faz-se uso de um teste de comparação de médias. O teste de Tukey é utilizado em estudos para permitir comparar todas as respostas analisadas, sempre, entre duas médias de tratamentos [88] [89] [90]. Como resposta, as condições são agrupadas em conjuntos denominados por letras, onde condições que compartilham as mesmas letras são consideradas estatisticamente iguais, ou seja, não existem diferenças

significativas entre suas influencias. A estatística do teste de Tukey é apresentada na Equação 2.3 em que q é um valor tabelado chamado de amplitude total estudentizada que depende do número de tratamentos e do número de graus de liberdade do resíduo, $QMRes$ é o quadrado médio do resíduo, r é o número de repetições e α é o nível de confiança, fixado em 5%, assim como na ANOVA [83].

$$\Delta = q \sqrt{\frac{QMRes}{r}} \quad (2.3)$$

2.3.4 Planejamento fatorial utilizando fatorial completo sem réplicas

A utilização do fatorial completo mesmo utilizando um moderado número de parâmetros e combinações conduzem à necessidade de realizar um grande número de observações. Por exemplo, um fatorial completo 2^4 possui 16 tratamentos, 2^5 possui 32, 2^{10} possui 1024 tratamentos, se houver utilização de ponto central esse número já aumenta e se for realizado validação do modelo ainda mais tratamentos deverão ser adicionados. Assim, a adição de 3, 4 ou 5 réplicas, por exemplo, pode tornar um experimento inviável pela restrita oferta de recursos [83], [91], [92], [93], [94]. Portanto, frequentemente os recursos disponíveis para um projeto permite somente a utilização do chamado análise fatorial de réplica única. A utilização de réplicas é um dos princípios básicos de um planejamento que auxilia na obtenção de erro experimental permitindo verificar se as diferenças obtidas entre os fatores são significativos aumentando assim a precisão do experimento [81], [82]. Quando somente uma réplica é utilizada o número de observações se iguala ao número de termos na análise de variância (ANOVA), assim, o grau de liberdade disponível para obter o erro da soma dos quadrados é nula [91], [83], [92], [93], [94].

Para analisar um fatorial com somente uma réplica inúmeros autores criaram seus métodos. Hamada e Balakrishnan [95] analisaram os 24 principais métodos de análise de experimentos fatoriais com somente uma réplica e foram encontradas algumas principais linhas de análise. Uma das alternativas seria retirar um parâmetro inteiro da análise, assim, utilizando com

exemplo, um fatorial 2^4 , se retirarmos um parâmetro, teríamos um fatorial 2^3 com duas réplicas, possibilitando a análise, porém, aumentando o erro devido ao fato de não considerar um fator e suas interações [83] [93] [94]. Outra potencial solução para a análise seria retirar somente as interações de alta ordem, ou seja, em um fatorial 2^4 , por exemplo, retirar as interações de quarta ordem e/ou terceira ordem (Pooling Higher Order interactions) [83] [93] [94]. Porém, negligenciar essas interações pode ser inapropriado, pois está se eliminando uma interação antes mesmo dessa ser analisada. Para resolver esse problema, um método diferente atribuído a Daniel [96] [97] sugere construir um gráfico normal de probabilidade dos efeitos estimados (*normal probability plot of the effect estimates*), assim, os efeitos que estiverem distribuídos seguindo a linha de tendência são os efeitos menos importantes e podem ser retirados da análise. Para melhorar a análise feita por Daniel, Lenth [98] considerou um estimador chamado de pseudo erro padrão (Pseudo Standard Error – PSE) que é calculado como sendo 1,5 vezes o valor da mediana de todos os efeitos (equação 2.4). Um último método seria preparar alguns pontos centrais com réplicas. Um ponto central é aquele em que fatores são selecionados exatamente nos valores médios entre os dois níveis do fatorial. As réplicas desse ponto central podem, portanto, fornecer uma estimativa do erro necessário para realizar a análise de variância. Todos os métodos descritos atuam de maneira a impedir que o grau de liberdade da análise estatística seja zero, permitindo, a aplicação da ANOVA e, portanto, possibilitando a análise dos efeitos e de suas interações.

$$PSE = 1,5 \cdot \text{median}(|effect|: |effect| < 2,5 \cdot S_0) \quad (2.4)$$

2.3.5 Regressão linear para proposição de modelos estatísticos

Outra ferramenta importante para a análise e otimização de um processo é a proposição de modelos estatísticos. Esses modelos são simulações ou representações da realidade que buscam descrever e prever o comportamento da resposta analisada em função dos parâmetros de entrada estudados em

uma pesquisa. A equação pode ser obtida a partir de uma regressão linear múltipla, determinando, desse modo, os coeficientes da expressão. Duas importantes ferramentas para avaliação do grau de adequação dos valores experimentais dentro do modelo proposto são o R^2 e $R^2(\text{pred})$. Quanto mais os valores utilizados para obtenção da equação se aproximarem dos valores propostos pelo modelo, maior será o R^2 , chegando num máximo de 100% quando os pontos experimentais descreverem uma reta perfeita [83]. O $R^2(\text{pred})$ indica qual a chance de um valor experimental, diferente daqueles utilizados para construção do modelo, ser predito pela equação proposta [83].

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Poliamida 6

Utilizou-se chapa de poliamida 6 (PA6) extrudada com 4,0 mm de espessura da marca Erlaton 6 produzida pela empresa alemã Arthur Krüger [20]. Na Tabela 3-1 são apresentadas as principais propriedades físicas, térmicas e mecânicas da poliamida 6 (PA6) utilizada neste estudo.

Tabela 3-1: Propriedades físicas, térmicas e mecânicas da poliamida 6 (PA6).

	Propriedades	Valores	Unidades	Norma
PA 6	Densidade	1,14	g/cm ³	ISO 1183
	Tm (fusão) / Tg (vítrea) Tc (cristalização)	220 / 60 180	°C	ISO 3146
	Condutividade Térmica (23°C)	0,28	W/(K.m)	DIN 52612
	Resistência à tração	76	MPa	ISO 527
	Módulo Elástico	3250	MPa	ISO 527

3.2 Plano de Trabalho

As etapas do desenvolvimento experimental e as propriedades das juntas de PA6 produzidas por FSpW são mostradas na Figura 3-1.

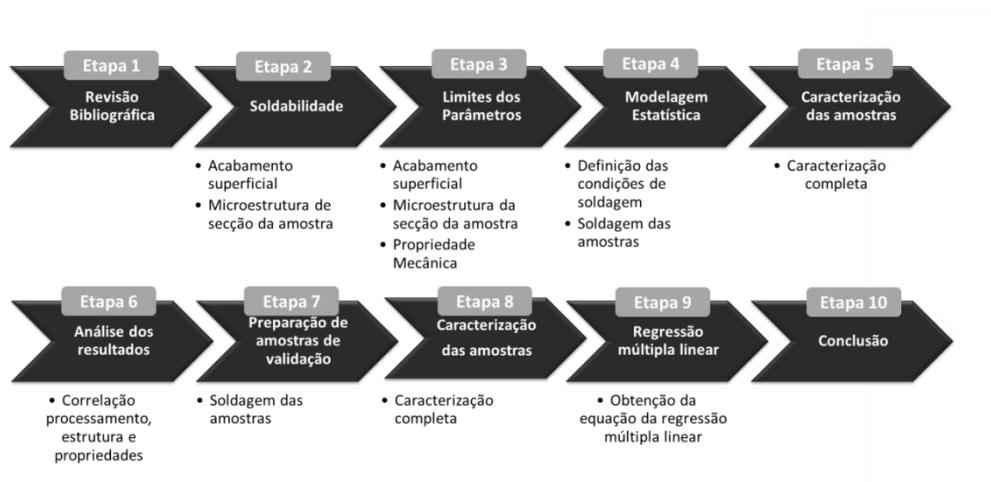


Figura 3-1: Etapas do planejamento experimental do estudo de soldagem de chapas de PA6 por FSpW.

Inicialmente foi realizada uma revisão bibliográfica sobre o uso da FSpW para a soldagem de polímeros (etapa 1). Foram então realizados testes para verificar a soldabilidade das juntas de PA6 por FSpW (etapa 2) com a análise da microestrutura e do acabamento superficial das soldas. Na terceira etapa os parâmetros de soldagem foram delimitados baseados nos resultados do ensaio de cisalhamento sob tração das juntas, incluindo os limites máximos e mínimos de cada parâmetro (etapa 3). Essa fase foi essencial para a definição dos limites dos parâmetros de soldagem para a análise estatística, assim, cada parâmetro possui um valor mínimo que pode significar, por exemplo, ausência de soldagem e um valor máximo que pode significar, por exemplo, perda de propriedades. Verificou-se nessa etapa, no caso da rotação da ferramenta, por exemplo, que baixas rotações implicam em energia insuficiente para concretizar uma solda e que altas rotações resultam em plastificação excessiva do material, expelindo material para fora da zona de solda enquanto a ferramenta perfura indevidamente as chapas de polímero inviabilizando a soldagem. Uma vez que os limites foram estabelecidos, a etapa 4 consistiu na definição do tipo de modelamento estatístico a ser utilizado, no caso um fatorial 2^4 . Nessa etapa foram definidas todas as 17 condições de soldagem. Na etapa 5 foram realizadas as caracterizações completas onde estão incluídas todas as análises a serem descritas nesse capítulo. Na etapa 6, foi realizada a análise dos resultados correlacionando o processo com a estrutura e propriedades obtidas na soldagem. Na etapa 7 as amostras de validação foram soldadas e testadas na etapa 8. Na etapa 9 foi obtido a equação de regressão múltipla linear que permite, se validada, a correlação entre os resultados e os parâmetros para qualquer variação dos parâmetros, mesmo os que não foram testados no experimento. Por fim, na etapa 10, chamada de conclusão, os dados foram analisados e a dissertação foi elaborada.

3.3 Procedimento de Soldagem Pontual por Fricção (FSpW)

As soldas de PA6 foram produzidas no instituto de pesquisa Helmholtz Zentrum Geesthacht (HZG), na Alemanha. Foi utilizado um equipamento em escala de laboratório (RPS 100, Harms & Wende) (Figura 3-2) e a ferramenta utilizada na soldagem por FSpW foi produzida em liga de titânio TiAl6V4 nitretada.

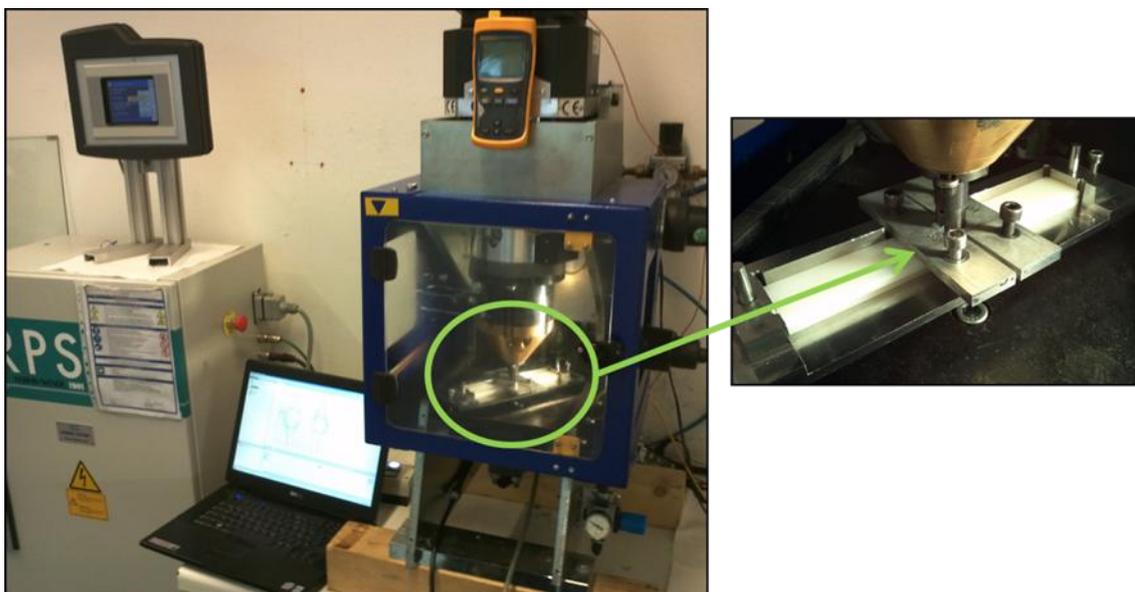


Figura 3-2: Foto do equipamento de Soldagem Pontual por Fricção (FSpW) modelo RPS 100 da Harms & Wende com detalhes da ferramenta.

As amostras foram cortadas das chapas de PA6 e soldadas na configuração junta simples sobreposta ('single lap-shear') de acordo com a norma D3163-08 [99] e mantendo a espessura original da chapa, conforme esquematizado na Figura 3-3.

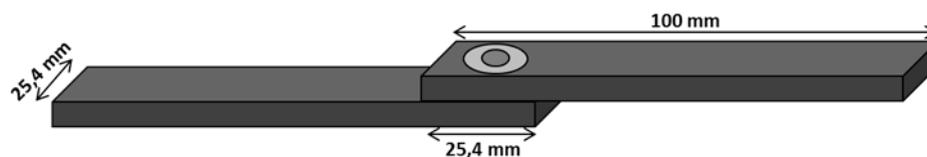


Figura 3-3: Ilustração das amostras soldadas na configuração junta simples sobreposta ('single lap-shear') de acordo com a norma ASTM D3163-08 [99].

As chapas de PA6 foram sobrepostas e fixadas usando porta amostra (Figura 3-4) projetado para garantir contato íntimo entre suas superfícies e para prevenir o efeito de descolamento delas durante o resfriamento devido ao encolhimento diferencial dos diferentes volumes de materiais fundidos e solidificados no ponto de solda. Após a soldagem, as amostras foram mantidas intencionalmente presas no porta-amostras por um longo tempo de três minutos para que a junta atingisse a temperatura ambiente. Esse tempo pode ser otimizado visando a aplicação industrial, considerando que se pode alterar a taxa de resfriamento artificialmente (por exemplo através da mudança do fluxo de ar de resfriamento). Em regra, as amostras podem ser extraídas do porta-amostras sem perda ou modificações de propriedades mecânicas, quando a temperatura decai abaixo da temperatura de transição vítrea de polímeros. O atual trabalho não teve como foco otimizar esse tempo, mas sim adotar um tempo de resfriamento uniforme suficiente para permitir que todas as soldas estudadas, com diferentes aportes térmicos, pudessem estar completamente solidificadas no momento da remoção das amostras.

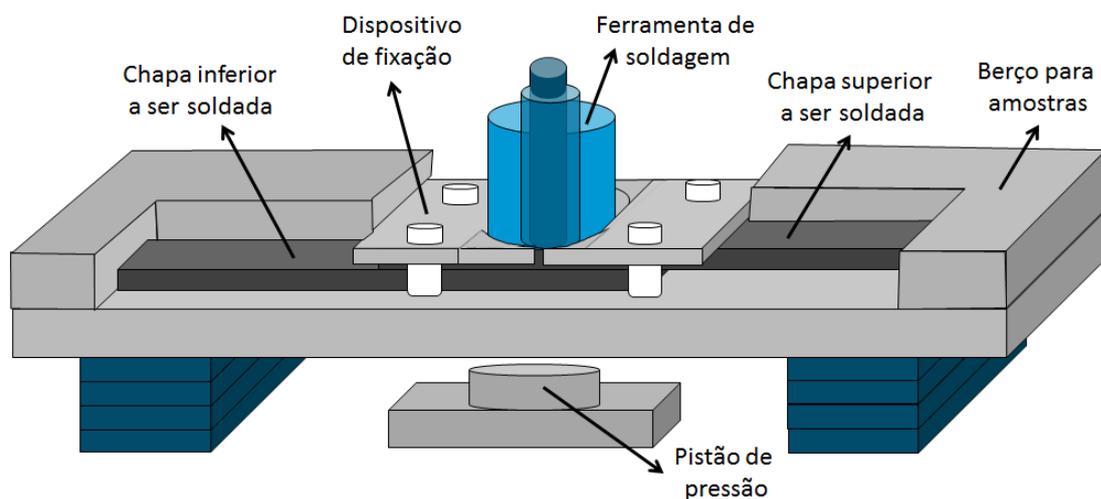


Figura 3-4: Ilustração do porta amostras utilizado para a fixação das amostras de PA6 durante a soldagem por FSpW.

3.4 Planejamento dos Experimentos

Utilizou-se uma análise estatística de fatorial completo (2^4) com um ponto central, onde 4 parâmetros foram variados, sendo eles: a velocidade de rotação da ferramenta (VR), a profundidade de penetração da camisa (PP), o tempo de soldagem (TS) e o tempo de consolidação sob pressão (TC) (Tabela 3-2).

Tabela 3-2: Valores dos parâmetros de soldagem FSpW utilizados para a fabricação das juntas de PA6.

Parâmetros	Unidade	Mínimo	Médio	Máximo
Velocidade de Rotação	[rpm]	1000	1500	2000
Profundidade de Penetração	[mm]	5	5,5	6
Tempo de Soldagem	[s]	5	6	7
Tempo de Consolidação	[s]	0,5	10,5	20,5
Pressão	[kN]	7,0 (valor fixo)		
Fluxo de Ar (Resfriamento)	[L/h]	desligado (fixo)		

O tempo de soldagem (TS) é dividido em três tempos menores, o tempo para se alcançar a penetração máxima (tempo de penetração), o tempo sob penetração máxima (tempo de permanência, do Inglês '*dwell time*') e o tempo para retrair toda a ferramenta (tempo de retração). Os tempos de penetração e de retração foram fixados em 2,5 segundos, pois durante a etapa 3 de determinação dos limites foram os tempos onde a solda continuava em boas condições quando os outros parâmetros eram variados do limite inferior para o superior. O tempo de permanência foi variado de 0 a 2 segundos. O tempo de permanência foi escolhido para ser variado, pois é o único dos três tempos que é utilizado quando a ferramenta está inteiramente penetrada. Assim, a variação do tempo é analisada isoladamente, não incluindo outras variáveis como taxa de deslocamento da ferramenta e, além disso, o tempo é analisado quando a maior área da ferramenta esta em contato com o polímero ao ser redor. Na análise estatística, como apresentado na Tabela 3-2, foi utilizado o tempo total

de soldagem, pois a análise estatística não aceita valores zero como parâmetro para o cálculo da análise de variância (ANOVA).

O tempo de consolidação (TC) é o tempo ao final do processo de soldagem em que a ferramenta é mantida em contato com as amostras e a junta é resfriada sobre pressão evitando contração diferencial durante sua consolidação. Seu valor mínimo foi ajustado em 0,5 segundos, pois é um tempo intrínseco ao equipamento para desacoplamento da ferramenta em relação à amostra. O valor máximo do TC foi estabelecido em 20,5 segundos.

Foram produzidas soldas num total de 21 condições diferentes de processo, sendo 16 relativas ao teste estatístico (amostras designadas como PPXX, com X variando de 0 a 16, Tabela 3-3), 1 ponto central (PP17-C, Tabela 3-3), que é uma condição onde todas os parâmetros foram configurados na média entre o máximo e o mínimo dos parâmetros, e 4 amostras para a validação do teste estatístico (amostras designadas como "PPVY", com Y variando de 1 a 4, Tabela 3-3).

A análise estatística tipo fatorial completo permitiu identificar a influência dos parâmetros de soldagem e os efeitos da interação entre eles até a quarta ordem sobre as seguintes respostas: temperatura atingida no processo, extensão da zona soldada, acabamento superficial, grau de cristalinidade e a massa molar do polímero na região soldada, tipo de fratura e resistência mecânica das juntas. Os dados experimentais gerados viabilizaram análises estatísticas que permitiram prever e gerar dados sobre o comportamento mecânico, microestrutural e térmico das soldas de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem por FSpW.

Tabela 3-3: Condições experimentais de soldagem FSpW das juntas de PA6 utilizando a análise estatística fatorial completo.

Condições	Velocidade Rotação (VR)	Profundidade de Penetração (PP)	Tempo de Soldagem (TS)	Tempo de Consolidação (TC)
Unidade	[rpm]	[mm]	[s]	[s]
PP1	1000	5	5	0,5
PP2	1000	5	5	20,5
PP3	1000	5	7	0,5
PP4	1000	5	7	20,5
PP5	1000	6	5	0,5
PP6	1000	6	5	20,5
PP7	1000	6	7	0,5
PP8	1000	6	7	20,5
PP9	2000	5	5	0,5
PP10	2000	5	5	20,5
PP11	2000	5	7	0,5
PP12	2000	5	7	20,5
PP13	2000	6	5	0,5
PP14	2000	6	5	20,5
PP15	2000	6	7	0,5
PP16	2000	6	7	20,5
PP17-C	1500	5,5	6	10,5
PPV1	1200	6	6	5,5
PPV2	1400	5,5	6,5	7,5
PPV3	1600	5,5	6,5	13,5
PPV4	1800	5	6	15,5

Nessa pesquisa, utilizou-se 3 réplicas nas análises. Porém, devido a escassez de material para a realização da análise de massa molar do polímero e temperatura máxima superficial somente uma amostra (réplica) foi utilizada. Nesses casos a seguinte metodologia foi aplicada baseada nos métodos de Daniel [97] e Lenth [98]:

-1° passo: Com a utilização do software Minitab o fatorial completo 2^4 foi definido e os dados foram carregados no programa que definiu uma ordem aleatória para a realização do experimento.

-2° passo: O resultado da análise foi carregado no sistema e os gráficos de normalidade e de resíduos foram plotados para validar a utilização da análise estatística.

-3° passo: Os gráficos dos efeitos padrões normalizados (Normal Plot Standardized Effects) e o gráfico de Pareto para os efeitos foram montados utilizando o método de Lenth. Nesses gráficos o fator PSE de Lenth permitiu distinguir os parâmetros que foram significativos.

-4° passo: A análise de variância (ANOVA) ainda não pode ser feita, pois, o número do grau de liberdade ainda é zero. Por isso, o efeito de menor influência analisado pelo método de Lenth é retirado da análise e será utilizado para melhorar a estimativa do erro.

-5° passo: Os gráficos de normalidade e de resíduos foram novamente preparados para validar a utilização da análise estatística modificada.

-6° passo: A análise de variância foi realizada para obter os dados de p-valor que foram utilizados para analisar a influência de cada fator e de suas interações no processo.

-7° passo: A equação da regressão múltipla linear foi obtida e sua precisão foi avaliada.

-8° passo: Os efeitos observados no gráfico de Pareto que não influenciaram no processo foram retirados, um por um. Essa atividade é importante, pois após a retirada de um fator a significância dos outros fatores é alterada e algum deles pode passar a ser significativo.

-9° passo: Os valores de preditos e reais tanto das condições do experimento quanto das condições de validação foram plotados e analisados para verificar se os mesmos se encontravam dentro do desvio de $\pm 10\%$ que valida a modelagem estatística.

Quando várias réplicas foram utilizadas a única diferença na metodologia foi a não realização das etapas 4, 5 e 6.

3.5 Monitoramento térmico por câmera de infravermelho

Uma câmera de radiação infravermelha (ImageIR 8300, Infratec GmbH), calibrada na faixa de temperaturas entre 20°C e 320°C, foi utilizada para monitorar a temperatura superficial da solda e da ferramenta durante a soldagem por FSpW. Devido à limitada oferta de recursos e para salvar amostras para futuras análises de projetos foi utilizado somente uma réplica nessa caracterização.

Para estas medidas, as amostras foram pintadas com tinta preta, seguindo o procedimento descrito na Figura 3-5, com o objetivo de diminuir as interferências de reflexão que possam existir durante o monitoramento térmico, pois quanto mais próximo de um corpo negro maior a absorvidade e menor a refletividade. Para evitar a possível contaminação do ponto de solda pela adição de tinta preta, manteve-se a área da amostra em contato com a ferramenta rotativa sem a tinta. Para isso, primeiramente uma chapa de PA6 foi colocada no dispositivo de soldagem e foi prensada com a própria ferramenta para a formação de uma marca precisa de onde a ferramenta iria atuar (Figura 3-5a,b). Um adesivo de formato circular foi aderido à superfície demarcada (Figura 3-5-c) com posterior borrifamento de tinta preta sob toda a superfície. Por fim, após a secagem da tinta o adesivo foi retirado tornando a amostra pronta para a soldagem. Os dados da câmera foram comparados com os dados obtidos em um termopar para calibração da faixa de utilização da análise. Os equipamentos utilizados e sua configuração são apresentados na Figura 3-6.

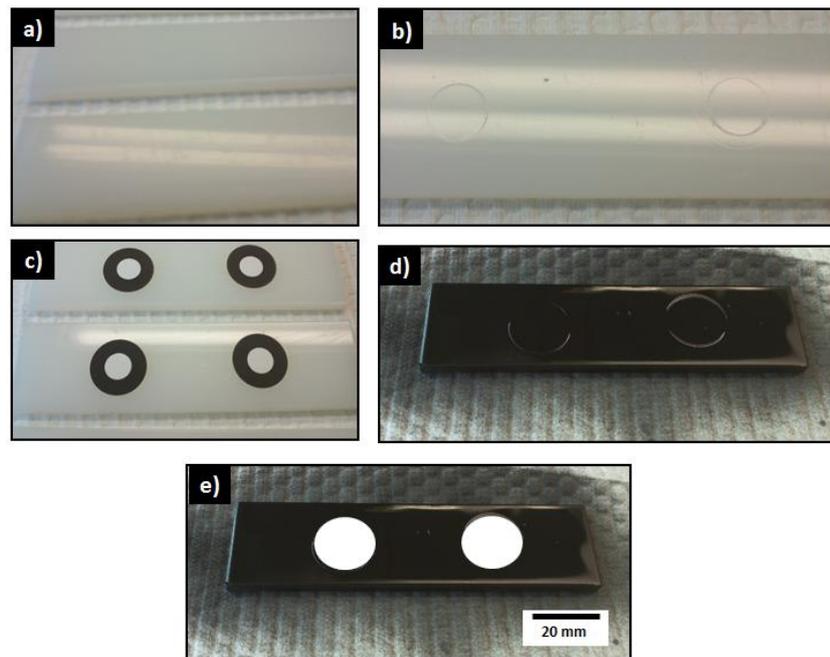


Figura 3-5: Procedimento de preparação das amostras para o monitoramento térmico durante a soldagem FSpW. a) chapa de poliamida; b) demarcação da posição da solda; c) adesivo para proteção contra pintura; d) recobrimento com tinta preta; e) remoção dos adesivos.

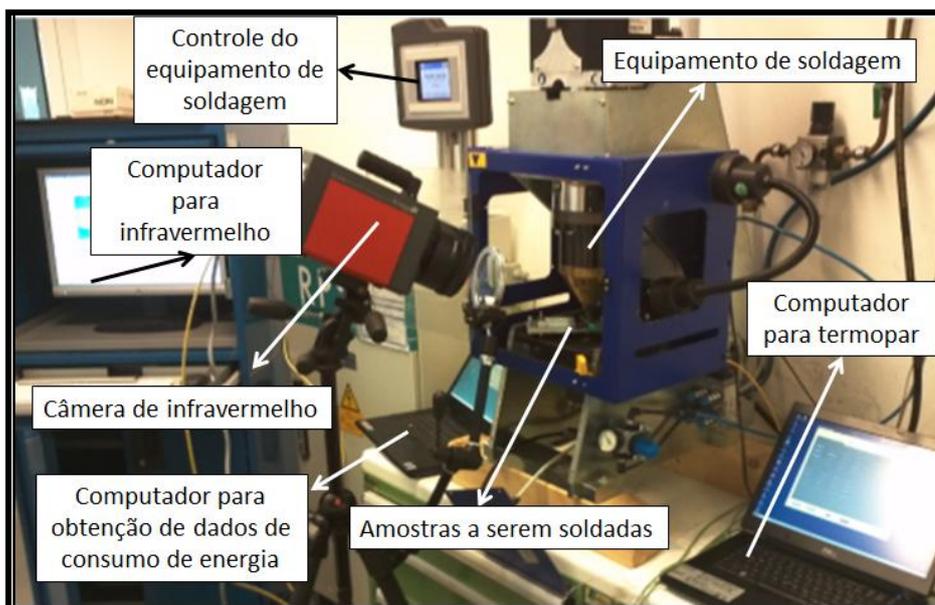


Figura 3-6: Equipamento utilizado para o monitoramento térmico durante a soldagem FSpW.

Sabe-se que a medição da temperatura no material amolecido/fundido sendo cisalhado é complexa. Devido ao movimento vertical e rotativo da ferramenta, a temperatura real é não é possível ser mensurada através da instalação de termopares. O uso de análise termográfica possibilita uma estimativa indireta da mesma. Nesse caso, como a camisa, o pino e o anel de fixação se sobrepõem à região soldada, a temperatura superficial máxima de soldagem medida com a termo-câmera na superfície do polímero imediatamente posterior à retração da ferramenta foi escolhida para estudar a evolução da temperatura processual. Os dados foram avaliados no software IRBIS 3 Professional da empresa InfraTec (Alemanha). Nesse software, a temperatura captada pela câmera é transformada em imagens onde se analisa a área de soldagem conforme identificado na Figura 3-7. Essa temperatura é registrada em um gráfico em relação ao tempo de soldagem, possibilitando relacionar os parâmetros de processo com a temperatura superficial alcançada.

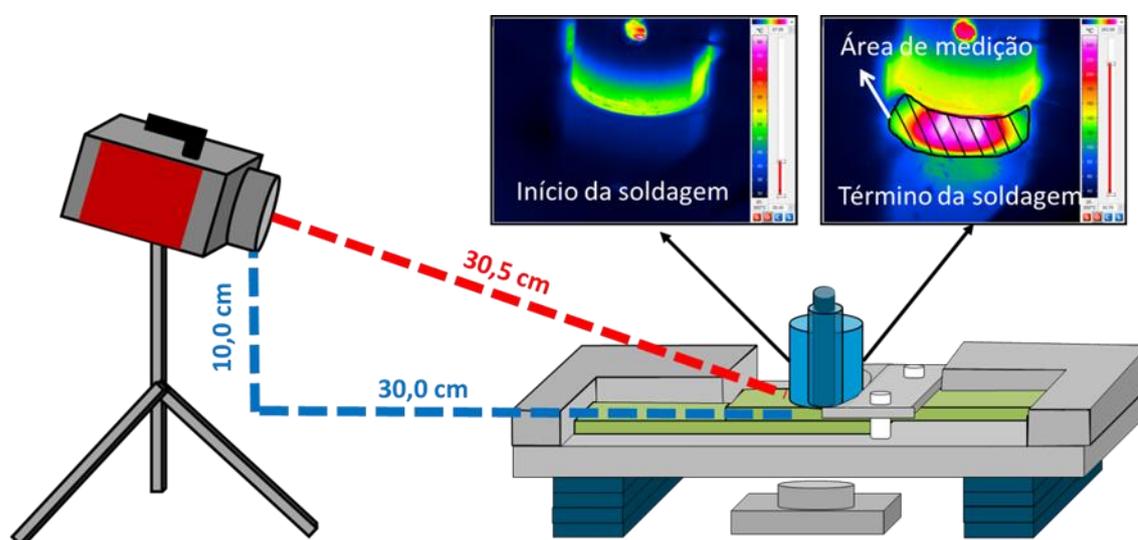


Figura 3-7: Representação esquemática do monitoramento da temperatura do polímero e da ferramenta por câmera de infravermelho durante a soldagem FSpW.

3.6 Caracterização microestrutural das juntas

Análises microestruturais para visualização de detalhes geométricos das juntas e de possíveis defeitos na região soldada foram realizadas em microscópio óptico Leica Q550IW sob luz refletida. A seção transversal da junta foi extraída da região central da solda utilizando o procedimento de preparação de amostra ilustrado na Figura 3-8. Primeiramente dois cortes foram feitos para isolar a região de interesse. Duas marcações foram feitas na amostra, sendo uma linha no centro e outra a 2 mm de distância da primeira linha. Um corte preciso utilizando um disco de corte de diamante de baixa velocidade (Isomet, Buehler) foi utilizado para cortar a amostra exatamente na linha distante 2 mm do centro. O corte lento e com líquido refrigerante foi utilizado para que a amostra não sofresse alteração devido a um possível aquecimento durante o cisalhamento do disco de corte com a amostra. Utilizaram-se procedimentos padrões de metalografia seguido de embutimento com resina transparente (resina de cura fria Epoxicure, Buehler), lixamento e polimento em máquina automática Buehler Phoenix 4000 para atingir o centro da amostra (Figura 3-8).

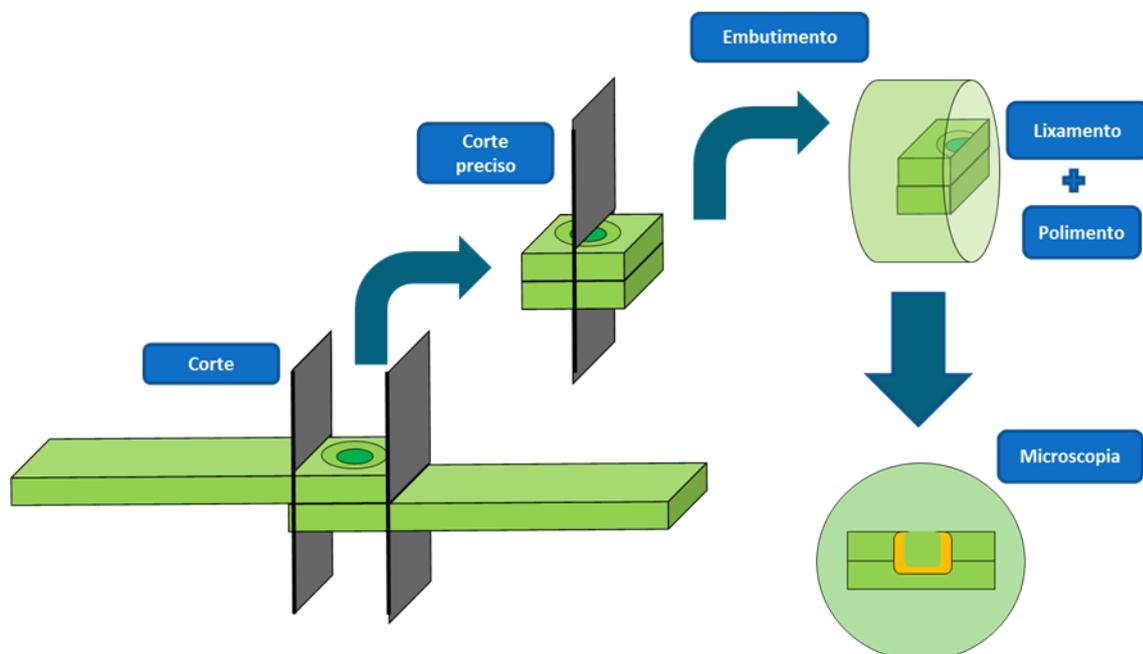


Figura 3-8: Ilustração da metodologia utilizada para a extração da área de interesse das juntas para as análises macro e microscópica.

3.7 Determinação das zonas microestruturais por ensaios de microdureza

As zonas microestruturais das juntas de PA6 afetadas pelo calor e fricção durante a soldagem FSpW foram determinadas por meio de ensaio de microdureza Vickers utilizando-se um microdurômetro Zwick/Roell ZHV. Foi utilizada carga de 25 gramas (HV 0,025), com tempo de indentação de 15 segundos [100] e distância entre indentações de no mínimo duas vezes o diâmetro da endentação. Nesse trabalho foi adotado a distância de 300 μm .

Como a PA6 é um polímero higroscópico, a dureza superficial é sensível às etapas de preparação das amostras (corte, embutimento e polimento). Após algumas análises preliminares de estabilização da massa das amostras, utilizou-se o prazo de um mês após o polimento das amostras para a realização do teste de microdureza.

3.8 Determinação do grau de cristalinidade da PA6 na zona de mistura das soldas por calorimetria diferencial de varredura (DSC)

Calorimetria diferencial de varredura (DSC) foi utilizada para medir a entalpia de fusão que permitiu determinar o grau de cristalinidade da PA6 nas soldas. A zona de mistura (ZM) das soldas (Figura 2-13) foi escolhida para esta análise por ser a região onde ocorrem maior cisalhamento e temperatura. Essa região se encontra em uma área variável que depende do aporte térmico e do fluxo de material resultante da combinação de parâmetros de soldagem utilizada. Porém, esta zona pode ser identificada visualmente pela área delimitada pela atuação da camisa, ou seja, entre o pino e o anel de fixação. Portanto, extraiu-se das juntas essa região utilizando como base as marcas deixadas pelas ferramentas, como mostra a fotografia da Figura 3-9.

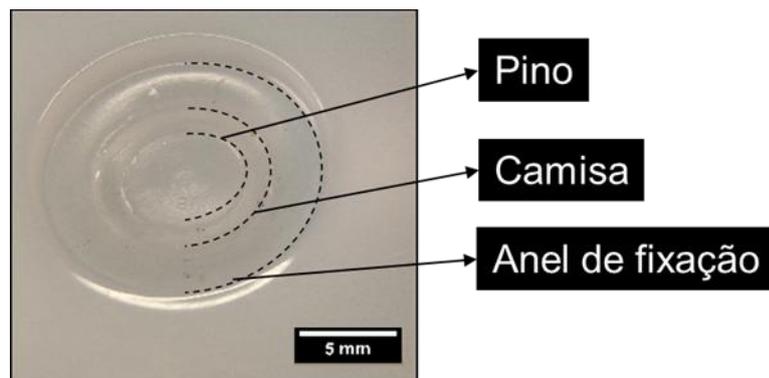


Figura 3-9: Acabamento superficial do topo de uma junta de PA6 soldada por FSpW. As marcas deixadas pelas ferramentas foram utilizadas como base para delimitação da região de interesse para a análise do grau de cristalinidade das soldas (anel formado entre o pino e o anel de fixação).

O procedimento para a extração do anel delimitado pelo pino e pelo anel de fixação é ilustrado na Figura 3-10. Em todas as etapas foram escolhidas forças baixas de usinagem e arrefecimento com fluxo de ar para evitar mudança das propriedades da junta. Primeiramente, realizou-se um furo no centro da solda com uma broca de mesmo diâmetro que o pino (etapa-2) para retirar a parte central da região termicamente afetada (ver Figura 2-12) presente no interior da solda. Nessa etapa a furadeira e a amostra eram resfriadas após cada contato entre as partes, para evitar mesmo pequenos aquecimentos. Entre a etapa 2 e a etapa 3 realizou-se vários cortes seccionais com a utilização de uma guilhotina de bancada utilizando como guia a demarcação deixada pela camisa. Entre a etapa 3 e a etapa 4 mais um corte no meio da solda foi realizado de forma que a zona de mistura ficasse à mostra (região em amarelo na etapa 4). Por fim, uma fatia retangular identificada na etapa 4 de aproximadamente 1,5 mm de comprimento (espessura do anel formado pela camisa) foi extraída, seca em estufa a vácuo por 4 horas a 70°C para posterior análise de DSC.

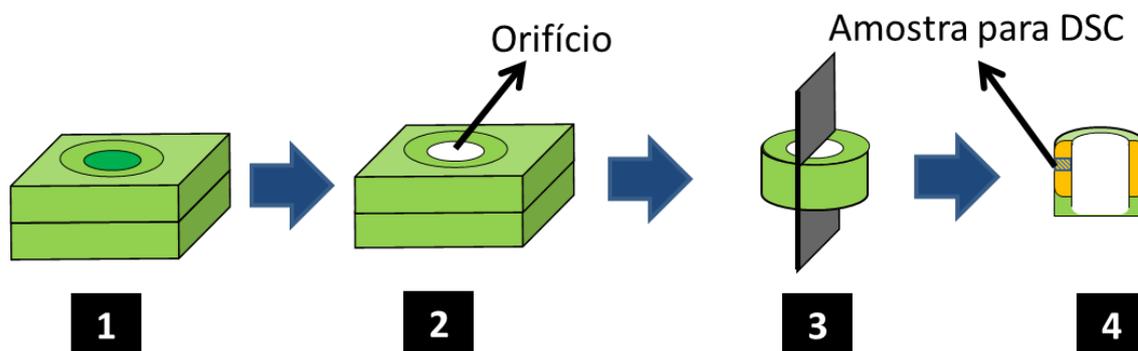


Figura 3-10. Ilustração da metodologia utilizada para extração da zona de mistura (ZM) das soldas para a análise de DSC.

As análises de DSC foram realizadas em equipamento Q100 da TA Instruments. Os dados foram empregados para avaliar a influência do grau de cristalinidade nas propriedades mecânicas em cisalhamento sob tração de soldas produzidas nas diferentes condições experimentais. Utilizou-se cadinho de alumínio com amostras com massa entre 9,5 e 10 mg com precisão de $\pm 0,01$ mg e atmosfera de nitrogênio de 50 mL/min. A temperatura foi estabilizada a 30°C e então elevada a taxa de 10°C/min até 260°C.

O grau de cristalinidade da PA6 nas soldas foi obtido dividindo a entalpia de fusão calculada pelo DSC pela entalpia de fusão de uma amostra de PA6 hipoteticamente 100% cristalina (190 J/g [101]):

$$X_c(\%) = \frac{\Delta H_{\text{exp}}}{\Delta H_{100\%}} \times 100 \quad (3.1)$$

3.9 Determinação da massa molar da PA6 na zona de mistura das soldas por viscosimetria de solução diluída

A degradação termomecânica da PA6 na região de mistura das soldas foi estimada a partir de medidas de massa molar empregando análise viscosimétrica da PA6 em solução.

Inicialmente, estabeleceu-se um procedimento experimental para a realização das análises viscosimétricas medindo-se a viscosidade intrínseca do material de base a partir dos métodos de diluição de Huggins e Kraemer, utilizando soluções com concentrações na faixa de 0,1 a 0,5 g/dL. A partir das análises se conclui que o método de concentração única de Billmeyer foi suficiente para a avaliação da viscosidade intrínseca das soldas [102].

A região de interesse utilizada na análise viscosimétrica é a zona de mistura e a extração do material foi realizada segundo a metodologia explicada na análise de DSC. A única diferença consiste no fato de que a quantidade de material a ser utilizada nessa análise é maior que no caso do DSC, portanto, toda a área destacada em amarelo na Figura 3-10, etapa 3, foi utilizada. O material foi seco em estufa a vácuo por 4 horas a 70°C, pesado em balança analítica com precisão de 0,0001 g e então dissolvido em ácido fórmico 85% (CH₂O₂) na concentração de 0,3 g/dL. A solubilização foi realizada com auxílio de um banho térmico à 45°C. Após completa solubilização do polímero, a solução foi colocada em um viscosímetro capilar Ubbelohde do tipo 1 imerso em um banho com temperatura controlada de 25 ± 0,1°C. Após a estabilização da temperatura foi realizado a cronometragem dos tempos de eluição das soluções e do solvente puro para obtenção da viscosidade intrínseca. Devido ao fato de a zona de mistura apresentar pouco material para o teste, a análise foi realizada com somente uma réplica para cada condição de soldagem.

Os valores de viscosidade intrínseca $[\eta]$ foram determinados pelo método de Billmeyer, sendo que η_{red} é a viscosidade reduzida e η_{iner} é a viscosidade inerente:

$$[\eta] = (0,25 \cdot \eta_{red}) + (0,75 \cdot \eta_{iner}) \quad (3.2)$$

A massa molar viscosimétrica média (\overline{M}_v) da PA6 na zona de mistura das soldas foi calculada através da expressão de Mark-Houwink-Sakurada, a partir dos dados de viscosidade intrínseca $[\eta]$, adotando-se $K = 2,26 \times 10^{-4}$ dL/g e $a = 0,82$ [103]:

$$[\eta] = K \cdot \bar{M}_v^a \quad (3.3)$$

3.10 Ensaio mecânico de cisalhamento sob tração das juntas

A avaliação do desempenho mecânico das juntas foi realizada através de ensaio mecânico de cisalhamento sob tração de junta sobreposta simples ('single lap shear') de acordo com norma ASTM D3163-08 [99]. O ensaio foi realizado em máquina universal de ensaios Zwick/Roell 1478, no instituto HZG, com velocidade de travessa de 1,27 mm/min, à temperatura de 21°C. Para cada condição foram ensaiadas três réplicas para obtenção do valor médio e do respectivo desvio padrão.

A resistência à tração das juntas de PA6 produzidas por FSpW foi calculada dividindo a carga máxima registrada nos ensaios de cisalhamento sob tração pela área circunscrita pelo diâmetro externo da camisa. Essa aproximação foi utilizada uma vez que a área real de junção é de difícil determinação.

Neste tipo de ensaio, além do cisalhamento na interface, verificou-se a ocorrência de flexão das chapas durante o ensaio, tipicamente encontrado em juntas sobrepostas simples [14]. Portanto, o ensaio subestima os valores reais de resistência ao cisalhamento das juntas. A flexão das chapas foi avaliado por meio da filmagem dos ensaios e análise em software para medição do ângulo formado entre as chapas soldadas durante o ensaio, conforme ilustrado na Figura 3-11. No início do ensaio (Figura 3-11a) se observa que as chapas fixadas ao equipamento estão paralelas, já que as garras foram intencionalmente deslocadas para compensar o desalinhamento da linha neutra de carregamento. O monitoramento por vídeo é então iniciado (Figura 3-11-a) e para verificar a máxima flexão da amostra tomou-se o tempo de dois segundos antes da quebra (Figura 3-11b). A partir dessa imagem analisou-se o ângulo de flexão como detalhado na Figura 3-11c. Por fim a Figura 3-11-d mostra a falha da junta.

Os mecanismos de fratura das juntas nos ensaios de cisalhamento sob tração foram determinados por observação das superfícies fraturadas em microscópio ótico.

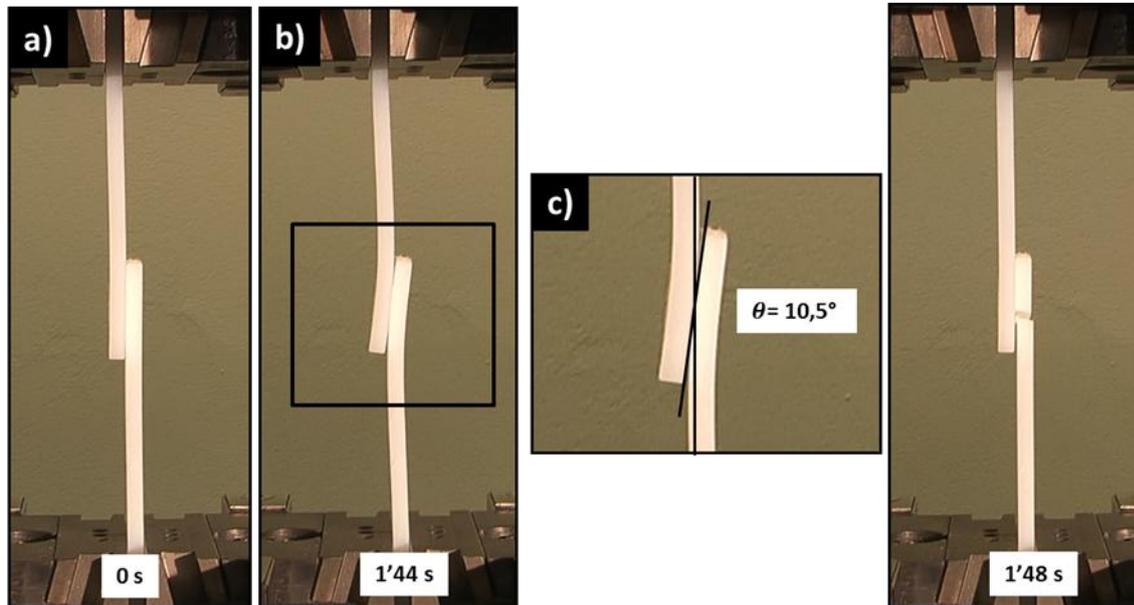


Figura 3-11: Monitoramento de vídeo mostrando a flexão das juntas ocorrida durante o ensaio mecânico de cisalhamento sob tração (a) Início da medição; (b) Imagem obtida 2 segundos antes da quebra; (c) detalhe mostrando a flexão ocorrida; (d) após quebra.

3.11 Determinação do consumo de energia durante a soldagem

O equipamento RPS 100 da Harms & Wende de soldagem por FSpW permite monitoramento do consumo de corrente por tempo de processo. Esse consumo de corrente, após ser integrado, ponto a ponto pelo tempo, permite o cálculo do consumo de energia durante a soldagem de poliamida por FSpW. Com a alteração dos parâmetros de soldagem, o consumo de corrente também é modificado e esse dado auxilia em duas análises. A primeira análise está relacionada com a temperatura alcançada na região de soldagem, o que permite avaliar o quanto o aumento do consumo de energia elétrica esta

relacionado com o aumento de calor produzido no processo de soldagem. A segunda análise esta relacionada com a resistência mecânica das soldas o que permite avaliar qual o parâmetro mais eficiente, ou seja, o que gasta menor quantidade de energia para alcançar melhores resultados nas soldas.

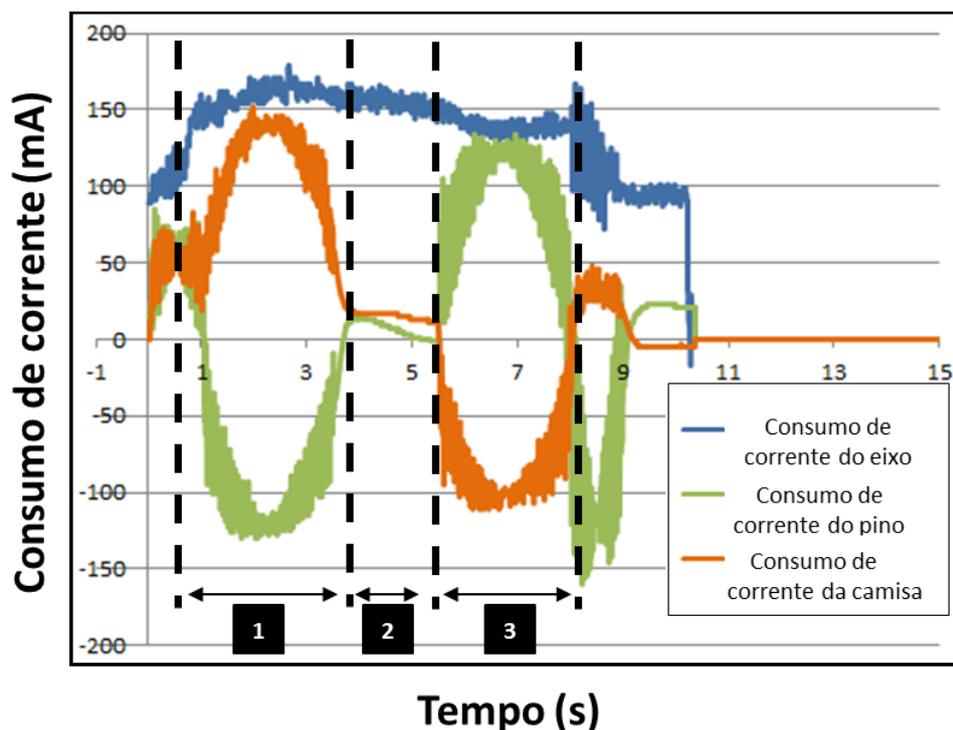


Figura 3-12- Exemplo de gráfico obtido pelo equipamento de soldagem por FSpW mostrando o consumo de corrente do eixo responsável pela rotação, do pino e da camisa.

Verifica-se na Figura 3-12 que o equipamento monitora o consumo de energia de três diferentes motores, um para a camisa (linha alaranjada), outro para o pino (linha verde) e o último para o eixo (linha azul). Os motores da camisa e do pino possuem a função de movimentarem a ferramenta para cima e para baixo no sentido de penetrar a amostra e retraindo. O motor restante é utilizado para gerar a velocidade de rotação do pino e da camisa.

Observam-se na Figura 3-12 que existem três principais etapas. Na primeira etapa 1 o consumo de corrente se deve ao fato de a camisa estar penetrando a amostra enquanto o pino está retraindo e criando o espaço para alojar do material fundido. O sentido positivo do gráfico está relacionado ao fato

de o motor estar rotacionando no sentido de abaixar a ferramenta (penetrar as amostras) enquanto o sentido negativo do gráfico está relacionado ao fato de o motor estar rotacionando no sentido de elevar a posição das ferramentas. Na segunda etapa percebemos uma estagnação no consumo de corrente do pino e da camisa devido ao fato de se tratar do tempo de permanência quando a ferramenta permanece em uma mesma posição, porém mantém a sua velocidade de rotação (linha azul). Na terceira etapa há uma inversão no consumo de corrente entre o pino e a camisa devido à mudança no seu sentido de movimento. Por fim, as ferramentas voltam à sua posição original e temos a diminuição da velocidade de rotação e o processo de soldagem está concluído.

3.12 Avaliação do desgaste da ferramenta

Para analisar o desgaste da ferramenta foi realizada uma varredura superficial feita no perímetro da mesma com um perfilômetro (“multiscope”) para se obter o perfil da ferramenta. Para tal análise foi realizado uma varredura completa da ferramenta antes do início das soldagens e após todas as soldagens realizadas.

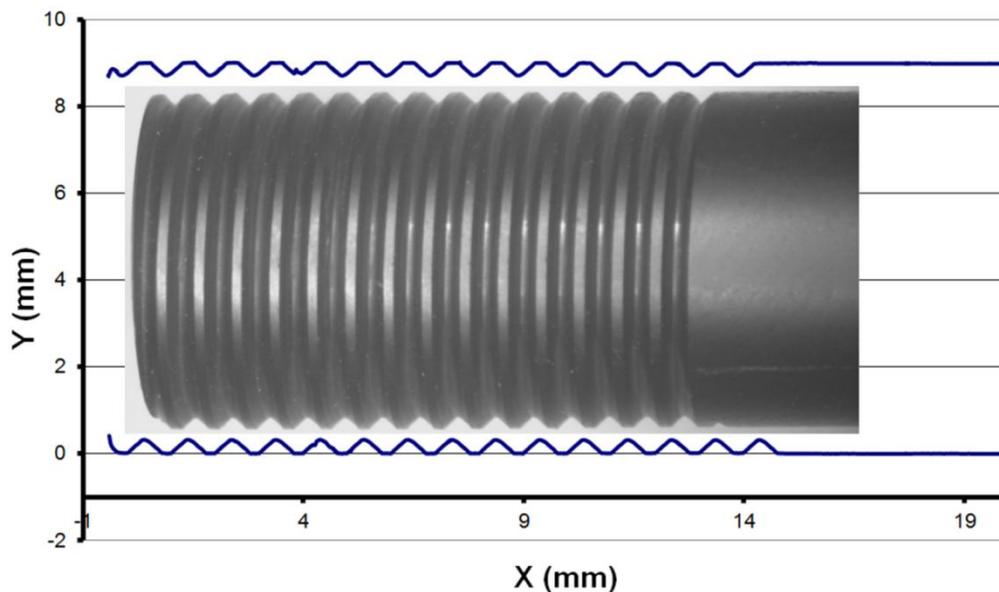


Figura 3-13 – Exemplo de uma medição realizada pelo perfilômetro e a foto da ferramenta utilizada.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Temperatura do processo

O processo de soldagem foi monitorado por uma câmera de radiação no infravermelho para registrar a temperatura superficial máxima da solda logo após o término da soldagem como discutido na Seção 3.3.

Devido à limitação de recursos e a necessidade de salvar amostras para caracterizações e posteriores etapas do projeto foi utilizado o método de uma única réplica. A metodologia para essa análise estatística está descrita na Seção 3.4.

A Figura 4-1 apresenta os resultados da temperatura superficial máxima das juntas de PA6 para cada uma das condições de soldagem empregadas no planejamento experimental (Tabela 3-3). As temperaturas medidas variaram entre cerca de 110°C e 280°C. O Apêndice A apresenta os gráficos de temperatura para cada uma das condições analisadas.

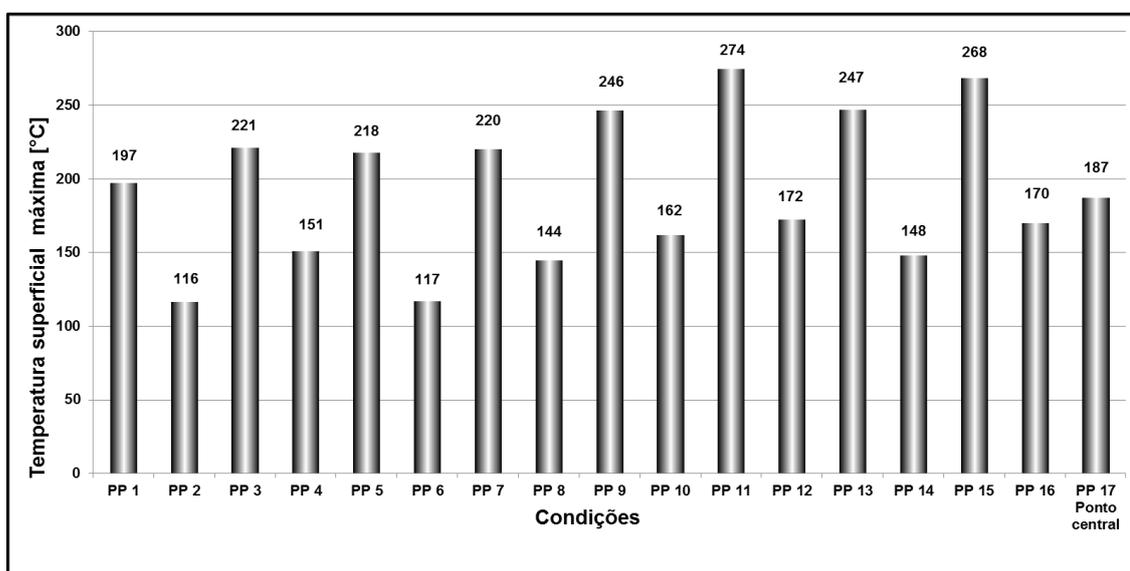


Figura 4-1: Temperaturas superficiais máximas após a soldagem das juntas pontuais de PA6 em função das condições de soldagem FSpW.

Observa-se na Figura 4-1 uma nítida diferença entre as condições ímpares e pares. Isso se deve à presença, nas condições pares, do parâmetro

tempo de consolidação (TC) mais longo, que concedeu cerca de 20 segundos para que a região soldada resfriasse sob pressão antes que a ferramenta se desacoplasse da solda. Devido a essa diferença de temperatura causada quando o parâmetro TC é utilizado em maiores tempos, duas análises estatísticas distintas foram realizadas. Na primeira análise estatística todos os quatro parâmetros de processo (VR = velocidade de rotação, PP = profundidade de penetração, TS = tempo de soldagem, TC = tempo de consolidação) foram considerados, com o objetivo de analisar como cada um dos fatores influenciou na temperatura processual e será discutido da Seção 4.4.1. Nessa análise foram levados em consideração tanto os parâmetros que contribuem diretamente na geração de calor, ou seja, no aumento de temperatura (VR, PP, TS) quanto o parâmetro TC que por garantir maior tempo de resfriamento, influi no decréscimo da temperatura (TC). Uma segunda análise mais específica foi realizada onde somente os três parâmetros que contribuem para o aumento de temperatura (VR, PP, TS) foram considerados. A intenção nessa segunda análise é isolar somente os parâmetros que influem na geração de calor na amostra e será discutida na Seção 4.1.2.

4.1.1 Análise da influência dos parâmetros de soldagem na temperatura superficial final das juntas

Nessa análise todos os quatro parâmetros de processo (VR, PP, TS e TC) foram levados em consideração. Realizou-se a análise de variância (ANOVA) para verificar se essas contribuições foram estatisticamente relevantes [14,67,83,104]. No caso da temperatura superficial realizada nessa pesquisa somente uma réplica foi utilizada o que torna inviável a realização da análise de variância para todos os fatores, pois o grau de liberdade do erro residual deve ser diferente de zero. Nesse caso a metodologia de Lenth [98] foi utilizada, conforme explicado na revisão bibliográfica na Seção 2.3.3 e seguindo a metodologia experimental descrita na Seção 3.4.

Observa-se no gráfico de efeitos normalizados (Figura 4-2) que os únicos parâmetros que fogem da normalidade, ou seja, que possuem efeito

expressivo na estatística são o tempo de consolidação (TC), a velocidade de rotação (VR) e o tempo de soldagem (TS). Portanto, tais parâmetros, não podem ser retirados da análise, porém é difícil distinguir nesse gráfico qual efeito exerce menor influência na análise. Por isso, o gráfico de Pareto Figura 4-3 foi construído e é possível observar que o fator de menor influência na análise foi a interação ABCD, que é a interação de 4º ordem. Nesse caso, esse fator será retirado do modelo tornando o grau de liberdade da estatística diferente de zero e possibilitando a utilização da análise de variância (ANOVA). Na Seção 4.12, referente à regressão linear, os demais parâmetros não influentes também serão retirados com a intenção de se construir uma equação reduzida que possibilite a prever as propriedades das juntas.

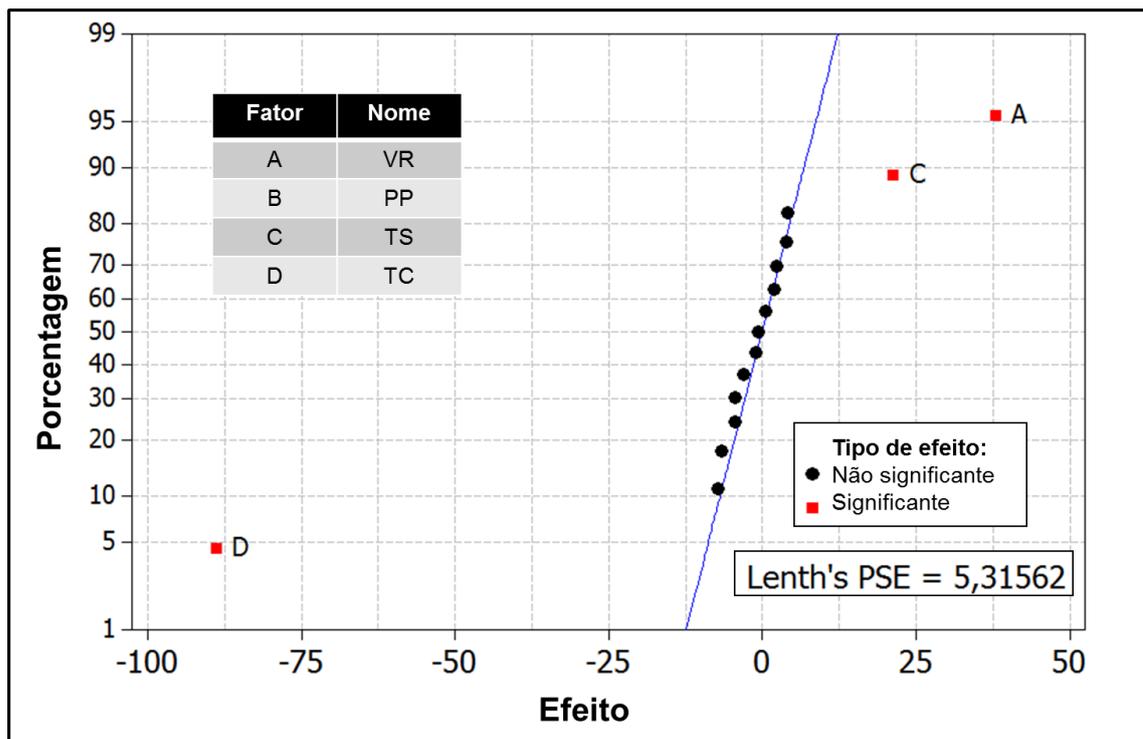


Figura 4-2- Gráficos de efeito padrão normalizados utilizando o método de Lenth para a temperatura superficial máxima após a soldagem.

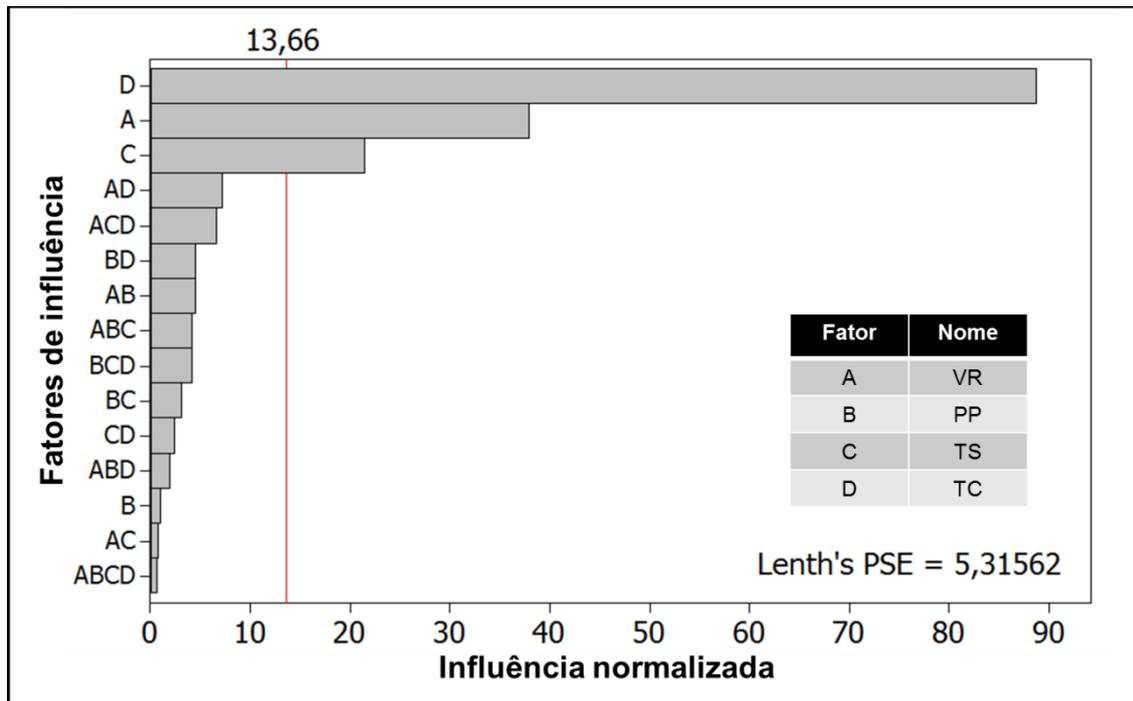


Figura 4-3- Diagrama de Pareto utilizando o método de Lenth para a temperatura superficial máxima de juntas de PA6 soldadas por FSpW utilizando todos os fatores da análise estatística (VR: velocidade de rotação; PP: profundidade de penetração; TS: tempo de soldagem; TC: tempo de consolidação).

Na análise de variância (ANOVA) (Tabela 4-1) são apresentados na primeira coluna os termos que estão sendo analisados, ou seja, os parâmetros de soldagem e suas interações até quarta ordem. A segunda coluna apresenta o grau de liberdade, que é o número de determinações independentes cuja somatória desses valores deve ser diferente de zero [98]. A terceira coluna exibe o valor p ('p-value' ou nível descritivo) que demonstra a probabilidade da hipótese H_0 , em que todas as médias analisadas são iguais, ser falsa [83]. Em outras palavras, se o p-valor for menor que 0,05 (valor estipulado para essa pesquisa) significa que o parâmetro em questão é significativo, caso contrário, a influência desse parâmetro pode ser desprezada, pois o erro relacionado a esse parâmetro é maior que sua possível influência [83]. A quarta e quinta colunas apresentam a soma dos quadrados da diferença entre cada valor (SQ

Seq) utilizado e a média de todos os valores (SQAjs). A sexta coluna é o quadrado médio dos tratamentos (MQ Ajs) que é obtido dividindo-se a soma dos quadrados médios pelos graus de liberdade [83]. Essas últimas três colunas são utilizadas para encontrar as estatísticas chamadas de teste F ou o p-valor. Nessa pesquisa foi utilizado o p-valor para análise da ANOVA.

Tabela 4-1: Tabela ANOVA para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem na temperatura superficial máxima de juntas de PA6 soldadas por FSpW (VR: velocidade de rotação; PP: profundidade de penetração; TS: tempo de soldagem; TC: tempo de consolidação).

Termos	GL	P	SQ Seq	SQ Ajs	MQ Ajs
Principais:	4	0,008			
VR	1	0,009	39122,8	39122,8	9780,7
PP	1	0,318			
TS	1	0,016			
TC	1	0,004			
Interação de 2° ordem:	6	0,097			
VR*PP	1	0,075	423,1	423,1	70,51
VR*TS	1	0,408			
VR*TC	1	0,048			
PP*TS	1	0,111			
PP*TC	1	0,075			
TP*TC	1	0,139			
Interação de 3° ordem:	4	0,089			
VR*PP*TS	1	0,082	320,6	320,6	80,15
VR*PP*TC	1	0,174			
VR*TS*TC	1	0,051			
PP*TS*TC	1	0,083			
Interação de 4° ordem:	-	-	-		
VR*PP*TS*TC	Desconsiderado				
Curvatura	1	0,138			
Ponto central	1	0,138	23,4	23,4	23,39
Erro	51	1			
		1	1,1	1,1	1,13
Total	16	39891			

Através do gráfico da ANOVA pode-se registrar o efeito dos parâmetros de soldagem em um gráfico de colunas e colocá-los em ordem decrescente de influência obtendo assim um novo gráfico de Pareto sem a interação de 4°

ordem que foi desconsiderada (Figura 4-4). Esse demonstra de uma maneira prática a ordem de importância dos parâmetros. O eixo x mostra o valor absoluto do efeito padronizado, a partir da estatística t-Student, que é calculado dividindo-se o valor de cada coeficiente pelo seu erro padrão. A linha de referência é calculada com base no nível de confiança escolhido, α , e na distribuição t-Student [80]. Aqueles fatores que cruzarem a linha de referência relacionada ao nível de confiança ($\alpha = 5\%$) escolhido para a análise de variância, ANOVA, são considerados estatisticamente significantes [83].

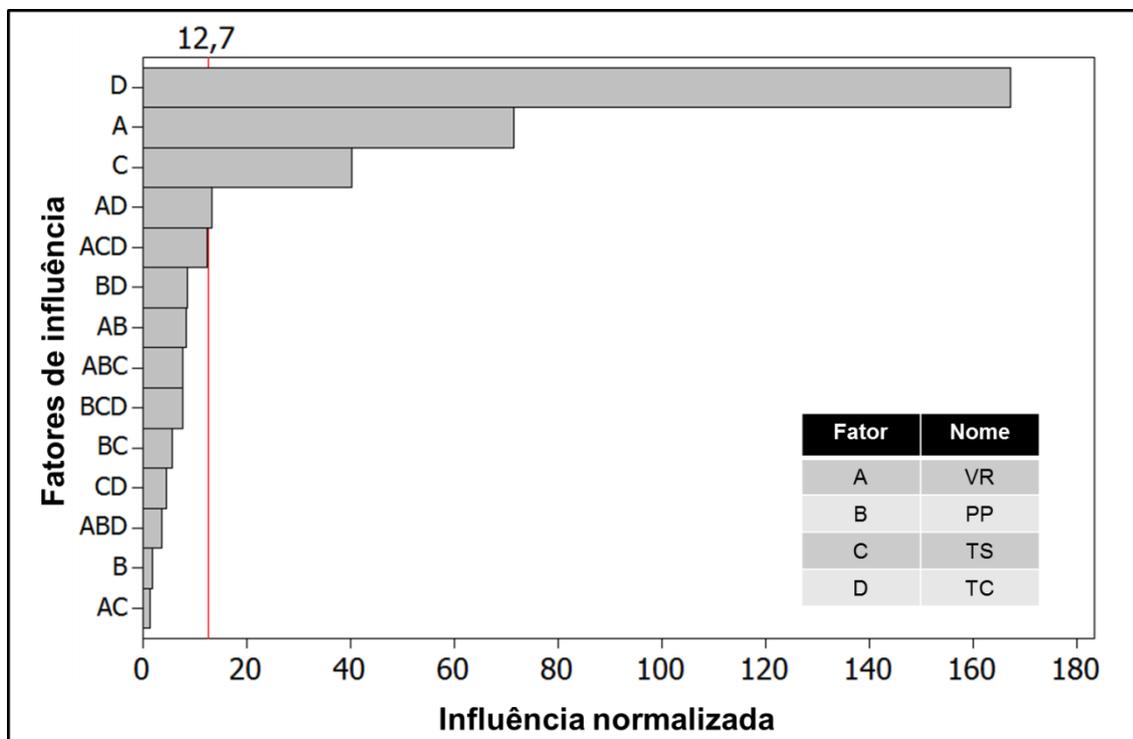


Figura 4-4: Diagrama de Pareto para a temperatura superficial máxima de juntas de PA6 soldadas por FSpW (VR: velocidade de rotação; PP: profundidade de penetração; TS: tempo de soldagem; TC: tempo de consolidação).

Através da ANOVA representada na Tabela 4-1 verificou-se que entre os parâmetros de soldagem principais somente a profundidade de penetração (PP) não foi significativa, pois apresentou p-valor de 0,318 que é maior que 0,05. E, entre as interações, o único fator que se mostrou importante, porém

com uma contribuição muito baixa (p -valor = 0,048) foi aquela entre a velocidade de rotação (VR) e o tempo de consolidação (TC). Os efeitos de todos os demais parâmetros de soldagem foram rejeitados e, portanto, não apresentam influência significativa na temperatura superficial das juntas no intervalo de parâmetros estudado. Pode-se observar no gráfico de Pareto da Figura 4-4 e na Tabela 4-1, (o menor p -valor de 0,004) que o tempo de consolidação (TC) exerceu a maior influência na temperatura superficial das juntas ao final do processo de soldagem. Os outros dois parâmetros de soldagem influentes foram a velocidade de rotação (VR) seguido pelo tempo de soldagem (TS), que contribuem para o aumento da temperatura superficial final das juntas, pois são fatores que influem na geração de calor na região de solda e, por isso, serão analisados isoladamente.

A ANOVA e o gráfico de Pareto, apesar de apresentar os parâmetros que foram influentes no processo não apresentam de essa influência foi positiva ou negativa. Plotou-se, portanto, o gráfico de efeitos principais ou “média das médias” (Figura 4-5) para a análise da temperatura superficial final das juntas de PA6. A Figura 4-5 é composta por quatro gráficos sendo um para cada parâmetro utilizado no planejamento experimental. Cada um desses gráficos relacionam no eixo x os limites mínimo, máximo e intermediário de cada parâmetro com a respectiva média das propriedades analisada no eixo y [105]. O objetivo é verificar a influência individual de cada parâmetro de soldagem sobre a temperatura superficial máxima das juntas ao final da soldagem.

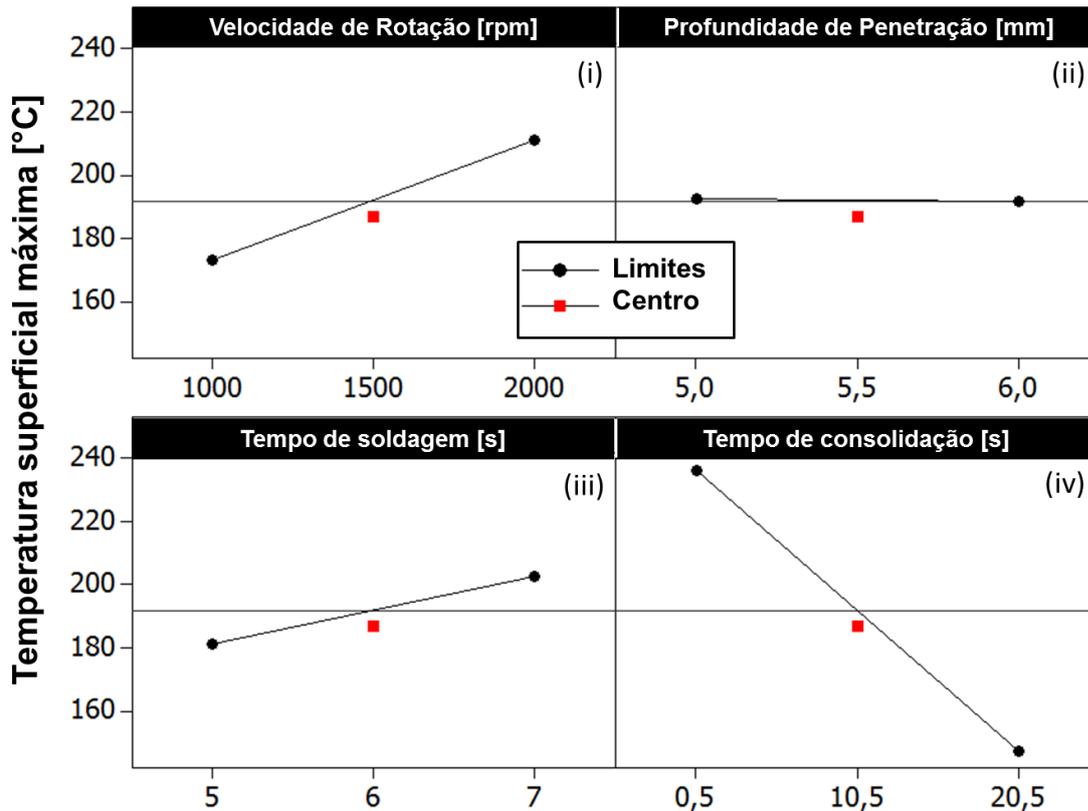


Figura 4-5: Gráficos de efeitos principais dos parâmetros de soldagem FSpW das juntas de PA6 sobre a temperatura superficial máxima após a soldagem

O parâmetro de maior influência na temperatura superficial foi o tempo de consolidação (TC) mostrado pela presença de maior inclinação da reta que conecta os níveis mínimos ao máximo (Figura 4-5). Observa-se que sua influência é negativa, ou seja, o aumento do parâmetro TC diminui a temperatura da superfície uma vez que o material tem mais tempo para resfriar. Esse parâmetro utilizado pela primeira vez na soldagem por FSpW se assemelha ao tempo de recalque utilizado no processo de injeção onde ambos os parâmetros permitem que o polímero se resfrie sob pressão durante um determinado tempo [106] [107]. A velocidade de rotação e o tempo de soldagem foram os parâmetros de soldagem com segunda maior influência. As inclinações das retas que conectam os pontos mínimos aos máximos indicam que os incrementos desses parâmetros atuaram no sentido de aumentar a temperatura superficial da amostra. O parâmetro profundidade de penetração, nos limites utilizados nesse trabalho, não exerceu influência significativa na

temperatura superficial das soldas, como é verificado pelo fato da reta apresentar inclinação quase nula.

Para avaliar se a temperatura máxima registrada foi influenciada por alguma interação entre os parâmetros, foram registrados gráficos de interação, mostrados na Figura 4-6. Nesse tipo de gráfico é possível analisar qual o comportamento da resposta investigada quando dois parâmetros são variados ao mesmo tempo [108]. O paralelismo entre as linhas do gráfico indica que não houve interação. Quanto maior a diferença entre as inclinações das retas do gráfico, mais significativa é a interação entre os parâmetros relacionados [108].

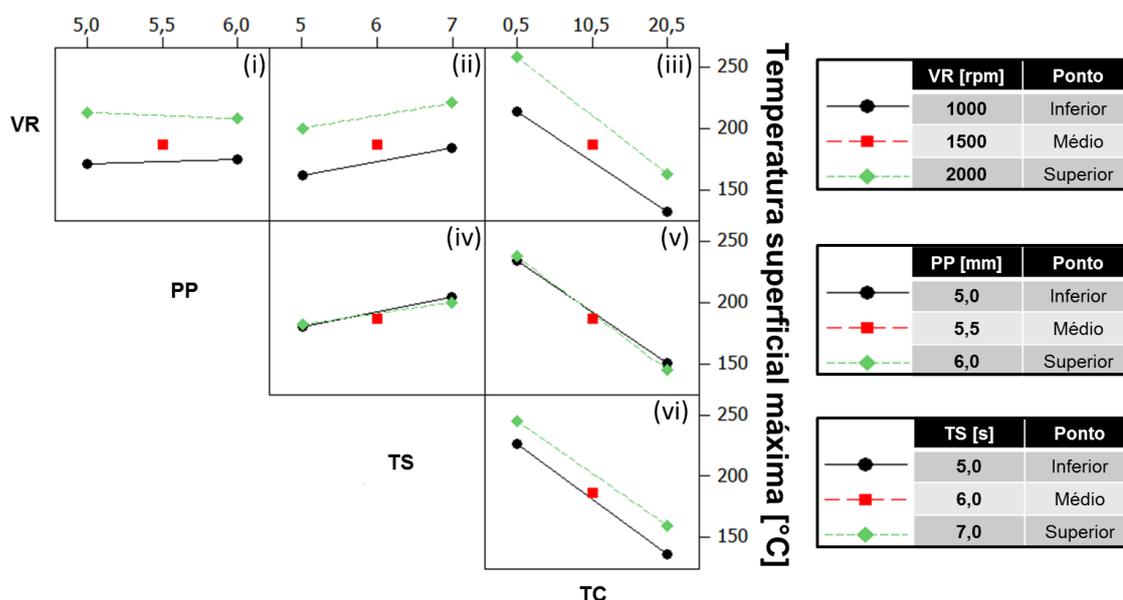


Figura 4-6: Gráficos de interações de 2ª ordem entre os parâmetros de soldagem FSpW das juntas de PA6 sobre a temperatura superficial máxima após a soldagem

Ao observar o efeito conjunto (interação) entre dois parâmetros, como ilustrado na Figura 4-6, nota-se que a influência da velocidade de rotação (VR) sobre a temperatura das juntas não foi afetada pela profundidade de penetração da ferramenta (PP) (i), pelo tempo de soldagem (TS) (ii) ou pelo tempo de consolidação (TC) (iii), pois se observa um paralelismo entre as retas de cada gráfico. A mesma tendência de paralelismo foi observada para as

demais interações mostrando, portanto, que as interações de 2ª ordem dos parâmetros de soldagem não foram estatisticamente influentes na temperatura superficial máxima.

A Figura 4-7-a apresenta gráficos da temperatura superficial pelo tempo para duas juntas, uma delas produzida com o valor mínimo de TC igual a 0,5 s (Condição PP5) e outra com o parâmetro TC máximo de 20 s (Condição PP6). A Figura 4-7-b apresenta as respectivas imagens de infravermelho no ponto de máxima temperatura medidas na superfície do ponto de solda.

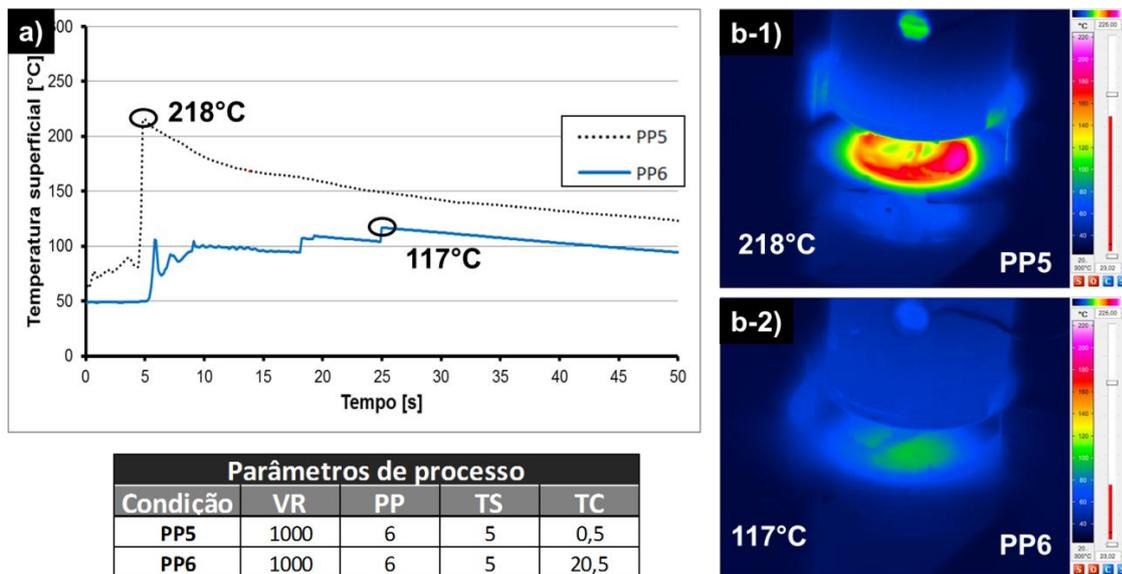


Figura 4-7: Comparação entre a temperatura superficial da solda entre uma condição com TC no mínimo (PP5) e com o parâmetro TC no máximo (PP6); (a) Termograma; (b) Imagem de infravermelho da condição PP5 (b-1) e da condição PP6 (b-2) mostrando a temperatura máxima medida.

4.1.2 Análise dos parâmetros de soldagem que influenciam no aumento da temperatura do processo

Na análise anterior dois blocos de parâmetros de soldagem são perceptíveis. Os parâmetros VR, PP e TP exercem influência na geração de calor, aumentando a temperatura do processo. De forma diferente, o parâmetro TC atua somente na etapa de consolidação das juntas, reduzindo artificialmente os valores medidos da temperatura final das juntas. Assim,

apesar de ser o parâmetro de maior influência na temperatura máxima o parâmetro TC deve ser desprezado para se realizar uma abordagem sobre a entrada de energia no processo. Uma das vantagens de trabalhar com dados fatoriais estatísticos é a possibilidade de abordar os dados de várias maneiras diferentes. Para uma análise mais efetiva dos parâmetros de soldagem que influenciam na geração de calor do processo o valor de TC na análise foi fixado. Dessa maneira a influência desse parâmetro é desprezada fazendo com que a contribuição dos outros parâmetros de soldagem seja facilmente analisada. Assim, a análise estatística inicial que apresenta quatro fatores foi retrabalhada e dividida em dois blocos de fatoriais completos com três fatores: velocidade de rotação (VR), profundidade de penetração (PP) e tempo de soldagem (TS). No primeiro grupo o valor de tempo de consolidação foi fixada no seu valor mínimo (Figura 4-8) e no segundo grupo o valor de tempo de consolidação foi fixada no seu valor máximo (Figura 4-9).

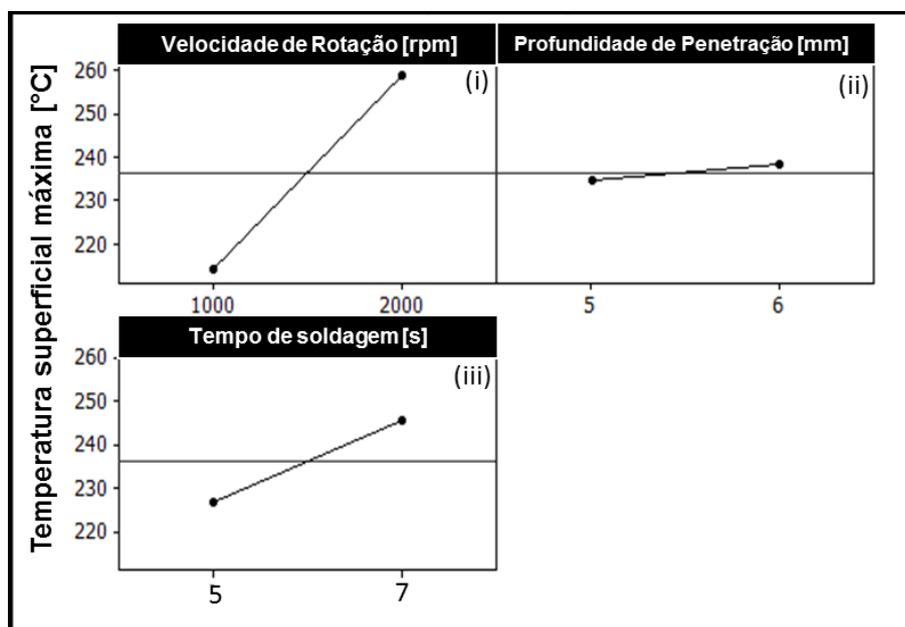


Figura 4-8: Gráficos de efeitos utilizando como resultado a temperatura superficial máxima alcançada no processo para as condições com o parâmetro TC fixado em seu valor mínimo de 0,5 s.

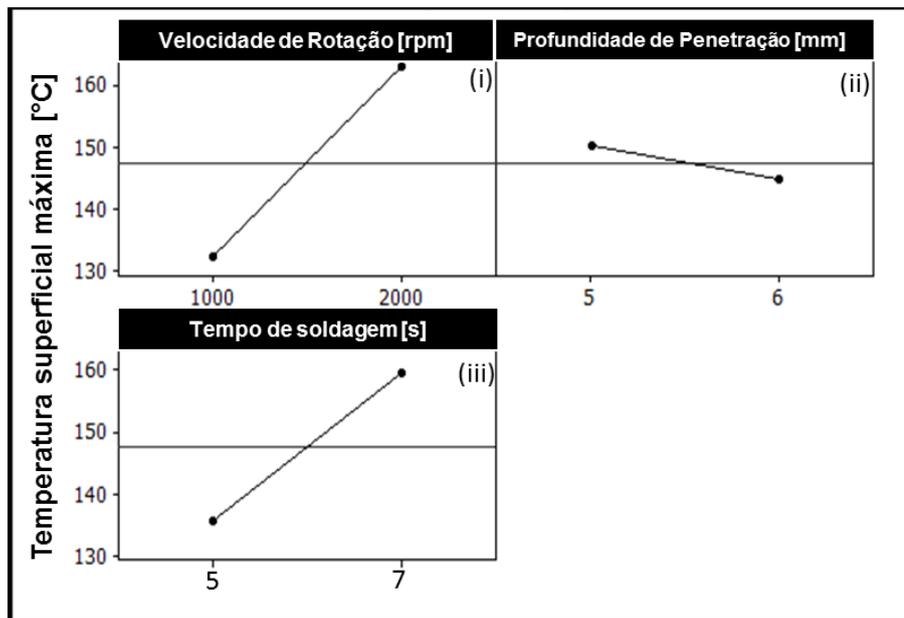


Figura 4-9: Gráficos de efeitos utilizando como resultado a temperatura superficial máxima alcançada no processo para as condições com o parâmetro TC fixado em seu valor máximo de 20,5 s.

Observa-se em ambos os gráficos de efeitos que o parâmetro de maior influência na geração de calor é a velocidade de rotação (VR), seguida pelo tempo de soldagem (TS). Verifica-se, além disso, que a VR tem uma influência no sentido de aumentar a temperatura, como pode ser observado pela inclinação formada pela reta desse parâmetro.

Sabe-se que em processos de fricção de polímeros, como observado por Stokes [109] em sua pesquisa de soldagem de termoplásticos por “*spin welding*”, existe uma fase inicial de aquecimento onde o calor é gerado por fricção coulombiana quando ambos os componentes estão no estado sólido. A poliamida nessa etapa tem um papel importante, pois apresenta alto valor de coeficiente de fricção e coeficiente de condutividade. Crawford e Tam [110] compararam as características de soldagem por fricção entre quatro termoplásticos (PA66, acetal, PMMA e PVC) e observaram que a poliamida, obteve maior geração de calor entre os polímeros durante a fase de fricção interfacial. Porém, a poliamida também foi o material, dentre os quatro comparados, que teve maior queda na redução do torque do equipamento mostrando que seu alto coeficiente de fricção abaixava rapidamente.

Assume-se que os mecanismos de fricção/ abrasão na soldagem de polímeros por FSpW são similares aos observados em processamento de polímeros por extrusão [111]. Nesse tipo de fricção, o metal da ferramenta apresenta asperezas que penetram no polímero e com o tempo o coeficiente de fricção do polímero decresce e ocorre a formação de uma película de polímero fundido na superfície do metal [112]. Quando o aquecimento é alto o suficiente para que a temperatura de fusão cristalina seja alcançada, o regime de fricção muda do estado sólido para estado fundido, caracterizando o começo do estágio de dissipação viscosa que dura até o final da rotação entre as partes [113]. Nessa fase, a geração de calor acontece por dissipação de energia interna, oriunda do efeito de desenovelamento das macromoléculas no estado amolecido/fundido, através da quebra de ligações secundárias entre as cadeias [113]. Sendo assim maiores rotações resultam em maiores taxas de cisalhamento aumentando a dissipação viscosa e a temperatura. Oliveira [14]; Arici e Mert [60] e Bilici e Yukler [114], observaram comportamentos semelhantes da VR sobre a temperatura superficial máxima de soldas pontuais de HDPE, PP e PMMA, respectivamente, produzidas por FSSW.

Em relação ao tempo de soldagem (TS), observou-se que quanto maior o TS, ou seja, quanto mais tempo a ferramenta permanece no interior das amostras friccionando o material amolecido, maior é a temperatura superficial máxima das juntas, o que corrobora os estudos de Oliveira [14], Arici e Mert [60] e Bilici e Yukler [114].

Em ambos os gráficos da Figura 4-8 (ii) e Figura 4-9 (ii) é possível perceber, pela quase declividade quase nula das retas formadas, que o parâmetro de profundidade de penetração pouco influenciou na temperatura superficial máxima. Apesar de o aumento de profundidade aumentar a área de contato da ferramenta com o material a ser soldado, esse aumento não foi significativo perto da influência da velocidade de rotação e do tempo de permanência, nos limites dos parâmetros utilizados. Esse resultado está de acordo com outros processos de soldagem por fricção como, por exemplo, a rebitagem por fricção, onde os estudos mostram que o deslocamento vertical

tem pouca contribuição na geração de energia friccional comparado ao cisalhamento de outros parâmetros [115] [116].

Como a temperatura superficial máxima das juntas é obtida somente após o término da soldagem, esse valor não representa a temperatura máxima real alcançada no processo, como discutido anteriormente. Durante o processo de soldagem, em alguns casos, certa quantidade de polímero fundido é expulsa do interior da solda para a superfície como mostrado na Figura 4-10. A medida da temperatura desse material é similar ao do interior da solda, pois o polímero plastificado, devido à ação da fricção e cisalhamento interno, não terá tempo suficiente para se resfriar antes de chegar à superfície [112]. Na Figura 4-10-a temos o caso em que os parâmetros VR, PP e TS estão em seu limite mínimo. Verifica-se, mesmo para a condição de menor geração de calor (condição PP2), que temperaturas acima de 248°C são alcançadas. Esse valor está acima da temperatura de fusão cristalina (T_m) da PA6 utilizada nesse trabalho, que é de 220°C, mostrando que para a soldagem de polímeros cristalinos como a PA6 por FSpW valores acima da T_m são alcançados, ao contrário do que ocorre para os metais onde a técnica é referência em soldagem no estado sólido [59]. Na Figura 4-10-b observa-se a condição PP14 com altos valores de VR (2000 rpm) e PP (6 mm) em que a temperatura chegou a atingir cerca de 295°C, valor alto o suficiente para o início da ocorrência de degradação da PA6 [117].

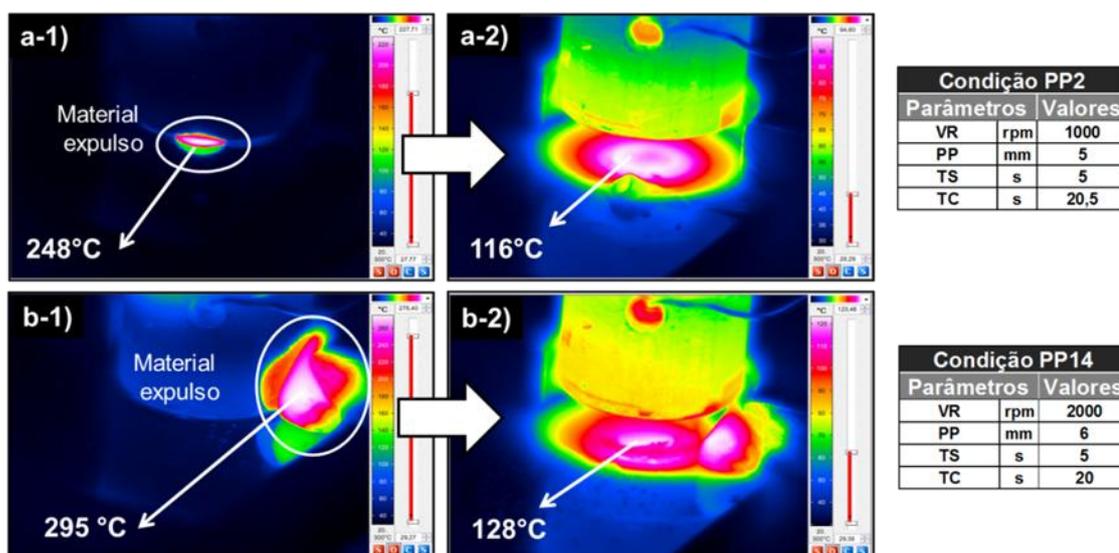


Figura 4-10: Imagens obtidas pela câmera de infravermelho. a) Condição PP2; b) Condição PP14; 1: momento em que o material é expulso do interior da solda; 2: momento em que a ferramenta se desacopla da região de soldagem.

4.2 Acabamento superficial das juntas

O acabamento superficial foi analisado através de visualização fotográfica do topo das juntas de PA6. Para uma comparação quantitativa entre as juntas obtidas nas diferentes condições de soldagem, estabeleceu-se um sistema de pontuação, com notas crescentes de 1 a 6, do pior para o melhor acabamento, conforme ilustrado na Figura 4-11.

Apesar de ser uma análise subjetiva, cuja pontuação pode variar dependendo da pessoa que fizer a avaliação do acabamento superficial, a grande discrepância entre as notas tornou possível um fácil discernimento de cada pontuação. A Tabela 4-2 apresenta a média do acabamento superficial de cada condição e de seu desvio padrão.

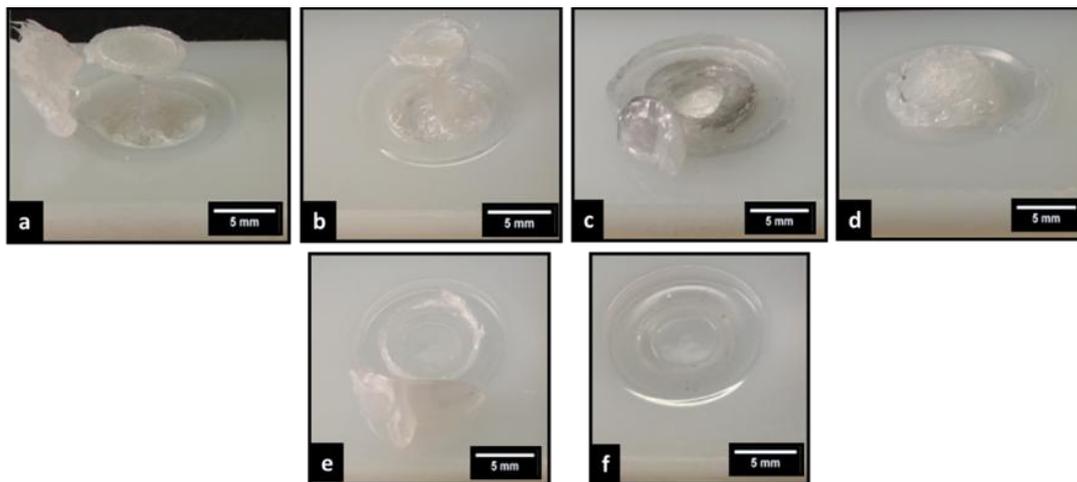


Figura 4-11: Exemplificação dos 6 tipos de acabamento superficial observados. a) Pontuação 1 (amostra PP13); b) Pontuação 2 (amostra PP11); c) Pontuação 3 (amostra PP5); d) Pontuação 4 (amostra PP3); e) Pontuação 5 (amostra PP 14); f) Pontuação 6 (amostra PP16).

Tabela 4-2: Tabela das médias das pontuações de acabamento superficial obtido para cada condição de soldagem e seu desvio padrão

Condições	Pontuação média do acabamento superficial	Desvio padrão
PP1	2,3	1,5
PP2	5,5	0,6
PP3	3,3	1,5
PP4	5,5	0,6
PP5	2,5	1,0
PP6	5,0	0,0
PP7	2,3	1,3
PP8	5,3	0,5
PP9	2,5	1,0
PP10	6,0	0,0
PP11	2,0	0,0
PP12	6,0	0,0
PP13	1,8	0,5
PP14	5,5	0,6
PP15	1,8	0,5
PP16	6,0	0,0
PP17	5,8	0,5

Através da análise de variância (ANOVA), exibida na Tabela 5.4, verificou-se a relevância estatística da contribuição de cada parâmetro de soldagem e de suas interações sobre o acabamento superficial das juntas. O diagrama de Pareto apresentado na Figura 4-12 exibe em ordem de importância a influência das condições de soldagem nessa resposta.

Tabela 4-3: Tabela ANOVA para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem FSpW no acabamento superficial das juntas de PA6.

Termos	GL	P	SQ Seq	SQ Ajs	MQ Ajs
Principais:	4	0			
VR	1	1,000	178,062	178,062	44,5156
PP	1	0,057			
TS	1	0,519			
TC	1	0,000			
Interação de 2° grau:	6	0,188			
VR*PP	1	1,000	5,438	5,438	0,9063
VR*TS	1	0,519			
VR*TC	1	0,005			
PP*TS	1	1,000			
PP*TC	1	0,747			
TP*TC	1	0,747			
Interação de 3° grau:	4	0,458			
VR*PP*TS	1	0,200	2,187	2,187	0,5469
VR*PP*TC	1	0,747			
VR*TS*TC	1	0,335			
PP*TS*TC	1	0,335			
Interação de 4° grau:	1	0,335			
VR*PP*TS*TC	1	0,335	0,563	0,563	0,5625
Curvatura	1	0			
Ponto central	1	0	12,368	12,368	12,3676
Erro	51	-			
		-	30,25	30,25	0,5931
Total	67		228,868		

Através do p-valor no gráfico da ANOVA (Tabela 4-3) verifica-se, dentre os parâmetros de soldagem principais, que somente o tempo de consolidação

(TC) foi significativo e, dentre as interações, somente aquela entre a velocidade de rotação e o tempo de consolidação (VR*TC) apresentou influência significativa no acabamento superficial das juntas de PA6.

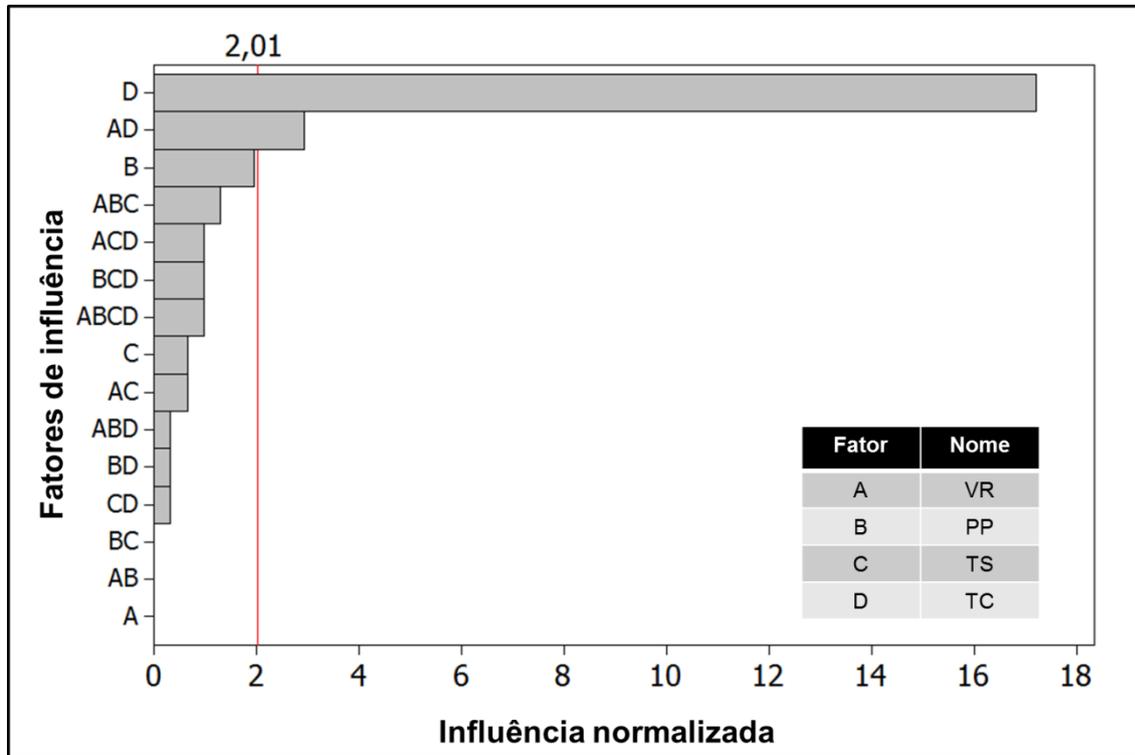


Figura 4-12: Diagrama de Pareto mostrando a influência dos parâmetros de soldagem sobre o acabamento superficial das juntas de PA6. VR: velocidade de rotação; PP: profundidade de penetração; TS: tempo de soldagem; TC: tempo de consolidação.

Através do diagrama de Pareto (Figura 4-12) verifica-se que o tempo de consolidação (TC) foi o que exerceu maior influência sobre o acabamento superficial das juntas, seguido pela interação (VR*TC). Os demais parâmetros de soldagem e suas interações não apresentaram influência significativa sobre esta resposta.

A Figura 4-13 apresenta o gráfico de efeitos principais dos parâmetros de soldagem sobre o acabamento superficial das juntas. Observa-se que o tempo de consolidação (TC) foi o parâmetro com maior efeito sobre esta resposta, sendo que o aumento do TC levou a um melhor acabamento

superficial. Os parâmetros de soldagem, velocidade de rotação (VR) e tempo de soldagem (TS), não apresentaram influência significativa sobre o acabamento superficial. O aumento do valor do parâmetro profundidade de penetração (PP) apresentou influência negativa sobre o acabamento superficial das juntas PA6/PA6. Isso se deve ao fato de que quanto maior a penetração maior a quantidade de material é pressionado para fora da solda depreciando o acabamento superficial das juntas.

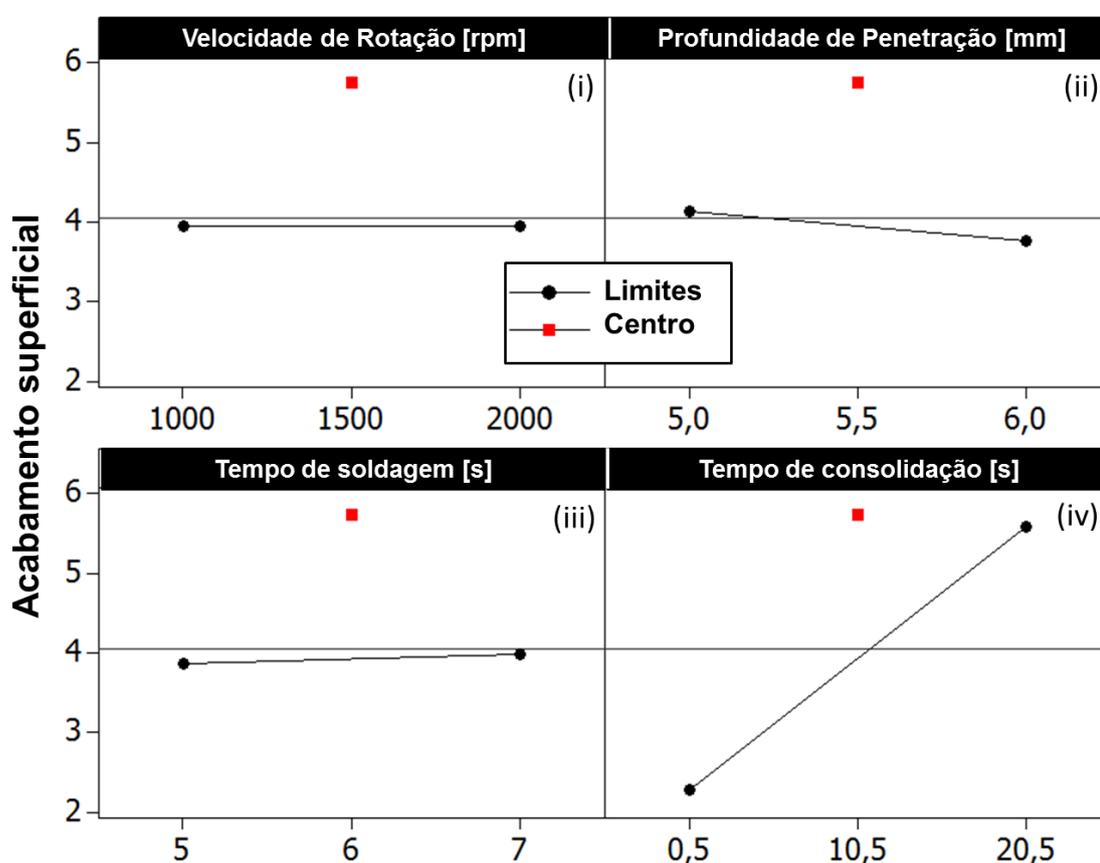


Figura 4-13: Gráfico de efeitos principais dos parâmetros de soldagem sobre o acabamento superficial das juntas de PA6.

Na Figura 4-14 são mostrados os termogramas e os acabamentos superficiais de duas soldas, uma delas obtida na condição PP11 com TC mínimo (0,5 s) e outra na condição PP12 com TC máximo (20,5 s), sendo que as demais condições de soldagem foram mantidas constantes. A junta PP11 obtida com TC mínimo atingiu temperatura superficial de 254°C ao final da

soldagem e pontuação 2 de acabamento superficial, enquanto que a junta PP12 obtida com TC máximo atingiu temperatura superficial ao final da soldagem de 152°C e pontuação 6 de acabamento superficial. Comparando esses valores com as temperaturas de fusão e de cristalização da PA6 ($T_m = 220^\circ\text{C}$ e $T_c = 180^\circ\text{C}$ [20]), observa-se que provavelmente o emprego do maior TC permite a cristalização do polímero ao final da soldagem sob pressão de compactação resultando em juntas com melhores acabamentos superficiais.

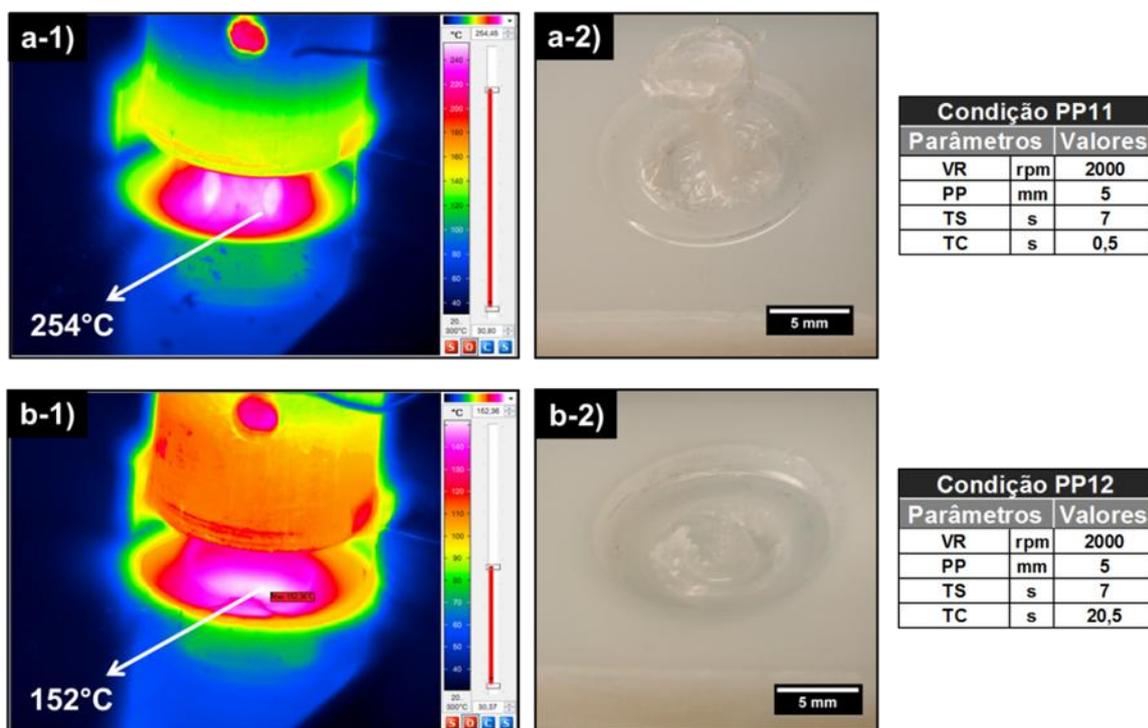


Figura 4-14: Termograma e acabamentos superficiais de duas soldas mostrando a influência significativa do parâmetro TC sobre essas respostas. A junta obtida na condição de soldagem PP11 com TC mínimo (0,5 s) recebeu nota 2 enquanto que a solda PP12 com TC máximo (20,5 s) recebeu nota 6 com relação ao acabamento superficial.

O gráfico de efeitos de interações entre os parâmetros de soldagem sobre o acabamento superficial das juntas (Figura 4-15-iii) mostra uma interação entre a velocidade de rotação (VR) e o tempo de consolidação (TC), sendo que o tempo de consolidação tem maior efeito a altas velocidades de rotação. Isso se deve ao fato de que quando o parâmetro TC é mínimo,

maiores valores de VR implicam em maiores temperaturas e, conseqüentemente, maiores expansões térmicas. Nesse caso, o material sofrerá maior contração diferencial durante o resfriamento, além de aderir mais facilmente à ferramenta, resultando em acabamentos superficiais piores, com notas 1 ou 2 (Figura 4-11-a-b).

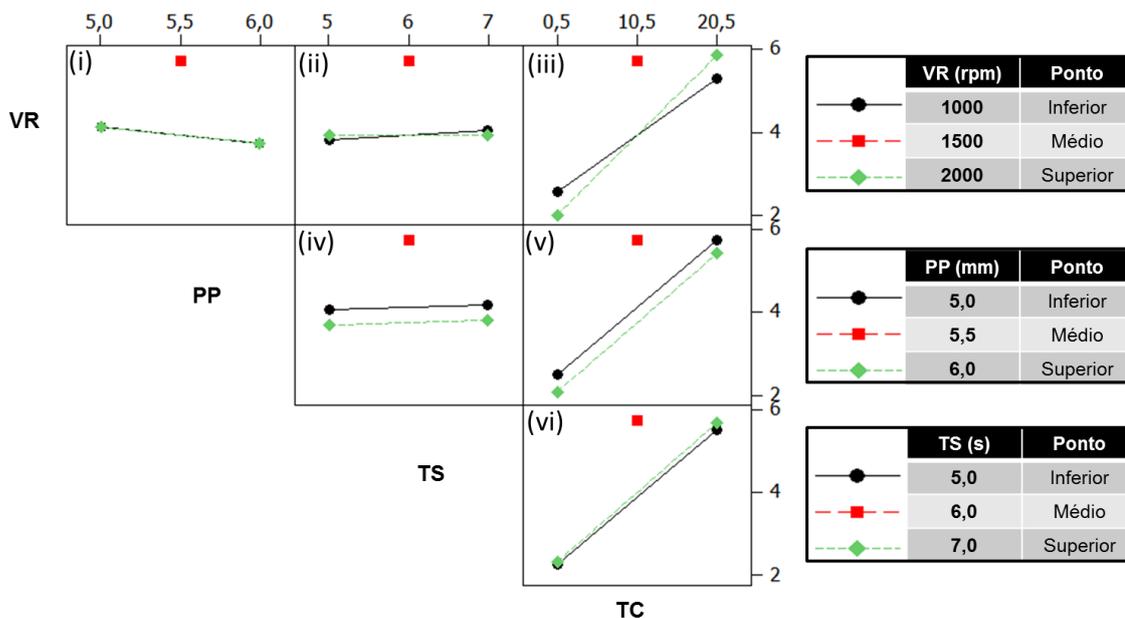


Figura 4-15: Gráficos de efeitos de interações entre os parâmetros de soldagem FSpW sobre o acabamento superficial das juntas de PA6.

Outro fator importante observado na análise do acabamento superficial foi a ocorrência da expulsão de material fundido durante a soldagem. Esse fenômeno pode ser observado em três imagens do acabamento superficial das Figura 4-11a, Figura 4-11c e Figura 4-11e, e está relacionado ao fato de que o polímero, em alta pressão e temperatura, apresenta viscosidade baixa o que faz com que o material seja pressionado para fora da região de soldagem. Outro fator que influencia nesse fenômeno é a dilatação sofrida pelo polímero durante seu aquecimento que não é contabilizada pelo equipamento. Esse equipamento foi planejado para a soldagem de metais, que possuem coeficientes de expansão térmico muito inferiores ao dos polímeros, além do fato de que, durante esse tipo de soldagem de metais o material, não chega a

ultrapassar a temperatura de fusão. Então, quando o pino é movimentado a camisa se desloca de forma que o volume ocupado por um seja exatamente o volume gerado pela outra parte da ferramenta. A Figura 4-16 mostra de forma esquemática que para uma penetração de 6 mm o volume ocupado pela camisa na amostra é de 210 mm^3 . Nesse caso, o pino se deslocou automaticamente 10,8 mm gerando o mesmo volume de 210 mm^3 . No caso da soldagem de polímeros o material sofre expansão quando fundido fazendo com que o aumento do seu volume devido à dilatação térmica seja maior que o esperado pelo equipamento, resultando na expulsão de material fundido durante a soldagem.

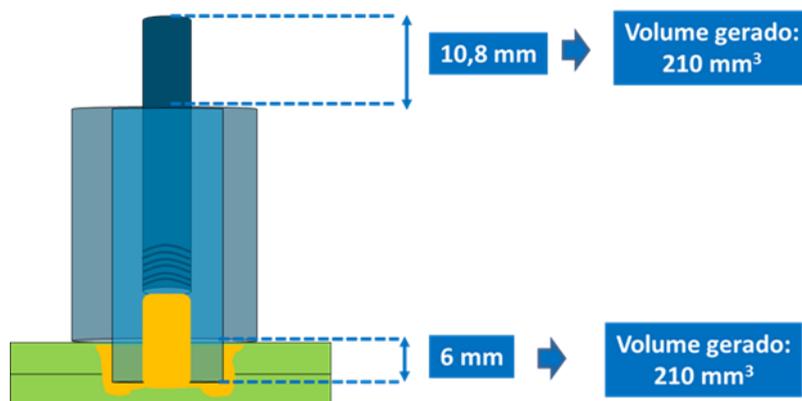


Figura 4-16: Ilustração do deslocamento das partes das ferramentas e seus respectivos volumes.

4.3 Caracterização microestrutural das soldas

A caracterização microestrutural das juntas foi realizada em microscópio óptico para observar em detalhes as características geométricas da seção transversal das soldas, bem como visualizar a presença de defeitos.

De maneira geral, as juntas apresentaram três diferentes tipos de estruturas em função das diferentes condições de soldagem empregadas. A Figura 4.14 exemplifica cada uma dessas estruturas por imagens da seção transversal e do topo das juntas. As imagens de todas as juntas são apresentadas no Apêndice B.

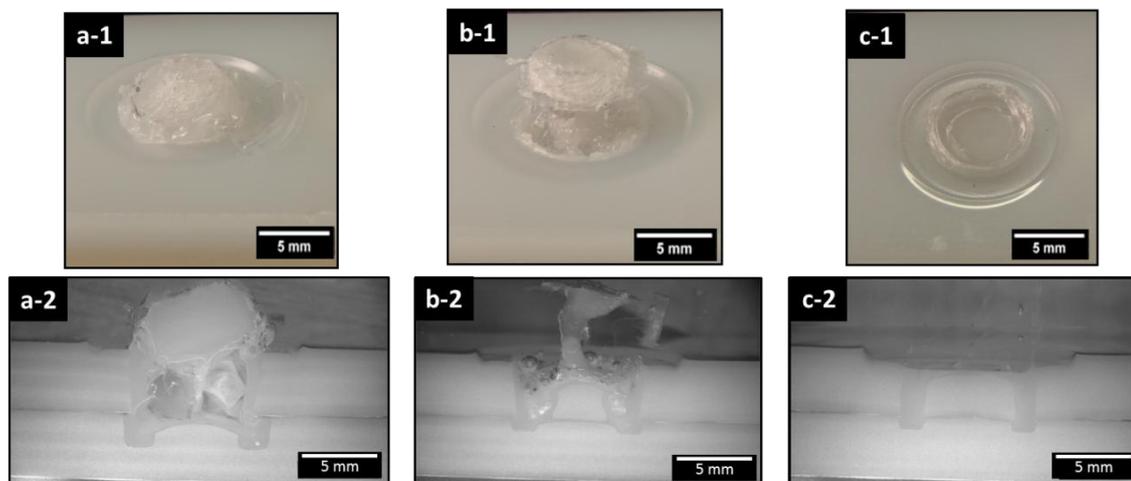


Figura 4-17: Imagens de microscópio óptico da seção transversal e do topo de juntas exemplificando os 3 tipos de estruturas obtidas para as soldas; a) Tipo I (condição PP7); b) Tipo II (condição PP9); c) Tipo III (condição PP10)

A Figura 4-17a e a Figura 4-17b mostram imagens de estruturas típicas de soldas em que o parâmetro tempo de consolidação (TC) foi utilizado no valor mínimo ($TC = 0,5$ s) apresentando dois tipos de defeitos principais, no primeiro caso (Figura 4-17a) todo o centro da solda se desloca para fora e no segundo caso (Figura 4-17b) somente o topo da solda se separa do centro da solda. A Figura 4-17c mostra a estrutura de uma solda com bom acabamento superficial e com seção transversal de boa qualidade e apresentando regiões internas bem delimitadas. Esse bom resultado de seção estrutural se deve à utilização do TC mais longo, que pode ser comparado ao tempo de recalque utilizado no processo de injeção onde ambos os parâmetros permitem que o polímero se resfrie sob pressão durante um determinado tempo [105,106]. Observa-se no Apêndice B, que todas as condições onde o tempo de consolidação de 20,5 s foi utilizado apresentaram esse tipo estrutura. Em relação às duas primeiras amostras, dois fatores influenciam a ocorrência de defeitos. Um deles se deve ao fato de que o polímero fundido no topo da junta fica aderido à ferramenta e parte dele é extraído ao final do processo de soldagem com o movimento de retração da ferramenta. O outro fator se deve à contração diferencial durante a solidificação do polímero. Uma vez que a

rotação da ferramenta é descontinuada, as moléculas poliméricas começam a cristalizar, isto é, as cadeias poliméricas se alinham resultando em uma maior densidade e, portanto, menor volume. Esse processo se inicia da camada externa para a camada interna, portanto, existem regiões de soldagem com diferentes taxas de resfriamento fazendo com que essas regiões se contraíam de forma diferenciada, levando à presença de defeitos como o vazio formado no interior da região de solda. A diferença entre as duas condições é somente a intensidade desses dois fatores. A condição PP7 (Figura 4-17a) apresentou temperatura superficial máxima de 220°C enquanto a condição PP9 (Figura 4-17b) apresentou temperatura superficial máxima de 246°C, ou seja, o aporte térmico da condição PP9 foi maior que o da condição PP7. Assim, devido ao maior aporte térmico da condição PP9, a adesão entre o núcleo da solda e a chapa inferior (região de interface entre as chapas) é mais forte e somente o topo da solda fica aderida à ferramenta e é retirada da região de solda. Já na condição PP7, devido ao fato de a região de interface entre as chapas não ser forte o suficiente o efeito somado da contração diferencial e da adesão fazem com que todo o centro da solda se desloque para fora da região de soldagem.

O volume afetado termomecanicamente pelo processo de soldagem e a impressão da ferramenta na chapa superior se mostraram dependentes das condições de soldagem empregadas. A Figura 4-18 apresenta exemplos de imagens da seção transversal de juntas obtidas em três diferentes condições de soldagem. A Figura 4-18a apresenta uma solda obtida com os valores inferiores dos parâmetros de soldagem (condição PP1). A Figura 4-18c apresenta uma solda onde os parâmetros de soldagem foram ajustados nos seus respectivos limites superiores (condição PP16), enquanto que a Figura 4-18b mostra uma junta obtida numa condição com valores intermediários dos parâmetros de soldagem (condição PP17). A linha laranja tracejada delimita a área da seção transversal das amostras que foi afetada termomecanicamente pelo processo de soldagem. Através dessa área é possível comparar o volume de polímero afetado em função das condições de soldagem e, portanto, comparar os aportes térmicos. Observa-se, portanto, aumento da zona de mistura das amostras PP1 à PP16, devido ao aumento do aporte térmico

produzido pelo aumento dos valores de velocidade de rotação (VR) e tempo de soldagem (TS).

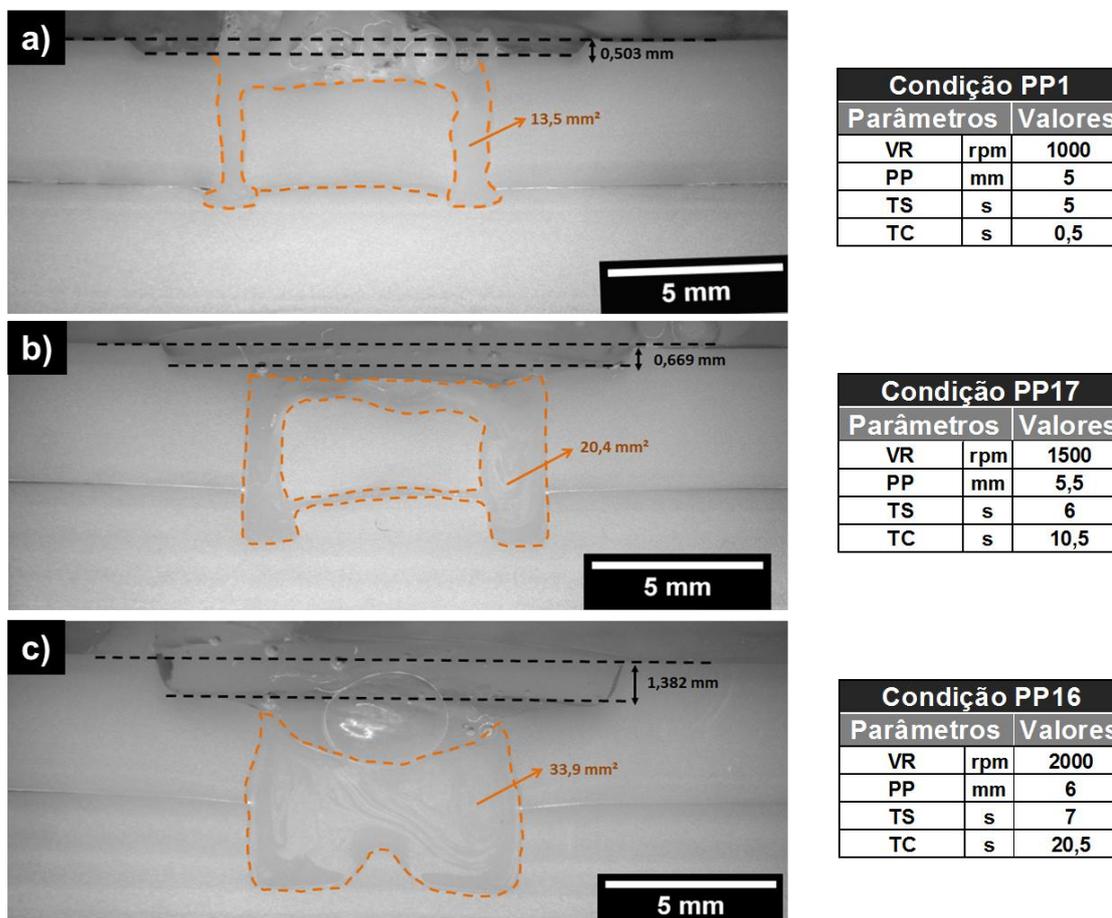


Figura 4-18: Imagens de microscópio óptico da seção transversal de juntas com delimitação da área soldada (linha tracejada laranja) e da área penetrada pela ferramenta (linha preta tracejada) obtidas em diferentes de condições de parâmetros de soldagem: a) Condição com parâmetros de soldagem nos limites inferiores, b) Condição com parâmetros de soldagem intermediários, c) Condição com parâmetros de soldagem nos limites superiores.

As áreas soldadas, que representam o volume de polímero afetado termomecanicamente pela soldagem, são identificadas nas micrografias da Figura 4-18 como sendo aquelas que apresentam uma textura e coloração diferente ao redor do caminho percorrido pela penetração da camisa em rotação (região delimitada pela linha tracejada laranja). Observa-se que a área

soldada aumenta com o aumento dos valores dos parâmetros de soldagem ($PP1 = 13,5 \text{ mm}^2$, $PP17 = 20,4 \text{ mm}^2$, $PP16 = 33,9 \text{ mm}^2$). Isto se deve ao fato de que o aumento da velocidade de rotação (VR) ou do tempo de soldagem (TS) resulta em maior energia concedida ao polímero (maior aporte térmico), portanto, resultando em maior quantidade de polímero fundido e, dessa forma, maior área soldada. Essa analogia segue a equação de geração de energia descrita por Su e seus colaboradores [118], onde são levados em consideração dois fatores, um formado pela contribuição da velocidade angular e do torque e o outro pelo deslocamento e força axial.

A impressão feita pelo anel de fixação na chapa superior após a soldagem (região delimitada pela linha tracejada preta formando um entalhe) também se mostrou dependente das condições de soldagem. O anel de fixação possui a função de prender e pressionar as amostras. Porém, quando a energia concedida às amostras é alta, um grande volume de material polimérico é afetado termicamente ao redor da região soldada fazendo com que a resistência mecânica do polímero diminua. Assim, se o volume de material afetado termicamente durante a soldagem for alto o suficiente, a pressão de soldagem fará com que o anel de fixação penetre na chapa superior, como mostrado esquematicamente na Figura 4-19, resultando na impressão da ferramenta.

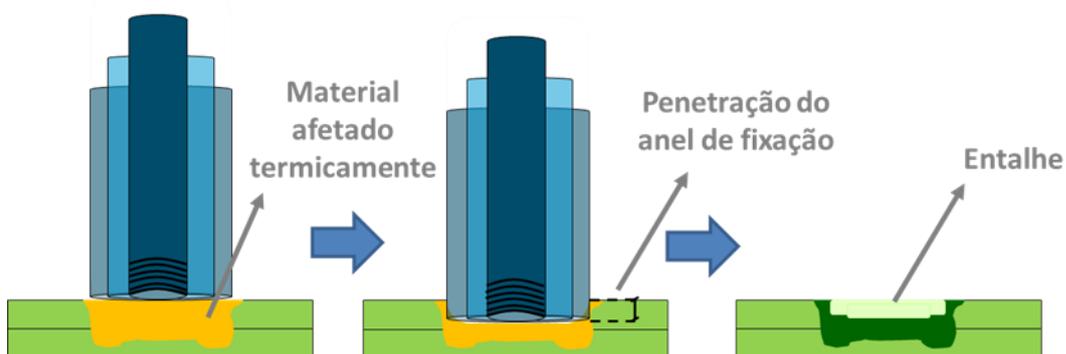


Figura 4-19: Representação esquemática da penetração da ferramenta no topo das juntas de PA6 quando um grande volume de material polimérico é afetado termicamente ao redor da região soldada.

Realizou-se a análise de variância (ANOVA) para os dados obtidos de profundidade da impressão da ferramenta no topo da junta (Tabela 4-4). O objetivo é analisar a influência dos parâmetros de soldagem sob a impressão e com isso comparar os dados de temperatura superficial máxima com a profundidade da impressão.

Tabela 4-4- Profundidade média de impressão da ferramenta para cada condição de soldagem

Condições	Média da profundidade de impressão [mm]	Desvio Padrão
PP1	0,457	0,066
PP2	0,372	0,082
PP3	0,664	0,042
PP4	0,735	0,088
PP5	0,378	0,028
PP6	0,504	0,086
PP7	0,451	0,016
PP8	0,747	0,050
PP9	0,514	0,043
PP10	0,802	0,069
PP11	0,829	0,047
PP12	0,986	0,085
PP13	0,588	0,057
PP14	0,692	0,088
PP15	0,766	0,047
PP16	1,394	0,016
PP17	0,671	0,002

Na Tabela 4-5 é mostrada a análise de variância (ANOVA) para a relevância estatística de cada parâmetro de soldagem e de suas interações na profundidade de impressão da ferramenta, utilizando duas amostras de repetição. O diagrama de Pareto apresentado na Figura 4-20 mostra em ordem de importância os parâmetros de soldagem com influência nesta resposta.

Tabela 4-5: Tabela ANOVA para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem FSpW na profundidade de impressão da ferramenta no topo das juntas de PA6.

Termos	GL	P	SQ Seq	SQ Ajs	MQ Ajs
Principais:	4	0,000			
VR	1	0,000	2,19344	2,19344	0,54836
PP	1	0,093			
TS	1	0,000			
TC	1	0,000			
Interação de 2° ordem:	6	0,000			
VR*PP	1	0,174	0,48528	0,48528	0,08088
VR*TS	1	0,000			
VR*TC	1	0,000			
PP*TS	1	0,001			
PP*TC	1	0,000			
TP*TC	1	0,000			
Interação de 3° ordem:	4	0,000			
VR*PP*TS	1	0,043	0,06775	0,06775	0,01694
VR*PP*TC	1	0,001			
VR*TS*TC	1	0,000			
PP*TS*TC	1	0,688			
Interação de 4° ordem:	1	0,309			
VR*PP*TS*TC	1	0,309	0,0016	0,0016	0,0016
Curvatura	1	0,161			
Ponto central	17	0,161	0,00312	0,00312	0,00312
Erro	17				
	33		0,02467	0,02467	0,00145
Total	33		2,77585		

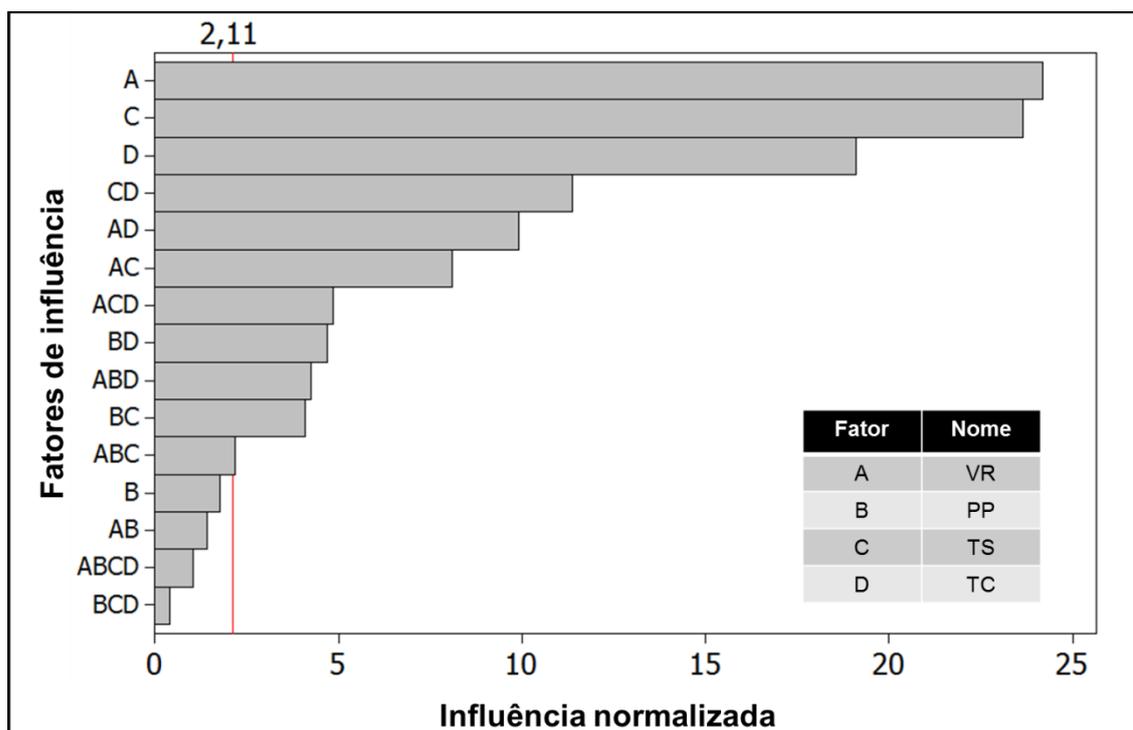


Figura 4-20: Diagrama de Pareto para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem FSpW na profundidade de impressão da ferramenta no topo das juntas de PA6.

Através da ANOVA da Tabela 4-5 verifica-se que entre os parâmetros de soldagem principais (1ª ordem) somente a profundidade de penetração (PP) não foi significativa, pois apresentou p-valor de 0,093 que é maior que o padrão estabelecido de 0,05. Entre as interações de 2ª ordem somente aquela entre a velocidade de rotação e a profundidade de penetração (VR*PP) não apresentou influência significativa sobre a profundidade de impressão da ferramenta. Entre as interações de 3ª ordem, a PP*TS*TC não foi relevante. Por fim, a interação de 4ª ordem (VR*PP*TS*TC) não foi relevante. No gráfico de Pareto (Figura 4-20) observa-se a influência desses fatores em ordem decrescente de importância e percebe-se que o parâmetro de soldagem mais relevante foi a velocidade de rotação (VR), seguida pelo tempo de soldagem (TS) e pelo tempo de consolidação (TC), confirmando a análise feita no gráfico de efeitos principais da Figura 4-21.

A Figura 4-21 apresenta os gráficos de efeitos dos parâmetros de soldagem sobre a profundidade de impressão da ferramenta ao final da soldagem.

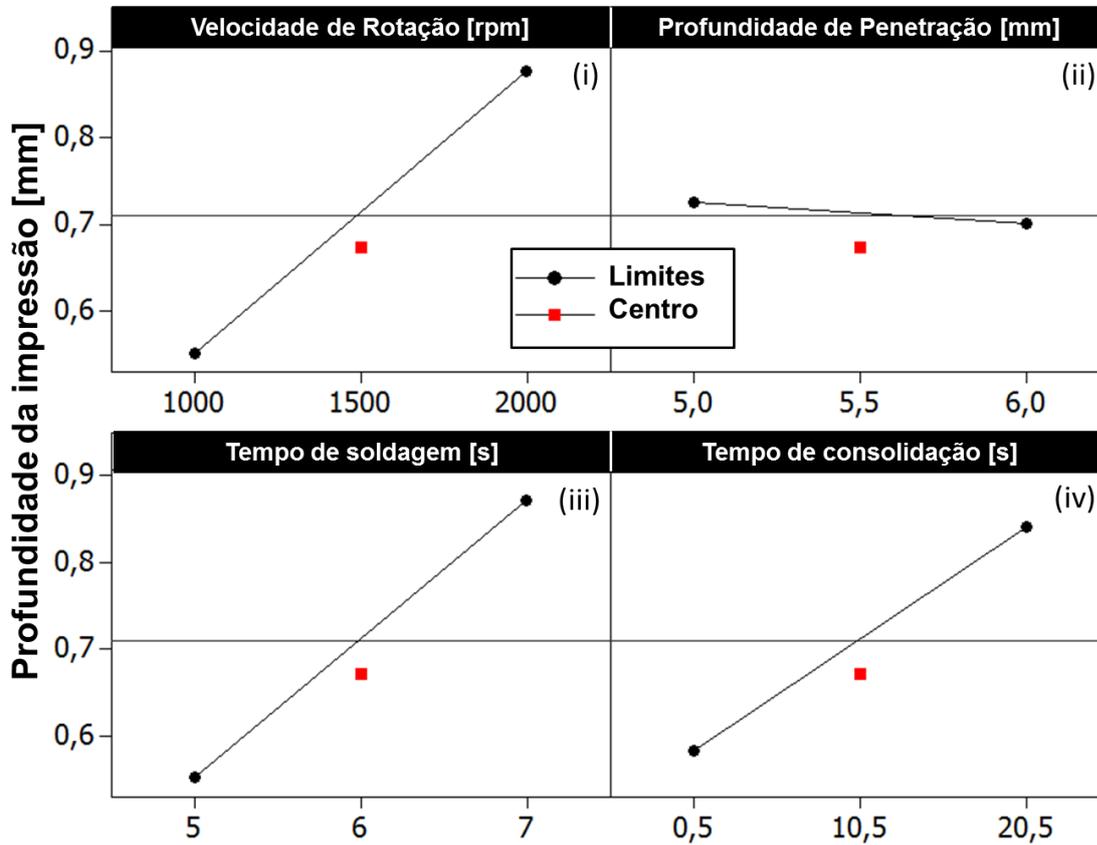


Figura 4-21: Gráficos de efeitos principais dos parâmetros de soldagem FSpW sobre a profundidade de impressão da ferramenta no topo das juntas de PA6.

Os parâmetros de soldagem que mais influenciaram na profundidade de impressão da ferramenta foram a velocidade de rotação (VR), o tempo de soldagem (TS) e o tempo de consolidação (TC). Os parâmetros VR e o TS exerceram efeitos parecidos nessa resposta, uma vez que ambos os parâmetros aumentam a energia concedida ao processo. Essa energia, causada pelo atrito entre a ferramenta e o polímero, aumenta o volume de polímero fundido e diminui a sua viscosidade, facilitando, assim, a penetração da ferramenta. O parâmetro TC também exerceu influência sobre a profundidade de impressão da ferramenta, pois durante a aplicação do TC a

ferramenta é forçada contra o material, que se encontra num estado semi-sólido ou sólido nas regiões sob o anel de fixação. A influência do TC é um pouco menor do que a dos parâmetros VR e o TS, pois durante a aplicação do TC o polímero se solidifica. O parâmetro profundidade de penetração (PP) exerceu influência desprezível sobre a profundidade de impressão da ferramenta (Figura 4-21-ii). Como comentado anteriormente esse resultado está de acordo com outros processos de soldagem por fricção como, por exemplo, a rebitagem por fricção, onde os estudos mostram que a contribuição no deslocamento vertical da ferramenta tem pouca contribuição na geração de energia friccional comparado a outros parâmetros como a velocidade de rotação [115] [116].

Na Figura 4-22 são apresentados os efeitos das interações entre os parâmetros de soldagem sobre a profundidade de impressão da ferramenta no topo das juntas de PA6. Observam-se interações entre a velocidade de rotação (VR) com o tempo de soldagem (TS) (Figura 4-22-ii) e com o tempo de consolidação (TC) (Figura 4-22-iii) mostrando que a profundidade da impressão deixada pela ferramenta é mais sensível à combinação de altas velocidades de rotação com altos tempos de soldagem e altos tempos de consolidação. Esse efeito está de acordo com a avaliação feita no gráfico de efeitos principais (Figura 4-21), no qual foi verificado que o aumento de VR, TS e TC aumenta a impressão deixada pela ferramenta e, portanto, o aumento combinado desses parâmetros aumentou ainda mais a impressão deixada pela ferramenta no topo das juntas de PA6.

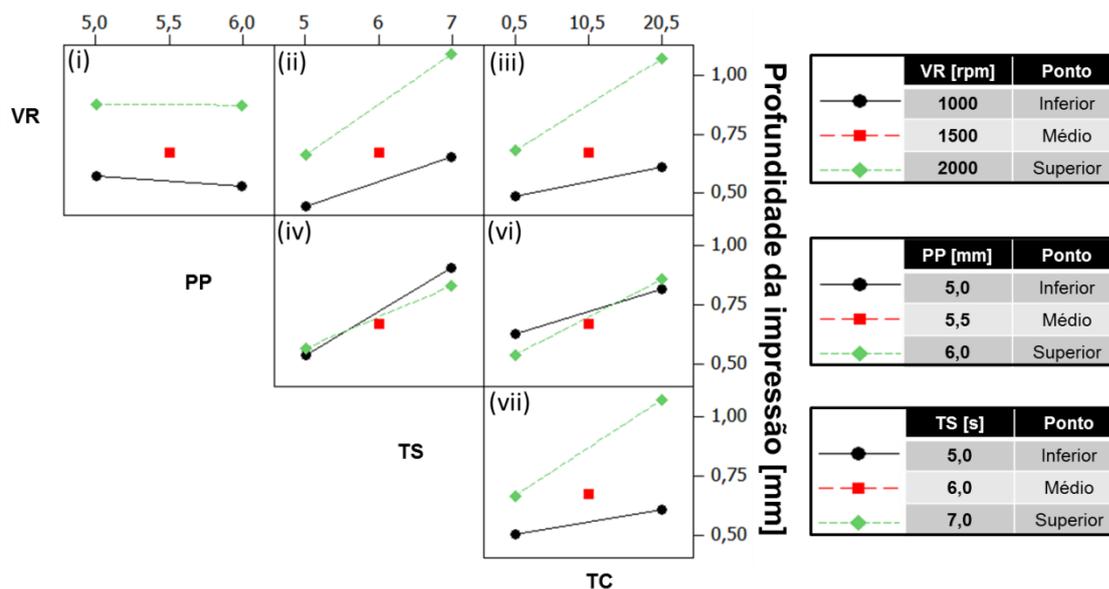


Figura 4-22: Gráficos de interações dos parâmetros de soldagem FSpW sobre a profundidade de impressão da ferramenta no topo das juntas de PA6.

Pesquisas realizadas no instituto Helmholtz Zentrum Geesthacht (HZG) após a etapa experimental deste estudo demonstraram que o aumento da área externa do anel de fixação diminui o efeito da penetração da ferramenta no topo das juntas [15]. A área da ferramenta deve ser maior que a área de polímero afetado termicamente. Com o uso da ferramenta com anel de fixação maior essa penetração indevida é reduzida, o que melhora o acabamento superficial, diminuindo o efeito da fragilização da junta pela presença do entalhe (concentrador de tensão), diminui a perda de material expulso durante a soldagem e reduz o desgaste da ferramenta [17].

4.4 Análise das propriedades mecânicas locais e sua correlação com a microestrutura das soldas

Análises de microdureza Vickers da seção transversal das soldas foram realizadas na intenção de verificar alterações das propriedades mecânicas locais na PA6 decorrentes de efeitos térmicos e termomecânicos da soldagem FSpW.

A Figura 4-23 apresenta uma imagem de uma seção transversal de uma solda (amostra PP10) exemplificando as linhas de medidas de microdureza. A linha superior foi posicionada a 1,0 cm acima da intersecção das chapas de PA6. A linha intermediária foi posicionada a 0,5 cm acima da intersecção e a inferior a 0,5 cm abaixo da intersecção das chapas de PA6.

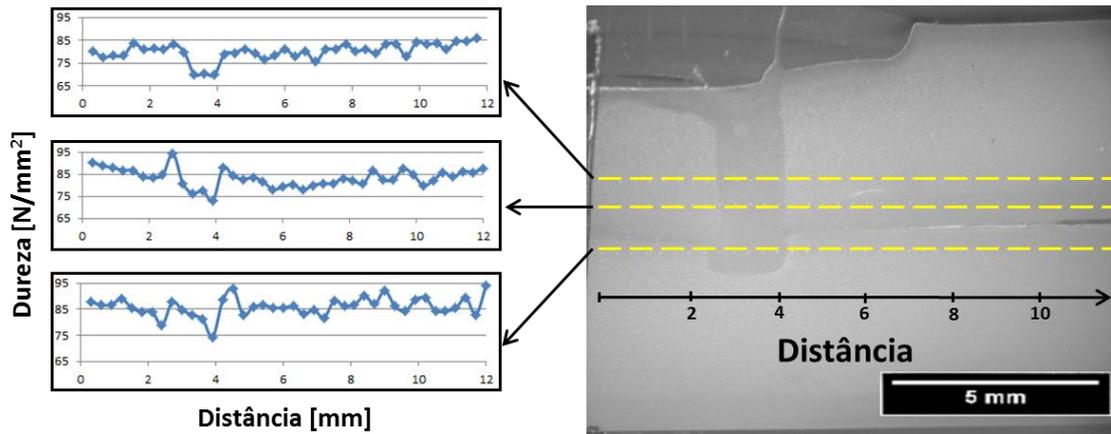


Figura 4-23: Imagem da seção transversal da solda de uma solda (amostra PP10) mostrando as linhas de medidas de microdureza Vickers juntamente com os valores medidos ao longo das linhas pontilhadas amarelas partindo do centro da solda até a borda.

Observa-se na análise de microdureza da Figura 4-23 que os valores variam entre 70 e 95 N/mm². O material de base (chapa de PA6) apresentou valor médio de microdureza de 80 N/mm² tanto para a linha superior como para a intermediária e de 86 N/mm² para a linha inferior. A zona de mistura da solda apresentou valores de microdureza tanto superiores quanto inferiores ao material de base.

Na Figura 4-24 o gráfico de microdureza da solda obtida na condição PP10 foi sobreposto à sua micrografia da seção transversal com as três linhas de indentações. Cada ponto referente ao valor de microdureza está exatamente acima da indentações realizada pelo equipamento. A região com textura / coloração diferente do material de base compreende a zona de

mistura (ZM) da solda. Essa área está distribuída ao longo do percurso feito pela camisa, sendo que quanto maior a energia concedida no processo em função da seleção de parâmetros de soldagem, maior é essa área. Nota-se uma tendência de diminuição nos valores de microdureza dentro da ZM (Figura 4-24), podendo chegar nesse exemplo a 70 MPa (10 MPa inferior que o material de base), e um aumento dos valores de microdureza no contorno da ZM, chegando nesse exemplo a 95 MPa (15 MPa superior ao material de base).

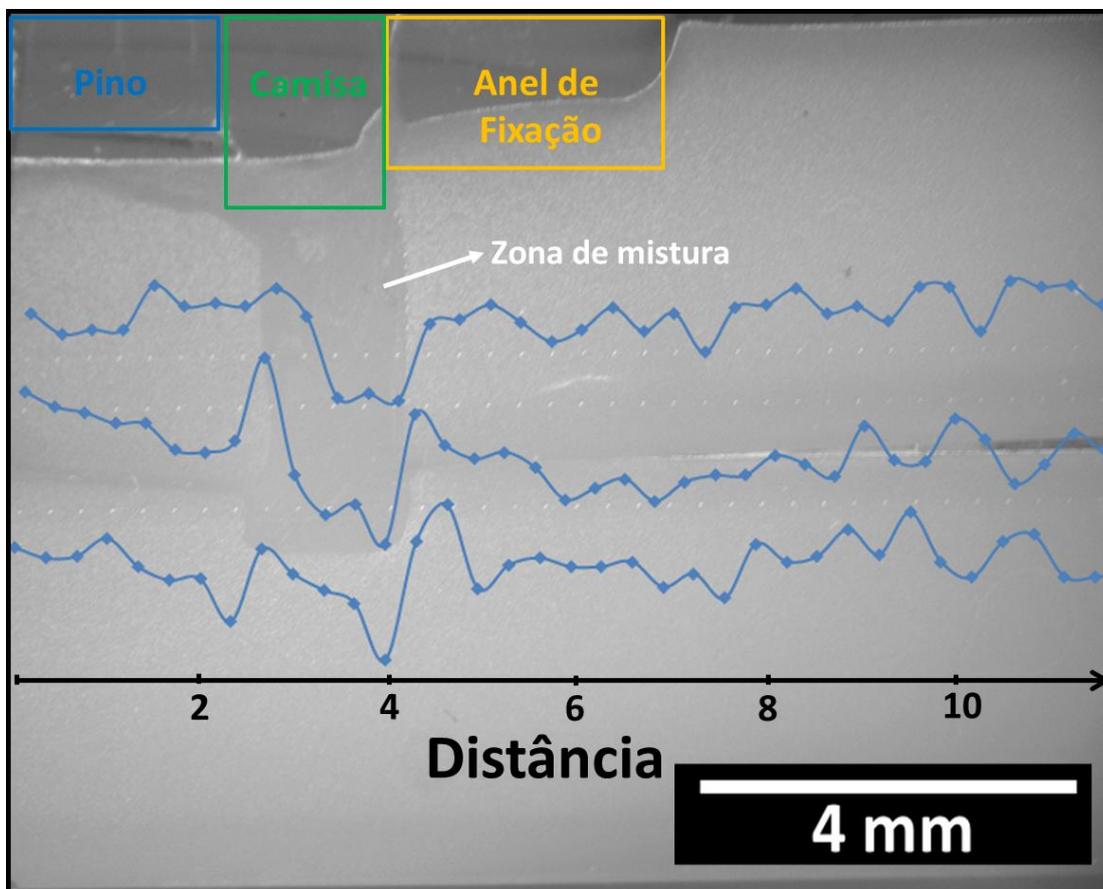


Figura 4-24: Gráficos das análises de microdureza Vickers da amostra soldada na condição PP10 sobreposto à respectiva micrografia da seção transversal da zona de mistura da solda com as três linhas de indentações.

Para uma análise mais completa da microdureza, ao invés de se utilizar três linhas de medidas, escolheu-se a amostra soldada na condição PPV2 para

realizar um mapa de microdureza (Figura 4-25). Essa análise permitiu visualizar com maior precisão as zonas microestruturais da solda.

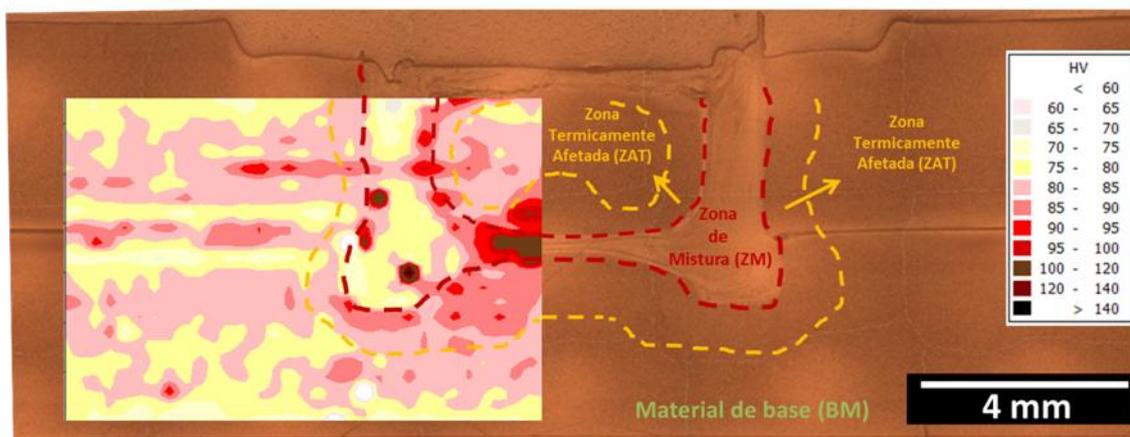


Figura 4-25: Micrografia da seção transversal da amostra soldada na condição PPV2 mostrando o mapa de microdureza superficial com delimitação da zona de mistura (ZM) e demais zonas microestruturais.

A área delimitada dentro da linha tracejada vermelha da Figura 4-25 refere-se à zona de mistura (ZM). Essa região é característica por representar o caminho percorrido pela camisa e, portanto, suas bordas são regiões onde a fricção tem maior efeito e seu interior é um volume formado por material fundido que foi realocado nessa região, quando a camisa foi extraída da solda. A linha tracejada amarela delimita a zona termicamente afetada (ZTA) pela soldagem. A região chamada material de base (MB) é aquela em que o material original não foi alterado significativamente [14].

Verifica-se no mapa de dureza (Figura 4-25), assim como nas análises de microdureza realizada em linhas (Figura 4-24), o aumento dos valores de microdureza no entorno da zona de mistura e a diminuição no interior dessa região. O aumento da microdureza no limite da zona de mistura pode ser explicado por dois motivos principais. O primeiro deles está relacionado com o fato de ocorrer nessa região uma alta fricção que causa uma maior orientação das cadeias no sentido de rotação da ferramenta. O segundo motivo é devido ao fato de que essa região é a mais atingida pela ação da fricção e por isso

atinge maiores temperaturas e como os polímeros são conhecidos por sua baixa condutividade térmica, a baixa taxa de resfriamento desse volume pode aumentar a cristalinidade local. A redução de dureza no interior da zona de mistura poderia ser explicada por dois motivos principais. O primeiro deles é o fato de o material no interior da zona de mistura estar em um estado mais desorganizado que em suas bordas. Esse material da zona de mistura provém do espaço de armazenamento cedido pela retração do pino como pode ser visto na Figura 4-26 (Etapa 3). Assim, quando esse material fundido é realocado na solda (Etapa 4) ele se remaneja de forma desorientada na região deixada pela camisa, não apresentando alta orientação como nas bordas. O segundo motivo seria uma possível degradação devido ao alto nível de fricção sofrida pelo material acarretando em uma diminuição local de dureza, o que será estudado adiante.

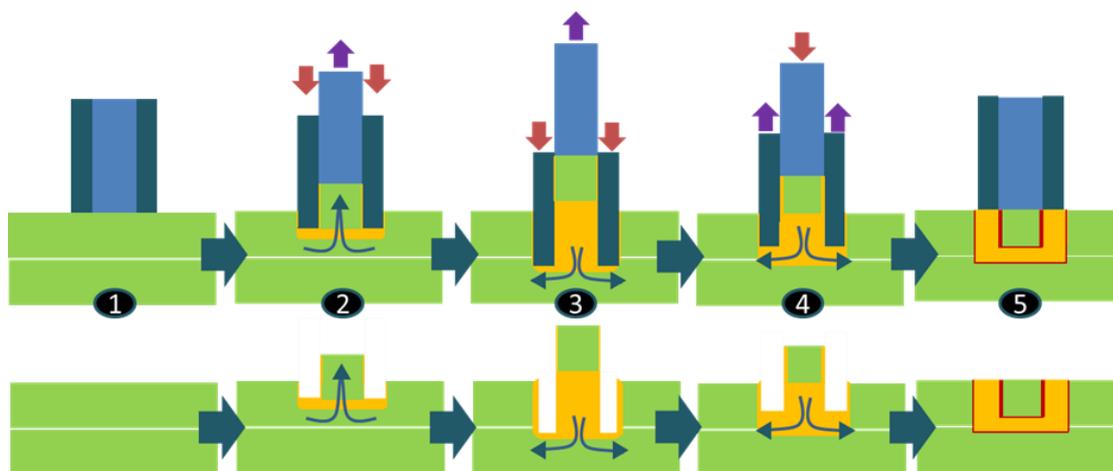


Figura 4-26: Ilustração do fluxo do material durante o processo de soldagem, mostrando em amarelo o volume de material que foi afetado termicamente, em vermelho o material que mais sofreu orientação devido à fricção com a ferramenta e em verde o material que não foi afetado substancialmente.

4.5 Grau de cristalinidade da PA6 na zona de mistura das soldas

A calorimetria diferencial de varredura (DSC) foi empregada para medir a entalpia de fusão e então avaliar o grau de cristalinidade da PA6 na zona de mistura (ZM) das juntas obtidas nas diferentes condições de soldagem FSpW.

Os valores médios do grau de cristalinidade da PA6 na zona de mistura das juntas em função das condições de soldagem FSpW juntamente com o valor para o material de base são apresentados na Figura 4-27.

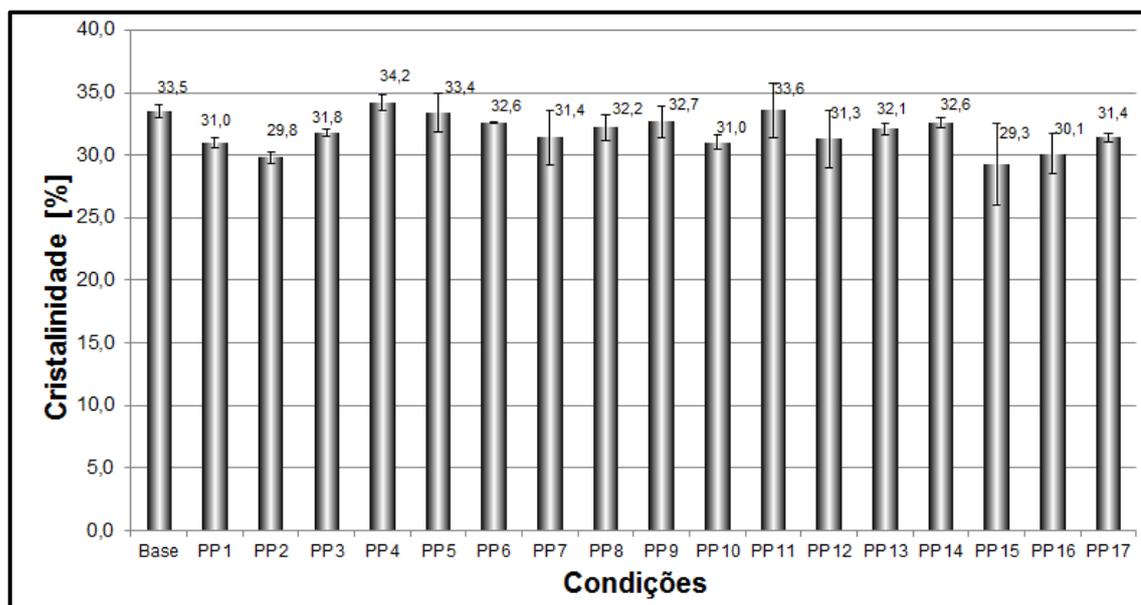


Figura 4-27: Grau de cristalinidade médio da PA6 na zona de mistura (ZM) das soldas em função das condições de soldagem FSpW.

Os valores do grau de cristalinidade médio da PA6 na zona de mistura das soldas variaram de $29,3 \pm 3,2$ % até $34,2 \pm 0,5$ %, e o valor para o material de base foi de $33,5 \pm 0,5$ %. As medições do grau de cristalinidade no DSC para algumas condições de soldagem apresentaram desvios padrão altos. Isso pode ter acontecido, pois durante a soldagem existe uma mistura de materiais que foram expostos a diferentes taxas de cisalhamento, aquecimento e resfriamento, portanto, mesmo detalhando o procedimento experimental toda vez que uma amostra é retirada da zona de mistura esta amostra é uma amostra única e apresentará diferentes valores de cristalinidade. No mapa de dureza da Figura 4-25 observa-se que a zona de mistura, de onde as amostras foram retiradas para as análises de DSC, apresenta uma grande variação de dureza o que também pode representar uma variação do grau de cristalinidade. Portanto, apesar de poder existir uma variação do grau de cristalinidade ao

longo da zona de mistura das soldas em função das diferentes condições de soldagem FSpW empregadas, não foi possível observar tal relação.

Observa-se que, na maioria das amostras, o valor médio obtido para o grau de cristalinidade foi menor que a obtida no material de base, mostrando que houve em geral uma diminuição da cristalinidade na zona de mistura. Essa informação confirma os dados obtidos na análise de microdureza, uma vez que foi considerado que nos limites da zona de mistura há uma grande taxa de cisalhamento resultando em maior orientação das cadeias e levando a uma maior cristalinidade e dureza, enquanto que o interior da zona de mistura é formado por material fundido que foi misturado e realocado para essa posição e não teve tanta orientação. Devido à proximidade dos valores do grau de cristalinidade determinados, o teste de Tukey de comparação de médias foi utilizado para avaliar se as pequenas diferenças nos valores foram estatisticamente relevantes ou não. No teste de Tukey, as médias são comparadas aos pares através do teste de hipóteses, levando em consideração o nível de significância escolhido [81].

Os resultados obtidos do teste de Tukey para um nível de confiança de 95% ($\alpha = 0,05$) são apresentados na Tabela 4-6. Observou-se que os valores obtidos são estatisticamente iguais (todas compartilham a mesma letra A), ou seja, não foram encontradas diferenças significativas no grau de cristalinidade da PA6 na zona de mistura das soldas em função das condições de soldagem FSpW. O valor médio encontrado para as amostras foi de $31,8 \pm 1,3\%$.

Por não haver diferença entre os valores obtidos nesse estudo as avaliações por meio da ANOVA, dos gráficos de efeitos, interações e diagrama de Pareto não foram incluídas para o estudo dos efeitos dos parâmetros de soldagem sobre o grau de cristalinidade.

Tabela 4-6: Análise de Tukey para comparação das médias do grau de cristalinidade da PA6 na zona de mistura das soldas em função das condições de soldagem FSpW.

Condição	X _c (%)	Grupo
PP4	34,2	A
PP11	33,6	A
PP5	33,4	A
PP9	32,7	A
PP6	32,6	A
PP14	32,6	A
PP8	32,2	A
PP13	32,1	A
PP3	31,8	A
PP7	31,4	A
PP17	31,4	A
PP12	31,3	A
PP10	31,0	A
PP1	31,0	A
PP16	30,1	A
PP2	29,8	A
PP15	29,4	A

4.6 Massa molar da PA6 na zona de mistura das soldas

A massa molar da PA6 na zona de mistura (ZM) das soldas foi determinada por meio de viscosimetria de solução diluída com o objetivo de verificar o nível de degradação do polímero em função das condições de soldagem por FSpW empregadas.

A Figura 4-28 apresenta os dados de massa molar viscosimétrica média da PA6 para cada uma das condições de soldagem, juntamente com a do material de base. De maneira geral, a soldagem causou redução na massa molar das soldas de PA6 em relação ao material de base, o que se deve à degradação termomecânica sofrida durante a soldagem. A condição de soldagem que se mostrou mais severa (PP15) causou redução de

aproximadamente 15% na massa molar da PA6, enquanto que a condição de soldagem que se mostrou menos severa (PP6) reduziu a massa molar da PA6 em cerca de 6% em relação ao material de base.

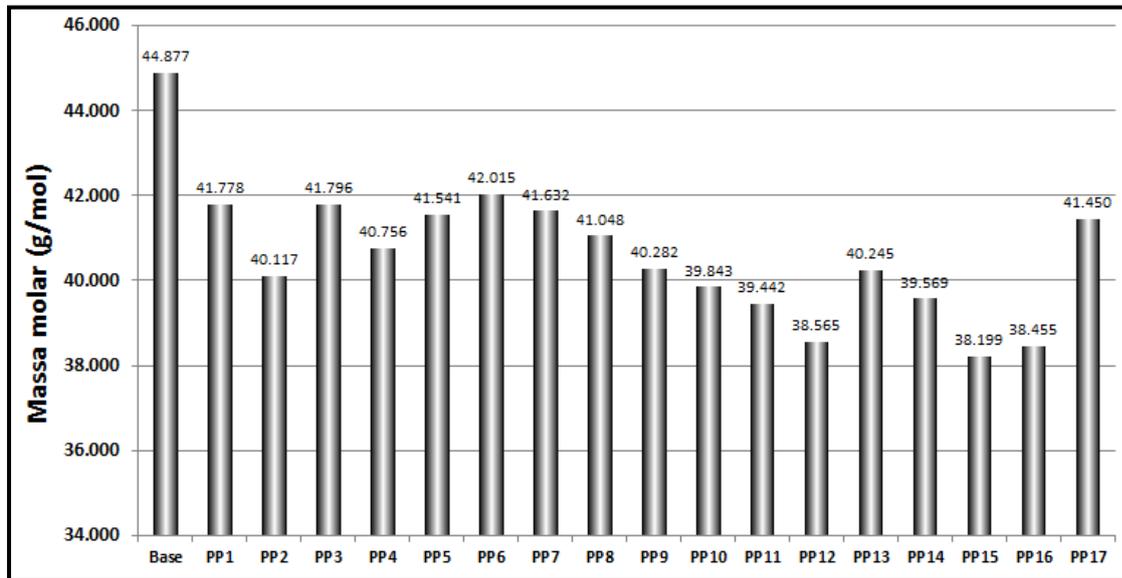


Figura 4-28: Massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura das soldas em função das condições de soldagem FSpW.

Assim como para a análise de temperatura superficial máxima, na análise de massa molar por viscosimetria de soluções diluídas só foi utilizado uma única amostra. Isso se deve ao fato de que a região de interesse, ou seja, a zona de mistura é uma região pequena e que apresenta pouca massa. Portanto, a limitada quantidade de material para a realização dessa caracterização restringiu a quantidade de réplicas para somente uma amostra.

Nesse sentido, utilizou-se a metodologia de Lenth [98] para realizar a escolha dos parâmetros de processos menos influentes e com isso retirar a influencia desses fatores tornando possível a realização da análise de variância.

Através do gráfico de efeitos normalizados da Figura 4-29 é possível verificar que somente o parâmetro de velocidade de rotação (VR) influenciou no processo, pois foi a única influência que foi maior que o estimador pseudo erro padrão (PSE – Pseudo Standard Error) estabelecido por Lenth [98].

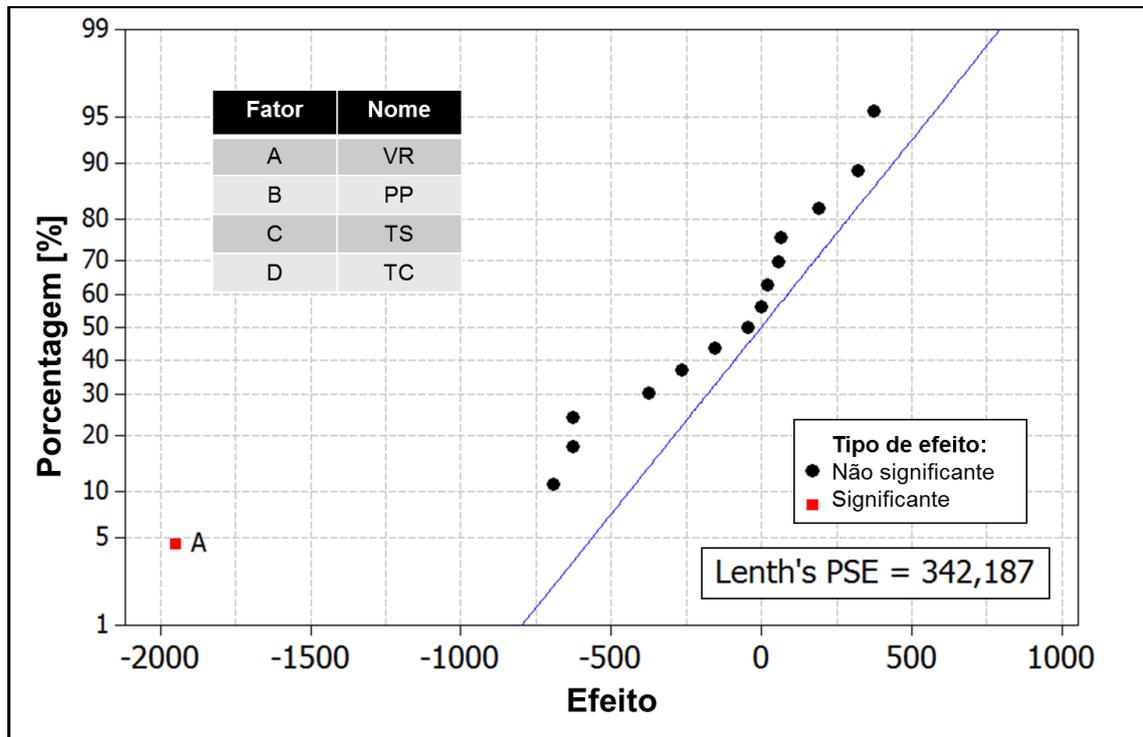


Figura 4-29 - Gráficos de efeito padrão normalizados utilizando o método de Lenth para a massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura das soldas.

A Figura 4-30 mostra o gráfico de Pareto, que por sua vez, permite identificar o parâmetro que menos influenciou no processo, que no caso, foi a interação de 3º ordem ABC (VR*PP*TS). Esse parâmetro é, portanto, retirado do modelo fazendo com que o grau de liberdade do planejamento estatístico seja diferente de zero permitindo a utilização da análise de variância (ANOVA).

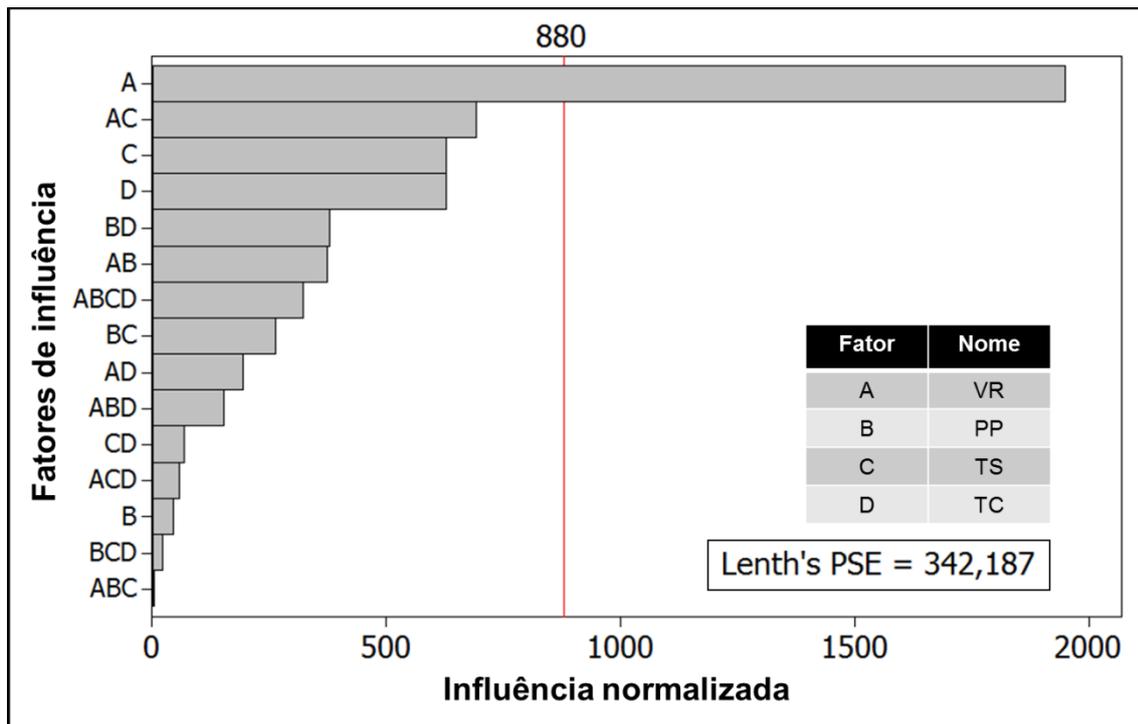


Figura 4-30- Diagrama de Pareto utilizando o método de Lenth para a massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de misturas da solda.

Através da análise de variância (ANOVA), mostrada na Tabela 4-7, verificou-se a relevância estatística da contribuição de cada parâmetro de soldagem e de suas interações sobre a massa molar da PA6 na zona de mistura das soldas. Verifica-se na análise da ANOVA que somente a interação entre profundidade de penetração, tempo de soldagem e tempo de consolidação (PP*TS*TC) não foi estatisticamente relevante.

Tabela 4-7: Tabela ANOVA para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem FSpW na massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura das soldas.

Termos	GL	P	SQ Seq	SQ Ajs	MQ Ajs
Principais:	4	0,001			
VR	1	0,001	18387728	18387728	4596932
PP	1	0,031			
TS	1	0,002			
TC	1	0,002			
Interação de 2° ordem:	6	0,004			
VR*PP	1	0,004	3478891	3478891	579815
VR*TS	1	0,002			
VR*TC	1	0,007			
PP*TS	1	0,005			
PP*TC	1	0,004			
TP*TC	1	0,020			
Interação de 3° ordem:	3	0,016			
VR*PP*TS	-	-	desconsiderado		
VR*PP*TC	1	0,009	107932	107932	35977
VR*TS*TC	1	0,024			
PP*TS*TC	1	0,065			
Interação de 4° ordem:	1	0,004			
VR*PP*TS*TC	1	0,004	414414	414414	414414
Curvatura	1	0,002			
Ponto central	1	0,002	1243489	1243489	1243489
Erro	34				
			18	18	18
Total	50		23632472		

O diagrama de Pareto atualizado sem o fator de menor influência é apresentado na Figura 4-31 e exibe em ordem decrescente de importância as condições de soldagem com maior influência na massa molar da PA6 na zona de mistura das soldas. O fator estatisticamente mais relevante na redução da massa molar da PA6 foi a velocidade de rotação (VR). O aumento de VR causa maior fricção entre a ferramenta e o polímero gerando maior efeito termomecânico que leva à degradação do material. A interação (VR*TS) é o segundo fator de maior influência, devido ao fato de que o aumento do tempo de soldagem (TS) causa aumento do tempo de fricção. O tempo de soldagem (TS) foi terceiro fator de maior influência. O único fator não influente é a

interação entre os parâmetros PP, TS TC. Todos os outros parâmetros e interações entre parâmetros foram estatisticamente relevantes, porém, em menor intensidade do que os citados anteriormente.

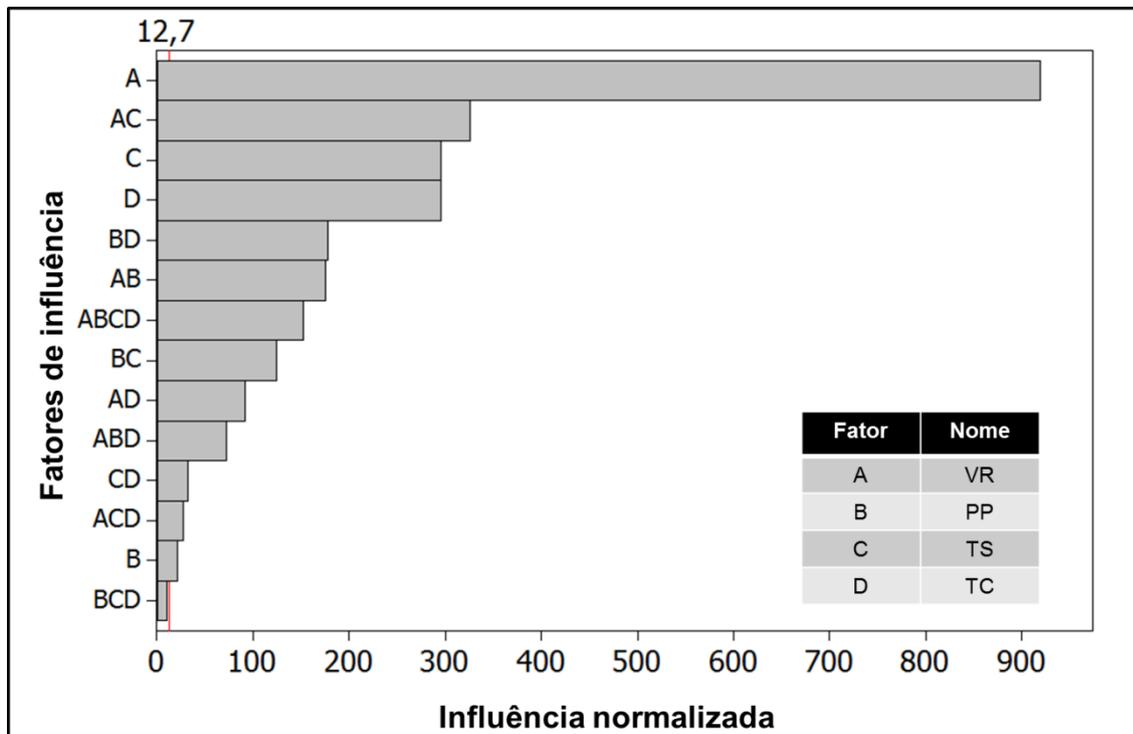


Figura 4-31: Diagrama de Pareto para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem FSpW na massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura das soldas.

A Figura 4-32 apresenta os gráficos de efeitos principais dos parâmetros de soldagem sobre a massa molar da PA6 na zona de mistura das soldas. O parâmetro de soldagem de maior influência sobre esta resposta, analisado pela inclinação da reta da linha formada entre os limites, foi a velocidade de rotação (VR), seguido do tempo de soldagem (TS) e de consolidação (TC), e o de menor influência foi a profundidade de penetração (PP). Verifica-se também que o ponto central não manteve a tendência, estando deslocado no sentido de aumentar a massa molar em cerca de 1000 g/mol. Portanto, considerou-se para essa análise somente a velocidade de rotação como parâmetro de maior

influência, pois foi o único parâmetro que apresentou alterações maiores de 1000 g/mol.

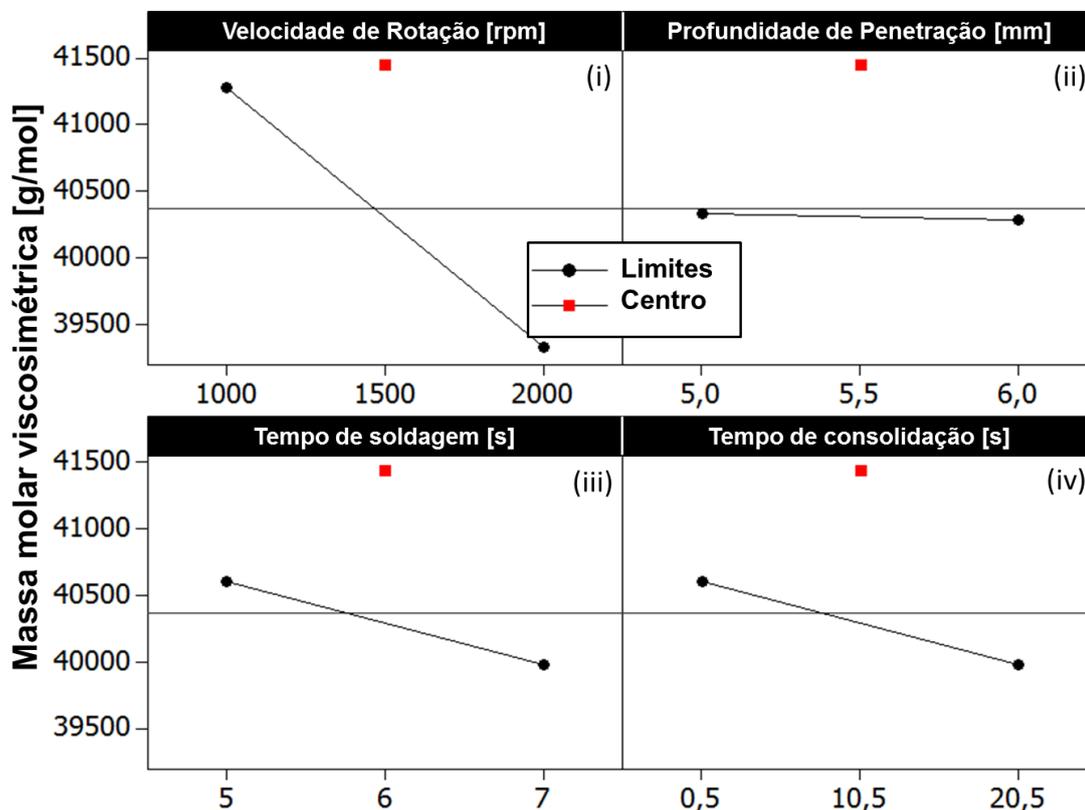


Figura 4-32: Gráficos de efeitos dos parâmetros de soldagem FSpW sobre a massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura das soldas.

Os efeitos das interações entre os parâmetros de soldagem sobre a massa molar da PA6 na zona de mistura das soldas são mostrados na Figura 4-33. Três interações principais podem ser observadas (Figura 4-33ii, iv, v), porém, somente a interação entre velocidade de rotação (VR) e tempo de soldagem (TS) (Figura 4-33ii) é estatisticamente relevante por apresentar valores com diferença maior que 1000 g/mol. A interação entre a velocidade de rotação (VR) e o tempo de soldagem (TS) (Figura 4-33ii) apresenta uma influência maior na massa molar sendo que o tempo de soldagem teve maior influência em rotação máxima do que em rotação mínima. Isso se deve ao fato de que quando os dois parâmetros (VR e TS) são utilizados em seus limites superiores há a combinação sinérgica de dois fatores que causam degradação

do material, intensificando seus efeitos sobre a massa molar da PA6 na zona de mistura das soldas.

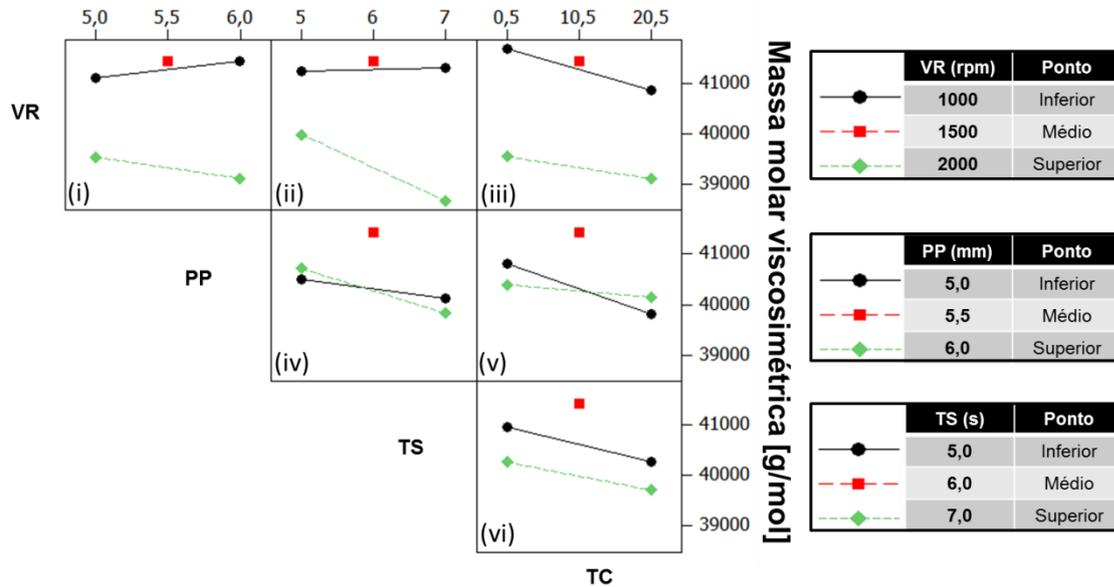


Figura 4-33: Gráficos das influências das interações entre os parâmetros de soldagem FSpW sobre a massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura das soldas.

Na Figura 4-34 é mostrada a relação entre a massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura e a temperatura superficial das soldas, em função das condições de soldagem FSpW. Os quadrados vermelhos representam as condições de soldagem nas quais o parâmetro tempo de consolidação (TC) foi utilizado em seu valor máximo, os losangos azuis representam às condições de soldagem nas quais o TC foi utilizado em seu valor mínimo e o triângulo verde a condição do ponto central. As linhas foram obtidas por regressão linear dos pontos experimentais. Verifica-se, tanto para as amostras com TC no seu valor mínimo quanto para as amostras com TC no seu valor máximo, que a massa molar da PA6 na zona de mistura das soldas diminui quase que linearmente com o aumento da temperatura superficial, resultado da maior degradação termomecânica induzida pela soldagem. Como discutido anteriormente, o aumento da velocidade de rotação (VR) e do tempo de soldagem (TS) causa maior fricção, aumentando a temperatura processual

e causando maior degradação termomecânica na PA6. Esse resultado esta de acordo com a teoria de Balta-Calleja [100] que relaciona microdureza com massa molar de polímeros. De acordo com os autores, existe uma correlação direta entre microdureza e massa molar, assim, quanto maior a degradação termomecânica menor a microdureza do material.

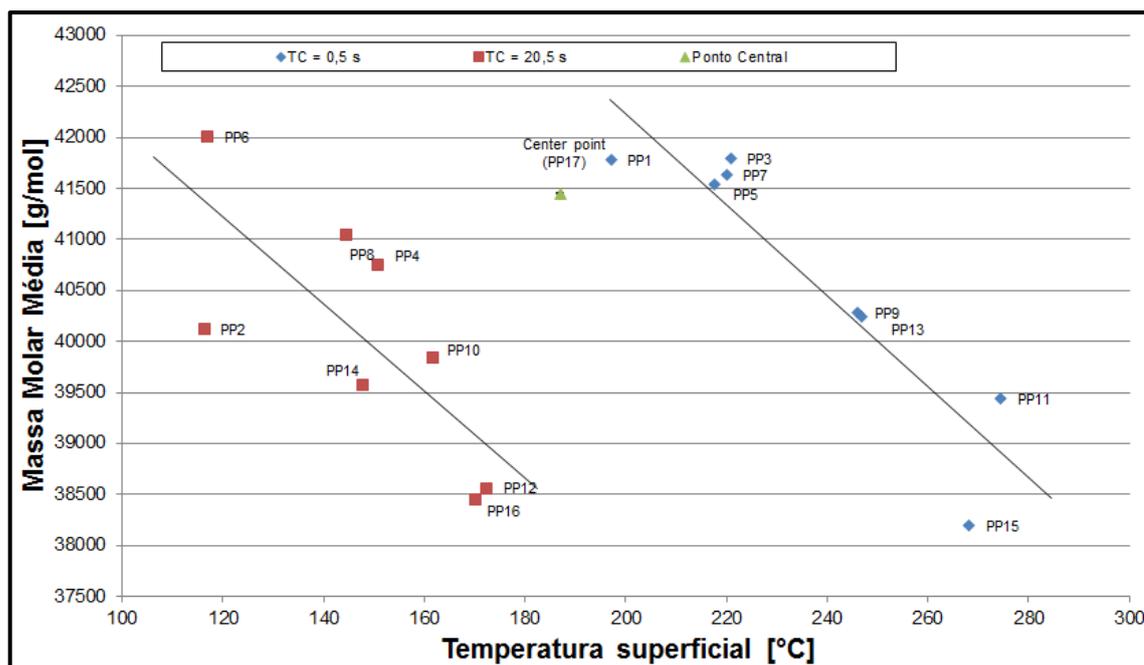


Figura 4-34: Relações entre a massa molar viscosimétrica média da PA6 na zona de mistura e a temperatura superficial das soldas para as diversas condições de soldagem FSpW empregadas.

4.7 Resistência mecânica das juntas no ensaio de cisalhamento sob tração

A resistência mecânica no ensaio de cisalhamento sob tração de junta sobreposta ('single lap shear') foi escolhida como resposta do desempenho mecânico das juntas de PA6 obtidas por FSpW por ser normalmente a resposta selecionado para otimização de processos de soldagem de juntas pontuais [119,120,121]. Os valores médios da força máxima e do limite de resistência das juntas nos ensaios de cisalhamento sob tração em função das condições

de soldagem FSpW são mostrados na Figura 4-35. A resistência mecânica foi obtida dividindo a força máxima pela área formada pelo diâmetro da ferramenta (camisa). As curvas tensão por deformação são apresentadas no Apêndice C. O melhor desempenho mecânico foi obtido para a condição PP12 ($26,96 \pm 0,98$ MPa) e o pior para a condição PP5 ($13,79 \pm 3,3$ MPa).

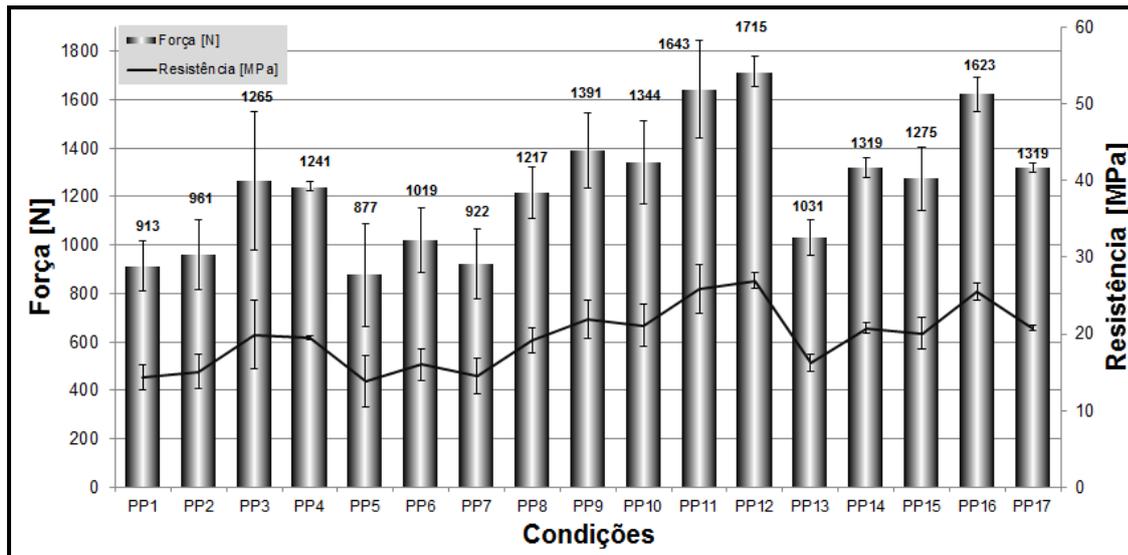


Figura 4-35: Força máxima e resistência ao cisalhamento sob tração das juntas em função das condições de soldagem FSpW.

A Tabela 4-8 apresenta a análise de variância (ANOVA) para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem na resistência ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais e PA6. Foram utilizadas nessa análise 3 réplicas de cada condição de soldagem para a confecção dos dados estatísticos. Verifica-se que todos os parâmetros de soldagem principais foram influentes e entre as interações deles somente aquela entre a profundidade de penetração e o tempo de consolidação (PP*TC) foi estatisticamente relevante, pois apresentaram valores de p-valor menores que 0,05.

Tabela 4-8: Tabela ANOVA para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem na resistência ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais e PA6.

Termos	GL	P	SQ Seq	SQ Ajs	MQ Ajs
Principais:	4	0,000			
VR	1	0,000	726,685	726,685	181,671
PP	1	0,002			
TS	1	0,000			
TC	1	0,001			
Interação de 2° grau:	6	0,038			
VR*PP	1	0,207	75,433	75,433	12,572
VR*TS	1	0,387			
VR*TC	1	0,526			
PP*TS	1	0,157			
PP*TC	1	0,003			
TP*TC	1	0,581			
Interação de 3° grau:	4	0,850			
VR*PP*TS	1	0,357	6,671	6,671	1,668
VR*PP*TC	1	0,528			
VR*TS*TC	1	0,951			
PP*TS*TC	1	0,792			
Interação de 4° grau:	1	0,273			
VR*PP*TS*TC	1	0,273	6,137	6,137	6,137
Curvatura	1	0,356			
Ponto central	1	0,356	4,327	4,327	4,327
Erro	34				
			167,795	167,795	4,935
Total	50	987,047			

O diagrama de Pareto da Figura 4-36 mostra em ordem decrescente de importância as condições de soldagem com maior influência na resistência mecânica das juntas pontuais de PA6. Verificou-se que a velocidade de rotação (VR) foi o parâmetro que mais influenciou na resistência ao cisalhamento sob tração das juntas nos limites de parâmetros estabelecidos, seguido pelo tempo de soldagem (TS), profundidade de penetração (PP), tempo de consolidação (TC) e pela interação entre (PP) e (TC).

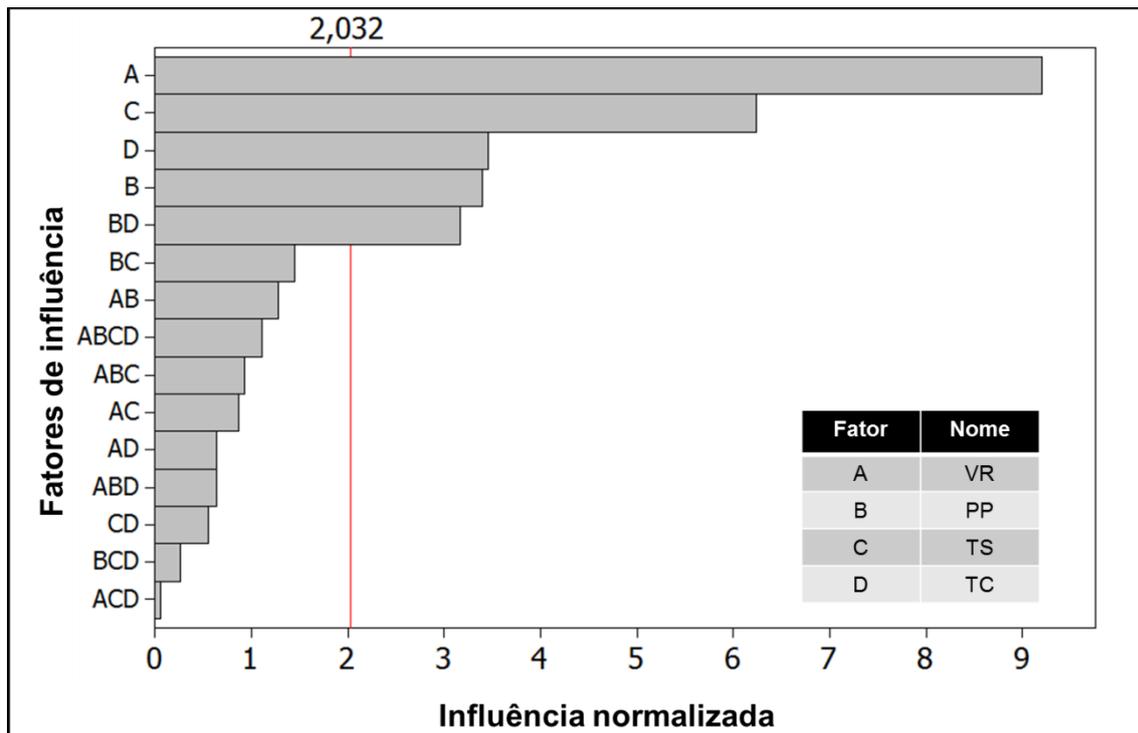


Figura 4-36: Diagrama de Pareto para avaliação da influência dos parâmetros de soldagem FSpW na resistência ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais de PA6.

A Figura 4-37 apresenta o gráfico de efeitos dos principais parâmetros de soldagem sobre a resistência mecânica ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais de PA6. Observa-se que o parâmetro de maior influência sobre esta resposta, nos limites estabelecidos, é a velocidade de rotação (VR). O aumento da velocidade de rotação (VR) provoca aumento de fricção que por sua vez aumenta a energia térmica concedida à amostra. Essa maior quantidade de energia amolece e funde o polímero na interface entre as chapas facilitando o processo de mistura e interdifusão molecular. Quanto maior a energia concedida à solda, maior é a área soldada. Isso leva ao aumento força máxima no ensaio de cisalhamento sob tração. Como a área soldada foi considerada constante (área do topo da camisa), o aumento da carga máxima resulta em um aumento proporcional da resistência mecânica da junta. O parâmetro tempo de soldagem (TS) provoca o mesmo efeito, pois aumenta o tempo em que a ferramenta rotacional mantém a fricção sobre a

amostra. Porém, essa influência foi um pouco menor que a da VR. O resultado do aumento da resistência mecânica com o acréscimo da velocidade e com o acréscimo do tempo de soldagem também foi obtido por Oliveira na soldagem de PMMA por FSSW [14]. A importância do tempo de soldagem sobre a resistência mecânica da junta é um resultado semelhante a vários trabalhos publicados na literatura [58], [66], [118], [122]. O parâmetro profundidade de penetração (PP) apresentou uma contribuição no sentido de diminuir a resistência mecânica das juntas pontuais de PA 6, assim como observado por Oliveira na soldagem de PMMA [14]. Entre os motivos para essa diminuição da resistência mecânica das juntas está o fato de que quanto maior a penetração da ferramenta maior é o entalhe causado pela ferramenta ao final do processo, resultando na diminuição da resistência mecânica das juntas [123]. O parâmetro tempo de consolidação (TC) mostrou influência positiva na resistência mecânica das juntas. A explicação é que esse tempo evita a contração diferencial da junta durante o seu resfriamento e reduz a formação de defeitos internos como vazios na região soldada como apresentado na caracterização microestrutural das soldas [106], [107].

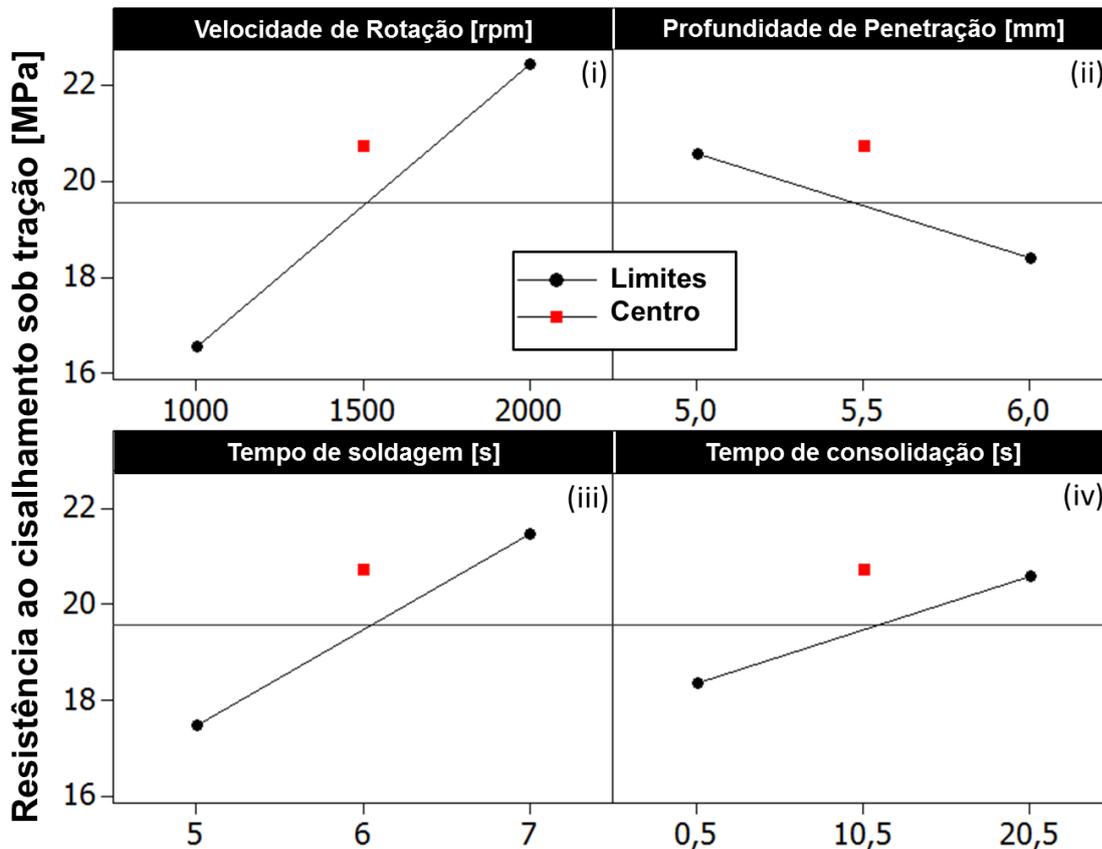


Figura 4-37: Gráficos de efeitos dos parâmetros de soldagem FSpW sobre a resistência ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais de PA6.

A Figura 4-38 mostra os gráficos de interação entre os parâmetros de soldagem FSpW sobre a resistência mecânica ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais de PA6. As curvas dos parâmetros VR, TS, TC, (Figura 4-38i, ii, iii e vii) apresentam linhas quase paralelas o que significa interações pouco significantes. Observa-se também que as linhas tracejadas verdes (valores dos limites superiores) estão acima das linhas contínuas pretas (valores inferiores) o que mostra que o aumento dos valores desses parâmetros aumenta a resistência mecânica das juntas. Nota-se que para as interações entre o parâmetro PP e TS (Figura 4-38 iv) e do PP e TC (Figura 4-38 v) as linhas tracejadas verdes estão abaixo das linhas contínuas pretas o que mostra que o aumento do parâmetro PP reduz a resistência mecânica das juntas. Além disso, na interação PP com TC (Figura 4-38 v), verifica-se que para uma profundidade de penetração de 5 mm a variação do parâmetro TC não foi

influyente, ao contrário de uma penetração de 6 mm, onde a utilização de 20 segundos do parâmetro TC aumentou a resistência mecânica da junta pontual de PA6. A explicação, mais provável, seria pelo fato de que quanto maior a profundidade de penetração maior é o efeito de contração diferencial, que fica mais evidenciada quando PP é maior (6 mm). Assim, como o parâmetro TC auxilia amenizando o efeito de contração diferencial ele é mais efetivo quando a PP é maior.

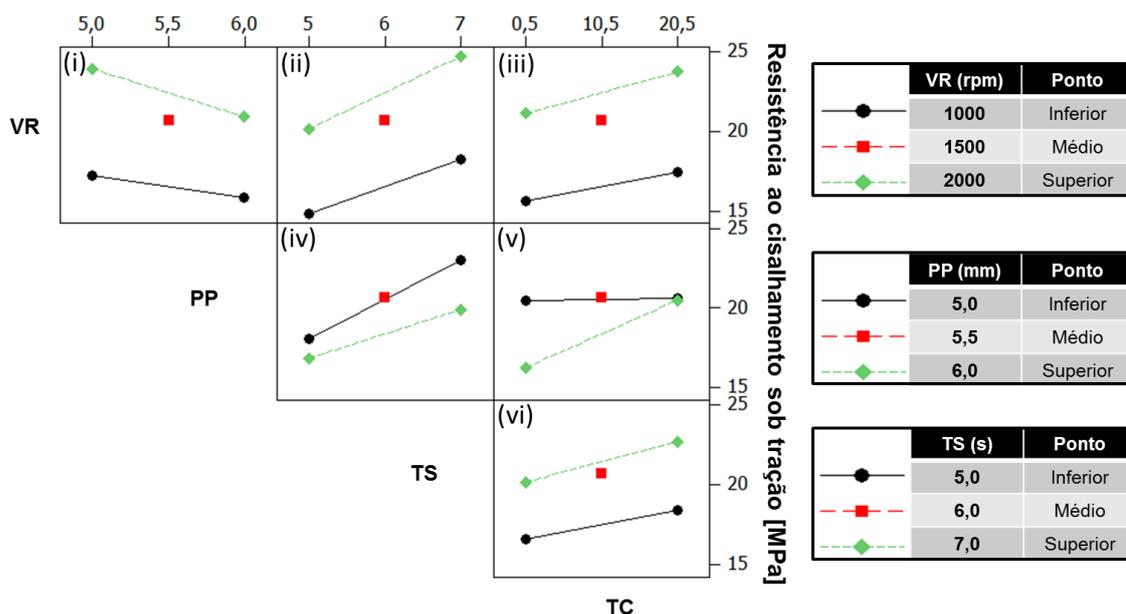


Figura 4-38: Gráficos de interações entre os parâmetros de soldagem FSpW sobre a resistência mecânica ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais de PA6.

Para completar a análise dos dados de resistência mecânica das juntas estes dados foram relacionados com cada uma das demais respostas analisadas anteriormente.

Na Figura 4-39 é mostrado o comportamento da resistência ao cisalhamento sob tração em função da temperatura superficial das juntas de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW. Para facilitar a análise dos dados os resultados foram separados em três grupos. Os quadrados em vermelho são relativos aos dados das soldagens que

empregaram o parâmetro tempo de consolidação no limite superior (TC = 20,5 s), os losangos azuis são os resultados das juntas soldadas com o tempo de consolidação no limite inferior (TC = 0,5 s) e o triângulo verde é a condição com TC intermediário (TC = 10,5 s). Como discutido anteriormente, todas as condições de soldagem que apresentam o parâmetro TC em seu valor máximo (20,5 s) apresentaram temperatura inferior às condições que apresentavam o parâmetro TC no seu valor mínimo (0,5 s). Isso se deve ao fato de que o parâmetro TC concede maior tempo para que a região de solda se resfrie durante a sua consolidação. Verifica-se que a resistência ao cisalhamento sob tração aumenta quase que linearmente com a temperatura superficial das juntas assim como verificado por Oliveira em seu estudo de soldagem de PMMA por FSSW. Isso ocorre uma vez que a área da seção transversal da zona afetada termomecanicamente (área soldada) aumenta com a temperatura atingida na soldagem, em virtude da seleção de parâmetros que resultam num maior aporte térmico Figura 4-18. Os parâmetros de soldagem que mais influenciaram no aumento da temperatura das soldas e então da área soldada foram a velocidade de rotação (VR) seguido do tempo de soldagem (TS). Na Figura 4-39, por exemplo, o aumento da VR de 1000 para 2000 rpm e do TS de 5 para 7 s (condições PP1 e PP15, respectivamente) resultou no aumento da temperatura superficial de 197 para 268°C, aumento da área da zona de mistura das soldas de 13,5 mm² para 33,9 mm² e, conseqüentemente, da resistência ao cisalhamento sob tração de 14,4 ± 1,7 N para 25,5 ± 1,1 N. Nota-se na Figura 4-39 que os desvios padrão das condições com o parâmetro TC no máximo são muito menores que os desvios das condições em que o parâmetro TC é utilizado no mínimo. Isso pode ser explicado pelo fato de que a presença de altos tempos de consolidação além de melhorar as propriedades das soldas tornam as mesmas mais constantes e controladas, assim, as réplicas apresentam valores próximos. O contrário acontece quando baixos tempos de consolidação são utilizados onde a cada réplica diferentes valores são obtidos.

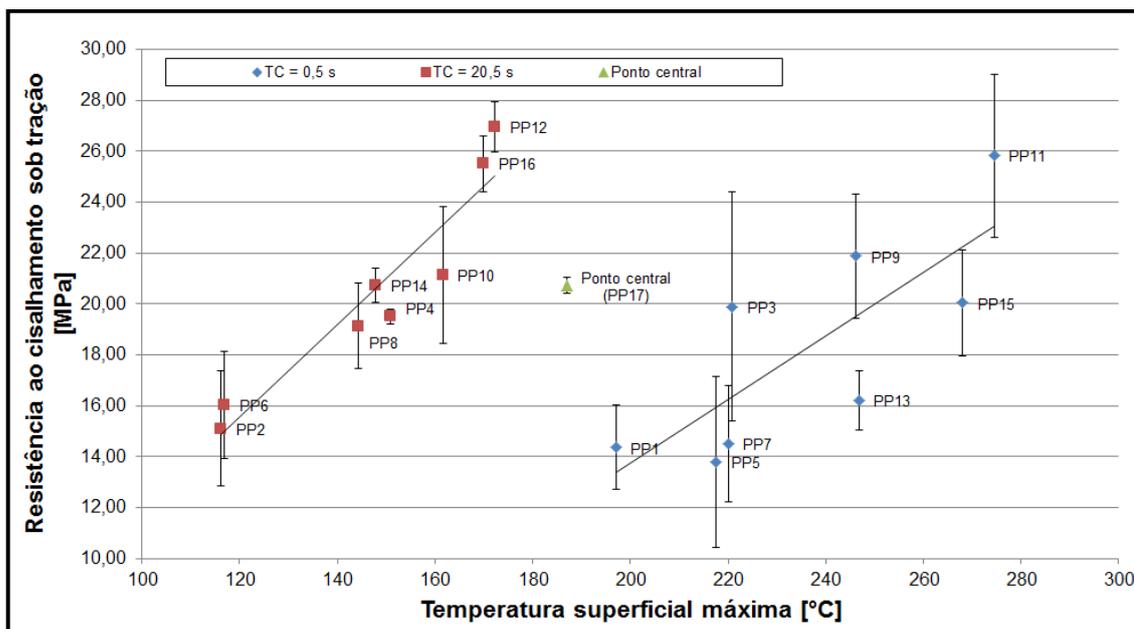


Figura 4-39: Resistência ao cisalhamento sob tração em função da temperatura superficial das juntas pontuais de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW.

O comportamento da resistência ao cisalhamento sob tração em função do acabamento superficial das juntas pontuais de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW é mostrado na Figura 4-40. Assim como na comparação anterior (resistência x temperatura), as condições foram separadas em três grupos. Como explicado anteriormente, quando o parâmetro tempo de consolidação (TC) é utilizado no limite superior (quadrados vermelhos) o acabamento superficial tem um salto de qualidade em relação ao grupo de juntas onde esse parâmetro é utilizado no limite inferior (losangos azuis), pois reduz a presença de vazios e diminui as contrações diferenciais. Analisando-se os grupos de dados individualmente, não foi possível encontrar uma relação entre a resistência ao cisalhamento sob tração e o acabamento superficial para as soldas obtidas com o parâmetro (TC) no limite inferior (losangos azuis). De forma diferente, no grupo de soldas onde o parâmetro TC é utilizado no limite superior (quadrados vermelhos) verifica-se aumento quase que linear da resistência ao cisalhamento sob tração com a nota do acabamento superficial. Por exemplo, o aumento da VR de 1000 para 2000

rpm, do TS de 5 para 7 s e mantendo constante o TC de 20,5 s (condições PP6 e PP12, respectivamente) resultou no aumento da pontuação superficial de 5 para 6 e conseqüentemente, da resistência ao cisalhamento sob tração de $16,0 \pm 2,1$ N para $26,9 \pm 0,9$ N.

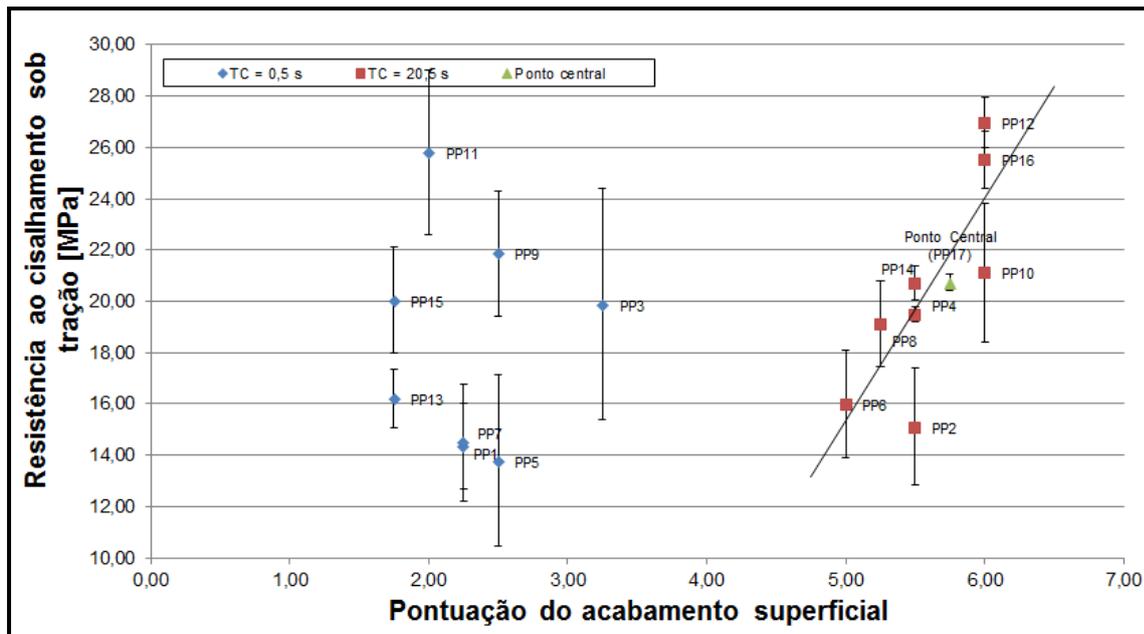


Figura 4-40: Resistência ao cisalhamento sob tração em função da pontuação do acabamento superficial das juntas pontuais de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW.

A Figura 4-41 mostra o comportamento da resistência ao cisalhamento sob tração em função da profundidade de impressão da ferramenta no topo das juntas pontuais de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW. Três grupos de dados foram criados para facilitar a visualização, sendo os quadrados vermelhos relativos às condições de soldagem com velocidade de rotação máxima ($VR = 2000$ rpm), o grupo dos losangos azuis com VR mínima (1000 rpm) e uma condição central com VR intermediária ($VR = 1500$ rpm). Verifica-se que a resistência ao cisalhamento sob tração aumenta quase que linearmente com a profundidade de penetração da ferramenta. A princípio, esse resultado pode parecer contraditório uma vez que a impressão da ferramenta no topo das juntas é esperada atuar como um entalhe criando

concentração de tensão durante o carregamento mecânico e, assim, prejudicando a resistência mecânica das soldas [123]. No entanto, cabe ressaltar que os parâmetros de soldagem que contribuem para o aumento da resistência mecânica via aumento da temperatura e da área soldada, ou seja, velocidade de rotação (VR) e tempo de soldagem (TS), também contribuem para a formação da impressão da ferramenta no topo das juntas. Isso demonstra que apesar do efeito concentrador de tensão produzido pelo entalhe ser um fator negativo, a sua influência na resistência mecânica quasi-estática é pequena frente ao aumento da área soldada produzido pelo aumento dos parâmetros VR e TS. Provavelmente o efeito negativo do entalhe na resistência mecânica teria seu efeito intensificado se a solda fosse analisada sob carregamento cíclico em ensaio mecânico de fadiga.

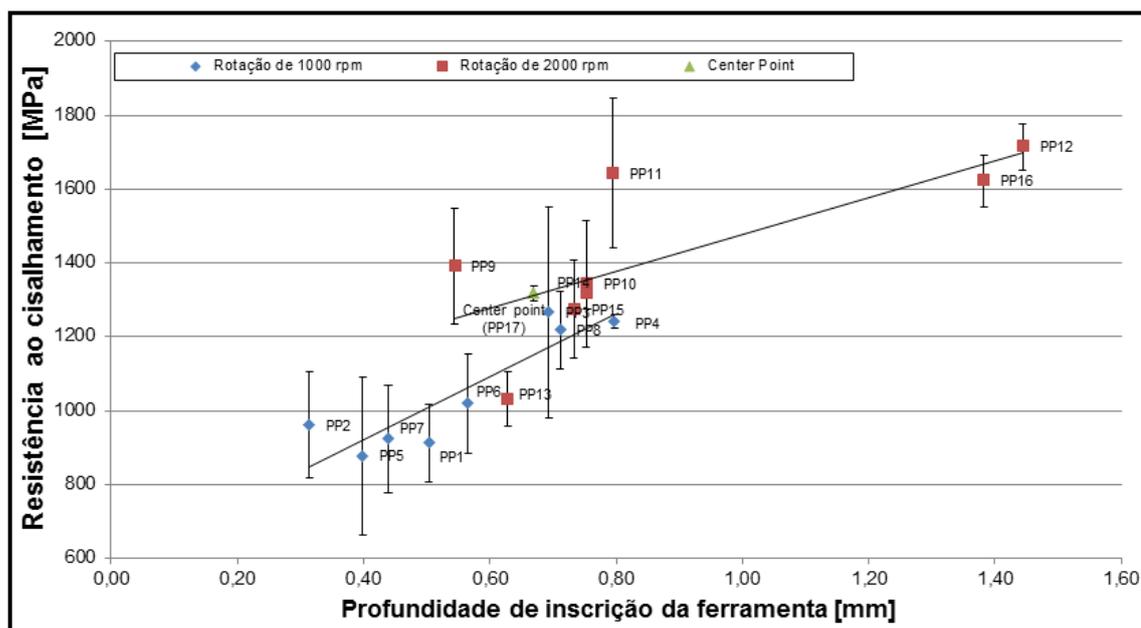


Figura 4-41: Resistência ao cisalhamento sob tração em função da profundidade de impressão da ferramenta nas juntas pontuais de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW.

As relações entre a resistência ao cisalhamento sob tração, a temperatura superficial e a massa molar na zona de mistura das juntas pontuais de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW são mostradas na Figura 4-42. Assim como nas análises anteriores os dados foram

divididos em dois grupos. Os quadrados em vermelho representam as condições de soldagem onde o parâmetro TC foi ajustado no limite máximo e os losangos azuis representam as condições com o parâmetro TC no limite mínimo. Observa-se que a resistência ao cisalhamento sob tração aumenta com a temperatura alcançada na soldagem (produzido pelo aumento dos parâmetros VR e TS, por exemplo, nas condições PP1 e PP15), apesar desse aumento da temperatura resultar na diminuição da massa molar da PA6 na zona de mistura das soldas. Portanto, é possível concluir que o nível de degradação ocorrida na PA6 em função do aumento da temperatura de soldagem não comprometeu a resistência mecânica quasi-estática das juntas. Cabe ressaltar que a redução da massa molar pode afetar negativamente propriedades mecânicas de longo prazo como fluência e fadiga, porém, para confirmar essa suposição, seria necessária a realização de uma análise experimental para avaliar esse efeito, o que está fora do escopo desse projeto.

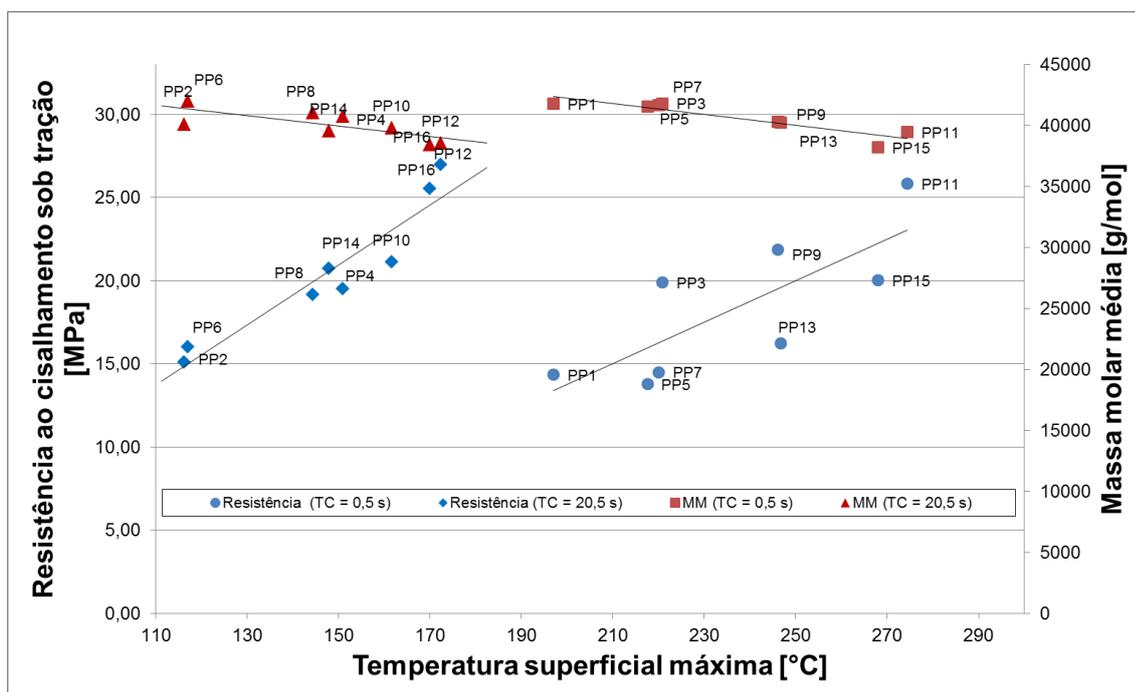


Figura 4-42: Relações entre a resistência ao cisalhamento sob tração, temperatura superficial e massa molar da PA6 na zona de mistura das juntas pontuais de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW.

Em suma, quando os parâmetros de soldagem, velocidade de rotação (VR) e tempo de soldagem (TS), são selecionados nos seus respectivos limites máximos, a soldagem atinge maiores temperaturas resultando no aumento da área soldada e, conseqüentemente, na melhoria da resistência ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais de PA6. O aumento da profundidade de impressão da ferramenta no topo das juntas e o maior nível de degradação da PA6 na zona de mistura das soldas, em função da maximização destes parâmetros de soldagem, não comprometeram a resistência mecânica quasi-estática das juntas pontuais de PA6 obtidas por FSpW.

Outros estudos sobre soldagem por fricção demonstram que a velocidade de rotação é um dos principais parâmetros de soldagem que exerce influência sobre a resistência mecânica de juntas metálicas obtidas por FSSW [124,125,126], de juntas poliméricas obtidas por FSSW [67,114] e de juntas metálicas produzidas por FSpW [127]. Trabalhos publicados sobre juntas poliméricas e metálicas produzidas por FSSW também verificaram a importância do tempo de soldagem sobre a resistência mecânica das juntas. No caso da soldagem de polímeros por FSSW, o tempo de permanência da ferramenta sob penetração máxima, também chamado por tempo de recalque por Oliveira [14], mostrou-se em alguns casos como sendo o parâmetro mais influente [67,122,128] ou o segundo parâmetro de maior influência [14,129]. Cabe ressaltar que em estudo utilizando FSSW para a soldagem de polipropileno que a duração do tempo de permanência partiu de 50 segundos até mais de 150 segundos [128], que é uma duração muito maior do que os 2 segundos de tempo de permanência utilizado neste trabalho.

4.8 Mecanismos de fratura das juntas

Os corpos de prova das juntas pontuais de PA6 submetidos aos ensaios de resistência ao cisalhamento sob tração apresentaram quatro tipos principais de falha em função das condições de soldagem FSpW, conforme mostrado nas fotografias da Figura 4-43: a) Tipo I: Separação total das chapas por fratura da área soldada [14]; b) Tipo II: Fratura da chapa superior; c) Tipo III: Fratura da

chapa inferior, d) Tipo IV: arrancamento do centro da solda “Pullout” [130] [131]. Oliveira [14] observou somente a fratura Tipo II em juntas de PMMA obtidas por FSpW.

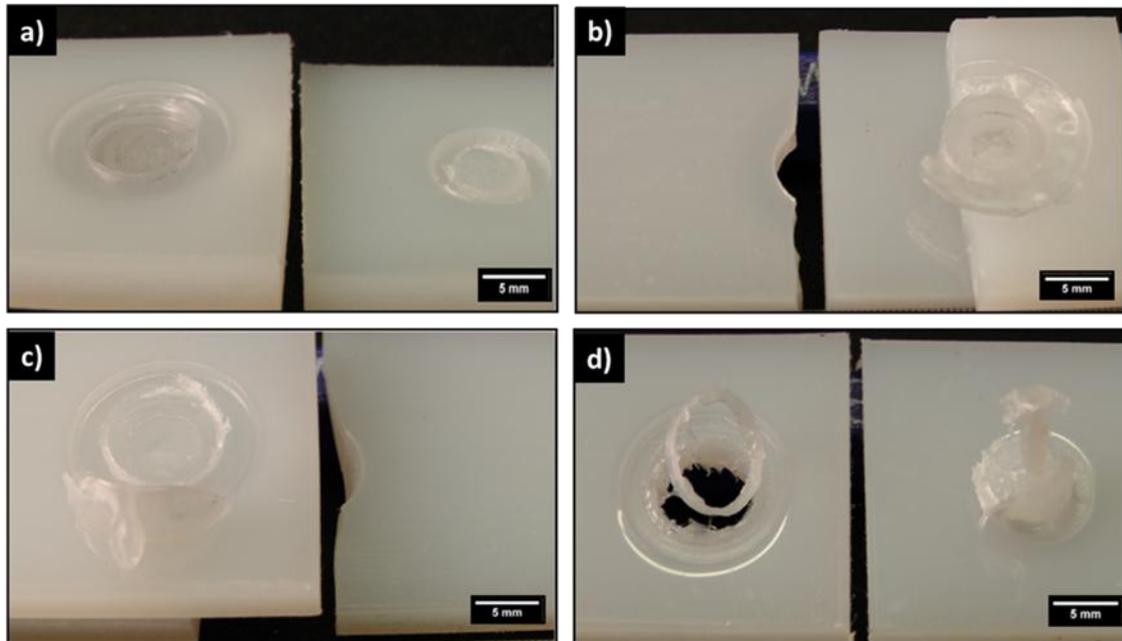


Figura 4-43: Tipos de falha observados nas juntas pontuais de PA6 obtidas em diferentes condições de soldagem FSpW: a) Tipo I: Separação total das chapas; b) Tipo II: Fratura da chapa superior; c) Tipo III: Fratura da chapa inferior, d) Tipo IV: “Pullout”.

As juntas pontuais de PA6 obtidas por FSpW apresentaram, com maior frequência, a fratura Tipo I (51%), por separação completa das chapas (Figura 4-43a). As fraturas do Tipo II (Figura 4-43b) e Tipo III (Figura 4-43c) foram o segundo tipo mais comum de falha das juntas (Tipo II = 19%; Tipo III = 29%). A ocorrência desse tipo de fratura é intensificada pela flexão sofrida pelas amostras durante o ensaio de cisalhamento sob tração de junta sobreposta simples. Quanto maior a flexão maior é a solicitação de forças normais provocando a fratura das amostras. Esse efeito da flexão da junta nos ensaios de cisalhamento sob tração também foi observado por Oliveira [14] em juntas de PMMA soldadas por FSSW. A falha chamada arrancamento “pullout” (Tipo IV) é um caso comum na soldagem de metais [132]. Neste trabalho, somente

1% dos casos apresentou esse tipo de fratura (PP11) e, portanto, foi tido como uma exceção.

Para analisar a influência do efeito de flexão sofrido pelas amostras, os ensaios de cisalhamento sob tração foram filmados e os dados obtidos passaram por um software de imagem onde o ângulo de flexão formado entre as chapas soldadas foi medido conforme procedimento apresentado na Figura 3-11. Mediu-se o ângulo flexão para três condições (Figura 4-44), a primeira com os parâmetros de soldagem com valores nos seus respectivos limites inferiores (amostra PP1 - menor aporte térmico), a segunda com os parâmetros de soldagem com valores intermediários (amostra PP17 – aporte térmico intermediário) e a terceira com os parâmetros de soldagem com valores nos seus respectivos limites superiores (amostra PP16 – maior aporte térmico).

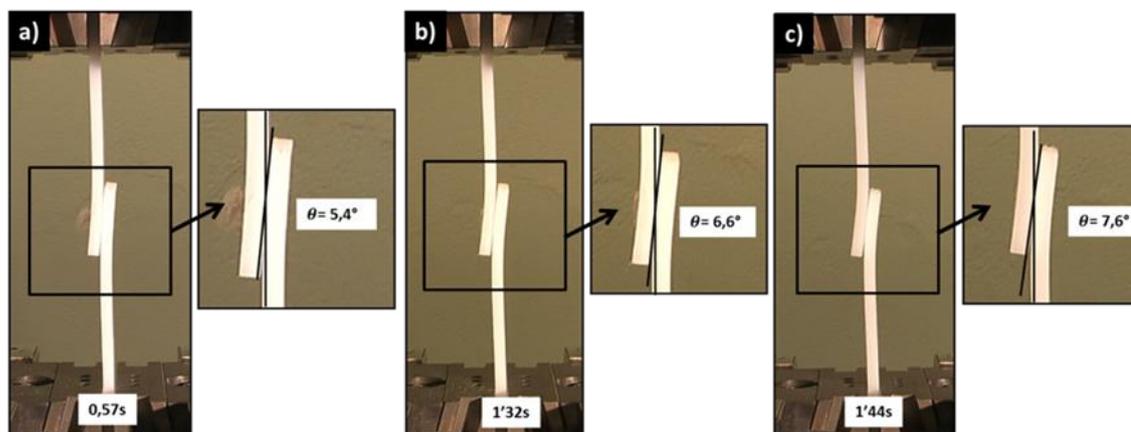


Figura 4-44: Monitoramento de vídeo durante o ensaio mecânico mostrando o ângulo gerado pela flexão e o tempo em que ocorreu a falha. a) Condição PP1: todos os parâmetros de soldagem nos limites inferiores; b) Condição PP17: todos os parâmetros de soldagem com valores intermediários; c) Condição PP16: todos os parâmetros de soldagem nos limites superiores.

Verifica-se na Figura 4-44 que o aumento dos valores de velocidade de rotação (VR), tempo de soldagem (TS), profundidade de penetração (PP) e tempo de consolidação (TC) da condição PP1 à PP17 causaram maior ângulo de flexão na junção entre as chapas de PA6 durante o ensaio de cisalhamento sob tração. Verifica-se também que o aumento destes parâmetros de soldagem

resulta em maior tempo para ocorrer a fratura das juntas. Isso se deve ao fato de que o aumento da velocidade de rotação e do tempo de soldagem aumenta o volume de material soldado, representado pela área soldada como observado na Figura 4-18 – Seção 4.3 e, portanto aumenta a resistência da solda. Quanto mais resistente mais difícil é separar as chapas soldadas e assim maiores tensões cisalhantes são necessárias.

A Figura 4-45 mostra as fraturas ocorridas durante o ensaio de cisalhamento por tração das juntas produzidas para as condições PP1, PP17 e PP16. Verifica-se que a amostra da Figura 4-45-a apresentou falha por “separação total das chapas” (Tipo I) enquanto que nas Figura 4-45-b,c verifica-se a ocorrência de falha do tipo “fratura da chapa superior” (Tipo II). O tipo de falha por “separação total das chapas” foi mais comum entre as de menores resistências enquanto o tipo “fratura da chapa” foi a mais comum entre as de maiores resistências. Fraturas por “separação total das chapas” em juntas menos resistentes também foi observada por outros autores [14], [60], [64], [114]. A ocorrência da quebra por fratura da chapa em soldas de maior resistência se deve primeiro à maior área soldada (que aumenta a resistência à tensão normal) e segundo por apresentar maior flexão. Assim, quanto maior o ângulo de flexão maior o momento fletor na região sobreposta, criando pontos de concentração de tensão nas chapas superiores e inferiores. A rotação da área sobreposta da junta causa um efeito tipo “peeling” (abertura de trinca) na interface livre entre as placas [14]. Esses pontos de concentração de tensão podem propagar as trincas e quebrar as amostras. Oliveira et al. [14] também observou esse fenômeno em soldas de PMMA obtidas por FSSW, sendo que devido esse polímero mais frágil que a PA6 até mesmo um ângulo de flexão menor ocasiona falha frágil e catastrófica por fratura da chapa.

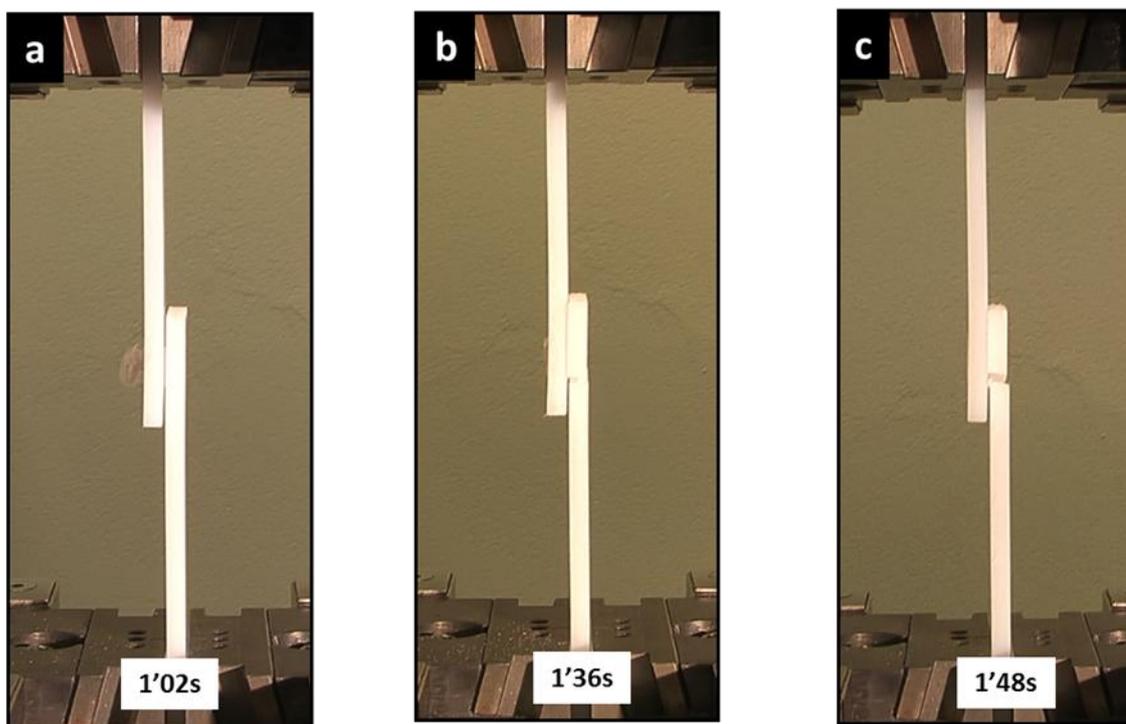


Figura 4-45: Monitoramento de vídeo durante o ensaio mecânico mostrando o ângulo gerado pela flexão e o tipo de fratura ocorrida. a) Condição PP1 – separação total das chapas; b) Condição PP17 – fratura da chapa inferior; c) Condição PP16 – fratura da chapa inferior.

4.9 Consumo de energia durante a soldagem

Na Figura 4-46 são exibidas as médias do valor do consumo de energia. As condições que apresentavam o parâmetro tempo de consolidação foram retiradas devido ao fato de não apresentarem incremento de energia na região observada. O cálculo do consumo de energia foi realizado através da corrente elétrica consumida para as 4 réplicas de cada condição e os valores encontrados variam entre cerca de 900 a 1200 W.s, sendo que o erro chegou a 65 W.s, representando menos de 5% do valor total.

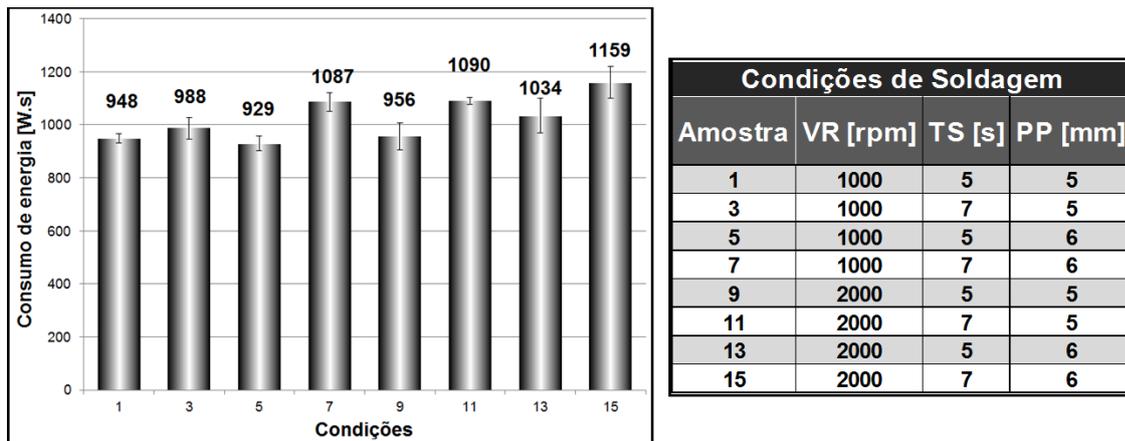


Figura 4-46: Média do consumo de energia registrado em cada condição de soldagem de poliamida 6 por FSpW

Verifica-se uma tendência de aumento da energia consumida com o incremento dos valores dos parâmetros de soldagem. Quando o tempo de soldagem (TS) passa de 5 para 7 segundos, por exemplo, entre as condições 1 e 3, existe um acréscimo no consumo de energia de 16,9% em relação à condição em que esse parâmetro não é utilizado. Quando a velocidade de rotação (VR) é acrescida de 1000 para 2000 rpm, como por exemplo, entre as condições 5 e 13, há um acréscimo na energia consumida no processo de 11,2%.

A Tabela 4-9 mostra a análise de variância (ANOVA) para o consumo de energia para a soldagem de PA6 por FSpW. Observa-se que todos os parâmetros principais e apenas uma interação entre os parâmetros profundidade de penetração (PP) e tempo de soldagem (TS) são estatisticamente relevantes, pois apresentam p-valor abaixo de 0,05.

Tabela 4-9: Tabela ANOVA para avaliação do consumo de energia para a soldagem de PA6 por FSpW.

Termos	GL	P	SQ Seq	SQ Ajs	MQ Ajs
Principais:	3	0,000			
VR	1	0,000	143610	143610	47870
PP	1	0,000			
TS	1	0,000			
Interação de 2° grau:	3	0,044			
VR*PP	1	0,109	14311	14311	4770
VR*TS	1	0,388			
PP*TS	1	0,024			
Interação de 3° grau:	1	0,031			
VR*PP*TS	1	0,031	8005	8005	8005
Curvatura	1	0			
Ponto central	1	0	25961	25961	25961
Erro	27	-			
		-	41693	41693	1544
Total	35		233580		

O diagrama de Pareto, por sua vez, ordena os fatores em grau de importância (Figura 4-47). O parâmetro que teve maior participação no consumo de energia foi o tempo de soldagem (TS), em segundo lugar, a velocidade de rotação (VR) seguida pela profundidade de penetração (PP). Como explicado na Seção 3.11, um dos motores é responsável pela rotação, outro pela movimentação vertical do pino e o último pela movimentação vertical da camisa. O aumento no tempo de processo causou maior gasto de energia comparado com o aumento da velocidade de rotação devido ao fato de que quando a velocidade de rotação sofre um incremento somente um motor, dos três disponíveis, é afetado. Por sua vez, quando o tempo de soldagem (TS) é alterado, todos os três motores precisam funcionar por mais tempo.

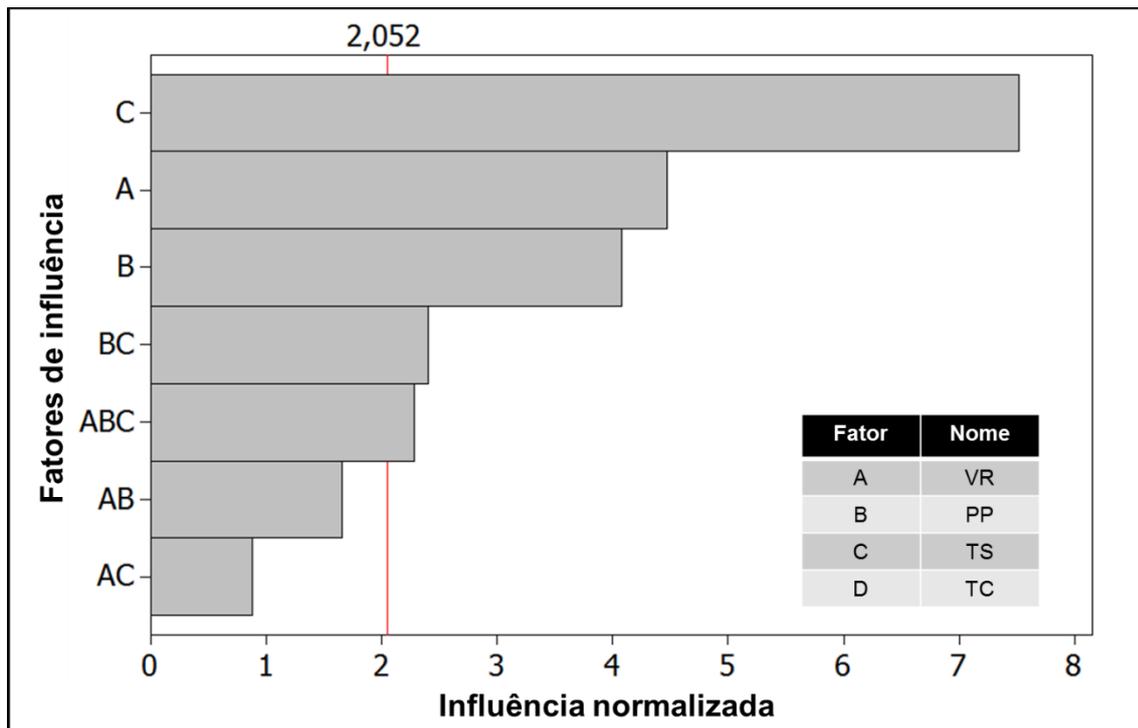


Figura 4-47: Diagrama de Pareto para o consumo de energia de soldas de PA6 produzidas por FSpW.

A Figura 4-48 apresenta o gráfico de efeitos dos principais parâmetros na análise de consumo de energia. Observa-se que o consumo de energia aumenta com o incremento de todos os parâmetros analisados, portanto, quanto maior a velocidade de rotação (VR), tempo soldagem (TS) e profundidade de penetração (PP), maior será o gasto de energia.

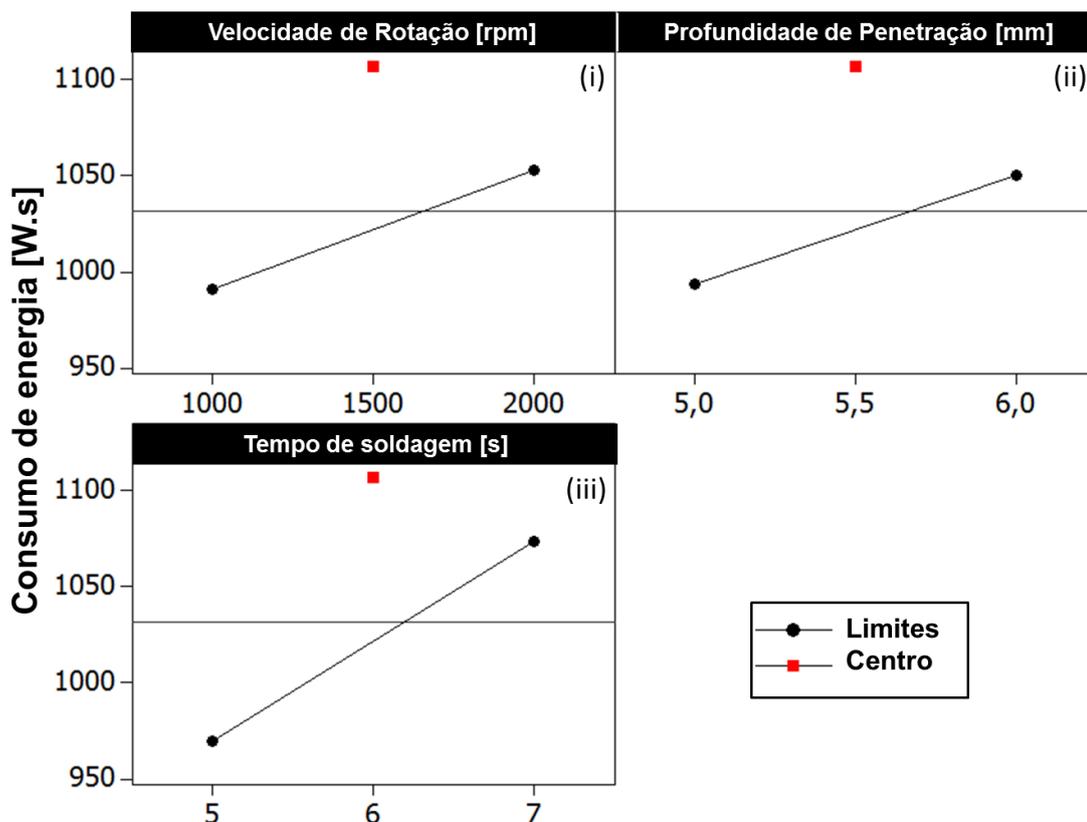


Figura 4-48: Gráfico de efeitos utilizando como resposta o consumo de energia

Para avaliar se o consumo de energia foi influenciado por alguma interação entre os parâmetros, plotou-se gráficos de interação como mostrados na Figura 4-49. O paralelismo das linhas do gráfico entre os valores obtidos indica que poucas interações foram percebidas. Em todas as três interações observa-se que a linha tracejada verde possui uma maior inclinação da reta que a linha contínua preta. Isso se deve provavelmente à sinergia entre os parâmetros fazendo com que o consumo de energia aumente quando os dois parâmetros são utilizados nos limites superiores.

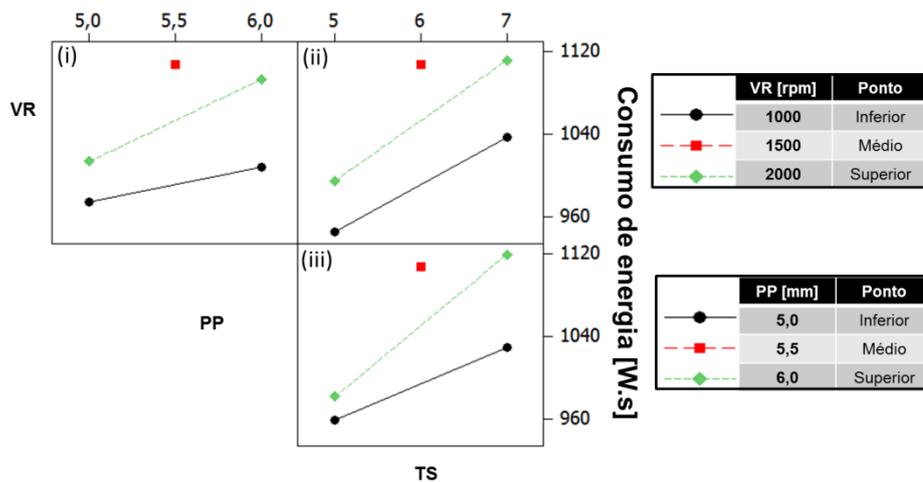


Figura 4-49: Gráficos de interação entre dois dos parâmetros de soldagem para o consumo de energia.

Comparando o gráfico de efeitos principais do consumo de energia (Figura 4-48) com o gráfico de efeitos principais da resistência mecânica (Figura 4-37) tem-se que os parâmetros mais influentes são diferentes. No caso da resistência mecânica os fatores mais influentes foram a velocidade de rotação (VR) seguido pelo tempo de soldagem (TS), enquanto que no caso do consumo de energia essa ordem foi invertida. Portanto, essa análise de consumo mostrou-se importante no âmbito tecnológico, pois se fosse necessário escolher o parâmetro com melhor custo benefício para se alterar a resistência da solda escolheria-se a velocidade de rotação ao invés do tempo de soldagem. Essa escolha se deve ao fato de que dentro do limite de parâmetros estabelecidos a velocidade de rotação (VR) aumenta mais a resistência mecânica que o tempo de soldagem (TS), com menores gastos de energia. Em segundo lugar se percebe que quando o parâmetro de profundidade de penetração (PP) é elevado de 5 mm para 6 mm a resistência mecânica diminui e o consumo de energia se eleva. Portanto, no limite de parâmetros estabelecidos é mais eficaz utilizar o parâmetro PP em 5 mm, tanto para aumentar a resistência mecânica quanto para diminuir o consumo de energia.

4.10 Análise de desgaste da ferramenta

O desgaste da ferramenta foi avaliado através do mapeamento superficial utilizando o contorno da ferramenta e é mostrado na Figura 4-50. A medida foi realizada antes da realização da soldagem (Figura 4-50a) e após 200 soldas (Figura 4-50b).

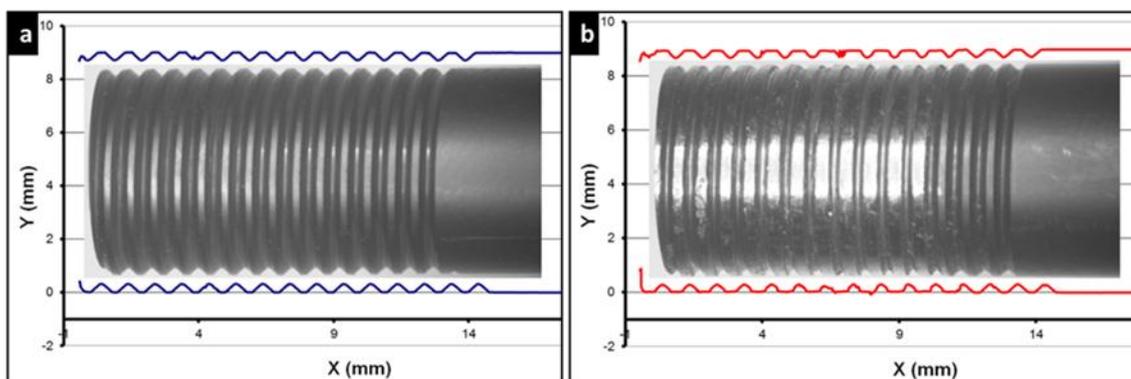


Figura 4-50: Desgaste da ferramenta na soldagem de poliamida por FSpW utilizando o mapeamento do contorno da superfície; a) antes de ser utilizada; b) após 200 soldas.

A Figura 4-50-b demonstra que após cerca de 200 soldas houve desgaste da superfície da ferramenta, onde as roscas tiveram seus picos abaulados. Oliveira utilizou em sua pesquisa de soldagem de PMMA dois tipos de materiais para ferramentas, aço e titânio [14]. A primeira ferramenta foi descartada, pois apresentava alto coeficiente de condutividade térmica ($15 \text{ W.m}^{-1}.\text{k}^{-1}$) que mostrou facilitar a dissipação do calor gerado por fricção, ao invés de mantê-lo na região de soldagem. A segunda ferramenta utilizada foi confeccionada em titânio que possui coeficiente de condutividade térmica menor que do aço ($6,6 \text{ W.m}^{-1}.\text{k}^{-1}$). Oliveira verificou com seus testes que a ferramenta de titânio reduziu a perda de energia por condução na área de fricção, porém, se desgastava muito rápido (por volta de 50 soldas) onde não era possível verificar a presença de rosca na superfície da ferramenta. Portanto, o titânio nitretado utilizado na ferramenta desse trabalho mostra um

avanço no número de soldas. Além disso, apesar de a ferramenta ter apresentado desgaste, não houve comprometimento total da superfície da rosca. Esse fato é comprovado primeiramente pelo fato de que as últimas réplicas de cada condição não apresentarem diferença na resistência mecânica em relação às primeiras amostras, sendo que na metade dos casos a última réplica teve maiores resistências mecânicas que as primeiras réplicas. Segundo motivo é pelo fato de que as quatro condições de validação, (cada condição apresentando 3 réplicas realizadas após o término das soldas) ficaram dentro do limite estabelecido pelo modelo estatístico de resistência mecânica.

Percebe-se na Figura 4-50 que houve desgaste da ferramenta até cerca de 10 mm do comprimento e que, quanto mais próximo a esse valor, maior o desgaste. Porém, a penetração máxima nas chapas é de 6 mm. Portanto, se a penetração das amostras fosse o principal motivo de desgaste a ponta da ferramenta seria a região mais afetada, pois está sob alta fricção durante toda a etapa de soldagem. Isso mostra que a maior contribuição para o desgaste da ferramenta não foi devido à penetração das amostras, mas sim pela presença de material residual entre as ferramentas.

A perda de material da região de soldagem ocorre por dois fatores principais. O primeiro é devido à penetração indevida do anel de fixação na amostra devido à alta geração de calor que amolece o polímero e faz com que a pressão exercida pelo equipamento seja suficiente para que a ferramenta deixe um entalhe ao final do processo. O segundo é devido à dilatação polimérica não contabilizada pelo equipamento uma vez que a técnica foi planejada inicialmente para metais e apresenta a característica de soldagem no estado sólido, ou seja, não se ultrapassa o ponto de fusão dos metais na soldagem por FSpW. Como o pino não concede espaço suficiente para o material expandido, o mesmo precisa ser deslocado para outro lugar. Esse material pode ser alocado entre as ferramentas (Figura 4-51-a) (entre o pino e a camisa ou entre o pino e o anel de fixação), no sistema de refrigeração (Figura 4-51-b) ou ser expulso e se alocando na superfície da amostra (Figura

4-51-c). O material alocado entre as ferramentas aumenta a cada soldagem e com o tempo começa a se degradar e desgastar a ferramenta.

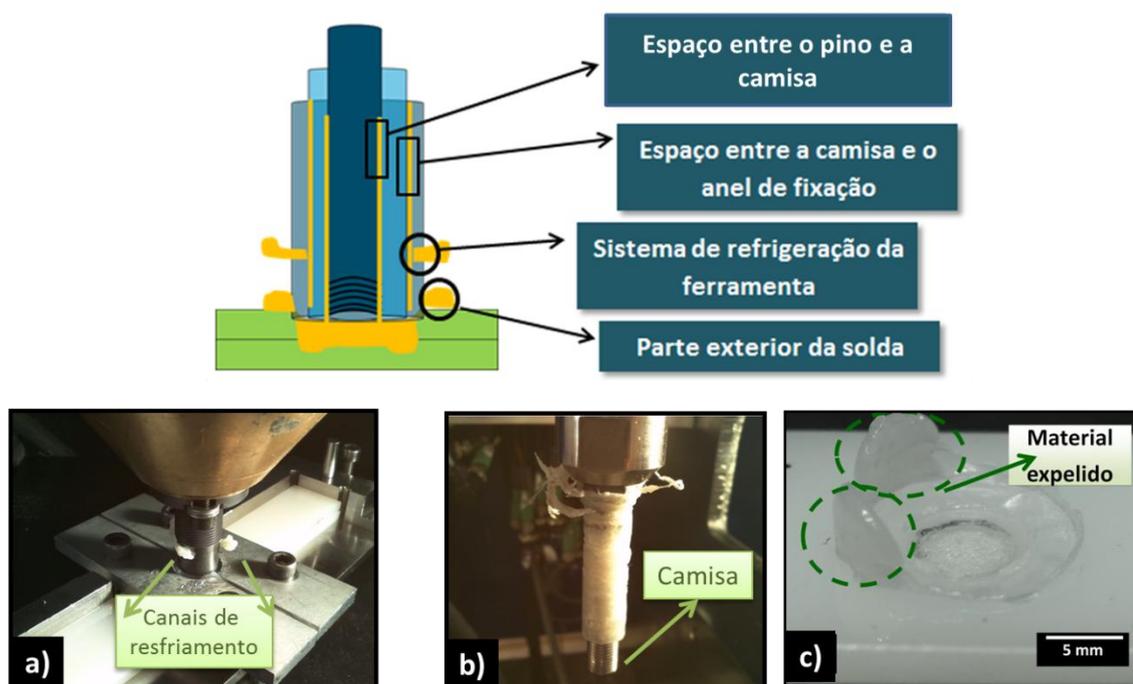


Figura 4-51: Imagens ilustrando o destino do material descartado durante o processo de soldagem de poliamida por FSpW. a) Deposição nos canais de refrigeração; b) Deposição entre as ferramentas; c) Material expelido para a superfície da amostra depreciando o acabamento superficial.

4.11 Escolha da condição de soldagem pontual ótima de chapas de PA6 baseado na análise conjunta dos parâmetros e respostas da FSpW

A resistência mecânica de uma junta foi utilizada como resposta para a otimização do processo de soldagem. A análise de Tukey foi utilizada para comparação das médias de resistência ao cisalhamento sob tração das juntas (Tabela 4-10) [14], [88], [89], [90]. Através dessa análise, pode-se separar as condições em grupos de letras, sendo que as condições que estiverem em um mesmo grupo são consideradas estatisticamente iguais. De acordo com essa análise, as juntas obtidas nas condições de soldagem PP12, PP11, PP16, PP9, PP10, PP14 e PP17 com maiores valores de resistência mecânica são do

mesmo grupo (letra A), ou seja, possuem o mesmo valor estatístico de resistência mecânica, devido aos valores de desvio padrão associados às suas médias e ao nível de significância de 5%. A partir desta análise, é possível descartar as demais condições de soldagem para efeito de otimização do processo de soldagem da PA6 por FSpW dentro do intervalo de parâmetros de soldagem estudados.

Tabela 4-10: Análise de Tukey para comparação das médias de resistência ao cisalhamento sob tração das juntas.

Condições	Resistência (MPa)	Desvio Padrão	Teste de Tukey					
			A	B	C	D	E	F
PP12	26,96	0,98	A					
PP11	25,83	3,20	A	B				
PP16	25,52	1,10	A	B				
PP9	21,87	2,45	A	B	C			
PP10	21,12	2,69	A	B	C	D		
PP14	20,73	0,66	A	B	C	D	E	
PP17	20,73	0,32	A	B	C	D	E	
PP15	20,04	2,07		B	C	D	E	F
PP3	19,89	4,49		B	C	D	E	F
PP4	19,51	0,29		B	C	D	E	F
PP8	19,14	1,66		B	C	D	E	F
PP13	16,21	1,15			C	D	E	F
PP6	16,02	2,10			C	D	E	F
PP2	15,11	2,27				D	E	F
PP7	14,50	2,28				D	E	F
PP1	14,35	1,65					E	F
PP5	13,79	3,34						F

Para verificar quais das condições presentes no grupo A se destacam das demais condições do grupo foram analisadas também o acabamento superficial e a microestrutura da região soldada. Verificou-se que as condições de soldagem que utilizaram o parâmetro tempo de consolidação (TC) em seu valor máximo apresentaram os melhores acabamentos superficiais (Seção 4.2). As análises de microestrutura da região soldada evidenciaram que quando o parâmetro TC mínimo foi utilizado maiores foram as chances de ocorrer

contração diferencial e vazios dentro da região soldada (Seção 4.3). A partir dessas análises o grupo foi reduzido para as condições onde o parâmetro TC foi utilizado em seu valor máximo (PP10, PP12, PP14, PP16, PP17).

Sabe-se que a penetração indevida da ferramenta ao final da solda atua como um concentrador de tensão, e como tal, poderá ter efeito negativo sobre a resistência mecânica sob carregamento cíclico. Desse modo, a condição PP16, que apresentou a maior profundidade de penetração da ferramenta (Tabela 4-11), seria potencialmente a condição de maior probabilidade de apresentar esse problema, portanto, também foi descartada. Além disso, essa condição apresenta todos os parâmetros nos seus limites de valores máximos, assim também haveria um maior gasto de tempo, energia e maior degradação térmica.

Tabela 4-11- Profundidade de impressão da ferramenta para as condições de soldagem por FSpW para as amostras do grupo A da Tabela 4-10

Condições	Profundidade da impressão [mm]	Desvio padrão	Consumo de energia [W.s]	Desvio padrão	Massa molar [g/mol]
PP10	0,802	0,069	956	51	39.843
PP12	0,986	0,085	1090	12	38.565
PP14	0,692	0,088	1034	66	39.569
PP16	1,394	0,016	1159	60	38.455
PP17	0,671	0,002	986	24	41.450

Tanto no monitoramento da temperatura superficial quanto na resistência mecânica a influência do parâmetro tempo de soldagem (TS) foi confirmada como importante na geração de calor no processo. Esses dois segundos a mais de fricção, quando a ferramenta está em sua máxima penetração, são fundamentais para aumentar a área soldada entre as chapas poliméricas. Assim, as condições PP10 e PP14 que não apresentam esse parâmetro foram descartadas.

Por fim, restaram as condições PP12 e PP17, sendo que ambas apresentam pontos positivos e negativos. A junta soldada na condição PP12 apresentou maior resistência mecânica (26,9 N) em relação à junta soldada na

condição PP17 (20,7 N). Porém, em aplicações reais de engenharia sabe-se que o tempo de ciclo de soldagem é um parâmetro importante, e que um tempo menor de ciclo é economicamente mais viável. Portanto, a condição PP17 além de apresentar ciclo de união 11 segundos a menos que o ciclo da PP12 (41% a menos de tempo devido à redução em 10 s do tempo de consolidação e 1s do tempo de permanência sob penetração máxima) também resultou em menor consumo de energia (PP17 = 986 W.s e PP12 = 1090 W.s), pois sua ferramenta possui menor velocidade de rotação e funciona por um período menor. Portanto, dentro da faixa de parâmetros estudados, ambas as condições são otimizadas nos termos discutidos acima. Entretanto, a decisão da escolha final dependerá da relevância que se oferece para a resistência mecânica e para o tempo de processo. O ideal do ponto de vista industrial, como será visto na modelagem estatística, seria achar uma condição com parâmetros intermediários às duas condições, utilizando a velocidade de rotação da condição PP12 e o tempo de consolidação reduzido da condição PP11, para se obter junta resistente e reduzido custo de produção. Porém, para confirmar essa suposição, seria necessária uma nova análise experimental para avaliar a relação das mudanças desses dois parâmetros nas propriedades da solda, o que está fora do escopo desse trabalho.

4.12 Modelagem estatística da soldagem pontual de chapas de PA6 por FSpW

O uso de planejamento estatístico de experimentos combinado com a análise estatística possibilita a obtenção de modelos que predizem as propriedades da junta em função da combinação de diferentes parâmetros de soldagem [66,67,133,134,135]. Tais modelos estatísticos simples, válidos para os limites dos parâmetros de soldagem estudados, podem ser utilizados como ferramenta de predição, caso esses sejam validados experimentalmente. Deste modo, pode-se reduzir o número de experimentos e o consumo de material necessário para se avaliar uma determinada propriedade da junta.

Os modelos estatísticos, para cada resposta analisada, foram propostos a partir de uma regressão múltipla linear, determinando, desse modo, os coeficientes da equação. Baseando-se na análise de variância (ANOVA), foram eliminados aqueles fatores considerados estatisticamente insignificantes, ao utilizar um coeficiente de confiança de 95%, e, com uma nova regressão, obteve-se um modelo reduzido. Os valores dos coeficientes de aproximação das regressões (R^2) e os coeficientes de aproximação para os valores preditos ($R^2(\text{pred})$), são duas importantes ferramentas para avaliação do grau de adequação dos valores experimentais dentro do modelo proposto. Quanto mais os valores utilizados para obtenção da equação se aproximarem dos valores propostos pelo modelo, maior será o R^2 , que pode chegar a um máximo de 100% quando os pontos experimentais descreverem uma reta perfeita. O $R^2(\text{pred})$ indica qual a chance de um valor experimental, diferente daqueles utilizados para construção do modelo, ser predito pela equação proposta [67].

Os modelos propostos devem passar por uma etapa de validação para verificar a compatibilidade do modelo com a realidade. A validação consiste na confecção de novas juntas com condições de soldagem entre os limites inferiores e superiores, porém diferentes das condições já utilizadas no planejamento de experimentos, como mostrado na Tabela 4-12. Considerou-se $\pm 10\%$ de erro para os modelos, cujo valor é aceito pela comunidade de soldagem, como resultado de desvios nas propriedades inerentes ao material de base, bem como variações de funcionamento do equipamento de soldagem.

Tabela 4-12: Condições de soldagem selecionadas para a validação dos modelos estatísticos propostos.

Condições	Velocidade Rotação (VR)	Profundidade de Penetração (PP)	Tempo de Soldagem (TS)	Tempo de Consolidação (TC)
	[rpm]	[mm]	[s]	[s]
PPV1	1200	6	1	5
PPV2	1400	5,5	1,5	7
PPV3	1600	5,5	1,5	13
PPV4	1800	5	1	15

As mesmas respostas utilizadas para o planejamento fatorial 2^4 foram utilizadas nessa análise em conjunto com as condições de validação. Esses resultados são mostrados na Tabela 4-13.

Tabela 4-13: Valores das respostas obtidas para as condições de validação.

Valores das respostas utilizadas na modelagem estatística														
Condição	Temperatura máxima [°C]		Acabamento superficial		Profundidade do entalhe da ferramenta [mm]		Resistência mecânica [N]		Massa molar [g/mol]		Tipo de fratura		Consumo de energia [W.s]	
	Valor	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio
PPV1	204,8	-	5,00	0,0	0,561	0,043	1125,9	60,9	42508	-	7,5	4,5	1072,8	25,4
PPV2	222,4	-	5,00	0,0	0,653	0,001	1157,2	117,7	41486	-	7,5	4,5	1098,2	10,7
PPV3	192,9	-	5,33	0,6	0,853	0,018	1374,4	180,4	39277	-	10,0	0,0	1038,4	9,2
PPV4	200,4	-	5,67	0,6	0,990	0,028	1410,3	152,6	39058	-	10,0	0,0	1068,6	13,2

4.12.1 Temperatura superficial máxima

A regressão linear múltipla se destaca pela possibilidade de relacionar a resposta desejada com os parâmetros de soldagem através de uma equação. Cada um dos 16 fatores presentes na análise estatística (quatro interações de 1ª ordem, seis de 2ª, quatro de 3ª e uma de 4ª ordem) representa um coeficiente na equação. O primeiro modelo de regressão múltipla linear, chamado de modelo completo, contém todos os fatores. Porém, como comentado anteriormente devido ao fato de ter sido utilizado somente uma réplica nesta análise, o fator de menor influência na temperatura superficial máxima das juntas, neste caso, a interação (VR*PP*TS*TC) foi retirada seguindo o método de Lenth [98].

Para a temperatura superficial máxima das juntas (TSM), o modelo completo (Equação 4.1) obteve R^2 de 100% e $R^2(\text{adj})$ de 99,9%.

$$\begin{aligned}
 \text{TSM} = & -604 + 0,35 * \text{VR} + 141 * \text{PP} - 108 * \text{TS} + 9 * \text{TC} - 0,06 * \\
 & \text{VR} * \text{PP} - 0,039 * \text{VR} * \text{TS} + 0,001 * \text{VR} * \text{TC} - 20 * \text{PP} * \text{TS} - \\
 & 3,5 * \text{PP} * \text{TC} - 1,1 * \text{TS} * \text{TC} + 0,008 * \text{VR} * \text{PP} * \text{TS} + 0,0004 \\
 & * \text{VR} * \text{PP} * \text{TC} - 0,0007 * \text{VR} * \text{TS} * \text{TC} + 0,4 * \text{PP} * \text{TS} * \text{TC} -
 \end{aligned}
 \tag{4.1}$$

5 *(Ct Pt)

No segundo modelo, chamado de modelo reduzido, todas as interações não significantes foram retiradas. Através da ANOVA da Tabela 4-1 identifica-se que as interações estatisticamente relevantes foram: o tempo de consolidação, a velocidade de rotação e o tempo de soldagem. Assim, o modelo reduzido proposto para a temperatura superficial máxima é apresentado na Equação 4.2.

$$TSM = 117 + 0,04*VR + 11*TS - 4,4*TC \quad (4.2)$$

Essa equação apresentou um R^2 igual a 98,1% e $R^2(\text{pred})$ igual a 97,6%, ou seja, observa-se um decréscimo por volta de 2%, mostrando que a equação atual com somente três parâmetros explica mais de 98% dos resultados, enquanto que os 13 fatores retirados da equação não representam juntos 2% de explicação. Por esse motivo, os resultados do modelo reduzido apesar da diminuição no valor do R^2 é mais aceitável, pois somente exhibe os fatores que realmente influenciam na resposta temperatura superficial máxima analisada.

Na Figura 4-52 é mostrado o gráfico dos pontos experimentais de temperatura superficial máxima das juntas em função dos pontos preditos pela equação reduzida, tanto para as condições utilizadas para obtenção do modelo, quanto para as condições usadas para validação.

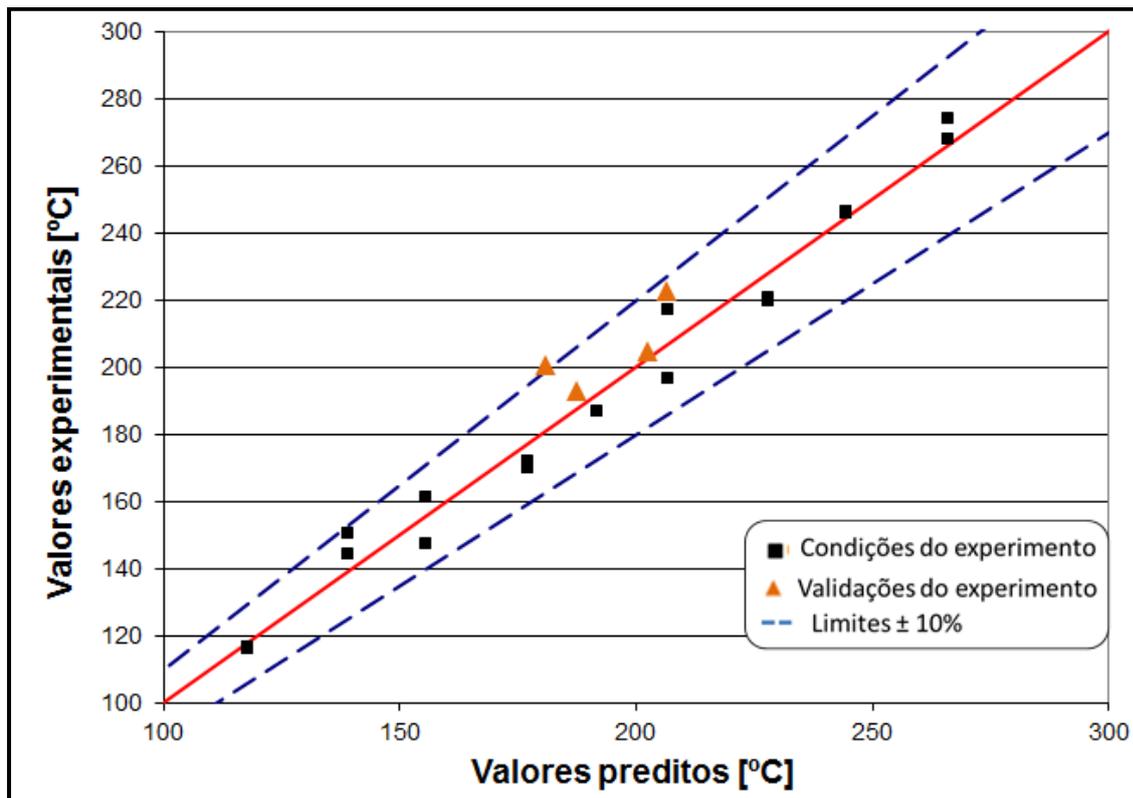


Figura 4-52: Validação do modelo reduzido para a temperatura superficial máxima das juntas pontuais de PA6 obtidas por FSpW.

Foi possível observar que todos os pontos utilizados para a validação da equação encontraram-se dentro do limite de 10% de erro estabelecido para esse estudo. Conclui-se, portanto, que dentro das condições escolhidas, o modelo apresentou uma boa capacidade de predição da temperatura superficial máxima das juntas de PA6 durante a soldagem FSpW.

4.12.2 Acabamento superficial

Para o acabamento superficial (AS) do topo das juntas, o modelo completo (Equação 4.3) obtido com as contribuições de todos os parâmetros e suas interações apresentou R^2 de 86,8%, e um $R^2(\text{pred})$ de 82,6%. O último fator da equação denotado por (Ct Pt) representa o ponto central, portanto, se forem utilizados exatamente os mesmos parâmetros da condição definida como

ponto central esse último fator é substituído por 1, se forem diferentes dos parâmetros dessa condição esse fator é zero.

$$\begin{aligned}
 AS = & -50 + 0,03*VR + 9*PP + 9*TS + 2,8*TC - 0,005*VR*PP - \\
 & 0,005*VR*TS - 0,001*VR*TC - 1,5*PP*TS - 0,5*PP*TC - \\
 & 0,4*TS*TC + 0,001*VR*PP*TS + 0,0002*VR*PP*TC + \\
 & 0,0002*VR*TS*TC + 0,08*PP*TS*TC - 0,00004*VR*PP*TS*TC \\
 & + 1,8 \text{ (Ct Pt)}
 \end{aligned} \quad (4.3)$$

Para o acabamento superficial, de acordo com a ANOVA (Tabela 4-3), os únicos fatores estatisticamente relevantes foram o parâmetro tempo de consolidação (TC) e a interação entre o tempo de consolidação (TC) e a velocidade de rotação (VR). Portanto, no modelo reduzido os demais parâmetros foram retirados dando origem à Equação 4.4.

$$\begin{aligned}
 AS = & 5,1 - 0,0006*VR - 0,38*PP + 0,08*TC + 0,00006*VR*TC \\
 & + 1,8 \text{ (Ct Pt)}
 \end{aligned} \quad (4.4)$$

Essa equação apresentou R^2 igual a 78,9% e $R^2(\text{pred})$ igual a 77,9%, representando um decréscimo por volta de 6%, porém, somente os parâmetros realmente influentes permaneceram na equação.

Na Figura 4-53, é exibido o gráfico dos pontos experimentais em função dos pontos preditos pela equação reduzida, tanto para as condições para obtenção do modelo, quanto para as condições usadas para validação.

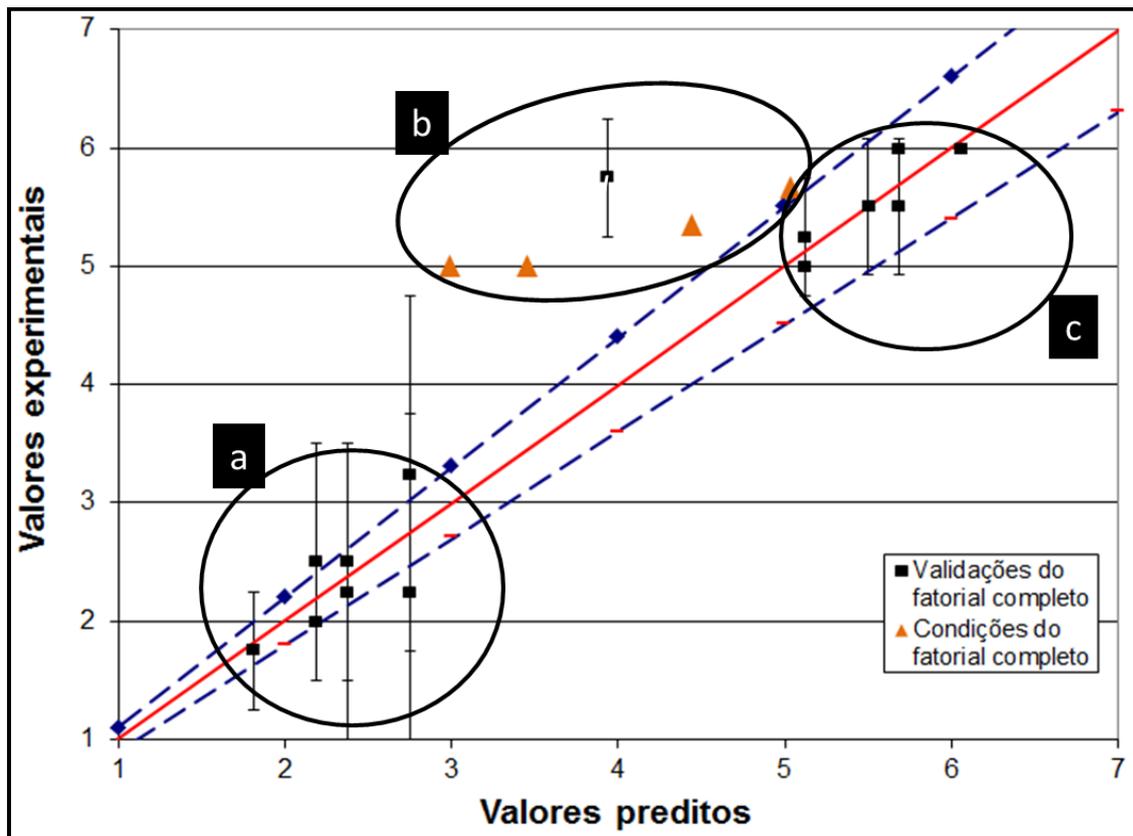


Figura 4-53: Validação do modelo reduzido para o acabamento superficial das juntas pontuais de PA6 obtidas por FSpW.

Verifica-se no gráfico da Figura 4-53 que as quatro condições de validação e o ponto central não ficaram entre os 10% de erro previsto pelo modelo. Esse resultado desqualifica o modelo estatístico, porém, é importante para entender os parâmetros de processo. Como observado no gráfico da Figura 4-53, existe três grupos distintos de resultados. O grupo (a) é formado pelas condições onde o parâmetro TC é 0,5 segundos. O grupo (b) é formado pelas condições onde o parâmetro TC é 20,5 segundos e o grupo (c) é formado pelas condições onde o parâmetro TC varia entre 0,5 e 20,5 segundos. Assim como analisado anteriormente, o parâmetro tempo de consolidação (TC), no limite utilizado nesse projeto, é tão eficaz que somente 50% do seu limite máximo, ou seja, 10 segundos são suficientes para que a amostra apresente um ótimo acabamento superficial. Assim, o fatorial completo por apresentar somente dois níveis não foi capaz de observar que mesmo baixos valores de

tempo de consolidação (TC) apresentam boa resposta de acabamento superficial.

4.12.3 Profundidade de impressão deixada pela ferramenta

Para a profundidade de impressão deixada pela ferramenta (PI), o modelo completo obtido com as contribuições de todos os parâmetros de soldagem e suas interações apresentou R^2 de 99,1%, e um $R^2(\text{pred})$ de 98,3%. A Equação 4.5 que descreve esse modelo é:

$$\begin{aligned}
 \text{PI} = & -1,1 + 0,00004*VR + 0,2*PP + 0,5*TS - 0,28*TC - \\
 & 0,00002*VR*PP - 0,0001*VR*TS + 0,0001*VR*TC - \\
 & 0,09*PP*TS + 0,05*PP*TC + 0,02*TS*TC + \\
 & 0,00003*VR*PP*TS - 0,00003*VR*PP*TC - \\
 & 0,000009*VR*TS*TC - 0,005*PP*TS*TC + \\
 & 0,000003*VR*PP*TS*TC - 0,04*(Ct Pt)
 \end{aligned} \tag{4.5}$$

De acordo com a ANOVA (Tabela 4-5), os únicos fatores estatisticamente irrelevantes são a interação secundária VR*PP, a interação terciária PP*TS*TC e a interação de quarta ordem VR*PP*TS*TC. Após a retirada desses fatores a Equação 4.6 e o gráfico de valores experimentais em função dos valores preditos da Figura 4-54 foram construídos.

$$\begin{aligned}
 \text{PI} = & -1,1 - 0,00006*VR + 0,24*PP + 0,55*TS - 0,13*TC - \\
 & 0,00015*VR*TS + 0,00004*VR*TC - 0,1*PP*TS + \\
 & 0,024*PP*TC - 0,002*TS*TC + 0,00003*VR*PP*TS - \\
 & 0,00001*VR*PP*TC + 0,000007*VR*TS*TC
 \end{aligned} \tag{4.6}$$

Essa equação reduzida apresentou R^2 igual a 98,8 % e $R^2(\text{pred})$ igual a 98,2%, ocorrendo um decréscimo menor que 1% entre as duas equações após a retirada de três fatores. O gráfico de valores preditos por valores

experimentais da Figura 4-54 comprova a eficiência e a capacidade de predição pelo modelo da profundidade de impressão deixada pela ferramenta uma vez que todos os dados de validação estão entre os limites de 10% estabelecido.

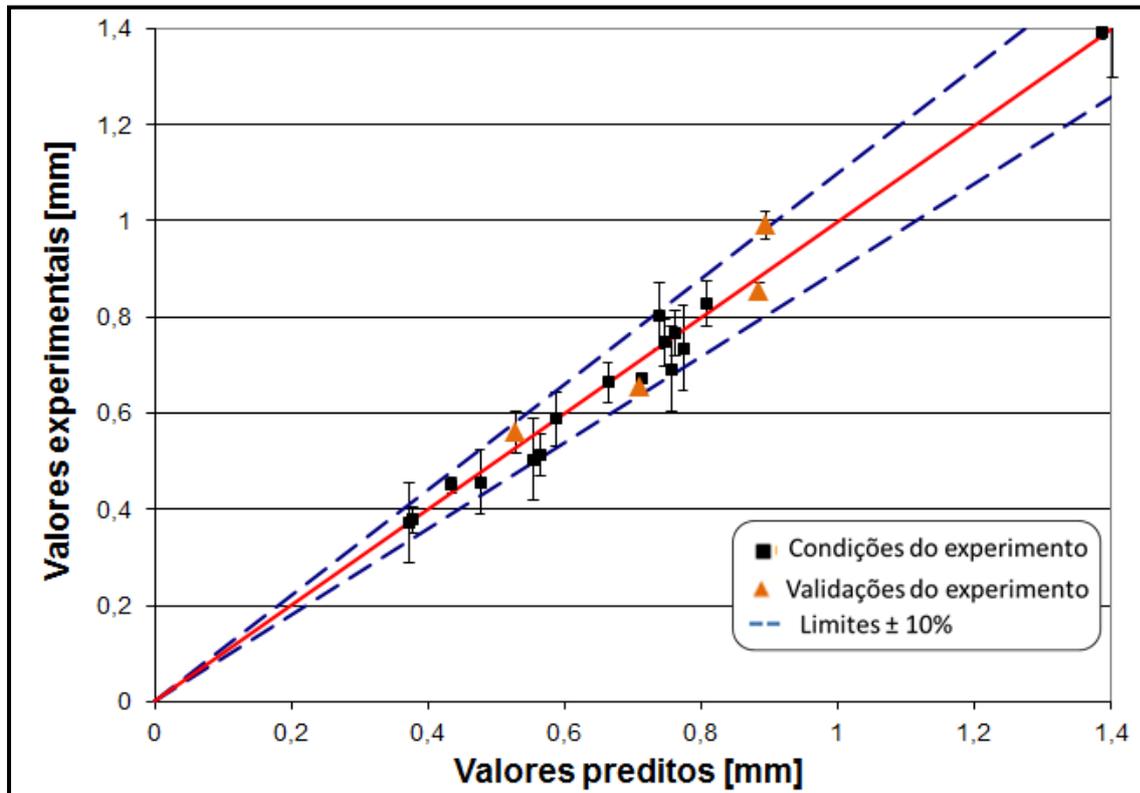


Figura 4-54: Validação do modelo completo para a profundidade de impressão deixada pela ferramenta nas juntas pontuais de PA6 obtidas por FSpW.

4.12.4 Massa Molar

Para a massa molar (MM) da PA6 na zona de mistura das juntas, o modelo completo obtido com as contribuições de todos os parâmetros de soldagem e suas interações apresentou R^2 de 100%, e $R^2(\text{pred})$ de 100%. Porém, como comentado anteriormente, devido ao fato de ter sido utilizado somente uma réplica nesta análise o fator de menor influência no processo, neste caso, a interação (VR*PP*TS) foi retirada. A equação 4.7 descreve esse modelo.

$$\begin{aligned}
MM = & 0,0003 + 4,7*VR + 19000*PP + 2340* TS - 11950*TC - \\
& 0,42*VR*PP - 0,75*VR*TS + 1,2*VR*TC - 284*PP*TS + \\
& 349*PP*TC + 238*TS*TC - 0,22*VR*PP*TC - 0,16*VR*TS*TC \\
& - 44*PP*TS*TC + 0,03*VR*PP*TS*TC + 1150*(Ct Pt)
\end{aligned}
\tag{4.7}$$

Porém, como demonstrado através da ANOVA (Tabela 4-7), nem todos os parâmetros são estatisticamente significantes. Deste modo, para o modelo reduzido, as interações relevantes como a velocidade de rotação (VR) o tempo de soldagem (TS), o tempo de consolidação (TC) e uma interação entre a velocidade de rotação e o tempo de soldagem (VR*TS) permaneceram, enquanto as demais interações foram retiradas. Assim, o modelo reduzido proposto para a massa molar é apresentado na Equação 4.8.

$$\begin{aligned}
MM = & 39216 + 2,2*VR + 724*TS - 31*TC - 0,69*VR*TS - \\
& 1149*(Ct Pt)
\end{aligned}
\tag{4.8}$$

Essa equação apresentou R^2 igual a 91,1% e $R^2(\text{pred})$ igual a 87,1% e apesar de haver uma diminuição nesses valores percebe-se que os valores de validação estão dentro do limite estabelecido (Figura 4-55). Conclui-se, portanto, que dentro das condições escolhidas o modelo apresentou uma ótima capacidade de predição da massa molar da PA6 na zona de mistura das juntas, o que possibilita estimar o nível de degradação da PA6 induzido pelo processo FSpW.

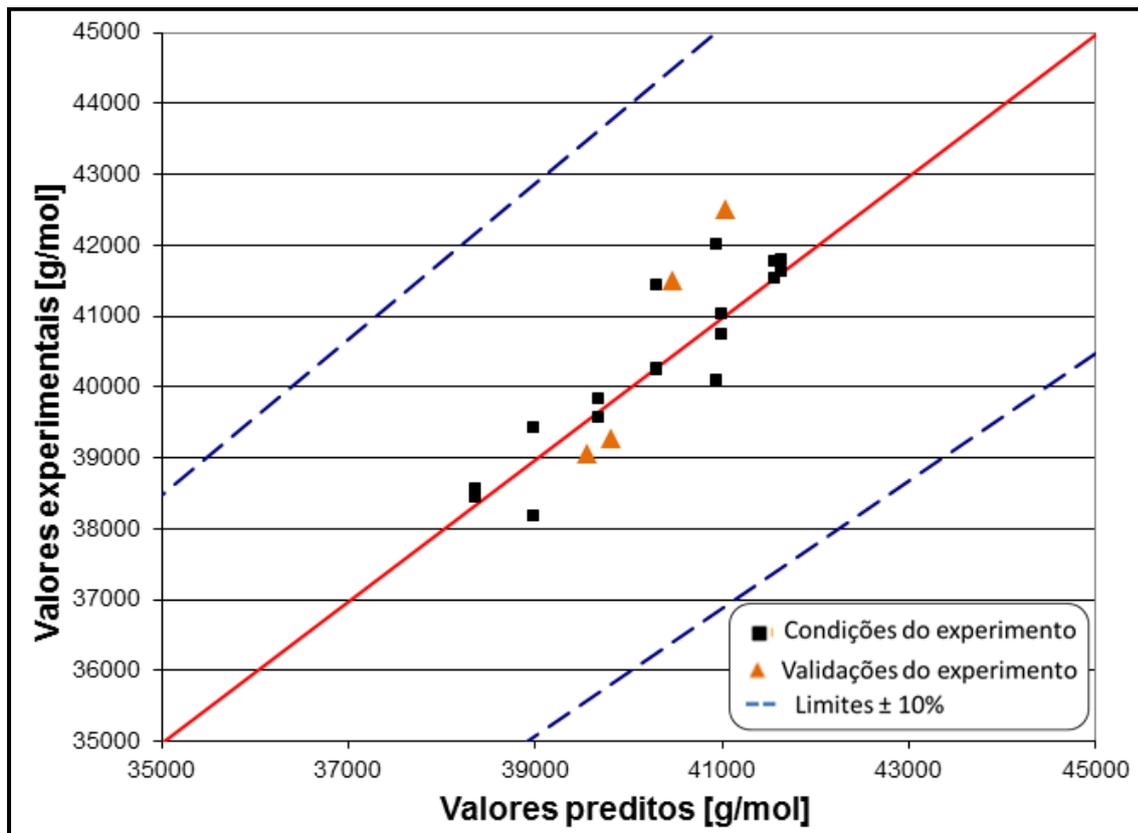


Figura 4-55: Validação do modelo completo para a análise da massa molar da PA6 na região de mistura das juntas pontuais obtidas por FSpW.

4.12.5 Resistência ao cisalhamento sob tração

Para a resistência ao cisalhamento sob tração (RC). O modelo completo obtido com as contribuições de todos os parâmetros e suas interações apresentou R^2 de 83,0% e $R^2(\text{pred})$ de 75,0%. O modelo completo é apresentado na Equação 4.9.

$$\begin{aligned}
 RC = & -10382 + 6,7*VR + 1933*PP + 1870*TS + 457*TC - \\
 & 1,19*VR*PP - 0,91*VR*TS - 0,33*VR*TC - 328*PP*TS - \\
 & 83*PP*TC - 80*TS*TC + 0,17*VR*PP*TS + 0,06*VR*PP*TC + \\
 & 0,05*VR*TS*TC + 14,7*PP*TS*TC - 0,009*VR*PP*TS*TC + \\
 & 79* (Ct Pt) \quad (4.9)
 \end{aligned}$$

Porém, como demonstrado através da ANOVA (Tabela 4-8) nem todos os parâmetros são estatisticamente significantes. Deste modo, foi proposto um novo modelo, reduzido apresentado na Equação 4.10. Nesse modelo somente os parâmetros de primeira ordem: velocidade de rotação (VR), profundidade de penetração (PP), tempo de soldagem (TS), tempo de consolidação (TC) e a interação secundária entre profundidade de penetração e tempo de consolidação (PP*TC) foram mantidos na equação (4.10).

$$RC = 1353 + 0,38*VR - 274*PP + 127*TS - 64*TC + 12,9*PP*TC \quad (4.10)$$

Essa equação apresentou R^2 igual a 78,6% e $R^2(\text{pred})$ igual a 76,3%, ou seja, esse modelo apresentou menor R^2 , porém, maior $R^2(\text{pred})$ em relação ao primeiro modelo. Isso significa que em geral a segunda equação é melhor para prever o comportamento de condições de soldagem que não foram usadas no método estatístico e, além disso, utiliza somente fatores estatisticamente relevantes, o que a torna mais confiável. Na Figura 4-56, é mostrado o gráfico dos pontos experimentais médios em função dos pontos preditos pela equação, tanto para as condições utilizadas para obtenção do modelo, quanto para as condições usadas para validação.

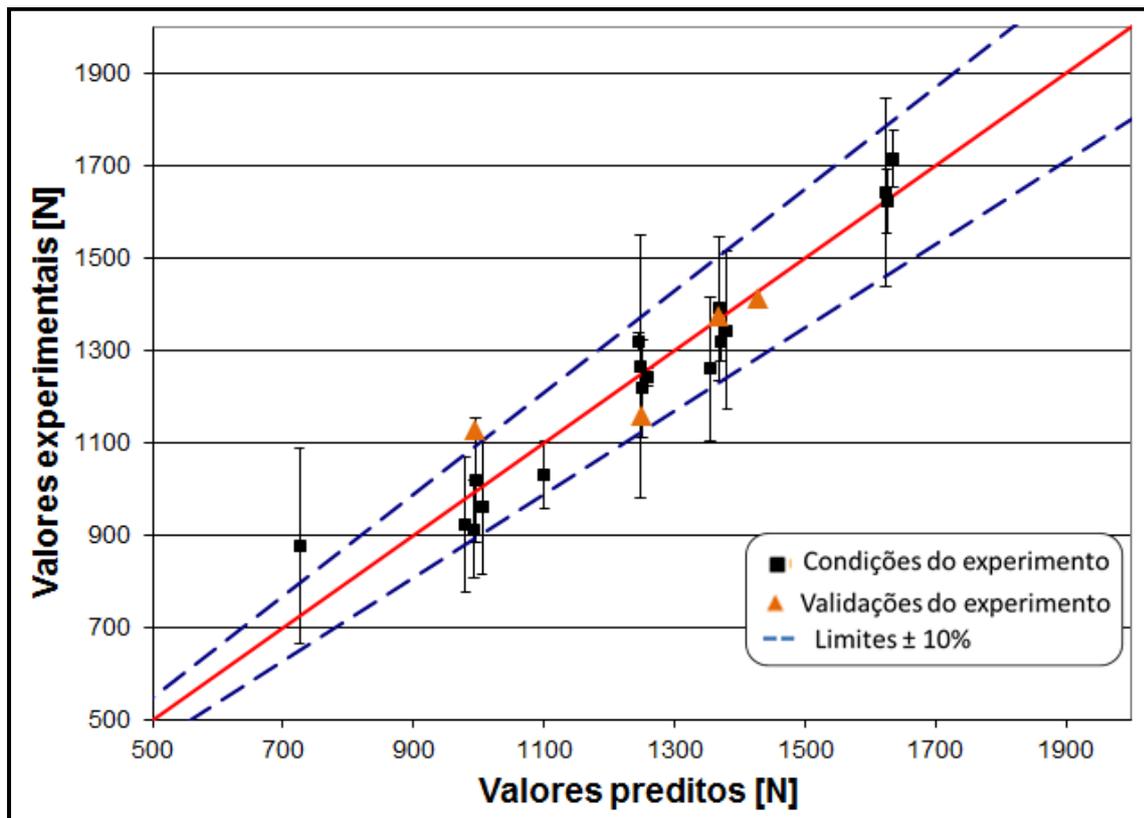


Figura 4-56: Validação do modelo completo para a resistência mecânica ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais de PA6 obtidas por FSpW.

Pôde-se concluir que, dentro das condições escolhidas, o modelo apresentou boa capacidade de predição da resistência ao cisalhamento sob tração das juntas pontuais de PA6 obtidas por FSpW. Foi possível observar que praticamente todos os pontos utilizados para a validação da equação encontraram-se dentro do limite de 10% de erro estabelecido para este estudo e somente um valor das condições do fatorial completo está deslocado para fora do limite, porém, seu desvio padrão ainda o mantém dentro da demarcação permitida.

4.12.6 Consumo de energia

Para o consumo de energia (CE) o modelo completo obtido com as contribuições de todos os parâmetros e suas interações apresentou R^2 de 82,2% e $R^2(\text{pred})$ de 76,9% (Equação 4.11).

$$\begin{aligned} \text{CE} = & 5025 - 2,35 \cdot \text{VR} - 782 \cdot \text{PP} - 671 \cdot \text{TS} + 0,43 \cdot \text{VR} \cdot \text{PP} + \\ & 0,36 \cdot \text{VR} \cdot \text{TS} + 128 \cdot \text{PP} \cdot \text{TS} - 0,06 \cdot \text{VR} \cdot \text{PP} \cdot \text{TS} + 85,5 \cdot (\text{Ct Pt}) \end{aligned} \quad (4.11)$$

Porém, como demonstrado através da ANOVA (Tabela 4-9) nem todos os parâmetros são estatisticamente significantes. Deste modo, foi proposto um novo modelo, apresentado na Equação 4.12.

$$\begin{aligned} \text{CE} = & 1555 - 0,038 \cdot \text{VR} - 143 \cdot \text{PP} - 131 \cdot \text{TS} + 28,8 \cdot \text{PP} \cdot \text{TS} + \\ & 0,003 \cdot \text{VR} \cdot \text{PP} \cdot \text{TS} + 85 \cdot (\text{Ct Pt}) \end{aligned} \quad (4.12)$$

Essa equação apresentou um R^2 igual a 79,8% e $R^2(\text{pred})$ igual a 75,6%, ou seja, esse modelo apresentou um decréscimo de 2% no valor de R^2 e menos de 1% no valor de $R^2(\text{pred})$, mostrando que a retirada de 10 fatores pouco influenciou o modelo.

Na Figura 4-57 é exibido o gráfico dos pontos experimentais em função dos pontos preditos pela equação reduzida, tanto para as condições utilizadas na obtenção do modelo, quanto para as condições usadas para validação.

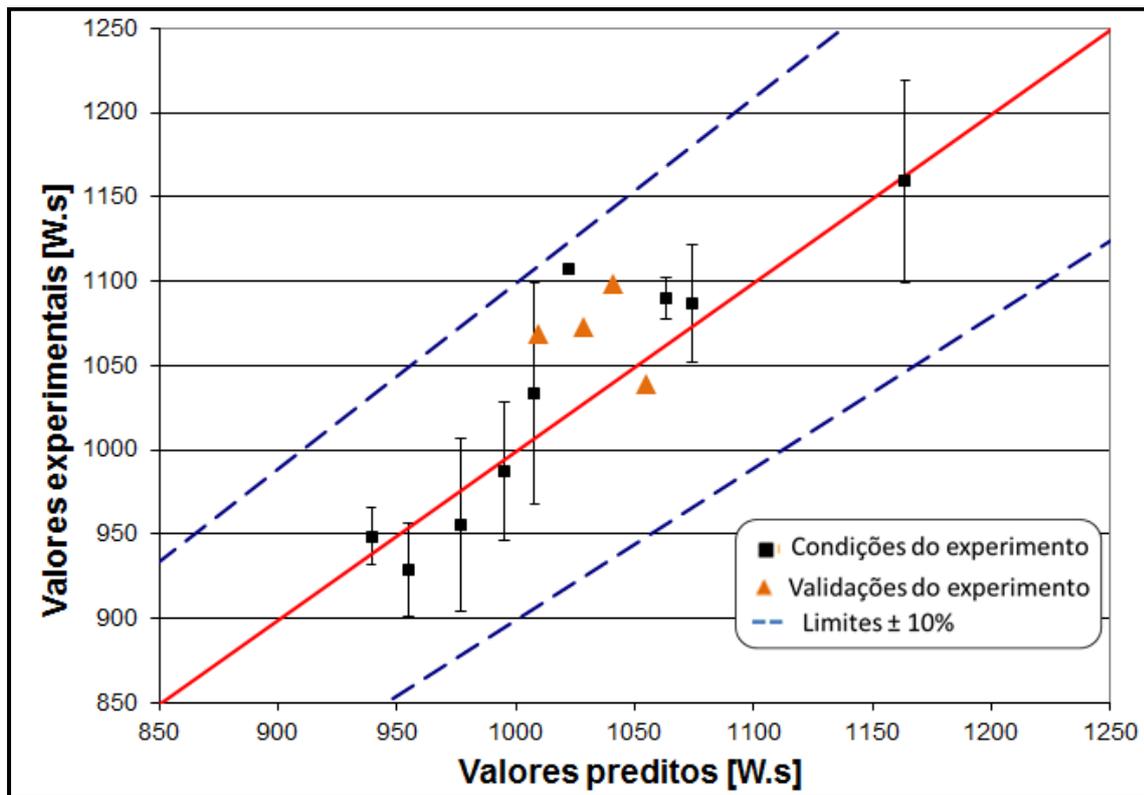


Figura 4-57: Validação do modelo reduzido para o consumo de energia durante a soldagem das juntas pontuais de PA6 por FSpW.

5 CONCLUSÕES

Este estudo investigou o uso da Soldagem Pontual por Fricção (FSpW) na fabricação de juntas pontuais entre duas chapas de poliamida 6 (PA6) sobrepostas com ênfase no entendimento da influência dos parâmetros de soldagem sobre a microestrutura e a resistência mecânica das juntas. A FSpW, recentemente desenvolvida e patenteada pela HZG, é uma técnica de soldagem pontual que ocorre por meio da fricção de uma ferramenta, com movimentos rotacional e axial, através das amostras, gerando aquecimento suficiente para fundir e misturar localmente o(s) polímero(s), com posterior consolidação do volume soldado sob pressão. Utilizou-se um planejamento estatístico de experimentos do tipo de fatorial completo (2^4) com um ponto central, onde 4 parâmetros de soldagem foram variados, sendo eles: a velocidade de rotação da ferramenta (VR), a profundidade de penetração da camisa (PP), o tempo de soldagem (TS) e o tempo de consolidação sob pressão (TC). Os resultados foram tratados por análise de variância (ANOVA) buscando relacionar os efeitos individuais e combinados dos parâmetros de soldagem sobre características microestruturais e a resistência mecânica das juntas de PA6.

A técnica Soldagem Pontual por Fricção (FSpW) se mostrou eficiente para a soldagem pontual de duas chapas de PA6 satisfazendo não somente o requisito de resistência mecânica estática como também pelo fato de ser um processo de poucas etapas, rápida, sem adição de peso adicional à junta e com pouca ou nenhuma preparação superficial necessária. Essas características reforçam o potencial desta técnica como uma alternativa aos métodos atuais de união da PA6.

A seção transversal das juntas foi mapeada por microdureza Vickers e foram observadas três zonas microestruturais principais. A zona de mistura (ZM), afetada termomecanicamente, é delimitada por possuir maior dureza na borda, relacionada à alta orientação causada pelo cisalhamento imposto pela fricção da ferramenta, e possuir um interior menos duro. A zona afetada

termicamente (ZAT) se localiza ao redor da ZM e separa esta região do material de base (MB), na qual não há nenhuma alteração termomecânica.

A temperatura máxima atingida no processo de soldagem da PA6 por FSpW foi monitorada por câmera de infravermelho. A zona de mistura, afetada termomecanicamente pela soldagem, atingiu temperaturas superficiais máximas de 195 a 275°C, dependendo da condição de soldagem, possibilitando a fusão parcial ou completa dos cristais de PA6 ($T_m \approx 222^\circ\text{C}$) na região soldada. Essa característica distingue a soldagem de polímeros por FSpW com relação aos metais, neste último, a técnica é referênciada como soldagem no estado sólido sendo que a temperatura máxima, geralmente, não ultrapassa 80% do ponto de fusão do metal. A análise estatística apontou que, no intervalo de parâmetros de soldagem utilizado, a velocidade de rotação (VR) foi o parâmetro de maior influência sobre a geração de calor, seguido pelo tempo de soldagem (TS), sendo que o aumento dos valores destes parâmetros causou aumento da temperatura durante a soldagem e, conseqüentemente, da área soldada. A utilização do parâmetro tempo de consolidação (TC), idealizado neste estudo, possibilitou o resfriamento e solidificação do polímero sob pressão, melhorando o acabamento superficial da solda e evitando a formação de defeitos como a presença de vazios no interior da solda.

O grau de cristalinidade (X_c) da PA6 na zona de mistura das soldas foi avaliado por calorimetria diferencial por varredura (DSC). Os valores de X_c variaram de 30 a 34%, com dependência aleatória das condições de soldagem, e com diferença insignificante em relação ao do material de base ($X_c = 34\%$), não se estabelecendo, portanto, nenhuma relação com os parâmetros de soldagem.

A massa molar da PA6 na zona de mistura das soldas foi calculada a partir de medidas viscosimétricas de solução diluída, com objetivo de estimar o nível de degradação do polímero durante a soldagem. Os valores de massa molar reduziram de no máximo 7% em relação ao material de base ($M_v = 41.800 \text{ g/mol}$), e esta redução ocorreu de forma quase que linear com o aumento da temperatura máxima da PA6 atingida nesta região pela soldagem por FSpW.

A resistência mecânica das juntas foi avaliada por ensaio de cisalhamento sob tração estático em junta sobreposta simples ('single lap shear'). Os valores de resistência mecânica das juntas variaram de 14 a 26 MPa. A resistência mecânica mostrou-se dependente da área soldada e, portanto, os parâmetros de soldagem com maior influência nesta propriedade foram a velocidade de rotação (VR) e o tempo de soldagem (TS) que, quando selecionados nos seus respectivos limites máximos, proporcionam maior temperatura resultando no aumento da área soldada e, conseqüentemente, na melhoria da resistência mecânica das juntas. O aumento da profundidade de impressão da ferramenta no topo das juntas e o maior nível de degradação da PA6 na zona de mistura das soldas, em função da maximização destes parâmetros de soldagem, não comprometeram a resistência mecânica das juntas pontuais de PA6 obtidas por FSpW.

Dois tipos principais de fraturas foram observados no ensaio de cisalhamento sob tração: separação completa das chapas ou fratura de uma das chapas. Estatisticamente, notou-se que quanto maior a resistência mecânica da junta maior é a probabilidade da falha ocorrer pela fratura de uma das chapas, devido à maior flexão sofrida pelas amostras durante o ensaio de cisalhamento sob tração.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados obtidos nessa pesquisa, alguns estudos adicionais são sugeridos:

- Estudo de otimização das soldas entre chapas de poliamida 6 baseado nos modelos estatísticos propostos, reduzindo o tempo de consolidação e aumentando a velocidade de rotação, de modo a reduzir o tempo total de ciclo de soldagem e mantendo o mesmo nível de resistência mecânica.
- Aperfeiçoar a ferramenta utilizada buscando reduzir o desperdício de material que é expulso da região de soldagem devido à penetração indevida da ferramenta, devido à dilatação e à baixa viscosidade do polímero.
- Estudar a relação entre o diâmetro do anel de fixação e os parâmetros de soldagem para que o mesmo não penetre indevidamente na região de solda
- Avaliar a orientação das cadeias poliméricas ao redor da zona de mistura utilizando compósitos com fibras curtas.
- Realizar ensaios dinâmicos (fadiga, fluência) e de durabilidade em ambientes hostis (envelhecimento acelerado) para avaliar o comportamento das juntas ao longo do tempo e comprovar sua aplicação real.
- O titânio nitretado utilizado para a confecção do ferramental utilizado nesse projeto já mostrou uma melhora significativa em relação ao desgaste quando comparado a ferramentas de aço inox ou de titânio, porém ainda apresenta desgaste ao longo de sua utilização. Portanto,

utilizar ferramentas fabricadas em materiais mais duros, por exemplo, cerâmicos.

- Estender a utilização da técnica para aplicações sanduiche entre polímero/compósito/polímero ou compósito/polímero/compósito para aplicações onde um dos componentes precisa ser isolado do ambiente externo por impedimentos físico-químicos ou pelo aspecto visual, porém suas propriedades continuam essenciais para o funcionamento do produto.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] STOKES, V. K. Joining methods for plastics and plastic composites: An overview. **Polymer Engineering and Science**, October 1989. 1310-1318.
- [2] BLAKE, A. **Design of mechanical joints**. 1. ed. New York: Technology & Engineering, 1985.
- [3] KINLOCH, A. J. **Adhesion and Adhesives Science and Technology**. 1. ed. London: Chapman and Hall, 1986.
- [4] WISE, R. J. **Thermal welding of polymers**. [S.l.]: Woodhead Publishing, 1999.
- [5] OLIVEIRA, P. H. F. et al. Preliminary study on the feasibility of friction spot welding in PMMA. **Materials Letter**, v. 64, p. 2098-2101, 2010.
- [6] TROUGHTON, M. J. **Handbook of Plastics Joining**. 2 ED. ed. [S.l.]: William Andrew, 2008.
- [7] STRAND, S. Effects of Friction Stir Welding on Polymer Microstructure. **Dissertação de Mestrado - Brigham Young University**, EUA, 2003.
- [8] ROTHEISER, J. **Joining of Plastics: Handbook for Designers and Engineers**. 2 ED. ed. [S.l.]: Hanser Gardner Publications, 2004.
- [9] GREWELL, D.; BENATAR, A.; PARK, J. **Plastics and Composites Welding Handbook**. [S.l.]: Hanser Publications, 2003.
- [10] AMANCIO-FILHO, S. T. et al. On the feasibility of friction spot joining in magnesium/fiber-reinforced polymer composite hybrid structures. **Materials Science and Engineering**, v. 528, p. 3841-3848, 2011.
- [11] ABIBE, A. B. et al. Development and analysis of a new joining method for polymer-metal hybrid. **Journal of Thermoplastic Composite Materials**,

v. 24, p. 233-249, Março 2011.

- [12] AMANCIO, S. T. Friction Riveting: development and analysis of a new joining technique for polymer-metal multi-material structures. **Welding in the World**, v. 55, p. 13-24, 2011.
- [13] AMANCIO-FILHO, S. T. et al. Preliminary Investigation of the Microstructure and Mechanical Behaviour of 2024 Aluminium Alloy Friction Spot Welds. **Materials Transaction**, v. 52, p. 985-991, 2011.
- [14] OLIVEIRA, P. H. F. Estudo das propriedades e desempenho mecânico de juntas soldadas por fricção pontual de poli (metacrilato de metila) (PMMA). **Dissertação de mestrado - Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)**, São Carlos, 2012.
- [15] GONÇALVES, J. Soldagem Pontual por Fricção (FSpW) de poliamida 6 e laminado de poliamida 66 com fibra de carbono: Avaliação dos parâmetros de processo e otimização da ferramenta. **Trabalho de Conclusão de Curso - Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)**, Brasil, Junho 2012.
- [16] GONÇALVES, J. et al. Soldagem pontual por fricção (FSpW) de poliamida 6 e laminado de poliamida 66 com fibra de carbono. **20º CBECIMAT**, Joinville, 2012.
- [17] GONÇALVES, J. et al. Aperfeiçoamento da Técnica de Soldagem Pontual por Fricção (FSpW) para união de poliamida 6 e laminado de poliamida 66 com fibra de carbono através da otimização de parâmetros de processo e do tamanho da ferramenta. **38º CONSOLDA**, Ouro Preto, 2012.
- [18] PUFFR, R.; KUANEK, V. **Lactam-based Polyamides**. 3º. ed. [S.l.]: CRC Press, v. I, 1991.

- [19] JONES, N. A. et al. Chain-folded lamellar crystals of aliphatic polyamides. **Macromolecules**, v. 29, p. 6011-6018, 1996.
- [20] ERLATON-6. Folha de dados de propriedades técnicas PA6. **Empresa Arthur Krüger**, Alemanha, 2011.
- [21] TEPEX-DYNALITE-201. Folha de dados de propriedades técnicas. **Empresa BOND Laminates**, Alemanha, 2011.
- [22] UTRACKI, L. A. **Polymer Blends Handbook**. [S.l.]: Springer, v. 1, 2003.
- [23] BRANDUP, J.; IMMERGUT, E. H.; GRULKE, E. A. **Polymer Handbook**. 4º edição. ed. [S.l.]: John Wiley , 2003.
- [24] KHANNA, Y. P.; KHUN, W. P. Measurement of Crystalline Index in Nylons by DSC. **Journal of Polymer Science**, USA, v. 35, p. 2219-2231, 1997.
- [25] SILVA, E. B. Efeito da umidade na resistência mecânica da poliamida. **Monografica de Conclusão de Curso**, São Paulo, 12 Dezembro 2009.
- [26] ARAÚJO, R. G. Análise das propriedades micro e macroscópicas de blendas de poliamida 4,6/poliamida 6. **Dissertação de Mestrado da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC)**, Florianópolis, Março 2002.
- [27] KROSHWITZ, J. L. **Encyclopedia of Chemical Technology**. 4. ed. Brisbane: John Wiley & Sons, 1996.
- [28] DONG, W.; GIJSMAN, P. Influence of temperature on the thermo-oxidative degradation of polyamide 6 films. **Polymer Degradation and Stability**, v. 95, n. 6, p. 1054-1062, 2010.
- [29] GRIGG, M. N. Thermo-Oxidative Degradation Of Polyamide 6. **Tese de doutorado - Queensland University of Technology**, 2006.

- [30] LEVANTOVSKAYA, I. I. et al. Mechanism of thermal oxidative degradation of polyamides. **Polymers Science**, v. 6, p. 2089-2095, 1964.
- [31] LÁNSKÁ, B.; MAKAROV, G. G.; J, S. Termination reaction in the chain oxidation. **Angew Makromol Chem**, v. 181, p. 143-152, 1990.
- [32] LÁNSKÁ, B. Thermooxidation of lactam-based polyamides with carboxylic end groups. **European Polymer Journal**, v. 30, p. 197-204, 1994.
- [33] SERCER, M.; RAOS, P. **Joining of Plastics and Composites, Encyclopedia of Life Support Systems (EOLSS)**. [S.I.]: Welding Engineering and Technology, 2006.
- [34] BIKERMAN, J. J. **The Science of Adhesive Joints**. 3rd ed. ed. New York: John Wiley, 1968.
- [35] SABREEN, S. R. Adhesive bonding of polyamide (Nylon). **Plastics Decorating Newsletter online. Disponível em: <http://www.plasticsdecorating.com/e-news/stories/011614/sabreen.shtml#.VDGRPhZcBW8>. Acessado em 08-2012.**
- [36] BENATAR, A. et al. **Welding, Plastics Pocket Power Series**. Munich: Hanser Publishers, 2001.
- [37] STOKES; V.K. The vibration and hot-tool welding of polyamides. **Polymer Engineering & Science**, v. 41, n. 8, Agosto 2001.
- [38] WHITE; P. Vibration Welding of Thermoplastics. **Joining & Materials**, p. 276-279, 1988.
- [39] BATES et al. Vibration welding air intake manifolds from reinforced nylon 66, nylon 6 and polypropylene. **Composites**, v. 35, n. 9, p. 1107-1116, Setembro 2004.

- [40] POTENTE, H.; UEBBING, M. Friction welding of polyamides. **Polymer engineering and science**, v. 37, n. 4, Abril 1997.
- [41] TAYLOR; C. Polyamide 66 Air Intake Manifolds: Compare your manufacturing options. **Automobile & parts**, n. 33, p. 42-45, 2008.
- [42] WOOL, R. P.; O'CONNOR, K. M. Craze Healing in Polymer Glasses. **Polymer** , v. 21, p. 85-89, 1981.
- [43] KIM, H. J.; LEE, K. J.; LEE, H. H. Healing of fractured polymers by interdiffusion. **Polymer**, v. 37, p. 4593-4597, 1996.
- [44] WOO, R. P.; O'CONNOR, K. M. A theory crack healing in polymers. **Journal of Applied Physics**, v. 52, p. 5953-5964, 1981.
- [45] KIM, Y. H.; WOOL, R. P. A Theory of Healing at a Polymer-Polymer Interface. **Macromolecules**, v. 16, p. 1115-1120, 1983.
- [46] GENNES, P. G. Sur la soudure des polymères amorphes C. **Acad Sci Paris, Série B**, Paris, p. 219-221, 1980.
- [47] GENNES, P. G. Reptation of a Polymer Chain in the Presence of Fixed Obstacles. **Journal of Chemical Physics**, v. 55, n. 2, p. 572-580, 1971.
- [48] KAUSCH, H. H.; JUD, K. Molecular aspects of crack formation and healing in glassy polymers. **Plastics and Rubber Processing Applications**, v. 2, p. 265-268, 1982.
- [49] JUD, K.; KAUSCH, H. H.; WILLIAMS, J. G. Fracture mechanics studies of crack healing and welding of polymers. **Journal of Materials Science**, v. 16, p. 201-210, 1981.
- [50] CRAWFORD, R. J.; TAM, Y. Friction welding of plastics. **Journal of Materials Science**, v. 16, p. 3275-3282, 1981.

- [51] THOMAS, W. M.; ANDREWS, R. E. **High performance tools for friction stir welding (FSW)**. WO 99/52669, 1999.
- [52] MISHRA, R. S.; MA, Z. Y. Friction stir welding and processing. **Materials Science and Engineering**, v. 50, p. 1-78, 2005.
- [53] KISS, Z.; CZIGÁNY, T. Applicability of friction stir welding in polymeric materials. **Periodica Polytechnica**, v. 51, p. 15-18, 2007.
- [54] NELSON, T. W. et al. Joining of Thermo-Plastics with Friction Stir Welding. **Aeromat 2000**, Seattle, Junho 2000.
- [55] NELSON, T. W. et al. Joining of Thermoplastics with Friction Stir Welding. **Proceedings of the 2^o International Symposium on FSW**, Gothenburg, 26-28 Junho 2000.
- [56] ARICI, A.; SELALE, S. Effect of tool tilt angle on tensile strength and fracture location of friction stir welding of PE. **Science Technology of Welding & Joining**, v. 12, p. 536-539, Agosto 2007.
- [57] BOZKURT, Y. The optimization of friction stir welding process parameter to achieve maximum tensile strength in polyethylene sheets. **Materials & Design**, v. 35, p. 440-445, março 2012.
- [58] LATHABAI, S. et al. Friction Spot Joining of an Extruded Al-Mg-Si Alloy. **Scripta Materialia**, v. 55, n. 10, p. 899-902, 2006.
- [59] GERLICH, A.; SU, P.; NORTH, T. H. Peak Temperatures and Microstructures in Al and Mg Alloy Friction Stir Spot Welds. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 10, n. 6, p. 647-652, 2005.
- [60] ARICI, A.; MERT, S. Friction Stir Spot Welding of Polypropylene. **Journal Reinforced Plastics and Composites**, v. 27, p. 2001-2004, 2008.

- [61] BUFFA, G.; FRATINI, L.; PIACENTINI, M. On the influence of tool path in friction stir spot welding of aluminium alloys. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 208, p. 309-317, 2008.
- [62] MUSTAFA, K. B.; AHMET, I. Y.; MEMDUH, K. The optimization of welding parameters for friction stir spot welding of high density polyethylene sheets. **Materials Design**, n. 32, p. 4074-4079, 2011.
- [63] MITLIN, D. et al. Structure-properties Relations in Spot Friction Welded (Also Known as Friction Stir Spot Welded) 6111 Aluminum. **Materials Science and Engineering**, v. 441, p. 79-96, 2006.
- [64] FENG, Z. et al. Friction Stir Spot Welding of Advanced High-Strength Steels – A Feasibility Study. **SAE Technical Papers**, 2005.
- [65] BILICI, M. K. Effect of tool geometry on friction stir spot welding of polypropylene sheets. **eXPRESS Polymer Letters**, v. 6, n. 10, p. 802-813, 2012.
- [66] BILICI, M. K.; YÜKLER, A. Influence of tool geometry and process parameters on macrostructure and static strength in friction stir spot welded polyethylene sheets. **Materials and Design**, v. 33, p. 145-152, Janeiro 2012.
- [67] BILICI, M. K.; YÜKLER, A.; KURTULMUS, M. The Optimization of welding parameters for friction stir spot welding of high density polyethylene sheets. **Materials and Design**, v. 32, n. 7, p. 4074-4079, Agosto 2011.
- [68] OLIVEIRA, P. H. F. et al. Estudo de viabilidade da soldagem de termoplásticos por "Friction Spot Welding" (FSpW). **Soldagem e Inspeção**, São Paulo, v. 17, n. 2, p. 96-103, Junho 2012.
- [69] SCHILLING, C.; SANTOS, J. F. **Method and Device for Linking at Least Two Adjoining Work Pieces by Frictional Welding**. WO/2001/036144,

Maio 2005.

- [70] JUNIOR, W. S. et al. Friction spot welding of PMMA with PMMA/silica and PMMA/silica-g-PMMA nanocomposites functionalized via ATRP. **Polymer**, v. 55, p. 5146–5159, Setembro 2014.
- [71] JUNIOR, W. S. et al. Feasibility study of friction spot welding of dissimilar single-lap joint between poly(methyl methacrylate) and poly(methyl methacrylate)-SiO₂ nanocomposite. **Materials and Design**, v. 64, p. 246–250, Dezembro 2014.
- [72] ESTEVES, J. V. et al. Friction spot joining of aluminium 6181-T4 and carbon fiber reinforced poly(phenylene sulfide). **Proceedings of ANTEC**, Orlando, Abril 2012.
- [73] ESTEVES, J. V. et al. Friction spot joining of aluminum AA6181-T4 and carbon fiber-reinforced poly(phenylene sulfide): Effects of process parameters on the microstructure and mechanical strength. **Materials and Design**, v. 66, p. 437-445, 2015.
- [74] GOUSHEGIR, S. M.; DOS SANTOS, J. F.; AMANCIO-FILHO, S. T. Friction Spot Joining of Aluminum AA2024 / Carbon-Fiber Reinforced Poly(phenylene sulfide) composite single lap joints: microstructure and mechanical performance. **Materials and Design**, v. 54, p. 196-206, 2014.
- [75] SILVA, A. M. et al. Performance Evaluation of 2-mm thick alclad AA2024-T3 Aluminium Alloy Friction Spot Welding. **SAE Technical Papers**, 2007.
- [76] ARBEGAST, J. W. Refill friction stir spot welding of aluminum alloy. **Anais do International Seminar on Friction-based Spot Welding Processes**, Germany, 2007.
- [77] AMANCIO-FILHO, S. T. et al. Recent advances in joining of polymer and polymer-metal hybrid structures by friction-based spot welding techniques.

- Proceedings of ANTEC 2010**, Orlando, Maio 2012. 1502-1508.
- [78] SKILLINGS, J. H.; WEBER, D. **A First Course in the Design of Experiments: A Linear Models Approach**. 1^o Ed. ed. [S.I.]: CRC Press, 1999.
- [79] ANDERSON, V. L.; MCLEAN, R. A. **Design of Experiments: A Realistic Approach**. [S.I.]: Marcel Dekker Inc, v. 5, 1984.
- [80] BOX, G. E. P.; HUNTER, W. G.; HUNTER, J. S. **Statistics for Experiments: An Introduction to Design, data Analysis and Model Building**. [S.I.]: John Wiley & Sons, 1978.
- [81] MONTGOMERY, D. C. **Applied Statistics and Probability for Engineers**. 5. ed. [S.I.]: Wiley, 2010.
- [82] RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. **Planejamento de experimentos e otimização de processos**. 2^o Ed. ed. [S.I.]: Cárita Editora, 2009.
- [83] MONTGOMERY, D. C. **Design and Analysis of Experiments**. 6 Ed. ed. [S.I.]: John Wiley & Sons, 2008.
- [84] ROY, R. K. **Design of Experiments Using The Taguchi Approach: 16 Steps to Product and Process Improvement**. 1^o. ed. [S.I.]: John Wiley & Sons, 2001.
- [85] ATABAKI, M. M. et al. Hybrid laser/arc welding of advanced high strength steel in different butt joint configurations. **Materials & Design**, v. 64, p. 573-587, Dezembro 2014.
- [86] KUMARA, B. A.; MURUGANB, N. Optimization of friction stir welding process parameters to maximize tensile strength of stir cast AA6061-T6/AlNp composite. **Materials & Design**, v. 57, p. 383-393, Maio 2014.

- [87] BAGHERI, A.; AZDAST, T.; DONIAVI, A. An experimental study on mechanical properties of friction stir welded ABS sheets. **Materials & Design**, v. 43, p. 402-409, Janeiro 2013.
- [88] JÚNIOR, P. C. S. et al. Effect of joint design and welding type on the flexural strength and weld penetration of Ti-6Al-4V alloy bars. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 113, n. 5, p. 467-474, Maio 2015.
- [89] LIU, J. et al. Joint strength of laser-welded titanium. **Dental Materials**, v. 18, n. 2, p. 143-148, 2002.
- [90] DRISCOLL, W. C. Robustness of the ANOVA and Tukey-Kramer statistical tests. **Computers & Industrial Engineering**, v. 31, n. 1, p. 265-268, Outubro 1996.
- [91] COLEMAN, S. et al. **Statistical Practice in Business and Industry**. [S.I.]: John Wiley & Sons, 2008.
- [92] HENDRINKS, M. M. W. B.; BOER, J. H.; SMILDE, A. K. **Robustness of Analytical Chemical Methods and Pharmaceutical Technological products**. [S.I.]: Elsevier, 1996.
- [93] MYERS, R. H.; MONTGOMERY, D. C.; ANDERSON-COOK, C. M. **Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments**. 3^o Ed. ed. [S.I.]: John Wiley & Sons, 2009.
- [94] KRISHNAIAH, K.; SHAHABUDEEN, P. **APPLIED DESIGN OF EXPERIMENTS AND TAGUCHI METHODS**. New Delhi: PHI Learning Private Limited, 2012.
- [95] HAMADA, M.; BALAKRISHNAN, N. ANALYZING UNREPLICATED FACTORIAL EXPERIMENTS. **Statistica Sinica** , v. 8, p. 1-41, 1998.
- [96] DANIEL, C. Use of Half-normal plots in interpreting factorial two-level

- experiments. **Technometrics**, v. 1, p. 331-341, 1959.
- [97] DANIEL, C. **Half-normal plots**. In **Encyclopedia of Statistical Sciences**. Nova York: John Wiley, v. 3, 1983.
- [98] LENTH, R. V. Quick and easy analysis of unreplicated factorials. **Technometrics**, v. 31, p. 469-473, 1989.
- [99] ASTM-INTERNATIONAL. D3163-01 (2008). **Standard Test Method for Determining Strength of Adhesively Bonded Rigid Plastic Lap-Shear Joints in Shear by Tension Loading**, 2008.
- [100] CALLEJA, F. J. B.; FAKIROV, S. **Microhardness of Polymers**. [S.l.]: Cambridge University Press, 2000.
- [101] MARK; E., J. **Physical Properties of Polymers Handbook**. 2nd. ed. [S.l.]: Springer, 2007.
- [102] PROENÇA, B. C. et al. ANÁLISE COMPARATIVA DE MEDIDAS DE MASSA MOLAR DE POLIAMIDA 6 POR VISCOSIMETRIA EM SOLUÇÃO DE ÁCIDO FÓRMICO VIA MÉTODOS DE DILUIÇÃO E DE CONCENTRAÇÃO ÚNICA. **12º Congresso Brasileiro de Polímeros (12º CBPol)**, Florianópolis, 2013.
- [103] BRANDUP, J.; IMMERGUT, E. H. **Polymer Handbook**. [S.l.]: John Willey, 1975.
- [104] ABIBE, A. B. Desenvolvimento de união de multimateriais através de "rebitagem por injeção" (Injection Clinching Joining). **Dissertação de Mestrado na Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)**, São Carlos, SP, junho 2011.
- [105] ARIVARASU, M.; DEVENDRANATH, R. K.; ARIVAZHAGAN, N. Comparative Studies of High and Frequency Pulsing On the Aspect Ratio

of Weld Bead in Gas Tungsten Arc Welded AISI 304L Plates. **Procedia Engineering**, v. 97, p. 871-880, 2014.

- [106] MURAKAMI, E. H.; BOM, R. P. Influência dos parâmetros de processo sobre a tensão residual na superfície de peças injetadas. **63° Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais**, Santos, n. 63º, julho 2008.
- [107] FERNANDES, A. C. et al. Influência da Velocidade de injeção e tempo de recalque nas características de peças injetadas em polipropileno. **6º Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação**, Caxias do Sul, RS, abril 2011.
- [108] JAVORSKY, J.; FRANCHETTI, M.; ZHANG, H. Determining the optimal parameters of bonding polyvinylchloride to stainless steel in automotive applications with the use of full factorial design of experiment. **CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology**, v. 7, n. 2, p. 151-158, 2014.
- [109] STOKES, V. Analysis of the friction (spin)-welding process. **Journal of Materials Science**, New York, v. 23, p. 2772-2785, 1988.
- [110] CRAWFORD, R. J.; TAM, Y. Friction welding of plastics. **Journal of Materials Science**, v. 16, p. 3275-3282, 1981.
- [111] MENNING, G. **Wear in plastics processing, how to understand, protect and avoid**. Munich, German: Hanser Publisher, 1995.
- [112] AMANCIO-FILHO, S. T. Friction Riveting: development and analysis of a new joining technique for polymer-metal multi-material structures. **Tese de doutorado pela Universidade de Tecnologia de Hamburgo (TUHH)**, Hamburg, Alemanha, 2007.

- [113] BILLMEYER JR, F. W. **Textbook of Polymer Science**. 2. ed. Nova York, USA: Willey-Interscience, 1971.
- [114] BILICI, M. K.; YUKLER, A. I. Effects of welding parameters on friction stir spot welding of high density. **Materials and Design**, n. 33, p. 545-550, 2012.
- [115] ALTMAYER, J.; DOS-SANTOS, J. F.; S.T., A.-F. Effect of the friction riveting process parameters on the joint formation and performance of Ti alloy/short-fibre reinforced polyether ether ketone joints. **Materials & Design**, v. 60, p. 164-176, Agosto 2014.
- [116] CROSSLAND, B. Friction Welding. **Contemporary Physics** , v. 12, n. 6, p. 559-574, 1971.
- [117] MAZRY, C. E. et al. Thermal oxidation kinetics of additive free polyamide 6. **Polymer Degradation and Stability**, n. 98, p. 22-36, 2013.
- [118] SU, P.G. Energy Generation and Stir Zone Dimensions in Friction Stir Spot Welds. **SAE Technical Paper**, Abril 2006.
- [119] ASIM, K.; SRIPICHAJ, K.; PAN, J. Fatigue behavior of laser welds in lap-shear specimens of high strength low alloy steel sheets. **International Journal of Fatigue**, v. 61, p. 283-296, 2014.
- [120] AMODEO, C. et al. Failure modes of gas metal arc welds in lap-shear specimens of high strength low alloy (HSLA) steel. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 131, p. 74-99, Novembro 2014.
- [121] LIM, Y. C. et al. Study of mechanical joint strength of aluminum alloy 7075-T6 and dual phase steel 980 welded by friction bit joining and weld-bonding under corrosion medium. **Materials & Design**, v. 69, p. 37-43, Março 2015.

- [122] ARICI, A.; MERT, S. Friction Stir Spot Welding of Polypropylene. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, Maio 2008.
- [123] MISHRA, R. S.; MAHONEY, M. W. Friction stir welding and processing. **ASM International- Materials Park**, Ohio, p. 71-110, 2007.
- [124] BOZZI, S. et al. Influence of FSSW parameters on fracture mechanisms of 5182 aluminium welds. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 210, n. 11, p. 1429–1435, 2010.
- [125] SU, P.; GERLICH, A.; NORTH, T. H. Friction stir spot welding of aluminum and magnesium alloy sheets. **Proceedings of the SAE 2005 World Congress**, Detroit, USA, 2005.
- [126] SU, P. et al. Energy Generation and Stir Zone Dimensions in Friction Stir Spot Welds. **SAE International**, Warrendale, PA, 2006.
- [127] CAMPANELLI, L. C. Estudo do processo de soldagem por fricção por ponto da liga magnésio AZ31. **Dissertação de mestrado na Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)**, São Carlos, 2012.
- [128] BILICI, M. K. Application of Taguchi approach to optimize friction stir spot welding parameters. **Materials and Design**, v. 35, p. 113-119, 2012.
- [129] DASHATAN, S. H. et al. Friction stir spot welding of dissimilar polymethyl methacrylate. **Materials and Design**, n. 45, p. 135-141, 2013.
- [130] WANG, B. et al. Investigation on fatigue fracture behaviors of spot welded Q&P980 steel. **International Journal of Fatigue**, v. 66, p. 20-28, Setembro 2014.
- [131] DANCETTE, S. et al. A finite element model for the prediction of Advanced High Strength Steel spot welds fracture. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 87, p. 48-61, Junho 2012.

- [132] CAMPANELLI, L. C. et al. Metallurgy and mechanical performance of AZ31 magnesium alloy friction spot welds. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 213, n. 4, p. 515-521, Abril 2013.
- [133] CASALINO, G. Statistical analysis of MIG-laser CO2 hybrid welding of Al-Mg alloy. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 191, n. 1, p. 106-110, 2007.
- [134] SARSILMAZ, F.; ÇAYDAŞ, U. Statistical analysis on mechanical properties of friction-stir-welded AA 1050/AA 5083 couples. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 43, p. 248-255, 2008.
- [135] BITONDO, C. et al. Friction-stir welding of AA 2198 butt joints: mechanical characterization of the process and of the welds through DOE analysis. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 53, p. 505-516, 2011.

APÊNDICE A- MONITORAMENTO TÉRMICO

Curvas de monitoramento da temperatura e valores de temperatura superficial máxima na região soldada das juntas pontuais de PA6 obtidas através de monitoramento do processo FSpW utilizando uma câmera de radiação infravermelha.

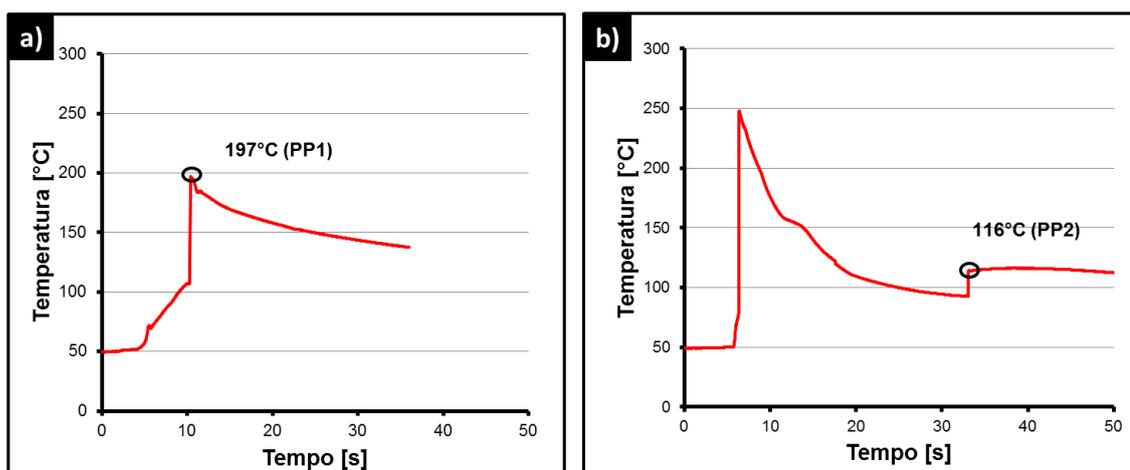


Figura 0-1- Curva de temperatura para a condição PP1 (a) e condição PP2 (b)

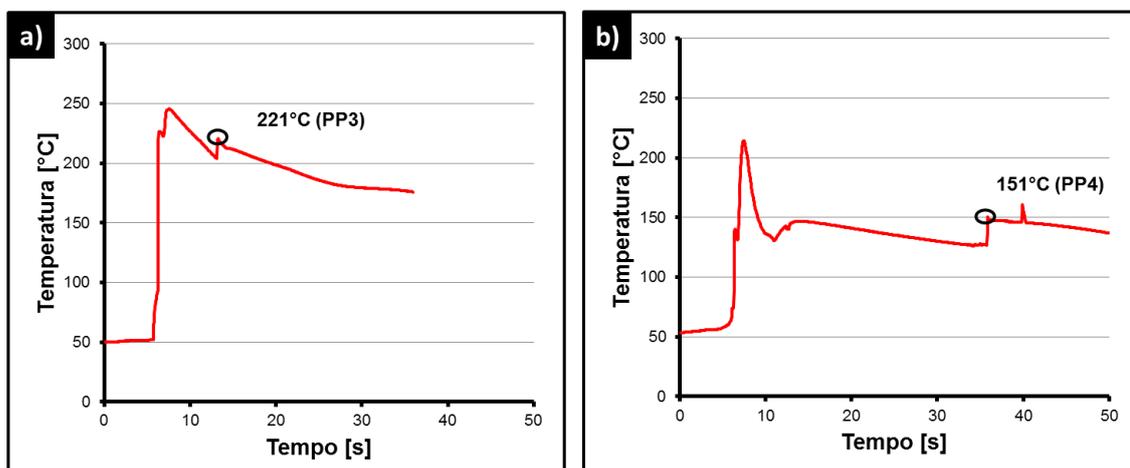


Figura 0-2- Curva de temperatura para a condição PP3 (a) e condição PP4 (b)

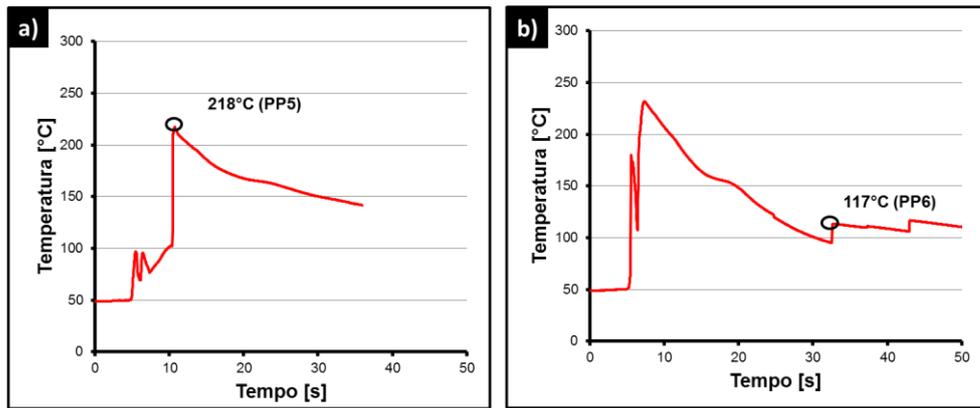


Figura 0-3- Curva de temperatura para a condição PP5 (a) e condição PP6 (b)

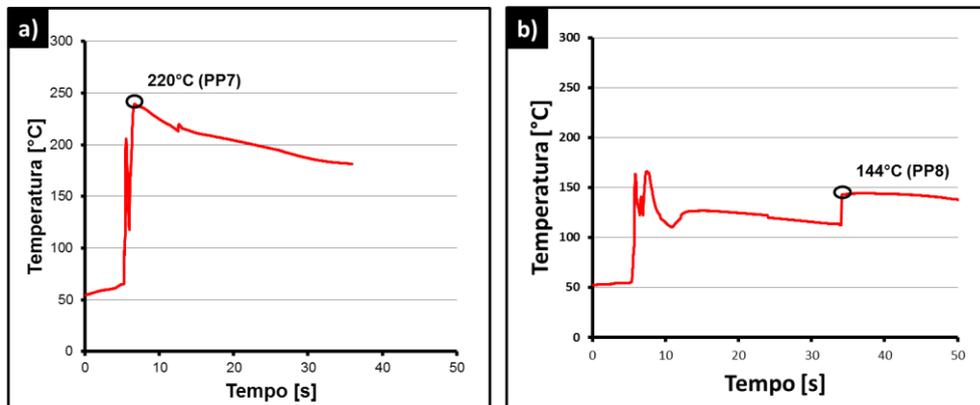


Figura 0-4- Curva de temperatura para a condição PP7 (a) e condição PP8 (b)

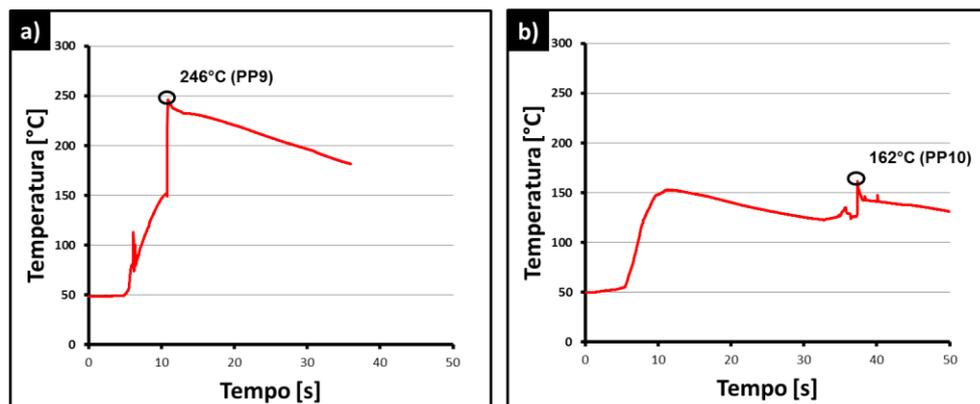


Figura 0-5- Curva de temperatura para a condição PP9 (a) e condição PP10 (b)

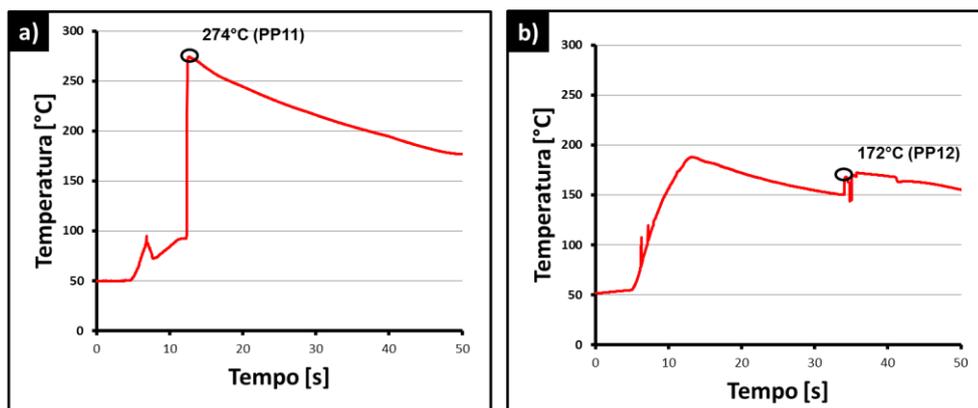


Figura 0-6- Curva de temperatura para a condição PP11 (a) e condição PP12 (b)

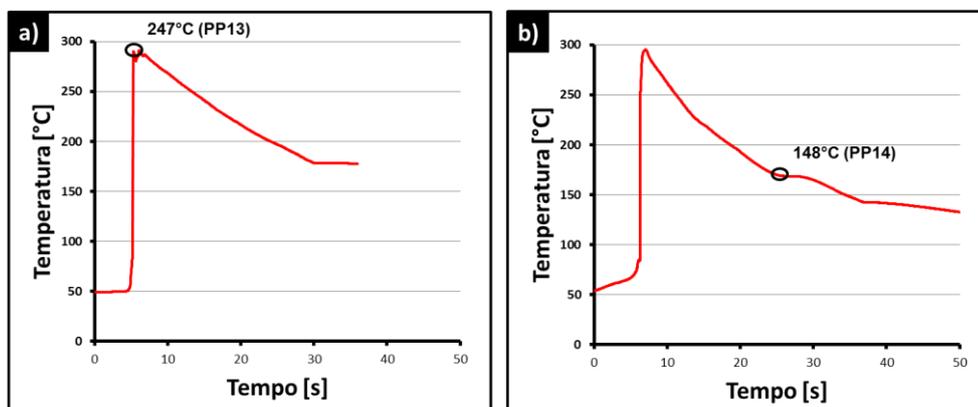


Figura 0-7- Curva de temperatura para a condição PP13 (a) e condição PP14 (b)

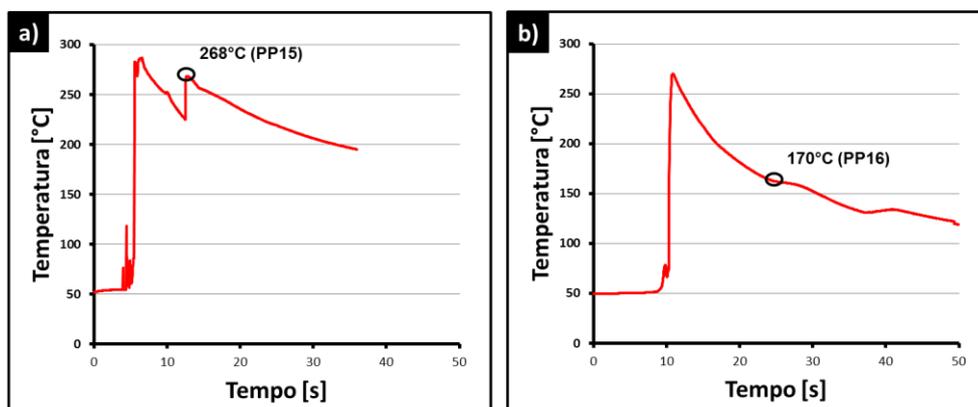


Figura 0-8- Curva de temperatura para a condição PP15 (a) e condição PP16 (b)

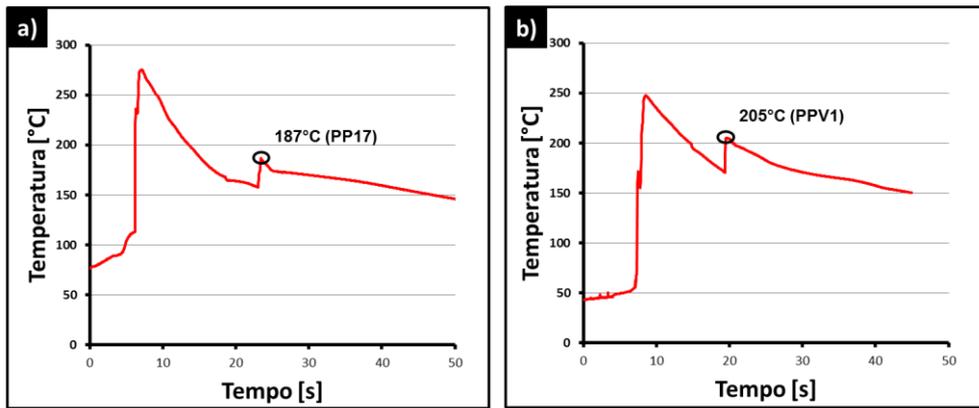


Figura 0-9- Curva de temperatura para a condição PP17(a) e condição PPV1(b)

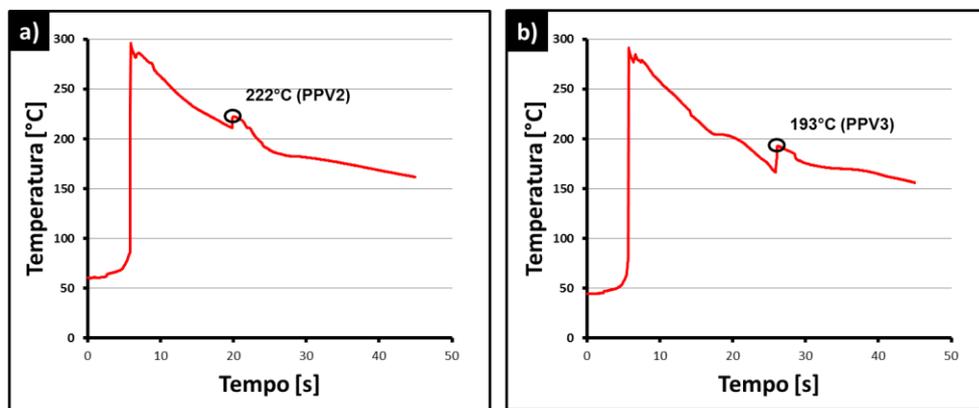


Figura 0-10- Curva de temperatura para a condição PPV2 (a) e condição PPV3 (b)

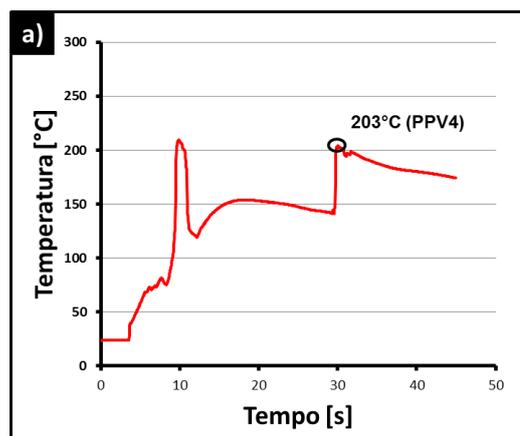


Figura 0-11- Curva de temperatura para a condição PPV4 (a)

APÊNDICE B – MICROGRAFIA DA REGIÃO TRANSVERSAL

As micrografias da seção transversal das juntas pontuais de PA6 obtidas através do processo FSpW para as condições utilizadas no estudo estatístico são mostradas abaixo.

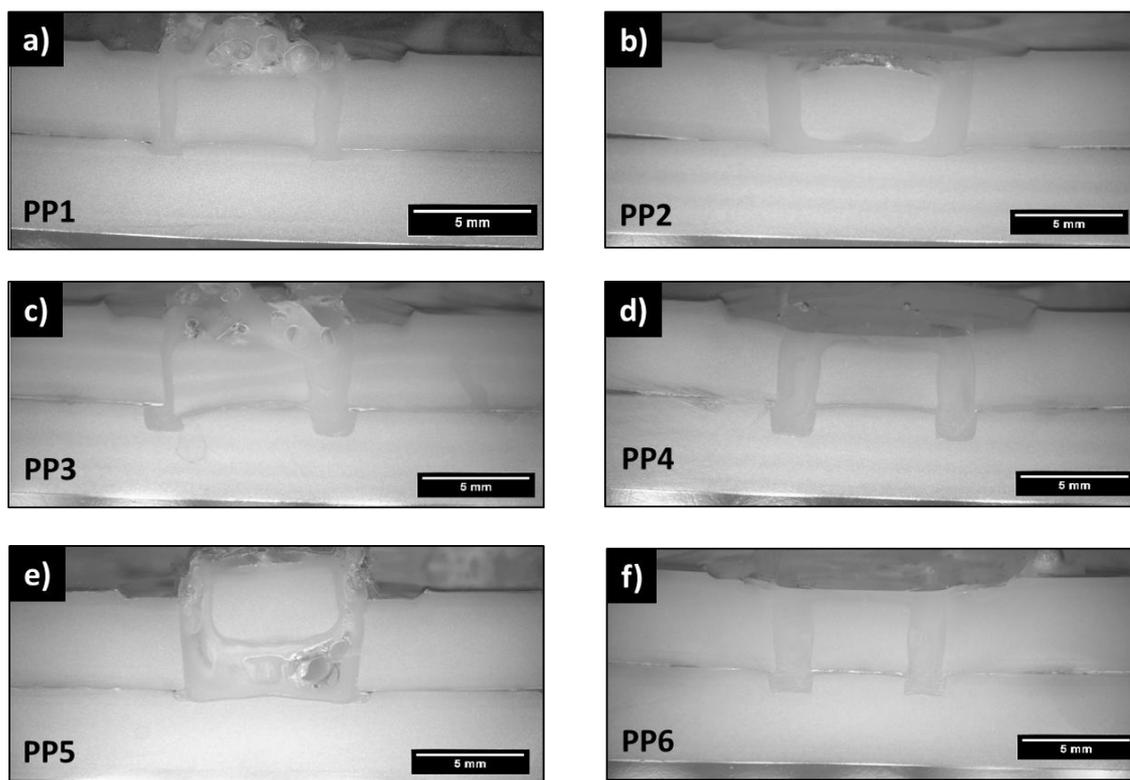


Figura 0-1 Micrografias da seção transversal da condição PP1 (a); PP2 (b); PP3 (c); PP4 (d); PP5 (e); PP6 (f)

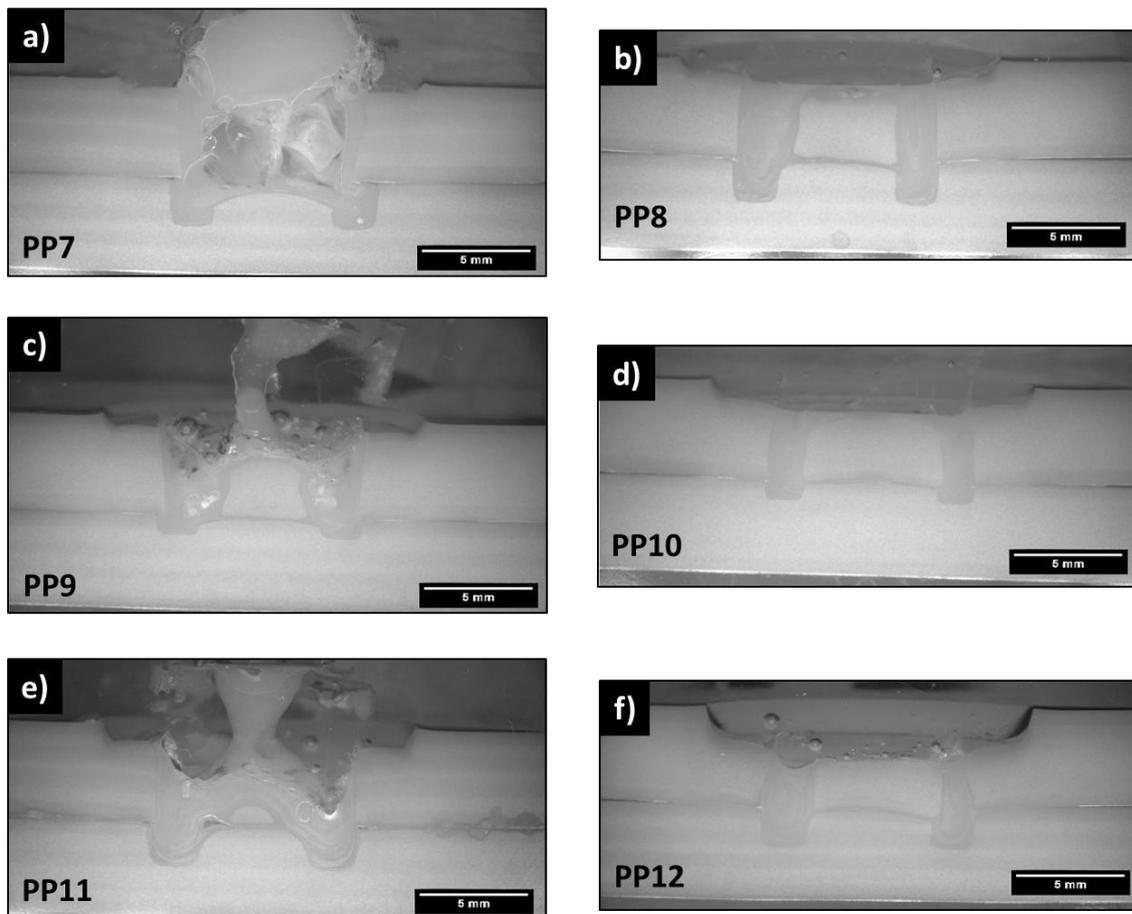


Figura 0-2- Micrografias da seção transversal da condição PP7 (a); PP8 (b); PP9 (c); PP10 (d); PP11 (e); PP12 (f)

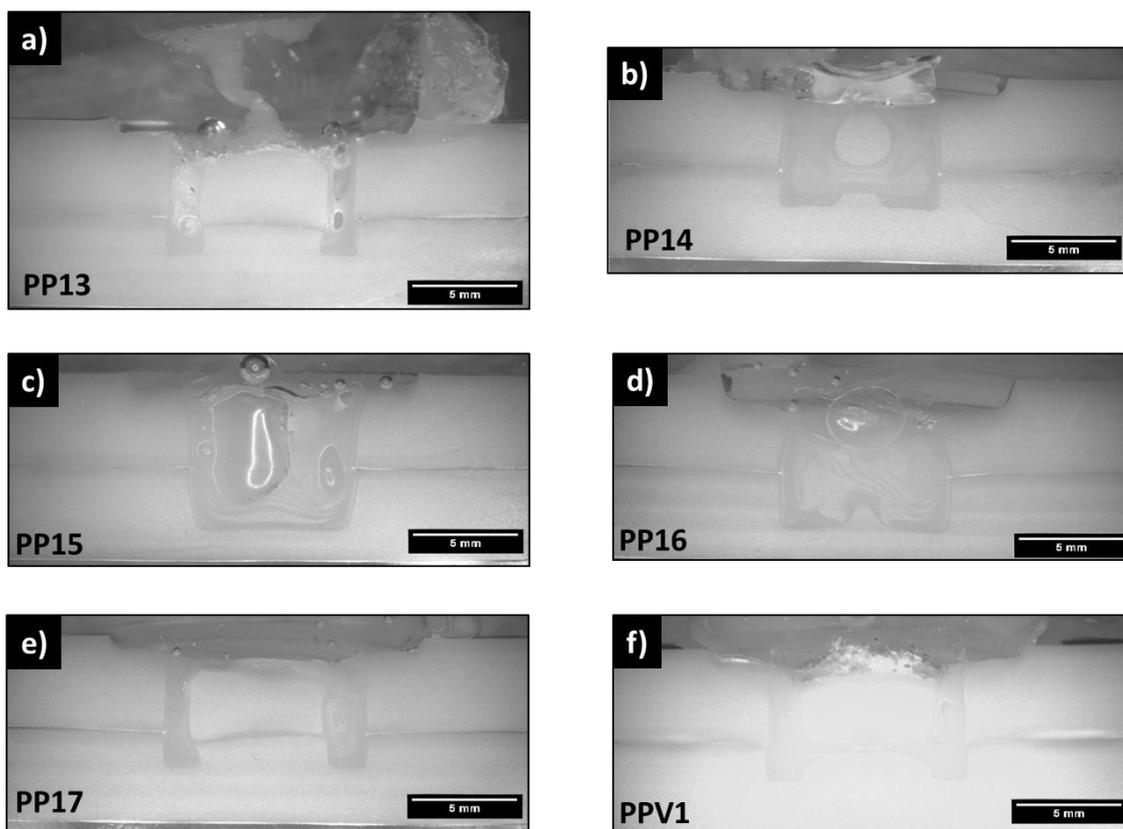


Figura 0-3- Micrografias da seção transversal da condição PP13 (a); PP14 (b); PP15 (c); PP16 (d); PP17 (e); PPV1 (f)

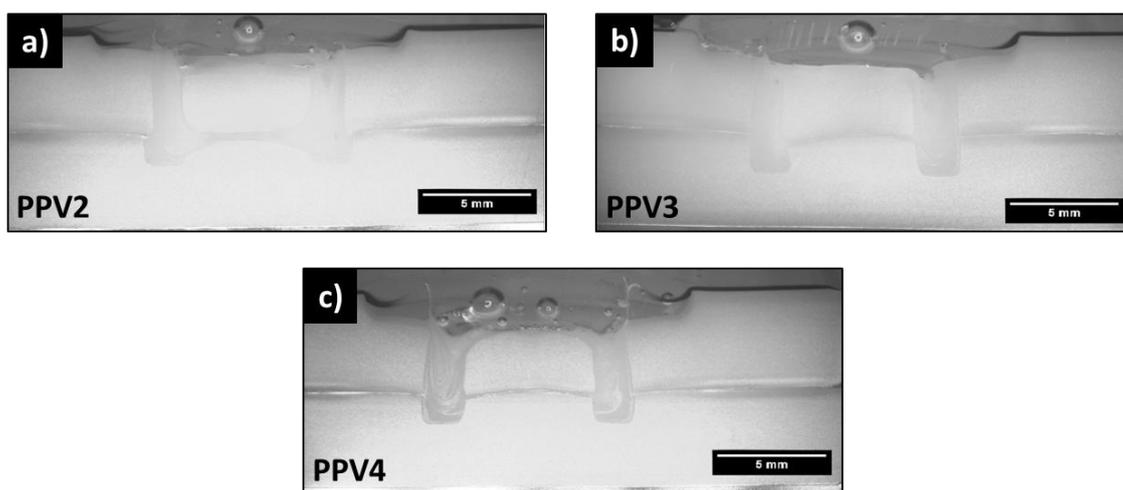


Figura 0-4- Micrografias da seção transversal da condição PPV2 (a); PPV3 (b); PPV4 (c)

APÊNDICE C – ENSAIOS MECÂNICOS

As curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para as juntas de PA6 obtidas por FSpW são mostradas abaixo.

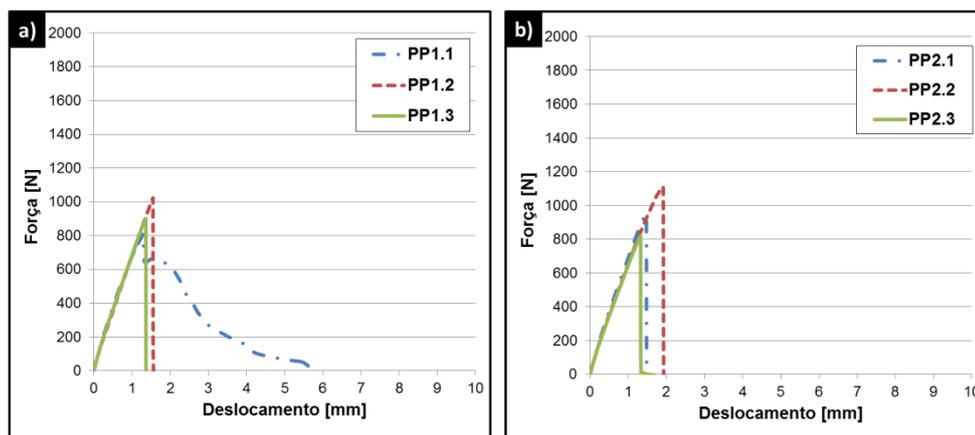


Figura 0-1- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP1 (a) e PP2 (b)

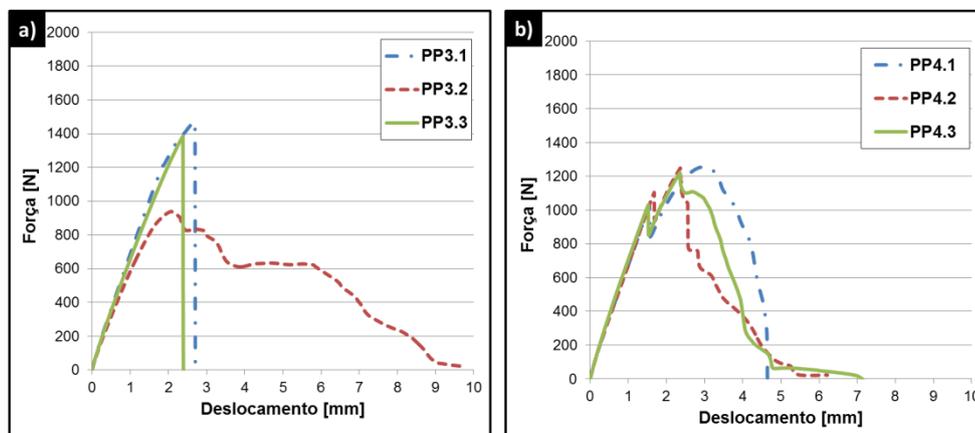


Figura 0-2- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP3 (a) e PP4 (b)

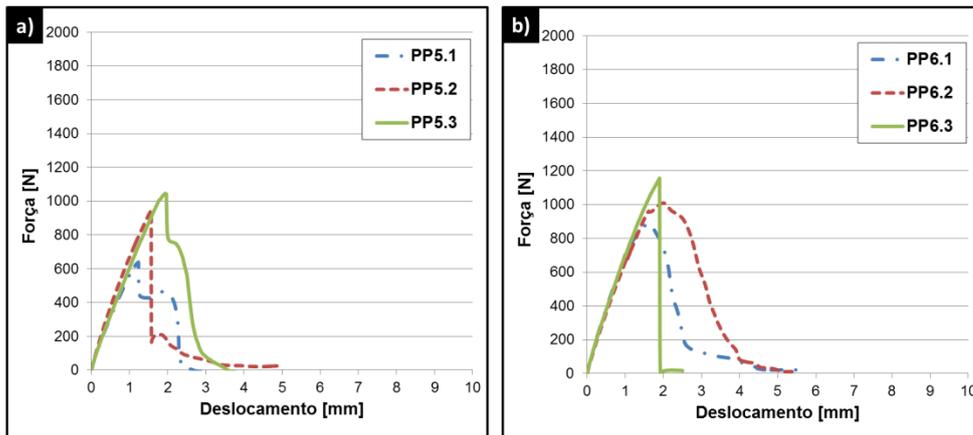


Figura 0-3- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP5 (a) e PP6 (b)

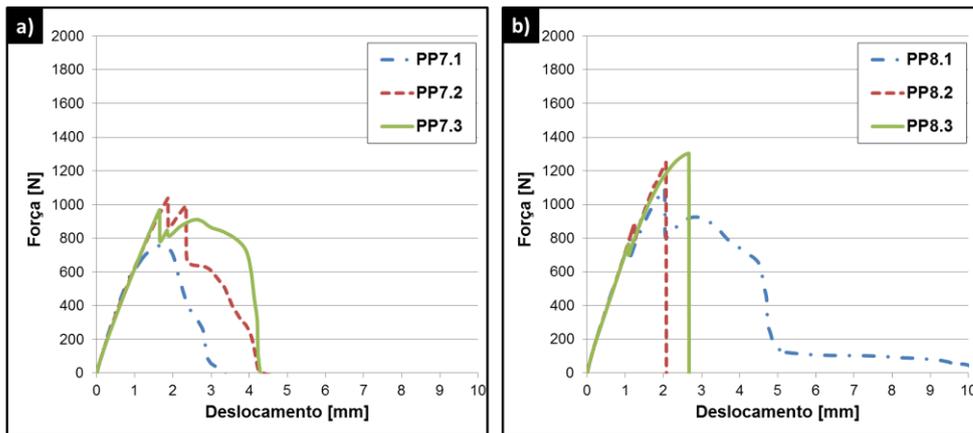


Figura 0-4- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP7 (a) e PP8 (b)

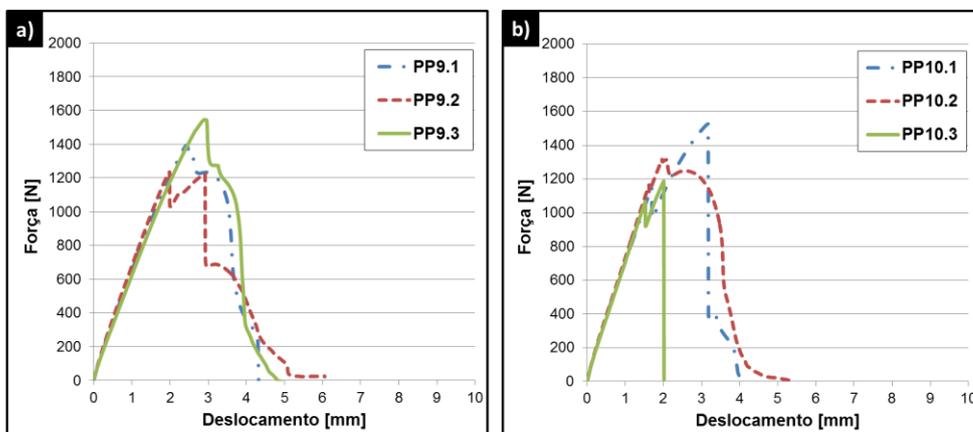


Figura 0-5- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP9 (a) e PP10 (b)

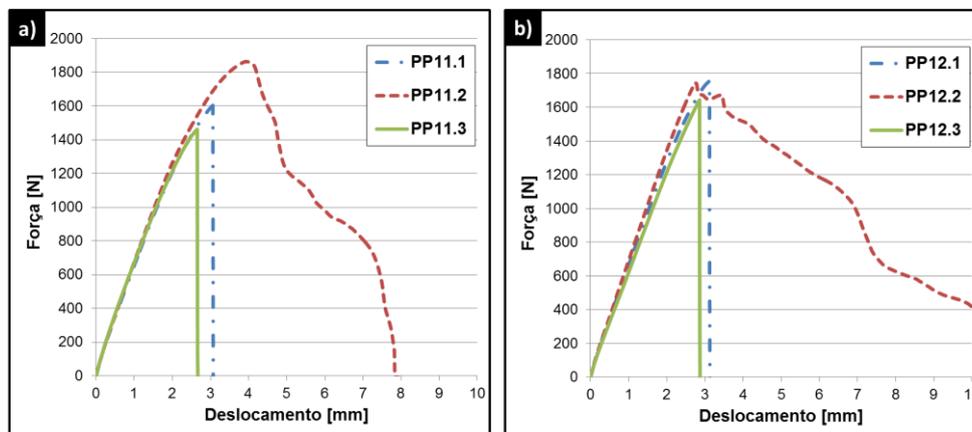


Figura 0-6- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP11 (a) e PP12 (b)

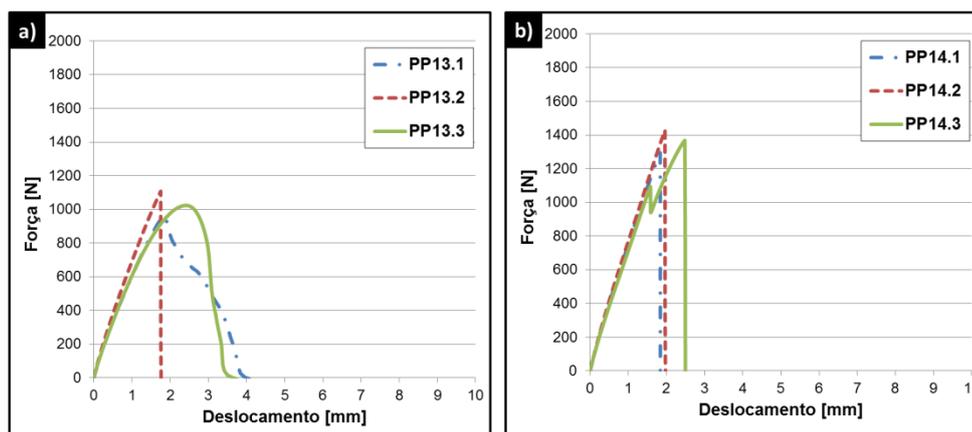


Figura 0-7- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP13 (a) e PP14 (b)

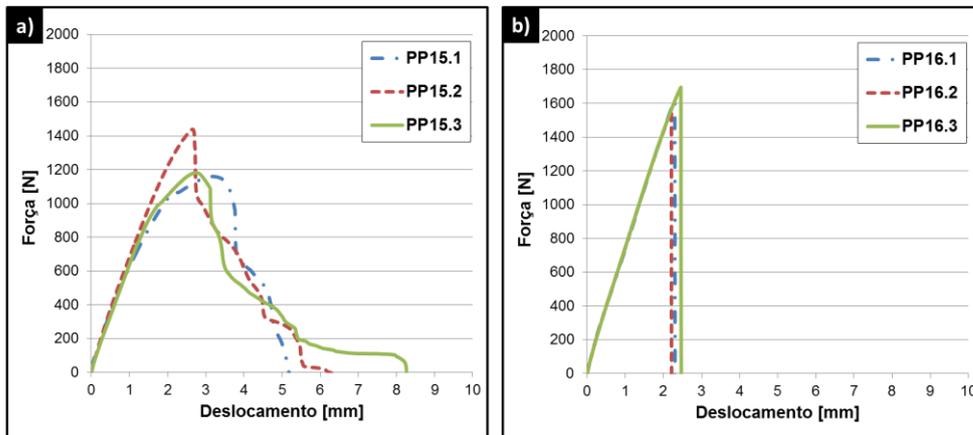


Figura 0-8- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP15 (a) e PP16 (b)

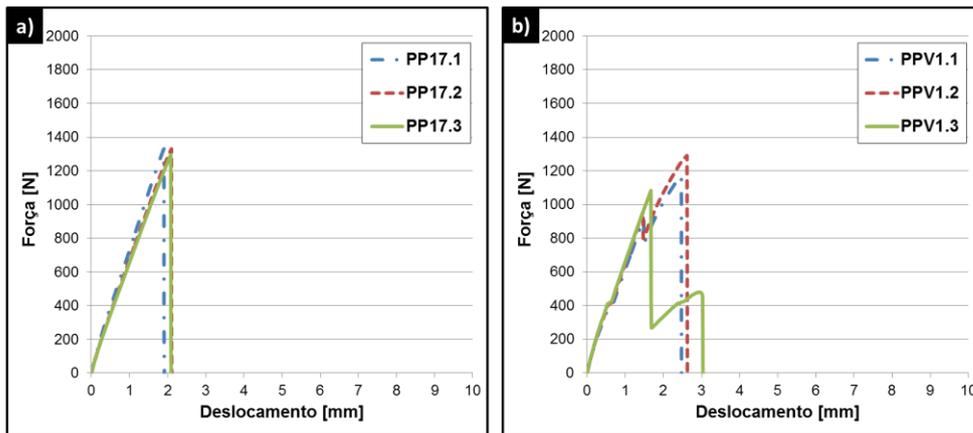


Figura 0-9- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PP17 (a) e PPV1 (b)

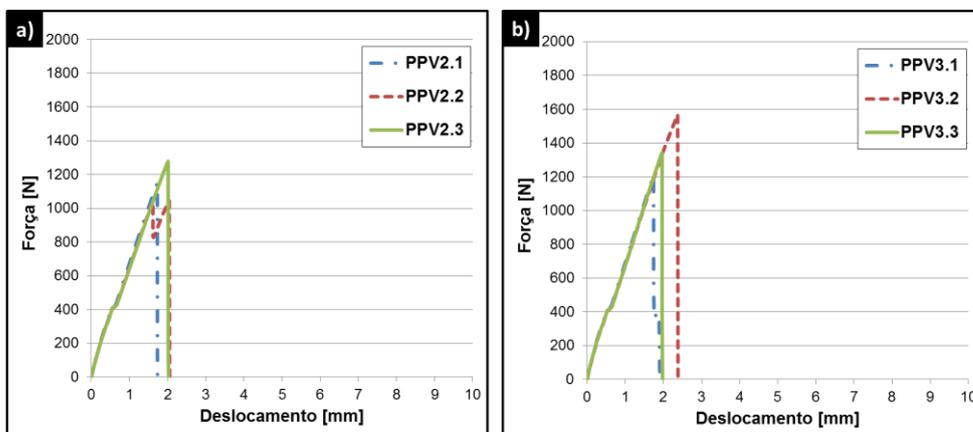


Figura 0-10- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PPV2 (a) e PPV3 (b)

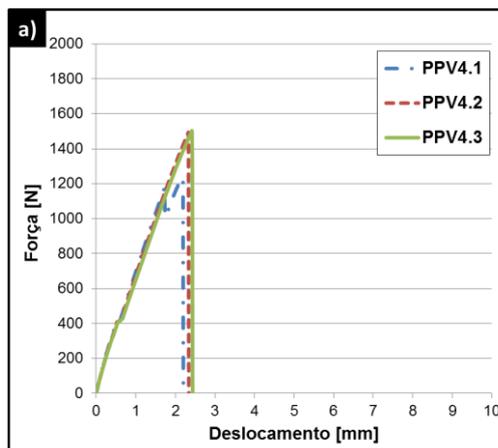


Figura 0-11- Curvas do ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento sob tração para a condição PPV4 (a)