

6º CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO EM PETRÓLEO E GÁS



TÍTULO DO TRABALHO:

ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO E MICROESTRUTURA DE COMPOSTOS CERÂMICOS UTILIZADOS COMO VEDAÇÃO DE BOMBAS PARA TRANSPORTE DE FLUÍDOS

AUTORES:

Rodrigo Portavales Silva¹, Celio Albano da Costa Neto²

INSTITUIÇÃO:

M.Sc., rodrigops@metalmat.ufrj.br, ¹Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, UFRJ, ²Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica, UFRJ

Este Trabalho foi preparado para apresentação no 6º Congresso Brasileiro de Pesquisa e Desenvolvimento em Petróleo e Gás- 6º PDPETRO, realizado pela a Associação Brasileira de P&D em Petróleo e Gás-ABPG, no período de 09 a 13 de outubro de 2011, em Florianópolis-SC. Esse Trabalho foi selecionado pelo Comitê Científico do evento para apresentação, seguindo as informações contidas no documento submetido pelo(s) autor(es). O conteúdo do Trabalho, como apresentado, não foi revisado pela ABPG. Os organizadores não irão traduzir ou corrigir os textos recebidos. O material conforme, apresentado, não necessariamente reflete as opiniões da Associação Brasileira de P&D em Petróleo e Gás. O(s) autor(es) tem conhecimento e aprovação de que este Trabalho seja publicado nos Anais do 6ºPDPETRO.

ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO E MICROESTRUTURA DE COMPÓSITOS CERÂMICOS UTILIZADOS COMO VEDAÇÃO DE BOMBAS PARA TRANSPORTE DE FLUÍDOS

Abstract

The mechanical seals linkages are the main elements of a mechanical seal. These components are used in oil industry to minimize or eliminate leakage in centrifugal pumps. The use of silicon carbide (SiC) has allowed an increase on the useful life and the reliability of the fence and, thereby, a prevention of leakage of chemicals products to nature. This work aims to study the processing condition, as well as the mechanical behavior and microstructure of silicon carbide processed by the technique of reaction bonded (Reaction Bonded Silicon Carbide - RBSiC) to establish a condition that optimizes the properties and performance of the material. Material characterization was done by analyzing the flexural strength, elastic modulus, hardness, density and microstructure. An important question is examined the reproducibility of the process, because the objective is to obtain a processing condition that can be reproduced on an industrial scale. Until the moment the results obtained area compatible with the best results reported in the literature.

Introdução

As sedes de selos mecânicos são utilizadas para sustentação de selos que minimizam ou eliminam vazamentos em bombas centrífugas. A capacidade do conjunto sede/selo alcançar o objetivo de desempenho depende de uma variedade de fatores envolvendo o projeto de equipamentos, condições de operação e sistema de suporte. Incluindo nesta lista a seleção do material de construção do conjunto [1].

O selo mecânico é usado para selar a interface entre um eixo em rotação e uma carcaça estacionária. Isto é comumente observado em bombas centrífugas. Os selos mecânicos alcançaram sucesso ao longo dos anos devido à habilidade de minimizar ou eliminar vazamentos de fluídos para o meio ambiente ou atmosfera. Isto resultou em aumento na confiabilidade das vedações, redução de emissão e segurança pessoal e ambiental.

Apesar de parecer enganosamente simples o propósito dos selos (estanqueidade), o projeto dos componentes dos selos é um significativo desafio de engenharia. Para minimizar vazamentos a interface selante estacionária e em rotação é normalmente separada com um filme muito fino, da ordem de meio micrômetro. Como a face do selo, e da sede do selo operam juntas, existe um nível de contato que resulta em desgaste e geração de calor. No balanceamento dos requerimentos de estanqueidade e baixo desgaste, a seleção de materiais torna-se importante. Isto não é só imprescindível para as faces dos selos, mas para todos os componentes do selo que contribuem para sua habilidade de manter um filme fino de fluido aceitável [1].

Em situações onde o filme de fluido está ausente ou se rompe, as propriedades tribológicas do material são as responsáveis por evitar vazamentos e garantir a segurança do equipamento. As propriedades do carbetto de silício (SiC), tais quais, resistência à corrosão, resistência ao desgaste e estabilidade térmica e dimensional são a base do sucesso da aplicação deste material em selos e sede de selos mecânicos.

Este trabalho tem como objetivo estudar a condição de processamento, assim como, o comportamento mecânico e a microestrutura do carbetto de silício processado. Existem inúmeras rotas de processamento do SiC. A rota a ser estudada será a sinterização por reação, esta técnica é conhecida na literatura internacional como, “reaction-bonded” e o material resultante como “reaction-bonded silicon carbide” (RBSiC).

A técnica de processamento do RBSiC consiste em promover um processo de densificação do cerâmico através da reação entre silício e carbono. Este processo envolve a infiltração, por capilaridade, de silício fundido em um compactado poroso denominado corpo-verde composto por carvão de silício e carbono. Esta técnica apresenta vantagens particulares em relação às demais em termos de produção e custo, uma vez que neste processo o cerâmico pode ser produzido em temperaturas relativamente baixas (1400 – 1600 °C) e em menor tempo, além disso deve-se considerar que o componente sinterizado apresenta baixíssima ou nenhuma retração volumétrica permitindo a fabricação em seu formato final [2], isto não ocorre nas técnicas tradicionais.

Metodologia

Neste trabalho foram utilizados como matérias-primas para composição do corpo-verde um pó de carvão de silício denominado comercialmente de PREMIX, fornecido pela fabricante H.C. Starck e um coque de petróleo calcinado no laboratório a 2100°C, fornecido pela Petrocoque. Para infiltrar os corpos-verdes foi utilizado o silício fornecido pela fabricante Rima S.A., cuja pureza comunicada foi de 99%.

O corpo-verde foi preparado obedecendo à seguinte fração em massa: 80% de PREMIX e 20% de coque. A mistura PREMIX mais coque foi homogeneizada a seco em frascos contendo esferas de alumina durante 24 horas em moinho de rolo. Após a homogeneização a mistura foi peneirada. Os corpos-verdes foram conformados por prensagem uniaxial com 1,5 MPa.

O processo de infiltração dos corpos-verdes com silício foi realizado em atmosfera de argônio, seguindo o ciclo térmico apresentado na Figura 1.

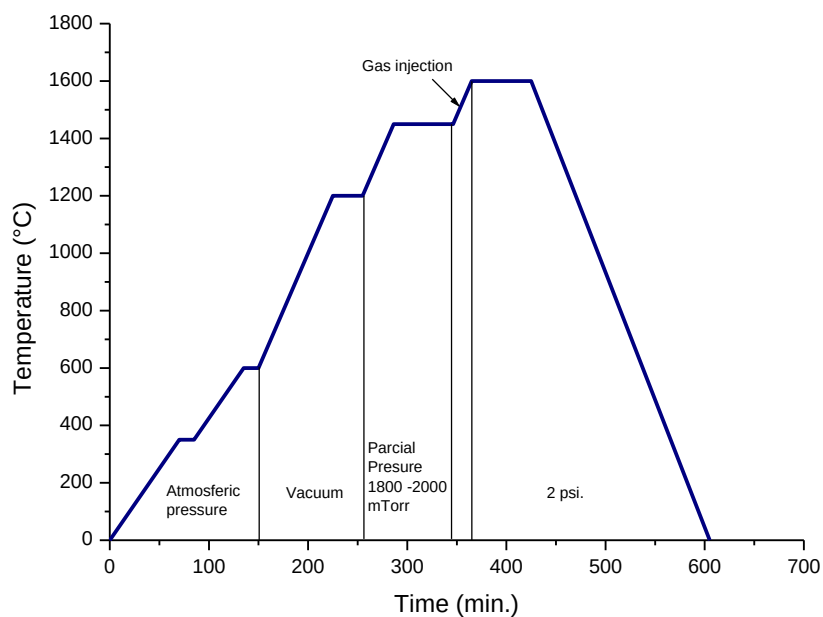


Figura 1 – Ciclo de sinterização em atmosfera de argônio

O material infiltrado foi caracterizado através dos ensaios de resistência mecânica a flexão a 4 pontos, módulo de elasticidade medido pela técnica de ultrassom, dureza medida pela técnica de indentação instrumentada, e densidade medida pelo método de Arquimedes. A análise da microestrutura do RBSiC foi feita através de observação em microscópio ótico.

A resistência do material ao choque térmico também foi avaliada. Um conjunto de 5 amostras foi aquecido a uma taxa de 5 °C/min até temperaturas que variam entre 300 e 700 °C. As amostras foram mantidas por 20 minutos em cada temperatura, e em seguida foram resfriadas até a temperatura ambiente em banho de água mantido a 25 °C. Após o resfriamento as amostras foram ensaiadas em flexão a 4 pontos.

Resultados e Discussão

O material processado aqui apresentou boas propriedades. Tais propriedades estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 – Propriedades do material infiltrado

Densidade média (g/cm ³)	Resistência à flexão (MPa)	Dureza (kgf/mm ²)	Módulo de elasticidade (GPa)	m
2,85	183	2243	270	7

O valor de densidade obtido aqui está compatível com os valores comumente reportados na literatura para um material de qualidade. Em geral, são observados valores de densidade entre 2,7 e 3,0 g/cm³ [3,4].

A caracterização mecânica do material infiltrado foi feita através de ensaio de resistência à flexão (MOR) em 4 pontos. A distância entre os roletes internos utilizada foi de 20 mm e entre os roletes externo de 40 mm. Foram usados 22 corpos de prova no ensaio a flexão para se obter o módulo de Weibull. O módulo de elasticidade (E) foi obtido por ultrassom e 5 corpos de prova foram utilizados. O comportamento típico apresentado pelo material foi linear elástico até a fratura, conforme mostrado na Figura 2.

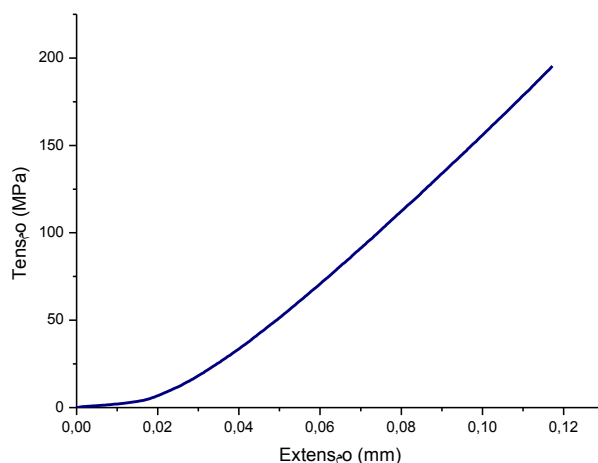


Figura 2 – Exemplificação do comportamento típico do RBSiC ensaiado em flexão a 4 pontos.

Scafe et al. [5] realizaram um estudo sobre o comportamento mecânico de vários RBSiC. Neste trabalho foi feita a análise da resistência à flexão em 3 pontos e do módulo de elasticidade para diversos tipos de RBSiC. Os valores de MOR variaram de 180 a 667 MPa e os de módulo de elasticidade variaram entre 164 a 375 GPa.

Utilizando o trabalho de Scafe et al. [5] como comparação, constata-se que o módulo de elasticidade do material aqui processado (270 GPa) está compatível com valores por eles medidos para uma fração volumétrica de SiC da ordem de 51%, que mostra-se similar ao material aqui processado, conforme pode ser observado na Figura 3. Esta micrografia representa a microestrutura característica do material, onde observa-se que o mesmo possui uma microestrutura bastante refinada, com grão de SiC muito pequenos interligados pelo finos veios de Si, e algumas lagos de Si residual.

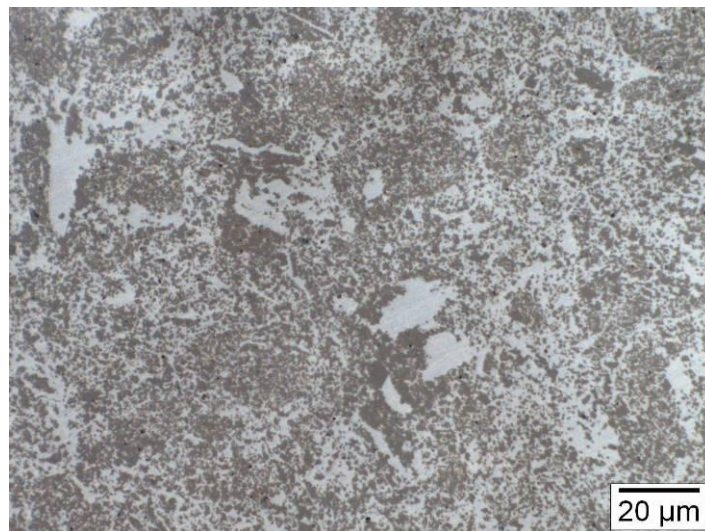


Figure 3 – Micrografia do RBSiC

Scafe et al [5] obteve um valor de médio de MOR, correspondente a fração volumétrica de 51% de SiC, de 402 MPa. Este valor foi obtido com ensaios de flexão a 3-pontos, corpos de prova com seção de 4 x 4 mm e distância entre roletes de 35 mm. A comparação direta dos valores de resistência à flexão não pode ser feita de forma direta [6], pois o volume efetivo aqui ensaiado é 4 vezes superior ao usado por Scafe. Todavia, assumindo o mesmo módulo e Weibull para os dois materiais ($m = 7$), uma aproximação válida, e utilizando a correção dos valores de MOR obtidos na nossa condições de ensaio em relação a condição de Scafe [7], o valor do MOR para o nosso material que seria obtido em um ensaio de flexão a 3-pontos seria de 348 MP.

Ungyu Paik et al. [3] processaram o mesmo tipo de material e fizeram a sua caracterização mecânica, utilizando ensaio de flexão a 4 pontos, área de 3 x 4 mm, e distância de roletes internos e externos de 10 e 20 mm, respectivamente. Obtiveram valores de MOR entre 260 e 310 MPa, o que poderia indicar valores mais elevados de resistência. Porém, empregando o mesmo conceito do volume efetivo usado acima, neste caso 2 vezes superior ao usado por Ungyu Paik, e o mesmo módulo de Weibull ($m = 7$), o valor médio de MOR aqui obtido seria de 317 MPa, um valor até superior ao obtido por eles.

Apesar das diferentes metodologias utilizadas na literatura para avaliar a resistência à flexão, os valores obtidos neste estudo estão dentro das faixas reportadas.

O valor de dureza obtido (2243 kfg/mm²) também está compatível com os valores reportados na literatura. Este material é bastante duro, por isso possui boa resistência ao desgaste. Na literatura são reportados valores de dureza entre 1700 e 2500 kfg/mm² [7,8,9]. O valor de dureza depende da quantidade da fase silício presente no material. Quanto maior a quantidade de silício menor é a dureza. Na Figura 4 está apresentado algumas indentações realizadas.

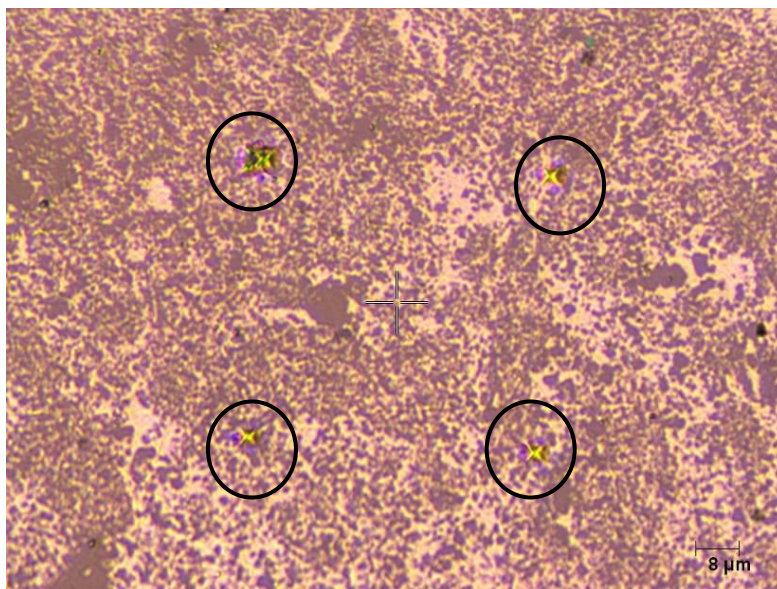


Figura 4 – Indentações do ensaio de dureza instrumentada.

Na Figura 5 está apresentado o gráfico obtido no ensaio de resistência ao choque térmico, conforme ASTM C 1525-04. Este tipo de avaliação é muito importante para as aplicações onde o material/componente seja submetido à abruptas variações de temperatura. Neste caso, os corpos de prova são aquecidos até uma temperatura e imersos em água a 25 °C, o que impõe um severo gradiente térmico e possível perda de resistência mecânica. Um parâmetro usado para avaliar a resistência ao choque térmico é o da diferença crítica de temperatura (ΔT_c), isto é, uma diferença de temperatura que produz uma redução de 30% na resistência mecânica do material, quando comparado com a média da resistência mecânica a flexão dos corpos de prova como recebidos [10]. A curva de variação de resistência ao choque térmico do presente material está mostrada na Figura 4, onde se observa que para temperatura de 400 °C ($\Delta T_c = 375$ °C) o material é praticamente insensível. A perda de resistência de 30% está associada a temperatura de 440 °C ($\Delta T_c = 415$ °C). Nota-se também que a redução de resistência não se deu de forma descontínua, mostrando que o material seria capaz se suportar algum nível de tensão para pequenos incrementos de ΔT acima de 415 °C.

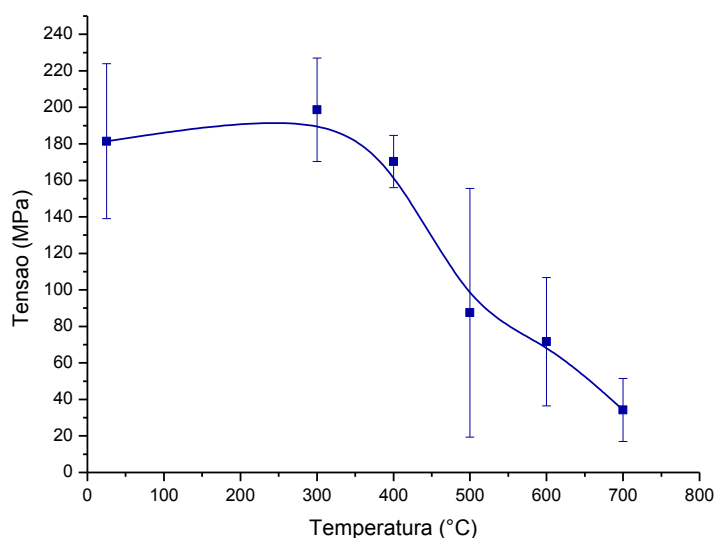


Figura 5 – Resistência a flexão em função da temperatura de aquecimento.

Conclusões

Os valores de densidade, dureza, módulo de elasticidade e resistência à flexão em 4-pontos medidas foram de 2,85 g/cm³, 2243 kgf/mm², 270 GPa e 183 MPa, respectivamente. Valores compatíveis com os apresentados na literatura, para o mesmo tipo de material.

A resistência ao choque térmico do material aqui processado foi de 415 °C, isto é, para $\Delta T_C = 415$ °C a perda de resistência mecânica foi de 30% em relação ao material como processado.

Com base nos resultados obtidos, pode-se dizer que estamos trabalhando com uma condição de processamento próxima da ideal faltando apenas pequenos ajustes. Com pequenos ajustes será possível em breve se fabricar um componente a base de RBSiC com excelentes propriedades.

Agradecimentos

À Agência Nacional do Petróleo (ANP-PRH 35), FINEP, PETROBRAS e DEPROCER pelo suporte a este estudo.

Referências Bibliográficas

- [1] HUEBNER, M. “Material Selection for Mechanical Seals”, In: *Proceedings Of The Twenty – Second International Pump Users Symposium*, pp.127-135 (2005).
- [2] WILHELM, M. et al, “Influence of resin content and compaction pressure on the mechanical properties of SiC-Si composites with sub-micron SiC microstructures”, *Journal of European Ceramic Society*, v 21 pp. 981-990 (2001).
- [3] UNGYU PAIK, HEYON-CHEOL PARK, SUNG-CHURL CHOI, CHANG-GI HA, JAE-WON KIM, YEON-GIL JUNG, “Effect of particle dispersion on microstructure and strength of reaction-bonded silicon carbide”, *Materials Science Engineering*, v. A334, pp. 267-274 (2002).
- [4] MATTHIAS WILHELM, MARTIN KORNFELD, WERNER WRUSS, “Development of SiC-Si Composites with fine-grained SiC Microstructures”, *Journal of the European Ceramic Society*, v. 19, pp. 2155-63 (1999).
- [5] E. SCAFE, G. GIUNTA, L. FABBRI, L. DI RESE, G. DE PORTU, S. GUICCIARDI. “Mechanical Behaviour of Silicon-Silicon Carbide Composites”, *Journal of the European Ceramic Society*, v. 16, pp. 703-713 (1996).
- [6] D. R. BUSH. “Desing ceramic components for structural applications”, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 2, pp. 851-862 (1993).
- [7] JOHN B. WACHTMAN Jr., “Structural Ceramics”, *Treatise on Materials Science and Technology*, v. 29, pp. 35 (1989), Academic Press, Inc – USA
- [8] LESZEK HOZER, JONQ-REN LEE, YET-MING CHIANG. “Reaction-infiltrated, net-shape SiC Composites”, *Materials Science Engineering*, A195, pp. 131-143 (1995)

[9] M. K. AGHAJANIAN, B.N. MORGAN, J.R. SINGH, J.MEARS, A. WOLFFE. “A new family of reaction bonded ceramics for armor applications”, *Pac Rim 4*, Maui, Hawaii , Paper no. PAC6-H-04-2001, 2001.

[10] ASTM C 1525 – 04 - Standard Test Method for Determination of Thermal Shock Resistance for Advanced Ceramics by Water Quenching