ANEXO B

Procedimento de ensaio de acordo com o ensaio NACE TM-0172

Metodologia NACE TM-0172

Preparação dos corpos-de-prova

A metodologia NACE TM-0172:2001 recomenda que o corpo-de-prova seja preparado da seguinte forma:

- Lixamento preliminar
- se o corpo-de-prova tiver sido utilizado anteriormente, mas estiver livre de ferrugem ou outras irregularidades, o lixamento preliminar pode ser omitido e o corpo-de-prova submetido apenas a preparação final da superfície como descrito mais adiante;
- se o corpo-de-prova for novo ou se qualquer parte de sua superfície apresentar ferrugem ou outras irregularidades, é recomendado que o corpo-de-prova seja limpo com precipitação de nafta de acordo com a ASTM D 91 ou acetona para remoção de inibidor, resíduos de óleo, e água. O corpo-de-prova pode ser guardado num laboratório com atmosfera seca até estar pronto para ser lixado para uso. Todas as irregularidades visíveis, pites, e riscos devem ser removidos da superfície do corpo-de-prova por lixamento;
- após a limpeza com nafta ou acetona, o corpo-de-prova não pode ser tocado com as mãos, em qualquer estágio, até que o ensaio esteja completo. Um pano livre de fiapos ou um tecido seco podem ser utilizados;
- o corpo-de-prova deve ser colocado no mandril do equipamento para lixar ou polir e girado numa velocidade de 1700 rpm a 1800 rpm enquanto a lixa de carbeto de silício de grana 100 é aplicada. As lixas usadas podem ser utilizadas para remover ferrugem ou irregularidades maiores, mas o lixamento deve ser finalizado com uma lixa nova;
- o lixamento final deve ser feito imediatamente ou o corpo-de-prova deve ser removido do mandril e armazenado em isoctano ou num dessecador até a sua utilização;
- corpos-de-prova reutilizados devem ser descartados quando o diâmetro estiver reduzido a 9,53 mm (0,375 polegadas).

- preparação final da superfície
- o corpo-de-prova deve ser retirado do isoctano ou dessecador, seco com um pano livre de fiapos e colocado no mandril;
- uma lixa nova deve ser esfregada longitudinalmente no corpo-de-prova parado até que toda a superfície, incluindo a extremidade curva mostre arranhões visíveis;
- o corpo-de-prova deve ser girado numa velocidade de 1700 rpm a 1800 rpm e desgastado envolvendo-o com uma lixa ao seu redor. As extremidades frouxas da lixa devem ser puxadas para baixo com uma pressão firme porém suave por 1 a 2 minutos até produzir uma superfície final riscada de maneira uniforme livre dos arranhões longitudinais;
- para garantir que a superfície plana dos corpos-de-prova rosqueados (aquela porção do corpo-de-prova perpendicular a haste rosqueada) esteja livre de produtos corrosivos, esta área deve ser lixada segurando um pedaço de lixa entre o mandril e a superfície plana e girando o corpo-de-prova por um curto período;
- o corpo-de-prova deve ser retirado do mandril sem tocá-lo diretamente e devem ser removidas quaisquer partículas finas esfregando suavemente com um pano livre de fiapos ou escovando levemente com uma escova de pelo de camelo;
- o corpo-de-prova deve ser fixado num suporte de plástico e então enxaguado completamente com tolueno ou xileno seguido por acetona, sendo que todos os solventes devem estar livres de contaminação de partículas de água (grau técnico ou melhor). Por último, o corpo-de-prova deve ser enxaguado com isoctano e colocado imediatamente no derivado de petróleo aquecido para ser ensaiado ou colocado dentro de um recipiente contendo isoctano. O corpo-de-prova pode mais tarde ser retirado deste recipiente, seco e colocado no derivado de petróleo aquecido.

Acessórios e equipamento

Segundo a metodologia NACE TM-0172:2001 para a realização do ensaio é necessário ter:

- <u>dispositivo de aferição de temperatura</u>: um dispositivo de aferição de temperatura;

- banho: um banho controlado por um termostato capaz de manter a temperatura da amostra em 38ºC ± 1ºC (100 F ± 2ºF). O banho deve ter uma tampa com orifícios de modo a acomodar os copos e o dispositivo de aferição de temperatura;
- copo: deve ser usado um béquer de 400 mL modificado de vidro tipo Berzelius que seja resistente ao calor e que não tenha bico. O copo deve ter aproximadamente 127 mm de altura quando medido dentro do copo no centro da base. O diâmetro interno deve ser de aproximadamente 71 mm. A modificação consiste de dois anteparos verticais que estão a 180 graus um do outro e se projetam a 10 mm dentro do copo. Os anteparos devem ter 102 mm em extensão e iniciar-se cerca de 14 mm do fundo do copo (Figura 1).

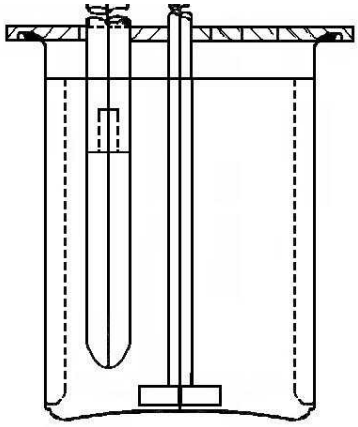

Figura 1 – Esquema do copo utilizado no ensaio.

- tampa: uma tampa do copo de vidro de superfície plana ou resina de polimetil metacrilato. Esta tampa deve possuir três orifícios, um para colocar o agitador, outro para o corpo-de-prova e, o último para colocar o dispositivo de aferição de temperatura;
- agitador: um agitador construído inteiramente em aço inoxidável no formato de um T invertido;
- aparelhagem de agitação: qualquer forma conveniente de aparelhagem de agitação capaz de manter uma velocidade de 950 rpm a 1050 rpm pode ser utilizada;

- equipamento de polimento e lixamento: um equipamento para fixar o corpo-de-prova e fazer o mesmo girar a uma velocidade de 1700 rpm a 1800 rpm.

Procedimento de ensaio

- o copo e a tampa devem ser limpos com um solução de limpeza aprovada, em seguida, devem ser lavados com água destilada para remover a solução de limpeza completamente e, por último, devem ser secos num forno;
- o agitador de aço inox deve ser limpo com precipitação de nafta ou isoctano de acordo com a ASTM D 91, em seguida, lavado com água quente e finalmente com água destilada e, por último, deve ser seco a uma temperatura não excedente a 65ºC (150 F), tal como num forno;
- 300 mL do derivado a ser testado deve ser adicionado ao copo e este colocado num banho de óleo o qual deve ser mantido a uma temperatura em que a amostra de derivado permaneça a (38 ± 1)ºC. O nível de óleo no banho não deve estar abaixo do nível de derivado dentro do copo;
- o copo deve ser coberto com a tampa após o agitador ter sido colocado no orifício adequado;
- o agitador deve ser ajustado de modo que o eixo esteja a 6,1 mm fora do centro do copo contendo a amostra de derivado e que a lâmina esteja afastada 2 mm do fundo do copo;
- o dispositivo de aferição de temperatura deve ser colocado no orifício adequado e ajustado de modo que o mesmo seja imerso a uma profundidade de 56 mm;
- o agitador deve ser acionado (1000 ± 50 rpm) e quando a temperatura da amostra de derivado alcançar (38 ± 1)ºC, o corpo-de-prova já preparado deve ser colocado no orifício adequado;
- após 30 min da imersão do corpo-de-prova, o dispositivo de aferição de temperatura deve ser removido temporariamente e deve ser adicionado 30 mL de água destilada através deste orifício. Em seguida, o dispositivo deve ser recolocado;
- a agitação deve ser mantida por mais três horas e meia a partir do momento em que a água foi adicionada;

- após este período, a agitação deve ser desligada e o corpo-de-prova deve ser removido;
- o corpo-de-prova deve ser lavado com tolueno ou xileno seguido de acetona.